

+12 2000 450
N° ORDRE

50376.
1999.
9
Année : 1999

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le grade de

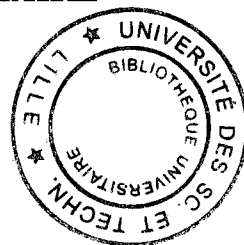
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

Spécialité : **CHIMIE ORGANIQUE ET MACROMOLECULAIRE**

par

BEHARY MASSIKA Nemeshwaree

Ingénieur ENSAIT



**TRIBOLOGIE DES FIBRES DE VERRE ET DE
POLYPROPYLENE ETUDIEE PAR LA MICROSCOPIE
A FORCE ATOMIQUE/FORCE LATERALE ET/OU PAR
LA MICROBALANCE ELECTRONIQUE DE CAHN**

Soutenue le 19 Janvier 1999 devant le jury composé de :

M. B. Lamy

M. P. Viallier

M. C. Caze

Mme G. Coulon

M. A. El. Achari

M. P. Henrat (Hexcel Fabrics S.A)

Rapporteur

Rapporteur

Directeur de thèse

Président

Examineur

Examineur



D 030 172097 6

REMERCIEMENTS

Au Professeur Claude Caze de m'avoir accueilli au laboratoire GEMTEX et d'avoir dirigé ma thèse. Merci pour ta confiance et tes conseils.

A Ahmida El. Achari, pour son aide précieuse dans le domaine d'utilisation de la microscopie à force atomique, et pour avoir accepté de faire partie du jury en tant qu'examinateur.

A monsieur Bernard Lamy, Professeur à l'Ecole Centrale de Nantes, au Laboratoire mécanique de matériaux et à monsieur Pierre Viallier, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Textiles de Mulhouse ; qu'ils reçoivent le témoignage de ma reconnaissance pour avoir accepté de faire partie du jury en tant que rapporteurs.

A monsieur P. Henrat de Hexcel Fabrics S.A. d'avoir accepté de faire partie du jury en tant qu'examinateur.

A Mme G. Coulon, qui m'a fait l'honneur d'accepter la présidence du jury.

A Anne Perwuelz et Mme Bellier, pour leur contribution dans le domaine de l'adhésion et de la statistique, respectivement.

A Melle V. Wolff, je te remercie pour ton amitié et ta collaboration scientifique qui m'ont été particulièrement précieux.

A tous les stagiaires que j'ai eu l'occasion d'encadrer, C. Campagne, S. Bharami et S. Guillemant au cours de leur stage au laboratoire.

A tous les membres du laboratoire GEMTEX, et l'ensemble de l'école..... Je leur remercie pour leurs aides et pour le climat d'amitié qu'ils ont su créer.

Je pense à vous.

Je dédie cette thèse à mon époux et à mon fils Navin

Je vous adore.

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE	7
------------------------------	----------

1^{ERE} PARTIE : TRIBOLOGIE - GENERALITES ET APPLICATIONS AUX FIBRES

INTRODUCTION	9
CHAPITRE 1 : HISTORIQUE ET PRESENTATION DU FROTTEMENT	10
I.1.1. HISTORIQUE	10
I.1.1.1. Lois d'Amonton	10
I.1.1.2. Théorie Coulombienne de frottement	11
I.1.1.3. Théorie désignée par adhérence-cisaillement (adhesion shearing)	11
I.1.2 LES PARAMETRES STATISTIQUES DE LA RUGOSITÉ DE SURFACE	16
I.1.3. FRICTION DE SURFACES CHIMIQUEMENT HÉTÉROGÈNES	17
CHAPITRE 2 : RELATION FROTTEMENT-ADHESION	18
I.2.1. CONTACT MECANIQUE SANS OU AVEC ADHESION ENTRE DEUX CORPS SOLIDES.	18
I.2.1.1. Contact sans adhésion	18
I.2.1.2. Contact avec adhésion	19
I.2.1.3. Hystéresis d'adhésion	23
I.2.2. COMPARAISON FROTTEMENT-ADHESION : FROTTEMENT STATIQUE-DYNAMIQUE	23
I.2.2.1. Frottement statique	24
I.2.2.2. Frottement cinétique-Dissipation d'énergie	24
CHAPITRE 3 : MOUVEMENT INTERMITTENT	26
I.3.1. INTRODUCTION	26
I.3.2. CAUSES DE STICK-SLIP	27
I.3.2.1. 1er mécanisme : Modèle de surface rugueuse	27
I.3.2.2. 2e mécanisme : Modèle du frottement-dépendant de la vitesse	27
I.3.2.3. 3e Mécanisme : Modèle de transitions de phase	29
I.3.2.4. Comparaison des trois mécanismes de stick-slip	30
CHAPITRE 4 : FROTTEMENT DES POLYMERES ET DES FIBRES	31
I.4.1. INTRODUCTION (DEFINITION)	31
I.4.2. FRICTION NON LUBRIFIEE DES POLYMERES	31
I.4.2.1. Influence de la structure des polymeres sur le coefficient de frottement	32
I.4.2.2. Influence de la température, vitesse, temps et charge sur le frottement des polymères	34
I.4.2.3. Grandes déformations aux points de contact	37

I.4.3. FROTTEMENT DES FIBRES	39
I.4.3.1. Friction en fonction de la charge dans le cas des fibres	39
I.4.3.2. Modèle structural du frottement dans le cas des fibres	40
I.4.4. MESURE DE FRICTION DES FIBRES (METHODOLOGIE)	43
I.4.4.1. Contact à un point - frottement sur un cylindre	44
I.4.4.2. Friction entre fibres enroulées l'une sur l'autre	45
I.4.4.3. Friction entre fibres mesurée par photodiode	45
I.4.5 MOUVEMENT INTERMITTENT LORS DES FROTTEMENTS DES FIBRES/FIBRES	46
I.4.5.1. Analyse qualitative	46
I.4.5.2. Analyse quantitative	46
CHAPITRE 5 : LUBRIFICATION DES FIBRES TEXTILES	48
I.5.1. INTRODUCTION	48
I.5.2. COMPORTEMENT DES FILS LUBRIFIES EN GENERAL	48
I.5.2.1. Condition de lubrification hydrodynamique.	49
I.5.2.2. Rupture du film hydrodynamique : passage à la condition limite	50
I.5.2.3. Lubrification mixte	55
I.5.2.4. Stick-slip dans la région de lubrification mixte ou limite.	56
I.5.3. EPAISSEUR MINIMUM DU FILM LUBRIFIANT	56
I.5.3.1. Epaisseur des films de lubrifiants en fonction de la pression appliquée	57
I.5.3.2. Mouillage du lubrifiant sur une fibre	58
I.5.4. INFLUENCE DES AUTRES PARAMETRES SUR LA LUBRIFICATION DES FIBRES	59
I.5.4.1. Influence de la rugosité sur la lubrification limite et hydrodynamique	59
I.5.4.2. Influence de la température sur les fibres lubrifiées	59
I.5.4.3. Influence de l'humidité relative sur les fibres lubrifiées	60
I.5.4.4. Influence du diamètre des guide fils sur le type de lubrification	60
I.5.4.5. Différents comportements suivant l'objet de contact (fil ou métal) et la nature du lubrifiant	60
I.5.5. CONCLUSION SUR LA LUBRIFICATION DES FIBRES	61
I. CONCLUSION	62

2^{EME} PARTIE : LES PRODUITS UTILISES ET LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES
--

CHAPITRE 1 : PRESENTATION DES FIBRES	63
II.1.1. LES FIBRES DE VERRE	63
II.1.1.1. Définition	63
II.1.1.2. Procédé de fabrication des fibres de verre	63
II.1.1.3. Propriétés	63
II.1.1.4. Applications	64
II.1.2. LES FIBRES DE POLYPROPYLENE	64
II.1.2.1. Définition	64
II.1.2.2. Procédé de fabrication	64

II.1.2.3. Les propriétés	65
II.1.2.4. Applications	66
II.1.3. NOTION D'ENSIMAGE	66
II.1.3.1. Le but de l'ensimage	66
II.1.3.3. Compositions des ensimages	67
II.1.3.4. Techniques d'ensimage	68
II.1.4. GARNITURE DE CARDE UTILISE POUR LES FIBRES DE POLY(PROPYLENE)	72
 CHAPITRE 2 : DESCRIPTION DE L'AFM (MICROSCOPE A FORCE ATOMIQUE) ; UTILISATION EN TANT QU'UN TRIBOMETRE	 73
II.2.1. INTRODUCTION	73
II.2.2. PRESENTATION DU MICROSCOPE A FORCE ATOMIQUE	74
II.2.2.1. Principe du Microscope à Forcé Atomique (AFM)	74
II.2.2.2. Le système de positionnement	76
II.2.2.3. Le microlevier à pointe intégrée	76
II.2.2.4. Imager en mode contact à une force constante : ajustage de la force de contact.	78
II.2.2.5. Influence des autres forces à l'interface.	80
II.2.2.6. Influences de divers paramètres sur la topographie de surface	81
II.2.2.7. Conclusions sur l'AFM	85
II.2.3. LE MICROSCOPE A FORCE LATERALE	86
II.2.3.1. Présentation	86
II.2.3.2. Classification de la force latérale : mesure de la force de frottement	87
II.2.3.3. Calibrations de la force de frottement	90
II.2.4. UTILISATION DE L'AFM/LFM POUR ETUDIER LES POLYMERES ET LES FIBRES	92
II.2.4.1. Etude de la morphologie de surface et de l'influence des traitements de surface sur celle-ci.	92
II.2.4.2. Etude de la lubrification par des liquides	93
II.2.4.3. Etude de la lubrification limite	93
II.2.4.4. "Dureté" des surfaces	94
II.2.5. CONCLUSIONS	94
 CHAPITRE 3 : TECHNIQUES DE MESURES DE FROTTEMENT ET D'ADHESION PAR LA MICROBALANCE ELECTRONIQUE CAHN	 95
II.3.1. INTRODUCTION	95
II.3.2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL	96
II.3.2.1. La balance Cahn	96
II.3.2.2. Montage pour la mesure du frottement	97
II.3.3. MESURE DU FROTTEMENT	98
II.3.3.1. Courbe typique obtenue	98
II.3.3.2. Grandeurs mesurées	99
II.3.3.3. Calculs d'erreurs	101
II.3.3.4. Exploitation des données	103
II.3.4. MESURE DE FORCE DE PULL-OFF	104
II.3.4.1. Introduction	104
II.3.4.2. Mise au point d'un dispositif experimental	104

II.3.5. CONTROLE DE L'HUMIDITE RELATIVE	105
II.3.5.1. Humidité relative	105
II.3.5.2. Contrôle de l'humidité relative	106
II.3.5.3. Influence de l'humidité relative sur le frottement des fibres de verre et polypropylene	107

3^{EME} PARTIE : TRIBOLOGIE DES FIBRES DE VERRE

CHAPITRE 1 : ANALYSE DES FIBRES DE VERRE ENSIMEES PAR L'AFM/LFM	111
III.1.1. METHODE INSTRUMENTALE DE POSE DE FILAMENT	111
III.1.2. LES RESULTATS ET INTERPRETATIONS	111
III.1.3. LES FIBRES DE VERRE CONTINUES (LONGUES)	112
III.1.3.1. Amidon	112
III.1.3.2. Les fibres avec agent liant époxy	124
III.1.3.3. Observation générale sur les fibres de verre continues	134
III.1.3.4. Conclusion sur les fibres de verre continues	134
III.1.4. FIBRES DE VERRE COURTES (DISCONTINUES)	135
III.1.4.1. Conclusion sur les fibres de verre courtes (discontinues)	144
III.1.5. CONCLUSION GENERALE	145
CHAPITRE 2 : FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DES FIBRES DE VERRE MESURE PAR LA MICROBALANCE CAHN	146
III.2.1. LES FIBRES DE VERRE A	146
III.2.1.1. Etude de frottement fibre/fibre à une charge de 1 mg	146
III.2.1.2. Influence de la vitesse	160
III.2.1.3. Influence de la charge sur le frottement	167
III.2.1.4. Influence de l'humidité relative sur le frottement	176
III.2.1.5. conclusion sur le frottement fibre/fibre de verre A	179
III.2.2. LES FIBRES DE VERRE E4	181
III.2.2.1. Etude de frottement à une charge et vitesse constante	181
III.2.2.2. Influence de la vitesse sur le frottement de la fibre E4	185
III.2.2.3. Influence de la charge sur le frottement de la fibre E4	187
III.2.2.4. Influence de l'humidité relative sur le frottement de la fibre E4	191
III.2.3. COMPARAISON DU FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DANS LE CAS DES FIBRES DE VERRE A ET FIBRE E4	191
II.2.4. CONCLUSION GENERALE SUR LE FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DE VERRE A ET E4	194

4^{EME} PARTIE TRIBOLOGIE DES FIBRES DE POLYPROPYLENE

IV.1. INTRODUCTION	195
IV.2. ETUDE DE FROTTEMENT FIBRE/FIBRE	196
IV.2.1. Etude tribologique de la fibre de polypropylène pur	196

IV.2.2. Etude de frottement des fibres de polypropylène enduites par des huiles	200
IV.2.3. Etude de frottement des fibres de polypropylène enduites par des tensioactifs	209
IV.3. ETUDE DE FROTTEMENT FIBRE/CARDE	217
IV.3.1. Etude de frottement fibre/carde pour les fibres de polypropylène	217
IV.3.2. Etude de frottement fibre/carde pour les fibres de polypropylène enduites par des huiles	218
IV.3.3. Etude de frottement fibre/carde pour les fibres de polypropylène enduites par des tensioactifs	220
IV.3.4. Conclusion générale sur le frottement fibre/carde en présence de lubrifiants	223
IV.4. CONCLUSION GENERALE SUR LA LUBRIFICATION DES FIBRES DE POLYPROPYLENE	223

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE	225
----------------------------	------------

REFERENCES

REFERENCES	229
-------------------	------------

ANNEXES

ANNEXE 1

Angle mouillant et dé mouillant	239
---------------------------------	-----

ANNEXE 2

Calcule et recherche d'angle de d'angle de contact fibre/fibre	240
--	-----

ANNEXE 3

Programmation pour le traitement des courbes de stick-slip	245
--	-----

INTRODUCTION GENERALE

La tribologie ou la science et technologie des surfaces en mouvement relatif a fait l'objet de plusieurs interrogations et investigations pendant ces quatre dernières décades [16]. La tribologie des fibres : frottement fibre/fibre ou fibre/autre surface de contact, mérite d'être étudiée ; ces phénomènes étant très importants lors de leur mise en oeuvre. Il est connu que le comportement au frottement des fibres dévie des lois classiques de frottement. Nous allons étudier le comportement au frottement des fibres de verre et de poly(propylène) ensimées (respectivement, avec un ensimage textilo-plastique et un ensimage textile), à l'échelle micrométrique et voir l'influence des facteurs environnementaux ou expérimentaux sur ces matériaux fibreux.

Le frottement joue un rôle principal dans le comportement des fibres, dans les procédés textiles et dans les propriétés de la structure finale (fils, tissés, non-tissés). Une valeur de frottement trop élevée ou trop faible pourrait nuire à l'efficacité et à la qualité du produit final. Les conditions optimums : bonne cohésion interfilaire et faible usure sont recherchées. Même si le frottement a fait l'objet de diverses études, le frottement des fibres est un peu plus complexe que les surfaces étudiées en général (métaux). Ainsi, dans la première partie de cette thèse, nous allons aborder succinctement les différents aspects de frottement en général et plus particulièrement celui des fibres.

Le travail expérimental de cette thèse s'articule autour de deux volets : le premier consiste à étudier le frottement des fibres de verre ensimées par l'AFM (le microscope à force atomique). L'AFM a été développé récemment par Binnig et al. en 1986 [57] à partir du microscope à effet tunnel (STM) pour observer la morphologie des surfaces des matériaux isolants à l'échelle du micromètre comme à l'échelle atomique. Cette première version permet d'obtenir la topographie de surface en mesurant la flexion d'un microlevier lorsque la micropointe fixée à son extrémité balaye la surface de l'échantillon. Nous avons utilisé l'AFM en tant que microtribomètre. Pour cela, simultanément à la mesure de la flexion, nous enregistrons la force latérale en mesurant la torsion de la pointe (LFM). Il devient alors intéressant de comprendre l'origine de cette force latérale et de la quantifier afin d'avoir accès à d'autres grandeurs physiques comme le coefficient de frottement entre la pointe d'AFM et la surface balayée.

Le deuxième volet de la thèse décrit l'utilisation d'une microbalance électronique pour mesurer le frottement fibre/fibre. L'objectif est d'être à une échelle un peu plus macroscopique que l'AFM. Après l'exploitation et traitement des courbes de "stick-slip" ("arrêt-glissade" dû au frottement intermittent), nous avons étudié l'influence de différents paramètres : l'humidité, la charge et la vitesse de frottement. Le montage nous a également permis de mesurer l'adhésion entre deux fibres (égale à

la force de "pull-off") et de mieux comprendre le frottement intermittent (plus particulièrement le frottement statique). Dans la dernière partie, nous avons étudié au moyen d'une microbalance le frottement fibre/fibre et fibre/métal des fibres de poly(propylène), lesquelles ont été enduites par des esters ou des tensioactifs.

Cette étude nous permettra de mieux comprendre la tribologie des fibres : le frottement, l'adhésion, l'usure et la lubrification.

1^{IERE} PARTIE

**TRIBOLOGIE - GENERALITES
ET APPLICATIONS AUX FIBRES**

I. INTRODUCTION

Pendant sa fabrication, sa transformation et son utilisation au cours des divers procédés textiles, la fibre est en contact perpétuel (avec ou sans frottement), soit avec un des multiples organes (en général un support métallique) d'une machine (de cardage, de filature, de tissage, de machines à coudre, etc...), soit avec une autre fibre (dans un filé de fibre, un fil continu ou un non tissé).

Il est vrai qu'une bonne cohésion est primordiale pour une bonne tenue des fibres dans un fil ou un non tissé. En revanche, si le frottement (fibre/fibre ou fibre/métal) est élevé, il entraînera l'usure et la cassure des brins interfilairentaires, ce qui conduira à une mauvaise qualité des produits finis.

Il apparaît donc nécessaire de comprendre le phénomène cohésion/frottement et d'y apporter une résolution optimale. Cependant, il est à noter que pendant un procédé textile, d'une part les ensimages utilisés en quantité infime ne sont pas toujours uniformément répartis, et d'autre part le frottement dégrade l'ensimage. En conséquence, la tribologie des fibres devra prendre en compte d'une part les contacts de la fibre nue et d'autre part les contacts mettant en jeu la fibre ensimée.

Nous nous sommes intéressés à la tribologie des métaux (surfaces qui sont généralement en contact avec les fibres), et des polymères (constituants des fibres textiles). Nous ferons également une étude bibliographique sur la tribologie des fibres et sur la lubrification des métaux et des fibres.

Nous avons aussi considéré l'influence de l'adhésion entre deux surfaces solides, laquelle, comme nous verrons plus tard, a des répercussions assez grandes sur le frottement.

CHAPITRE 1 : HISTORIQUE ET PRESENTATION DU FROTTEMENT

Le frottement et les aspects reliés à ce phénomène sont plus connus sous le nom de tribologie. La tribologie est la science et technologie des surfaces en interaction et en mouvement relatif qui prend aussi en compte l'adhésion, l'usure et la lubrification des corps étudiés. Le mot "tribologie" vient du mot grec "*tribos*" qui veut dire frottement.

1.1.1. HISTORIQUE [1]

Lorsqu'un corps glisse sur un autre, il se produit une résistance au mouvement appelée frottement. Quelle est la cause de ce frottement et que se produit-il réellement à la surface de contact des solides lors du glissement?

On considère généralement que le frottement est un inconvénient, et que depuis les temps les plus reculés, l'homme a fait des efforts ingénieux pour l'éliminer, ou le réduire à une valeur aussi faible que possible. L'inconvénient véritable est la détérioration causée par le frottement : usure et endommagements des surfaces. Néanmoins, il est des cas où le frottement est un phénomène beaucoup plus utile que nuisible.

Léonard De Vinci [1] apporta de notables contributions qualitatives sur ce sujet à la fin du XVe siècle, mais ce fut en 1699 que l'ingénieur français Guillaume Amontou établit les premières lois quantitatives sur le frottement.

1.1.1.1. LOIS D'AMONTON

Il existe deux lois fondamentales d'Amontou [1] sur le frottement :

⇒ 1^{ère} loi :

La force de frottement (F_f) est proportionnelle à la charge appliquée (N) (voir Figure 1). Si la charge est doublée en plaçant une brique au-dessus de l'autre, la force nécessaire pour provoquer le glissement est deux fois plus importante. Cela montre que pour chaque couple de surfaces en présence, le rapport effet/charge est constant ; ce rapport est appelé "coefficient de frottement" = " μ ".

$$\mu = \frac{F_f}{N} \quad (1)$$

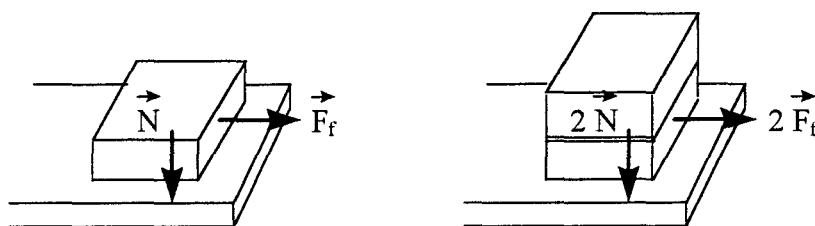


Figure 1 : La force de frottement est directement proportionnelle à la charge

Dans le cas d'une brique glissant sur une table très propre en bois, le coefficient de frottement " μ " est environ 0,5 : c'est-à-dire qu'une force égale à la moitié du poids de la brique est nécessaire pour la déplacer le long de la table. Le coefficient de frottement varie dans des larges limites suivant les substances. Pour la glace glissant sur de la glace par exemple, le coefficient de frottement est environ de 0,02 à 0,03, de sorte qu'une poussée égale au cinquantième du poids de glace provoquera son glissement.

Il faut noter que " μ " dépend de la nature des 2 surfaces de solides en contact ; il est caractéristique et constant pour un couple de matériaux donnés.

⇒ 2^{ème} loi :

La force de frottement est indépendante de la surface apparente de contact entre les corps solides. Si l'on fait glisser une brique sur une table, le frottement est le même que la brique soit posée à plat, sur le champ ou debout.

I.1.1.2. THEORIE COULOMBIENNE DE FROTTEMENT

Les observations d'Amontons furent vérifiées en 1871 par Coulomb [1] qui fit une nette distinction entre d'une part, le frottement statique, force nécessaire pour provoquer le glissement initial, et d'autre part, la friction dynamique, force nécessaire pour maintenir le glissement. Il montra que le frottement dynamique pouvait être plus faible que le frottement statique. Il établit la 3^{ème} loi :

⇒ 3^{ème} loi :

La friction dynamique est indépendante de la vitesse de glissement.

Coulomb envisagea aussi l'hypothèse dans laquelle la friction résulterait d'une adhérence moléculaire entre les surfaces en présence mais il la rejeta, car la friction devrait être proportionnelle à la surface des corps glissants, alors qu'elle en est indépendante. En conclusion, il pensa que la friction est due à l'enchevêtrement des surfaces et représente (en grande partie) le travail de levage de la charge au-dessus des sommets des aspérités. Comme nous le verrons plus loin, sa première idée est en fait plus correcte. La friction est due en grande partie à l'adhérence moléculaire entre les surfaces en présence.

I.1.1.3. THEORIE DESIGNEE PAR ADHERENCE-CISAILLEMENT (ADHESION SHEARING)

En 1950, Bowden et Tabor [2] expliquèrent la signification de " μ " en proposant la théorie adhérence-cisaillement. L'adhésion se développe au point de contact entre deux corps, laquelle doit être cisailée pour qu'il y ait glissement. Conformément à leur théorie, la résistance au mouvement le long d'une surface de contact est la somme de la force destructive de cisaillement " F_s " et de la résistance à la déformation " F_d " de la partie en contact :

$$F_f = F_s + F_d \quad (2)$$

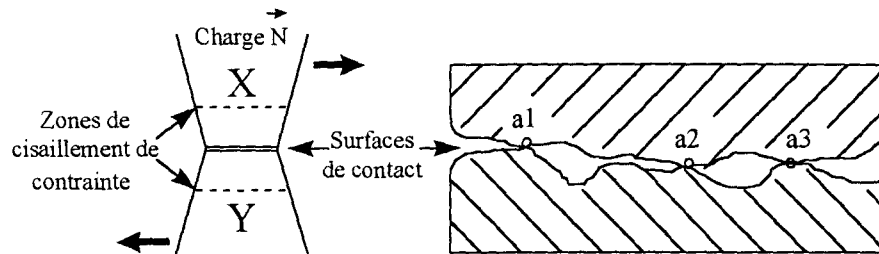


Figure 2 : Surface de contact entre deux solides

Pour les surfaces rigides et lisses, le terme F_d , étant beaucoup plus petit que F_s , peut être négligé et l'on peut écrire :

$$\boxed{F_f = A \cdot \tau} \quad (3)$$

- * A = aire de contact réelle = $\sum a_i$ (voir Figure 2)
- * τ = la contrainte de cisaillement/unité de surface.

I.1.1.3.1. Région de contact A

Les surfaces, même les plus polies, sont grossières à l'échelle atomique [3]. Le contact se produit aux deux extrémités des pics des surfaces comme nous le montre la Figure 2.

L'aire de contact réelle (A) est très petite devant l'aire de contact apparente A' . C'est la nature de la distribution statistique de la géométrie de surface qui explique la validité de la 2^{ème} loi d'Amonton. L'aire de contact réelle (A) peut être calculée si les profils de contact sont connus par des mesures de rugosité (voir I.1.2) à l'aide de diverses techniques (profilomètre, sections obliques, méthodes optiques interférentielles, microscopie électronique, microscope à force atomique).

➤ déformation dans la région de contact

Considérons une aspérité caractéristique comme une portion de sphère de rayon "R", et supposons que la surface sur laquelle elle repose soit localement plane. Si la déformation est *purement élastique* au point de contact, elle peut s'exprimer par l'équation de Henrich Hertz (voir I.2.1.1) concernant la déformation élastique des surfaces sphériques. La région de contact est un cercle de rayon "a" dont la valeur dépend des modules d'élasticité de Young des 2 solides en contact (E_1 et E_2).

➤ température aux points de contact [1]

L'énergie perdue durant le glissement est dissipée principalement sous forme de chaleur dans les petites régions de contact. Comme la surface réelle de contact est très petite, cette énergie a une très grande influence sur la température développée durant le glissement [3]. Des calculs tout à fait élémentaires de la quantité de chaleur libérée et de sa vitesse de propagation font supposer que la température prenant naissance sur les couches superficielles peut être élevée.

La première méthode [1] utilisée pour calculer théoriquement les températures développées entre deux corps glissant date de 1936. Pour un cylindre en frottement sur une surface plane (Figure 3) à une vitesse V et sous une charge N , on montre que la chaleur se développe uniformément sur la surface circulaire de contact.

Si " α " est la fraction de chaleur de friction qui pénètre dans le cylindre, " k_2 " la conductivité thermique du cylindre et " σ " la chaleur perdue par cm^2 et par degré, on peut montrer que l'élévation de température à l'interface de contact est donnée par la relation ci-dessous :

$$\Delta T = \frac{\alpha \mu g N V}{J \pi r} \sqrt{\frac{1}{2 \sigma k_2 r}} \quad (4)$$

" J " = 4,18 joules est l'équivalent mécanique de la calorie et " μ " est le coefficient de frottement.

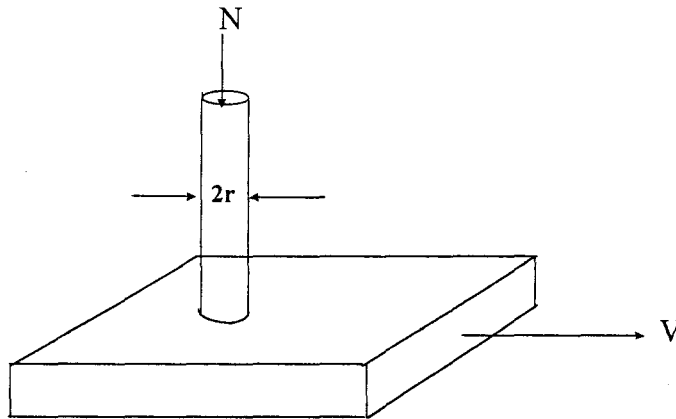


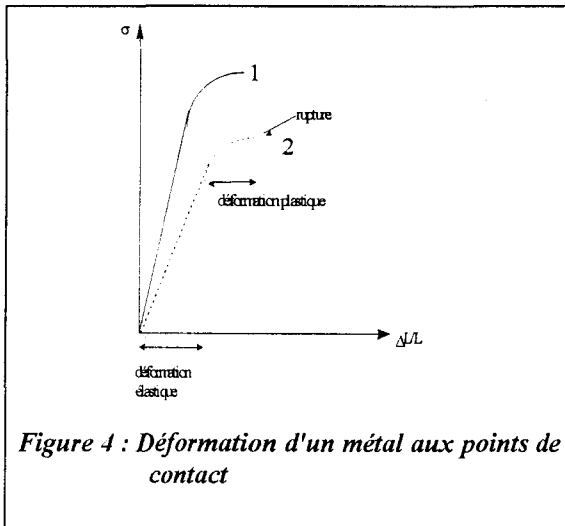
Figure 3 : Modèle physique pour calculer théoriquement les températures de surface

Il est clair que l'élévation de température est proportionnelle à la vitesse de glissement V et à la charge N . En utilisant cette relation pour des calculs quantitatifs, et en supposant que le coefficient de frottement est non nul, on trouve pour des charges modérées et des vitesses de glissement de l'ordre de 100 cm/s, que la température atteint plusieurs centaines de degrés.

➤ influence de la vitesse (pour les métaux)

La vitesse relative affecte la température locale, le degré de durcissement des métaux et les valeurs de labourage et du cisaillement. Bowden et Tabor [1] affirment que le coefficient de frottement tend à décroître avec une augmentation de la vitesse à cause de la formation d'une pellicule mince produite par l'échauffement du métal (ce phénomène apparaît aux vitesses modérées pour la glace, et aux vitesses très élevées pour les métaux). Ceci est en contradiction avec la loi de Coulomb qui suppose que " μ " est indépendant de la vitesse de glissement.

I.1.1.3.2. Rôle du cisaillement : explication de la loi d'Amonton



Considérons 2 surfaces métalliques (de module d'élasticité différent : $E_1 > E_2$) en contact. Lorsque la charge augmente, la pression P croît jusqu'à ce qu'elle atteigne la valeur correspondant à la limite d'élasticité du métal qui est moins dur. A ce moment une déformation plastique de ce même matériau commence (Figure 4 et Figure 5).

Si on continue à augmenter la charge, la déformation plastique et l'aire de contact s'accroît davantage ; pour une charge relativement élevée, la pression atteint une valeur à peu près stable.

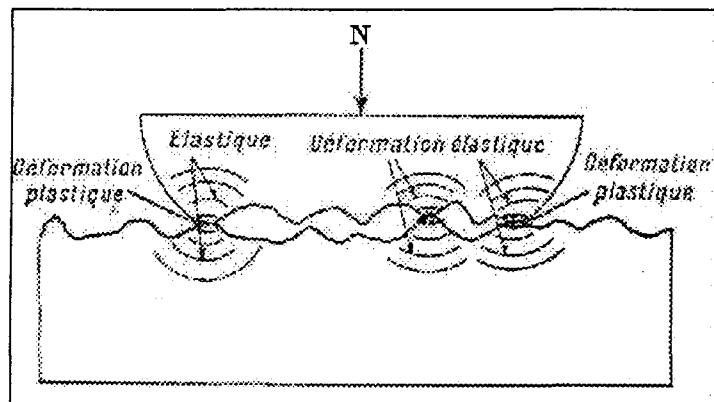


Figure 5 : Schéma illustrant la déformation plastique aux points de contact réel. En ces points il y a formation de jonctions, et les régions environnantes se déforment élastiquement

La déformation est maintenant plastique en totalité, et la pression agissant sur l'aspérité est notée P_y (pression à la rupture).

L'aire de contact A est déterminée par la pression à la rupture (P_y) et la charge N :

$$A = \frac{N}{P_y} \quad (5)$$

Pour la plupart des métaux, P_y varie entre 10-100 kg/mm², et donc pour une charge de 10 kg, l'aire réelle de contact serait à peu près égale à 10⁻³ cm² (valeur estimée par des mesures de conductivité).

L'équation (3) devient alors :

$$F_f = \left[\frac{\tau}{P_y} \right] \cdot N \quad \text{et par conséquent} \quad \boxed{\mu = \tau / P_y} \quad (6)$$

On retrouve la loi d'Amonton. Le coefficient de frottement " μ " est alors uniquement dépendant des propriétés du matériau ayant le module de Young le plus faible " E_2 " : son cisaillement par unité de surface " τ ", et sa pression à la rupture " P_y ". Cependant, la loi d'Amonton n'est pas valable si l'un des matériaux est trop mou ou lorsque la charge appliquée est trop faible.

Dans le cas où la limite d'élasticité n'est pas atteinte (*charges faibles*), l'aire de contact n'est plus proportionnelle à la charge. Tabor [1] a démontré que pour un objet hémisphérique sur une surface plane, l'aire est proportionnelle à la puissance 2/3 de la charge :

$$\boxed{A = K \cdot N^{2/3}} \quad (7)$$

où K est une constante

I.1.1.3.3. Labourage - déformation [3]

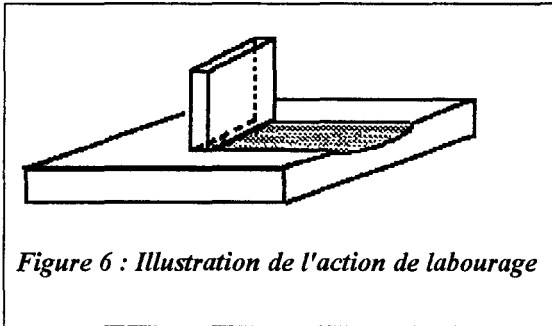


Figure 6 : Illustration de l'action de labourage

Le frottement, qui est une résistance au mouvement, n'est pas seulement fonction de la force destructive de cisaillement. Intervient également la résistance à la déformation F_d qui est la force nécessaire pour déplacer un matériau dur sur un métal doux. Pour les métaux de duretés différentes, celui qui est plus dur va labourer le plus doux.

En général F_d est proportionnelle à la section transversale A' du glisseur supérieur.

$$F_d = k \cdot A' \quad (8)$$

A' section transversale du chemin labouré (= aire de contact apparente).

I.1.2 LES PARAMETRES STATISTIQUES DE LA RUGOSITÉ DE SURFACE [4]

Quels que soient les soins entrepris pendant la préparation d'une surface, elle possède néanmoins une certaine rugosité. La quantification de cette rugosité est difficile mais celle-ci peut être caractérisée par des différences de niveau par rapport à un plan moyen. A cet effet, il existe des paramètres statistiques permettant de décrire la rugosité.

Il est important de noter qu'un seul paramètre ne peut pas décrire de manière adéquate la géométrie de surface, cependant les deux plus simples et les plus utilisés sont R_a (rugosité moyenne arithmétique) et RMS (root mean square) ou R_q .

$\Rightarrow R_a$: est la distance moyenne de la surface par rapport à un *plan central* et est calculée en utilisant la relation :

$$R_a = \frac{1}{L_x \cdot L_y} \cdot \int_0^{L_y} \int_0^{L_x} |f(x, y)| \cdot dx dy \quad (9)$$

où $f(x, y)$ est la surface relative au plan central et L_x et L_y sont les dimensions de la surface.

L'inconvénient que présente la valeur de R_a est qu'elle ne tient pas compte du profil de surface : par exemple dans la Figure 7 les deux profils (b) et (c) ont la même R_a , bien qu'ils soient différents.

Le deuxième paramètre RMS ou R_q permet de palier à ce problème.

$\Rightarrow$ RMS ou R_q : est l'écart-type des valeurs de Z dans une surface donnée (Z étant la hauteur de surface par rapport à un plan central (Figure 7)).

$$R_q = \sqrt{\frac{\sum (Z_i - Z_{\text{moy}})^2}{N}} \quad (10)$$

- * Z_{moy} est la valeur moyenne de Z d'une surface donnée,
- * Z_i est la valeur courante de Z ,
- * N le nombre de points d'une surface donnée.

D'autres paramètres statistiques sont :

- $\Rightarrow R_{\text{max}}$: Ecart entre le plus haut sommet et le creux le plus profond, relatif au plan moyen.
- $\Rightarrow R_z$: Ecart entre les cinq sommets les plus hauts et les cinq creux les plus profonds.

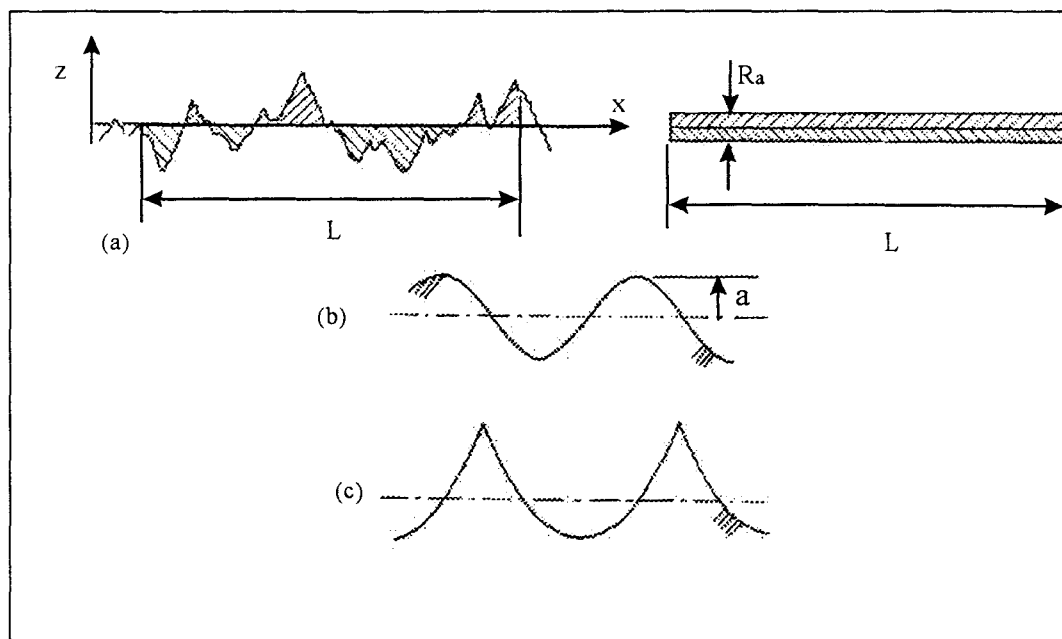


Figure 7 : La valeur R_a sur une longueur L . Les endroits hachurés sont équivalents.
Les deux profils : (b) et (c) ont la même R_a

I.1.3. FRICTION DE SURFACES CHIMIQUEMENT HÉTÉROGÈNES

Des études de frottement effectuées sur des surfaces métalliques polluées avec des gaz adsorbés ou des fragments d'oxyde de ces métaux, montrent que le coefficient de frottement est plus faible comparé à celui d'un contact métal-métal.

Bowden & Tabor [1] ont établi pour de telles surfaces hétérogènes la relation suivante :

$$F_f = A. [\alpha. \tau_m + (1 - \alpha) \tau_0] \quad (11)$$

où α est la fraction de surface ayant un contact de surface de type métal-métal, τ_m et τ_0 sont les contraintes de cisaillement du métal et de l'oxyde respectivement.

CHAPITRE 2 : RELATION FROTTEMENT-ADHESION

I.2.1. CONTACT MECANIQUE SANS OU AVEC ADHESION ENTRE DEUX CORPS SOLIDES.

I.2.1.1. CONTACT SANS ADHESION

Considérons une sphère rigide sur une autre surface plane rigide : l'aire de contact est nulle (Figure 8).

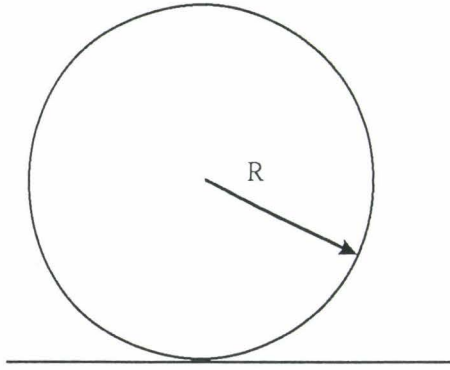


Figure 8 : Contact sans adhésion

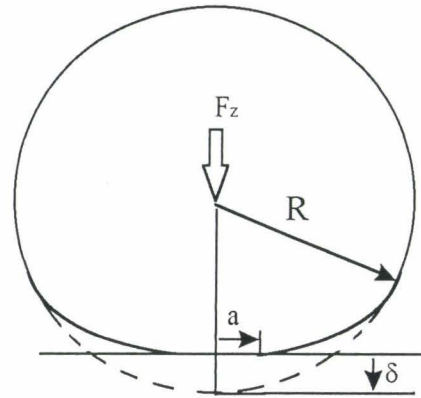


Figure 9 : Déformation hertzienne, une sphère déformable sur un plan rigide.

Considérons maintenant une sphère déformable sur un plan rigide (Figure 9) : sous une charge " F_z ", la sphère va s'aplatir au point de contact tel que la surface de contact augmente. Cette surface est un cercle de rayon " a ".

Si la déformation est *purement élastique* au point de contact, elle s'exprime par l'équation de Henrich Hertz [1]. Le rayon de contact " a " est relié au module de Young et au coefficient de Poisson de chaque matériau par la relation :

$$a = (F_z \cdot R \cdot \kappa)^{1/3} \quad (12)$$

- * R = rayon de courbure de la sphère
- * κ = est le module élastique réduit tel que :

$$\kappa = \frac{3}{4} \left(\frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \right) \quad (13)$$

ν_1 , ν_2 et E_1 , E_2 sont respectivement les coefficients de Poisson et les modules de Young des 2 matériaux en contact.

Pour un cylindre en contact orthogonal avec un autre cylindre J.A Williams [4] a démontré que le rayon de contact " a " est tel que R (de l'équation (12)) est exprimé par la relation :

$$\boxed{\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}} \quad (14)$$

où R_1 et R_2 sont les rayons de courbures des deux cylindres respectivement (voir aussi [5]).

I.2.1.2. CONTACT AVEC ADHESION

A côté du module de Young ou du coefficient de Poisson, un corps solide élastique isotrope possède une énergie superficielle γ [6].

I.2.1.2.1. Définition thermodynamique de l'énergie de surface [7]

D'un point de vue thermodynamique, l'énergie de surface γ d'un composé à température T , pression P , composition constante n , peut être définie de la manière suivante :

$$\gamma = \left(\frac{\partial F}{\partial A} \right)_{T,P,n} \quad (15)$$

*"F" est l'énergie libre

*"A" est la surface

*" γ " représente l'énergie qu'il faut fournir pour augmenter la surface A d'une unité.

Les unités de " γ " sont des millijoules par mètre carré (mJ.m^{-2}) pour les énergies de surface des solides ou liquides et des millinewtons par mètre (mN.m^{-1}) pour les tensions superficielles des liquides.

Le travail de décohésion $W_c = 2\gamma$ représente est le travail nécessaire par unité de l'aire pour couper les liaisons le long d'un plan imaginaire et pour séparer réversiblement les deux parties du solide (Figure 10).

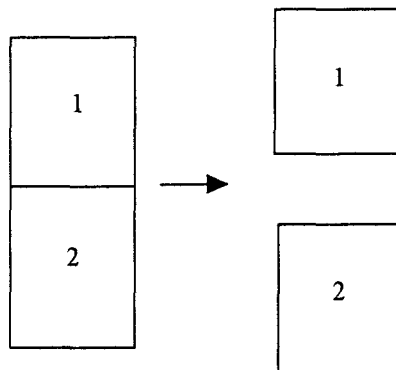


Figure 10 : Travail de décohésion

Cette énergie superficielle caractérise donc la nature des liaisons qui assurent la cohésion du solide à travers ce plan imaginaire. Ainsi, deux surfaces solides en contact peuvent être en cohésion à cause des forces adhésives. Ces forces naissent de l'énergie de surface des deux solides.

Deux différents modèles mécaniques : JKR (Johnson-Kendall-Roberts) et DMT (Derjaguin-Muller-Toparov) prennent en compte un contact mécanique élastique avec adhésion.

I.2.1.2.2. Modèle de Johnson-Kendall-Roberts (JKR : 1971) [8]

Ce modèle ne prend en compte l'énergie de surface ' γ ' qu'au contact (contrairement à la théorie de DMT). Les forces dues à l'énergie de surface ne modifient pas la déformation hertzienne mais elles vont augmenter l'aire de contact (Figure 11).

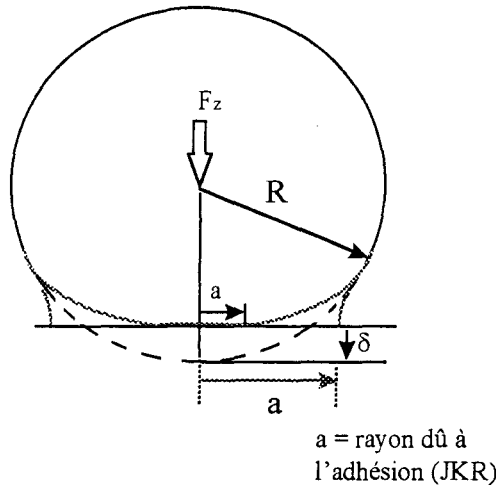


Figure 11 : Contact avec adhésion, selon JKR

Pour 2 matériaux identiques, la relation suivante donne le rayon de contact "a" :

$$a^3 = R \cdot \kappa \cdot \left[F_z + 6\pi R \gamma_{sv} + \sqrt{12\pi R \gamma_{sv} F_z + (6\pi R \gamma_{sv})^2} \right] \quad (16)$$

avec γ_{sv} = énergie de surface à l'interface solide/vapeur

A une charge nulle ($F_z = 0$), le rayon de contact est tel que :

$$a_0^3 = 12\pi R^2 \gamma_{sv} \kappa \quad (17)$$

Pour des charges négatives ($F_z < 0$), les solides adhèrent jusqu'à la force de retrait critique où les solides se détachent (Figure 12). Cette force de retrait ou de "pull-off" est donnée par :

$$F_{ad} = -3\pi R \gamma_{sv} \quad (18)$$

Au moment où les solides se détachent (Figure 12), le rayon de contact " a_{adh} " = $0,63a_0$.

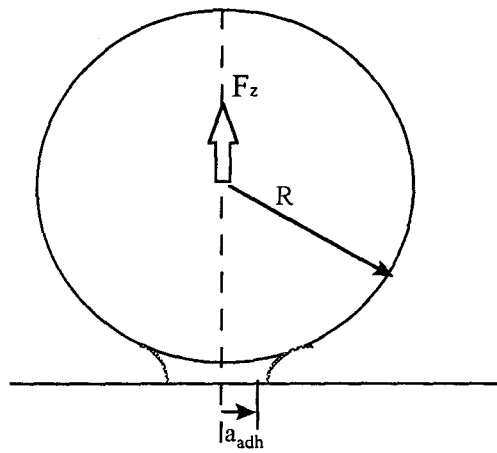


Figure 12 : Force de "Pull-Off"

Les équations de JKR permettent d'obtenir celles de Hertz en prenant $\gamma_{sv}=0$.

La théorie de JKR est surtout utilisée pour des matériaux élastiques (mous) ayant un module de Young faible, ou quand l'énergie de surface " γ " du matériau est très élevée.

Pour les matériaux (rigides) ayant un module de Young élevé, une énergie de surface faible aussi bien qu'un rayon de courbure faible, Pashley [9] a démontré que c'est la théorie de DMT qui s'applique.

1.2.1.2.3. Modèle de DMT(1975) [10]

Derjaguin-Muller-Toporov prennent en compte les forces d'adhésion à l'extérieur du contact contrairement aux théories de JKR et de Hertz. Dans leur approximation, ils considèrent que les forces moléculaires agissent dans une zone d'adhésion en forme d'anneau à l'extérieur du contact (Figure 13). **Ils prétendent que les forces d'adhésion ne sont pas capables de modifier le profil de l'aire de contact qui reste de type Hertzien**, comme si les forces d'adhésion ne pouvaient pas déformer les surfaces.

➤ L'approximation de Derjaguin :

Considérons deux sphères de rayon R_1 et R_2 séparées par une distance d telle que $R_1 \gg d$ et $R_2 \gg d$ (voir Figure 13). L'approximation de Derjaguin (1934) considère la force s'exerçant sur les sphères comme l'intégration de la force entre des *petites régions circulaires* opposées d'aire $2\pi x dx$ localement plates et distantes de $Z = d + z_1 + z_2$

L'interaction totale entre les deux sphères s'écrit :

$$F(d) = \int_d^{\infty} 2\pi x dx f(Z)$$

où $f(Z)$ est la force normale par unité d'aire. Le théorème de Chord $x^2 = 2R_1 z_1 = 2R_2 z_2$ nous donne :

$$Z = d + \frac{x^2}{2} \left[\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right] \text{ et } dZ = \left[\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right] x dx$$

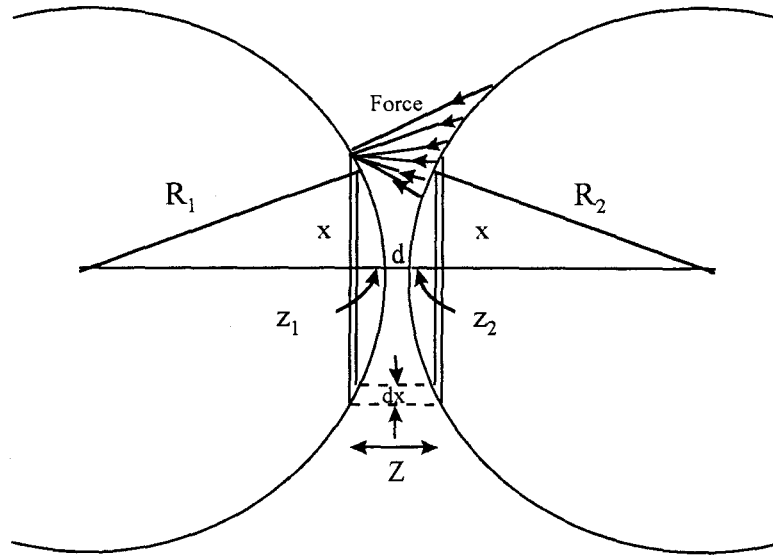


Figure 13 : Contact mécanique avec adhésion selon la théorie de DMT

L'interaction totale devient alors :

$$F(d) \approx \int_d^\infty 2\pi \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} f(Z) dZ = 2\pi \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} w(d)$$

où $w(d)$ est le potentiel pair entre deux atomes ou des petites molécules et pour $d=\sigma$ (diamètre d'un atome ou d'une molécule), $w(d)=2\gamma_{sv}$ (énergie de surface par unité de l'aire). D'où l'expression $F(\sigma)$ donnant l'énergie d'adhésion entre deux sphères :

$$\boxed{F(\sigma) = F_{ad} = -4\pi\gamma_{sv} R} \quad (19)$$

$$(\text{avec } \frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2})$$

➤ Approximation de DMT

Par une approche thermodynamique, Derjaguin-Müller et Toporov ont démontré que la force attractive au point de contact (aire de contact nulle) qui est $4\pi R\gamma_{sv}$ diminue rapidement à $2\pi R\gamma_{sv}$ avec l'approche de telle sorte qu'à charge nulle l'aire de contact est :

$$\boxed{a_0 = (2\pi R^2 \kappa)^{1/3}} \quad (20)$$

I.2.1.3. HYSTERESIS D'ADHESION

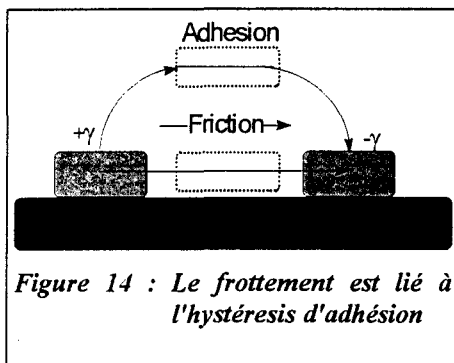
L'adhésion ou la force de cohésion entre deux solides n'est pas la même suivant la méthode de contact utilisée. Ainsi, nous pouvons différencier γ_R et γ_A :

- * γ_R est l'énergie de surface entre deux solides mesurée pendant la séparation de deux solides identiques, dans notre cas elle peut être déduite de la force de "pull-off" (équations 18 et 19),
- * γ_A est une mesure de cohésion pendant la mise en contact par l'approche de deux corps solides . γ_A peut être calculée à partir de l'équation de JKR (équation 16) si les valeurs de "a" et "R" et " κ " et " F_z " sont connues.

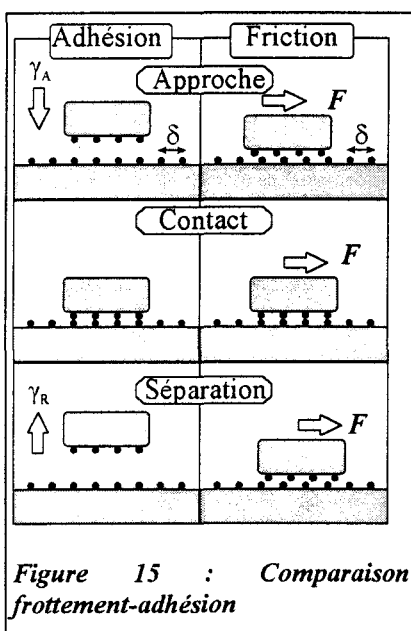
L'hystérésis d'adhésion est corrélé à l'hystérésis de mouillage (des solides par des liquides, voir annexe 1) qui est lui-même dû à plusieurs phénomènes : rugosité de surface, hétérogénéité de surface, mobilité et retournement en surface [11].

I.2.2. COMPARAISON FROTTEMENT-ADHESION : FROTTEMENT

STATIQUE-DYNAMIQUE [12] [13][14][15]



Depuis la nuit des temps, les scientifiques se sont interrogés sur la dépendance du frottement sur l'adhésion. Des expérimentations montrent que le frottement n'est pas toujours lié à l'adhésion mais il est plutôt dépendant de l'hystérésis, c'est à dire de la partie irréversible d'un cycle d'adhésion (approche et retrait qui font intervenir les énergies de surfaces γ_A et γ_R respectivement : Figure 14 et Figure 15).



A l'échelle moléculaire, les processus d'adhésion et de frottement peuvent être représentés par des cycles élémentaires (Figure 15).

Le cycle élémentaire de frottement fait intervenir des ruptures et des formations de liaisons similaires à ceux de l'adhésion, à chaque fois que les surfaces se déplacent d'une longueur moléculaire caractéristique, " δ ", pour une surface de contact apparente A' . La force de frottement due à l'adhésion est alors :

$$F = \frac{(\gamma_R - \gamma_A)}{\delta} \cdot A' \quad (21)$$

I.2.2.1. FROTTEMENT STATIQUE [12]

Pour initier le glissement, une force statique " F_s " doit être appliquée pour faire déplacer l'objet glissant sur la surface inférieure (Figure 16). Ceci équivaut à un travail qui dépendra de la force d'adhésion (F_{ad}) et de la charge appliquée (N).

Si " λ " est le déplacement vertical et " $\Delta\gamma$ " la fraction d'énergie de surface qui doit être vaincue pour initier le glissement, c'est à dire déplacer l'objet d'une distance " δ ", alors l'énergie de frottement qui entre en jeu est :

$$\Delta E_{fr} = F_s \times \delta = \Delta E_{ad} + \Delta E_{charge} \quad (22)$$

$$\Delta E_{ad} = \text{Energie nécessaire pour vaincre l'adhésion} = 2 \cdot \Delta\gamma \cdot A'$$

$$\Delta E_{charge} = \text{Energie nécessaire pour soulever la charge} = N \cdot \lambda$$

et la **force de frottement statique** qui est la force nécessaire pour initier le glissement est :

$$F_s = \frac{2 \cdot \Delta\gamma \cdot A' + N \cdot \lambda}{\delta} \quad (23)$$

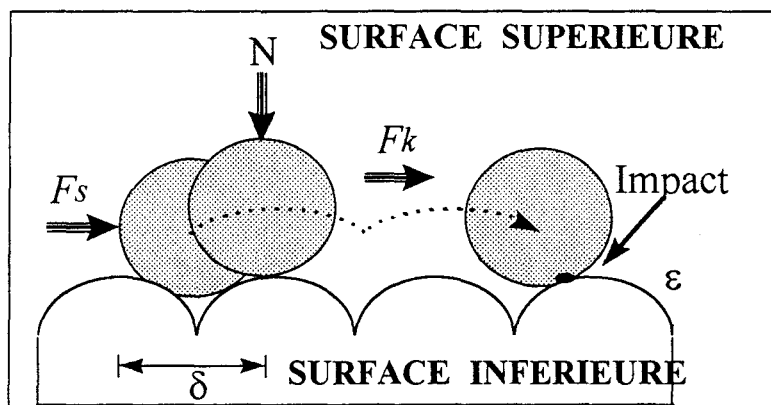


Figure 16: Illustration schématique des collisions moléculaires pendant un glissement avec frottement (on différencie le frottement statique du frottement cinétique).

I.2.2.2. FROTTEMENT CINÉTIQUE-DISSIPATION D'ÉNERGIE [13]

Pendant un mouvement continu, l'énergie de frottement est continuellement dissipée sous forme de chaleur dans la structure moléculaire du solide. Ceci augmente l'énergie cinétique des molécules à l'interface. Ainsi, seule une fraction ε ($\varepsilon < 1$) de l'énergie accumulée pendant la phase statique est transmise (dissipée ou absorbée) par cette structure : le glissement peut être maintenu à une force plus faible. Cette force est appelée la force de frottement cinétique ou dynamique et elle est donnée par :

$$F_k = \varepsilon \times F_s \quad (24)$$

Les relations (23) et (24) conduisent à la relation :

$$F_k = \left(\frac{2 \cdot \varepsilon \cdot \Delta\gamma}{\delta} \right) \cdot A' + \left(\frac{\varepsilon \cdot \lambda}{\delta} \right) \cdot N \quad (25)$$

On définit : $S_c = 2 \cdot \varepsilon \Delta\gamma / \delta$.

La force de frottement cinétique est alors :

$$F_k = \mu \cdot N + S_c \cdot A' \quad (26)$$

(avec $\mu = \varepsilon \cdot \lambda / \delta$)

d'après les relations (21) et (25), le coefficient ε est approximativement :

$$\varepsilon \approx (\gamma_R - \gamma_A) / 2\Delta\gamma \quad (27)$$

et il correspond à une mesure de la vitesse de dissipation d'énergie. Il est déterminé par les propriétés du système en frottement et varie en fonction de la charge, la vitesse et la température. Aujourd'hui, il fait l'objet d'études en tribologie moléculaire [16].

CHAPITRE 3 : MOUVEMENT INTERMITTENT

I.3.1. INTRODUCTION

En général, il est nécessaire de distinguer les forces de frottement statique (F_s) et dynamique (F_k). La première est la force nécessaire pour provoquer le mouvement, et la seconde est la force nécessaire pour maintenir le mouvement.

Etudions les trois cas :

1) $F_k > F_s$

Si l'effort appliqué (F) pour déplacer un objet sur une surface quelconque est tel que : $F_s < F < F_k$, il y aura initiation du glissement car $F > F_s$. Mais l'objet ne se déplacerait pas car $F < F_k$. La conclusion est que la force de frottement statique doit être supérieure ou égale à la force de frottement dynamique.

2) $F_s = F_k$

Lorsque $F_s = F_k$, il y a un glissement doux, par exemple dans le cas d'une bonne lubrification.

3) $F_s > F_k$

Dans un tel cas l'inégalité de ces deux forces peut provoquer un mouvement discontinu appelé mouvement intermittent (Figure 17) à la manière "d'arrêt-glissade" (stick-slip motion) [1].

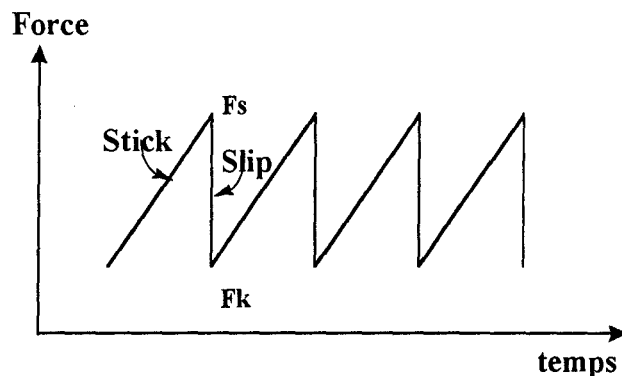


Figure 17: Mouvement intermittent avec arrêt-glissade = stick-slip

Un exemple typique de stick-slip est le déplacement d'une craie sur le tableau (sans trop appuyer) : la craie va effectuer une série de bonds sur le tableau. Le résultat sera un trait discontinu dû au principe "j'adhère - je n'adhère pas". D'autres exemples de ce phénomène sont : le tremblement sismique, le son d'un violon, la perception sensorielle du goût et de la texture, etc...

Le mouvement intermittent peut apparaître même en présence de *lubrifiants* (voir lubrification, chapitre 5).

La description complète et l'analyse des phénomènes de stick-slip ou le frottement dynamique pose actuellement des difficultés pratiques au niveau du traitement des données par informatique [17].

Nous allons maintenant considérer de plus près les causes de ce phénomène.

I.3.2. CAUSES DE STICK-SLIP

Comprendre les causes majeures du stick-slip est d'une importance primordiale, car elles sont à l'origine des endommagements et de l'usure des surfaces en mouvement.

Israelachvili & Chen [18] proposent 3 mécanismes différents à l'origine du phénomène de stick-slip pendant un contact glissant. Deux d'entre eux sont des modèles classiques alors que le troisième ressort des simulations récentes et des expériences menées avec le SFA (surface force apparatus : où deux cylindres placés orthogonalement l'un par rapport à l'autre et de diamètre 1 cm, sont en frottement) [19].

I.3.2.1. 1^{ER} MECANISME : MODELE DE SURFACE RUGUEUSE

Ce fut Rabinowicz [20] qui décrivit ce type de stick-slip. Les imperfections de surface donnent lieu à des stick-slip irréguliers. Comme nous le montre la Figure 18, le slip (glissade) va dépendre de la pente et de la hauteur des aspérités de surface, de la vitesse de glissement et de l'élasticité ou de la raideur des surfaces et de l'objet qui se déplace. Par contre, à l'échelle atomique les corrugations régulières dues aux atomes identiques, mènent à un stick-slip régulier. C'est ce que mesure parfois la pointe d'AFM (Microscope à force Atomique, voir 2^{ème} Partie de la thèse).

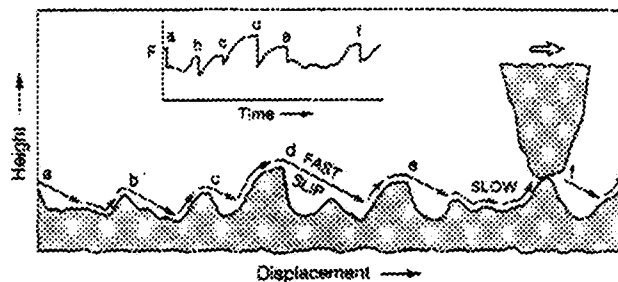


Figure 18: Modèle de Rabinowicz pour des surfaces rugueuses : un stick-slip irrégulier

I.3.2.2. 2^E MECANISME : MODELE DU FROTTEMENT-DEPENDANT DE LA VITESSE

C'est le mécanisme le plus étudié et il était longtemps considéré comme la seule cause du stick-slip intrinsèque. Si la force de frottement diminue quand la vitesse de glissement augmente, alors la force statique (F_s) qui est la force pour initier le mouvement sera supérieure à la force de frottement dynamique (F_k) nécessaire pour maintenir le glissement.

>Modélisation mécanique

On peut modéliser les caractéristiques essentielles d'un système en mouvement par la Figure 19 :

X , V et F sont respectivement le déplacement, la vitesse et la force de traction du "tracteur", et X_0 , V_0 sont respectivement le déplacement et la vitesse de la masse M et F_0 la force de frottement à l'interface.

Le couplage mécanique entre la masse M et le "tracteur" se fait par un ressort de raideur " k " qui est fonction de l'élasticité du système en mouvement.

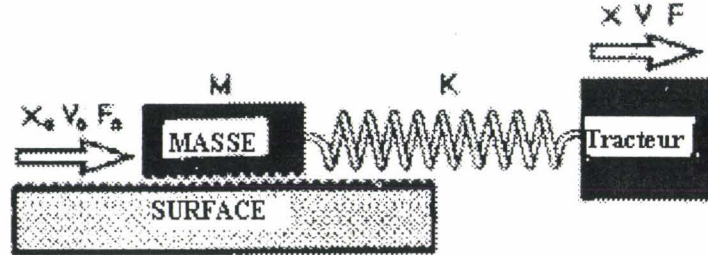


Figure 19 : Modèle mécanique des surfaces en mouvement

Lorsque "le tracteur" se déplace à une vitesse constante V (Figure 20), de gauche à droite, la masse M est déplacée avec elle, et le ressort se tend. Tant que la force de traction F n'est pas égale à la force de frottement statique F_s à l'interface, la masse M reste 'collée' à la surface. Cette phase est appelée "stick" = adhésion. Lorsque $F = F_s$, la masse M se met à mouvoir dans le sens du déplacement du "tracteur", jusqu'à ce que sa vitesse soit égale à la vitesse du "tracteur" : cette phase est appelée "slip" = glissement.

Au moment où les vitesses s'égalisent ($V = V_0$), les deux surfaces se "collent" de façon à ce que la courbe de déplacement en fonction du temps redevienne linéaire ("a" de la Figure 21).

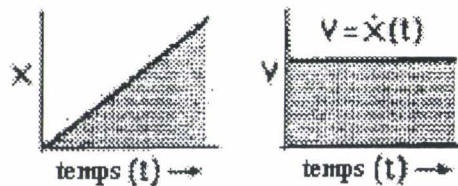


Figure 20 : Le déplacement et vitesse du "tracteur" en fonction du temps

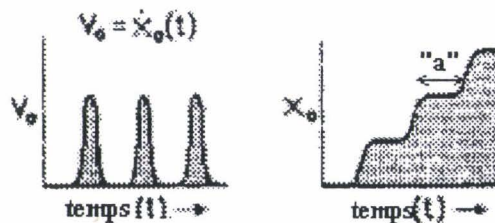


Figure 21 : La masse M se déplace d'une manière périodique où pour chaque cycle, une accélération rapide est suivie d'une décélération.

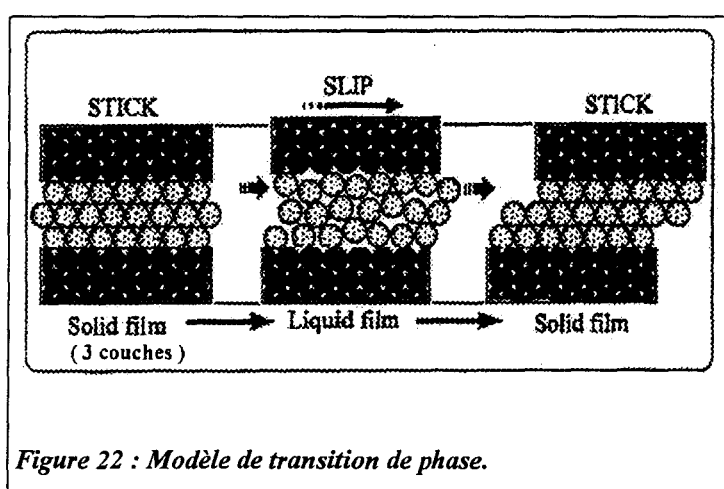
L'objet glissant (la masse M) se déplace d'une façon périodique : pour chaque cycle, une accélération rapide est suivie d'une décélération (Figure 21). Aussi longtemps que le "tracteur" se déplacera à une vitesse fixe V , les surfaces continueront à bouger d'une manière périodique accentuée par des arrêts et des glissades dont les fréquences et les amplitudes dépendent non seulement de la fonction $F_0(V_0)$, mais

également de la raideur k , de la masse M de l'objet glissant et des conditions initiales à $t=0$.

$$\text{La force de traction est telle que : } F = k \cdot (X - X_0) \quad (28)$$

I.3.2.3. 3^E MECANISME : MODELE DE TRANSITIONS DE PHASE

Des simulations de dynamiques moléculaires par ordinateur [13] [15] ont montré que des couches minces à l'interface de deux solides subissent des transitions de phase, passant d'une phase "solide" à une phase "liquide" pendant le glissement. Ils suggèrent que cette transition est responsable du comportement stick-slip observé pour les liquides confinés entre des surfaces solides cristallines. Le stick-slip est donc dû à un changement brusque des propriétés d'écoulement du film au moment de la transition (Figure 22).



Cependant les deux phases du film interfacial ne sont pas réellement des phases solides et liquides respectivement. On pourrait leur attribuer les mots "épiphases" statique et dynamique, car elles n'apparaissent que dans des films interfaciaux dont les propriétés sont déterminées par le confinement et les interactions épitaxiales entre le film et les atomes à la surface.

Israelachvili [21] a effectué des études de frottement en utilisant des couches minces de lubrifiants de types hydrocarbure et silicone, confinées entre deux cylindres en mica. Pour une couche d'hexadécane d'une épaisseur de 12 Å, les courbes de stick-slip observées à différentes vitesses sont illustrées par la Figure 23.

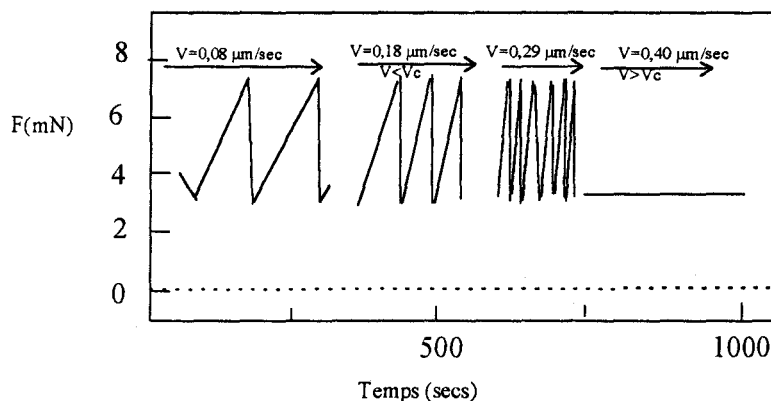


Figure 23 : Force de frottement en fonction de la vitesse pour de l'hexadécane confiné entre deux cylindres en mica.

Cette transition de phase dépend de l'épaisseur de la couche : plus elle est faible, plus la viscosité de la couche mince augmente. Pour l'hexadécane, la viscosité croît sans limite quand l'épaisseur décroît pour atteindre les valeurs de 10 à 100 Å.

Cette transition est aussi effective à une température inférieure à T_c (température critique qui correspond à la fusion du film). Si la température est supérieure à T_c alors, la couche de lubrifiant restera dans un état fluide et il n'y aura pas de mouvement intermittent. Pour l'hexadécane T_c se situe entre 17 et 25°C [21].

Des études menées par le même auteur sur les molécules sphériques et linéaires [18] montrent que les molécules sphériques s'ordonnent facilement. Pour les molécules linéaires, c'est le cisaillement qui induit un arrangement moléculaire.

Dans le cas des polymères, des expériences ont montré que ceux-ci ne présentent pas de transition dans des couches fines. Ils exhibent des propriétés rhéologiques complexes, y compris l'amincissement par cisaillement ; ce qui conduit au stick-slip dû au 2^e mécanisme.

L3.2.4. COMPARAISON DES TROIS MECANISMES DE STICK-SLIP

Afin de distinguer entre le 2^e et le 3^e mécanisme, il suffit d'étudier la variation du frottement en fonction de la vitesse. Si la relation entre F et V est monotone, alors c'est le 2^e mécanisme qui intervient. Aussi, pour le 3^e mécanisme, il existe une vitesse critique V_c à laquelle le stick-slip disparaît. A $V > V_c$, le comportement de F est identique au glissement en présence d'un lubrifiant. Au contraire, le 2^e mécanisme prédit que le stick-slip continue indéfiniment à toutes les vitesses. Ces différences aussi bien que d'autres sont résumées dans le tableau suivant.

Stick-slip (mécanismes)	type de stick-slip	amplitude de slip	fréquence de stick-slip
1. <i>surfaces rugueuses</i>	irrégulier (sauf à l'échelle atomique)	diminue avec V	augmente avec V
2. <i>frottement dépendant de la vitesse</i>	régulier	variable, mais pas de vitesse critique V_c	variable
3. <i>transitions de phase</i>	régulier	indépendant de V jusqu'à ce que $V=V_c$	augmente avec V jusqu'à ce que $V=V_c$

Tableau 1 : Comparaison des 3 mécanismes de stick-slip

CHAPITRE 4 : FROTTEMENT DES POLYMERES ET DES FIBRES

I.4.1. INTRODUCTION (DEFINITION)

Un polymère est un ensemble de macromolécules dont la taille varie suivant le degré de polymérisation. Un polymère peut être 100% amorphe (les chaînes n'ont pas de dispositions relatives organisées) ou semi-cristallin (voir Figure 24). Ce dernier possède dans sa structure, des zones amorphes et cristallines (zone où les chaînes de macromolécules sont organisées).

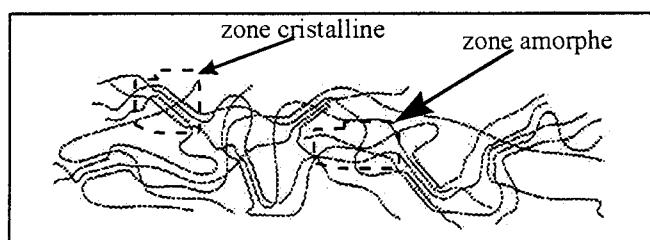


Figure 24 : Polymère semi-cristallin

Un polymère semi-cristallin peut être caractérisé par la T_g et la T_f : T_g est la température de transition vitreuse où les zones amorphes du polymère passent d'un état vitreux à un état caoutchoutique. T_f est la température de fusion des zones cristallines.

I.4.2. FRICTION NON LUBRIFIEE DES POLYMERES

Yamaguchi [22] a étudié le frottement polymère-acier et polymère-PTFE (poly(tetrafluoroéthylène)) sous une charge excédant un kilogramme/m² : 0,083 MPa, à une vitesse de 6,2 cm/s, et à une température de 20°C (Tableau 2).

Polymères		Polymères	Acier	PTFE
THERMO-DURCISSABLES		PF	0,468	0,100
		MF	0,567	0,082
THERMO-PLASTIQUES	AMORPHES	PMMA	0,568	0,099
		PS	0,368	0,108
		PVC	0,219	0,128
	SEMI-CRISTALLINS	PC	0,302	0,092
		PP	0,300	0,112
		PA6	0,192	0,099
		PE	0,139	0,106
		PTFE	0,117	0,083

Tableau 2 : Coefficient de frottement dynamique ($\mu_k = F_k/N$) polymère-acier et polymère-PTFE.

PF : Phénol-formaldéhyde ; MF : Mélamine-formaldéhyde ; PMMA : Poly(méthacrylate de méthyle) ; PS : Poly(styrène) ; PVC : Poly(chlorure de vinyle) ; PC : Polycarbonate ; PP : Poly(propylène) ; PA 6 : polyamide 6 ; PE : Poly(éthylène) ; PTFE : poly(tetrafluoroéthylène).

On s'aperçoit qu'à une charge élevée ($N > 1 \text{ Kg/m}^2$) le frottement des polymères contre une bille en acier donne des coefficients de frottement " μ_k " qui sont de même ordre de grandeur que ceux du frottement métal/métal ($\mu_k : 0,1-1$ [1]). Les valeurs du coefficient de frottement dynamique " μ_k " restent anormalement basses pour le frottement PTFE/acier et PTFE/polymère ($\mu_k \sim 0,1$).

Dans une première approximation, Tabor [1] a montré que la surface de contact réelle "A" est proportionnelle à la charge, et que : $F_f = \tau A$. Par conséquent, le mécanisme de frottement à des charges élevées est essentiellement le même que celui des métaux, et le coefficient de frottement peut être défini par le rapport effort de cisaillement (τ) / pression de rupture (P_y) [1].

Il existe une différence essentielle entre les comportements sous charge des polymères et des métaux. Avec les métaux, la déformation est véritablement plastique, et pour cette raison la surface de contact réelle est directement proportionnelle à la charge. Pour les polymères, il n'en est pas ainsi. Ces substances sont **viscoélastiques** et la déformation dépend de la nature géométrique des surfaces, de la charge N , de la durée d'application, de la température et de la vitesse de frottement.

Dans un premier lieu, nous allons voir l'influence de la structure des polymères sur leur coefficient de frottement.

I.4.2.1. INFLUENCE DE LA STRUCTURE DES POLYMERES SUR LE COEFFICIENT DE FROTTEMENT [22]

I.4.2.1.1. Liaisons intermoléculaires, énergies de surface γ (forces de Van der Waals) [22]

Les résultats montrent que pour la plupart des polymères (PS, PMMA, PE, PTFE, PP...) le coefficient de frottement dynamique μ_k est proportionnel :

- à la *résistance au cisaillement* τ du polymère.
- à l'*énergie de cohésion entre deux surfaces solides* (W_c : voir I.2.1.2.1. Définition thermodynamique de l'énergie de surface [7]) qui est liée à l'énergie superficielle caractérisant la nature des liaisons intermoléculaires.

Ainsi, plus l'énergie de surface d'un polymère est faible plus le coefficient de frottement diminue. On observe quelques exceptions : PVC, PA6.6 et PC.

Le très faible coefficient de frottement du PTFE peut être attribué à son énergie de surface qui est la plus basse parmi tous les polymères considérés (γ du PTFE = 18,5 mN/m).

γ des autres polymères non fluorés est de l'ordre de 30 mN/m). Les macromolécules de PTFE exercent des forces très faibles entre elles. Il en résulte que

l'interaction entre les molécules est considérablement réduite, et que l'adhérence à l'interface de contact est remarquablement petite.

I.4.2.1.2. Influence de la morphologie sur le frottement

En ce qui concerne les polymères *thermoplastiques*, les *polymères amorphes* (PVC, PMMA et PS) ont en moyenne un coefficient " μ_k " plus élevé que les polymères semi-cristallins (PE, PTFE, PA6, PP, PC). Cependant pour chacun de ces deux groupes, amorphes ou semi-cristallins, une augmentation de symétrie de la répartition des atomes à l'intérieur du motif de base de la molécule fait diminuer " μ_k " (Tableau 2).

Les polymères réticulés tels que PF et MF (généralement des *thermodurcissables*), ont un μ_k plus élevé que les polymères thermoplastiques semi-cristallins (Tableau 2), car ils sont amorphes et non symétriques.

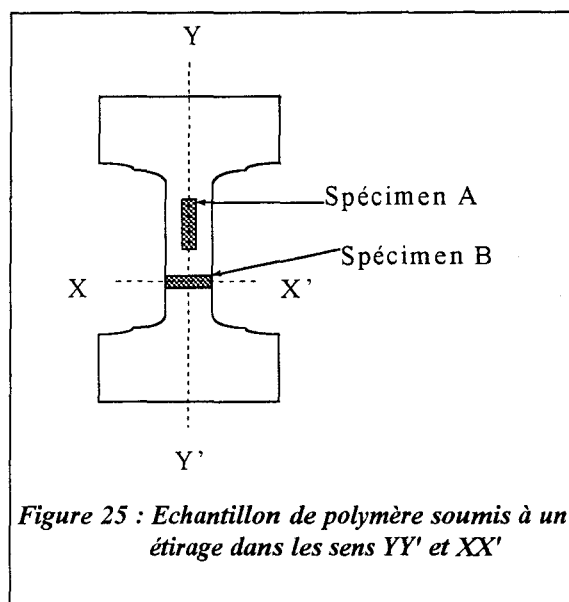
Nous pouvons citer ici le cas du caoutchouc (naturel ou artificiel) qui est un polymère réticulé et qui a un coefficient de frottement très élevé (μ_k varie entre 1 et 4 suivant la nature du caoutchouc). Le caoutchouc est un corps viscoélastique qui se déforme toujours "élastiquement". De plus, μ_k est presque indépendant de la charge appliquée, sauf à des faibles charges où l'effet d'adhésion devient important (voir théorie de JKR), et l'aire de contact réelle converge alors vers l'aire de contact apparente [23].

Des études de frottement effectuées entre des caoutchoucs d'énergie de surface variables et un substrat en aluminium montrent qu'à toutes les charges, le coefficient de frottement augmente quand l'énergie de surface croît [24].

On peut donc conclure que dans le frottement des polymères contre de l'acier, μ_k n'est pas seulement influencé par les forces intermoléculaires mais aussi par la morphologie (amorphes, semi-cristallins ou réticulés) du polymère.

Nous allons maintenant considérer l'influence d'une augmentation de l'orientation sur le frottement des polymères.

I.4.2.1.3. Orientation moléculaire



Deux échantillons prélevés :

- * A : dans le sens de l'étirage et
- * B : dans le sens perpendiculaire à celui de l'étirage, ont été analysés à différents taux de d'étirage.

μ_k reste constant ou décroît pour des échantillons prélevés dans le sens de l'étirage et augmente pour la direction perpendiculaire à la déformation quand cette dernière croît.

Par contraste, le coefficient de frottement des fils acryliques étirés dans le sens YY', sous une charge de 11 grammes (par la méthode décrite dans la section I.4.4.2) [28] ne suit pas les mêmes règles que celui des polymères (Tableau 3).

Etirage	μ moyen
2x	0,186
4x	0,230
6x	0,238

Tableau 3 : Coefficient de frottement moyen suivant le taux d'étirage

En effet, l'étirage des fils d'acryliques réduit les diamètres des filaments, et comme le coefficient " μ " de ces fils dépend du rayon des fils (voir équation (52)), les variations de " μ " ne sont pas forcément en relation avec le taux d'étirage.

I.4.2.1.4. Influence de la masse moléculaire

Des études effectuées sur du polyéthylène haute densité pour des masses moléculaires 60.000, 90.000 et 150.000 montrent que μ_k augmente avec la masse moléculaire moyenne [22].

I.4.2.2. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE, VITESSE, TEMPS ET CHARGE SUR LE FROTTEMENT DES POLYMERES [4]

Le frottement dépend aussi du comportement mécanique des polymères qui lui-même dépend du type de contrainte appliquée, de la température, du temps d'application de la contrainte ou de la vitesse de déformation. Les polymères sont des matériaux viscoélastiques, c'est-à-dire des composés dont le comportement est intermédiaire entre celui d'un solide élastique et celui d'un liquide visqueux,

l'importance relative de ces deux comportements dépendant du temps, de la température, etc...

Par conséquent un polymère peut présenter tous types de comportement suivant les conditions opératoires.

I.4.2.2.1. Déformation viscoélastique des polymères en fonction de la température [25]

A des températures inférieures à la température de transition vitreuse ($T < T_g$), la charge augmente rapidement avec l'élongation jusqu'à la rupture qui est dite fragile et intervient à une élongation faible (Figure 26 : courbes a et b).

A des températures supérieures à la température de transition vitreuse ($T > T_g$), on observe un comportement caoutchoutique, c'est-à-dire une très grande élongation pour une charge faible conduisant à un allongement à la rupture pouvant atteindre 1000% (courbes c et d).

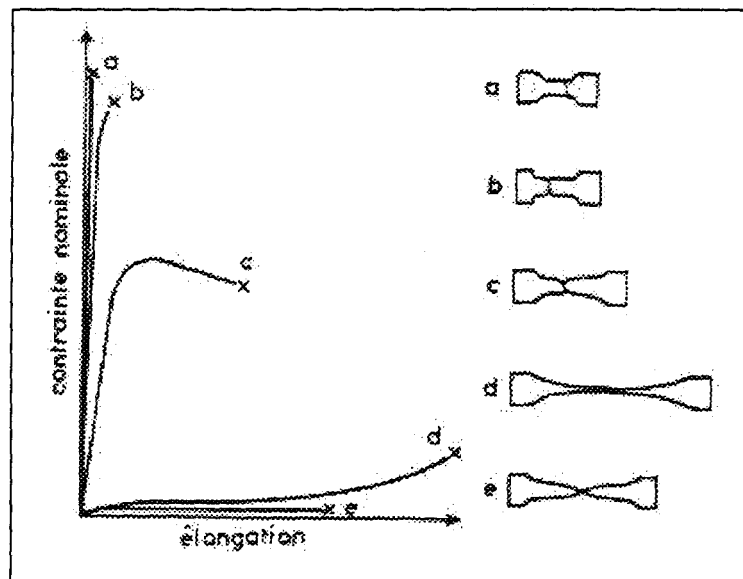


Figure 26 : Courbe schématique contrainte-déformation représentant les différents comportements des polymères

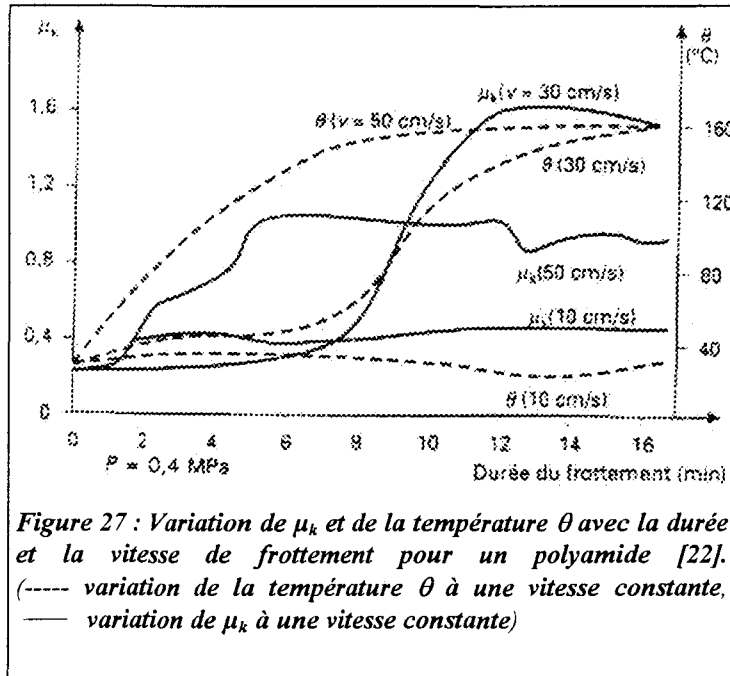
A une température intermédiaire inférieure à T_g , nous observons une loi de comportement analogue à celui d'un métal ductile, présentant un maximum de la charge avant rupture (courbe c).

A une température légèrement supérieure, la courbe présente un maximum suivi d'un plateau s'étendant sur des élongations importantes et d'une augmentation rapide de la charge précédant la rupture. L'échantillon présente alors le phénomène de striction classique pour les métaux.

> Déformation en fonction de la vitesse

Ces courbes (Figure 26) ont été obtenues à une vitesse de déformation donnée et à différentes températures. De façon générale, elles auraient pu être obtenues à une température donnée et à différentes vitesses de déformation.

1.4.2.2.2. Frottement des polymères en fonction de la vitesse, température et durée d'application.



La Figure 27 [22] présente pour un couple de frottement (polyamide-acier), les relations entre " μ_k " ou la température et la durée de frottement pour chaque vitesse de glissement.

On peut remarquer d'après la Figure 27, que pour une vitesse identique, les courbes représentatives du coefficient de frottement " μ_k " et de la température θ , présentent des variations similaires. La durée et la vitesse de glissement interviennent de façon plus complexe à cause de la discontinuité liée à la température de transition vitreuse.

Si l'on trace " μ " en fonction de la vitesse à des températures variables, les courbes obtenues sont des segments d'une "courbe maîtresse" décrivant le coefficient de frottement en fonction de la vitesse à une température de référence choisie [4]. Cette courbe maîtresse est obtenue par une translation (à la température θ) par une quantité égale à $\log_{10} \alpha_T$. $\log_{10} \alpha_T$ est définie pour une température variant de T_g à $T_g + 100^\circ\text{C}$ par l'expression :

$$\log_{10} \alpha_T = \frac{-17,4 (T - T_g)}{51,6 + (T - T_g)} \quad (29)$$

Cette loi (WLF [26]) était initialement formulée pour décrire le comportement en fluage et en relaxation des polymères viscoélastiques à des températures et des charges variables (les constantes de l'équation (29) peuvent varier suivant la nature du polymère).

Les essais mentionnés ci-dessus ont été effectués à une vitesse faible (10 - 50 cm/s). Plus la vitesse est élevée, plus le passage de l'état vitreux à un état caoutchoutique est retardé.

Pour des vitesses très élevées, il y a une élévation de température à l'interface des surfaces glissantes. Si la température atteinte est supérieure à la température de fusion, il a fusion du polymère, et la force de frottement diminue rapidement [21].

I.4.2.3. GRANDES DEFORMATIONS AUX POINTS DE CONTACT

La majorité des polymères semi-cristallins et quelques polymères amorphes ont une température de transition vitreuse au dessus de la température ambiante ; ils ont alors, à la température ambiante, le comportement mécanique représentée par la 'courbe c' de la

Figure 26. Ce type de comportement ne peut plus être décrit par la viscoélasticité linéaire, car les déformations peuvent être importantes et de plus inhomogènes. La Figure 28 reporte la 'courbe c' de la Figure 26.

I.4.2.3.1. Courbe de déformation d'un polymère à $T < T_g$

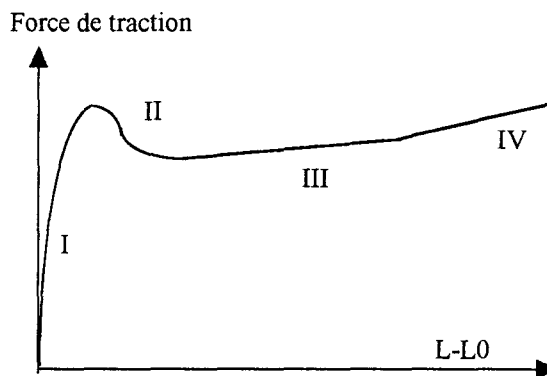


Figure 28 : Courbe schématique représentant la force de traction en fonction de l'allongement

Cette courbe comporte 4 zones :

- Zone I : On observe une déformation élastique et viscoélastique homogène de l'échantillon. De plus, cette déformation qui ne dépasse pas quelques %, est réversible dans un temps court à la température de l'expérience.
- Zone II : Il y a apparition d'un maximum dans la courbe : on a atteint la limite élastique. Ce maximum s'accompagne d'une déformation plastique qui n'est pas réversible à la température de l'expérience et qui se manifeste par l'apparition d'une striction.
- Zone III : En fin de la zone II, la striction se stabilise, c'est-à-dire que la section de cette zone strictionnée cesse de diminuer et on assiste au cheminement des épaules de la striction vers l'extrémité de l'échantillon. C'est la zone d'adoucissement (strain softening).
- Zone IV : On observe une augmentation de la force en fonction de l'allongement suivie d'une rupture brutale de l'échantillon.

I.4.2.3.2. Influence de la charge sur la déformation de l'aire de contact en frottement

En **frottement**, on considère les propriétés des matériaux en mode *compression*. Ainsi, pour les métaux, si la charge appliquée est *faible* (zone I), la déformation est *purement élastique* : l'aire de contact réelle "A" est donnée par la relation [30] :

$$A \propto N^2 \quad (30)$$

Pour des charges *plus élevées* (zone II), la déformation est *purement plastique* et l'aire de contact devient proportionnelle à la charge :

$$A \propto N \quad (31)$$

Cependant, les **polymères** ont un module faible et leur densité augmente sous l'action d'une pression hydrostatique, par comparaison avec les métaux qui sont incompressibles. Cela conduit à un changement dans l'espacement intermoléculaire et mène à deux effets tribologiques aux points de contact [4] :

> **1^{er} effet** : L'aire de contact réelle "A" devient une *fonction non linéaire de la charge* :

$$A \propto N^\alpha \quad (32)$$

où $\alpha < 1$ (α dépend du polymère considéré) [1].

J.A. Williams [4] propose l'équation empirique suivante :

$$A \propto N^{2/n} \quad \text{avec } 2 < n < 3 \quad (33)$$

> **2^e effet** : La contrainte de cisaillement du polymère " τ " devient une fonction de la pression locale normale "p". [4] [27]

$$\tau = \tau_0 + \beta p \quad (34)$$

* τ_0 = contrainte de cisaillement à la pression atmosphérique

* β = une constante pour un polymère donné.

