

Caractérisation rhéologique d'une solution aqueuse de Polyéthylène-Oxyde dans différentes concentrations.

M. Riahi¹, M. T. Ouazzani¹, S. Aniss¹ et S. Skali Lami²

1. Laboratoire de Mécanique, faculté des Sciences Ain-Chock, B.P.5366 Maarif, Casablanca, Maroc.

mehdi_riahi@hotmail.fr

2. LEMTA-UMR CNRS 7563-ENSEM, 2 avenue de la Forêt de Haye, BP 160, Vandoeuvre les Nancy.54504, France

Résumé

Les propriétés rhéologiques des solutions aqueuses de Polyéthylène oxyde (PEO) sont étudiées pour des régimes d'écoulement quasi-stationnaire, transitoire et oscillant et pour des concentrations variant de 250 à 1000ppm. En régime quasi-stationnaire et hormis le cas où la solution est newtonienne (ppm=250) les comportements observés correspondent aux cas de fluides rhéofluidifiant à seuil. L'étude du comportement de ces solutions en régime transitoire et par la suite en régime oscillant permet de préciser les propriétés viscoélastiques de ces solutions et de mesurer les grandeurs caractéristiques qui leur sont associées (module de perte et de conservation).

Mots clefs: *Rhéométrie, Polyéthylène oxyde, fluide à seuil, comportement viscoélastique.*

1. Introduction

Le polyéthylène oxyde (PEO) fait partie d'une catégorie importante des polymères qui ont des applications significatives dans plusieurs domaines. Ses propriétés physico-chimiques sont appréciées dans le secteur industriel, dans la recherche universitaire et dans le secteur commercial en raison notamment de son faible coût. En industrie plastique par exemple, le PEO est employé comme additif dans les réactions de polymérisation pour empêcher la formation de mousse et favoriser la polymérisation comme ceci est le cas dans la production du chlorure de vinyle et du styrène de butadiène d'acrylonitrile [1].

Il est établi que les propriétés rhéologiques des solutions de polyéthylène oxyde sont liées à la concentration, à la masse moléculaire, à la nature du solvant, aux sollicitations externes comme la température et la pression et aux interactions microstructurales [2, 3]. Ces conclusions sont les résultats de nombreuses études menées, pour leur quasi-totalité, en régime quasi stationnaire. Il s'agit essentiellement de comportements décrits par des modèles de fluides à seuil rhéofluidifiants.

Dans ce travail, nous établissons, dans un premier temps, un protocole de mesure des paramètres rhéologiques en régime quasi stationnaire et par la suite nous complétons la description du comportement des solutions considérées à travers la mise en évidence de leur nature viscoélastique observées en régime transitoire et oscillant.

2. Elaboration des échantillons

Les échantillons utilisés dans cette étude sont des solutions à base de Polyéthylène- Oxyde POE incorporé sous forme d'une poudre dans de l'eau distillée. Trois concentrations ont été préparées : 1000ppm, 500ppm et 250ppm. Pour une concentration de 1000ppm, nous avons mélangé dans un bécher 100g d'eau distillée avec 1g de la poudre du POE, ce qui correspond à une concentration massique de 1%. Le mélange est soumis à une agitation à travers une tige en rotation à vitesse angulaire constante pendant 24 heures.

3. Protocole d'essai rhéologique

3.1. Matériels utilisés

Les essais sont réalisés avec un Rhéomètre RHEOSTRESS 1 de chez HAAKE disponible au laboratoire de mécanique de la faculté des sciences Ain Chock de Casablanca. Il s'agit d'un rhéomètre rotatif fonctionnant à vitesse imposée et à contrainte imposée, muni de plusieurs cellules de mesures. Nous avons retenu la cellule à cylindres coaxiaux dite Z-41 pour laquelle le cylindre extérieur est fixe et qui présente pour cette étude un double avantage ; d'abord une facilité de manipulation et d'alignement et ensuite le besoin pour les tests d'un faible volume d'échantillon.

