



De l'extraction au recyclage,  
conséquences sur les propriétés effectives



Colloque National, du 20 au 24 janvier 2014, Aussois.

## Modélisation du comportement mécanique de composites renforcés par des fibres végétales

Alexis BEAKOU, Cécile MATTRAND, Karine CHARLET  
Institut Pascal UMR 6602 UBP/CNRS/IFMA  
Alexis.Beakou@ifma.fr

# L'Institut Pascal en bref



INSTITUT  
PASCAL  
Sciences de l'Ingénierie et des systèmes

UMR 6602 Université Blaise Pascal / CNRS / IFMA, Clermont-Ferrand

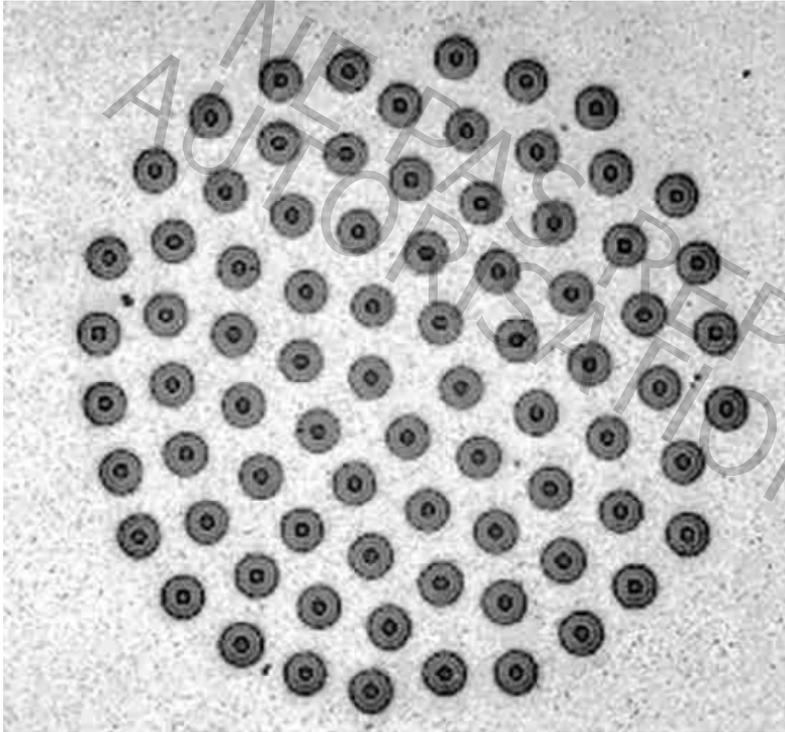
- Mécanique, Matériaux, Structures
  - Mécanique Probabiliste des Matériaux et des Structures
  - Matériaux et Structures
  - Machines, Mécanismes et Systèmes Industriels
- Image, Systèmes de Perception, Robotique
- Photonique, Ondes, Nanomatériaux
- Génie des Procédés, Energétique et Biosystèmes

# Plan de l'exposé

- Introduction
- Matériaux numériques
  - Méthode générale d'étude
  - Cadre de la présentation
- Modèles numériques de fibres végétales et de faisceaux
- Mesure locale de propriétés mécaniques
  - Propriétés de phases
  - Propriétés d'interfaces
- Une méthode de simulation de contours virtuels de fibre
  - Reconstruction des contours réels
  - Simulation de contours virtuels
- Conclusion

