

Pelage de rubans adhésifs sur substrats mous micro-texturés

Hélène Piot–Durand-Lecomte

▶ To cite this version:

Hélène Piot–Durand-Lecomte. Pelage de rubans adhésifs sur substrats mous micro-texturés. Matière Molle [cond-mat.soft]. Université de Lyon, 2021. Français. NNT: 2021LYSEN055. tel-03544231

HAL Id: tel-03544231 https://theses.hal.science/tel-03544231

Submitted on 26 Jan 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Numéro National de Thèse : 2021LYSEN055

THÈSE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

opérée par

l'École Normale Supérieure de Lyon

École Doctorale $N^{\circ}52$ Physique et Astrophysique de Lyon (PHAST)

Discipline : Physique

Soutenue publiquement le 29/10/2021, par : Hélène PIOT--DURAND-LECOMTE

Pelage de rubans adhésifs sur substrats mous micro-texturés

Devant le jury composé de :

LIGOURE, Christian SCHEIBERT, Julien NASSIET, Valérie CONTRAIRES, Élise BARTHEL, Étienne SANTUCCI, Stéphane VANEL, Loïc Professeur des universités Chargé de recherche Professeure des universités Maîtresse de conférences Directeur de recherche Chargé de recherche Professeur des universités Univ. de Montpellier École Centrale de Lyon ENIT École Centrale de Lyon ESPCI ENS de Lyon Univ. de Lyon Rapporteur Rapporteur Examinatrice Examinatrice Examinateur Directeur de thèse Co-directeur de thèse

Pelage de rubans adhésifs sur substrats mous micro-texturés

Résumé :

Contrôler simultanément force d'adhésion et dynamique de détachement d'adhésifs est important dans divers domaines industriels. L'approche la plus courante implique généralement des modifications chimiques de la couche adhésive (polymérique) et/ou de l'interface du substrat. Dans le cadre de cette thèse, nous proposons d'étudier une approche originale, en introduisant des modifications de propriétés physiques du substrat, en changeant sa topographie, mais aussi son élasticité. Ainsi, nous avons réalisé une étude expérimentale détaillée, où un ruban adhésif sensible à la pression est décollé depuis un substrat transparent, à une vitesse imposée constante, sur une large gamme, de quelques $\mu m \cdot s^{-1}$ jusqu'à plusieurs $m \cdot s^{-1}$. Nous préparons nos substrats en utilisant différents matériaux : films UPVC (support du ruban adhésif), plaques de verre, de PMMA, couches de PDMS de module élastique et d'épaisseur variables. Ces surfaces sont texturées par micro-fraisage ou photolithographie, en réalisant des rainures transverses à la direction de pelage, de quelques microns de profondeur et de largeur, régulièrement espacées de quelques microns. Nous visualisons directement le processus de détachement, tout en mesurant la force nécessaire pour décoller le ruban adhésif. À haute vitesse, sur un substrat lisse et rigide, le front de détachement présente généralement une propagation saccadée, alternant périodiquement phases lentes et rapides, accompagnée d'une chute de l'énergie d'adhésion. Nous montrons alors que la déformation du substrat combinée à celle de l'adhésif augmente la force d'adhésion et affecte la dynamique du front de détachement, en diminuant le seuil de vitesse d'apparition d'une instabilité de "stick-slip". De plus, en fonction de la texture du substrat, nous montrons également la possibilité de contrôler cette instabilité, en décalant sa vitesse seuil d'apparition, ou en forçant la valeur de l'amplitude de micro-glissements rapides.

Mots-clés : pelage, ruban adhésif, adhésion, texturation, fracture, stick-slip

Peeling of adhesive tapes on soft micro-textured substrates

Abstract :

Simultaneously controlling the adhesion strength and release dynamics of adhesives is important in many industrial fields. The most common approach involves chemical modifications of the adhesive (polymeric) layer and/or the substrate interface. In this thesis, we propose an original approach involving modifications of the physical properties of the substrate, such as its topography and its elasticity. We carried out a detailed experimental study, where a pressure sensitive adhesive tape is peeled off from a transparent substrate, at a constant imposed speed, over a wide range of velocities (from a few $\mu m \cdot s^{-1}$ to several $m \cdot s^{-1}$). We prepare our substrates with different materials : UPVC films (adhesive tape backing), glass, PMMA, PDMS layers of varying elastic modulus and thickness. These surfaces are textured by micro-milling or photolithography, by making grooves transverse to the peeling direction, a few µm in depth and width, regularly spaced a few µm apart. We visualize directly the detachment process, while measuring the force required to peel the adhesive tape. At high velocity and on smooth and rigid substrate, the detachment front usually follows a jerky propagation, alterning periodically between slow and fast phases, which is accompagnied by a drop in adhesion energy. We show that the combined deformation of the substrate and the adhesive increases the adhesion force and affects the peeling dynamics, by reducing the speed threshold for the appearance of the stick-slip instability. Moreover, we also show the possibility of controlling this instability through the texture of the substrate, by shifting its threshold velocity or by forcing the amplitude of fast micro-slips.

Keywords : peeling, adhesive tape, adhesion, texturation, fracture, stick-slip

Remerciements

Pour commencer, je tiens à remercier Stéphane et Loïc, mes directeurs de thèse, pour m'avoir accompagnée au cours de ces trois années. Merci pour leur patience, leur disponibilité dans des conditions de travail inhabituelles, et leur optimisme qui m'ont permis d'aller jusqu'au bout de ce projet. Merci à Stéphane en particulier pour avoir été une grande source d'inspiration artistique (avoir laissé ses doctorants comploter entre eux sans supervision n'était peut-être pas très avisé) et pour ne pas avoir immédiatement décroché les oeuvres d'art de son bureau. En espérant que la bande dessinée "Stéphane au pays des Soviets", apothéose de notre travail, saura nous faire pardonner!

Merci ensuite à Christian et Julien pour avoir accepté de rapporter mon manuscrit, ainsi qu'à Valérie, Élise et Étienne d'avoir accepté d'être les examinateurs de ma soutenance.

Merci aussi à Christophe, Pierre et Aymeric de m'avoir accueillie au LPS d'Orsay pour de nombreuses visites et pour leur persévérance face à une accumulation de malchance qui a compromis de nombreuses expériences, ainsi qu'à Julien, Matthieu et Cristobal pour m'avoir accueillie au LTDS de Centrale Lyon pour y effectuer quelques pelages supplémentaires (parce qu'il n'y en a jamais assez!).

Merci à Sophie, qui au détour d'une discussion de couloir me convainquit de choisir le scotch parmi tous les projets labo de L3 disponibles. Cela m'a ainsi lancée, sans que je ne puisse m'en douter à l'époque, sur mon futur sujet de thèse.

Merci à Vincent, mon prédécesseur en pelage de ruban adhésif, pour son aide pendant différents stages et projets sur le sujet, sa patience, sa rigueur (40 c'est 40!), son sens de la pédagogie et de l'humour. Merci également de m'avoir convaincue de marcher sur la voie de la main vide (aussi appelée karaté) en dépit des nombreux bleus, ampoules et courbatures que cela a entraîné.

Merci à Anne-Laure, à Helen, à Julie, à Théo, à Patrick, à Alexandre et à tous les membres de France Shotokan Lyon, pour m'avoir permis de progresser sur le tatami, en espérant vous retrouver en stage lorsque cela sera possible.

Je tiens également à remercier les doctorants, post-doctorants et stagigiaires du Laboratoire de Physique : David, Jérôme, Simon, Alex, Baptiste, Yannick, Alizée, Charles-Edouard, Thomas×2, Lauren, Félix, Pol, Timothée, Delphine, Léo, Thibaut, Axel, Louison, Ariane, Géraldine, Clément×2, Aubin, Éric, Richard, Camille, Antoine, Valentin, Laura, Lucas, Lucile, Raphaël, Samuel×3, Amélie, Noémie, Jérémy×4, Salambô, Léa, Vlad, Marceau, Bastien, Louis, Marine, Denis, Pauline, Christopher... et tous les autres. Une pandémie malvenue s'est glissée entre nous, mais nous avons quand même partagé de nombreux bons moments et ces années à l'ENS auraient été bien différentes si vous n'aviez pas été là. Bonne continuation à vous ! Un merci tout particulier à Ariane, Louison et Jérémy, rares rescapés du télétravail pendant la rédaction de ce manuscrit, pour tous les fous rires, les discussions scientifiques et non scientifiques (où ma connaissance en trains et en oiseaux variés a au moins triplé), les spectacles digestifs, et l'aide en créativité artistique.

Je souhaite aussi remercier tous les membres permanents du Laboratoire de Physique : chercheurs, enseignants-chercheurs, ingénieurs, techniciens, secrétaires... pour leur accueil et leur aide indispensable tout au long de ma thèse.

Merci enfin à ma famille et mes amis pour leur soutien au cours de ces trois années, et en particulier à ceux qui ont fait le déplacement jusqu'à Lyon pour assister à ma soutenance.

Table des matières

Introduction

| 1 | Éta | tat de l'art | | | | |
|---|---|--|--|----|--|--|
| | 1.1 | Histoi | re du ruban adhésif | 18 | | |
| | | 1.1.1 | Les premiers rubans | 18 | | |
| | | 1.1.2 | Le ruban adhésif de nos jours | 19 | | |
| | | 1.1.3 | Des usages détournés | 20 | | |
| | 1.2 | Génér | alités sur l'adhésion | 22 | | |
| | | 1.2.1 | Quelques définitions | 22 | | |
| | | 1.2.2 | Liaisons aux interfaces | 23 | | |
| | | 1.2.3 | Les principaux mécanismes du collage | 26 | | |
| | 1.3 | Génér | alités sur le pelage d'un ruban adhésif | 34 | | |
| | | 1.3.1 | Différentes configurations de pelage | 34 | | |
| | | 1.3.2 | Modes de rupture | 35 | | |
| | | 1.3.3 | Force de pelage et énergie de fracture | 37 | | |
| | | 1.3.4 | Impact des différents paramètres expérimentaux | 37 | | |
| | 1.4 | 4 Origine de l'instabilité de stick-slip | | | | |
| | | 1.4.1 | Mesures d'Aubrey <i>et al</i> | 39 | | |
| | | 1.4.2 | Mesures de Barquins, Maugis $et al$ | 40 | | |
| | | 1.4.3 | Synthèse | 45 | | |
| | 1.5 Caractérisations de l'instabilité de stick-slip | | térisations de l'instabilité de stick-slip | 47 | | |
| | | 1.5.1 | Mesures de Cortet $et al$ | 47 | | |
| | | 1.5.2 | Mesures de Dalbe $et al$ | 49 | | |
| | 1.6 | Instabilité de stick-slip microscopique | | 59 | | |
| | | 1.6.1 | Observations de fractures transverses | 59 | | |
| | | 1.6.2 | Impact des paramètres expérimentaux | 64 | | |
| | | 1.6.3 | Modélisation théorique | 65 | | |
| | 1.7 | Adhés | sion et substrat texturé | 68 | | |

13

| | | 1.7.1 | Adhésion entre un élastomère mou texturé et un solide lisse . | 68 |
|----------|--|--|--|---|
| | | 1.7.2 | Adhésion entre un élastomère viscoélastique mou et un solide micro-texturé | 71 |
| | 1.8 | Objec | tifs de la thèse | 75 |
| 2 | Dyı | Dynamiques instables de détachement du front 7 | | |
| | 2.1 | Dispo | sitif expérimental \ldots | 79 |
| | 2.2 | Dynai | miques de pelages | 80 |
| | | 2.2.1 | Le pelage régulier | 80 |
| | | 2.2.2 | Le pelage oscillant | 80 |
| | | 2.2.3 | Le pelage saccadé ou stick-slip | 82 |
| | | 2.2.4 | Le micro stick-slip régulier ou continu | 84 |
| | 2.3 | Évolu | tion selon l'angle de pelage | 85 |
| | 2.4 | Taux | de restitution de l'énergie mécanique | 85 |
| | 2.5 | Carac | térisation de l'instabilité macroscopique | 87 |
| | 2.6 | Modé | lisation | 88 |
| | | 2.6.1 | Modèle théorique | 88 |
| | | 2.6.2 | Comparaison avec les données expérimentales | 90 |
| | 2.7 | Concl | usion \ldots | 92 |
| | | | | |
| 3 | Fab | ricatio | on et caractérisation des substrats | 93 |
| 3 | Fa b 3.1 | ricatic Fabric | on et caractérisation des substrats eation des substrats | 93 95 |
| 3 | Fab 3.1 | Fabric 3.1.1 | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 95 |
| 3 | Fab 3.1 | Fabric 3.1.1 3.1.2 | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 95 97 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 95 97 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 95 97 101 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 95 97 101 101 109 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 95 97 101 101 109 114 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 3.2.4 | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 95 97 101 101 109 114 118 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 3.3 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 3.2.4 Concl | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 95 97 101 101 109 114 118 123 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 3.3 Pela | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 3.2.4 Concl ages su | on et caractérisation des substrats cation des substrats Substrats en PMMA Substrats en PDMS Substrats en PDMS térisation des substrats Microscopie confocale Profilomètrie optique par interférences Mesure d'angle de contact Mesure de module élastique et d'énergie de surface usion ar substrats texturés | 93 95 97 101 101 109 114 118 123 125 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 3.3 Pela 4.1 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 3.2.4 Concl ages su Dispo | on et caractérisation des substrats cation des substrats Substrats en PMMA Substrats en PDMS térisation des substrats Microscopie confocale Profilomètrie optique par interférences Mesure d'angle de contact Mesure de module élastique et d'énergie de surface usion usion sitifs expérimentaux | 93 95 97 101 101 109 114 118 123 125 127 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 3.3 Pela 4.1 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 3.2.4 Concl ages su Dispo 4.1.1 | on et caractérisation des substrats eation des substrats | 93 95 97 101 109 114 118 123 125 127 127 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 3.3 Pel: 4.1 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 3.2.4 Concl ages su Dispo 4.1.1 4.1.2 | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 97 101 109 114 118 123 125 127 127 131 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 3.3 Pela 4.1 | Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 3.2.4 Concl ages su Dispo 4.1.1 4.1.2 Pelage | on et caractérisation des substrats cation des substrats | 93 95 97 101 109 114 118 123 125 127 127 131 132 |
| 3 | Fab 3.1 3.2 3.3 Pela 4.1 4.2 | ricatic Fabric 3.1.1 3.1.2 Carac 3.2.1 3.2.2 3.2.3 3.2.4 Concl ages su Dispo 4.1.1 4.1.2 Pelage 4.2.1 | on et caractérisation des substrats ation des substrats | 93 95 95 97 101 109 114 118 123 125 127 127 131 132 133 |

| | | 4.2.3 | Récapitulatif | . 141 |
|--------------------------------|-----|---|---|-------|
| | 4.3 | Pelages sur substrats rigides avec adsorption de PDMS | | |
| | | 4.3.1 | Effet de l'adsorption de PDMS | . 141 |
| | | 4.3.2 | Effet du temps de pose sur le substrat \hdots | . 144 |
| | | 4.3.3 | Effet du nettoyage | . 147 |
| | | 4.3.4 | Effet de la texture | . 148 |
| | | 4.3.5 | Récapitulatif | . 153 |
| | 4.4 | Pelages sur substrats en PDMS déformable | | |
| | | 4.4.1 | Effet de la rigidité du substrat | . 153 |
| | | 4.4.2 | Effet du temps de pose | . 155 |
| | | 4.4.3 | Effet de l'épaisseur | . 157 |
| | | 4.4.4 | Effet de la texture | . 158 |
| | | 4.4.5 | Résumé | . 161 |
| | 4.5 | Discus | sion sur l'évolution de la force | . 161 |
| | 4.6 | Conclu | ision | . 162 |
| 5 | Mes | lesures de force dynamiques | | 165 |
| | 5.1 | Dispos | sitif expérimental | . 167 |
| | 5.2 | Force | de pelage pendant le stick-slip | . 168 |
| | 5.3 | Effet d | le la température | . 174 |
| | 5.4 | Effet d | le la texture | . 177 |
| | 5.5 | Conclu | usion | . 179 |
| Conclusion et perspectives 181 | | | | |
| Bibliographie 1 | | | | |

Introduction

Yes, of course duct tape works in a near-vacuum. Duct tape works anywhere. Duct tape is magic and should be worshiped. Andy Weir, The Martian

Il est possible de retrouver des traces d'utilisation d'adhésifs depuis la Préhistoire [1] mais leur application correcte sur les deux surfaces à coller parfois couplée à un long temps de séchage et une absence de réversibilité ont longtemps limité leur emploi.

Richard Drew parvint à résoudre ce problème dans les années 1920 en inventant les premiers rouleaux de ruban adhésif, faciles à utiliser et pouvant être décollés. Depuis, le ruban adhésif et ses variations (post-it, étiquettes, pansements [2]...) sont devenus des objets de la vie quotidienne, utilisés dans le monde entier pour coller des objets entre eux ou à une surface, effectuer des réparations, ou bien encore dans le milieu médical. Le ruban adhésif mis au point par Richard Drew eut un tel succès que sa marque, Scotch[®], est devenu une antonomase.



FIGURE 1: Divers usages des rubans adhésifs : (a) réparation de la coquille d'un moteur d'avion avant un vol, (b) sparadrap et (c) fermeture d'un carton d'emballage.

Les rubans adhésifs sont largement utilisés dans le milieu industriel, où ils doivent supporter des conditions de température et d'humidité parfois extrêmes (notamment dans le secteur de l'aéronautique [3] ou de l'automobile [4]). De nombreuses recherches sont donc effectuées à leur sujet afin d'améliorer leur résitance ou leurs propriétés d'adhésion. D'un point de vue plus fondamental, les efforts se portent sur la compréhension du fonctionnement d'un adhésif et l'origine de la force nécessaire pour séparer deux surfaces collées [4–20], ainsi que sur les instabilités de pelage qui peuvent se produire lors du décollement d'un ruban adhésif [4–19, 21–24].



FIGURE 2: Exemples de phénomènes issus de l'instabilité de stick-slip : à gauche, la stridulation d'une sauterelle et à droite, la faille de San Andreas à l'origine de séismes en Californie. (Source : Wikipédia)

Le bruit parfois entendu lors du décollement d'un ruban adhésif est en effet issu d'une instabilité de pelage, dite de "stick-slip". Lors d'un pelage présentant du "stickslip", on observe que le ruban adhésif se détache par saccades, en alternant des phases de quasi-immobilité et des phases de décollement très rapide. Ce type d'instabilité est présent dans de nombreux autres domaines. Elle est à l'origine du crissement d'une craie sur un tableau [25], du son produit par le frottement d'un archet sur une corde de violon [26] ou par celui des ailes d'une sauterelle [27] (appelé stridulation), et se retrouve également dans certains phénomènes tels que les mécanismes de rupture des failles sismiques [28].

L'instabilité de stick-slip pose plusieurs problèmes au niveau industriel. Elle peut ainsi endommager l'adhésif déposé sur le ruban réduisant son adhésion, ou bien abîmer des machines à cause des saccades répétées.

L'objectif de cette thèse est de comprendre comment contrôler simultanément la force d'adhésion et la dynamique de détachement de rubans adhésifs sans effectuer de modifications chimiques de la couche d'adhésif et/ou de l'interface du substrat, comme c'est couramment le cas. Nous proposons d'étudier une approche originale, en introduisant des modifications de propriétés physiques du substrat à propos de sa topographie mais aussi son élasticité.

Chapitre 1

État de l'art

Personne ne vit assez longtemps pour apprendre tout ce qu'il y a besoin d'apprendre en partant de rien. Brian Tracy

Sommaire

| 1.1 Hist | toire du ruban adhésif 18 |
|----------|--|
| 1.1.1 | Les premiers rubans 18 |
| 1.1.2 | Le ruban adhésif de nos jours |
| 1.1.3 | Des usages détournés |
| 1.2 Gér | $ m eralite{e}s$ sur l'adhesion $\hdots \ldots \hdots \ldots \hdots \hdddt \hdots \hdots\hdots \hdots \hdots \hdots\$ |
| 1.2.1 | Quelques définitions $\dots \dots \dots$ |
| 1.2.2 | Liaisons aux interfaces |
| 1.2.3 | Les principaux mécanismes du collage |
| 1.3 Gér | éralités sur le pelage d'un ruban adhésif 34 |
| 1.3.1 | Différentes configurations de pelage |
| 1.3.2 | Modes de rupture $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots 35$ |
| 1.3.3 | Force de pelage et énergie de fracture |
| 1.3.4 | Impact des différents paramètres expérimentaux \ldots 37 |
| L.4 Orig | gine de l'instabilité de stick-slip |
| 1.4.1 | Mesures d'Aubrey <i>et al</i> |
| 1.4.2 | Mesures de Barquins, Maugis <i>et al</i> |
| 1.4.3 | Synthèse |
| 1.5 Car | actérisations de l'instabilité de stick-slip 47 |
| 1.5.1 | Mesures de Cortet <i>et al</i> |
| 1.5.2 | Mesures de Dalbe <i>et al</i> |
| 1.6 Inst | abilité de stick-slip microscopique |
| 1.6.1 | Observations de fractures transverses |
| 1.6.2 | Impact des paramètres expérimentaux 64 |
| 1.6.3 | Modélisation théorique $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots 65$ |
| 1.7 Adł | nésion et substrat texturé |

| | 1.7.1 | Adhésion entre un élastomère mou texturé et un solide lisse | 68 |
|-----|-------|---|-----------|
| | 1.7.2 | Adhésion entre un élastomère viscoélastique mou et un | |
| | | solide micro-texturé | 71 |
| 1.8 | Obje | ectifs de la thèse | 75 |

Dans ce chapitre, nous allons commencer par une brève présentation de l'histoire des adhésifs et rubans adhésifs, avant de poursuivre par quelques généralités sur l'adhésion et le pelage d'un ruban adhésif. Ensuite, nous proposons un résumé des résultats principaux obtenus lors de précédentes études sur l'origine de l'instabilité de stick-slip et sa caractérisation, avant de présenter l'instabilité de stick-slip microscopique. Enfin, nous verrons quelques résultats à propos de l'adhésion sur un substrat texturé.

1.1 Histoire du ruban adhésif

1.1.1 Les premiers rubans

La plus ancienne colle connue date de la Préhistoire et était à base d'écorce de bouleau [29,30]. Elle était utilisée pour emmancher divers outils. Plus tard, les ébénistes de l'Egypte Antique broyaient les déchets de boucherie (sabots, os, peaux...) afin de fabriquer une colle qui servait à fixer les différentes pièces de bois entre elles. Des techniques similaires, parfois s'appuyant aussi sur des restes de poisson, furent employées par les Romains et de nombreux peuples nomades d'Asie [1].



FIGURE 1.1: À gauche : couteaux suisses vieux de 5150 ans (Photographie : François Roulet). À droite : détail du collage de lames dentelées de silex sur bois (Photographie Patrician Anderson) [5]

En 1845, un chirurgien nommé Dr. Horace Day inventa le premier sparadrap [31], ou ruban chirurgical. Ce dernier était constitué d'un adhésif caoutchouteux naturel appliqué sur des pièces de tissu qui pouvaient ainsi être collées à la peau.

En 1860, Jonathan Edwards Chatterton déposa un brevet pour un ruban adhésif destiné à isoler les fils électriques ou les câbles sous-marins [32,33]. Ce ruban était constitué d'une toile enduite d'un mélange de colophane (résidu solide obtenu après distillation de térébenthine, une résine généralement récoltée sur des pins), de goudron de pin (substance épaisse et collante produite par pyrolise du bois de différentes essences de pins) et de gutta-percha (substance similaire au caoutchouhc obtenue à partir des feuiles d'abres d'espèces de la famille des Sapotaceae). Ce ruban devait être chauffé pour une application optimale et pour être décollé. Ce fut la première fabrication industrielle de ruban adhésif.

Le chatterton actuel, constitué de vinyle et dont la marque est devenu un nom commun, n'a plus qu'un rapport lointain avec son original mais il est toujours utilisé pour isoler des câbles électriques.

Ce fut dans les années 1920 que le ruban adhésif tel qu'on le connaît aujourd'hui a pris son essor, avec le développement d'une mode pour des voitures à deux teintes. Les fabricants avaient alors besoin de réussir des lignes de démarcation propres entre deux couleurs appliquées par des techniques de peinture par aérosol. Les ouvriers utilisaient alors du papier et des rubans chirurgicaux pour masquer une partie de la carrosserie et peindre l'autre de la couleur souhaitée. Cependant, ni le papier ni les rubans chirurgicaux n'étaient vraiment impérméables à la peinture et cela provoquait des dégâts disgracieux qui étaient coûteux à réparer.

Ce fut Richard Drew, ingénieur chez 3M (à l'époque un simple fabricant de papier de verre) [34,35] qui parvint à résoudre ce problème en 1925. Après deux ans de travail, il inventa le premier ruban adhésif de masquage. Ce dernier était constitué d'une large bande de papier dont les bords étaient enduits d'une colle spécialement conçue pour être retirée facilement de la carosserie et ne pas arracher la peinture.



FIGURE 1.2: À gauche : photographie de Richard Drew (source : National Inventors Hall of Fame). Au centre : un des premiers rouleaux de Scotch[®] (source : Wikipédia). À droite : rouleau de Scotch[®] contemporain (source : Wikipédia)

Ce ruban fut rapidement commercialisé sous le nom de Scotch[®] Masking Tape. L'histoire attribue l'idée de ce nom aux ouvriers eux-mêmes qui trouvaient que le ruban n'adhérait pas assez à la carosserie et jugeaient que le problème venait d'une trop faible quantité de colle. En ayant conclu que 3M voulait faire des économies, ils se seraient alors exclamés : « Take that tape back to those Scotch bosses and tell them to put more adhesive on it !¹ » sachant qu'à l'époque un stéréotype courant étant de considérer les écossais comme radins.

Le ruban adhésif Scotch[®], décliné en de nombreuses versions, connut ensuite un tel succès (en particulier à partir de la Seconde Guerre Mondiale où il fut utilisé pour l'emballage, l'isolation, l'imperméabilité et bien d'autres) que la marque devint par antonomase un synonyme de ruban adhésif.

1.1.2 Le ruban adhésif de nos jours

En raison de sa facilité d'utilisation, de sa polyvalence et de son faible coût, le ruban adhésif s'est répandu dans le monde entier en seulement quelques dizaines d'années. La plupart des rubans adhésifs sont constitués d'un film mince élastique sur lequel une couche d'adhésif viscoélastique sensible à la pression est déposée (voir figure 1.3). Pour le faire adhérer à un substrat, il suffit alors d'exercer une pression sur le film mince (aussi appelé dos), par exemple avec un doigt.

^{1. «} Rapportez ce ruban à vos écossais de patrons et dites-leur de mettre plus de colle dessus ! »



FIGURE 1.3: Schéma de la structure typique d'un PSA (Pressure-Sensive Tape, ou ruban adhésif sensible à la pression) [31]

Les usages et les formes de ce type d'adhésif, aussi appelé *Pressure Sensitive Adhesive* (PSA), sont multiples : emballages, réparations, marquage, chirurgie, sécurisation de câbles ou scellement de documents... En 2014, une étude de Freedonia [36] a avancé le chiffre d'affaires global de plus de 40 milliards de dollars pour la vente de ruban adhésif PSA, totalisant plus de 39 millards de mètres carrés de ruban.

Il existe aussi des rubans adhésifs qui n'utilisent pas la pression pour adhérer à leur substrat. Par exemple, certains rubans adhésifs ne sont pas collants à température ambiante et doivent être chauffés pour obtenir leur propriétés d'adhésion. D'autres, comme celui encore utilisé pour sceller les lettres, ne deviennent collants qu'une fois humidifiés.

Dans le cadre de cette thèse, nous ne considérerons toutefois que les rubans adhésifs sensibles à la pression.

1.1.3 Des usages détournés

Les rubans adhésifs ont aussi pu être utilisés de façon surprenante.

Des études ont mis en évidence que le pelage d'un ruban adhésif dans le vide produit des rayons X par triboluminescence [37]. L'émission est suffisamment puissante pour réaliser la radiographie d'un doigt [38], comme présenté sur la figure 1.4.



FIGURE 1.4: À gauche et au centre : triboluminescence lors du pelage d'un ruban adhésif. À droite : radiographie d'un doigt [38]

Le prix Nobel de physique de 2010 a été attribué à Kostya Novoselov et Andre Geim [39] qui ont été les premiers à réussir à isoler du graphène (forme allotropique du carbone constituée d'une seule couche d'atomes pouvant être utilisé pour fabriquer des semi-conducteurs, notamment à des fins de construction de batteries pour voitures électriques) en utilisant un ruban adhésif et des mines de crayon. Concrètement, la technique consiste à arracher une très fine couche de graphite (qui est constituée d'une superposition de couches de graphène) à l'aide du ruban, puis de répéter l'opération jusqu'à obtenir une couche unique.



FIGURE 1.5: À gauche et au centre : représentation schématique du graphène. À droite : production de graphène avec un ruban adhésif [39]

Le ruban adhésif sert aussi de muse à de nombreux artistes qui s'en servent pour créer des tableaux ou bien des sculptures (voir la figure 1.6). Un mouvement artistique, le *tape art*, a même vu le jour.



FIGURE 1.6: À gauche : tableau de Mark Khaisman. Au centre : Sculpture de Thomas Hirschhorn. À droite : Sculpture d'une tortue faite par une doctorante ayant décidé de recycler les multiples rouleaux de ruban adhésifs pelés au cours de sa thèse.

1.2 Généralités sur l'adhésion

1.2.1 Quelques définitions

L'adhésion est un phénomène physico-chimique pouvant se produire lors de la mise en contact de deux matériaux et qui donne lieu à une résistance à la séparation de ces matériaux. En effet, la propagation d'une fracture implique alors de créer deux nouvelles surfaces, ce qui coûte de l'énergie. Cette dernière est appelée énergie d'adhésion ou énergie interfaciale et s'exprime par unité de surface. Il ne faut pas confondre l'adhésion et l'adhérence, qui est la force (par unité de surface) nécessaire pour effectuer la séparation.

On définit l'**interface** comme étant une discontinuité soit de la matière (par exemple entre deux compositions chimiques différentes) soit de l'état de la matière (par exemple entre solide et vapeur). Deux matériaux peuvent être soit collés directement l'un à l'autre (adhésion directe) soit collés ensemble par l'intermédiaire d'un troisième matériau (adhésion indirecte), ce qui implique l'existence d'une ou de deux interfaces selon le type d'adhésion.

L'adhésion directe est toutefois rare, car elle ne se produit qu'entre surfaces particulièrement lisses qui peuvent être rapprochées à des distances nanométriques [40]. La moindre rugosité empêche l'adhésion entre les deux matériaux. Parmi les exemples de matériaux susceptibles de réaliser une adhésion directe, on peut citer le mica ou les pattes d'un lézard gecko.

Dans le cas de l'adhésion indirecte, c'est un film mince fait d'un autre matériau qui sert de lien entre les deux surfaces collées et permet de s'accomoder de la présence de rugosités sur ces surfaces. C'est dans cette catégorie que s'inscrivent les rubans adhésifs.

L'énergie surfacique, énergie de surface ou densité surfacique d'énergie représente le coût lié à la création d'une surface pour un matériau donné et s'exprime en $J \cdot m^{-2}$. Son origine est la force de cohésion entre molécules identiques. En effet, les molécules présentes à l'interface interragissent avec celles de l'autre matériau et pas uniquement avec leurs sembables (voir la figure 1.7).



FIGURE 1.7: Schéma illustrant l'origine de l'énergie de surface dans le cas d'une interface entre un liquide et un gaz (Source : Wikipédia)

Généralement, il est ainsi énergétiquement plus favorable pour une molécule de se trouver au coeur de la masse d'un matériau qu'à sa surface, et l'énergie surfacique peut être considérée comme un excès d'énergie local à l'interface.

Lorsque les deux phases concernées sont fluides, l'énergie surfacique est le plus souvent appelée tension superficielle. Quelques exemples concrets de phénomènes liés à la tension superficielle de l'eau sont présentés sur la figure 1.8.



FIGURE 1.8: Photographies illustrant la tension superficielle de l'eau. À gauche : trombone en aluminium flottant à la surface d'un verre d'eau. Au centre : insecte (gerris) marchant sur l'eau. À droite : séparation d'un jet d'eau en gouttelettes à cause de la tension de surface. (Source : Wikipédia)

Typiquement, un matériau doté d'une énergie surfacique élevée pourra plus facilement être collé ou mouillé qu'un matériau avec une faible énergie surfacique [41,42]. En effet, il sera énergétiquement plus intéressant pour ses molécules de se lier à celles de l'autre matériau car cela permettra de réduire la surface.

L'énergie de surface d'un matériau est déterminée par le type d'interactions qui en assurent la cohérence.

1.2.2 Liaisons aux interfaces

Il existe deux types de liaisons possibles aux interfaces : les liaisons intramoléculaires et les liaisons intermoléculaires. De leur nature dépendra la force de la liaison, et donc l'énergie de surface du matériau dont elles assurent la cohésion.

Liaisons intramoléculaires

Les liaisons intramoléculaires s'effectuent grâce aux forces capables de maintenir ensemble des atomes et donc de former des molécules. Elles sont généralement divisées en trois groupes [43, 44] de liaisons chimiques.

Les **liaisons ioniques** exploitent soit une charge opposée entre deux ions, soit des électronégativités très différentes entre deux atomes. Ces deux situations créent une attraction électrostatique qui va donner naissance à un composé ionique. Leur énergie est comprise entre 600 et $1000 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ [44].

Les liaisons covalentes sont formées grâce au partage de deux électrons périphériques entre deux atomes (que ce soit un électron chacun ou deux électrons provenant du même atome). Ces liaisons sont directionnelles, contrairement aux liaisons ioniques, et leur énergie est également comprise entre 600 et $1000 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ [44, 45].

Les liaisons métalliques se forment grâce à une force électrostatique attrative entre un nuage d'électrons délocalisés et des cations métalliques. Leur énergie est comprise entre 100 et $800 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ [44].

Une illustration de ces différents types de liaisons intramoléculaires est proposée sur la figure 1.9.



FIGURE 1.9: À gauche : liaison ionique. Au centre : liaison covalente avec partage d'un électron entre les orbites de deux atomes. À droite : liaison métallique constituée d'un nuage d'électrons libres et de cations (Source : Wikipédia)

Liaisons intermoléculaires

Les liaisons intermoléculaires s'appuient essentiellement sur des forces de nature électrostatique qui génèrent une attraction ou une répulsion entre des atomes, molécules ou ions. Elles sont principalement réunies en deux groupes et font intervenir une énergie moindre que les liaisons intramoléculaires.



FIGURE 1.10: Modélisation représentant des liaisons hydrogène entre molécules d'eau (Source : Wikipédia)

Les liaisons hydrogène dépendent des atomes d'hydrogène présents dans les molécules. Elle est liée à la polarité de certaines molécules (celles qui contiennent à la fois au moins un atome d'hydrogène et un autre atome plus électronégatif capable d'attirer l'électron de l'atome d'hydrogène) qui conduit à une charge partielle positive sur l'atome d'hydrogène. Ce dernier va alors être attiré par des particules chargées négativement (et l'autre atome impliqué par des particules chargées positivement) ce qui formera des liaisons avec ces dernières. L'énergie de ces liaisons est comprise entre 10 et $40 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ [46, 47]. Un modèle représentant des liaisons hydrogènes dans le cas de l'eau est proposé sur la figure 1.10.

Les liaisons de Van der Waals sont dues à des interactions électriques de faible intensité entre des dipôles (permanents ou induits) [48,49]. Elles se divisent en trois composantes : les forces de Keesom qui décrivent une interaction entre molécules polaires se comportant comme deux dipôles permanents, les forces de Debye qui proviennent de l'interaction entre un dipôle permanent et un dipôle induit, et les forces de London qui sont issues de l'interaction électrostatique entre deux dipôles induits. Les interactions de Van der Waals varient en $\frac{1}{r^6}$, où r est la distance entre les deux molécules, et ne s'exercent donc qu'à très courtes distances. Leur énergie varie entre 0.4 et 4 kJ·mol⁻¹.

Pour représenter les interactions à courte portée entre molécules ou atomes, il faut aussi prendre en compte les interactions dites de sphères dures qui correspondent à l'impossibilité pour deux molécules de s'interpénétrer (répulsion de Pauli). En sommant ces deux types d'interactions, on obtient le potentiel de Lennard-Jones (voir figure 1.11) qui rend compte de l'attraction existant entre deux molécules à courte portée et de leur répulsion mutuelle à très courte portée.



FIGURE 1.11: Potentiel de Lennard-Jones : en bleu un terme empirique issue de la répulsion de Pauli entre les électrons, en vert les interactions de Van der Waals [50]

Bien que ces liaisons soient bien plus faibles que les liaisons intramoléculaires, elles ont en réalité une grande importance dans des conditions usuelles (atmosphère non contrôlée, surfaces contaminées par des polluants, des molécules adsorbées ou des films d'oxyde...). En effet, les forces intramoléculaires sont rapidement écrantées par la moindre contamination à la surface du matériau en raison de leur très court rayon d'action. Dans une telle situation, les forces de Van der Waals deviennent prépondérantes [1].

1.2.3 Les principaux mécanismes du collage

Plusieurs théories [4–19] ont été proposées pour expliquer le phénomène de l'adhésion entre deux surfaces, certaines étant spécifiques à certains types de matériaux. Nous allons détailler ici les plus communes.

Adhésion chimique

Buchan *et al* proposèrent la théorie de l'adhésion chimique en 1946 [6]. Cette théorie, plus tard détaillée par d'autres études [5,8-11] correspond à la création de liaisons covalentes ou ioniques entre les deux surfaces en contact, que ce soit à l'aide d'une réaction chimique entre leurs molécules ou par l'intermédiaire d'un agent de couplage compatible avec chacune de ces surfaces (voir la figure 1.12).



FIGURE 1.12: Représentation schématique de l'adhésion chimique. A = Substrat, B = Adhésif, C = Liaison chimique [4]

C'est là le rôle du *primer coat* (voir la figure 1.3), une couche intermédiaire entre le ruban et l'adhésif qui permet d'assurer une très forte adhésion entre les deux et donc que l'adhésif de se décollera pas du ruban lors du pelage.

Adhésion mécanique

McBain *et al* ont proposé l'un des premiers modèles utilisés pour rendre compte de l'adhésion entre deux solides, la théorie de l'ancrage mécanique [5,12–14], en 1926. Selon cette théorie, la colle pénètre dans les aspérités ou les pores des surfaces en contact lorsqu'elle est à l'état liquide, puis sa solidification crée de nombreux points d'ancrages. Cela permet aux deux surfaces de rester mécaniquement solidaires par l'intermédiaire de l'adhésif.



FIGURE 1.13: Influence de la rugosité des subtrats sur l'ancrage mécanique [14]

La rugosité du substrat joue alors un rôle crucial dans l'adhésion (voir la figure 1.13) : il faut que la surface ne soit pas lisse (auquel cas il n'y a pas d'ancrage) mais pas non plus trop rugueuse (car la colle ne peut alors pas pénétrer correctement toutes les anfractuosités) pour éviter le piégeage de bulles d'air entre le substrat et l'adhésif.

C'est pour cette raison qu'il est souvent recommandé de poncer une surface avant d'y appliquer de l'adhésif : le but est de créer une légère rugosité tout en réduisant les dimensions des grosses aspérités pour optimiser la pénétration de l'adhésif.

Adhésion thermodynamique

Mis au point par Sharpe *et al* en 1963 [15], le modèle thermodynamique attribue l'origine du phénomène d'adhésion aux forces intermoléculaires, comme les liaisons de Van der Waals (voir le 1.2.2 et la figure 1.14.) ou les liaisons hydrogène.



FIGURE 1.14: Création de dipôles entre les surfaces A et B et donc formation de liaisons de Van der Waals [4].

Les forces impliquées ayant une courte portée, étant faibles et non directionnelles, il faut que l'adhésif s'étale convenablement sur le substrat (voir la figure 1.15) pour que ces liaisons s'établissent entre les deux. C'est pourquoi cette théorie est aussi parfois appelée théorie du mouillage (bien que cette notion soit aussi importante pour la théorie de l'adhésion mécanique) en raison de l'importance d'un bon contact entre l'adhésif et le substrat.



FIGURE 1.15: A = adhésif mouillant parfaitement les surfaces des substrats, permettant une adhésion optimale; B = piégeage de bulles d'air entre l'adhésif et les substrats, provoquant une gêne pour l'adhésion à cause de la multiplicité des points de génération potentielle d'une fracture [40, 51, 52].

Il est alors important de prendre en compte les interactions entre le substrat et l'adhésif liquide même en l'absence de réaction chimique. L'objectif est de maximiser la surface de contact entre les deux.

Une goutte de liquide déposée sur une surface solide va plus ou moins s'étaler en cherchant à minimiser l'énergie du système (gaz, liquide et solide). On dit que le liquide va plus ou moins mouiller la surface, comme illustré par la figure 1.16. La configuration adoptée par la goutte de liquide est caractérisée par l'angle de contact θ , c'est-à-dire l'angle entre l'interface liquide-gaz et l'interface solide-liquide.



FIGURE 1.16: Comparaison entre le mauvais (a) et le bon (b) mouillage d'un liquide 1 et d'un liquide 2 sur la même surface [1].

Plus θ est petit, meilleur est le mouillage. Ainsi pour $\theta < 90^{\circ}$, le mouillage est qualifié de bon, et pour $\theta > 90^{\circ}$, le mouillage est considéré comme mauvais (voir la figure 1.16). Si le liquide est de l'eau, alors dans le premier cas le solide est appelé hydrophile et dans le second cas hydrophobe.

Le mouillage d'un liquide sur un solide dépend de leurs énergies de surface respectives. L'angle de contact θ dépend ainsi des énergies de trois phases en présence selon la loi de Young-Dupré [41,53–55] :

$$\gamma_{LG}\cos(\theta_C) = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} \tag{1.1}$$

avec θ_C l'angle de contact, γ_{LG} , γ_{SG} et γ_{SL} respectivement la tension superficielle entre la phase liquide et phase gazeuse, la phase solide et la phase gazeuse, et la phase solide et la phase liquide (voir la figure 1.17).

Cette équation peut aussi s'appliquer si la phase gazeuse est en fait un autre liquide non miscible.



FIGURE 1.17: Angle de contact d'une goutte de liquide sur un substrat solide. À l'équilibre, la forme de la goutte est celle qui minimise l'énergie du système. (Source : Wikipédia)

Généralement, les surfaces de forte énergie correspondent à des solides dit "durs" comme les métaux, verres et céramiques, dont la cohésion est assurée par des liaisons covalentes, ioniques ou métalliques. Ces surfaces présentent la plupart du temps un mouillage total ou du moins très bon. Les surfaces de faible énergie correspondent plutôt à des critaux moléculaires construits grâce à des liaisons hydrogène ou des forces de Van der Waals, plus faibles. Dans ce cas, la mouillabilité de la surface dépendra beaucoup du type de liquide utilisé [55, 56].