Comme la force de frottement " F_f " = A. τ , le coefficient de frottement est donnée par la relation :

$$\mu = \frac{F_f}{N} = \tau_0 N^{\frac{(2-n)}{n}} + \beta \quad (35)$$

Ainsi, si $n > 2$, le coefficient de frottement " μ " diminue quand la charge croît [4]. Cet effet n'est pas très marqué dans les polymères massiques, mais il devient très significatif dans les couches minces de polymères lubrifiants.

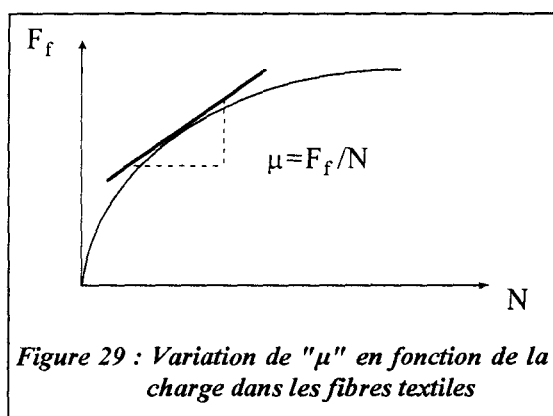
I.4.3. FROTTEMENT DES FIBRES

Les fibres textiles ou techniques sont des polymères et leur comportement au frottement s'approche de celui des polymères en général. Cependant, l'influence des charges sur le frottement (augmentation de " μ " avec une diminution des charges) est plus marqué dans les cas des fibres.

I.4.3.1. FRICTION EN FONCTION DE LA CHARGE DANS LE CAS DU FROTTEMENT

FIBRE/FIBRE

Pour toutes les fibres, le coefficient de frottement augmente lorsque la charge appliquée diminue (voir Figure 29) [28].



Par exemple des fibres de nylon (polyamide) de diamètre 0,042 mm ont un coefficient $\mu=0,4$ sous une charge de 1000 grammes alors que pour 0,001 gramme il peut être supérieur à 1,2 [1].

Plusieurs auteurs ont étudié la dépendance de la force de frottement F_f sur N (la charge appliquée) et ont proposé diverses relations.

➤ **Gralen (1952) [29]** qui travailla sur des fibres de Térylène (polyester) suggéra l'équation empirique :

$$F_f = a.N + bN^{1-\phi} \quad (\text{où } 0 \leq \phi \leq 1) \quad (36)$$

Ainsi, la force de frottement serait la somme d'un terme plastique ($a.N$) et d'un terme élastique ($bN^{1-\phi}$). Pour le Térylène, d'après des traitements statistiques $\phi \sim 0,7$. Le coefficient de frottement " μ " est alors donnée par la relation :

$$\mu = a + bN^\phi \quad (37)$$

Cette équation s'approche de celle pour les polymères en général (équation (35)) [4].

➤ **A la même époque (1952), Howell [30]** qui étudiait le frottement des fibres de viscosse, d'acétate de cellulose et de nylon, montra qu'à des faibles charges (< 60 mg) :

$$F_f = \mu_0 \cdot N + \alpha \cdot A' \quad (38)$$

- * $\mu_0 \cdot N$ = terme dû à l'écoulement plastique
- * A' = l'aire de contact apparente
- * $\alpha \cdot A'$ = est due à la cohésion interfibre

La présence de cette force cohésive peut être démontrée en séparant deux fibres en contact ("*pull-off*" [5]). Cette équation fut reprise (pour la force de frottement statique) par des recherches menées au niveau de la tribologie moléculaire par J.Israelachvili qui travaille sur la relation adhésion-frottement [15].

L'équation générale la plus répandue et la plus utilisée dans le domaine des fibres, qui relie la force de frottement et la charge appliquée est [31]:

$$F_f = a \cdot N^n \quad (39)$$

d'où le coefficient de frottement :

$$\mu = a \cdot N^{n-1} \quad (40)$$

où a et n (avec $0 < n < 1$) sont des constantes qui varient avec le type de fibre étudiée.

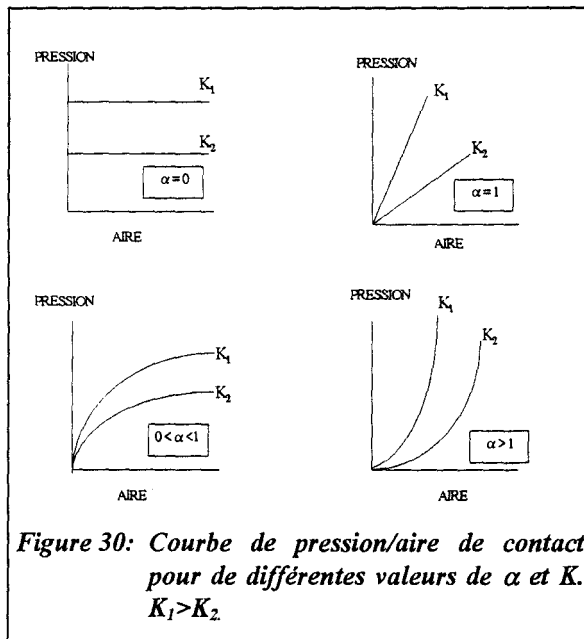
Cette équation fut d'abord proposée par Bowden & Young [32] pour l'application à des non-métaux. Elle fut appliquée aux fibres d'abord par Lincoln [33], puis par Howell & Mazur [30].

La loi d'Amontou n'est qu'une forme spéciale de la relation $F_f = a \cdot N^n$ où $n=1$.

I.4.3.2. MODELE STRUCTURAL DU FROTTEMENT DANS LE CAS DES FIBRES

Gupta & El. Molgahzy [31] ont présenté un modèle structural qui caractérise le frottement dans les matériaux fibreux, et donnent des significations aux indices " a " et " n " de la relation $F_f = a \cdot N^n$. Dans leur démonstration, ils supposent que les points de contact entre deux corps doivent être cisailés pour qu'il y ait glissement, selon la théorie d'adhérence-cisaillement.

I.4.3.2.1. Relation pression - Aire de contact [31]



Quelle que soit la forme de la courbe de contrainte/déformation, les différents comportements peuvent être résumés par la relation :

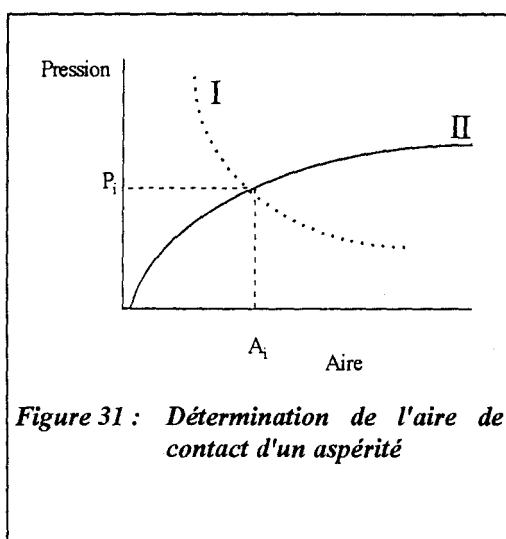
$$P = K \cdot A^\alpha \quad (41)$$

- * K peut être considéré comme un facteur de raideur et
- * α un paramètre de forme de la courbe de pression/aire de contact

Ces deux paramètres différencient les différents matériaux. La Figure 30 couvre une large gamme de comportement des matériaux.

I.4.3.2.2. Détermination de l'aire de contact d'une aspérité [31]

Lorsque deux corps sont en contact et que l'on applique une charge N , celle-ci est distribuée sur les points de contact. Au début l'aire est petite et la pression est donc grande ; cette dernière étant supérieure à la pression de rupture (P_y), il y a un écoulement plastique. Ceci augmente l'aire de contact et donc, la pression diminue comme on le voit sur la **courbe I (isocharge)**. Le point d'équilibre pour chaque aspérité est atteint lorsqu'il y a intersection de la courbe isocharge (courbe I) avec celle de pression/aire de contact (courbe II). A ce point, l'aire de contact de chaque aspérité (A_i) sous une charge (w_i) est déterminée.



Ainsi,

$$w_i = P_i \cdot A_i = K(A_i)^\alpha A_i = K(A_i)^{\alpha+1}$$

On pose $\gamma = (\alpha + 1)^{-1}$

$$\text{et donc : } A_i = K^{-\gamma} \cdot w_i^\gamma \quad (42)$$

L'aire de contact réel total A est la somme des A_i :

$$A = \sum_{i=1}^m A_i = K^{-\gamma} \cdot \sum_{i=1}^m w_i^\gamma \quad (43)$$

* m = nombre de points de contact entre les deux corps (les auteurs supposent que les points de contact sont identiques).

La détermination de l'aire de contact réel nécessite la connaissance du terme $\sum_{i=1}^m w_i^\gamma$. Ce terme peut être déterminé à partir des distributions de contraintes sur la région de contact, à l'équilibre. Cette distribution dépend de la structure de la fibre (morphologie) et du mode de contact.

I.4.3.2.3. Distribution de contrainte

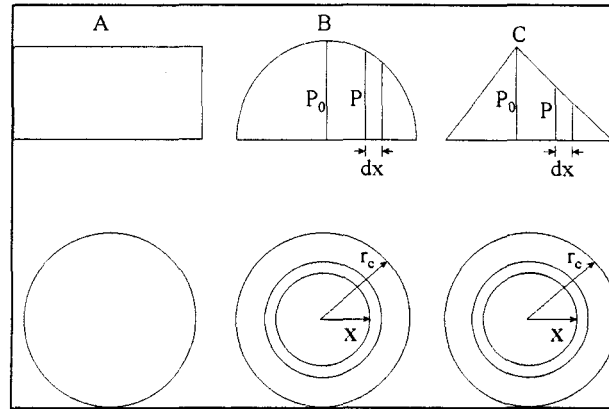


Figure 32: Modélisation de différentes distributions de contrainte

➤ distribution uniforme

Si toutes les aspérités sont identiques, c'est-à-dire qu'elles ont les mêmes géométries et les mêmes tailles après contact, alors la charge est uniformément distribuée sur les jonctions (Figure 32 A). Dans ce cas, la *charge totale* N est le produit de la charge d'une aspérité (w) multiplié par le nombre d'aspérités en contact ($N=mw$) : alors, l'aire de contact réelle se met sous la forme :

$$A = K^{-\gamma} \cdot m^{1-\gamma} \cdot N^\gamma \quad (44)$$

➤ distribution sphérique (Figure 32B)

Dans ce cas la pression au point de contact de rayon x est :

$$P = P_0 \left[1 - \left(x^2 / r_c^2 \right) \right]^{1/2} \quad (45)$$

P_0 est la pression maximale et r_c est le rayon de cercle sur lequel le contact se fait. L'aire de contact réelle est alors :

$$A = \left[3^\gamma \cdot 2^{1-\gamma} / (\gamma + 2) \right] K^{-\gamma} \cdot m^{1-\gamma} \cdot N^\gamma \quad (46)$$

➤ **Distribution de contrainte en forme de cône (Figure 32 C)**

Dans ce cas : $P = P_0[1 - x / r_c]$

alors :
$$A = \left[(2)(3)^\gamma / (\gamma + 1)(\gamma + 2) \right] . K^{-\gamma} . m^{1-\gamma} . N^\gamma \quad (47)$$

➤ **Distribution quelconque**

En général donc, la surface de contact réelle peut être écrite sous la forme :

$$A = C_m . K^{-\gamma} . m^{1-\gamma} . N^\gamma \quad (48)$$

où C_m = constante qui dépend de la forme de distribution de contrainte (uniforme, sphérique, conique).

I.4.3.2.4. Conclusion : relation empirique du coefficient de frottement en fonction de la morphologie, géométrie de contact, distribution de contrainte et la propriété mécanique.

$$\mu = F_f / N = \tau . A / N = \tau . (C_m . K^{-\gamma} . m^{1-\gamma} . N^{\gamma-1}) = a . N^{n-1} \quad (49)$$

$n = \gamma = (\alpha+1)^{-1}$ est une constante du matériau qui dépend de la forme de courbe pression/aire de contact (Figure 30) ; $n=1$ pour des matériaux subissant une déformation plastique, $n=0,5$ pour des matériaux élastique et $0,5 < n < 1$ pour d'autres déformations (viscoélastiques).

$a = \tau . C_m . K^{-n} . m^{1-n}$; varie avec "m" le nombre d'aspérités qui lui-même varie selon les expériences utilisées (contact point et ligne), mais "a" est indépendant de la charge N.

I.4.4. MESURE DE FRICTION DES FIBRES (METHODOLOGIE)

Même si le contact entre deux fibres peut se faire de différentes manières, les deux méthodes les plus utilisées sont :

- contact à un point
- contact sur une ligne

I.4.4.1. CONTACT A UN POINT - FROTTEMENT SUR UN CYLINDRE

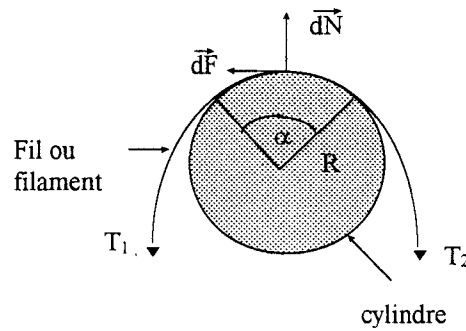


Figure 33 : Frottement d'une fibre sur un cylindre : contact point

Howell [34] fut l'un des premiers à étudier les frottements fibre/cylindre en utilisant la méthode nommée *Capstan*. Aujourd'hui cet appareil de mesure du frottement est connu sous le nom de F-meter (tension limitée à 3 gf).

Le principe de fonctionnement de cet appareil est très simple : comme nous le montre la Figure 33, la tension exercée sur le fil après le frottement " T_2 " est plus grande que celle exercée avant le frottement " T_1 ".

Ces deux tensions sont directement corrélées avec le coefficient de frottement μ . Le coefficient de frottement obéit à la loi de Newton :

$$\mu = \frac{dF}{dN} \quad (50)$$

ce qui conduit à :

$$\mu = \frac{1}{\alpha} \left[\ln \frac{T_2}{T_1} \right] \quad (51)$$

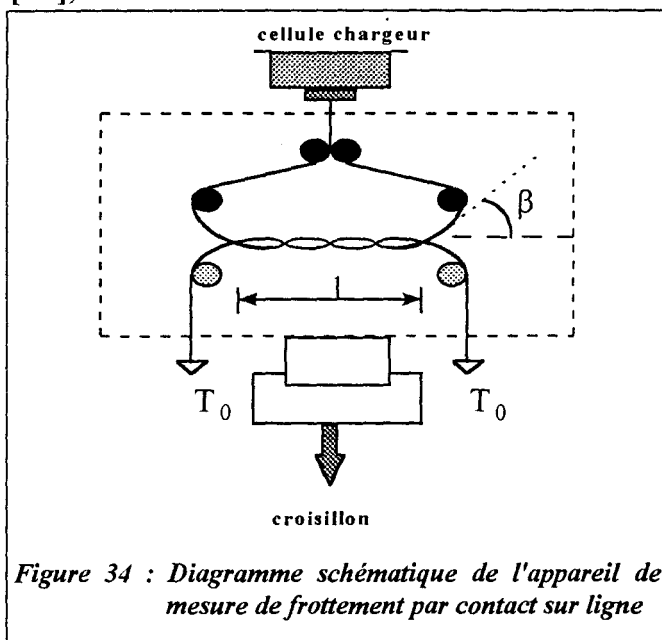
Cette équation n'est valable que si la force de frottement est linéairement liée à la force normale. Dans les cas des fibres $F=aN^n$, Howell [34] a démontré que la relation approximative quand une fibre ou un fil de rayon " r " est utilisé comme un élément fixe (cylindre) est :

$$\mu = a. (T_1 / r)^{n-1} \quad (52)$$

Ainsi, on peut déterminer " a " et " n " à partir de plusieurs valeurs de T_1 , le rayon " r " étant connu.

I.4.4.2. FRICTION ENTRE FIBRES ENROULEES L'UNE SUR L'AUTRE

Dans cette méthode (Figure 34) qui fut utilisée en premier lieu par Lindberg et Gralen [35], on tord deux fils d'un certain nombre de tours, et on applique différentes tensions à l'extrémité opposée de chaque fil.



à l'extrémité opposée de chaque fil. En augmentant graduellement la différence de tension, on provoque un glissement ("slippage"). Le coefficient de frottement μ est déterminé par la relation suivante :

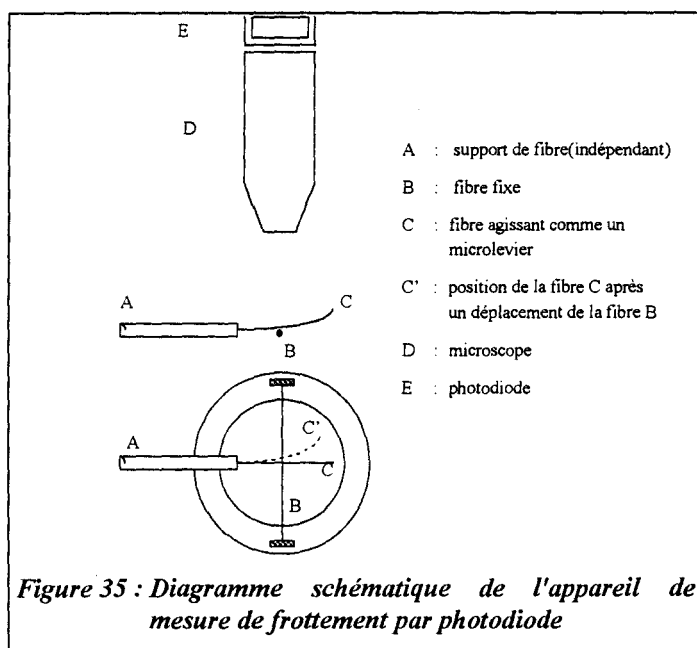
$$T_1 = T_0 \cdot e^{\mu \pi t \beta} \quad (53)$$

T_1 , T_0 , t et β sont respectivement la tension qui cause le glissement ("slippage"), la tension initiale, le nombre de tours, et l'angle de torsion respectivement.

El. Mogahzy [36] relia la valeur de μ aux paramètres a et n par l'équation suivante :

$$\mu = a \cdot \left(T_0 \cdot \beta^2 / 4r \right)^{n-1} \quad (54)$$

I.4.4.3. FRICTION ENTRE FIBRES MESUREE PAR PHOTODIODE (BRISCOE [37])



Initialement, les deux fibres B et C, placées orthogonalement, sont en contact. En descendant la fibre C, on impose à la fibre B, un moment de "flexion". Le déplacement horizontal de la fibre B fait ensuite fléchir la fibre C à cause du frottement au point du contact. La force de frottement est calculée à partir de la flexion tangentielle de la fibre. La photodiode sert à capter la position du contact et le déplacement dû à la flexion.

I.4.5 MOUVEMENT INTERMITTENT LORS DES FROTTEMENTS DES FIBRES/FIBRES

I.4.5.1. ANALYSE QUALITATIVE

Plusieurs chercheurs ont constaté le phénomène de stick-slip lors du frottement fibre/fibre, mais sans donner d'explication explicite sur la fréquence et la durée des phases stick et slip. Ainsi, Mogalzy [36] et Lee [5] utilisent une valeur de coefficient de frottement qui correspond à la moyenne des coefficients statiques " μ_s " et dynamiques " μ_k ". Gupta attribue [28] (qualitativement) ces mouvements intermittents aux caractéristiques viscoélastiques et déformationnelles des matériaux fibreux. Il constate aussi que les profils de stick-slip sont aussi divers que le sont les valeurs de " μ_s "; mais " μ_s " est proportionnel à " μ_k ". Ses travaux réalisés sur une même fibre de polyester [38] mais avec 3 ensimages différents (Mersilène : non-ensimé; Ticon : traité au silicone ; Tevdek : traité au téflon) donnent des profils de stick-slip suivants (Figure 36):

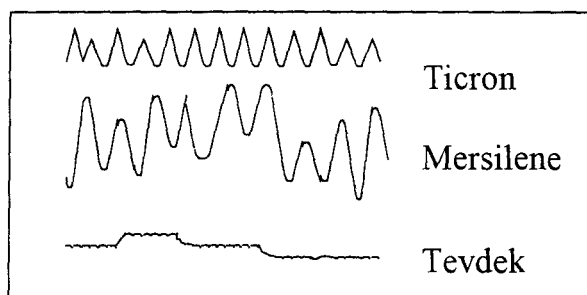


Figure 36 : Profils de stick-slip des fibres de polyester avec divers ensimages (à une tension de 1 pounds=453g).

Il constata aussi que les profils dépendent de la tension appliquée et de la torsion.

Gupta étudia aussi l'effet d'un traitement au chlore des cheveux (fibres animales) sur le profil des stick-slip [39]. Plus le pH diminue, plus l'amplitude des stick-slip augmente. Il attribua ceci à un comportement beaucoup plus viscoélastique de la fibre après traitement.

I.4.5.2. ANALYSE QUANTITATIVE

Briscoe & Co [37] ont essayé de faire un traitement statistique des stick-slip entre deux monofilaments (PET contre fibre de verre) en utilisant le contact point (méthode de mesure par photodiode). La plupart des valeurs du frottement statique suivent des lois de distribution statistiques (avec un intervalle de confiance de 95%) telles que Gamma, Weibull ou Normale. La forme exacte de distribution dépend des conditions expérimentales. Les données qui ne suivent pas une distribution quelconque sont dues aux effets dépendant du temps et en particulier à cause de l'usure très faible qui augmente avec la vitesse et la charge totale au point de contact. Ainsi, plus la

charge croît, plus l'écart type et la valeur moyenne de la force de frottement statique " F_s " augmentent.

Cette variation de " μ_s " (coefficient de frottement statique) peut être une conséquence des propriétés aléatoires de la surface de la fibre elle-même :

- 1) *géométriques* : distribution des hauteurs d'aspérités, du nombre d'aspérités en contact.
- 2) *physiques* : variation locale de la contrainte de cisaillement du polymère à la pression atmosphérique " τ_o " et de la constante " β " (page 38).

CHAPITRE 5 : LUBRIFICATION DES FIBRES TEXTILES

I.5.1. INTRODUCTION

La fonction principale des lubrifiants est de réduire le frottement et l'usure fibre/fibre et fibre /métal (guide-fil, lisses du métier de tissage, peignes dans le cardage, aiguilles dans l'aiguilletage) pendant les différentes étapes de transformations de la matière textile.

Les lubrifiants sont généralement inclus dans les ensimages à côté de composés ayant pour rôles d'assurer la cohésion et de protéger la fibre contre l'électricité statique, etc...

Il est nécessaire de comprendre comment l'agent lubrifiant agit aux interfaces fibre/fibre et fibre/métal. La lubrification des métaux a déjà fait l'objet de nombreuses études et elle est maintenant assez bien comprise. Pour les fibres et surtout pour les fibres synthétiques, les recherches sont en cours afin de mieux comprendre le mécanisme de lubrification.

I.5.2. COMPORTEMENT DES FILS LUBRIFIES EN GENERAL

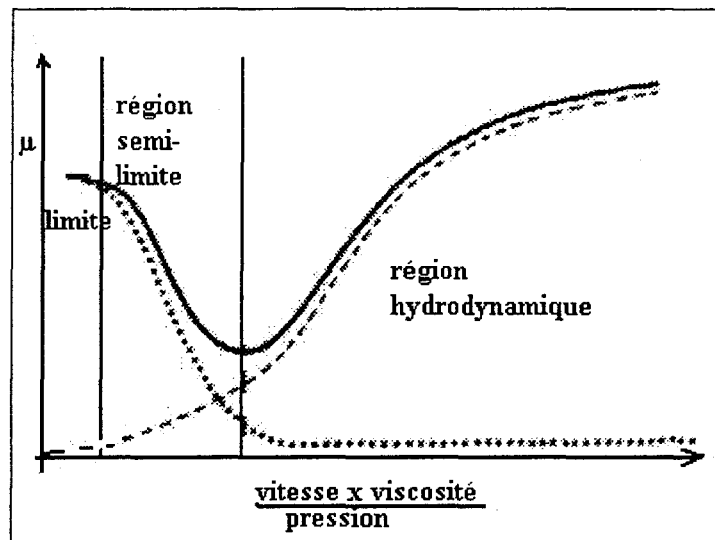


Figure 37 : L'évolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse, de la viscosité et de la pression.

Le comportement au frottement de fils lubrifiés pendant leur glissement est illustré dans la Figure 37 [40] [41]. En effet, le frottement varie en fonction de l'épaisseur du lubrifiant qui est déterminée par la distance d'approche entre deux surfaces et elle dépend des trois paramètres suivants :

- 1) la *pression* du fil sur l'obstacle,
- 2) la *viscosité* du lubrifiant,
- 3) la *vitesse* de défilement du fil.

On distingue trois zones de lubrification :

- La **lubrification hydrodynamique**
(à des vitesses élevées et à des pressions faibles).
- La **lubrification limite** (*boundary region*)
(à des pressions élevées et à des vitesses faibles)
- La **lubrification semi-limite ou mixte**
dans la région intermédiaire (*semi-boundary region*)

I.5.2.1. CONDITION DE LUBRIFICATION HYDRODYNAMIQUE.

Celle-ci a lieu à des vitesses élevées et à des pressions faibles. Le film de lubrifiant étant assez épais, les forces de frottement sont déterminées par la contrainte de cisaillement au sein du film, entre le fil et la surface en contact. Tabor et Hansen [42] qui travaillèrent avec de l'huile sur un fil expliquent que ce système obéit aux mêmes lois qu'un tourillon en rotation sur un palier de roulement en présence d'un film d'huile (Figure 38).

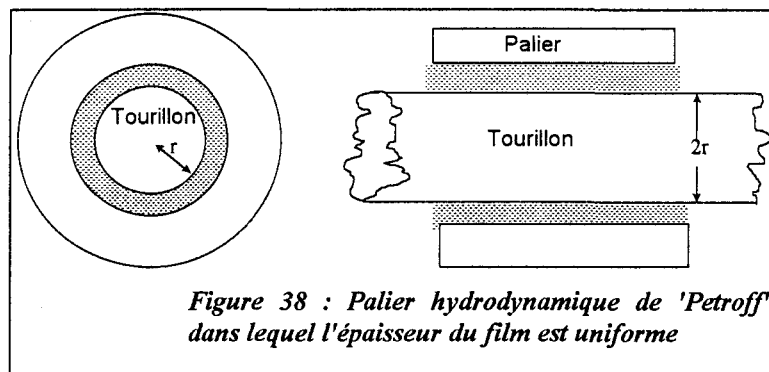


Figure 38 : Palier hydrodynamique de 'Petroff' dans lequel l'épaisseur du film est uniforme

Si l'épaisseur du film est uniforme, alors d'après Petroff (1883) [1], la force de cisaillement est proportionnelle à la vitesse " V " et à la viscosité de l'huile " η " et inversement proportionnelle à l'épaisseur du film selon la loi de Newton relative aux fluides visqueux. Mais ceci n'est valable que pour des charges très faibles ; pour des charges non-négligeables, le roulement ne peut pas tourner dans la position centrale. Pour que le film d'huile présente une caractéristique charge-roulement, le tourillon doit tourner excentriquement par rapport au palier, de telle sorte que le lubrifiant soit coincé dans l'entrefer convergent entre les deux surfaces (Figure 39). Il y a une augmentation de vitesse de passage, car il se crée une pression hydrodynamique dans l'huile comprimée (comme l'a montré O. Reynolds [1]) de telle sorte que les surfaces soient complètement séparées. La convergence des films d'huile (voir Figure 39) conduit à une asymétrie de la distribution de pression. Ainsi si " p " est la pression nominale (charge divisée par la projection de la surface portante du palier), alors le coefficient " μ " est une fonction linéaire de $V.\eta/p$ (pour des charges non négligeables).

La lubrification hydrodynamique présente de gros avantages. Dans le cas idéal, il n'y a pas d'usure des parties en mouvement, et le frottement est très faible. Bien évidemment si la viscosité augmente, la résistance au mouvement et donc le frottement

augmente. Il existe néanmoins une limite, car lorsque la viscosité décroît, la distance minimum d'approche diminue et il y a pénétration du film hydrodynamique par les aspérités de la surface. Pour cette raison, on emploie habituellement une huile de viscosité telle qu'elle conduise à une *distance d'approche minimum* assez élevée pour assurer la continuité du film hydrodynamique.

I.5.2.1.1. Les lubrifiants

Il est nécessaire d'avoir des entités dont la viscosité varie peu avec la température.

Les **hydrocarbures** longs et linéaires remplissent cette condition mais ils se solidifient à des températures relativement hautes. Les hydrocarbures ramifiés permettent d'atteindre des températures plus basses avec par contre une viscosité élevée. En faisant varier judicieusement les paramètres, il est possible d'obtenir des propriétés optimum. Les principaux types de substances utilisées sont des diesters (phtalates, adipates et cébaçates).

Les **silicones** sont des polymères qui peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Ce sont des bons lubrifiants hydrodynamiques car ils présentent une bonne stabilité thermique et une viscosité faiblement liée à la température. Malheureusement, ce sont de pauvres lubrifiants limites.

I.5.2.2. RUPTURE DU FILM HYDRODYNAMIQUE : PASSAGE A LA CONDITION LIMITE

Nous avons vu que la *distance minimum d'approche* des deux surfaces était fonction de $V \cdot \eta / p$. Par conséquent si la viscosité ou la vitesse est faible, ou la pression est élevée, la séparation théorique des surfaces peut être inférieure à la hauteur des aspérités de la surface.

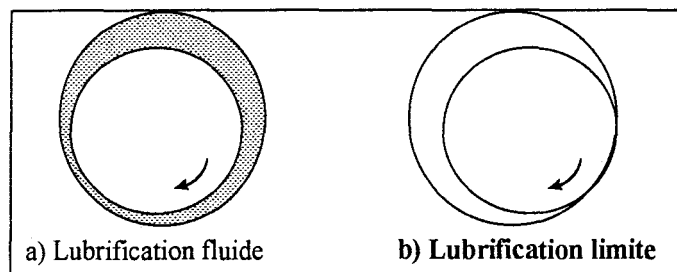


Figure 39 : Position d'un tourillon dans un palier lorsque la lubrification est a) hydrodynamique ; b) limite.

Cela signifie qu'au point d'approche minimum, les surfaces peuvent n'être séparées que par une couche relativement mince de lubrifiant. Ceci est connu comme lubrification limite (Figure 39), et dans ces conditions, il y a accroissement de la friction, l'usure pouvant survenir.

I.5.2.2.1. Mécanismes de lubrification limite

La lubrification limite n'est pas tout à fait comprise [21]. Ainsi, divers mécanismes sont proposés pour expliquer la formation d'une lubrification limite (appelée aussi *onctueuse*).

➤ Modèle de Hardy [43]

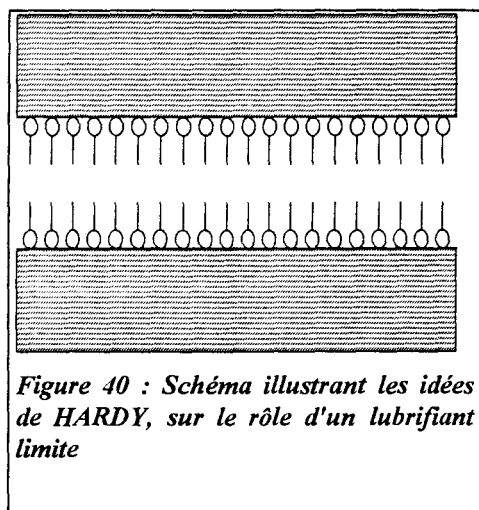


Figure 40 : Schéma illustrant les idées de HARDY, sur le rôle d'un lubrifiant limite

Sir William Hardy (1936) qui étudia la lubrification par des paraffines à longue chaîne, des alcools, les acides gras en excès à une vitesse très faible, démontra que les molécules s'adsorbent à la surface des métaux.

Hardy pense que la friction entre surfaces non lubrifiées est due à l'interaction des champs de forces sur la surface de contact. En présence de lubrifiant, un film limite est adsorbé sur chaque surface (Figure 40) dont l'efficacité est déterminée par l'étendue du champ de forces qu'il peut masquer.

Il démontra que la partie hydrocarbure de tels films réduisait le champ existant entre deux surfaces. Ainsi une molécule présentant une polarisation serait plus efficace qu'une molécule non-polarisée. De même, plus la masse moléculaire serait élevée, plus la séparation des surfaces et la diminution des interactions des couches sous-jacentes seraient importantes. Ceci expliquerait la diminution du coefficient de frottement " μ " avec la masse moléculaire du lubrifiant (Figure 41).

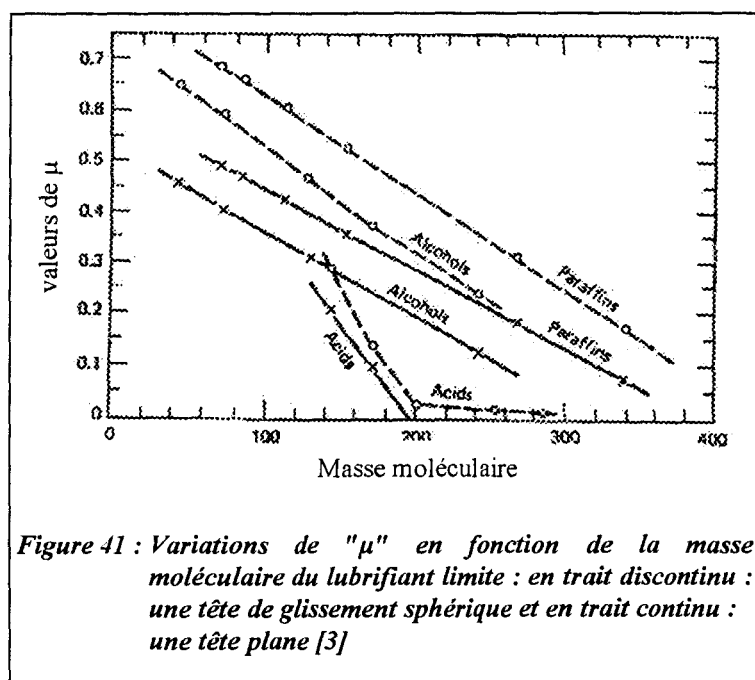


Figure 41 : Variations de " μ " en fonction de la masse moléculaire du lubrifiant limite : en trait discontinu : une tête de glissement sphérique et en trait continu : une tête plane [3]

Cependant, dans le cas des acides, il y a stabilisation du coefficient de frottement " μ ", et cette stabilisation est atteinte pour une masse moléculaire et une valeur de " μ " plus faible que dans les cas des alcools et des paraffines. Levine et Zisman [3] confirment les résultats de Hardy et expliquent ce phénomène par la formation d'une monocouche condensée, dont la solidité dépend de la force de cohésion entre les molécules adjacentes.

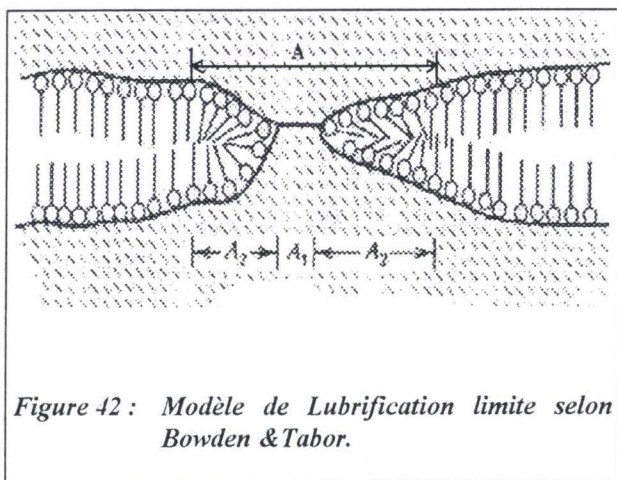
D'après Tabor [1], l'efficacité des acides gras réside dans le fait qu'ils réagissent chimiquement avec les oxydes métalliques superficiels pour former un film de savon lubrifiant. De même, les esters sont aussi de bons lubrifiants limites, car leur hydrolyse partielle peut conduire à la formation des savons. Frewing trouva que dans le cas des alcools, esters et acides, les valeurs de " μ " ne dépendraient pas de l'épaisseur du film (d'une ou deux monocouches jusqu'à environ une cinquantaine) [3]. Cependant avec un glissement répété un film monomoléculaire est plus facilement usé qu'un film d'une cinquantaine de couches qui n'est presque pas usagé même après une centaine de passages.

En augmentant la température, Frewing [3] mit en évidence une brusque augmentation de " μ " (de 0,1 à 0,4) à une température caractéristique qui dépendait du lubrifiant considéré. Dans certains cas, cette transition était marquée par un passage d'un glissement "lisse" à un glissement de type "stick-slip" sans qu'il y ait une variation brusque de " μ ". Pour les hydrocarbures, les alcools et les cétones, cette transition est proche de leur point de fusion. Pour les acides, cette transition se fait à une température plus élevée et correspond au point de fusion du composé formé par la réaction de l'acide gras avec le métal oxydé.

Au delà de cette température, il y a désorption du film avec une nette augmentation de " μ " approchant les valeurs obtenues pour les mêmes surfaces non lubrifiées.

Le mécanisme de Hardy ne permet pas d'appréhender le comportement des films limites sous des charges variables et sous différents passages (usures). Nous allons présenter deux autres modèles qui expliquent ces phénomènes.

➤ Modèle de Bowden et Tabor [1]



Bowden et Tabor ont montré à partir d'études radiographiques que des contacts métal-métal sont présents même dans des conditions de lubrification limite, où " μ " est faible.

Une charge appliquée est supportée par une surface "A" (Figure 42), c'est à dire par le lubrifiant et par des minuscules jonctions métalliques formées à travers le film de lubrifiant aux points où il est pénétré. La force de frottement est la somme de deux termes :

Le premier terme est dû aux contacts métal-métal :

- $\alpha \cdot A \cdot S_m$: nécessaire pour arracher les jonctions métalliques, où α est la fraction de surface A , sur laquelle les jonctions métalliques sont formées, et S_m l'effort de cisaillement pour le métal.

Le deuxième terme est dû aux zones lubrifiées :

- $(1-\alpha)A \cdot S_f$: la force de cisaillement du film où S_f est l'effort de cisaillement du film lubrifiant lui-même.

$$F_f = A[\alpha \cdot S_m + (1-\alpha) \cdot S_f] \quad (55)$$

$$F_f = A_1 \cdot S_m + A_2 \cdot S_f \quad (56)$$

Pour une bonne lubrification limite, " α " est très faible, de l'ordre de 10^{-4} (qui expliquerait une grande réduction des contacts métal-métal). Dans le cas des bons lubrifiants, la majeure partie de la résistance opposée au mouvement provient du cisaillement du film lubrifiant lui-même.

Ce modèle rencontre encore des difficultés. En effet, pour que la loi d'Amonton soit valable, il faut que l'aire " A_2 " soit proportionnelle à la charge pour un domaine de charges données ; ce que le modèle n'explique pas. De plus, avec l'augmentation de la charge, il y aurait un accroissement de l'effort de cisaillement du film " S_f " lié aux enchevêtrements des chaînes d'hydrocarbures ce qui conduirait à une augmentation de " μ ".

➤ Modèle d'Adamson [3]

Le modèle précédent est valable pour des charges très faibles. Pour des charges "moyennes", une grande partie de la charge est supportée par la couche limite ; le film lui-même est donc sous pression mécanique. La déformation de la surface irrégulière du métal n'est pas suffisante pour former des contacts métal-métal par un déplacement du film, mais elle est suffisante pour induire une constriction dans le film et ainsi une pression dans celui-ci.

Sous l'effet de cette pression mécanique (P), les molécules du film dans la zone A_2 (voir Figure 42) vont fuir d'une région à haute pression (π) à une région adjacente sous faible pression (π'). Le film n'est plus à l'état condensé ou à l'état solide (le cas des bons lubrifiants limites) mais il comprend des molécules présentant une "position couchée" par rapport à la surface (Figure 43).

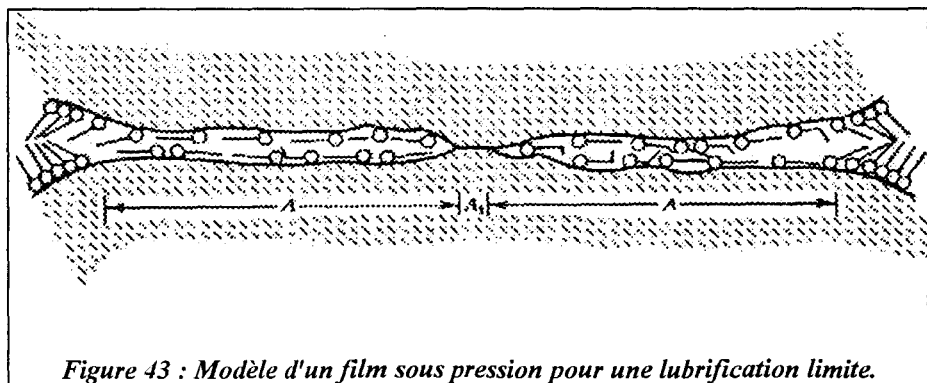


Figure 43 : Modèle d'un film sous pression pour une lubrification limite.

Si la vitesse de glissement est inférieure à la vitesse de migration des molécules, alors :

$$P\sigma\tau = (\pi - \pi')\sigma \quad (57)$$

(où τ est l'épaisseur du film condensé et σ l'aire moléculaire)

Si π' est négligeable alors :

$$P\tau = \pi \quad (58)$$

Comme $P = N/A$,

$$A = \frac{\tau}{\pi} \cdot N \quad (59)$$

(A est proportionnel à la charge, validité de la loi d'Amonton)

et donc le coefficient de frottement :

$$\mu = \frac{\tau}{\pi} \cdot S'_f \quad (60)$$

(S'_f est la force de cisaillement des molécules couchées $< S_m$ ou S_f) ; d'où un coefficient de frottement plus faible à des charges "moyennes" qu'à des charges très faibles.

A des pressions extrêmes, il y a décomposition de la lubrification limite. Comme la charge augmente, l'énergie thermique à dissiper croît et la température locale va augmenter. Ceci induit une dilatation du film sous pression, et par conséquent une augmentation du coefficient de frottement.

I.5.2.2.2. Relation structure chimique - efficacité onctueuse

Le principal rôle d'un lubrifiant est d'interposer entre deux surfaces, un film limite capable de réduire le taux des interactions métalliques et de se cisailer facilement sur lui-même. Le transfert n'est jamais complètement éliminé, mais de très faibles valeurs peuvent être obtenues lorsque le lubrifiant est à l'état solide. Pourvu que le film soit à l'état solide et possède les propriétés adéquates vis-à-vis du cisaillement, la force pour laquelle il est lié semble être moins importante. Un hydrocarbure solide faiblement adsorbé, est plus efficace qu'un acide gras ou un savon lorsque la température est supérieure à son point de fusion. Par conséquent, la meilleure protection est donnée par un film lubrifiant dont la cohésion latérale entre les chaînes moléculaires est forte, le point de fusion élevé, et ayant les propriétés désirables vis-à-vis du cisaillement.

Lorsque la température s'élève les attractions latérales sont rompues, et au point de fusion elles sont presque entièrement détruites. Les aspérités sur les surfaces sont capables de pénétrer plus facilement dans le film désorienté, et il y a accroissement notable du frottement. Bien que le film lubrifiant perde son orientation, les molécules sont encore liées à la surface métallique, et capables de présenter une certaine protection de la surface.

Avec une élévation de température, cette protection diminue jusqu'au moment où les molécules sont désadsorbées et déplacées partout où les aspérités viennent en contact. Le frottement est alors très élevé. La température pour laquelle se produit la désorption dépend des forces de liaisons entre la molécule du lubrifiant et la surface. Parvenu à ce stade la théorie de Hardy [43] devient en partie valable, car plus la molécule est polarisée, et plus la température à laquelle le film demeure adsorbé sera élevée. Il s'ensuit qu'à côté des propriétés de cisaillement désirables, et d'un point de fusion élevé, un bon lubrifiant doit aussi être fortement lié à la surface même à des températures élevées.

I.5.2.2.3. Lubrification limite des polymères et des fibres

Contrairement aux métaux, la lubrification limite des polymères et des fibres suscite encore des interrogations.

Fort & J.S Olsen (1961) [44] travaillèrent sur la lubrification limite des fils textiles (nylon, acétate, rayon, et polyacrylonitrile) par des lubrifiants limites tels que : l'huile minérale, l'acide oléique, l'acide stéarique, le n-octadecylamine, ils firent les remarques et les conclusions suivantes : la lubrification limite dans le cas du frottement métal-fil est meilleure ($\mu \sim 0,1$) que dans le frottement fil-fil ($\mu = 0,4-0,5$). En effet, les interactions métal-lubrifiant sont chimiquement plus favorisées que les interactions polymère-lubrifiant, les polymères étudiés présentant peu de sites potentiellement réactifs. Néanmoins, il est possible d'accroître le nombre de sites par greffage de fonctions réactives : c'est ce qui a été observé dans le cas du nylon greffé par de l'acide acrylique et en utilisant un lubrifiant basique tel que le n-octadecylamine. Pour ce système le coefficient de frottement " μ " passe de 0,45 à 0,1.

Des études sur la compréhension de la lubrification limite (stick-slip, conformations des molécules du lubrifiant entre deux surfaces) des polymères sont encore en cours. Des simulations montrent que les molécules du lubrifiant peuvent s'arranger parallèlement ou perpendiculairement à une surface rugueuse ; et suivant que la molécule soit sphérique, linéaire ou ramifiée, le lubrifiant exhibe diverses propriétés [45].

I.5.2.3. LUBRIFICATION MIXTE

Dans la lubrification mixte ou semi-limite, où l'on est dans un régime intermédiaire, les zones hydrodynamiques et limites se succèdent. Les surfaces en contact sont aussi bien séparées par un film épais (au niveau des creux de rugosité) que par des films limites (au niveau des aspérités écrasées). C'est dans cette région intermédiaire (Figure 37) que le frottement atteint sa valeur minimale.

I.5.2.4. STICK-SLIP DANS LA REGION DE LUBRIFICATION MIXTE OU LIMITE [40] [41].

Le phénomène de stick-slip est souvent rencontré dans la lubrification à des vitesses très faibles. Il est caractéristique des régions limite et semi-limite (intermédiaire) où la force de frottement statique diminue lorsque la vitesse de frottement augmente (Figure 37).

Des études menées par Schick (1973) [41] sur des fils de polyester à des charges variables montrent que l'amplitude du stick-slip diminue avec la vitesse du fil pour disparaître à une certaine vitesse (V_c). Israelachvili [15] fait la même observation pour des couches limites constituées par le greffage du mica par des tensioactifs (voir Figure 44). Au-delà de cette vitesse, le frottement semi-limite devient hydrodynamique, atteint sa valeur minimum, puis augmente avec un accroissement de vitesse.

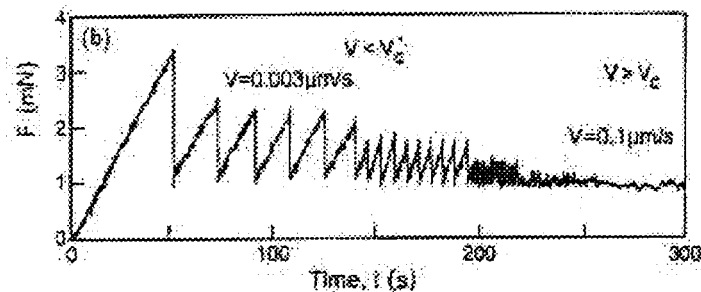


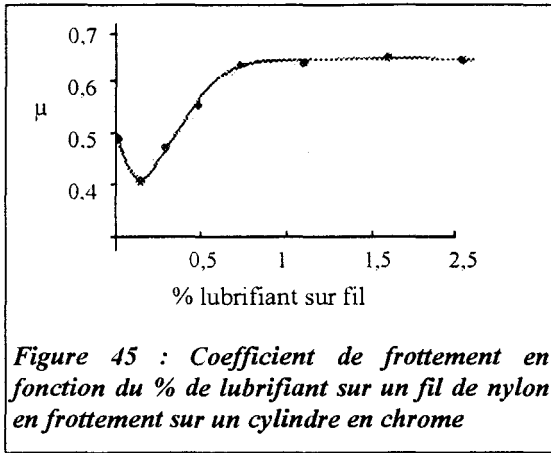
Figure 44 : Force de frottement en fonction du temps pour une surface en mica greffée avec du DMPE(1- α -dipalmitoylphosphatidylethanolamine)

Lors du frottement fibre-fibre, l'amplitude du stick-slip augmente avec un accroissement de la charge ; ceci a été attribué à l'augmentation de surface de contact avec la pression.

Une augmentation de l'angle de contact entre le guide-fil et le fil, ou du titre du fil (en denier) augmenteront l'aire de contact et auront donc les mêmes conséquences qu'un accroissement de charge c'est-à-dire une hausse du frottement dans la région hydrodynamique.

I.5.3. EPAISSEUR MINIMUM DU FILM LUBRIFIANT

Olsen (1969) [40] a étudié le frottement du fil en nylon contre un cylindre en chrome, en fonction de la concentration du lubrifiant (Figure 45). La valeur minimum de " μ " (à 0,15%) coïncide approximativement avec la concentration théorique de lubrifiant nécessaire pour former une couche continue monomoléculaire.



Une courbe similaire a été obtenue par Moss pour l'alcool octadecyl sur du coton [46] ; ce qui explique que les ensimages sont appliqués à une faible concentration. Un excès d'ensimage peut créer des dépôts ; une répartition uniforme est un critère important.

I.5.3.1. EPAISSEUR DES FILMS DE LUBRIFIANTS EN FONCTION DE LA PRESSION APPLIQUEE

Considérons un film de lubrifiant entre deux solides : l'épaisseur varie en fonction de la pression appliquée. Si la pression est trop élevée, nous pouvons démontrer que l'épaisseur de la couche de lubrifiant peut atteindre 10-100 Å.

Considérons un disque de rayon "a" en contact avec un plan rigide et séparé d'un lubrifiant d'épaisseur "h". Si l'on applique une force "F", la séparation "h" varie avec le temps : h(t). Person [21] a démontré que pour un liquide incompressible, on a la relation suivante :

$$\frac{1}{h^2(t)} - \frac{1}{h^2(0)} = \frac{4t\sigma_0}{3\eta a^2} \quad (61)$$

avec $\sigma_0 = F/\pi a^2$ et η est la viscosité du lubrifiant.

Considérons un film d'huile de ricin, d'1 μm d'épaisseur, situé entre deux surfaces d'acier dont l'une est plane et l'autre a une aspérité de 100 μm de diamètre (à l'extrémité haute). La viscosité η de ce lubrifiant est 0,5 Ns/m² et la contrainte appliquée $\sigma_0 \sim 10^9$ N/m² (valeur égale à la contrainte à la rupture de l'acier). En utilisant la relation de Person (61), on trouve qu'il faut 1 seconde pour qu'une épaisseur d'1 μm de lubrifiant se réduise à 100 Å (en supposant que la théorie de Navier-Stokes reste valide pour des couches minces).

Cependant pour des couches très minces (10-100 Å), il a été démontré par simulations et par expériences qu'il y a transition de phase dynamique de la couche de lubrifiant, ce qui expliquerait d'ailleurs le phénomène de stick-slip à ces épaisseurs (voir chapitre I.3.2.3)

Il est difficile d'extraire la dernière ou les deux dernières couches de molécules. Ceci est dû aux fortes interactions moléculaires substrat/lubrifiant qui sont reliées à un bon "mouillage" du substrat par le lubrifiant [47]. Cependant si la contrainte de cisaillement appliquée est très grande, il peut y avoir une fusion de ces dernières couches de lubrifiant, et donc leur extraction de la surface.

I.5.3.2. MOUILLAGE DU LUBRIFIANT SUR UNE FIBRE

Quel que soit le régime de lubrification : limite ou hydrodynamique, il faudrait que la fibre soit préalablement bien mouillée par le lubrifiant [48] [49]. En conséquence : la tension de surface du liquide (γ_L) doit être inférieure à l'énergie de surface de la fibre (γ_c). L'aptitude d'un liquide à mouiller un solide est donnée par le coefficient d'étalement .

I.5.3.2.1. Coefficient d'étalement [7]

Un solide est mouillé par un liquide lorsque l'énergie réversible d'adhésion du liquide sur le solide est supérieure ou égale à l'énergie de cohésion du liquide :

$$W_{SL} \geq W_{LL} \quad (62)$$

L'énergie de cohésion du liquide est égale à $2\gamma_L$ (l'énergie libre de surface du liquide) et l'énergie d'adhésion W_{SL} peut s'exprimer à l'aide de la relation de Dupré :

$$W_{SL} = \gamma_S + \gamma_L - \gamma_{SL} \quad (63)$$

où :

- * γ_S est l'énergie libre de surface du solide,
- * γ_{SL} l'énergie libre interfaciale solide-liquide.

L'aptitude d'un liquide à mouiller un solide est donnée par le coefficient d'étalement S :

$$S = W_{SL} - W_{LL} = \gamma_{SV} - \gamma_{LV} - \gamma_{SL} \quad (64)$$

S positif correspond à un étalement spontané et S négatif à l'absence d'étalement spontané. A partir de l'expression du coefficient d'étalement, on peut dire que l'aptitude d'un liquide à mouiller un solide est d'autant plus grande que :

- l'énergie de surface du solide est grande,
- l'énergie de surface du liquide est faible,
- l'énergie interfaciale solide-liquide est faible.

I.5.3.2.2. Influence du mouillage sur le type de lubrification

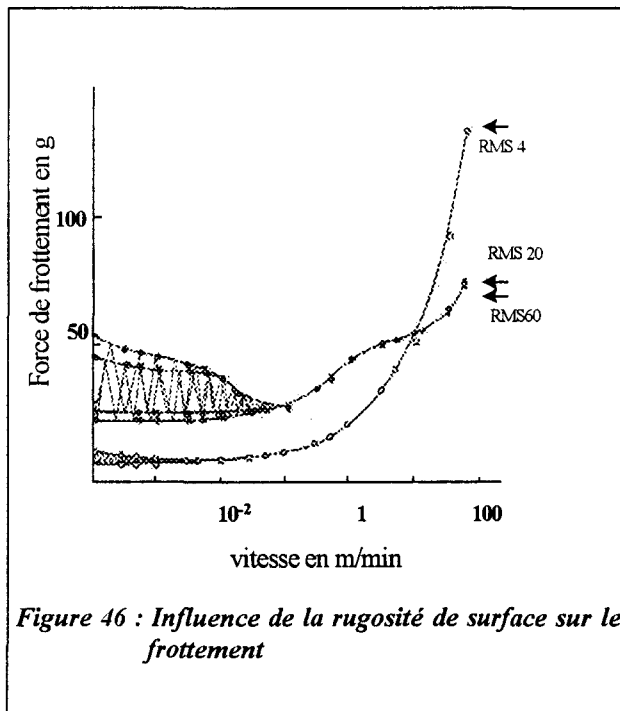
Dans la région limite, en plus de la géométrie de surface, le frottement dépend aussi d'une bonne adsorption des molécules des lubrifiants à la surface et donc d'un bon mouillage.

Dans la région hydrodynamique, une surface mal mouillée peut présenter un frottement très élevé malgré une faible viscosité. En effet, un mauvais mouillage empêcherait la formation d'un film continu même à des vitesses très élevées.

I.5.4. INFLUENCE DES AUTRES PARAMETRES SUR LA LUBRIFICATION DES FIBRES

I.5.4.1 INFLUENCE DE LA RUGOSITE SUR LA LUBRIFICATION LIMITE ET HYDRODYNAMIQUE [41] [40]

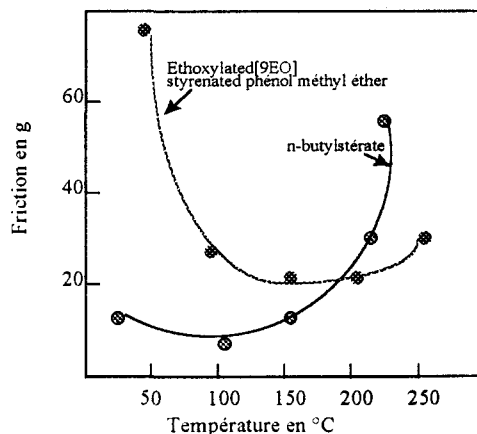
Selon le type de lubrification, la rugosité n'a pas la même influence sur la force de frottement. En effet, une augmentation de la rugosité est analogue à une augmentation de pression entre fibre et métal à cause d'une diminution de l'aire de contact fibre/ métal [40]. A une vitesse (faible) inférieure à 10 m/min, une élévation de rugosité (RMS 4 à RMS 60 : Figure 46), qui est équivalente à hausse de pression se traduit par une augmentation de frottement et on se retrouve dans les conditions limites.



A des vitesses plus élevées (région hydrodynamique), où la lubrification dépend uniquement du film lubrifiant (sa viscosité en particulier), une augmentation de rugosité ne fait que diminuer le frottement (Figure 46) car le contact fibre/métal devient de plus en plus rare.

Schick a aussi démontré que l'effet de rugosité est le même quel que soit l'entité (fibre ou guide-fil) qui y contribue.

I.5.4.2. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LE FROTTEMENT DES FIBRES LUBRIFIEES



Dans l'étude de frottement d'un fil de polyester sur un cylindre en chrome en présence d'un lubrifiant, Schick [50] a démontré qu'une élévation de température du guide-fil se traduit initialement par une baisse de frottement car la viscosité du lubrifiant diminue. Le frottement passe par un minimum puis augmente car le lubrifiant se met à se décomposer et se volatilise. (Figure 47).

Figure 47 : Friction en fonction de la température

I.5.4.3. INFLUENCE DE L'HUMIDITE RELATIVE SUR LES FIBRES LUBRIFIEES

L'humidité peut influencer le frottement suivant la nature (hydrophile ou hydrophobe) de la fibre et du lubrifiant. Elle peut augmenter la surface de contact suite à l'absorption d'humidité par la fibre, et donc augmenter le frottement. Elle peut aussi diluer un lubrifiant polaire, et donc abaisser la viscosité. L'influence de l'humidité est certes variable.

I.5.4.4. INFLUENCE DU DIAMETRE DES GUIDE FILS SUR LE TYPE DE LUBRIFICATION

Le diamètre du guide-fil a une influence énorme sur le type de lubrification, car il influence la valeur de pression entre les deux surfaces en contact. Olsen [40] est arrivé aux mêmes conclusions que Lyne, Baird et Meiskis (qui travaillèrent sur de l'acétate, et du nylon) : pour des diamètres variant de 5-25 mm, on est dans un régime hydrodynamique; pour un diamètre $\sim 1,56$ mm, on approche la valeur minimale de frottement de la région intermédiaire (semi-limite).

I.5.4.5. DIFFERENTS COMPORTEMENTS SUIVANT L'OBJET DE CONTACT (FIL OU METAL) ET LA NATURE DU LUBRIFIANT

Des études effectuées par Olsen [40] avec du fil en nylon en frottement sur un cylindre en chrome ou en nylon conduisent à des résultats différents.

Plus particulièrement à des faibles vitesses, le coefficient de frottement nylon/métal est faible, alors qu'il est élevé pour le contact nylon/nylon (Figure 48). Ceci est dû à la nature polaire du lubrifiant utilisé qui était plus effectif sur les métaux (à cause d'une bonne adsorption) que sur le nylon qui a une énergie de surface très faible.

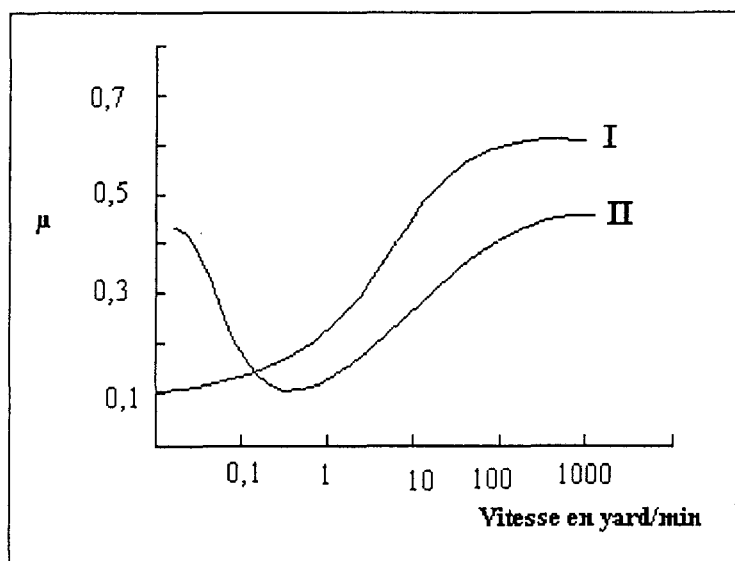


Figure 48 : Frottement d'un fil en nylon en fonction de la vitesse.
I : sur un cylindre en chrome ; II : sur un cylindre en nylon.

Schlatter et Co [42] ont étudié la lubrification des fils de viscose en mesurant le coefficient de frottement fil/fil et fil/inox et en faisant varier la nature et la composition de l'ensimage. Les résultats peuvent être regroupés en trois familles suivant la nature ou le mode d'action des composants de l'ensimage :

1. les ensimages qui conduisent à un coefficient de frottement fil/fil élevé et un frottement fil/inox faible. Ses composants sont liquides à la température ambiante, ex : l'huile minérale.
2. les ensimages ayant un même type de comportement en frottement fil/fil et fil/métal. Ils sont constitués de lubrifiants liquides ou solides à base de sulfonates capables d'induire la formation d'un film par une organisation associative des molécules.
3. les ensimages ayant un frottement fil/fil faible mais un frottement fil/inox élevé. Les composants dans l'ensimage de type polyoxyéthylène stéarate ou polyoxyéthylène d'huile de ricin, ont une plus forte affinité pour la fibre que pour le métal.

1.5.5. CONCLUSION SUR LA LUBRIFICATION DES FIBRES

Le coefficient de frottement d'un fil lubrifié dépend du régime de frottement dans lequel on se trouve : limite, hydrodynamique ou semi-limite. Ces régions sont déterminées par la vitesse, la viscosité et la pression de contact.

En *régime limite*, le fil est en contact à la fois avec le film de lubrifiant et avec les aspérités de la surface du guide-fil ou fil. Les facteurs importants sont :

- la nature chimique (et donc tension de surface) des lubrifiants et de la surface de l'obstacle (énergie de surface, viscoélasticité..)
- la pression de contact (déterminée par la rugosité, angle de contact, charge appliquée, diamètre du cylindre, reprise d'humidité....)
- la vitesse (faible)

En *régime hydrodynamique*, il existe un film qui sépare complètement les deux surfaces. Les paramètres essentiels sont :

- vitesse
- viscosité du lubrifiant et quantité appliquée
- la température
- l'état de surface du fil et de l'obstacle (rugosité)
- la pression (le diamètre du frotteur, le titre du fil).

I. CONCLUSION

La tribologie des fibres (polymères) est assez complexe. Le frottement dépend de la *structure du polymère* :

- * liaisons intermoléculaires
- * taux de cristallinité
- * masse moléculaire

et de *sa déformation* qui est viscoélastique. Les facteurs tels que :

- * la température
- * la vitesse
- * la durée d'application
- * la charge

vont donc avoir une influence sur cette déformation.

Le coefficient de frottement des fibres augmente très rapidement avec une diminution de la charge appliquée ; et à des faibles charges, l'effet d'adhésion est très important.

Le phénomène de stick-slip dans des fibres non ensimées est dû à une phase d'adhésion suivie d'une phase de glissement ; l'adhésion pouvant être soit mécanique soit due à l'énergie de surface de la fibre. Certains auteurs attribuent le stick-slip aux propriétés viscoélastiques de la fibre elle-même. Ce phénomène cause l'usure de la surface des fibres.

L'utilisation des lubrifiants permet de pallier à ce problème mais seulement partiellement, car dans certaines conditions : vitesse faible, pression élevée et viscosité faible, le phénomène de stick-slip persiste.

Nous allons maintenant aborder la 2^{ème} partie - expérimentale de cette thèse où nous présenterons les produits utilisés, ainsi que les techniques retenues pour étudier la tribologie des fibres.

2^{EME} PARTIE

LES PRODUITS UTILISES ET LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES
--

CHAPITRE 1 : PRESENTATION DES FIBRES

II.1.1. LES FIBRES DE VERRE

II.1.1.1. DEFINITION

La fibre de verre est principalement constituée de silice disposée selon un arrangement tétraédrique. La fibre de verre utilisée dans notre étude est de type E ; sa composition massique est indiquée ci-dessous :

SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	F ₂
55,2%	14,8%	7,3%	3,3%	18,7%	0,3%	0,2%	0,3%	0,3%

Tableau 4 : Composition massique du verre E

Il se compose d'une succession de mailles de SiO₂, mais d'autres oxydes comme Al₂O₃ et B₂O₃ s'incorporent dans ce réseau.

L'oxyde d'aluminium est un stabilisant qui confère une grande résistance, tandis que l'oxyde de bore est un fondant qui permet d'abaisser la température d'élaboration du verre et apporte également de bonnes propriétés diélectriques.

D'autres fondants sont ajoutés comme CaO, Na₂O, K₂O et MgO. Ce dernier donne au verre une bonne tenue en température.

II.1.1.2. PROCEDE DE FABRICATION DES FIBRES DE VERRE

La fibre de verre E utilisée est fabriquée et ensimée chez Owens Corning Fiberglas. Les différents éléments (silices, les oxydes..) sont fondus à 1200°C.

Ce mélange passe au travers d'une filière pour former des filaments continus. A cette température, la viscosité permet un écoulement par gravité. Dès la sortie de la filière, les filaments de verre sont étirés à grande vitesse et refroidis. Ils sont ensuite ensimés.

II.1.1.3. PROPRIETES

Nous présentons dans le Tableau 5, les propriétés générales et mécaniques des fibres de verre E

Les fibres de verre nus, issus de la filière ne sont pas utilisables directement pour les applications ultérieures du fait de :

- l'absence de cohésion entre les filaments, s'opposant à la constitution du fil,
- la sensibilité du verre à l'abrasion (risques de cassure par frottement),
- la sensibilité à l'eau,
- la création de charges électrostatiques par frottement.

Caractéristiques	Valeurs	Unités
Masse volumique	2,59-2,60	g/cm ³
Module d'élasticité	73000	MPa
Contrainte à la rupture	3400	MPa
Allongement à la rupture	4,4-4,5	%
Capacité thermique massique	840	J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹
Coefficient de dilatation linéique (20 à 100°C)	53.10 ⁻⁷	K ⁻¹
Perte à l'eau bouillante	7,0.10 ³	g

Tableau 5 : Propriétés générales des fibres de verre E [51]

II.1.1.4. APPLICATIONS

Les fibres de verre représentent le renfort le plus employé dans le domaine des matériaux composites techniques en raison de leur excellent rapport performances mécaniques/prix.

Celles utilisées dans notre étude sont :

- ⇒ soit en forme de fils multifilamentaires, destinés au tissage d'un tissu du type "pas de gaz" [54] et qui sera utilisé pour le renfort mural ou pour des disques de meule. Chaque fil est constitué de 1000 filaments de verre d'un diamètre moyen de 14 µm ; son tex est de 204.
- ⇒ soit en forme de fibres courtes (discontinues) destinées pour renforcer des matériaux composites. Celles-ci sont obtenues en coupant les fils multifilamentaires à une hauteur de 0,5 cm.

II.1.2. LES FIBRES DE POLYPROPYLENE [52]

II.1.2.1. DEFINITION

Le poly(propylène) (PP) est obtenu par la polymérisation du propylène. Le PP utilisé pour les fibres est constitué des macromolécules isotactiques (obtenues par polymérisation en utilisant le trichlorure ou dichlorure de titane comme un catalyseur). Dans le PP isotactique les groupements CH₃ se trouvent du même côté du plan moyen de la chaîne. Cet arrangement entraîne une haute cristallinité du polymère et donc de bonnes propriétés mécaniques.

II.1.2.2. PROCEDE DE FABRICATION DES FIBRES

Après la polymérisation, le polymère est fondu à 175 °C, puis filé à travers une filière. Pour les fibres de PP standard, après refroidissement, les fils sont étirés à froid afin d'augmenter leurs caractéristiques mécaniques. Pour les fibres de PP haute tenacité, il existe deux procédés de fabrication : (1) filage avec refroidissement par eau, où le faisceau de filaments passe au travers d'une zone de post-chauffage avant d'être refroidi dans l'eau et (2) filage avec refroidissement par air, où les fibres passent également au travers d'une zone de post-chauffage avant d'être refroidi dans l'air.

Les fibres discontinues sont obtenues à partir d'un câble, coupé à des longueurs en fonction des emplois industriels ou spécifiques tels que le tissage, la bonneterie ou le garnissage. Ces fibres sont éventuellement ensimées et frisées. Elles peuvent également être colorées dans la masse.

II.1.2.3. LES PROPRIETES

➤ Propriété physique

La masse moléculaire des macromolécules est comprise entre 150.000 et 350.000. La masse volumique est de 0,91 g/m³. C'est la fibre la plus légère actuellement connue. Le taux de reprise d'humidité (0,05%) est pratiquement nul. A 130°C, le retrait à l'air sec est compris entre 2 à 4%.

➤ Propriétés thermiques

Le point de fusion du poly(propylène) se situe aux environs de 160-165°C. A partir de 125°C, il se produit un ramollissement de la fibre. Le polypropylène brûle en fondant avec une flamme jaune et fumeuse ; la combustion dégage une odeur de paraffine et le polymère forme une boule.

➤ Propriétés chimiques

Aucune action des acides et des bases. Faible action des solvants chlorés tels que le trichloroéthylène et perchloroéthylène. Le poly(propylène) peut être considéré comme insoluble à froid dans tous les solvants. Il se dissout cependant lentement et à l'ébullition dans certains solvants tels que le paradichlorobenzène et la décaline.

➤ Autres propriétés

Le polypropylène est un bon isolant thermique. Sa conductibilité thermique est plus faible que celle de la laine. Il a une faible résistance aux UV et aux intempéries.

II.1.2.4. APPLICATIONS

Produit sous forme de fibres, il peut être utilisé pour les non-tissés (filtres, tapis, sièges automobiles, ameublement) ou sous forme de fils monofilamentaires ou multifilamentaires pour des cordages, par exemple.

II.1.3. NOTION D'ENSIMAGE

Dès leur sortie de la filière, et durant leur élaboration et leur transformation, les fils et les fibres de polypropylène ou de verre sont soumis à de multiples contraintes thermiques et/ou mécaniques :

- lors du passage des fibres dans les cardes de filature
- à l'aiguilleteuse (pour les non-tissés)
- frottements à travers les lisses et sur les machines à tisser (des tissus)
- lors des contacts avec divers guides et organes de machines textiles générant des tensions, de l'abrasion et des casses
- rupture des brins
- décohésion inter-brins, s'opposant à la constitution d'un fil ou d'un non-tissé.
- formation d'électricité statique.

Dans le cas des fibres de verre, les dégradations sont encore plus importantes à cause de sa grande sensibilité à l'eau, ce qui augmente les risques de cassures et d'abrasion.

II.1.3.1. LE BUT DE L'ENSIMAGE

De façon à remédier aux défauts précédemment mentionnés mais aussi afin de donner au fil ou aux fibres certaines propriétés nécessaires pour son utilisation ultérieure, leur surface doit être traitée par un **ensimage**.

Les principales fonctions d'un **ensimage textile** sont :

- créer la cohésion interfibre ou interfilaments
- limiter l'abrasion des filaments ou des fibres entre eux et sur les surfaces en contact, en leur conférant des coefficients frictionnels fibre/fibre et fibre/métal, ex: bon glissement avec des cardes
- de protéger les filaments et les fibres contre les développements d'électricité statique

Les fibres de verre sont ensimées avec un **ensimage textilo-plastique**. Ceci confère aux fils une aptitude à supporter les opérations textiles tout en permettant l'utilisation ultérieure comme renfort par la présence d'un agent de pontage.

Le but de l'ensimage utilisé pour les fibres de verre est aussi de :

- préparer la liaison verre/résine
- faciliter l'imprégnation par la résine lors de la mise en œuvre.

II.1.3.3. COMPOSITIONS DES ENSIMAGES

II.1.3.3.1. Composition des ensimages pour le polypropylène

Un ensimage textile est principalement composé :

- de lubrifiants
 - de tensioactifs
 - d'agents antistatiques
- * Pour les **lubrifiants**, des composés synthétiques du type esters lourds (stable thermiquement), des silicones ou des huiles minérales,...etc peuvent être utilisés.
 - * Pour les **tensioactifs** : le rôle de ces émulsifiants est en général de permettre une bonne dispersion des huiles dans l'eau. Ils présentent donc une partie hydrophile et une partie hydrophobe qui permet de stabiliser l'émulsion de l'ensimage.
 - * Pour les **antistatiques** : le rôle est d'éliminer ou de diminuer les charges électrostatiques. Des phosphates organiques ou des ammoniums quaternaires peuvent être employés.

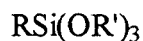
II.1.3.3.2. Composition de l'ensimage pour les fibres de verre [51]

L'ensimage textilo-plastique est constitué des éléments suivants :

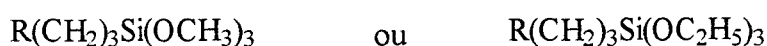
- un **liant** (3-10%) qui apporte à la fibre intégrité, protection et qui permet l'imprégnation par une matrice. Celui utilisé dans notre étude est soit un amidon soit une résine époxy.
- des **lubrifiants** (0,05-1%), dont les composants principaux sont des tensioactifs d'ammonium ou d'amines.
- un **agent antistatique** (0,2-0,7%) de type sulfonate d'alkylaryls ou un sel d'ammonium
- un **agent de pontage ou agent couplant** (0,2-0,7%) qui permettra la création de liaisons avec d'une part la matrice et d'autre part la fibre ; c'est généralement un organosilane.

➤ Réaction d'un agent de pontage[53]

Les agent couplants de type organosilanes sont caractérisés par une formule du type :



Le groupement R est choisi pour pouvoir réagir avec la matrice. La fonction OR' s'hydrolyse pour former un groupe silanol permettant l'accrochage au verre. En général, les silanes utilisés en tant qu'agent couplant ont pour formule :

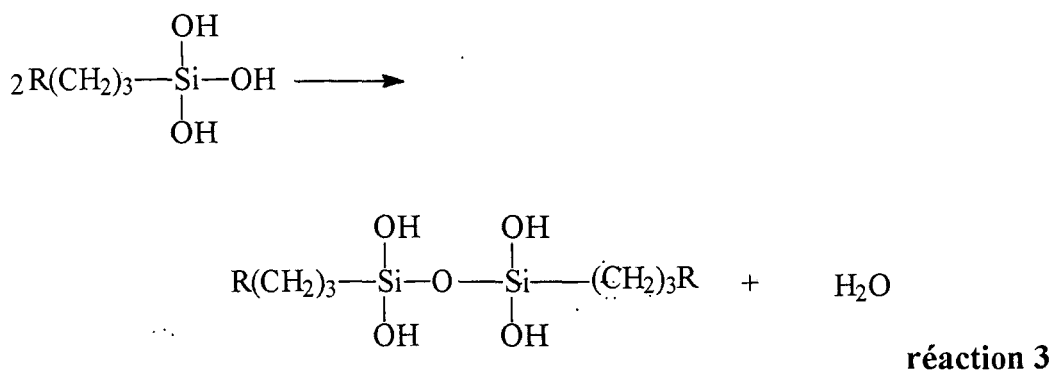
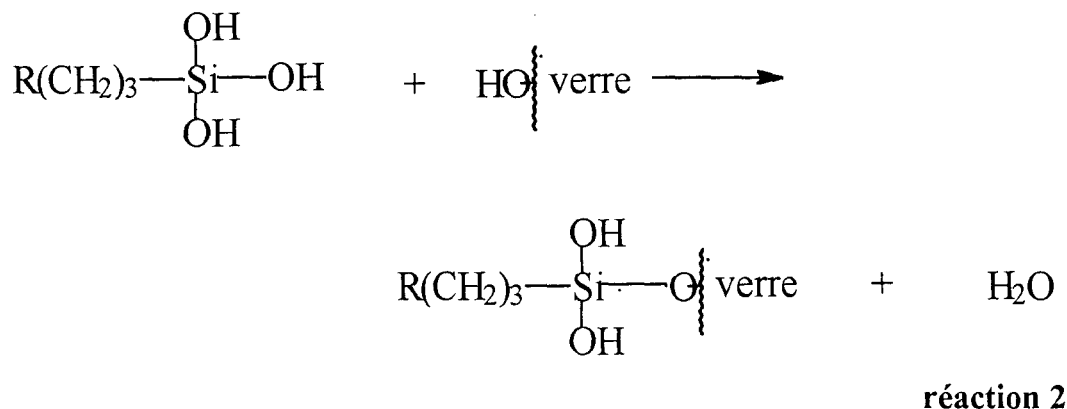


Les réactions mises en jeu comportent deux phases successives :

* l'hydrolyse du silane qui s'effectue suivant la réaction type :



* la réaction de condensation sur le verre ou entre deux silanes hydrolysés (respectivement réactions 2 et 3)



Les autres fonctions silanol du produit de la réaction 3 peuvent réagir entre elles, ce qui conduira à un polymère réticulé complètement insoluble, dur et cassant.

II.1.3.4. TECHNIQUES D'ENSIMAGE

II.1.3.4.1. Techniques d'ensimage des fibres de verre

L'ensimage est effectué chez le fabricant, après refroidissement à la sortie de la filière. Les filaments d'une filière sont ensimés sur un même rouleau par "léchage". Ce sont les filaments de quatre filières qui sont ensuite assemblés et enroulés sous forme de "gâteaux". Les gâteaux vont séjourner plusieurs heures (12 à 24 heures) en étuve à 110-120°C. Les fils multifilamentaires sont ensuite mis sous forme de bobines.

Pour l'obtention des fibres courtes (discontinues), les fils multifilamentaires sont coupés dans des petites longueurs.

➤ Description des fils multifilamentaires en fibre de verre ensimées.

Ce sont les fils de chaîne (destinés à la fabrication du tissu en fibres de verre) ensimés qui font l'objet d'étude tribologique. Chaque fil de chaîne de tex 204 est constitué d'environ 1000 filaments élémentaires ayant un diamètre moyen de 11 μm . Lors de la mise en bobine, le fil subit une torsion qui est ici de 28 tours par mètre de fil.

Six fibres revêtues d'un ensimage sont étudiées. Elles se classent dans deux familles suivant la nature du liant employé qui est soit du type amidon soit du type époxy.

Dans le Tableau 6, nous donnons le code, la nature du liant ainsi que le taux pondéral d'ensimage des six fibres étudiées.

Liant	Code	taux pondéral d'ensimage en %
AMIDON	A	1,0
	B	1,0
	C	0,5
	D	1,0
EPOXY	E4	1,0
	F	1,0

Tableau 6 : Nom des fibres de verre étudiées

Ces fibres ont déjà été étudiées en mouillage par Melle Wolff dans sa thèse [54]. L'hystérésis de mouillage de ces fibres a été expliqué par une hétérogénéité de surface de ces fibres. Cependant, la nature de cette hétérogénéité n'a pas pu être déterminée.

➤ Description des fibres de verre discontinues (courtes) ensimées

Les ensimages ont une composition similaire à celle des fibres continues (longues), mais leur constitution chimique est confidentielle. Nous allons étudier deux fibre " α " et " β ".

II.1.3.4.2. Ensimage des fibres de polypropylène

Les fibres de polypropylène de rayon compris entre 23 et 27 μm , utilisées dans notre étude possédaient déjà un ensimage textile. De manière à travailler sur des systèmes bien définis nous avons effectué un désensimage suivi d'un ensimage à partir de produits connus.

1.3.4.2.a. Désensimage des fibres de polypropylène

L'ensimage est constitué de composés hydrophobes (lubrifiants) et des composés amphiphiles (tensioactifs). Son extraction à l'aide de deux phases, à savoir une phase organique et une phase aqueuse s'est avérée indispensable. La fibre de polypropylène a donc été traitée trois fois pendant quinze minutes dans l'heptane sous ultrasons. Ensuite, elle a été soumise à un traitement similaire dans de l'eau bidistillée.

➤ Caractérisation des fibres de polypropylène désensimées

Afin de caractériser la surface de la fibre désensimée, nous avons réalisé une étude de mouillage avec la balance tensiométrique (Cahn 322). L'énergie de surface du polypropylène désensimé est 33,5 mN/m au démouillage, et 27,1 mN/m au mouillage. La valeur théorique de l'énergie de surface du polypropylène pur est 29,3 mN/m. On peut donc considérer que la procédure de désensimage est correcte.

1.3.4.2.b. Les fibres ensimées

A l'usine, dès la sortie des fibres de la filière, l'ensimage est déposé sur les fibres sous forme d'émulsion et à très grande vitesse.

Nous avons réalisé une étude d'interface huile/eau/polypropylène par tensiométrie, afin de savoir si le polypropylène est préférentiellement mouillé par l'huile ou l'eau et ses tensioactifs, lors du dépôt de l'ensimage [55].

On obtient un angle de contact $\theta_{\text{huile/air}} = 0^\circ$. Il y a donc mouillage total de l'huile sur le polypropylène. A l'interface huile/eau, l'angle de contact est supérieur à 90° .

Ces résultats laissent supposer un bon mouillage par l'huile lors du dépôt sous forme d'émulsion.

1.3.4.2.c. Le dépôt d'ensimage

Nous voulions nous affranchir d'une mauvaise répartition de l'émulsion sur le polypropylène : nous avons donc déposé l'ensimage sans le mettre sous émulsion. Nous avons déposé 1% d'ensimage par rapport au poids de la fibre. Ces fibres sont ensimées par la technique de sortie de bain, par la balance de Cahn (Figure 49).

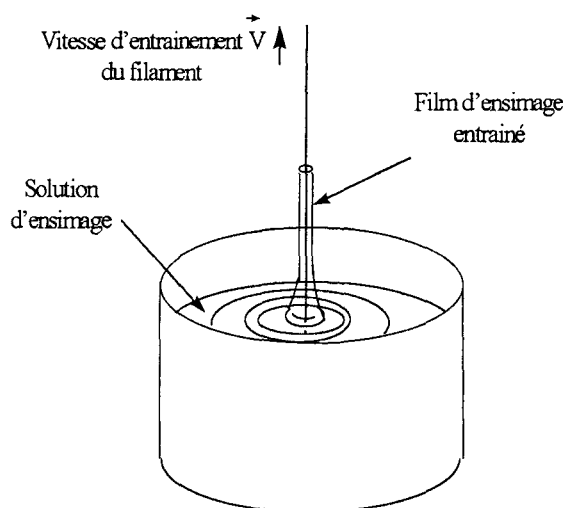


Figure 49 : Technique d'ensimage des fibres du poly(propylène) par la balance Cahn

L'épaisseur déposée est fonction de la vitesse de sortie du bain. Cette vitesse est déterminée grâce à la loi de Landau [56] :

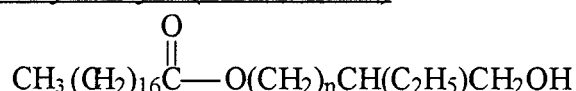
Si on note "e" l'épaisseur du film de liquide entraîné par la fibre, "V" la vitesse de celle-ci, "r" son rayon, "η" la viscosité du liquide et "γ" sa tension superficielle, la loi de Landau s'écrit :

$$e = 1,34.r.\left(\frac{\eta V}{\gamma}\right)^{\frac{2}{3}} \quad (65)$$

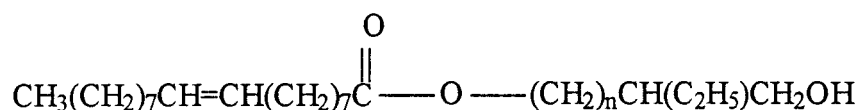
1.3.4.2.d. Les produits utilisés pour ensimer le polypropylène

➤ Deux huiles :

1) stéarate d'alkyle hydroxylé (stéarate AH)

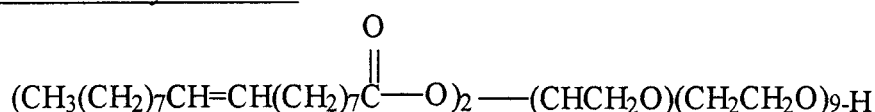


2) oléate d'alkyle hydroxylé (Oléate AH)

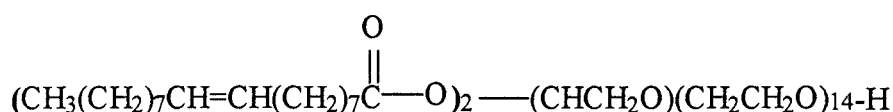


➤ Trois tensioactifs :

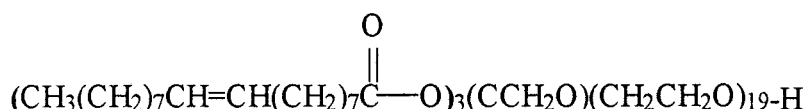
1) dioléate éthoxylé 10 OE



2) dioléate éthoxylé 15 OE



3) trioléate éthoxylé 20 OE



L'épaisseur de chaque constituant était constante grâce à la méthode de dépôt décrite précédemment.

Les caractéristiques physico-chimiques et les conditions d'ensimage au laboratoire (vitesse de dépôt et épaisseur déposée) sont données dans le tableau suivant.

Produits	Masse Volumique (g/cm ³)	Viscosité (mPa.sec)	γ_L (mN/m)	Vitesse d'ensimage (μm/sec)	Epaisseur déposée (μm)
Stéarate AH	0,95	16	30,5	520	0,14
Oléate AH	0,99	12	31	720	0,14
dioléate 10 OE	0,95	84	34,7	95	0,13
dioléate 15 OE	0,99	109	34,8	128	0,18
Trioléate 20 OE	0,9	277	36	30	0,14

Tableau 7 : Caractéristiques des produits d'ensimages pour le poly(propylène), rayon des fibres : 23-27 μm.

II.1.4. GARNITURE DE CARDE UTILISE POUR LES FIBRES DE POLYPROPYLENE

Les fibres de polypropylène sont soumises à des opérations de cardage afin de former une nappe de fibres destinée à réaliser des non tissés. Le but essentiel de l'opération de cardage est d'orienter les fibres dans un même sens, de les paralléliser entre elles, de les échelonner côte à côte permettant ainsi de former une nappe. Cependant, pendant le cardage, les fibres sont soumises à des contraintes et au frottement ; nous avons donc évalué le frottement fibres/carde dans le cas du polypropylène. La garniture de carde utilisée dans notre cas est métallique et elle est en forme de dent de scie (Figure 50).

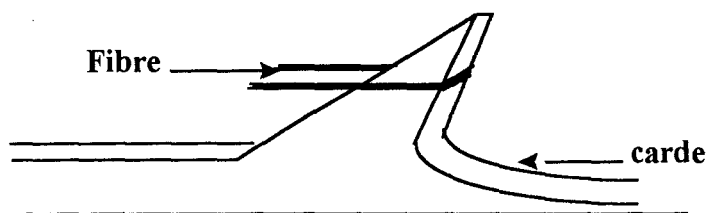


Figure 50 : Carde en forme de scie

CHAPITRE 2 : DESCRIPTION DE L'AFM (MICROSCOPE A FORCE ATOMIQUE) ; UTILISATION EN TANT QU'UN TRIBOMETRE

II.2.1. INTRODUCTION

Le Microscope à Force Atomique (désigné dans la suite AFM : Atomic Force Microscopy) est devenu un outil de base pour les études de topographie de surfaces. Développé par Binnig et al. en 1986 [57] [58], à partir du Microscope à Effet Tunnel [59] [60] [61] [62] (STM : Scanning Tunnelling Microscopy) qui utilise un courant tunnel pour imager les matériaux conducteurs) l'AFM fonctionne de manière similaire. D'ailleurs historiquement, l'une des premières versions de l'AFM utilisait l'effet tunnel comme méthode de détection. Il permet de réaliser dans l'espace réel, des images topographiques tridimensionnelles de matériaux très variés (conducteurs et isolants), avec une résolution exceptionnelle pouvant aller jusqu'à la dimension atomique. Le principe de l'AFM consiste à enregistrer les déflexions verticales d'une micropointe montée au bout d'une lame ressort appelée microlevier lorsqu'une surface d'un échantillon est balayée.

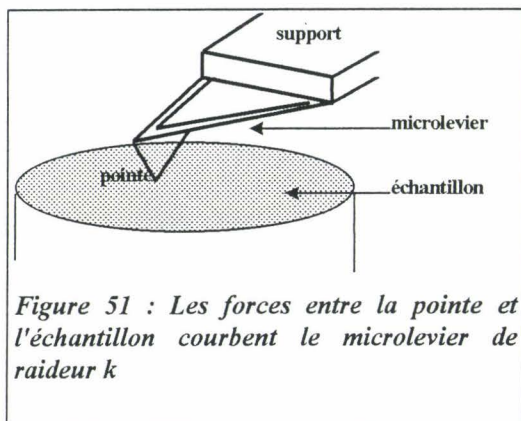
L'objectif de ce chapitre est de décrire l'AFM ainsi que la Microscopie à Force Latérale (LFM : Lateral Force Microscopy) aussi bien par leur aspect instrumental (technologie) que par leur principe de mesure. Nous verrons que la direction de mesure de déflexion du microlevier conditionne l'appellation AFM ou LFM, ce dernier permettant d'obtenir des informations sur le coefficient de frottement entre la pointe d'AFM et la surface balayée.

Nous ferons aussi une bibliographie sur des travaux effectués sur l'interaction physique pointe/surface et les forces mises en jeu. Ces informations nous aideront à comprendre et interpréter les contrastes d'images obtenues en AFM et en LFM. Nous résumerons aussi les travaux tribologiques qui ont été réalisés sur les polymères.

II.2.2. PRESENTATION DU MICROSCOPE A FORCE ATOMIQUE

II.2.2.1. PRINCIPE DU MICROSCOPE A FORCE ATOMIQUE (AFM)

Le Microscope à Force Atomique permet de réaliser des images topographiques de surface à haute résolution aussi bien sur des matériaux isolants que sur les conducteurs (le STM était limité aux conducteurs), avec un champ de vision de quelques nanomètres à plusieurs dizaines de microns (G. Binnig & al., 1986) [57].



Il utilise les forces d'interaction créées par une micropointe fixée au bout d'un petit levier flexible (Figure 51) lorsqu'elle est amenée à la surface. Ces forces courbent le levier de raideur " k " avec une déflexion " ΔZ " proportionnelle à leur intensité, tel que $F = k \cdot \Delta Z$.

Le potentiel de Lennard-Jones (U_{L-J}) qui traduit l'interaction entre deux molécules non-polaires de rayon " r " [58] fournit une approximation des forces d'interactions :

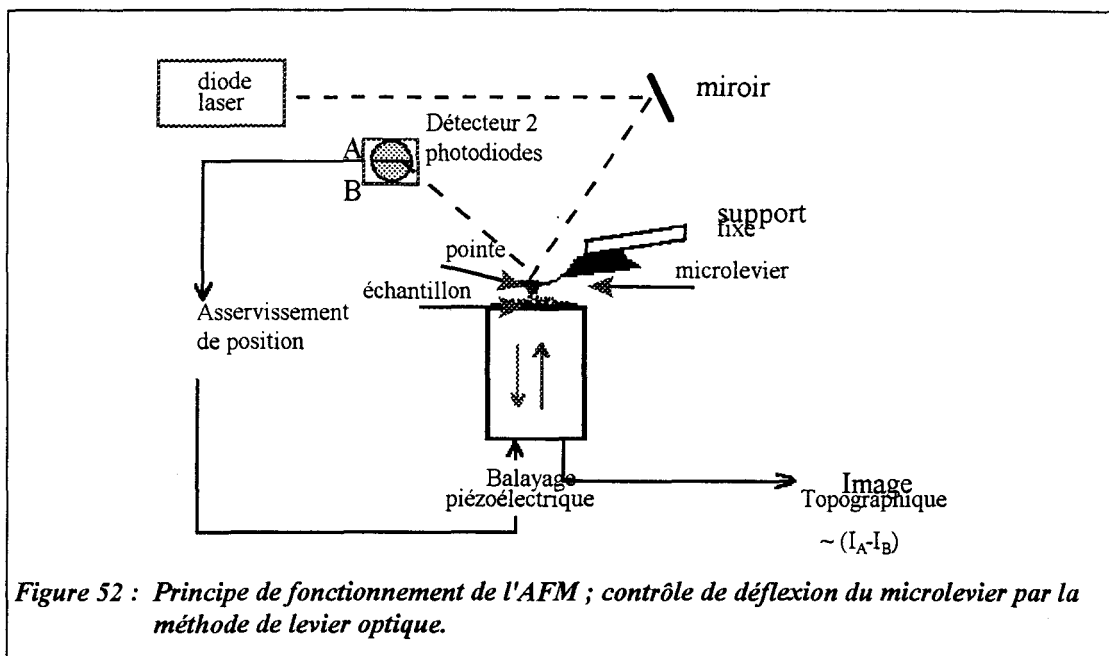
$$U_{L-J} = \frac{C_1}{r^{12}} - \frac{C_2}{r^6} \quad (66)$$

Le deuxième terme traduit les interactions attractives de type Van der Waals, et le premier terme a son origine dans la répulsion des nuages électroniques (C_1 et C_2 sont des constantes). La force attractive agit déjà sur une grande distance - des centaines d'angströms -, alors que la répulsion électrostatique ne se fait sentir qu'à des distances de l'ordre du nanomètre lorsque les nuages électroniques des atomes de la surface et de la pointe commencent à se recouvrir. Dans les domaines, attractif et répulsif, le gradient de la force peut être utilisé pour monitorer toute variation de distance pointe - surface. Ainsi, il y a fondamentalement *deux modes* d'utilisation de l'AFM :

⇒ **Mode attractif** : on utilise la force attractive de Van der Waals de valeur très faible (10^{-10} - 10^{-11} N) ce qui garantit une mesure non destructive. Mais, comme la pointe est assez loin de la surface, il y a perte de résolution. De plus, le microscope doit pouvoir utiliser un mode de détection interférométrique.

