HAL
open science

Rhéologie de pâtes dentaires par extrusion

Patrice Estellé, Arnaud Perrot, Christophe Lanos, Patrick Lesage

To cite this version:

Patrice Estellé, Arnaud Perrot, Christophe Lanos, Patrick Lesage. Rhéologie de pâtes dentaires par extrusion. 47éme Congrès Annuel du Groupe Français de Rhéologie - Rhéologie, Confinement et Interface, Oct 2012, Pau, France. hal-00767648

HAL Id: hal-00767648

https://hal.science/hal-00767648v1

Submitted on 28 Jan 2014

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.

Rhéologie de pâtes dentaires par extrusion

Patrice Estellé [1], Arnaud Perrot [2], Christophe Lanos [1], Patrick Lesage [3]

[1] *LGCGM, EA3913, Equipe Matériaux Thermo-Rhéologie, IUT de Rennes, Université Rennes 1*
[2] *LiMatB - Centre de Recherche Christiaan Huygens, Université de Bretagne Sud*
[3] *Kereden, Recherche et Développement de Dispositifs Médicaux, Saint-Malo*

Résumé : L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement rhéologique de différentes pâtes de soins dentaires dont le comportement est principalement plastique. Des tests sont réalisés avec une géométrie d'extrusion et par cisaillement direct (géométrie vane). Ces deux types d'essais permettent d'évaluer les seuils de mise en écoulement et de friction du matériau. Il apparaît que ces seuils sont fortement affectés par une modification des conditions cinématiques. Les résultats permettent de sélectionner les formulations les plus pertinentes pour garantir des conditions d'exploitation optimisées.

Mots-clé : Pâtes dentaires, extrusion, seuil statique, seuil dynamique, seuil de friction

1. Introduction

Une pâte de soins dentaires peut être utilisée lors de l'intervention du praticien pour distancer la gencive de la base de la dent. Une telle pâte doit présenter différentes propriétés techniques particulières : sa composition doit garantir un caractère alimentaire, sa texture doit permettre sa mise en place, le maintien de ses propriétés doit être garanti durant l'intervention. L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement rhéologique de ce type de matériau à partir du dispositif d'application envisagé : l'extrusion par piston. Cette étude est complétée par des mesures de cisaillement direct au moyen d'une géométrie vane. Les caractéristiques rhéologiques identifiées pour différentes compositions sont comparées. L'interprétation des résultats doit permettre de guider le formulateur vers une solution optimisée.

2. Matériaux et expériences

Les échantillons de pâtes testées sont produits par Kereden. Ils correspondent à un mélange dont la composition est conforme au cahier des charges produit et reflète ce qui pourrait être utilisé en production industrielle. Pour des raisons de confidentialité, la nature des composants de ces pâtes, leur proportion ainsi que le mode de préparation ne sont pas développés ici. Cinq formulations différentes sont étudiées. Elles correspondent à une gamme de consistance jugée tolérable par le fabricant pour la mise en œuvre du produit. Leur masse volumique, qui varie peu d'une formulation à l'autre, est de l'ordre de 1150 kg/m^3. Le procédé d'application retenu correspond à l'extrusion d'un bourrelet régulier de pâte autour de la dent à l'aide d'une seringue. L'échantillon est conditionné sous la forme d'un volume défini de pâte contenu dans une cartouche métallique formant à son extrémité une filière. La géométrie d'extrusion, dont la forme est brevetée par Kereden, est donc de type piston avec une filière conique.

2.1 Essais d'extrusion

La cartouche est de forme cylindrique, de 30 mm de longueur et 4,5 mm de diamètre. Le convergent conique de l'extrémité de la filière présente un rapport de réduction proche de ½ et d'angle 45°. Les essais d'extrusion sont réalisés au moyen d'un analyseur de texture, pour deux vitesses imposées du piston, respectivement 1 et 3 mm/s. Les essais sont répétés sur 6 échantillons d'une même formulation et une vitesse d'extrusion donnée. Les résultats, évolution de l'effort d'extrusion en fonction du temps, présentent une bonne reproductibilité. On note cependant des variations sur les courbes d'essais qui s'expliquent par des défauts d'homogénéité du matériau, et/ou des défauts de remplissage de la cartouche (bulles d'air par exemple). Ainsi, dans la suite de l'étude nous exploiterons des courbes moyennes obtenues à partir des différents essais. Celles-ci sont représentées sur la figure 1.