La loi de Young-Dupré n'est toutefois valide que pour des surfaces lisses, ce qui ne correspond pas à la plupart des surfaces réelles qui présentent souvent une rugosité significative. La différence est parfois flagrante, comme illustré sur la figure 1.18.

Il existe deux principaux modèles [58,59] qui ne s'appliquent que si la taille de la goutte est assez grande par rapport à l'échelle de rugosité de la surface [60].



FIGURE 1.18: Photographies de gouttes d'eau placées sur une surface très rugueuse (a, angle de contact 174°) et lisse (b, angle de contact 109°) [57]

Le modèle de Wenzel [58] permet de calculer l'angle de contact d'une surface texturée θ_W^* à partir de celui d'une surface identique, mais lisse, selon la formule :

$$\cos\theta_W^* = r\cos\theta \tag{1.2}$$

où r est le coefficient de rugosité (défini comme le rapport de la surface réelle sur la surface apparente, avec r = 1 pour une surface lisse et r > 1 pour une surface rugueuse).

Ce modèle prévoit que l'hydrophobie comme l'hydrophilie d'une surface seront renforcées par une texture. Cependant, cet effet n'est généralement pas observé dans le cas d'un substrat hydrophobe car de l'air reste piégé dans les cavités de la texture.



FIGURE 1.19: Différents scénarios de mouillage et d'angle de contact correspondants respectivement au modèle de Young-Dupré, de Wenzel et de Cassie-Baxter. (Source : Wikipédia)

Il faut alors s'appuyer sur le modèle de Cassie-Baxter [59,60] (voir la figure 1.19).

$$\cos\theta_{CB}^* = f(1 + r_f \cos\theta) - 1 \tag{1.3}$$

où θ_{CB}^* est l'angle de contact mesuré, f est est la fraction de surface solide mouillée par rapport à la surface apparente, et où r_f est le coefficient de rugosité de la surface mouillée. Lorsque f = 1 et $r_f = r$, on retrouve l'équation de Wenzel. Les modèles de Wenzel et de Cassie-Baxter représentent deux extrêmes du mouillage d'une surface texturée. En pratique, les états intermédiaires ou de transition entre le modèle de Cassie-Baxter et celui de Wenzel (avec un liquide qui se répand petit à petit dans les anfractuosités de la texture [61] ou qui s'étend au-delà de la goutte [62], par exemple) sont fréquents, surtout lorsque la rugosité est aléatoire.

Adhésion électrostatique

La théorie électrostatique fut développée par Deryagin *et al* en 1948 [16, 17], grâce à l'observation d'émissions d'électrons lors de la rupture de contact entre deux matériaux de nature différente (par exemple verre et polymère). Dans le cas de transfert de charges électriques entre les deux matériaux lors du contact, ce qui conduit à la formation d'une double couche électrique à l'interface (voir la figure 1.20), l'ensemble adhésif substrat devient similaire à un condensateur plan dont les armatures seraient les deux couches électriques.



FIGURE 1.20: Représentation schématique du modèle électrostatique [1]

Cette théorie ne s'applique toutefois pas à certaines interfaces, comme verre et métal, ce qui indique que ce phénomène pourrait être un effet et non une cause de l'adhésion.

Adhésion par diffusion



FIGURE 1.21: Représentation schématique du modèle d'inter-diffusion [1]

La théorie de la diffusion a été proposée en 1960 par Voyutskii [18]. Dans cette théorie, l'adhésion résulte de l'interdiffusion de molécules entre les deux matériaux en contact, qui en assurent la cohésion (voir la figure 1.21). Ce modèle concerne principalement les assemblages entre deux polymères compatibles et il permet d'expliquer les phénomènes de cicatrisation observés par Voyutskii sur des polymères fissurés.

Là encore, il est possible que ce phénomène soit une conséquence et non une cause de l'adhésion.

Modèle de l'interphase

En 1968, Bikerman [19] fit l'hypothèse qu'une zone, l'interphase, se formait au niveau de l'interface entre deux matériaux en contact. Cette interphase serait définie par des forces de cohésion différentes de celles des deux matériaux (voir figure 1.22). Si ces forces sont faibles, alors la rupture en cas de séparation des matériaux ne pourra se produire que dans l'interphase. Si ces forces sont élevées, alors la rupture se produira uniquement à l'intérieur d'un des deux solides (voire figure 1.23).



FIGURE 1.22: Représentation schématique du modèle d'interphase [1]

Cette interphase peut correspondre au siège de nouvelles liaisons covalentes ou ioniques comme dans le modèle de l'adhésion chimique, mais aussi à des liaisons hydrogène ou Van der Waals.



FIGURE 1.23: Représentation schématique de la séparation en cas de forte cohésion (a) ou de faible cohésion (b) [1]

S'il n'existe pas de modèle unique capable d'expliquer l'adhésion, ces différentes théories ont permis d'effectuer de grandes avancées dans le milieu des adhésifs. Elles ont notamment contribué à l'apparition des différents traitements de surface (primaires d'adhésion, rugosité des surfaces...) ainsi qu'à une meilleure adéquation entre type d'adhésif et type de surfaces collées.

1.3 Généralités sur le pelage d'un ruban adhésif

Il existe de nombreux tests dont l'objectif est de caractériser le phénomène d'adhésion, dont l'épreuve d'adhérence (ou *probe-tack*) qui mesure la déformation d'un adhésif placé entre deux pistons [63, 64], le pelage, le clivage, le test JKR (d'après les noms de Johnson, Kendall et Roberts, auteurs de l'article correspondant sur la théorie JKR de 1971 [65], technique qui sera détaillée dans la partie 3.2.4 dans le Chapitre 3).

1.3.1 Différentes configurations de pelage

Le pelage est l'une des techniques les plus utilisées pour caractériser la capacité d'un adhésif à adhérer sur un substrat donné. Il existe de nombreuses géométries et conditions de pelage qui sont exploitées pour créer des tests standardisés [66], détaillés sur la figure 1.24.



FIGURE 1.24: Configurations pour différents types de pelage [66]

Les géométries les plus courantes sont le pelage sur un substrat plan et le pelage sur rouleau, qui peuvent être réalisés à vitesse ou à force imposée. Concrètement, cela revient respectivement à attacher l'extrémité du ruban adhésif à l'axe d'un moteur, qui en tournant imposera la vitesse de pelage; ou à attacher (le plus souvent) une masse à l'extrémité du ruban pour que sa chute entraîne le pelage du ruban.



FIGURE 1.25: Principe d'un pelage sur substrat plan à vitesse imposée

Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes exclusivement intéressés au cas du pelage sur un substrat plan et à vitesse imposée V_m , comme schématisé sur la figure 1.25. Si le dispositif expérimental est doté d'un mécanisme de translation du substrat, il est possible de conserver un angle de pelage θ constant. Les autres cas ne seront abordés que dans ce chapitre.

1.3.2 Modes de rupture

Différents mécanismes de rupture peuvent entrer en jeu lors du pelage d'un ruban adhésif, comme présenté sur la figure 1.26. Le mode de rupture sélectionné dépend des conditions de l'expérience.



FIGURE 1.26: Modes de rupture de lors du pelage d'un ruban adhésif

Parfois, l'adhésif reste collé au ruban [67–69] ou au substrat [70, 71] après le pelage : la rupture a lieu à l'interface ruban/adhésif ou à l'interface adhésif/substrat. On parle de rupture adhésive. Cette dernière est généralement observée pour des vitesses de pelage moyennes ou hautes [67, 69]. D'autres fois, l'adhésif reste collé à la fois au ruban et au substrat [67, 68, 70, 72, 73] : la rupture a lieu à l'intérieur de la couche d'adhésif, qui se sépare en deux. On parle de rupture cohésive. Cette dernière est généralement observée pour des basses vitesses de pelage [67, 69].

On souhaite généralement que le ruban adhésif soit réutilisable après avoir été pelé, ce qui implique une rupture adhésive avec la colle restant attachée au ruban. C'est à cela que sert le traitement de surface supplémentaire déposé sur le dos d'un ruban adhésif (voir figure 1.3) : il facilite le décollement du ruban à partir du rouleau (et donc du dos même du ruban) en favorisant ce type de séparation.

Un phénomène de cavitation peut parfois se produire au cours du pelage, comme sur celui de la figure 1.27 : de l'air pénètre dans la couche d'adhésif au niveau du front de pelage et crée des bulles. La colle s'étire alors verticalement en formant des filaments [63, 64, 70, 74–78] qui finissent par céder, soit en se détachant d'une des deux surfaces (rupture adhésive) soit en cassant (rupture cohésive).

Deux exemples issus de la littérature sont proposés sur la figure 1.28 et la figure 1.29.


FIGURE 1.27: Photographie du phénomène de cavitation lors du pelage d'un ruban adhésif (le pelage s'effectue de gauche à droite sur cette image)



FIGURE 1.28: À gauche : photographie représentant le phénomène de cavitation pour un ruban adhésif de type PSA. À droite : schéma illustratif de ce même phénomène avec visualisation des fibrilles. [70]



FIGURE 1.29: Photographies du profil d'un ruban adhésif lors de son pelage dans le cas d'une rupture cohésive, à différentes vitesses de pelages. [79]

Ce comportement de fluide visqueux s'observe généralement à basse vitesse pour une température ambiante. À haute vitesse, la colle va plutôt se comporter comme un solide vitreux : certaines études montrent en effet qu'après un pelage à haute vitesse l'adhésif reste présent sur une des deux surfaces sans être endommagé et sans avoir connu de fibrillation [67–71].

1.3.3 Force de pelage et énergie de fracture

Nous allons désormais détailler le lien entre la force de pelage F et l'énergie de fracture, selon le modèle proposé par Kendall [78]. On considère un ruban adhésif constitué d'une part d'un film élastique de largeur b, d'épaisseur e et de module de Young E et d'autre part d'une couche d'adhésif dont le module de Young est bien plus faible, ce qui permet de négliger sa contribution à l'énergie élastique.

On se place dans le cadre d'un pelage sur un substrat plan.

Lorsque le ruban est pelé, il subit une variation de l'énergie potentielle $\Delta E_{\rm p}$ (provenant du déplacement du point d'application de la force) et de l'énergie élastique $\Delta E_{\acute{e}}$ (à cause de l'extension du ruban).

Il est alors possible de définir un taux de restitution de l'énergie mécanique qui correspond à l'énergie libérée par unité de surface :

$$G = \Delta E_{\rm p} + \Delta E_{\rm \acute{e}} = \frac{F}{b} \left(1 - \cos \theta \right) + \frac{F^2}{2 \, b^2 \, e \, E}.$$
 (1.4)

La variation d'énergie élastique est la plupart du temps (sauf pour des angles très faibles, inférieurs à 10° pour les adhésifs étudiés) négligeable devant la variation d'énergie potentielle. On peut alors simplifier l'expression 1.4 et retrouver l'expression proposée par Rivlin [80] :

$$G = \frac{F}{b} \left(1 - \cos \theta \right). \tag{1.5}$$

On définit l'énergie de fracture Γ comme le coût énergétique de la propagation d'une fissure dans le matériau. Le décollement de l'adhésif n'est alors possible que si $G \ge \Gamma$ (critère de Griffith [81]) et on peut considérer que lors d'un pelage stable où la vitesse et la force de pelage sont constantes $G = \Gamma$. Si cet équilibre est bien vérifié, alors il est possible de connaître l'énergie de fracture en mesurant simplement la force de pelage grâce à l'équation 1.5.

1.3.4 Impact des différents paramètres expérimentaux

On s'attend d'après les deux équations de Kendall et de Rivlin à ce que l'angle de pelage θ joue un rôle important.

Plusieurs études se sont intéressées à la dépendance de la force et de l'énergie de fracture selon l'angle de pelage. Cette dernière paraît complexe : certaines études [78, 82] semblent montrer qu'elle est indépendante de θ , une autre [80] qu'elle est modifiée aux grands angles de pelage. Kaeble [83] propose de l'expliquer par une élasticité non linéaire du dos et de l'adhésif, Williams [84] par une mixité des modes de rupture². D'autres études encore semblent montrer que l'énergie d'adhésion croît légèrement avec l'angle de pelage [23, 85].

^{2.} La propagation d'une fracture dans un matérau peut se dérouler selon trois modes de rupture différents : le mode I correspond à une traction pure ou clivage, le mode II à un cisaillement longitudinal, le mode III à un cisaillement transverse.

La vitesse de pelage a un impact conséquent sur le pelage à travers la rhéologie de l'adhésif. Des études expérimentales montrent que pour de basses vitesses de pelages, l'énergie de fracture augmente avec la vitesse [21, 67–73, 86]. Cela serait dû au comportement visco-élastique de l'adhésif. En effet, tant que la température est supérieure à celle de transition vitreuse³ de l'adhésif (ce qui est généralement le cas lors d'un pelage) alors plus la température est faible, ou plus la vitesse est importante, et plus il y a d'énergie dissipée lors du pelage [72,87,88]. En conséquence, l'énergie de fracture augmente avec la vitesse. Pour des pelages à hautes vitesses, la force de pelage devient indépendante de la vitesse selon certaines études [67,69,71– 73] ce qui traduit un comportement de solide vitreux.

D'autres effets peuvent entrer en compte. Des études sur le pelage d'adhésif depuis la peau humaine ont montré que l'élasticité [89] ou la viscoélasticité [90] du substrat pouvaient affecter l'énergie d'adhésion. Le glissement entre l'adhésif et le substrat [91], la nature du substrat, l'énergie élastique de courbure [92], ou bien encore des hétérogénéités sur le substrat [93,94] ou dans l'adhésif [95] peuvent également avoir un impact.

Au cours de cette thèse, nous nous sommes intéressés plus particulièrement à l'effet des hétérogéités sur le substrat et de la vitesse de pelage, avec un seul type de ruban adhésif (le Scotch[®] 3M Crystal 600).

^{3.} La température de transition vitreuse correspond à l'intervalle de température à travers lequel la matière passe d'un état caoutchouteux à un état vitreux solide

1.4 Origine de l'instabilité de stick-slip

Une instabilité dite de stick-slip peut parfois apparaître lors du pelage d'un ruban adhésif. Le pelage devient alors saccadé et bruyant. De nombreuses études se sont intéressées à cette instabilité [21,23,67–73,85,86,96,97], notamment en mesurant la force de pelage. Nous en proposons ici un récapitulatif non exhaustif.

1.4.1 Mesures d'Aubrey et al

En 1969, Aubrey *et al* [69,71] ont mesuré la force de pelage F à vitesse constante V et à angle fixé de 90° sur un substrat plan.

La courbe F(V) obtenue lors de la première étude [71] est présentée sur la figure 1.30. On y distingue trois comportements selon la vitesse de pelage V: une branche croissante à basse vitesse qui correspond à une rupture cohésive de l'adhésif, une branche constante à haute vitesse qui correspond à une rupture adhésive (l'adhésif restant collé au ruban) et une instabilité de stick-slip pour les vitesses intermédiaires, caractérisée par des fluctuations importantes de la force.



FIGURE 1.30: Force de pelage selon la vitesse de pelage. Les cercles blancs correspondent à une rupture cohésive et les cercles noirs à une rupture adhésive [71]

La courbe F(V) obtenue lors d'une deuxième étude [69] de 1980 effectuée avec d'autres types de rubans adhésifs est présentée sur la figure 1.31. On y retrouve trois branches : une branche croissance à basse vitesse, qui présente cette fois une rupture cohésive pour les vitesses les plus faibles et une rupture adhésive pour les vitesses un peu plus élevées; une branche constante avec rupture adhésive à haute vitesse, et une zone intermédiaire où il n'est pas possible de mesurer la force en raison d'importantes fluctuations.



FIGURE 1.31: Force de pelage selon la vitesse de pelage. Les cercles blancs correspondent à une rupture cohésive et les cercles noirs à une rupture adhésive [69].

Selon Aubrey *et al*, il existe donc des oscillations de la force de pelage entre un maximum (l'apogée de la branche croissante) et un minimum (le début de la branche stable) pendant le stick-slip.

1.4.2 Mesures de Barquins, Maugis et al

Mesures à vitesse imposée

En 1986, Barquins *et al* réalisent des expériences à vitesse imposée avec une géométrie en rouleau (voir la figure 1.32) et en utilisant un adhésif commercial, le Scotch[®] 3M 602. L'angle de pelage est légèrement inférieur à 90° et peut varier lors de l'expérience.



FIGURE 1.32: Dispositif expérimental pour un pelage effectué directement sur rouleau [21,96] utilisé pour produire les résultats présentés sur la figure 1.33. La mesure de la force de pelage à l'aide d'un couplemètre a permis d'obtenir le taux de restitution de l'énergie mécanique G mentionné dans le 1.3.3 et de le tracer selon la vitesse de pelage. Dans le cas d'un pelage stable, ce taux de restitution est égal à l'énergie d'adhésion. La courbe obtenue est représentée sur la figure 1.33.

On contaste l'existence de quatre branches.

À basses vitesses (jusqu'au point A), G augmente avec la vitesse de pelage et la rupture de l'adhésif est soit cohésive (pour les très basses vitesses) soit adhésive. Pour des vitesses intermédiaires, on observe du stick-slip (entre les points A et C). Pour les vitesses les plus hautes, on observe d'abord une branche stable (entre C et F) puis une branche où G augmente avec la vitesse de pelage (entre F et B). Dans les deux cas, la rupture est adhésive.



FIGURE 1.33: Taux de restitution de l'énergie mécanique (assimilable à l'énergie d'adhésionpour un pelage stable) en fonction de la vitesse de pelage [21]

Pour des vitesses de pelage V < 0.65 m/s, Barquins *et al* ont pu mesurer la fréquence f_{ss} des oscillations de la force lors des évènements de *stick-slip* à partir des oscillations des signaux de force. Ces fréquences peuvent être aussi obtenues en observant les traces laissées par les phénomènes de rupture sur le ruban adhésif pelé, méthode qui offre des valeurs compatibles avec celles obtenues à partir des signaux de force.

Les résultats présentés sur la figure 1.34 montrent que la fréquence f_{ss} augmente linéairement avec la vitesse de pelage. En s'intéressant à la période $T_{ss} = 1/f_{ss}$, on constate que cette dernière augmente linéairement avec la longueur de ruban (correspondant à la distance entre le point de pelage et le point d'enroulement sur le moteur), comme le montre la figure 1.34.

Barquins *et al* ont proposé un modèle pour expliquer ces évolutions. Il s'appuie sur une approche quasi-statique des cycles de stick-slip, présentés sur la figure 1.35, en prenant en compte l'inertie du rouleau qui empêche les sauts instantanés de vitesse. On considère que l'équilibre de Griffith est vérifié à tout instant sur les branches croissantes du cycle, autrement dit que l'énergie de fracture Γ y est égale au taux de restitution de l'énergie mécanique G. Pendant une phase de stick, la vitesse de pelage augmente en suivant la première branche croissante jusqu'au maximum local (qui correspond au point d'inflexion de la courbe en V_C). La vitesse de pelage saute alors jusqu'à l'autre branche croissante de la courbe G(V) ce qui marque le début de la phase de slip. Lors de cette phase, la vitesse parcourt la seconde branche croissante jusqu'au minimum local (qui correspond au point d'inflexion de la courbe en V_2). Enfin, la vitesse saute sur la première branche croissante et le cycle de stickslip recommence.



FIGURE 1.34: À gauche : période de stick-slip en fonction de la longuer de ruban pelé À droite : fréquence de stick-slip en fonction de la vitesse de pelage imposée par le moteur. Dans les deux cas, les points représentent les données expérimentales et les traits pleins la modélisation théorique correspondant à l'équation 1.9 [21]



FIGURE 1.35: Exemple de cycle limite sur la courbe G(V) [96]

On peut négliger la durée de la phase de slip devant celle de la phase de stick parce qu'on considère que les sauts de vitesse entre les deux branches croissantes sont instantanés.

En supposant que le ruban reste uniformément tendu pendant tout le cycle, on peut écrire la loi de Hooke :

$$F = E e b \frac{u}{L} \tag{1.6}$$

avec F la force de pelage, E le module de Young, b la largeur de ruban, e son épaisseur, L sa longueur et u son élongation.

En géométrie rouleau, on obtient grâce à la formule de Rivlin (1.5):

$$G = \frac{F}{b} = E e \frac{u}{L} \tag{1.7}$$

En faisant l'hypothèse que le ruban collé ne se déforme pas et en introduisant la fonction v_p telle que $v_p = \Gamma^{-1}(G)$ et $G(V) = \Gamma(v_p)$ à chaque instant, on peut dériver l'équation précédente et arriver à :

$$\frac{\mathrm{d}G}{\mathrm{d}t} = \frac{E\,e}{L}\left(V - \Gamma^{-1}(G)\right).\tag{1.8}$$

En considérant que la période T_{slip} (correspondant au temps de parcours de la seconde branche croissante) est négligeable devant la période T_{stick} (correspondant au temps de parcours de la première branche croissante) et en intégrant l'équation (1.8) sur une phase de stick, on obtient :

$$T_{ss} \approx T_{stick} = \frac{L}{E e} \int_{G_D}^{G_A} \frac{\mathrm{d}G}{V - \Gamma_{\mathrm{lent}}^{-1}(G)}$$
(1.9)

où T_{ss} est la période de stick-slip, $\Gamma_{\text{lent}}(v_p)$ l'énergie de fracture correspondant au parcours sur la première branche croissante, entre le minimum G_D et le maximum G_A .

Cette équation est confrontée à l'expérience sur la figure 1.34. La cohérence avec les résultats expérimentaux permet de valider le modèle quasi-statique pour la gamme de vitesses étudiées. Il est alors possible d'expliquer les marques laissées sur l'adhésif après le pelage : le parcours de la première branche croissante implique un passage d'une rupture cohésive à adhésive, ce qui provoque une alternance de zones où l'adhésif est resté collé au ruban et de zones où une partie de l'adhésif est resté sur le substrat.

Toutefois, ces observations ne sont valables que pour des vitesses $V < 0.65 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$.

Pour des vitesses de pelage supérieures, les oscillations de la force deviennent sinusoïdales et leurs amplitudes diminuent, ce que ne peut pas expliquer le modèle quasi-statique. Maugis *et al* [96] proposent de prendre en compte l'inertie du rouleau en considérant que ce dernier a le même mouvement que le point de pelage(c'està-dire l'endroit où le ruban adhésif se détache du rouleau) et qu'il n'est donc pas possible de réaliser des sauts instantanés de la vitesse. La dynamique de pelage se décrit alors sous la forme de cycles limites, comme celui présenté sur la figure 1.35. Ce modèle permet d'expliquer la présence d'oscillations sinusoïdales de la force à haute vitesse, mais il ne peut pas rendre compte du comportement observé à basse vitesse. Il prédit une bifurcation de Hopf supercritique au maximum de la première branche croissante, avec des oscillations qui apparaissent progressivement dès que $V > V_C$ et dont l'amplitude doit théoriquement croître avec la vitesse.

Mesures à force imposée

En 1997, Barquins *et al* effectuent des expériences de pelage à force imposée, toujours dans le cadre d'une géométrie rouleau et avec un ruban adhésif commercial (le Scotch[®] 3M 600). Le dispositif expérimental utilisé est présenté sur la figure 1.36. Le principe est d'attacher une masse M à l'extrémité du ruban adhésif puis de lâcher cette masse d'une grande hauteur (en l'occurrence 24 m) afin de peler le rouleau.



FIGURE 1.36: Dispositif expérimental pour un pelage sur rouleau [86] utilisé pour produire les résultats présentés sur la figure 1.37

La vitesse de déroulement V est mesurée à l'aide d'un accéléromètre (placé sur la poulie et non directement sur le rouleau) pour différentes masses. La courbe G(V)correspondante est tracée sur la figure 1.37.

On constate l'existence de trois branches distinctes : les branches A et C correspondent à un pelage stable et la branche B correspond à une instabilité de stick-slip. Il est possible d'atteindre plusieurs branches différentes avec une même masse, car le type de pelage dépend aussi des conditions initiales. Dans le cas où la masse est simplement accrochée à l'extrémité du ruban adhésif, la branche A correspond à des masses M < 160 g, la branche B à des masses comprises entre M = 160 g et M = 500 g, et la branche C à des masses M > 500 g. Du stick-slip peut être déclenché pour des masses M < 160 g à condition de provoquer une accélération brutale

au début du pelage, ce qui permet d'atteindre la branche B. Le protocole permettant d'atteindre la branche C avec des masses inférieures à 500 g est plus complexe : Barquins *et al* attachent non pas une mais deux masses au ruban adhésif, séparées d'une distance de 10 m et dont la masse totale est supérieure à 500 g. Au début du pelage les deux masses contribuent au décollement du ruban adhésif, ce qui place la dynamique dans la branche C. Lorsque la première masse touche le sol, il ne reste plus que la deuxième masse, inférieure à 500 g, pour peler le ruban, ce qui permet d'obtenir les points correspondant à la branche C pour des masses inférieures à 500 g.



FIGURE 1.37: Taux de restitution de l'énergie mécanique G en fonction de la vitesse de pelage [86]

1.4.3 Synthèse

La courbe expérimentale de la force de pelage F en fonction de la vitesse de pelage V a donc été obtenue pour différentes configurations et avec des adhésifs variés. Elle peut généralement être schématisée par trois branches distinctes, représentées sur la figure 1.38.

Cette dernière présente deux branches croissantes, l'une à basse vitesse (courbe DA) et l'autre à haute vitesse (courbe CB) qui peut aussi être constante selon certaines études [67, 69, 71–73]. La branche DA correspond soit à une rupture cohésive [67, 68, 70–73] soit à une rupture cohésive à très basse vitesse et adhésive à l'approche de la branche décroissante [21,67–69]. De telles expériences présentent le plus souvent de la fibrillation et il y a parfois une rupture de pente entre la séparation cohésive et adhésive. La branche CB correspond la plupart du temps à une rupture adhésive, que ce soit à l'interface adhésif-substrat [70, 71] ou à l'interface adhésif/ruban [67–69]. De plus, cette branche est fortement croissante avec la vitesse dans certaines études [21, 70, 86, 96], tandis qu'elle est constante ou presque pour d'autres [67–69, 71, 72].



FIGURE 1.38: Représentation schématique de la courbe expérimentale F(V)

Une instabilité de stick-slip apparaît dans la gamme de vitesses intermédiaires, ce qui ne permet pas de mesurer directement l'énergie de fracture. On suppose qu'il existe une branche décroissante (AC) qui permet de relier les deux branches croissantes, représentée en pointillés sur la figure 1.38. En effet, une telle décroissance implique qu'avancer plus vite nécessite moins d'énergie, ce qui encourage une accé-lération de la rupture de l'adhésif et provoque alors l'instabilité de stick-slip.

1.5 Caractérisations de l'instabilité de stick-slip

1.5.1 Mesures de Cortet *et al*

En 2007, Cortet *et al* [97] ont effectué des expériences en géométrie rouleau et à force imposée en observant pour la première fois le point de pelage par imagerie rapide (caméra capable d'aller jusquà 16 000 images par seconde). Le dispositif expérimental utilisé et un exemple type de la visualisation du profil du ruban adhésif sont exposés sur la figure 1.39. Le pelage est réalisé depuis un rouleau commercial (Scotch[®] 3M 600) et avec une longueur de ruban l_m et un angle de pelage θ variables au cours de l'expérience.

Des comportements similaires à ceux présentés par Barquins et al [86] sont observés. Ces expériences étant hors équilibre, le stick-slip s'y déroule de façon transitoire.

La visualisation du point de pelage permet d'accéder à sa position et à sa vitesse au cours du temps. Il faut néanmoins prendre en compte le mouvement du rouleau lui-même lors du pelage, car son inertie couplée à la force imposée par la chute de la masse donne naissance à des oscillations.



FIGURE 1.39: Dispositif expérimental utilisé par Cortet et al et visualisation du point de pelage à l'aide de ce dispositif [97]

La figure 1.40 représente la position du point de pelage en fonction du temps soit dans le référentiel du laboratoire soit dans celui du rouleau. Le pelage saccadé dû à la présence du stick-slip y est bien visible, et on constate que ses amplitudes et périodes augmentent avec le temps (et donc la vitesse de pelage) avant de disparaître.



FIGURE 1.40: Position du front dans le référentiel du laboratoire à différents moments numérotés dans l'ordre croissant (a) et dans le référentiel du rouleau (b) pour une masse m = 245 g [97]



FIGURE 1.41: (a) et (c) : vitesse de pelage instantanée (points noirs), vitesse de pelage moyenne (courbe bleue au milieu), vitesse de la phase de stick (courbe verte en bas) et vitesse de la phase de slip (courbe rouge en haut) selon le temps. (b) et (d) : vitesses moyennes de stick et de slip en fonction de la vitesse de pelage moyenne d'un cycle à partir de (a) et (c) respectivement. [97]

La figure 1.41 représente la vitesse du point de pelage pour deux expériences réalisées respectivement avec une masse de m = 245 g pour (a) et (b) et d'une masse m = 195 g pour (c) et (d). Les vitesses moyennes de la phase de stick et de la phase de slip sont extraites à partir de la vitesse instantanée sur plusieurs cycles de stick-slip. L'instabilité apparaît pour des vitesses de pelage d'environ $0.25 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. La vitesse du stick reste proche de cette valeur lorsque la vitesse de pelage moyenne augmente, contrairement à la vitesse du slip qui continue à croître (de $0.25 \text{ à } 2.6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$) presque jusqu'à la disparition de l'instabilité. Les fluctuations observées à la fois sur la vitesse de stick et sur la vitesse de slip correspondent aux oscillations de la position du point de pelage.

Ces mesures permettent également de mesurer les durées respectives de la phase de stick et de la phase de slip, qui contrairement aux prédictions du modèle quasistatique [21,96] présentent le plus souvent un rapport de 1.

1.5.2 Mesures de Dalbe *et al*

Dalbe *et al* [98–100] ont poursuivi cette étude en utilisant le dispositif expérimental présenté sur la figure 1.42. Une extrémité du ruban adhésif est collée sur l'axe cylindrique d'un moteur qui, en tournant à une vélocité constante, va peler le reste du ruban à partir du rouleau. Le pelage s'effectuera donc à vitesse et non plus à force imposée. Le ruban utilisé est toujours le Scotch[®] 3M 600. La longueur du ruban L et l'angle de pelage varient au cours d'une expérience à cause des oscillations du point de pelage inhérentes à la géométrie en rouleau. Un capteur de force installé sur la poulie tenant le rouleau de ruban adhésif permet de mesurer la force moyenne de pelage. Une caméra rapide capable d'enregistrer jusqu'à 20 000 images par seconde permet de visualiser le profil du ruban et le point de pelage.



FIGURE 1.42: Dispositif expérimental utilisé par Cortet, Dalbe et al [98–100]

Un exemple de pelage présentant une instabilité de stick-slip est exposé sur la figure 1.43. La position du point de pelage est tracée en fonction du temps. La vitesse du point de pelage est dérivée de sa position.



FIGURE 1.43: Position du point de pelage dans le référentiel du rouleau (a) et vitesse correspondante (c) au cours du temps, pour une vitesse imposée $V = 0.55 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et une longueur de ruban L = 0.47 m [99].

On observe alors une alternance de phases de stick, où le point de pelage est immobile, et de phases de slip, où il avance à une vitesse supérieure à celle imposée par le moteur, qui est caractéristique de l'instabilité. Contrairement aux résultats obtenus précédemment (voir le 1.5.1), l'amplitude et la période du stick-slip sont stables au cours du temps car le pelage s'effectue à vitesse imposée et non plus à force imposée (et à vitesse croissante).



FIGURE 1.44: Période de stick-slip T_{ss} en fonction de la vitesse pour différentes longueurs de ruban (a) et périodes de stick-slip T_{ss} , de stick T_{stick} et de slip T_{slip} en fonction de la vitesse pour une longueur de ruban L = 0.47 m [99,100].

La figure 1.44 (a) présente l'évolution de la période de stick-slip en fonction de la vitesse imposée par le moteur V et de la longueur de ruban L. On constate que la période de stick-slip T_{ss} décroît aux faibles vitesses puis devient constante pour les hautes vitesses, ce qui ne correspond pas aux prédictions du modèle quasi-statique de Barquins [86] (ce dernier ne rend compte que de la phase de décroissance). Le seuil est ici $V = 0.6 \pm 0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Les amplitudes de stick-slip augmentent linéairement avec la vitesse [100]. Elles augmentent également avec la longueur de ruban.

En regardant séparément les périodes de stick T_{stick} et de slip T_{slip} sur la figure 1.44 (b), on remarque qu'elles ne suivent pas la même évolution en fonction de la vitesse V. T_{stick} décroît en 1/V selon la prédiction du modèle quasi-statique. En revanche, T_{slip} croît sur toute la gamme de vitesses explorée et cesse d'être négligeable par rapport à T_{stick} pour des vitesses supérieures à $V = 0.6 \pm 0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. À partir de $V > 0.9 \pm 0.05 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, la phase de slip dure même plus longtemps que la phase de stick. Cette déviation par rapport au modèle quasi-statique (qui part de l'hypothèse que T_{stick} est négligeable devant T_{slip} quelle que soit V) provient probablement d'effets dynamiques importants, dont l'origine serait l'inertie du ruban ou du rouleau.

Dalbe *et al* ont également mesuré la force de pelage en fonction de la vitesse imposée V, pour différentes longueurs de ruban L, et tracé les résultats sous la forme du taux de restitution de l'énergie mécanique G (voir la figure 1.45). Dans le cas d'un pelage stable, G est équivalent à l'énergie de fracture Γ . Ce n'est plus le cas en présence d'une instabilité de stick-slip, et les points correspondants représentent alors seulement une moyenne temporelle de la force de pelage F avec les unités de G. Cela permet toutefois de compléter la courbe G(V) établie par Barquins et Ciccotti [86] en accédant pour la première fois à une mesure de la force pour la branche décroissante.



FIGURE 1.45: Taux de restitution de l'énergie mécanique G en fonction de la vitesse imposée V, pour différentes longueurs de ruban L [99,100]. G est calculé à partir de la force de pelage F. Les étoiles bleues correspondent aux mesures de Barquins *et al* [86], où le même adhésif avait été utilisé.

Le pelage d'un ruban adhésif sur son rouleau présente un inconvénient majeur : l'angle de pelage varie au cours de l'expérience. L'oscillation du point de pelage autour de sa position de départ peut devenir importante à haute vitesse [98] et potentiellement provoquer du stick-slip. Afin de contrôler cet angle de pelage, Dalbe et al [23, 100, 101] ont mis au point un nouveau dispositif expérimental. Ce dernier est illustré par un schéma sur la figure 1.46.



FIGURE 1.46: Dispositif expérimental de pelage sur un substrat plan et à angle constant. La vitesse de translation de la barre horizontale est asservie à la vitesse d'enroulement du moteur V. [23, 100, 101].

Un ruban adhésif (du Scotch[®] 3M 600) est collé sur une barre horizontale, qui peut effectuer une translation à la même vitesse V que celle imposée par le moteur. Le dos de ce ruban sert de substrat au ruban adhésif pelé. Grâce à la translation du substrat, le ruban est ainsi pelé à angle et longueur de ruban constants et à vitesse imposée V. Une caméra rapide permet de visualiser le profil du ruban et d'en extraire la position et la vitesse du point de pelage.



FIGURE 1.47: Dynamiques de pelage selon la vitesse imposée par le moteur et l'angle de pelage θ [101].

La figure 1.47 récapitule les différentes dynamiques de pelage observées selon la vitesse imposée V et l'angle θ . Un pelage est considéré comme stable si les variations de la vitesse du point de pelage v_p autour de la vitesse imposée sont faibles par rapport à cette vitesse ($\Delta v_p/V < 1$), ce qui correspond soit aux basses soit aux très hautes vitesses. Une instabilité de stick-slip se développe pour les vitesses intermédiaires et est caractérisée par de fortes variations de la vitesse du point de pelage ($\Delta v_p/V > 1$).

Les deux zones de bistabilité correspondent à des vitesses V pour lesquelles la dynamique du pelage change d'une expérience à l'autre ou au cours d'une même expérience. Une étude ultérieure [102] semble montrer que cette bistabilité provient essentiellement des hétérogénéités d'adhésion, qui sont générées par le décollement du ruban adhésif de son rouleau puis de son collage sur un nouveau substrat. La figure 1.47 montre une forte dépendance de la dynamique de pelage en fonction de l'angle θ . La gamme de vitesse présentant une instabilité de stick-slip diminue lorsque l'angle de pelage augmente, avec une saturation pour les grands angles ($\theta > 120^{\circ}$).

Barquins et al [21,96] ont montré que la période de l'instabilité T_{ss} dépendait de la longueur du ruban L pour un angle et pelage donné, avec une croissance linéaire selon L. Dalbe et al retrouvent cette évolution de T_{ss} pour des angles de pelage compris entre 30 et 150°. Le ratio T_{ss}/L est alors considéré comme presque indépendant de la longueur du ruban, ce qui permet d'effectuer une moyenne des périodes pour plusieurs valeurs de L. Les résultats sont présentés sur la figure 1.48.



FIGURE 1.48: En haut, exemples des dynamiques de pelage au cours d'un cycle, avec (a) correspondant à une pelage à $V = 0.20 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, $\theta = 30^{\circ}$, L = 1.34 m et (b) à $V = 1.5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, $\theta = 150^{\circ}$, L = 0.54 m. (c) : T_{ss}/L en fonction de la vitesse imposée V pour différents angles de pelage θ . Les droites en pointillés correspondent aux prédictions du modèle quasi-statique [23]

Les prédictions du modèle quasi-statique sont confirmées pour des petits angles et des basses vitesses de pelage, où la période de stick-slip décroît en 1/V. Ce n'est plus le cas pour des grands angles et hautes vitesses de pelage, où la vitesse est constante selon V. Cette différence de comportement se retrouve dans les dynamiques de pelage, exposées sur la figure 1.48 (a) et (b). Dans le premier cas (a), un cycle de l'instabilité est constitué d'une phase de stick où la vitesse de pelage est presque nulle, et d'une phase de slip très courte où la vitesse de pelage est très importante. Le modèle quasi-statique de Barquins *et al* [21,96], qui fait l'hypothèse que la durée de la phase de slip est négligeable par rapport à celle de la phase de slip $(T_{stick}/T_{ss} \approx 1)$, est alors applicable. Dans le deuxième cas (b), la vitesse du point de pelage prend la forme d'oscillations en amplitude quasi-sinusoïdales. Il n'y a pas de véritable phase de slip ont des durées comparables.

L'amplitude Δv_p des oscillations en vitesse est représentée sur la figure 1.49, pour différents angles de pelage. Pour $\theta = 30^{\circ}$, l'instabilité correspond à du stick-slip sur toute la gamme de vitesse. Lorsque l'angle de pelage augmente, Δv_p diminue. Pour les grands angles, $\theta > 90^{\circ}$, l'amplitude sature près d'une valeur égale à 2V qui correspond à celle d'un cycle quasi-sinusoïdal.



FIGURE 1.49: Amplitude Δv_p des oscillations en vitesse en fonction de la vitesse imposée V pour différents angles de pelage θ . Chaque point correspond à une moyenne sur plusieurs pelages, normalisés par la longueur du ruban. La droite inclinée en pointillés correspond à $\Delta v_p = 2V$. [23]

Enfin, la mesure de la force de pelage F permet de remonter au taux de restitution de l'énergie mécanique G et d'en observer l'évolution en fonction de l'angle de pelage θ . Cette dernière est représentée sur la figure 1.50. Elle est cohérente avec les résultats obtenus lors de précédentes études [82, 86, 99–101], avec une branche croissante à basse vitesse, suivie par une branche décroissante lorsque la vitesse V augmente.



FIGURE 1.50: Taux de restitution de l'énergie mécanique G en fonction de la vitesse imposée V, pour différents angles de pelage [23]

On constate qu'à vitesse V fixée le taux de restitution de l'énergie mécanique G diminue avec l'angle de pelage θ . De plus, le maximum local de G(V) correspondant au maximum de la première branche décroissante est atteint pour des vitesses V plus basses lorsque l'angle θ diminue.

Le déclenchement de l'instabilité de stick-slip, qui correspond à ce maximum local, correspond donc à des vitesses imposées V de plus en plus petites au fur et à mesure que θ diminue, ce qui correspond à l'évolution des dynamiques de pelage observée sur la figure 1.47.

Modèle quasi-statique

Dalbe *et al* [23] ont repris le modèle quasi-statique de Barquins *et al* [86] afin d'expliquer l'évolution de la période du stick-slip à basses vitesses et petits angles de pelage. Dans le cadre d'une géométrie de pelage sur rouleau, le taux d'énergie mécanique peut s'écrire [78] :

$$G = \frac{F}{b} \left(1 - \cos \theta \right) + \frac{F^2}{2 \, b^2 \, e \, E} \tag{1.10}$$

où F est la force de pelage, b la largeur du ruban, e l'épaisseur et E le module de Young du ruban adhésif.

Le premier terme de cette équation correspond au travail de la force nécessaire au pelage d'un ruban inextensible. Le second terme correspond au travail supplémentaire de cette force pour étirer le ruban moins l'énergie élastique conservée dans le ruban. En supposant que le ruban est uniformément déformé, la loi de Hooke dit que :

$$F = \frac{E e b}{L} u. \tag{1.11}$$

où u est l'élongation du ruban et L sa longueur.

Lors d'un pelage stable, le taux d'énergie mécanique G peut être obtenu grâce à l'énergie de fracture Γ selon l'équation :

$$G = \Gamma(v_p) \tag{1.12}$$

En utilisant ces trois équations (1.10, 1.12, 1.11), on obtient après quelques calculs [23] une expression des périodes T_{stick} et T_{slip} :

$$T_{stick} = \frac{1}{\varepsilon_0} \int_{G_D}^{G_A} \frac{\mathrm{d}G}{\sqrt{1 + \frac{2G}{L\varepsilon_0}} \left(V - \Gamma_{\mathrm{lent}}^{-1}(G)\right)}$$
(1.13)

$$T_{slip} = \frac{1}{\varepsilon_0} \int_{G_D}^{G_A} \frac{\mathrm{d}G}{\sqrt{1 + \frac{2G}{L\varepsilon_0}} \left(\Gamma_{\mathrm{rapide}}^{-1}(G) - V\right)}$$
(1.14)

où $\epsilon_0 = E e (1 - \cos \theta)^2 / L$, θ l'angle de pelage, V la vitesse imposée, $\Gamma_{\text{lent}}(v_p)$ est l'énergie de fracture de la première branche croissante et $\Gamma_{\text{rapide}}(v_p)$ est l'énergie de fracture de la seconde branche croissante de G (voir le 1.4).