# Introduction

## Microstructure de matériaux composites : le cas idéal



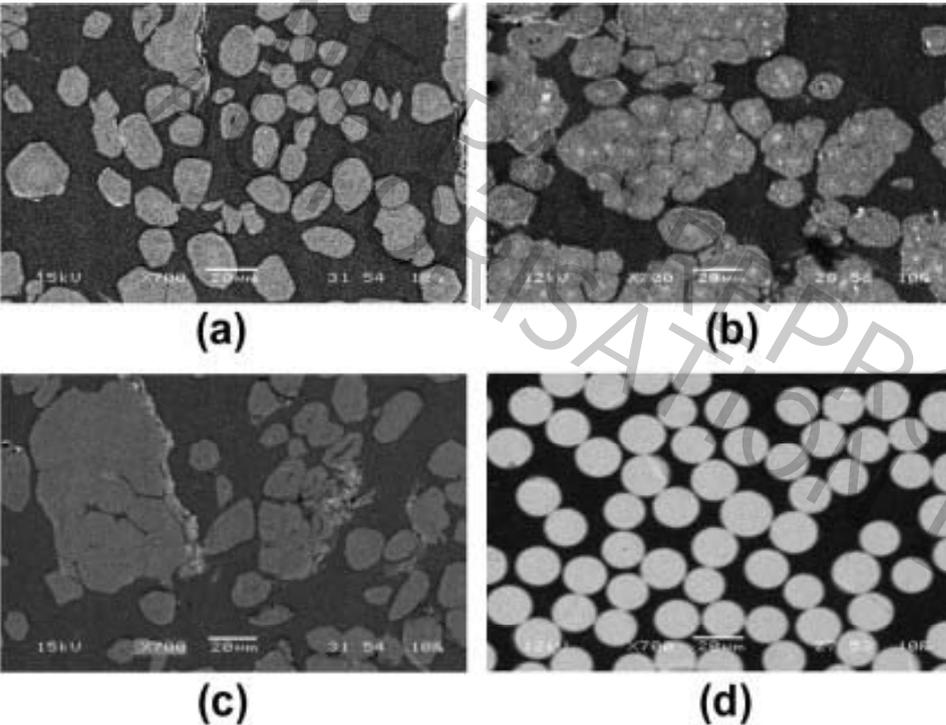
- Fibres cylindriques à base circulaire
- Répartition quasi-périodique des fibres
- Possibilité de définir un volume élémentaire représentatif (un multiple de la période)
- Homogénéisation analytique possible par développement asymptotique

*Composite à matrice métallique SiC-titane pour application aéronautique ( $\phi$  fibre = 600  $\mu\text{m}$ )*

→ Les composites usuels sont rarement aussi parfaits

# Introduction

## Microstructures de matériaux composites : les cas courants



- Verre / époxy : fibres cylindriques à base circulaire, répartition irrégulière
- Lin / époxy : présence conjointe de fibres individuelles et de faisceaux ; 93%(a), 74%(b), 69%(c).
- Lin / époxy : section droite des fibres de forme quelconque, souvent polygonale
- Lin / époxy : répartition irrégulière

Image MEB de section droite de composites unidirectionnels  
(a) Hermes, (b) Andrea, (c) Marilyn, (d) verre