3.2. Mode opératoire

Il est à noter que chaque test est le résultat de la mise en œuvre d'un mode opératoire précisé dans le cadre du logiciel Rheowin. Ce mode opératoire permet de fixer la nature et la durée des excitations imposées. Nous commençons tout d'abord par des tests en régime quasi-stationnaire pour la détermination de la contrainte seuil

des échantillons préparés ainsi que leurs courbes d'écoulement. Pour ce faire, le fluide est soumis à une rampe d'écoulement à contrainte imposée dans une gamme donnée pendant une grande durée.

	Pour la contrainte seuil	Pour la courbe d'écoulement
Gamme de la contrainte appliquée τ en (Pa)	$\tau = 0 \dots 5$	$\tau = 0 \dots 9$
Durée en (s)	300	600

Tableau1 : Mode opératoire utilisé pour les tests en régime quasi-stationnaire.

Ensuite, on s'intéresse à des tests en régime transitoire pour la détermination des propriétés viscoélastiques des échantillons à travers l'acquisition notamment de leur fonction fluage. Dans ce type de test, l'échantillon est sollicité pendant une certaine durée (5 min dans cette étude) à une contrainte suffisamment faible (inférieure à la contrainte seuil) pour respecter le comportement linéaire des échantillons. Enfin et pour une caractérisation complète de ces propriétés viscoélastiques (détermination des modules de perte et de conservation), des tests en régime oscillant ont été menés.

4. Résultats et analyses

4.1. En régime quasi-stationnaire

A partir du mode opératoire évoqué précédemment concernant la détermination de la contrainte seuil des échantillons préparés aux différentes concentrations, on présente sur la figure 1 l'évolution de la déformation en fonction de la contrainte de cisaillement.

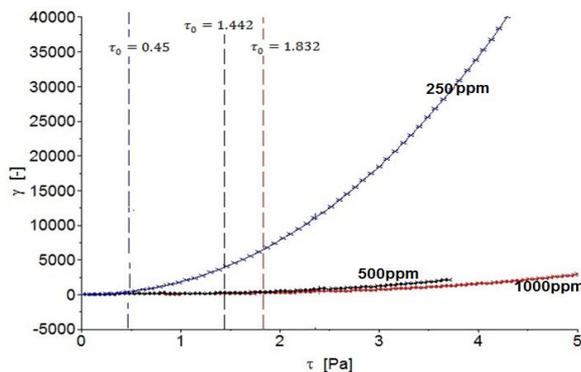


Figure 1 : L'évolution de la déformation en fonction de la contrainte appliquée de la solution du POE pour différentes concentrations.

On constate d'après ces courbes que nos échantillons possèdent une contrainte seuil et que celle-ci augmente en fonction de la concentration.

Pour la détermination de la courbe d'écoulement au-delà de la contrainte seuil, nous avons tracé à l'aide du logiciel Rheowin la variation de la

contrainte en fonction du taux de cisaillement que nous avons illustré dans la figure 2.

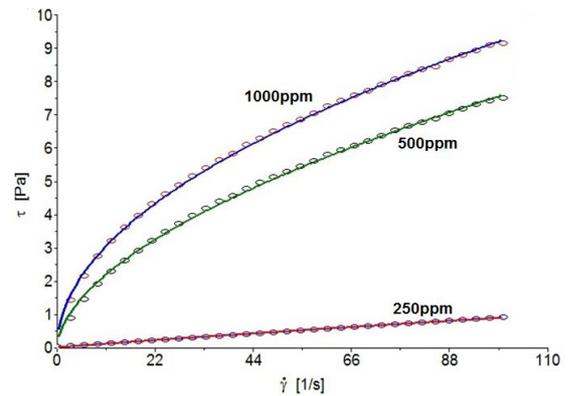


Figure 2 : Rhéogrammes de la solution du Polyox pour différentes concentrations.

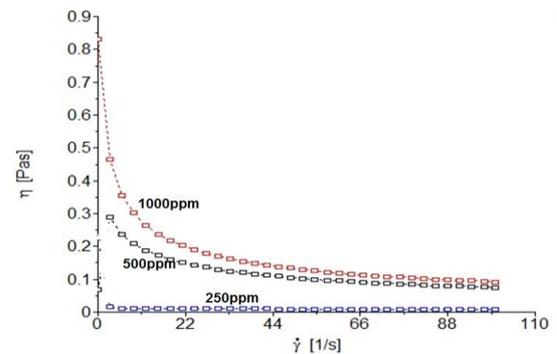


Figure 3 : Variation de la viscosité de la solution du POE pour différentes concentrations.