En considérant que $\Gamma_{\text{lent}}^{-1}(G) \ll V$ sur la première branche croissante, ce qui est cohérent avec les résultats présentés sur la figure 1.50, on obtient :

$$T_{stick} \approx \frac{L}{E e \left(1 - \cos \theta\right)^2} \frac{\Delta \Gamma}{V} \left(1 - \frac{G_m}{E e \left(1 - \cos \theta\right)^2}\right)$$
(1.15)
$$G_D \text{ et } G_m = \left(G_D + G_A\right)/2.$$

où $\Delta \Gamma = G_A - G_D$ et $G_m = (G_D + G_A)/2$

À l'inverse, $\Gamma_{\text{rapide}}(v_p)$ croît rapidement avec la vitesse du point de pelage [86,96, 99] ce qui implique que la gamme de vitesse explorée sur la seconde courbe croissante de G(V) lors de la phase de slip est étroite. Cela permet de faire l'approximation suivante :

$$T_{slip} \approx \frac{L}{E e \left(1 - \cos \theta\right)^2} \frac{\Delta \Gamma}{V_m - V} \left(1 - \frac{G_m}{E e \left(1 - \cos \theta\right)^2}\right)$$
(1.16)

où V_m est la vitesse moyenne du point de pelage lors de la phase de slip.

Pour des vitesses imposées V suffisamment plus petites que V_m , la durée T_{stick} devient négligeable par rapport à la durée T_{slip} .

On obtient finalement :

$$T_{ss}^{(qs)} \approx T_{stick} \approx \frac{L}{E e \left(1 - \cos \theta\right)^2} \frac{\Delta \Gamma}{V} \left(1 - \frac{G_m}{E e \left(1 - \cos \theta\right)^2}\right)$$
(1.17)

Ainsi, $\frac{T_{ss}^{(qs)}}{L} \propto \frac{1}{V}$ dans la gamme de vitesses où les hypothèses du modèle quasistatique sont valides, ce qui correspond au comportement observé sur la figure 1.48.

Modèle inertiel

Ces hypothèses, comme on l'a vu, ne sont plus valides pour de hautes vitesses et de grands angles de pelage. Dalbe *et al* [23] ont alors proposé un nouveau modèle prenant en compte l'inertie du ruban et capable d'expliquer sa dynamique de pelage lorsque les effets dynamiques ne sont plus négligeables.

En considérant que le ruban est uniformément tendu sur toute sa longueur, ce dernier acquiert une vitesse et donc une énergie cinétique lors de son pelage. Ce modèle consiste alors à ajouter la variation d'énergie cinétique au bilan du taux de restitution de l'énergie mécanique G du modèle proposé par Kendall [78], pour obtenir le taux de restitution dynamique de l'énergie mécanique G_d :

$$G_{d} = G - \frac{dE_{c}}{dA} = \frac{F}{b} \left(1 - \cos\theta\right) + \frac{F^{2}}{2 b^{2} e E} - \frac{\mu \left(1 - \cos\theta\right)}{b} \left[2 L \frac{dv_{p}}{dt} + v_{p}^{2}\right] \quad (1.18)$$

où μ est la masse linéique du ruban et v_p la vitesse du point de pelage.

Les oscillations en vitesse du point de pelage apparaissent pour des angles de pelage supérieurs ou égaux à $\theta = 90^{\circ}$, ce qui permet de ne prendre en compte que les grands angles dans ce modèle. En négligeant le second terme de l'équation 1.18 par rapport au premier, et en considérant que $G_d(t) = \Gamma(v_p)$ à chaque instant, on obtient ainsi :

$$m_0 \frac{d^2 l_p}{dt^2} + k \left(l_p - V t \right) = \frac{b}{\left(1 - \cos \theta \right)^2} \left(\Gamma(V) - \Gamma(v_f) \right), \tag{1.19}$$

où $m_0 = \frac{2 \mu L}{(1 - \cos \theta)}, \ k = \frac{E e b}{L}$ la rigidité du ruban pelé, $\Gamma(V) = \frac{E e (1 - \cos \theta) u_0}{L}$ (u_0 étant l'élongation moyenne au cours du pelage) et l_p est la position du point de pelage.

Dans la limite des grands angles de pelage et hautes vitesses, le membre de droite de cette équation peut être négligé, ce qui transforme l'équation 1.19 en une équation d'oscillateur harmonique dont on peut calculer la période.

Finalement, on obtient en faisant quelques hypothèses supplémentaires [23] la période de l'instabilité en régime inertiel :

$$T_{ss}^{(\mathbf{r})} = \frac{2\pi}{\sqrt{1 - \cos\theta}} \frac{L}{c} \tag{1.20}$$

où $c = \sqrt{\frac{E b e}{\mu}}$ est la célérité des ondes longitudinales dans le ruban.

La principale hypothèse de ce modèle, qui est de négliger les variations de l'énergie de fracture par rapport aux contributions de l'énergie cinétique et élastique pour de grands angles et hautes vitesses de pelage, permet donc de calculer la période des oscillations en vitesse du point de pelage expérimentalement présentes sous certaines conditions. L'expression théorique de cette période correspond aux mesures expérimentales.

Synthèse

La figure 1.51 présente les deux modèles proposés par Dalbe *et al* [23] en les comparant aux données expérimentales, montrant un excellent accord avec ces dernières. La séparation entre les régimes quasi-statique et inertiel est positionnée à une vitesse V_c dépendante de l'angle de pelage θ .



FIGURE 1.51: Période T_{ss} normalisée par $T_{ss}^{(r)} = 2\pi L/c\sqrt{1 - \cos(\theta)}$, selon la vitesse imposée V normalisée par la vitesse $V_c(\theta)$, séparant les régimes quasi-statique et inertiel. La droite en trait plein correspond à la prédiction du modèle quasi-statique et la droite horizontale en pointillés à celle du modèle inertiel. [23]

1.6 Instabilité de stick-slip microscopique

Le pelage d'un ruban adhésif présente parfois une instabilité [22,24,100,102–104] dont les échelles spatiales et temporelles sont plus petites que celles de l'instabilité étudiée au 1.5. Pour les différencier, l'instabilité détaillée au 1.5 est qualifiée de macro-stick-slip et cette nouvelle instabilité de micro-stick-slip.

1.6.1 Observations de fractures transverses

Expériences de Thoroddsen et al

En 2010, Thoroddsen *et al* [103] réalisèrent des expériences avec visualisation du front de pelage grâce à une caméra rapide capable d'enregistrer jusqu'à un million d'images par seconde. Le pelage est effectué à la main, et donc à vitesse non contrôlée mais jugée localement constante, sur un substrat plan et à un angle de $\theta \approx 45^{\circ}$ (voir la figure 1.52). La vitesse moyenne mesurée est comprise entre $4 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $14 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. La vitesse mesurée lors de la phase de slip est comprise entre $9 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $27 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Pendant la phase de stick, la vitesse du front de pelage est inférieure à $0.5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$.



FIGURE 1.52: (a) Dispositif expérimental (b) Photographie du front de pelage au cours d'une phase de slip. Les flèches noires indiquent les événements de micro-stick, les flèches blanches de macro-stick. [103]

Des fractures transverses à la direction de pelage et se propageant à environ $300 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ sont observées à travers la plaque transparente lors de la phase de slip (voir la figure 1.52). La distance entre deux fractures est d'environ 200 µm et ne semble pas dépendre de la vitesse de pelage. Les fractures débutent généralement sur l'un des bords de l'adhésif avant de se propager jusqu'à l'autre, mais certaines apparaissent au milieu puis se propagent dans les deux sens.

La périodicité de ces fractures transverses correspond à celles de bouffées acoustiques mesurées lors de certaines études [104–106]. Marston *et al* [104] ont notamment pu combiner mesures acoustiques et visualisation du front de pelage afin de déterminer s'il existe une corrélation entre la fréquence des ondes sonores émises lors du pelage d'un ruban adhésif et les fractures transverses. Ils ont ainsi observé des fractures séparées d'une distance comprise entre 120 et 200 µm pour un spectre d'émissions acoustiques présentant un maximum entre entre 10 et 80 kHz, comme présenté sur la figure 1.53.

Cette instabilité serait aussi présente aux plus hautes vitesses de pelage, en l'absence de macro-stick-slip.



FIGURE 1.53: Signal acoustique, spectre et analyse temps-fréquence d'un pelage effectué à $7,2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ [104]

Le spectre acoustique correspond donc à la périodicité des fractures observées, ce qui suggère que le pelage s'accompagne d'une émission ultrasonore à cause de la présence de micro-stick-slip.

Expériences de Dalbe, De Zotti et al

Une description plus poussée de ces fractures transverses a été réalisée en 2015 par Dalbe *et al* [22] à l'aide du dispositif expérimental présenté sur la figure 1.54. Le ruban adhésif est pelé depuis un substrat plan, avec un angle $\theta \approx 90^{\circ}$, par un moteur fixé à une distance *L* tirant sur le ruban à une vitesse *V*. Le ruban adhésif utilisé est le Scotch[®] 3M 600. Le substrat est constitué du dos de ce même ruban adhésif. Le front de pelage est visualisé à l'aide d'une caméra rapide capable d'enregistrer jusqu'à un million d'images par secondes, soit à travers la plaque transparente maintenant le substrat en place, soit sur le côté. L'angle θ et la longueur L ne sont pas constants au cours de l'expérience mais les variations sont négligeables pour les distances de pelage étudiées (au maximum 2 cm).



FIGURE 1.54: Dispositif expérimental utilisé par Dalbe *et al* [22, 100] ainsi que De Zotti *et al* [102] pour caractériser l'instabilité de micro-stick-slip.

La figure 1.55 présente la position du front de pelage en fonction du temps pour une vitesse de pelage de $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Les fractures transverses présentes lors de la phase de slip se manifestent sous la forme d'un pelage saccadé dont l'amplitude et la période sont nettement inférieures à celles du macro-stick-slip.



FIGURE 1.55: Position du front au cours du temps pour un pelage réalisé à $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, un angle $\theta \approx 90^{\circ}$ et une longueur de ruban L = 80 cm, illustrant la présence d'une micro-instabilité (b) durant les phases de slip du macro stick-slip (a). [100]

Chapitre 1 : État de l'art

L'instabilité de micro-stick-slip est observée dans la gamme de vitesses correspondant à l'instabilité de macro-stick-slip mais aussi à haute vitesse, quand le pelage paraît régulier du point de vue macroscopique [22,102,104]. Un exemple est proposé sur la figure 1.56. L'instabilité de micro-stick-slip semble ensuite disparaître pour des vitesses de pelage élevées, en l'occurrence supérieures à $20 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ [22,102].



FIGURE 1.56: Position du front au cours du temps pour un pelage réalisé à $1.8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, un angle $\theta \approx 90^{\circ}$ et une longueur de ruban L = 50 cm, illustrant une micro-instabilité continue [24]

L'amplitude A_{mss} du micro-stick-slip est généralement comprise entre 100 et 200 µm, et la période T_{mss} entre 10 et 300 µs. La durée d'un micro-slip est négligeable devant celle du micro-stick. Il est donc possible d'assimiler T_{mss} à la période du stick.

De Zotti *et al* [102] ont poursuivi cette étude en utilisant un dispositif très similaire à celui présenté sur la figure 1.54 et en améliorant l'homogénéité des substrats.

En effet, De Zotti a exploité la technique dite de la bicouche pour fabriquer le substrat. Cette technique consiste à découper une double couche de ruban adhésif à partir du rouleau, de la coller sur un support (en l'occurrence une plaque de plexiglas) puis de ne peler que la couche supérieure. Le ruban étudié est alors pelé pour la première fois au cours de l'expérience, ce qui assure une meilleure reproductibilité entre deux pelages par rapport à un ruban ayant déjà été pelé une fois (c'est-à-dire décollé du rouleau puis recollé sur le substrat).

Une chronophotographie du front de pelage présentant une instabilité de micro stick-slip et obtenue avec cette technique de la bicouche est exposée sur la figure 1.57. Le pelage s'y effectue de gauche à droite à la vitesse v_f (vitesse du front de pelage, qui peut être différente de la vitesse imposée par le moteur). Chaque trait vertical correspond à une fracture se propageant dans l'adhésif et engendrant l'instabilité de micro-stick-slip. Une autre chronophotographie du front de pelage, présentée sur la figure 1.58, capture une fracture au cours de sa propagation. Le pelage s'y effectue de haut en bas.



FIGURE 1.57: Chronophotographie du front de pelage présentant une instabilité de micro-stick-slip (vitesse de pelage $V = 1 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$, angle de pelage $\theta = 90^\circ$ et longueur de ruban $L = 50 \,\mathrm{cm}$). L'intervalle de temps entre chaque photographie est de 40 µs. [102]

La vitesse de propagation d'une fracture transverse est comprise entre 650 et $900 \,\mathrm{m\cdot s^{-1}}$ [22].



FIGURE 1.58: Chronophotographie du front de pelage présentant une instabilité de micro-stick-slip (vitesse de pelage $V = 1 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$, angle de pelage $\theta = 90^{\circ}$ et longueur de ruban $L = 50 \,\mathrm{cm}$). La flèche rouge indique l'extrémité de la fracture. L'intervalle de temps entre chaque photographie est de 20 µs [102]

1.6.2 Impact des paramètres expérimentaux

Effet des paramètres de pelage

Plusieurs études [24, 100, 102] se sont intéressées à l'impact de la longueur du ruban, de la vitesse du front, de celle imposée par le moteur, et de l'angle de pelage sur les caractéristiques du micro-stick-slip.



FIGURE 1.59: Amplitude A_{mss} (a) et période T_{mss} (b) du micro stick-slip en fonction de la vitesse du front v_m moyennée sur plusieurs cycles de micro-stick-slip pour un angle de pelage $\theta = 90^\circ$ et une longueur de ruban L = 1 m [100]

Les amplitudes et périodes du micro-stick-slip ont ainsi été mesurées sur une large gamme de vitesses. Il ne semble pas exister d'évolution caractéristique de l'une ou de l'autre selon la vitesse imposée par le moteur [100, 102]. Dalbe *et al* [100] ont alors suggéré une dépendance avec la vitesse du front de pelage, qui peut être différente de la vitesse imposée en raison de la présence de l'instabilité.



FIGURE 1.60: Amplitude A_{mss} du micro stick-slip en fonction de la période T_{mss} selon l'angle de pelage, pour une longueur de ruban L = 50 cm [24]

On constate sur la figure 1.59 que l'amplitude $A_{mss} = 120 \pm 14$ µm est presque indépendante de la vitesse du front (avec une légère décroissance qui est davantage marquée pour les résultats de De Zotti *et al* [102]) et que la période T_{mss} évolue en $1/v_m$. On observe sur la figure 1.60 une croissance de l'amplitude avec avec la période selon une loi de puissance proche de $A_{mss} \propto T_{mss}^{1/3}$. Il ne semble pas exister de dépendance à l'angle de pelage ou à la longueur du ruban, sauf peut-être pour les plus petits angles où on remarque une légère augmentation de l'amplitude.

Effet de la rigidité du ruban

De Zotti *et al* [24] ont étudié l'impact de la rigidité en flexion du ruban sur les caractéristiques du micro-stick-slip. Le principe consiste à superposer plusieurs dos de ruban (la couche adhésive ayant été préalablement retirée) à l'aide d'une colle rigide. Les résultats sont présentés sur la figure 1.61. On observe une augmentation de l'amplitude avec le nombre de dos, ainsi qu'avec la période. Cette croissance selon la période semble suivre, là encore, une loi de puissance proche de $A_{mss} \propto T_{mss}^{1/3}$.



FIGURE 1.61: Amplitude du micro-stick-slip A_{mss} en fonction de la période T_{mss} selon le nombre de dos (ou *backings*) collés [24]

1.6.3 Modélisation théorique

Dalbe *et al* [100] ont proposé une première interprétation de l'instabilité de microstick-slip à partir de la visualisation du profil du ruban adhésif au cours d'un pelage. La superposition des profils observés est présentée en figure 1.62.

Il est ainsi possible de suivre l'évolution de la courbure du ruban adhésif au cours d'un cycle de stick-slip et d'étudier le comportement de l'instabilité microscopique.

Lors de la phase de stick, le ruban adhésif n'avance pas mais sa courbure augmente petit à petit. Au cours de la phase de slip, le ruban avance et l'énergie de flexion élastique emmagasinée est relâchée. Ce phénomène correspond à un saut du front de pelage et à la propagation d'une fracture transverse.



FIGURE 1.62: À gauche : profil du ruban adhésif au cours d'un cycle de macrostick-slip (vitesse de pelage $7,2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, angle de pelage $\theta = 90^{\circ}$, longueur de ruban L = 1 m). L'intervalle de temps entre deux profils est de 6,7 µs. À droite : Variations de la force de pelage correspondant aux variations de la courbure du ruban [100]

Il est possible d'estimer la force de pelage à partir du profil du ruban en utilisant la théorie *Elastica* [107]. On peut déduire l'énergie de courbure E_c emmagasinée dans le ruban à partir de la force [108] selon la formule :

$$E_c = 4\sqrt{E I F} \sin^2\left(\frac{\theta}{4}\right). \tag{1.21}$$

où E est le module de Young du système, I son moment quadratique et θ l'angle de pelage.

On suppose ensuite que le relâchement de l'énergie de courbure ΔE_c est associé à la propagation d'une fracture de largeur A_{mss} . On en déduit que :

$$\Gamma_{\rm mss} = \frac{\Delta E_c}{b \, A_{\rm mss}} \tag{1.22}$$

où $\Gamma_{\rm mss}$ et l'énergie de fracture lors du micro-stick-slip.

Entre deux cycles de micro-stick-slip successifs $\Gamma_{\rm mss} = 13.5 \pm 1.3 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$. L'énergie de fracture est alors proche du minimum local de la seconde branche croissante de $\Gamma(V)$, c'est-à-dire de son second point d'inflexion C (voir la figure 1.38). Cette approche semble donc correcte. Ce modèle ne peut toutefois pas prédire l'amplitude du micro-stick-slip.

De Zotti *et al* [24, 102] ont alors proposé une modélisation théorique de l'instabilité de micro-stick-slip. On considère le système constitué du ruban courbé de longueur L_c à proximité du front de pelage et de la portion collée de longueur A_{mss} (voir la figure 1.63). On suppose que ce système est invariant selon la direction z, que la fracture à l'interface adhésif-substrat se produit lorsque l'adhésif atteint une déformation critique, correspondant à la longueur d, et que la courbure de cette portion est uniforme. On effectue ensuite un bilan d'énergie local lors d'un cycle de micro-stick-slip. Cela permet de montrer l'existence d'un transfert d'énergie de flexion en excès d'énergie cinétique et de remonter à l'amplitude A_{mss} en fonction de la période T_{mss} des micro-stick-slips :

$$A_{mss} = \left[\frac{2 E I}{\mu \left(1 - \cos(\theta_p)\right)}\right]^{1/6} d^{1/3} T_{mss}^{1/3}.$$
 (1.23)

où μ est la masse linéique moyenne et E le module de Young du ruban adhésif, $I = b e^3/12$ est le moment quadratique du dos d'épaisseur e et de largeur b, θ_p l'angle de pelage et V_{mss} la vitesse du front de pelage. On note ici une très faible dépendance avec θ_p , compatible avec les expériences.



FIGURE 1.63: Description schématique de l'avancée du front de détachement au cours d'un micro-stick-slip [102]

Les évolutions de A_{mss} et T_{mss} selon la vitesse du front de pelage sont différentes des amplitudes et périodes de la macro-instabilité (décroissance en $1/V_p$ pour le modèle quasi-statique ou indépendance avec la vitesse pour le modèle inertiel).

Ce modèle est cohérent avec les résultats expérimentaux du 1.6.2. En particulier, un ruban adhésif rigide accumulera davantage d'énergie de courbure qu'un ruban souple, ce qui se traduit par des amplitudes de micro-stick-slip supérieures (voir la figure 1.61). On retrouve aussi la loi de puissance en $A_{mss} \propto T_{mss}^{1/3}$.

Un ajustement doit toutefois être effectué avec $d \approx 5 \,\mu\text{m}$. L'élongation critique est donc inférieure à l'épaisseur de l'adhésif, qui est d'environ 15 μ m. Ce résultat est compatible avec une rupture de l'adhésif sans fibrillation et avec l'impossibilité d'observer cette déflexion puisque la résolution de la caméra est de 10 μ m.

Dans l'optique d'agir sur les caractéristiques du micro-stick-slip sans altérer le ruban adhésif (notamment en modifiant sa rigidité en fléxion), il paraît judicieux de s'intéresser directement à des modifications du substrat. L'amplitude des microstick-slips étant généralement comprise entre 100 et 200 µm, il est probable que les modifications du substrat pertinentes soient aussi d'ordre microscopique.

1.7 Adhésion et substrat texturé

Plusieurs études se sont déjà intéressées à l'impact d'une texture sur l'adhésion entre deux surfaces. Nous en proposons ici un récapitulatif non exhaustif.

1.7.1 Adhésion entre un élastomère mou texturé et un solide lisse

La capacité des geckos à s'accrocher à la plupart des surfaces grâce à un mécanisme d'adhésion réversible sur leurs pattes a inspiré la fabrication de micro-textures adhésives souples dès les années 2000 [109–113]. L'adhérence de ces strucures biologiques est si forte qu'un seul doigt peut supporter le poids de l'animal entier. Les pattes de gecko sont constituées de micro-structures appelées setae qui peuvent être assimiliées à des pilliers cylindriques souples, comme illustré par la figure 1.64. Le modèle JKR (Johnson-Kendall-Roberts) [65] explique que multiplier le nombre de petits contacts entre deux surfaces permet d'augmenter la force d'adhésion par rapport à un contact unique de plus grande taille. Autumn *et al* [111] ont affirmé que les forces de Van der Waals sont le principal mécanisme d'adhésion impliqué dans ce phénomène, et Jagota *et al* [112] que la perte d'énergie élastique stockée dans les setae lors de la séparation avec le solide permet d'obtenir une énergie d'adhésion bien supérieure à la seule énergie interfaciale.



FIGURE 1.64: Hiérarchie des structures adhésives d'une patte de *Gekko gecko*. Un doigt de gecko contient des centaines de milliers de setae (ST) et chaque seta des centaines de spatulae (SP) réparties sur différentes branches (BR) [113].

Si la réversibilité de l'adhésion des geckos sur une surface provient probablement de la souplesse des micro-structures sur leurs pattes, il est aussi possible d'utiliser des variations de température pour modifier la géométrie des textures [114].

En jouant sur les dimensions du motif utilisé, Crosby *et al* [115] ont montré qu'il était possible d'augmenter l'adhésion d'une surface micro-texturée (selon un motif de plots cylindriques, voir la figure 1.65) jusqu'à 400% par rapport à la même surface lisse. Le paramètre critique contrôlant cette adhésion n'est pas la surface de contact mais sa géométrie [116].



FIGURE 1.65: À gauche : schéma de la surface micro-texturée en PDMS et de la sonde servant à faire les tests d'adhésion. Au centre : image de la surface de contact entre la micro-texture et la sonde (les zones sombres correspondent aux contacts établis). À droite : norme de la force de séparation en fonction du rayon des plots (à densité de plots fixée) [115].

Le confinement de l'adhésif à cause de la micro-texture peut provoquer une instabilité élastique et être à l'origine de phénomènes de cavitation et de digitation [117,118].



FIGURE 1.66: Propagations de fractures dans différentes textures. Les barres blanches correspondent à une échelle de 2 mm [117].

Chen *et al* [119], qui ont effectué des pelages sur verre d'un film de PDMS micro-texturé à différentes vitesses, ont mis en évidence que l'énergie d'adhésion d'une surface texturée augmente avec le taux de déformation.

Selon certaines études, des surfaces texturées faites avec un élastomère peuvent modifier la résistance au cisaillement lors d'expériences de friction sur un substrat rigide [120,121]. Degrandi *et al* [121,122] ont ainsi effectué de pareils tests de friction entre un élastomère mou (PDMS) lisse et un texturé avec des plots cylindriques, en contrôlant le degré de contact par application d'une force normale sur le système, et ont montré que la résistance au cisaillement dépendait alors de la quantité de contacts entre les deux surfaces (voir la figure 1.67).



FIGURE 1.67: Observation de la zone de contact selon la force appliquée sur le système, correspondant à une force légère. (a) contact au sommet des plots, (b) contact mixte entre écrasement des plots et contact à la surface, correspondant à une force importante [121].

Les geckos et leur mécanisme d'adhésion par texturation ont ainsi inspiré le développement de plusieurs surfaces adhésives artificielles [123]. En 2017, des mécanismes d'adhésion sèche pouvant équiper des robots devant évoluer dans vide spatial ont ainsi été créés [124], comme illustré sur la figure 1.68. Ces robots sont capables d'attraper et de relâcher des objets grâce à l'effet gecko.



FIGURE 1.68: B : test effectué en gravité zéro sur la capacité du dispositif (bloc noir) à capturer et de libérer des objets. E : robot "lémur" avec quatre dispositifs d'adhésion s'accrochant à un panneau solaire [124].

1.7.2 Adhésion entre un élastomère viscoélastique mou et un solide micro-texturé

Lamblet *et al* [94] se sont intéressés à l'adhésion entre un ruban adhésif (PSA) et un substrat fait à partir d'un élastomère mou (en l'occurrence du PDMS). Là encore, la texture est constituée de plots cylindriques dont la hauteur h et le rayon r peuvent être contrôlés grâce à des techniques de lithographie. Un exemple de ce type de surface est présenté sur la figure 1.69.



FIGURE 1.69: À gauche : image AFM d'une surface texturée de PDMS (plots cylindriques d'un diamètre de 2 µm, d'une hauteur de 0,3 µm et espacés selon une période de 4 µm. À droite : Force de pelage en fonction du déplacement du front de pelage sur un substrat de PDMS texturé pour une vitesse de 6 µm·s⁻¹ [94].

La présence de la micro-texture a pour effet d'augmenter la force d'adhésion, comme illustré sur la figure 1.69. Cette influence dépend non seulement des dimensions de la texture mais aussi de la flexibilité des plots. La force d'adhésion est ainsi plus importante sur les substrats texturés souples que sur les substrats texturés rigides pour des rapports h/r < 3, car la déformation des plots mous ajoute une énergie élastique au système. Pour des rapports h/r > 3, seuls les substrats texturés rigides augmentent la force d'adhésion, car les plots mous sont alors déformés au point de se toucher les uns les autres et de rester collés entre eux lors du pelage, gardant ainsi leur énergie élastique.

De plus, en observant le front de détachement du ruban adhésif au cours d'un pelage (voir la figure 1.70), on constate d'une part que la texture est déformée au niveau du front (les plots sont courbés et/ou écrasés) et d'autre part que la présence de la texture provoque l'apparition précoce d'une instabilité de digitation. En effet, en comparant la dynamique de pelage sur des surfaces lisses et sur des surfaces texturées pour différentes vitesses de pelage, on s'aperçoit que le seuil en vitesse d'apparition de cette instabilité est bien plus faible pour une surface texturée que pour une surface de même nature mais lisse. La longueur d'onde de l'instabilité paraît aussi plus grande et sa forme plus régulière sur la surface texturée que sur la surface lisse.


FIGURE 1.70: À droite : photographie du front de pelage (son avancée s'effectue de bas en haut) pour une vitesse de $6 \,\mu m \cdot s^{-1}$ sur une surface de PDMS texturé avec des plots de 0,8 µm. L'avancée du front s'accompagne d'une déformation des plots (zone floue). À gauche : photographies du front de pelage (l'avancée étant de bas en haut) pour trois vitesses de pelage différentes, soit sur une surface lisse (gauche) soit texturée (droite) avec des plots de 1,8 µm [94].

Poulard *et al* [125] ont poursuivi cette étude en utilisant le dispositif expérimental présenté sur la figure 1.71 et ont proposé un modèle cohérent avec les résultats expérimentaux. Ils ont ainsi montré que cette augmentation de la force d'adhésion en présence d'une texture ne provenait pas uniquement de l'augmentation de la surface de contact mais bien de la déformation élastique des plots, comme montré sur la figure 1.72.



FIGURE 1.71: Dispositif expérimental utilisé par Poulard *et al* [125] pour effectuer des tests de pelage sur des substrats de PDMS texturé (avec des plots cylindriques de tailles différentes).



FIGURE 1.72: Évolution de l'énergie de pelage normalisée en fonction de l'augmentation normalisée de la surface pour différentes dimensions de plots (ce qui correspond à la densité de plots). Les lignes en pointillés correspondent à l'augmentation de l'énergie de pelage uniquement due à l'augmentation de la surface de contact [125].

Il existe alors deux régimes qui dépendent non seulement du rapport h/r comme exposé par Lamblet *et al* [94] mais aussi de la densité des plots. Lorsque les plots se comportent de façon indépendante les uns des autres, trois types de déformations élastiques contribuent à l'énergie de pelage : l'énergie de courbure, l'énergie d'élongation de chaque plot, et l'énergie de déformation de la base du substrat. Lorsque les plots sont proches les uns des autres, un couplage des champs de déformation du substrat mène à une saturation de l'énergie de pelage, comme illustré sur la figure 1.72.



FIGURE 1.73: Détachement d'un adhésif à partir d'une surface plissée (les lignes les plus fines correspondent à des creux) selon deux orientations différentes par rapport à la direction des plis. [126]

Des géométries différentes de celles des plots cylindriques ont aussi été étudiées, notamment celles correspondant à des substrats plissés [126, 127], tels que celui illustré sur la figure 1.73 avec des résultats similaires à ceux où la présence d'une texture augmente la force d'adhésion. Pour des subtrats très rugueux ou des adhésifs viscoélastiques plus rigides, cette augmentation est toutefois absente ou faible.

Il existe donc plusieurs études montrant que la présence d'une texture peut provoquer une augmentation de la force d'adhésion entre le substrat et le ruban adhésif. Cependant, il pourrait être aussi possible de diminuer l'adhésion grâce à une texturation en extrapolant sur des travaux d'écoulement de fluide visqueux sur une surface rugueuse [128–131]. En effet, comme vu dans la partie 1.2.3, il est possible de fabriquer des substrats super-hydrophobes grâce à une micro-texturation, ce qui implique une très faible résistance au glissement de gouttes de liquide sur leur surface et donc d'une faible adhésion du fluide visqueux. Par analogie, certaines surfaces micro-texturées pourraient montrer un comportement anti-adhésif en réduisant la surface de contact entre l'adhésif et le substrat et en favorisant le glissement à l'interface.

1.8 Objectifs de la thèse

La littérature scientifique actuelle indique ainsi la possibilité de contrôler l'adhésion d'un ruban adhésif sur un substrat non plus en modifiant les propriétés physicochimiques de l'adhésif ou du substrat mais grâce à une micro-texturation de ce dernier. Cette modification de l'adhésion peut s'effectuer à la hausse ou à la baisse selon les caractéristiques du substrat (souplesse, dimensions du motif utilisé pour la texture...). En plus d'affecter les niveaux de force lors du pelage du ruban, nous envisageons que la texture puisse avoir un impact sur le déclenchement et les caractéristiques de l'instabilité de stick-slip. En effet, il pourrait exister des conditions sous lequelles la contribution du substrat à l'adhésion, qui augmente avec la vitesse de pelage, pourrait compenser la décroissance de l'énergie d'adhésion responsable de l'instabilité. Cela permettrait d'éviter ou de retarder son déclenchement, ce qui est souhaitable dans de nombreuses situations dont les pelages industriels où l'endommagement du substrat et de l'adhésif lors d'un pelage saccadé peuvent poser des problèmes à long terme. Plus généralement, être capable de contrôler l'adhésion avec une texturation serait avantageux pour les processus demandant des niveaux d'adhésion différents sur les deux côtés d'un matériau ou pour les diverses étapes de fabrication ou d'usage.

L'objectif de cette thèse est donc de déterminer l'effet d'une micro-texture et de la rigidité du subtrat sur les dynamiques de pelage et les niveaux d'adhésion. Le motif choisi a pour but d'impacter l'instabilité de micro-stick-slip, élement essentiel constitutif de l'instabilité de stick-slip, en créant une perturbation à l'aide de la texture. Pour cela, nous avons sélectionné des rainures transverses à la direction de pelage (car les fractures du micro-stick-slip sont elles aussi transverses) et de taille microscopique (car il s'agit de l'ordre de grandeur de l'amplitude des micro-slips).

La transition entre le pelage régulier et l'instabilité de stick-slip, qui reste encore mal comprise, est l'objet du Chapitre 2. Cette étude a été réalisée conjointement avec Vincent de Zotti [102] et a porté exclusivement sur le pelage d'un ruban adhésif sur un substrat lisse dont l'adhésion est bien contrôlée, ce qui a permis de mettre en évidence une nouvelle dynamique de pelage. Cette étude a aussi permis de caractériser précisémment les dynamiques sur substrat lisse pour mieux évaluer l'impact de la texture sur ces dernières.

Afin d'étudier l'impact d'une micro-texturation sur les niveaux d'adhésion et l'instabilité de stick-slip, nous avons fabriqué nos propres substrats. Pour cela, nous avons utilisé deux techniques différentes : le micro-usinage et la lithographie optique. Nous avons choisi de nous concentrer sur un motif de rayures périodiques peu profondes dont les dimensions sont calibrées en fonction de celles du ruban adhésif utilisé, le Scotch[®] 3M 600, et de l'amplitude des micro-stick-slips. Les substrats ont pu être fabriqués avec plusieurs niveaux de rigidité. Les caractéristiques et la qualité de ces substrats ont ensuite été contrôlées par différentes techniques. L'ensemble de ces processus de fabrication et de caractérisation est présenté dans le Chapitre 3. Ces substrats furent utilisés au cours de nombreuses expériences de pelage à vitesse contrôlée et sur une large gamme de vitesse (cinq décades pour les expériences les plus complètes). Les résultats correspondants sont décrits dans le Chapitre 4.

Enfin, le Chapitre 5 présente des résultats préliminaires obtenus en partenariat avec le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS) et visant à obtenir une meilleure résolution de la force au cours d'un pelage, permettant d'en suivre les variations au cours de l'instabilité de stick-slip et à terme de suivre avec plus de détails l'impact d'un substrat texturé sur le pelage d'un ruban adhésif.

Chapitre 2

Dynamiques instables de détachement du front

What I really want is a creative person. You can always hire a Ph.D to take care of the details. Richard Gurley Drew

Sommaire

| 2.1 | Dispositif expérimental | | |
|------------|--|----|--|
| 2.2 | Dynamiques de pelages | 80 | |
| | 2.2.1 Le pelage régulier | 80 | |
| | 2.2.2 Le pelage oscillant \ldots | 80 | |
| | 2.2.3 Le pelage saccadé ou stick-slip | 82 | |
| | 2.2.4 Le micro stick-slip régulier ou continu | 84 | |
| 2.3 | ${ m \acute{E}volution}$ selon l'angle de pelage $\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots$ | 85 | |
| 2.4 | Taux de restitution de l'énergie mécanique | 85 | |
| 2.5 | Caractérisation de l'instabilité macroscopique | 87 | |
| 2.6 | Modélisation | 88 | |
| | 2.6.1 Modèle théorique \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots | 88 | |
| | 2.6.2 Comparaison avec les données expérimentales | 90 | |
| 2.7 | Conclusion | 92 | |

Le pelage régulier et l'instabilité de stick-slip ont déjà été amplement étudiés, comme détaillé au Chapitre 1, mais la transition entre ces deux dynamiques reste encore mal comprise. L'étude présentée dans ce chapitre s'est concentrée sur cette transition afin d'améliorer la compréhension de ce mécanisme. Elle a été réalisée conjointement avec Vincent de Zotti [102] et a porté sur le pelage d'un ruban adhésif sur un substrat lisse dont l'adhésion est bien contrôlée, ce qui a permis de mettre en évidence une nouvelle dynamique de pelage.

2.1 Dispositif expérimental

La figure 2.1 présente le dispositif expérimental utilisé pour caractériser les dynamiques de pelages d'un ruban adhésif, à haute résolution spatiale (quelques µm) et temporelle (quelques µs). Le ruban adhésif est pelé à partir d'un substrat plat et transparent (un dos de ruban adhésif collé sur plaque de plexiglas) au travers duquel il est possible de visualiser le front de détachement, qui correspond à l'interface séparant le ruban adhésif non pelé du ruban adhésif déjà pelé. Un exemple typique des images obtenues avec ce dispositif est également proposé sur la figure 2.1. La zone noire correspond à un endroit où le ruban adhésif a déjà été décollé, et la zone claire à un endroit où le ruban adhésif est encore collé. La ligne de démarcation entre ces deux zones correspond au front de détachement.



FIGURE 2.1: Schéma du dispositif expérimental. Le ruban adhésif Scotch[®] 3M 600 est pelé depuis une plaque de plexiglas transparente en tirant sur l'une de ses extrémités à une vitesse imposée constante V, avec un angle de pelage θ et une longueur de ruban L. Une caméra rapide à haute résolution capture le front de détachement au travers la plaque de plexiglas. Le substrat utilisé est le dos de ce même ruban adhésif collé sur la plaque de plexiglas.

Le ruban adhésif est pelé à une vitesse constante V, imposée par un moteur situé à une distance L du substrat. Il est aussi possible de contrôler l'angle de pelage θ en ajustant la position du moteur par rapport à celle du substrat. Les variations de L et de θ au cours d'un même pelage sont négligeables (de l'ordre de 4% et 5% respectivement) et ces deux paramètres sont donc considérés constants.

Le substrat est préparé selon la technique de la bicouche, qui consiste à découper au scalpel deux couches de ruban adhésif directement à partir du rouleau puis à coller la couche inférieure sur le support (la plaque de plexiglas) et à peler la couche supérieure. Cela permet d'éviter un premier pelage du ruban adhésif (le décollement du morceau de ruban à partir du rouleau), et donc d'éventuels dégâts sur la couche d'adhésif, avant l'expérience.

2.2 Dynamiques de pelages

Nous allons désormais détailler les différentes dynamiques de pelage qui ont pu être observées avec le dispositif expérimental présenté à la partie 2.1. Aux vitesses accessibles avec ce dispositif, nous avons mis en évidence quatre régimes de pelage : le pelage régulier, le pelage oscillant, le pelage saccadé ou stick-slip et le micro stick-slip régulier. La gamme de vitesses où chaque dynamique est présente varie en fonction de l'angle de pelage θ , comme cela sera détaillé dans la partie 2.3.

Nous allons ici présenter des exemples de ces dynamiques de pelage pour un angle $\theta = 90^{\circ}$ et une longueur de pelage L = 50 cm. Il s'agit des conditions expérimentales correspondant aux pelages sur substrats texturés présentés dans le Chapitre 4. La seule exception étant le pelage oscillant (expériences réalisées à 120°) car il est peu visible à $\theta = 90^{\circ}$ en raison de son observation sur une gamme de vitesses très réduite pour cet angle de pelage.

2.2.1 Le pelage régulier

Lorsque la vitesse de pelage est suffisamment faible, soit $V < 0.18 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ (pour $\theta = 90^{\circ}$, L= 50 cm), le front de pelage avance à une vitesse régulière, linéaire par rapport au temps, comme montré sur la figure 2.2. La vitesse de pelage est, quant à elle, constante au cours du temps et correspond à celle imposée par le moteur.



FIGURE 2.2: Figure de gauche : position du front de pelage en fonction du temps au cours d'un pelage régulier. Figure de droite : vitesse du front au cours du temps. En pointillés, la vitesse du front moyenne qui correspond à la vitesse imposée par le moteur. Données obtenues pour $V = 0.11 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$, $L = 50 \,\mathrm{cm}$, $\theta = 90^\circ$, avec le dos du ruban adhésif pour substrat.

2.2.2 Le pelage oscillant

Lorsque la vitesse imposée par le moteur augmente (c'est-à-dire $0.18 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1} \leq V_p \leq 0.19 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1} \text{ si } \theta = 90^\circ, \text{ L} = 50 \text{ cm}; \text{ et } 0.29 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1} \leq V_p \leq 0.5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1} \text{ si } \theta = 120^\circ, \text{ L} = 120^\circ, \text{$

50 cm) on constate l'apparition d'oscillations en vitesse du front : ce dernier n'avance plus de façon linéaire. Il accélère puis ralentit, sans jamais s'arrêter totalement. De même, comme le montre la figure 2.3, la vitesse du front au cours du temps oscille autour de la vitesse de pelage en formant une quasi-sinusoïde.



FIGURE 2.3: Figure de gauche : position du front de pelage en fonction du temps au cours d'un pelage oscillant. Figure de droite : vitesse du front au cours du temps. En pointillés, la vitesse du front moyenne qui correspond à la vitesse imposée par le moteur. Données obtenues pour $V = 0.37 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$, $L = 50 \,\mathrm{cm}$, $\theta = 120^\circ$, avec le dos du ruban adhésif pour substrat.

On constate sur la figure 2.4 que la période T_{osc} de cette nouvelle instabilité semble indépendante de la vitesse de pelage. En revanche, son amplitude croît avec la vitesse de pelage jusqu'au déclenchement de l'instabilité de stick-slip.



FIGURE 2.4: Évolution en fonction du temps de la vitesse de détachement du front de pelage pour trois vitesses de pelages distinctes : $V = 0.3 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, $V = 0.37 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $V = 0.43 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, à un angle de pelage de $\theta = 120^{\circ}$.

2.2.3 Le pelage saccadé ou stick-slip

Lorsque la vitesse imposée par le moteur augmente encore $(0,19 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \leq V \leq 1,7 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour $\theta = 90^{\circ}$ et L = 50 cm), l'avancée du front de pelage suit une dynamique de macro stick-slip constituée de deux phases. Durant la phase de stick, le front de pelage n'avance que très peu et la vitesse de pelage est proche de zéro. Au contraire, durant la phase de slip le front de pelage atteint une vitesse supérieure à celle imposée par le moteur. Ces deux phases étant en alternance, la vitesse de pelage moyenne est conservée. Un exemple de ce type de dynamique pour $\theta = 90^{\circ}$ et L = 50 cm est présenté sur la figure 2.5. Ainsi on y observe une suite de plateaux et d'avancées rapides du front de pelage auxquels sont associés une vitesse alternativement proche de zéro et très élevée (entre 2,0 et 2,7 m \cdot s^{-1}).



FIGURE 2.5: Figure de gauche : position du front de pelage en fonction du temps au cours d'un pelage avec instabilité de stick-slip. Figure de droite : vitesse du front au cours du temps. En pointillés, la vitesse du front moyenne qui correspond à la vitesse imposée par le moteur. Expérience à $V = 0.7 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$, $L = 50 \,\mathrm{cm}$, $\theta = 90^{\circ}$, avec le dos du ruban adhésif pour substrat.