⇒ **Mode répulsif** : Ce mode est aussi appelé **mode contact** car la pointe et la surface sont en "contact" par leurs nuages électroniques. La force appliquée est plus forte, typiquement de l'ordre de 10^{-8} N et varie très vite avec la distance. C'est dans ce mode de fonctionnement que la résolution atomique est possible avec l'AFM, et c'est celui qui est le plus couramment utilisé. C'est le *mode* avec lequel nous avons réalisé nos études.

Pour obtenir une image topographique tridimensionnelle d'un échantillon, on enregistre la déflexion du microlevier, en fonction de la position horizontale (x et y) de l'échantillon donnée par le système de balayage piézo-électrique. Notre AFM utilise une méthode optique (voir Figure 52) pour mesurer cette déflexion (G. Meyer & al., 1988 [63]). Cette méthode consiste, avec un miroir à diriger un rayon laser en direction du dos de la pointe où il se réfléchit pour aller frapper un détecteur à deux photodiodes A et B. Initialement, le faisceau laser est positionné sur l'intersection des deux diodes de sorte que $I_A - I_B = 0$. Avec le balayage de l'échantillon, le spot laser se dévie (s'il y a une dénivellation de la surface : bosse ou creux), ce qui génère un signal "d'erreur". Ce signal permet de réaliser l'image topographique.



Deux modes opératoires sont possibles pour imager la surface à partir de ce signal :

- Le mode à **hauteur constante** : l'image topographique est directement obtenue à partir du signal "d'erreur", ce qui donne une mesure directe des déflexions du microlevier. Ce mode de fonctionnement se limite au cas des surfaces très peu rugueuses et celles étudiées à une très petite échelle.
- Le mode à **déflexion constante ou à force constante** : C'est le mode qui a été utilisé dans la thèse. L'erreur due à la déviation du laser est utilisée par la boucle d'asservissement pour maintenir constante la déflexion du microlevier, donc la force qui s'exerce sur ce dernier, en modulant la tension verticale du balayage piézo-électrique. Le déplacement vertical du piézo-électrique pour maintenir la force de contact (entre la pointe et l'échantillon) constante permet de reconstituer l'image topographique de la surface étudiée.

Afin d'éviter des dérives techniques dues aux excitations vibratoires externes ou aux différences de dilatation entre les matériaux, des systèmes de mesures

spécifiques ont été conçus (piézotube, pointe...). De plus, ce n'est pas le microlevier qui balaye la surface de l'échantillon, mais c'est l'inverse. *L'échantillon est déplacé sous le microlevier et ceci afin d'éviter une excitation mécanique de ce dernier.*

II.2.2.2. LE SYSTEME DE POSITIONNEMENT

Il doit être capable, pour faire de la résolution fine, de déplacer l'échantillon (nos fibres) avec une précision de l'ordre du centième de nanomètre dans les trois directions de l'espace. Sa tension d'alimentation est contrôlée verticalement par l'asservissement de la déflexion du microlevier, et horizontalement par le générateur de balayage.

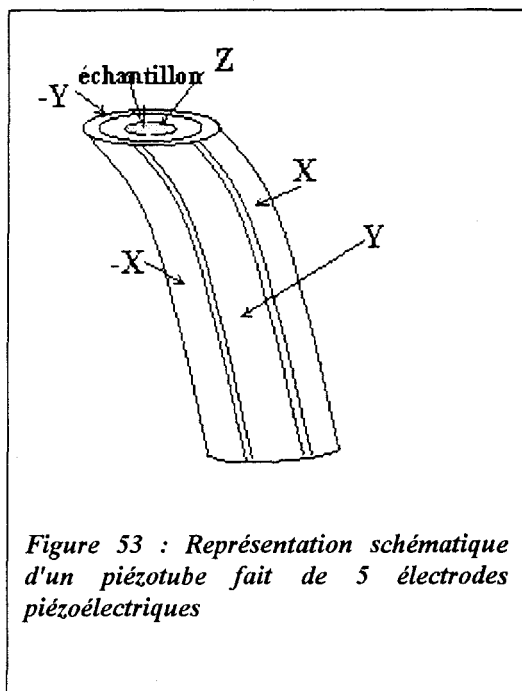


Figure 53 : Représentation schématique d'un piézotube fait de 5 électrodes piézoélectriques

Pour le positionnement de l'échantillon dans l'espace, on utilise des céramiques piézo-électriques qui se déforment quasi-proportionnellement à la différence de potentiel qui leur est appliquée et de manière reproductible avec une précision de l'ordre du millième de nanomètre. Pour l'AFM, nous avons un piézotube fait de 5 électrodes piézo-électriques [64] pour l'utilisation courante (voir Figure 53). Ces derniers sont mobiles sur plusieurs dizaines de microns sans guidage mécanique. L'encombrement s'en trouve ainsi réduit et la précision est plus grande. De plus, nous pouvons appliquer sélectivement et judicieusement des différences de potentiels aux cinq électrodes piézo-électriques.

II.2.2.3. LE MICROLEVIER A POINTE INTEGREE

➤ Caractéristique de la pointe :

Pour atteindre une résolution inférieure au nanomètre, la pointe doit être suffisamment dure pour rester dans le domaine de déformations élastiques et réversibles et comporter, en théorie, un seul atome à son extrémité centré sur l'axe, ce qui est difficilement réalisable de manière contrôlée [65].

➤ Caractéristique du levier :

C'est le levier qui maintient la pointe en contact avec la surface de l'échantillon. Sa fréquence propre doit être aussi haute que possible pour qu'il soit peu sensible aux

vibrations de l'environnement et au balayage piézo-électrique en x et y. La fréquence propre "Fr" du microlevier est donnée par :

$$Fr = \frac{1}{2 \cdot \pi} \left[\frac{k}{m} \right]^{1/2} \quad (67)$$

m et k sont la masse et la constante de raideur verticale du microlevier, respectivement.

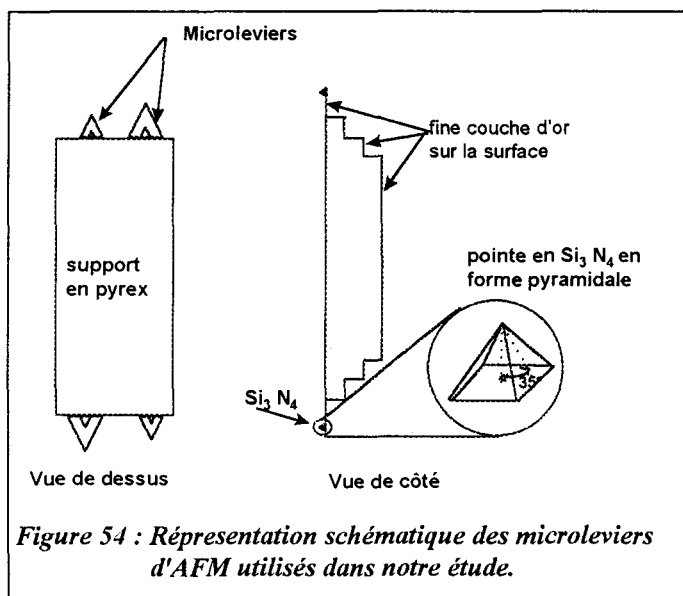
- *Pour un levier rectangulaire :*

$$k = \frac{Et^3w}{4L^3} \quad (68)$$

E, t, w et L sont respectivement le module d'élasticité, l'épaisseur, la largeur et la longueur du levier.

- *Pour un levier avec une géométrie "V",* la raideur latérale est plus grande et le calcul montre que la raideur verticale est équivalente à deux leviers rectangulaires en parallèle [66].

Pour une fréquence de résonance élevée et une raideur faible, il faut une masse très petite. D'où il faut un levier en miniature (microlevier). O. Marti (1988) [67] réalisa des petits leviers à partir de lames très fines, de fils métalliques ; H. Schmidt (1990) [68] les a conçues à partir de fibres de quelques microns de diamètre. Cependant, les caractéristiques de la pointe sont aléatoires et ne sont pas contrôlables. Les plus utilisés aujourd'hui sont les microleviers en Si_3N_4 ; ils sont réalisés en série avec des caractéristiques prédéfinies et reproductibles, par des techniques de micro-usinage du silicium [66]. Pour nos études, nous avons utilisé des microleviers à pointe pyramidale intégrée en Si_3N_4 qui sont relativement bon marché.



Instrumat [69] nous fournit des supports de microleviers, chacun de ces supports comportant 4 microleviers en "V", de caractéristiques mécaniques différentes et connues (Figure 54). Ils ont tous la même épaisseur (0,55 μm) ; la longueur des leviers est de 115 ou 193 μm , et la largeur de 122 ou 205 μm , ce qui donnent une raideur propre à chaque microlevier (voir Tableau 8).

MICROLEVIER	k en N/m (largeur 122 µm)	k en N/m (largeur 205 µm)
115 µm en longueur	0,38	0,58
193 µm en longueur	0,06	0,12

Tableau 8 : Caractéristiques des microleviers

Deux microleviers identiques diffèrent néanmoins par les tolérances de fabrication ; seule la mesure des raideurs propres à chaque microlevier garantit d'excellentes valeurs.

Les pointes pyramidales intégrées sont hautement symétriques avec un rayon de courbure de 20-50 nm.

II.2.2.4. IMAGER EN MODE CONTACT A UNE FORCE CONSTANTE : AJUSTAGE DE LA FORCE DE CONTACT.

Afin de fixer la force normale de contact, il faut que la pointe soit préalablement engagée sur la surface de l'échantillon. Les voltages appliqués en x et y au piézotube sont ramenés à zéro, et on applique aux électrodes en Z du piézotube, un voltage en forme de dent de scie (comme celui décrit par la Figure 55).

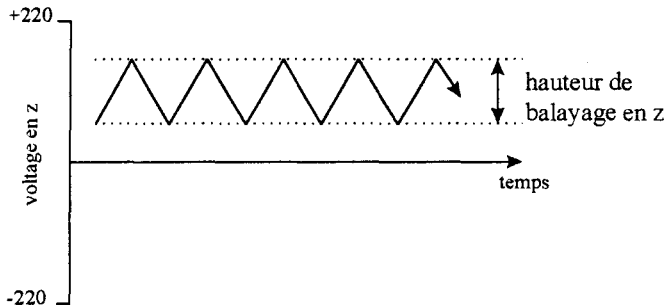


Figure 55 : Voltage appliquée en Z

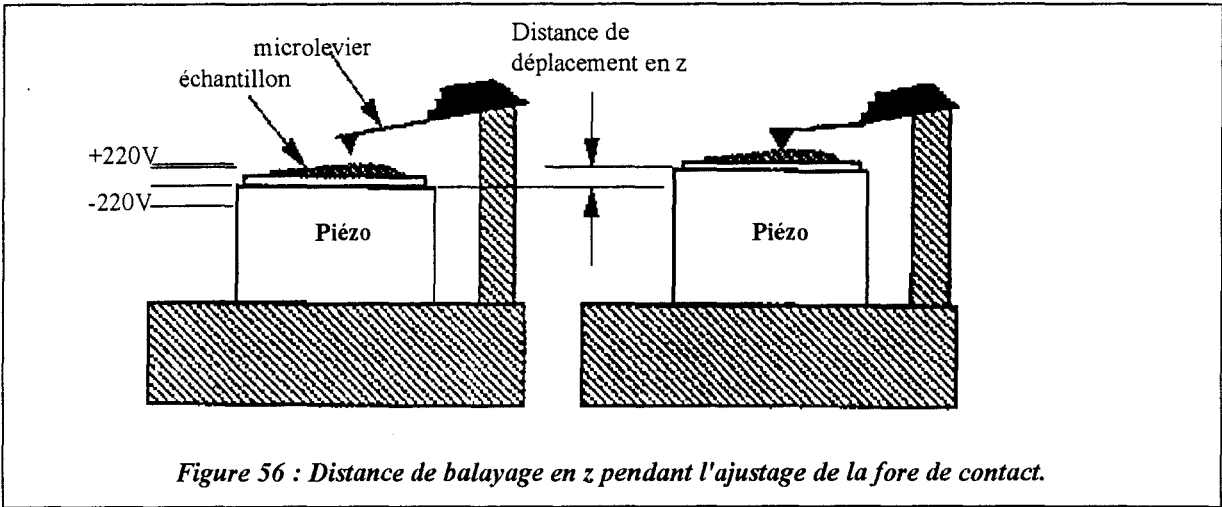


Figure 56 : Distance de balayage en z pendant l'ajustage de la fore de contact.

Par conséquent, l'échantillon monte puis descend à une distance relative à la micropointe qui est stationnaire (Figure 56). Ce va-et-vient de l'échantillon va fléchir le microlevier dont la déflexion est mesurée grâce aux photodiodes. On obtient la courbe

de déflexion de la pointe en fonction du voltage appliqué au piézotube. La figure suivante nous donne un profil typique de courbe de force de contact.

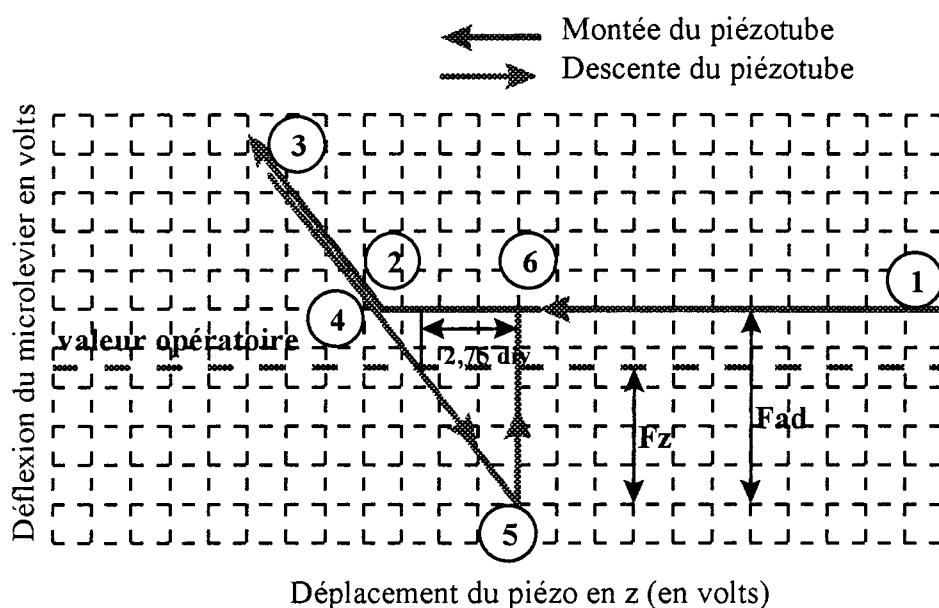


Figure 57 : Profil d'une courbe de force de contact en fonction de la distance AFM/échantillon. F_z est la force de contact réelle et F_{ad} est la force d'adhésion [69][70].

De ① à ② (Figure 57), il n'y a pas déflexion de la pointe (malgré l'extension du piézo) car la pointe ne touche pas encore la surface de l'échantillon (Figure 58). En ② l'échantillon rentre en contact avec la pointe. Parfois il y a une légère baisse en déflexion avant que la pointe ne touche la surface. Ceci est dû aux forces attractives entre la pointe et la surface, qui font fléchir la pointe vers l'échantillon.

De ② à ③, il y a une augmentation du signal de déflexion qui est proportionnelle à l'extension du piézo. Le point ③ est l'extension maximale du piézo.

Ensuite le piézo se rétracte, ce qui éloigne l'échantillon de la pointe et fait diminuer proportionnellement la déflexion de la pointe. La perte de contact ne se fait plus en ② mais en ⑤ (appelé point de "pull-off"). Ceci est attribué à la force d'adhérence générée par un microménisque capillaire (voir chapitre suivant) entre la pointe et l'échantillon. Finalement, la pointe revient à sa position initiale : point ⑥, et le piézo continue à se rétracter jusqu'au ①. Ce cycle se répète continuellement.

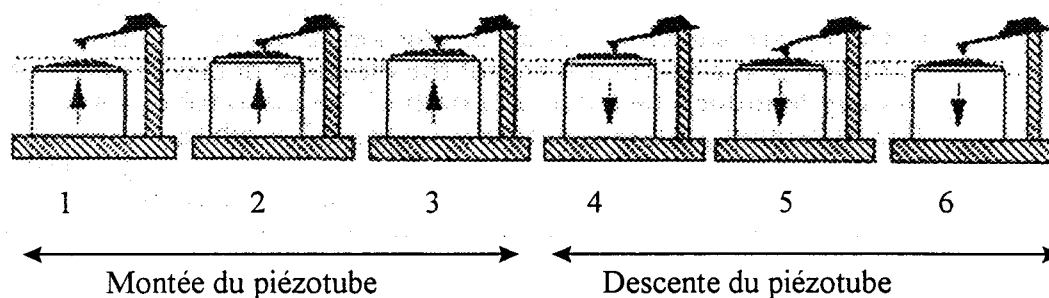


Figure 58 : Les différentes positions du piézotube d'une courbe type de force de contact.

➤ **Réglage de la valeur opératoire (setpoint) :** C'est à l'opérateur d'imposer une déflexion constante de la pointe, en déplaçant la ligne appelée "setpoint" : valeur opératoire.

➤ **Calcul de la force normale de contact:**

La force de contact est définie par l'équation :

$$F = k \cdot \Delta Z \quad (69)$$

- * "k" est la raideur du microlevier en N/m
- * "Z" est le déplacement vertical en nm, et égal à la distance entre la valeur opératoire (set-point) et le point de pull-off ⑤.

Un exemple de calcul de force de contact à partir du profil de force de contact (voir Figure 57) est donné :

Si $k = 0,6 \text{ N/m}$ et la sensibilité du piézo en $Z = 2 \text{ nm/V}$ alors :

$$\Delta Z = 2,75 \text{ div} \times 10,0 \text{ V/div} \times 2 \text{ nm/V} = 55 \text{ nm}$$

La force de contact :

$$F = k \cdot \Delta Z = 0,6 \text{ N/m} \times 55 \text{ nm} = 33 \text{ nN}$$

II.2.2.5. INFLUENCE DES AUTRES FORCES A L'INTERFACE.

II.2.2.5.1. Forces capillaires

Dans l'air, entre deux surfaces, il y a toujours de la condensation capillaire. Lorsqu'une pointe d'AFM est en contact avec la surface d'un échantillon, il se forme un microménisque capillaire (Figure 59). Ce liquide condensé génère une force d'adhérence F_{ad} (voir Figure 57) qui augmente la force normale de contact. L'écriture de la pression de Laplace dans le liquide est d'ailleurs donnée par l'expression [71].

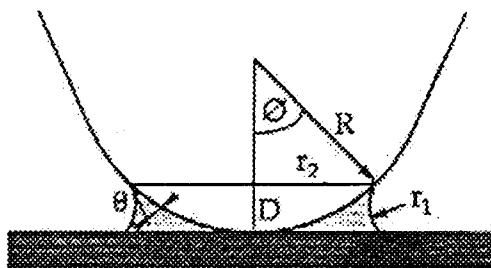


Figure 59 : Présence d'un microménisque capillaire au voisinage du contact pointe/échantillon

$$F_{ad} \approx 4\pi R \gamma_L \cos \theta \quad (70)$$

- * R = rayon de courbure du ménisque,
- * γ_L = tension de surface du liquide
- * θ = angle de contact du liquide avec la pointe.

Lorsqu'on travaille en milieu liquide (cellule liquide), le levier et la surface sont recouverts d'eau (ou d'un autre liquide) et ces forces de capillarité disparaissent. Seules les forces attractives de Van der Waals et de double couche (voir Figure 60 b et II.2.2.5.2) subsistent entre la pointe et la surface [72].

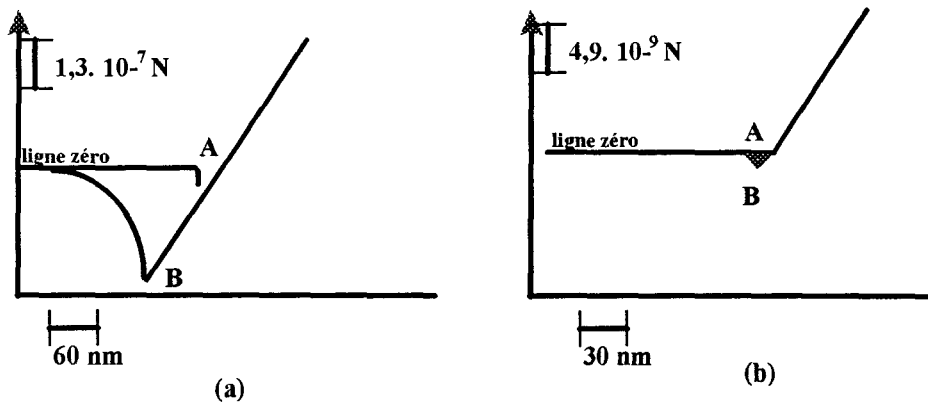


Figure 60 : Forces créées lors du rapprochement du microlevier dans l'air (a) et dans l'eau (b). Dans l'air, à l'aller, une force attractive apparaît brusquement en A. Elle est responsable de la forte hystérésis au retour en B. Dans l'eau, l'intensité des forces est 30 fois plus faible et l'effet d'hystérésis 20 fois moins prononcé que dans l'air.

II.2.2.5.2. Les forces électrostatiques

En milieu liquide ou dans les films adsorbés à la surface, des forces répulsives de types électrostatiques existent. Ces forces ont deux origines essentielles [73] :

- l'ionisation ou la dissociation de groupes de surface chargeant négativement la surface.
- l'adsorption d'ions d'une solution sur une surface non chargée.

Quel que soit le mécanisme chargeant, des ions à la surface se remplacent en permanence formant une couche dite couche de "Stern" tandis que d'autres forment une atmosphère thermique mouvante près de la surface (couche électrique double)

II.2.2.6 : INFLUENCES DE DIVERS PARAMETRES SUR LA TOPOGRAPHIE DE SURFACE

II.2.2.6.1. La géométrie de la pointe

Pour montrer l'effet de la pointe sur une géométrie à grande dimension, nous prendrons le cas le plus général d'une fissure. Elle pose à la fois le problème de gauchissement et celui de l'accessibilité de la pointe au fond de cavité. Nous comprenons aisément que la pointe ne peut pas suivre la totalité du contour de la fissure puisque ses dimensions l'empêchent d'aller au fond de la cavité (Figure 61).

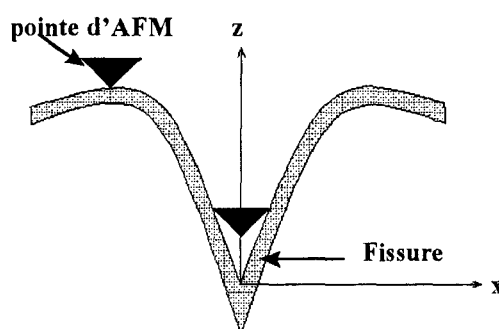


Figure 61 : Profil type d'une fissure ne permettant pas l'accès de la pointe au fond de la cavité

Dans le cas d'une fibre étudiée, la géométrie cylindrique de celle-ci fait que sur les côtés de la fibre (position X de la Figure 62), il y a non adhérence de la pointe d'AFM sur les bosses existantes. Il y a donc perte de contact et l'image topographique restituée n'est pas bonne.

Pour éviter ces problèmes, les images topographiques sont réalisées à l'extrémité haute de la fibre, où la courbure est moins importante.

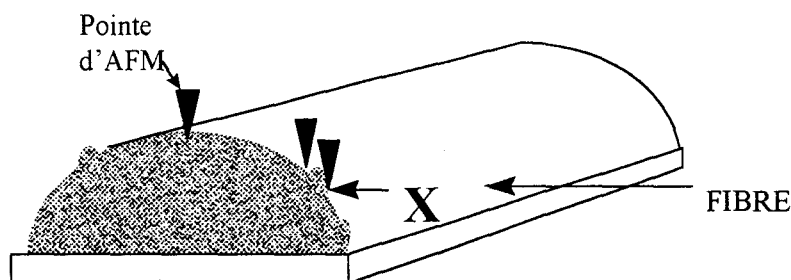


Figure 62

II.2.2.6.2. Détérioration de surface générée par la pointe

La pointe d'AFM peut induire la déformation d'une surface analysée et ceci peut s'aggraver avec une augmentation de la charge appliquée. L'image topographique n'est plus alors une représentation fidèle de la surface imagée. De plus, une répétition de balayage sur une même zone peut induire un effet d'abrasion et donc aussi l'usure de la surface. Le risque de modification d'image est d'autant plus grand que la matière est molle (ex: matériaux organiques, polymères, biomolécules). La réussite d'imagerie pour la matière molle passe par la bonne maîtrise des petites forces [74].

Mais ce qui était considéré comme une limitation de l'appareil, s'est révélé un atout pour le micro usinage et pour l'étude des mécanismes d'usure. Ainsi, l'interaction pointe/surface peut être appréhendée en termes de gravage de surface avec pour domaines d'application la micro-électronique (micro usinage, micro gravage..) et l'informatique (lecture/enregistrement ultra haute densité). De même, en utilisant une pointe en diamant à une charge élevée (μN), des tests d'usures des surfaces ont été effectués en imageant la surface avant et après l'usure, à une plus faible charge (nN) [75].

La *nanoindentation* [76] [77] [78] est le poinçonnage ou l'estampage d'une surface par une micropointe en diamant (Figure 63 (a) et (b)) à des charges de quelques dizaines de μN . L'aire de balayage en x et en y est ramenée à zéro afin que la pointe puisse appuyer continuellement sur la surface d'échantillon pendant quelques secondes. La nanodureté est calculée en divisant la charge d'indentation par l'aire résiduelle projetée.

"Scratching" [76] [77] : en balayant une surface (Figure 63 (c) et (d)) à une charge élevée, avec une pointe en diamant, on peut étudier l'usure de la surface. Des renseignements telles les variations de la profondeur du "scratch" en fonction de la charge ou de nombre de cycles, peuvent être obtenus.

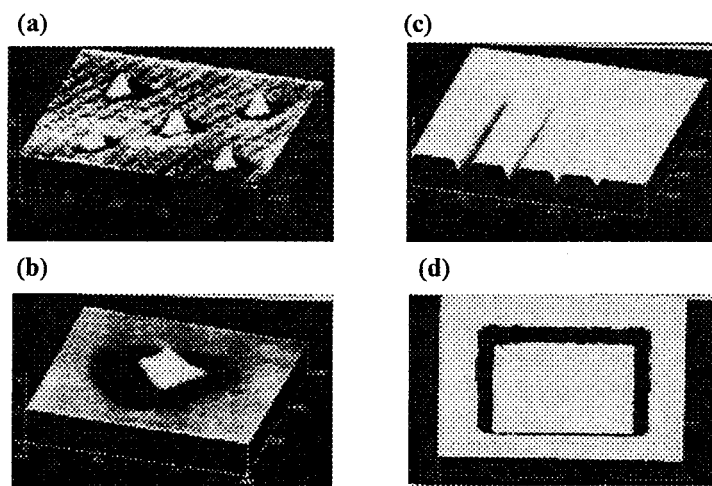


Figure 63 : Usures évaluées par l'AFM, : (a) indentation quasi-statique, (b) indentation par impact, (c) scratch linéaire, (d) scratch par balayage d'une surface.

II.2.2.6.3. Effets secondaires induits par le microlevier [79]

Le microlevier est à l'origine de distorsions importantes. En considérant l'absence de frottement entre la pointe d'AFM et l'échantillon, les caractéristiques topographiques devraient être le seul facteur causant la flexion verticale du microlevier. Cependant, la force de frottement existe lorsqu'un objet est déplacé par rapport à un autre. Cette force de frottement entre l'échantillon et la pointe cause une torsion du microlevier, ce qui a pour conséquence de modifier la mesure.

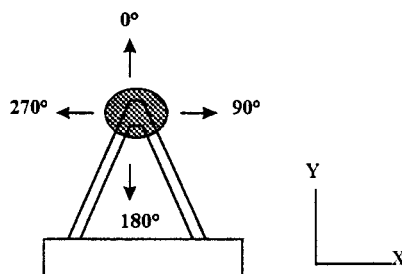
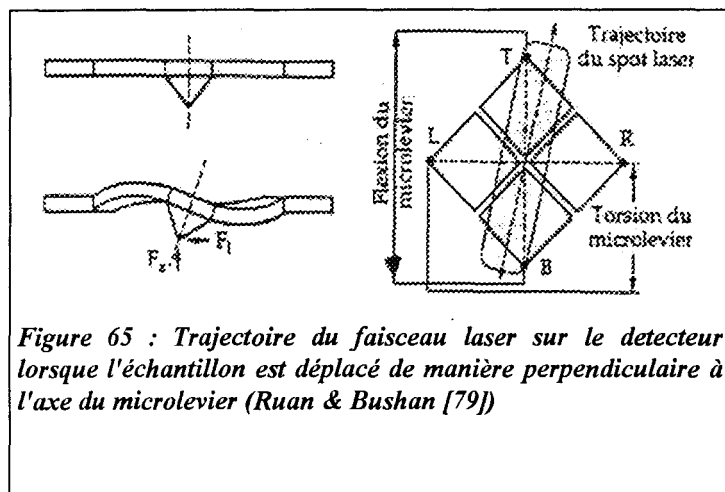


Figure 64 : Les différentes directions de balayage d'un échantillon.

- **Balayage perpendiculaire à l'axe (à 90° ou 270° : Figure 64) :** La force de frottement provoque la torsion du microlevier si l'échantillon est déplacé orthogonalement à son axe.



Cette torsion modifie le déplacement du spot laser sur le détecteur (Figure 65). L'intensité lumineuse entre les photodiodes verticales étant changée, l'image topographique résultante n'est pas une représentation fidèle de la surface. Un réglage est nécessaire, et il est correct et optimum s'il y a absence d'hystérésis (entre l'aller et le retour) sur le signal topographique.

- **Balayage suivant l'axe du microlevier (0° ou 180° : voir Figure 64) :** La force de frottement va induire une déflexion additionnelle (ΔF_z) du microlevier (Figure 66). La force totale appliquée sera donc supérieure ($F_z + \Delta F_{z1}$). En inversant le sens du balayage, la déflexion due au frottement devient négative ($-\Delta F_{z2}$). Entre l'aller et le retour, le signal en topographie diffère. De plus, en mode "déflexion constante", pour que la déflexion du microlevier reste la même entre l'aller et le retour, la hauteur du piézetube doit être ajustée.

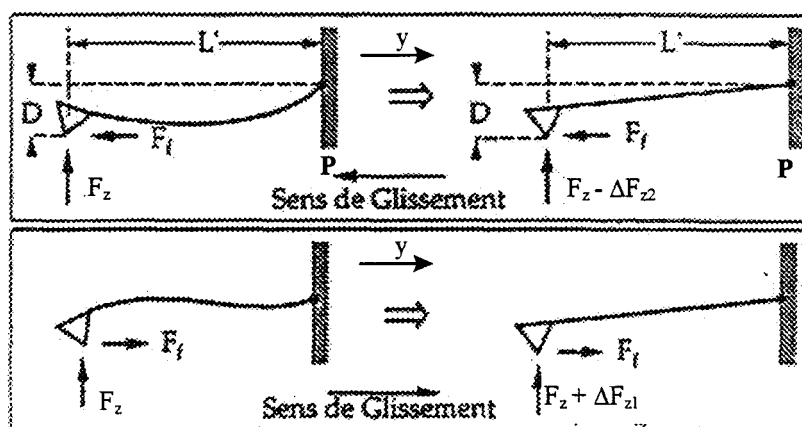


Figure 66 : La déflexion additionnelle du microlevier, induite par l'inversion du balayage, peut être supprimée en jouant sur la hauteur du piézetube [79]

Pour remédier aux effets secondaires induits par le microlevier, on fait varier les gains jusqu'à ce que les signaux d'AFM en aller et au retour soit confondus.

II.2.2.7. CONCLUSIONS SUR L'AFM

L'AFM permet d'imager des surfaces en agissant comme un microtribomètre de très grande précision. La mesure sophistiquée des déflexions de microlevier, l'utilisation du levier optique et du piézotube à électrodes permettent une plus grande précision des mesures. Si l'on compare aux autres méthodes d'imagerie des surfaces, par exemple le MEB (microscope à balayage électronique) où des agrégats d'or de plusieurs dizaines de nanomètres constitue un dépôt, avant l'analyse des surfaces ; pour l'AFM, les fibres ne nécessitent aucune préparation, et elles peuvent être imagées à la température ambiante et à la pression atmosphérique. Une représentation en 3 dimensions peut être réalisée, ce qui permet d'avoir une vue sur l'aspect de la surface.

Il y a néanmoins des problèmes, tels que l'inaccessibilité de la pointe au fond des cavités d'une fissure, la forme cylindrique d'une fibre, l'usure de la pointe ou des effets secondaires induits par le microlevier à cause du frottement. Nous allons voir qu'il est possible d'adapter notre appareil pour mesurer cette force de frottement tout en imageant la surface, d'où l'appellation Microscope à Force Latérale (LFM).

II.2.3. LE MICROSCOPE A FORCE LATÉRALE

II.2.3.1. PRESENTATION

Nous avons vu que la force de frottement entre l'échantillon et la pointe cause une torsion de la pointe, qui peut être mesurée par le microscope à force latérale (LFM). Ce fut Mate et al.(1987) [80] qui modifièrent pour la première fois l'AFM en LFM ; ils mesurèrent le frottement à l'échelle atomique, entre une plaque de graphite et une pointe en Tungstène.

Notre appareil AFM/LFM (Nanoscope III) permet en effet, de mesurer en même temps la force normale et la force parallèle à la surface (force latérale) en utilisant un capteur à quatre photodiodes (Figure 67). La conception originale de cette méthode de mesure est due à Meyer et al. [63] [81].

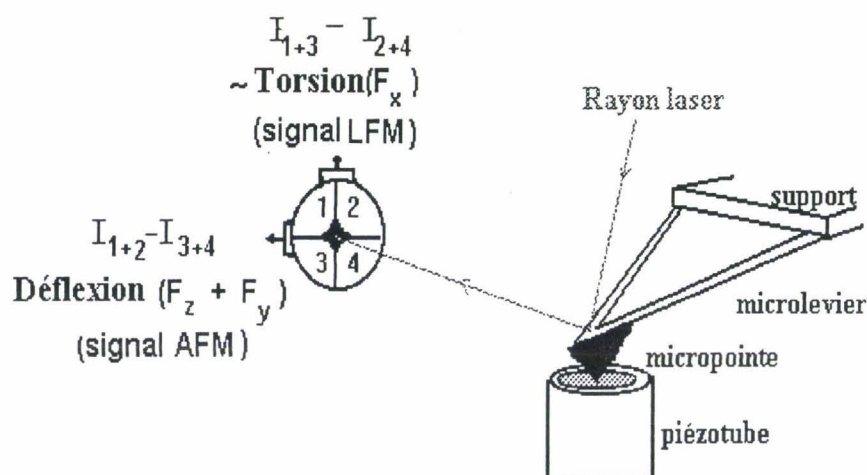


Figure 67 : Principe de fonctionnement d'un microscope à force latérale.

La flexion normale du levier est mesurée par la différence d'intensité ($I_{1+2} - I_{3+4}$) des segments supérieurs et inférieurs, alors que la différence d'intensité des segments gauches et droits ($I_{1+3} - I_{2+4}$) fournit des informations sur la torsion de la pointe.

Bien sûr, il faut travailler à force constante et en mode contact pour pouvoir mesurer cette force latérale. De plus, la direction de balayage est aussi importante. Un balayage perpendiculaire à l'axe du microlevier (90° ou 270°) nous donne une torsion maximale du levier et donc, plus de renseignement sur les forces latérales à la surface.

II.2.3.2. CLASSIFICATION DE LA FORCE LATÉRALE : MESURE DE LA FORCE DE FROTTEMENT

Au début de la conception du LFM, la force latérale a été attribuée uniquement au frottement entre la surface et la pointe. Mais très vite, les chercheurs ont démontré l'influence de la topographie de surface sur la force latérale mesurée.

2.3.2.1. Méthode de Fujisawa [82]

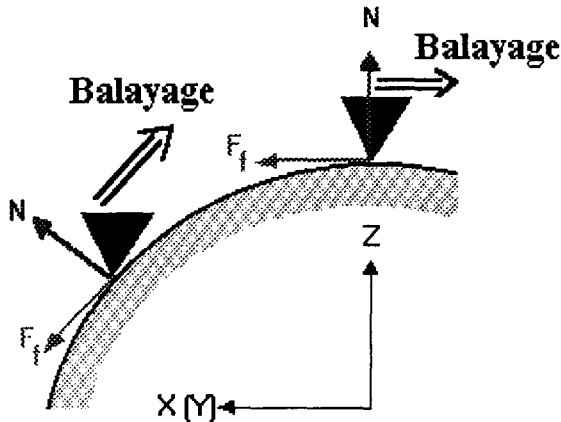


Figure 68 : Les forces en présence entre une micropointe et une surface rugueuse.

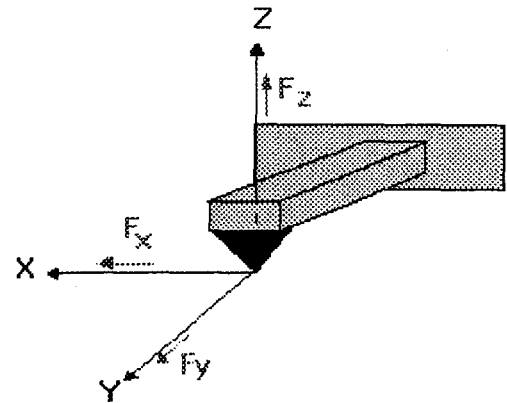


Figure 69 : Les forces agissant sur la micropointe tridimensionnelle

Considérons la micropointe tridimensionnelle sur laquelle agissent les vecteurs de force avec des composantes F_x , F_y , F_z respectivement (Figure 69). La torsion de la pointe est causée par F_x , appelée aussi la force latérale.

Pour une surface rugueuse (avec des bosses et des creux), la force normale "N" (agissant perpendiculairement à la surface) aussi bien que la force de frottement F_f (agissant tangentiellement à la surface) ont des composantes x, y, et z non-nulles (Figure 68).

$$\text{La force normale : } \vec{N} = \vec{N}_x + \vec{N}_y + \vec{N}_z \quad (71)$$

$$\text{La force de frottement : } \vec{F}_f = \vec{F}_{fx} + \vec{F}_{fy} + \vec{F}_{fz} \quad (72)$$

Fujisawa (1993) [82] a démontré qu'en inversant le sens de balayage d'une surface atomiquement plane et ayant un certain coefficient de frottement, il y a inversion du contraste d'image (Figure 70). Il conclut alors qu'en inversant le sens de balayage, les composantes de la force de frottement changent de signe.

Au contraire, avec une surface rugueuse recouverte d'un lubrifiant (sans frottement), l'image en force latérale est indépendante du sens de balayage (Figure 71).

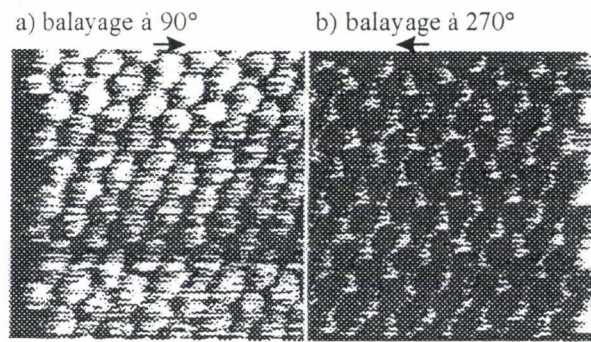


Figure 70 : Les images en LFM à 90° et 270°. L'inversion de la direction de balayage cause l'inversion du contraste d'image

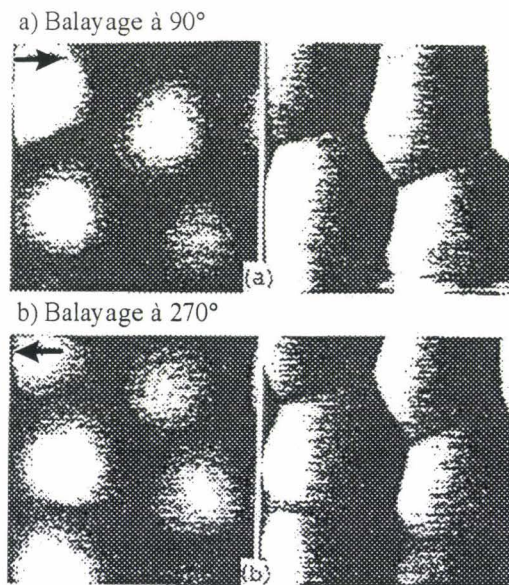


Figure 71 : Observation en topographie à droite et de la force latérale à gauche d'une surface présentant un très faible coefficient de frottement. La force latérale est indépendante de la direction de balayage, et le contraste de ces images en force latérale reflète la pente de la topographie suivant la direction x [82].

Fujisawa conclut donc que la force F_x qui cause la torsion de la pointe est la somme des composantes x de la force normale (N_x) et de la force de frottement (F_{fx}):

$$\text{le signal L.F.M (en aller) : } F_x = N_x + F_{fx} \quad (73)$$

$$\text{le signal L.F.M (au retour) : } F_x = N_x - F_{fx} \quad (74)$$

Il conclut alors que la composante "x" du frottement : " F_{fx} " peut donc être obtenu par l'hystérésis (la différence) des signaux du LFM à l'aller et retour, divisé par deux.

R. Overney et al (1993) [83] utilisent cet hystérésis (différence) des signaux LFM en aller et au retour pour déterminer l'origine de la torsion de la pointe : topographie ou frottement. La Figure 72 montre les images topographiques et en force latérale réalisées sur un film LB (Langmüir-Blodgett) bicouche de Cd arachide sur du Silicium. La moitié de l'hystérésis latéral donne une force latérale de 0,2 nN pour la bicouche et 3 nN pour le silicium.

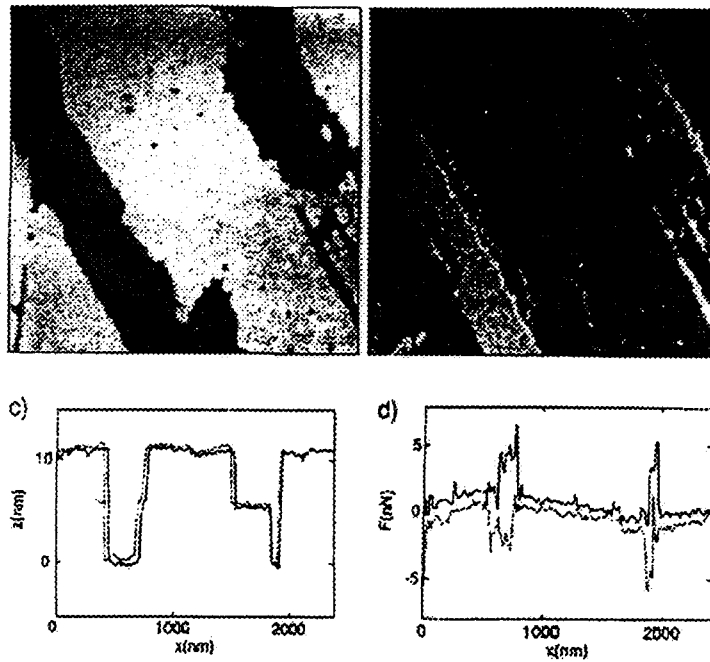


Figure 72 : Images topographique (à gauche) et en force latérale (à droite) réalisées sur un film LB bicouche de Cd arachide sur du Si. L'image en force latérale (d) indique une augmentation de frottement au passage des couches sur le substrat de silicium [83].

Baselt & Baldeschwielder (1992) [84] calculent la force de frottement de la même manière à partir de la force latérale en supposant comme l'auteur précédent, qu'avec un balayage à 90° , les composantes y et z de la force de frottement deviennent quasiment nulles.

2.3.2.2. Méthodes de Ruan et al.[79]

Méthode 1 : Celle-ci permet d'isoler la force de frottement par un balayage à 90° . Le principe est le même que celui de Fujisawa, sauf que Ruan n'attribue pas nécessairement la composante "non souhaitée" de la force latérale à la topographie de surface.

Méthode 2 : En utilisant le mode 'hauteur constante' et en balayant à 0° (Figure 66), il est possible de calculer le coefficient de frottement. La déflexion verticale est dans ce cas, égale à la somme de la force normale appliquée et de la force de frottement. Comme le frottement agit dans le sens opposé au balayage, il y a inversion de signe et la force normale devra être ajustée de manière à maintenir une déflexion constante.

Si la déflexion est constante alors, ces auteurs admettent que le moment total appliqué au microlevier est constant aussi.

Le coefficient de frottement est alors donné par :

$$\mu = F_f / N = (\Delta F_{z1} + \Delta F_{z2}) / N(L/l) \quad (75)$$

- * ΔF_{z1} et ΔF_{z2} sont les valeurs absolues de variation de la force normale dans le sens y et -y respectivement;
- * L = longueur du microlevier (mesurée par microscopie optique),
- * l = la distance verticale entre la pointe et le point P (voir Figure 66, mesurée par MEB : microscope à balayage électronique).

La quantité $(\Delta F_{z1} + \Delta F_{z2}) = k.(\Delta H_1 + \Delta H_2)$
où

- * k = raideur de levier et
- * $(\Delta H_1 + \Delta H_2)$ = la différence en hauteur du piézotube (Figure 73).

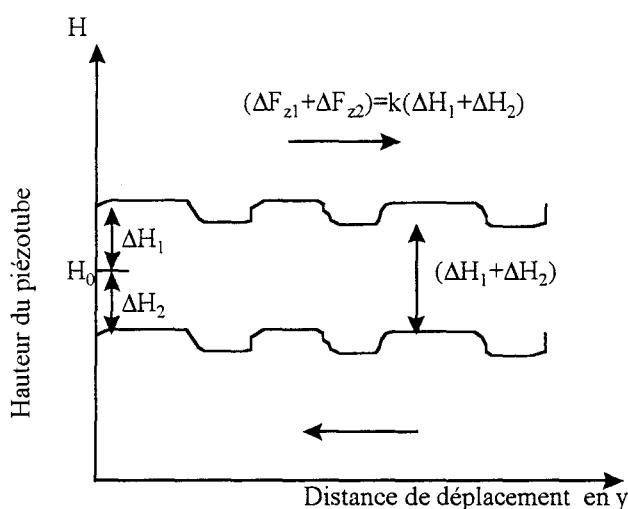


Figure 73 : Illustration de la différence en hauteur du piézotube lorsque l'échantillon est balayé en y et en -y.

Le coefficient de frottement s'écrit :

$$\mu = F_f / N = k.(\Delta H_1 + \Delta H_2) / H(L / 2l) \quad (76)$$

II.2.3.3. CALIBRATION DE LA FORCE DE FROTTEMENT

Le but de la calibration de la force de frottement est de calculer la valeur absolue de la force latérale en N (Newton), à partir des signaux en volts. Alors que la calibration de la force normale de contact est simple, (et est réalisable à partir du profil de la force de contact, de la sensibilité en Z du piézotube et de la raideur du microlevier), celle de la force latérale est plus complexe.

Marti & al. (1992) [85], se basant sur l'indépendance des mesures par levier optique, proposent un étalonnage en force latérale. Ils interposent, entre la pointe et le détecteur quatre cadrans, un plan de verre pouvant tourner autour de z. Son inclinaison d'un angle α connu provoque le déplacement X du spot laser de droite à gauche sur le détecteur ce qui permet de mesurer une différence de signal ΔV . En considérant que ce déplacement aurait pu être induit par une torsion θ_1 du microlevier, alors :

$$X = \theta_1 \cdot L = \frac{F_{lat}}{C} \cdot L = T \left[1 - \frac{1}{n} \right] \alpha \quad (77)$$

- * T et n : épaisseur et indice de réfraction du verre
- * L : distance du microlevier au détecteur 4 cadrans
- * C : une constante, tel que :
- * $C = \frac{\beta G h^3 b}{a l}$; pour un microlevier rectangulaire :
 - * β : est une constante phénoménologique qui décrit la constante de raideur en torsion
 - * G : module de cisaillement
 - * l : longueur du levier
 - * h : hauteur du levier
 - * b : largeur du levier
 - * a : hauteur de la pointe.

Avec ces relations, la sensibilité latérale S_{lat} tel que : $F_{lat} = S_{lat} \cdot \Delta V$ s'écrit :

$$S_{lat} = C \frac{T}{L} \frac{\alpha}{\Delta V} \left[1 - \frac{1}{n} \right] \quad (78)$$

De plus, ces mêmes auteurs proposent à partir des grandeurs caractéristiques du microlevier et de la pointe, une relation très simple (équation (80)) pour calibrer rapidement la force latérale (en supposant que le spot laser a une symétrie circulaire).

$$S_{lat} = \frac{3}{l} \cdot C \cdot S_z \quad (79)$$

* S_z = la sensibilité en z du piézotube

Ruan et Bhushan [79] proposent un calcul direct du coefficient de frottement en balayant l'échantillon dans l'axe du microlevier (voir section II.2.3.2). En multipliant ce coefficient de frottement par la force normale appliquée, nous pouvons calculer la force de frottement. Le rapport de la force de frottement en nN sur celle en volts, nous donne la sensibilité latérale du capteur. Ces auteurs trouvent une sensibilité latérale de 8,7 nN/volts pour une raideur de levier de 0,38 nN/Volts (en utilisant une plaque en Pt).

Puis, en utilisant la méthode 1 de Ruan ou de Fujisawa (voir section II.2.3.2), on peut facilement convertir la force de frottement de volts en Newton. Cette méthode est plus directe car elle ne nécessite pas des informations préalables sur la torsion du microlevier, ni sur ses propriétés physiques et géométriques.

Un peu plus récemment, C.J Lu et al. (1995) [86] ont proposé une nouvelle méthode de calibration des forces latérales en prenant en compte la déformation élastique du microlevier. La pointe utilisée est en diamant, et la force latérale est mesurée pendant le "scratching" (II.2.2.6.2) de la surface à une certaine charge normale.

II.2.4. UTILISATION DE L'AFM/LFM POUR ETUDIER LES POLYMERES ET LES FIBRES

II.2.4.1. ETUDE DE LA MORPHOLOGIE DE SURFACE ET DE L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS DE SURFACE SUR CELLE-CI.

> Morphologie

L'AFM/LFM permet de réaliser des images tridimensionnelles des polymères et des fibres d'une échelle nanométrique à une échelle micrométrique. Les fibres en général ne nécessitent aucune préparation ; par contre, les films de polymères plastiques nécessitent souvent des préparations préalables, par exemple quand les arrangements moléculaires doivent être imagés. Ainsi, les structures ou les arrangements moléculaires des chaînes de polymères (fibrillaire, cristalline ou amorphe) ont pu être imagés (voir Figure 74) [87] [88] [89] [90]. De plus grandes précisions ont même pu permettre par exemple de situer les positions des groupes phényles dans des fibres de Poly(p-phénylenetéréphthalamide) [91], ou les chaînes polymères individuelles d'une fibre en PE (poly(éthylène)) ayant subi un très grand étirage (UHMW-PE) [92]. La distance interlamellaire en fonction de l'élongation après une traction "in situ" d'un film de polymère (PP, PE, etc) a aussi été étudiée, permettant des renseignements sur la déformation élastique et plastique des polymères sous traction.

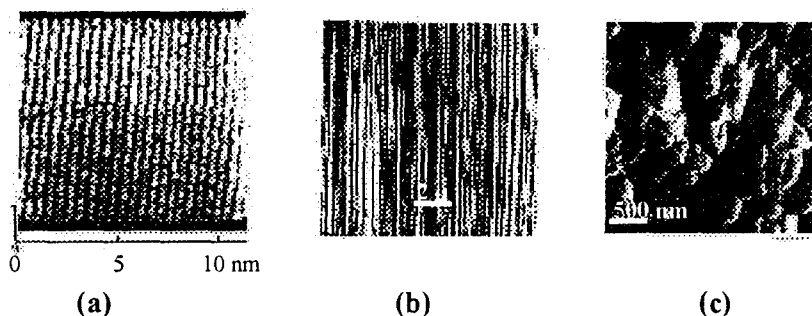


Figure 74 : Images topographiques d'un film en poly(éthylène) obtenu par voie gel : (a) Les chaînes individuelles de poly(éthylène) à la surface d'une nanofibrille, (b) poly(éthylène) hautement étiré (à 70%) (c) du poly(éthylène) obtenu par voie gel après évaporation du solvant.

La structure des écailles de laine [93], leur dimension, et la variation de cette dernière en fonction de l'absorption d'eau, ont aussi fait l'objet de recherche par l'AFM. L'AFM/LFM a permis aussi d'imager chaque constituant d'un copolymère block et les positionnements des différentes séquences ; de par leurs différentes élasticités et donc différents coefficients de frottement.

> Traitement de surface

L'influence des traitements de surface par plasma, par la chaleur ou par une variation de pH (ex : cas de la laine) [93], sur la morphologie et l'hétérogénéité chimique, ont été examinés par AFM/LFM.

II.2.4.2 ETUDE DE LA LUBRIFICATION PAR DES LIQUIDES

Divers polymères sont utilisés dans la lubrification. En utilisant, une pointe en Tungstène, sur des substrats en silicone enduits de films de polymères (des chaînes linéaires en perfluoroéthers avec ou sans un groupement alcool), Mate a observé que les lubrifiants se comportent comme des liquides [94]. Ceci est contraire à l'observation faite par la SFA (surface force apparatus ; voir I.3.2) où un comportement de type solide est observé pendant le cisaillement. En effet, la surface de contact entre la pointe d'AFM et la surface est trop petite (nanomètre au carré pour l'AFM et micromètre au carré pour SFM) pour qu'il y ait confinement du film. Une partie de la chaîne de polymère peut s'échapper à cause de la compression de la surface par la pointe.

II.2.4.3. ETUDE DE LA LUBRIFICATION LIMITE

Des études par AFM/LFM ont été effectuées sur des films liquides confinés [95], et qui dans des conditions limites, se comportent comme des solides.. Des couches minces ou limites de films organiques appliqués par la méthode de Langmür Blodgett (LB) en monocouches ou bicouches furent en premier étudiées par Overney, en mode LFM (voir II.2.3.2.1) [83]. Ces auteurs mesurèrent aussi le frottement et la topographie d'une monocouche constituée d'un mélange d'acide behénique et de PFECA (acide carboxylique fluoré complexé avec des polymères cationiques) sur un substrat en silicone [96].

Nous citerons aussi les travaux de Takara et Kajiya (1995) [97] sur les mélanges d'organosilanes (OTS/FOETS : octadecyltrichlorosilane/2-(perfluorooctyle éthyle trichlorosilane) appliquée en LB sur du silicone. La stabilité de la couche était rendue possible par la chimiesorption des silanes sur le silicone, permettant ainsi la mesure du frottement et de la viscoélasticité par SVM (scanning viscoelasticity microscope).

Dans ces deux études, les auteurs ont mis en évidence une séparation de phases des constituants. La Figure 75 montre les images en AFM et en LFM de la couche de mélange de silanes : des domaines circulaires de OTS présentant un coefficient de frottement relatif plus faible que le FOETS.

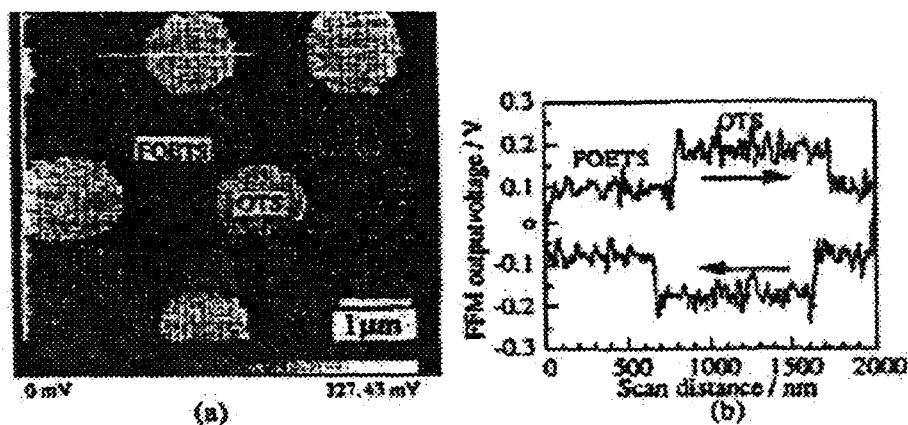


Figure 75 : Images en LFM d'une monocouche constituée de OTS/FOETS(50/50) sur un support en silicone.

II.2.4.4. "DURETE" DES SURFACES

Des pointes en diamant utilisées à une charge de 5×10^{-7} N, ont permis de comparer les propriétés mécaniques des surfaces des polymères : PC-poly(carbonate), PMMA-poly(méthacrylate de méthyle) et EP-époxy [98].

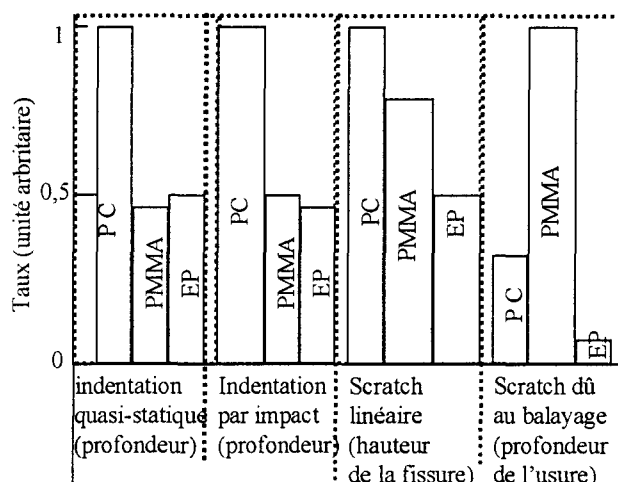


Figure 76 : Résumé des tests d'usures effectués sur du PC, PMMA et EP.

Les résultats de dureté obtenus par nanoindentation diffèrent de ceux obtenus par un appareil classique de mesure de dureté 'Vickers'. En effet, ce dernier fait intervenir une charge 10 fois plus grande ; la dureté mesurée est dépendante des propriétés volumiques du matériau (module de Young par exemple). A des charges plus faibles, on mesure la 'dureté de surface' qui pourrait être reliée à l'énergie de surface du polymère. Cette quantité pourrait aider à une meilleure compréhension de la dureté de surface à l'échelle moléculaire.

Des tests de nanoindentation effectués sur des films minces de polymère (par exemple en PET [99]) ont été réalisés pour évaluer les propriétés mécaniques de ces derniers.

II.2.5. CONCLUSIONS

Le Microscope à Force Latérale est un outil intéressant pour l'investigation des propriétés tribologiques des surfaces des polymères et/ou des fibres. Il permet simultanément à la topographie de surface, de mesurer le frottement entre la micropointe d'AFM et la surface analysée. Les effets tels que l'usure des surfaces peuvent être aussi évalués, en imageant la surface avant et après l'usure.

CHAPITRE 3 : TECHNIQUES DE MESURES DE FROTTEMENT ET D'ADHESION PAR LA MICROBALANCE ELECTRONIQUE CAHN

II.3.1. INTRODUCTION

Le but de l'étude de la tribologie des fibres de verre et de polypropylène par la microbalance électronique de Cahn est de réaliser des mesures de forces de frottement fibre/fibre ou fibre/métal et des mesures de cohésion entre deux fibres.

Des études de frottement fil/rouleau métallique sont déjà réalisées avec le F-meter, où la tension d'entrée minimale est de l'ordre de 5g. Cependant, lorsque deux monofilaments de petit diamètre (11 μm pour les fibres de verre) frottent l'un contre l'autre, les forces de frottement sont de l'ordre de quelque micro-newtons. Il nous fallait donc disposer d'un appareil capable de détecter ces forces infimes, et logiquement, la microbalance s'est imposée. Cette dernière est normalement conçue pour effectuer des mesures de mouillage des fibres en général.

Nous nous sommes inspirés de deux publications [5] [36] pour définir les grands axes de la procédure expérimentale :

➤ mesure du *frottement* :

Une paire de fibres sont placées orthogonalement ; la fibre fixée horizontalement se déplace contre une fibre verticale accrochée à la microbalance.

➤ mesure de *cohésion/adhésion entre deux fibres* :

Nous avons utilisé le même montage que pour le frottement sauf, que la fibre verticale est remplacée par une fibre en forme de boucle

II.3.2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

II.3.2.1. LA BALANCE DE CAHN

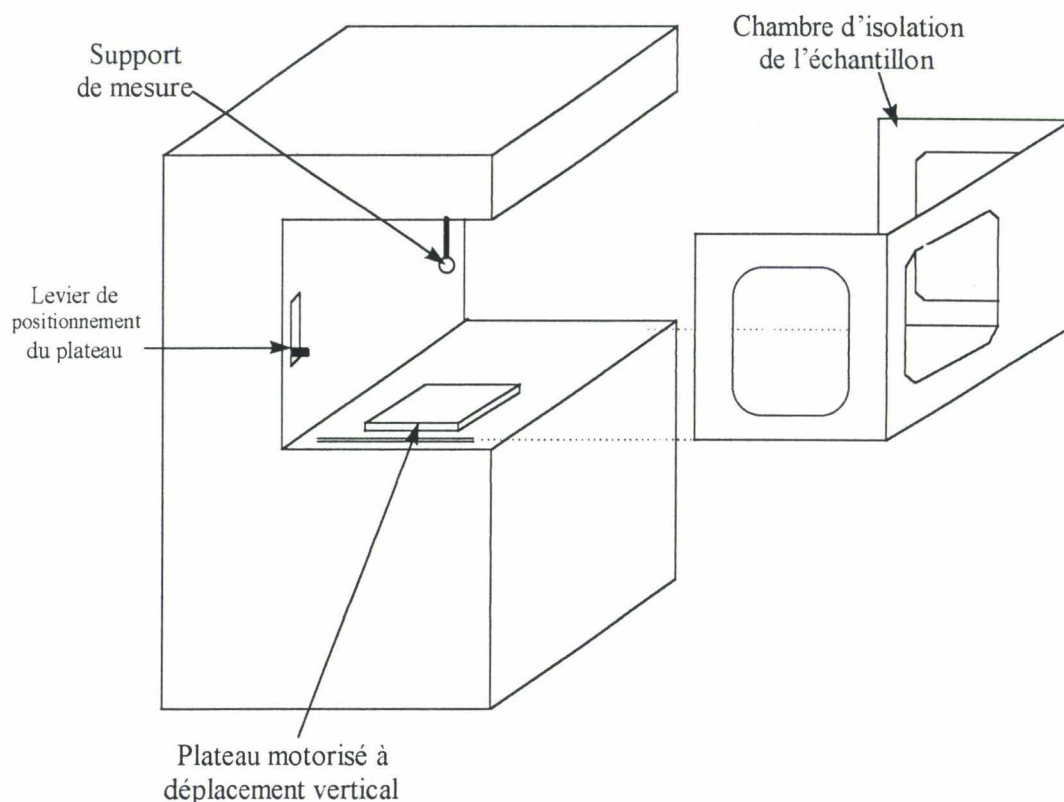


Figure 77 : La balance Cahn

La balance utilisée est une microbalance électronique de très grande précision. Il s'agit plus précisément du modèle DCA 322. C'est une balance à fléau possédant deux positions de mesure.



Figure 78

La position A possède une capacité de $\pm 150\text{mg}$ et une précision de $1\text{ }\mu\text{g}$, tandis que la position B a une portée de $\pm 750\text{ mg}$ et une précision de $10\text{ }\mu\text{g}$. La tare permet d'élargir la gamme d'utilisation de A ou B : si un échantillon est plus lourd que la capacité maximum, il suffit d'ajouter des masses à la position tare.

Le plateau de la balance permet des déplacements verticaux grâce à un moteur de grande précision. La plage de vitesse du moteur est comprise entre 2 et $24\text{ }\mu\text{m/s}$.

A l'intérieur de la chambre de mesure, deux orifices permettent d'injecter ou d'aspirer du gaz dans le cas où :

- l'échantillon réagit avec l'atmosphère et l'on doit travailler en atmosphère inerte.
- il y a dégagement de vapeurs nocives.

La balance est pilotée par le logiciel DCA. Ce logiciel permet :

- d'initialiser les différents paramètres tels que la vitesse de montée ou la descente du plateau
- de visualiser la masse en fonction du déplacement vertical et du temps.
- d'enregistrer les résultats (une valeur par seconde) et les exploiter à l'aide de Excel.

II.3.2.2. MONTAGE POUR LA MESURE DU FROTTEMENT

Ce montage mis en place implique une paire de filaments en configuration orthogonale [100].

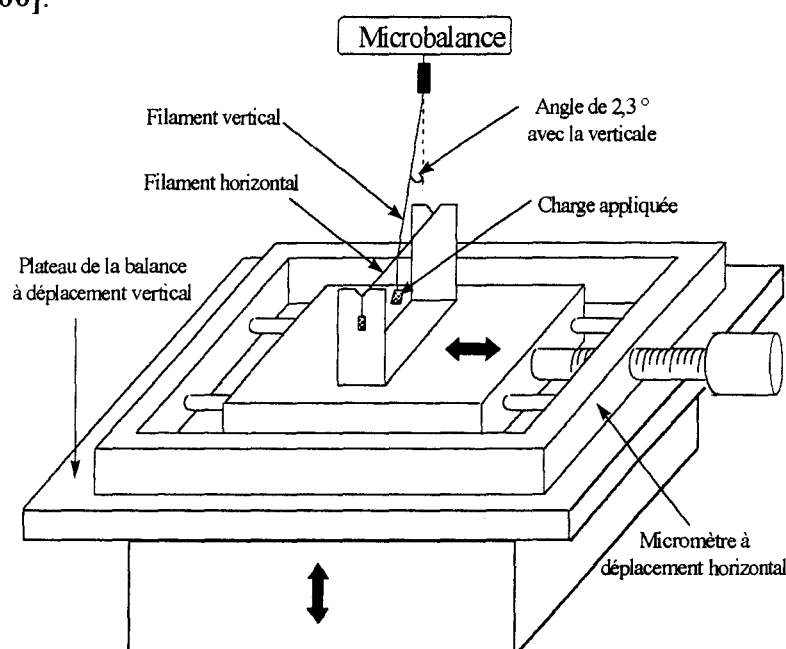


Figure 79 : Montage pour le frottement fibre/fibre

La fibre verticale est accrochée à la microbalance et elle est pendue verticalement grâce à une charge accrochée à son extrémité basse. La verticalité du filament est réglée par une gaine et un crochet en cuivre. La charge appliquée est de l'ordre d'1 mg pour les fibres de verre, et de 100 mg pour les fibres de poly(propylène).

La fibre horizontale est fixée sur un support métallique. Elle est soumise à une tension (traction) 10 fois supérieure à celle appliquée à l'extrémité de la fibre verticale. Cette configuration permet d'éviter la flexion de la fibre horizontale par le filament vertical. L'ensemble (support et la fibre horizontale) est ensuite placé sur un micromètre qui permet de le déplacer horizontalement et d'amener la fibre horizontale en contact avec la fibre verticale. La hauteur "Z" de la fibre, entre le point d'accrochage à la balance et le point de contact des fibres, est mesurée à l'aide d'un goniomètre. On déplace la fibre horizontale, en contact avec la fibre verticale, d'une distance "X" jusqu'à ce que cette dernière fasse un angle " α " avec la verticale. Cet

angle doit être faible pour limiter d'éventuelles erreurs ; il est fixé à $2,3^\circ$ dans notre cas.

Le plateau de la balance est ensuite déplacé vers le haut à une vitesse fixée entre 2 et 25 $\mu\text{m/s}$. Les deux fibres se frottent l'une contre l'autre; la force mesurée par la balance, en fonction du déplacement du plateau, fournit la courbe appelée "stick-slip" (arrêt-glissade).

II.3.3. MESURE DU FROTTEMENT

II.3.3.1. COURBE TYPIQUE OBTENUE

La figure suivante nous montre une courbe caractéristique de force de frottement enregistrée lorsque l'on fait monter le plateau de la balance (et donc la fibre horizontale) à une vitesse constante.

La force enregistrée est en fonction du déplacement de la fibre horizontale. Le comportement du système glissant est du type "stick-slip":

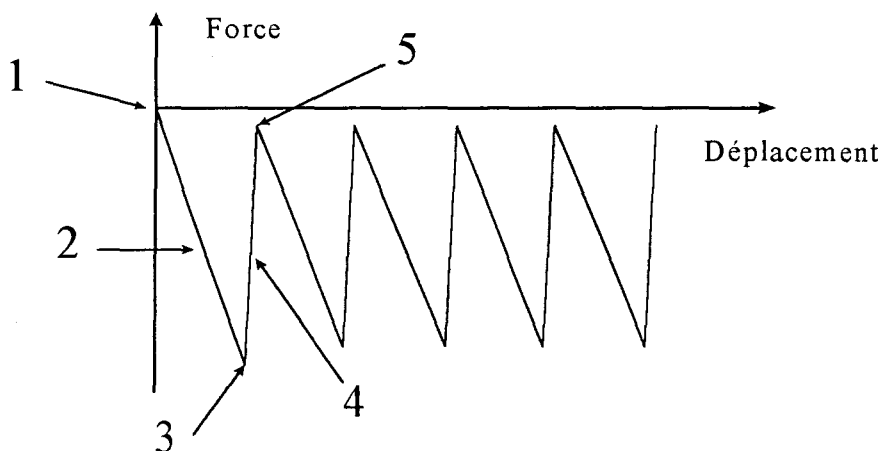


Figure 80 : Courbe de frottement enregistrée en forme de "stick-slip"

- 1 - Les deux fibres sont en contact et n'ont aucun mouvement relatif. On initialise la balance.
- 2 - Pendant la phase stick (adhésion), la fibre horizontale se déplace de bas vers le haut et entraîne la fibre verticale. On mesure un allègement de charge qui est proportionnelle à la distance de montée du plateau.
- 3 - Au point 3, la force de frottement statique est atteinte. Les liaisons entre filaments cèdent sous la pression exercée par le poids de la fibre et par la charge appliquée à la fibre verticale.
- 4 - Les deux fibres entrent dans la phase slip (glissement). La fibre verticale glisse rapidement contre la fibre horizontale.
- 5 - Les fibres adhèrent de nouveau (stick) et le cycle recommence.

L'allure simplifiée de stick-slip illustrée, n'est presque jamais observée. La caractéristique ressemble le plus souvent à une dent de scie très irrégulière. L'exploitation des courbes brutes sera faite à l'aide d'un programme réalisé dans le cadre de ce travail, et fera l'objet de la prochaine partie de l'exposé.

II.3.3.2. GRANDEURS MESUREES

II.3.3.2.1. Force de frottement statique et dynamique

A partir de la courbe obtenue, on recherche les minimums et les maximums (voir Figure 80) qui correspondent respectivement aux force de frottement statique F_s (force de frottement pour provoquer le glissement initial) et aux forces de frottement cinétique F_k (force nécessaire pour maintenir le glissement).

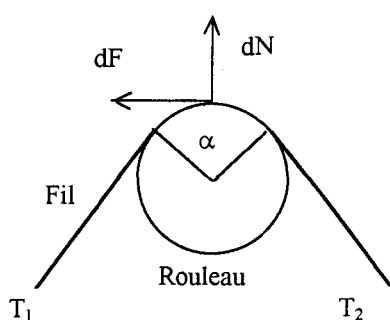
Par convention, au départ, le plateau de la balance de Cahn est contraint de monter, et par conséquent les forces de frottement " F_s " et " F_k " mesurées sont négatives. Dans le cas inverse, elles seront positives.

De plus, avant chaque montée ou descente du plateau, la balance est remise à zéro ($F=0$ mg). En pratique, il y a une charge N au bout du filament vertical. La force statique (ou dynamique) réelle mesurée est alors : $(-F_s) + N$.

II.3.3.2.2. Calcul du coefficient de frottement

Par analogie avec le F-meter (voir I.4.5), on peut déterminer le coefficient de frottement avec notre dispositif, à partir de la force de frottement et de la charge appliquée.

Pour la méthode de Capstan, avec le F-meter :



$$\mu = \frac{\ln \frac{T_2}{T_1}}{\alpha} \quad (80)$$

Figure 81 : Principe de mesure du frottement avec le F-meter



On démontre que l'angle de contact " α ", entre les filaments égale l'angle d'inclinaison de la fibre pendue à la balance par rapport à la verticale (voir annexe 2 et Figure 82). Cependant, on lui apporte une correction, car cet angle augmente légèrement lorsque la fibre horizontale monte de ΔZ (Z : distance entre le crochet et le point de contact des fibres à temps zéro). L'angle d'inclinaison au départ ($t=0$) est toujours fixée à $2,3^\circ$, et on peut donc écrire que :

$$\alpha = \text{Arc tan} \left(\frac{Z \cdot \text{tg}(2,3^\circ)}{Z - \Delta Z} \right) \quad (81)$$

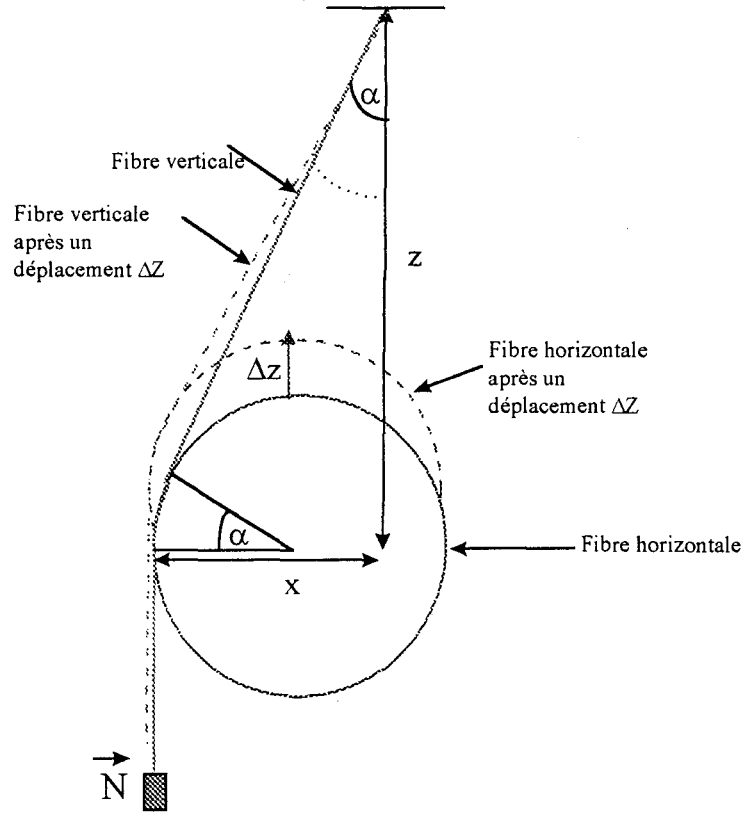


Figure 82 : Positions des fibres : horizontale et verticale à $t=0$ en trait continu, et après un déplacement Δz de la fibre horizontale en trait discontinu.

ΔZ : distance de montée du plateau de la balance.

T_1 : est la force sans frottement. (Il s'agit donc de la charge appliquée à la fibre verticale : $T_1 = N$)

T_2 : est égale à la force de frottement statique F_s (ou dynamique F_k) plus la charge appliquée (N) : $T_2 = N + F_s$. (après la fixation de la charge N , la balance est remise à zéro, et c'est pour cette raison que l'on additionne à la tension de sortie, la charge normale N).

En remplaçant T_1 et T_2 , par N et F_i (F_i est la force maximale ou minimale mesurée), dans l'équation 81, on obtient l'expression de μ_i :

$$\mu_i = \frac{\text{Ln}\left(1 + \frac{F_i}{N}\right)}{\text{Arc tan}\left(\frac{Z \cdot \text{tg}(2,3)}{Z - \Delta Z}\right)} \quad (82)$$

II.3.3.2.3. Grandeurs mesurées

Nous pouvons calculer les coefficients de frottement dynamique " μ_k " et statique " μ_s " respectivement à partir des forces de frottement " F_k " et " F_s "; ainsi que la pente de chaque phase de stick, ou encore le nombre de stick-slip par mm.

II.3.3.3. CALCULS D'ERREURS

La mesure des forces de frottement est affectée d'incertitudes, comme toute mesure. Les incertitudes interviennent à plusieurs niveaux :

➤ **les mesures de masse :**

- mesure de la force de frottement sur la courbe, elle est liée à la précision de la balance qui est de 1 µg,
- masse de la charge appliquée N. Pour les masses inférieures à 50 mg, on utilise la balance CAHN qui a une précision de 1 µg.

➤ **les mesures de distance :**

- les incertitudes liées à la mesure de la hauteur "Z" du fil vertical proviennent des erreurs de dispersion et de la précision du goniomètre servant à mesurer cette distance ; elles sont évaluées à 10^{-5} m sur la mesure d'un point. Or la hauteur "Z" du fil est une différence de deux points, $Z = Z_1 - Z_2$, donc l'incertitude sur "Z" sera de $2 \cdot 10^{-5}$ m.
- la distance "X" du déplacement de la fibre horizontale contre la fibre verticale pour l'obtention de l'angle de $2,3^\circ$ est aussi source d'une erreur d'environ 0,01 mm (10^{-5} m).

➤ **Calcul de l'incertitude de l'angle :**

Dans l'expression de μ , le déplacement ΔZ (10^{-6} m) étant très inférieur à la hauteur Z (10^{-2} m), et en remarquant que les conditions de départ sont telles

que : $\text{Arc tan}\left(\frac{X}{Z}\right) = 2,3^\circ = \theta$, on simplifie l'expression de μ_i :

$$\mu_i = \frac{\text{Ln}\left(1 + \frac{F_i}{N}\right)}{\theta} \quad (83)$$

Le calcul de la différentielle de θ par rapport de Z et X donne:

$$\begin{aligned} \text{Tan}\theta &= \frac{X}{Z} \\ d\theta &= \left[\frac{1}{Z} dX - \frac{X}{Z^2} dZ \right] \cos^2 \theta \end{aligned}$$

➤ Le calcul de différentielle totale de μ par rapport à F_i , N , θ

On pose :

$$\ln \mu_i = \ln \left[\ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right) \right] - \ln \theta$$

alors,

$$d(\ln \mu_i) = \frac{\partial}{\partial F_i} \left[\ln \left[\ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right) \right] \right] dF_i + \frac{\partial}{\partial N} \left[\ln \left[\ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right) \right] \right] dN + \frac{\partial}{\partial \theta} (-\ln \theta) d\theta$$

$$d(\ln \mu_i) = \frac{dF_i \cdot \frac{1}{N}}{\left(1 + \frac{F_i}{N} \right) \cdot \ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right)} + \frac{dN \left(-\frac{F_i}{N^2} \right)}{\left(1 + \frac{F_i}{N} \right) \cdot \ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right)} - \frac{d\theta}{\theta}$$

$$\Rightarrow \frac{d\mu_i}{\mu_i} = \frac{dF_i}{(N + F_i) \cdot \ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right)} - \frac{F_i \cdot dN}{(N + F_i) \cdot \ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right)} - \frac{d\theta}{\theta}$$

$$\text{car } [\ln(\ln \mu)]' = \frac{\mu'}{\mu \ln \mu}$$

$$\text{avec } d\theta = \left(\frac{dX}{Z} - \frac{X}{Z^2} dZ \right) \cos^2 \theta \quad \text{et} \quad \theta = \text{Arc tan } \frac{X}{Z}$$

$$\begin{aligned} \frac{\Delta \mu_i}{\mu_i} &= \frac{\Delta F_i}{(N + F_i) \cdot \ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right)} - \frac{F_i \cdot \Delta N}{(N + F_i) \cdot \ln \left(1 + \frac{F_i}{N} \right)} \\ &\quad - \cos^2 \left(\text{Arc tan } \frac{X}{Z} \right) \left[\frac{\Delta X}{Z \text{Arc tan } \frac{X}{Z}} - \frac{X \cdot \Delta Z}{Z^2 \text{Arc tan } \frac{X}{Z}} \right] \end{aligned}$$

⇒ Pour les fibres de verre :

F_s est environ 10^{-8} - 10^{-7} Kg et $\Delta F_s = 10^{-9}$ Kg, N de l'ordre de 10^{-6} kg, $\Delta N = 10^{-9}$ Kg, $\text{Arctan}(X/Z) = \theta = 2,3^\circ = 0,04 \text{ rad.}$, $Z \sim 5 \cdot 10^{-2} \text{ m}$, $X \sim 5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$, $\Delta X = 10^{-5} \text{ m}$ et $\Delta Z = 2 \cdot 10^{-5} \text{ m}$
Alors,

$$\Delta \mu_s / \mu_s = 2 \%$$

⇒ Pour les fibres de polypropylène

$F_s = 10^{-6} \text{ kg}$, $N = 10^{-4} \text{ kg}$

$$\Delta \mu_s / \mu_s = 2\%$$

II.3.3.4. EXPLOITATION DES DONNEES

II.3.3.4.1. Outil et méthode de traitement des données (programmation en Visual Basic) [101]

Le traitement des courbes de stick-slip, dans leur état brut, riches en informations, nécessite beaucoup de temps (plusieurs heures pour une seule courbe). On convertit les données dans un tableur de type Excel pour en chercher essentiellement les forces de frottement statique et dynamique, qui permettent d'accéder au coefficient de frottement.

Il est utile de créer un programme de traitement des données pour permettre une analyse rapide et efficace de toutes les courbes. L'aspect graphique des résultats est indispensable et permet une première analyse du frottement en comparant l'allure générale des courbes. Le logiciel Microsoft Excel étant très répandu et offrant un outil de calcul et de graphique impressionnant, nous avons naturellement opté pour une programmation en langage Visual Basic pour Application (VBA) qui est l'outil de programmation permettant de créer des applications Excel dans un concept orienté objet.

De plus la programmation en VBA nous permet une première approche de Visual Basic qui est le système de développement d'applications Windows le plus puissant et le plus répandu.

Nous avons développé un programme (voir annexe 3) qui n'a d'intérêt que pour ses utilisateurs, et pour cette raison, nous en faisons abstraction dans cette thèse. On peut cependant citer que le programme :

- importe les données à partir de fichiers texte et les convertit en valeurs numériques utilisables par Excel,
- détermine les forces de frottement statique, valeurs minimums de la courbe de stick-slip ainsi que les maxima correspondants, l'amplitude de chaque saut pendant la phase stick (adhésion : partie de la courbe avec une pente négative),
- permet d'éliminer des valeurs qui ne correspondent pas à certains critères généraux,
- calcule le coefficient de frottement statique et dynamique pour chaque valeur de force trouvée,
- calcule le nombre de stick-slip par mm
- fournit la moyenne et l'écart type de chaque groupe de résultat (forces, coefficients de frottement...),
- trace la courbe de stick-slip,
- effectue la mise en page et la présentation des résultats.
- enfin, en créant des boutons et des barres d'outil personnalisés dans les classeurs Excel, il permet de grouper facilement les résultats importants (les moyennes et écarts types, l'humidité, ou toute autre information) des différents essais dans des fichiers.

Le programme a rapidement démontré son utilité en gain de temps et sera l'outil d'étude d'autres personnes travaillant sur le frottement.

II.3.3.4.2. Traitement statistique

L'analyse générale des courbes fait apparaître d'énormes irrégularités ainsi que des valeurs élevées des écarts types, sur des coefficients de frottement " μ_s " et " μ_k ". Par conséquent, nous avons opté de traiter les données caractérisant le frottement (μ_s , μ_k et amplitude stick) par des méthodes statistiques.

L'irrégularité des mesures des forces de frottement peut provenir :

- des aspérités qui ne sont pas tout à fait homogènes sur toute la longueur de la fibre,
- d'une hétérogénéité chimique de la surface,
- des filaments qui n'ont pas exactement le même diamètre,
- des erreurs de manipulation.

II.3.4. MESURE DE FORCE DE PULL-OFF

II.3.4.1. INTRODUCTION

La maîtrise de la cohésion entre 2 monofilaments est fondamentale pour comprendre les propriétés des fils et tissus et pour optimiser les procédés textiles. La tenue mécanique d'un filé de fibres ou d'un non tissé va dépendre de l'adhésion. Une adhésion trop élevée peut induire de l'abrasion, et donc une dégradation des fibres aux points de contact ; alors qu'une valeur trop faible implique un manque de cohésion entre les fibres.

Certains procédés textiles comme l'encollage ont pour but d'augmenter cette propriété. Cependant, dans certains cas, on cherche à abaisser sa valeur, afin de disperser des fibres (destinées à des matériaux composites) et de permettre une bonne imprégnation de la résine dans les espaces interfilamentaires.

II.3.4.2. MISE AU POINT D'UN DISPOSITIF EXPERIMENTAL

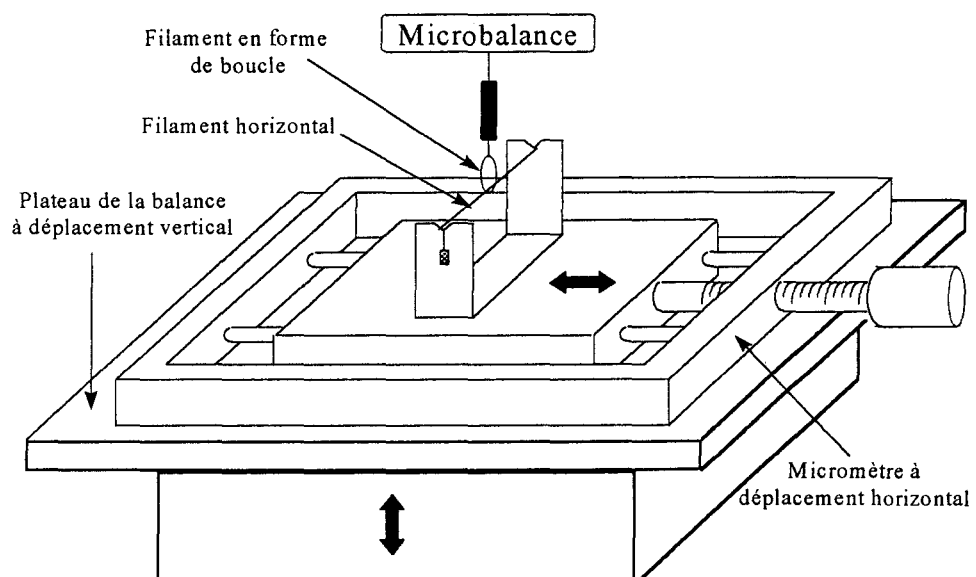


Figure 83 : Dispositif expérimental pour la mesure de force de "Pull-off"

Les tests de PULL-OFF ont été réalisés sur la microbalance électronique de Cahn, à une vitesse de $2\mu\text{m/sec}$ et à la sensibilité de $1\mu\text{g}$. Nous avons notamment mesuré la force cohésive entre 2 monofilaments placés orthogonalement (Figure 83). Le dispositif est le même que pour la mesure de frottement, sauf que la fibre verticale est en forme d'une boucle. La fibre horizontale est fixée à un plateau dont le mouvement vertical est motorisé par la balance. On met en contact la fibre horizontale avec l'extrémité de la boucle, à l'endroit où la courbure est la plus forte, en faisant monter le plateau. Puis en inversant le sens du plateau, on enregistre la variation de la force pendant le détachement des deux fibres.

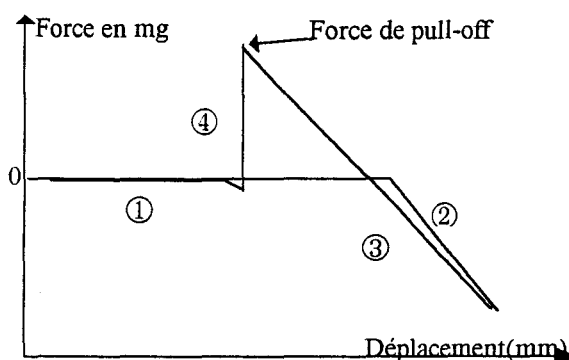


Figure 84 : tracé typique d'une mesure de force de "pull-off"

La Figure 84 montre le tracé typique d'une mesure de force de "pull-off". Nous pouvons remarquer que cette courbe a la même allure que le profil de force de contact en AFM.

Nous pouvons décomposer cette courbe en plusieurs phases :

- phase ① : les deux fibres sont éloignées l'une de l'autre et on les amène au contact en soulevant la fibre horizontale.
- phase ② : le contact a lieu et la fibre horizontale pousse maintenant la boucle, la force est donc négative.
- phase ③ : On inverse le déplacement du plateau (donc de la fibre horizontale descend).
- phase ④ : Au moment où les deux fibres devraient se détacher en l'absence d'adhésion, la force continue d'augmenter car la fibre horizontale entraîne avec elle la boucle. La force de «PULL-OFF» est obtenue au moment de la rupture de contact.

II.3.5. CONTROLE DE L'HUMIDITE RELATIVE [101]

II.3.5.1. HUMIDITE RELATIVE

Il est important de vérifier le rôle que joue la présence des molécules d'eau dans l'air sur le frottement des fibres. Il est d'autant plus intéressant d'étudier cet aspect que l'humidité relative varie non seulement d'un endroit du globe à un autre, mais aussi d'un moment à un autre dans l'année (de 30 à 70% au laboratoire). Si le comportement

des fibres change avec l'humidité, il convient d'en tenir compte, d'une part dans les applications nombreuses des fibres, et d'autre part, lors des études au laboratoire.

II.3.5.2. CONTROLE DE L'HUMIDITE RELATIVE (HR)

Des liaisons hydrogènes peuvent se former entre des molécules hydrophiles. On se propose de faire varier l'humidité relative autour de l'échantillon et d'observer le comportement des fibres.

On aurait pu concevoir un générateur d'air humide et d'air sec, et le relier à la balance. Mais la mise en œuvre d'une telle installation paraissait délicate et longue. Nous nous sommes donc orientés vers l'utilisation de solutions salines saturées pour obtenir des taux d'humidité relative différents. Les solutions salines sont largement utilisées comme moyen de contrôle et de vérification des hygromètres.

Dans une solution saline saturée, une phase solide coexiste avec une phase liquide. L'état d'équilibre des phases solide, liquide, gaz entraîne que la pression de vapeur d'eau au-dessus de la surface du liquide ne dépend plus que de la température.

Pour une solution saturée, la pression partielle de vapeur à l'équilibre est inférieure à celle trouvée pour l'eau pure. En effet, les molécules du liquide se meuvent constamment. Lorsqu'une molécule située à la surface, possède l'énergie cinétique suffisante pour vaincre les forces d'attractions exercées par ses voisines, elle s'échappe et se trouve en phase vapeur au-dessus du liquide. Inversement, des molécules de vapeur seront captés par le liquide. Ce phénomène d'évaporation et de condensation est continu et l'équilibre sera atteint lorsque les vitesses de condensation et d'évaporation seront égales.

Comme la nature des liaisons entre molécules varie d'un sel à un autre, la loi d'évolution des molécules en phase gaz en fonction de la température, ne sera pas la même pour tous les sels. Pour certains sels, cette loi est telle que l'humidité relative reste pratiquement constante. On les appelle des «points fixes» d'humidité.