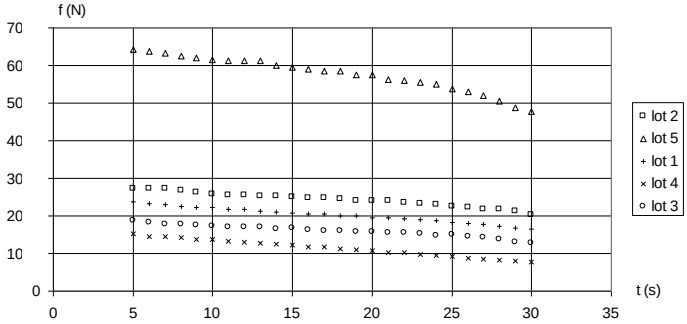

Figure 1. Effort d'extrusion en fonction du temps pour une vitesse de piston de 1mm/s (les écart-types ne sont pas représentés pour ne pas surcharger la figure)

2.2 Cisaillement direct

Pour chaque formulation, des essais de cisaillement direct sont également réalisés, au moyen d'un rhéomètre Brookfield Soft Solid Tester équipé d'une géométrie vane à quatre pales. Cette géométrie a un diamètre D de 5 mm et une hauteur h de 10 mm. On se propose ici d'étudier l'influence de la vitesse de rotation de l'outil - les vitesses utilisées étant notées sur la figure 2 – sur deux paramètres caractéristiques du matériau, le seuil statique (ou seuil de mise en écoulement) et le seuil dynamique. Le premier de ces deux paramètres correspond à la valeur maximale de contrainte (calculée selon l'équation (1) [1]). Le second est lié à la valeur de contrainte « stabilisée » obtenue en fin d'essai [2]. On peut constater dans un premier temps sur la figure 2 que les valeurs de seuil statique croît avec la vitesse de rotation. Les valeurs de seuil dynamique semblent moins affectées par ce paramètre.

$$\tau = 2M \big/ \pi h D^2 \qquad (1)$$

Avec M la valeur de couple mesurée.

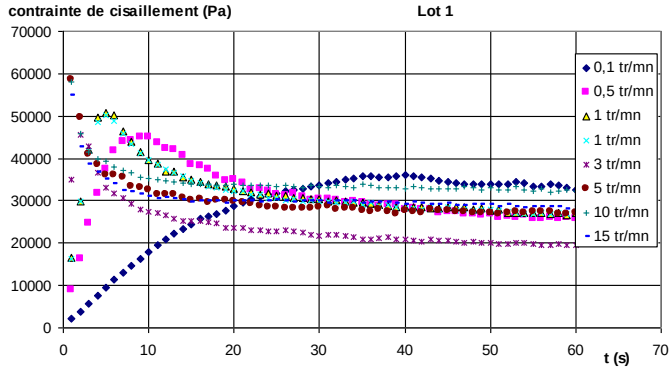

Figure 2. Exemple d'enregistrement d'essai de cisaillement direct – influence de la vitesse de rotation de l'outil.

3. Interprétation des résultats

3.1 Extrusion

Connaissant la vitesse d'extrusion, il est possible de tracer l'évolution de l'effort d'extrusion en fonction de la position du piston dans la cartouche. Cette représentation, décrite par la figure 3, permet de comparer les résultats obtenus pour tous les échantillons. Sur la figure 3, les valeurs de l'effort maximum d'extrusion obtenues pour chaque échantillon (valeur moyenne) sont également placées. La figure 3 montre que :

- Les courbes présentent un caractère linéaire marqué, en particulier jusqu'à 27 mm environ. Ce caractère linéaire évoque une friction régulière sur le tube de la cartouche [3]. La pente de cette droite va permettre d'identifier la valeur de la contrainte de friction.

- La perte de linéarité des courbes en fin de parcours du piston est probablement induite par la présence de la zone de convergence qui débute en amont du rétrécissement. Il est courant dans un tel problème d'extrusion de considérer qu'une zone morte de l'écoulement se déclare sur une longueur de l'ordre de 0,8.R où R est le rayon de la cartouche [4]. Considérer que l'écoulement est perturbé environ 2 à 3 mm en amont du rétrécissement est donc tout à fait acceptable. L'effort en bout de cartouche peut donc être relié à une contrainte de mise en forme.