De plus, on observe au cours de la phase de slip une deuxième instabilité saccadée, à des échelles temporelles et spaciales réduites (de l'ordre de la dizaine de µs et de la centaine de µm). Cette micro-instabilité, appelée micro-stick-slip, a déjà été détaillée au Chapitre 1. Elle correspond à la propagation périodique de fractures au niveau de l'interface adhésif-substrat dans la direction transverse à celle du pelage, accompagnée d'un relâchement de l'énergie de flexion du ruban.

Lorsque la vitesse de pelage augmente, l'amplitude de l'instabilité de stick-slip augmente aussi, comme présenté sur la figure 2.6. La période commence par diminuer à cause de la réduction de la durée de la phase de stick (régime quasi-statique [21, 100]) puis devient globalement constante (régime inertiel [100]). Cette évolution est valide quel que soit l'angle de pelage.



FIGURE 2.6: Figure de gauche : position du front de pelage en fonction du temps au cours de quatre pelages présentant du stick-slip à un angle $\theta = 90^{\circ}$, à quatre vitesses différentes. Figure de droite : position du front de pelage en fonction du temps au cours de trois pelages présentant du stick-slip (l'instabilité de micro-stick-slip n'est pas visible sur ces courbes, mais elle l'est sur les images, comme présenté sur la figure 2.7) à un angle $\theta = 120^{\circ}$, à trois vitesses différentes.



FIGURE 2.7: À droite : photographie prise lors du pelage d'un ruban adhésif à un angle de pelage $\theta = 120^{\circ}$ et à $1.4 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Comme l'explique le schéma associé, cette photographie montre du côté gauche du front de pelage le substrat nu, et du côté droit le ruban adhésif pelé et les marques laissées sur ce dernier lors de l'expérience. Cette visualisation a pour origine un angle de pelage supérieur à 90° qui provoque un repliement du ruban adhésif pendant le pelage, représenté sur le schéma à gauche.

Lorsque la vitesse de pelage augmente encore, tout en restant dans la gamme de vitesses correspondant à la présence de l'instabilité de stick-slip $(0.5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \leq V \leq 1.4 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour $\theta = 120^{\circ}$ et L = 50 cm, qui correspond à l'exemple présenté sur la figure 2.8), on observe que la forme de la courbe de la vitesse de détachement du front en fonction du temps se modifie. Elle évolue depuis une série de pics caractéristiques de l'alternance entre les phases de stick et les phases de slip vers des oscillations quasi-sinusoïdales.



FIGURE 2.8: Figure de gauche : position du front de pelage en fonction du temps au cours d'un pelage régulier. Figure de droite : vitesse du front au cours du temps. En pointillés, la vitesse du front moyenne qui correspond à la vitesse imposée par le moteur. Données obtenues pour $V = 1,2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, L = 50 cm, $\theta = 120^{\circ}$.

2.2.4 Le micro stick-slip régulier ou continu

À très hautes vitesses de pelage $(V > 1,5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \text{ pour } \theta = 90^{\circ} \text{ et } L = 50 \text{ cm})$, l'instabilité de stick-slip disparaît. À l'échelle macroscopique, le pelage paraît stable et la vitesse du front est constante. Cependant, l'instabilité de micro stick-slip est toujours là. Ce phénomène peut être observé sur la figure 2.9. Pour des vitesses plus élevées encore, avoisinant les $20 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, le micro stick-slip disparaît et le pelage redevient régulier. Ces vitesses ne sont toutefois pas atteignables avec notre dispositif expérimental.



FIGURE 2.9: Figure de gauche : position du front de pelage en fonction du temps au cours d'un pelage régulier. Figure de droite : vitesse du front au cours du temps. En pointillés, la vitesse du front moyenne qui correspond à la vitesse imposée par le moteur. Données obtenues pour $V = 1.9 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$, $L = 50 \,\mathrm{cm}$, $\theta = 90^\circ$, avec le dos du ruban adhésif pour substrat.

2.3 Évolution selon l'angle de pelage

Comme mentionné précedemment dans le Chapitre 1, les gammes d'existence des dynamiques de pelage dépendent de l'angle de pelage θ . La figure 2.10 présente un diagramme de ces dynamiques en fonction de l'angle et de la vitesse de pelage. On observe que la succession des dynamiques de pelage est semblable pour tous les angles, mais que la gamme de vitesses où chaque dynamique est visible est différente. La gamme d'existence du stick-slip est notamment bien plus réduite pour les grands angles que pour les petits, alors que la gamme d'existence des oscillations s'accroît avec l'angle de pelage.



FIGURE 2.10: Diagramme des différentes dynamiques de pelage selon la vitesse de pelage et l'angle de pelage θ .

À petit angle de pelage ($\theta < 90^{\circ}$), la contrainte élastique imposée au ruban adhésif lors de la phase de stick est en effet plus élevée qu'à grand angle de pelage ($\theta > 90^{\circ}$). Lors de la phase de slip, l'énergie élastique d'allongement du ruban provoque alors une accélération plus importante du front de pelage. L'instabilité de micro-stick-slip se déclenche lorsque la vitesse du front de détachement dépasse un seuil d'environ 1,0 m·s⁻¹, et l'instabilité de macro-stick-slip apparaît avec elle. Lorsque ce seuil n'est pas atteint, on observera plutôt un pelage oscillant. Cette dynamique est donc davantage visible pour les grands angles de pelage.

2.4 Taux de restitution de l'énergie mécanique

En ajoutant un capteur de force sur la plaque de plexiglas sur laquelle est collé le substrat, il est possible de mesurer la force de pelage moyenne F pendant une expérience. Cette force de pelage correspond à la force imposée par le ruban adhésif sur le substrat durant le pelage, moyennée sur l'intégralité du pelage et pour des vitesses de pelages inférieures ou égales à $2,0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. En effet, ce capteur n'a pas une résolution temporelle assez élevée pour mesurer les variations rapides de cette force, surtout pendant un pelage présentant une instabilité de stick-slip ou pour un pelage très court (correspondant à des vitesses de pelage élevées).

Comme vu dans le Chapitre 1, il est possible de remonter au taux de restitution d'énergie mécanique à partir de la force de pelage, à condition de prendre en compte l'angle de pelage θ selon la formule : $G = (1 - \cos \theta) F/b$. Utiliser G plutôt que F permet de comparer nos résultats à ceux de précédentes études [21,23]. Un exemple correspondant à des pelages effectués à $\theta = 120^{\circ}$ est présenté sur la figure 2.11.



FIGURE 2.11: Taux de restitution de l'énergie mécanique G selon la vitesse de pelage pour des expériences réalisées à $\theta = 120^{\circ}$. Chaque symbole correspond à une dynamique différente. L'apparition des instabilités macroscopique et microscopique s'accompagne d'une décroissance de G.

Pour $V < 0.07 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$, G augmente progressivement avec la vitesse de pelage. Cette branche correspond à un pelage régulier, ce qui est cohérent avec le résultat de précédentes études [21,23]. Dans ce régime de pelage, le taux de restitution d'énergie mécanique G correspond à l'énergie de fracture Γ du système adhésif-substrat.

G passe ensuite par un maximum vers $V_C = 0.07 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ avant de décroître avec la vitesse de pelage. Cette décroissance correspond à la présence de dynamiques de détachement du front de pelage instables [21], comme les oscillations ou le stickslip. Ici, le pelage oscillant apparaît vers $V = 0.27 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, ce qui est supérieur à V_C . Nous pensons toutefois que cette dynamique existe déjà pour des vitesses de pelage inférieures à $V = 0.27 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ (et supérieures à V_C), mais que l'amplitude des oscillations y est trop faible pour qu'elles soient détectées par notre système. En effet, comme vu sur la figure 2.4, l'amplitude des oscillations en vitesse du front augmente avec la vitesse de pelage. À partir de $0,48 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, on observe une dynamique de stick-slip avec une instabilité de micro-stick-slip pendant les phases de slip. À partir de $1,1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, le macro-stick-slip disparaît et on observe du micro-stick-slip en continu. Au-delà de $2,0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, le capteur de force utilisé ne peut plus résoudre la force de pelage.

La croissance des oscillations, qui correspond à une macro-instabilité sans microinstabilité, semble ainsi liée à la décroissance du taux de restitution de l'énergie mécanique. La micro-instabilité qui n'est pas présente au début de la branche décroissante est associée à une chute plus marquée de G séparant la dynamique d'oscillations de la dynamique de stick-slip.

2.5 Caractérisation de l'instabilité macroscopique

La figure 2.12 présente les périodes des oscillations ou du stick-slip mesurées à différentes vitesses de pelage pour un angle de pelage $\theta = 120^{\circ}$ (choisi car il permet d'accéder à une large gamme de vitesses pour ces deux dynamiques).



FIGURE 2.12: Figure de gauche : période de la macro-instabilité (oscillations ou stick-slip) en fonction de la vitesse de pelage pour des expériences effectuées à un angle de pelage $\theta = 120^{\circ}$. Les pointillés sont un guide pour les yeux. Figure de droite : amplitude des oscillations en vitesse du front de détachement selon la vitesse de pelage, pour des expériences effectuées à $\theta = 120^{\circ}$. Chaque point correspond à une moyenne sur dix expériences.

La période des oscillations $T_{osc} \approx 1, 8 \pm 0, 2$ ms semble être indépendante de la vitesse de pelage (cette valeur dépend toutefois de l'angle de pelage, une étude similaire donnant $T_{osc}(90^{\circ}) \approx 3, 2 \pm 0, 5$ ms et $T_{osc}(150^{\circ}) \approx 1, 6 \pm 0, 1$ ms). En revanche, en présence de stick-slip, on constate que la période commence par décroître selon le modèle quasi-statique [21,96]. Ensuite, à hautes vitesse de pelage, T_{ss} rejoint la période des oscillations T_{osc} en accord avec le modèle de pelage inertiel [23,100], qui sera davantage détaillé dans la partie 2.6. La figure 2.12 présente également le ratio A_V/V entre l'amplitude des oscillations en vitesse du front de détachement et la vitesse de pelage, en fonction de cette même vitesse, toujours pour un angle de pelage $\theta = 120^{\circ}$. On constate que l'amplitude des oscillations augmente systématiquement avec la vitesse de pelage, ce qui est cohérent avec les observations rapportées sur la figure 2.4.

Pour une vitesse de pelage de $0.48 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, le ratio A_V/V s'approche de 1. Cette vitesse correspond à la limite d'existence du pelage oscillant et au début de la dynamique de stick-slip. Il semblerait que pour une vitesse de pelage légèrement supérieure, la vitesse du front de pelage pendant la phase d'accélération franchisse un seuil déclencheur de l'instabilité de micro-stick-slip (aux alentours de $1.0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$). L'émergence du micro-stick-slip semble liée au changement de dynamique entre le pelage oscillant et le macro-stick-slip.

2.6 Modélisation

Afin de comprendre les caractéristiques du pelage oscillant, Vincent de Zotti a proposé une approche théorique basée sur de précédentes études [21,23,96], et plus précisément sur le modèle de pelage inertiel détaillé au Chapitre 1, en adaptant ce dernier au dispositif expérimental présenté sur la figure 2.1, qui utilise une géométrie différente. Cette partie ne présentera que les grandes lignes de ce modèle ainsi que ses conclusions. Les détails sont disponibles dans la thèse de Vincent De Zotti [102].

2.6.1 Modèle théorique

On considère une longueur de ruban L(t) subissant une tension $\epsilon(t)$ répartie de façon homogène. Durant un intervalle de temps dt, le front de pelage avance d'une distance $v_f(t) dt$ pendant que le moteur enroule une longueur Vdt du ruban, comme représenté sur la figure 2.13.

Au temps t, le système est donc composé d'une portion de ruban décollé de longueur L(t) et d'une portion de ruban encore collé sur le substrat $v_f(t) dt$. Au temps t + dt, le système est composé d'une portion de ruban décollé de longueur L(t + dt) et d'une portion de ruban enroulé par le moteur V dt.

Pendant dt, la conservation d'énergie du système mène à [23] :

$$dE_a + dE_e + dE_p + dE_k = 0$$

où dE_a est la libération de l'énergie d'adhésion issue de la propagation du front de détachement, dE_e la variation de l'énergie élastique dans le ruban étiré, dE_p l'énergie potentielle issue du déplacement du point d'application de la force \vec{F} et dE_k la variation de l'énergie cinétique du ruban.



FIGURE 2.13: Représentation schématique du système considéré entre les temps t (en vert) et entre t + dt (en orange).

On obtient l'équation suivante en exprimant chacun des termes au premier ordre en $dt \ [102]$:

$$\begin{aligned} \frac{dE}{dt} &= \Gamma(v_f) bv_f + \frac{1}{2} Eeb \,\epsilon v_f \left(-2 + 2\cos(\theta) - \epsilon \right) \\ &+ \frac{\mu}{12(1+\epsilon)} \left[4V^3 + 2V^2 v_f + 2\epsilon V^2 v_f - V v_f^2 + 4\epsilon V v_f^2 + 2\epsilon^2 V v_f^2 \\ &- 4v_f^3 - 8\epsilon v_f^3 - 6\epsilon^2 v_f^3 - 2\epsilon^3 v_f^3 + 2LV \dot{v}_f + 2\epsilon LV \dot{v}_f + 8L v_f \dot{v}_f \\ &+ 8\epsilon L v_f \dot{v}_f + 4\epsilon^2 L v_f \dot{v}_f + V v_f^2 \cos(2\theta) \\ &+ 2(V^2 v_f - LV \dot{v}_f + 2(1+\epsilon) v_f ((1+\epsilon) v_f^2 - 2L \dot{v}_f)) \cos(\theta) \right] \\ &= 0 \end{aligned}$$

où $\Gamma(v_f)$ est l'énergie de fracture, ϵ la déformation du ruban adhésif, θ l'angle de pelage, v_f la vitesse du front, V la vitesse imposée par le moteur, E le module de Young, b la largeur, μ la masse linéique et e l'épaisseur du ruban adhésif.

En ne conservant que les termes dominants, on obtient :

$$\frac{dE}{dt} \approx \Gamma(v_f) \, bv_f - Eeb \, \epsilon v_f \, (1 - \cos \theta) + \frac{\mu L \dot{v}_f}{6} (V + 4v_f) (1 - \cos \theta) \approx 0$$

Cette équation n'admet pas de solution générale, mais elle peut être résolue numériquement. Il est aussi possible de la résoudre analytiquement à condition de faire quelques approximations.

Dans le cas des oscillations, il faut considérer que l'amplitude de l'instabilité est négligeable devant la vitesse de pelage ($A_V \ll V$). Cela permet d'obtenir la période des oscillations T_{osc} telle que :

$$T_{osc} \approx 2\pi L \sqrt{\frac{\mu}{6Eeb} \frac{5 - \cos\theta}{1 - \cos\theta}}$$

89

La période est indépendante de la vitesse de pelage mais est affectée par l'angle de pelage, ce qui est cohérent avec nos mesures expérimentales. On déduit aussi que les oscillations en vitesse du front de détachement apparaissent près du maximum local de la courbe G(V) [102]. En effet, ce modèle demande de pouvoir négliger la variation de l'énergie de fracture Γ avec la vitesse de pelage V devant la variation d'énergie élastique couplée à la variation d'énergie cinétique du ruban, ce qui est valable pour un point d'inflexion de la courbe G(V).

En ne s'intéressant qu'à la situation correspondant au maximum local de G(V), on peut également obtenir l'amplitude des oscillations :

$$A_V \approx \sqrt{-12 \frac{\frac{\partial^2}{\partial V^2} \Gamma(V_C) (V - V_C)}{\frac{\partial^3}{\partial V^3} \Gamma(V_C)}}$$

où $\partial^2 \Gamma / \partial V^2$ (< 0 en V_C) et $\partial^3 \Gamma / \partial V^3 /$ (> 0 en V_C) sont respectivement la dérivée seconde et troisième de l'énergie de fracture (qui peut être assimilée au taux de restitution de l'énergie mécanique) par rapport à la vitesse et V_C la vitesse de pelage correspondant au maximum local de G(V).

2.6.2 Comparaison avec les données expérimentales

Pour $\theta = 120^{\circ}$, ce modèle prédit une période d'oscillation $T_{osc} \approx 2, 3$ ms, indépendante de la vitesse de pelage. En pratique, nous mesurons $T_{osc} \approx 1, 8 \pm 0, 2$ ms, qui semble être indépendante de la vitesse de pelage (voir la figure 2.12). La différence entre ces deux valeurs pourrait provenir des hypothèses utilisées par le modèle, et en particulier celle qui demande que les amplitudes des oscillations observées soient négligeables par rapport à la vitesse de pelage, ce qui n'est pas le cas en pratique.

La figure 2.14 présente l'évolution de la périodes des oscillations en fonction de l'angle de pelage θ . Les périodes des oscillations obtenues par résolution numérique (en bleu) sont très proches de l'expression analytique (en noir), ce qui confirme la validité des hypothèses effectuées. De plus, les données expérimentales (en rouge) présentent un comportement et des valeurs cohérentes avec le modèle.

Ce modèle ne peut pas expliquer le comportement du ruban adhésif lors de l'instabilité de stick-slip pour des faibles vitesses de pelage vu sur la figure 2.12. La décroissance en 1/V de la période de l'instabilité est cependant expliquée par le modèle quasi-statique développé par Barquins *et al* [21,96]. Ce dernier demande toutefois que la durée de la phase de slip soit négligeable, hypothèse non vérifiée à grands angles et vitesses de pelage.

À hautes vitesses de pelage, la période de l'instabilité de stick-slip T_{ss} devient constante et proche de la période des oscillations T_{osc} . Ce comportement est prédit par le modèle inertiel [23] qui néglige la variation de l'énergie de fracture Γ avec la vitesse de pelage V devant la variation d'énergie élastique couplée à la variation d'énergie cinétique du ruban.



FIGURE 2.14: Période des oscillations selon l'angle de pelage θ à partir de trois méthodes différentes : résolution numérique et expression analytique à partir du modèle théorique, et mesures obtenues expérimentalement.

Cette hypothèse, qui est déjà valable dans le cas des oscillations de faible amplitude qui se situent à basse vitesse sur le maximum de la courbe G(V), l'est aussi pour les hautes vitesses de pelages car la courbe G(V) y présente un deuxième point d'inflexion, cette fois un minimum local (voir le Chapitre 1 pour plus de détails). Il est donc possible d'éliminer les mêmes termes de l'équation générale de conservation de l'énergie pour ces deux situations, ce qui mène naturellement à une période identique pour les deux dynamiques concernées.



FIGURE 2.15: Figure de gauche : rapport A_V/V des oscillations en fonction de la vitesse de pelage. Figure de droite : rapport A_V/V des oscillations en fonction de la différence $V - V_C$. Dans les deux cas, les pointillés correspondent à l'expression analytique obtenue avec le modèle théorique et les points à une résolution numérique.

La figure 2.15 donne le résultat de la résolution numérique et analytique de l'amplitude des oscillations en fonction de la vitesse de pelage. On constate que les amplitudes obtenues sont nettement inférieures aux mesures expérimentales présentées sur la figure 2.12. De plus, la gamme de vitesses de pelage concernée est faible, et ne correspond pas aux vitesses auxquelles nous avons pu observer des oscillations avec ce dispositif expérimental.

Pour vérifier cette prédiction théorique, il faudrait améliorer la résolution de la caméra afin de pouvoir détecter des amplitudes plus faibles ou simuler des vitesses de pelage plus élevées.

2.7 Conclusion

En visualisant le front de pelage à l'aide d'une caméra rapide, nous avons pu mettre en évidence une nouvelle dynamique de pelage instable. Cette dynamique, constituée d'oscillations quasi-sinusoïdales de la vitesse de détachement du front, se situe dans une gamme de vitesses de pelage intermédiaire entre les dynamiques de pelage régulier et de stick-slip. La caractérisation de cette instabilité montre une période constante (à angle de pelage donné) et une croissance de l'amplitude avec la vitesse de pelage jusqu'à l'apparition de l'instabilité de micro-stick-slip et de macro-stick-slip. La période mesurée correspond à la période observée lors du régime de stick-slip inertiel, à hautes vitesses de pelage. Le pelage oscillant peut être décrit par le même modèle énergétique que le régime de stick-slip inertiel, tout en faisant appel à des hypothèses différentes. Les prédictions de ce modèle sont cohérentes avec les mesures expérimentales concernant la période de l'instabilité, mais pas avec l'amplitude, qui est plus petite que celle mesurée et en-dessous des limites de résolution de notre dispositif.

Comme l'amplitude augmente avec la vitesse de pelage mais que la période reste constante, il est possible que ce modèle ne s'applique en réalité qu'à proximité du seuil de déclenchement du pelage oscillant, dans une gamme de vitesses où la faible amplitude des oscillations nous empêche de les détecter. Lorsque l'amplitude augmente assez pour être mesurée, certaines des hypothèses du modèle ne sont plus valides, ce qui ne permet pas d'obtenir une bonne cohérence entre la prédiction et la mesure expérimentale. Ce problème n'existe pas avec la période puisqu'elle est indépendante de la vitesse de pelage.

Chapitre 3

Fabrication et caractérisation des substrats

Étant philosophe, j'ai un problème pour chaque solution. Robert Zend

Sommaire

| 3.1 | Fabr | rication des substrats $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots $ 95 |
|-----|-------|--|
| | 3.1.1 | Substrats en PMMA |
| | 3.1.2 | Substrats en PDMS |
| 3.2 | Cara | actérisation des substrats |
| | 3.2.1 | Microscopie confocale |
| | 3.2.2 | Profilomètrie optique par interférences 109 |
| | 3.2.3 | Mesure d'angle de contact |
| | 3.2.4 | Mesure de module élastique et d'énergie de surface 118 |
| 3.3 | Con | clusion $\ldots \ldots 123$ |

Afin d'étudier l'impact d'une micro-texturation sur les niveaux d'adhésion et l'instabilité de stick-slip, nous avons fabriqué nos propres substrats. Ce chapitre présente les deux techniques différentes qui ont été utilisées, le micro-usinage et la lithographie optique, ainsi que les caractéristiques de chaque substrat.

3.1 Fabrication des substrats

Ces substrats doivent répondre à plusieurs critères : transparents (afin de pouvoir suivre l'avancée du front de pelage à travers le substrat), suffisamment rigides pour être texturés à l'échelle microscopique, et dont l'énergie d'adhésion avec la colle du ruban est assez basse. En effet, il faut pouvoir peler le ruban adhésif même à haute vitesse sans courir le risque de le voir casser plutôt que se décoller du substrat.

3.1.1 Substrats en PMMA

Le PMMA (polyméthacrylate de méthyle) est un polymère thermoplastique transparent, rigide et résistant. Il est communément appelé plexiglas par antonomase [132] avec la marque Plexiglas[®], qui fut son premier nom commercial (en 1933), de façon similaire au Scotch[®]. Ce matériau est facilement usinable. Il remplit donc tous nos critères, mis à part son énergie de surface qui est un peu trop élevée ($\gamma_{PMMA} \approx 41 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ [133–136]) mais pas de façon rédhibitoire. Le PMMA présente en revanche une faible résistance aux solvants et à l'abrasion, ce qui peut poser des problèmes pour le nettoyage de sa surface. Il ne supporte notamment ni l'acétone, qui le dissout, ni l'éthanol (et autres alcools), qui peut en cas de contact prolongé ou à haute température attaquer les chaînes de polymère et provoquer des fractures. Ces deux comportements sont illustrés sur la figure 3.1.



FIGURE 3.1: À gauche : bécher en plexiglas endommagé à cause d'une réaction avec de l'éthanol (Source : Wikipédia). À droite : photographies illustrant la dissolution de tiges en PMMA dans de l'acétone (photographie (a) : PMMA intact, en noir photographie (b) : PMMA partiellement dissous) [137].

En conséquence, le nettoyage de l'adhésif pouvant être déposé sur le substrat lors d'un pelage ne sera fait qu'à l'eau savonneuse ou avec un contact très bref avec de l'éthanol.

Nous avons utilisé une micro-fraiseuse Mini-Mill construite par Minitech Machinery Corporation[®] et disposant de 3 axes pour texturer le PMMA. Deux diamètres différents de micro-fraises ont été employés : 1 mm et 80 µm. La micro-fraise de 1 mm permet de lisser la surface à usiner, étape indispensable avant le passage de la micro-fraise de 80 µm de diamètre, car cette dernière est très fragile. Elle pourrait se briser en cas de contact soudain avec une aspérité de trop grandes dimensions. Deux types de surfaces ont ainsi été usinées sur le substrat en PMMA : une surface A mise à zéro avec la micro-fraise de 1 mm et une surface B mise à zéro avec la micro-fraise de 1 mm puis texturée avec la micro-fraise de 80 µm, comme illustré sur la figure 4.3. Le motif que nous avons choisi consiste en des rayures de 80 µm espacées de 80 µm, soit une périodicité du motif de 160 µm, et disposées perpendiculairement au sens du pelage.

Comme détaillé au Chapitre 1, le choix de ce motif est lié à la présence de fractures transverses lors du développement de l'instabilité de micro-stick-slip. En effet, l'amplitude des micro-stick-slips est d'environ $100 \,\mu\text{m}$, ce qui est l'ordre de grandeur des rayures utilisées. On espère ainsi influencer la dynamique de micro-stick-slip.



FIGURE 3.2: Représentation schématique d'un substrat fabriqué en PMMA, ici avec une profondeur des rayures 5 μ m en moyenne. Deux longueurs différentes ont été utilisées pour la surface texturée : 6 cm (6 μ m, 15 μ m, 30 μ m et 50 μ m) et 12 cm (5 μ m) qui est celle représentée sur ce schéma.

Plusieurs profondeurs de rayures ont été étudiées : $5 \,\mu\text{m}$, $6 \,\mu\text{m}$, $15 \,\mu\text{m}$, $30 \,\mu\text{m}$ et $50 \,\mu\text{m}$. Ces profondeurs ont été sélectionnées en raison de l'épaisseur de la couche de colle du ruban adhésif utilisé au cours de cette thèse, qui est d'environ $15 \,\mu\text{m}$. La colle va ainsi pouvoir plus ou moins pénétrer la texture. Nous avons usiné deux longueurs de surface texturée différentes : $6 \,\text{cm} (6 \,\mu\text{m}, 15 \,\mu\text{m}, 30 \,\mu\text{m}$ et $50 \,\mu\text{m}$) et $12 \,\text{cm} (5 \,\mu\text{m})$.

Nous avons toutefois rapidement rencontré un problème lié à l'usure de la microfraise de $80 \,\mu\text{m}$: usiner une surface aussi grande $(30 \,\text{cm}^2)$ demande plusieurs heures de travail qui abîment la fraise et réduisent notamment sa longueur. Or, la microfraiseuse ne peut pas s'adapter à ce changement, ce qui a pour résultat des rayures de profondeur différentes au début et à la fin de l'usinage. Nous avons aussi utilisé une sableuse afin d'obtenir un substrat en plexiglas aléatoirement rugueux. La technique de sablage consiste à projeter à grande vitesse des particules abrasives sur la surface à traiter afin de la poncer, la décaper, la polir, ou la rendre rugueuse, en fonction de la taille des particules [138].

3.1.2 Substrats en PDMS

Le PDMS (polydiméthylsiloxane) est un polymère organominéral qui appartient à la famille des silicones. Il se comporte comme un fluide visqueux qui va totalement recouvrir et modeler la moindre hétérogénétité d'une surface s'il y est laissé suffisament longtemps. Lorsqu'il est réticulé (par ajout d'un agent réticulant et au bout d'un temps de réticulation variable selon la température ambiante) il se comporte comme un solide élastique, similaire au caoutchouc [139–141]. Son module de Young peut varier de 100 kPa à 3 MPa selon les conditions de préparation. Le PDMS est un matériau inerte et transparent qui peut être utilisé avec des solvants aqueux ou des alcools sans risque de déformation, mais qui doit être tenu à l'écart de la plupart des solvants organiques qui peuvent le faire gonfler. Il est ainsi possible de nettoyer une surface en PDMS à l'eau savonneuse ou à l'éthanol pour enlever d'éventuels résidus de colle après un pelage de ruban adhésif.

Le PDMS correspond donc à tous nos critères sauf celui de la rigidité : utilisé seul, il ne peut fournir que des substrats "souples", c'est-à-dire déformables lors d'un pelage.



FIGURE 3.3: Schéma d'un substrat texturé. À gauche, une vue du dessus. À droite, une vue en coupe montrant la lame de miscroscope en verre qui sert de support à la surface texturée ainsi que la couche texturée en Araldite 2020.

C'est pourquoi nous avons cherché à créer une surface texturée dure et transparente en Araldite 2020 à l'aide d'un moule en PDMS puis à y adsorber du PDMS afin de lui conférer l'énergie de surface de ce dernier. L'adsorption consiste à fixer des atomes, ions ou molécules sur une surface solide [142] grâce à l'une des interactions mentionnées au Chapitre 1 (1.9). L'Araldite 2020 est une colle bicomposant (constituée d'une résine époxy et d'un agent réticulant) transparente qui est spécifiquement prévue pour le verre. Il est donc possible de l'appliquer sur le verre d'une lame de microscope et d'obtenir une adhérence suffisante pour pouvoir peler un ruban adhésif sur la surface ainsi créée sans l'arracher. De plus, elle n'adhère pas au PDMS, ce qui permet de décoller facilement le moule et donc de n'abîmer ni la surface en Araldite ni le moule lors de leur séparation.

Nous avons choisi un motif similaire à celui utilisé pour les substrats en plexiglas mais avec des dimensions inférieures.

Il s'agit de rayures perpendiculaires au sens de pelage, d'une largeur de 20 µm et espacées d'autant, ce qui correspond à une périodicité de 40 µm contre les 160 µm du substrat en plexiglas. Un schéma est disponible sur la figure 3.3. Ces substrats ont été fabriqués avec deux profondeurs différentes pour les rayures, 10 et 5 µm (la profondeur dépend de l'intensité et de la durée d'exposition à la lumière lors de l'étape de lithographie, voir la figure 3.4). En parallèle, des substrats lisses ayant subi une adsorption identique ont aussi été fabriqués afin de pouvoir distinguer l'impact de la texture de celui de cette nouvelle nature de substrat.

Protocole de fabrication

La fabrication de ces substrats suit une série d'étapes précise qui est schématisée sur la figure 3.4 et détaillée ci-dessous :

Première étape : lithographie optique

La technique de photolithographie consiste à exploiter une résine photosensible pouvant développer des propriétés différentes selon qu'elle a été exposée à la lumière ou non. Plus précisément, la résine en question est déposée en une couche uniforme sur un wafer en silicium (par exemple avec une technique de spin-coating) puis elle est partiellement exposée à la lumière selon un motif qui deviendra plus tard la texture du substrat. Après avoir été éventuellement cuite, la résine devient soit soluble soit insoluble à un produit chimique qui lui est spécifique et est appelé révélateur. Il suffit alors de laver le wafer avec ce révélateur pour obtenir la surface texturée souhaitée selon le motif utilisé lors de l'exposition à la lumière.

Nous avons utilisé la résine SU-8 [143], qui est une résine photosensible négative. Cela veut dire qu'elle réticule et devient insoluble au révélateur lorsqu'elle est exposée à la lumière (plus particulièrement à des ultra-violets (350-400 nm) auxquels elle est particulièrement sensible) et qu'il faut donc utiliser un masque inversé pour obtenir le motif voulu.

Deuxième étape : fabrication d'un moule en PDMS

Du PDMS (un mélange de base et d'agent réticulant selon un rapport de dix pour un en masse) est versé sur la texture en résine de sorte à la recouvrir intégralement. L'ensemble est ensuite chauffé à 60°C pendant une journée. Le PDMS réticulé est ensuite retiré avec précaution afin de n'abîmer ni la texture en PDMS ni la résine. On obtient un moule en PDMS qui est la copie en négatif de la texture en résine.



FIGURE 3.4: Protocole de fabrication des subtrats micro-texturés par lithographie optique, utilisation d'un moule en PDMS pour texturer de l'Araldite 2020 et adsorption de PDMS

Troisième étape : fabrication d'une surface texturée en Araldite 2020

Le moule en PDMS est ensuite utilisé pour faire une surface texturée en Araldite 2020. Cette dernière correspondra donc exactement à la surface en résine SU8 qui se trouve sur le wafer en silicium. Le mélange bicomposant d'Araldite est déposé sur une lame de microscope en verre, qui a été préalablement nettoyée avec de l'acétone, puis le moule y est appliqué délicatement pour éviter autant que possible la formation de bulles. La lame de microscope est posée sur un support de dimensions bien inférieures afin d'éviter que tout débordement de colle ne fasse adhérer la lame à son support. L'ensemble est mis sous presse et sous vide afin de chasser les bulles qui peuvent malgré tout apparaître lors de la pose du moule. Deux heures plus tard, lorsque la colle commence à prendre, l'assemblage est sorti de la pompe à vide et repose pendant deux à trois jours à température ambiante.

Le moule en PDMS est ensuite retiré délicatement. Il pourra être réutilisé pour fabriquer de nouveaux échantillons.

Quatrième étape : adsorption de PDMS sur la surface en Araldite

On souhaite obtenir une texture dotée de l'énergie de surface du PDMS et non de celle de l'Araldite 2020. Pour cela, on recouvre la texture en Araldite de PDMS

sans agent réticulant. L'ensemble est ensuite chauffé à 120°C pendant 12h afin de provoquer l'adsorption du PDMS sur l'Araldite. Afin de favoriser l'adsorption, la surface des substrats est préalablement nettoyée au plasma [144].

Cinquième étape : nettoyage du PDMS non adsorbé

Le PDMS qui n'a pas été adsorbé est nettoyé dans un bain de toluène (avec agitation) durant deux jours, sous sorbonne. Après le bain, un rinçage au toluène permet d'enlever les dernières traces de PDMS non adsorbé. Par mesure de sécurité le substrat est laissé sous sorbonne pendant encore une demi-journée afin que le toluène puisse totalement s'évaporer.

Récapitulatif

Grâce à la combinaison entre technique de lithographie, moulage en PDMS et adsorption de PDMS, nous avons pu fabriquer cinq types de substrats différents, qui sont présentés par la figure 3.5.



FIGURE 3.5: Schéma récapitulatif des cinq différents types de substrats en PDMS utilisés au cours de cette thèse. La profondeur des rayures pour les surfaces texturées est soit de $5 \,\mu\text{m}$ soit de $10 \,\mu\text{m}$.

Les deux premiers sont constitués d'une couche de PDMS réticulé, soit lisse soit texturée, collée sur une lame de microscope. Il s'agit de substrats déformables, dits "mous". Les trois autres sont constitués de PDMS non réticulé adsorbé soit sur une surface en verre soit en Araldite 2020, cette dernière pouvant être soit lisse soit texturée. Ce sont des substrats rigides dont l'énergie de surface est proche de celle du PDMS "mou". La surface de PDMS adsorbé sur verre a été utilisée préférentiellement à la surface de PDMS adsorbé sur couche d'Araldite lisse en raison de la fragilité de cette couche, qui ne peut pas résister à un nombre de pelages trop élevé. Il sera montré dans la suite de cette thèse que l'effet de l'adsorption de PDMS sur du verre et sur de l'Araldite 2020 est identique.

La texturation correspond toujours aux dimensions présentées sur la figure 3.3 avec une profondeur des rayures de 5 μ m ou de 10 μ m. Ces deux profondeurs sont choisies afin de permettre à la colle du ruban adhésif (qui a une épaisseur d'environ 15 μ m) d'investir autant que possible les creux de la texture.

3.2 Caractérisation des substrats

Nous avons mis en oeuvre des techniques variées afin de déterminer les caractéristiques et la qualité de nos substrats. Ces dernières seront présentées dans cette partie par ordre chronologique.

3.2.1 Microscopie confocale

Tout d'abord, nous nous sommes tournés vers la microscopie confocale pour visualiser la surface de nos subtrats ainsi que l'interface entre un ruban adhésif et un substrat. L'objectif est de déterminer la façon dont l'adhésif pénètre la surface texturée et de s'assurer des dimensions finales des substrats.

Pour cela, nous avons utilisé un microscope confocal Leica[®] SP8. Il s'agit d'un microscope capable de réaliser des séries d'images d'un échantillon correspondant à différents niveaux de profondeur et donc d'en obtenir une représentation en trois dimensions. Le microscope n'observe qu'une seule section de l'échantillon à la fois, celle qui se trouve dans le plan focal de son objectif, puis il accumule les sections pour obtenir la structure de l'échantillon. Un logiciel adapté effectue ensuite la reconstitution. Toute lumière issue d'un autre plan est bloquée à l'aide d'un diaphragme, ce qui donne une profondeur de champ très réduite (de l'ordre de la centaine de nanomètres) et une haute résolution d'image. Cette restriction au plan focal pose cependant un problème de luminosité, puisque très peu de photons parviennent à passer le diaphragme. Il faut donc utiliser des capteurs sensibles, en l'occurrence des photo-multiplicateurs (PMT). Le principe d'un microscope confocal est présenté sur la figure 3.6.

Ce microscope peut fonctionner en lumière réfléchie ou par fluorescence (c'està-dire en se servant de molécules capables d'émettre de la lumière après avoir été excitées à un niveau supérieur d'énergie comme marqueur de position) et utilise un ou plusieurs lasers comme source lumineuse. Il est possible d'obtenir plusieurs longueurs d'ondes d'excitation en exploitant différents lasers (nous avons plus précisément utilisé un laser argon et un laser hélium-néon). La multiplicité des sources lumineuses permet de visualiser plusieurs molécules fluorescentes en même temps, ce qui est très utile pour détecter deux surfaces différentes. En l'occurrence, nous avons utilisé deux types de rhodamine en solution aqueuse : la rhodamine 6G, qui absorbe dans le vert (543 nm) et émet dans le jaune (590 nm), ainsi que la rhodamine B, qui absorbe dans le bleu (488 nm) et émet dans le rose (610 nm).



FIGURE 3.6: Principe d'un microscope confocal. L'objectif est monté sur une plaquette piezo-électrique capable de bouger selon trois axes. Les traits bleus correspondent à la lumière émise par le laser, les traits rouges à la lumière réémise par les molécules fluorescentes.

Imagerie par réflexion

Utiliser le microscope confocal en réflexion consiste à s'appuyer sur la différence d'indice entre l'air et le matériau de l'échantillon pour détecter les diverses interfaces. Le ruban adhésif présente trois de ces interfaces : air/adhésif, adhésif/ruban et ruban/air.

La figure 3.7 présente les interfaces adhésif/ruban et air/adhésif. L'adhésif constitue ici une couche d'environ 15 µm et le dos du ruban a une épaisseur d'environ 30 µm. On constate de plus sur la figure 3.7 que le ruban adhésif visualisé contient des imperfections en la présence de lignes de bulles à l'intérieur de son dos, qui ne sont pas visibles à l'oeil nu. Cela induit une fragilité intrinsèque du ruban adhésif, qui va céder bien plus facilement sous la tension du pelage. En conséquence de quoi, nous avons renoncé à utiliser le lot de rouleaux concernés par ce défaut pour les expériences de pelage. Ces dernières furent effectuées avec un lot de rouleaux de ruban adhésif n'ayant pas présenté de défaut visible avec le microscope confocal.



FIGURE 3.7: À gauche : photographie de face d'un ruban adhésif. Au centre : compilation selon l'axe vertical présentant une visualisation de la structure du ruban adhésif. Chaque ligne claire correspond à une interface. À droite : schéma de la structure du ruban adhésif observée. Les interfaces claires visibles sur la figure du centre sont représentées en traits noirs.



FIGURE 3.8: En haut : compilation selon l'axe vertical présentant une visualisation de la structure du ruban adhésif et du substrat. La ligne claire ininterrompue correspond au dos du ruban adhésif. En bas : représentation schématique correspondant à ce qui peut être observé sur l'image du haut (sans mise à l'échelle).

Nous avons ensuite imagé un substrat après avoir collé sur ce dernier un morceau de ruban adhésif. Un exemple de ce que donne cette visualisations est présenté sur la figure 3.8. Le substrat visualisé est constitué de rayures de $20 \,\mu\text{m}$ de large et de $30 \,\mu\text{m}$ de profondeur, espacées de $30 \,\mu\text{m}$. Il est possible de discerner la silhouette de la surface du substrat, tout comme celle du dos du ruban adhésif, mais dans les deux cas des réflexions parasites gênent l'interprétation des photographies.

Cette technique de visualisation par réflexion présente donc un problème sérieux : il n'est pas évident de savoir précisément où se trouvent les objets visualisés ou de distinguer deux interfaces très rapprochées, comme c'est le cas entre l'adhésif et le substrat. Cela est dû à un jeu de réflexions et d'interférences (on peut notamment apercevoir certaines de ces figures d'interférence sur la figure 3.7) qui ne peut pas être évité.

C'est pourquoi nous nous sommes rapidement tournés vers la microscopie confocale par fluorescence.

Imagerie par fluorescence

Nous avons commencé par déposer de la rhodamine 6G en solution aqueuse sur la surface du substrat, puis nous avons laissé le substrat sécher pendant une demi-heure avant de le mettre sous le microscope. Comme la seule lumière détectée dans cette configuration est celle des molécules fluorescentes, on s'attend à ne voir que la surface sur lesquelles ces dernières se trouvent. Il n'y a pas de réflexions parasites, et seuls les endroits où le fluorophore est présent sont visibles. En revanche, la diffusion de la lumière émise par les molécules fluorescentes demande d'effectuer un traitement des images afin d'en extraire le maximum d'intensité pour délimiter plus précisément la surface de l'échantillon. Un exemple de ce type de visualisation est proposé sur la figure 3.9.



FIGURE 3.9: À gauche : visualisation du profil du substrat de PMMA usiné à une profondeur de 15 µm, grâce à la microscopie confocale par fluorescence. À droite : extraction du maximum d'intensité de l'image de gauche.

Deux points sont à remarquer sur cette figure. Premièrement, la profondeur de la texture n'est que d'environ 10 µm alors qu'il s'agit bien d'un substrat qui a été usiné à une profondeur de consigne de 15 µm. Comme mentionné précédemment, cette différence vient de l'usure de la micro-fraise au cours de l'usinage, la zone visualisée ici faisant partie des dernières à avoir été creusées. De même, les bords ne sont pas parfaitement droits mais adoptent une pente plus douce au fond des rayures en raison de l'altération de la forme de la micro-fraise. Deuxièmement, le sommet des rayures présente une irrégularité sous la forme de rebords surélevés.