On retrouve ci-dessous (Tableau 9) l'humidité relative théorique et la solubilité de certains sels.

Solubilité (g / 100 ml d'eau)	Sel	HR à 20 °C	HR à 25 °C
253,6 à 20 °C	KCH ₃ CO ₂	23,1	22,5
54,3 à 20 °C	MgCl ₂	33,1	32,8
110,5 à 20 °C	K ₂ CO ₃	43,2	43,2
116 à 50 °C	NaBr	59,1	57,6
39,12 à 100 °C	NaCl	75,5	75,3
34,7 à 20 °C	KCl	85,1	84,3
24,1 à 100 °C	K ₂ SO ₄	97,6	97,3

Tableau 9 : Les sels utilisés, leur solubilité et l'humidité relative théorique

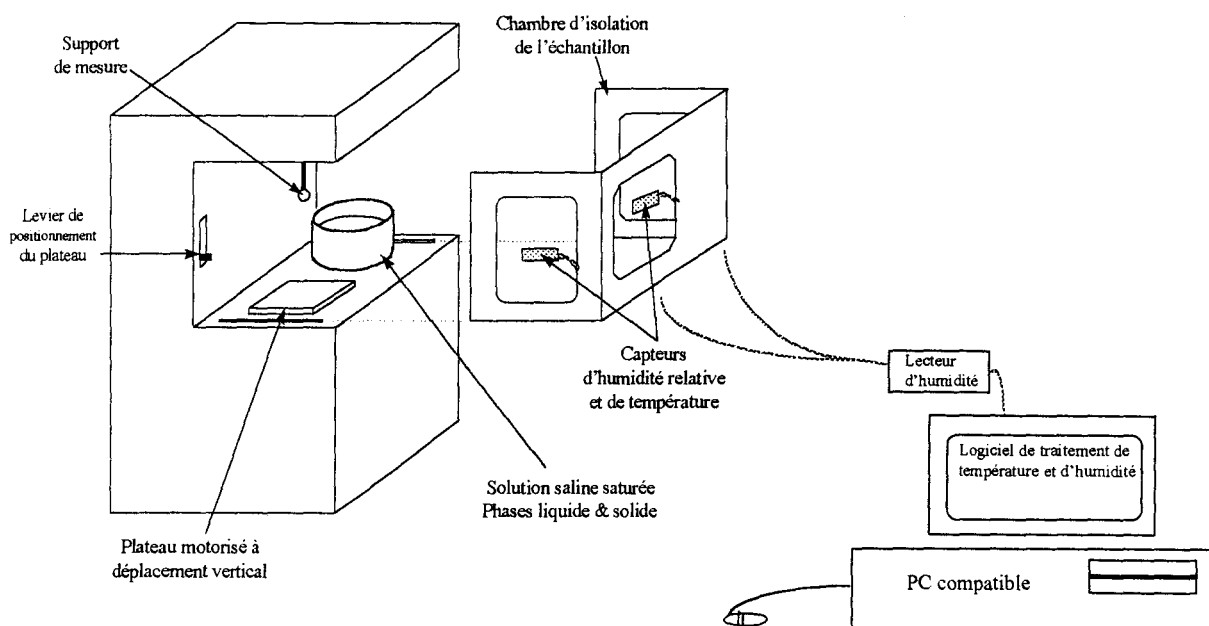


Figure 85 : Dispositif expérimental pour le contrôle du taux d'humidité relative

Pour atteindre les valeurs théoriques d'humidité, il est nécessaire de laisser la solution reposer dans une enceinte fermée (plus de 24 heures), sans agitation ou changement de température.

Lors de nos applications, l'humidité obtenue dans l'enceinte ne pouvait qu'approcher les valeurs théoriques et ce pour plusieurs raisons :

- la chambre d'essais de la balance n'étant pas hermétique, des échanges ont lieu entre l'intérieur et l'extérieur de la balance,
- nous ne pouvons en aucun cas attendre le temps d'équilibre complète qui généralement dépasse un jour,
- le volume à stabiliser en humidité est très important vis-à-vis de la quantité de solution mise en jeu,
- enfin, à moindre importance, il faut signaler que les solutions ne restent pas complètement pures, surtout après un usage intensif.

Cependant, nous avons eu des variations d'humidité en plaçant des solutions de différents sels dans l'enceinte de la balance à côté des échantillons. Il est à noter que la solution doit comporter une phase solide importante, un dépôt de quelques millimètres au fond du récipient. On obtient alors un équilibre raisonnable (variation de HR = 2 à 3 %), après 20 à 30 minutes, délai également nécessaire pour conditionner les fibres.

II.3.5.3. INFLUENCE DE L'HUMIDITE RELATIVE SUR LE FROTTEMENT DES FIBRES DE VERRE ET POLYPROPYLENE

Les courbes suivantes présentent les valeurs moyennes des coefficients de frottement statique mesurées en fonction de l'humidité relative, à une température de 25°C.

Nous pouvons apercevoir que l'humidité relative influe beaucoup sur le frottement des fibres de verre A (Figure 86). Nous verrons plus tard les résultats détaillés des mesures effectuées.

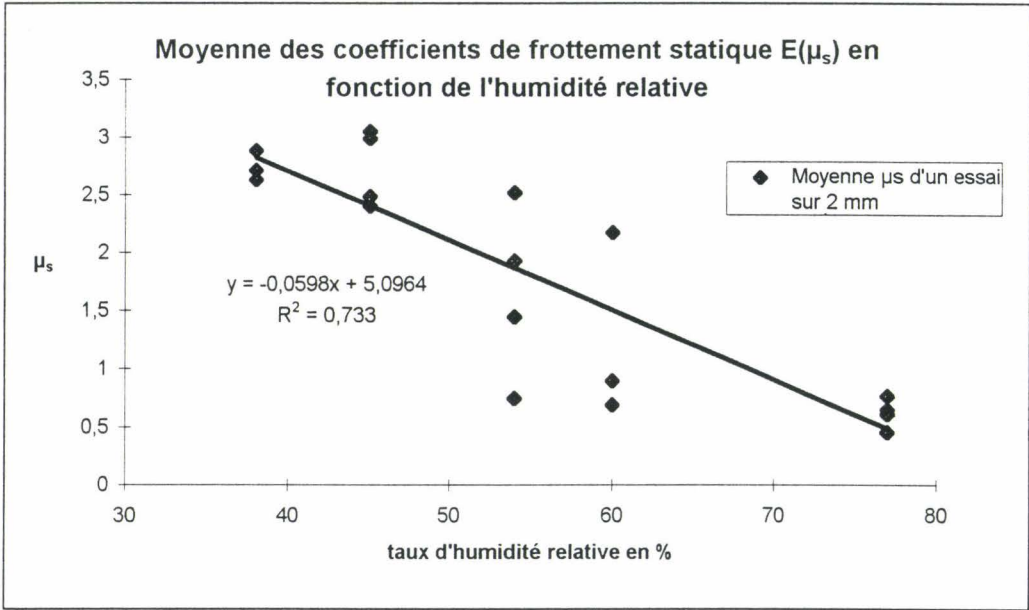


Figure 86 : Influence de l'humidité relative sur le coefficient de frottement statique des fibres de verre A

Par contre, pour la fibre de verre E (Figure 87) et le poly(propylène) (Figure 88) enduit d'un mélange de tensioactif et lubrifiant cité précédemment, il n'y a quasiment pas de grande variation du coefficient de frottement statique.

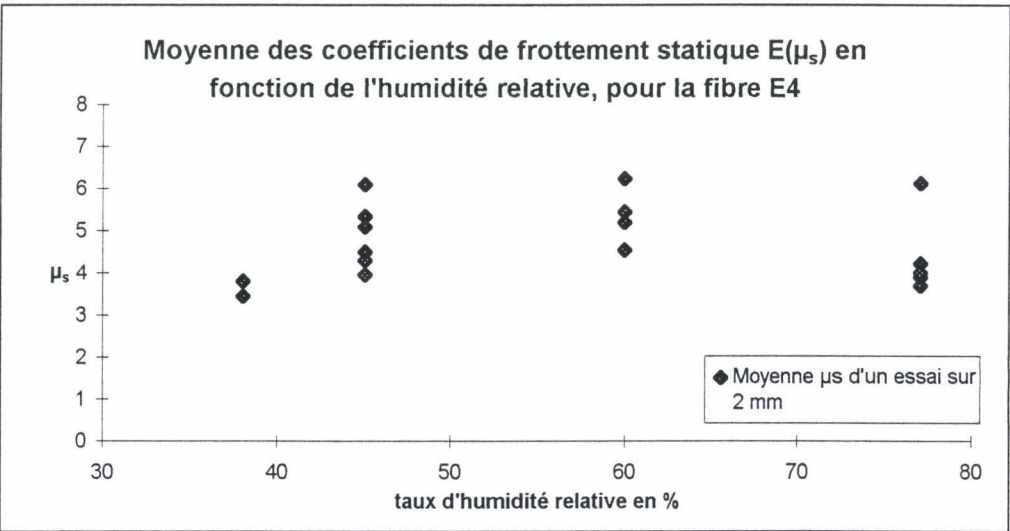


Figure 87 : Influence de l'humidité relative sur le coefficient de frottement statique des fibres de verre E4

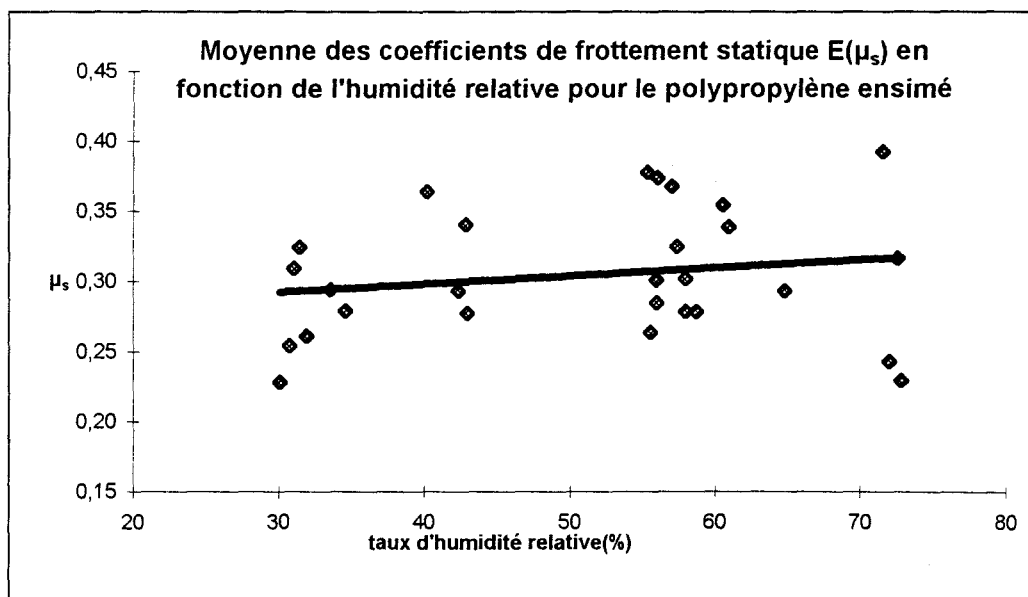


Figure 88 : Influence de l'humidité relative sur le coefficient de frottement statique des fibres de polypropylène

Nous avons finalement choisi de travailler à un taux d'humidité relative de 45%, qui correspond aux conditions existantes au laboratoire en prenant en compte l'influence d'une variation du taux d'humidité sur les résultats, en particulier pour la fibre A.

3^{IEME} PARTIE

TRIBOLOGIE DES FIBRES DE VERRE

CHAPITRE 1 : ANALYSE DES FIBRES DE VERRE ENSIMEES PAR L'AFM/LFM

III.1.1. METHODE INSTRUMENTALE DE POSE DE FILAMENT

La fibre est fixée par l'intermédiaire d'un ruban adhésif "double face" à un support métallique qui est ensuite placé sur le piézo-électrique. Deux directions de balayage sont possibles : 0° et 90° . Mais en mode frottement, nous balayons à 90° , cependant, la fibre peut être balayée soit le long de son axe principal soit sur sa largeur (Figure 89).

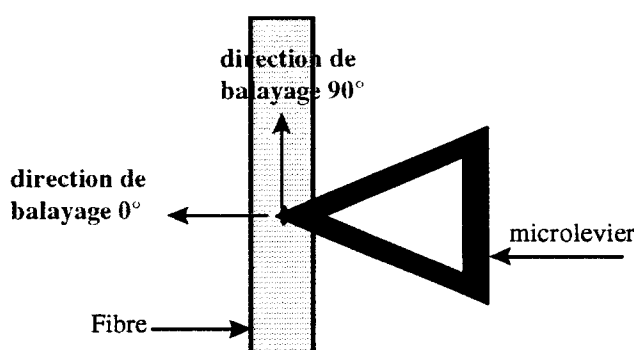


Figure 89 : Directions de balayage possibles

III.1.2. LES RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Nous allons présenter les images obtenues en mode AFM (topographie) et en mode LFM. Nous avons travaillé en mode contact avec une force de contact constante entre la pointe et l'échantillon, et qui est comprise entre 20 et 90 nN, en utilisant un microlevier de raideur $k = 0,06$ N/m. Les sections transversales des images en mode AFM et LFM donnent les signaux AFM et LFM à l'aller et au retour. La différence entre les signaux d'aller et de retour (en volts) en mode LFM est proportionnelle à la force de frottement. La conversion en valeur de force de frottement en nN s'effectue par la méthode de O. Marti [67]. Dans ce contexte, la sensibilité latérale est égale à 40 nN/volts. Les coefficients de frottement ont été calculés par le rapport de la force de frottement (nN) et la charge normale (nN) : cette dernière étant calculée et calibrée en utilisant le profil de la courbe de force de contact pour chaque image réalisée (voir II.2.2.4).

III.1.3. LES FIBRES DE VERRE CONTINUES (LONGUES)

Nous nous sommes intéressés à l'étude de 6 fils de chaînes : A, B, C, D, E4 et F destinés à la fabrication d'un tissu. Chaque fibre est recouverte d'un ensimage complet de type textile contenant un agent liant, des lubrifiants, des additifs et un agent couplant

⇒ Les fibres A, B, C, D ont toutes un agent liant "amidon" alors que

⇒ les fibres E4 et F ont un ensimage textilo-plastique avec un agent liant de type "époxy"

III.1.3.1. AMIDON

➤ Fibre A

Nous présentons les images obtenues en mode AFM et LFM (Elles ont été réalisées à une force de contact de 38 nN).

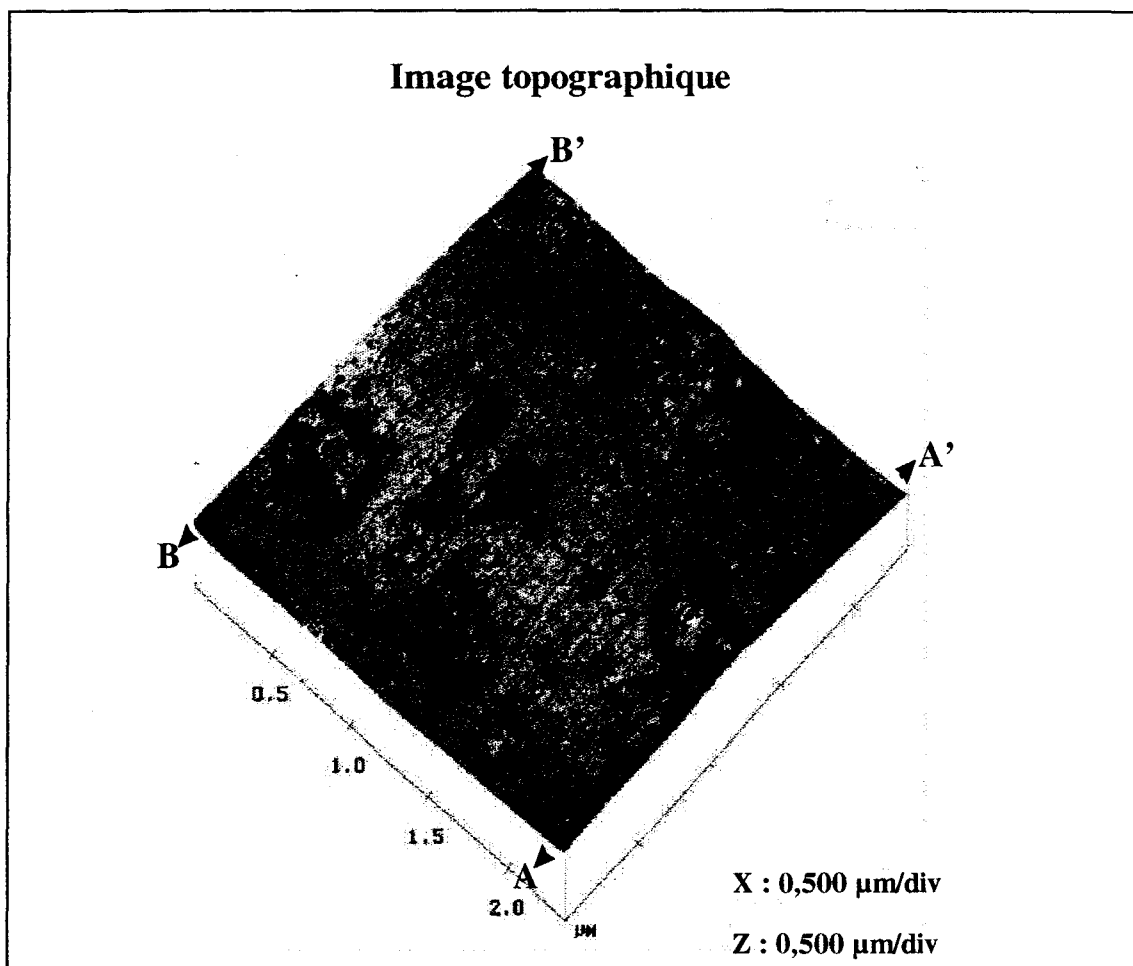


Figure 90 : Fibre A

Nous pouvons apercevoir sur l'image topographique (Figure 90), des bosses de dimensions variables réparties de manière non ordonnée.

Les images en mode LFM (à l'aller et au retour) de cette image topographique sont présentées dans la Figure 91.

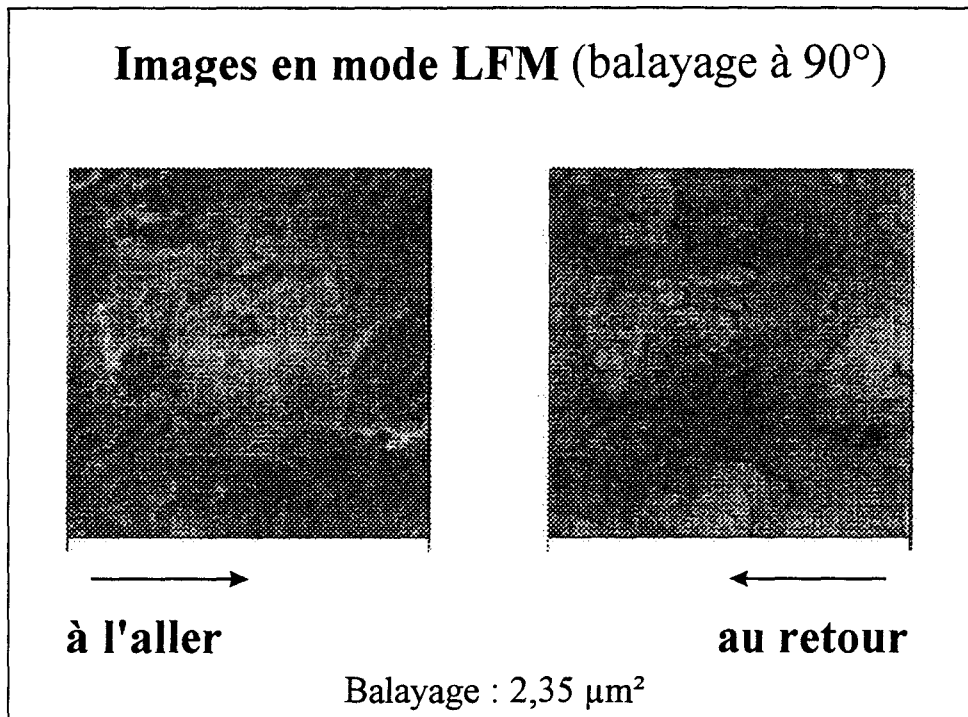


Figure 91 : Images en mode LFM à l'aller et au retour

Les signaux en mode AFM et LFM des sections A-A' et B-B' correspondant aux extrémités de la surface balayée sont illustrés par les Figures 92 et 93.

Les signaux LFM font apparaître une force de frottement $\sim 0,035$ Volts ($\mu \sim 0,04$) sur la bosse (indiquée par les flèches pointillées), alors que le reste de la surface (indiquée par les flèches noires) a une force de frottement 2-3 fois plus grande ($\mu \sim 0,12$).

Nous pouvons aussi constater en mode LFM, que dans chacune des deux régions, il y a des petites fluctuations des signaux en aller et au retour. Celles-ci sont dues à l'influence de la topographie de la surface (bosses ou creux) sur la force latérale enregistrée. Nous avons alors choisi de présenter la valeur de frottement obtenue par la différence des valeurs moyennes de signaux.

La fibre A présente donc une surface physiquement et chimiquement hétérogène : avec des bosses ayant un coefficient de frottement $\mu \sim 0,04$ alors que la surface générale à un coefficient $\mu \sim 0,12$.

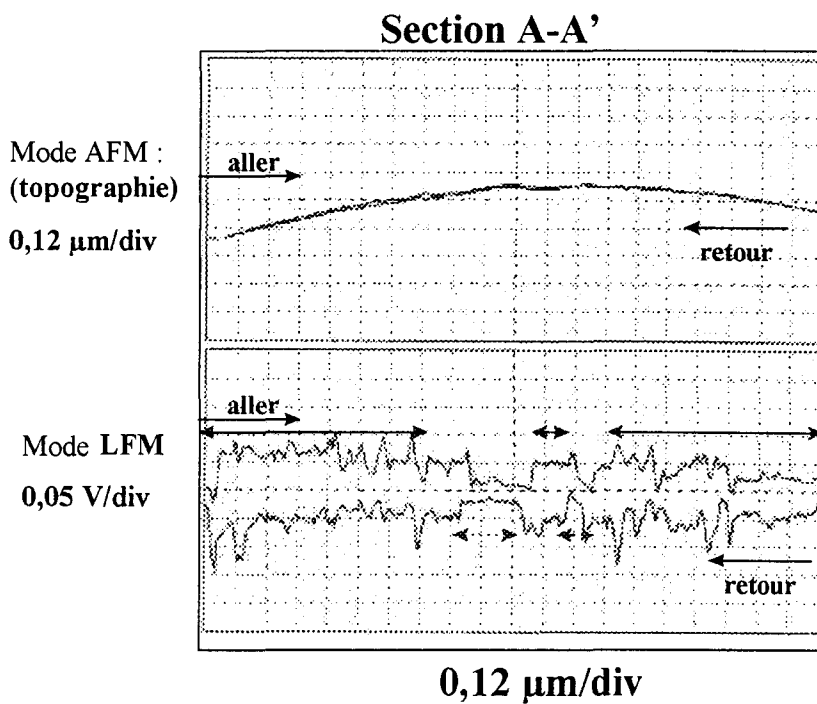


Figure 92 : Coupe transversale des images de la Fibre A en mode AFM et LFM

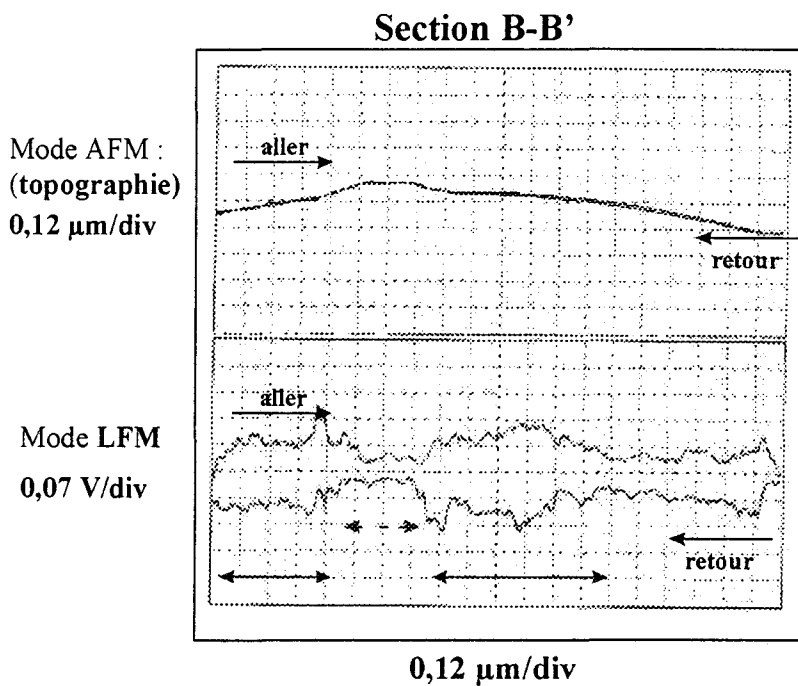


Figure 93 : Coupe transversale des images de la Fibre A en mode AFM et LFM

>Fibre B

Image topographique de fibre B (1 µm²)

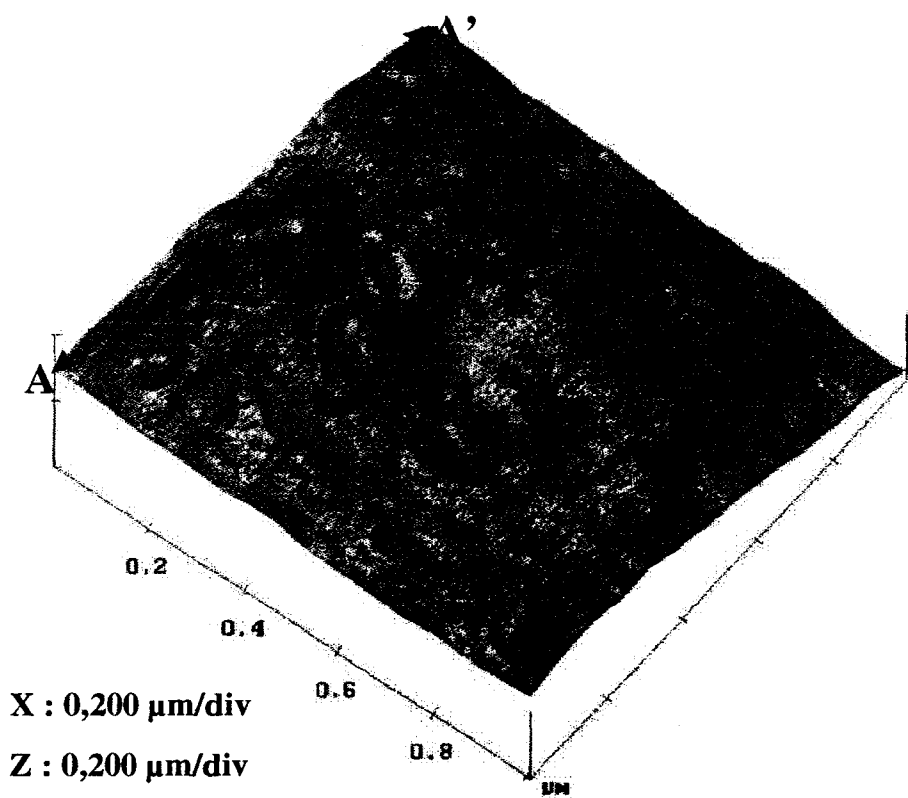


Figure 94 : FIBRE B

Section A-A'

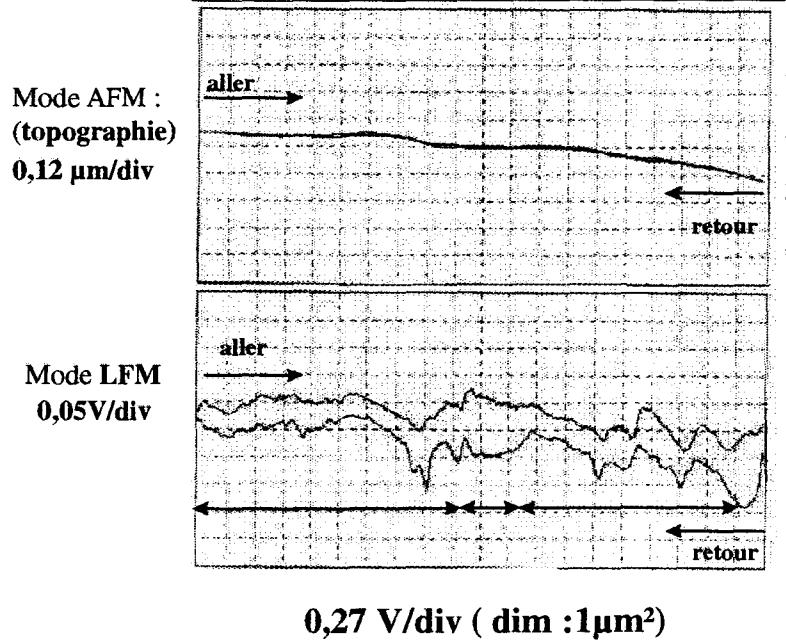


Figure 95 : Fibre B, signaux en mode AFM et LFM de la section A-A'

La première image de dimension $1\ \mu\text{m}^2$ (Figure 94) présente une surface avec une force de frottement très faible : $0,0075\ \text{volts} < F_f < 0,03\ \text{volts}$ (Figure 95) pour une charge normale appliquée de $63\ \text{nN}$, soit un coefficient μ variable de : $0,005-0,02$. Il n'est pas facile, en général de différencier nettement les zones de coefficient de frottement différents et nous pouvons difficilement distinguer le coefficient de frottement de la bosse du reste de la surface. Le frottement est donc homogène sur toute la surface de la fibre.

En balayant une surface plus grande : $2,35\ \mu\text{m}^2$ à $86\ \text{nN}$, nous obtenons une image illustrée par la Figure 96.

Image topographique

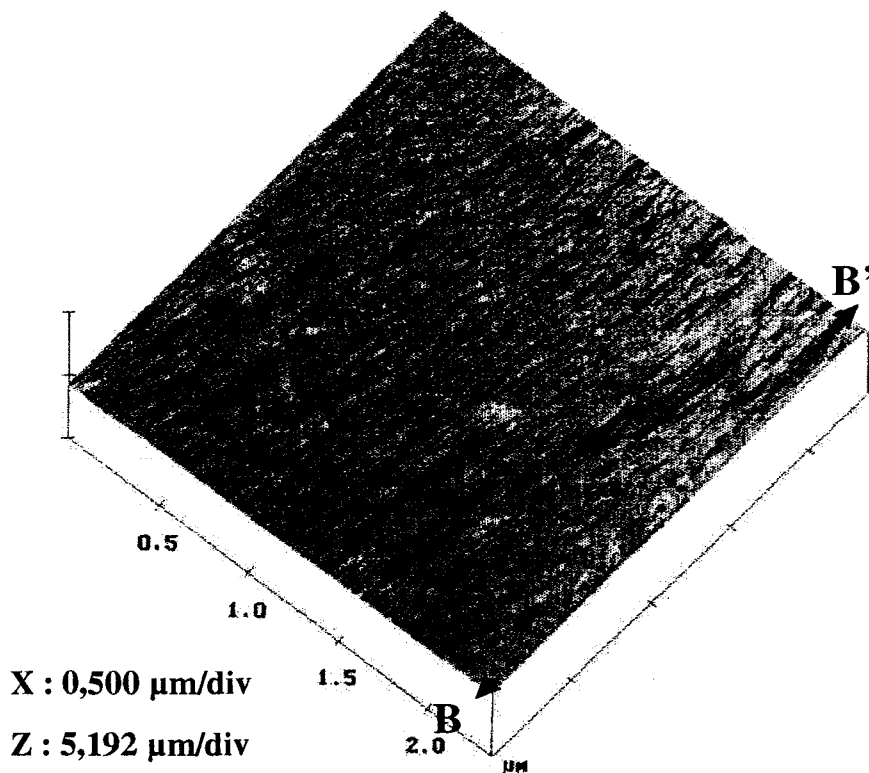


Figure 96 : Fibre B (2^{ème} image topographique)

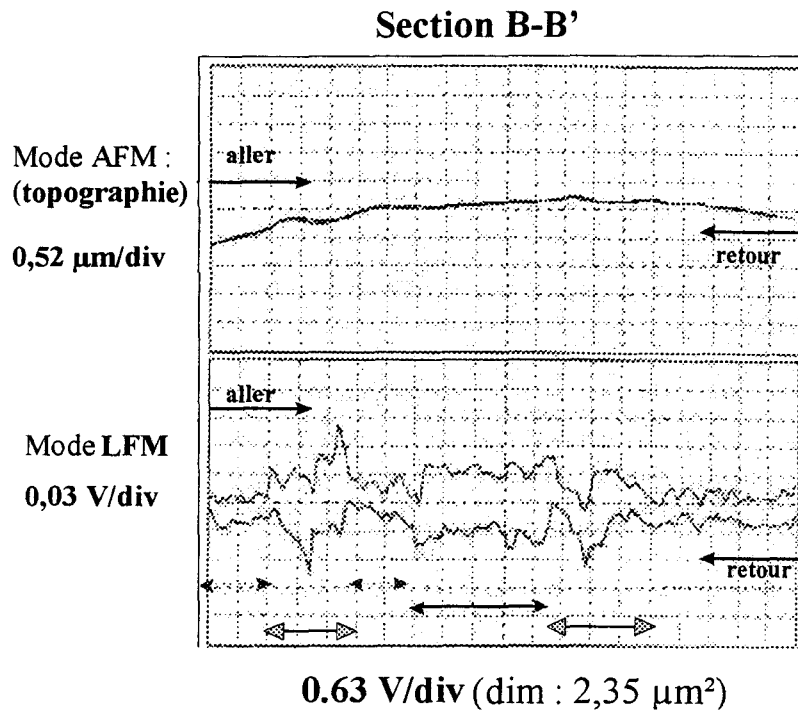


Figure 97 : Signaux en mode AFM et LFM de la section B-B'

On décèle dans la section B-B' trois régions distinctes de coefficient de frottement différents (Figure 97) :

- région 1 : $F_f \sim 0,015$ Volts soit $\mu \sim 0,007$ (pointillée)
- région 2 : $F_f \sim (2,5-3) \times 0,015$ Volts soit $\mu \sim 0,02$ (noire)
- région 3 : $0,015 \text{ volts} < F_f < (2,5-3) \times 0,015 \text{ volts}$ soit $\mu \sim 0,007-0,02$ (grise)

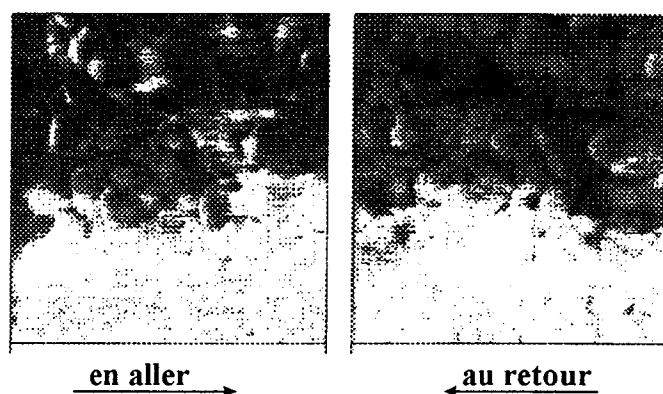
Dans le cas de cette fibre les coefficients de frottement sont indépendant de la topographie (il est difficile de les attribuer à des bosses ou à des creux).

Nous obtenons pour la région 3 une valeur identique à celle de la première image de la fibre B (Figure 95).

Cependant en dépit de l'hétérogénéité au niveau des coefficients de frottement, ces derniers restent faibles en général (maximum 0,02).

D'ailleurs, les images en mode LFM (Figure 98) montrent qu'une inversion de balayage n'inverse pas le contraste d'image. Ceci est en effet le cas des surfaces ayant un coefficient très faible, par exemple des surfaces lubrifiées, comme l'a montré Fujisawa [82].

Images en mode LFM



Remarques : Pas d'inversion de contrastes d'images entre l'aller et le retour, l'aire de balayage : $1 \mu\text{m}^2$

Figure 98 : Fibre B, images en mode LFM, à l'aller et au retour

➤ Fibre C

L'image présentée (Figure 99), montre une surface avec une rugosité quasiment identique en général. Les signaux en mode LFM (Figure 100) nous ont permis de calculer le coefficient de frottement μ qui est de l'ordre de 0,02-0,04, sous une charge de 46 nN. Un balayage d'une surface plus grande nous mène au même résultat.

Image Topographique

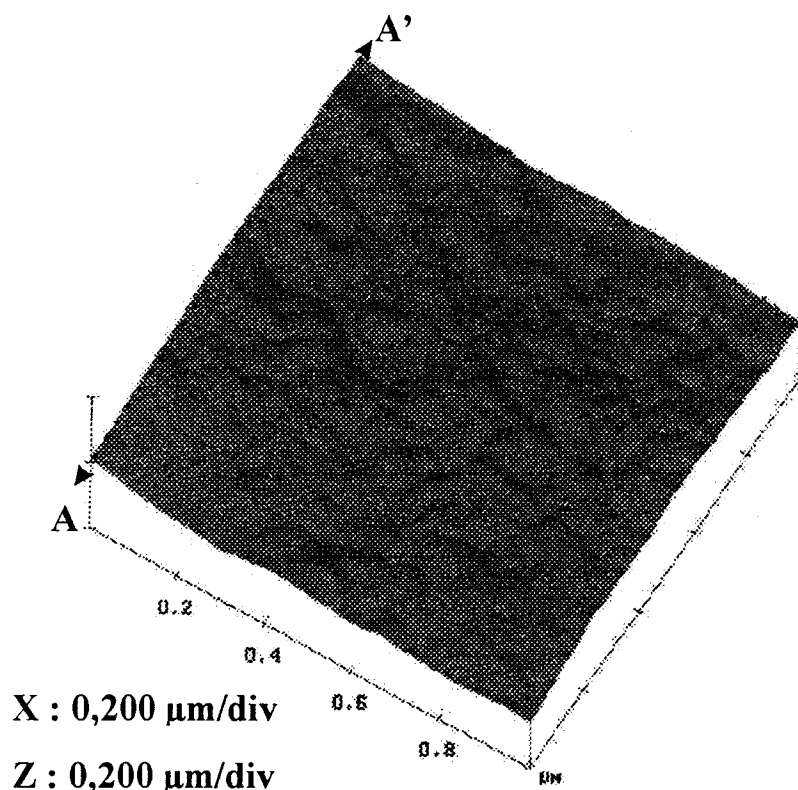
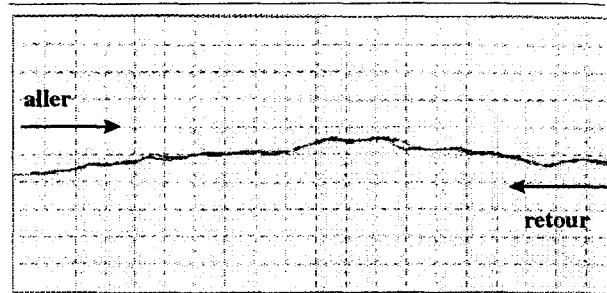


Figure 99 : Fibre C, image topographique

Section A-A'

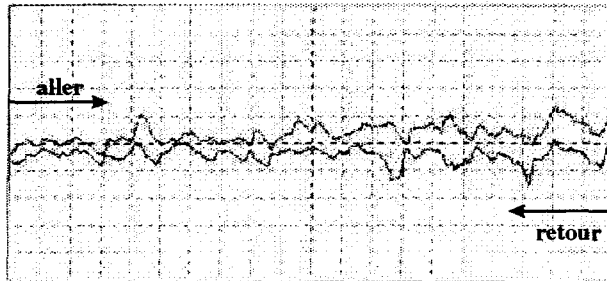
Mode AFM :
(topographie)

0,05 $\mu\text{m}/\text{div}$



Mode LFM

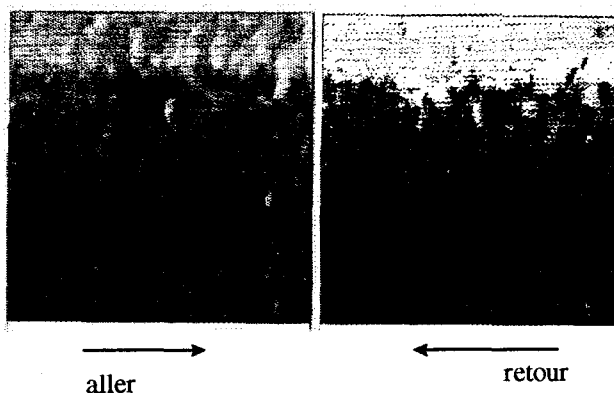
0,10 V/div



0,27 V/div (dim : 1 μm^2)

Figure 100 : Fibre C, signaux en mode AFM et LFM à l'aller et au retour

Les images en mode LFM, avec un balayage de 90° , dans la direction de l'axe principal de la fibre (Figure 101), montre qu'il n'y a pas d'inversion de contraste d'image, lorsqu'on inverse le sens de balayage.

Images en mode LFM (balayage 90°)

Remarques : Pas d'inversion de contrastes d'images entre l'aller et le retour, l'aire de balayage : 1 μm^2

Figure 101 : Fibre C, images en mode LFM à l'aller et au retour

Le dégradé de nuance de couleur observé est dû à la position de la pointe par rapport à la position maximale de la fibre, quand la pointe balaye la surface le long de l'axe principal.

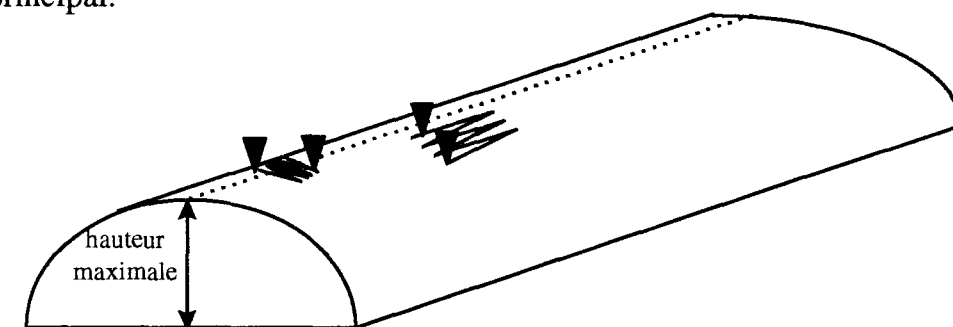


Figure 102 : En vert : balayage de la surface dans le sens de l'axe principal de la fibre (dégradation de nuance en mode LFM due à une différence en z (et qui influe sur le signal LFM) à cause de la forme cylindrique de la fibre), en rouge : balayage perpendiculaire à l'axe principal, l'effet de dégradation de nuance est moindre.

Nous avons réalisé sur cette fibre, du frottement dans le sens perpendiculaire à l'axe principal de la fibre. Le résultat est le même que celui obtenu précédemment : $\mu = 0,02-0,04$, à l'exception que l'on n'obtienne pas l'effet de dégradé de nuance observé dans le cas du balayage à 90° .

Nous concluons donc que la surface de la fibre C est homogène chimiquement. La valeur de R_a calculée est de l'ordre de $0,08 \mu\text{m}$.

> **Fibre D**

Sur l'image topographique de la fibre D (Figure 103), nous pouvons distinguer des bosses et de petites boursouflures. Ces dernières sont sur le côté droit (indiqué par la flèche) le long de l'axe de la fibre.

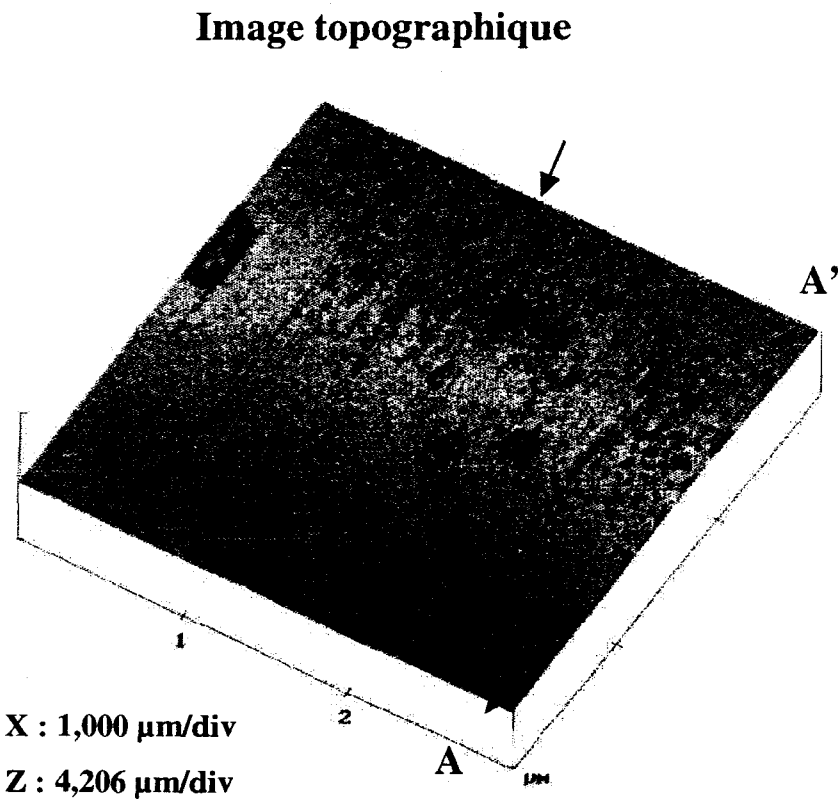


Figure 103 : Fibre D, image topographique

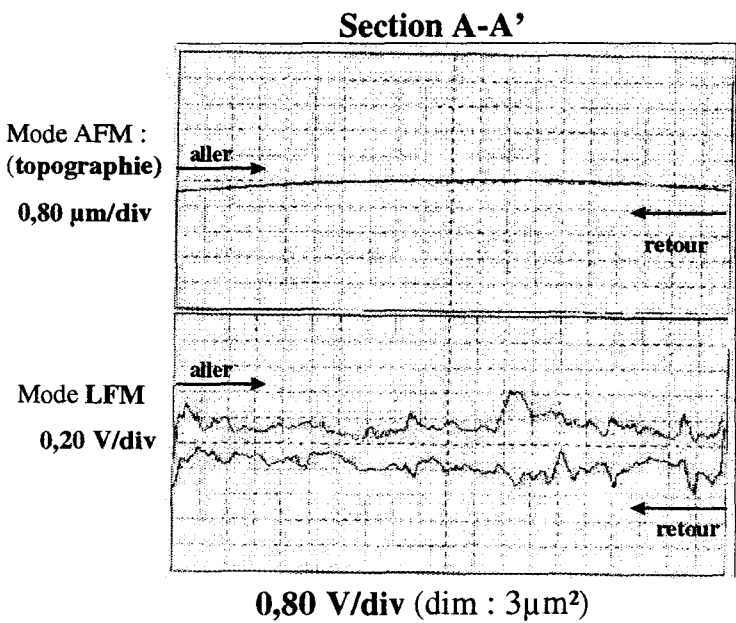


Figure 104 : Fibre D, signaux en mode AFM et LFM de la section A-A'

La section A-A' montre de petites fluctuations du coefficient de frottement qui varie entre 0,05-0,08 (Figure 104) et reste donc assez faible. Nous ne pouvons pas différencier le frottement des boursoflures à celui du reste de la surface.

En ce qui concerne les bosses, celles-ci sont assez éloignées les unes des autres (par rapport au boursoflures). L'image 2 en mode topographique (Figure 105) réalisée sur la même fibre nous montre une bosse d'une hauteur de 0,2 μm . La section B-B' nous donne des signaux AFM et LFM au travers de cette bosse et permet de calculer son coefficient de frottement qui est environ le même (0,05-0,08) que la surface générale (Figure 106). Les grandes fluctuations des signaux en mode LFM aux endroits indiqués par une croix, sont dues aux pentes de la bosse, à l'aller et au retour.

Image topographique

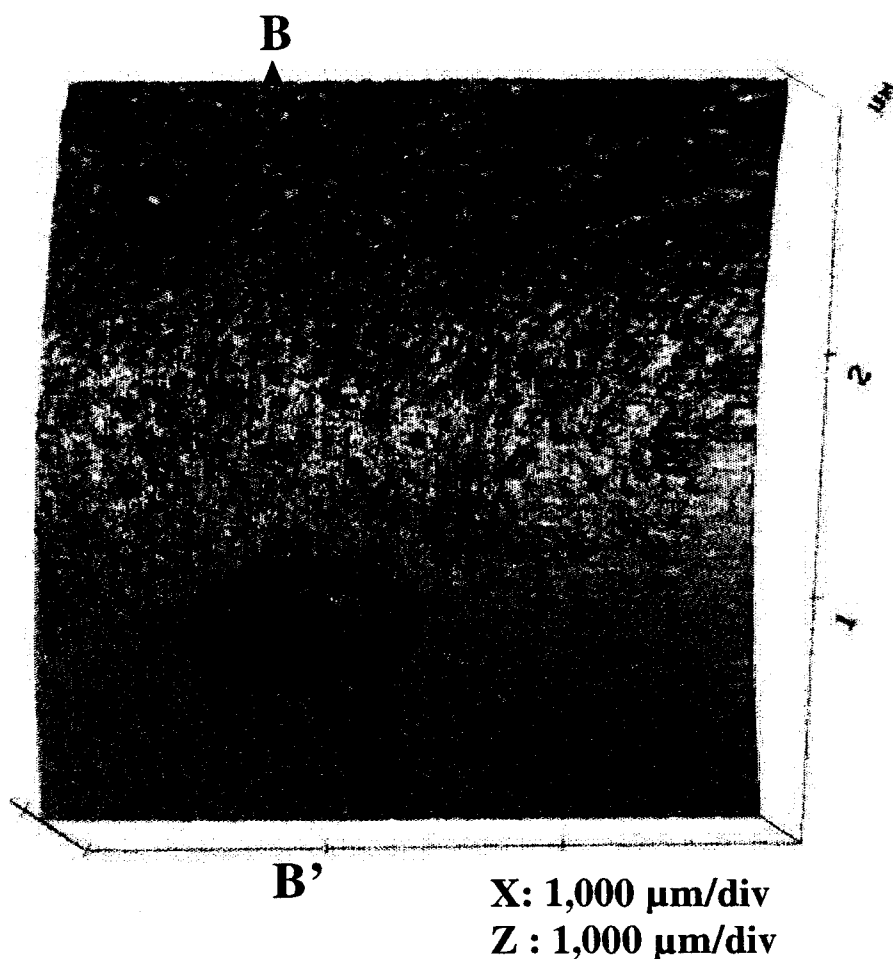
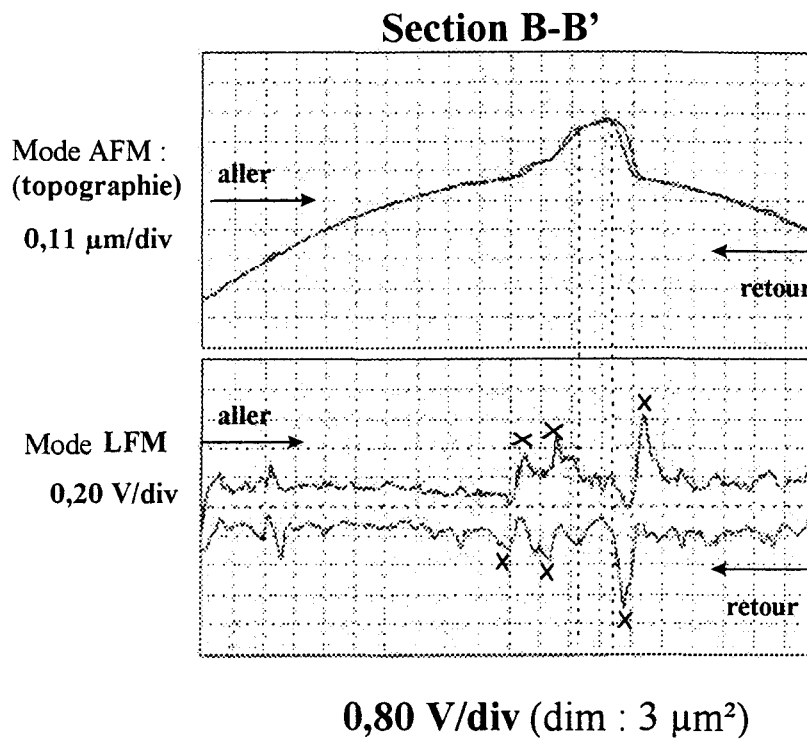


Figure 105 : Fibre D, image 2



× : des grandes variations des signaux dues aux dénivellations

Figure 106 : Fibre D, signaux en mode AFM et LFM à l'aller et au retour

En résumé, la surface de la fibre de verre D est caractérisée par :

- * des bosses
- * des boursouflures et
- * des régions planes ;

les trois régions ayant un coefficient de frottement identique.

III.1.3.2. LES FIBRES AVEC AGENT LIANT EPOXY

➤ Fibre E4

Dans l'image topographique réalisée à une force de contact supérieure à 70 nN, on constate qu'il y a le phénomène de labourage de l'ensimage par le micropointe en Si_3N_4 (Figure 107).

Image topographique

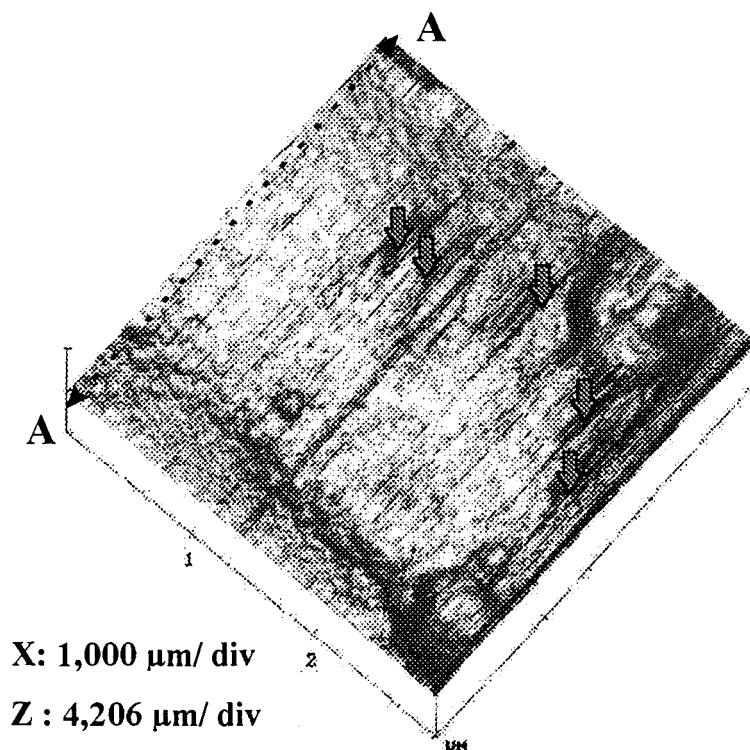


Figure 107 : Fibre E4 (image 1) : les endroits de labourage sont indiqués par des flèches

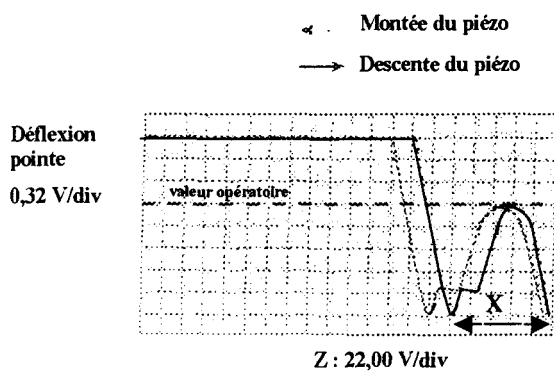


Figure 108 : Courbe de force de contact pour la fibre E4 (image 1)

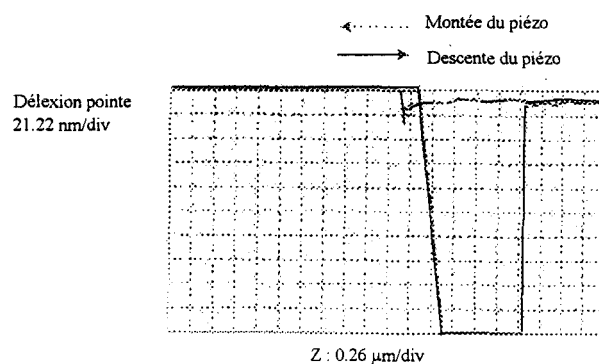


Figure 109 : Courbe de force de contact attendue pour une bonne calibration

A plusieurs reprises, il a été difficile d'obtenir des images topographiques, à cause des problèmes rencontrés dans la calibration de la force normale. En effet, comme on peut le voir dans la Figure 108, la pointe reste "collée" à l'ensimage (dans la région X) et il est difficile de la séparer de la surface. Le profil de courbe de force de contact attendu est montré par la Figure 109.

Dans ces cas, nous pouvons obtenir des signaux AFM et LFM comme ceux illustrés dans la Figure 110. La différence entre les signaux d'aller et retour en mode LFM $\sim 2 \times 1,20 \text{ V}$ est très élevée par rapport aux fibres amidon (A, B, C et D), et elle est toujours constante. La force de frottement est alors une fonction de la charge et de la force de labourage "P" :

$$F_f = \mu N + P$$

Le phénomène de labourage qui dépend de l'aire de surface labourée étant prédominant et constant, on ne peut mesurer le coefficient de frottement.

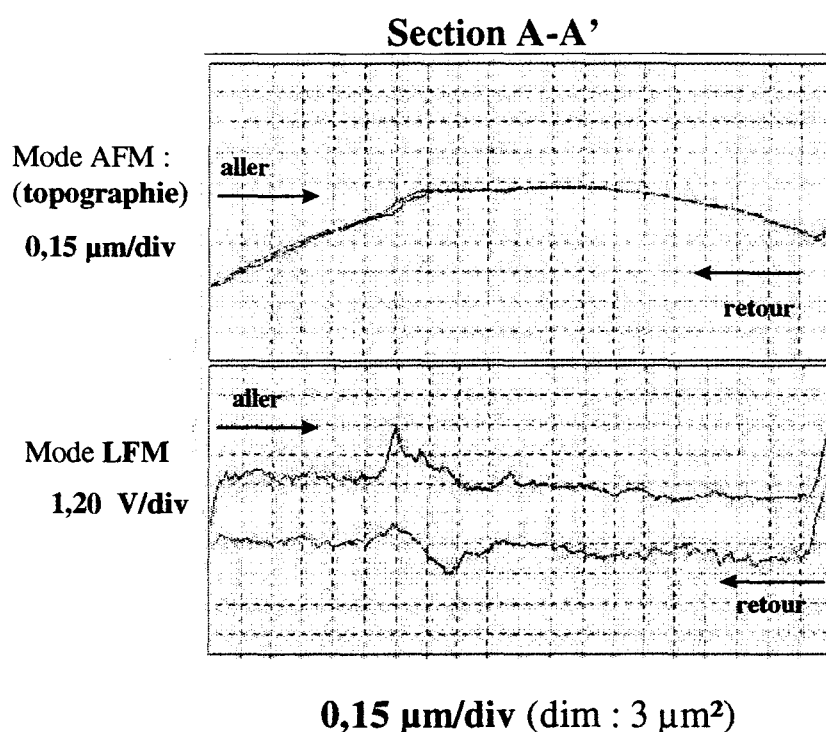


Figure 110 : Fibre E, signaux d'AFM et LFM (pour l'image 1)

La Figure 111 illustre une autre image topographique de la fibre E4, qui a été réalisée à une charge normale 62 nN, sans labourage de la surface par la pointe d'AFM. Dans ce cas, le profil de force de contact est normal (Figure 109).

Image topographique

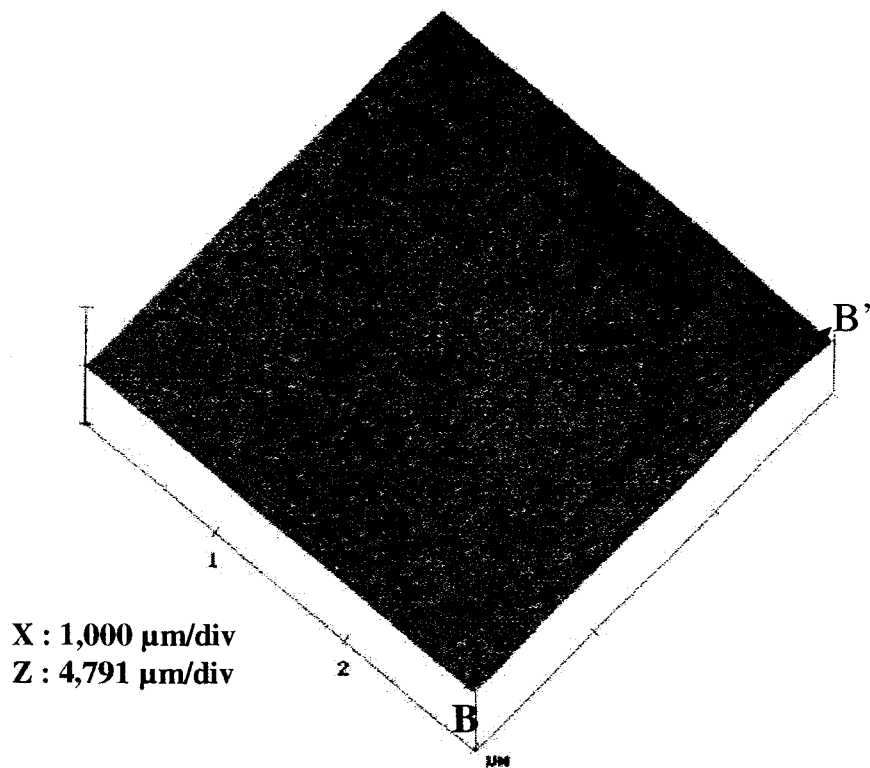


Figure 111 : Fibre E4, image 2

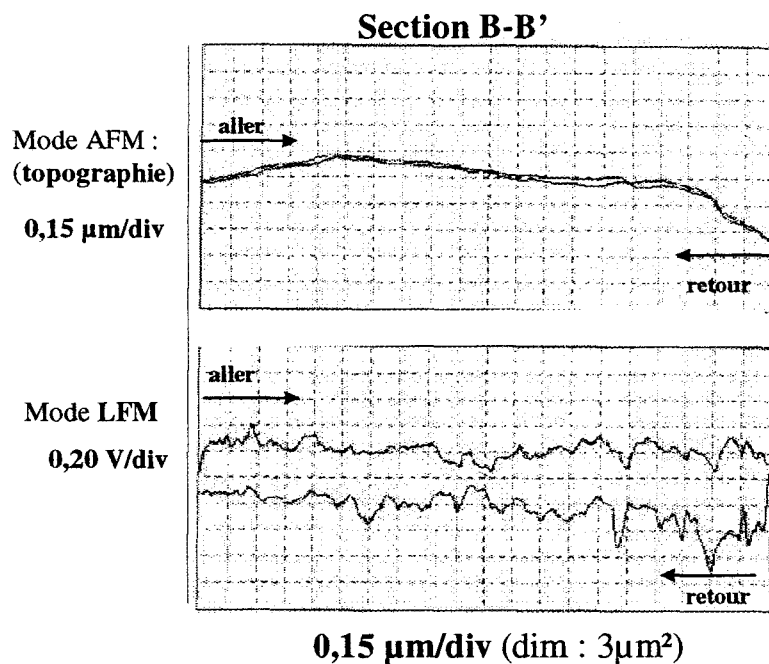


Figure 112 : Fibre E4, signaux en mode AFM et LFM de la section BB'

Le coefficient de frottement calculé à partir de la Figure 112 est à peu près constant et il vaut 0,2. Cette valeur est beaucoup plus élevée que celles des fibres à base d'amidon pour lesquelles la valeur maximale du coefficient de frottement est d'environ 0,12.

➤ Fibre E41

Il s'agit de la fibre E4 recuite à 100°C pendant 60 heures.

Image topographique

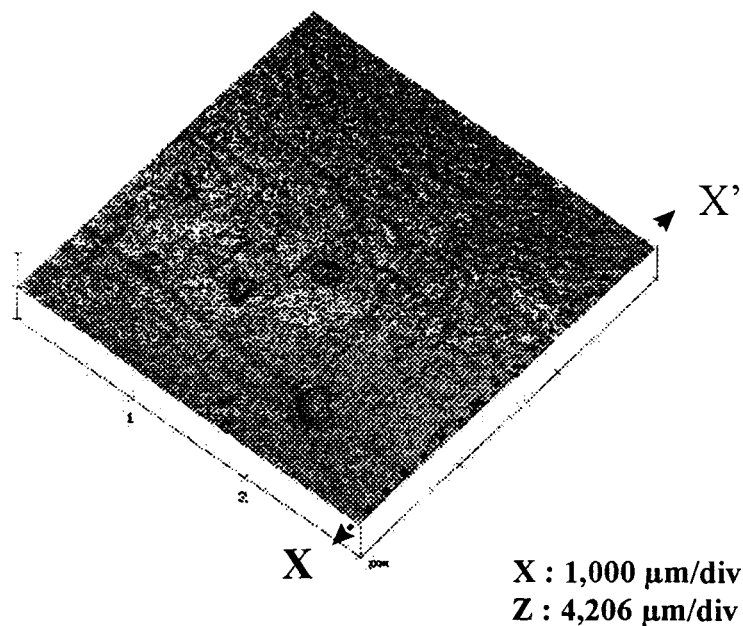


Figure 113 : Fibre E4 recuite

Section X-X'

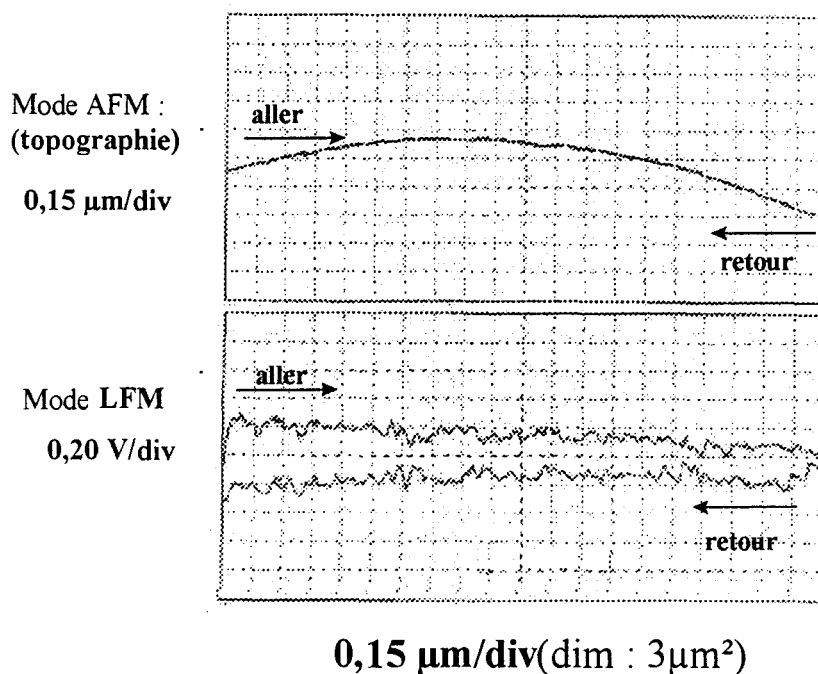


Figure 114 : Fibre E4 recuite, signaux en mode AFM et LFM de la section XX'

L'image topographique réalisée à 46 nN (Figure 113) ne présente pas de labourage, et le profil de la courbe de force de contact est correct (Figure 115). Les

signaux en mode LFM (Figure 114) montrent que le coefficient de frottement est le même sur toute la région, et il est environ égal à 0,09, soit deux fois plus petit que la fibre E4.

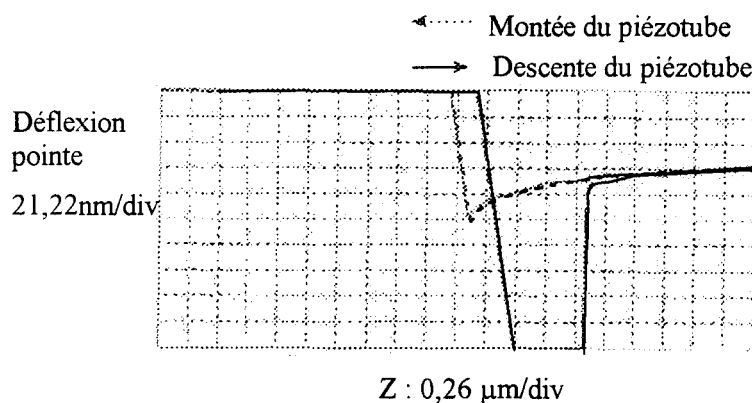


Figure 115 : Profil de la courbe de force de contact pour l'image topographique (Figure 113)

Nous avons pu apercevoir d'autres régions comme celle de la Figure 116 qui dévoile une agrégation de matière avec la formation de petites boursofflures (indiquées par des flèches) de diamètre d'environ 0,15 µm.

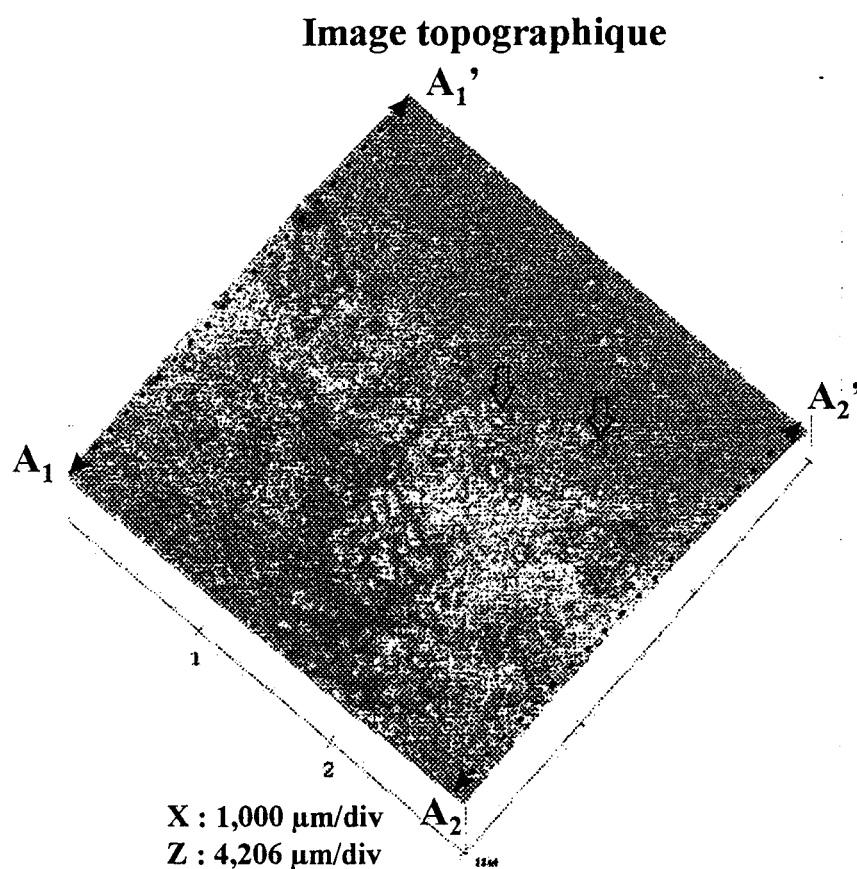


Figure 116 : Fibre E41, 2^{ème} image

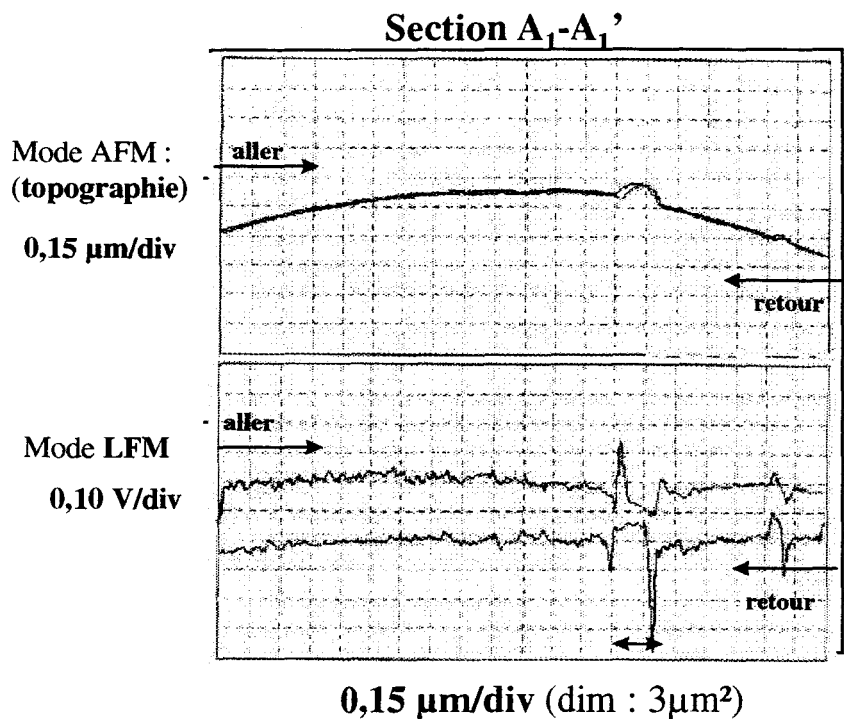


Figure 117 : Fibre E41, signaux AFM et LFM de la 2^{ème} image section A₁-A₁'

Les signaux LFM de la Figure 117 permettent de déterminer le coefficient de frottement de cette boursouflure (flèche rouge) et il est plus faible ($\mu \sim 0,03$) que celui de la surface générale : $\mu \sim 0,09$ (Figures 117 et 118).

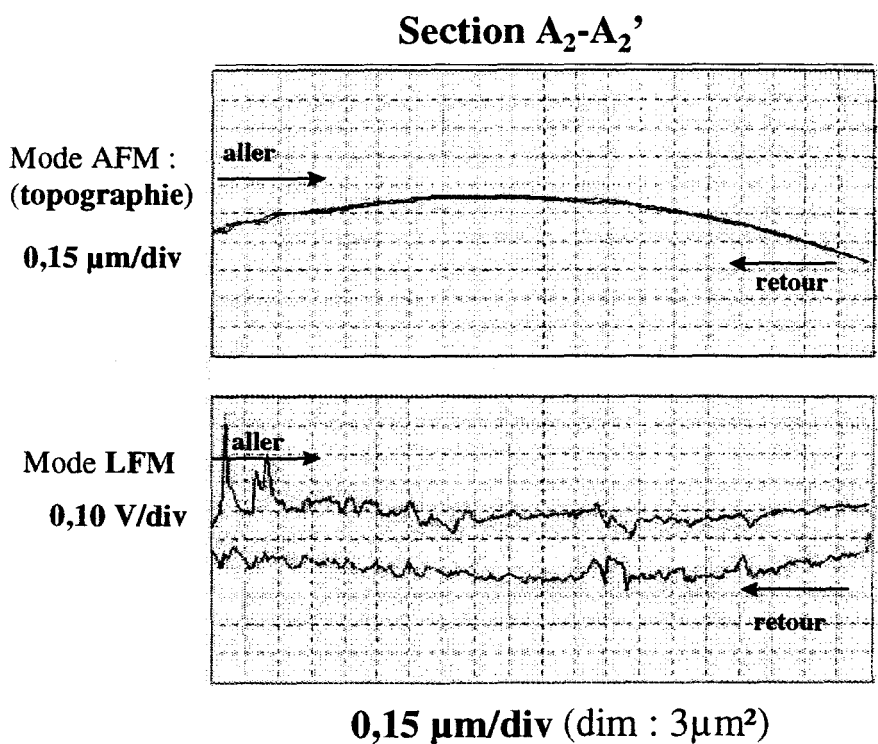


Figure 118 : Fibre E41, signaux AFM et LFM de la 2^{ème} image section A₂-A₂'

Une autre image de la fibre E41, de dimension 1 μm^2 dont les signaux LFM et AFM sont illustrés par la Figure 119 confirment ces observations : la surface générale a un $\mu \sim 0,09$ alors les boursoufflures ont un $\mu < 0,04$.

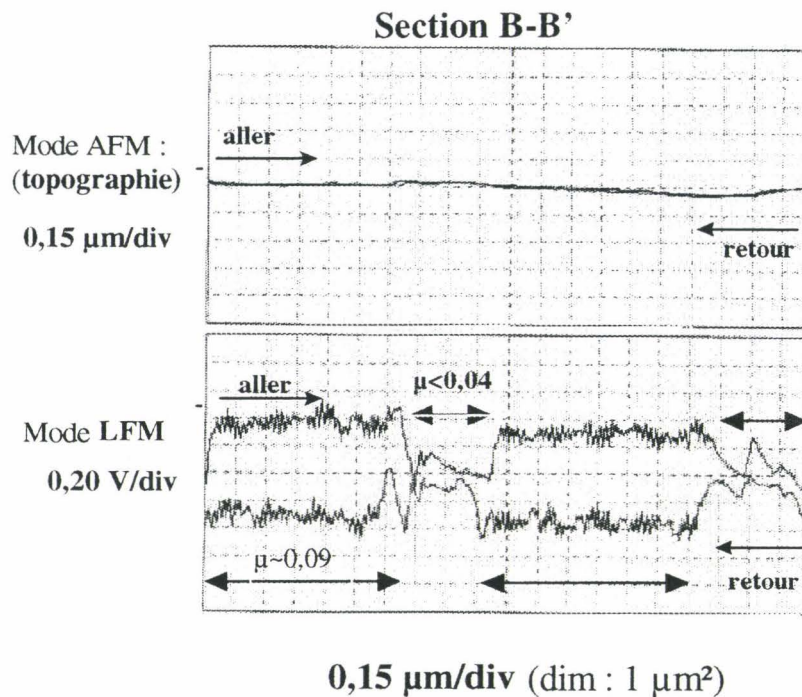


Figure 119 : Fibre E41, dimension 1 µm²

D'après les observations faites sur les fibres de verre E4 recuites, en mode AFM et LFM, nous pouvons dire que :

- ⇒ la réticulation de l'époxy conduit à un module de surface plus élevé. L'ensimage est donc moins susceptible d'être labouré par la pointe d'AFM.
- ⇒ on peut aussi émettre l'hypothèse que lors de la réticulation de la résine, le lubrifiant est expurgé vers la surface extérieure, ce qui aurait pour effet de diminuer le coefficient de frottement ($\mu < 0,04$).

>Fibre F

La première image topographique (Figure 120) a été réalisée à 60 nN.

Image topographique

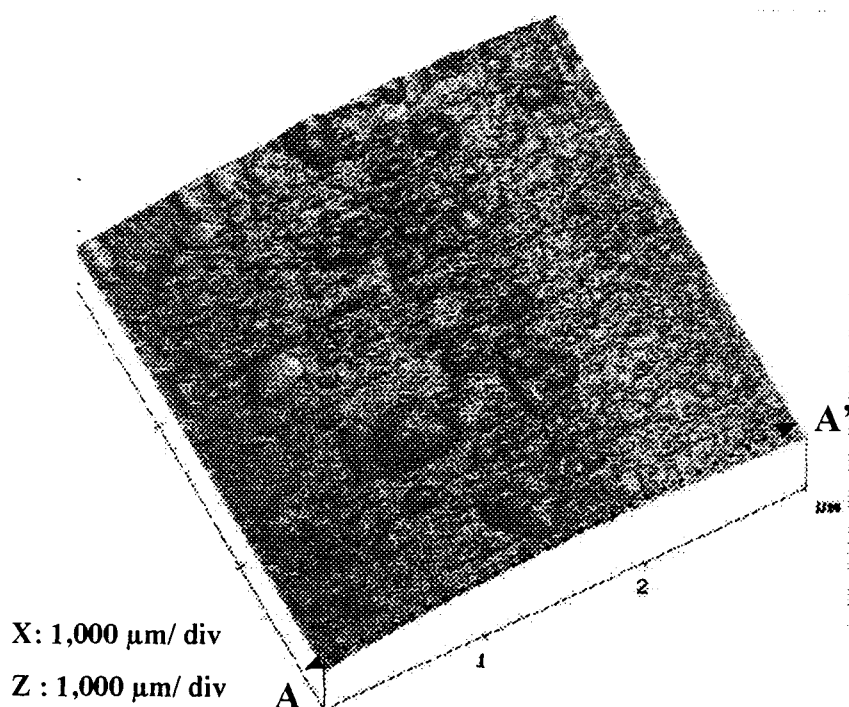
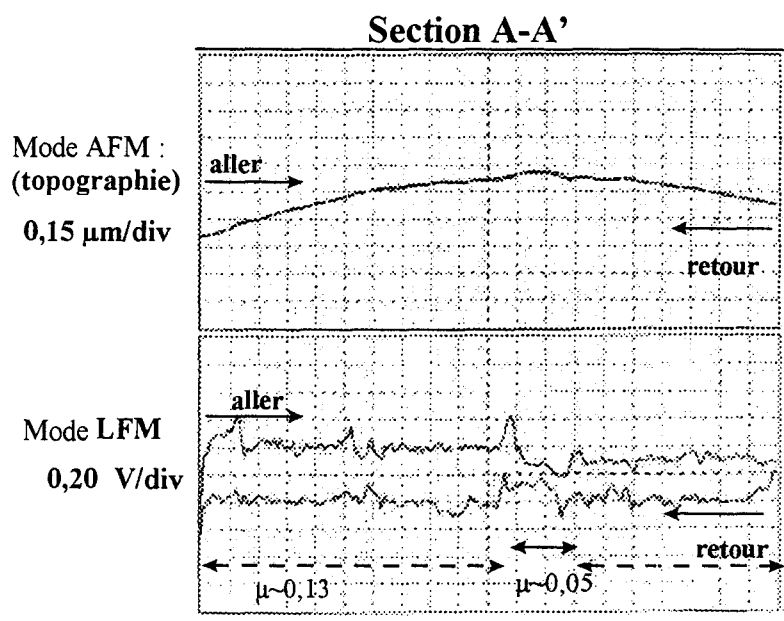


Figure 120 : Fibre F, image 1



0,15 $\mu\text{m}/\text{div}$ (dim : 3 μm^2)

Figure 121 : Fibre F, signaux en mode AFM et LFM de l'image 1

Les signaux en mode LFM (Figure 121) font apparaître une surface hétérogène : une région ayant un coefficient de frottement $\sim 0,05$ sur une distance de $0,3 \mu\text{m}$, alors que le reste de la surface a un coefficient de $0,13$ (une valeur relativement élevée).

De plus, le profil de la courbe de force de contact montre que la pointe d'AFM est attirée par l'ensimage avant qu'elle ne soit en contact avec celui-ci (flèche : Figure 122). Ceci est peut être dû à une adhésion élevée entre l'ensimage F et la pointe d'AFM.

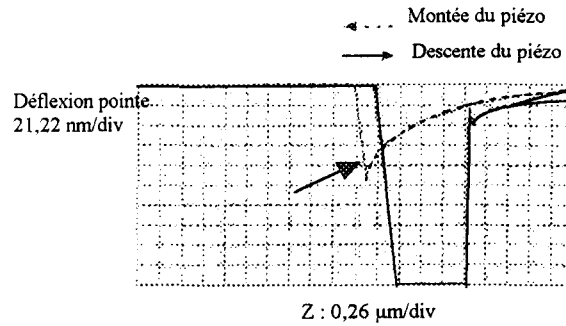


Figure 122 : Profil de force de contact

Certaines des images topographiques comme celle présentée dans la Figure 123 n'ont pas pu être réalisées efficacement, à cause de mêmes types de problèmes que ceux rencontrés dans le cas de la fibre E4 (labourage).

Image topographique

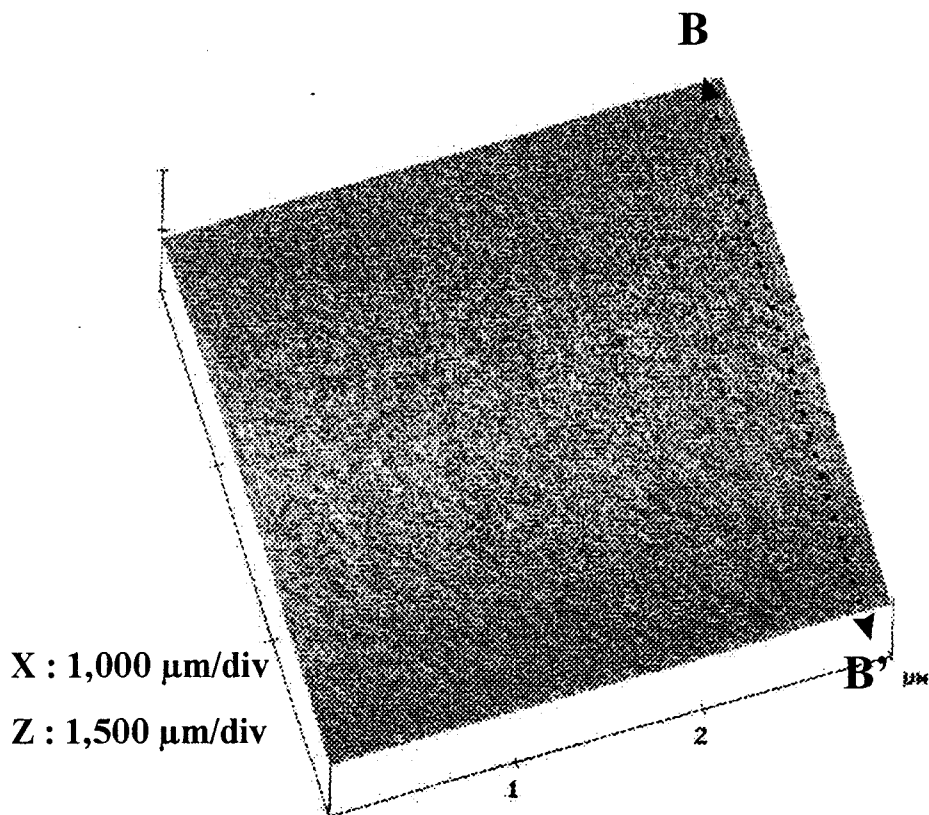


Figure 123 : Fibre F, image 2

On pouvait aussi constater une rétention de la pointe dans l'ensimage pendant la descente du piézotube (Figure 124). Ainsi, l'image topographique montrée par la Figure 123 présente une surface très lisse à cause d'une force de labourage constante (Figure 125) et prédominante : la différence entre les signaux en aller et au retour, en mode LFM, est très élevée (2,00 Volts).

L'image révélée en mode topographique est probablement celle de la fibre (sans ensimage) et non celle de l'extrême surface. Dans nos conditions expérimentales, "la pointe traverse l'ensimage".

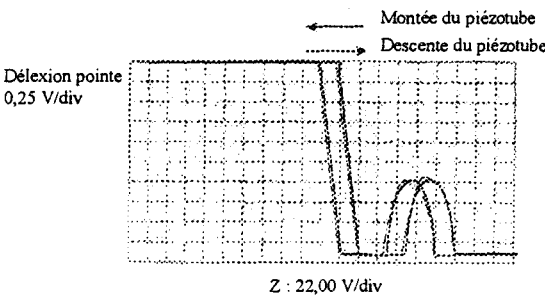


Figure 124 : Profil de la courbe de force de contact

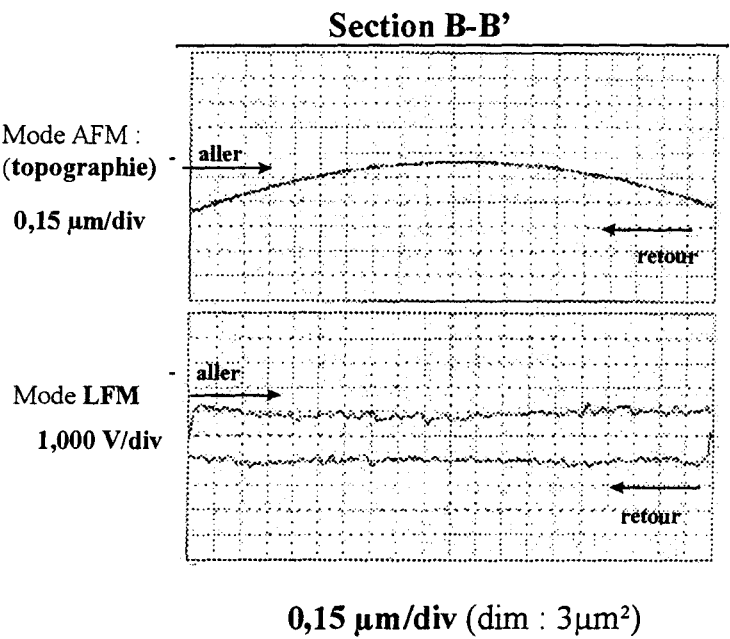


Figure 125 : Fibre F, image 2

La seule différence entre F et E4 est que E4 est homogène alors que F est hétérogène.

III.1.3.3. OBSERVATION GENERALE SUR LES FIBRES DE VERRE CONTINUES

➤avec agent liant AMIDON

Fibre A : présente une surface physiquement et chimiquement hétérogène. Les défauts de surface (de diamètre 0,2-0,5 μm) ont un coefficient plus faible ($\mu \sim 0,04$) par rapport à la surface générale ($\mu \sim 0,12$) ; $R_a = 0,06 \mu\text{m}$.

Fibre B : elle a en général un coefficient de frottement plus faible que la fibre A, $\mu \leq 0,02$. Cependant on distingue 3 zones de coefficients de frottement différents : 0,007, 0,02, et 0,007-0,02 ; $R_a = 0,09 \mu\text{m}$.

Fibre C : est chimiquement homogène avec un coefficient de frottement $\mu \sim 0,02-0,04$, elle est cependant rugueuse ; $R_a = 0,08 \mu\text{m}$.

Fibre D : a une surface générale avec des nombreuses petites boursouflures, et très peu de bosses de dimensions importantes. Toutes ces régions ont néanmoins le même coefficient de frottement : $\mu \sim 0,05$; $R_a = 0,03 \mu\text{m}$.

➤avec agent liant EPOXY

Fibre E4 : a un ensimage mou facilement labouré par la pointe d'AFM avec un même coefficient de frottement sur toute la surface ; elle est donc chimiquement homogène. $R_a = 0,05 \mu\text{m}$.

Fibre E41 : qui est la fibre E4 recuite à 100°C pendant 60 heures, présente une surface hétérogène avec des boursouflures ayant un coefficient $\mu < 0,04$, alors que la surface générale a un $\mu \sim 0,09$.

Fibre F : hétérogène avec des nombreuses boursouflures de $\mu \sim 0,05$, alors que le reste de sa surface a un μ de 0,13. $R_a = 0,03 \mu\text{m}$.

III.1.3.4. CONCLUSION SUR LES FIBRES DE VERRE CONTINUES

En général, l'ensemble des surfaces des fils à l'agent liant "époxy" ont un coefficient de frottement plus élevé que celles des fils à agent liant "amidon". De plus, les résines époxy sont facilement labourées par la pointe d'AFM, par rapport aux fibres avec "amidon".

Parmi les fibres amidon, les fibres B et C ont un coefficient de frottement général plus faible que les fibres A et D ; ces dernières présentent des zones de surface avec un coefficient de frottement trois fois plus élevé que la surface générale.

L'hétérogénéité dans les valeurs de μ existe :

⇒ au niveau local, avec de toutes petites variations de μ autour d'une valeur moyenne, qui pourraient être dues à des hétérogénéités physiques.

⇒ avec des zones ayant un μ moyen différent.

De plus le coefficient " μ moyen" est indépendant de la topographie de surface car quelque soit l'aspect physique de la surface : bosse, creux ou plan, μ peut avoir une valeur quelconque : sa valeur dépend de la nature chimique du constituant de la surface.

III.1.4. FIBRES DE VERRE COURTES (DISCONTINUES)

Parallèlement à l'analyse des fils de chaînes continues (destinées au tissage), nous avons analysé 2 fibres de verre courtes (discontinues) ensimées, obtenues de deux sources différentes afin d'effectuer une analyse comparative. Ces fibres sont destinées à renforcer des composites à base de fibres de verre courtes. Nous les nommerons " α " et " β "

> Fibre α :

Elle peut présenter deux cas de figures.