Les efforts maximum mesurés en tout début d'essai sont généralement au dessus des valeurs estimées en poursuivant fictivement les courbes en L=0. Ce phénomène est certainement induit par les effets élastiques en début de compression du matériau.

- Les effets de vitesse d'extrusion sont sensibles (plus sur la position des droites que sur les pentes).

Un comportement plastique semble être adapté à la modélisation du comportement rhéologique de ces pâtes. Cependant il convient de conditionner ce seuil par la vitesse d'essai. Un ajustement linéaire est réalisé sur les différentes courbes en considérant la gamme des points correspondant à 15 mm < L < 25 mm.

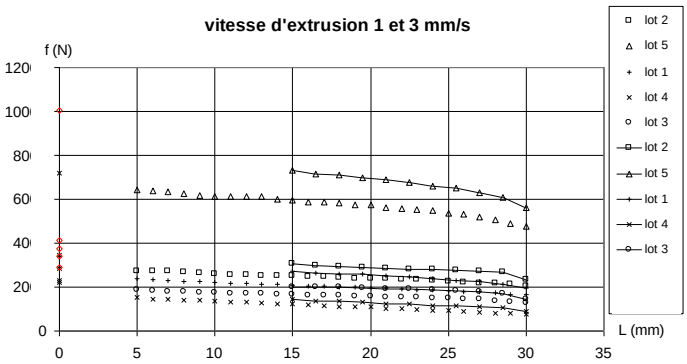

Figure 3. Effort d'extrusion en fonction de la position du piston (essais à 1mm/s : points isolés, essais à 3mm/s : courbes continues).

3.1.1 Conditions de friction

La pente des courbes d'évolution de l'effort de friction en fonction de l'avancement du piston permet d'estimer la contrainte de friction du matériau contre la paroi du cylindre. Le tableau 1 indique les valeurs obtenues pour les différents matériaux et les deux vitesses d'avance du piston. En ajustant une droite sur les valeurs précédentes (figure 4), il est possible d'évaluer un seuil de friction initial (obtenu pour une vitesse de glissement nulle). On note que les lots 3 et 4 révèlent des contraintes de friction

faiblement influencées par la vitesse de glissement. Ces matériaux présentent un comportement tribologique de type seuil. Le matériau le plus influencé par la vitesse de frottement est le lot 5.

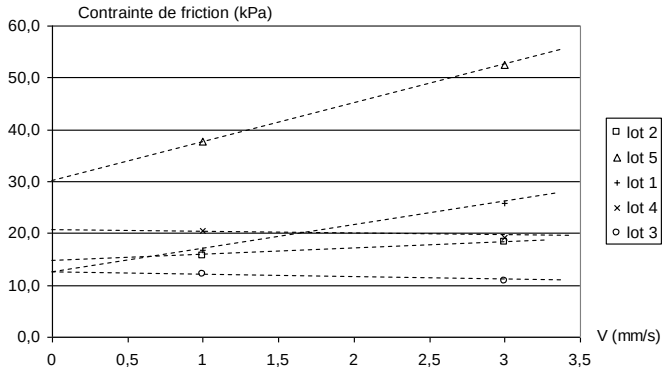

Figure 4. Contrainte de friction en fonction de la vitesse de glissement.

Tableau 1 : valeurs des paramètres de friction identifiés pour les différentes formulations.

Contrainte de friction (kPa)					
vitesse	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5
1mm/s	16,7	15,6	12,0	20,5	37,6
3mm/s	25,9	18,3	10,9	19,2	52,6
Seuil de friction initial (kPa)					
	12,1	14,2	12,6	21,1	30,2

3.1.2 Conditions de mise en forme

L'évolution de l'effort de friction en fonction de l'avancement du piston permet d'estimer la contrainte de mise en forme à l'entrée de la zone de convergence en fin de cartouche. Pour les calculs, la position de cette zone d'entrée est estimée à 27 mm. L'effort de mise en forme permet de calculer la contrainte de mise en forme (considérée homogène sur la section de la cartouche). En considérant que la relation entre la contrainte de mise en forme σ_{ext} et le seuil de cisaillement K est du type [5] :

$$\sigma_{ext} = K.5,5.(p+2).(1-d/D) \qquad (2)$$

Où d/D est le rapport d'extrusion du convergent, il est possible d'estimer le seuil de cisaillement et d'évaluer son évolution en fonction de la vitesse d'essai. Le tableau 2 indique les valeurs obtenues pour les différents matériaux dans ce cas.