Ces imperfections sont encore plus visibles sur le substrat usiné à 50 µm de profondeur, exposé sur la figure 3.10. En effet, l'effort d'usinage nécessaire pour le fabriquer a été plus important et a donc provoqué des défauts plus conséquents. Le bas du relief correspondant au profil de la rayure n'est plus vertical car la pointe de la micro-fraise s'est affinée au cours de l'usinage. En outre, on constate la présence de rebords surélevés très épais au sommet de la rayure (environ 15 µm d'épaisseur et de largeur) qui ne peuvent pas être négligés.



FIGURE 3.10: Visualisation du profil du substrat de PMMA usiné à une profondeur de 50 µm, grâce à la microscopie confocale par fluorescence, en intensité lumineuse brute (à gauche) et traitée (à droite).

Nous avons ensuite utilisé simultanément deux lasers différents, ce qui permet d'exciter deux fluorophores distincts et donc de visualiser deux surfaces différentes sur un même échantillon. Nous avons ainsi appliqué une deuxième molécule (la rhodamine B) sur l'adhésif du ruban, puis après séchage avons collé ce dernier sur le substrat. De cette manière, il est possible d'observer l'interface entre le substrat et le ruban adhésif. Le résultat est présenté sur les figures 3.11 (profondeur de $15 \,\mu$ m), 3.13 (profondeur de $30 \,\mu$ m), et 3.12 (profondeur de $50 \,\mu$ m).



FIGURE 3.11: Visualisation du profil du système Adhésif + Substrat, pour un substrat de PMMA usiné à une profondeur de $15 \,\mu\text{m}$. À gauche : visualisation de la surface du substrat. À droite : visualisation de la couche d'adhésif du ruban collé sur le substrat.



FIGURE 3.12: Visualisation du profil du système Adhésif + Substrat, pour un substrat de PMMA usiné à une profondeur de $30 \,\mu\text{m}$. À gauche : visualisation de la surface du substrat. À droite : visualisation de la couche d'adhésif du ruban collé sur le substrat. Les pointillés blancs représentent la surface du substrat et ne sont qu'un guide pour les yeux.

La visualisation des substrats de profondeur inférieure à $15 \,\mu\text{m}$ n'est pas conclusive. En effet, les limites en résolution du microscope confocal et l'incertitude liée

à la diffusion lumineuse des fluorophores (en particulier sur l'adhésif où il est difficile d'obtenir une répartition homogène des molécules fluorescentes) ne permettent pas de distinguer la surface de substrat de l'adhésif. On constate de plus sur les figures 3.11, 3.13, et 3.12 que la séparation des signaux émis par les fluorophores de l'adhésif (rhodamine B) et par ceux de la surface du substrat (rhodamine 6G) n'est pas parfaite, car il est aussi possible de distinguer la couche d'adhésif lors de l'étape de visualisation du substrat.



FIGURE 3.13: Visualisation du profil du système Adhésif + Substrat, pour un substrat de PMMA usiné à une profondeur de $50 \,\mu\text{m}$. À gauche : visualisation de la surface du substrat. À droite : visualisation de la couche d'adhésif du ruban collé sur le substrat. Les pointillés blancs représentent la surface du substrat et ne sont qu'un guide pour les yeux.

L'information principale donnée par ces figures est l'absence de pénétration de l'adhésif dans la texture des substrats de PMMA dont la profondeur est supérieure ou égale à 15 µm. Cela est cohérent avec les observations directes rapportées sur la figure 3.14 et la figure 3.15.

La figure 3.14 montre une photographie du substrat en PMMA usiné à une profondeur de 15 µm, sur lequel a été collé un morceau de ruban adhésif. Un schéma de ce système, vu de profil, présente le comportement supposé de la colle vis-à-vis du substrat (comportement qui correspond à ce qui a pu être observé par microscopie confocale) : il n'y a pas de pénétration de l'adhésif dans les creux de la texture. Ces derniers correspondent aux traits noirs verticaux visibles sur la photographie. Les traits gris clair correspondent aux sommets des rayures de la texture, où le contact entre l'adhésif et le substrat est bien établi.


FIGURE 3.14: Visualisation directe de l'ensemble Adhésif + Substrat pour un substrat de PMMA usiné à une profondeur de 15 µm. En haut : schéma du profil de la structure. En bas : photographie d'une vue du dessus du système. Les traits plus sombres correspondent aux creux de la texture.



FIGURE 3.15: Visualisation directe de l'ensemble Adhésif + Substrat pour un substrat de PMMA usiné à une profondeur de $10 \,\mu$ m. En haut : schéma du profil de la structure. En bas : photographie d'une vue du dessus du système. Les zones noires correspondent aux endroits où la colle n'adhère pas au substrat.

La figure 3.15 montre une photographie du substrat en PMMA usiné à une profondeur de 6 µm, sur lequel a été collé un morceau de ruban adhésif, ainsi qu'un schéma du profil du système détaillant le comportement de l'adhésif vis-à-vis de ce substrat. Cette fois-ci, l'adhésif pénètre presque entièrement les creux des rayures. Cela correspond à une réduction des zones sombres sur la photographie et une augmentation des zones gris clair où il y a contact entre adhésif et substrat. On constate que la zone d'absence de pénétration de la colle est similaire pour chaque creux, c'està-dire que seul le côté droit de la rayure est sombre. Cela vient probablement du sens de collage du ruban adhésif, qui s'est déroulé de droite à gauche pour cette photographie.

La technique de microscopie confocale nous a ainsi permis de détecter la présence de défauts d'usinage sur les substrats en plexiglas, et de constater que l'adhésif ne pénètre pas les textures de profondeur supérieure ou égale à $15 \,\mu\text{m}$.

3.2.2 Profilomètrie optique par interférences

Nous avons ensuite utilisé un profilomètre optique matriciel (interférométrie en lumière blanche) pour visualiser les surfaces des substrats en PMMA et en PDMS et nous assurer de la qualité de leur texture.



FIGURE 3.16: Schéma du principe de fonctionnement d'un profilomètre optique à interférométrie [145]

La technique d'interférométrie s'appuie sur la séparation d'un faisceau lumineux en deux parties, l'une dirigée vers la surface de l'échantillon et l'autre vers un miroir de référence. Chaque partie du faisceau sera ainsi réfléchie et parcourera une distance différente. En recombinant chaque partie du faisceau lorsque l'échantillon se trouve à la distance focale de l'objectif du profilomètre, on obtient des franges d'interférence à cause de la différence de chemin optique. Le réseau des franges d'interférence est ensuite enregistré par une caméra CCD. Deux modes de fonctionnement sont possibles : PSI (*Phase Shift Interference*) et VSI (*Vertical Scanning Interferometry*).

Le mode PSI est surtout utilisé pour des surfaces peu rugueuses. Il consiste à observer les variations de phase issues des faibles variations de hauteur pour en déduire la distance objectif-surface de l'échantillon. Le mode VSI permet de visualiser des surfaces fortement rugueuses, et c'est celui que nous avons utilisé. Un balayage vertical est effectué pour observer les interférences sur chaque plan de l'échantillon et ainsi reconstruire la surface en trois dimensions.

Substrats en PMMA, obtenus par sablage et micro-fraisage

Nous allons présenter ici quelques exemples de visualisation des surfaces en PMMA que nous avons obtenues grâce au profilomètre optique.



FIGURE 3.17: Surface en plexiglas après sablage, vue avec un profilomètre optique (reconstitution en trois dimensions). La rugosité moyenne est d'environ $15 \,\mu\text{m}$, avec d'importantes variations.



FIGURE 3.18: Visualisation par profilométrie optique interférentielle d'un substrat en PMMA usiné à une profondeur de $10 \,\mu\text{m}$ (sur une zone correspondant à la fin de l'usinage), présentant en trois dimensions et de profil le relief de la texture obtenue.

La figure 3.17 présente l'état de surface d'une plaque de plexiglas sablée. La technique de sablage permet de créer une rugosité aléatoire sur une surface lisse, ce qui correspond bien à ce qui est observé sur cette reconstitution. La rugosité moyenne mesurée est d'environ 15 µm. Les variations peuvent être importantes, avec une coexistence de zones presque lisses et de puits profonds aux endroits où les particules ont impacté la surface.

La figure 3.18 correspond à une visualisation en trois dimensions et de profil de la surface d'un substrat de plexiglas texturé, usiné à une profondeur de $6 \mu m$. La profondeur mesurée ($4 \mu m$) diffère de la consigne initiale de $6 \mu m$, ce qui correspond à l'effet de l'usure de la micro-fraise déjà observé par microscopie confocale. La largeur des rayures est d'environ $80 \mu m$, comme attendu.

On retrouve aussi sur cette figure le défaut des bords supérieurs surélevés (jusqu'à 2 µm de haut pour ce substrat) détecté avec la microscopie confocale. On constate également la présence d'aspérités plus petites mais non négligeables (jusqu'à 0,5 µm de haut) sur le sommet des rayures. Cela correspond au passage de la micro-fraise de diamètre 1 mm qui a servi à lisser la surface en plexiglas avant l'usinage de la texture. Ces motifs sont davantage visibles sur la figure 3.19 qui présente une vue de face de la surface de ce même substrat. Les zones bleues correspondent aux creux de la texture, les zones jaunes à la surface et les zones rouges aux rebords surélevés, selon le même code couleur que pour la figure 3.18. On observe que la surface du substrat est parsemée de stries circulaires qui marquent le passage de la micro-fraise. Une abrasion au papier de verre permettrait de gommer ces aspérités. Cependant, elle affecterait aussi la texture elle-même, car ses dimensions sont malheureusement proches de celles des aspérités.



FIGURE 3.19: Visualisation en deux dimensions, par profilométrie optique interférentielle, d'un substrat en PMMA usiné à une profondeur de 15 µm (zone correspondant à celle visualisée sur la figure 3.18).



FIGURE 3.20: Visualisation par profilométrie optique interférentielle d'un substrat en PMMA usiné à une profondeur de 50 µm (sur une zone correspondant au milieu de l'usinage), le profil de la texture obtenue.

Le problème des bords inférieurs (dans les creux de la texture) trop doux, déjà observé avec le microscope confocal, est aussi détecté avec le profilomètre. La figure 3.20) présente le profil d'un substrat en plexiglas usiné à 50 μ m où ce défaut est clairement visible. Cela a un impact sur les dimensions du motif, avec des creux de 110 μ m au lieu de 80 μ m et des pleins de 50 μ m au lieu de 80 μ m.

La profilométrie optique par interférence a donc confirmé ce que la microscopie confocale suggérait : les substrats fabriqués grâce au micro-usinage d'une surface en plexiglas présentent de nombreux défauts. Certains, comme ceux liés à l'usure de la micro-fraise, ne peuvent être évités. D'autres, comme les aspérités de surface, pourraient être atténués en effectuant plusieurs lissages avec des fraises de diamètres plus petits ou par une abrasion assez fine pour ne pas endommager la texture.

Substrats en PDMS, obtenus par lithographie et moulage

Un exemple correspondant à un substrat dont les rayures sont d'une profondeur de 10 µm est proposé sur la figure 3.21 et sur la figure 3.22. Cet exemple est représentatif de ce qui peut être observé pour les autres substrats.

Contrairement à ce qui a été observé pour les subtrats en PMMA, les dimensions des substrats en PDMS correspondent à ce qui est attendu. En effet, on mesure ici des rayures de largeur 20 μ m et d'une profondeur de 11 μ m (Le pic à 150 μ m visible sur l'axe des abscisses du profil selon l'axe des x de figure 3.22 est un artefact provenant de l'inclinaison du substrat et de la difficulté à mesurer des pentes trop abruptes).

On constate aussi que la surface ne présente que quelques défauts mineurs (légères aspérités observées sur les sommets de la texture, visibles en rouge sur la figure 3.22). Les bords des rayures ne sont pas parfaitement droits mais leur verticalité est tout à fait acceptable. Enfin, la qualité du substrat est la même quelle que soit la section observée.



FIGURE 3.21: Visualisation par interférométrie en lumière blanche d'une portion de la surface d'un substrat micro-texturé en PDMS adsorbé. En haut, vue du dessus. À droite, vue en coupe selon l'axe des y (axe vertical de la figure du haut). À gauche, vue en coupe selon l'axe des x (axe horizontal de la figure du haut)



FIGURE 3.22: Visualisation en trois dimensions du même substrat texturé que celui utilisé pour la figure 3.21, selon deux angles de vue pour la même section du substrat.

Comme on pouvait s'y attendre, la technique de lithographie est plus propre et précise que celle de micro-fraisage, ce qui permet d'obtenir exactement les surfaces souhaitées.

3.2.3 Mesure d'angle de contact

L'étude du mouillage d'une surface est souvent utilisée pour mesurer son énergie superficielle. Afin de déterminer l'efficacité de la technique d'adsorption de PDMS pour modifier les propriétés de surface de nos substrats, nous avons donc mesuré les angles de contact d'une goutte d'eau posée sur ces derniers. Nous nous sommes également intéressés à l'impact éventuel de la présence d'une texture sur l'adsorption du PDMS.

L'angle de contact dépend à la fois des propriétés chimiques du substrat et du liquide, comme détaillé dans la partie 1.2.3. Nous n'utilisons ici qu'un seul type de liquide, de l'eau milli-Q (c'est-à-dire purifiée avec un système de filtres MilliporeTM et qui ne contient presque que des molécules d'eau). La température est constante, à 20°C. La littérature indique que l'énergie de surface du verre est bien supérieure à celle du PDMS : $\gamma_{verre} \approx 83 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ [146] et $\gamma_{PDMS} \approx 21 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ [147]. Ces valeurs correspondent respectivement à un angle de contact θ_{verre} compris entre 10° et 30° en fonction de l'état de surface (rugosité et nettoyage) [148] et à $\theta_{PDMS} \approx 110^{\circ}$. Une surface en verre présente donc un mouillage plus important, ce qui revient à un angle de contact plus petit, qu'une surface en PDMS [41].



FIGURE 3.23: Vue de côté d'une goutte d'eau milli-Q posée sur du verre (à gauche, angle de contact $\theta = 17^{\circ}$), sur un substrat de PDMS "mou" lisse (au centre, angle de contact $\theta = 110^{\circ}$) et sur un substrat de verre avec une couche de PDMS adsorbé lisse (à droite, angle de contact $\theta = 99^{\circ}$). Les mesures d'angle de contact sont faites avec une précision de ± 2 degrés.

La figure 3.23 confirme ces prévisions. Elle montre aussi que l'énergie de surface du substrat rigide avec une couche de PDMS adsorbé est beaucoup plus proche de celle du substrat en PDMS que de celle du verre, ce qui est l'objectif de l'opération. Cependant, cette énergie de surface n'est pas exactement égale à celle du substrat en PDMS et nous pouvons nous attendre à ce que cela ait un impact sur le pelage.

Ensuite, nous avons mesuré l'angle de contact d'une goutte d'eau déposée sur un substrat lisse (voir figure 3.23) et un substrat texturé ayant subi une adsorption de PDMS afin de vérifier que cette dernière s'était déroulée correctement. Nous avons également comparé les mesures expérimentales obtenues avec les modèles de Wenzel et de Cassie-Baxter, qui détaillent pour deux cas extrêmes la façon dont une rugosité peut affecter le mouillage et la valeur des angles de contact.

Modèle de Wenzel

Ce modèle s'applique au cas d'un solide plutôt hydrophile présentant un bon mouillage et une pénétration totale du liquide dans les anfractuosités de la surface, comme illustré par la figure 3.24.



FIGURE 3.24: Schéma du mouillage corespondant aux hypothèses du modèle de Wenzel (Source : Wikipédia)

Selon le modèle de Wenzel [58], l'angle de contact d'une surface texturée θ_W^* peut être calculé à partir de l'angle de contact θ de cette même surface lorsqu'elle est lisse, selon l'équation :

$$\cos\theta_W^* = r\cos\theta \tag{3.1}$$

où r est le coefficient de rugosité qui correspond au rapport et re la surface réelle et la surface apparente (voir la figure 3.25)



FIGURE 3.25: À gauche : surface réelle pour une texture d'une profondeur de 10 µm, on obtient une étendue de 60 µm pour une unité de surface. À droite : surface apparente, on obtient une étendue de 40 µm pour une unité de surface. Le ratio r devient donc 60/40 = 3/2 = 1,5 pour une texture de profondeur de 10 µm et selon le même raisonnement, r = 50/40 = 1,25 pour une texture de profondeur 5 µm.

Dans le cas des surfaces texturées utilisées ici (rayures de 20 µm de large selon une périodicité du motif de 40 µm) on obtient un coefficient de rugosité $r_{théorique} = 1, 5$ pour une profondeur de 10 µm et $r_{théorique} = 1, 25$ pour une profondeur de 5 µm. La figure 3.25 présente le détail du calcul de ce coefficient.

Dans le cas du substrat avec une couche de PDMS adsorbé, $\theta = 99^{\circ}$, on s'attend donc à obtenir $\theta_W^* = 104^{\circ}$ pour les subtrats de profondeur 10 µm et $\theta_W^* = 101^{\circ}$ pour les substrats de profondeur 5 µm. Dans le cas du substrat en PDMS, $\theta = 110^{\circ}$, ce qui conduit à $\theta_W^* = 121^{\circ}$ pour les subtrats de profondeur 10 µm et $\theta_W^* = 115^{\circ}$ pour les substrats de profondeur 5 µm.

Modèle de Cassie-Baxter

Ce modèle s'applique au cas d'un solide hydrophobe présentant un faible mouillage. Le liquide ne pénètre pas dans les anfractuosités de la surface, comme illustré par la figure 3.26. Des bulles d'air sont piégées entre le substrat et le liquide, qui se retrouve suspendu sur les sommets du relief de la texture.



FIGURE 3.26: Schéma du mouillage corespondant aux hypothèses du modèle de Cassie-Baxter (Source : Wikipédia)

Selon le modèle de Cassie-Baxter [59], l'angle de contact d'une surface texturée θ_{CB}^* peut être calculé à partir de l'angle de contact θ de cette même surface lorsqu'elle est lisse, selon l'équation :

$$\cos\theta_{CB}^* = f(1 + r_f \cos\theta) - 1 \tag{3.2}$$

où f est la fraction de surface solide mouillée par rapport à la surface apparente et r_f est le coefficient de rugosité de la surface mouillée.



FIGURE 3.27: À gauche : surface apparente. À droite : surface mouillée.

Dans le cas des textures utilisées ici, on obtient f = 0, 5 et r = 1, comme détaillé sur la figure 3.27. La profondeur des rayures n'a en effet plus d'importance puisque seule la surface mouillée est prise en considération. On considère de plus que cette surface est lisse. L'équation de Cassie-Baxter peut donc être réécrite :

$$\cos\theta_{CB}^* = 0, 5 \ (1 + \cos\theta) - 1 \tag{3.3}$$

Dans le cas du substrat avec une couche de PDMS adsorbé, $\theta = 99^{\circ}$, on s'attend donc à obtenir $\theta_{CB}^* = 125^{\circ}$. Dans le cas du substrat en PDMS, $\theta = 110^{\circ}$, ce qui conduit à $\theta_{CB}^* = 132^{\circ}$. Ces valeurs sont identiques pour les subtrats texturés à une profondeur de 5 et 10 µm.

Résultats

| Type de surface | Profondeur | Numéro | Angle de contact |
|------------------------|---------------|--------|------------------|
| Couche de PDMS adsorbé | $10\mu{ m m}$ | 1 | 115° |
| Couche de PDMS adsorbé | $10\mu{ m m}$ | 2 | 116° |
| Couche de PDMS adsorbé | $10\mu{ m m}$ | 3 | 108° |
| Couche de PDMS adsorbé | 10 µm | 4 | 106° |
| Couche de PDMS adsorbé | 10 µm | 5 | 115° |
| Couche de PDMS adsorbé | 10 µm | 6 | 109° |
| Couche de PDMS adsorbé | 10 µm | 7 | 110° |
| Couche de PDMS adsorbé | $5\mu{ m m}$ | / | 103° |
| PDMS déformable | 10 µm | 1 | 123° |
| PDMS déformable | 10 µm | 2 | 124° |
| PDMS déformable | $5\mu{ m m}$ | / | 120° |

Le tableau 3.1 présente un récapitulatif des angles de contact que nous avons mesuré sur les subtrats en PDMS texturé.

TABLE 3.1: Tableau présentant les angles de contact mesurés sur des substrats texturés en PDMS. Des numéros différents ont été attribués aux substrats présentant les mêmes caractéristiques. Les lignes colorées correspondent aux substrats qui ont été utilisés lors des expériences de pelage présentées au Chapitre 4. Les autres en ont été écartés en raison de défauts de fabrication (par exemple, la présence de bulles sur une partie de la surface). Les mesures d'angle de contact sont réalisées avec une précision de +/-2 degrés.

La plupart des valeurs mesurées ne correspondent ni aux prévisions du modèle de Wenzel ni à celles du modèle de Cassie-Baxter, rappelées dans le tableau 3.2.

| Type de surface | Profondeur | θ_W^* | θ^*_{CB} |
|------------------------|--------------|--------------|-----------------|
| Couche de PDMS adsorbé | 10 µm | 104° | 125° |
| Couche de PDMS adsorbé | $5\mu{ m m}$ | 101° | 125° |
| PDMS déformable | 10 µm | 121° | 132° |
| PDMS déformable | $5\mu{ m m}$ | 115° | 132° |

TABLE 3.2: Tableau récapitulant les angles de contact prévus par les modèles de Wenzel θ_W^* et de Cassie-Baxter θ_{CB}^* pour les subtrats texturés en PDMS (angle de contact pour surface lisse : 110°) ou avec une couche de PDMS adsorbé (angle de contact pour surface lisse : 99°) utilisés dans cette thèse.

Ce résultat n'a rien d'étonnant, car ces deux modèles correspondent à des comportements extrêmes (pénétration totale ou nulle de la texture). Bien que nous n'ayons pas été en mesure de nous en assurer, il est probable que le mouillage de ces substrats se présente dans un état intermédiaire. On constate toutefois que les angles de contact mesurés sont généralement plus proches de ceux prévus par le modèle de Wenzel que par le modèle de Cassie-Baxter. Cela suggère que l'eau a bien envahi la texture, même si des bulles d'air sont restées piégées. Selon la littérature [149], l'état de Cassie-Baxter ne peut être stable qu'à condition de respecter $\cos \theta \leq -(1 - f)/(r - f)$, où θ est l'angle de contact, r est le coefficient de rugosité et f est la fraction de surface solide mouillée par rapport à la surface apparente. En effet, l'état de Cassie-Baxter est moins favorable énergétiquement que l'état de Wenzel en raison de l'existence d'une interface libre entre le liquide et l'air piégé, qui représente un coût énergétique supplémentaire par rapport au cas d'une pénétration totale du liquide dans la texture. Dans le cas des substrats texturés à 10 µm (f = 0,5 et r = 1,5), cela revient à un angle de contact supérieur ou égal à 120° et dans le cas des substrats texturés à 5 µm (f = 0,5 et r = 1,25), supérieur ou égal à 132°.

Or, les angles de contact mesurés sur les subtrats présentés dans le tableau 3.1 sont généralement nettement inférieurs. On ne s'attend donc pas à observer un état de Cassie-Baxter stable, mais plutôt un état proche de celui de Wenzel.

On constate des écarts non négligeables entre les mesures effectuées sur les sept substrats de PDMS adsorbé et texturé à une profondeur de 10 µm. Il peut s'agir de l'effet d'une adsorption de qualité différente, plus ou moins homogène, sur chaque substrat. On constate en effet que les substrats qui proviennent d'une même série et qui ont donc été soumis aux mêmes conditions de fabrication (n°6 et n°7, n°1 et n°5) présentent des mesures d'angle de contact similaires. Parmi les causes pouvant créer ces variations, on peut soupçonner des écarts de température de chauffage lors de l'étape d'adsorption ou d'un nettoyage préalable de la surface des substrats plus ou moins efficace. Une autre hypothèse possible s'appuie sur l'existence d'une pression d'intrusion nécessaire pour passer d'un état suspendu de type Cassie-Baxter à un état de type Wenzel : dans le cas des substrats texturés à une profondeur de 10 µm, cette pression d'intrusion serait trop faible pour permettre une pénétration complète de la texture ce qui conduirait à des angles de mouillage intermédiaires.

Nous nous attendons à ce que ces variations se ressentent sur les résultats obtenus lors des expériences de pelage, et notamment sur les mesures de la force de pelage, qui sont détaillées au Chapitre 4.

3.2.4 Mesure de module élastique et d'énergie de surface

Nous avons utilisé un dispositif conçu par Christophe Poulard au Laboratoire de Physique des Solides (LPS), qui est rattaché à l'université de Paris-Saclay. Ce dispositif expérimental est présenté sur la figure 3.28. L'échantillon est posé sur une surface plane, liée à un capteur de force et à une platine de translation permettant de modifier la position de l'échantillon. Une lentille de PDMS de rayon connu est fixée à une platine de translation verticale. Cette dernière se déplace à vitesse contrôlée pour mettre lentement en contact la lentille et le substrat, en plusieurs pas successifs suivis d'une période de relaxation nécessaire à l'établissement de l'équilibre. Une caméra permet de visualiser le contact.

Une chronophotographie présentant l'établissement du contact entre la sphère de PDMS et le substrat est présentée sur la figure 3.29. Ces images sont ensuite utilisées pour obtenir le rayon de l'aire de contact selon la force appliquée F.



FIGURE 3.28: Photographie et schéma du dispositif expérimental (Laboratoire de Physique des Solides, Orsay) [144]



FIGURE 3.29: Chronophotographie de l'établissement du contact lors d'un test JKR.

Un exemple de l'évolution de la force appliquée en fonction du rayon de l'aire de contact lors d'une charge (compression des deux surfaces) suivie d'une décharge (décompression des deux surfaces) est présenté sur la figure 3.30. Le cycle se parcourt d'abord dans le sens des rayons croissants avec la charge (en rouge), puis décroissants avec la décharge (en noir).

On constate un phénomène d'hystérésis entre la charge et la décharge. Le début de la décharge, qui correspond donc aux grands rayons (soit a $\geq 3,5.10^{-4}$), n'est pas pris en compte lors du calcul du module de Young et de l'énergie de surface.



FIGURE 3.30: Force normalisée $F_n = F/\sqrt{6\pi a^3}$ en fonction du rayon normalisé de l'aire de contact $a_n = a^{3/2}/\sqrt{6\pi R}$ (*R* étant le rayon de la lentille de PDMS). Cas d'une charge (compression du PDMS) suivie d'une décharge (relaxation du PDMS) lors d'un test JKR, pour un substrat de PDMS déformable lisse réticulé à température ambiante (20°C). Les incertitudes horizontales proviennent d'une estimation de l'erreur lors de la mesure du diamètre de l'aire de contact (un point correspond à une mesure), et les incertitudes horizontales correspondent à l'écarttype des variations du signal de force (un point correspond à une moyenne sur cinquante mesures).

La théorie JKR, nommée ainsi d'après ses auteurs Johnson, Kendall et Roberts [65] porte sur l'étude du contact entre une sphère et un plan. Elle combine la déformation élastique de l'un ou des deux objets en contact et le gain d'une énergie de surface au niveau de ce contact [150]. Cette théorie est désormais couramment utilisée pour effectuer des tests d'adhésion [144, 150–158] et pour déterminer à la fois le module de Young d'un matériau et son énergie de surface.

Le test JKR consiste à appuyer une sphère souple sur un substrat (rigide ou non) et à mesurer le rayon de l'aire de contact en fonction de la force appliquée à la sphère F, comme illustré par la figure 3.31. En effet, le matériau élastique va se déformer lors du contact, augmentant ainsi son énergie élastique. La taille de la zone de contact va s'élargir progressivement lors de l'augmentation de la force F, de telle sorte à minimiser l'énergie du système (énergie de Dupré par unité de surface, généralement notée W).



FIGURE 3.31: Principe du test JKR [157]. La notation P correspond ici à la force appliquée sur la sphère F.

La théorie JKR donne alors la formule suivante :

$$F = \frac{4a^3 E^*}{3R} - \sqrt{8\pi E^* W a^3} \tag{3.4}$$

avec F la force appliquée à la sphère, R son rayon, a le rayon de la zone de contact, W l'énergie de Dupré, qui est ici approximativement égale à 2γ où γ est l'énergie de surface du substrat, et E^* le module de contact.

Le module E^* est une combinaison entre le module de Young des deux surfaces en contact et leurs coefficients de Poisson respectifs, selon la formule :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \tag{3.5}$$

On obtient ici $E^* = \frac{E}{2(1 - \nu_{PDMS}^2)}$, avec $\nu_{PDMS} \approx 0, 5.$ [144, 159].

Le tracé de la force normalisée $(F_n = F/\sqrt{6\pi a^3})$ appliquée sur la sphère en fonction du rayon de l'aire de contact normalisé $(a_n = a^{3/2}/\sqrt{6\pi R}, \text{où } R \text{ est}$ le rayon de la sphère de PDMS) donne une droite affine. On peut extraire de cette courbe le module de Young E du substrat et son énergie de surface $\gamma = W/2$. Nous avons ainsi pu mesurer le module de Young et l'énergie de surface pour différents échantillons.

Au cours de cette thèse, nous avons délibérement modifié le ratio d'agent réticulant du PDMS afin de faire varier sa rigidité [160]. L'objectif était de déterminer l'impact de cette dernière sur le pelage d'un ruban adhésif. Nous avons ainsi mesuré le module de Young et l'énergie de surface de plusieurs substrats de PDMS déformables lisses pour différents ratios d'agent réticulant. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4.3.

| Ratio d'agent réticulant | Module de Young | Énergie de surface |
|--------------------------|----------------------------------|--|
| 1 pour 5 | $1{,}73$ $\pm0{,}04\mathrm{MPa}$ | $19 \pm 2 \mathrm{mJ} \cdot \mathrm{m}^{-2}$ |
| 1 pour 10 | 1,10 $\pm 0,02\mathrm{MPa}$ | $13 \pm 2 \mathrm{mJ} \cdot \mathrm{m}^{-2}$ |
| 1 pour 20 | $0{,}41$ ${\pm}0{,}07{\rm MPa}$ | $15 \pm 2 \mathrm{mJ} \cdot \mathrm{m}^{-2}$ |

TABLE 3.3: Module de Young et énergie de surface pour plusieurs substrats de PDMS déformable lisse avec différents ratios d'agent réticulant et pour une réticulation effectuée à 60°C pendant 24h. Le module de Young correspond à une moyenne entre la mesure effectuée en charge et la mesure effectuée en décharge.

Le ratio d'agent réticulant recommandé par le fabricant est de 1 pour 10. On constate que modifier ce ratio affecte significativement la rigidité du PDMS. Plus il y a de réticulant, et plus le PDMS est dur (le doubler revient à augmenter le module de Young de 55 %, le diviser par deux revient à diminuer le module de Young d'environ 60 %). Doubler la quantité d'agent réticulant correspond ainsi à une augmentation relative du module de Young de 0,6 à 0,7 MPa.

Dans la littérature, on trouve pour le PDMS une énergie de surface comprise entre 19 et $22 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ [161]. Ces valeurs sont assez proches de celles que nous avons obtenues. L'écart pourrait être issu d'une propreté insuffisante de la surface du PDMS. En effet, les mesures JKR sur ces substrats n'ont été effectuées qu'après de nombreux pelages de ruban adhésif et un nettoyage limité avec de l'eau et de l'éthanol. Les poussières et résidus de colle qui n'auraient pas pas été enlevés par ce nettoyage pourraient modifier l'énergie de surface.

Nous avons ensuite caractérisé deux substrats de PDMS déformables lisses ayant réticulé à des températures de chauffage différentes, ce qui est un facteur pouvant affecter le module de Young du PDMS [162,163]. Les résultats sont présentés dans le tableau 3.4. On constate que la température à laquelle s'est produite la réticulation a bel et bien un effet sur le module de Young, mais plus léger que celui correspondant à une modification du ratio de réticulant. Nous pouvons donc considérer que de légères variations de température (< 10°C), qui ont parfois eu lieu lors de la préparation de nos substrats, n'ont pas d'impact significatif sur la rigidité des subtrats en PDMS.

| Numéro | Module de Young | Énergie de surface |
|--------|---------------------------------|--|
| 20°C | $0,79\ \pm0,03\mathrm{MPa}$ | $14 \pm 2 \mathrm{mJ} \cdot \mathrm{m}^{-2}$ |
| 60°C | $1,\!10\pm\!0,\!02\mathrm{MPa}$ | $13 \pm 2 \mathrm{mJ} \cdot \mathrm{m}^{-2}$ |

TABLE 3.4: Module de Young et énergie de surface pour deux substrats de PDMS déformable lisse avec un ratio d'agent réticulant de 1 pour 10, pour deux températures de chauffage différentes lors de la réticulation (24h de chauffage pour T= 60° C). Le module de Young correspond à une moyenne entre la mesure effectuée en charge et la mesure effectuée en décharge, les deux étant toujours très proches.

3.3 Conclusion

Nous récapitulons ici les différents types de substrats texturés qui seront utilisés dans le Chapitre 4. Dans chaque cas, une version lisse de ces mêmes substrats a également été réalisée et exploitée.

Substrats rigides en PMMA (plexiglas)

<u>Motif utilisé</u> : rayures transverses au sens de pelage, de largeur $80 \,\mu\text{m}$, de profondeur $5 \,\mu\text{m}$, $6 \,\mu\text{m}$, $15 \,\mu\text{m}$, $30 \,\mu\text{m}$ ou $50 \,\mu\text{m}$, avec une périodicité $160 \,\mu\text{m}$ Technique de fabrication : usinage avec une micro-fraiseuse

<u>Difficultés notables</u> : surfaces abîmées (présence de sillons ou de reliefs non souhaités), problèmes d'homogénétité sur l'intégralité d'un échantillon en raison de l'usure de la micro-fraise pendant l'usinage, énergie d'adhésion élevée

Substrats rigides en PDMS adsorbé sur une couche d'Araldite 2020

 $\underline{\rm Motif}$ utilisé : rayures transverses au sens de pelage, de largeur 20 µm, de profondeur 5 µm ou 10 µm, avec une périodicité 40 µm

<u>Technique de fabrication</u> : lithographie optique, moulage en PDMS et fabrication d'une surface rigide texturée en Araldite 2020 à partir de ce moule (sur une lame de microscope), puis adsorption de PDMS

<u>Difficultés notables</u> : adsorption plus ou moins bien réussie selon les substrats, énergie de surface légèrement différente de celle du PDMS, fragilité qui limite le nombre de pelages successifs, processus de fabrication long

Substrats déformables en PDMS

 $\underline{\rm Motif}$ utilisé : rayures transverses au sens de pelage, de largeur 20 µm, de profondeur 5 µm ou 10 µm, avec une périodicité 40 µm

 $\frac{\text{Technique de fabrication}}{\text{sur lame de microscope}}:$ lithographie optique, moulage en PDMS et collage

<u>Difficultés notables</u> : légères variations de rigidité, d'énergie de surface et d'épaisseur entre différents substrats (influence de la température de réticulation, du ratio d'agent réticulant...)

Les subtrats en PDMS souffrent d'une variabilité de leurs propriétés de surface non négligeable en raison de leur dépendance aux conditions de fabrication. Cependant, la technique de lithographie optique permet d'obtenir des textures beaucoup plus propres que le micro-usinage avec une micro-fraiseuse qui fut utilisée pour les subtrats en PMMA.

Chapitre 4

Pelages sur substrats texturés

Quand tout est fichu, il y a encore le courage. Daniel Pennac

Sommaire

| 4.1 | \mathbf{Disp} | oositifs expérimentaux $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots 127$ |
|-----|-----------------|---|
| | 4.1.1 | Pelages à hautes vitesses |
| | 4.1.2 | Pelages à très basses vitesses |
| 4.2 | Pela | ge sur substrats rigides en PMMA |
| | 4.2.1 | Résultats préliminaires |
| | 4.2.2 | Instabilité de stick-slip |
| | 4.2.3 | Récapitulatif $\ldots \ldots 141$ |
| 4.3 | Pela | ges sur substrats rigides avec adsorption de PDMS 141 |
| | 4.3.1 | Effet de l'adsorption de PDMS |
| | 4.3.2 | Effet du temps de pose sur le substrat 144 |
| | 4.3.3 | Effet du nettoyage $\dots \dots \dots$ |
| | 4.3.4 | Effet de la texture $\dots \dots \dots$ |
| | 4.3.5 | Récapitulatif $\ldots \ldots 153$ |
| 4.4 | Pela | ges sur substrats en PDMS déformable |
| | 4.4.1 | Effet de la rigidité du substrat |
| | 4.4.2 | Effet du temps de pose |
| | 4.4.3 | Effet de l'épaisseur |
| | 4.4.4 | Effet de la texture $\dots \dots \dots$ |
| | 4.4.5 | Résumé |
| 4.5 | Disc | ussion sur l'évolution de la force |
| 4.6 | Con | clusion |

Les substrats présentés dans le Chapitre 3 ont été utilisés pour effectuer de nombreuses expériences de pelage de ruban adhésif qui seront présentées au cours de cette partie. Chacune de ces expériences a été réalisée à vitesse imposée, en utilisant deux dispositifs expérimentaux différents qui permettent ensemble d'explorer cinq décades de vitesses de pelage.

4.1 Dispositifs expérimentaux

Nous avons utilisé comme ruban adhésif le Scotch[®] 3M 600 au cours de toutes les expériences que nous avons faites. Ce ruban adhésif est constitué d'un dos élastique en UPVC de 30 µm d'épaisseur et de 19 mm de largeur, ainsi que d'une couche d'adhésif acrylique de 15 µm d'épaisseur. Ce choix fut motivé par sa production industrielle massive qui assure une faible variabilité de ses propriétés d'un rouleau à l'autre. Afin d'obtenir une très large gamme de vitesses de pelage (de $3.10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$), nous avons utilisé deux dispositifs expérimentaux différents.

4.1.1 Pelages à hautes vitesses

Les pelages à hautes vitesses ($V > 2.10^{-3} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$) ont été effectués avec le dispositif présenté sur la figure 4.1, qui se situe au laboratoire de Physique de l'ENS de Lyon (LPENSL) Le principe consiste à coller une extrémité du ruban adhésif sur l'axe d'un moteur cylindrique et l'autre sur la plaque de plexiglas située à une distance L du moteur.



FIGURE 4.1: Schéma du dispositif expérimental utilisé pour les pelages sur PMMA avec photographies du front de pelage montrant son avancée, vue par la caméra, au cours d'une expérience. Les points rouges correspondent à la position du front de pelage. La flèche rouge indique la direction de propagation du front de pelage.

Une fois le ruban adhésif en place, l'expérimentateur fait tourner le moteur à une vitesse constante V_m . La gamme de vitesses exploitable va de $0,002 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ à $3 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$. Le moteur arrache alors le ruban adhésif du substrat. La vitesse d'arrachage, dite de pelage et notée V_p peut être légèrement différente de la vitesse du moteur. Il s'agit d'un effet géométrique de l'angle du ruban avec le substrat : ainsi $V_p = V_m/(1 - \cos(\theta))$. Une caméra rapide (Photon SA5) permet d'observer l'avancée du front de pelage sur une longueur d'environ 2 cm, avec une fréquence d'acquisition

pouvant aller jusqu'au million d'images par seconde et une résolution spatiale de 5 µm à travers la plaque de plexiglas qui est transparente. Cette plaque peut être utilisée en tant que substrat et le ruban adhésif être directement pelé sur elle, ou bien comme support pour un autre substrat (dos de ruban adhésif, lame de microscope...).

Pour mesurer la force associée à un pelage, définie par la force exercée par le ruban au niveau du front de pelage, on utilise un capteur de force en forme de S (jauges de contraintes TestWell) doté d'une plage de mesure de 10 N. Celui-ci est inséré entre la plaque en plexiglas et son support, comme présenté sur la figure 4.1. Lorsque le ruban adhésif est pelé de la plaque de plexiglas, celle-ci va tirer sur le capteur piezo-électrique capable de convertir une contrainte en déformation, puis en tension. La plaque en plexiglas est uniquement retenue par le capteur et ne touche pas le support. Il n'y a donc pas de perte d'énergie qui pourrait fausser la valeur de la force mesurée. Le capteur piezo-électrique est placé au centre de la plaque de plexiglas, mais un peu à côté du champ de la caméra. Le pelage ne s'effectue donc pas au centre de la plaque de plexiglas mais légèrement à côté de ce dernier; ce qui permet de simultanément visualiser le front de pelage et de mesurer la force de pelage. Nous avons par ailleurs vérifié que ce décalage entre la position du capteur de force et l'endroit où le ruban adhésif est effectivement pelé n'a pas d'impact significatif sur la mesure de la force.

Avec ce dispositif, l'angle de pelage θ et la longueur de ruban L ne sont pas exactement constants au cours de l'expérience. Cependant, au cours d'une expérience avec une longueur de ruban moyenne L = 50 cm et sur au maximum 2 cm de pelage (ce qui correspond à la distance maximale visible dans le champ de la caméra), ces variations restent faibles et peuvent être négligées.



FIGURE 4.2: Figure de gauche : schéma de l'évolution de l'angle de pelage. Le champ de la caméra ne peut enregistrer le pelage qu'entre les points A et B, les angles correspondants étant mesurés expérimentalement.

En effet, nous avons pu calculer ces variations grâce aux formules suivantes, dont les notations sont explicitées sur la figure 4.2 :

$$\Delta \theta = \beta - \alpha = \arctan\left(\frac{H}{L}\right) - \arctan\left(\frac{h}{L}\right) \tag{4.1}$$

$$\frac{\Delta L}{L} = \sqrt{1 + \left(\frac{H}{L}\right)^2} - \sqrt{1 + \left(\frac{h}{L}\right)^2} \tag{4.2}$$

Le tableau 4.1 présente ainsi, pour plusieurs longueurs L, les variations d'angle de pelage et de longueur de ruban entre le début et la fin de l'expérience. On constate que ces variations sont bien suffisamment petites pour être négligées dans le cas où L = 50 cm, étant de l'ordre de 2 % pour θ et de 5 % pour L.

| L | 100 cm | $75~\mathrm{cm}$ | $50~{\rm cm}$ | $25~\mathrm{cm}$ |
|-----------------------------------|---------|------------------|---------------|------------------|
| $\Delta 	heta$ | 1.0 ° | 1.2 ° | 1.8° | 2.9 ° |
| $\frac{\Delta L}{L}$ (pour mille) | 1.26 | 2.24 | 5 | 18 |

TABLE 4.1: Variations d'angle et de longueur au cours d'une même expérience

De ce fait, nous avons considéré l'angle de pelage ainsi que la longueur du ruban constants lors de toutes nos expériences. Il apparaît aussi clairement que plus la distance entre le moteur et la plaque de plexiglas est élevée, plus ces approximations sont valides.