✓ L'image 1 qui nous présente une surface homogène avec de temps en temps une petite dénivellation uniformément répartie sur toute la surface (Figure 126). Malgré ces défauts de surface, la force de frottement reste quasiment constante : 0,03-0,0375 volts (Figure 127), sous une charge de 70 nN, soit un coefficient de frottement $\sim 0,02$.

Image topographique

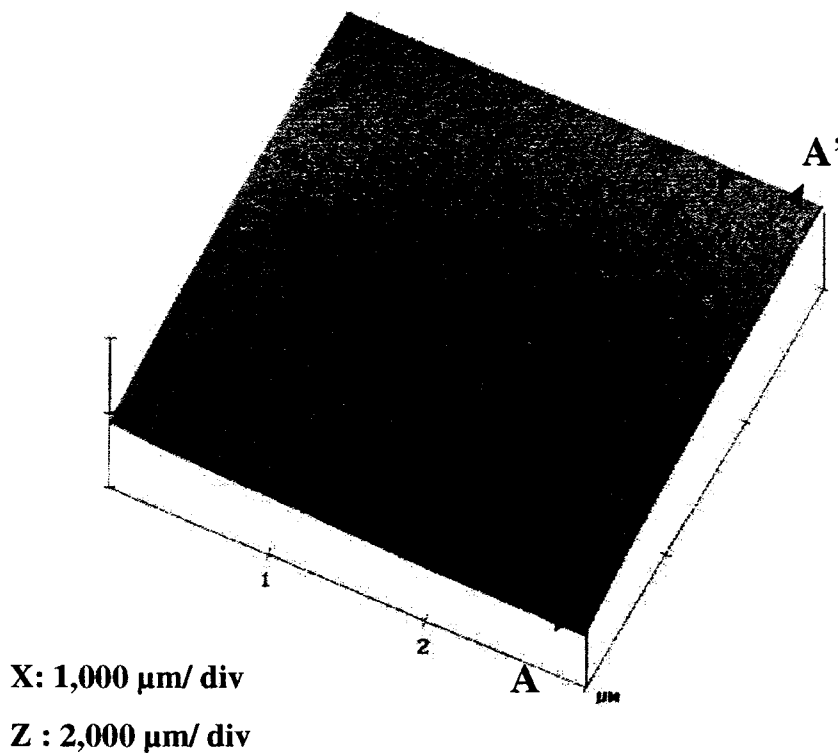


Figure 126 : Fibre α , image 1

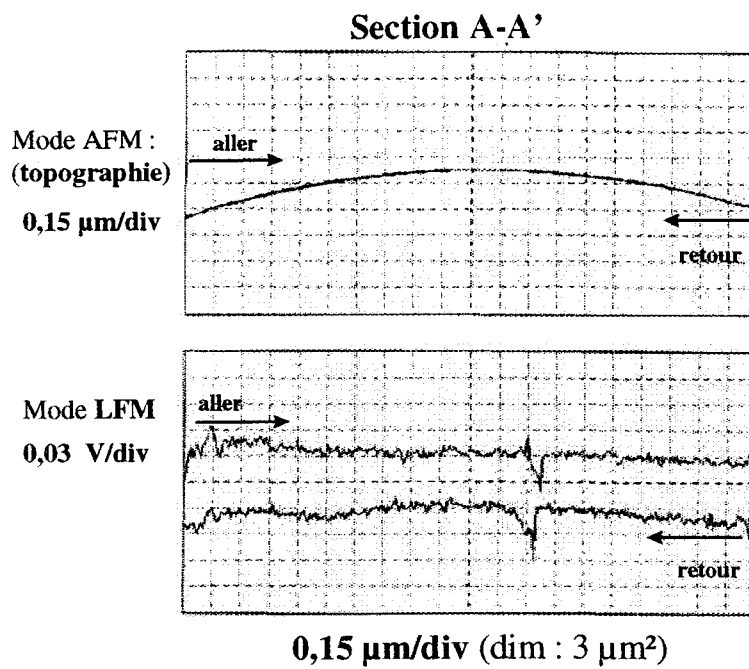


Figure 127 : Fibre α , signaux en mode AFM et LFM de la section A-A' de l'image 1

✓ L'image 2 réalisée sur la même fibre révèle qu'il y a néanmoins des régions où la répartition de l'ensimage n'est pas homogène (Figure 128).

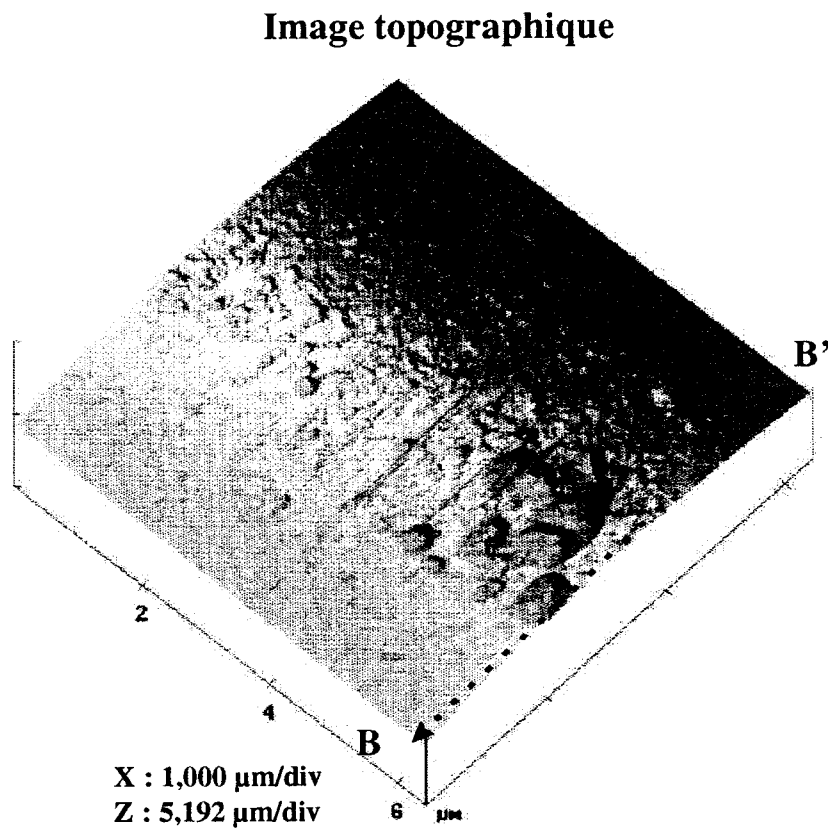
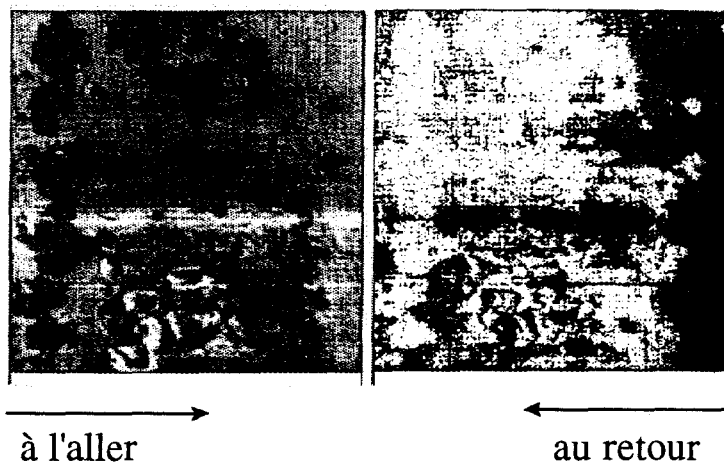


Figure 128 : Fibre α , image 2

On observe des bosses et des petites 'taches' sur la surface. La bosse à l'extrémité basse (sur la section B-B' : Figure 128) a un coefficient de frottement de 0,14 alors que les taches ont un coefficient de frottement d'environ 0,05.

On retrouve la valeur de coefficient de frottement de ces taches réparties de manière non uniforme, sur la surface de la fibre. Ainsi, les images en mode LFM (Figure 129) permettent de distinguer nettement ces régions (des taches rouges avec un $\mu \sim 0,5$ sur un arrière-plan rose pour l'image à l'aller). Le reste de la surface a un coefficient de frottement plus élevé : $\mu \sim 0,14$.

Images en mode LFM (balayage à 90°)

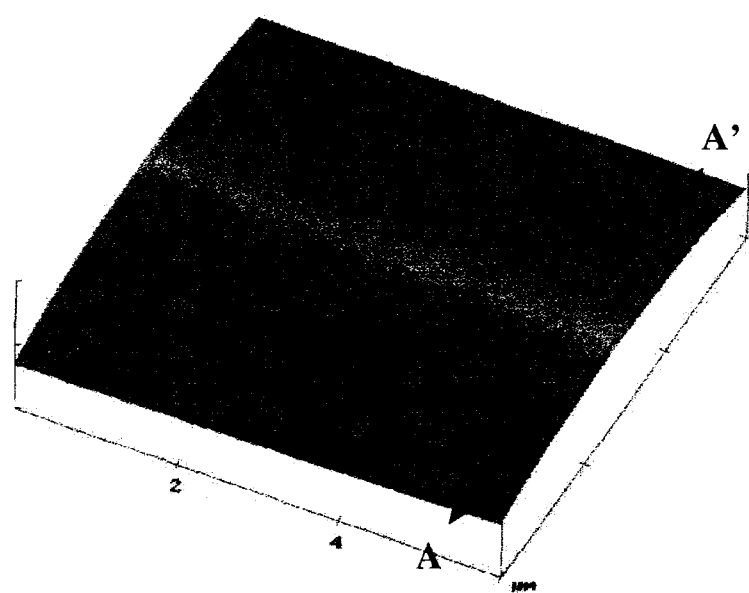


(dimension : $6 \mu\text{m}^2$)

Figure 129 : Fibre α , images en mode LFM

Après un désensimage en chauffant la fibre à 600°C pendant 24 heures, (pour détruire l'ensimage) la fibre α présente une surface extrêmement lisse (Figure 130).

Image topographique



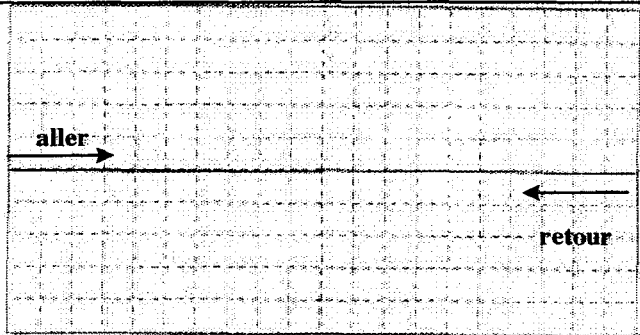
X: 1,000 $\mu\text{m}/\text{div}$

Z : 3,000 $\mu\text{m}/\text{div}$

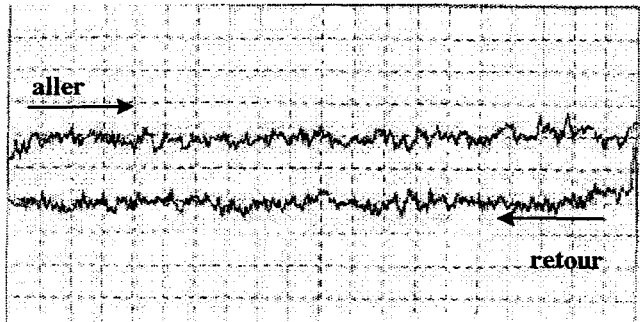
Figure 130 : Fibre α désensimée

Section A-A'

Mode AFM :
(topographie)
0,52 $\mu\text{m}/\text{div}$



Mode LFM
0,05 V/div



0,27 V/div(dim : 1 μm^2)

Figure 131 : Fibre α désensimée, signaux en mode AFM et LFM de la section A-A'

Le coefficient de frottement évalué à partir de la Figure 131 est très faible : $\mu \sim 0,04$ et il est constant sur toute la surface de la fibre.

De plus, on note une grande attraction de la pointe par l'échantillon avant que celle-ci ne soit en contact avec la fibre (en rouge : Figure 132). Nous expliquons ce phénomène par l'énergie de surface très élevée d'une surface de fibre de verre qui va très rapidement attirer des molécules d'eau de l'air. En effet, les molécules d'eau forment une pellicule à la surface de la fibre, et cette pellicule d'eau agit comme un lubrifiant, d'où la valeur très faible du coefficient de frottement.

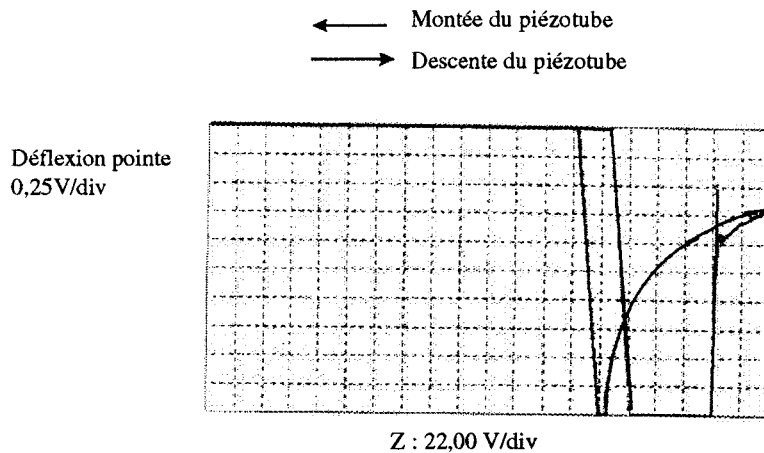


Figure 132 : fibre α désensimée

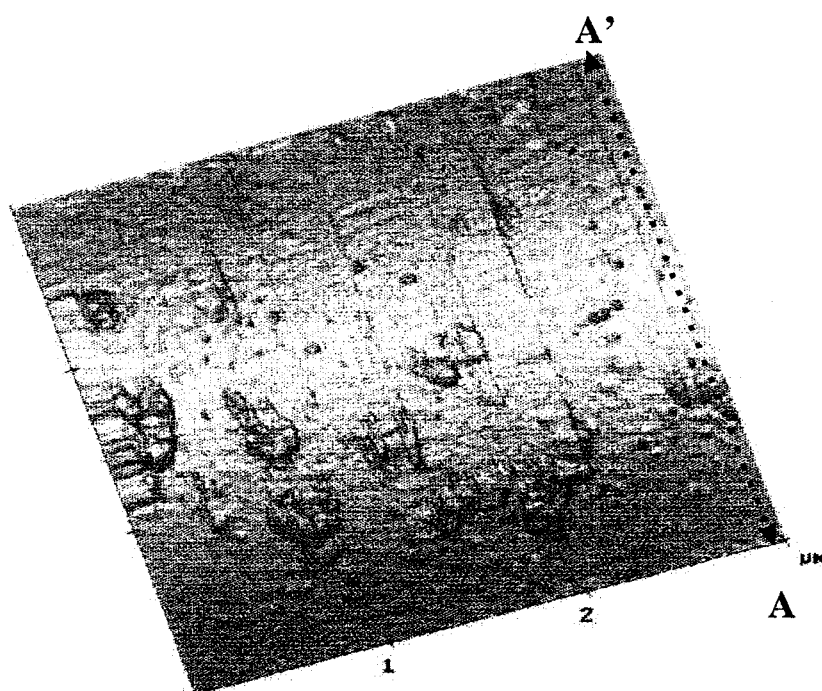
Nous concluons donc que les hétérogénéités physiques et chimiques sur la fibre sont apportées par l'ensimage exclusivement.

> Fibre β

Elle présente une hétérogénéité de surface assez importante et c'est pour cette raison que nous allons présenter deux images typiques de cette fibre.

✓ L'image 1 : des petites taches sur la surface (Figure 133) réparties de manière non uniforme sur la surface.

Image topographique



X: 1,000 $\mu\text{m}/\text{div}$

Z: 1,000 $\mu\text{m}/\text{div}$

Figure 133 : fibre β , image 1

Ces taches qui ont un $\mu \sim 0,05$ alors que le reste de la surface a un coefficient de frottement 3 fois plus important ($\mu \sim 0,14$). Ces valeurs ont été calculées à partir des signaux présentés dans Figure 134. Ces taches ne couvrent qu'une petite proportion de la surface (1/10 de la section AA'). Les images en mode LFM mettent en évidence la distribution de la substance de coefficient plus faible sur la fibre (Figure 135).

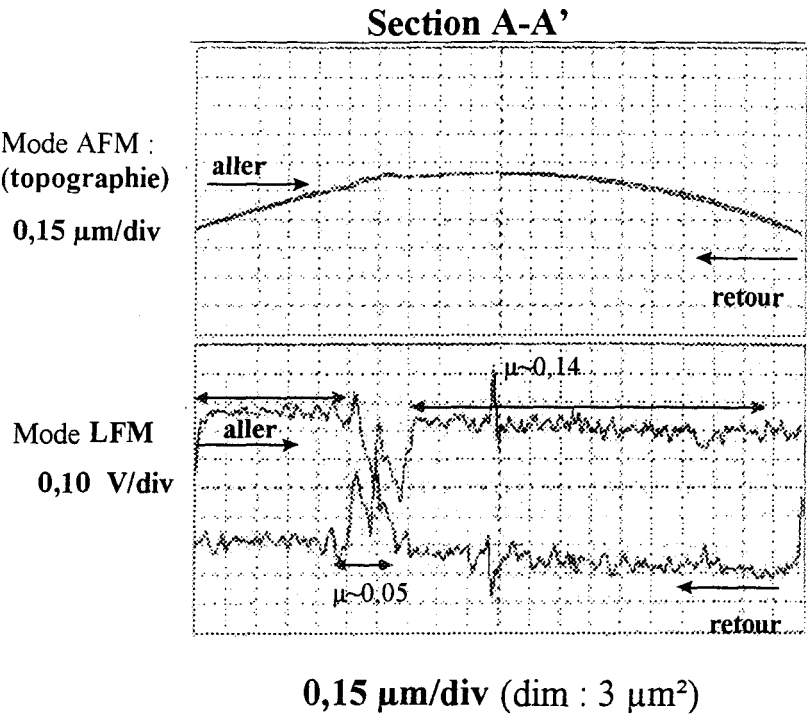


Figure 134 : Fibre β , signaux en mode AFM et LFM

Images en mode LFM (balayage à 90°)

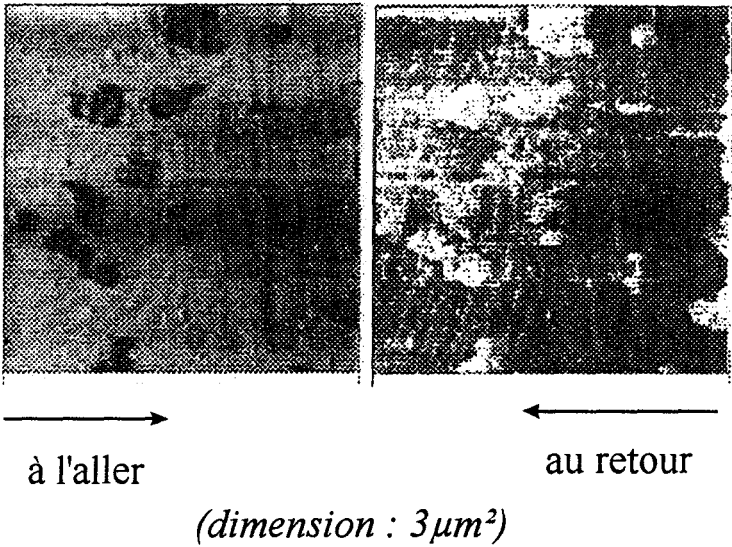


Figure 135 : fibre β , images en mode LFM

✓ L'image 2 : Nous sommes en présence d'une image très hétérogène (Figure 136).

Image topographique

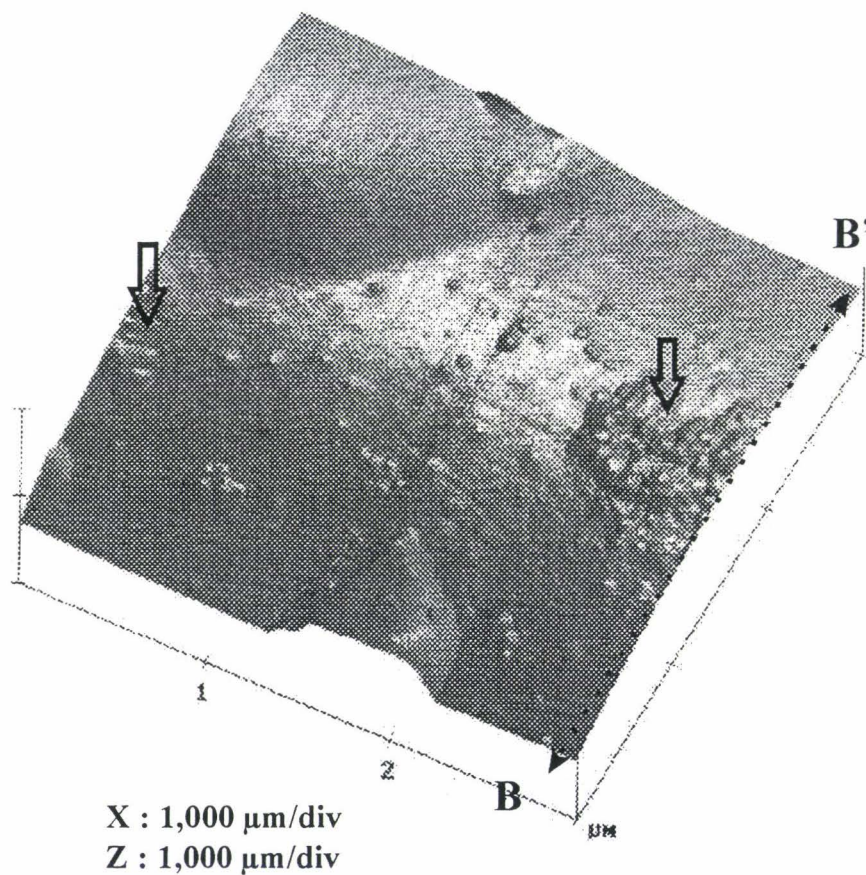
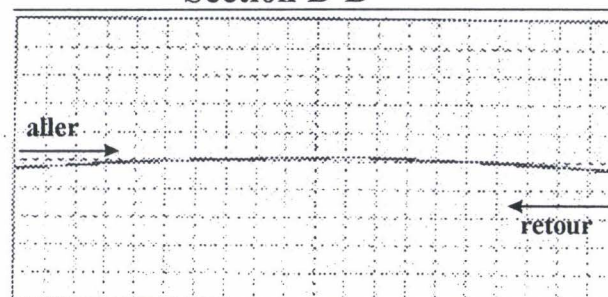


Figure 136 : Fibre β , image 2

Section B-B'

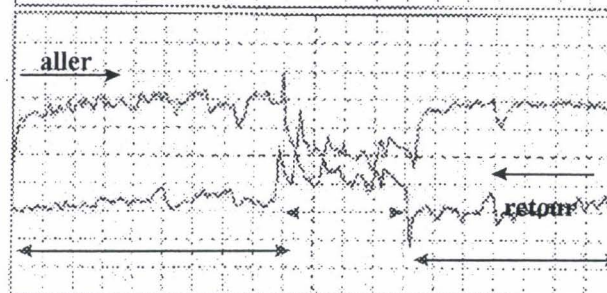
Mode AFM :
(topographie)

0,80 $\mu\text{m}/\text{div}$



Mode LFM

0,10 V/div



0,15 $\mu\text{m}/\text{div}$ (dim : $3\mu\text{m}^2$)

Figure 137 : Fibre β , signaux en mode AFM et LFM de la section B-B' de l'image 2

La section B-B', montre la présence d'une zone de $\mu \sim 0,02$ au centre (flèche pointillée) qui couvre $\frac{1}{4}$ de cette section, alors que le reste de la surface a un $\mu \sim 0,14$ (Figure 137). La distribution de ces zones à la surface est mieux représenté par la Figure 138. La bosse en bas de l'image topographique a aussi un coefficient de 0,14. D'autres sections réalisées au niveau de la grosse boursouflure, font apparaître un $\mu \sim 0,24$: une valeur assez élevée.

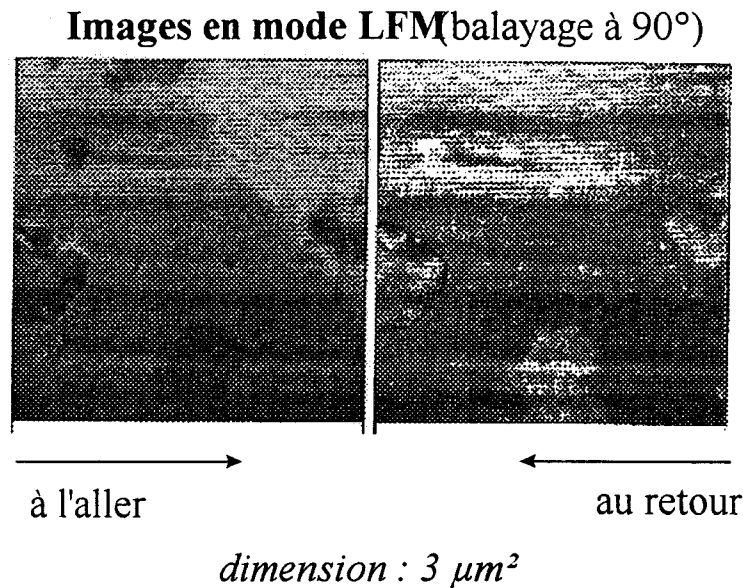


Figure 138 : fibre β , images en mode LFM

La fibre β désensimée présente les mêmes caractéristiques que la fibre α désensimée:

- mêmes types de profils de force de contact
- même coefficient de frottement ($\mu \sim 0,02$)

sauf qu'elle présente des hétérogénéités physiques (des bosses) qui peuvent être dues à des défauts de fabrication de cette fibre de verre.

Image topographique

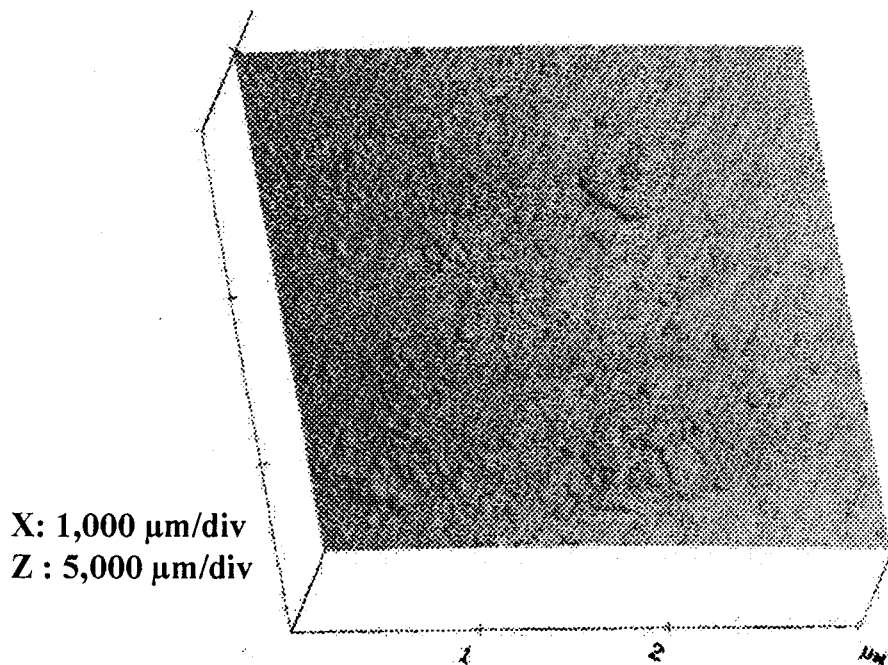


Figure 139 : fibre β , désensimée

Nous pouvons conclure que l'hétérogénéité physique de la fibre β est due à la fois à des défauts de la fibre de verre elle-même, et de la distribution non uniforme de l'ensimage. Saint Gobain/CNRS ont montré l'existence de telles bosses à la surface des fibre de verre E [102], par des études d'AFM.

III.1.4.1. CONCLUSION SUR LES FIBRES DE VERRE COURTES (DISCONTINUES)

Les deux fibres " α " et " β " ensimées sont hétérogènes physiquement et chimiquement, avec des zones ayant des coefficients de frottement différents. En ce qui concerne l'hétérogénéité chimique, pouvons-nous attribuer les taches de coefficient de frottement très faible ($\mu \sim 0,02$) au lubrifiant dans l'ensimage? Dans ce cas, il y aurait à la surface de la fibre α , des régions assez grande $3\mu\text{m}^2$ entièrement recouvertes de lubrifiant.

Le désensimage montre que la fibre " α " a initialement une surface très lisse alors que celle de la fibre " β " présente des défauts.

L'ensimage est répartie de manière non uniforme à la surface de deux fibres. De plus, l'ensimage n'est pas homogène dans sa composition après son application.

III.1.5. CONCLUSION GENERALE

La nature exacte du frottement dans les fibres étant complexe, le Microscope à Force Latérale (LFM) s'avère un outil d'investigation des propriétés de surface très intéressant. La force de frottement entre la pointe d'AFM et l'échantillon analysé permet de comparer qualitativement différents ensimages, en particulier leur propriété lubrifiante.

Outre le frottement, la lubrification et le labourage, il est possible d'avoir une cartographie des hétérogénéités chimiques de la surface, en plus du topographie fournie par l'AFM. En particulier, la distribution du lubrifiant peut être localisée ce qui peut indiquer une séparation des phases de l'ensimage possible, avant ou après son application.

Dans le futur d'autres fibres pourront faire l'objet d'investigation des propriétés tribologiques par l'AFM/LFM.

CHAPITRE 2 : FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DES FIBRES DE VERRE MESURE PAR LA MICROBALANCE CAHN

Deux fibres de verre : fibre A et fibre E ayant un agent liant de type amidon et époxy respectivement, ont fait l'objet d'études de frottement fibre/fibre, par la balance de Cahn.

III.2.1. LES FIBRES DE VERRE A

Nous avons effectué les mesures de frottement dans les conditions suivantes : vitesse constante de 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$, charge : 1 mg, humidité relative : 45%, et température : 25°C.

III.2.1.1. ETUDE DE FROTTEMENT FIBRE/FIBRE A UNE CHARGE DE 1 MG

Lorsqu'on fait des essais de frottement, on peut obtenir des courbes d'allures très différentes. Nous donnons quelques exemples de courbes obtenues.

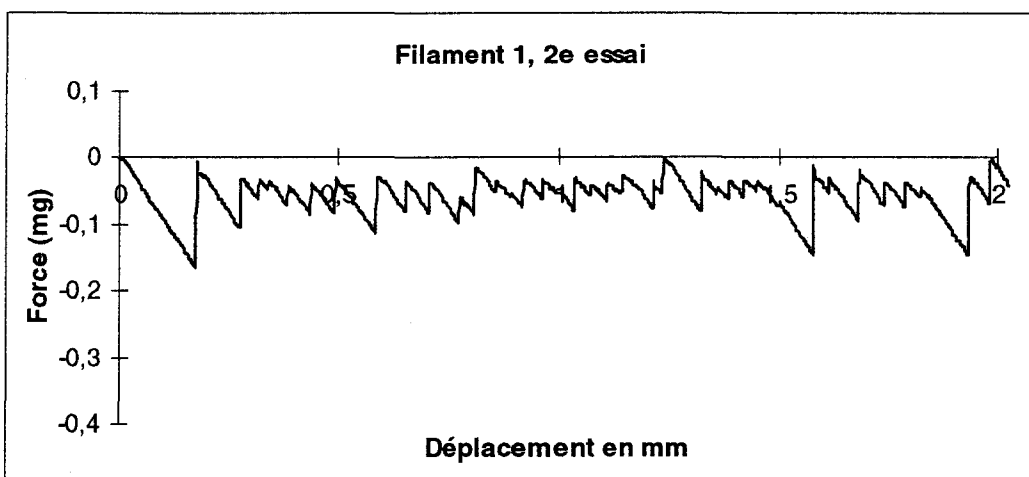


Figure 140 : Profil de courbe de frottement fibre/fibre, sur filament 1 (FIBRE A)

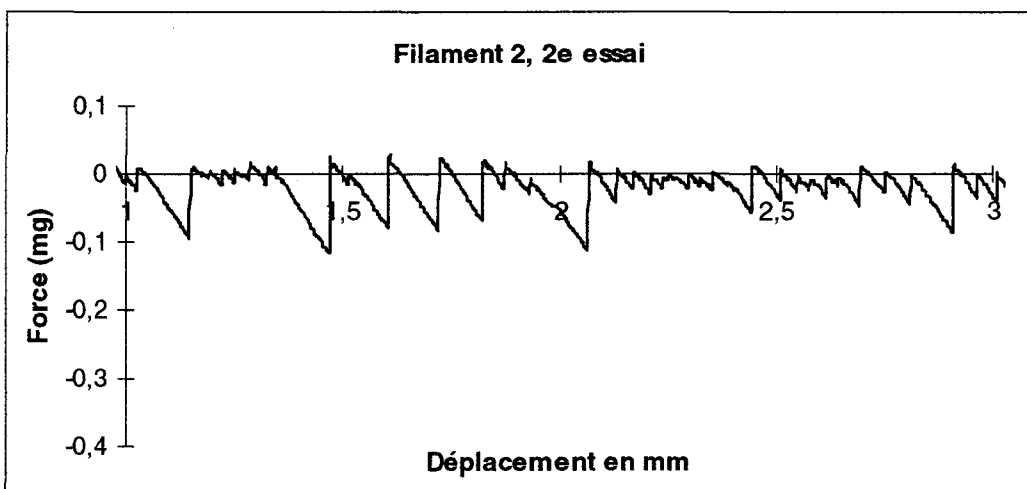


Figure 141 : Profil de courbe de frottement fibre/fibre, sur filament 2 (FIBRE A)

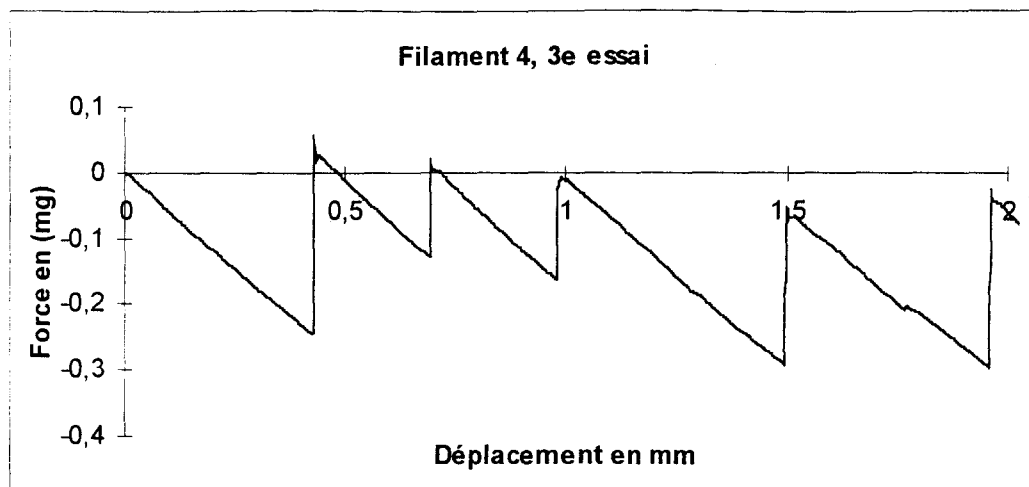


Figure 142 : Profil de courbe de frottement fibre/fibre, sur filament 4 (FIBRE A)

Ces courbes, décrivant le frottement sur trois filaments différents de la fibre A, font apparaître de nombreuses irrégularités le long de chaque filament et ceci d'un filament à l'autre. Nous avons considéré : le coefficient de frottement statique, les amplitudes et les durées des phases stick respectivement, pour l'exploitation des courbes ci-dessus.

III.2.1.1.1. Etude des coefficients de frottement statique.

Le tableau suivant résume les valeurs moyennes et les écarts types des coefficients de frottement statique " μ_s " sur plusieurs filaments ; obtenus après des analyses statistiques.

Filament	$E(\mu_s)$ = moyenne	σ (écart type)
1	2,04	1,15
2	2,23	1,31
3	4,15	2,25
4	3,02	2,09
5	2,44	1,64

Tableau 10 : Valeurs de μ_s (moyenne et écart type) à 2 $\mu\text{m/sec}$ et à une charge de 1 mg sur différents filaments de la fibre de verre A

Nous avons alors constaté que les valeurs dans le tableau ci-dessus sont très hétérogènes. Nous avons préféré étudier le frottement de différents segments d'une fibre le long d'un même filament et ceci sur plusieurs filaments. Cinq différents filaments de longueur 10 cm ont été prélevés. Sur chacun d'eux, plusieurs essais ont été réalisés sur des segments de 2 à 3 mm.

Pour chaque filament vertical, un filament horizontal distinct était utilisé. Pour chaque segment de filament étudié, le contact avec la fibre horizontale s'effectue à différents endroits.

Les courbes de fréquence qui suivent donnent un aperçu des variations du coefficient statique " μ_s " sur trois des cinq filaments utilisés. Ils ont été obtenus en traçant la fréquence en % en fonction du centre de classe, chaque classe de " μ_s " est étendue sur une valeur de 0,5.

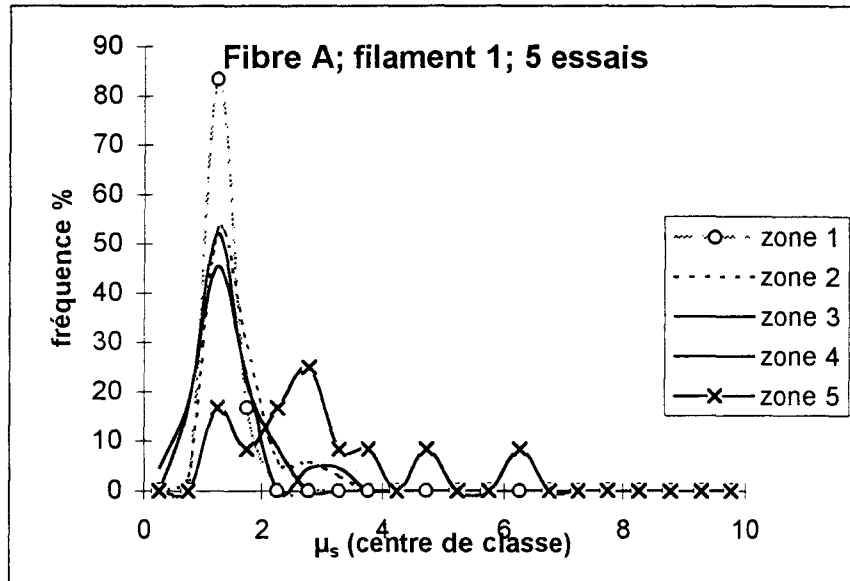


Figure 143 : Courbes de fréquence pour différents essais réalisés sur filament 1 de la fibre A, charge 1 mg, et vitesse 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$

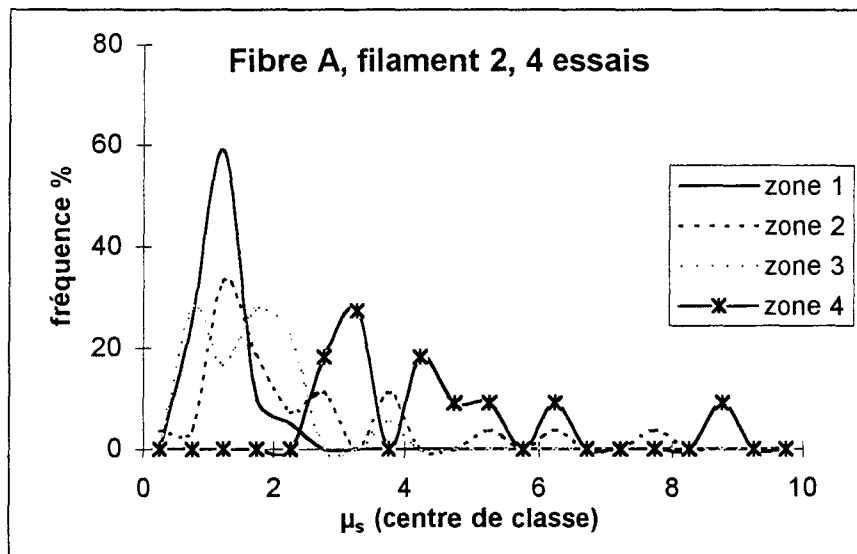


Figure 144 : Courbes de fréquence pour différents essais réalisés sur filament 2 de la fibre A, charge 1 mg, et vitesse 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$

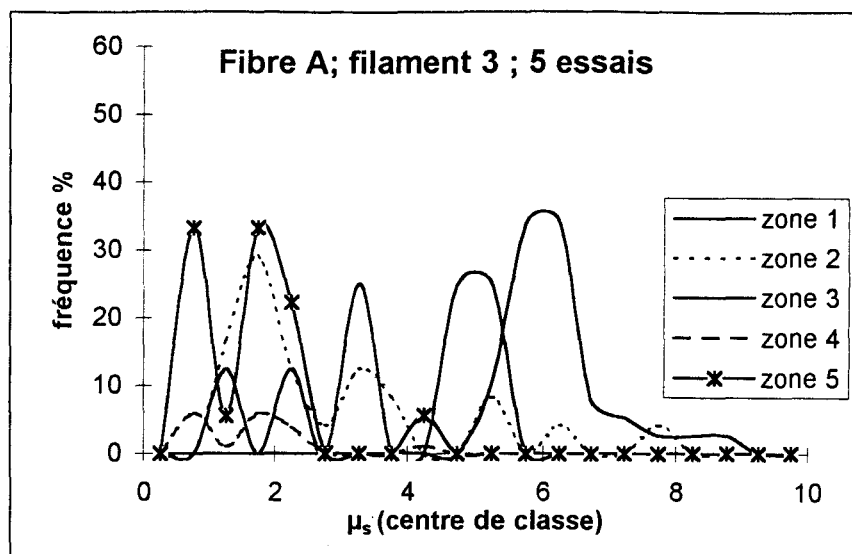


Figure 145 : Courbes de fréquence pour différents essais réalisés sur filament 3 de la fibre A, charge 1 mg, et vitesse 2 $\mu\text{m/sec}$

L'analyse de ces courbes nous révèle que, sur certains filaments, le coefficient statique " μ_s " peut être centré autour d'une valeur moyenne (filament 1 et 2); alors que sur d'autres (ex : filament 3), il est quasiment impossible de distinguer une distribution autour d'une moyenne.

Nous avons ensuite regroupé les coefficients de frottement statique " μ_s " des cinq filaments de la fibre A étudiés dans l'histogramme suivant :

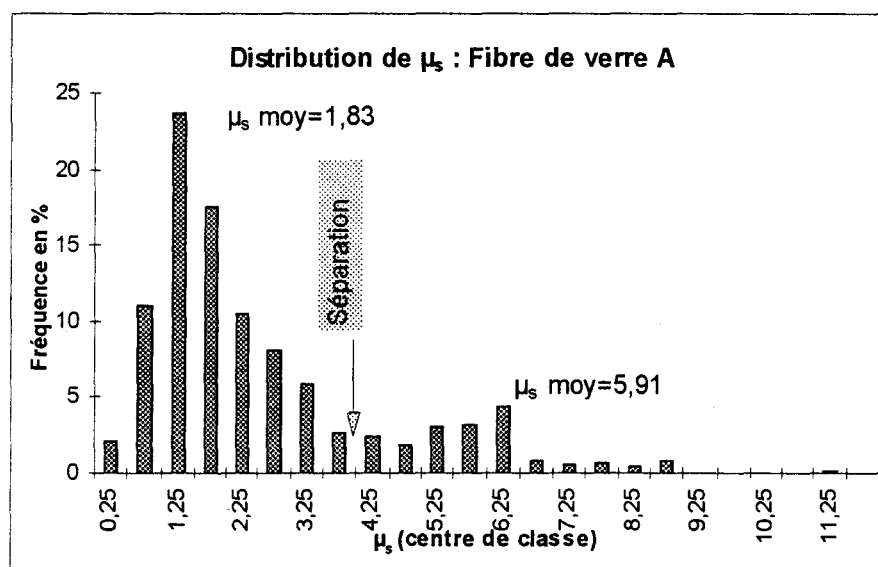


Figure 146 : Distribution du coefficient de frottement statique (μ_s) dans la fibre A, fréquence en % en fonction du centre de classe

En résumé, on peut apercevoir une double distribution (bimodale) asymétrique du coefficient de frottement statique " μ_s ". Nous pouvons séparer la distribution en deux familles, au centre de classe " $\mu_s = 4,25$ ". Nous nommerons les familles issues de cette séparation : "X" et "Y". La famille X a un coefficient de frottement statique moyen d'environ 1,83, et la deuxième distribution appelée famille Y a un coefficient de

frottement moyen situé vers $\mu \sim 5,91$, soit trois fois plus important que celui de la famille "X". Il n'est pas évident de séparer avec précision les 2 familles.

Ces observations sont comparables aux résultats obtenus par AFM, où il y a un rapport 3, entre les deux valeurs de coefficient de frottement décelées.

⇒ Comparaison des résultats de frottement fibre/fibre avec les résultats d'AFM

Les études d'AFM ont dévoilé sur une surface de $3 \mu\text{m}^2$ des régions avec un coefficient de frottement d'environ 0,04 et d'autres avec un coefficient d'environ 0,12.

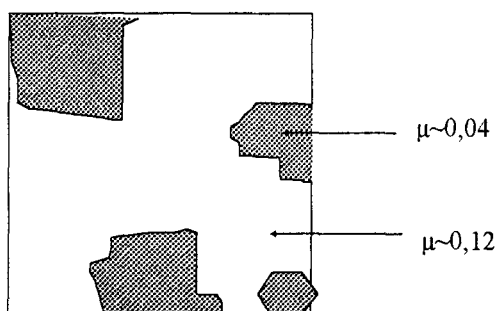


Figure 147 : Surface de $3 \mu\text{m}^2$ étudiée par AFM

La distribution des coefficients de frottement mesurés lors du frottement fibre/fibre est probablement due à la répartition hétérogène des constituants de l'ensimage, de coefficient de frottement variable (décelés par l'AFM : Figure 147). Les valeurs des coefficients de frottement mesurées par l'AFM sont 0,04 et 0,12 respectivement et sont différents des moyennes des coefficients de la famille X et Y révélées pendant le frottement fibre/fibre.

Le mouvement est donc plus facile entre la pointe d'AFM et la surface de la fibre ($\mu < 1$), que celui entre deux fibres ($\mu_s \sim 1-10$). De plus en AFM, nous considérons le coefficient de frottement cinétique alors que dans ce cas c'est la valeur du coefficient de frottement statique qui est évaluée. Nous pouvons aussi attribuer cette disparité des mesures de frottement à une différence d'échelle et à une surface et une nature de contact différentes. En AFM, c'est une pointe d'AFM en Si_3N_4 de rayon de courbure $\sim 30 \text{ nm}$ qui est en contact avec la surface de la fibre ; pendant l'étude de frottement fibre/fibre ce sont les surfaces de fibres ensimées qui sont en contact.

Nous avons en premier temps considéré la surface et les types de contact qui peuvent avoir lieu pendant le frottement fibre-fibre.

⇒ Calcul de l'aire de contact théorique pendant le frottement fibre/fibre

Nous pouvons calculer théoriquement l'aire de contact pendant le frottement, en utilisant les théories de contact mécanique avec adhésion (voir chapitre contact mécanique) :

- Pour le verre :
- * $E=73000\text{ MPa}=7,3.10^{10}\text{ N/m}^2$
 - * $\nu=0,22$
 - * $\kappa=1,95.10^{-11}$
 - * $R=2,75.10^{-6}\text{ m}$
 - * $F_z=m\text{ g} / \sin\theta$

Calcul de rayon de contact en un point (en μm)	Théorie de DMT	Théorie de JKR
a_0 ($\theta=0^\circ$) en μm , pour $F_z=0$ (voir Figure 148a)	0,097	0,720
a ($\theta=2,3^\circ$) en μm (voir Figure 148b)	0,23	0,25

Tableau 11 : Calcul du rayon de contact en un point à une force de contact $F_z=mg/\sin\theta$, les valeurs entre parenthèses correspondent aux numéros d'équations citées précédemment

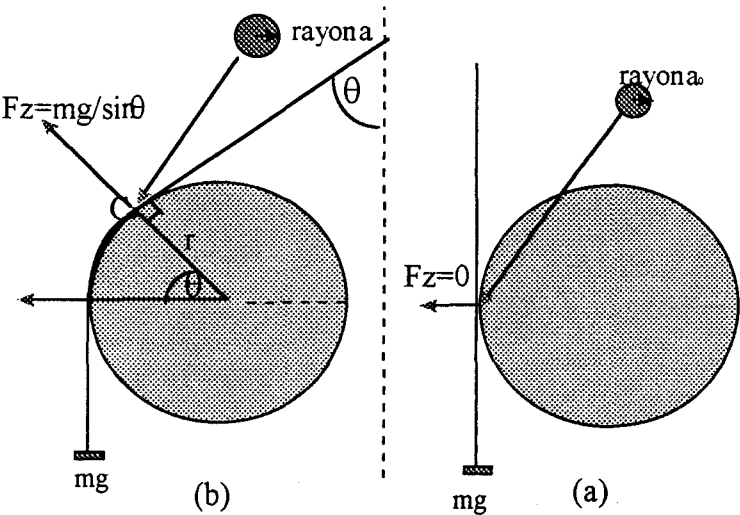


Figure 148 : Configurations des fibres verticale et horizontale : (a) contact en un point, (b) contact sur un angle de θ : position réelle pendant le frottement fibre/fibre.

Les valeurs des rayons de contact données (a_0 et a) dans le Tableau 11, correspondent au rayon de l'aire de contact pour deux cylindres placés orthogonalement (à 90°) avec un seul point de contact circulaire. Cependant le contact fibre/fibre ne se fait pas sur un point uniquement mais sur une longueur d'arc de cercle, équivalente à $2\pi r(\theta/360)$, où $\theta=2,3^\circ$ et le rayon de fibre : $r=7.10^{-6}\text{ m}$ (voir Figure 148b).

Dans notre cas, le matériau est rigide, le rayon de fibre et l'énergie de surface sont faibles, il est donc préférable d'appliquer la théorie de DMT (d'après Pashley).

Ainsi l'aire de contact (A) entre les deux fibres est approximativement une ellipse, et elle est évaluée par la relation : $A = \pi xy$ avec :

$$x \sim a = 0,23 \text{ } \mu\text{m} \text{ et } y = 2\pi r(\theta/360^\circ) = 0,28 \text{ } \mu\text{m},$$

$$\boxed{A = 0,2 \text{ } \mu\text{m}^2}$$

On peut remarquer que la théorie de JKR ne pouvait pas être appliquée, car il serait difficile de concevoir une aire avec $x = 0,7 \text{ } \mu\text{m}$ et $y = 0,28 \text{ } \mu\text{m}$.

⇒ Types de contact possibles pendant le frottement fibre/fibre

L'image d'AFM nous dévoile deux régions de coefficient de frottement différent ($\mu \sim 0,04$ et $\mu \sim 0,12$), chacune d'elle occupant une surface comprise entre $0,1$ et $1 \text{ } \mu\text{m}^2$ environ. Puisque l'aire de contact pendant le frottement fibre/fibre est d'environ $0,2 \text{ } \mu\text{m}^2$, et donc inférieure ou de même ordre que les surfaces évaluées précédemment, nous pouvons supposer que les principaux types de contact ont les configurations suivantes:

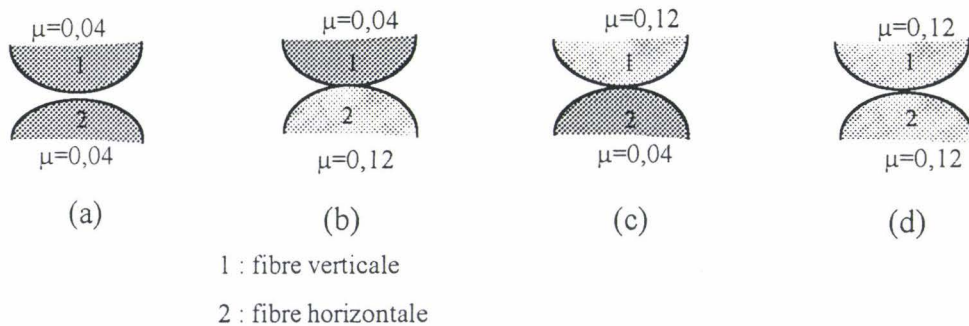


Figure 149 : Modélisation de types de contact ayant lieu pendant le frottement fibre/fibre A (les coefficients de frottement sont ceux évalués par AFM)

Globalement donc, il peut y avoir quatre différents types de contact pendant le frottement fibre/fibre.

Nous pouvons comparer ces configurations aux résultats de Yamaguchi (voir tableau 2) sur la détermination des coefficients de frottement polymère/polymère et polymère acier. En effet, le frottement d'un polymère quelconque contre du PTFE est quasiment le même alors que le frottement d'un polymère contre de l'acier est très variable. En fait c'est le polymère présentant toutes les propriétés conduisant à un faible coefficient de frottement qui impose la valeur du coefficient de frottement relatif (dans la limite de l'étude considérée). Appliqué à notre étude nous pouvons conclure que des différents types de contacts modélisés sur la Figure 149, les contacts a, b et c devraient conduire à un coefficient de frottement relatif plus faible que les contacts de type d. Ceci devrait conduire à une distribution bimodale des coefficients de frottement relatif, ce que nous avons d'ailleurs montré dans les résultats expérimentaux.

⇒ Séparation des familles "X" et "Y", par modélisation suivie d'itération

Nous partons de l'hypothèse suivante :

la moyenne du coefficient statique de la famille 'X' est trois fois moins importante que celle de la famille 'Y', c'est à dire :

$$\text{HYPOTHESE : } \boxed{E(\mu_x) = \frac{1}{3} E(\mu_y)} \quad (84)$$

où

- * μ_x : coefficient de frottement statique de la famille X.
- * μ_y : coefficient de frottement statique de la famille Y.
- * $E(\mu_x)$: la moyenne du coefficient de frottement statique de la famille X
- * $E(\mu_y)$: la moyenne du coefficient de frottement statique de la famille Y:

De plus, pour une surface chimiquement hétérogène, le coefficient de frottement statique " μ_s " peut s'écrire :

$$\boxed{\mu_s = a \cdot \mu_x + (1-a)\mu_y} \quad (85)$$

- * μ_s : coefficient de frottement statique fibre/fibre mesurée.
- * "a" : la proportion de matière ayant un coefficient μ_x .

En calculant l'espérance mathématique ou la moyenne de μ_s (l'équation 85), nous pouvons donc écrire que :

$$E(\mu_s) = E(a \cdot \mu_x + (1-a)\mu_y)$$

et

$$E(\mu_s) = a \cdot E(\mu_x) + 3E(\mu_x) - 3 \cdot aE(\mu_x) \quad \text{car } E(\mu_x) = \frac{1}{3} \cdot E(\mu_y)$$

$$\text{soit: } \boxed{(3 - 2 \cdot a)E(\mu_x) = E(\mu_s)} \quad (86)$$

L'objectif est de déterminer "a" et $E(\mu_x)$, et par la suite $E(\mu_y)$.

- * $E(\mu_s)$ est la moyenne générale de toute la population,
- * "a" est la proportion de la population ayant le coefficient de frottement plus faible (μ_x).

Nous ne pouvons pas résoudre l'équation (86) par une simple équation mathématique, car " $E(\mu_x)$ " est une fonction de "a" : $E(\mu_x) = f(a)$. Nous allons donc

opter pour une méthode d'itération des données statistiques afin de résoudre cette équation.

En séparant le coefficient de frottement statique en plusieurs classes, nous pouvons calculer " $E(\mu_s)$ " qui correspond à la moyenne du coefficient de frottement statique pour 100% de population considérée :

$$E(\mu_s) = \frac{\sum_{i=1}^n f_i \cdot x_i}{\sum_{i=1}^n f_i} \quad (87)$$

- * $i = 1-40$; la classe de coefficient de frottement statique.
- * n = nombre de classes totale de coefficient de frottement statique.
- * f_i = la fréquence en % de la classe " i ".
- * x_i = le centre de la classe " i ".

Par itérations successives de la valeur de " i ", nous pouvons déterminer la moyenne des coefficients de frottement statique de la famille "X" : $E(\mu_x)$, en recherchant d'abord la classe "s" : où la séparation des deux familles a lieu, et qui correspond à " $a\%$ " de la population (Figure 150) : tel que la relation (86) $((3 - 2.a)E(\mu_x) = E(\mu_s))$ soit satisfaite.

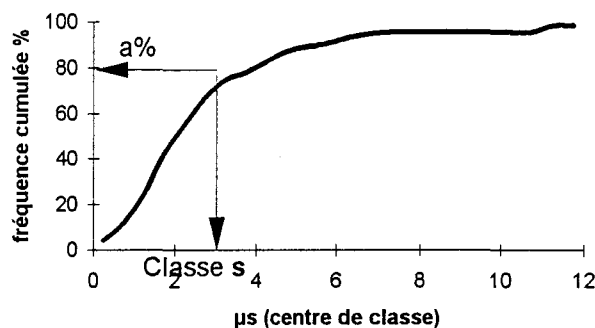


Figure 150

La moyenne des coefficients statiques de la famille "X" : " $E(\mu_x)$ " ainsi que sa proportion " a ", est alors donnée par la relation :

$$E(\mu_x) = \frac{\sum_{i=1}^s f_i \cdot x_i}{\sum_{i=1}^s f_i} \quad \text{où} \quad \sum_{i=1}^s f = 100.a$$

(88)

- * s = la classe pour laquelle l'équation (86) est satisfaite(voir Figure 150).
- * f_i = la fréquence en % de la classe "i".
- * x_i= le centre de la classe "i"

Nous montrons ci-dessous un exemple typique de recherche de la classe "s", de la proportion "a" et de la moyenne E(μ_x).

Centre de classe (xi)	Fréquence %	f _i .x _i	Σf _i	Σ f _i .x _i	Σ f _i .x _i /Σ f _i	a%	(3-2a). Σ f _i .x _i /Σ f _i
0,125	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
0,375	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
0,625	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
0,875	5,218	4,566	5,218	4,566	0,875	0,052	2,534
1,125	0,412	0,464	5,630	5,030	0,893	0,056	2,579
1,375	4,009	5,513	9,640	10,542	1,094	0,096	3,070
1,625	7,628	12,395	17,267	22,938	1,328	0,173	3,526
1,875	8,303	15,568	25,570	38,506	1,506	0,256	3,748
2,125	7,550	16,043	33,120	54,549	1,647	0,331	3,850
2,375	4,429	10,518	37,549	65,067	1,733	0,375	3,897
2,625	0,000	0,000	37,549	65,067	1,733	0,375	3,897
2,875	0,754	2,166	38,302	67,234	1,755	0,383	3,921
3,125	5,367	16,772	43,670	84,006	1,924	0,437	4,091
3,375	0,000	0,000	43,670	84,006	1,924	0,437	4,091
3,625	2,190	7,937	45,859	91,943	2,005	0,459	4,176
3,875	2,047	7,933	47,906	99,876	2,085	0,479	4,257
4,125	2,381	9,824	50,288	109,700	2,181	0,503	4,350
4,375	0,000	0,000	50,288	109,700	2,181	0,503	4,350
4,625	3,078	14,236	53,366	123,936	2,322	0,534	4,488
4,875	3,021	14,729	56,387	138,665	2,459	0,564	4,604
5,125	6,917	35,449	63,304	174,114	2,750	0,633	4,769
5,375	6,398	34,389	69,702	208,503	2,991	0,697	4,804
5,625	0,704	3,959	70,406	212,462	3,018	0,704	4,804
5,875	4,870	28,609	75,275	241,070	3,203	0,753	4,786
6,125	7,869	48,201	83,145	289,271	3,479	0,831	4,652
6,375	4,777	30,454	87,922	319,725	3,636	0,879	4,515
6,625	1,969	13,046	89,891	332,771	3,702	0,899	4,450
6,875	0,000	0,000	89,891	332,771	3,702	0,899	4,450
7,125	1,088	7,750	90,979	340,520	3,743	0,910	4,418
7,375	1,464	10,800	92,443	351,320	3,800	0,924	4,375
7,625	1,656	12,630	94,100	363,950	3,868	0,941	4,324
7,875	0,000	0,000	94,100	363,950	3,868	0,941	4,324
8,125	3,192	25,934	97,292	389,884	4,007	0,973	4,224
8,375	0,000	0,000	97,292	389,884	4,007	0,973	4,224
8,625	0,000	0,000	97,292	389,884	4,007	0,973	4,224
8,875	0,000	0,000	97,292	389,884	4,007	0,973	4,224
9,125	0,000	0,000	97,292	389,884	4,007	0,973	4,224
9,375	2,708	25,392	100,000	415,276	4,153	1,000	4,153
9,625	0,000	0,000	100,000	415,276	4,153	1,000	4,153
9,875	0,000	0,000	100,000	415,276	4,153	1,000	4,153

→ Centre de Classe "s"

→ E(μ_x)

(3-2a)E(μ_x)=E(μ_s)

→ a%

→ E(μ_s)

Tableau 12 : Exemple typique de recherche des paramètres statistiques des familles X et Y

Dans cet exemple:

$E(\mu_s) = 4,153$

et la classe "s" pour laquelle l'équation $E(\mu_x)(3-2a) = E(\mu_s)$ est satisfaite, a pour centre de classe :

$$\mu_s = 3,625$$

Pour affiner le résultat, on peut faire une itération de la fréquence de cette classe, jusqu'à ce :

$$(3-2a)E(\mu_x)=4,153$$

Nous trouvons la moyenne de la famille "X" : $E(\mu_x) \sim 2,005$, et l'effectif ou la proportion de la famille "X" : $a \sim 46\%$.

Nous pouvons aussi calculer $E(\mu_y)$, en considérant les classes de " μ_s " pour lesquelles les centres de classe sont supérieures à 3,625. On obtient $E(\mu_y) \sim 5,97$.

Le Tableau 13 résume les résultats sur cinq filaments différents de la fibre A , après l'application de cette méthode d'itération.

Filament	$E(\mu_x)$	$\sigma(\mu_x)$	$E(\mu_y)$	$\sigma(\mu_y)$	$E(\mu_s)$	$\sigma(\mu_s)$	a%
1	-	-	-	-	2,04	1,15	
2	-	-	-	-	2,23	1,31	
3	1,98	0,69	5,94	2,24	4,15	2,25	0,46
4	2,36	1,11	7,38	2,14	3,02	2,09	0,86
5	-	-	-	-	2,44	1,64	

Tableau 13 : Coefficients de frottement moyens des familles X et Y pour cinq filaments étudiés

Nous remarquons que la séparation de la famille "X" et "Y" n'est réalisable que dans les cas des filaments 3 et 4. Les valeurs moyennes de coefficient de frottement de la famille "X" : $E(\mu_x)$ des filaments 3 et 4 sont proches des valeurs $E(\mu_s)$ des filaments 1, 2 et 5. Ceci implique que dans ces 3 filaments, la fréquence des coefficients de frottement appartenant à la famille Y est si faible qu'il est difficile d'effectuer la procédure d'itération.

L'histogramme suivant (Figure 151) donne un aperçu global (des 5 filaments de la fibre A étudiés) des distributions du coefficient de frottement statique des deux familles d'après cette méthode d'itération :

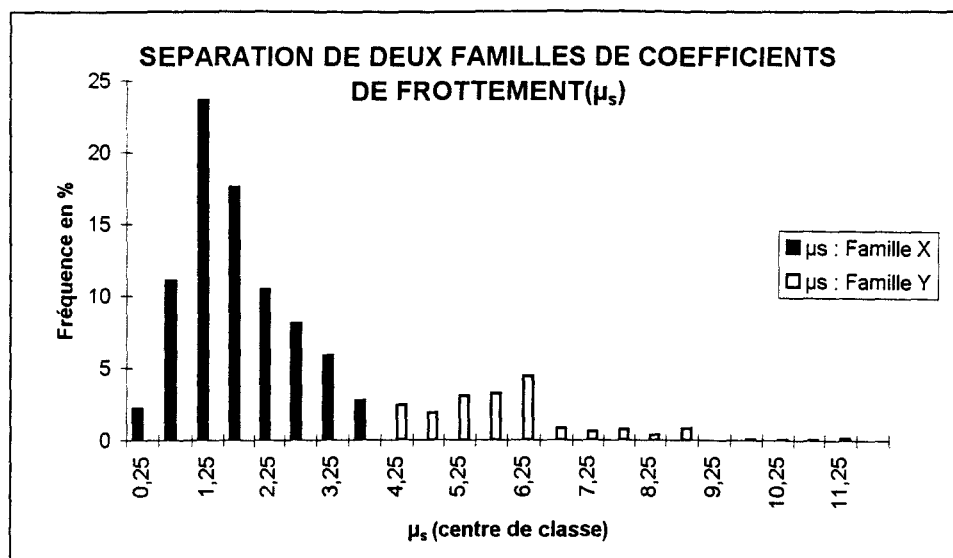


Figure 151 : Distribution bimodale des valeurs de μ_s

Sur les cinq filaments considérés, la fréquence de la famille "X" ($a = 80\%$) est beaucoup plus élevée que celle de la famille "Y". Par comparaison, la cartographie de la figure d'AFM, nous permet de déterminer une valeur de "a" de l'ordre de 30%.

La valeur plus élevée de "a" évaluée pendant le frottement fibre/fibre suppose que ce sont les régions de plus faible coefficient de frottement qui ont été majoritairement en contact. En effet, les régions de coefficient de frottement faible (μ_x) sont sur les bosses comme nous le montrent les images d'AFM, et il y a une plus grande probabilité d'avoir des contacts bosse/bosse que des contacts avec les creux où se trouve le constituant ayant un coefficient de frottement plus élevé.

III.2.1.1.2. Etude des amplitudes et durée des phases "stick" (adhésion)

⇒ L'objectif

La phase stick représente la phase d'adhésion des deux filaments (horizontal et vertical) en contact. Etudier le profil de cette phase : durée et amplitude, peut nous donner des renseignements sur cette adhésion interfilamentaire. Une amplitude très grande de la phase stick impliquerait une forte adhésion, mais la durée de cette phase est-elle liée à l'adhésion ?

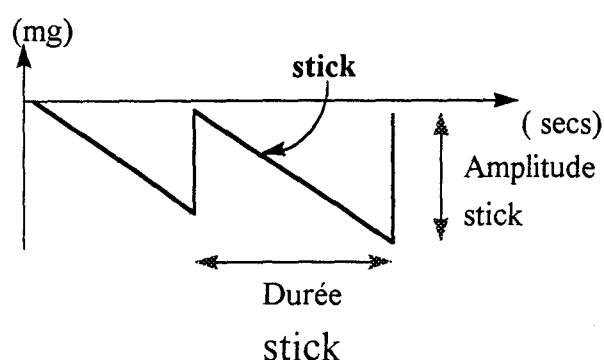


Figure 152 : Courbe de "stick-slip", la phase stick est caractérisée par une amplitude et une durée

Les profils des courbes de frottement illustrés dans les Figures 140 à 142, montrent que les amplitudes et la durée des phases stick sont très variables le long d'un segment étudié et d'un filament à un autre.

➤ Etude des amplitudes des phases stick

Les amplitudes de stick ($F_s - F_k$) : différence entre la force de frottement statique et dynamique) varient au long de chaque filament. Une représentation statistique présentée par la Figure 153, montre une distribution avec une valeur modale d'environ 0,05 mg.

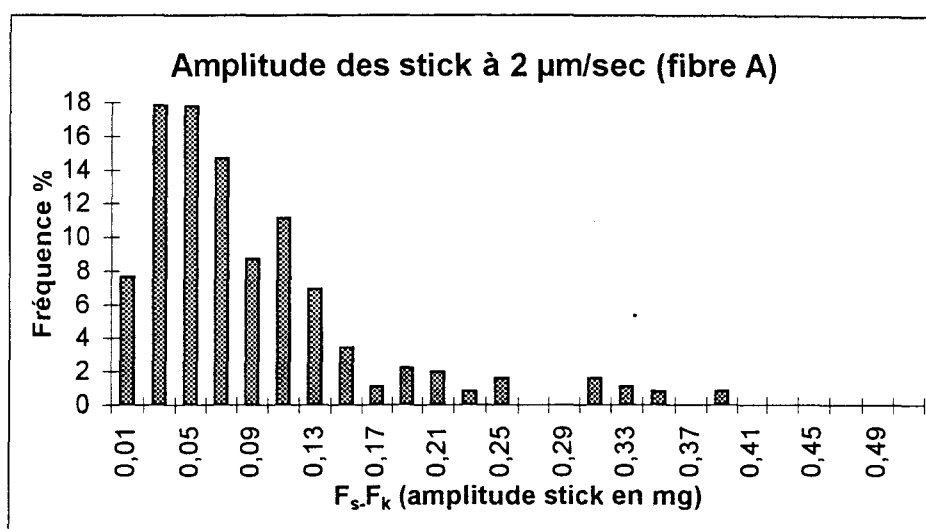


Figure 153 : Distribution des amplitudes ($F_s - F_k$) des phases stick (en mg) de la fibre A, charge 1 mg ; vitesse 2 µm/sec

Cette variation de l'amplitude serait liée à une variation d'adhésion due à des hétérogénéités physiques et chimiques.

➤ Relation entre les amplitudes et durées des phases stick

Dès lors, nous avons voulu chercher la relation entre la durée et l'amplitude des phases stick. Nous avons donc tracé l'amplitude de chaque stick en fonction de sa durée (Figure 154).

On observe que la pente des phases stick en mg/sec = amplitude stick (en mg) / durée de stick (en sec) est quasiment constante, et qu'elle vaut 0,0013 mg/sec quelque soit le filament étudié.

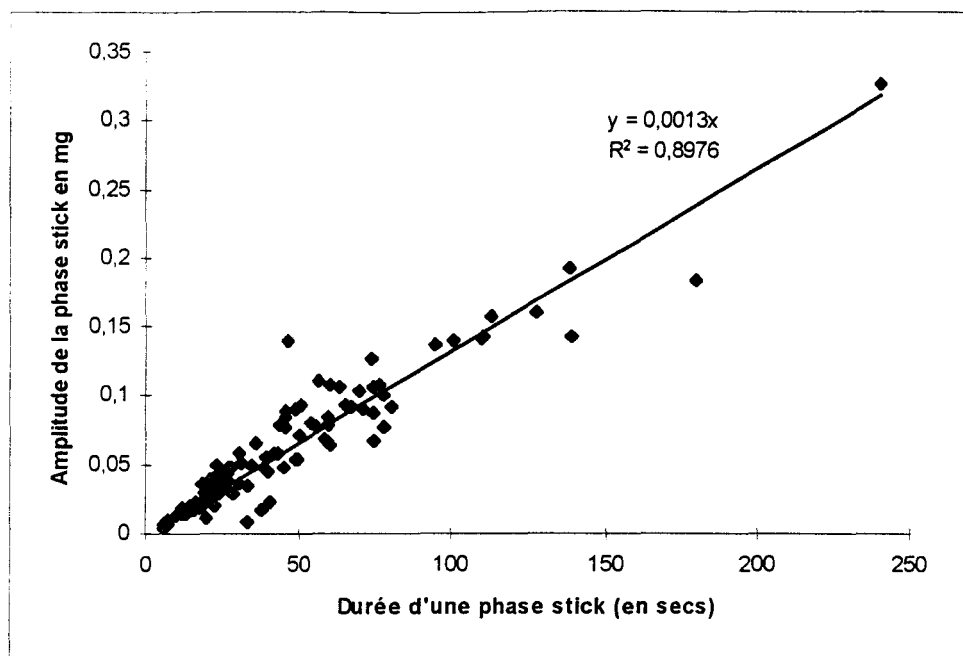


Figure 154 : Amplitudes des phases stick en fonction de leur durée à une charge de 1 mg et à une vitesse de 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$

Conclusion : On peut donc conclure qu'à une vitesse constante, les durées des phases stick ou plus précisément le nombre de stick par millimètre est uniquement dépendant de l'amplitude. Plus l'amplitude est grande, plus la durée de la phase stick est prolongée.

III.2.1.2. INFLUENCE DE LA VITESSE

Nous allons considérer 2 courbes caractéristiques de frottement à différentes vitesses (2 et 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$) ; la charge appliquée est de 1 mg et l'humidité relative est de 45 %.

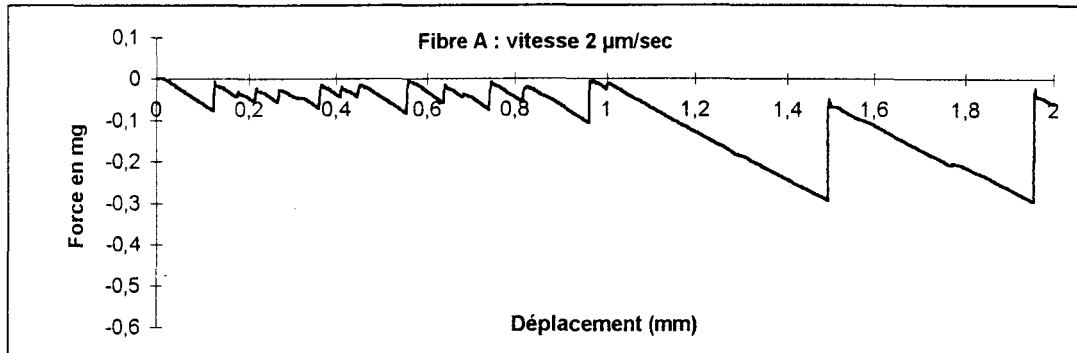


Figure 155 : Courbe de frottement fibre/fibre de verre A, à 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$ et une charge de 1 mg

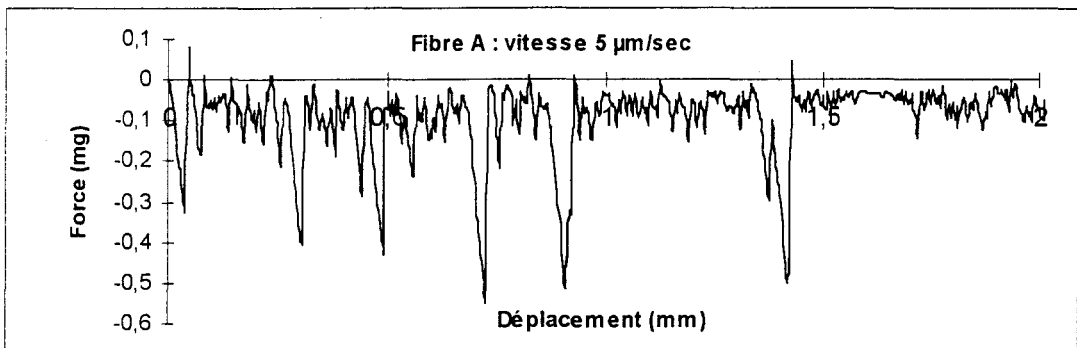


Figure 156 : Courbe de frottement fibre/fibre de verre A, à 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$ et une charge de 1 mg

Sans aucun calcul numérique, et par simple observation des courbes, nous remarquons que la fréquence des stick-slip croît en augmentant la vitesse de 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$ à 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$; plus particulièrement, c'est la pente de la phase stick qui augmente avec l'accroissement de la vitesse.

Dès lors nous allons considérer les résultats obtenus à 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$ et à 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$ sur plusieurs filaments.

III.2.1.2.1. Le coefficient de frottement statique

La figure qui suit montre la variation de coefficient de frottement à différentes vitesses : 2 et 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$.

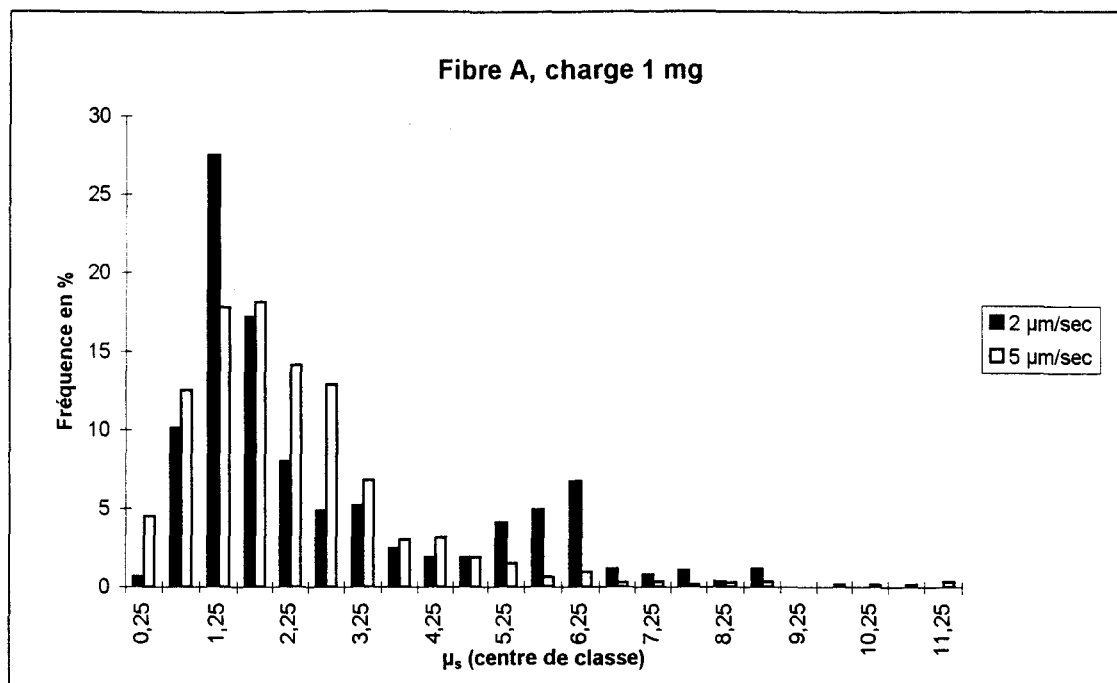


Figure 157 : Histogramme illustrant les variations du coefficient de frottement statique (μ_s) sur plusieurs filaments à différentes vitesses.

L'histogramme de la Figure 157 illustre la variation du coefficient de frottement sur plusieurs filaments à différentes vitesses. Elles montrent également que le pourcentage de la famille "Y" est légèrement plus élevé à la vitesse de 2 $\mu\text{m/sec}$.

Une explication possible est qu'à une vitesse plus faible il y aurait plus de probabilité que les régions de coefficient de frottement plus élevé, situées hors des bosses, soient en contact.

III.2.1.2.2. Le coefficient de frottement dynamique (μ_k)

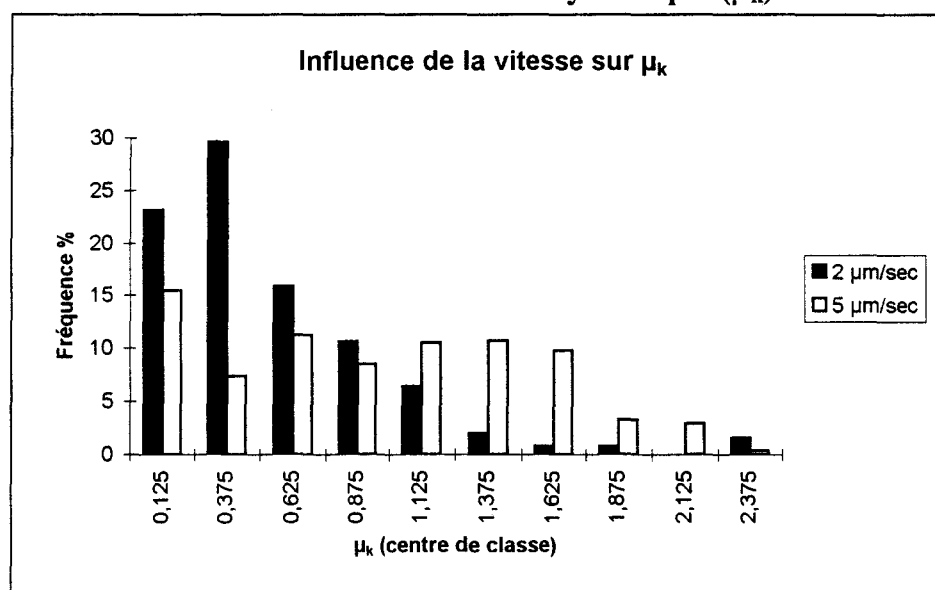


Figure 158 : Histogramme illustrant les variations du coefficient de frottement dynamique (μ_k) sur plusieurs filaments à différentes vitesses.

Nous avons remarqué que les domaines de " μ_k " comprennent des valeurs négatives. Ces valeurs négatives peuvent être attribuées au "rebondissement" de la fibre verticale juste au moment de la phase slip, après la rupture de l'adhésion interfilaire. L'histogramme de la Figure 158 ne prend en compte que les valeurs positives de " μ_k ".

Vitesse	Moyenne (μ_k)	Ecart type (μ_k)
2 $\mu\text{m/sec}$	0,55	0,44
5 $\mu\text{m/sec}$	0,93	0,60

Tableau 14

Le coefficient " μ_k " augmente légèrement avec la vitesse, mais il reste faible.

III.2.1.2.3. Amplitudes et durées des phases stick à différentes vitesses

La Figure 159 ci-dessous, la distribution des valeurs des amplitudes des phases stick.

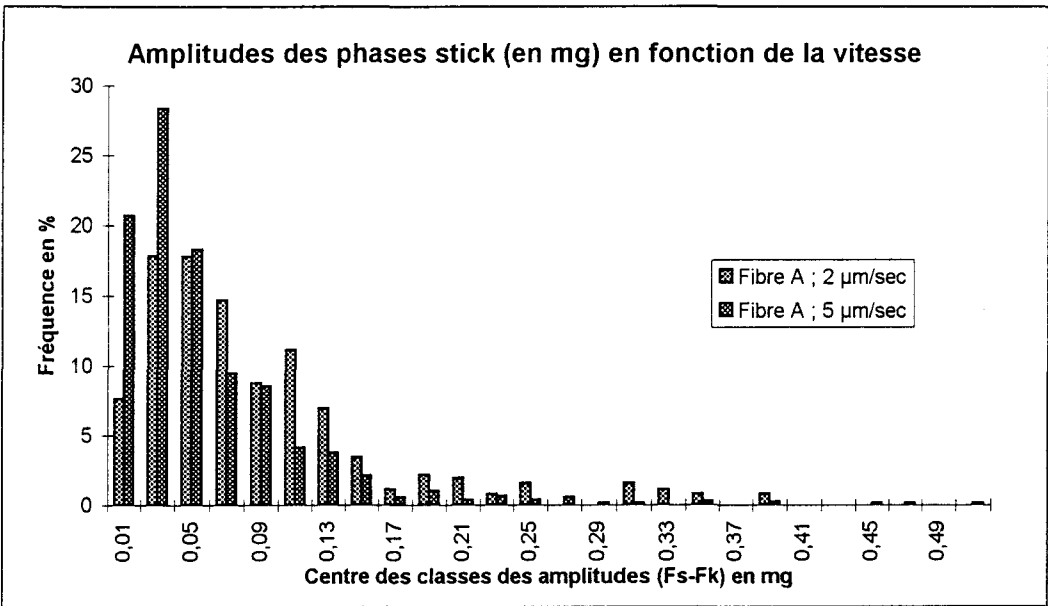


Figure 159 : Distribution des amplitudes de stick en fonction de la vitesse

Cette figure nous montre que quelle que soit la vitesse de frottement, l'étendue des valeurs des amplitudes de stick est quasiment la même : de 0 à 0,5 mg. Cependant nous pouvons remarquer que la fréquence des petites amplitudes (0-0,1 mg) est très élevée.

La grande différence entre les courbes de frottement fibre/fibre à des vitesses variables est la pente de la phase stick comme nous le montrent les Figures 154 et 160, et celle-ci est plus grande à une vitesse plus élevée (5 $\mu\text{m/sec}$).

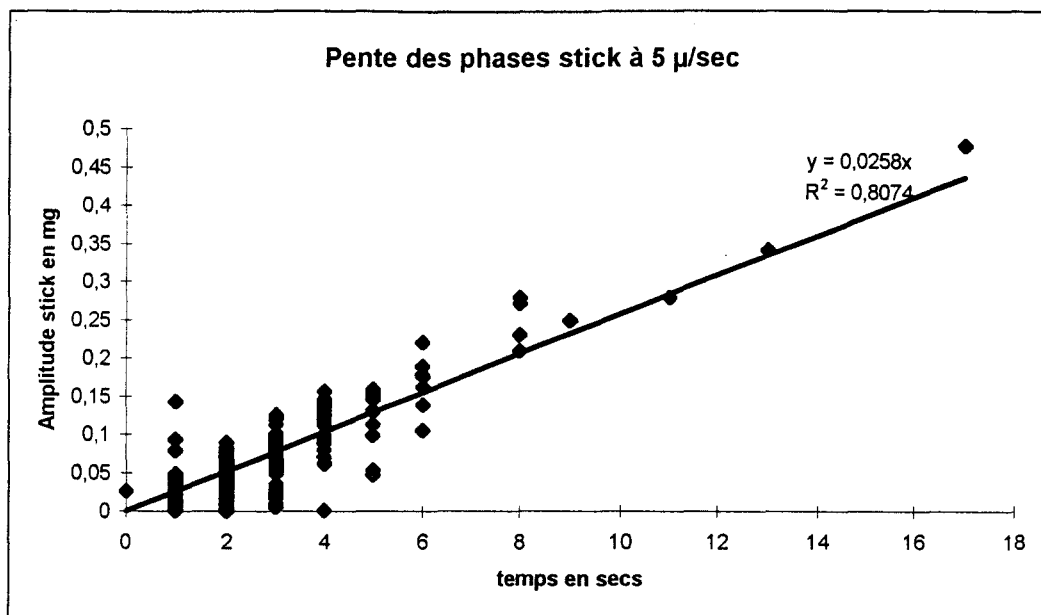


Figure 160 : Amplitudes des phases stick en fonction de leur durée à une charge de 1 mg et à une vitesse de 5 µm/sec

Nous pouvons aussi remarquer qu'à une vitesse de 5 µm/sec et à des amplitudes faibles, la dispersion des valeurs de la pente est grande alors qu'à 2 µm/sec (Figure 154) ce phénomène est moins perceptible. Celle-ci pourrait être due à une plus grande instabilité des mesures à vitesse élevée et en particulier pour des faibles amplitudes.

➤ les durées des phases stick à différentes vitesses

A une valeur d'amplitude identique, la durée de la phase stick est plus grande, à une vitesse plus faible. Ceci est expliqué par la valeur de la pente de la phase stick, qui diminue quand la vitesse décroît. Par conséquent, le nombre de stick-slip/mm est plus élevé à 5 µm/sec qu'à 2 µm/sec. Approximativement, pour des amplitudes comprises entre 0 à 0,15 mg et celles supérieures à 0,15 mg, nous pouvons déterminer le nombre de stick-slip/mm moyen.

Valeurs d'amplitudes	Nombre de stick-slip moyen /mm à 2 µm/sec	Nombre de stick-slip moyen/mm à 5 µm/sec
0-0,15 mg	25	100
>0,15 mg	5,5	11

Tableau 15 : Nombre de stick-slip moyen à différentes vitesses

➤ Pentes de phases stick en fonction du déplacement de la fibre horizontale

Le Tableau 16 reporte les valeurs des pentes des phases stick en mg/sec et en mg/mm. A une vitesse constante le déplacement de la fibre horizontale est proportionnel au temps. Nous pouvons donc exprimer la pente de la phase stick en mg/mm en divisant la pente en mg/sec par la vitesse de montée de la fibre horizontale,

de sorte à exprimer la pente de stick qu'en fonction du déplacement de la fibre horizontale.

Le coefficient directeur de la pente des phases stick est d'environ $0,00065 \text{ mg}/\mu\text{m}$ à $2 \mu\text{m}/\text{sec}$, et d'environ $0,004\text{-}0,006 \text{ mg}/\mu\text{m}$ à une vitesse de $5 \mu\text{m}/\text{sec}$, soit dix fois plus important. Cela signifie que la pente de la phase stick est fonction de la vitesse de montée du plateau.

Vitesse	Pente de la phase stick en mg/sec	Pente de la phase stick en $\text{mg}/\mu\text{m}$ de déplacement de la fibre horizontale
$2 \mu\text{m}/\text{sec}$	0,0013	0,00065
$5 \mu\text{m}/\text{sec}$	0,02-0,03	0,004-0,006

Tableau 16 : Pentes des phases stick à différentes vitesses exprimées en mg/sec et en $\text{mg}/\mu\text{m}$

Nous pouvons schématiser les phénomènes physiques qui ont lieu pendant le frottement fibre/fibre au début, pendant et à la fin de la phase stick, par la figure suivante.

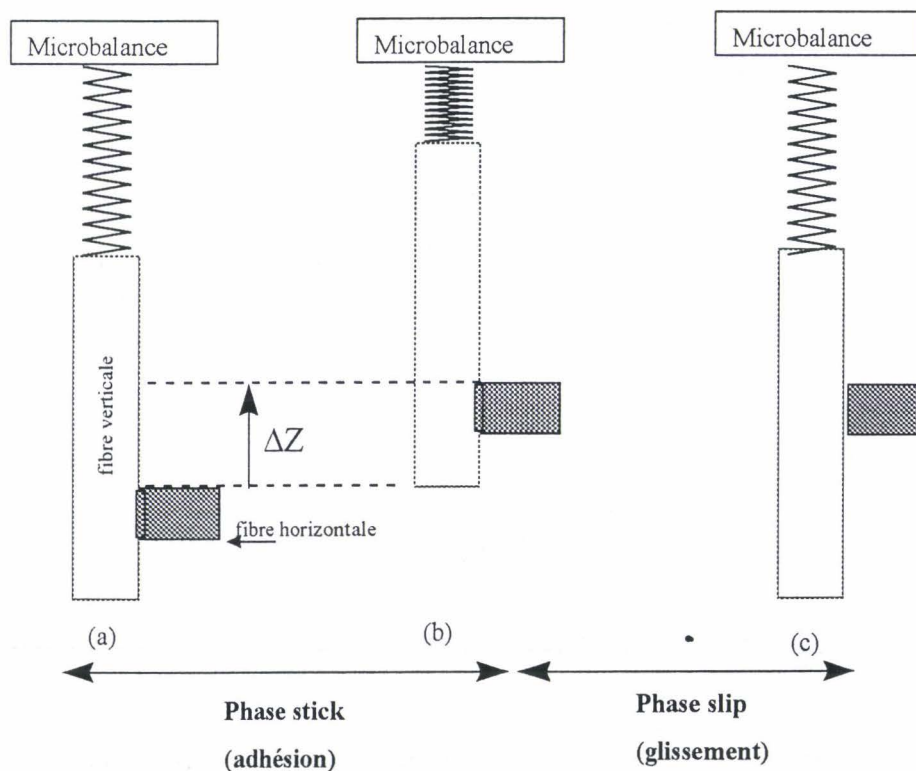


Figure 161 : Illustration schématisée des positions des fibres et du ressort de la microbalance pendant le frottement fibre/fibre ; au début (a), pendant (b), et à la fin de la phase stick (c).

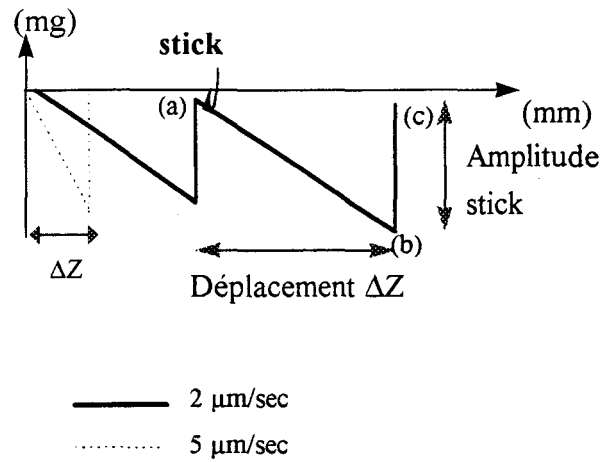


Figure 162 : Allures des courbes de stick-slip à différentes vitesses - les amplitudes ne varient pas avec la vitesse, mais ΔZ dépend de la pente de la phase stick, qui elle-même varie avec la vitesse.

La Figure 161 illustre les différents cas de figures des positions des fibres horizontale et verticale pendant le frottement fibre/fibre. Au début de la phase stick les fibres sont en contact et elles sont en adhésion. La force enregistrée est remise à zéro (Figure 161a).