On remarque, d'après ces courbes que pour une concentration de 250ppm le fluide possède une viscosité constante. La prise en compte de la valeur de sa contrainte seuil permet alors de déduire que son comportement est décrit par le modèle de Bingham. En revanche et pour une concentration de 500ppm et 1000ppm, le fluide a une viscosité qui diminue en fonction du taux de cisaillement Figure (3). Le comportement des solutions dans ce cas est décrit par le modèle de Herschel-bulkley dans la mesure où les contraintes seuil sont respectivement égales à 1.441 et 1.832 Pa comme cela est montré sur le tableau suivant :

Concentration en ppm	Modèles rhéologiques	Paramètres du modèle
1000	$\tau = \tau_o + K \dot{\gamma}^n$	$\tau_o = 1.832$ $K=0.9262$ $n=0.4996$
500	$\tau = \tau_o + K \dot{\gamma}^n$	$\tau_o = 1.441$ $K=0.578$ $n=0.5593$
250	$\tau = \tau_o + \eta \dot{\gamma}$	$\tau_o = 0.45$ $\eta = 0.009$

Tableau2 : Modèles rhéologiques de la solution du Polyox pour différentes concentrations

1.1. En régime transitoire

Dans ce paragraphe, on s'intéresse à l'étude des propriétés viscoélastiques des échantillons préparés à travers la détermination de leur fonction fluage.

Pour une concentration de 1000ppm, cette fonction est présentée sur la figure 4.

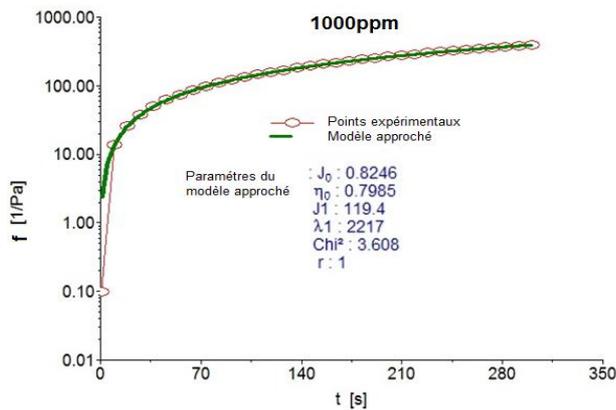


Figure 4 : Fonction fluage de la solution du POE pour une concentration de 1000ppm.

Cette fonction est approchée par la loi:

$$f(t) = J_0 + \frac{1}{\eta_0} t + J_1 \left(1 - e^{-t/\lambda_1}\right)$$

Qui correspond à celle d'un fluide de Jeffrey. Celui-ci possède une élasticité instantanée J_0 , une élasticité retardée J_1 , un temps de retard λ_1 et un temps de relaxation $\lambda_2 = J_1 \eta_1$.

Pour une concentration de 250ppm, la fonction fluage est une fonction affine (voire figure 5) similaire à celle d'un fluide de Maxwell :

$$f(t) = J_0 + \frac{1}{\eta_0} t$$

qui possède une élasticité instantanée $J_0 = 3.404 \text{ Pa}^{-1}$, une viscosité $\eta_0 = 0.009 \text{ Pa.s}$, proche de celle obtenue en régime quasi-stationnaire ($\eta_0 = 0.01 \text{ Pa.s}$), et un temps de relaxation $\lambda = J_0 \eta_0 = 0.034 \text{ s}$.

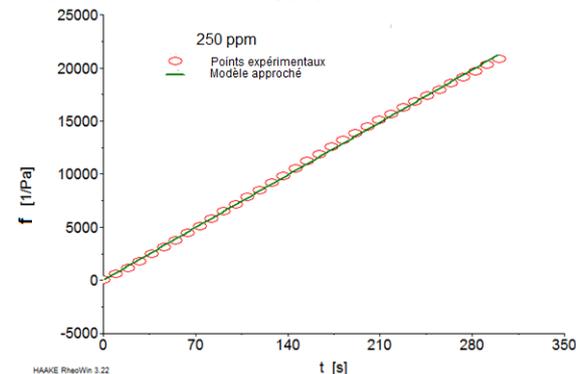


Figure 5 : Fonction fluage de la solution du Polyox pour une concentration de 250ppm.