Tableau 2 : seuil de cisaillement des pâtes – influence de la vitesse du piston.

Seuil de cisaillement (kPa)					
vitesse	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5
1mm/s	78,3	97,6	63,2	37,7	232
3mm/s	99,5	118,5	80,2	48,0	279,3

On constate que le seuil de cisaillement interne est influencé par la vitesse d'extrusion pour tous les échantillons (figure 5). En ajustant une droite sur les résultats obtenus il est possible d'évaluer un seuil de cisaillement initial (pour une vitesse nulle) et un coefficient de frottement interne (pente de la droite). Le tableau 3 indique les valeurs de seuil initial de cisaillement (à Ve = 0) et le coefficient de frottement interne.

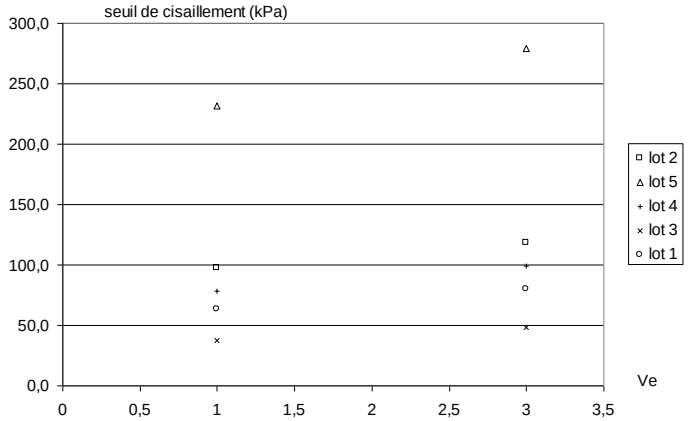

Figure 5. Contrainte de friction en fonction de la vitesse d'extrusion.

Tableau 3 : valeurs des seuils de cisaillement et des coefficients de frottement identifiés pour les différentes formulations.

	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5
Seuil de cisaillement initial (kPa)	67,7	87,2	54,7	32,6	208,3
Coefficient de friction interne (kPa/mm)	10,6	10,4	10,6	5,2	23,7

3.2 Cisaillement direct

Pour interpréter les résultats des essais au vane obtenus sur ces pâtes essentiellement plastiques, on introduit le paramètre de vitesse au bord de l'outil. Ce paramètre retraduit la vitesse de friction du cylindre de pâte emmené par l'outil en rotation contre le reste de l'échantillon qui demeure statique. Pour chaque formulation testée, les courbes d'évolution des seuils statique et dynamique sont exprimées en fonction de la vitesse induite au bord de l'outil, notée *Vg*, dont l'expression est donnée par l'équation (3).

$$V_g = \omega \frac{D}{2} \qquad (3)$$

Avec la vitesse de rotation de l'outil en rad/s et D le diamètre de l'outil en mm. Pour la gamme de vitesse de rotation utilisée, la gamme de vitesse de friction *Vg* varie alors entre 0 et 4 mm/s.

Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur les figures 6 et 7, respectivement pour le seuil statique et le seuil dynamique. On constate pour le lot 1 que le seuil statique

converge vers une valeur proche de 60 kPa, alors que le seuil dynamique reste voisin de 30 kPa. Le comportement de cette pâte, faiblement influencé par la vitesse, est de type plastique. Pour le lot 2, le seuil statique semble toujours croissant alors que le seuil dynamique décroît rapidement pour se stabiliser à 4kPa environ. Ce matériau semble sensible à la vitesse : il se raidit à une mise en écoulement rapide et lubrifie les contacts lors d'un mouvement prolongé. Les seuils statiques et dynamiques du lot 3 sont toujours croissants. Ce matériau est plus ferme et frottant lorsque la mise en écoulement est rapide. Les seuils statiques et dynamiques du lot 4 se stabilisent rapidement à 35 kPa, respectivement 10 kPa. Le comportement de cette pâte est très plastique. On note une lubrification des contacts lors d'un mouvement entretenu. Le comportement du lot 5 est sensiblement identique à celui du lot 2 ; les valeurs de seuils sont néanmoins beaucoup plus importantes.