Pendant la montée de la fibre horizontale, celle-ci emporte avec elle la fibre verticale qui reste collée pendant toute la durée de la phase d'adhésion (Figure 161b). Ceci comprime le ressort relié à la balance de telle sorte qu'on enregistre une force négative. La force "F" enregistrée est proportionnelle à la montée de la fibre horizontale :

$$F = k \cdot Z$$

- * "k" = raideur du ressort, et
- * "Z" le déplacement en hauteur de la fibre horizontale.

La "compression" du ressort dépend donc du déplacement de la fibre horizontale.

Puis après un déplacement ΔZ (Figure 162), l'adhésion est brusquement rompue et le ressort revient à sa position initiale (Figure 161 c); la force enregistrée est théoriquement zéro.

Les résultats de frottement fibre/fibre montrent que la force enregistrée par unité de déplacement de la fibre horizontale (c'est à dire la pente de la phase stick en $\text{mg}/\mu\text{m}$) n'est pas la même quand la vitesse varie.

Quelle que soit la vitesse, expérimentalement, l'amplitude moyenne des phases stick est la même et elle correspond à une force enregistrée "F". Théoriquement, on devrait avoir pour les deux vitesses étudiées, un déplacement (ΔZ) moyen identique entre le début et la fin de la phase stick, c'est à dire une pente identique, conformément à la relation $F = k \cdot Z$, car k = la raideur du ressort est *constante*.

Pratiquement, lorsque l'on augmente la vitesse (à 5 µm/sec), la pente de la phase stick est plus grande.

Nous pouvons déterminer la travail "W" de d'adhésion ou de décohésion pendant le frottement fibre/fibre.

L'expression du travail est donnée par :

$$dW = FdL$$

- * W = travail d'adhésion
- * F = L'amplitude de la phase stick (mg)
- * L = ΔZ = déplacement de la fibre horizontale pendant la phase stick (µm).

Comme "F" est fonction de L

$$dW = F(L).dL \text{ avec } F(L) = \alpha.L \text{ (} \alpha \text{ est la pente de la phase stick en mg/}\mu\text{m)}$$

d'où $dW = \alpha.L dL$

Le travail d'adhésion :
$$W = \int_0^L \alpha.L dL = \frac{1}{2}.\alpha.L^2 \quad (89)$$

Cependant pour "n" stick-slip considéré la valeur moyenne du travail d'adhésion " $\bar{W}$ " est donnée par la relation :

$$\bar{W} = \frac{\sum_{i=1}^n W_i}{n} = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n \alpha.L^2 \quad (90)$$

Le tableau suivant donne les valeurs du travail d'adhésion à différentes vitesses pour les valeurs de " α " (pentes) données dans le Tableau 16 et illustrées par les Figures 154 et 160.

Vitesses	Pentes (α) des phases stick en mg/µm	Travail d'adhésion moyen en µg.µm
2 µm/sec	0,00065	650
5 µm/sec	0,005	900

Tableau 17 : Travail d'adhésion moyen à différentes vitesses

Le travail d'adhésion est sensiblement différent dans les deux cas, mais il est néanmoins du même ordre.

CONCLUSION : Nous pouvons conclure qu'en augmentant la vitesse, la pente des phases stick augmente, cependant leurs amplitudes moyennes et le travail d'adhésion moyen restent quasiment constants.

III.2.1.3. INFLUENCE DE LA CHARGE SUR LE FROTTEMENT DE LA FIBRE A

Pour mieux comprendre le phénomène de stick-slip pendant le frottement fibre/fibre, et aussi pour déterminer les indices "a" et "n" de la relation $\mu=aN^n$, nous avons effectué des mesures de frottement à des charges variables entre 1 à 10 mg, avec une vitesse constante à 5 $\mu\text{m/sec}$ et une humidité relative de 45%.

Pour chaque charge, nous nous sommes assurés que le nombre de mesures effectué était suffisant. Ainsi, pour un seuil de confiance de 95 %, nous présentons dans le Tableau 18 ci-dessous, le pourcentage de précision qui est de l'ordre de 5-7%, pour les essais réalisés.

charge (mg)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
μ_s moyen= $E(\mu_s)$	2,72	1,43	0,99	0,68	0,69	0,61	0,62	0,60	0,47	0,52
σ (μ_s)	1,90	1,11	0,45	0,41	0,44	0,36	0,33	0,39	0,28	0,32
Nombre de mesures réalisés (n)	744	496	531	528	447	532	450	524	427	311
$\sigma/E(\mu_s).100=$ C.V%	70	78	45	61	63	60	54	65	60	60
Précision = $P\%=t.CV\%/\sqrt{n}$	5	6,86	3,8	5,2	5,84	5,09	5	5,6	5,7	6,6

Tableau 18 : Influence de la charge sur le coefficient de frottement statique

La précision des essais effectués "P" est telle que :

$$P = \left(\frac{t. \sigma(\mu_s).100}{\sqrt{n}. E(\mu_s)} \right)$$

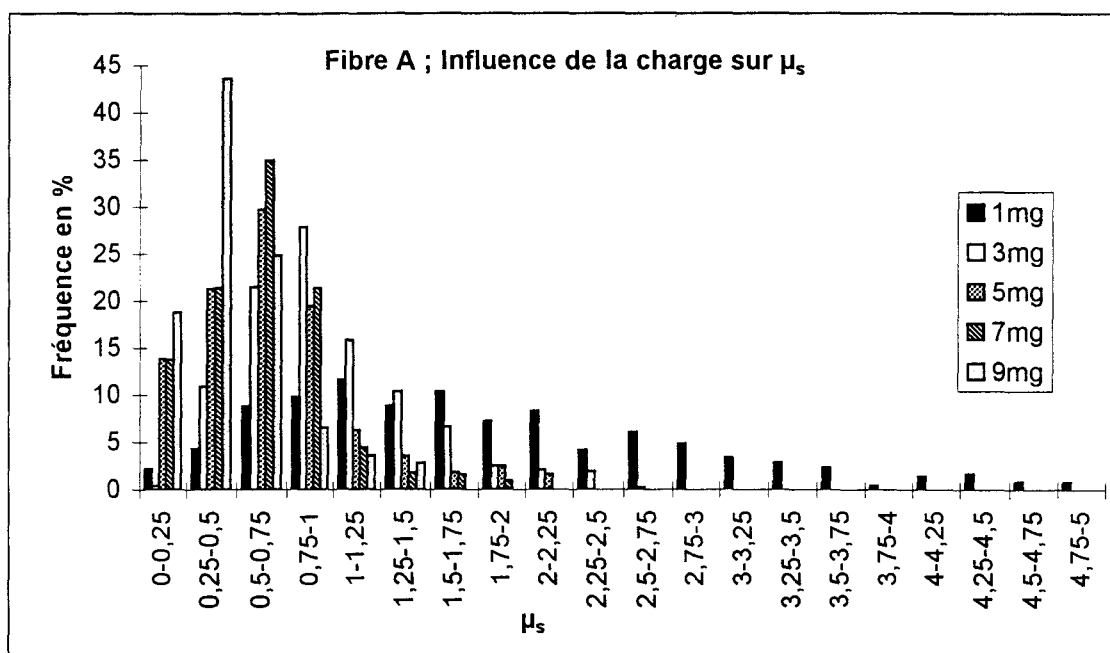
t = coefficient de Fischer = 1,96, car le nombre d'essais $n > 120$,
et le seuil de confiance est 95%

Le coefficient de variation est : $CV\% = \left(\frac{\sigma(\mu_s).100}{E(\mu_s)} \right)$

Nous pouvons écrire que la précision P est telle que :

$$P = \frac{t.CV\%}{\sqrt{n}}$$

III.2.1.3.1. Influence de la charge sur le coefficient de frottement statique

Figure 163 : Histogramme de fréquence du coefficient de frottement statique (μ_s) à différentes charges

D'une manière générale, la moyenne du coefficient de frottement statique tend à diminuer avec une augmentation de la charge (Figure 163 et Tableau 18). De plus, l'écart type des coefficients de frottement augmente avec une diminution de la charge. Ainsi, pour une charge appliquée de 1 mg, les valeurs de " μ_s " sont étendues sur un domaine de 1 à 10 et à 9 mg elles ne s'étendent que sur 0 à 1,5. Néanmoins, nous ne pouvons pas attribuer cet écart type à une hétérogénéité des mesures qui serait en fonction de la charge appliquée.

En effet le coefficient de variation (CV%), donné par la relation ci dessous, ne varie pas beaucoup avec la charge appliquée (voir Tableau 18).

$$CV\% = \frac{\sigma(\mu_s)}{E(\mu_s)} \cdot 100 \quad (91)$$

Le paramètre mesuré pendant les expériences est la force de frottement statique = " F_s ". Cette dernière augmente légèrement avec la charge appliquée et est liée au coefficient " μ_s " par la relation suivante :

$$\mu_s = \frac{1}{\theta} \cdot \ln\left(1 + \frac{F_s}{N}\right) \quad (92)$$

D'après cette relation, si la charge " N " augmente et que l'accroissement de la valeur F_s est faible, alors le coefficient de frottement " μ_s " tend à diminuer, et par conséquent la moyenne ainsi que l'écart type de " μ_s " diminuent.

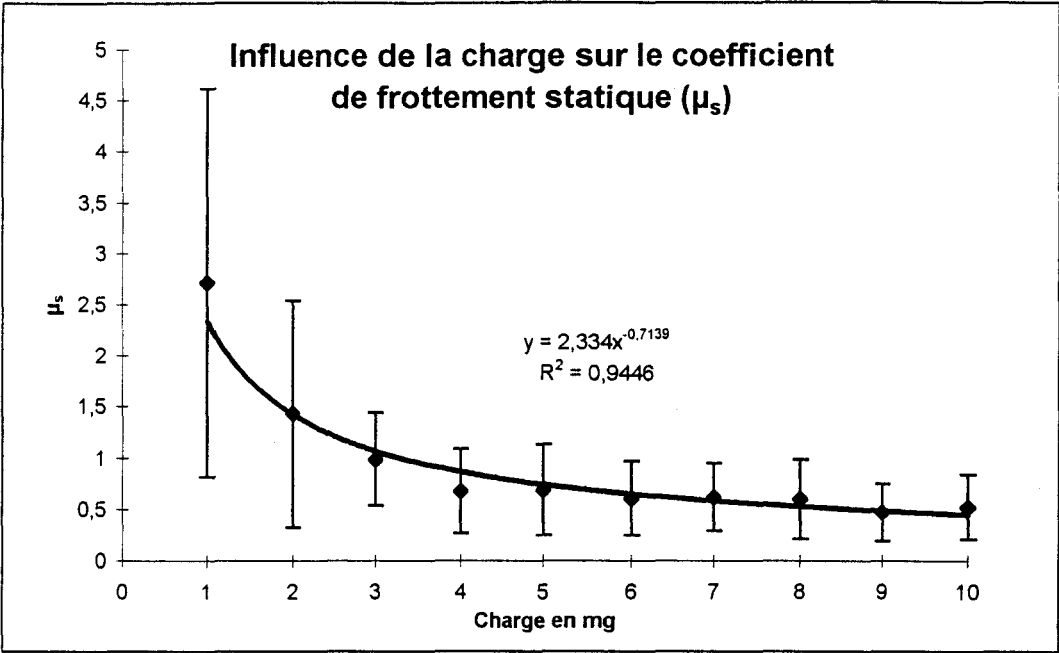


Figure 164 : Influence de la charge sur le coefficient de frottement statique (μ_s)

La courbe ci-dessus nous montre qu'entre 1 à 4 mg, le coefficient de frottement " μ_s " diminue rapidement et il devient stable à des charges plus élevées (4 à 10mg).

Afin de mieux interpréter les résultats, nous avons cherché à séparer la distribution en deux familles "X" et "Y" dues aux deux constituants de surface différents (comme dans la section 2.2.1, par la méthode d'itération). Pour chaque charge, nous avons divisé les valeurs de coefficients de frottement en 40 classes, ce qui nous a permis de déterminer les moyennes, les écart types et les proportions (a%) des familles "X" et "Y" (voir Tableau 19).

Charges (mg)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
E(μ_s)	2,72	1,43	0,99	0,68	0,69	0,61	0,62	0,60	0,47	0,52
$\sigma(\mu_s)$	1,90	1,11	0,45	0,41	0,44	0,36	0,33	0,39	0,28	0,32
E(μ_x)	2,06	1,06	0,34	0,34	0,34	0,23	0,25	0,26	0,19	0,21
$\sigma(\mu_x)$	1,05	1,64	0,41	0,31	0,16	0,06	0,12	0,11	0,08	0,06
E(μ_y)	6,48	3,19	1,02	0,93	1,03	0,76	0,76	0,79	0,58	0,58
$\sigma(\mu_y)$	1,43	0,38	1,29	0,84	0,37	0,35	0,26	0,36	0,25	0,30
a %	90	78	5	52	38	26	27	34	27	13

Tableau 19 : Moyennes et écart types des coefficients de frottement statique des familles X et Y en fonction de la charge appliquée

Les figures 165-169 qui suivent donnent un aperçu des distributions de deux familles "X" (en noir) et "Y"(en gris), suivant la charge.

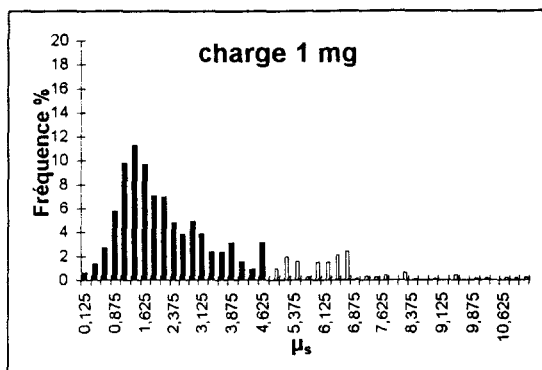


Figure 165

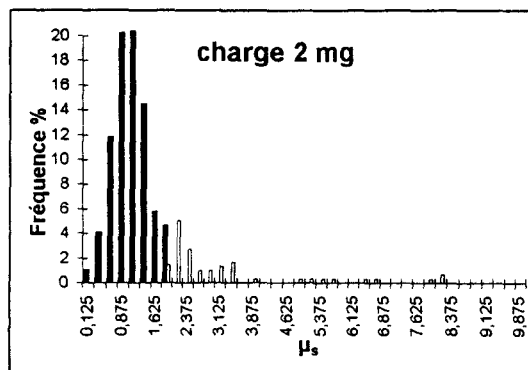


Figure 166

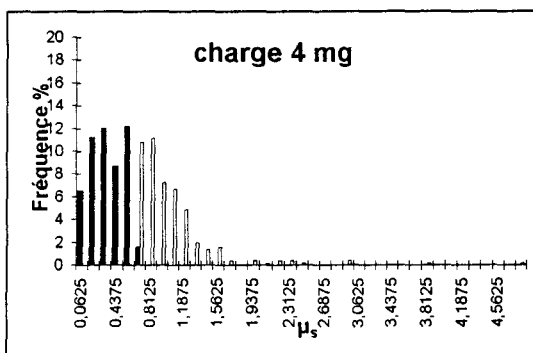


Figure 167

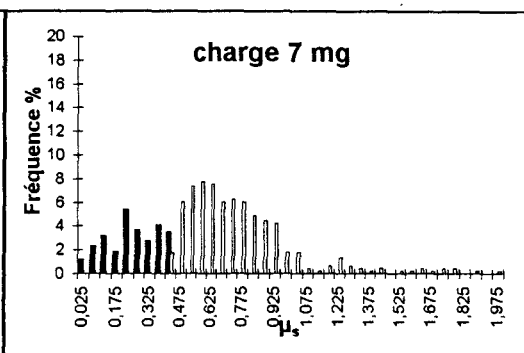


Figure 168

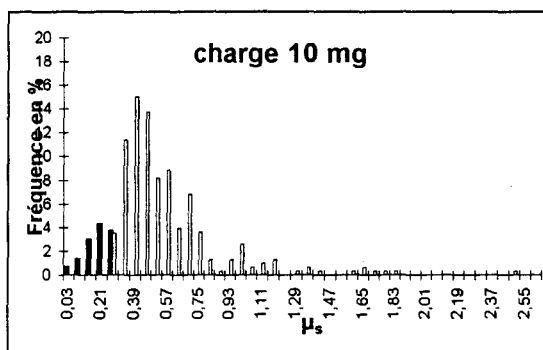


Figure 169

D'une manière générale, plus la charge augmente, plus la proportion de la famille X (a%) diminue. Il y a cependant quelques exceptions (à 3 et 8 mg : voir Tableau 19)

Nous avons spécifié dans la section précédente (III.2.1.2), qu'à une charge de 1mg et à une vitesse de glissement de 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$, le pourcentage de la population "X" est très grand, à cause de la fréquence de contact bosses/bosses plus élevée. Nous rappelons que le constituant "X" est situé sur les bosses. Lorsque la charge augmente, la probabilité des contacts entre les régions couvertes du constituant "Y", situé en dehors des bosses doit augmenter. Ceci pourrait expliquer la fréquence plus élevée de la famille "Y" à une charge plus élevée.

Nous avons ensuite tracé les courbes des moyennes de coefficient de frottement statique ($E(\mu_x)$ et $E(\mu_y)$) de chaque famille (X et Y), en fonction de la charge appliquée (Figure 170). Nous remarquons qu'à des charges élevées la moyenne générale du

coefficient de frottement $E(\mu_s)$ tend vers la moyenne du coefficient de frottement statique de la famille Y : $E(\mu_y)$. A une charge de 10 mg, $E(\mu_s) \sim E(\mu_y)$. Nous rappelons que la moyenne $E(\mu_s)$ est reliée aux moyennes $E(\mu_x)$ et $E(\mu_y)$ par la relation ci-dessous :

$$E(\mu_s) = a \cdot E(\mu_x) + b \cdot E(\mu_y)$$

où "a" et "b" sont les proportions des familles X et Y respectivement.

A une charge de 10 mg, nous avons trouvé les résultats suivants (cf. Tableau 19) :

$$a = 13\% ; E(\mu_x) = 0,21$$

$$b = 87\% ; E(\mu_y) = 0,58$$

$$E(\mu_s) = 0,53$$

De ces résultats et de la relation mathématique ci-dessus, nous constatons que plus la charge augmente, plus la moyenne de toute la population $E(\mu_s)$ tend vers $E(\mu_y)$, car la proportion de la famille Y est plus élevée, et explique ce phénomène.

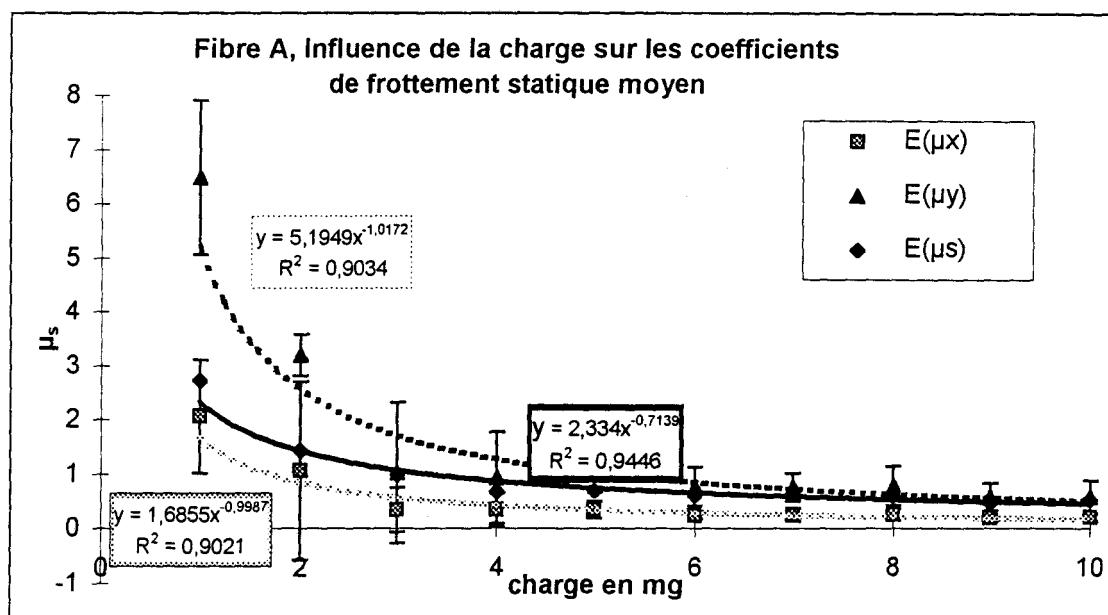


Figure 170 : Influence de la charge sur les moyennes des coefficients statiques : $E(\mu_x)$, $E(\mu_y)$ et $E(\mu_s)$

Ces variations de valeurs de coefficient de frottement en fonction de la charge permettent de calculer les paramètres "a", et "n" d'après l'équation de Howell :

$$T = T_0 e^{\theta \cdot \mu} \quad \text{où} \quad \mu = a \left(\frac{T_0}{r} \right)^{n-1}$$

Rappelons que dans notre cas :

- * T_0 = la charge appliquée N en Newtons
- * T = $N + F_s$ (force de frottement statique) en Newtons
- * r = rayon de la fibre

L'équation de Howell peut s'écrire sous la forme logarithmique ci-dessous :

$$\ln \mu = \ln a + (n-1) \ln \left(\frac{T_0}{r} \right) \quad (93)$$

Nous pouvons rechercher, les paramètres "a" et "n" en reformulant cette même équation :

$$y = b_0 + b_1 \cdot x$$

- * $x = \ln (T_0/r)$
- * $y = \ln (\mu)$
- * $b_0 = \ln a$
- * $b_1 = n-1$

Nous avons donc tracé $\ln(\mu_s)$ en fonction de $\ln(T_0/r)$ afin de déterminer les indices "a" et "n".

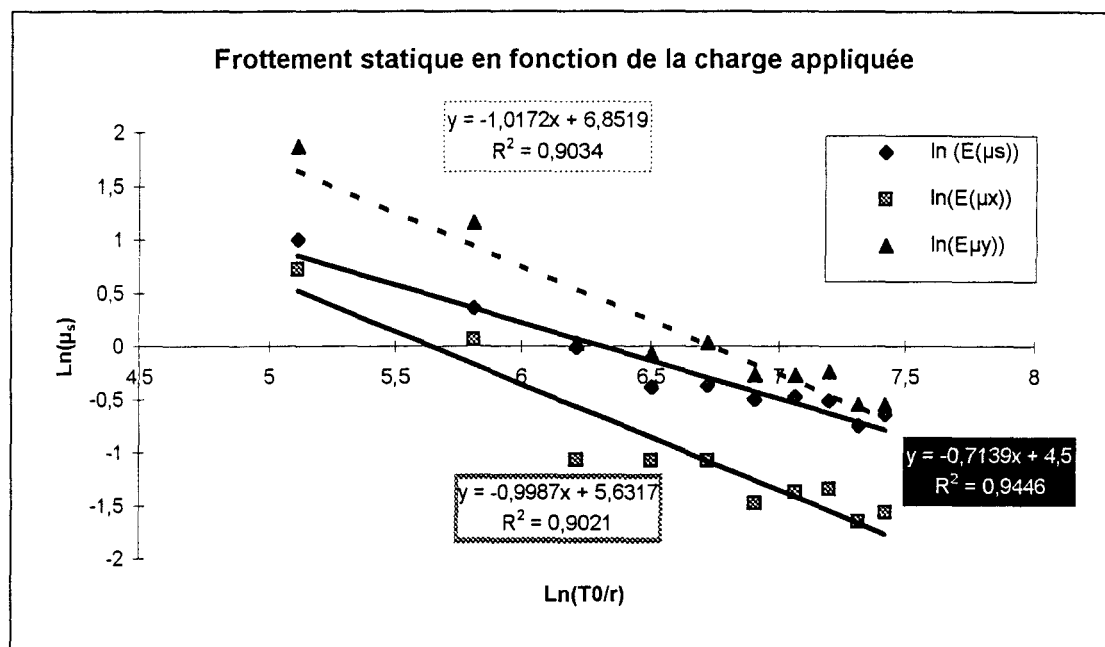


Figure 171 : Recherche des indices : a et n de toute la population, de la famille X et de la famille Y

Pour le constituant X : a = 279 et n=0
 et pour le constituant Y : a = 945 et n=0
 alors qu'en *moyenne* : a = 90 et n=0,3

La valeur de "n = 0" est assez particulière. En principe, pour les fibres qui sont des matériaux viscoélastiques : n varie entre 0,5 et 1 ; alors que pour les métaux et les matériaux élastiques, n est égale à 1 et 0,5 respectivement.

Le modèle de Gupta ne s'appliquerait pas, car pour n=0, $\alpha = \infty$, c'est à dire la pression 'P' serait reliée à l'aire de contact 'A' par l'équation : $P = kA^\infty$. Il est probable que dans le cas de la fibre A, il y aurait interactions des entités visqueuses à la surface.

C. Schlatter et al. [42], qui ont travaillé dans le domaine de la lubrification des fibres, spécifient que l'équation de Howell n'est valable que pour des surfaces des fibres où l'interaction entre les aspérités (ou l'adhésion) des deux surfaces se fait d'une manière aléatoire. Ils ajoutent que la présence d'un corps étranger (lubrifiant) à la surface empêcherait une telle interaction, et par conséquent le concept de "n" n'est plus valable.

Dans notre cas nous pouvons établir la relation ci-dessous qui permet de déterminer le coefficient de frottement statique μ_s en fonction de "a", "r" et "N".

$$\mu_s = a \cdot r/N$$

Le coefficient de frottement est donc inversement proportionnel à la charge. Plus précisément, " μ_s " dépend de la constante "a" qui dépend de la surface de contact, de l'adhésion, de la viscoélasticité et de la rugosité de surface [31].

D'une manière générale, la valeur de la constante "a" est 3 fois plus importante pour la famille "Y" que la famille "X".

III.2.1.3.2. Influence de la charge sur l'amplitude et durée de stick

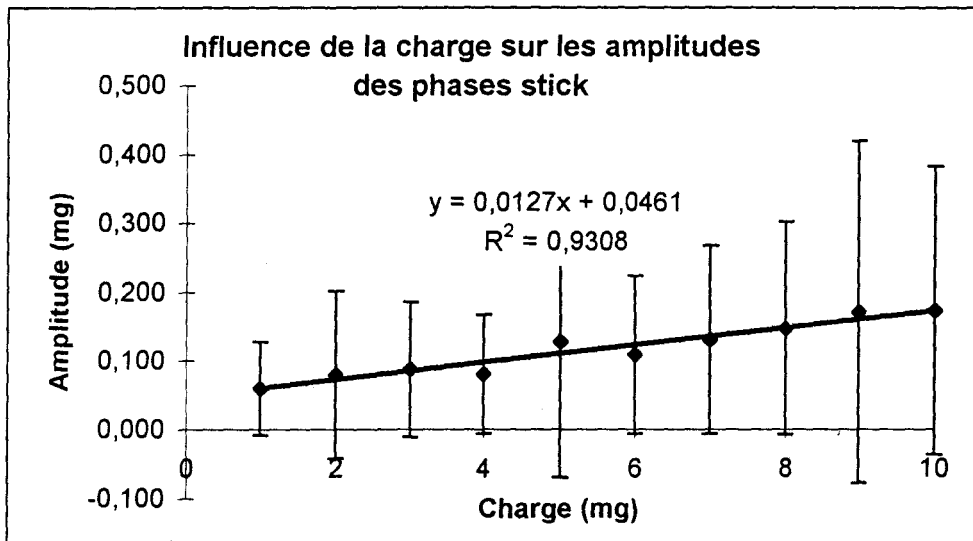


Figure 172 : Influence de la charge sur l'amplitude des phases stick

Nous avons constaté d'une manière générale que, plus la charge augmente plus les amplitudes des stick sont élevées (Figures 172 et 173), et meilleur est le coefficient de corrélation des droites des pentes des stick (Figure 173). De 1 à 5 mg la pente croît, mais à des charges plus élevées, les variations des pentes sont irrégulières.

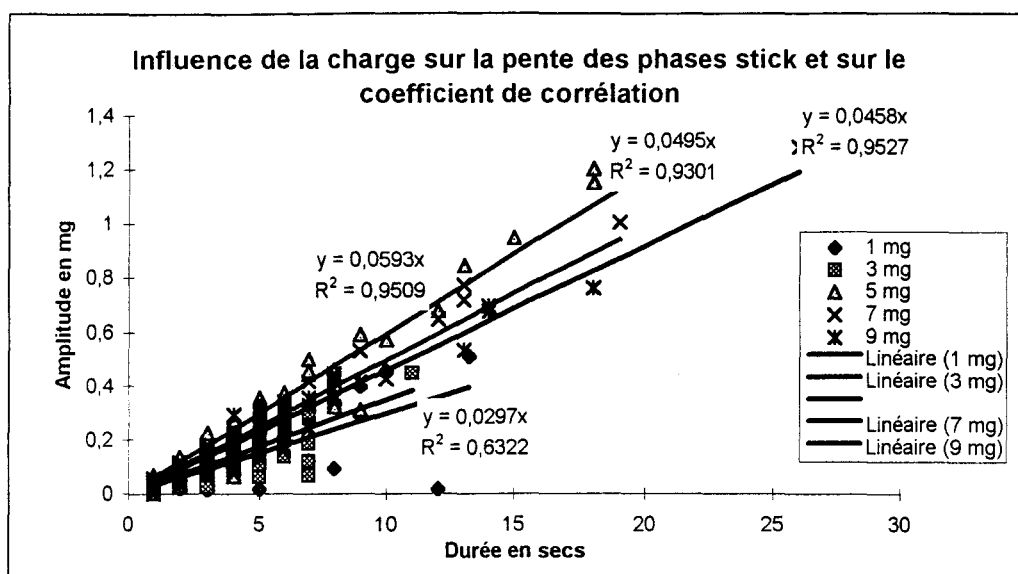


Figure 173 : Les pentes des phases stick en mg/sec à différentes charges

Nous avons calculé le travail d'adhésion (voir Tableau 20) en utilisant la méthode de la section précédente (III.2.1.2).

Charges (mg)	Pente de la phase stick en mg/sec	Pente de la phase stick en mg/ μ m	Travail d'adhésion en μ g. μ m
1	0,029	0,0058	900
3	0,035	0,0070	1200
5	0,059	0,1180	2100
7	0,049	0,0090	3080
9	0,046	0,0092	5185

Tableau 20 : Travail d'adhésion moyen en fonction de la charge appliquée

On peut facilement concevoir qu'une augmentation de charge se traduit par un travail plus important pour rompre l'adhésion et pour faire glisser la fibre.

Nous pouvons conclure que pour la fibre de verre A, le travail d'adhésion ne varie pas avec la vitesse, par contre une augmentation de la charge appliquée, fait augmenter le travail d'adhésion nécessaire pour rompre l'adhésion interfilaire.

III.2.1.3.3. Influence de la charge sur le coefficient de frottement dynamique

Nous avons remarqué qu'à toutes les charges étudiées, le domaine des valeurs de " μ_k " comprend des valeurs négatives, qui peuvent être attribuées au rebondissement de la fibre verticale pendant son glissement, après la phase stick. Nous n'allons présenter ci-dessous que les valeurs positives de μ_k obtenues à des charges variables.

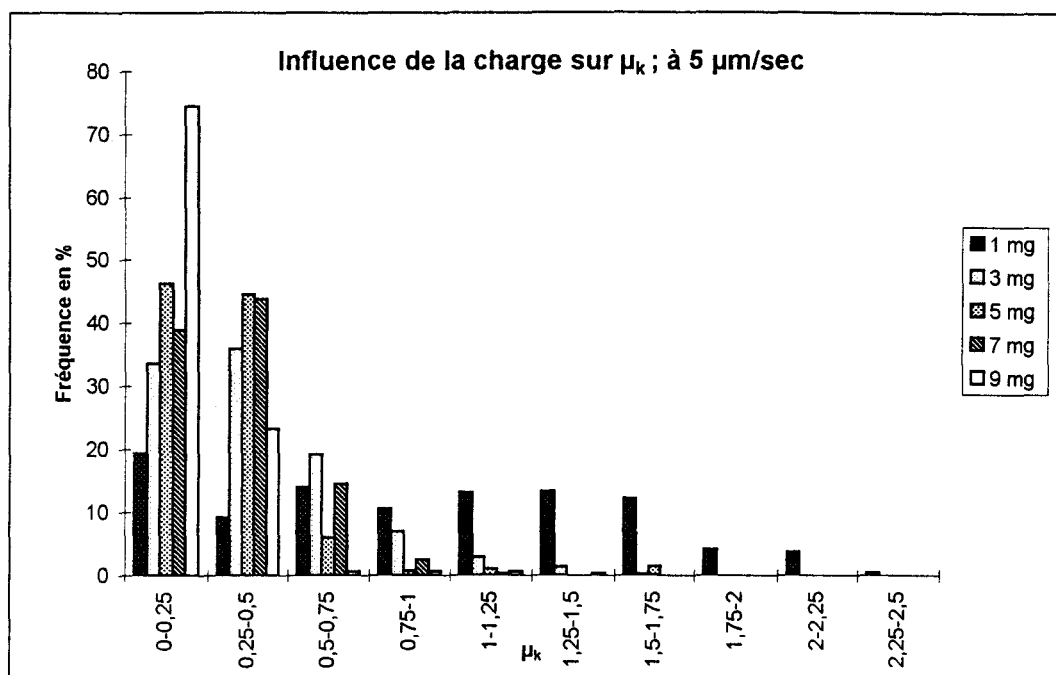


Figure 174 : Fréquence des coefficients de frottement dynamique μ_k en fonction de la charge

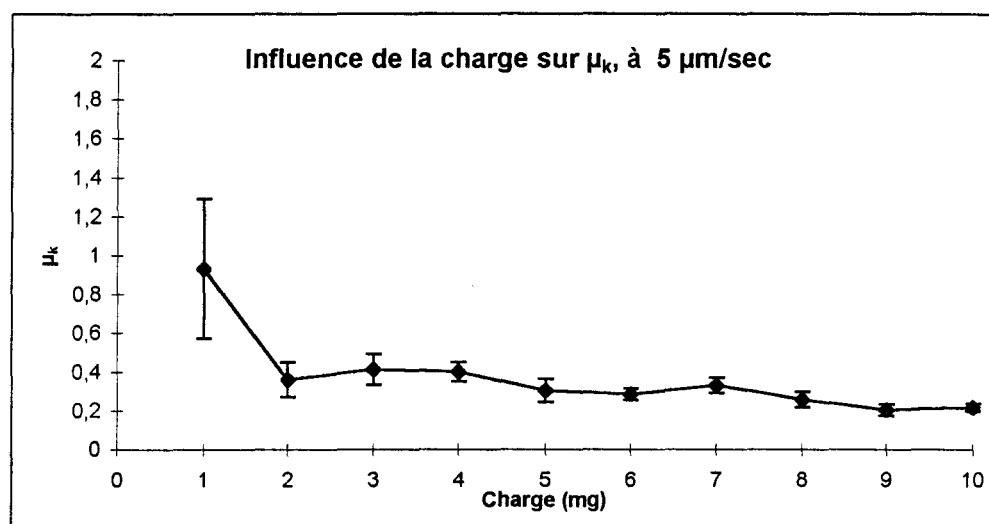


Figure 175 : Moyennes et écarts types des coefficients de frottement dynamique μ_k en fonction de la charge

La valeur moyenne de μ_k se situe entre de 0,2 et 0,4 sauf à une charge de 1 mg. Ce coefficient dynamique est relié au coefficient statique par la relation : $\mu_k = \varepsilon \mu_s$ ($\varepsilon < 1$). Comme μ_s est proportionnel à μ_k et qu'à une charge de 1 mg sa valeur est relativement plus élevée, on peut facilement comprendre pourquoi μ_k l'est aussi à cette charge.

III.2.1.4. INFLUENCE DE L'HUMIDITE RELATIVE SUR LE FROTTEMENT

Des séries de mesures de frottement réalisées à 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$ et à une charge d'1 mg, nous ont permis d'étudier le comportement des fibres au frottement suivant le taux d'humidité relative.

Les deux graphiques qui suivent (Figures 176 et 177) nous donnent un aperçu des courbes de frottement à différents taux d'humidité.

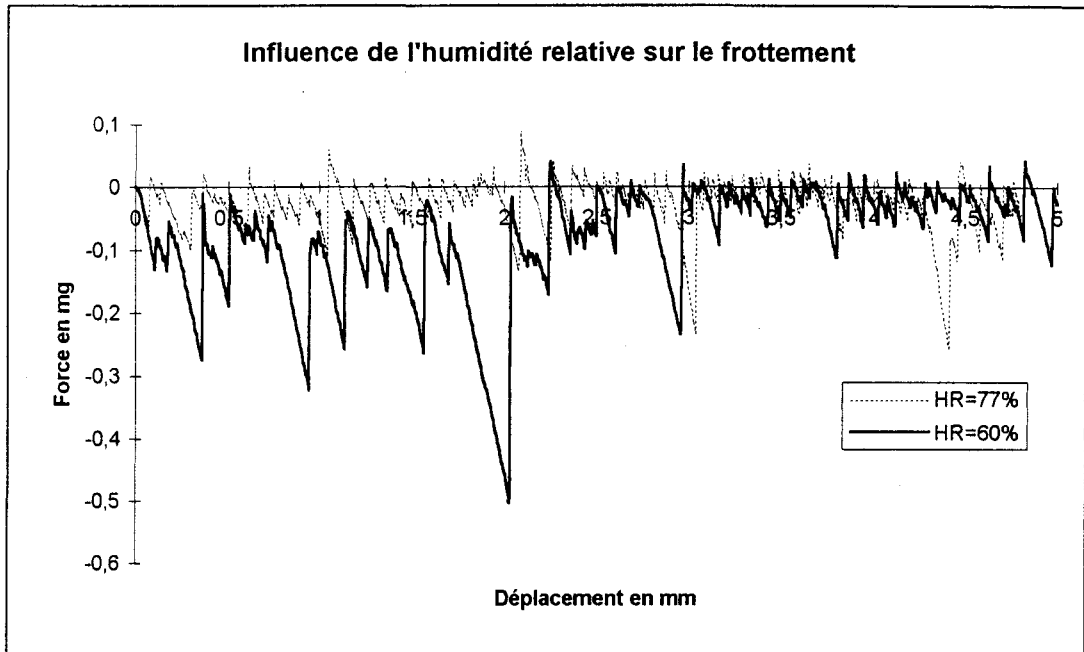


Figure 176 : Allures des courbes de stick-slip à différents taux d'humidité

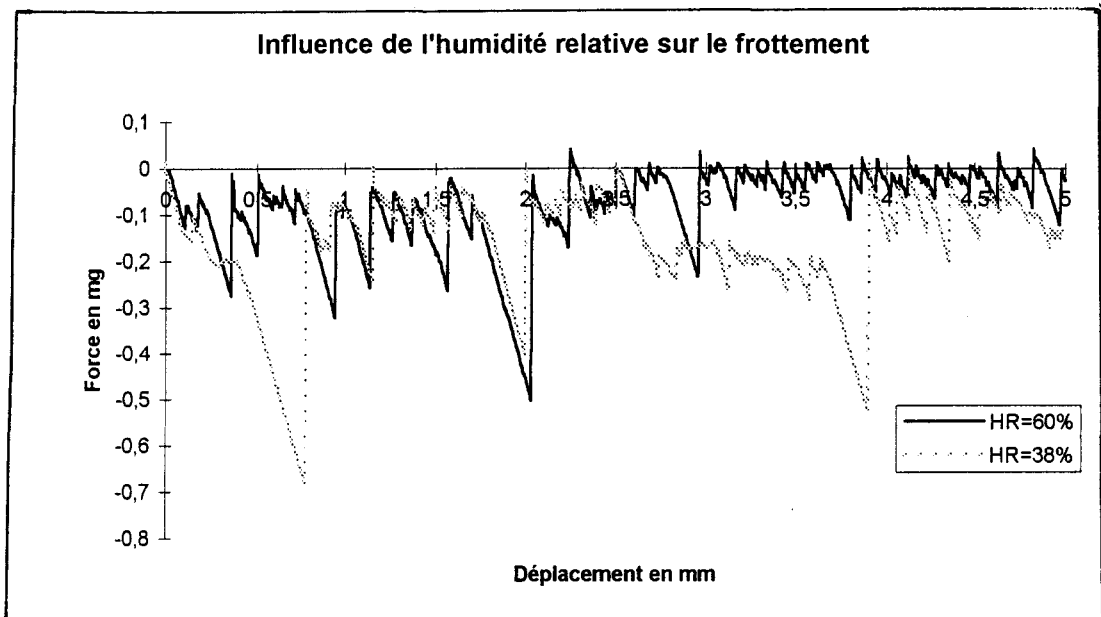


Figure 177 : Allures des courbes de stick-slip à différents taux d'humidité

Chaque courbe a une allure très irrégulière, mais en général, nous pouvons distinguer des valeurs minimums (force de frottement statique F_s) plus élevées lorsque le taux d'humidité est plus faible.

De plus, nous pouvons remarquer qu'à HR=38% (Figure 177), la force de frottement statique reste constante et pour un déplacement entre 2,5 et 3,5 mm, la phase slip est difficilement entamée. Nous pouvons attribuer ce phénomène à une adhérence entre les fibres très élevée lorsque le taux d'humidité est très faible.

Nous pouvons représenter l'étendue des valeurs des coefficients de frottement statique à des taux d'humidité variables par l'histogramme suivant :

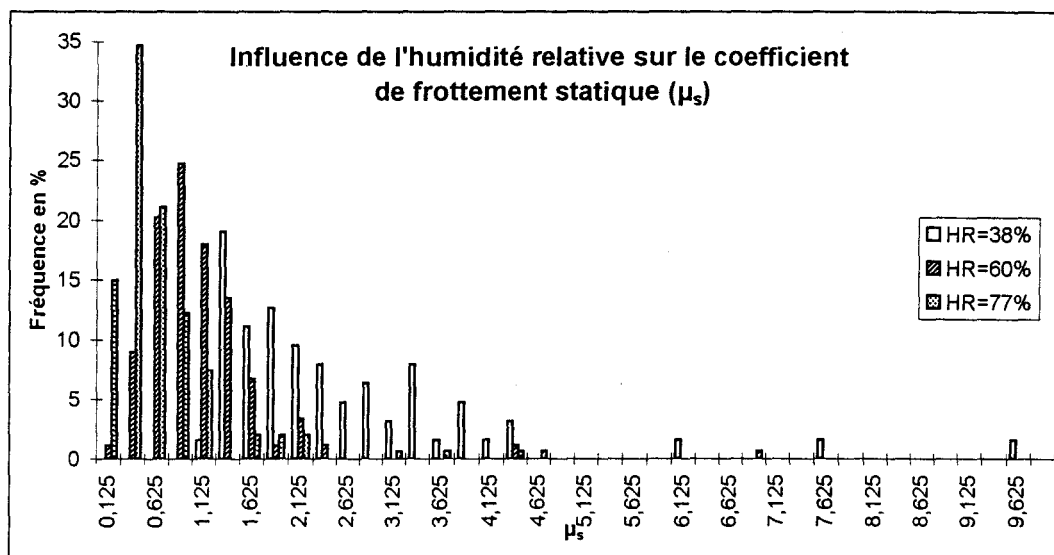


Figure 178 : Distribution de μ_s à des taux d'humidité

L'histogramme (Figure 178) montre que le coefficient de frottement statique augmente avec une diminution d'humidité relative.

Le graphique qui suit (Figure 179) montre la variation de la moyenne du coefficient de frottement statique $E(\mu_s)$ avec l'humidité relative. Les essais de frottement fibre/fibre ont été réalisés sur trois à quatre segments de 2 mm à différents taux d'humidité relative.

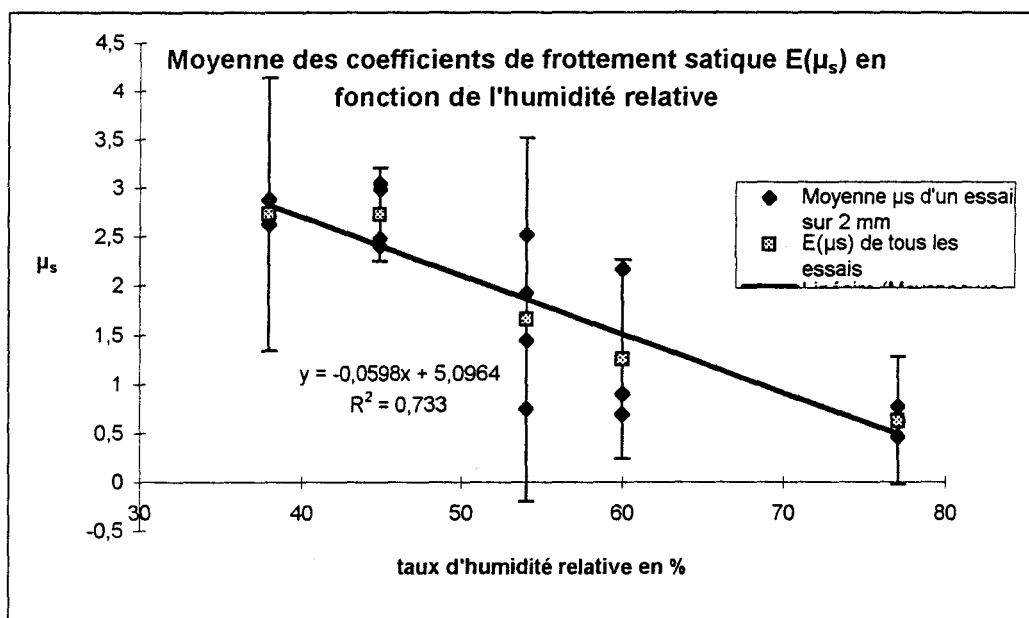


Figure 179 : Variation de $E(\mu_s)$ en fonction de l'humidité relative

élevée. Néanmoins, l'accroissement de la vitesse ne fait pas varier le coefficient μ_s , ni les amplitudes des phases stick.

Une augmentation de la charge a pour effet d'augmenter la fréquence d'apparition de " μ_s " appartenant à la famille "Y". Lorsque la charge augmente, la probabilité des contacts entre les régions couvertes du constituant "Y" (situé en dehors des bosses) doit augmenter.

En élevant la charge, les coefficients μ_s des deux familles diminuent ; nous avons calculé les indices "n" et "a" pour chacune de ces deux familles : $n=0$ dans les deux cas alors que "a" de la famille "Y" est 3 fois supérieur à celui de la famille "X".

En augmentant l'humidité relative, on aperçoit une baisse du coefficient de frottement " μ_s ". Cependant le coefficient " μ_s " de la famille "Y" décroît plus rapidement que celui de "X". La famille "Y" est très probablement composée de matières hydrophiles qui sont facilement recouvertes d'un film d'eau par adsorption et qui agirait comme un film lubrifiant. Le composant "X" qui est très peu affecté par l'humidité relative est très probablement hydrophobe.

◇ Le coefficient de frottement dynamique " μ_k "

Nous pouvons remarquer que le domaine des valeurs de " μ_k " comprend des valeurs négatives. Ces valeurs négatives peuvent être attribuées au rebondissement de la fibre verticale pendant son glissement, juste après la phase stick "adhésion". La moyenne de ce coefficient est autour de 1 à une charge de 1 mg ; pour des charges supérieures, μ_k varie entre 0,2 et 0,4.

◇ Amplitudes et durées des phases stick

Les amplitudes des phases stick, qui sont reliées à l'adhésion interfilamentaire, ne varient pas avec la vitesse ; par contre, elles augmentent légèrement avec un accroissement de la charge. Les durées de la phase stick à une vitesse et une charge constante sont proportionnelles aux amplitudes car la pente des phases stick restent constante. Cette pente augmente, néanmoins, avec la vitesse et avec la charge.

Le travail d'adhésion est cependant très peu sensible à la vitesse. Ce travail d'adhésion augmente avec la charge étant donné que les amplitudes et les pentes augmentent légèrement avec la charge : un travail plus important doit être fourni à chaque fois, pour rompre l'adhésion et pour soulever la charge appliquée.

A 77% de taux d'humidité, il est très difficile de séparer les valeurs de " μ_s " en deux familles. Très probablement à ce taux élevé, le frottement d'un composant unique est révélé.

Au delà de 60%, en extrapolant ces deux droites, il y a convergence des valeurs de $E(\mu_y)$ et de $E(\mu_x)$ vers $E(\mu_s)$ pour le même taux d'humidité de 77%.

Le coefficient de frottement statique de la famille Y chute très rapidement avec une élévation d'humidité, alors que celui de la famille X, décroît moins rapidement.

L'ensimage A est constitué d'espèces plus ou moins hydrophiles : amidon, agents couplants et tensioactifs. A un taux d'humidité élevé, les molécules d'eau se fixent sur la surface. Celles-ci peuvent former une couche mince d'eau à la surface de la fibre : cette couche d'eau joue le rôle d'un lubrifiant (comme celle sur la glace qui permet le glissement d'un patin).

Au contraire, à un taux d'humidité faible, il y a un glissement sec, les molécules d'amidon sur une fibre doivent former des liaisons attractives (hydrogènes) avec celles à la surface de l'autre fibre.

La famille X peut être attribuée à la présence d'un lubrifiant, qui est très peu affecté par les variations du taux d'humidité.

III.2.1.5. CONCLUSION SUR LE FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DE VERRE A

◇ Le coefficient de frottement statique " μ_s "

Le coefficient de frottement statique est caractérisé par les minimums des courbes de stick-slip. La variation de ce coefficient est importante et elle est illustrée par des histogrammes qui révèlent une hétérogénéité le long d'un filament. La distribution bimodale de " μ_s " est révélatrice de contact de deux régions de coefficient de frottement variables, lesquelles ont été décelées en AFM. La première famille a une valeur moyenne de " μ_s " voisine de 2 et la deuxième a une valeur moyenne proche de 6. Ces coefficients sont différents des deux coefficients révélés par l'AFM : $\mu \sim 0,04$ sur les bosses et $\mu \sim 0,12$ hors bosses. Nous attribuons cette différence à l'aire de surface ($0,12 \mu\text{m}^2$ avec la microbalance et 30 nm^2 pour l'AFM) et au type de contact (pointe AFM/surface fibre et surfaces fibre/fibre) qui varient suivant la méthode de mesure. La proportionnalité entre les coefficients de frottement est cependant sensiblement identique quelle que soit l'échelle de mesure.

Nous avons attribué à la première et à la deuxième famille, les noms : "X" et "Y" avec un coefficient de frottement statique μ_x et μ_y respectivement

Un accroissement de vitesse de 2 à 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$ a pour effet de diminuer le pourcentage de la famille "Y". Nous attribuons ce phénomène à une plus grande fréquence de contact bosse/bosse (où se trouve la famille "X") à une vitesse plus

élevée. Néanmoins, l'accroissement de la vitesse ne fait pas varier le coefficient μ_s , ni les amplitudes des phases stick.

Une augmentation de la charge a pour effet d'augmenter la fréquence d'apparition de " μ_s " appartenant à la famille "Y". Lorsque la charge augmente, la probabilité des contacts entre les régions couvertes du constituant "Y" (situé en dehors des bosses) doit augmenter.

En élevant la charge, les coefficients μ_s des deux familles diminuent ; nous avons calculé les indices "n" et "a" pour chacune de ces deux familles : $n=0$ dans les deux cas alors que "a" de la famille "Y" est 3 fois supérieur à celui de la famille "X".

En augmentant l'humidité relative, on aperçoit une baisse du coefficient de frottement " μ_s ". Cependant le coefficient " μ_s " de la famille "Y" décroît plus rapidement que celui de "X". La famille "Y" est très probablement composée de matières hydrophiles qui sont facilement recouvertes d'un film d'eau par adsorption et qui agirait comme un film lubrifiant. Le composant "X" qui est très peu affecté par l'humidité relative est très probablement hydrophobe.

◇ Le coefficient de frottement dynamique " μ_k "

Nous pouvons remarquer que le domaine des valeurs de " μ_k " comprend des valeurs négatives. Ces valeurs négatives peuvent être attribuées au rebondissement de la fibre verticale pendant son glissement, juste après la phase stick "adhésion". La moyenne de ce coefficient est autour de 1 à une charge de 1 mg ; pour des charges supérieures, μ_k varie entre 0,2 et 0,4.

◇ Amplitudes et durées des phases stick

Les amplitudes des phases stick, qui sont reliées à l'adhésion interfilaire, ne varient pas avec la vitesse ; par contre, elles augmentent légèrement avec un accroissement de la charge. Les durées de la phase stick à une vitesse et une charge constante sont proportionnelles aux amplitudes car la pente des phases stick restent constante. Cette pente augmente, néanmoins, avec la vitesse et avec la charge.

Le travail d'adhésion est cependant très peu sensible à la vitesse. Ce travail d'adhésion augmente avec la charge étant donné que les amplitudes et les pentes augmentent légèrement avec la charge : un travail plus important doit être fourni à chaque fois, pour rompre l'adhésion et pour soulever la charge appliquée.

III.2.2. LES FIBRES DE VERRE E4

III.2.2.1. ETUDE DE FROTTEMENT A UNE CHARGE ET VITESSE CONSTANTE

Comme pour la fibre A, nous avons effectué des mesures de frottement fibre à une charge d' 1mg, vitesse constante de 2µm/sec et une humidité relative de 45%.

Nous avons analysé 3 filaments E4, et sur chacun, 4 à 5 essais ont été effectués sur des segments de 2 à 3 mm.

Les courbes de la Figure 181 montrent les allures des variations de force de frottement en fonction du déplacement vertical de la fibre horizontale.

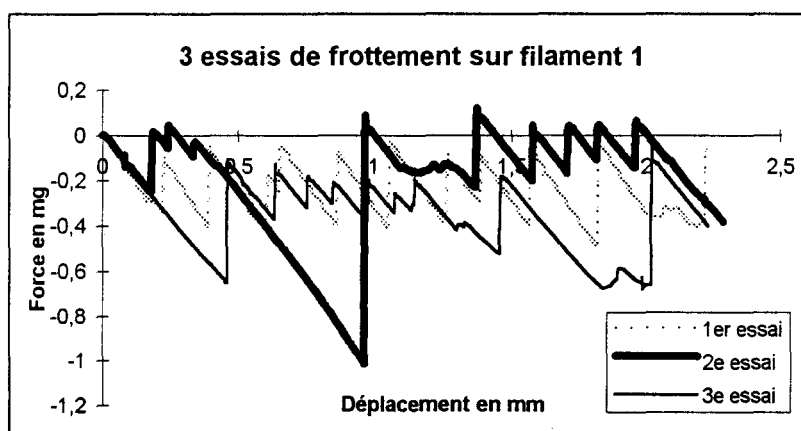


Figure 181 : Courbes de stick-slip pour des essais réalisés sur un filament

Ces courbes mettent en évidence les variations de force de frottement sur trois segments différents d'un même filament. Pour chaque essai réalisé sur un segment, nous constatons que la variation de la force de frottement statique " F_s " est différente. Ainsi, dans le 1^{er} essai, F_s est quasiment constante alors que pour les 2^e et 3^e essais, " F_s " varie de 0,15 à 1,5 mg. Par contre nous pouvons remarquer que la pente de la phase stick est toujours constante (0,0028 mg/sec) pour les 3 essais.

La comparaison de ce filament avec d'autres nous révèle que les pentes de stick ne sont pas toujours identique, comme nous le montre la Figure 182. Néanmoins, pour tous les essais effectués sur un même filament, la pente demeure constante.

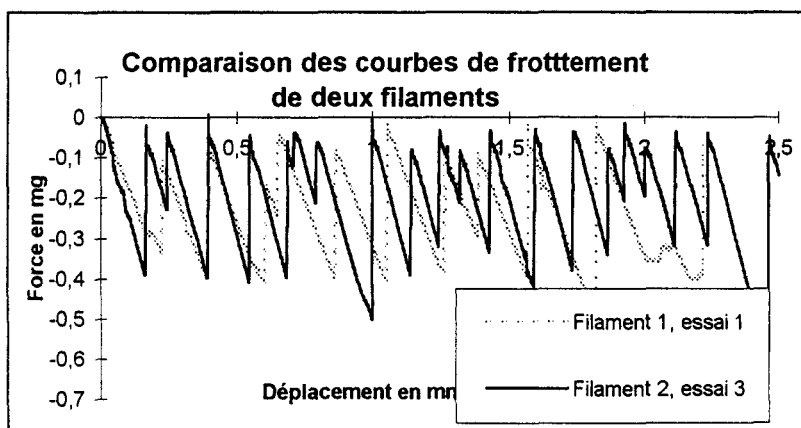


Figure 182 : Comparaison des courbes de stick-slip de deux filaments de la fibre E4

Filament	μ_s moyen	Ecart type
1	5,34	2,44
2	6,10	1,69
3	3,95	0,98

Tableau 22 : Moyennes et écart types de μ_s sur 3 filaments différents

On peut donc conclure que les filaments sont hétérogènes entre eux. Cependant le long d'un filament donné, le frottement peut être homogène ou hétérogène.

Dans l'optique d'établir le comportement global de la fibre E4, nous avons regroupé les valeurs de " μ_s " des trois filaments. La Figure 187 montre que contrairement à la fibre A, il est difficile de différencier deux distributions. De plus, les résultats d'AFM en mode friction, nous dévoilent plutôt une homogénéité chimique au niveau de la surface de cette fibre, c'est à dire que le coefficient de frottement est identique sur toute la surface fibreuse.

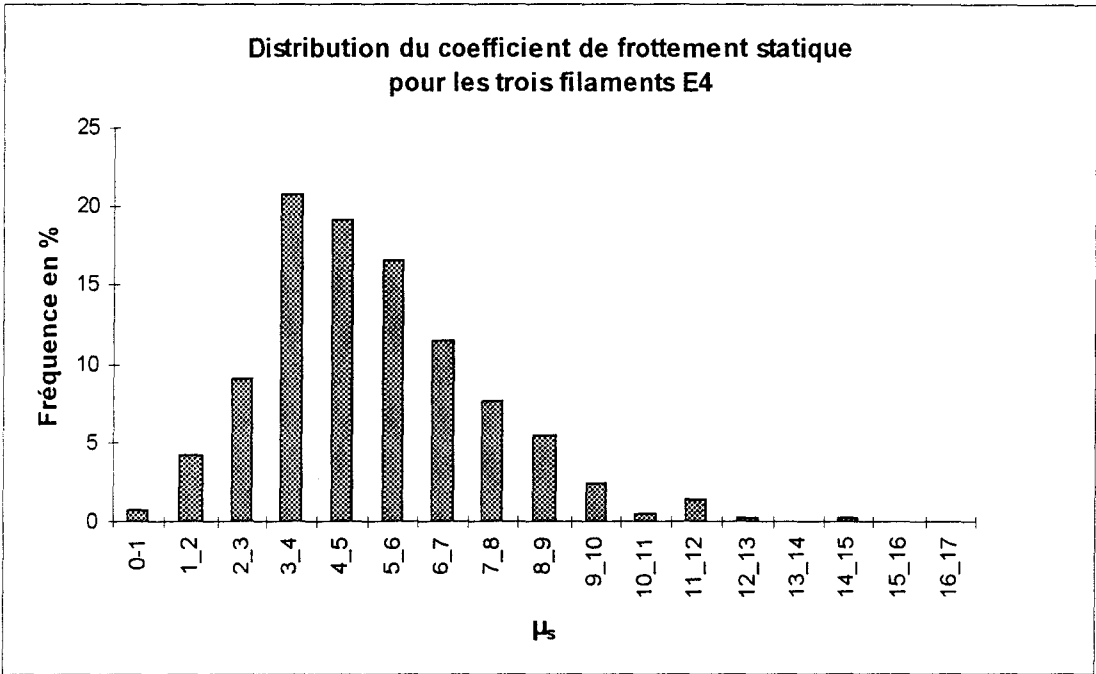


Figure 187 : Distribution des coefficients de frottement statique (μ_s) des trois filaments E4 regroupés.

Cette dernière affirmation nous amène à penser que ce serait donc une hétérogénéité physique due à la rugosité de la surface de la fibre, qui serait responsable des variations du coefficient de frottement statique " μ_s " et des amplitudes des phases stick.

III.2.2.1.1. Etude des amplitudes des phases stick

Les courbes de fréquence d'amplitudes montrent néanmoins, que la classe modale des amplitudes des trois filaments est la même et comprise entre 0,25 et 0,275 mg. L'étendue des valeurs des amplitudes est assez grande (de 0,05-0,8 mg), ce qui montre une fois de plus l'hétérogénéité de mesures qui peut être due à la nature rugueuse de la surface de la fibre E4.

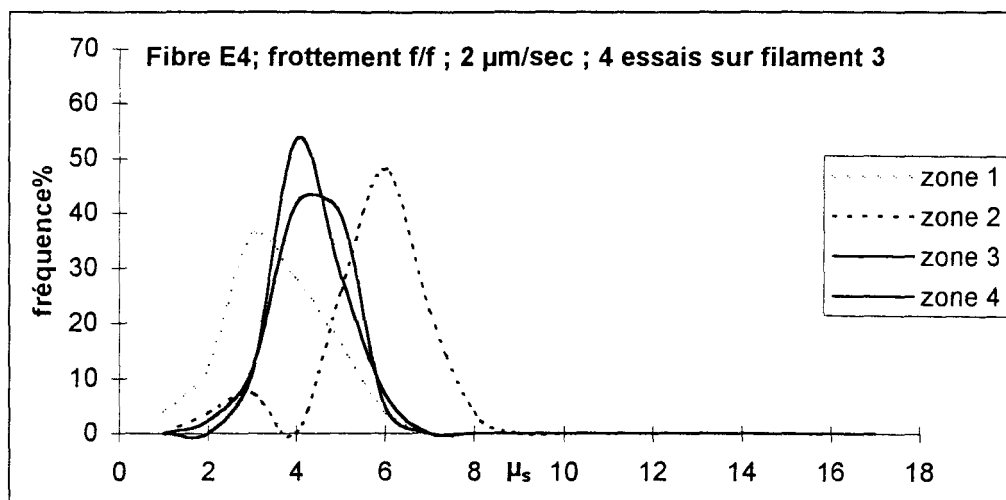


Figure 185 : Courbes de fréquence pour 4 essais réalisés sur le filament 3

Pour le premier graphique correspondant au filament 1 (Figure 183), on peut regrouper les zones 1 et 3, et les zones 2 et 4, qui ont les mêmes classes modales de μ_s : 6 à 8, et 2 à 6 respectivement.

D'une manière similaire, pour le filament 3, la classe modale de " μ_s " des quatre zones étudiées, se situe entre 3 et 7.

Pour le filament 2, les valeurs du coefficient de frottement statique " μ_s " sont très hétérogènes.

L'histogramme qui suit résume les variations du coefficient de frottement statique μ_s sur chaque filament (voir aussi tableau 22).

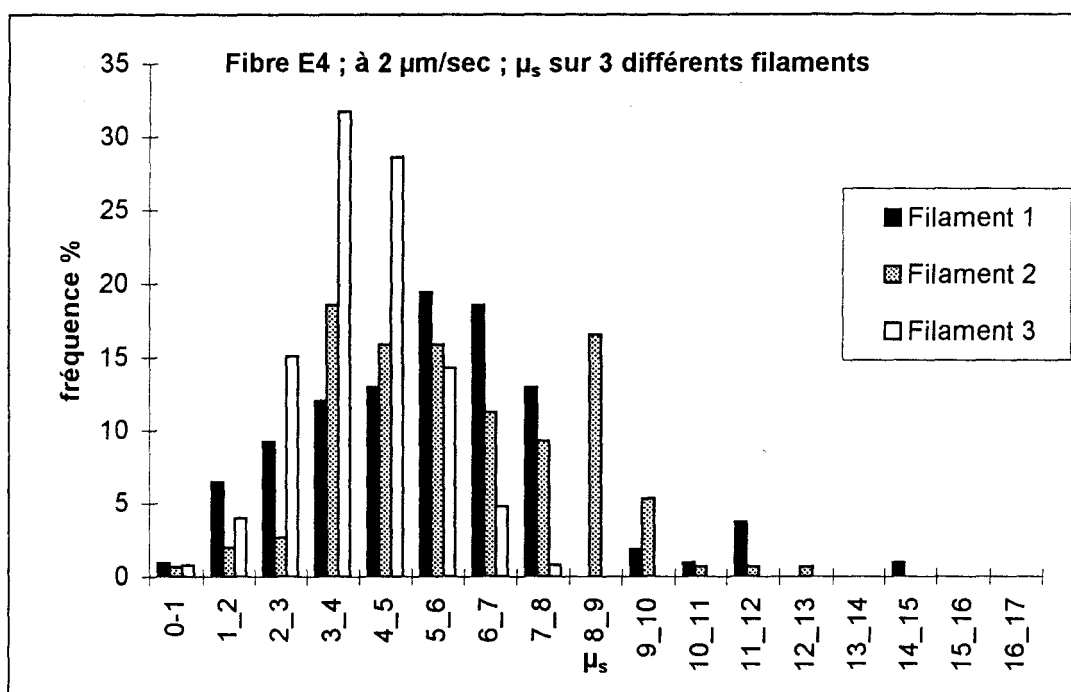


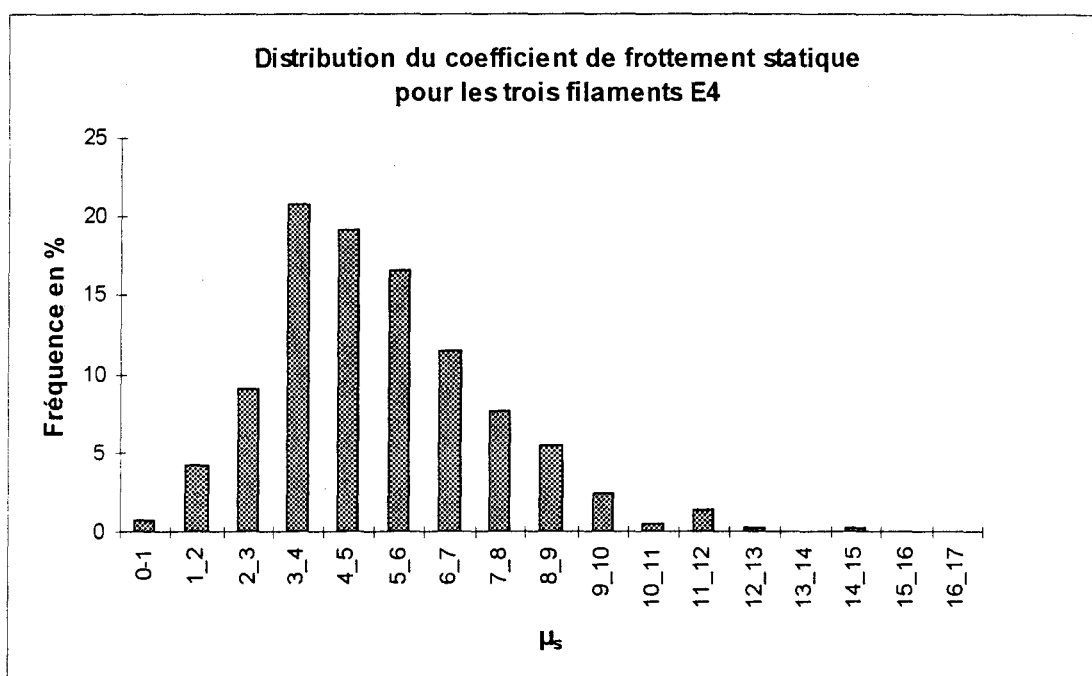
Figure 186 : Histogramme de distribution de μ_s en fonction du filament étudié

Filament	μ_s moyen	Ecart type
1	5,34	2,44
2	6,10	1,69
3	3,95	0,98

Tableau 22 : Moyennes et écart types de μ_s sur 3 filaments différents

On peut donc conclure que les filaments sont hétérogènes entre eux. Cependant le long d'un filament donné, le frottement peut être homogène ou hétérogène.

Dans l'optique d'établir le comportement global de la fibre E4, nous avons regroupé les valeurs de " μ_s " des trois filaments. La Figure 187 montre que contrairement à la fibre A, il est difficile de différencier deux distributions. De plus, les résultats d'AFM en mode friction, nous dévoilent plutôt une homogénéité chimique au niveau de la surface de cette fibre, c'est à dire que le coefficient de frottement est identique sur toute la surface fibreuse.

Figure 187 : Distribution des coefficients de frottement statique (μ_s) des trois filaments E4 regroupés.

Cette dernière affirmation nous amène à penser que ce serait donc une hétérogénéité physique due à la rugosité de la surface de la fibre, qui serait responsable des variations du coefficient de frottement statique " μ_s " et des amplitudes des phases stick.

III.2.2.1.1. Etude des amplitudes des phases stick

Les courbes de fréquence d'amplitudes montrent néanmoins, que la classe modale des amplitudes des trois filaments est la même et comprise entre 0,25 et 0,275 mg. L'étendue des valeurs des amplitudes est assez grande (de 0,05-0,8 mg), ce qui montre une fois de plus l'hétérogénéité de mesures qui peut être due à la nature rugueuse de la surface de la fibre E4.

III.2.2.2. INFLUENCE DE LA VITESSE SUR LE FROTTEMENT DE LA FIBRE E4

Les deux figures qui suivent nous montrent les allures que prennent les courbes de frottement lorsqu'on augmente la vitesse de glissement de 2 $\mu\text{m/sec}$ à 5 $\mu\text{m/sec}$, avec un taux d'humidité de 45% et une charge d'1 mg.

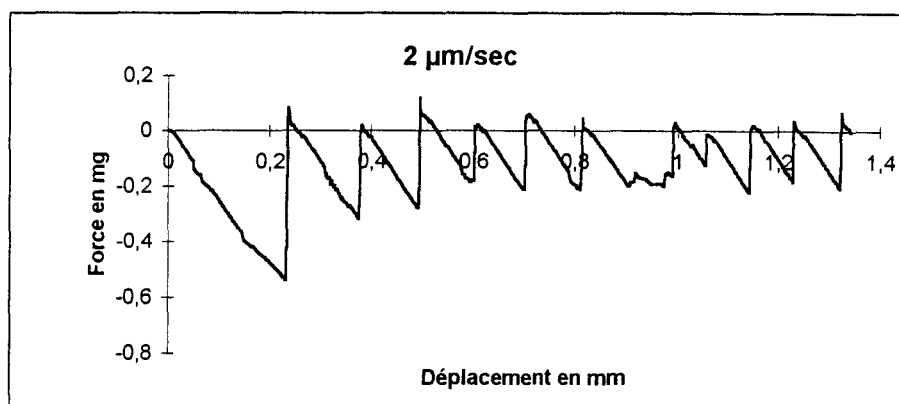


Figure 188 : Allure de la courbe de frottement à 2 $\mu\text{m/sec}$

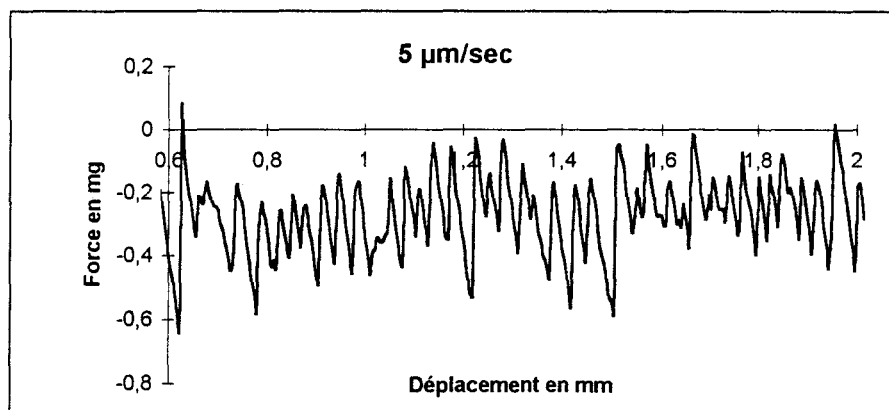


Figure 189 : Allure de la courbe de frottement à 5 $\mu\text{m/sec}$

On peut remarquer que, comme pour la fibre de verre A, lorsque la vitesse augmente de 2 $\mu\text{m/sec}$ à 5 $\mu\text{m/sec}$, le nombre de stick/slip par mm augmente aussi.

Cette augmentation de vitesse fait varier aussi la pente de la phase stick. Le tableau qui suit donne un aperçu des valeurs moyennes de la pente des phases stick, du déplacement de la fibre horizontale pendant la phase d'adhésion, et du travail d'adhésion, pour chaque essai sur chaque filament.

	Vitesse 2 μ m/sec			Vitesse 5 μ m/sec	
	Filament 1	Filament 2	Filament 3	Filament 1	Filament 2
Pentes de stick en mg/sec	0,0028	0,0036	0,0035	0,024	0,040
Pentes (α) de stick en mg/ μ m	0,0014	0,0018	0,00175	0,0048	0,008
Amplitudes moyennes en mg	0,21	0,27	0,204	0,22	0,275
L= Δ Z=déplacement moyen de la fibre horizontale pendant la phase stick (μ m)	151	150	116	45,8	34,4
Travail d'adhésion en mg. μ m	15,99	20,26	11,90	5,04	4,7

Tableau 23 : Pentes, durées et amplitudes moyennes des phases stick, et le travail d'adhésion à différentes vitesses sur différents filaments.

A une vitesse de 5 μ m/sec, la pente de la phase d'adhésion (en mg/ μ m) est environ 3 à 6 fois supérieure à celle de 2 μ m/sec.

D'après la Figure 190, les amplitudes des phases stick de la fibre E4 varient très peu en fonction de la vitesse, comme pour la fibre de verre A . On remarque que quelle que soit la vitesse de frottement, l'étendue des valeurs des amplitudes est la même.

Pour une amplitude de stick similaire, le déplacement plus élevé à 5 μ m/sec de la fibre horizontale pendant la phase stick est due uniquement à une pente de la phase stick plus grande.

Il en résulte que le travail d'adhésion est de deux à quatre fois plus élevé à une vitesse de 2 μ m/sec par rapport à celui de 5 μ m/sec. La différence entre le travail d'adhésion d'un filament à un autre, en particulier à une vitesse de 2 μ m/sec, peut être attribuée à un taux de réticulation de l'ensimage qui est différent sur les filaments de la fibre E4.

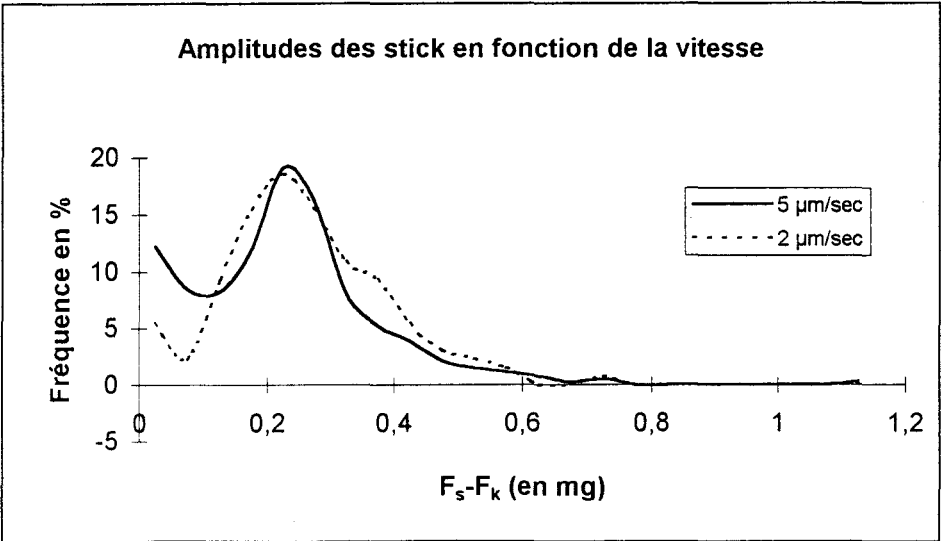


Figure 190 : Amplitudes des phases stick en fonction de la vitesse de frottement

CONCLUSION : Dans le cas de la fibre E4, comme le travail d'adhésion varie avec la vitesse, il est probable que des effets tel que la viscoélasticité intervienne avec une dissipation visqueuse due probablement aux réorganisations des molécules d'ensimage aux points de contact. A une vitesse plus faible (2 $\mu\text{m/sec}$) l'effet viscoélastique serait plus importante [103], car les molécules ont un temps suffisant pour se réorganiser. A une vitesse plus élevée (5 $\mu\text{m/sec}$), le cisaillement de la jonction fibre/fibre est trop rapide pour permettre une réorganisation moléculaire.

III.2.2.3. INFLUENCE DE LA CHARGE SUR LE FROTTEMENT DE LA FIBRE E4

III.2.2.3.1. Influence de la charge sur le coefficient de frottement statique (μ_s)

Comme pour la fibre de verre A, nous avons effectué un grand nombre d'essais, pour augmenter la précision de nos résultats. Ainsi, pour un seuil de confiance de 95 %, nous présentons dans le Tableau 24, le pourcentage de précision qui est de l'ordre de 3 à 7%, pour les essais réalisés.

Nous avons effectué des mesures de frottement à des charges variables entre 1 à 10 mg. La vitesse reste constante à 5 $\mu\text{m/sec}$ et l'humidité relative est de 45 %.

charge (mg)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
μ_s moyen= $E(\mu_s)$	5,46	3,11	3,07	2,65	2,39	1,90	1,94	1,85	1,89	1,42
σ (μ_s)	2,54	2,24	1,2	1,04	0,83	0,90	0,55	0,39	0,44	0,62
Nombre de mesures réalisées (n)	381	342	369	349	366	264	278	250	226	310
$\sigma/E(\mu_s).100=C.V\%$	46	64	39	39	34	47	28	21	23	44
Précision = $P\%=t.CV\%/ \sqrt{n}$	4,7	6,8	4,0	4,12	3,53	5,77	3,30	2,6	3,0	4,9

Tableau 24 : Influence de la charge sur le coefficient de frottement statique de la fibre E4

La Figure 191 représente sous forme d'histogramme la distribution des valeurs de " μ_s " à différentes charges.

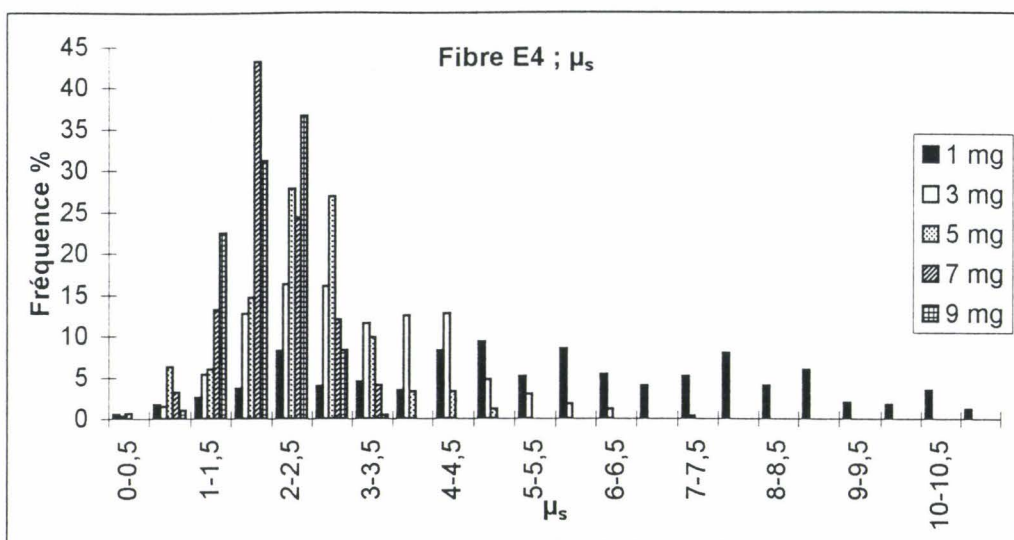


Figure 191 : Influence de la charge sur le coefficient de frottement statique de la fibre E4

D'une manière générale, la moyenne du coefficient de frottement statique tend à diminuer avec une augmentation de la charge. De plus, l'écart type des coefficients de frottement augmente avec une diminution de la charge. Ainsi, pour 1 mg, les valeurs de " μ_s " sont étendues sur un domaine de 0 à 11 ; et à 9 mg elles s'étendent de 0 à 3. Pour les mêmes raisons que celles suggérées pour la fibre de verre A, nous ne pouvons pas attribuer cet écart type à une hétérogénéité des mesures, ni dire qu'à une charge très faible, l'hétérogénéité est très grande.

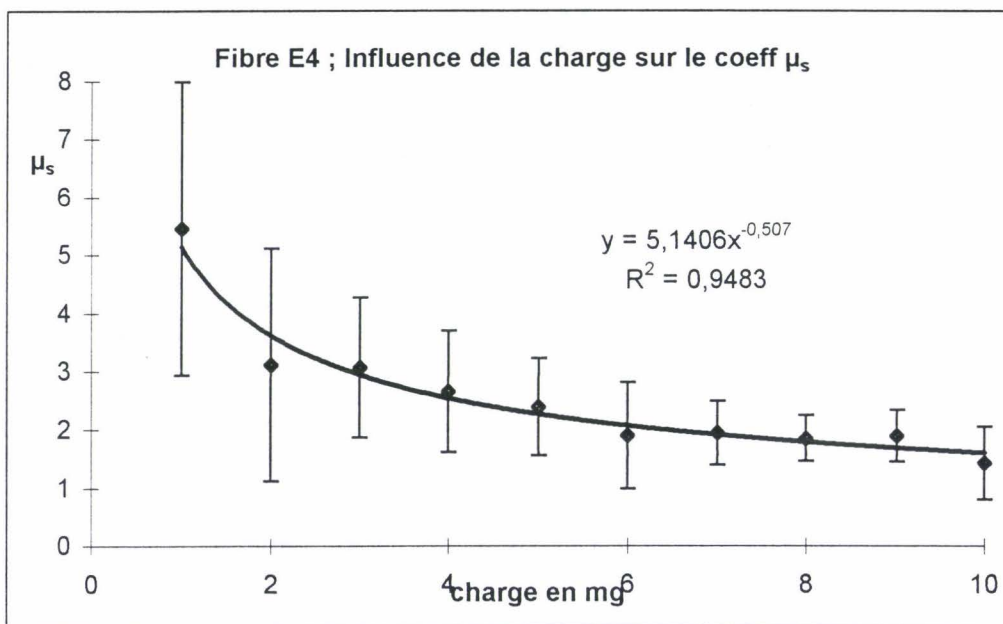


Figure 192 : Evolution de la moyenne du coefficient de frottement statique en fonction de la charge

La courbe ci-dessus (Figure 192) nous montre qu'entre 1 à 7 mg, le coefficient de frottement " μ_s " diminue rapidement et il devient stable à des charges plus élevées (9 à 10 mg). Ces variations de valeurs de coefficient de frottement en fonction de la charge permettent de calculer les paramètres " a ", et " n " de l'équation de Howell :

Nous avons donc tracé $\ln(\mu_s)$ en fonction de $\ln(T_0/r)$ afin de déterminer les indices " a " et " n ".

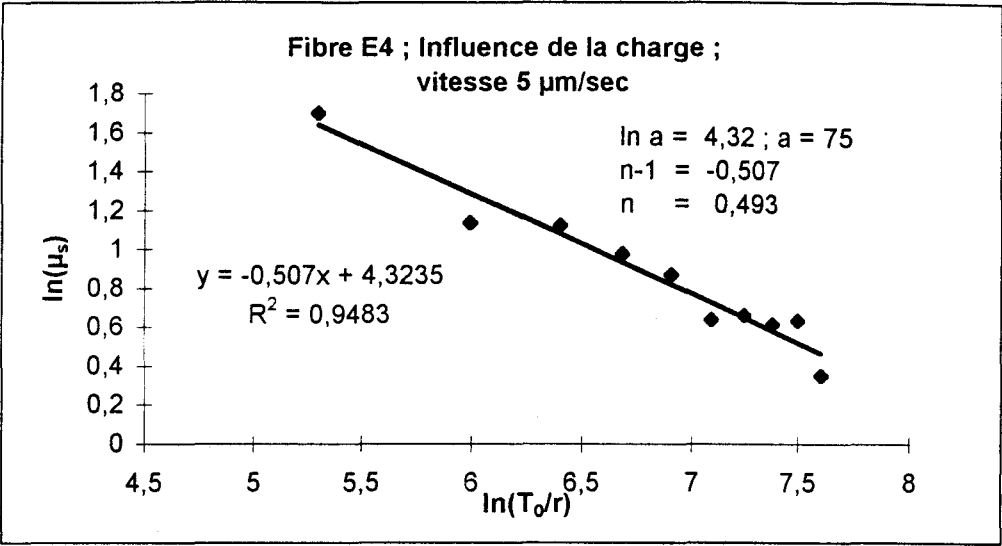


Figure 193 : Recherche des indices "a" et "n"

Après l'analyse de la droite de la Figure 193, nous trouvons les valeurs des indices suivants :

$a = 75$ et $n \sim 0,5$.

Ces valeurs nous amènent à constater que la surface de la fibre E4 a un comportement de type *élastique* ou *viscoélastique*.

III.2.2.3.2. Influence de la charge sur le coefficient de frottement dynamique (μ_k)

Nous avons remarqué qu'à toutes les charges étudiées, le domaine des valeurs de " μ_k " comprend des valeurs négatives comme dans le cas des fibres A ; ces valeurs peuvent être attribuées au rebondissement de la fibre verticale pendant son glissement, après la phase stick. Nous présentons ci-dessous uniquement les valeurs positives de " μ_k " obtenues à des charges variables.

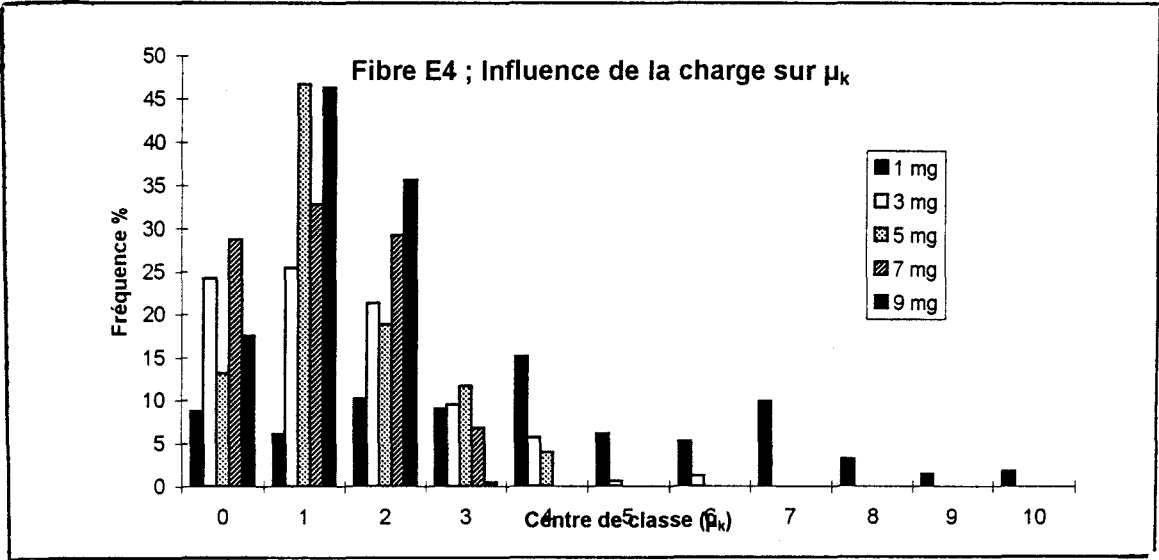


Figure 194 : Fréquence des coefficients de frottement dynamique μ_k en fonction de la charge

Pour les charges supérieures à 1 mg, la classe modale de ce coefficient se situe entre 1 et 2, une valeur qui est plus élevée que celle des fibres de verre A.

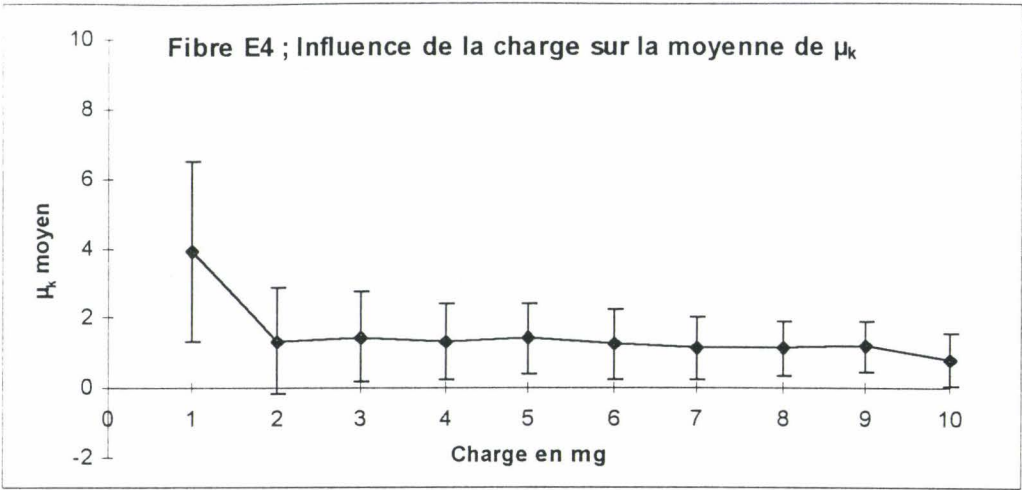


Figure 195 : Moyennes et écarts types des coefficients de frottement dynamique μ_k en fonction de la charge

D'après la Figure 195, nous pouvons remarquer que la moyenne du coefficient dynamique μ_k se situe autour d'une valeur comprise entre 1 et 2, sauf pour le cas où la charge appliquée est de 1 mg. Ce coefficient dynamique est relié au coefficient statique par la relation : $\mu_k = \varepsilon \mu_s$. La valeur de μ_s étant relativement élevée à 1 mg, on peut facilement comprendre pourquoi le coefficient μ_k l'est aussi.

III.2.2.3.3. Influence de la charge sur l'amplitude et la pente des phases stick et sur le travail d'adhésion

D'une manière générale, les pentes et les amplitudes des phases stick varie très peu avec la charge, et par conséquent le travail d'adhésion est sensiblement différent à des charges variables.

Charge (mg)	1	3	5	7	10
Pentes de stick en mg/sec	0,024	0,056	0,04	0,045	0,05
Pentes (α) de stick en mg/ μ m	0,0048	0,0112	0,008	0,009	0,01
Amplitudes moyennes en mg	0,22	0,255	0,244	0,261	0,288
L= Δ Z=déplacement moyen de la fibre horizontale pendant la phase stick (μ m)	45,8	22,8	30,5	29	28,8
Travail d'adhésion en mg. μ m	5,04	2,90	3,72	3,78	4,15

Tableau 25 : Pentes, durées et amplitudes moyennes des phases stick, et le travail d'adhésion à différentes charges

CONCLUSION : Pour les fibres de verre E4, le travail d'adhésion est peu sensible à la charge appliquée. Deux explications sont possibles :

- l'adhésion interfilaire est tellement marquée dans les fibres E4 par comparaison avec les fibres de verre A, que l'influence de la charge est minime.
- l'adhésion interfilaire variant d'un filaire à l'autre, et pour chaque charge un filaire différent étant étudié, il est donc difficile de voir l'évolution du travail d'adhésion avec la charge.

III.2.2.4. INFLUENCE DE L'HUMIDITE RELATIVE SUR LE FROTTEMENT DE LA FIBRE E4

Le graphique présentée par la Figure 86 dans la section II.3.5.3 nous montre que les coefficients de frottement statique sont peu sensibles à la variation de l'humidité relative. La résine époxy est donc très peu sensible aux variations du taux d'humidité relative.

III.2.3. COMPARAISON DU FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DANS LE CAS DES FIBRES DE VERRE A ET E4

La Figure 196 montre de manière très significative la nette différence dans l'allure des courbes de stick-slip des fibres A et E4.

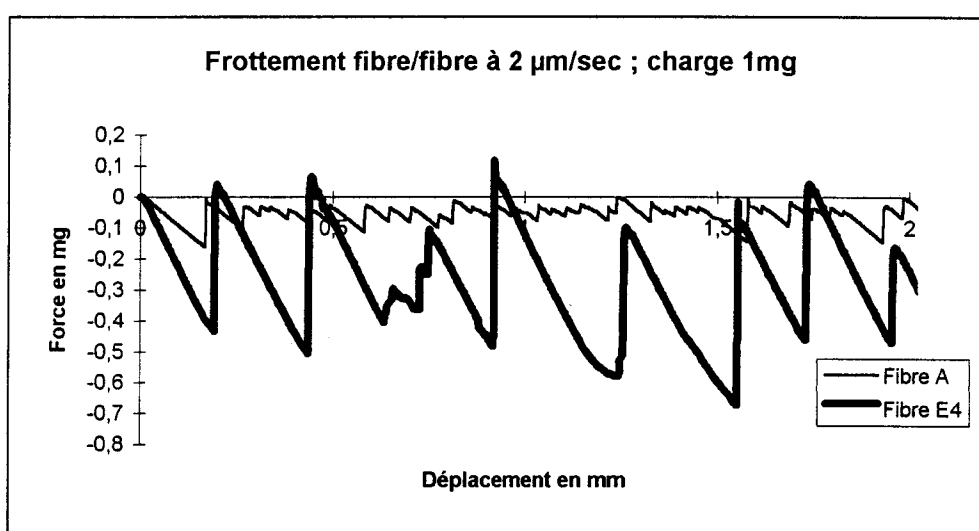


Figure 196 : Comparaison des courbes de frottement des fibres A et E4

Nous pouvons remarquer que les forces de frottement statique et dynamique aussi bien que les amplitudes des phases stick sont beaucoup plus importantes dans le cas de la fibre E4.