Le dispositif expérimental du LPENSL a été exploité pour chacun des substrats présentés dans le Chapitre 3 (substrats en PMMA rigide, en couche de PDMS adsorbé sur verre ou Araldite 2020, et en PDMS déformable) avec quelques adaptations spécifiques à chaque type de substrat.

Substrats en PMMA

Pour rappel, les substrats de PMMA sont constitués d'une plaque de plexiglas usinée par une micro-fraiseuse selon les spécifications données sur la figure 4.3. Cette plaque de plexiglas est directement fixée sur le capteur de force à l'aide d'une vis positionnée au niveau de son centre (il s'agit du cercle situé au milieu du schéma sur la figure 4.3). Le dispositif expérimental correspond donc exactement à celui présenté sur la figure 4.1.

Nous ne disposions pas encore de toute la gamme de vitesses exploitable sur ce dispositif expérimental lors des expériences effectués sur les substrats de PMMA. En effet, les vitesses inférieures à $0.05 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ sont atteintes grâce à l'ajout d'un réducteur qui ne fut installé qu'après ces séries d'expérience. La gamme de vitesses réellement exploitée dépend aussi des caractéristiques des substrats, et en particulier leur longueur. Il est nécessaire que la durée du pelage soit nettement supérieure au temps de réponse du capteur de force, qui est d'environ 2 ms. Sinon, ce dernier n'est pas en mesure de fournir un signal exploitable.



FIGURE 4.3: Représentation schématique d'un substrat typique fabriqué en PMMA, ici avec une profondeur des rayures 5 µm en moyenne.

En pratique, les mesures de force ont été limitées à une vitesse maximum de de $2,4 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour les substrats de PMMA lisse non usiné et sablé, de $0.8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour les subtrats de PMMA texturé à 6, 15, 30 et 50 µm de profondeur, et de $1,6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour les substrats de PMMA lisse usiné et texturé à 5 µm.

Substrats en PDMS

Les expériences sur les substrats en PDMS ont été réalisées sur deux dispositifs différents. Ce fut dans l'optique de rendre les substrats exploitables par ces deux dispositifs que nous avons choisi d'utiliser une lame de microscope (76 mm en longueur et 26 mm en largeur) comme base pour tous les substrats en PDMS. La lame de microscope, recouverte du matériau et de la texture choisis, peut ainsi être insérée indifféremment dans l'un ou l'autre dispositif.

Le dispositif du LPENSL a été légèrement modifié pour pouvoir utiliser une lame de microscope comme substrat. Le dispositif adapté est présenté sur la figure 4.4. La longueur L est fixée à 50 cm et l'angle de pelage θ autour de 90°. Ce dispositif permet d'explorer une gamme de vitesses comprises entre $2.10^{-3} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et 2,5 m $\cdot \text{s}^{-1}$. La longueur du substrat (environ 7 cm) ne permet pas de faire des pelages au-delà de 2,5 m $\cdot \text{s}^{-1}$. Pour L = 50 cm, l'accélération du moteur n'est en effet pas suffisante pour atteindre des vitesses plus élevées (le pelage est déjà terminé quand le moteur atteint la vitesse de consigne). Les mesures de force n'ont été effectuées que jusqu'à 1,4 m $\cdot \text{s}^{-1}$ environ, avec des signaux de qualité moindre (signal très bref) dès 1,0 m $\cdot \text{s}^{-1}$. Enfin, l'ajout d'un réducteur sur le moteur nous a permis d'atteindre les vitesses inférieures à 0,05 m $\cdot \text{s}^{-1}$.



FIGURE 4.4: Schéma du dispositif expérimental utilisé pour les études présentées dans ce chapitre, de profil et de face. Le substrat d'intérêt a été déposé sur une lame de microscope qui est elle-même maintenue sur une plaque de plexiglas.

Enfin, la lame de microscope est fixée sur une plaque de plexiglas transparent. Le système de fixation est constitué de deux barres vissées de chaque côté de la lame de microscope, dans le sens de la longueur. Ces barres compriment fortement la lame de microscope afin d'assurer son maintien lors du pelage d'un ruban adhésif. Dans cette configuration, le substrat a donc une position verticale.

4.1.2 Pelages à très basses vitesses

Le second dispositif expérimental, illustré par la figure 4.5, a été assemblé par Christophe Poulard au Laboratoire de Physique des Solides (LPS) de l'Université de Paris-Saclay. Il permet d'explorer une gamme de vitesses comprises entre 3.10^{-6} m·s⁻¹ et 1.10^{-2} m·s⁻¹ et a uniquement été utilisé pour des substrats en PDMS.

Une extrémité du ruban adhésif est fixée sur le capteur de force, lui-même vissé à la platine de translation verticale qui va tirer sur le ruban au cours du pelage. L'autre extrémité du ruban adhésif est collée sur le substrat, qui est lui-même maintenu sur la platine de translation horizontale. Cette dernière va avancer lors du pelage, en coordination avec le mouvement de la platine verticale, afin de permettre de peler le ruban à vitesse constante et sans modification de l'angle de pelage $\theta = 90^{\circ}$ (la longueur du ruban L, en revanche, ne fait que croître tout au long du pelage). Le front de pelage est ainsi fixe par rapport à la caméra, située en dessous de la platine de translation horizontale et pouvant visualiser le front de pelage à travers une zone évidée de la platine. Dans cette configuration, la lame de microscope se trouve donc dans une position horizontale.



FIGURE 4.5: Schéma du dispositif expérimental utilisé au LPS. Le point rouge correspond au front de pelage, zone qui sera visualisée par la caméra et qui restera fixe tout au long du pelage.

Les dispositifs du LPENSL et du LPS permettent ainsi d'atteindre des vitesses de pelage sur un même substrat comprises entre $3.10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ à $2.5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, avec un recouvrement entre $2.10^{-3} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $1.10^{-2} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Dans les deux cas, il est possible de visualiser le front de pelage et d'obtenir une mesure de la force moyennée temporellement durant l'intégralité du pelage.

4.2 Pelage sur substrats rigides en PMMA

Cette étude est scindée en deux parties. La première concerne des résultats préliminaires obtenus sur des substrats en PMMA lisse non usiné, sablé, et avec une texture dont les rayures ont une profondeur de 6, 15, 30 et 50 μ m. Ces substrats texturés ont la particularité d'être relativement courts (environ 6 cm de long) ce qui a permis de réduire les temps d'usinage lors de leur fabrication. La seconde présente une étude plus poussée effectuée avec un substrat lisse usiné (c'est-à-dire dont la surface a été lissée par une micro-fraise) et un substrat texturé à 5 μ m, d'une longueur de 12 cm.

4.2.1 Résultats préliminaires

La figure 4.6 présente la force de pelage selon la vitesse pour un substrat en PMMA lisse (non usiné) et un substrat en PMMA sablé, c'est-à-dire dont la surface présente une rugosité aléatoire (avec une moyenne de 20 µm, comme vu sur la figure 3.17). On constate que la présence de cette rugosité diminue la force de pelage (d'une valeur de 1 N en moyenne). Cela peut s'expliquer par une surface de contact moindre entre le substrat et le ruban adhésif, qui se retrouve suspendu sur les aspérités du substrat.



FIGURE 4.6: Force de pelage en fonction de la vitesse pour un substrat de PMMA lisse (non usiné) et de PMMA sablé. Chaque point correspond à une moyenne sur dix expériences, les barres d'erreur étant l'écart-type.

À partir de $V = 2,1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, on commence à observer quelques pelages présentant des dynamiques d'oscillation ou de stick-slip sur le PMMA lisse, mais pas sur le PMMA sablé. Cela semble indiquer que la rugosité est un frein au développement de l'instabilité, soit en l'empêchant soit en décalant son seuil d'apparition.

Nous n'avons pas observé de chute de la force de pelage, signature de la présence d'une instabilité de stick-slip, à haute vitesse sur le PMMA lisse. Toutefois, nous pensons qu'elle a bel et bien lieu pour des vitesses supérieures à ce que nous pouvons mesurer avec le capteur de force. En effet, le temps de réponse de ce dernier, qui est d'environ 2 ms, ne nous permet pas d'obtenir un signal stable pour des vitesses supérieures à $V = 2.4 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, mais nous observons bien du stick-slip au-delà de cette valeur. On constate aussi que l'évolution de la force de pelage avec la vitesse apparaît différente selon le substrat. Nous proposons d'ajuster cette évolution selon une loi de puissance $F(V) \sim V^p$, où l'exposant p correspond à la pente quand on utilise une échelle logarithmique, comme sur la figure 4.6. Dans le cas lisse, $p \approx 0, 1$ alors que dans le cas sablé, $p \approx 0, 2$ (pour $V > 0.3 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$). Cette différence dans l'évolution de la force de pelage avec la vitesse pourrait être due à l'aspect très hétérogène du substrat sablé. En effet, pour des surfaces micro-texturées avec des rainures périodiques (perpendiculaires à la direction de pelage moyenne) les exposants sont quasiment identiques pour les différentes profondeurs de rainures étudiées.



FIGURE 4.7: Force de pelage en fonction de la vitesse pour un substrat de PMMA lisse (non usiné) et deux substrats de PMMA texturé (à une profondeur de 6, 15 et 50 µm). Chaque point correspond à une moyenne sur dix expériences. Les barres d'erreur correspondent à l'écart-type.

La figure 4.7 présente la force de pelage selon la vitesse pour trois substrats : PMMA lisse, PMMA texturé usiné à 6 µm et PMMA texturé usiné à 50 µm. Ces deux derniers substrats utilisent le même motif de rainures avec une périodicité de 160 µm, comme vu au Chapitre 3. Les mesures de force sur ces deux substrats ne vont que jusqu'à $V = 0.8 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ en raison des limitations du temps de réponse du capteur de force et d'une longueur de pelage totale bien moindre que sur PMMA lisse (6 cm sur la surface texturée contre environ 16 cm sur la surface lisse).

On constate que le pelage sur le substrat de PMMA texturé usiné à 6 µm s'effectue selon une force similaire à celle du substrat de PMMA lisse. Là encore, l'instabilité de stick-slip a été observée pour des vitesses supérieures à celles permettant une mesure de la force. Les premiers pelages présentant du stick-slip se produisent vers $V = 1,2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. La présence de cette texture semble donc provoquer l'apparition de l'instabilité de stick-slip pour des vitesses plus faibles que sur le substrat lisse.

Les pelages sur le substrat de PMMA texturé usiné à 50 µm présentent une force de pelage bien inférieure à celle observée pour les pelages sur PMMA lisse. Cela s'explique par l'absence de pénétration de l'adhésif dans les creux de la texture, comme vu au Chapitre 3, en raison de la grande profondeur des rayures. Le ruban adhésif se retrouve suspendu sur les sommets du relief, de façon similaire à ce qui a pu se produire sur le substrat de PMMA sablé. La diminution de la surface de contact conduit à une diminution de la force d'adhésion, et donc de la force de pelage. En se basant sur le motif utilisé, qui doit diminuer la surface de contact de moitié, on s'attend à obtenir $F_{lisse} \approx 2 F_{texture}$.

On remarque cependant que $F_{lisse} \approx 4 F_{50\,\mu\text{m}}$. Cela peut s'expliquer par la topographie de cette surface texturée à 50 µm dont les hauts des rainures sont particulièrement rugueux (voir le Chapitre 3), ce qui ne permet en fait qu'un contact très limité avec l'adhésif. Enfin, nous n'avons pas pu observer le front de pelage avec une suffisamment bonne résolution pour confirmer ou infirmer la présence d'une instabilité de stick-slip à haute vitesse. La présence d'une texture aussi profonde représente en effet une gêne optique considérable.

On observe aussi sur la figure 4.7 que les exposants p des courbes $F(V) \sim V^p$ sont très proches les uns des autres, autour de 0,11. Il existe toutefois un écart plus important avec l'exposant correspondant à la courbe de force du substrat en PMMA texturé à 50 µm, qui est de 0,15.



FIGURE 4.8: Figure de gauche : force de pelage en fonction de la vitesse de pelage pour des surfaces de PMMA texturé usinées à quatre profondeurs différentes. Figure de droite : rapport $F_{rayures}/F_{lisse}$ en fonction de la vitesse de pelage. La légende est valable pour les deux figures. Chaque point correspond à une moyenne sur dix expériences.

Les résultats obtenus pour les substrats de PMMA texturés et usinés à 6 µm, 15 µm, 30 µm et 50 µm de profondeur sont présentés sur la figure 4.8. On observe que les comportements du ruban adhésif sur les substrats usinés à 15 µm et 30 µm de profondeur sont très similaires. Cela n'a rien d'étonnant puisque, dans les deux cas, l'adhésif ne pénètre pas ou peu la texture, et que les différentes surfaces du motif sont bien plus homogènes que celles du substrat usiné à 50 µm de profondeur (présence de défauts de surface conséquents, voir le Chapitre 3). On remarque que la force de pelage sur ces deux substrats est proche de $F_{lisse}/2$, ce qui correspond à l'éffet de la réduction de la surface de contact.

4.2.2 Instabilité de stick-slip

Afin d'améliorer la visualisation et la mesure de la force de pelage lors de l'instabilité de stick-slip, qui ne se produit sur un substrat en PMMA que pour des vitesses relativement élevées, nous avons besoin d'une plus longue surface de pelage. C'est pourquoi nous avons usiné un nouveau substrat avec une longueur de 12 cm et une profondeur moyenne de 5 µm (il s'agit du substrat représenté sur la figure 4.3).

Il faut bien noter qu'ici, la comparaison avec une surface lisse s'effectue à partir d'une surface qui a été préalablement lissée par micro-fraisage et pas à partir d'une surface qui n'a simplement pas été usinée, comme lors de la partie 4.2.1. L'objectif est d'obtenir un état de surface similaire pour le PMMA lisse et pour le PMMA texturé, correspondant aux zones jaunes et striées visibles sur la figure 4.9, dont les caractéristiques sont détaillées au Chapitre 3. Cette rugosité est de l'ordre de 1 à $2 \,\mu\text{m}$.



FIGURE 4.9: Visualisation en deux dimensions, par profilométrie optique interférentielle, d'un substrat en PMMA usiné à une profondeur de $15 \,\mu\text{m}$ (haut) et profil de ce même substrat (bas).

La figure 4.10 présente la force de pelage en fonction de la vitesse pour ces deux surfaces. La gamme de vitesses explorée pour ces mesures de force est comprise entre $0.05 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $1.6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. On constate que les courbes de force pour les substrats lisse et texturé se confondent pour des vitesses inférieures à $V < 0.6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Leur croissance sur cette gamme de vitesses correspond à un pelage régulier du ruban adhésif.

Ensuite, à partir de $V = 0.6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, on observe deux dynamiques différentes selon le substrat. Sur le plexiglas lisse, on remarque une légère décroissance de la courbe de force et l'apparition d'oscillations de vitesse lors du pelage. Sur le plexiglas texturé, on observe une chute brutale de la force puis un plateau à $F \approx 3 \text{ N}$. Cette chute de la force accompagne l'apparition d'une instabilité de stick-slip, après une courte transition par une dynamique d'oscillations.

La figure 4.10 permet également de comparer une surface de PMMA lisse usiné et de PMMA lisse non usiné, la différence résidant dans le passage d'une microfraise de 1 mm afin d'éviter la présence de grosses aspérités dans le cas du PMMA lisse usiné (voir le Chapitre 3). Cet usinage implique une rugosité d'entre 1 et $2 \mu m$, comme illustré par la figure 4.9.

On constate que la présence de cette rugosité modifie le comportement du ruban adhésif lors de son pelage et déclenche des oscillations, ces dernières étant absentes aux mêmes vitesses de pelage pour le PMMA lisse non usiné.



FIGURE 4.10: Force de pelage en fonction de la vitesse de pelage pour une surface de PMMA lissée avec une micro-fraise, d'une surface de PMMA lissée par micro-fraisage puis texturée avec des rayures transverses d'une périodicité de 160 µm et d'une profondeur de 5 µm, et d'une surface de PMMA lisse qui n'a pas été usinée. Chaque point correspond à une moyenne sur dix expériences.



FIGURE 4.11: Position du front de pelage en fonction du temps pour des expériences réalisées à une vitesse imposée de $1,0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ (à gauche) et de $1,6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ (à droite). En haut : pelages effectués sur le substrat de PMMA texturé à 5 µm de profondeur. Au milieu : pelages effectués sur le substrat de PMMA lisse (usiné). En bas : pelages effectués sur le substrat de PMMA lisse (usiné).

La figure 4.11 donne deux exemples de dynamiques observées sur le substrat de PMMA texturé à 5 µm, le substrat de PMMA lisse usiné et le substrat de PMMA lisse non usiné pour la même vitesse de pelage (vitesse imposée de $1,0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ ou de $1,6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$). On y observe ainsi, sur les figures situées en haut qui correspondent au substrat texturé, une série de cycles de stick-slip où l'arrêt du front de pelage est bien marqué pendant la phase de stick et où le micro-stick-slip est visible pendant la phase de slip. En revanche, sur les figures du milieu, qui présentent des oscillations et correspondent au substrat lisse, on remarque qu'il n'y a pas d'arrêt du front de pelage régulier qui peut être observé sur la surface en PMMA lisse non usiné pour ces mêmes vitesses de pelage.

De plus, on constate que si la période de l'instabilité augmente avec la vitesse dans le cas du substrat de PMMA texturé (1,5 ms pour une vitesse de 1,0 m·s⁻¹ et 1,8 ms pour une vitesse de 1,6 m·s⁻¹), elle reste constante dans le cas du substrat de PMMA lisse usiné (1,5 ms pour une vitesse de 1,0 m·s⁻¹ et 1,5 ms pour une vitesse de 1,6 m·s⁻¹), ce qui est une caractéristique des dynamiques de stick-slip et d'oscillation.

La figure 4.12 détaille le diagramme des dynamiques de pelage pour le substrat de PMMA lisse usiné et de PMMA texturé à une profondeur de $5\,\mu m$ en fonction de la vitesse.



FIGURE 4.12: Diagramme des dynamiques de pelage observables sur la surface de PMMA lisse usinée et la surface de PMMA texturée selon la vitesse de pelage.

La présence de la texture a donc bel et bien un effet déclencheur sur l'apparition de l'instabilité de stick-slip, puisque cette dernière est présente, pour une vitesse de pelage donnée, sur le substrat en PMMA texturé mais pas sur le substrat en PMMA lisse (usiné). Un effet similaire est constaté pour le déclenchement d'oscillations puisqu'on en observe sur le substrat en PMMA lisse usiné, qui présente une petite texture, et pas sur le substrat en PMMA lisse non usiné.

Nous avons ensuite tracé la période des oscillations et du stick-slip en fonction de la vitesse sur la figure 4.13.

On observe les deux comportements typiques du régime quasi-statique et du régime inertiel (décroissance de la période en 1/V puis période quasi-constante selon la vitesse V). De plus, on obtient bien des périodes similaires pour les oscillations observées sur le substrat en PMMA lisse et en PMMA texturé. Cela confirme la validité de la comparaison entre ces deux surfaces et de l'évaluation de l'impact de la texture.



FIGURE 4.13: Période des oscillations T_{osc} ou du stick-slip T_{ss} (en fonction du cas applicable) selon la vitesse de pelage. Chaque point correspond à une moyenne sur dix expériences.

La figure 4.14 représente l'amplitude du micro-stick-slip A_{mss} en fonction de la période du micro-stick-slip T_{mss} pour trois types de substrats : PMMA texturé avec des rayures transverses de périodicité 160 µm, PMMA lisse (usiné) et dos de ruban adhésif. Les données correspondant à des pelages sur dos de ruban adhésif ont été réalisées avec la technique de la bicouche (voir le Chapitre 2) et conjointement avec Vincent De Zotti [24, 102].

On observe que l'évolution de l'amplitude A_{mss} en fonction de la période T_{mss} est similaire pour les deux substrats lisses (PMMA et dos de ruban adhésif), avec une croissance de l'amplitude en $T_{mss}^{1/3}$ qui avait déjà été observée et prédite auparavant [24]. En revanche, l'amplitude A_{mss} de l'instabilité de micro-stick-slip présente sur le substrat de PMMA texturé est en moyenne bloquée à 160 µm, quelle que soit la période T_{mss} . L'amplitude est fixée sur la périodicité du motif de la texture, qui semble donc provoquer une modification des caractéristiques de la micro-instabilité.



FIGURE 4.14: Amplitude A_{mss} en fonction de la période T_{mss} (échelle logarithmique) pour l'instabilité de micro-stick-slip visualisée sur trois substrats différents : PMMA texturé avec des rayures selon une périodicité de 160 µm, PMMA lisse usiné, et dos de ruban adhésif. La droite en pointillés bleus est un guide pour les yeux qui correspond à une amplitude de 160 µm.

4.2.3 Récapitulatif

Dans le cas d'un substrat en PMMA texturé avec des rayures transverses d'une largeur de 80 µm et dont le motif se répète avec une périodicité de 160 µm, on constate que la présence d'une texture régulière provoque l'apparition de l'instabilité de stick-slip pour un seuil en vitesse bien inférieur à ce qui est observé sur un substrat en PMMA lisse. De plus, l'amplitude caractéristique de la micro-instabilité est alors contrainte par la périodicité de la texture. Dans le cas d'un substrat en PMMA sablé, c'est-à-dire dont la surface présente une rugosité aléatoire, il semblerait au contraire que la présence de la texture irrégulière soit un obstacle au déclenchement de l'instabilité de stick-slip.

4.3 Pelages sur substrats rigides avec adsorption de PDMS

4.3.1 Effet de l'adsorption de PDMS

Comme vu au Chapitre 3, adsorber du PDMS sur du verre permet de diminuer l'énergie de surface du substrat. Deux types de substrats sont étudiés : une simple lame de microscope en verre et une couche lisse d'Araldite 2020 adhérant à une lame de microscope en verre, comme montré sur la figure 4.15.



FIGURE 4.15: Schéma des quatre types de substrats utilisés dans la figure 4.16.

La figure 4.16 présente l'effet de l'énergie de surface d'un substrat sur le pelage d'un ruban adhésif.

On constate que la présence de PDMS adsorbé, et donc d'une énergie de surface plus faible, diminue l'adhésion entre la colle du ruban et le substrat. Cela conduit à une force de pelage inférieure par rapport à un substrat sans adsorption. Les exposants p de la courbe F(V) modélisée par $F(V) \sim V^p$ (p correspond donc à la pente de la courbe F(V) lorsqu'elle est tracée en échelle logarithmique) pendant la partie croissante de ces courbes, qui correspond à un pelage régulier, sont très proches pour les quatre substrats concernés. Leur valeur est d'environ 0,1. En revanche, le comportement de cette force selon la vitesse de pelage est peu affecté, et il en va de même pour les dynamiques de pelage.

En effet, une instabilité de stick-slip apparaît dès $0.3 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour un substrat n'ayant pas subi d'adsorption de PDMS et dès $0.2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour un substrat avec PDMS adsorbé. Cela correspond à des seuils très proches et cohérents avec les variations attendues lors de pelages effectués avec un ruban ayant déjà été pelé une fois (et donc présentant déjà quelques hétérogénéités de répartition de sa colle, ce qui provoque ensuite des hétérogénités d'adhésion).

La figure 4.16 démontre en outre qu'il existe peu de différences entre les pelages réalisés sur un substrat de PDMS adsorbé sur du verre et sur de l'Araldite 2020. Cela s'avère particulièrement utile, car un substrat basé sur une couche lisse ou texturée d'Araldite 2020 est assez fragile. La quantité de pelages pouvant être réalisés sur un tel substrat avant qu'il ne soit trop détérioré pour être exploitable est donc limitée. Il est ainsi préférable d'utiliser un substrat de PDMS adsorbé sur du verre lorsque cela est possible, c'est-à-dire pour des substrats lisses. De plus, ce type de substrat est plus rapide à fabriquer.



FIGURE 4.16: Force de pelage selon vitesse de pelage montrant l'impact de l'adsorption de PDMS sur du verre ou sur une couche lisse d'Araldite 2020. Chaque point correspondant à un substrat utilisant de l'Araldite correspond à une moyenne sur deux pelages. Chaque point du substrat en verre et en PDMS adsorbé sur du verre correspond à une moyenne sur dix pelages.



FIGURE 4.17: Périodes de l'instabilité de stick-slip pour deux substrats : verre et couche de PDMS adsorbée sur du verre. Les traits en pointillés sont des guides pour les yeux et illustrent les deux régimes observés. Les barres d'erreur représentent l'écart-type.
Enfin, la figure 4.17 présente la période de l'instabilité de stick-slip mesurée pour deux types de substrats : l'un fait de verre lisse, l'autre d'une couche de PDMS adsorbée sur du verre. On retrouve les deux régimes mentionnés par des études précédentes [21,100] et détaillés dans le Chapitre 1. On constate que l'adsorption, et donc la diminution de l'énergie de surface du substrat, provoque une diminution des périodes de l'instabilité de stick-slip. Ce comportement est cohérent avec le modèle quasi-statique de Barquins [21,96] qui prévoit des périodes un peu plus courtes en raison d'une durée réduite de la phase de stick pour atteindre la force maximum avant le déclenchement de la phase de slip. En revanche, ce décalage n'est pas explicable dans le régime inertiel [100] qui ne prend pas en compte la nature du substrat. Il faudrait toutefois confirmer cet effet en effectuant une étude plus approfondie, car nous n'avons que peu de données sur le substrat avec couche de PDMS adsorbé.

4.3.2 Effet du temps de pose sur le substrat

Le ruban adhésif ne reste pas collé sur son substrat pendant la même durée avant pelage selon le dispositif utilisé, en raison de différences structurelles. En effet, si le temps d'attente minimum avec le dispositif de du LPENSL (voir la figure 4.4) est d'environ une à deux minutes d'attente, il faut compter environ huit minutes d'attente avec le dispositif du LPS (voir la figure 4.5). Ces temps de pose correspondent à des estimations sur le temps moyen nécessaire à l'expérimentateur pour lancer le pelage après avoir collé le ruban adhésif sur son substrat, qui diffère selon le dispositif utilisé. Le temps de pose réel est donc susceptible de varier légèrement d'une mesure à l'autre. Or, le temps écoulé entre le collage du ruban adhésif sur son substrat et le pelage de ce ruban a un impact majeur sur la force de pelage, ce qui pose un problème pour comparer les résultats obtenus sur les deux dispositifs utilisés.

Pour des raisons pratiques, la plupart des mesures faites avec le premier dispositif de pelage et présentées dans ce chapitre n'ont toutefois pas subi de temps de pose supplémentaire et ont donc été réalisées environ une minute après le collage. Celles qui ont bénéficié d'une attente de huit minutes afin de se rapprocher des conditions de pelage du dispositif du LPS seront indiquées comme telles.

La figure 4.18 détaille l'évolution de la force de pelage selon le temps d'attente entre le collage du ruban et son pelage pour un même substrat (couche de PDMS adsorbé texturé à 10 µm de profondeur) et une même vitesse de pelage. Plus précisément, dans le cadre d'un tel substrat, la force de pelage croît en $t^{0,12}$ où t est le temps de pose.

On constate donc qu'un temps de pose plus long implique une force de pelage plus importante, ce qu'on peut expliquer par l'augmentation des forces d'adhésion en raison d'une meilleure pénétration de la colle dans les anfractuosités du substrat lorsqu'on lui laisse le temps de relaxer, et donc d'une surface de contact entre le ruban et le substrat plus importante. Un schéma explicatif simple est proposé sur la figure 4.19. Outre les différences de temps de pose entre les deux dispositifs et les inévitables variations de temps d'attente entre deux mesures sur un même dispositif, cet effet est particulièrement gênant pour les pelages à très basse vitesse. En effet, un pelage sur $5 \text{ cm} \text{ à } 3 \text{ µm} \cdot \text{s}^{-1}$ prendra plus de quatre heures et demie, ce qui d'après la figure 4.18 implique que la force de pelage augmentera de façon significative au cours du temps pour un même pelage.



FIGURE 4.18: Force de pelage en fonction du temps de pose sur le substrat avant pelage. Chaque point correspond à une seule mesure ayant été réalisée à une vitesse de pelage de $0.02 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ et avec le dispositif du LPENSL. L'échelle est logarithmique. L'échantillon utilisé est le substrat fait de PDMS adsorbé, texturé à une profondeur de 10 µm avec des rayures de 20 µm selon une périodicité de 40 µm, noté n°3 (voir le tableau 3.1)



FIGURE 4.19: Schéma représentant l'effet du temps de collage sur la répartition de la colle à la surface du substrat. À droite, peu de temps après le collage. À gauche, état final après un long temps d'attente (plusieurs jours)

On peut directement le constater sur la figure 4.20. Cette figure donne un exemple de signal obtenu lors de la mesure de la force au cours d'un pelage de longue durée à $3 \,\mu m \cdot s^{-1}$ sur un substrat constitué d'une couche dePDMS adsorbé, texturée à une profondeur de 10 µm avec des rayures de 20 µm selon une périodicité de 40 µm, noté n°3 (voir le tableau 3.1). La force de pelage mesurée correspondant à la partie du pelage effectuée en fin d'expérience ($t \approx 2h$) est nettement plus élevée que celle du début de l'expérience. Pour des temps d'attente relativement courts, on peut considérer par approximation que la force de pelage selon le temps de pose augmente linéairement avec le temps. En prenant en compte les incertitudes sur les résultats de force de pelage en fonction du temps de pose du ruban adhésif avant pelage, qui sont présentés sur la figure 4.18 et rappelés sur la figure 4.20, il est alors raisonnable de penser que le temps écoulé est le facteur principal de cette augmentation de la force.

On constate toutefois que le signal de mesure de force au cours du temps pour un même pelage, présenté en bleu sur la figure 4.20, est assez perturbé. Ce comportement était visible sur la plupart de nos mesures.

Nous pensons que cette perturbation peut être issue de deux sources distinctes et cumulables : inhomogénéités dans la couche d'adhésif en raison du processus de décollement du rouleau puis collage sur le substrat, et problèmes techniques avec la platine de translation. Plus précisément, la platine utilisée est contrôlée en position et fait parfois des allers-retours au cours du pelage. De plus, lorsqu'on souhaite suivre visuellement le front de pelage pendant l'expérience il faut parfois bouger manuellement la platine afin que le front de détachement reste dans le champ de la caméra, ce qui peut provoquer des à-coups significatifs.



FIGURE 4.20: Force de pelage au cours du temps pour un pelage effectué sur le dispositif du LPS à une vitesse de $3 \,\mu m \cdot s^{-1}$ et force de pelage moyenne mesurée pour une expérience impliquant un temps de pose préalable du ruban adhésif sur le substrat. Le substrat utilisé dans les deux cas est constitué d'une couche de PDMS adsorbé sur une texture d'Araldite 2020 de profondeur de $10 \,\mu m$ (n°3). Les droites en pointillés sont des guides pour les yeux.

Il devient donc important de ne considérer que la force de pelage correspondant à des distances ou des temps de pelage courts. Concrètement, les valeurs de force issues des pelages réalisés à des vitesses inférieures ou égales à $30 \,\mu m \cdot s^{-1}$ correspondent à un moyennage appliqué uniquement aux premiers millimètres de pelage. Pour les vitesses supérieures à $30 \,\mu m \cdot s^{-1}$, les valeurs de force proviennent de pelages effectués sur l'intégralité de la longueur du substrat, c'est-à-dire environ six centimètres.

Une façon de régler les problèmes liés au temps de pose du ruban adhésif aurait été de laisser le ruban collé sur son substrat pendant un temps très long avant de le peler. Ainsi, la répartition de la colle sur le substrat aurait été très similaire entre deux mesures et tout au long du pelage. Cependant, cela aurait nécessité d'attendre plusieurs jours entre deux mesures sur un même échantillon et cela aurait grandement compliqué et ralenti les expériences. Nous avons donc choisi de peler directement le ruban en ayant conscience de l'effet du temps de pose.

4.3.3 Effet du nettoyage

Le pelage d'un ruban adhésif peut laisser des résidus de colle sur le substrat, notamment en cas de rupture cohésive au sein de la colle. C'est pourquoi les substrats sont régulièrement nettoyés après pelage, généralement avec de l'éthanol. Ce produit est capable de dissoudre la colle, mais son efficacité est limitée. Les substrats en Araldite 2020 avec une couche de PDMS adsorbé peuvent supporter un nettoyage plus agressif avec du toluène pour nous assurer un nettoyage optimal et déterminer si le nettoyage traditionnel à l'éthanol est suffisant ou non.



FIGURE 4.21: Impact des résidus de colle sur la force de pelage pour un même substrat texturé à 10 μ m de profondeur avec une couche de PDMS adsorbé (n°3). La numérotation des séries d'expériences correspond à un ordre chronologique. Chaque point correspond à une expérience de pelage.

La figure 4.21 présente les résultats de cette étude, en détaillant la force de pelage selon la vitesse de pelage pour trois séries d'expériences distinctes, classées par ordre chronologique. La première série correspond à des pelages effectués peu de temps après la fabrication du substrat. Ce dernier est nettoyé régulièrement avec de l'éthanol. La deuxième série correspond à des pelages effectués sur ce même substrat après un nettoyage avec du toluène (bain de dix minutes et multiples rinçages). Enfin, les expériences de la troisième série ont été réalisées le lendemain des pelages de la deuxième série, en étant accompagnées d'un nettoyage à l'éthanol. On observe que la première et la troisième série sont presque identiques, alors que les mesures de force de la deuxième série sont bien plus basses que les autres. Le fait d'avoir nettoyé le substrat au toluène a vraisemblablement ôté tous les résidus de colle et ainsi modifié l'état de surface. Cependant, cette propreté ne dure guère : il ne faut que quelques pelages (ici, une demi-douzaine) pour atteindre un état de surface pollué par des restes d'adhésif. Cet état, lui, semble stable, ce qui se traduit par une assez bonne reproductibilité des mesures de force sur un même substrat. On constate toutefois un bruit plus important sur les mesures de la troisième série que sur celles de la première série. Son origine est vraisemblablement due à la détérioration progressive du substrat au fur et à mesure des pelages : en effet, ce type de substrat est assez fragile et les pelages successifs finissent par l'abîmer, causant un état de surface moins homogène.

D'après la figure 4.21, l'éthanol ne suffit donc pas pour enlever la totalité des résidus de colle présents sur le substrat. Le toluène semble y parvenir, mais ce produit nécessite de travailler sous hotte (produit très toxique à l'inhalation). Puisque l'effet des résidus de colle paraît être reproductible, nous avons décidé de conserver un simple nettoyage à l'éthanol.

4.3.4 Effet de la texture

Les deux types de substrat étudiés dans cette partie sont illustrés par la figure 4.22. Il s'agit soit de PDMS adsorbé sur une lame de microscope en verre, soit de PDMS adsorbé sur une couche texturée d'Araldite 2020 déposée sur une lame de microscope. Comme détaillé au Chapitre 3, la texture correspond à des rayures transverses au sens du pelage, de largeur 20 μ m, de profondeur 5 μ m ou 10 μ m, et de périodicité 40 μ m.



Couche de PDMS non réticulé adsorbé sur une lame de verre



FIGURE 4.22: Schéma représentant les deux types de substrats utilisés dans cette partie. À droite, le substrat en PDMS adsorbé lisse. À gauche, le sustrat texturé avec PDMS adsorbé (soit à 10 µm soit à 5 µm de profondeur) s'appuyant sur une couche d'Araldite 2020.

La figure 4.23 présente, pour des pelages réalisés sur le premier dispositif (voir la figure 4.4) l'évolution de la force de pelage selon la vitesse pour deux de ces substrats : lisse avec adsorption de PDMS et texturé à 10 µm de profondeur (n°3, voir le tableau 3.1) avec adsorption de PDMS.

On y observe deux comportements très différents. Dans le cas du substrat lisse, une instabilité de stick-slip apparaît vers $V = 0.2 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$. Cela correspond à une décroissance de la force de pelage en fonction de la vitesse, qui est caractéristique de la présence de cette instabilité. En revanche, dans le cas du substrat texturé, la force de pelage ne fait que croître avec la vitesse sur la gamme de vitesses que nous avons explorée. Cette croissance continue, en $F \sim V^{0,17}$, correspond à une dynamique de pelage régulier et est proche de la croissance observée sur le substrat lisse à basses vitesses ($F \sim V^{0,12}$) qui correspond aussi à une dynamique de pelage régulier. Nous n'avons pas davantage observé de stick-slip ou d'oscillations lors de pelages effectués à des vitesses supérieures à celles qui nous permettent d'en mesurer la force.



FIGURE 4.23: Force de pelage selon la vitesse de pelage pour un substrat de PDMS adsorbé lisse et de PDMS adsorbé texturé à 10 µm de profondeur (n°3). Chaque point concernant le PDMS adsorbé lisse correspond à une moyenne sur cinq pelages. Chaque point concernant le PDMS adsorbé texturé correspond à une seule mesure, avec un temps de pose préalable de 8 minutes.

La figure 4.24 présente les résultats obtenus pour ces mêmes substrats sur les deux dispositifs de pelage, pour une gamme de vitesses comprise entre $3.10^{-6} \,\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et $1,6 \,\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Cela correspond à deux séries d'expériences, une à hautes vitesses de pelage (dispositif du LPENSL) et l'autre aux basses vitesses (dispositif du LPS), qui sont indiquées séparémment sur cette figure. Aucune instabilité de stick-slip n'a été détectée pour des vitesses inférieures à $V = 0,2 \,\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. On ne constate pas non plus de décroissance de la force avec l'augmentation de la vitesse de pelage pour les très basses vitesses, ce qui est cohérent avec les observations visuelles.



FIGURE 4.24: Force de pelage selon la vitesse de pelage pour un substrat de PDMS adsorbé lisse et de PDMS adsorbé texturé à 10 µm de profondeur. La série à hautes vitesses (HV) a été réalisée avec le premier dispositif de pelage (voir la figure 4.4) et correspond aux données de la figure 4.23. La série à basses vitesses (BV) a été faite avec le deuxième dispositif, celui du LPS. Chaque point de la deuxième série correspond à une seule mesure réalisée après un temps de pose sur le substrat d'environ 8 minutes.

On constate aussi sur cette figure qu'il n'y a pas un bon recouvrement entre les mesures faites avec chaque dispositif expérimental. Cependant, nous estimons qu'il n'est pas possible de faire confiance aux les mesures de force réalisées aux basses vitesses et en particulier sur le changement de comportement de la force en fonction de la vitesse de pelage. En effet, les signaux de force présentent parfois des "sauts" dus probablement à un problème mécanique sur une des platines de translation (qui avait par ailleurs cessé de fonctionner durant de précédentes expériences et avait dû être réparée par le fabricant). Le mauvais recouvrement entre les basses vitesses de pelage de façon quantitative. Néanmoins, l'augmentation systématique de la force de pelage en fonction de la vitesse confirme bien (comme nous avons pu l'observer directement) qu'il n'y a pas d'instabilité du front de détachement dans cette gamme de vitesse de pelage pour ces deux substrats.

La figure 4.25 détaille l'ensemble des mesures de force de pelage qui ont été effectuées sur les subtrats avec adsorption de PDMS. Ces expériences sont réalisées avec le dispositif permettant d'atteindre des hautes vitesses de pelage, celui du LPENSL (voir la figure 4.4). On constate que les deux substrats texturés à 10 µm supplémentaires (n°1 et n°2) présentent un comportement similaire au substrat texturé à 10 µm utilisé pour la figure 4.23, qui est le substrat n°3. La force de pelage croît avec la vitesse de pelage et aucune instabilité de stick-slip n'est observée. Cependant, les niveaux de force mesurés pour les substrats n°1 et n°2 sont nettement inférieurs à ceux mesurés sur le substrat n°3. Cela ne peut pas être uniquement dû à la différence du temps d'attente avant pelage, car pour moins de dix minutes l'écart ne serait alors que d'environ 0,2 N (voir la figure 4.18).



FIGURE 4.25: Force de pelage selon la vitesse pour trois types de substrat différents : lisse avec adsorption de PDMS,texturé à 5 μ m avec adsorption de PDMS et texturé à 10 μ m avec adsorption de PDMS (pour trois échantillons dont les numéros se réfèrent au tableau 3.1). Chaque point des subtrats texturé à 10 μ m n°3 et 5 μ m correspond à une seule mesure. Chaque point correspondant aux substrats lisse ainsi que texturés à 10 μ m n°1 et n°2 représente une moyenne sur cinq mesures.

| Type de substrat | Numéro | Angle de contact | Wenzel | Cassie-Baxter |
|------------------|--------|---------------------|--------|---------------|
| Lisse | / | $99 \pm 2^{\circ}$ | / | / |
| Texturé à 10 µm | 1 | $115\pm2^{\circ}$ | 104° | 125° |
| Texturé à 10 µm | 2 | $116 \pm 2^{\circ}$ | 104° | 125° |
| Texturé à 10 µm | 3 | $108 \pm 2^{\circ}$ | 104° | 125° |
| Texturé à 5 µm | / | $103 \pm 2^{\circ}$ | 101° | 125° |

TABLE 4.2: Tableau présentant les angles de contact mesurés (avec une goutte d'eau purifiée) sur les substrats utilisés pour obtenir les données présentées sur la figure 4.25 et la figure 4.26.

Nous pensons que l'écart entre d'un côté les substrats n°1 et n°2 et de l'autre le substrat n°3 provient de différences d'énergie de surface notables. En effet, d'après le tableau 4.2, les substrats n°1 et n°2 présentent respectivement un angle de contact de 115° et de 116°, alors que l'angle de contact mesuré pour le substrat n°3 est de seulement 108°. Le mouillage est donc meilleur sur le substrat n°3, et son énergie de surface est plus élevée que celle des substrats n°1 et n°2. En conséquence, l'adhésion

entre le substrat n°3 et le ruban adhésif est aussi plus importante, ce qui correspond à une valeur plus grande de la force de pelage pour une vitesse donnée. Cette variation d'énergie de surface entre plusieurs échantillons pourrait avoir pour origine une adsorption du PDMS plus ou moins efficace. En effet, la couche de PDMS adsorbée peut ne pas être pas homogène sur l'intégralité de la surface ou ne pas être assez épaisse. Dans ce cas, la surface initiale en verre ou en Araldite 2020 n'est plus suffisamment écrantée par la couche de PDMS et cela modifie l'énergie de surface du substrat.



FIGURE 4.26: Force de pelage selon la vitesse pour deux types de substrat différents : texturé à 5 μ m avec adsorption de PDMS et texturé à 10 μ m avec adsorption de PDMS (pour deux échantillons dont les numéros se réfèrent au tableau 3.1). Chaque point des subtrats texturé à 5 μ m correspond à une seule mesure. Chaque point correspondant aux substrats que texturés à 10 μ m n°1 et n°2 représente une moyenne sur cinq mesures. Les traits en pointillés sont des guides pour les yeux.