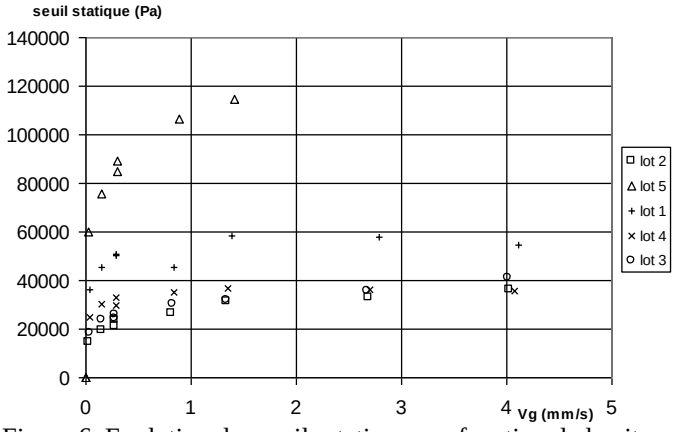

Figure 6. Evolution des seuils statiques en fonction de la vitesse de friction.

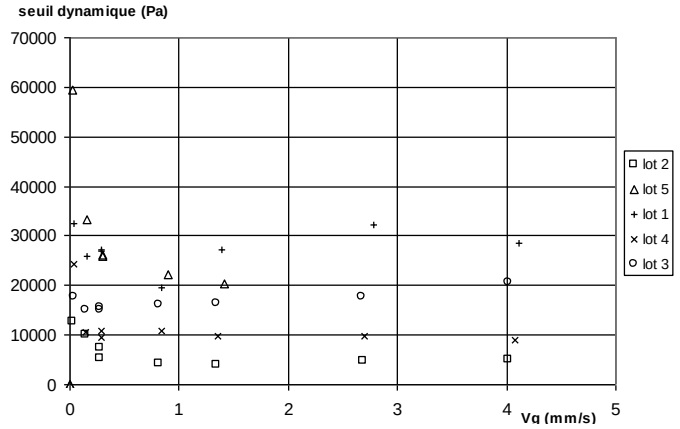

Figure 7. Evolution des seuils dynamiques en fonction de la vitesse de friction.

Tableau 4 : valeurs des seuils statiques et dynamiques initiaux obtenus pour Vg = 0.

	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5
Seuil statique initial (kPa)	60	15	15	25	60
Seuil dynamique initial (kPa)	30	12	15	10	60

4. Synthèse et Conclusions

Les valeurs de seuils de friction initiaux identifiés lors des essais d'extrusion sont assez comparables aux seuils initiaux identifiés à l'aide des essais de cisaillement direct pour Vg = 0 (essais au vane). On note ainsi une correspondance entre essai d'extrusion et essai au vane vis-à-vis du seuil initial de friction. L'effet de la vitesse évolue avec les mêmes tendances pour les deux essais.

L'ensemble des résultats des travaux réalisés dans le cadre de cette étude peuvent être synthétisés de la façon suivante :

- Les matériaux étudiés présentent un comportement rhéologique essentiellement plastique et un comportement tribologique de type glissant avec une friction seuil.
- Les seuils de plasticité et de friction sont influencés par la vitesse sans que l'effet puisse être apparenté à une viscosité.
- Les conditions de friction à la paroi peuvent être évaluées soit à l'aide d'essais d'extrusion, soit en utilisant un test de cisaillement direct de type vane. La confiance à accorder au coefficient de frottement est cependant limitée en raison du faible nombre de vitesses d'extrusion utilisé pour en identifier la valeur. La répétition des tests au vane à différentes vitesses est certainement plus instructive.

Références

[1] Estellé, P. et al. Processing the vane shear flow data from Couette analogy, *App. Rheol.* 18:3, 34037 (2008).

[2] Barnes, H.A., Nguyen, Q.D., Rotating vane rheometry – a review, *J. Non-Newtonian Fluid Mech*. 98, 1-14, (2001).

[3] Perrot, A. et al. Ram extrusion force for frictional plastic material: model prediction and application to cement paste, *Rheologica Acta* 45(4):457-467 (2006).

[4] Ait Mokhtar, A. et al. Evaluation de l'aptitude à l'extrusion d'un fluide épais. *L'Industrie Céramique* n° 897, vol 10, pp. 632-637 (1994).

[5] Micaelli, F. *Caractérisation rhéologique de pâtes de ciment et cendres volantes extrudables*. thèse INSA Rennes - Université de Pise, 10 novembre 2008.