Un comportement identique à celui-ci est observé pour une concentration de 500ppm où $J_0 = 0,1789 \text{ Pa}^{-1}$, $\eta_0 = 0.38 \text{ Pa.s}$ et $\lambda = 0.0696 \text{ s}$.

1.1. En régime Oscillant

On présente, pour ce cas, l'évolution des modules de conservation G' et de perte G'' ainsi que la variation de $\tan(\delta) = \frac{G''}{G'}$ pour une plage de fréquence variant de 1 à 10 Hz.

Pour une concentration de 1000ppm, le facteur de perte est supérieur au facteur de conservation dans toute la gamme de fréquence (figure 6). La solution possède alors un caractère plutôt visqueux qui devient encore plus accentué lorsque la fréquence est supérieure à une valeur critique, $f_c \approx 3.6 \text{ Hz}$.

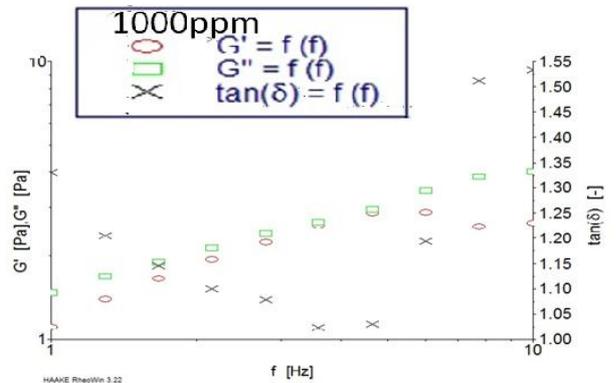


Figure 6 : Propriétés viscoélastique de la solution du POE pour une concentration de 1000ppm.

Un comportement similaire à celui-ci est observé pour une concentration de 500ppm où $f_c \approx 4.6 \text{ Hz}$ comme montré dans la figure 7 :

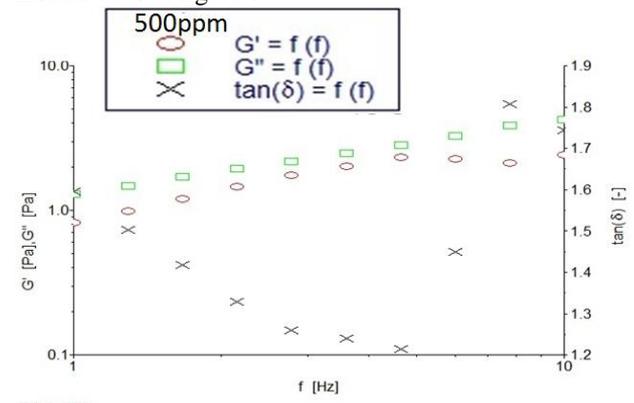


Figure 7 : Propriétés viscoélastique de la solution du POE pour une concentration de 500ppm.

Il ressort donc de cette analyse que l'évolution de la valeur de f_c , qui correspond au cas où G' et G'' sont comparables, est inversement proportionnelle à la concentration. Ceci vient consolider les protocoles de contrôle des solutions aqueuses de Polyox en régime oscillant et permet d'optimiser les processus de leur utilisation en milieu industriel.

Références

- [1] Niedzwiedz, K., et al., *Chain Dynamics and Viscoelastic Properties of Poly(ethylene oxide)*. *Macromolecules*, 2008. 41(13): p. 4866-4872..
- [2] Ortiz, M., D. De Kee, and P.J. Carreau, *Rheology of concentrated poly(ethylene oxide) solutions*. *Journal of Rheology*, 1994. 38(3): p. 519-539.
- [3] S.Rossi, P.F.L., S. Zhu, B.J. Briscoe, *Influence of low molecular weight polymers on the rheology of bentonite suspensions*. *Revue de l'institut Français du pétrole*, 1997. Vol. 52, N°2 Mars-Avril 1997(2): p. 199-206.