Enfin, on constate sur la figure 4.26 que les valeurs de force de pelage mesurées sur le substrat texturé à 5 µm sont globalement très proches de celles mesurées sur les subtrats texturés à 10 µm n°1 et n°2, avec des exposants p des courbes $F(V) \sim V^p$ très similaires. On observe que la mesure de son angle de contact est cependant bien inférieure (voir les angles tableau 4.2). Elle est très proche de la valeur attendue selon les prévisions du modèle de Wenzel (101°), ce qui indique un bon mouillage de la texture. À l'inverse, les angles de contact mesurés sur les subtrats texturés à 10 µm n°1 et n°2 (respectivement 115° et 116°) sont intermédiaires entre les prévisions de modèle de Wenzel (104°) et de Cassie-Baxter (125°) ce qui indique que le mouillage est probablement partiel. En supposant que la colle du ruban adhésif se comporte de manière similaire, il est possible qu'il n'y ait que peu de différence entre un substrat texturé à 5 et à 10 µm du point de vue du pelage d'un ruban adhésif. Le confinement de la colle et l'impact de la texture seraient similaires.

4.3.5 Récapitulatif

Dans le cas d'un substrat texturé avec des rayures transverses d'une largeur de $20 \,\mu\text{m}$, dont le motif se répète avec une périodicité de $40 \,\mu\text{m}$, et dont la surface a subi une adsorption de PDMS, on constate que la présence de la texture empêche l'apparition de l'instabilité de stick-slip ou en modifie le seuil de déclenchement (et le décale à des vitesses de pelage que les dispositifs expérimentaux utilisés ne sont pas capables d'atteindre).

4.4 Pelages sur substrats en PDMS déformable

4.4.1 Effet de la rigidité du substrat

La plupart des substrats en PDMS étudiés dans cette partie ont été réalisés avec un ratio d'agent réticulant de 1 pour 10. Cela correspond aux recommandations du fabricant pour une utilisation optimale du PDMS (en termes de stabilité dans le temps et vis-à-vis d'éventuels produits chimiques en contact).

Il est possible de modifier la rigidité du PDMS en faisant varier ce ratio. En effet, un taux d'agent réticulant élevé conduira à la formation de davantage de chaînes de polymère au sein du matériau, ce qui augmentera sa résistance à la déformation et donc son module de Young, comme vu au Chapitre 3 (tableau 3.4). Nous avons ainsi pu déterminer l'effet de la déformabilité du substrat sur la force de pelage.



FIGURE 4.27: Force de pelage selon la vitesse de pelage pour trois substrats de PDMS déformables, fabriqués selon trois ratios d'agent réticulant différents, avec des conditions de réticulation identiques ($T = 60^{\circ}$ C pendant 24h) et des épaisseurs similaires ($e = 430 \pm 15 \,\mu$ m). Chaque point correspond à une moyenne sur trois expériences.

Les résultats concernant trois ratios différents d'agent réticulant (1 pour 20, 1 pour 10 et 1 pour 5) sont présentés sur la figure 4.27. Les angles de contact mesurés sur ces trois surfaces sont très proches, indiquant des énergies de surface similaires : $113 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat de PDMS déformable avec un rapport de 1 pour 20 d'agent réticulant, $110 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 10 et $112 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 10 et $112 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 10 et $112 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 10 et $112 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 10 et $112 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 10 et $112 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 10 et $112 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 10 et $112 \pm 2^{\circ}$ pour le substrat avec un rapport de 1 pour 5.

Le tableau 4.3 récapitule les modules de Young et énergies de surface mesurés sur ces trois substrats à l'aide de la technique JKR (voir le Chapitre 3).

| Ratio d'agent réticulant | Module de Young | Énergie de surface |
|--------------------------|-------------------|-------------------------------------|
| 1 pour 5 | $1,7\mathrm{MPa}$ | $19\mathrm{mJ}\cdot\mathrm{m}^{-2}$ |
| 1 pour 10 | 1,1 MPa | $13\mathrm{mJ}\cdot\mathrm{m}^{-2}$ |
| 1 pour 20 | 0,4 MPa | $15\mathrm{mJ}\cdot\mathrm{m}^{-2}$ |

TABLE 4.3: Module de Young et énergie de surface pour trois substrats de PDMS déformable lisse avec différents ratios d'agent réticulant. Tous les subtrats ont réticulé pendant 24h à 60°C avant d'être exploités et sont d'épaisseurs similaires. Données obtenues en utilisant la technique JKR (détaillée dans le Chapitre 3).

On constate que plus le substrat est déformable (c'est-à-dire plus le taux d'agent réticulant est faible et plus le module de Young est petit) plus la force de pelage est élevée pour une vitesse donnée. Cet effet est vérifié sur une large gamme de vitesses, de $V = 2.10^{-3} \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ à $V = 1,6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Il pourrait s'expliquer par une prise en compte des contraintes sur le substrat en plus des contraintes sur l'adhésif, qui jouent selon plusieurs études un rôle crucial pour le calcul de l'énergie de fracture [20,72,85,164, 165] et donc par un couplage entre la déformation du substrat et celle de l'adhésif.

En revanche, les exposants p des courbes modélisées par $F(V) \sim V^p$, qui correspondent à la pente des courbes F(V) lorsqu'elles sont tracées en échelle logarithmique, ne semblent que peu affectés par de ces variations du module de Young des substrats.

De plus, la rigidité du PDMS n'est pas affectée uniquement par le taux d'agent réticulant. La température de curage (qui est la température à laquelle est chauffé le PDMS lors de la réticulation) et le temps de chauffage peuvent avoir un impact sur le module de Young du PDMS [162,163]. Plus précisément, une température de curage plus élevée implique un module de Young plus grand. La figure 4.28, qui présente les mesures de force de pelage pour deux substrats réticulés à des températures différentes, le confirme.

On y observe que le substrat en PDMS chauffé à 60°C a conduit à des mesures de force plus faibles que le substrat en PDMS chauffé à 20°C. D'après la figure 4.27, si toutes les autres caractéristiques sont égales alors cela signifie que le module de Young du substrat en PDMS chauffé à 60°C est supérieur à celui chauffé à 20°C.



FIGURE 4.28: Force de pelage selon la vitesse de pelage pour trois substrats de PDMS déformables, fabriqués selon un ratio d'agent réticulant de 1 pour 10, avec une épaisseur similaire ($e = 440 \pm 10 \,\mu\text{m}$) et pour des températures de curage différentes (temps de chauffage identique de 24h). Chaque point correspond à une moyenne sur trois expériences.

4.4.2 Effet du temps de pose

Comme cela a déjà été mentionné dans la partie 4.3.2, les caractéristiques des deux dispositifs expérimentaux utilisés impliquent des temps d'attente différents entre la pose du ruban adhésif sur le subtrat et son pelage. Il faut ainsi entre une à deux minutes d'attente avec le dispositif du LPENSL (voir la figure 4.4 et environ huit minutes d'attente minimum avec le dispositif du LPS (voir la figure 4.5).

Nous avons refait une étude sur l'impact du temps de pose similaires aux expériences présentées dans la partie 4.3.2 avec un substrat de PDMS déformable lisse.

On constate sur la figure 4.29 que la force de pelage croît en fonction du temps de pose du ruban adhésif. On retrouve la même loi que pour le substrat avec couche de PDMS adsorbé ($F \sim t^{0,1}$, où t est le temps d'attente). De plus, on observe que dans le cas d'une différence d'environ dix minutes de temps de pose l'écart de force correspondant est d'environ 0,03 N soit environ 15 %.

Il sera donc possible, le cas échéant, de faire correspondre les mesures de force sur l'un ou l'autre des deux dispositifs expérimentaux en ajoutant ou soustrayant ce pourcentage aux résultats d'une des deux séries d'expériences.



FIGURE 4.29: Force de pelage selon le temps de pose du ruban adhésif avant pelage, sur un substrat de PDMS déformable lisse, selon un rapport d'agent réticulant d'1 pour 10, ayant réticulé à 60°C pendant 24h. Chaque point correspond à une seule expérience, les barres d'erreur à une estimation de l'incertitude sur une mesure.



FIGURE 4.30: Force de pelage au cours du temps pour un pelage effectué sur le dispositif du LPS à une vitesse de $3 \,\mu m \cdot s^{-1}$ et force de pelage moyenne mesurée pour une expérience impliquant un temps de pose préalable du ruban adhésif sur le substrat. Le substrat utilisé dans les deux cas est constitué de PDMS déformable lisse, selon un rapport d'agent réticulant d'1 pour 10, ayant réticulé à 60°C pendant 24h. Les droites en pointillés sont des guides pour les yeux.

La figure 4.30 compare un signal obtenu lors de la mesure de la force de pelage sur un substrat de PDMS déformable lisse et les résultats présentés sur la figure 4.29, en considérant qu'à temps de pelage relativement courts (moins de deux heures) la croissance de la force de pelage est approximativement linéaire avec le temps. On observe que l'augmentation de la force au cours d'un même pelage est cohérente avec l'effet d'un temps de pose plus ou moins long du ruban adhésif sur le substrat.

4.4.3 Effet de l'épaisseur

Tous les substrats de PDMS fabriqués dans le cadre de cette thèse n'ont pas la même épaisseur, en raison de variations dans la quantité de PDMS déposée sur le substrat mais aussi de l'étalement du PDMS. Nous nous sommes donc penchés sur l'impact de cette épaisseur sur les forces de pelage mesurées. La figure 4.31 présente les résultats obtenus pour trois substrats d'épaisseurs différentes : $e = 268 \pm 8 \,\mu\text{m}$, $e = 440 \pm 7 \,\mu\text{m}$ et $e = 5, 0 \pm 0, 1 \,\text{mm}$.

Ces épaisseurs ont été respectivement mesurées avec un profilomètre optique (pour les deux premières) et avec un pied à coulisse (pour la troisième). Tous les autres paramètres de fabrication et caractéristiques de ces substrats sont identiques.



FIGURE 4.31: Force de pelage selon la vitesse de pelage pour trois substrats de PDMS déformables, fabriqués selon un ratio d'agent réticulant de 1 pour 10, avec des conditions de réticulation identiques ($T = 60^{\circ}$ C pendant 24h) et à trois épaisseurs différentes. Chaque point correspond à une moyenne sur trois mesures.

On ne constate pas de différence significative entre un substrat de PDMS d'épaisseur $268 \pm 8 \,\mu\text{m}$ ou $440 \pm 7 \,\mu\text{m}$. Il est intéressant de remarquer que l'effet d'une épaisseur nettement plus importante $(5.0 \pm 0.1 \,\text{mm})$ est différent à haute et à basse vitesse de pelage. En effet, il n'existe pas non plus de différence significative à haute vitesse de pelage (ici, $V > 0.3 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$) et on observe un écart de plus en plus important avec les faibles épaisseurs lorsque la vitesse de pelage décroît. Les valeurs de force de pelage mesurées sont alors supérieures à celles des substrats de faible épaisseur, probablement à cause de la déformation du substrat.

4.4.4 Effet de la texture

La figure 4.32 combine des mesures de force de pelage selon la vitesse de pelage effectuées sur les deux dispositifs présentés précedemment (voir la partie 4.1). On constate un excellent recouvrement de ces mesures sur la gamme de vitesses commune aux deux dispositifs expérimentaux (entre $2.10^{-3} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $1.10^{-2} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$). Comme vu au Chapitre 3, le motif utilisé pour ces substrats texturés consiste en des rayures transverses de 20 µm de largeur, de 10 µm de profondeur, et dont la périodicité est de 40 µm.

On constate sur la figure 4.32 qu'il n'y a pas de différence notable entre la force de pelage mesurée sur un substrat de PDMS déformable lisse et sur un substrat de PDMS déformable texturé à 10 µm de profondeur, mis à part à haute vitesse $(V > 0.2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1})$ et à très basse vitesse $(V < 1.10^{-4} \text{m} \cdot \text{s}^{-1})$.



FIGURE 4.32: Force de pelage selon la vitesse de pelage pour un substrat de PDMS déformable lisse (n°2) et un substrat de PDMS déformable texturé à 10 µm. Les deux substrats ont été fabriqués selon un ratio d'agent réticulant de 1 pour 10. Chaque point correspondant à une vitesse de pelage supérieure à $1.10^{-4} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ est une moyenne sur deux mesures. Les autres ne représentent qu'une seule mesure. Les barres d'erreur pleines correspondent à un écart type, celles en pointillés aux variations de la force pendant un même pelage lors d'une instabilité de stick-slip. Dans chaque cas, le temps de pose a été de 8 minutes.



FIGURE 4.33: Force de pelage au cours du temps lors d'une expérience réalisée sur un substrat de PDMS déformable lisse à une vitesse imposée de $10 \,\mu m \cdot s^{-1}$. Cette expérience présente une instabilité de stick-slip.



FIGURE 4.34: Période de stick-slip T_{ss} en fonction de la vitesse de pelage. Chaque point correspond à une seule expérience et à une moyenne entre trois et quatre cycles de stick-slip. La droite en pointillés correspond à une courbe en 1/V et permet de comparer nos résultats à ceux des études précédentes (cas du régime quasi-statique).

Il existe une instabilité de stick-slip sur le substrat de PDMS déformable lisse entre $V = 1.10^{-5} \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $V = 1.10^{-4} \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$. Elle est totalement absente des visualisations effectuées sur le substrat de PDMS déformable texturé, ce qui implique que son seuil de déclenchement, s'il existe, est en dehors de la gamme de vitesses utilisable par les deux dispostifs expérimentaux exploités. La figure 4.33 donne un exemple de l'instabililité de stick-slip observée sur un substrat de PDMS déformable lisse pour une vitesse de pelage de $10 \,\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Les périodes mesurées de cette instabilité sont de $T_{ss} = 45 \pm 1 \,\text{s}$ pour $V = 10 \,\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, $T_{ss} = 17 \pm 1 \,\text{s}$ pour $V = 30 \,\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et $T_{ss} = 9 \pm 3 \,\text{s}$ pour $V = 100 \,\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. On observe donc une décroissance de la période avec la vitesse de pelage, présentée sur la figure 4.34 et assez similaire à ce que d'autres études ont déjà mis en évidence [100, 102]. Il faudrait accumuler plus de données pour en dire davantage.

La figure 4.35 présente, pour les hautes vitesses de pelage uniquement (en utilisant seulement le dispositif du LPENSL et non les deux dispositifs comme pour la figure 4.32), des mesures de force sur trois substrats de PDMS déformables différents : lisse, texturé à 10 µm et texturé à 5 µm. On constate que contrairement à ce qui a été observé sur des substrats rigides avec une couche de PDMS adsorbé, les forces de pelages sur substrat lisse et substrat texturé sont très proches. Il existe toutefois une différence entre les hautes vitesses ($V > 0.2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, où la force de pelage est supérieure pour le substrat lisse) et les basses vitesses ($V < 2.10^{-2} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, où la force de pelage est supérieure pour les subtrats texturés). Cela se traduit par un exposant p (qui correspond à une modélisation de la courbe $F(V) \sim V^p$) différent pour les courbes du substrat lisse (environ 0,6) et des substrats texturés (environ 0,3) mis à part pour les hautes vitesses de pelage où l'exposant correspondant au substrat lisse n'est plus que d'environ 0,4. Cette rupture de pente pourrait avoir pour une origine un comportement différent de la colle à hautes et basses vitesses (avec par exemple une rupture adhésive plutôt que cohésive [69]).



FIGURE 4.35: Force de pelage selon la vitesse de pelage pour trois substrats de PDMS déformable (ratio d'agent réticulant 1 pour 10, $T_{réticulation} = 60^{\circ}$ C) : lisse, texturé à 10 µm, texturé à 5 µm. Chaque point correspond à une moyenne sur trois expériences, sauf pour le substrat texturé à 10 µm (2 expériences) qui a aussi suivi un temps de pose de 8 minutes.

De plus, il n'existe pas de différence significative entre les mesures de force de pelage réalisées sur les subtrats texturés à $10 \,\mu\text{m}$ et à $5 \,\mu\text{m}$, même en tenant compte de la différence de temps de pose. En effet, il existe pour les données présentées ici un temps d'attente de 8 minutes pour le substrat texturé à $10 \,\mu\text{m}$ et d'entre 1 et 2 minutes pour le substrat texturé à $5 \,\mu\text{m}$. Cela provient du choix d'ajouter un temps de pose pour le substrat texturé à $10 \,\mu\text{m}$ afin de pouvoir se rapprocher autant que possible des conditions de pelage correspondant aux expériences réalisées à basses vitesses avec le dispositif du LPS. Comme détaillé dans la partie 4.4.2, une attente d'environ 10 minutes ne conduit qu'à une différence de force de pelage de $15 \,\%$, ce qui ici revient à un écart compris entre 0,01 et 0,06 N, compatible avec la dispersion des données.

4.4.5 Résumé

Dans le cas d'un substrat en PDMS déformable, texturé avec des rayures transverses d'une largeur de 20 µm et dont le motif se répète avec une périodicité de 40 µm, on constate que la présence de la texture empêche l'apparition de l'instabilité de stick-slip ou en modifie le seuil de déclenchement (et le décale à des vitesses de pelage que les dispositifs expérimentaux utilisés ne sont pas capables d'atteindre).

De plus, la rigidité du substrat a un impact fort sur la force de pelage. Un substrat déformable, dont l'énergie élastique va se coupler à celle du ruban adhésif pendant le pelage, conduit à une force de pelage plus élevée que sur un substrat moins souple.

4.5 Discussion sur l'évolution de la force

Le tableau 4.4 offre un récapitulatif des coefficients p tels que $F \sim V^p$ (où F est la force de pelage moyenne mesurée à la vitesse imposée V) obtenus sur chaque type de substrat lors des expériences présentées au cours de ce chapitre. On constate que la présence d'une texturation augmente p pour les substrats avec couche de PDMS adsorbé, diminue p pour les subtrats de PDMS lisse, et ne semble pas avoir d'impact pour le PMMA (à l'exception de la texture sablée qui augmente p) dans le cas des gammes de vitesses sans instabilité de stick-slip.

De plus, on observe que ce coefficient p est généralement plus élevé pour des subtrats déformables que pour des substrats rigides. C'est un effet inverse à celui qui a été observé lors d'études précédentes à propos la rigidité de la colle du ruban adhésif [63, 85]. Ces études ont en effet mesuré la force de pelage en fonction de la vitesse de pelage pour divers composés adhésifs et ces résultats ont montré que l'exposant p croît avec la rigidité de la couche d'adhésif. Bien que Villey *et al* se soient intéressés uniquement à la rigidité (en fabriquant eux-mêmes des adhésifs similaires à ceux utilisés par les PSA (*Pressure Sensitive Adhesives*) avec différents taux d'agent réticulant), des exposants p similaires aux nôtres ont été obtenus. En effet, pour l'adhésif le plus rigide, ce coefficient est de $p = 0, 29 \pm 0, 02$ et pour l'adhésif le moins rigide, $p = 0, 18 \pm 0, 05$.

| PMMA rigide lisse | | |
|---|-------------|--|
| PMMA rigide texturé | | |
| Couche lisse de PDMS adsorbé | | |
| Couche texturée à 10 µm de PDMS adsorbé (n°3) | | |
| PMMA rigide sablé | | |
| Couche texturée à $10 \mu\text{m}$ de PDMS adsorbé (n°1 et n°2) | $\sim 0,28$ | |
| PDMS déformable texturé à $5\mu m$ | | |
| PDMS déformable texturé à 10 µm | | |
| Couche texturée à 5 μ m de PDMS adsorbé (n°3) | | |
| PDMS déformable lisse | | |

TABLE 4.4: Récapitulatif des coefficients p tels que $F \sim V^p$ (où F est la force de pelage moyenne mesurée à la vitesse imposée V) obtenus sur chaque type de substrat. Lorsque plusieurs échantillons sont concernés pour une même valeur de p, celle-ci est une moyenne.

4.6 Conclusion

Substrats rigides en PMMA (plexiglas)

<u>Motif utilisé</u> : rayures transverses au sens de pelage, de largeur 80 µm, de profondeur 5 µm, 6 µm, 15 µm, 30 µm ou 50 µm, avec une périodicité 160 µm <u>Présence de stick-slip</u> : à partir de $V = 2,1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour un substrat lisse, à partir de partir de $V = 0,6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pour un substrat texturé (cas d'un substrat texturé à 5 µm de profondeur)

<u>Impact de la texture</u> : déclenchement de l'instabilité de stick-slip (décalage du seuil d'apparition vers les basses vitesses par rapport au seuil sur surface lisse) et amplitudes des micro-stick-slips forcées à la périodicité du motif; absence de l'instabilité sur substrat sablé (rugosité aléatoire)

Substrats rigides en PDMS adsorbé sur une couche d'Araldite 2020 Motif utilisé : rayures transverses au sens de pelage, de largeur 20 µm, de

profondeur 5 μ m ou 10 μ m, avec une périodicité 40 μ m

<u>Présence de stick-slip</u> : à partir de $V=0,2\,{\rm m\cdot s}^{-1}$ pour un substrat lisse, non observée sur substrat texturé

<u>Impact de la texture</u> : empêchement du développement de l'instabilité de stick-slip (ou décalage du seuil d'apparition vers des vitesses inférieures à $3.10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ ou supérieures à $2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$)

Substrats déformables en PDMS

<u>Motif utilisé</u> : rayures transverses au sens de pelage, de largeur $20\,\mu\text{m}$, de profondeur $5\,\mu\text{m}$ ou $10\,\mu\text{m}$, avec une périodicité $40\,\mu\text{m}$

<u>Présence de stick-slip</u> : entre $V = 1.10^{-5} \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $V = 1.10^{-4} \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ sur substrat lisse, non observée sur substrat texturé

Impact de la texture : empêchement du développement de l'instabilité de stick-slip (ou décalage du seuil d'apparition vers des vitesses inférieures à $3.10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ ou supérieures à $2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$)

 $\underbrace{\text{Impact de la déformabilité}}_{\text{est élevée.}}: plus le substrat est souple, plus la force de pelage est élevée.}$

Chapitre 5

Mesures de force dynamiques

Where there is no struggle, there is no strength. Oprah Winfrey

Sommaire

| 5.1 | Dispositif expérimental |
|------------|---------------------------------------|
| 5.2 | Force de pelage pendant le stick-slip |
| 5.3 | Effet de la température |
| 5.4 | Effet de la texture |
| 5.5 | Conclusion |

Dans le cadre de cette thèse, nous avons également cherché à aller vers des mesures dynamiques de force pour résoudre temporellement la dynamique instable de stick-slip pour des hautes vitesses de pelage (supérieures à $0,1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$). L'objectif est de pouvoir suivre les variations de la force de pelage lors de l'instabilité de stick-slip ou plus généralement de caractériser l'impact d'une texture. Pour cela, nous avons travaillé en collaboration avec le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS) rattaché à l'École Centrale de Lyon.

5.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental utilisé au cours de cette étude est présenté sur la figure 5.1. Une lame de microscope est fixée sur une plaque évidée, ce qui permet d'observer le front de pelage grâce à une caméra rapide (Photron SA5) à travers le support. Ce support est construit de telle sorte à minimiser les vibrations parasites. Un capteur de force dynamique à trois axes est intégré sur l'un des côtés du support. L'autre côté est calibré pour se comporter de la même façon que le capteur de force face aux contraintes subies par le support, et pourra à terme être remplacé par un deuxième capteur de force afin d'obtenir une plus grande précision de mesure. En raison d'une fenêtre de visualisation étroite, la lampe éclairant le substrat doit impérativement être placée en face de ce dernier.



FIGURE 5.1: Schéma du dispositif expérimental utilisé pour les expériences de pelage réalisées au LTDS (vue du dessus) dans la configuration d'un angle de pelage $\theta = 45^{\circ}$.

Le dispositif permettant de peler le ruban adhésif étant opaque, il n'est pas possible de réaliser des pelages à un angle de $\theta = 90^{\circ}$ (à moins de renoncer à toute visualisation). Deux angles de pelage ont été exploités : $\theta = 45^{\circ}$, qui correspond à la configuration illustrée par la figure 5.1, et $\theta = 135^{\circ}$, où le moteur est placé de l'autre côté de l'axe caméra-lampe. Le moteur à induction permet de déplacer une tige verticale d'un bout à l'autre de son banc, à une vitesse contrôlée comprise entre $0,01 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $1,4 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Une extrémité du ruban adhésif est fixée sur cette tige, l'autre étant collée sur le substrat. La longueur initiale du ruban est de 25 cm. Elle augmente progressivement lors du pelage, jusqu'à atteindre un maximum de 50 cm. L'angle de pelage accuse une variation d'environ 10° (la valeur exacte dépendant de la position initiale du front de pelage, qui diffère légèrement entre deux expériences). Un module Peltier est intégré au support, ce qui permet de réguler la température du substrat (chauffage ou refroidissement) et du ruban adhésif qui a été collé dessus. Dans le cas d'un refoidissement, un ventilateur additionnel, non représenté sur la figure 5.1, a été utilisé pour dissiper au mieux la chaleur produite par le module Peltier. Cela a pu avoir des conséquences sur le pelage à cause de la présence de vibrations supplémentaires, mais s'il existe l'effet est suffisamment faible pour ne pas être clairement visible.

Les pelages réalisés au cours d'expériences faisant intervenir la température ont été effectués environ quinze minutes après le dépôt du ruban adhésif sur le substrat, ainsi que la stabilisation de la température mesurée autour de la température de consigne. L'objectif est de s'assurer que la température du ruban adhésif collé est bien homogène.

Outre le contrôle de la température, le principal intérêt de ce dispositif expérimental est la grande sensibilité du capteur de force (type 9347C de la marque Kistler), dont la résolution est de l'ordre de 1.10^{-4} s.

5.2 Force de pelage pendant le stick-slip

Le seuil en vitesse de déclenchement de l'instabilité de stick-slip varie selon de nombreux paramètres [100, 102], dont l'angle de pelage. Nous avons donc déterminé les différentes dynamiques de pelage en fonction de la vitesse pour les deux angles étudiés, $\theta = 45^{\circ}$ et $\theta = 135^{\circ}$. La figure 5.2 présente le résultat de cette étude.



FIGURE 5.2: Diagramme des dynamiques de pelage en fonction de la vitesse de pelage pour $\theta = 45^{\circ}$ et $\theta = 135^{\circ}$.

Les seuils correspondant au déclenchement de l'instabilité de stick-slip sont ici respectivement de $V = 0.1 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ pour un angle de pelage $\theta = 45^{\circ}$ et de $V = 0.6 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ pour un angle de pelage $\theta = 135^{\circ}$. L'influence de l'angle sur les dynamiques de pelage d'un ruban adhésif a déjà été amplement étudiée [23, 78, 80, 82, 85, 100] et la plus récente s'est appuyée sur un dispositif expérimental similaire, en employant le même type de ruban adhésif. Il est donc possible de comparer directement nos résultats à ceux de cette étude, présentés sur la figure 5.3. Un angle de pelage plus élevé implique une gamme de vitesses réduite pour l'observation de l'instabilité de stick-slip, ce qui est cohérent avec les seuils rapportés sur la figure 5.2.



FIGURE 5.3: Diagramme des dynamiques de pelage en fonction de la vitesse de pelage pour plusieurs angles de pelages avec des longueur de ruban L > 20 cm. Les lignes de transition sont des guides pour les yeux [100]. Les zones de bistabilité correspondent au fait qu'il existe tantôt des expériences avec pelage régulier, tantôt des expériences avec stick-slip.

Ensuite, nous avons cherché à suivre l'évolution de la force de pelage en fonction du temps lors d'un pelage avec stick-slip sur un substrat lisse. Pour cela, nous nous sommes tournés vers un substrat déjà bien connu [24,102], le dos du ruban adhésif. Nous avons employé la technique de la bicouche. Cette dernière consiste à découper simultanément deux couches de ruban adhésif à partir du rouleau et à se servir de la couche en contact avec le support comme substrat pour la deuxième couche, qui sera alors pelée à partir du dos du ruban adhésif sans jamais en avoir été décollée. Cela permet de minimiser les variations de répartition de la colle liées à des décollages et collages successifs, et donc d'assurer une meilleure reproductibilité entre deux expériences de pelage.

Un exemple de ce que nous avons pu obtenir avec le dispositif expérimental présenté sur la figure 5.1 est détaillé sur la figure 5.4. On y observe que la force de pelage augmente pendant la phase de stick (où le front de pelage est immobile) jusqu'à atteindre un maximum correspondant au déclenchement de la phase de slip (où le front de pelage avance à une vitesse supérieure à celle imposée par le moteur).



FIGURE 5.4: Force, vitesse et position du front de pelage en fonction du temps pour une expérience réalisée à $\theta = 45^{\circ}$, $V = 0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et avec une fréquence d'acquisition de 100 000 images par seconde, sur le dos du ruban adhésif (technique de la bicouche).

La figure 5.5 présente un grossissement du signal de force ainsi que le spectre en fréquence correspondant, pour un pelage effectué à $\theta = 45^{\circ}$, $V = 0.1 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ et sur dos de ruban adhésif. Sur le signal de force, on observe l'existence de deux périodes caractéristiques : environ 7 ms, qui est la période du stick-slip, et environ 1 ms. Cela correspond aux deux pics principaux observés sur le spectre en fréquence, respectivement 150 Hz (soit 6,7 ms) et 1050 Hz (soit 0,95 ms).

La fréquence de 150 Hz correspond bien au stick-slip. De plus, on peut observer des ondes qui se propagent dans la bande de ruban adhésif lors du pelage et qui pourraient correspondre à la fréquence de 1050 Hz. Nous avons pu mesurer la fréquence de ces ondes en exploitant les marques laissées sur le ruban adhésif lors de la phase de stick, comme le détaille la figure 5.6. En effet, le ruban conserve une marque à l'endroit où il a été le plus plié et où l'adhésif forme un léger bourrelet.



FIGURE 5.5: À gauche : force de pelage en fonction du temps pour un pelage effectué à $\theta = 45^{\circ}$, $V = 0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et sur dos de ruban adhésif (technique de la bicouche). Signal lissé sur cent points. À droite : densité spectrale de puissance (DSP) en fonction de la fréquence, mettant en évidence deux pics spectraux principaux à 150Hz et 1050Hz.

Il est possible d'utiliser ces marques comme repères pour déterminer la position d'un point particulier de la bande de ruban adhésif pelé au cours des cycles de stickslip suivants. La figure 5.7 détaille la position dans la référentiel du laboratoire de cinq marques laissées sur le ruban adhésif lors de la phase de stick au cours du pelage dont sont issues les photographies présentées sur la figure 5.6.

L'ordre des marques correspond à leur ordre chronologique de création. leur mouvement est observé à partir de la fin de la phase de slip qui suit leur formation, et donc pendant une phase de stick du front de pelage. On constate qu'elles adoptent un comportement très similaire : oscillation autour d'une position moyenne puis stabilisation.

Il est possible de suivre une même marque pour plusieurs cycles de stick-slip, ou plusieurs marques en même temps, mais avec une diminution de la précision. En effet, la bande de ruban adhésif se rapproche progressivement de l'objectif de la caméra en cours de pelage, ce qui donne naissance à des défauts de perspective de moins en moins négligeables et à une diminution de la netteté. La figure 5.8 propose un exemple de détection de toutes les marques présentes sur le ruban adhésif à un instant donné, ainsi que du front de pelage (correspondant au premier trait vertical jaune partant de la gauche).

La période moyenne des ondes se propageant dans la bande de ruban adhésif pelé est de 0,8 s ce qui correspond à une fréquence de 1250 Hz. Cette fréquence est assez proche de celle qui a pu être observée sur le signal de force et qui ne correspondait pas à celle du stick-slip (voir la figure 5.5). Compte tenu des incertitudes sur la mesure de la position de chaque marque (largeur, faibles mouvements), nous pensons donc que les vibrations de la bande de ruban adhésif pelé sont à l'origine du deuxième pic par sa taille dans le spectre de la figure 5.5.



FIGURE 5.6: Chronophotographie d'un pelage effectué à $\theta = 45^{\circ}$, $V = 0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et sur dos de ruban adhésif (technique de la bicouche).



FIGURE 5.7: Suivi de la position en fonction du temps des marques laissées sur le ruban adhésif lors de la phase de stick (pelage effectué à $\theta = 45^{\circ}$, $V = 0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et sur dos de ruban adhésif)



FIGURE 5.8: Illustration du suivi de plusieurs marques laissées sur le ruban adhésif lors de chaque cycle de stick-slip (pelage effectué à $\theta = 45^{\circ}$, $V = 0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et sur dos de ruban adhésif). Chaque cercle rouge correspond à la localisation d'une marque. Le premier cercle rouge en partant de la gauche correspond au front de pelage.



FIGURE 5.9: Suivi de toutes les marques visibles sur la figure 5.8 au cours du temps (pelage effectué à $\theta = 45^{\circ}$, $V = 0.1 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ et sur dos de ruban adhésif), chaque série de points correpondant à une marque. La position de référence est celle du front de pelage : plus une marque est placée à une position élevée, plus elle en est éloignée.

En suivant le déphasage de ces ondes à l'aide des marques laissées par chaque cycle de stick-slip sur le ruban adhésif, comme présenté sur la figure 5.9, on remarque qu'il s'agit d'ondes transversales (la déformation du milieu est perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde) dont la vitesse de phase est d'environ $24 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$.

On retrouve l'ordre de grandeur de la vitesse de phase de telles ondes calculé selon la formule $v_{\phi} = \sqrt{T/\mu}$ où T est la tension et μ la masse linéique, valant respectivement environ 2 N et $8, 5.10^{-4} \text{kg} \cdot \text{m}^{-1}$, ce qui donne une vitesse de phase $v_{\phi} = 49 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$.

En raison de la présence de fréquences parasites liées aux vibrations de la bande de ruban adhésif déjà pelé, mais aussi aux vibrations propres du support, nous n'avons pas été en mesure de poursuivre cette étude des variations de la force de pelage pendant l'instabilité de stick-slip pour des vitesses trop élevées. En effet, avec l'augmentation de la vitesse de pelage, les périodes de stick-slip diminuent. Cela affecte aussi la période des ondes du ruban adhésif lorsque les fréquences correspondantes finissent par se confondre. La figure 5.10 présente un exemple de ce qui peut être observé à haute vitesse de pelage.



FIGURE 5.10: Force et position du front de pelage en fonction du temps pour un pelage effectué à $\theta = 45^{\circ}$, $V = 1.0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et sur dos de ruban adhésif (technique de la bicouche).

On y constate que le signal de force contient toujours des pics correspondant aux phases de slip (à t = 6 ms et t = 8 ms, par exemple) mais qu'il arrive aussi qu'aucune dynamique particulière ne soit détectable (par exemple, aux alentours de t = 4 ms). Il faudra résoudre ce problème avant de pouvoir exploiter l'intégralité de la gamme de vitesses accessibles avec ce dispositif.

5.3 Effet de la température

Nous avons pu effectuer des pelages à plusieurs températures différentes grâce au module Peltier installé sur ce dispositif expérimental. Nous avons ainsi pu explorer une gamme de températures comprises entre $T = 10^{\circ}$ C et $T = 44^{\circ}$ C. La température

a un impact sur le pelage d'un ruban adhésif à travers les modifications qu'elle induit sur la rhéologie de l'adhésif. Ce dernier est moins visqueux à haute température qu'à basse température. Or, comme détaillé au Chapitre 1, la rhéologie de l'adhésif a un effet significatif sur le déclenchement de l'instabilité de stick-slip (ce qui se traduit par un seuil de déclenchement dépendant de la vitesse de pelage). On s'attend donc à ce qu'agir sur la température modifie ce seuil.

Pour le vérifier, nous avons utilisé le dispositif expérimental dans la configuration correspondant à un angle de pelage de 135°. En effet, d'après la figure 5.2, le seuil de déclenchement de l'instabilité de stick-slip pour cet angle de pelage se situe à peu près au milieu de la gamme de vitesses pouvant être exploitée, ce qui permettra d'observer le décalage du seuil dans le sens des vitesses décroissantes aussi bien que croissantes.

Le tableau 5.1 indique la vitesse imposée par le moteur correspondant au déclenchement de l'instabilité de stick-slip (le pelage est régulier en-dessous de cette vitesse et saccadé au-dessus). On constate qu'augmenter la température revient à décaler ce seuil de déclenchement vers les hautes vitesses, et donc à retarder l'apparition de la dynamique de stick-slip lors du pelage d'un ruban adhésif.

| Température | Seuil de déclenchement |
|------------------------|---|
| 10°C | $0.4 {\rm m} \cdot {\rm s}^{-1}$ |
| 20°C | $0.7 { m m} \cdot { m s}^{-1}$ |
| $26^{\circ}\mathrm{C}$ | $0.8\mathrm{m\cdot s^{-1}}$ |
| 33°C | au-delà de $1,3 \mathrm{m\cdot s^{-1}}$ |

TABLE 5.1: Tableau présentant les seuils de déclenchement de l'instabilité de stickslip pour des pelages effectués sur dos de ruban adhésif (avec utilisation de la technique de la bicouche) avec un angle de pelage de 135°.

Ensuite, nous avons étudié l'effet de la température sur la force de pelage. Comme vu sur la figure 5.2, le seuil de déclenchement en vitesse de l'instabilité de stick-slip pour les pelages effectués à $\theta = 45^{\circ}$ est très bas. La plupart des expériences réalisées à cet angle de pelage correspondent à des dynamiques de stick-slip. Nous avons donc utilisé cette configuration pour rester dans la même dynamique pour toute la gamme de températures. La figure 5.11 présente ainsi le comportement de la force de pelage en fonction de la température pour deux vitesses de pelages, $0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $1.0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$.

On constate que la force de pelage mesurée croît très légèrement avec la vitesse, avec des pentes très faibles et similaires pour les deux vitesses. On observe de plus que la force de pelage correspondant à une vitesse de $0.1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ est systématiquement supérieure à celle correspondant à une vitesse de $1.0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Il s'agit là d'un résultat attendu en cas de présence d'instabilité de stick-slip, car la courbe de force de pelage présente alors une décroissance selon la vitesse de pelage (voir le Chapitre 1).



FIGURE 5.11: Force de pelage selon la température pour deux vitesses de pelage $(0,1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \text{ et } 1,0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1})$ avec $\theta = 45^{\circ}$. Chaque point correspond à la moyenne de la force de pelage pour une expérience. Les barres d'erreur correspondent à la variation de la force de pelage au sein de cette expérience liée à la présence de stick-slip.



FIGURE 5.12: Amplitude (à gauche) et période (à droite) selon la température pour deux vitesses de pelage $(0,1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \text{ et } 1,0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1})$ avec $\theta = 45^{\circ}$. Chaque point correspond à une moyenne sur plusieurs cycles de stick-slip au cours d'un même pelage. Les barres d'erreur correspondent à l'écart-type.

Si la température décale le seuil de déclenchement de l'instabilité de stick-slip (voir le tableau 5.1), elle n'a en revanche pas d'effet significatif sur les caractéristiques de l'instabilité. On constate en effet sur la figure 5.12 qu'il n'y a pas d'évolution de l'amplitude ou de la période du stick-slip en fonction de la température. On observe aussi que l'amplitude de chaque cycle de stick-slip augmente légèrement au cours d'une même expérience, un effet qui est dû à la variation de longueur de ruban pendant le pelage.

5.4 Effet de la texture

Plusieurs expériences ont été effectuées sur des substrats de PDMS déformable, lisse ou texturé, dont les caractéristiques ont déjà été détaillées aux Chapitres 3 et 4. Le motif utilisé pour les substrats texturés consiste en des rayures transverses au sens de pelage, de largeur 20 µm et de profondeur 10 µm, qui se répètent à l'identique tous les 40 µm. La figure 5.13 présente la force moyenne de pelage, selon la vitesse imposée par le moteur, mesurée sur ces deux substrats avec le dispositif du LTDS.



FIGURE 5.13: Force de pelage selon la vitesse de pelage pour deux substrats de PDMS déformable (rapport d'agent réticulant de 1 pour 10), soit lisse soit texturé à une profondeur de 10 µm, pour $\theta = 45^{\circ}$ et $T = 20^{\circ}$ C. Chaque point correspond à une seule expérience. Les barres d'erreur correspondent aux variations de la force de pelage au cours d'une expérience.

On constate grâce à la caméra l'absence d'instabilité de stick-slip, qui se retranscrit sur la mesure de la force de pelage par une faible variation de cette dernière au cours du pelage. On remarque que les pentes des courbes F(V) pour les deux substrats de PDMS déformable sont très proches, et que la différence principale entre le substrat lisse et le substrat texturé tient à la valeur moyenne de la force de pelage pour une vitesse donnée. En effet, à vitesse imposée égale, la force de pelage est plus faible sur un substrat texturé que sur un substrat lisse.

Il s'agit d'un comportement similaire à ce qui s'observe avec les pelages effectués sur le dispositif du LPENSL, à condition de se restreindre à une gamme de vitesses similaire. La figure 5.14 présente les courbes de taux de restitution $G = (1 - \cos \theta)F/b$ en fonction de la vitesse de pelage pour quatre échantillons : deux substrats de PDMS déformable lisse (l'un pelé avec le dispositif du LTDS, l'autre avec celui du LPENSL) et deux substrats de PDMS déformable texturé à une profondeur de 10 µm (l'un pelé avec le dispositif du LTDS, l'autre avec celui du LPENSL). S'intéresser à G plutôt qu'à F permet de comparer des pelages effectués à des angles différents. Des études ayant également réalisé des mesures de G en fonction de l'angle et de la vitesse de pelage [85, 100] à partir de la force de pelage F avec et pour un ruban adhésif de la même marque ont montré qu'il existe une dépendance résiduelle de G selon θ . Cette dépendance est bien visible sur la figure 5.15 qui présente le résultat issu des travaux de Villey *et al* [85]. On y observe que pour une vitesse de pelage donnée, la valeur de G est plus élevée pour les grands angles que pour les petits.



FIGURE 5.14: Taux de restitution mécanique $G = (1 - \cos \theta)F/b$, où b est la largeur du ruban adhésif, en fonction de la vitesse de pelage. Deux types de substrats sont utilisés : PDMS déformable lisse et PDMS déformable texturé à 10 µm de profondeur. Chaque courbe correspond à un échantillon différent, pelé soit sur le dispositif du LTDS (angle de pelage de 45 degrés) soit sur celui du LPENSL (données présentées au Chapitre 4, angle de pelage de 90 degrés). Les droites en pointillés correspondent à un ajustement des données.

Nous retrouvons ce même comportement dans le cas du substrat de PDMS déformable texturé à une profondeur de 10 µm, car les données obtenues au LTDS $(\theta = 45^{\circ})$ sont plus faibles que celles obtenues au LPENSL $(\theta = 90^{\circ})$. En revanche, un comportement inverse est observé dans le cas des substrats de PDMS déformable lisse, bien que la différence entre les mesures à 45° et 90° soit légère.