La Figure 197 montre la distribution des amplitudes à 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$, avec une valeur modale comprise entre 0,2 et 0,3 mg pour la fibre E4 et d'environ 0,05 mg pour la fibre de verre A.

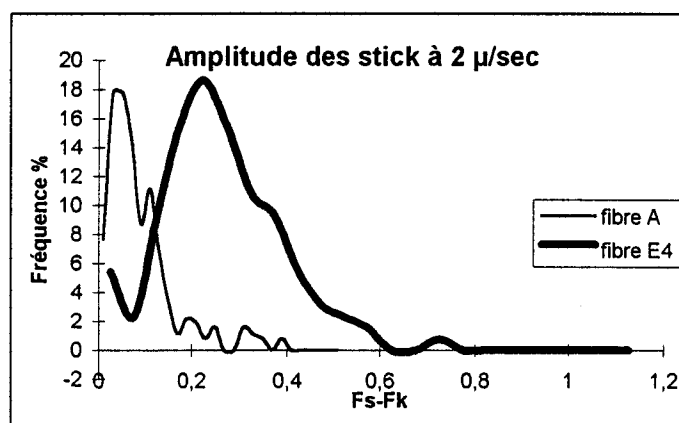


Figure 197 : Comparaison des courbes de fréquence des amplitudes des phases stick des fibres A et E4

Les amplitudes des phases stick pour les deux fibres varient très peu avec la vitesse de frottement mais augmentent très légèrement avec la charge appliquée (voir Figure 198).

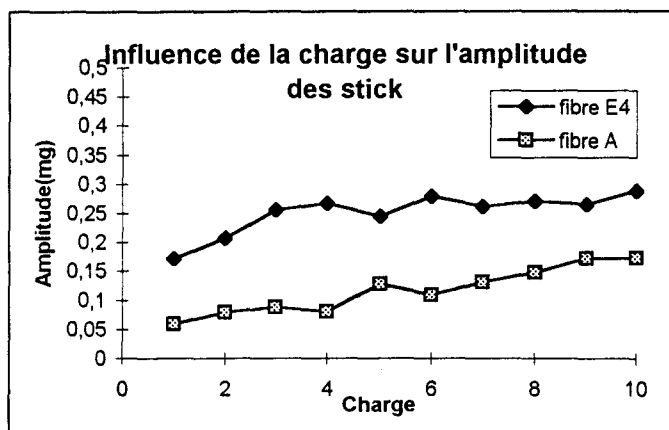


Figure 198 : Amplitudes des phases stick en fonction de la charge et de la fibre étudiée

◇ Comparaison des amplitudes de stick avec les résultats de "PULL-OFF"

Nous pouvons comparer les amplitudes des phases stick avec les résultats des mesures de "pull-off" : la force d'adhésion " F_{ad} " mesurée est telle que :

$$F_{ad}(\text{fibre A}) = 0,8 \mu\text{N} < F_{ad}(\text{Fibre E4}) = 2 \mu\text{N}$$

La force d'adhésion entre les fibres de verre E4 est au moins deux fois plus importantes que celle des fibres A. L'agent liant époxy apporte plus de cohésion entre les fibres que l'amidon. Cela peut être expliqué en partie par l'énergie de surface (γ) des fibres, mesurée par tensiométrie qui est plus grande dans le cas des fibres E4 :

$$\gamma_R(\text{fibre A}) = 40 \text{ mN/m} < \gamma_R(\text{fibre E4}) = 50,6 \text{ mN/m}$$

Nous pouvons recalculer le rayon d'après la relation de DMT ($F_{ad} = 4\pi R\gamma$). Nous trouvons que le rayon de la fibre A est égale à $4,1 \mu\text{m}$ et celui de la fibre E4 est égale à $8,4 \mu\text{m}$, alors que le rayon des fibres réel est $5 \mu\text{m}$ pour les deux fibres. Pour la fibre A, le rayon recalculé est plus proche du rayon réel. Avec la fibre E4, le rayon recalculé est beaucoup plus élevé que celui attendu. Ceci est vraisemblablement dû à la nature très molle de la résine (comme le confirme les essais réalisés par AFM en mode contact) et donc à une surface de contact beaucoup plus grande.

◇ pentes des phases stick en fonction de l'agent liant et de la vitesse

Vitesses	Fibre A (amidon)	Fibre E4 (époxy)
2 $\mu\text{m/sec}$	0,00065 mg/ μm	0,0014-0,0018 mg/ μm
5 $\mu\text{m/sec}$	0,004-0,006 mg/ μm	0,004-0,008 mg/ μm

Tableau 26 : Pentes des phases stick en fonction de l'agent liant et de la vitesse

A une vitesse de $5 \mu\text{m/sec}$, les pentes des phases stick sont quasiment les mêmes pour les deux fibres, cependant à une vitesse plus faible ($2 \mu\text{m/sec}$), la disparité dans les pentes se font apparaître et pourrait être attribuée à la nature de l'ensimage. De

plus, pour la fibre E4, la pente varie selon le filament prélevé. Or, les études d'AFM montrent que le module de Young de l'ensimage de la fibre E4, varie suivant le filament et que ce module est fonction du taux de réticulation de la résine époxy. Vraisemblablement, nous sommes amenés à penser que la variation de la pente de la phase d'adhésion d'un filament à un autre dans le cas de la fibre E4, est due à une variation de module de Young de l'ensimage. Ceci voudrait dire que suivant leur emplacement dans le fil multifilamentaire E4, les filaments auront un ensimage qui n'aura pas été soumis aux mêmes conditions.

◇ **Travail d'adhésion pendant les phases stick en fonction de l'agent liant et de la vitesse**

Vitesses	Fibre A (amidon)	Fibre E4 (époxy)
2 $\mu\text{m/sec}$	650 $\mu\text{g}.\mu\text{m}$	16000 $\mu\text{g}.\mu\text{m}$
5 $\mu\text{m/sec}$	900 $\mu\text{g}.\mu\text{m}$	4000 $\mu\text{g}.\mu\text{m}$

Tableau 27 : Travail d'adhésion (à 1 mg) en fonction de la fibre et de la vitesse

Pour la fibre de verre A, quelle que soit la vitesse de frottement, le travail d'adhésion est du même ordre. Par contre, pour la fibre E4, ce travail est environ quatre fois plus important à une vitesse plus faible (2 $\mu\text{m/sec}$). Dans le cas de la fibre E4, comme le travail d'adhésion varie avec la vitesse, il est probable que des effets tel que la viscoélasticité intervienne avec une dissipation visqueuse due probablement aux réorganisations des molécules d'ensimage aux points de contact. A une vitesse plus faible (2 $\mu\text{m/sec}$) l'effet viscoélastique serait plus importante [103], car les molécules ont un temps suffisant pour se réorganiser. A une vitesse plus élevée (5 $\mu\text{m/sec}$), le cisaillement de la jonction fibre/fibre est trop rapide pour permettre une réorganisation moléculaire.

II.2.4. CONCLUSION GENERALE SUR LE FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DE VERRE A ET E4

◇ Coefficient de frottement

L'exploitation des courbes de stick-slip des deux fibres révèlent une hétérogénéité des valeurs de coefficients de frottement statique " μ_s " et dynamique " μ_k ". Dans le cas des fibres de verre A, ces hétérogénéités sont de types physiques et chimiques ; et d'un filament à un autre on retrouve à peu près la même distribution des coefficients de frottement. Pour les fibres E4, au contraire, l'hétérogénéité n'est que du type physique, et d'un filament à un autre les résultats varient énormément.

Le coefficient de frottement varie très peu avec la vitesse, par contre il diminue lorsque la charge augmente. Les données de μ_s en fonction de la charge permettent de calculer les indices caractéristiques "a" et "n" de l'équation de Howell. Ainsi, pour la fibre A : $n=0$ et pour la fibre E4 : $n=0,5$, indiquant un comportement élastique de l'ensimage à base de l'agent liant époxy.

◇ Amplitudes, durées et pentes des phases stick, le travail d'adhésion

Pour les deux fibres étudiées, les amplitudes des phases stick de la fibre E4 sont supérieures à celles des fibres A. Ceci implique que l'adhésion interfilaire est plus élevée dans les fibres E4. Ces résultats sont en concordance avec ceux des mesures de pull-off où l'on a aussi constaté une force de pull-off plus élevée pour les fibres E4.

Une augmentation de vitesse ne fait pas varier les amplitudes. Cependant une augmentation de charge fait croître légèrement les amplitudes des phases stick.

En ce qui concerne les durées des phases stick, celles-ci sont proportionnelles aux amplitudes des stick, à une charge et vitesse constante. D'ailleurs, la pente de la phase stick (en mg/ μm) reste toujours constante. Cette pente varie en fonction de la vitesse, de la charge et de la nature de l'ensimage.

Le travail d'adhésion qui dépend de la pente et durée des phases stick, est quasiment le même pour la fibre A quelle que soit la vitesse. Cependant pour la fibre E4, ce travail est au moins quatre fois plus important à 2 $\mu\text{m}/\text{sec}$ que celui à 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$. Nous attribuons cette variation du travail d'adhésion avec la vitesse à des effets viscoélastiques de la surface de la fibre E4.

4^{EME} PARTIE

TRIBOLOGIE DES FIBRES DE POLYPROPYLENE

IV.1. INTRODUCTION

L'objectif de cette étude est de pouvoir étudier des fibres que nous avons enduites de lubrifiants. Pour cela il était nécessaire de se procurer des fibres pures, c'est à dire désensimées. Les fibres de verre désensimées ayant une haute énergie de surface, se polluent rapidement ; le choix de la fibre de polypropylène s'est imposé naturellement du fait de sa faible énergie de surface.

Les fibres de polypropylène ont été étudiées par les techniques de:

1-Frottement fibre/fibre

2-Frottement fibre/carde

3-"Pull-off"

Toutes les mesures de frottement ont été réalisées à une vitesse de 5 $\mu\text{m}/\text{sec}$, un taux d'humidité de 45% et à une charge de 200 mg. Nous avons augmenté la charge au bout de la fibre verticale, car la fibre de polypropylène a un diamètre plus élevé (50 μm) par rapport aux fibres de verre (10 μm), et de plus, elle a un aspect ondulé. Expérimentalement, cette charge de 200 mg est suffisante pour bien tendre la fibre de polypropylène.

Nous avons dans un premier temps analysé des fibres de polypropylène désensimées (par la méthode décrite dans la II.1.3.4.2) et des fibres enduites par différents lubrifiants textiles :

> Deux huiles :

1-stéarate d'alkyl hydroxylé (stéarate AH)

2-oléate d'alkyl hydroxylé (oléate AH)

>Trois tensioactifs:

1-dioléate éthoxylé 10 OE

2-dioléate éthoxylé 15 OE

3-trioléate éthoxylé 20 OE

L'épaisseur de chaque constituant a été contrôlée, grâce à la méthode de dépôt décrite précédemment (II.1.3.4.2.c).

IV.2. ETUDE DE FROTTEMENT FIBRE/FIBRE

IV.2.1. ETUDE TRIBOLOGIQUE DE LA FIBRE DE POLYPROPYLENE PUR

Nous allons présenter deux courbes typiques obtenues pendant le frottement des fibres en polypropylène pur (PP pur).

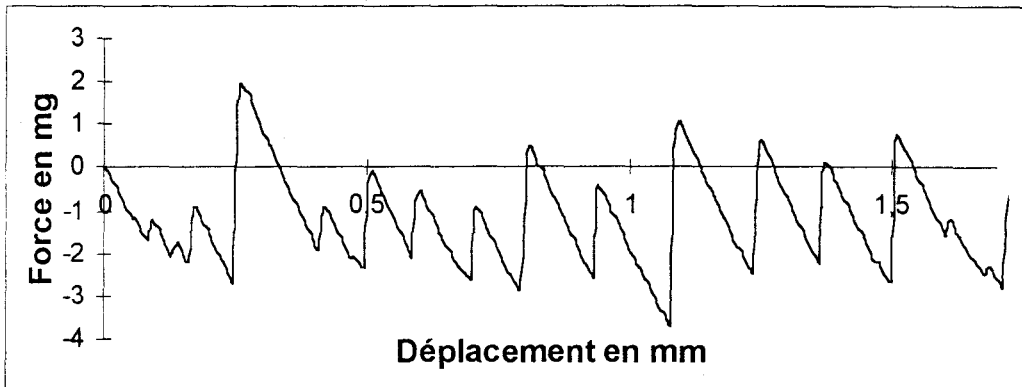


Figure 199 : Allure d'une courbe de frottement fibre/fibre du PP pur

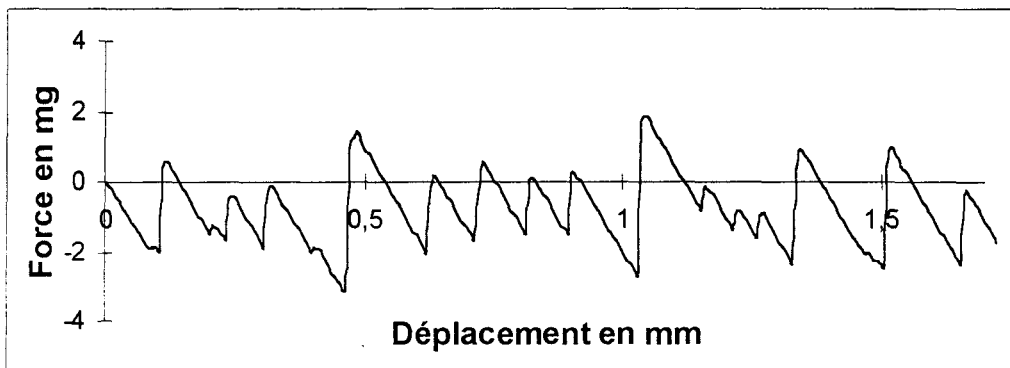


Figure 200 : Allure d'une courbe de frottement fibre/fibre du PP pur

Les allures de ces deux courbes de frottement du polypropylène pur semblent moins hétérogènes que celles des fibres de verre. Nous avons réalisé des mesures sur sept filaments différents, et nous allons les présenter en forme d'histogrammes afin d'étudier la variation des paramètres tels que le coefficient de frottement statique " μ_s ", les amplitudes des phases stick et le nombre de stick-slip/mm.

IV.2.1.1. ETUDE DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT STATIQUE (μ_s)

L'histogramme des coefficients de frottement statique de la Figure 201 montre que l'étendue des valeurs de ce paramètre est assez grande. La moyenne de " μ_s " est 0,28 et l'écart type vaut 0,13. Cette distribution peut être attribuée à une hétérogénéité physique de la surface de la fibre de PP pur, qui a d'ailleurs été caractérisée par des études de mouillage [55]. Des images topographiques de la fibre de PP pur, réalisées par la microscopie à force atomique, confirme que la surface de cette fibre est

rugueuse. Une image typique de la surface de cette fibre est illustrée dans la Figure 202, où l'on a pu remarquer la présence des grosses bosses de part et d'autre de la fibre.

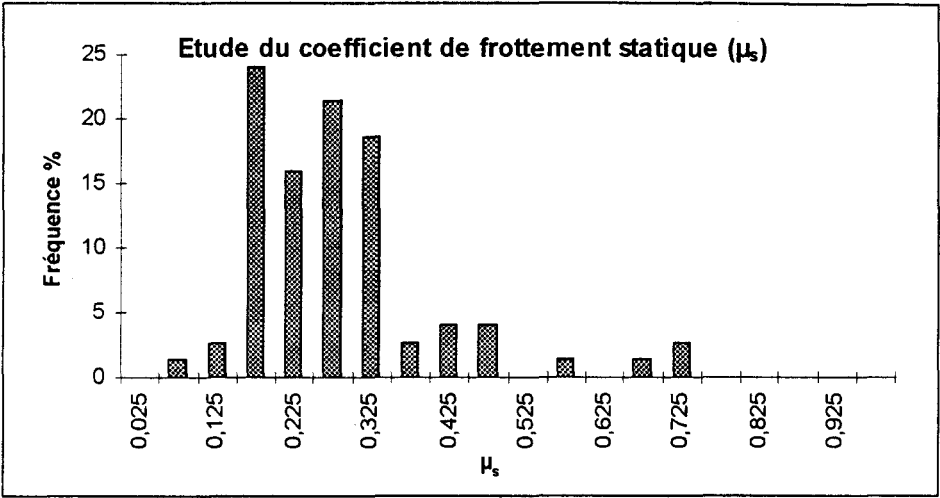


Figure 201 : Histogramme illustrant les variations du coefficient de frottement statique (μ_s) sur sept filaments

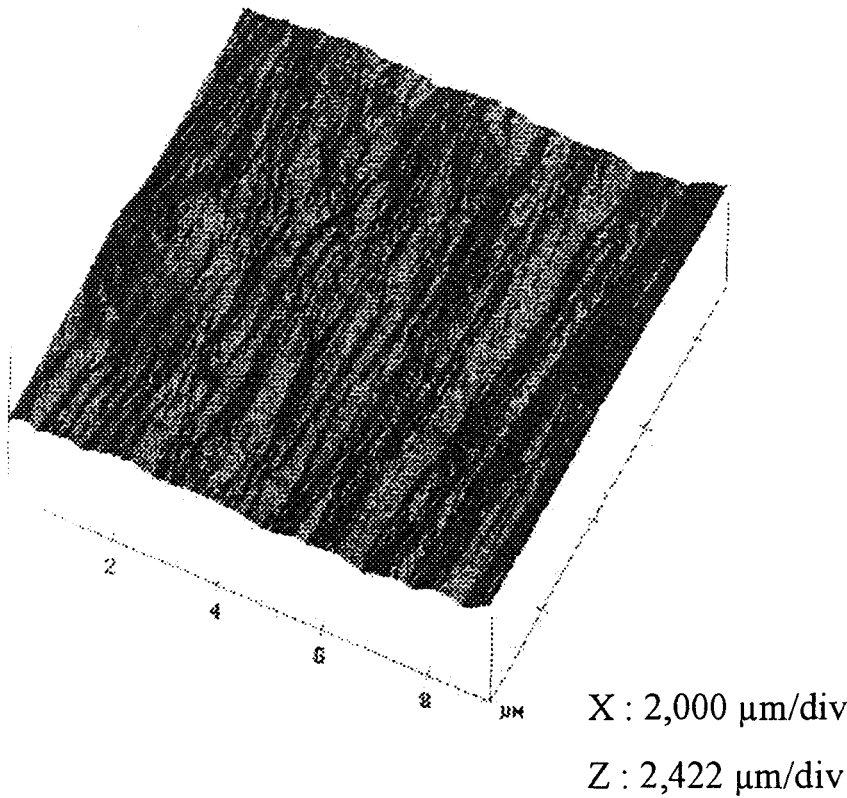


Figure 202 : Image topographique du polypropylène pur

IV.2.1.2. ETUDE DES AMPLITUDES ET DES FREQUENCES DES PHASES STICK

➤ Amplitudes des phases stick

L'histogramme de la distribution des valeurs des amplitudes des phases stick pendant le frottement fibre/fibre nous montre que l'étendue des valeurs d'amplitudes varie entre 0 et 4,5 mg. Celles-ci sont des valeurs plus importantes que celles des fibres de verre ensimées étudiées précédemment, pour lesquelles la valeur maximum d'amplitude enregistrée était autour de 0,8 mg.

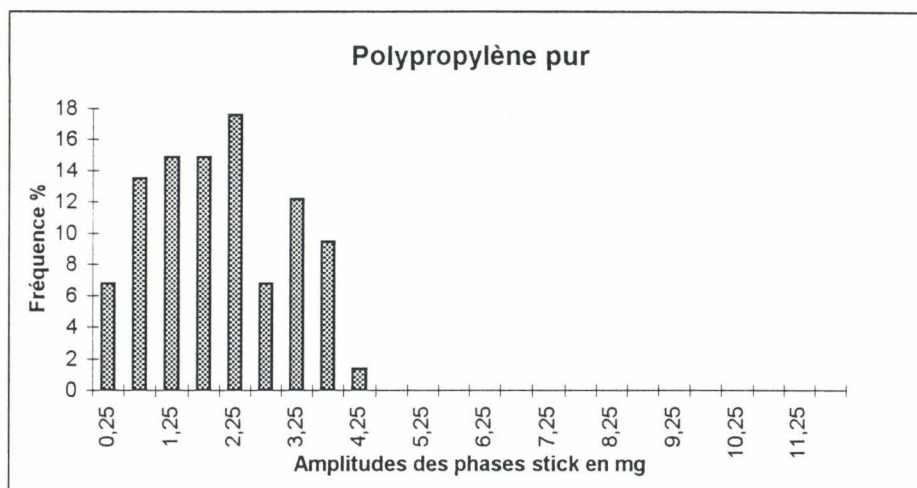


Figure 203 : Histogramme de distribution des amplitudes des phases stick

➤ Le nombre de stick-slip/mm (fréquence) et les pentes des phases stick

En moyenne, sur tous les essais réalisés, le nombre de stick observé sur les courbes est d'environ 8 à 10 par mm. Ce nombre est, en effet, dépendant des amplitudes et de la pente des phases stick comme pour les fibres de verre.

Le Tableau 27 donne les valeurs des pentes ainsi que le coefficient de corrélation correspondant, pour des essais réalisés sur cinq filaments de PP pur.

N° du filament	Nombre de stick-slip / mm	Pente en mg/sec	Coefficient de corrélation
1	9	0,12	0,96
2	10	0,11	0,96
3	11	0,11	0,98
4	9	0,11	0,97
5	10	0,11	0,91

Tableau 27 : Pente et nombre de stick-slip par mm, suivant la fibre de PP pur étudiée

Contrairement aux fibres de verre A et E4, qui présentaient des mauvais coefficients de corrélation ou des pentes variables selon l'essai réalisé, la fibre de polypropylène présente une pente de stick quasiment identique (0,11 et 0,12 mg/sec) quel que soit le filament étudié (Figure 204). Nous pouvons donc conclure que les fibres de PP pur sont homogènes entre elles.

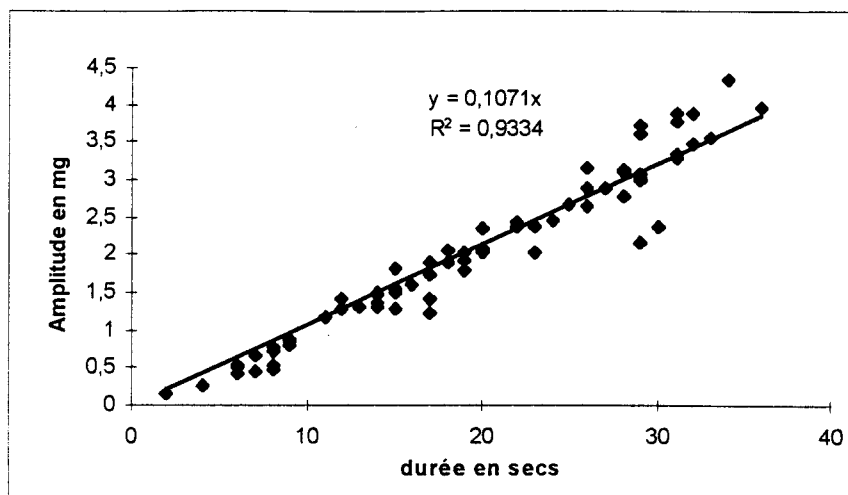


Figure 204 : Amplitudes et durées des phases stick des tous les filaments étudiés

Comme la pente de la phase stick reste toujours constante, le nombre de stick-slip/mm est alors uniquement dépendant de l'amplitude des phases stick, qui dépend évidemment de l'adhésion ou plutôt de la cohésion interfibre.

IV.2.1.3. COMPARAISON DU FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DU POLYPROPYLENE PUR AVEC LES FIBRES DE VERRE ENSIMÉES

Nous pouvons comparer les paramètres des phases stick de polypropylène pur avec ceux des fibres de verre ensimées.

Par comparaison aux fibres de verre, les fibres de PP pur présentent une pente cinq fois plus grande, et des amplitudes de stick cinq à dix fois plus élevées (voir Tableau 28). Ainsi le travail d'adhésion (pendant la phase stick) calculé est de 25 à 125 fois supérieure à celui des fibres de verre. Ce travail ne peut pas être caractéristique de l'ensimage dans ce cas, car le polypropylène est désensimé. La valeur plus élevée de ce travail d'adhésion dans le cas du PP pur est vraisemblablement dû au diamètre plus élevé de la fibre de polypropylène, et donc une surface de contact théorique plus grande (28,3 μm^2) par rapport aux fibres de verre.

Vitesse (5 $\mu\text{m}/\text{sec}$)	Fibre de polypropylène pur	Fibre de verre A	Fibre de verre E4
Pente moyenne des phases stick en $\text{mg}/\mu\text{m}$	0,022	0,004-0,006	0,004-0,008
Etendue des valeurs des amplitudes en mg	0-4,5	0-0,4	0-0,8
Travail d'adhésion en $\mu\text{g}\cdot\mu\text{m}$	110 000	900	4 000
Surface de contact fibre/fibre (DMT) en μm^2	28,3	0,2	0,2

Tableau 28 : Comparaison de la pente moyenne, du travail d'adhésion, des amplitudes de stick-slip et de la surface de contact des fibres de polypropylène et des fibres de verre (la surface de contact théorique est calculée par la théorie de DMT)

IV.2.1.4. CONCLUSION SUR LE FROTTEMENT FIBRE/FIBRE DU POLYPROPYLENE PUR

Le phénomène de stick-slip en absence d'un lubrifiant est dû aux imperfections de la surface de la fibre de polypropylène pur, comme décrit par Rabinowicz [20]. Celles-ci conduisent à un stick-slip irrégulier et donc à une variation des paramètres de frottement (" μ_s " et amplitudes des stick). Les images réalisées par l'AFM confirment la nature rugueuse de la surface de PP pur. Cependant, d'une fibre à l'autre, la pente des phases stick varie très peu, donc les fibres sont homogènes entre elles. La grande disparité du travail d'adhésion pendant la phase stick, par rapport aux fibres de verre peut être attribuée à la plus grande surface de contact entre les fibres de PP pur qui ont un diamètre plus important que les fibres de verre.

IV.2.2. ETUDE DE FROTTEMENT DES FIBRES DE POLYPROPYLENE ENDUITES PAR DES HUILES

Nous allons présenter les courbes de frottement fibre/fibre des fibres enduites d'une part avec de l'oléate d'alkyl hydroxylé et d'autre part de stéarate d'alkyl hydroxylé (Figures 205 et 206).

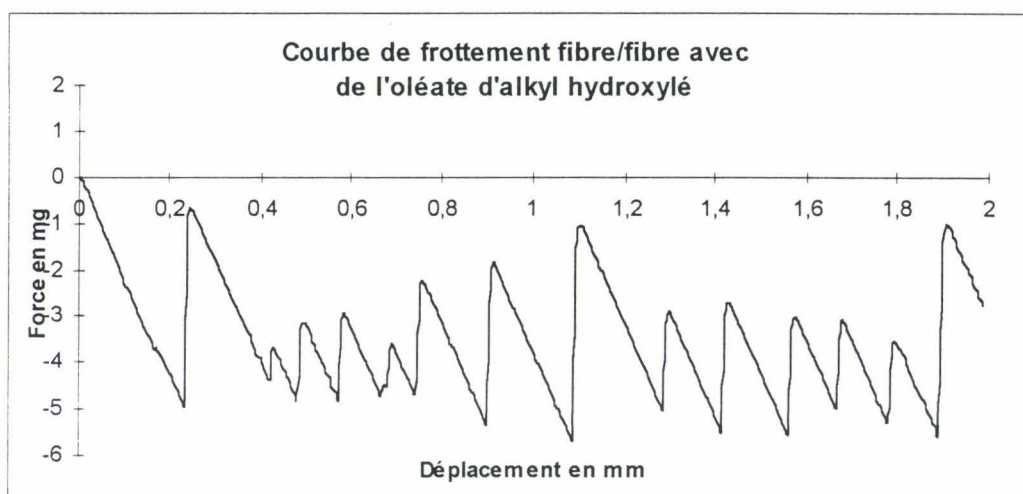


Figure 205 : Allure d'une courbe de frottement fibre/fibre en présence de l'oléate d'alkyl hydroxylé

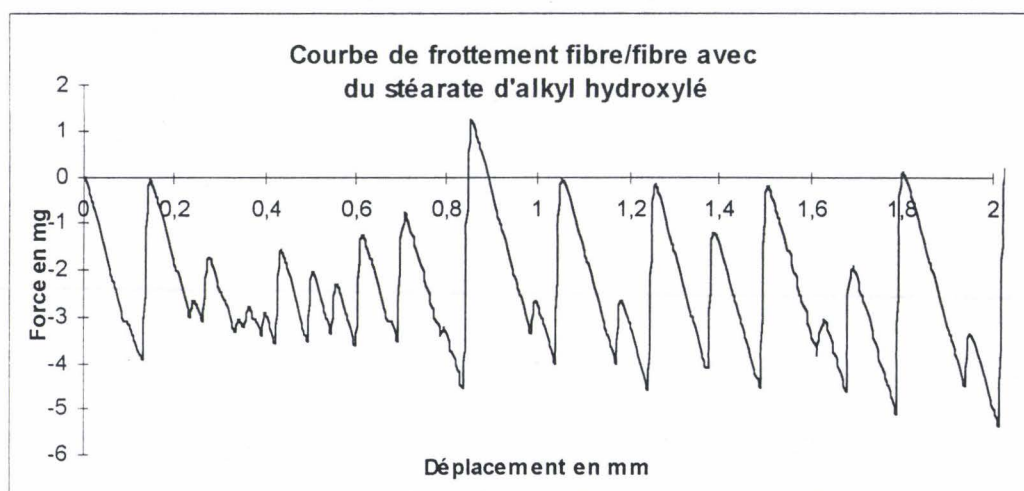


Figure 206 : Allure d'une courbe de frottement fibre/fibre en présence du stéarate d'alkyl hydroxylé

Il est surprenant d'apercevoir que le phénomène de stick-slip apparaît malgré l'application d'un lubrifiant. Il est vrai que ce phénomène peut avoir lieu dans le cas des films très minces (deux à trois couches moléculaires) confinés entre deux surfaces par des transitions de phases, comme l'a décrit Israelachvili [13] [15]. Or, dans notre cas, il y a une épaisseur assez importante d'huile ($2 \times 0,14 \mu\text{m}$ (voir II.1.3.4.2d)) entre deux surfaces fibreuses. Celle-ci correspond à environ quatre-vingt (80) couches moléculaires, lorsque la position des molécules est perpendiculaire par rapport à la fibre ; chaque molécule d'huile contient 24 liaisons C-C dont la dimension est de $1,5 \text{ \AA}$.

Il faut néanmoins souligner que la vitesse de frottement ($5 \mu\text{m/sec}$) et la viscosité des huiles utilisées (12 à 16 m.Pa.sec) sont très faibles. La pression exercée au point de contact est telle que :

* F_z = la force appliquée est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-3} \text{ N} / \sin 2,3^\circ$,

* la surface de contact "A" calculée = $2,83 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2$;

* et la pression au point de contact $1,76 \cdot 10^9 \text{ N/m}^2$ est très élevée.

Ce sont tous des facteurs qui déterminent la distance d'approche et donc le type de lubrification (limite ou hydrodynamique : voir I.5.2). Nous sommes très probablement dans le cas de la lubrification limite ou semi-limite où le phénomène de stick-slip peut avoir lieu.

Dans ces conditions, nous pouvons calculer le temps qu'il faut pour que l'épaisseur initiale de lubrifiant ($h(0)$) se réduise à $100 \text{ \AA}$ (équivalent à environ trois couches moléculaires d'huile) et à $10 \text{ \AA}$ respectivement, sous une pression de $1,76 \cdot 10^9 \text{ N/m}^2$.

D'après la relation de Persson [21] (I.1.5.3.1) :

$$\frac{1}{h^2(t)} - \frac{1}{h^2(0)} = \frac{4t\sigma_0}{3\eta a^2}$$

"a" est le rayon de surface en contact, séparé d'un lubrifiant d'épaisseur "h". Si l'on applique une force " F_z ", la séparation "h" varie avec le temps : $h(t)$; $h(0) = 0,26$ - $0,36 \mu\text{m}$. $\sigma_0 = F_z/\pi a^2$ et η est la viscosité du lubrifiant.

	viscosité η (mPa sec)	$h(0)$ en μm	Temps en secs ($h(t)=100$ Angström)	Temps en secs ($h(t)=10$ Angström)
stéarate AH	16	0,28	$6,0 \cdot 10^{-7}$	$6,0 \cdot 10^{-5}$
oléate AH	12	0,28	$4,6 \cdot 10^{-7}$	$4,6 \cdot 10^{-5}$

Tableau 29 : Temps d'amincissement théorique des films d'huiles

Théoriquement donc, dans notre échelle de temps, le passage d'une épaisseur de lubrifiant d'environ $0,28 \mu\text{m}$ à environ $10 \text{ \AA}$ est quasiment instantané et le phénomène de stick-slip par des transitions de phase est susceptible d'apparaître.

En effet, la distance minimum d'approche des deux surfaces est fonction de $V \cdot \eta / p$ (V : vitesse ; η : viscosité ; p : pression). Par conséquent si la vitesse et la viscosité sont faibles, et la pression élevée, la séparation des surfaces peut être inférieure à la hauteur des aspérités de la surface. Cela signifie qu'au point d'approche

minimum, les surfaces peuvent être séparées par une couche relativement mince de lubrifiant ; le phénomène de stick-slip peut apparaître par exemple par des phénomènes de transition de phases (comme l'a montré Israelachvili, voir I.3.2.3).

Pour mieux comprendre la lubrification par des huiles des fibres de PP, nous allons exploiter ces courbes de stick-slip de la même manière que celle utilisée pour les fibres de PP pur : par des histogrammes de " μ_s " et d'amplitudes des phases stick.

IV.2.2.1. ETUDE DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT STATIQUE (μ_s)

Malgré l'application des huiles, nous constatons que les valeurs de μ_s sont hétérogènes (Figure 207). La distribution statistique des valeurs de " μ_s " fait apparaître dans le cas de l'oléate une double distribution. La première distribution pour laquelle le coefficient de frottement statique " μ_s " est comprise entre 0 à 0,5 correspond à la distribution de " μ_s " polypropylène pur (Figure 201), alors que la deuxième distribution pour laquelle " μ_s " est comprise entre 0,5 et 0,75, peut être attribuée au frottement en présence de l'oléate.

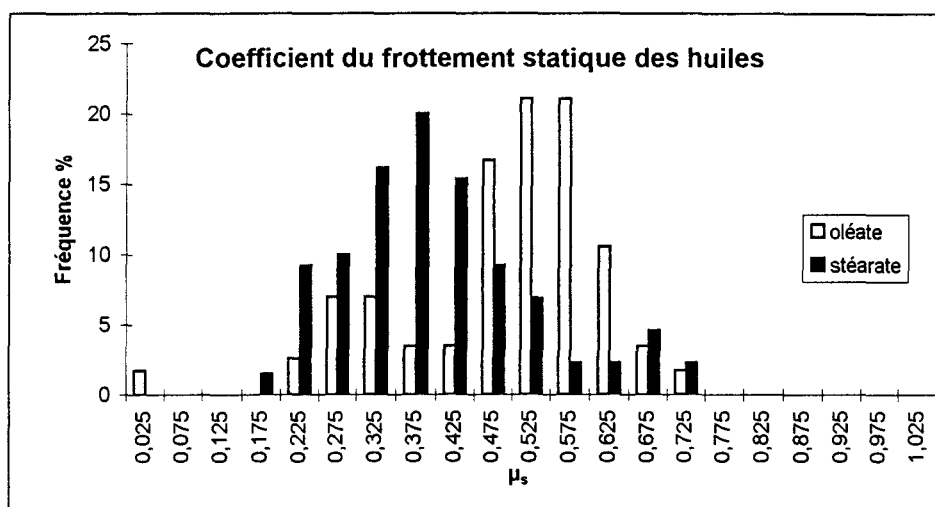
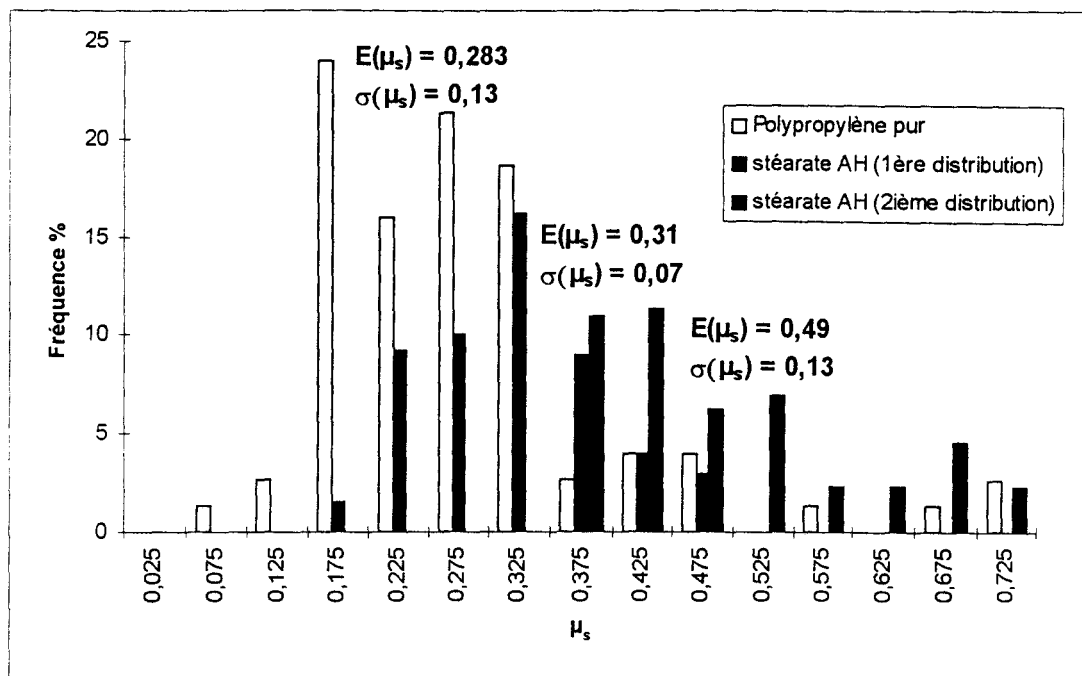


Figure 207 : Influence des huiles sur la distribution des coefficients de frottement statique pendant le frottement fibre/fibre.

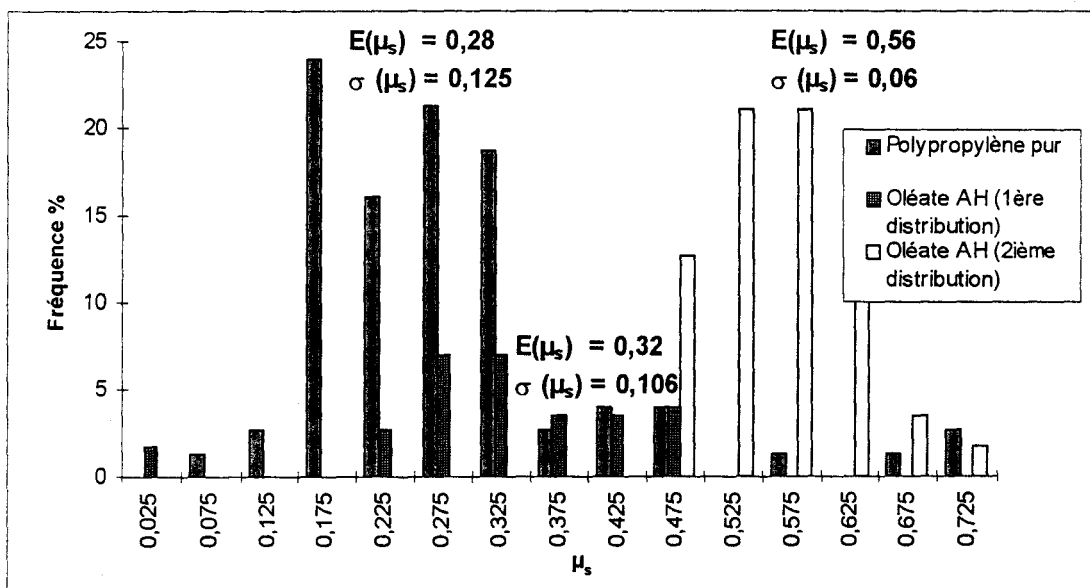
L'histogramme de la Figure 208 montre plus clairement cette double distribution ; et nous nous apercevons que la moyenne de la première distribution des valeurs de " μ_s " de l'oléate s'approche de celle du polypropylène pur (Tableau 30).

	polypropylène pur	1 ^{ère} distribution de l'oléate AH	2 ^{ème} distribution de l'oléate AH
μ_s moyen	0,28	0,32	0,56
écart type	0,13	0,11	0,06

Tableau 30 : Moyennes et écarts types des distributions de " μ_s " de la fibre de polypropylène pur et celle enduite de l'oléate d'alkyl hydroxylé



Dans le cas du stéarate, l'histogramme de la Figure 207 ne permet pas de bien visualiser ces deux types de contacts. Par contre, l'histogramme de la Figure 209 fait apparaître deux distributions du coefficient " μ_s " pour la fibre enduite de stéarate AH.



	polypropylène pur	1 ^{ère} distribution du stéarate AH	2 ^{ème} distribution du stéarate AH
μ_s moyen	0,28	0,31	0,49
écart type	0,13	0,07	0,13

Tableau 31 : Moyennes et écarts types des distributions de μ_s de la fibre de polypropylène pur et celle enduite de stéarate d' alkyl hydroxylé

D'après ces résultats (Figure 209 et Tableau 31), nous pouvons constater que comme pour l'oléate, des contacts de surfaces de type polypropylène pur/polypropylène pur, ont lieu malgré l'application d'huile de stéarate.

➤ DISCUSSIONS GENERALES

L'analyse des courbes brutes de frottement fibre/fibre nous avait montré que des phénomènes de stick-slip apparaissent même en présence d'huile à cause de l'amincissement du film possible dans les conditions d'essais réalisés (pression élevée, viscosité et vitesse faibles). Cependant, l'exploitation des coefficients de frottement nous fait apparaître qu'il y a des contacts de type PP pur/PPpur en dépit de la présence d'un lubrifiant.

Trois hypothèses peuvent être émises pour expliquer l'apparition de la distribution de " μ_s " correspondant à celle de fibres de PP pur :

1. Le lubrifiant est distribué d'une manière hétérogène à la surface de la fibre de PP.
2. Sous l'effet de la pression, il peut y avoir amincissement suivi d'une rupture du film de lubrifiant, ce qui fait que des surfaces de PP pur soient en contact.
3. Les 'hauteurs' des aspérités de surface de la fibre sont plus importantes que l'épaisseur du lubrifiant.

Nous pouvons rejeter la première hypothèse, car des études de mouillage montrent qu'il y a mouillage total du polypropylène par les lubrifiants utilisés [55], le coefficient d'étalement $S > 0$.

Quant à la deuxième hypothèse, nous pouvons nous interroger sur l'effet de la pression sur la lubrification. Même si cette pression est suffisante pour induire un amincissement du film et donc l'apparition des phénomènes de stick-slip, elle n'induirait pas nécessairement une rupture du film par un seul passage de frottement (fibre/fibre).

La troisième hypothèse est la plus probable puisque les images topographiques de la surface de la fibre PP pur, confirment que la valeur de R_{max} (écart entre le plus haut sommet et le creux le plus profond) mesurée est de $0,96 \mu m$; ce qui est une valeur plus importante que l'épaisseur du lubrifiant ($\sim 0,28 \mu m$). Les signaux en mode AFM (topographie) de la Figure 210 nous montre une aspérité de la surface du PP pur, dont la hauteur est d'environ $1 \mu m$. Donc, malgré le mouillage total du PP par les lubrifiants, il y aurait des endroits de PP pur qui seraient démunis d'huile. Très récemment, H.S. Cheng et al. [104] ont démontré que pour un faible rapport d'épaisseur du film par rapport à la rugosité de surface, les contacts des aspérités sont importants.

Mode AFM

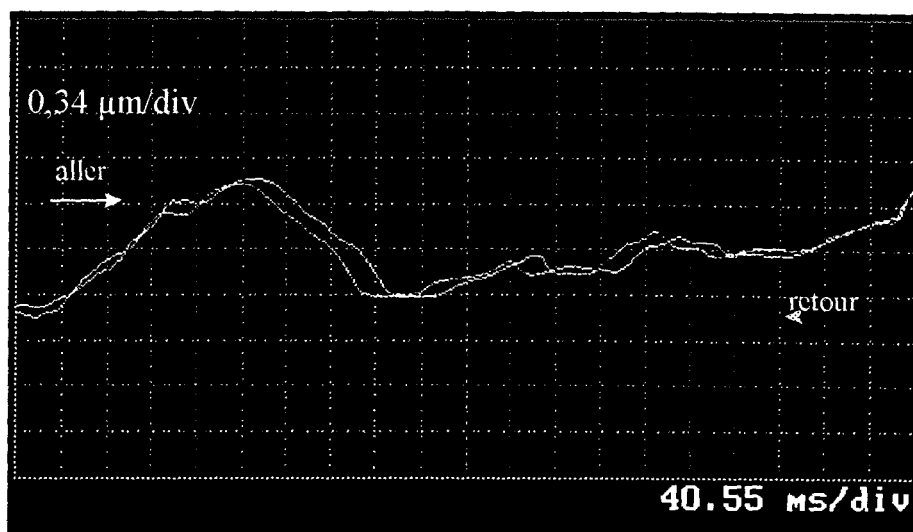


Figure 210 : Fibre PP pur, signaux d'AFM

Comparaison des deux huiles

Les deux huiles oléate AH et stéarate AH augmentent le coefficient de frottement statique de la fibre de polypropylène de 0,28 à 0,56 et 0,49 respectivement. A une charge identique de 200mg, cette augmentation de " μ_s " peut être attribuée à une augmentation d'adhésion entre les deux fibres en contact, en présence d'huile. L'oléate AH (μ_s moyen = 0,56) apporterait donc plus de cohésion interfilamentaire que le stéarate (μ_s moyen = 0,49). Nous allons donc étudier de plus près l'influence de ces huiles sur l'adhésion en analysant les amplitudes et les fréquences des stick-slip pendant le frottement fibre/fibre.

IV.2.2.2. ETUDE DES AMPLITUDES ET DES FREQUENCES DES PHASES STICK

➤ Amplitudes des phases stick

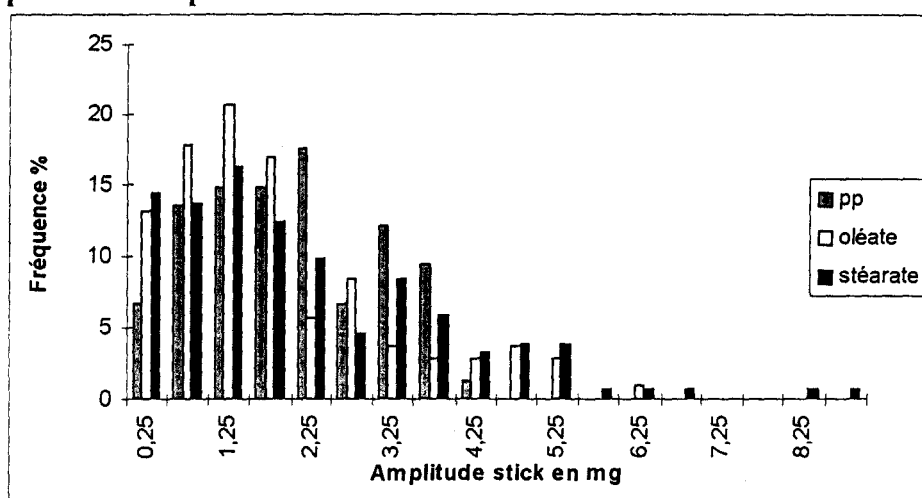


Figure 211 : Influence des huiles sur les distributions des amplitudes des phases stick pendant le frottement fibre/fibre

La Figure 211 montre que l'enduction avec les deux huiles fait apparaître des amplitudes de stick plus grandes en comparaison avec le PP pur. Nous pouvons donc confirmer que ces huiles augmentent la cohésion fibre/fibre du polypropylène.

➤ Le nombre de stick-slip et les pentes de la phase stick

En moyenne, le nombre de stick-slip par mm passe de 10 sur le PP pur à environ 7, après l'application des huiles. Ceci est en accord avec les résultats des amplitudes. Plus les amplitudes augmentent, plus la durée de la phase stick augmente et donc, plus le nombre de stick/mm est faible, car la pente de la phase stick est quasiment constante (voir Tableau 32).

	polypropylène	Oléate AH	stéarate AH
Nombre de st.sl/mm	10	6-7	6-7
Pente stick en mg/mm	0,11-0,12	0,09-0,11	0,09-0,11
Pente stick en mg/μm	0,022	0,020	0,024
Déplacement moyen de la fibre verticale pendant la phase stick en μm	100	154	154
Travail d'adhésion μg.μm	110 000	237 160	237 160

Tableau 32 : Influence de la lubrification par des huiles sur la fréquence et la pente des phases stick et sur le travail d'adhésion

Le travail d'adhésion pendant la phase stick des deux huiles est environ deux fois supérieur à celui du polypropylène pur. Néanmoins, les résultats du travail d'adhésion permettent de distinguer difficilement les deux huiles.

➤ Comparaison du frottement fibre/fibre avec la force de "Pull-off".

	Polypropylène	Oléate AH	stéarate AH
Tension superficielle (mN/m)	28	31*	30,5*
F _{ad} (force de "pull-off) en mg	0,44	0,65	0,51
μ _s moyen	0,28	0,56	0,49

Tableau 33 : Résultats des mesures de PULL-OFF

(* : Ces mesures ont été réalisées sur des liquides)

Les deux huiles augmentent la force de pull-off et donc la force de cohésion entre deux fibres par rapport aux fibres de polypropylène pur. Ceci correspond aux résultats du travail d'adhésion qui est plus élevé en présence des huiles (Tableau 32).

Cependant, nous remarquons que bien que les deux huiles aient une tension superficielle quasiment similaire, l'oléate apporte plus de cohésion que le stéarate, ce qui est tout à fait en accord avec les résultats des coefficients de frottement statique "μ_s" pendant le frottement fibre/fibre.

➤ Discussion générale

◇ *Les deux huiles augmentent la cohésion entre les fibres :*

Cette cohésion plus élevée en présence d'huile, peut être attribuée à une cohésion entre les molécules d'huiles à la surface des deux fibres en configuration orthogonale. Le polypropylène n'a aucun site ou groupement capable de réagir avec les huiles : il est cependant hydrophobe, avec une énergie de surface de 28 mN/m. Les molécules des huiles doivent alors être disposées en horizontalement à la surface de la fibre, avec la chaîne d'hydrocarbure orientée vers le polypropylène et le groupement -OH dans le sens opposé. La cohésion interfibre peut donc être due aux liaisons intermoléculaires de type hydrogène qui peuvent avoir lieu entre les molécules d'huiles des fibres adjacentes, au niveau du groupement -OH de l'alkyl hydroxylé.

La partie hydrophobe de l'oléate est cependant plus rigide que celle du stéarate à cause de la double liaison C=C. Cette rigidité ne permet pas aux molécules sur la même fibre de former des liaisons intermoléculaires à travers le groupement -OH ; cependant elle augmente la probabilité des liaisons intermoléculaires entre deux molécules (Figure 212) sur deux fibres adjacentes. Le stéarate est au contraire moins rigide, (il peut plus facilement prendre une conformation pelote), et il est donc plus probable qu'il y ait des liaisons entre deux molécules sur une fibre (Figure 213), que sur deux fibres différentes. On peut même envisager que la conformation pelote du stéarate permette la formation des liaisons intermoléculaires entre les groupements esters et -OH.

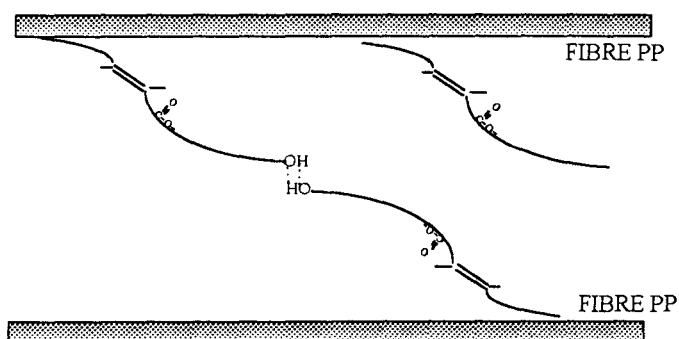


Figure 212 : Positions des molécules d'oléate possibles à l'interface fibre/fibre

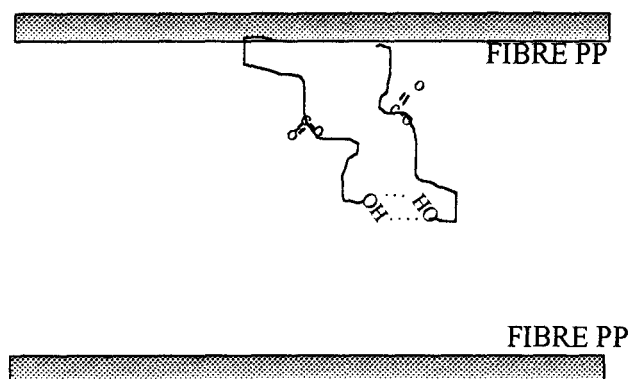


Figure 213 : Positions des molécules de stéarate possibles à l'interface fibre/fibre

IV.2.2.3. CONCLUSION SUR LE FROTTEMENT FIBRE/FIBRE EN PRESENCE D'HUILES

- ◇ Dans le cas de deux huiles, le phénomène de stick-slip apparaît, alors qu'on s'attendait à un glissement doux. L'épaisseur d'huile d'environ 0,28 μm est trop importante pour qu'il y ait des stick-slip par transitions de phases. Mais des calculs de Persson [21] montrent que les conditions (pression élevée et viscosité faible) au point de contact sont suffisantes pour induire un amincissement quasiment instantanée des huiles, et qui pourrait conduire à des transitions de phases et donc au phénomène de stick-slip décrit par Israelachvili [13] [15].
- ◇ De plus, on remarque que malgré le mouillage total des fibres de PP pur par les deux huiles, des valeurs de " μ_s " correspondant aux contacts des surfaces de PP pur, apparaissent. Ceci est dû aux rugosités de la surface (mesurées par l'AFM) qui sont plus grandes que l'épaisseur d'huile appliquée. Ainsi, toute la surface du PP n'est pas recouverte d'huile.
- ◇ Les deux huiles apportent plus de cohésion interfibre par rapport au PP pur, et ceci est confirmé par leurs valeurs d'amplitudes, de " μ_s " et de forces de "Pull-off" plus élevées.
Néanmoins, en dépit de leur tension superficielle quasiment identique, c'est l'oléate qui apporte plus de cohésion que le stéarate. L'oléate a en effet une certaine rigidité due à la double liaison C=C, qui favoriserait mieux les liaisons entre les molécules provenant de deux fibres différentes par rapport aux liaisons entre deux molécules sur une même fibre.

IV.2.3. ETUDE DE FROTTEMENT DE LA FIBRE DE POLYPROPYLENE ENDUITE PAR DES TENSIO ACTIFS

Pour cette étude, nous avons enduit les fibres de polypropylène des tensioactifs suivants :

- dioléate éthoxylé 10 OE
- dioléate éthoxylé 15 OE
- trioléate éthoxylé 20 OE

Nous allons d'abord comparer les allures des courbes de frottement fibre/fibre pour les fibres enduites d'un des trois tensioactifs.

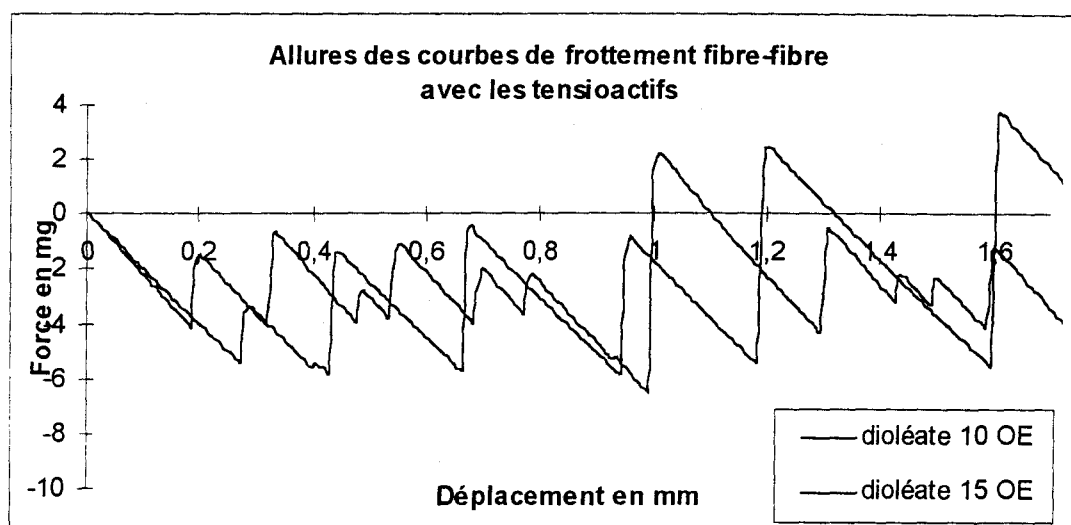


Figure 214 : Allures des courbes de frottement fibre/fibre en présence des tensioactifs

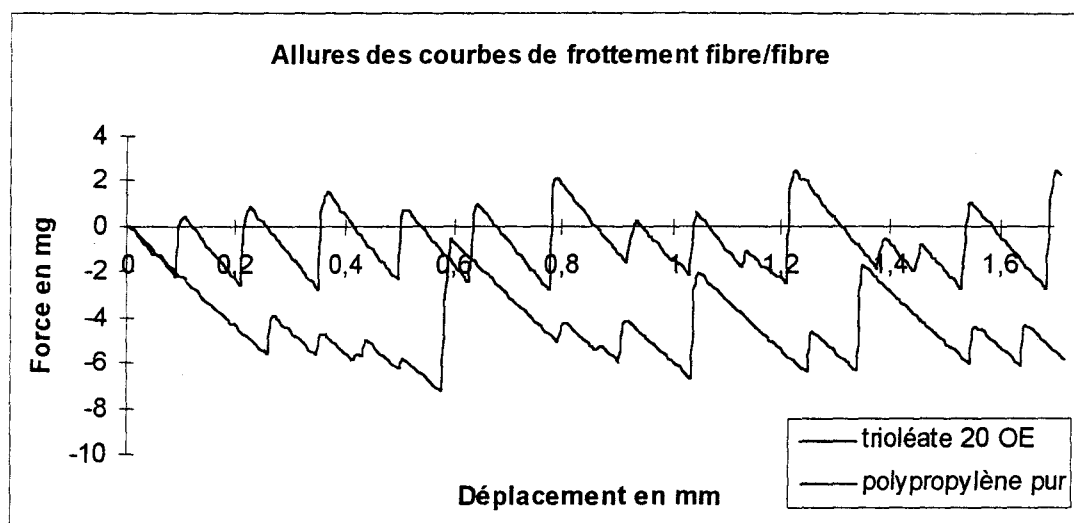


Figure 215: Allures des courbes de frottement fibre/fibre

Dans le cas du frottement des fibres enduites par des tensioactifs, le phénomène de stick-slip apparaît comme dans le cas des fibres enduites d'huiles. Effectivement, nous sommes dans les mêmes conditions de pression, et de vitesse que dans les cas des huiles, mais avec une viscosité un peu plus élevée. Il est donc très probable que dans le cas des tensioactifs aussi, le stick-slip apparaît suite à un amincissement du film lubrifiant, suivi d'une transition des phases. Le Tableau 34 nous montre que pour les

tensioactifs, le passage d'un film d'épaisseur $\sim 0,30\text{ }\mu\text{m}$ à une dizaine Å, est aussi quasiment instantanée.

	viscosité η (mPa sec)	$h(0)$ en μm	Temps en secs ($h(t)=100$ Angström)	Temps en secs ($h(t)=10$ Angström)
dioléate 10 OE	84	0,26	$3,2.10^{-6}$	$3,2.10^{-4}$
dioléate 15OE	109	0,36	$4,2.10^{-6}$	$4,2.10^{-4}$
Trioléate 20 OE	277	0,28	$1,1.10^{-5}$	$1,1.10^{-3}$

Tableau 34 : Temps d'amincissement théorique des films de tensioactifs

IV.2.3.1. ETUDE DES COEFFICIENTS DE FROTTEMENT STATIQUE " μ_s "

Comme nous pouvons l'apercevoir d'après les allures de courbes de frottement (Figures 214 et 215) et les histogrammes (Figures 216 et 217) : les trois tensioactifs augmentent le coefficient de frottement statique moyen par rapport au polypropylène pur.

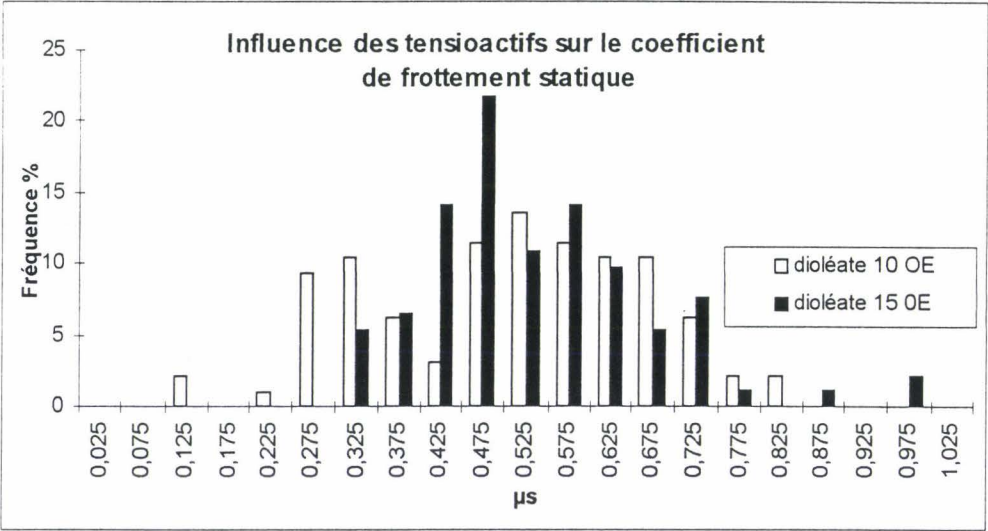


Figure 216 : Histogramme de distributions de " μ_s " en présence des tensioactifs à base de dioléates

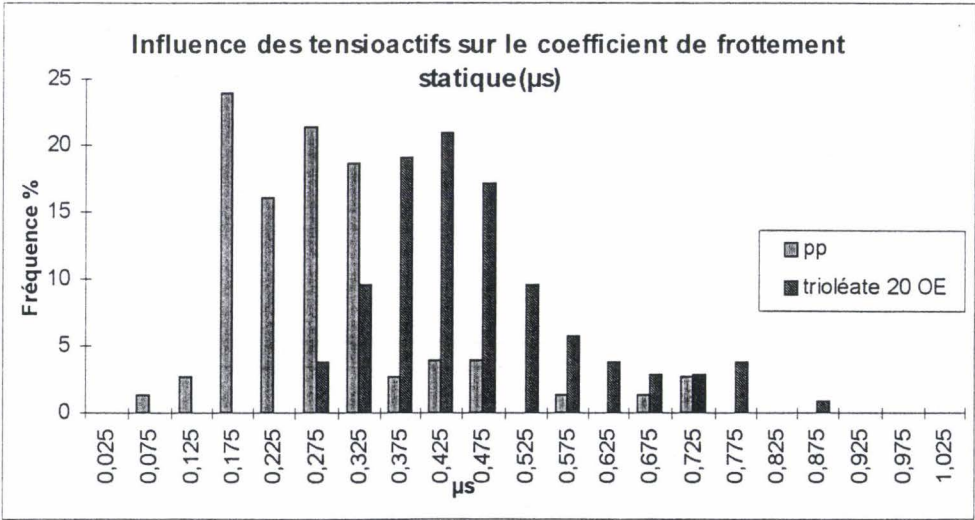


Figure 217 : Histogramme de distributions de " μ_s " du polypropylène pur et celui avec le trioléate 20 OE

Comme pour les huiles, nous avons procédé à une séparation des distributions en deux, afin de voir si le contact du type polypropylène pur/pur apparaît. Les trois histogrammes (Figures 218 à 220) montrent cette séparation ; dans les trois cas, la moyenne de la première distribution de " μ_s " de chaque tensioactif se rapproche de celle du polypropylène pur.

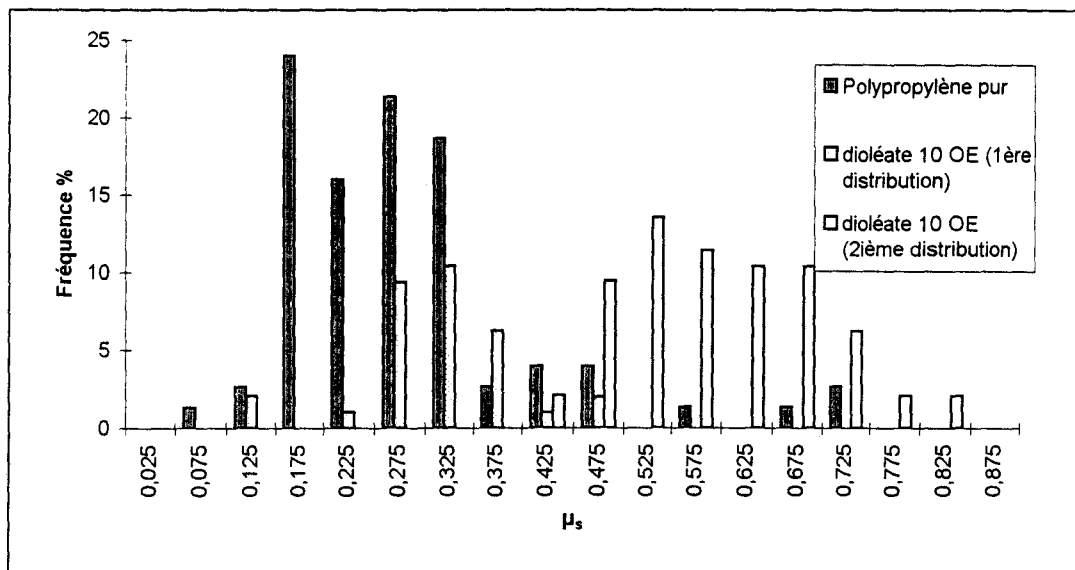


Figure 218 : Histogramme de distribution de " μ_s " en présence du dioléate 10 OE ; la moyenne de la première distribution du stéarate s'approche de celle du polypropylène pur

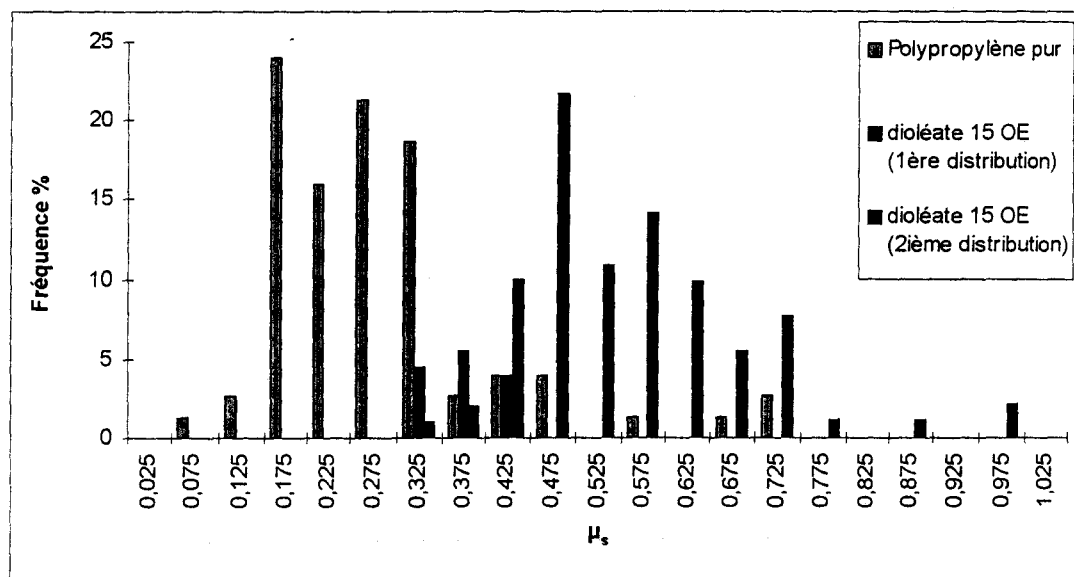


Figure 219 : Histogramme de distribution de " μ_s " en présence du dioléate 15 OE ; la moyenne de la première distribution du stéarate s'approche de celle du polypropylène pur

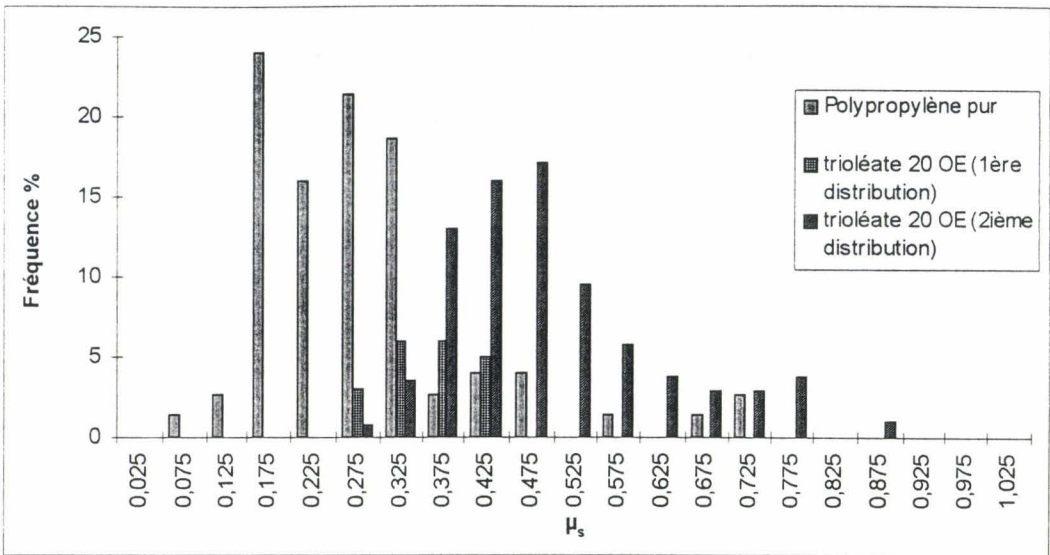


Figure 220 : Histogramme de distribution de μ_s en présence du trioléate 20 OE ; la moyenne de la première distribution du stéarate s'approche de celle du polypropylène pur

➤ Discussion

Nous remarquons qu'avec les trois tensioactifs , des contacts de surface du polypropylène pur ont lieu (1^{ère} distribution : Figures 218 à 220), comme dans le cas des huiles. Cependant les fréquences associées sont moindres dans le cas du dioléate 15 OE et du trioléate 20 OE. Cette différence des fréquences d'apparition des " μ_s " dues aux contacts de PP pur peut être attribuée à l'épaisseur plus importante du film de dioléate 15 OE (0,36 μm par rapport à 0,26 μm pour le dioléate 10 OE) et à la viscosité plus élevée du trioléate.

Parmi les deux dioléates, c'est le dioléate 15 OE qui augmente plus la valeur du coefficient de frottement statique " μ_s " (voir Tableau 35). Le trioléate a cependant une valeur de coefficient de frottement statique " μ_s " inférieure à celles des dioléates.

	Polypropylène pur	dioléate 10 OE (2 ^{ème} distribution)	dioléate 15 OE (2 ^{ème} distribution)	trioléate 20 OE (2 ^{ème} distribution)
μ_s moyen	0,22	0,60	0,59	0,47
écart type de μ_s	0,13	0,09	0,11	0,13

Tableau 35 : Moyennes et écarts types des deuxièmes distributions de μ_s en présence des tensioactifs

IV.2.2.3. ETUDE DES AMPLITUDES ET DES FREQUENCES DES PHASES STICK

➤ Amplitudes des phases stick

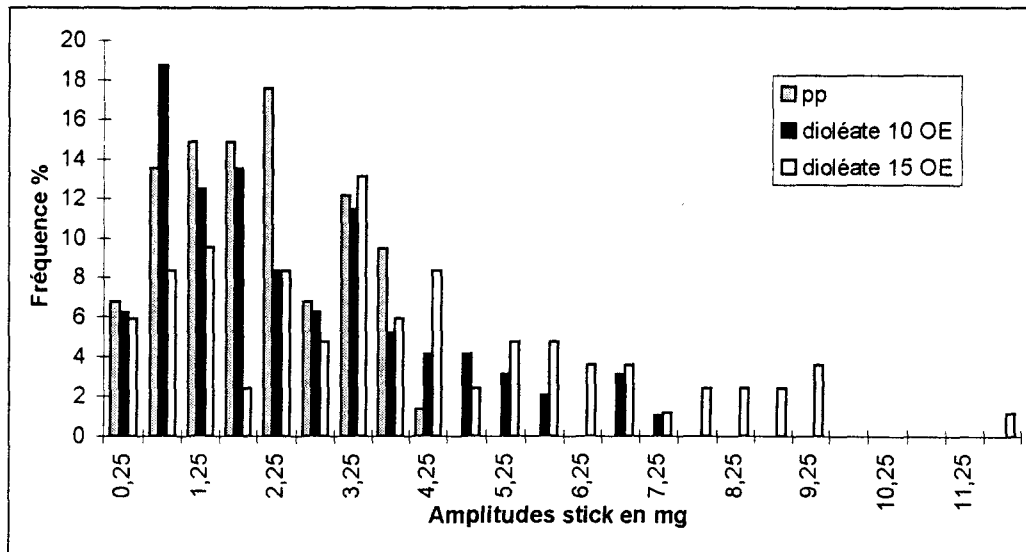


Figure 221 : Amplitudes des phases stick en présence des tensioactifs

Avec le PP pur, nous remarquons que les amplitudes sont toujours inférieures à 4,5 mg. Ce n'est pas le cas en présence des tensioactifs dioléates où les distributions présentent une assez grande proportion d'amplitudes supérieures à 4,5. Cependant, avec le dioléate 15 OE, il y a apparition des amplitudes de stick beaucoup plus importantes (7-15 mg). Le dioléate 15 OE apporte donc plus d'adhésion, ou plutôt plus de cohésion interfibre.

L'influence du trioléate sur les amplitudes des phases stick par comparaison avec celles du PP pur est illustrée par la Figure 222.

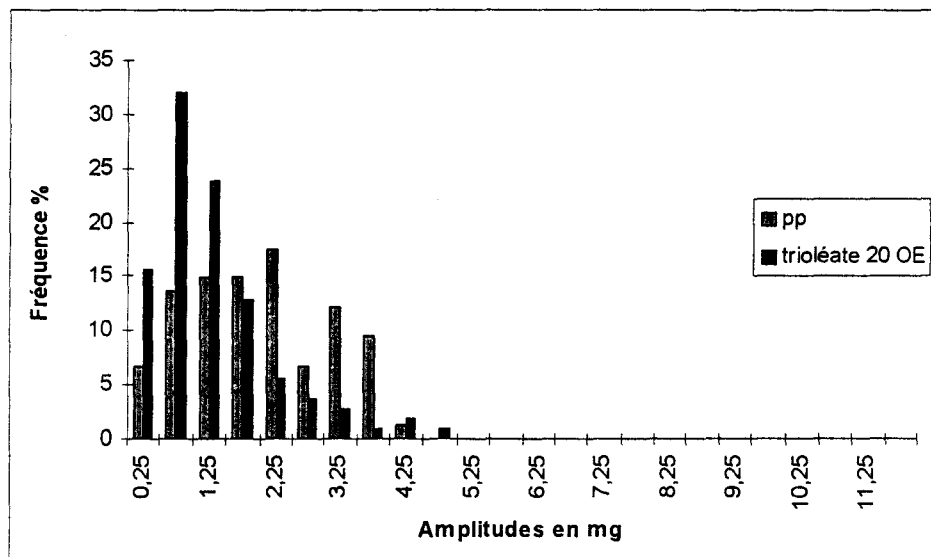


Figure 222 : Comparaison des distributions d'amplitudes des phases stick avec et sans le trioléate

Les fréquences des faibles amplitudes de stick (0-1,5 mg) sont plus élevées dans le cas du trioléate 20 OE, par rapport à celles des fibres de PP pur. Le trioléate 20 OE

diminue donc la cohésion interfibre entre deux fibres de PP pendant le frottement fibre/fibre.

➤ Le nombre de stick-slip et les pentes de la phase stick

La pente des phases stick est la même quel que soit le tensioactif utilisé (Tableau 36). Le nombre de stick slip par mm est alors uniquement dépendant de l'amplitude. Ainsi, plus ce nombre est élevé, moins il y a de cohésion entre les fibres. Le nombre de stick-slip/mm évalué le plus faible est obtenu dans le cas du dioléate 15 OE qui apporte donc, plus de cohésion que le dioléate 10 OE et le trioléate 20 OE.

Le travail d'adhésion calculé pendant la phase stick en présence des dioléates est de 3 à 4 fois plus élevé ; ceci confirme que la cohésion interfilaire est élevée en présence des dioléates. Par contre en présence du trioléate, le travail d'adhésion est similaire à celui du polypropylène pur.

	Polypropylène pur	dioléate 10 OE	dioléate 15 OE	trioléate 20 OE
Nombre de st. sl. Moyen/mm	10	5,5	4,5	9,5
Pente de la phase stick en mg/mm	0,107 (R ² =0,93)	0,102 (R ² =0,97)	0,101 (R ² =0,97)	0,107 (R ² =0,93)
Pente (α) de la phase stick en mg/μm	0,02	0,02	0,02	0,02
Travail d'adhésion moyen en μg.μm	110.000	330.058	493.827	110.800
F _{ad} (force de pull-off) en mg	0,44	0,71	0,81	0,65
Energie de surface en mN/m	28	34,7 *	34,8*	36*
Rayon de la fibre calculée (DMT) en mm	25	32,4	37,04	28,73

Tableau 36 :(*) : Mesures effectuées sur des liquides.

➤ Les forces de "pull-off"

Le Tableau 36 nous montre que les valeurs de mesures de force de "pull-off" sont inversement proportionnelles au nombre de stick-slip par mm. Ceci confirmerait une fois de plus, le rapport entre le nombre de stick/mm et l'adhésion entre deux fibres. Ces valeurs de pull-off sont donc directement liées aux amplitudes de stick. Elles sont aussi liées aux énergies de surface "γ" des tensioactifs par la théorie de DMT :

$$F_{ad}=4\pi R \gamma ,$$

Nous pouvons donc calculer le rayon de la fibre à partir des valeurs de γ et F_{ad} (R =rayon de courbure des surfaces : $1/R=1/R_1+1/R_2$, avec $R_1=R_2$ =rayon de la fibre).

Le rayon du polypropylène pur calculé (25 mm) est très proche du rayon mesuré (23,5-26,5 mm) ce qui confirme la validité de la loi de DMT.

Pour les fibres enduites d'une épaisseur de 0,15 μm de tensioactifs, le rayon calculé est supérieur à celui attendu. De plus malgré une énergie de surface quasiment similaire, la force de "pull-off" est plus élevée dans les cas des dioléates, et elle l'est encore plus dans le cas du dioléate 15 OE.

> Discussion

La cohésion fibre/fibre ne dépend pas seulement de l'énergie de surface du tensioactif mais aussi de son arrangement moléculaire à la surface de la fibre. Cet arrangement doit être différent de celui qui existe dans le produit pur.

Dans le cas des dioléates, nous pouvons envisager le schéma suivant : les parties hydrophobes seraient orientées vers le polypropylène, et la cohésion dépendrait d'interaction polaire entre les groupements hydrophiles (OE) provenant des fibres adjacentes (Figure 223).

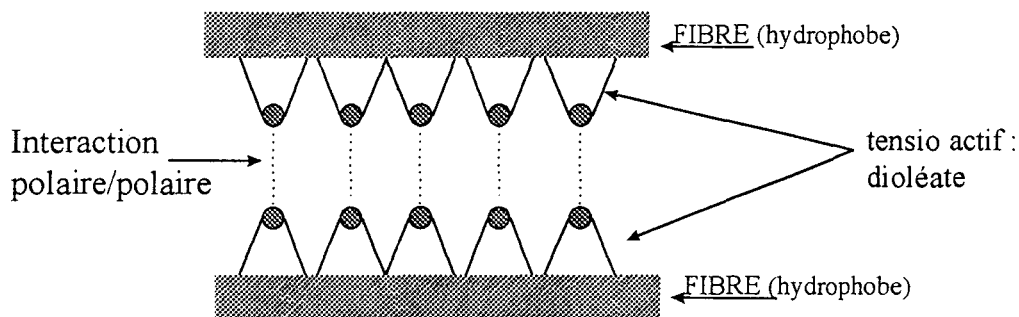


Figure 223 : Configuration probable des tensioactifs dioléates à la surface fibreuse

Le dioléate 15 OE a une HLB supérieure à celle du dioléate 10 OE, alors que la partie hydrophobe est la même. L'interaction polaire/polaire est donc plus élevée, et il faut une force de cisaillement plus élevée pour séparer les deux fibres en contact. Ceci expliquerait à la fois une valeur plus importante du coefficient μ_s , de la force F_{ad} et de l'amplitude du stick, aussi bien qu'un nombre de stick/slip par mm plus faible pour le dioléate 15 OE.

Dans le cas du trioléate qui a trois chaînes hydrophobes, l'organisation associative de ses molécules à la surface de PP est plus difficile à cause de l'encombrement stérique. Ceci expliquerait le travail d'adhésion et un " μ_s " moyen plus faible par rapport aux dioléates, pendant le frottement fibre/fibre. Néanmoins, nous remarquons que la force d'adhésion mesurée par le "pull-off" est considérablement plus élevée par rapport au PP pur. La mauvaise adhésion du trioléate pendant le frottement fibre/fibre par comparaison avec la bonne adhésion interfibre pendant le "pull-off", peut être expliquée par un comportement différent de ses molécules aux différents modes de sollicitation : cisaillement dans le cas du frottement fibre/fibre et élancement dans le cas du "pull-off". Il est probable que pendant le "pull-off", le trioléate qui a une

IV.3. ETUDE DE FROTTEMENT FIBRE/CARDE

IV.3.1. ETUDE DE FROTTEMENT FIBRE POLYPROPYLENE PUR /CARDE

Nous présentons ci-dessous une courbe caractéristique de frottement fibre de polypropylène/carde. Comme nous pouvons le constater, l'allure de cette courbe est assez différente de celle de frottement fibre/fibre. Il est difficile de distinguer une phase stick ayant une pente régulière. Les stick-slip sont très irréguliers. On peut les attribuer à la rugosité de surface des objets (la fibre et la carde) en contact, compte tenu que les fibres sont dépourvues d'ensimage.

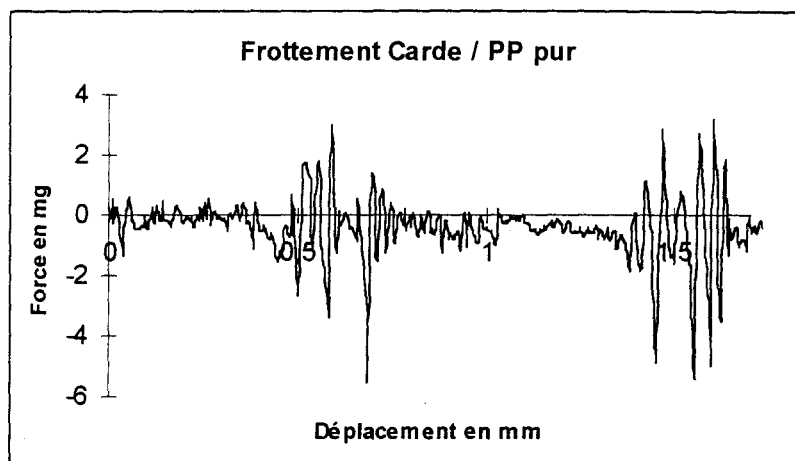


Figure 224 : Exemple typique de courbe de frottement fibre/carde

La distribution des amplitudes de stick-slip est présentée par l'histogramme dans la Figure 225.

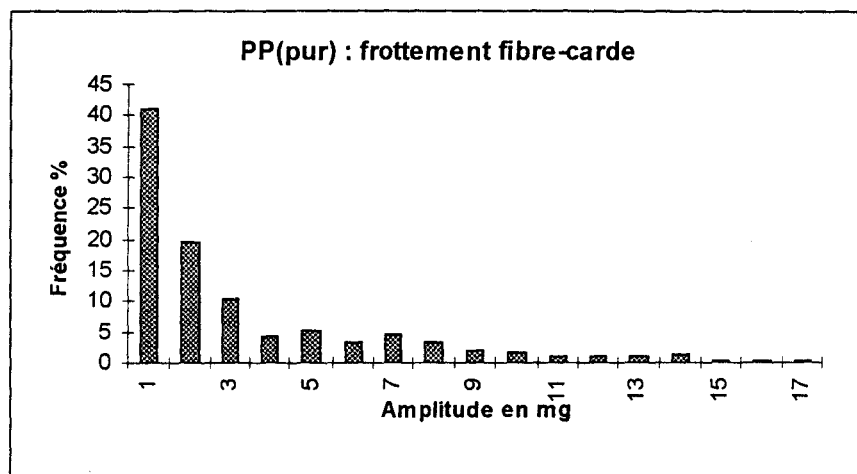


Figure 225 : Histogramme de distribution des amplitudes des phases stick du frottement fibre/carde

On remarque que cette distribution suit une loi statistique Gamma, avec des fréquences très élevées d'amplitudes faibles.

La résistance au mouvement de la fibre de polypropylène sur la carde est en grande partie due à la rugosité de surface et donc à l'adhésion mécanique.

Conclusion : Si l'on compare les résultats des amplitudes de frottement fibre/fibre et fibre/carde, deux lois distinctives de distribution statistique apparaissent.

Cette différence peut être due au fait que le contact n'est pas le même pendant le frottement fibre/fibre et fibre/carde (cylindre/cylindre et cylindre/barre métallique).

IV.3.2. ETUDE DE FROTTEMENT FIBRE/CARDE, POUR LES FIBRES ENDUITES D'HUILES

Nous allons présenter les résultats des amplitudes stick/slip du frottement fibre/carde en forme d'histogramme.

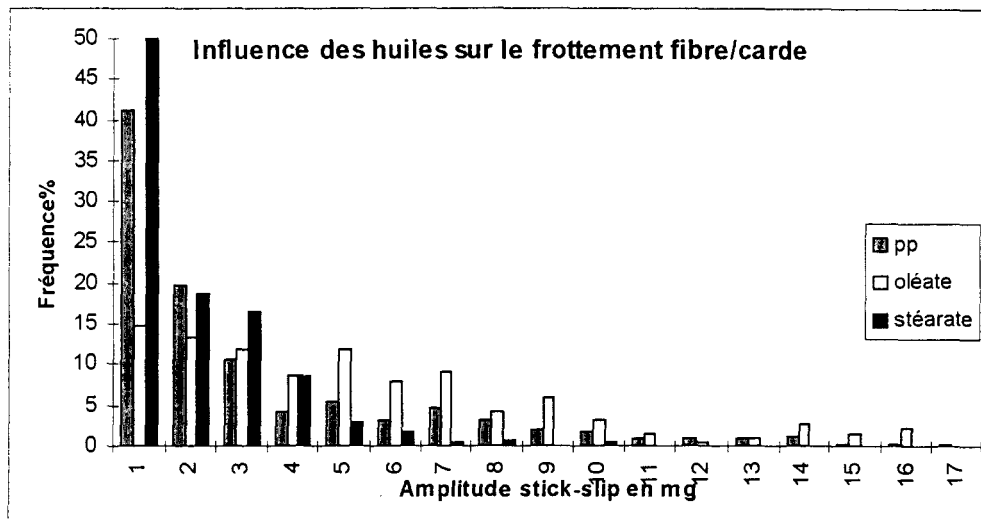


Figure 226 : Influence des huiles sur les amplitudes des stick pendant le frottement fibre/carde

Nous pouvons voir dans l'histogramme (Figure 226), l'influence du frottement du polypropylène pur avec la carde, sur les résultats des amplitudes des phases stick des deux huiles.

L'oléate diminue le nombre de stick slip de faibles amplitudes (1-2 mg), mais augmente celui des amplitudes plus élevées (3-17 mg), par rapport au PP pur.

Le stéarate a un effet remarquable sur le frottement fibre/carde. Il augmente les fréquences des amplitudes faibles d'une manière considérable ; les amplitudes plus élevées (>10 mg) sont inexistantes. Le stéarate augmente et améliore le glissement fibre /carde.

L'histogramme suivant montre d'une manière plus significative, l'influence des huiles sur le frottement fibre/carde, car elle fait abstraction des amplitudes dues au frottement du polypropylène pur.

Les fréquences des amplitudes des deux huiles ont été recalculées :
Pour chaque classe : la fréquence correspondante est :

$$\frac{\text{fréquence(huile)} - \text{fréquence(polypropylène pur)}}{\sum (\text{fréquence(huile)} - \text{fréquence(polypropylène pur)})} \times 100$$

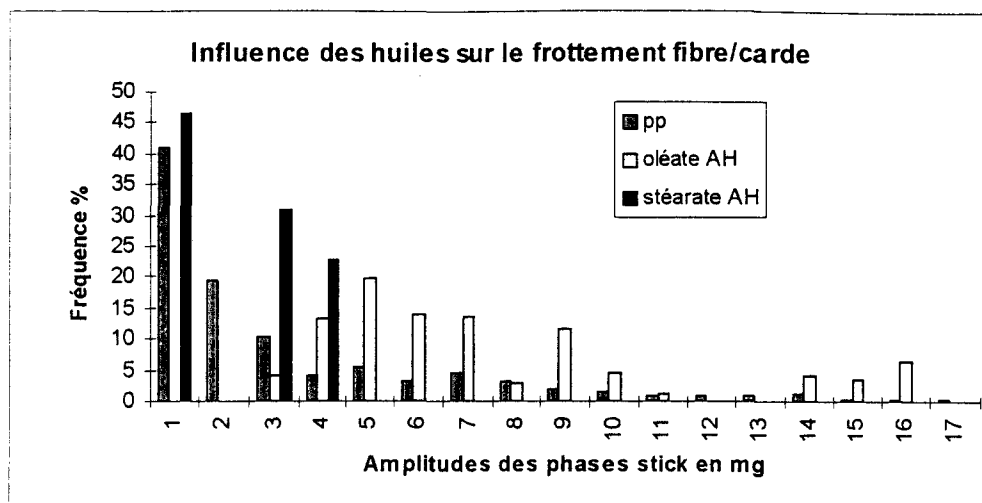


Figure 227 : Influence des huiles sur les amplitudes des stick pendant le frottement fibre/carde en faisant abstraction des amplitudes dues au frottement du polypropylène pur.

Ainsi, nous pouvons voir que c'est le stéarate qui apporte plus d'amplitudes de stick de faibles valeurs, c'est-à-dire un bon glissement. L'oléate apporte au contraire un moins bon glissement par rapport au polypropylène pur, en augmentant les fréquences des grandes amplitudes.