Il est possible que la déformabilité de ce type de substrat soit à l'origine de ce changement de comportement, puisqu'il s'agit de la différence principale entre les données de Villey *et al* et les nôtres. Cependant, il faudrait faire une étude plus poussée avec davantage d'angles de pelage différents pour confirmer l'existence d'un tel effet. On constate de plus que pour les hautes vitesses $(V > 0, 2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1})$ les pentes des courbes G(V) sont très proches les unes des autres et valent environ 0,3. En revanche, la courbe G(V) correspondant au substrat lisse pelé sur le dispositif du LPENSL présente une pente différente pour les basses vitesses $(V < 0, 2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1})$. Cela pourrait être dû à un comportement différent de l'adhésif à basse vitesse (passage d'une rupture adhésive à une rupture cohésive), qui pourrait être aussi présent sur le substrat texturé mais de façon trop atténuée pour être visible.



FIGURE 5.15: Taux de restitution mécanique $G = (1 - \cos \theta)F/b$, où b est la largeur du ruban adhésif, en fonction de la vitesse de pelage et de l'angle de pelage θ pour des expériences réalisées sur dos de ruban adhésif (Scotch[®] 3M 600) [85]

5.5 Conclusion

Nous avons ainsi montré qu'il était possible de résoudre les cycles de stick-slip par une mesure de la force de pelage. De plus, nous avons pu découvrir une contribution à la force de pelage autre que les saccades liées au stick-slip : les vibrations qui secouent la bande de ruban adhésif pelé en cours de pelage peuvent avoir un impact non négligeable sur les variations de la force au cours du cycle de stick-slip. Enfin, nous nous sommes intéressés à l'effet de la température et de la texture sur le pelage du ruban adhésif.

Effet de la température

 $\frac{\mbox{Force de pelage}}{\mbox{légèrement plus élevée}}: une température plus élevée correspond à une force de pelage légèrement plus élevée.}$

<u>Stick-slip</u> : augmenter la température ambiante décale le seuil d'apparition de l'instabilité de stick-slip vers les hautes vitesses, vraisemblablement en raison de la modification des propriétés rhéologiques de la colle, sans modifier les caractéristiques de l'instabilité.
Effet de la texture

Type de substrat : PDMS déformable

 $\overline{\text{Motif utilisé}}$: rayures transverses au sens de pelage, de largeur 20 µm, de profondeur 10 µm, avec une périodicité 40 µm

<u>Résultats</u> : mesures conformes à celles obtenues précédemment avec le dispositif du LPENSL (résultats détaillés au Chapitre 4) : pas d'instabilité de stickslip sur la gamme de vitesses explorée, force de pelage inférieure sur substrat texturé que sur substrat lisse pour les vitesses supérieures à $V = 0.2 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$.

Améliorer le dispositif expérimental utilisé permettrait d'approfondir ces résultats. Il serait possible d'atteindre une gamme de vitesses plus étendue en changeant de moteur, ce qui rendrait l'étude du stick-slip plus accessible. De même, utiliser un moteur moins encombrant et n'entrant pas en compétition avec l'éclairage pourrait permettre d'accéder à une plus large gamme d'angles de pelage. Il serait également possible de réduire les variations d'angle de pelage et de longueur de ruban au cours d'une expérience avec un moteur qui enroulerait le ruban adhésif autour d'un axe plutôt que de translater une tige sur laquelle est fixée le ruban.

Conclusion et perspectives

Les visites font toujours plaisir : si ce n'est en arrivant, du moins en partant. Jean de la Bruyère

L'objectif de cette thèse a été de déterminer l'impact d'une micro-texture et de la rigidité du subtrat sur les dynamiques de pelage et les niveaux d'adhésion, afin d'améliorer notre compréhension des mécanismes de l'adhésion et de déclenchement des instabilités de pelage d'un ruban adhésif.

Dans un premier temps, nous nous sommes concentrés sur la transition entre la dynamique de pelage régulier et celle de stick-slip, en visualisant le front de pelage à l'aide d'une caméra rapide. Nous avons ainsi pu mettre en évidence une nouvelle dynamique instable, constituée d'oscillations quasi-sinusoïdales de la vitesse de détachement du front. L'amplitude de ces oscillations croît avec la vitesse de pelage, tandis que la période reste constante. Cette dynamique peut être décrite par le même modèle énergétique que le régime de stick-slip inertiel observé à grandes vitesses de pelage, tout en faisant appel à des hypothèses différentes.

Afin d'étudier l'effet d'une micro-texture et de la rigidité du substrat sur l'adhésion et les dynamiques de pelage, nous avons fabriqué nos propres substrats en utilisant divers matériaux : plaques de verre, de PMMA, couches de PDMS de module élastique et d'épaisseur variables. Pour les texturer, nous avons utilisé soit des techniques de micro-fraisage soit de lithographie optique afin de créer des rainures transverses à la direction de pelage, soit d'une périodicité de 160 µm soit de 40 µm, et de profondeur de quelques micromètres. Nous avons caractérisé ces substrats à l'aide de différentes méthodes de mesure : microscopie confocale, profilométrie interférentielle, angle de contact et technique JKR.

Nous avons ensuite utilisé deux dispositifs de pelage différents afin d'atteindre une large gamme de vitesses de pelage, comprise entre $3\,\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et $3\,\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. En utilisant une caméra rapide pour suivre le front de détachement et un capteur piézoélectrique pour mesurer la force de pelage, nous avons montré que l'instabilité de stick-slip pouvait être contrôlée grâce à une texturation du substrat de pelage. Dans le cas de substrats en PMMA rigides dont les rainures sont régulièrement réparties avec une périodicité de 160 µm, l'instabilité de stick-slip apparaît pour des vitesses de pelage inférieures sur un substrat texturé que sur un substrat lisse. La texture favorise donc le déclenchement de l'instabilité. De plus, les amplitudes du microstick-slip sont contraintes par la périodicité du motif. Dans le cas de substrats rigides formés par une couche de PDMS adsorbé sur de l'Araldite 2020, dont les rainures régulièrement réparties avec une périodicité de 40 µm, l'instabilité de stick-slip n'a pas été observée sur la gamme de vitesses accessible, alors qu'elle est bien présente pour un substrat lisse équivalent. Un même résultat a été obtenu pour les substrats en PDMS déformable. Dans le cas de ces deux substrats, la présence de la texture a soit empêché le déclenchement de l'instabilité soit décalé sa gamme d'existence en-dehors des vitesses qui nous sont accessibles. Nous avons ensuite montré que la déformabilité du substrat affecte l'énergie d'adhésion (plus le substrat est déformable et plus elle est élevée) et la dynamique du front de détachement en diminuant le seuil en vitesse de l'apparition d'une instabilité de stick-slip.

Enfin, nous avons effectué une étude préliminaire portant sur une mesure dynamique de la force de pelage. Nous avons montré qu'il était possible de résoudre les cycles de stick-slip à haute vitesse de pelage (de l'ordre du $m \cdot s^{-1}$) et découvert que la propagation d'ondes longitudinales dans le ruban pouvait avoir un impact non négligeable sur les variations de force au cours du pelage. De plus, l'utilisation d'un module Peltier nous a permis d'observer l'impact de la température ambiante sur le pelage d'un ruban adhésif. Une température plus élevée décale le seuil d'apparition de l'instabilité de stick-slip vers les hautes vitesses de pelage sans en modifier les caractéristiques (amplitude et période).

L'ensemble de ces résultats a permis de montrer qu'il est possible de contrôler à la fois l'adhésion et les instabilités de pelage en introduisant des modifications de propriétés physiques du substrat, telles que son élasticité ou sa topographie, plutôt que de modifier les propriétés chimiques du substrat et/ou de l'adhésif.

Plusieurs perspectives peuvent être envisagées à la suite de ce travail.

Il serait intéressant de réussir à mesurer de très petites amplitudes ou de faire des simulations à plus hautes vitesses de pelage pour pouvoir pleinement confirmer expérimentalement le modèle théorique décrivant le pelage oscillant, car le dispositif de pelage utilisé ne parvint à détecter des oscillations que pour des vitesses de pelage supérieures à celles exploitées dans les simulations.

Plusieurs points soulevés par l'étude des pelages sur substrats mous et microtexturés mériteraient d'être approfondis par une collecte plus importante de données afin d'en améliorer la statistique. La technique de fabrication de substrats combinant lithographie optique et moulage en PDMS permet aussi de réaliser des motifs très variés. Quelques pistes intéressantes seraient de faire davantage varier la périodicité des rainures, ainsi que leur largeur et écartement pour une même périodicité, de modifier leur orientation (par exemple en les fabriquant parallèles à la direction de pelage), d'utiliser des plots plutôt que des rainures afin de faciliter des comparaisons avec des études précédentes...

Il serait aussi possible d'améliorer les mesures de force dynamiques en modifiant le dispositif expérimental utilisé, par exemple en changeant le moteur pour atteindre des gammes de vitesse et d'angle de pelage plus étendues ou en diminuant les variations d'angle et de longueur de ruban au cours du pelage.

Bibliographie

- M. BARQUINS, « Le collage, une alternative moderne aux trois techniques classiques d'assemblage : rivetage, vissage et soudage », Bulletin de l'Union des Physiciens, vol. 88, p. 569–615, 1994.
- [2] R. MURAHATA, M. TAYLOR, J. DAMIA et G. GROVE, « Preliminary studies on the relationship among peel force, quantitative measures of skin damage and subjective discomfort », *Skin Research and Technology*, vol. 14, no. 4, p. 478–483, 2008.
- [3] S. GIANNIS, R. ADAMS, L. CLARK et M. TAYLOR, « The use of a modified peel specimen to asses the peel resistance of aircraft fuel tank sealants », *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 28, no. 4, p. 158–175, 2008.
- [4] « Shaping the future of automation : Coating and dispensing technology », *Keyence*, 2021.
- [5] M. BARQUINS et K. FADEL, « Adhésion et collage », Éditions palais de la découverte, vol. 271, p. 31–46, 1999.
- [6] S. BUCHAN et W. D. RAE, « Chemical nature of the rubber to glass bond », Trans. Inst. Rubb. Ind., vol. 20, p. 205–216, 1946.
- [7] M. MUTSUDA et H. KOMADA, « Direct bonding between poly(oxy-2,6dimethyl-1,4-phenylene) and rubber with radicals », *Journal of Applied Polymer and Science*, vol. 95, no. 1, p. 53–59, 2005.
- [8] V. BASIN, « Advances in understanding the adhesion between solid substrates and organic coatings », *Progress in Organic Coating*, vol. 12, no. 3, p. 213–250, 1984.
- [9] C. LAURENS et L. CRETON, C. ad Leger, « Adhesion promotion mechanisms at isotactic polypropylene/polyamide 6 interfaces : Role of the copolymer architecture, in : Macromolecules », *Material*, vol. 37, no. 18, p. 6814–6822, 2004.
- [10] L. LAVIELLE et J. SCHULTZ, « L'adhésion polymère-métal », Matériaux et Techniques, p. 215–212, 1984.
- [11] M. VALLAT, « L'adhésion polymère-métal », Matériaux et Techniques, p. 27– 30, 1989.
- [12] J. MCBAIN et D. HOPKINS, « On adhesives and adhesive action », Journal of Physical Chemistry, vol. 29, no. 2, p. 188–204, 1925.
- [13] J. MCBAIN et D. HOPKINS, « Films of adhesives », Journal of Physical Chemistry, vol. 30, no. 1, p. 114–125, 1926.

- [14] H. MONTERNOT, D. BENAZET et H. ANCENAY, «Guide du collage du cetim », Lavoisier, 1978.
- [15] L. SHARPE et H. SCHONHORN, « Thermodynamic adhesion », Chem. Eng. News, vol. 41, no. 15, p. 67–88, 1963.
- [16] B. V. DERYAGIN et N. KROTOVA, « Adhesion of solids », Doklady Akademii Nauk SSSR, vol. 61, p. 849, 1948.
- [17] B. V. DERYAGIN et V. P. SMILGA, « Electronic theory of adhesion », Journal of Applied Physics, vol. 38, no. 12, p. 4609–4616, 1967.
- [18] S. VOYUTSKII, « The diffusion theory of adhesion », Rubber Chem. Technol., vol. 33, no. 3, p. 748–756, 1960.
- [19] J. J. BIKERMAN, « The science of adhesives joints », Academic Press, 1968.
- [20] C. CRETON et M. CICCOTTI, « Fracture and adhesion of soft materials », *Reports on Progress in Physics*, vol. 79, no. 4, p. 046601, 2016.
- [21] M. BARQUINS, B. KHANDANI et D. MAUGIS, « Propagation saccadée de fissure dans le pelage d'un solide viscoélastique », *Compte Rendu de l'Académie des Sciences Paris*, vol. 303, no. 17, p. 1517–1519, 1986.
- [22] M.-J. DALBE, P.-P. CORTET, M. CICCOTTI, L. VANEL et S. SANTUCCI, « Multiscale stick-slip dynamics of adhesive tape peeling », *Physical review letters*, vol. 115, no. 12, p. 128301, 2015.
- [23] M.-J. DALBE, R. VILLEY, M. CICCOTTI, S. SANTUCCI, P.-P. CORTET et L. VANEL, « Inertial and stick-slip regimes of unstable adhesive tape peeling », *Soft matter*, vol. 12, no. 20, p. 4537–4548, 2016.
- [24] V. DE ZOTTI, K. RAPINA, P.-P. CORTET, L. VANEL et S. SANTUCCI, « Bending to kinetic energy transfer in adhesive peel front microinstability », *Phy*sical Review Letters, vol. 122, p. 068005, 2019.
- [25] E. RABINOWICZ, « Stick and slip », Scientific American, vol. 194, no. 5, p. 109– 119, 1956.
- [26] J. C. SCHELLENG, « The bowed string and the player », The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 53, no. 1, p. 26–41, 1973.
- [27] C. LYAL et T. KING, « Elytro-tergal stridulation in weevils (insecta : Coleoptera : Curculionoidea) », Journal of Natural History, vol. 30, no. 5, p. 703–773, 1996.
- [28] W. F. BRACE et J. D. BYERLEE, « Stick-slip as a mechanism for earthquakes », *Science*, vol. 153, p. 990–992, 1966.
- [29] P. MAZZA et AL, « A new palaeolithic discovery : tar-hafted stone tools in a european mid-pleistocene bone-bearing bed », *Journal of Archeological Science*, vol. 33, no. 9, p. 1310–1318, 2006.
- [30] P. KOZOWYK, M. SORESSI, D. POMSTRA et G. H. J. LANGEJAN, « Experimental methods for the palaeolithic dry distillation of birch bark : implications for the origin and development of neandertal adhesive technology », *Scientific Reports*, vol. 7, p. 8033, 2017.

- [31] M. SMITH, N. M. M. JONES, S. L. PAGE et M. P. DIRDA, « Pressure-sensitive tape and techniques for its removal from paper », *Journal of the American Institute for Conservation*, vol. 23, no. 2, p. 101–113, 1984.
- [32] E. WUNSCHENDORFF, « Traité de télégraphie sous-marine », Librairie Polytechnique, 1898.
- [33] A. MACINTOSH et AL, « The repertory of patent inventions : other discoveries and improvements », *Librairie Polytechnique*, 1860.
- [34] D. DOLLEMORE, Scotch Transparent Tape. American Chemical Society National Historic Chemical Landmarks, 2007.
- [35] E. MORRIS, From Altoids to Zima : The surprising stories behind 125 famous brand names. Simon and Schuster, 2004.
- [36] FREEDONIA, « World pressure sensitive tapes », *The Freedonia Group, Inc*, 2014.
- [37] V. V. KARASEV, N. A. KROTOVA et B. W. DERYAGIN, « Study of electronic emission during the stripping of a layer of high polymer from glass in a vacuum », *Dokl. Akad. Nauk. SSR*, vol. 88, p. 777–780, 1953.
- [38] C. G. CAMARA, J. V. ESCOBAR, J. R. HIRD et S. J. PUTTERMAN, « Correlation between nanosecond x-ray flashes and stick-slip friction in peeling tape », *Nature*, vol. 455, no. 7216, p. 1089–1092, 2008.
- [39] K. S. NOVOSELOV, A. K. GEIM, S. V. MOROZOV, D. JIANG, Y. ZHANG, S. V. DUBONOS, I. V. GRIGORIEVA et A. A. FIRSOV, « Electric field effect in atomically thin carbon films », *Science*, vol. 306, no. 5696, p. 666–669, 2004.
- [40] K. KENDALL, « Adhesion : Molecules and mechanics », Science, vol. 263, no. 5154, p. 1720–1725, 1994.
- [41] P. de GENNES, « Wetting : statics and dynamics », Rev. Mod. Phys., vol. 57, no. 3, p. 827–863, 1985.
- [42] K. KERN, R. DAVID, R. L. PALMER et G. COMSA, « Complete wetting on strong substrates : Xe/pt(111) », Phys. Rev. Lett., vol. 56, no. 26, p. 2823– 2826, 1986.
- [43] D. OXTOBY, H. GILLIS et A. CAMPION, Principles of Modern Chemistry. Cengage Learning, 2011.
- [44] S. BANERJEE, J. CHAKRAVARTTY, J. SINGH et R. KAPOOR, « Super-strong, super-modulus materials », Functional Materials - Preparation, Processing and Application, p. 467–505, 2012.
- [45] J. E. HUHEEY, E. A. KEITER et R. KEITER, *Inorganic Chemistry : principles* of structure and reactivity. HarperCollins College Publishers, 1993.
- [46] T. STEINER, « The hydrogen bond in the solid state », Angewandte Chemie, International Edition, vol. 41, no. 1, p. 48–76, 2002.
- [47] T. STEINER, « Liaisons intermoléculaires », EDP Sciences, 2002.
- [48] G. TSCHUMPER, « Reliable electronic structure computations for weak noncovalent interactions in clusters », *Reviews in Computational Chemistry*, vol. 26, p. 39–90, 2008.

- [49] G. L. KLIMCHITSKAYA et V. M. MOSTEPANENKO, « Casimir and van der waals forces : Advances and problems », *Proceedings of Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University*, vol. 1, no. 517, p. 41–65, 2015.
- [50] J. ZHANG, Y. HOU, Y. WANG, C. WANG et X. ZHANG, « The lbfgs quasinewtonian method for molecular modelling prion agaaaaga amyloid fibrils », *Natural Science*, vol. 4, p. 1097–1098, 2012.
- [51] S. CHAUFFAILLE, « Durabilité des assemblages collés : aspects mécaniques et physico-chimiques », Mém. D.E.A., Universié de Bordeaux, 2011.
- [52] V. POPOV, R. POHRT et L. QIANG, « Strength of adhesive contacts : Influence of contact geometry and material gradients », *Friction*, vol. 5, no. 3, p. 308– 325, 2017.
- [53] T. YOUNG, « An essay on the cohesion of fluides », Philosophical Transactions of the Royal Society of London, vol. 95, no. 0, p. 65–87, 1805.
- [54] T. CHOW, « Wetting of rough surfaces », Journal of Physics : Condensed Matter, vol. 10, no. 27, p. 445–451, 1998.
- [55] W. A. ZISMAN, Relation of the Equilibrium Contact Angle to Liquid and Solid Constitution, chap. 1, p. 1–51. 1964.
- [56] P. G. de GENNES, « Soft adhesives », Langmuir, vol. 12, no. 19, p. 4497–4500, 1996.
- [57] S. SHIBUICHI, T. ONDA, N. SATOH et K. TSUJII, « Super water-repellent surfaces resulting from fractal structure », *The European Physical Journal E*, vol. 100, p. 19512–19517, 1996.
- [58] R. WENZEL, « Resistance of solid surfaces to wetting by water », Industrial and Engineering Chemistry, vol. 28, no. 8, p. 988–994, 1936.
- [59] A. B. D. CASSIE et S. BAXTER, « Wettability of porous surfaces », Transactions of Faraday Society, vol. 40, p. 546–551, 1944.
- [60] A. MARMUR, « Wetting of hydrophobic rough surfaces : To be heterogeneous or not to be », *Langmuir*, vol. 19, no. 20, p. 8343–8348, 2003.
- [61] C. ISHINO et K. OKUMURA, « Wetting transitions on textured hydrophilic surfaces », The European Physical Journal E, vol. 25, p. 415–424, 2008.
- [62] J. BICO, U. THIELE et D. QUERE, « Wetting of textured surfaces », Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects, vol. 206, no. 1, p. 41–46, 2002.
- [63] V. PANDEY, A. FLEURY, R. VILLEY, C. CRETON et M. CICCOTTI, « Linking peel and tack performances of pressure sensitive adhesives », *Soft Matter*, vol. 16, no. 13, p. 3267–3275, 2020.
- [64] H. LAKROUT, P. SERGOT et C. CRETON, « Direct observation of cavitation and fibrillation in a probe tack experiment on model acrylic pressure-sensitiveadhesives », *Journal of Adhesion*, vol. 69, no. 3, p. 307–359, 1999.
- [65] K. JOHNSON, K. KENDALL et A. ROBERTS, « Surface energy and the contact of elastic solids », Proc. R. Soc. Lond. Ser. A, vol. 324, no. 1558, p. 301–313, 1971.

- [66] D. R. MOORE, « An introduction to the special issue on peel testing », International Journal of Adhesion & Adhesives, vol. 28, p. 153–157, 2008.
- [67] C. DERAIL, A. ALLAL, G. MARIN et P. TORDJEMAN, « Relationship between viscoelastic and peeling properties of model adhesives. Part 1. Cohesive fracture », *The Journal of Adhesion*, vol. 61, p. 123–157, 1997.
- [68] C. DERAIL, A. ALLAL, G. MARIN et P. TORDJEMAN, « Relationship between viscoelastic and peeling properties of model adhesives. Part 2. The interfacial fracture domains », *The Journal of Adhesion*, vol. 68, p. 203–228, 1998.
- [69] D. W. AUBREY et M. SHERRIFF, « Peel adhesion and viscoelasticity of rubberresin blends », Journal of Polymer Science : Polymer Chemistry Edition, vol. 18, no. 8, p. 2597–2608, 1980.
- [70] Y. URAHAMA, « Effect of peel load on stringiness phenomena and peel speed of pressure-sensitive adhesive tape », *Journal of Adhesion*, vol. 31, no. 1, p. 47– 58, 1989.
- [71] D. AUBREY, G. WELDING et T. WONG, « Failure mechanisms in peeling of pressure-sensitive adhesive tape », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 13, p. 2193–2207, 1969.
- [72] A. GENT et R. PETRICH, « Adhesion of viscoelastic materials to rigid substrates », *Proceedings of the Royal Society of London A*, vol. 302, no. 1502, p. 433–448, 1969.
- [73] J. GARDON, « Peel adhesion. I. Some phenomenological aspects of the test », Journal of Applied Polymer Science, vol. 7, no. 2, p. 625–641, 1963.
- [74] D. KAELBLE, « Peel adhesion : micro-fracture mechanics of interfacial unbonding of polymers », *Transactions of the Society of Rheology*, vol. 9, no. 2, p. 135–163, 1965.
- [75] D. KAELBLE, « Peel adhesion : influence of surface energies and adhesive rheology », The Journal of Adhesion, vol. 1, no. 2, p. 102–123, 1969.
- [76] F. NIESIOLOWSKI et D. W. AUBREY, « Stress distribution during peeling of adhesive tapes », *The Journal of Adhesion*, vol. 13, no. 1, p. 87–98, 1981.
- [77] I. CHIKINA et C. GAY, « Cavitation in adhesives », Physical Review Letters, vol. 85, p. 4546–4549, 2000.
- [78] K. KENDALL, « Thin-film peeling the elastic term », Journal of Physics D : Applied Physics, vol. 8, p. 1449–1452, 1975.
- [79] Z. PENG, C. WANG, L. CHEN et S. CHEN, « Peeling behavior of a viscoelastic thin-film on a rigid substrate », *International Journal of Solids and Structures*, vol. 51, no. 25-26, p. 4596–4603, 2014.
- [80] R. RIVLIN, « The effective work of adhesion », Paint Technology, vol. 9, no. 106, p. 215–216, 1944.
- [81] A. GRIFFITH, « Vi. the phenomena of rupture and flow in solids », Philosophical Transactions of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences, vol. 221, p. 163–198, 1921.

- [82] D. MAUGIS et M. BARQUINS, « Fracture mechanics and the adherence of viscoelastic bodies », Journal of Physics D : Applied Physics, vol. 11, no. 14, p. 1989, 1978.
- [83] D. KAELBLE, « Theory and analysis of peel adhesion : mechanisms and mechanics », Journal of Rheology, vol. 3, no. 1, p. 161–180, 1959.
- [84] J. A. WILLIAMS et J. J. KAUZLARICH, « Peeling shear and cleavage failure due to tape prestrain », *The Journal of Adhesion*, vol. 80, no. 5, p. 433–458, 2004.
- [85] R. VILLEY, C. CRETON, P.-P. CORTET, M.-J. DALBE, T. JET, B. SAINTYVES, S. SANTUCCI, L. VANEL, D. J. YARUSSO et M. CICCOTTI, « Rate-dependent elastic hysteresis during the peeling of pressure sensitive adhesives », *Soft Matter*, vol. 11, no. 17, p. 3480–3491, 2015.
- [86] M. BARQUINS et M. CICCOTTI, « On the kinetics of peeling of an adhesive tape under a constant imposed load », *International Journal of Adhesion & Adhesives*, vol. 17, no. 1, p. 65–68, 1997.
- [87] E. ANDREWS et A. J. KINLOCH, « Mechanics of adhesive failure. i », Proceedings of the Royal Society of London A, vol. 332, p. 385–399, 1973.
- [88] M. BARQUINS et K. FADEL, « Adhesion and strength of viscoelastic solids : Is there a relationship between adhesion and bulk properties? », *Langmuir*, vol. 12, no. 19, p. 4492–4496, 1996.
- [89] A. STEVEN-FOUNTAIN, A. ATKINS, G. JERONIMIDIS, J. VINCENT, D. FAR-RAR et R. CHIVERS, « The effect of flexible substrates on pressure-sensitive adhesive performance », *International Journal of Adhesion & Adhesives*, vol. 22, no. 6, p. 423 – 430, 2002.
- [90] J. RENVOISE, D. BURLOT, G. MARIN et C. DERAIL, « Peeling of PSAs on viscoelastic substrates : a failure criterion », *The Journal of Adhesion*, vol. 83, no. 4, p. 403–416, 2007.
- [91] B.-m. Z. NEWBY et M. K. CHAUDHURY, « Effect of interfacial slippage on viscoelastic adhesion », *Langmuir*, vol. 13, no. 6, p. 1805–1809, 1997.
- [92] J. WILLIAMS, « Root rotation and plastic work effects in the peel test », The Journal of Adhesion, vol. 41, no. 1-4, p. 225–239, 1993.
- [93] J. L. RACICH et J. A. KOUTSKY, « Slip-stick peel failure of a semicrystalline adhesive », Journal of Applied Polymer Science, vol. 19, no. 5, p. 1479–1482, 1975.
- [94] M. LAMBLET, E. VERNEUIL, T. VILMIN, A. BUGUIN, P. SILBERZAN et L. LÉ-GER, « Adhesion enhancement through micropatterning at polydimethylsiloxane acrylic adhesive interfaces », *Langmuir*, vol. 23, no. 13, p. 6966–6974, 2007.
- [95] S. XIA, L. PONSON, G. RAVICHANDRAN et K. BHATTACHARYA, « Toughening and asymmetry in peeling of heterogeneous adhesives », *Physical Review Letters*, vol. 108, p. 196101, 2012.
- [96] D. MAUGIS et M. BARQUINS, Stick-Slip and Peeling of Adhesive Tapes. Elsevier ASP, London, 1988.

- [97] P.-P. CORTET, M. CICCOTTI et L. VANEL, « Imaging the stick-slip peeling of an adhesive tape under a constant load », *Journal of Statistical Mechanics : Theory and Experiment*, vol. 3, p. 03005, 2007.
- [98] P.-P. CORTET, M.-J. DALBE, C. GUERRA, C. COHEN, M. CICCOTTI, S. SAN-TUCCI et L. VANEL, « Intermittent stick-slip dynamics during the peeling of an adhesive tape from a roller », *Phys. Rev. E*, vol. 87, p. 022601, Feb 2013.
- [99] M.-J. DALBE, S. SANTUCCI, P.-P. CORTET et L. VANEL, « Strong dynamical effects during stick-slip adhesive peeling », *Soft matter*, vol. 10, no. 1, p. 132– 138, 2014.
- [100] M.-J. DALBE, Instabilité de stick-slip lors du pelage d'un adésif. Thèse doctorat, Universié de Lyon, 2014.
- [101] M.-J. DALBE, S. SANTUCCI, P.-P. CORTET et L. VANEL, « Peeling-angle dependence of the stick-slip instability during adhesive tape peeling », Soft matter, vol. 10, no. 48, p. 9637–9643, 2014.
- [102] V. DE ZOTTI, Instabilité de pelage d'un ruban adhésif : effet de l'inertie sur la dynamique multi-échelle du front de détachement. Thèse doctorat, Universié de Lyon, 2018.
- [103] S. THORODDSEN, H. NGUYEN, K. TAKEHARA et T. ETOTH, « Stick-slip substructure in rapid tape peeling », *Physical Review E*, vol. 82, p. 046107, 2010.
- [104] J. O. MARSTON, P. W. RIKER et S. T. THORODDSEN, « Generation of ultrasound during tape peeling », *Scientific reports*, vol. 4, 2014.
- [105] M. GANDUR, M. KLEINKE et F. GALEMBECK, « Complex dynamic behavior in adhesive tape peeling », *Journal of Adhesion Science and Technology*, vol. 11, no. 1, p. 11–28, 1997.
- [106] M. CICCOTTI, B. GIORGINI et M. BARQUINS, « Complex dynamics in the peeling of an adhesive tape », *International Journal of Adhesion & Adhesives*, vol. 24, p. 143–151, 2004.
- [107] A. E. H. LOVE, A Treatise on the Mathematical Theory of Elasticity. Dover Publications, 1944.
- [108] B. ROMAN, « Fracture path in brittle thin sheets : a unifying review on tearing », International Journal of Fracture, vol. 182, no. 2, p. 209–237, 2013.
- [109] K. AUTUMN, Y. LIANG, T. HSIEH, W. ZESCH, W. CHAN, T. KENNY, F. RS et R. FULL, « Adhesive force of a single gecko foot-hair », *Nature*, vol. 405, p. 681–685, 2000.
- [110] A. JAGOTA et S. BENNISON, « Gecko feet viewed from the perspective of elastomeric adhesion », *American Zoologist*, vol. 41, no. 6, p. 1483, 2001.
- [111] K. AUTUMN, M. SITTI, Y. LIANG, A. PAETTIE, S. HANSEN, S. SPONBERG, T. KENNY, R. FEARING, R. ISRAELACHVILI et R. FULL, « Evidence for van der walls adhesion in gecko setae », *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, vol. 99, p. 12252–12256, 2002.
- [112] A. JAGOTA et S. BENNISON, « Mechanics of adhesion through a fibrillar microstructure », *Integrative and Comparative Biology*, vol. 42, no. 6, p. 1140–1145, 2002.

- [113] H. GAO, X. WANG, H. YAO, S. GORB et E. ARZT, « Mechanics of hierarchical adhesion structures of geckos », *Mechanics of Materials*, vol. 37, p. 275–285, 2005.
- [114] S. REDDY, E. ARZT et A. del CAMPO, « Bioinspired surfaces with switchable adhesion », Advanced Materials, vol. 19, no. 22, p. 3833–3837, 2007.
- [115] A. CROSBY, M. HAGEMAN et A. DUNCAN, « Controlling polymer adhesion with "pancakes" », *Langmuir*, vol. 21, no. 25, p. 11738–11743, 2005.
- [116] L. DIES, F. RESTAGNO, R. WEIL, L. LÉGER et C. POULARD, « Role of adhesion between asperities in the formation of elastic solid/solid contacts », *The European Physical Journal E*, vol. 38, no. 12, p. 130, 2015.
- [117] J. CHUNG et M. CHAUDHURY, « Roles of discontinuities in bio-inspired adhesive pads », Journal of the Royal Society Interface, vol. 2, no. 2, p. 55–61, 2005.
- [118] A. GHATAK et M. CHAUDHURY, « Critical confinement and elastic instability in thin solid films », *Journal of Adhesion*, vol. 83, no. 7, p. 679–704, 2007.
- [119] H. CHEN, X. FENG, Y. HUANG, Y. HUANG et J. ROGERS, « Experiments and viscoelastic analysis of peel test with patterned strips for applications to transfer printing », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 61, no. 8, p. 1737–1742, 2013.
- [120] J. WU-BAVOUZET, F. Cayer-Barrioz, A. LE BOT, F. VROCHARD-WYART et A. BUGUIN, « Effect of surface pattern on the adhesive friction of elastomers », *Physical Review E*, vol. 82, no. 3, p. 031806, 2010.
- [121] E. DEGRANDI-CONTRAIRES, C. POULARD, F. RESTAGNO et L. LÉGER, « Sliding friction at soft micropatterned elastomer interfaces », *Faraday Discus*sions, vol. 156, p. 255–265, 2012.
- [122] E. DEGRANDI-CONTRAIRES, A. BEAUMONT, F. RESTAGNO, R. WEIL, C. POULARD et L. LÉGER, « Cassie-wenzel-like transition in patterned soft elastomer adhesive contacts », *EPL (Europhysics Letters)*, vol. 101, no. 1, p. 14001, 2013.
- [123] M. ZHOU, N. PESIKA, H. ZENG et J. ISRAELACHVILI, « Recent advances in gecko adhesion and friction mechanisms and development of gecko-inspired dry adhesive surfaces », *Friction*, vol. 1, no. 2, p. 114–129, 2013.
- [124] J. HAO, E. HAWKES, C. FULLER, M. ESTRADA, S. SURESH, N. ABCOUWER, A. HAN, S. WANG, C. PLOCH, A. PARNESS et M. CUTKOSKY, « A robotic device using gecko-inspired adhesives can grasp and manipulate large objects in microgravity », *Science Robotics*, vol. 2, no. 7, p. 67–88, 2017.
- [125] C. POULARD, F. RESTAGNO, R. WEIL et L. LEGER, « Mechanical tuning of adhesion through micro-patterning of elastic surfaces », *Soft Matter*, vol. 7, no. 6, p. 2543–2551, 2011.
- [126] D. MARTINA, C. CRETON, P. DAMMAN, M. JEUSETTE et A. LINDNER, « Adhesion of soft viscoelastic adhesives on periodic rough surfaces », *Soft Matter*, vol. 8, no. 19, p. 5350–5357, 2012.

- [127] C. S. DAVIS, D. MARTINA, C. CRETON, A. LINDNER et A. J. CROSBY, « Enhanced adhesion of elastic materials to small-scale wrinkles », *Langmuir*, vol. 28, no. 9, p. 14899–14908, 2012.
- [128] R. PIT, H. HERVET et L. LEGER, « Direct experimental evidence of slip in hexadecane : solid interfaces », *Physical Review Letter*, vol. 85, no. 5, p. 980– 983, 2000.
- [129] Z. YOSHIMITSU, A. NAKAJIMA, T. WATANABE et K. HASHIMOTO, « Effects of surface structure on the hydrophobicity and sliding behavior of water droplets », *Langmuir*, vol. 18, p. 5818–5822, 2002.
- [130] C. COTTIN-BIZONNE, J. BARRAT, L. BOCQUET et E. CHARLAIX, « Lowfriction flows of liquid at nanopatterned interfaces », *Nature Matter*, vol. 2, no. 4, p. 237–240, 2003.
- [131] D. QUÉRÉ, « Non-sticking drops », Reports on Progress in Physics, vol. 68, p. 2495, 2005.
- [132] C. HARPER et E. PETRIE, Plastics Materials and Processes : A Concise Encyclopedia. John Wiley and Sons, 2003.
- [133] J. DANN, « Forces involved in the adhesive process : I. critical surface tensions of polymeric solids as determined with polar liquids », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 32, no. 2, p. 302–320, 1970.
- [134] S. WU, « Calculation of interfacial tension in polymer systems », Journal of Polymer Science Part C: Polymer Symposia, vol. 34, no. 1, p. 19–30, 1971.
- [135] S. WU, Polymer Interface and Adhesion. Marcel Dekker, 1982.
- [136] B. JANCZUK et T. BIALOPIOTROWICZ, « Calculation of interfacial tension in polymer systems », Journal of Colloid and Interface Science, vol. 140, no. 2, p. 362–372, 1990.
- [137] Y. LIM, A. KOUZANI, A. KAYNAK et X. DAI, « A protocol for improving fabrication yield of thin su-8 microcantilevers for use in an aptasensor », *Microsystem Technologies*, vol. 21, p. 371–380, 2015.
- [138] W. WARD, « The sand-blast », Popular Science Monthly, vol. 8, p. 300–310, 1876.
- [139] Z. WANG, A. A. VOLINSKY et N. D. GALLANT, « Crosslinking effect on polydimethylsiloxane elastic modulus measured by custom-built compression instrument », Journal of Applied Polymer Science, vol. 131, no. 22, p. 41050, 2014.
- [140] J. C. LÖTTERS, O. WOUTER, P. H. VELTINK et B. PIET, « The mechanical properties of the rubber elastic polymer polydimethylsiloxane for sensor applications », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 7, no. 3, p. 145–147, 1997.
- [141] I. JOHNSTON, D. MCCLUSKEY, C. TAN et M. TRACEY, « Mechanical characterization of bulk sylgard 184 for microfluidics and microengineering », *Journal* of Micromechanics and Microengineering, vol. 24, no. 3, p. 035017, 2014.
- [142] H. KAYSER, « Ueber die verdichtung von gasen an oberflächen in ihrer abhängigkeit von druck und temperatur », Annalen der Physik und Chemie, vol. 248, no. 4, p. 526–537, 1881.

- [143] J. LIU, B. CAI, J. ZHU et AL., « Process research of high aspect ratio microstructure using su-8 resist. », *Microsystem Technologies*, vol. 10, no. 1, p. 265– 268, 2004.
- [144] L. DIES-DIVERCHY, Influence d'une texturation déformable sur l'adhésion et la friction. Thèse doctorat, Université Paris Sud, 2016.
- [145] T. TERLIER, ToF-SIMS analysis of organic multilayers for organic electronic applications. Thèse doctorat, Université Claude Bernard Lyon 1, 2015.
- [146] S. RHEE, « Surface energies of silicate glasses calculated from their wettability data », Journal of Materials Science, vol. 12, no. 1, p. 823–824, 1977.
- [147] M. OWEN et AL, « Physical properties of polymers handbook », J.E. Mark, AIP Press, p. 669, 1996.
- [148] A. L. SUMNER, E. J. MENKE, Y. DUBOWSKI, J. T. NEWBERG, R. M. PENNER, J. C. HEMMINGER, L. M. WINGEN, T. BRAUERS et B. J. FINLAYSON-PITTS, « The nature of water on surfaces of laboratory systems and implications for heterogeneous chemistry in the troposphere », *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 6, no. 3, p. 604–613, 2004.
- [149] P.-G. DE GENNES, F. BROCHARD-WYART et D. QUÉRÉ, Capillarity and Wetting Phenomena. Springer, 2004.
- [150] K. JOHNSON, Contact Mechanics. Cambridge University Press, 1985.
- [151] M. DERUELLE, L. LÉGER et M. TIRELL, « Adhesion at the solid-elastomer interface : Influence of the interfacial chains », *Macromolecules*, vol. 28, no. 22, p. 7419–7428, 1995.
- [152] E. BARTHEL, « On the description of the adhesive contact of spheres with arbitrary interaction potentials », Journal of Colloid and Interface Science, vol. 200, p. 7–18, 1998.
- [153] D. WOERDEMAN, N. AMOUROUX, V. PONSINET, G. JANDEAU, H. HERVET et L. LÉGER, « Characterization of glass-epoxy adhesion using jkr methods and atomic force microscopy », *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 30, no. 1, p. 95–109, 1999.
- [154] M. RUNDLOF, M. KARLSSON, L. WAGBERG, E. POPTOSHEV, M. RUTLAND et P. CLAESSON, « Application of the jkr method to the measurement of adhesion to langmuir-blodgett cellulose surfaces », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 230, no. 2, p. 441–447, 2005.
- [155] A. OLAH et J. VANSCO, « Characterization of adhesion at solid surfaces : Development of an adhesion-testing device », *European Polymer Journal 41*, vol. 41, p. 2803–2823, 2005.
- [156] W. KUANG-CHUNG et Y. HSIEN-I, « Determination of solid material elastic modulus and surface energy based on jkr contact model », *Applied Surface Science*, vol. 253, no. 20, p. 8530–8537, 2007.
- [157] R. JONES et W. RANDAL, Polymers at Surfaces and Interfaces. Cambridge University Press, 2010.
- [158] E. BARTHEL, « Adhesive elastic contacts : Jkr and more », Journal of Physics D : Applied Physics, vol. 41, p. 163001, 2008.

- [159] M. DERUELLE, L. LÉGER et M. TIRELL, « Poisson's ratio of pdms thin films », Polymer Testing, vol. 69, p. 375–384, 2018.
- [160] J. PARK, S. YOO, E.-J. LEE, D. H. LEE, J. KIM et S.-H. LEE, « Increased poly(dimethylsiloxane) stiffness improves viability and morphology of mouse fibroblast cells », *BioChip Journal*, vol. 4, no. 2, p. 230–236, 2010.
- [161] S. VUDAYAGIRI, M. JUNKER et A. SKOV, « Factors affecting the surface and release properties of thin polydimethylsiloxane films », *Polymer Journal*, vol. 45, p. 871–878, 2013.
- [162] M. LIU, J. SUN et Q. CHEN, « Influences of heating temperature on mechanical properties of polydimethylsiloxane », Sensors and Actuators A : Physical, vol. 151, no. 1, p. 42–45, 2009.
- [163] I. JOHNSTON, D. MCCLUSKEY, C. TAN et M. TRACEY, « Mechanical characterization of bulk sylgard 184 for microfluidics and microengineering », *Journal* of Micromechanics and Microengineering, vol. 24, no. 3, 2014.
- [164] J. CHOPIN, R. VILLEY, D. YARUSSO, E. BARTHEL, C. CRETON et M. CIC-COTTI, « Nonlinear viscoelastic modeling of adhesive failure for polyacrylate pressure-sensitive adhesives », *Macromolecules*, vol. 51, no. 21, p. 8605–8610, 2018.
- [165] D. KAELBLE, « Theory and analysis of peel adhesion : rate-temperature dependence of viscoelastic interlayers », *Journal of Colloid Science*, vol. 19, no. 5, p. 413–424, 1964.