Conclusion :

◇ *Le stéarate augmente le glissement entre la fibre et la carde, l'oléate a un effet contraire.*

Les huiles peuvent former des liaisons avec la carde métallique soit par l'hydrolyse partielle des esters soit par liaisons hydrogènes des groupements -OH avec la carde. Ceci peut induire la formation des couches de lubrifiants sur la carde. Cependant le stéarate doit former une ou plusieurs couches moléculaires plus aisément que l'oléate. Le film ainsi formé avec le stéarate est plus effectif à cause des forces de cohésion plus grande entre les molécules [44] (lubrification limite ou semi-limite). Dans le cas de l'oléate les forces intermoléculaires de type Van der Waals sont beaucoup moins importantes que dans le cas du stéarate. En effet, la double liaison C=C présente dans la molécule de l'oléate, agit comme un défaut, diminuant ainsi les liaisons intermoléculaires, et donc diminue la formation d'une couche.

L'oléate ne formerait pas facilement de couche moléculaire sur la carde. Il y a néanmoins des forces cohésives possibles entre les molécules sur la fibre et la carde, ce qui augmenteraient les amplitudes des stick, par rapport à la fibre de polypropylène pur.

IV.3.3. ETUDE DE FROTTEMENT FIBRE/CARDE POUR LES FIBRES ENDUITES DE TENSIOACTIFS

Les trois allures de courbes de frottement fibre/carde qui suivent montrent une nette différence entre les trois tensioactifs. Ainsi avec le dioléate 15 OE, les amplitudes de stick-slip sont très grandes alors que le trioléate apporte un très bon glissement (très faibles amplitudes de stick-slip).

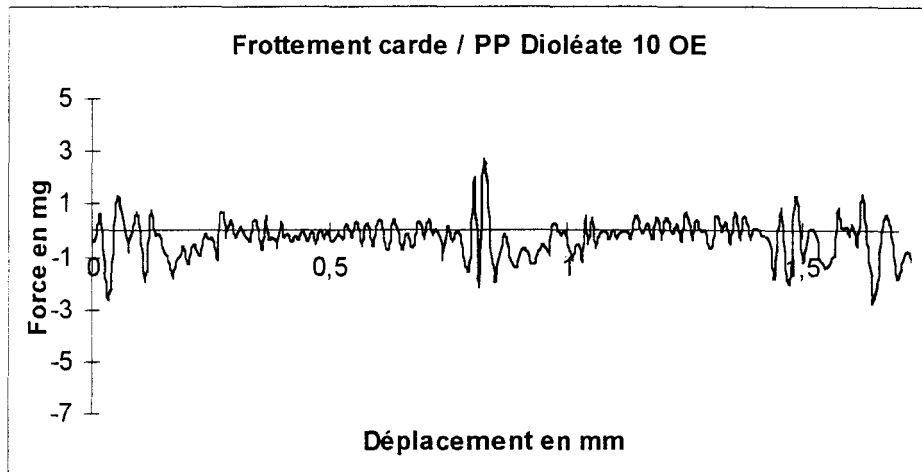


Figure 228 : Courbe de frottement fibre/carde en présence de dioléate 10 OE

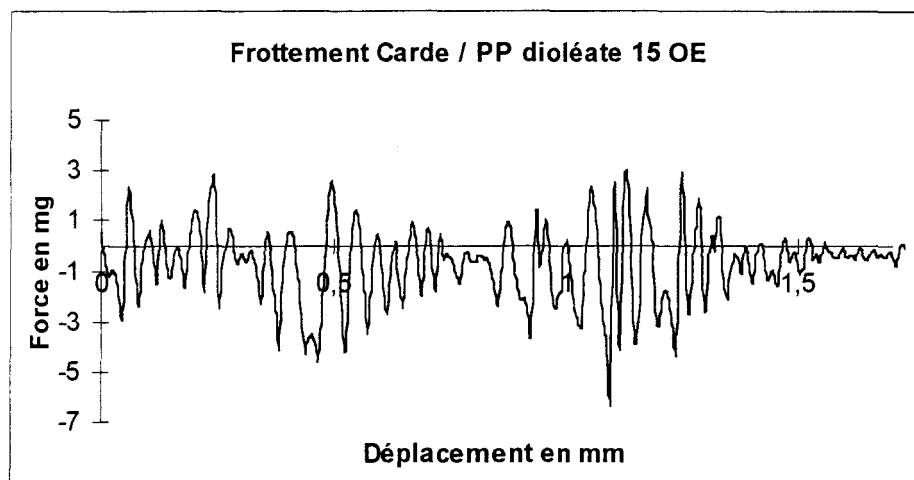


Figure 229 : Courbe de frottement fibre/carde en présence de dioléate 15 OE

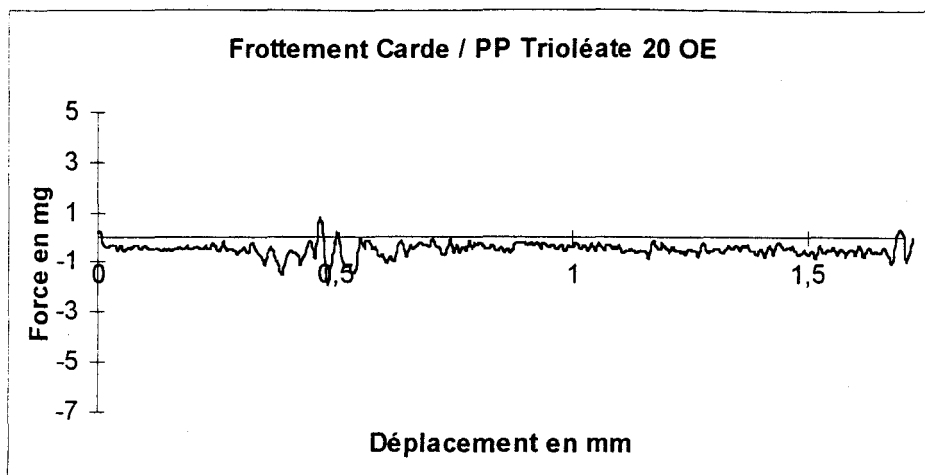


Figure 230 : Courbe de frottement fibre/carde en présence de trioléate 10 OE

Les trois Figures (228-230) montrent d'une manière claire que le trioléate diminue nettement les amplitudes des stick-slip.

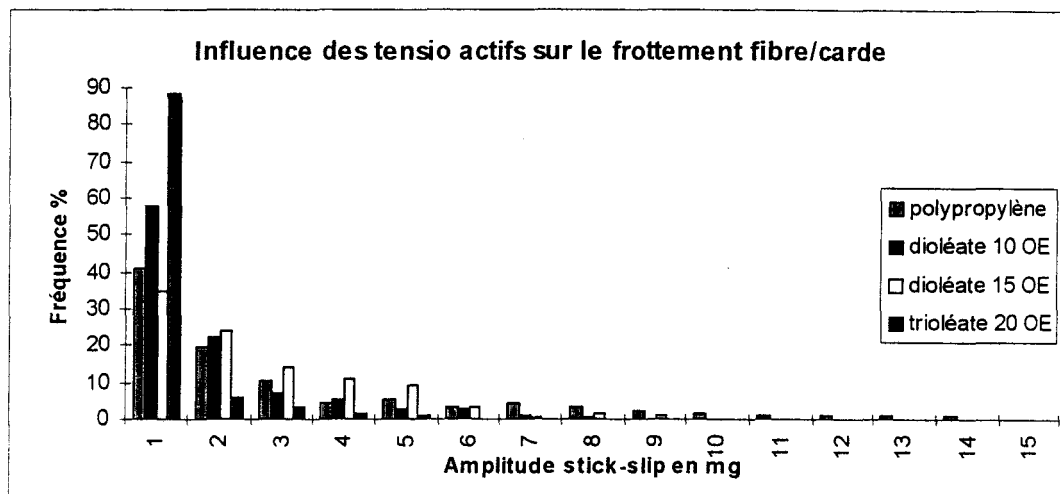


Figure 231 : Histogramme de distribution des amplitudes pendant le frottement fibre/carde

L'histogramme de la Figure 231 nous montre d'une manière plus globale, l'effet remarquable du trioléate. Environ 90% des stick-slip ont une amplitude inférieure à 1 mg.

Comme pour les huiles, nous avons ensuite fait un autre histogramme en faisant abstraction des fréquences dues au frottement de type polypropylène pur/carde, pendant le frottement en présence des tensioactifs.

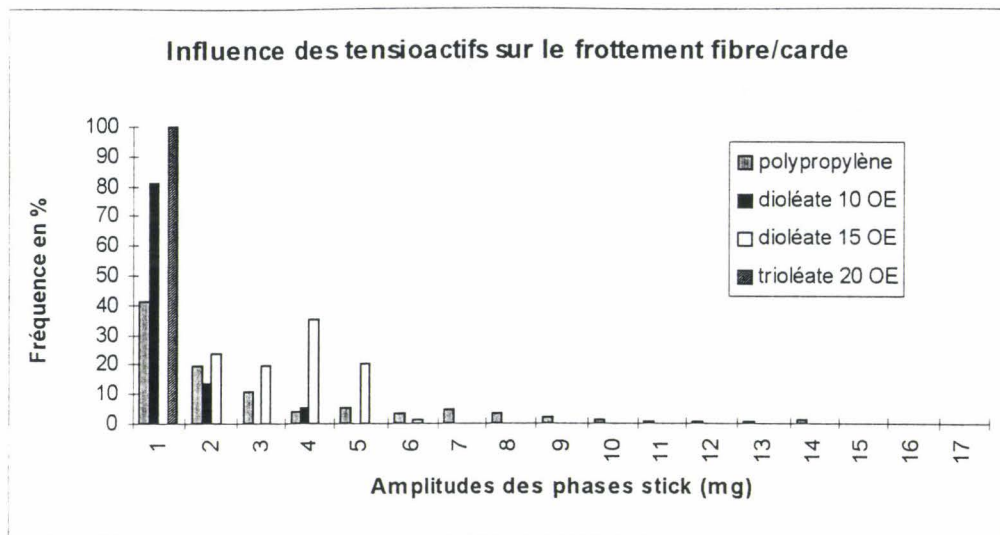


Figure 232 : Histogramme de distribution des amplitudes pendant le frottement fibre/carde en faisant abstraction des amplitudes dues au frottement du polypropylène pur.

L'histogramme de la Figure 232 montre que le dioléate 10 OE augmente les fréquences des faibles amplitudes de stick et améliore donc le glissement fibre/carde par rapport au polypropylène pur.

Le dioléate 15 OE a cependant un effet contraire, il diminue la fréquence des faibles amplitudes, et augmente celle des grandes amplitudes.

Pour le trioléate nous pouvons dire que si ce tensioactif était uniformément réparti, alors toutes les amplitudes observées devraient être inférieures à 1 mg.

Conclusion

Dans le cas du frottement fibre/carde, il est très probable qu'il y ait organisation associative de ces tensioactifs tels que les parties hydrophobes soient orientées vers la fibre de polypropylène alors que la partie hydrophile soit orientée vers la carde métallique. Comme la HLB du dioléate 15 OE est plus élevée, il a donc plus d'attraction pour la carde métallique : par conséquent, il y a une forte adhésion entre la fibre et la carde via ce tensioactif et le glissement fibre/carde est réduit. Le glissement est meilleur avec le dioléate 10 OE qui a une HLB plus faible.

Dans le cas du trioléate qui a trois chaînes hydrophobes pour une chaîne hydrophile, la micéllisation de ses molécules est moins probable à cause de l'encombrement stérique. Comment expliquer alors, un très bon glissement fibre/carde avec ce dernier? Une explication possible c'est qu'il y ait une chute de viscosité à cause d'une élévation de température due au frottement fibre/carde. Malgré une vitesse très faible, on se retrouve à la limite de lubrification semi-limite et hydrodynamique (minimum de frottement). Ceci expliquerait aussi le bon glissement entre la fibre et la carde avec le trioléate. Des études complémentaires seraient nécessaires pour mieux comprendre ce phénomène.

IV.3.4. CONCLUSION GENERALE SUR LE FROTTEMENT FIBRE/CARDE EN PRESENCE DE LUBRIFIANTS

	PP pur	Stéarate AH	Oléate AH	dioléate 10 OE	dioléate 15 OE	trioléate 20 OE
Etendue des amplitudes de stick pendant le frottement fibre/carde (mg)	1-17	3-17	1-14	1-4	2-5	<1

Tableau 37 : Comparaison de l'étendue des valeurs d'amplitudes de stick pendant le frottement fibre/carde

Parmi tous les lubrifiants utilisés, nous constatons que les tensioactifs apportent plus de glissement fibre/carde par rapport aux huiles.

Dans les cas des huiles, la rigidité de l'oléate AH est néfaste à la formation d'une couche avec une bonne cohésion intermoléculaire, à l'interface fibre/carde.

Par comparaison avec les huiles, la micellisation des tensioactifs est plus favorable à la formation de cette couche lubrifiante, ce qui favorise le glissement fibre/carde.

Le trioléate est celui qui apporte le meilleur glissement fibre/carde, et pourtant l'encombrement stérique de celui-ci empêcherait la formation de cette couche. Il est possible qu'une élévation de température à l'interface induise une chute de la viscosité de ce dernier, et il y aurait donc un passage de lubrification limite à une lubrification hydrodynamique.

IV.4. CONCLUSION GENERALE SUR LA LUBRIFICATION DES FIBRES DE POLYPROPYLENE

L'étude tribologique menée sur les fibres de polypropylène avec ou sans lubrifiants (huiles ou tensioactifs), nous a permis de mieux comprendre le phénomène de lubrification des fibres, en particulier l'apparition du stick-slip, et la manière dont la fréquence et les amplitudes varient en fonction du lubrifiant utilisé. Nous sommes arrivés aux conclusions suivantes :

- ◇ la variation des paramètres du frottement de type stick-slip est due à la rugosité de la surface de la fibre.
- ◇ le phénomène de stick-slip persiste malgré l'application des lubrifiants, car les conditions (pression élevée, vitesse et viscosité faibles) sont suffisantes pour induire un amincissement quasiment instantané et par conséquent le stick-slip par transition de phases décrit par Israelachvili [13] [15].
- ◇ Les lubrifiants (huiles ou tensioactifs) ne couvrent pas toute la surface fibreuse malgré le mouillage total du polypropylène par ces lubrifiants. Ainsi, les valeurs de " μ_s " correspondant à celles du PP pur apparaissent pendant le frottement fibre/fibre et fibre/carde. Des études d'AFM montrent que les aspérités de surface de PP pur sont supérieures à l'épaisseur du lubrifiant. Ainsi, nous pouvons conclure que le

mouillage total d'une surface n'est pas la seule condition requise pour une bonne lubrification. Il faut encore que l'épaisseur du lubrifiant puisse couvrir toutes les aspérités de la surface.

- ◇ Parmi les huiles utilisées et qui ont quasiment la même énergie de surface, c'est l'oléate qui apporte plus de cohésion interfilamentaire alors que le stéarate apporte plus de glissement fibre/carde. Le degré de cohésion qui est dû aux liaisons intermoléculaires entre les molécules des fibres adjacentes, dépend de la conformation des molécules à l'interface par rapport à la surface fibreuse. Ainsi, l'oléate qui est plus rigide à cause de sa double liaison formerait plus facilement des liaisons avec des molécules sur la fibre adjacente qu'avec celles sur la même fibre ; cependant cette même rigidité peut être néfaste à la formation d'une monocouche à la surface de la fibre, ce qui réduit le glissement fibre/carde.
- ◇ En ce qui concerne les tensioactifs dioléates éthoxylés qui ont aussi pratiquement la même énergie de surface mais qui se différencient par la longueur de leur chaîne hydrophile, plus la HLB est élevée, plus la cohésion interfibre est importante. Cette cohésion dépendrait de l'arrangement moléculaire de ces tensioactifs à la surface : la partie hydrophobe étant orientée vers le polypropylène, et les parties hydrophiles vers d'autres provenant de la fibre adjacente. Une élévation de la HLB augmente l'adhésion entre la partie hydrophile de la molécule sur la fibre et la corde, et donc réduit le glissement fibre/carde. Dans le cas du trioléate, l'encombrement stérique est significatif, ce qui réduit la cohésion interfilamentaire aussi bien que l'adhésion entre la fibre et la corde métallique.
- ◇ La tension superficielle d'un lubrifiant n'est pas forcément un indicateur d'adhésion ou de cohésion interfilamentaire, ou de glissement. L'arrangement moléculaire des molécules à l'interface fibre/fibre ou fibre/métal est un facteur très important et qui dépend aussi du mode de sollicitation, par exemple cisaillement dans le cas du frottement ou élongation dans le cas du "Pull-off".

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Cette thèse avait pour but de mieux comprendre la tribologie des fibres de verre et de polypropylène, ensimées ou non, en utilisant deux techniques récentes de mesure du coefficient de frottement : la Microscopie à Force Atomique et à Force Latérale (AFM/LFM) et une microbalance électronique Cahn. La première permet de mesurer le frottement entre une micropointe en Si_3N_4 , alors que la deuxième méthode permet de mesurer le frottement fibre/fibre ou fibre/autres surfaces.

Dans un premier temps, nous avons analysé des fibres de verre préalablement ensimées, puis nous avons enduit des fibres de polypropylène avec des lubrifiants afin de caractériser leurs propriétés d'adhésion - glissement pendant le frottement fibre/fibre et fibre/carde.

L'étude par l'AFM des fibres de verre a été réalisée sur six fibres continues et deux fibres courtes : les fibres continues se distinguant par l'agent liant dans leur ensimage. Les fibres A, B, C et D ont un liant à base d'amidon alors que les fibres E4 et F ont un agent époxy. La LFM s'est avérée un outil d'investigation des propriétés de surface très intéressant, en permettant la mesure des coefficients de frottement qui ne dépendent pas de la rugosité de surface. Les fibres avec agent liant époxy ont un coefficient de frottement plus élevé que celles avec amidon ; de plus, elles sont plus facilement labourées par la pointe d'AFM. Un recuisson des fibres avec un agent époxy fait baisser le coefficient de frottement, en conduisant à une surface de module plus élevé et qui est moins susceptible d'être labourée. Outre le frottement et le labourage, il a été possible d'avoir une cartographie des hétérogénéités chimiques de la surface, en plus de la topographie obtenue par l'AFM. En particulier, la distribution du lubrifiant peut être localisée ce qui peut indiquer une séparation de phases de l'ensimage possible avant ou après son application.

Des études de frottement fibre/fibre menées sur les fibres de verre A et E4 par la microbalance électronique, dans des conditions variables (charge, humidité, vitesse), nous ont permis de mieux exploiter le phénomène de stick-slip et de relier les résultats à ceux obtenus par AFM/LFM. La grande étendue des valeurs du coefficient de frottement statique " μ_s " est attribuée aux hétérogénéités physiques (rugosité) et chimiques de la surface ensimée. Ainsi, pour la fibre A, une distribution bimodale de " μ_s " pendant le frottement fibre/fibre, est révélatrice de deux coefficients de frottement distincts observés à l'AFM. Aussi, pour la fibre E4, avec les deux techniques, l'hétérogénéité des mesures d'un filament à l'autre, est perceptible.

L'étude du coefficient de frottement en fonction de la charge nous a permis de caractériser la nature viscoélastique de la fibre E4, et la nature lubrifiante de la fibre A. La variation de l'humidité perturbe les mesures, en particulier, dans le cas de la fibre A qui voit son coefficient de frottement diminuer avec une augmentation du taux d'humidité. Il est donc important de contrôler ce paramètre pendant les mesures.

La forme des courbes stick-slip : son amplitude et sa fréquence varient en fonction de la charge, de la vitesse et de la nature d'ensimage. Ainsi, plus l'adhésion interfilamentaire (mesurée par le "pull-off") est élevée, plus les amplitudes des phases stick sont importantes. Les durées des phases stick sont proportionnelles aux amplitudes, ce qui fait que la pente de la phase stick est constante dans des conditions spécifiques. Cette pente varie avec la charge, la vitesse et la nature d'ensimage. Le travail d'adhésion qui est fonction de la pente et de la durée de la phase stick, varie avec la nature de l'ensimage. Dans le cas d'un ensimage viscoélastique tel que le E4, le travail d'adhésion augmente avec la diminution de la vitesse. Ce travail d'adhésion augmente avec la charge appliquée ; mais l'effet est moins perceptible dans le cas où l'adhésion filamentaire est très importante et l'emporte sur l'effet de la charge.

Après une étude approfondie des allures des courbes de frottement obtenues avec la microbalance, la deuxième partie de la thèse consistait à étudier la lubrification des fibres de polypropylène par la microbalance afin d'optimiser les critères "bonne cohésion fibre/fibre" et "bon glissement fibre/carde" en utilisant les techniques de frottement et de "pull-off". Nous avons utilisé deux huiles et trois tensioactifs pour enduire les fibres. Malgré une épaisseur assez importante de lubrifiant le phénomène de stick-slip persiste. Des calculs élémentaires de Persson nous ont montré que dans les conditions d'expérimentations choisies, le temps de passage d'un film de lubrifiant d'épaisseur $0,14\text{ }\mu\text{m}$ à environ $10\text{ }\text{\AA}$ est quasiment instantané. L'amincissement du film suivi d'une transition de phases comme celle décrite par Israelachvili seraient donc responsables du phénomène de stick-slip. De plus, l'exploitation des résultats montre que dans tous les cas, en dépit du mouillage complet de la fibre de polypropylène par le lubrifiant, des valeurs de " μ_s " correspondant à celles du frottement entre deux fibres de PP pur ou une fibre PPpur/carde, apparaissent. Les lubrifiants ne couvrent pas toutes les aspérités de la surface des fibres de polypropylène qui a une valeur de R_{max} plus élevée que l'épaisseur du lubrifiant.

Parmi les huiles utilisées et qui ont quasiment la même énergie de surface, c'est l'oléate qui apporte plus de cohésion interfilamentaire alors que le stéarate apporte plus de glissement fibre/carde. Le degré de cohésion, qui est dû aux liaisons

intermoléculaires entre les molécules des fibres adjacentes, dépend de la conformation des molécules à l'interface par rapport à la surface fibreuse. Ainsi l'oléate qui est plus rigide à cause de sa double liaison, formerait plus facilement des liaisons avec des molécules sur la fibre adjacente qu'avec celles sur la même fibre ; cependant cette même rigidité peut être néfaste à la formation d'une monocouche à la surface fibreuse, ce qui réduit le glissement fibre/carde.

En ce qui concerne les tensioactifs dioléates éthoxylés qui ont aussi pratiquement la même énergie de surface mais qui se différencient par la longueur de leur chaîne hydrophile, plus la HLB est élevée, plus la cohésion interfibre est importante. Cette cohésion dépendrait de l'arrangement moléculaire de ces tensioactifs à la surface : la partie hydrophobe étant orientée vers le polypropylène, et les parties hydrophiles vers d'autres provenant de la fibre adjacente. Une élévation de la HLB augmente l'adhésion entre la partie hydrophile de la molécule sur la fibre et la carde, et donc réduit le glissement fibre/carde. Dans le cas du trioléate l'encombrement stérique est significatif, ce qui réduit la cohésion interfilamentaire aussi bien que l'adhésion entre la fibre et la carde métallique.

La tension superficielle d'un lubrifiant n'est pas forcément un indicateur d'adhésion ou de cohésion interfilamentaire, ou de glissement. L'arrangement moléculaire des molécules à l'interface fibre/fibre ou fibre/métal est un facteur très important

Le frottement des fibres étant assez complexe, les études menées dans cette thèse par des outils récents (L'AFM et microbalance électronique) ont pu apporter des compléments importants à la compréhension du frottement, d'adhésion et lubrification (tribologie) des fibres.

Dans le futur d'autres fibres textiles ou techniques pourront faire l'objet d'études tribologiques en utilisant les méthodes décrites dans cette thèse.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIE

- [1] D. Tabor and F.P. Bowden, "Friction and Lubrication",
Dunod, Paris (traduction) (1959)
- [2] F.P. Bowden, A.J.W. Moore et D. Tabor, "Formation et cisaillement des jonctions",
J. Appl. Phy., **14**, 80 (1950)
- [3] A.W. Adamson, "Physical Chemistry of surfaces",
5th Edition, *Wiley, New York* (1990)
- [4] J.A. Williams, "Engineering Tribology",
Oxford Science Publications (1994)
- [5] I. Lee, "Friction and adhesion of silica fibres",
J. Mater. Sci., N° **29**, 2102-2106 (1994)
- [6] D. Maugis, "Adhérence des solides-aspects mécaniques",
JADH 97, 9^{ième} journée d'étude sur l'adhésion, à St. Lary, Sept 1997
- [7] J. Briant, "Phénomènes d'interface-agent de surface",
Editions technip, Paris (1989)
- [8] K.L Johnson, K. Kendall, and A.D Roberts, "Surface energy and contact of elastic solids",
Proc. Roy. Soc. London, **A324**, 301-313 (1971)
- [9] M.D. Pashley, D.Tabor, "Adhesion and micromechanical properties of metal surfaces",
Wear **7**, 100 (1984)
- [10] B.V. Derjaguin, V.M. Muller, Yu.P. Toporov., "Effect of contact deformation on the adhesion of particles" "
J. Colloid Interface Sci., **53**, 314-326 (1975)
- [11] R.J. Good, "Contact angle, wetting, and adhesion : a critical review",
J. Adhesion Sci. Technol., **6**(12), 1269-1302 (1992)
- [12] J. Israelachvili, Y.L Chen, "The relationship between adhesion and friction",
Le vide, les couches minces, **274**, 409-414 (1994)
- [13] J. Israelachvili, Y.L Chen, "Relationship between adhesion and friction forces",
J. Adhesion Sci. Technol., **8**(11), 1231-1249 (1994)

- [14] J. Israelachvili, G. Vigil, Z. Xu, "Interactions of silica surfaces",
J. Colloid Interface Sci., **165**, 367-385 (1994)
- [15] J. Israelachvili, Y.L. Chen, "Fundamental Mechanisms of Interfacial Friction, 1. Relation between Adhesion and Friction",
J. Phys. Chem., **97**, 4128-4140 (1993)
- [16] I.L. Singer, "Friction and energy dissipation at the atomic scale",
Critical reviews, J. Vac. Sci., **A12**(25), 2605-2616 (1994)
- [17] J.T. Oden, J.A.C. Martins, "Models and computational methods for dynamic friction phenomena",
Computer methods in applied mechanics and engineering,
52, 527-634 (1985)
- [18] J. Israelachvili, Y.L. Chen, "Fundamental Mechanisms of Interfacial Friction, 2. Stick-slip friction of spherical and chain molecules",
J. Phys. Chem., **97**, 11300-11313 (1993)
- [19] M.O. Robbins, P.A. Thompson, "Origin of stick-slip motion in boundary lubrication",
Science, **253**, 916 (1991)
- [20] E. Rabinowicz, , "Friction and wear of materials",
John Wiley : New York, London, Chapter 4 (1965)
- [21] N.J. Persson, "Sliding Friction",
Physical Principles and Applications, Springer (1998)
- [22] Y. Yamaguchi, "Frottement des plastiques",
Techniques de l'ingénieur, Adapt. Française par Chatain M.; **A3138**, 1-8 (1990)
- [23] A. Schallamach, "How does rubber slide ?",
Wear, **17**, 301-312 (1971).
- [24] K. Mori, S. Kaneda, "Influence on friction force of adhesion force between vulcanizates and sliders"
Rubber Chem. Tech., **67**, 798 (1994)
- [25] D. Froelich, "Viscoélasticité des polymères"
Initiation à la chimie et à la physico-chimie macromoléculaires,
Volume 2 : *Propriétés physiques des polymères et mise en œuvre*,
(GFP), 29-85
- [26] J.D. Ferry, "Viscoelastic properties of polymers"
Wiley, New York (1981).

- [27] I.M. Ward, D.W. Hadley, "Experimental Evidence for Yield Criteria in Polymers",
An Introduction to the Mechanical Properties of Solid Polymers,
Wiley, P232-237 (1993)
- [28] B.S. Gupta, "Frictional Behaviour of Fibrous Materials "
Polymer and Fiber Science, Recent Advances, Edited by Raymond E. Fornes and Richard D. Gilbert, 305-332 (1992)
- [29] N. Gralen, J. Lindberg, "Measurement of friction between Single Fibers. VII. Physicochemical Views of Interfiber Friction",
Text. Res. J., **23**(9) 623-627 (1953)
- [30] H.G. Howell, and J. Mazur "Amontons Law and Fiber Friction",
J. Textile Inst., **44**, 59-69 (1953)
- [31] B.S. Gupta, Y.E. El.-Mogahzy, "A study of Friction in Fibrous Materials. Part I. Structural Model",
Text. Res. J., **61**(9), 547-555 (1991)
- [32] F.P. Bowden, and J.E. Young, "Friction of Diamond Graphite and Carbon and the Influence of Surface film",
Proc. R. Soc., **208**, 444 (1951)
- [33] B. Lincoln, "Frictional and Elastic Properties of High Polymeric Materials",
J. Appl. Phys., **3**, 260 (1952)
- [34] H.G. Howell, "The friction of a fiber round a cylinder and its dependence upon cylinder Radius",
J. Textile Inst., **45**, 575-579 (1954)
- [35] J. Lindberg, and N. Gralen, "Measurement of friction between Single Fibers. II. Frictional Properties of Wool Fibers Measured by Fiber-Twist Method",
Text. Res. J., **18**, 287-301 (1948)
- [36] B.S. Gupta, Y.E. El.-Mogahzy, "A study of Friction in Fibrous Materials. Part II. Experimental Study of the effects of structural and Morphological Factors",
Text. Res. J., **63**(4), 219-230 (1993)
- [37] B.J. Briscoe, A. Winkler, "A statistical analysis of the frictional forces generated between monofilaments during intermittent sliding",
J. Phys. D : Appl. Phys., **18**, 2143-2167 (1985)
- [38] B.S. Gupta, K.W. Wolf, and R.W. Postlethwait, "Effect of Suture Material and construction on Frictional Properties of Sutures",
Gynecol. Obster., **161**, 12-16 (1985)

- [39] N. Fair, and B.S. Gupta, "Effects of chlorine on friction and morphology of human hair",
J. Soc. Cosmet. Chem., **33**, 229-242 (1992)
- [40] J. S. Olsen, , "Frictional behavior of textile yarns",
Text. Res. J., **39**, 31-37 (1969)
- [41] M.J. Schick, "Friction and lubrication of synthetic fibers, Part I : Effect of guide roughness and speed on fiber friction",
Text. Res. J., **43**(2),103-109 (1973)
- [42] C. Schlatter, R.A Olney, "Concerning the mechanisms of Fiber and Yarn lubrication"
Text. Res. J.,**29** (3) 201-210 (1959)
- [43] W. B. Hardy, "Collected works"
Cambridge University Press, Cambridge, England (1936)
- [44] T. Fort, J.S. Olsen, "Boundary friction of textile yarns",
Text. Res. J., **31**(12)1007-1011 (1961)
- [45] M.L. Gee, J.N. Israelachvili, "Liquid to solidlike transitions of molecularly thin films under shear",
J. Chem. Phys., **93**(3), 1895-1906 (1990)
- [46] E. Moss, Brit, "Lubrication of cotton and other materials",
J. Appl. Phys., Supplement 1, 19-23 (1951)
- [47] P.G. de Gennes "Wetting statics and dynamics",
Rev. Mod. Phys., **57**, 827-863 (1985)
- [48] M.J. Schick, "Friction and lubrication of synthetic fibers. Part IV :Effect of Fiber material and lubricant viscosity and concentration",
Text. Res. J., **43**(6), 343-347 (1973)
- [49] M.J. Schick, "Friction and lubrication of synthetic fibers, Part II : two component systems",
Text. Res. J.,**43**(4)199-204 (1973)
- [50] M. J. Schick, "Friction and lubrication of synthetic fibers, Part VII : Effect of guide temperature",
Text. Res. J., **50**, 675-681 (1980)
- [51] K.L Loewenstein, "The Manufacturing Technology of continuous Glass Fibers",
Elsevier, Amsterdam (1993)

- [52] Fiche chimique "Polypropylène"
L'Industrie textile, **1263**, 13-14 (1995)
- [53] E.P. Plueddeman, "Silane Coupling agents"
Plenum Press, New York (1982)
- [54] V. Wolff, "Influence de l'ensimage sur les propriétés mécaniques de tissus de verre enduits de résine phénolique ou de latex",
Thèse - Université de Lille I - (1996)
- [55] C. Campagne, "Optimisation d'un ensimage pour fibre par étude du frottement et d'adhésion",
Rapport DEA, Université de Lille I - (1997)
- [56] D. Quéré, "Fibres capillaires mouillées"
Thèse - Université Paris IV - (1989)
- [57] G. Binning, C.F. Quate, Ch. Gerber,
Phys. Rev. Lett., **56**, 930-933 (1986)
- [58] L. Porte, "La microscope à force atomique",
Spectra 2000, **155**, 30-38 (Mars 1991)
- [59] G. Binning, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weiber, "Tunnelling through a controllable vacuum gap"
Appl. Phys. Lett., **40**, 178 (1982)
- [60] J.-B. Donnet, E. Custodero, "Les microscopes à sonde locale et les matériaux carbonés",
L'actualité chimique, 157-162 (Mars-Avril 1992)
- [61] R. Cortager, F. Ajustron et J. Beauvillain, "Microscope par effet tunnel",
Spectra 2000, N° **147**, 34-40 (1990)
- [62] Paul K. Hansma, "Scanning tunnelling microscopy",
J. Appl. Phys., **2(61)**, 1-23 (1987)
- [63] G. Meyer, N. M. Amer, "Novel optical approach to atomic force microscopy"
Appl. Phys. Lett., **53**, 1045-1047 (1988)
- [64] G. Binning, D.P.E. Smith, "Single-tube three dimensionnal scanner for scanning microscopy",
Rev. Sci. Instrum., **57**, 1688-1689 (1986)
- [65] F.F. Abraham, I. P. Batra, S. Ciraci, "Effect of a tip profile on AFM images : a model study"
Phys. Rev., A. General Physics, **60**, 1314-1317 (1988)

- [66] T. R. Albrecht, C. F. Quate, "Microfabrication of integrated scanning tunnelling microscope"
J. Vac. Sci. Tech., **A8**(1), 317-318 (1990)
- [67] O. Marti, B. Drake, S. Gould, P. K. Hansma, "Atomic resolution atomic force microscopy of graphite and native oxide on silicon",
J. Vac. Sci. Tech., **A6**(2), 287-289 (1988)
- [68] H. Schmidt, J. Heil, " Atomic force sensors constructed from carbon and quartz fibers",
J. Vac. Sci. Tech., **A8**(1), 388-390 (1990)
- [69] Digital Instruments, Nanoscope III, "Multimode Scanning Probe Microscope",
Instruction Manuel, Version 1.1 (1993)
- [70] N. A. Burnham, R.J. Colton, "Interpretation of force curve in force microscopy",
Nanotechnology, **4**, 64-80 (1993)
- [71] A. Fogden, L. R. White, "Contact elasticity in the presence of capillary condensation. I, The non adhesive Hertz problem",
J. Colloid Interface Sci., **138**, 414-430 (1988)
- [72] A. L. Weisenhorn, P. K. Hansma, T. R. Albrecht, C. F. Quate, "Forces in atomic force microscopy in air and water",
Appl. Phys. Lett., **54**, 2651-2653 (1989)
- [73] J. N. Israelachvili, "Intermolecular & Surface Forces",
(2nd Edition), *Academic Press, London* (1992)
- [74] F. Ohnesorge, G. Binnig, "True atomic resolution by atomic force microscopy through repulsive and attractive forces",
Science, **260**, 1451-1456 (1993)
- [75] Z. Jiang, C.-J. Lu, D.B. Bogy, T. Miyamoto, "Dependence of nano-friction and nano-wear on loading force for sharp diamond tips sliding on Si, Mn-Zn ferrite, and Au",
Transactions of ASME, **117**, 328-333 (1995)
- [76] R. Kaneko, "Microtribology",
Tribology International, **28**(1), 33-37 (1995).
- [77] B. Bhushan, V. N. Koinkar, "Macro and microtribological studies of CrO₂ video tapes",
Wear, **180**, 9-16 (1995)

- [78] B. Bhushan, B.K. Gupta, "Nanoindentation, microscratch, friction and wear studies of coatings for contact recording applications",
Wear, **181**, 743-758 (1995)
- [79] Ju-Ai Ruan, B. Bhushan, "Atomic-scale friction measurements using force microscopy : Part I - General principles and new measurements techniques",
Transactions of ASME, **116**, 378-388 (1994)
- [80] C. Mathew Mate, Gary McClelland, "Atomic-Scale Friction of a Tungsten Tip on a Graphite Surface",
Phys. Rev. Lett., **59**(17), 1942-1945 (1987)
- [81] G. Meyer & N.M. Amer, "Simultaneous measurement of lateral and normal forces with optical-beam-deflection atomic microscope",
Appl. Phys. Lett., **57**(20), 2089-2090 (1990)
- [82] S. Fujisawa, Y. Sugawara, S. Morita, "Origins of forces measured by Atomic Force /Lateral Force Microscope",
Microbeam Analysis, **2**, 311-316 (1993)
- [83] R. Overney & E. Meyer, "Tribological Investigations using friction force microscopy",
MRS Bulletin, **XVIII**(5), 26-34 (May 1993)
- [84] D. R. Baselt & J. D. Baldeschwieler, "Lateral forces during atomic force microscopy of graphite in air",
J. Vac. Sci. Technol., **B 10**(5), 2316-2322 (1992)
- [85] O. Marti, " Nanotribology : Friction on a Nanometer Scale",
Physical Scripta, **T49**, 599-604 (1993)
- [86] C. -J. Lu, T. Miyamoto, "Simultaneous measurement of surface topography and friction force by a single-head lateral force microscope",
Transactions of the ASME, **117**, 334-342 (1995)
- [87] S.N. Maganov & al, "Atomic force microscopy on polymers and polymer related compounds, 1. Cold-extruded polyethylene",
Polymer Bulletin, **25**, 689-694 (1991)
- [88] S.N. Maganov, "Atomic force Microscopy on polymers and polymer related compounds-5. Carbon fibers",
Polymer Bulletin, **28**, 577-584 (1992)
- [89] S.N. Magonov & Co, "Surface Analysis of polymeric Materials by Atomic Force Microscopy",
L'actualité chimique, 196-199 (Mars-Avril 1992)

- [90] G. J. Vansco, P. F. Smith & Co, "Anisotropic friction on lamellar crystals of polyethylene by lateral force microscopy",
Polymer Bulletin, **33**, 459-464 (1994)
- [91] G. J. Vansco, D. Snétivy, "Atomic Force Microscopy of Polymer Crystals. 6. Molecular Imaging and study of polymorphism in Poly (p-phenyleneterephthalamide) fibers,"
Macromolecules, **25**, 7037-7042 (1992)
- [92] S. N. Magonov & Co, "Atomic Force Microscopy of Gel-Drawn Ultrahigh Molecular weight Polyethylene",
Macromolecules, **26**, 1380-1386 (1993)
- [93] T. L. Phillips, T. J. Horr & Co, "Imaging wool fiber surfaces with a scanning force microscope",
Text. Res. J., **65**(8), 445-453 (1995)
- [94] Mate, C.M., "Atomic friction microscopy study of polymer lubricants on silicon surfaces."
Phys. Rev. Lett., **68**, 3323-3326 (1991)
- [95] B.Bhushan, J.N. Israelachvili & U. Landmann, "Nanotribology : friction, wear and lubrication at the atomic scale",
Nature, **374**, 607-616 (1995)
- [96] Overney, R.M. & al "Force microscopy study of friction and elastic compliance of phase-separated organic thin films",
Langmür, **10**, 1281-1286 (1994)
- [97] Kajiyama T, "Phase separated morphology of an immobilised organosilane monolayer studied by a scanning probe microscope",
Langmür, **11**, 1341-1346 (1995)
- [98] R. Kaneko, "Microtribological applications of probe microscopy",
Tribology International, **28**(3), 195-202 (1995)
- [99] B.Bhushan, V.N. Koinkar, "Microtribology of PET polymeric Films",
Tribology Transactions, **38**(1), 119-127 (1995)
- [100] S. Guillaume, "Réalisation des montages pour les mesures de force de frottement et de "Pull-Off",
Rapport de stage, MST "Mesures et contrôle", Université de Lille I (1996).
- [101] S. Bahrami, "Frottement de fibres et l'influence de l'humidité",
Rapport de stage, MST "Mesures et contrôle", Université de Lille I (1997).

-
- [102] P. Trens, R. Denoyel, E. Guilleateau, "Evolution of surface composition, porosity, and surface area of glass fibers in a moist atmosphere",
Langmür, **12**(5), 1245-1250 (1996)
- [103] G. Marin, "Relations des adhésifs thermofusibles et sensibles à la pression : Relation avec des propriétés d'adhérence et de mise en oeuvre",
JADH' 97, 9^{ème} Journées d'étude sur l'adhésion", St. Lary, France (1997)
- [104] H. S. Cheng, L. Qui, D. Y. Hua, "Modelling of lubrication in microcontact",
Tribology letters, **3**(1), 81-86 (1997)

ANNEXES

ANGLE MOUILLANT ET DEMOILLANT

Nous avons vu qu'une goutte de liquide s'étale lorsque le coefficient d'étalement est positif. S'il est négatif, la goutte ne s'étale pas et forme un angle de contact avec le solide.

Si le solide sur lequel se trouve la goutte est idéal c'est à dire lisse et homogène, la forme de cette goutte est déterminée par les énergies superficielles et interfaciales des phases en présence. Le système est souvent représenté par le modèle suivant :

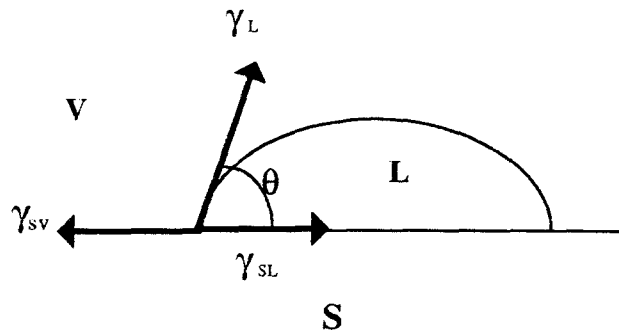


Figure 233 : le modèle de Young

L'angle de contact à l'équilibre est alors décrit par l'équation de Young :

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_L \cdot \cos \theta \quad (94)$$

Maintenant, si nous plaçons notre goutte sur une surface réelle : rugueuse et hétérogène, l'angle de contact va augmenter avec le volume de la goutte jusqu'à augmentation de la surface de contact entre le liquide et la solide. L'angle limite obtenu juste avant le déplacement de la ligne de contact est appelé angle mouillant θ_m ou l'angle d'avancée θ_a .

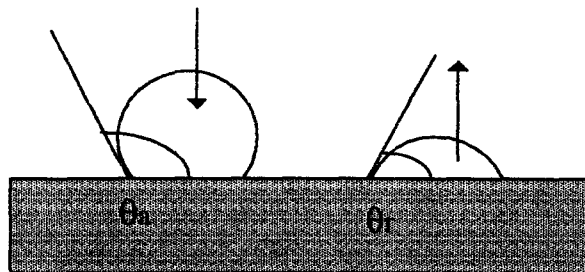


Figure 234 : détermination de l'angle mouillant et démouillant

En revanche, une réduction de volume entraîne une diminution de l'angle sans déplacement de la ligne de contact. L'angle limite juste avant que la ligne de contact ne se déplace est appelé angle démouillant θ_d ou l'angle de reculée θ_r .

L'angle de contact à l'avancée sera toujours plus grand que celui à la reculée. Et la différence entre ces deux angles de contact est appelée hystérésis de mouillage.

Calcul et recherche de l'angle de contact

Nous démontrons que l'angle d'inclinaison de la fibre (suspendue à la balance) avec le vertical " θ " = l'angle de contact fibre/fibre " β "

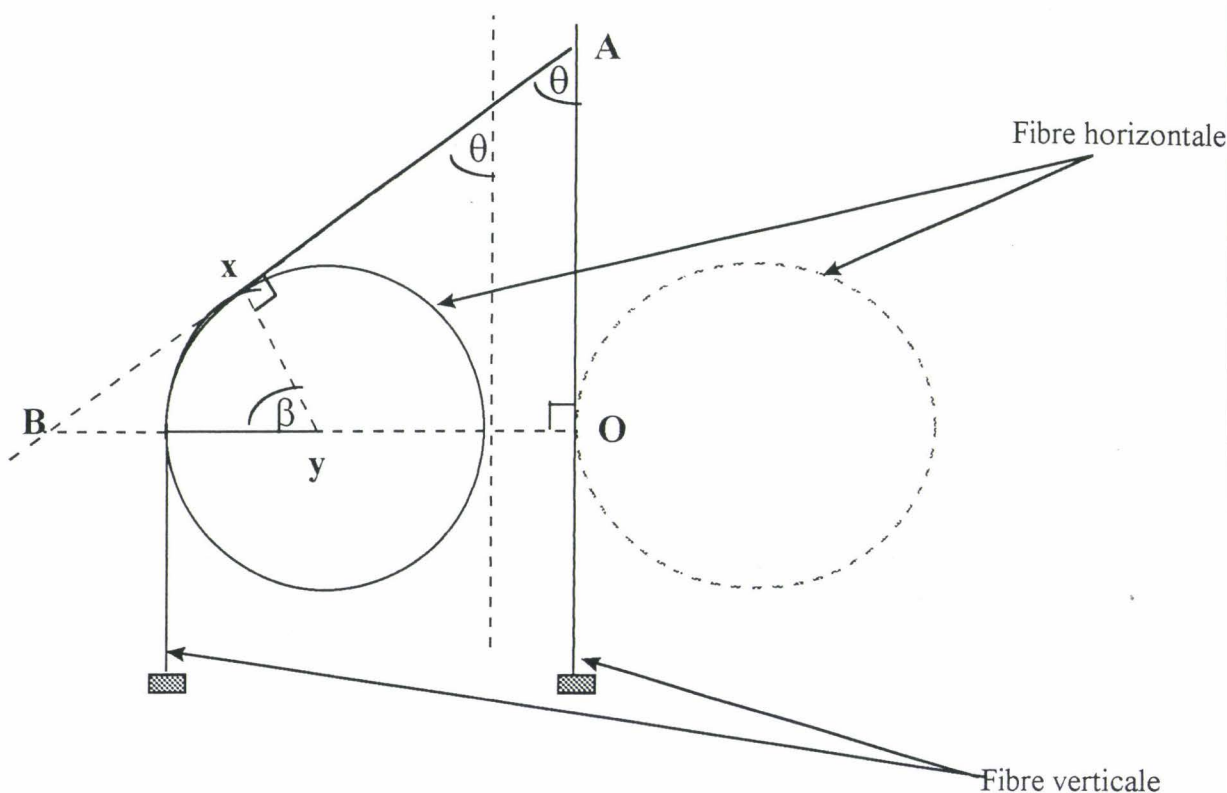


Figure 235

Démonstration :

Considérons le triangle rectangle OAB :
l'angle OBA = $90^\circ - \theta$

Considérons maintenant le triangle rectangle Bxy

$$\begin{aligned} \text{l'angle Byx } \beta &= 180^\circ - (90^\circ + \text{OAB}) \\ &= 180^\circ - (90^\circ + (90^\circ + \theta)) \\ &= \theta \end{aligned}$$

Conclusion : $\beta = \theta$

Nous avons démontré que l'angle de contact fibre/fibre = angle d'inclinaison de la fibre verticale.

Pendant l'expérimentation, nous mesurons d'abord "z"(distance verticale entre le crochet et le point de contact des 2 fibres.

Nous imposons à chaque mesure, un angle de $\alpha=2,3^\circ$, nous calculons ensuite $x = z \tan 2,3^\circ$, et nous déplaçons la fibre horizontale d'une distance "x". L'angle d'inclinaison " β "= θ peut être calculé par la relation (99).

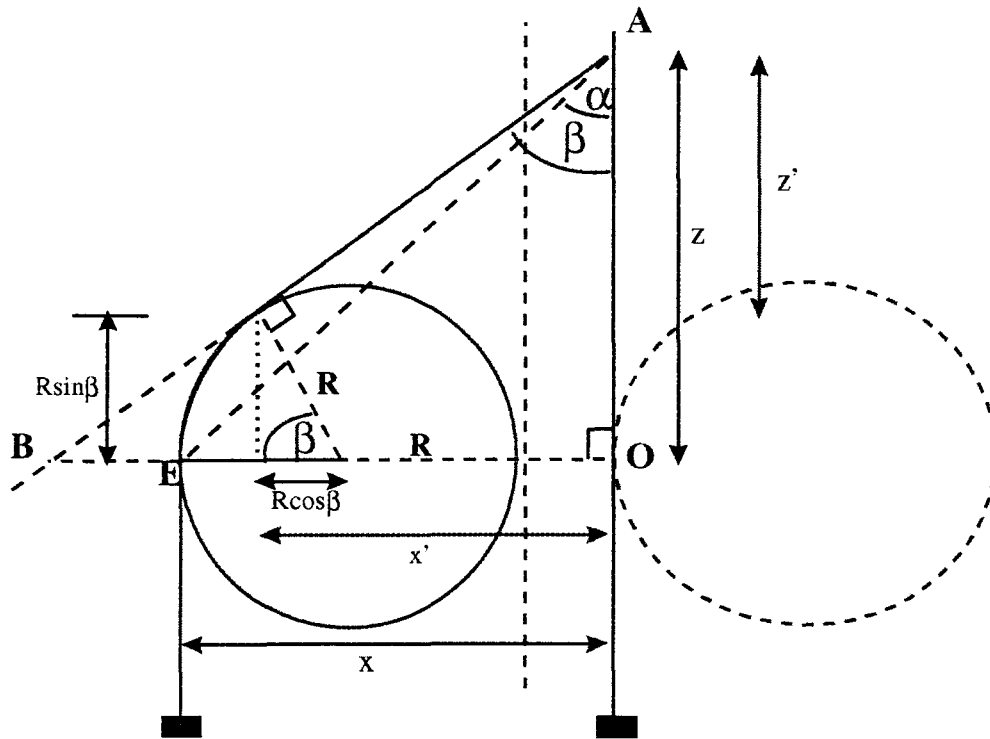


Figure 236

$$\tan \alpha = \frac{x}{z} \Rightarrow x = z \tan \alpha \quad (95)$$

$$\tan \beta = \frac{x'}{z'} \Rightarrow x' = z' \tan \beta \quad (96)$$

$$x - x' = R - R \cos \beta \quad (97)$$

En utilisant les trois relations :

$$x - x' = R - R \cos \beta$$

$$z \tan \alpha - z' \tan \beta = R - R \cos \beta \quad (98)$$

$$\text{or } z - z' = R \sin \beta$$

donc, l'équation (98) devient :

$$z \tan \alpha - [z - R \sin \beta] \tan \beta = R - R \cos \beta \quad (99)$$

α	y (en m)	R(en m)	β
2,3°	6.10^{-2}	7.10^{-6}	2,3000054
2,3°	7.10^{-6}	7.10^{-6}	2,3000032

Conclusion : $\alpha=\beta=2,3^\circ$ (erreur de 10^{-6})

Angle de contact en fonction du déplacement vertical de la fibre horizontale

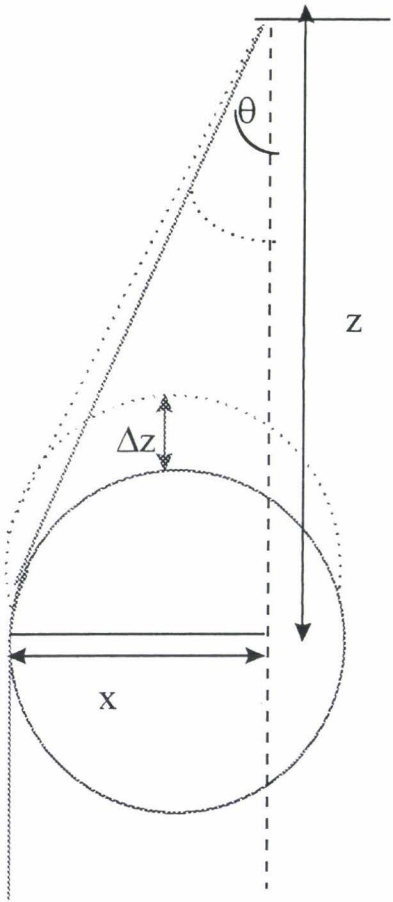


Figure 237

L'angle d'inclinaison ou de contact fibre/fibre varie en fonction de la hauteur z
 A $t=0$ sec, $\theta=2,3^\circ$ ainsi $x = z \cdot \tan \theta = z \tan 2,3^\circ$
 A temps t, $\theta = \text{Arctan } x / (z - \Delta z(t)) = \text{Arctan } ((z \cdot \tan 2,3^\circ) / (z - \Delta z(t)))$

$$\text{Ainsi : } \frac{\text{Ln}\left(1 + \frac{Fs}{N}\right)}{\text{Arctan}\theta} = \frac{\text{Ln}\left(1 + \frac{Fs}{N}\right)}{\text{Arc tan} \frac{z - \tan 2,3^\circ}{z - \Delta z(t)}}$$

MODULE 1

Option ForceDcl

Public NomFeuille En Chaîne
Public NumLigne En Entier
Public DernièreLigne En Entier
Public HumidRelat En Chaîne
Public Température En Chaîne
Public Nombre En Simple

Proc OuvreFich()

Quand Erreur AllerA OuFi

[illegible]

'Cette partie du programme peut être modifiée pour proposer un autre répertoire par défaut lors de l'exécution du programme pour ouvrir un fichier de données.

```
Si Application.Dialogues(xlDialogueOuvrir).Afficher("C:\SHARAM\FROT") Alors
```

TransfDonnée
Sinon
Fin
Fin Si

OuFi:

```
Si ErrCode = 1004 Alors
  Fin
Fin Si
```

Fin Proc

Proc TransfDonnée()

Dcl PlageEtude
Dcl Compteur En Entier

Quand Erreur AllerA TD1

```

FinPlageDonnée
AffecteRéf PlageEtude = Feuilles(NomFeuille).Cellules(1; 1).ZoneEnCours
PlageEtude.Sélectionner
Sélection.Remplacer Quoi="."; RemplacerPar=","; RechercheEn=_
xlPartie; SensRecherche:=xlParLigne; RespectCasse:=Faux
Si Non (EstNumérique(PlageEtude.Valeur)) Alors
    TexteNumérique
Fin Si

```

TD1:

Reprendre Suivant

Fin Proc

Proc TexteNumérique()

```
Colonnes("B:B").Sélectionner
Sélection.ConvertirEnColonnes Destination:=Plage("B1"); TypeDonnées _
:=xlDélimité; IdentificateurTexte:=xlAucun; SéparateurConsécutif _
:=Faux; Tabulation:=Vrai; PointVirgule:=Faux; Virgule:=Faux; _
Espace:=Faux; Autre:=Faux; InformationChamp:=Tableau(1; 1)
Colonnes("C:C").Sélectionner
Sélection.ConvertirEnColonnes Destination:=Plage("C1"); TypeDonnées _
:=xlDélimité; IdentificateurTexte:=xlAucun; SéparateurConsécutif _
:=Faux; Tabulation:=Vrai; PointVirgule:=Faux; Virgule:=Faux; _
Espace:=Faux; Autre:=Faux; InformationChamp:=Tableau(1; 1)
Plage("A1").Sélectionner
```

Fin Proc

Proc FinPlageDonnée()

```
Dcl NomChange En Chaîne
Dcl Feuille En Objet
Dcl Condition En Booléen
  Quand Erreur AllerA FPD
```

```
NomFeuille = Gauche(ClasneurActif.Nom; NbrCar(ClasneurActif.Nom) - 4)
NumLigne = Feuilles(NomFeuille).Cellules(1; 1).ZoneEnCours.Lignes.NombreDe
```

FPD:

```
Si ErrCode = 1004 Alors
  NomChange = BoîteSaisie( _
  Invite:"Le programme ne reconnait pas la feuille qui contient vos données. Entrer le nom de
  cette feuille. Le programme changera son nom en '" & NomFeuille & "'"; _
  Défaut:=FeuilleActive.Nom)
```

```
Condition = Faux
Pour Chaque Feuille Dans Feuilles
  Si Majuscule(Feuille.Nom) = Majuscule(NomChange) Alors
    Feuille.Nom = NomFeuille
    Condition = Vrai
  Sortir Pour
Fin Si
Suivant Feuille
Si Condition = Faux Alors
  Message "La feuille que vous avez indiquée n'a pas pu être trouvée. Fin du programme"
Fin
Fin Si
```

Fin Si

Fin Proc

Proc FinPlageRésultat()

```
DernièreLigne = Feuilles("MaxMin").Cellules(1; 1).ZoneEnCours.Lignes.NombreDe
```

Fin Proc

Ce module contient les procédures de commandes des contrôles

```
*****
```

```
Option ForceDcl
```

```
*****
```

```
Proc Compteur5_QuandChangement()
```

```
  Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1") _
    .ZonesModification("Modification 6").Texte = _
    Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1") _
    .Compteurs("compteur 5").Valeur
```

```
Fin Proc
```

```
*****
```

```
Proc Modification6_QuandChangement()
```

```
Dcl ContientValeur
```

```
  Quand Erreur AllerA M6QC
```

```
  ContientValeur = Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1") _
    .ZonesModification("Modification 6").Texte
```

```
  Si ContientValeur = "" Alors
    ContientValeur = 0
  SinonSi ContientValeur >= 200 Alors
    ContientValeur = 200
  SinonSi ContientValeur <= 0 Alors
    ContientValeur = 0
  Fin Si
```

```
  Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1") _
    .Compteurs("compteur 5").Valeur = ContientValeur
  Compteur5_QuandChangement
```

```
M6QC:
```

```
  Si ErrCode = 13 Alors
    Message "Vous devez saisir des coefficients numériques ." & _
      "Erreur numéro " & NumChaîne(ErrCode) & ": " & Erreur(ErrCode)
    Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1"). _
      ZonesModification("Modification 6").Texte = _
      Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1") _
      .Compteurs("compteur 5").Valeur
  Fin Si
```

```
Fin Proc
```

```
*****
```

```
Proc BoutonCoefET_QuandClic()
```

```
  Si Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1").Afficher Alors
    CalculAmplitudeRestreinte
  Fin Si
```

```
Fin Proc
```

Proc PlacerBouton()

```
Feuilles("Courbe").Boutons.Ajouter(625,5; 12; 95,5; 42,5).Sélectionner
Sélection.QuandAction = "MSTMC.XLS!BoutonCoefET_QuandClic"
Sélection.Caractères.Texte = "Coef. ET"
Avec Sélection.Caractères(Départ:=1; Longueur:=8).Police
    .Nom = "Arial"
    .StylePolice = "Gras"
    .Taille = 16
Fin Avec
GraphiqueActif.Désélectionner
```

Fin Proc

Proc BoutonStockage()

Dcl OrdonBouton En Simple

```
FinPlageDonnée
FinPlageRésultat
Feuilles("MaxMin").Sélectionner
OrdonBouton = Lignes(DernièreLigne + 2).HauteurLigne
FeuilleActive.Boutons.Ajouter(0; OrdonBouton * (DernièreLigne + 2); 50; OrdonBouton *
1,25).Sélectionner
Sélection.QuandAction = "MSTMC.XLS!StockRésultats"
FenêtreActive.Volets(1).Activer
Sélection.Caractères.Texte = "Stocker"
Avec Sélection.Caractères(Départ:=1; Longueur:=15).Police
    .Nom = "Arial"
    .StylePolice = "Gras"
    .Taille = 11
Fin Avec
Cellules(DernièreLigne + 4; 1).Sélectionner
Fin Proc
```

Dcl TitreVal En Chaîne

FinPlageRésultat

[illegible]

Défaut:="Force (mg)"

IndexCouleur = 10

```

Fin Avec
ExécuterMacroExcel4 "SELECTIONNER("Texte_axe 1")"
Avec Sélection.Police
    .Nom = "Arial"
    .StylePolice = "Gras"
    .Taille = 14
    .IndexCouleur = 7
Fin Avec
GraphiqueActif.Séries(1).Sélectionner
Avec Sélection.Bordure
    .IndexCouleur = 25
    .Epaisseur = xlMoyen
    .StyleTrait = xlContinu
Fin Avec
Avec Sélection
    .IndexCouleurFondMarque = 2
    .IndexCouleurPremierPlanMarque = 1
    .StyleMarque = xlAucun
    .Lissage = Vrai
Fin Avec
GraphiqueActif.Axes(xlCatégorie).Sélectionner
Avec GraphiqueActif.Axes(xlCatégorie)
    .EchelleMinimum = 0
    .EchelleMaximum = 2
    .UnitéSecondaireAutomatique = Vrai
    .UnitéPrincipaleAutomatique = Vrai
    .Croisement = xlAutomatique
    .OrdreTraçageInversé = Faux
    .TypeEchelle = Faux
Fin Avec
GraphiqueActif.Axes(xlValeur).Sélectionner
Avec GraphiqueActif.Axes(xlValeur)
    .UnitéSecondaireAutomatique = Vrai
    .UnitéPrincipaleAutomatique = Vrai
    .Croisement = xlAutomatique
    .OrdreTraçageInversé = Faux
    .TypeEchelle = Faux
Fin Avec
Avec GraphiqueActif.MiseEnPage
    .EnTêteGauche = DateSystème
    .EnTêteMilieu = Gauche(ClasseurActif.Nom; NbrCar(ClasseurActif.Nom) - 4) & ".XLS"
    .EnTêteDroit = ""
    .PiedPageGauche = ""
    .CentrePiedPage = ""
    .PiedPageDroit = ""
Fin Avec
GraphiqueActif.Séries(1).Sélectionner
Avec Sélection.Bordure
    .IndexCouleur = 32
    .Epaisseur = xlMoyen
    .StyleTrait = xlContinu
Fin Avec
Avec Sélection
    .IndexCouleurFondMarque = 2
    .IndexCouleurPremierPlanMarque = 1
    .StyleMarque = xlAucun
    .Lissage = Vrai
Fin Avec
GraphiqueActif.Désélectionner

```

GFD:

Si ErrCode = 1005 Alors

Message "Erreur numéro " & NumChaine(ErrCode) & _

" : " & Erreur(ErrCode) _

& "La feuille graphique que vous créez porte le nom 'Courbe'. Vérifiez que d'autres feuilles ne portent pas le même nom."

FeuilleActive.Supprimer

Fin Si

Fin Proc

'*****'

'Ce module contient les différentes procédures de recherche et de calcul.

Option ForceDcl

'Cette procédure recherche les maximums et minimums des courbes de stick-slip

Proc FeuilleMaxiMini()

Dcl NombreTotal En Entier

Dcl Différence En Simple

Dcl Extrem En Booléen

Dcl Compteur En Entier

Dcl IndexExtrem En Entier

Dcl PlaceValeur En Entier

Quand Erreur AllerA FMM

Feuilles.Ajouter

FeuilleActive.Nom = "MaxMin"

Feuilles(NomFeuille).Sélectionner

Lignes(1).Insérer DécaléVers:=xlVersBas

Cellules(1; 1).FormuleL1C1 = "Temps"

Cellules(1; 2).FormuleL1C1 = "Dépl."

Cellules(1; 3).FormuleL1C1 = "Force"

Pour Compteur = 2 à NumLigne - 1

Cellules(Compteur; 4).Valeur = Cellules(Compteur; 3).Valeur _
- Cellules(Compteur + 1; 3).Valeur

Suivant Compteur

IndexExtrem = 0

Pour Compteur = 2 à NumLigne

Si Cellules(Compteur; 4) < 0 Alors

IndexExtrem = Compteur

Sortir Pour

Fin Si

Suivant Compteur

Si IndexExtrem = 0 Alors

Message "Le programme n'a détecté aucun Stick-Slip. Fin du programme"

Fin

Fin Si

Extrem = Vrai

PlaceValeur = 2

Faire

Pour Compteur = IndexExtrem à NumLigne

Si (Cellules(Compteur; 4).Valeur < 0) Et Extrem Alors

Feuilles("MaxMin").Cellules(PlaceValeur; 1).Valeur = _

Feuilles(NomFeuille).Cellules(Compteur; 1).Valeur

Feuilles("MaxMin").Cellules(PlaceValeur; 2).Valeur = _

Feuilles(NomFeuille).Cellules(Compteur; 2).Valeur

Feuilles("MaxMin").Cellules(PlaceValeur; 3).Valeur = _

Feuilles(NomFeuille).Cellules(Compteur; 3).Valeur

PlaceValeur = PlaceValeur + 1

Extrem = Non (Extrem)

IndexExtrem = Compteur

```

        Sortir Pour
    Fin Si
    Suivant Compteur
    Pour Compteur = IndexExtrem à NumLigne
        Si (Cellules(Compteur; 4).Valeur >= 0) Et (Non Extrem) Alors
            Feuilles("MaxMin").Cellules(PlaceValeur - 1; 4).Valeur = _
            Feuilles(NomFeuille).Cellules(Compteur; 1).Valeur
            Feuilles("MaxMin").Cellules(PlaceValeur - 1; 5).Valeur = _
            Feuilles(NomFeuille).Cellules(Compteur; 2).Valeur
            Feuilles("MaxMin").Cellules(PlaceValeur - 1; 6).Valeur = _
            Feuilles(NomFeuille).Cellules(Compteur; 3).Valeur
            Extrem = Non (Extrem)
            IndexExtrem = Compteur
        Sortir Pour
    Fin Si
    Suivant Compteur
    Boucle Jusque Compteur > NumLigne
    Feuilles(NomFeuille).Colonnes(4).Effacer
FMM:
    Si ErrCode <> 0 Alors
        Message "Une erreur inattendue est intervenue. Le programme va s'arrêter ici."
    Fin Si
Fin Proc
'*****
'Cette procédure calcule l'amplitude des pics de stick-slip qui apparaissent
'lorsque les deux fils se détachent, si la durée du "stick" ne dépasse pas cinq secondes.
'*****

Proc CalculAmplitude()

Dcl Compteur En Entier
Dcl NombreTotal En Entier
Dcl Cellule

    FinPlageDonnée
    FinPlageRésultat

    Feuilles("MaxMin").Sélectionner
    Pour Compteur = 3 à DernièreLigne
        Si Cellules(Compteur; 1).Valeur - Cellules(Compteur; 4).Valeur <= 4 Alors
            Cellules(Compteur; 7).Valeur = _
            Cellules(Compteur; 6).Valeur - _
            Cellules(Compteur; 3).Valeur
        Sinon
            Cellules(Compteur; 7).Valeur = ""
        Fin Si
    Suivant Compteur

    Pour Compteur = 3 à DernièreLigne
        Si EstVide(Feuilles("MaxMin").Cellules(Compteur; 7)) Alors
            Feuilles("MaxMin").Lignes(Compteur).Supprimer DécaléVers:=xlVersHaut
        Fin Si
    Suivant Compteur

Fin Proc

'*****

Proc CalculAmplitudeRestreinte()

```

```

Dcl Compteur En Entier
Dcl Compteur1 En Entier
Dcl NombreTotal En Entier
Dcl EcarTypePoints En Double
Dcl CoefficientEcarType En Simple
Dcl PPic En Simple
Dcl DPic En Simple
Dcl Cellule
Dcl NomFeuilleRetour En Chaîne

```

```

FinPlageDonnée
FinPlageRésultat

```

```

NomFeuilleRetour = FeuilleActive.Nom
CoefficientEcarType = Classeurs("MSTMC.XLS")._
    FeuillesBoîteDialogue("Dialog1").Compteurs("compteur 5").Valeur
EcarTypePoints = Application.EcarType(FeuillesCalcul(NomFeuille).Colonnes("C:C"))
Pour Compteur = 2 à DernièreLigne
    Si Feuilles("MaxMin").Cellules(Compteur; 7).Valeur _
        - (EcarTypePoints * CoefficientEcarType / 100) < 0 Alors
        Feuilles("MaxMin").Cellules(Compteur; 8).Valeur = ""
    Sinon
        Feuilles("MaxMin").Cellules(Compteur; 8).Valeur = _
        Feuilles("MaxMin").Cellules(Compteur; 7).Valeur
    Fin Si
Suivant Compteur

```

```

Feuilles("MaxMin").Sélectionner
Pour Compteur1 = 3 à DernièreLigne
    PPic = Compteur1
    Si Cellules(Compteur1; 8).Valeur <> "" Alors
        Sortir Pour
    Fin Si
Suivant Compteur1
Pour Compteur1 = DernièreLigne à 3 ParPasDe -1
    DPic = Compteur1
    Si Cellules(Compteur1; 8).Valeur <> "" Alors
        Sortir Pour
    Fin Si
Suivant Compteur1

```

```

NombreTotal = 0

```

```

Pour Chaque Cellule Dans Feuilles("MaxMin").Plage(Cellules(3; 8); Cellules(DernièreLigne; 8))
    Si Non (EstVide(Cellule)) Alors
        NombreTotal = NombreTotal + 1
    Fin Si
Suivant Cellule
Nombre = NombreTotal / (Cellules(DPic; 5).Valeur - Cellules(PPic; 5).Valeur)
Cellules(DernièreLigne + 6; 9).Valeur = Nombre

```

```

Feuilles(NomFeuilleRetour).Activer

```

```

Période
CoefFrottement
Plage(Cellules(DernièreLigne + 6; 4); Cellules(DernièreLigne + 6; 5)).Sélectionner
Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Contour.Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

```

```

Avec Sélection
  .AlignementHorizontal = xlCentréSurPlusieursColonnes
  .AlignementVertical = xlBas
  .RenvoiLigneAutomatique = Faux
  .Orientation = xlHorizontal
Fin Avec
Avec Sélection.Police
  .Nom = "Arial"
  .StylePolice = "Normal"
  .Taille = 12
  .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 6; 4).Formule = "Coef. ET =" & _
  Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1") _
  .Compteurs("compteur 5").Valeur
Stati

```

Fin Proc

```

*****
'Cette procédure calcule la période entre deux sticks (lorsque les deux fils se détachent).
*****

```

Proc Période()

```

Dcl Compteur1 En Entier
Dcl Compteur2 En Entier
Dcl Index En Entier
Dcl NombreTotal En Entier
Dcl Temps1 En Simple
Dcl Temps2 En Simple
Dcl NomFeuilleRetour En Chaîne
Dcl Cellule

FinPlageDonnée
FinPlageRésultat

NomFeuilleRetour = FeuilleActive.Nom
Feuilles("MaxMin").Sélectionner
Pour Compteur1 = 3 à DernièreLigne
  Cellules(Compteur1; 9).Valeur = ""
  Suivant Compteur1
  Pour Compteur1 = DernièreLigne à 3 ParPasDe -1
    Index = Compteur1
    Si Cellules(Compteur1; 8).Valeur <> "" Alors
      Sortir Pour
    Fin Si
  Suivant Compteur1
  Pour Compteur1 = 3 à Index
    Compteur2 = Compteur1
    Faire
      Compteur2 = Compteur2 + 1
    Si Compteur2 > Index Alors
      Sortir Pour
    Fin Si
    Boucle Jusque Cellules(Compteur2; 8).Valeur <> ""
    Temps2 = Cellules(Compteur2; 1).Valeur
    Si Cellules(Compteur1; 8).Valeur <> "" Alors
      Temps1 = Cellules(Compteur1; 1).Valeur
      Cellules(Compteur1; 9).Valeur = Temps2 - Temps1
    Fin Si
  Fin Pour
Fin Pour

```

```

Sinon
    Cellules(Compteur1; 9).Valeur = ""
Fin Si
Suivant Compteur1

Feuilles(NomFeuilleRetour).Activer

Fin Proc

*****
'Cette procédure trace des pics correspondants aux sticks sur le graphe des stick-slip.
*****
Proc TracerPic()

Dcl Compteur En Entier
Dcl OrigineDonnée En Chaîne

Quand Erreur AllerA TrPi
FinPlageDonnée
FinPlageRésultat
Feuilles(NomFeuille).Sélectionner
Pour Compteur = 2 à NumLigne
    Cellules(Compteur; 5) = 0
Suivant Compteur
Pour Compteur = 3 à DernièreLigne
    Si Feuilles("MaxMin").Cellules(Compteur; 8).Valeur <> "" Alors
        Feuilles(NomFeuille).Cellules(Feuilles("MaxMin").Cellules(Compteur; 4).Valeur + 1; 5) = _
        Feuilles("MaxMin").Cellules(Compteur; 8).Valeur
    Fin Si
Suivant Compteur
Colonnes("B:B").Sélectionner
Sélection.Copier
Colonnes("D:D").Sélectionner
Sélection.EffectuerCollageSpécial Coller:=xlValeurs; Opération:= _
    xlAucun; VidesNonCompris:=Vrai; Transposition:=Faux
Cellules(1; 1).Sélectionner
Feuilles("Courbe").Sélectionner
OrigineDonnée = NomFeuille & "!$D$1:$E$" & NumLigne
GraphiqueActif.Séries(2).Supprimer
GraphiqueActif.Séries.Ajouter Source:=OrigineDonnée; _
    LigneColonne:=xlColonnes; EtiquettesSérie:=Vrai; _
    EtiquettesCatégorie:=Vrai; Remplacer:=Vrai
GraphiqueActif.Séries(2).Sélectionner
Avec Sélection.Bordure
    .IndexCouleur = 3
    .Epaisseur = xlMince
    .StyleTrait = xlContinu
Fin Avec
Avec Sélection
    .IndexCouleurFondMarque = 2
    .IndexCouleurPremierPlanMarque = 1
    .StyleMarque = xlAucun
    .Lissage = Vrai
Fin Avec
GraphiqueActif.Désélectionner

Feuilles("MaxMin").Sélectionner
Cellules(DernièreLigne + 6; 4).Formule = "Coef. ET = " & _
    Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1") _
    .Compteurs("compteur 5").Valeur

```



```

    Sortir Proc
  Fin Si
Fin Si
Si Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog2").Afficher Alors
  FeuilleStock = Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog2") _
    .ZonesCombinéesDéroulantes("Zone combinée 5").Texte
  CodeFich = FeuilleStock & ".XLS"
  Classeurs.Ouvrir NomFichier:=AdrFich & CodeFich
Sinon
  Sortir Proc
Fin Si

Pour Chaque Feuille Dans FeuillesCalcul
  Si Feuille.Nom = FeuilleStock Alors
    Feuille.Sélectionner
    Sortir Pour
  Sinon
    FeuilleActive.Nom = FeuilleStock
  Fin Si
Suivant Feuille

Feuilles(FeuilleStock).Lignes("4:4").Insérer DécaléVers:=xlVersBas
Classeurs(NomClass).Activer
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 1) = NomFeuille
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 2) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 7; 2).Formule
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 3) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 6; 2).Formule
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 4) = _
  Classeurs("MSTMC.XLS").FeuillesBoîteDialogue("Dialog1") _
    .Compteurs("compteur 5").Valeur
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 5) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 3; 3)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 6) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 4; 3)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 7) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 3; 6)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 8) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 4; 6)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 9) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 3; 8)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 10) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 4; 8)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 11) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 3; 9)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 12) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 4; 9)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 13) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 3; 10)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 14) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 4; 10)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 15) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 3; 11)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 16) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 4; 11)
Classeurs(CodeFich).Feuilles(FeuilleStock).Cellules(4; 17) = _
  Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 6; 9)
Classeurs(CodeFich).Enregistrer
Classeurs(CodeFich).Fermer
Message "Données enregistrées dans le classeur " & CodeFich

```

```

StRe:
  Si ErrCode = 1004 Alors
    Message "Erreur numéro " & NumChaîne(ErrCode) & ": " & _
      Erreur(ErrCode) _
      & "Le nom de fichier ou le chemin d'accès est incorrect. " _
      & "Vérifiez que le classeur Excel de destination comporte une feuille " _
      & "portant le nom du classeur sans l'extension '.XLS'"
  Fin Si
Fin Proc

'*****
'Cette procédure calcule le coefficient de frottement statique et dynamique
'*****

Proc CoeffFrottement()

Dcl AngleCorrigé En Simple
Dcl Compteur En Entier
Dcl AngleContact
Dcl HauteurFil
Dcl ChargeAppliquée

  Quand Erreur AllerA CoFr
  FinPlageDonnée
  FinPlageRésultat

'*****
'Cette partie du programme peut être modifiée pour proposer d'autres valeurs par
'défaut pour le calcul du coefficient de frottement.

  HauteurFil = BoîteSaisie( _
    Invite:="Entrer la longueur du fil (en mm):"; _
    Défaut:=60)
  AngleContact = BoîteSaisie( _
    Invite:="Entrer l'angle de contact de départ (en degré):"; _
    Défaut:=2,3)
  ChargeAppliquée = BoîteSaisie( _
    Invite:="Entrer la charge appliquée au fil vertical (en mg):"; _
    Défaut:=200)

'*****

Feuilles("MaxMin").Sélectionner
Cellules(DernièreLigne + 2; 4).Formule = "Angle = " & AngleContact & " °"
Cellules(DernièreLigne + 3; 4).Formule = "Hauteur = " & HauteurFil & " mm"
Cellules(DernièreLigne + 4; 4).Formule = "Charge = " & ChargeAppliquée & " mg"
Pour Compteur = 3 à DernièreLigne
  Si (Cellules(Compteur; 2).Valeur <> "" Et _
    Cellules(Compteur; 8).Valeur <> "") Alors
    AngleCorrigé = Arctan((Tan(AngleContact * 3,1415926536 _
      / 180) * HauteurFil) / (HauteurFil - Cellules(Compteur; 2)))
    Cellules(Compteur; 10) = Log(1 + Cellules(Compteur; 3) * (-1) / _
      ChargeAppliquée) / AngleCorrigé
  Sinon
    Cellules(Compteur; 10) = ""
  Fin Si
  Si (Cellules(Compteur; 5).Valeur <> "" Et _
    Cellules(Compteur; 8).Valeur <> "") Alors
    AngleCorrigé = Arctan((Tan(AngleContact * 3,1415926536 _
      / 180) * HauteurFil) / (HauteurFil - Cellules(Compteur; 5)))
    Cellules(Compteur; 11) = Log(1 + Cellules(Compteur; 6) * (-1) / _

```

```

        ChargeAppliquée) / AngleCorrigé
    Sinon
        Cellules(Compteur; 11) = ""
    Fin Si
    Suivant Compteur

CoFr:
    Si ErrCode = 10 Alors

        Fin Si
    Fin Proc

*****

Proc Stati()

Dcl Compteur En Entier
Dcl NombreTotal En Entier
Dcl Cellule

    FinPlageDonnée
    FinPlageRésultat
    NombreTotal = 0
    Pour Chaque Cellule Dans Plage(Cellules(3; 3); _
        Cellules(DernièreLigne; 3))
        Si Cellule.Valeur <> "" Alors
            NombreTotal = NombreTotal + 1
        Fin Si
    Suivant Cellule
    Cellules(DernièreLigne + 2; 3).Valeur = NombreTotal
    Cellules(DernièreLigne + 3; 3).Valeur = Application.Moyenne( _
        Plage(Cellules(2; 3); Cellules(DernièreLigne; 3)))
    Cellules(DernièreLigne + 4; 3).Valeur = Application.EcarType( _
        Plage(Cellules(2; 3); Cellules(DernièreLigne; 3)))

    NombreTotal = 0
    Pour Chaque Cellule Dans Plage(Cellules(3; 6); _
        Cellules(DernièreLigne; 6))
        Si Cellule.Valeur <> "" Alors
            NombreTotal = NombreTotal + 1
        Fin Si
    Suivant Cellule
    Cellules(DernièreLigne + 2; 6).Valeur = NombreTotal
    Cellules(DernièreLigne + 3; 6).Valeur = Application.Moyenne( _
        Plage(Cellules(2; 6); Cellules(DernièreLigne; 6)))
    Cellules(DernièreLigne + 4; 6).Valeur = Application.EcarType( _
        Plage(Cellules(2; 6); Cellules(DernièreLigne; 6)))

    NombreTotal = 0
    Pour Chaque Cellule Dans Plage(Cellules(3; 7); _
        Cellules(DernièreLigne; 7))
        Si Cellule.Valeur <> "" Alors
            NombreTotal = NombreTotal + 1
        Fin Si
    Suivant Cellule
    Cellules(DernièreLigne + 2; 7).Valeur = NombreTotal
    Cellules(DernièreLigne + 3; 7).Valeur = Application.Moyenne( _
        Plage(Cellules(3; 7); Cellules(DernièreLigne; 7)))
    Cellules(DernièreLigne + 4; 7).Valeur = Application.EcarType( _
        Plage(Cellules(3; 7); Cellules(DernièreLigne; 7)))

```

```
NombreTotal = 0
Pour Chaque Cellule Dans Feuilles("MaxMin").Plage(Cellules(3; 8); Cellules(DernièreLigne; 8))
  Si Non (EstVide(Cellule)) Alors
    NombreTotal = NombreTotal + 1
  Fin Si
Suivant Cellule
  Cellules(DernièreLigne + 2; 8).Valeur = NombreTotal
  Cellules(DernièreLigne + 3; 8).Valeur = Application.Moyenne( _
    Plage(Cellules(3; 8); Cellules(DernièreLigne; 8)))
  Cellules(DernièreLigne + 4; 8).Valeur = Application.EcarType( _
    Plage(Cellules(3; 8); Cellules(DernièreLigne; 8)))

NombreTotal = 0
Pour Chaque Cellule Dans Feuilles("MaxMin").Plage(Cellules(3; 9); Cellules(DernièreLigne; 9))
  Si Non (EstVide(Cellule)) Alors
    NombreTotal = NombreTotal + 1
  Fin Si
Suivant Cellule
  Cellules(DernièreLigne + 2; 9).Valeur = NombreTotal
  Cellules(DernièreLigne + 3; 9).Valeur = Application.Moyenne( _
    Plage(Cellules(3; 9); Cellules(DernièreLigne - 1; 9)))
  Cellules(DernièreLigne + 4; 9).Valeur = Application.EcarType( _
    Plage(Cellules(3; 9); Cellules(DernièreLigne - 1; 9)))

  Cellules(DernièreLigne + 3; 10).Valeur = Application.Moyenne( _
    Plage(Cellules(3; 10); Cellules(DernièreLigne; 10)))
  Cellules(DernièreLigne + 4; 10).Valeur = Application.EcarType( _
    Plage(Cellules(3; 10); Cellules(DernièreLigne; 10)))
  Cellules(DernièreLigne + 3; 11).Valeur = Application.Moyenne( _
    Plage(Cellules(3; 11); Cellules(DernièreLigne; 11)))
  Cellules(DernièreLigne + 4; 11).Valeur = Application.EcarType( _
    Plage(Cellules(3; 11); Cellules(DernièreLigne; 11)))
Fin Proc
```

'La procédure de ce module se charge de la mise en page des résultats dans la
'feuille "MaxMin"

Option ForceDcl

Proc AffichFeuilRésult()

FinPlageDonnée

FinPlageRésultat

Feuilles("MaxMin").Sélectionner

FenêtreActive.Zoom = 80

FenêtreActive.AffichageQuadrillage = Faux

Plage(Cellules(2; 1); Cellules(2; 11)).Sélectionner

Sélection.Intérieur.IndexCouleur = 9

Sélection.Police.IndexCouleur = 2

Cellules.Sélectionner

Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun

Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun

Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun

Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun

Sélection.Contour StyleTrait:=xlAucun

Avec Sélection

.AlignementHorizontal = xlCentre

.AlignementVertical = xlBas

.RenvoiLigneAutomatique = Faux

.Orientation = xlHorizontal

Fin Avec

Plage("A1:C1").Sélectionner

Avec Sélection.Bordures(xlGauche)

.Epaisseur = xlMince

.IndexCouleur = xlAutomatique

Fin Avec

Avec Sélection.Bordures(xlDroite)

.Epaisseur = xlMince

.IndexCouleur = xlAutomatique

Fin Avec

Avec Sélection.Bordures(xlHaut)

.Epaisseur = xlMince

.IndexCouleur = xlAutomatique

Fin Avec

Avec Sélection.Bordures(xlBas)

.Epaisseur = xlMince

.IndexCouleur = xlAutomatique

Fin Avec

Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique

Avec Sélection.Bordures(xlGauche)

.Epaisseur = xlMince

.IndexCouleur = xlAutomatique

Fin Avec

Avec Sélection.Bordures(xlDroite)

.Epaisseur = xlMince

.IndexCouleur = xlAutomatique

Fin Avec

Avec Sélection.Bordures(xlHaut)

.Epaisseur = xlMince

```

        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

```

```

    Plage("D1:F1").Sélectionner
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

```

```

    Plage("G1:H1").Sélectionner
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique

```

```

Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage("I1").Sélectionner
Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage("J1").Sélectionner
Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage("K1").Sélectionner
Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(2; 1); Cellules(DernièreLigne; 3)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)

```

```

.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(2; 4); Cellules(DernièreLigne; 6)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(2; 7); Cellules(DernièreLigne; 8)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince

```

```

        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

    Plage(Cellules(2; 9); Cellules(DernièreLigne; 9)).Sélectionner
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)

```

```
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(2; 10); Cellules(DernièreLigne; 10)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(2; 11); Cellules(DernièreLigne; 11)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
```

```

.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection. Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 2); Cellules(DernièreLigne + 4; 2)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection. Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection. Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 3); Cellules(DernièreLigne + 4; 3)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince

```

```

        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

    Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 6); Cellules(DernièreLigne + 4; 6)).Sélectionner
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlBas)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
    Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec
    Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
        .Epaisseur = xlMince
        .IndexCouleur = xlAutomatique
    Fin Avec

```

```

Avec Sélection.Bordures(xlBas)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 7); Cellules(DernièreLigne + 4; 8)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 9); Cellules(DernièreLigne + 4; 9)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
    .Epaisseur = xlMince
    .IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique

```

```

Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 10); Cellules(DernièreLigne + 4; 10)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 11); Cellules(DernièreLigne + 4; 11)).Sélectionner
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec

```

Avec Sélection.Bordures(xlDroite)

```

.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMince; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection.Bordures(xlGauche)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlDroite)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlHaut)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Avec Sélection.Bordures(xlBas)
.Epaisseur = xlMince
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(DernièreLigne + 6; 9); Cellules(DernièreLigne + 6; 11)).Sélectionner
Avec Sélection
.AlignementHorizontal = xlCentréSurPlusieursColonnes
.AlignementVertical = xlBas
.RenvoiLigneAutomatique = Faux
.Orientation = xlHorizontal
Fin Avec
Avec Sélection.Police
.Nom = "Arial"
.StylePolice = "Normal"
.Taille = 12
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Plage(Cellules(DernièreLigne + 6; 1); Cellules(DernièreLigne + 6; 2)).Sélectionner
Avec Sélection
.AlignementHorizontal = xlCentre
.AlignementVertical = xlBas
.RenvoiLigneAutomatique = Faux
.Orientation = xlHorizontal
Fin Avec
Avec Sélection.Police
.Nom = "Arial"
.StylePolice = "Normal"
.Taille = 10
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

```

Plage(Cellules(DernièreLigne + 7; 1); Cellules(DernièreLigne + 7; 2)).Sélectionner

Avec Sélection

.AlignementHorizontal = xlCentre

.AlignementVertical = xlBas

.RenvoiLigneAutomatique = Faux

.Orientation = xlHorizontal

Fin Avec

Avec Sélection.Police

.Nom = "Arial"

.StylePolice = "Normal"

.Taille = 10

.IndexCouleur = xlAutomatique

Fin Avec

Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique

Cellules(1; 1) = "TFs(s)"

Cellules(1; 2) = "Dépl.(mm)"

Cellules(1; 3) = "Fs(mg)"

Cellules(1; 4) = "TFk(s)"

Cellules(1; 5) = "Dépl.(mm)"

Cellules(1; 6) = "Fk(mg)"

Cellules(1; 7).Formule = "Fk-Fs(mg)"

Cellules(1; 8).Formule = "Pic restr."

Cellules(1; 9).Formule = "T(s)"

Cellules(1; 10).Formule = "μs"

Cellules(1; 11).Formule = "μk"

Cellules(1; 1).Caractères(Départ:=2; Longueur:=2).Police.Indice = Vrai

Cellules(1; 3).Caractères(Départ:=2; Longueur:=1).Police.Indice = Vrai

Cellules(1; 4).Caractères(Départ:=2; Longueur:=2).Police.Indice = Vrai

Cellules(1; 6).Caractères(Départ:=2; Longueur:=1).Police.Indice = Vrai

Cellules(1; 7).Caractères(Départ:=2; Longueur:=1).Police.Indice = Vrai

Cellules(1; 7).Caractères(Départ:=5; Longueur:=1).Police.Indice = Vrai

Cellules(1; 10).Caractères(Départ:=2; Longueur:=1).Police.Indice = Vrai

Cellules(1; 11).Caractères(Départ:=2; Longueur:=1).Police.Indice = Vrai

Cellules(DernièreLigne + 2; 2).FormuleL1C1 = "Nb. Total"

Cellules(DernièreLigne + 3; 2).FormuleL1C1 = "Moyenne"

Cellules(DernièreLigne + 4; 2).FormuleL1C1 = "Ecart-type"

Cellules(DernièreLigne + 6; 10).Formule = "st. sl./mm"

Cellules(DernièreLigne + 6; 1).Formule = "HR(%)"

Cellules(DernièreLigne + 7; 1).Formule = "Temp(°C)"

Cellules(DernièreLigne + 7; 1).Caractères(Départ:=1; Longueur:=8). _

Police.Taille = 9

Cellules(DernièreLigne + 6; 2).Formule = HumidRelat

Cellules(DernièreLigne + 7; 2).Formule = Température

Plage(Cellules(2; 2); Cellules(DernièreLigne; 3)).FormatNombre = "0,000"

Plage(Cellules(2; 5); Cellules(DernièreLigne; 8)).FormatNombre = "0,000"

Plage(Cellules(DernièreLigne + 3; 3); Cellules(DernièreLigne + 4; 3)).FormatNombre = "0,000"

Plage(Cellules(DernièreLigne + 3; 6); Cellules(DernièreLigne + 4; 9)).FormatNombre = "0,000"

Plage(Cellules(3; 10); Cellules(DernièreLigne + 4; 10)).FormatNombre = "0,000"

Plage(Cellules(3; 11); Cellules(DernièreLigne + 4; 11)).FormatNombre = "0,000"

Cellules(DernièreLigne + 6; 9).FormatNombre = "00,0"

Plage(Cellules(DernièreLigne + 1; 1); Cellules(DernièreLigne + 1; 11)).Sélectionner

Avec Sélection.Intérieur

.IndexCouleur = 8

.Motif = xlUni

Fin Avec

Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 1); Cellules(DernièreLigne + 4; 1)).Sélectionner

Avec Sélection.Intérieur

.IndexCouleur = 8

```

.Motif = xlUni
Fin Avec
Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 4); Cellules(DernièreLigne + 4; 5)).Sélectionner
Avec Sélection.Intérieur
    .IndexCouleur = 8
    .Motif = xlUni
Fin Avec
Plage(Cellules(DernièreLigne + 2; 4); Cellules(DernièreLigne + 2; 5)).Sélectionner
Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection
    .AlignementHorizontal = xlCentréSurPlusieursColonnes
    .AlignementVertical = xlBas
    .RenvoiLigneAutomatique = Faux
    .Orientation = xlHorizontal
Fin Avec
Plage(Cellules(DernièreLigne + 3; 4); Cellules(DernièreLigne + 3; 5)).Sélectionner
Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection
    .AlignementHorizontal = xlCentréSurPlusieursColonnes
    .AlignementVertical = xlBas
    .RenvoiLigneAutomatique = Faux
    .Orientation = xlHorizontal
Fin Avec
Plage(Cellules(DernièreLigne + 4; 4); Cellules(DernièreLigne + 4; 5)).Sélectionner
Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection
    .AlignementHorizontal = xlCentréSurPlusieursColonnes
    .AlignementVertical = xlBas
    .RenvoiLigneAutomatique = Faux
    .Orientation = xlHorizontal
Fin Avec

Plage(Cellules(DernièreLigne + 7; 4); Cellules(DernièreLigne + 7; 5)).Sélectionner
Sélection.Bordures(xlGauche).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlDroite).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlHaut).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Bordures(xlBas).StyleTrait = xlAucun
Sélection.Contour Epaisseur:=xlMoyen; IndexCouleur:=xlAutomatique
Avec Sélection
    .AlignementHorizontal = xlCentre
    .AlignementVertical = xlBas
    .RenvoiLigneAutomatique = Faux
    .Orientation = xlHorizontal
Fin Avec
Avec Sélection.Police
    .Nom = "Arial"
    .StylePolice = "Normal"
    .Taille = 11

```

```
.IndexCouleur = xlAutomatique
Fin Avec

Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 7; 4).Formule = _
    "ET forces"
Feuilles("MaxMin").Cellules(DernièreLigne + 7; 5).Formule = _
    Application.EcarType(FeuillesCalcul(NomFeuille).Colonnes("C:C"))
Cellules(DernièreLigne + 7; 5).FormatNombre = "00,000"

Cellules.Sélectionner
Sélection.Colonnes.AjusterAutomatiquement

Fin Proc

*****
```