→ Approches analytiques difficiles à mettre en œuvre

# Introduction

## Anisotropie du comportement mécanique des fibres

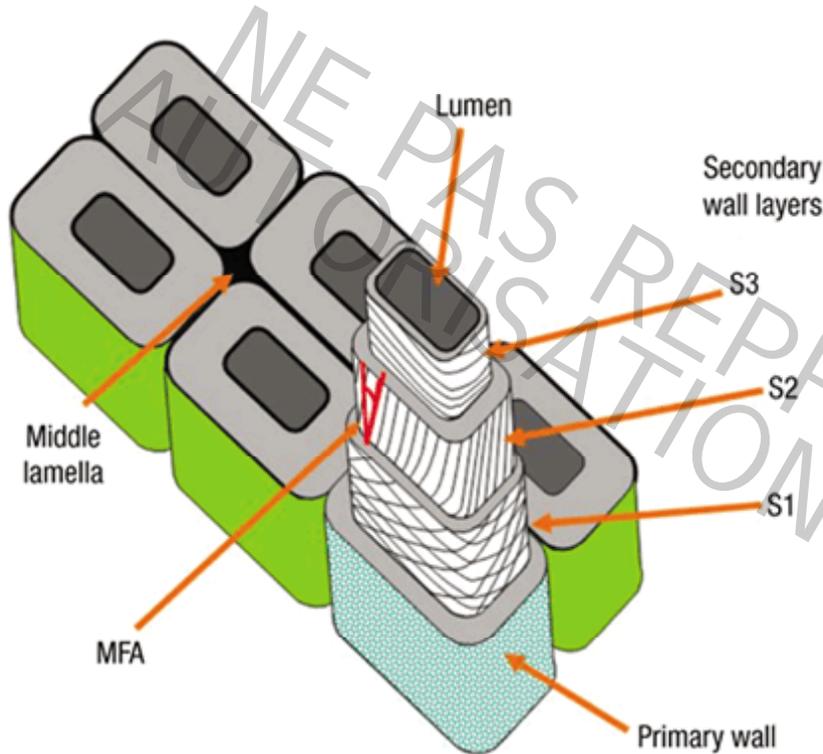


Schéma de la paroi d'une fibre végétale

- Caractérisation des fibres souvent réduite au comportement longitudinal
- Organisation de la paroi végétale induit une anisotropie de comportement, incidence sur le comportement du composite
- Approche phénoménologique pas pertinente, essais transverses difficiles à mettre en œuvre pour l'identification



**Approches numériques plus adaptées**

# Introduction

- Estimer les propriétés anisotropes des renforts difficilement accessibles par essais
  - Représenter les microstructures irrégulières de façon réaliste
  - Réduire le nombre d'essais, donc les coûts associés
  - Etudier la sensibilité des réponses mécaniques à l'organisation de la microstructure des matériaux
  - Expliquer l'origine des variabilités sur les propriétés homogénéisées
  - Définir de façon rationnelle des VER de matériaux à microstructure irrégulière
- Nécessité d'une approche « matériaux numériques »

# Matériaux numériques

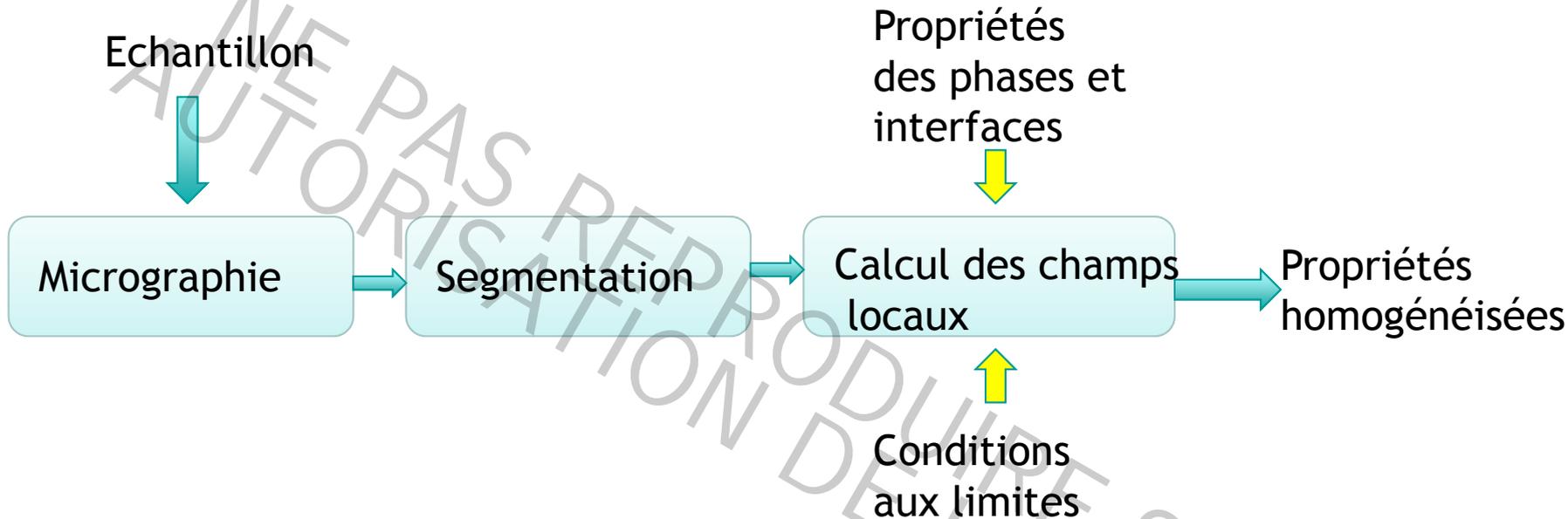
## Deux principales orientations

On dispose de l'image numérisée de la microstructure du matériau

- La micrographie est supposée représentative du matériau
  - Segmentation de l'image
  - Calcul numérique des champs locaux et des propriétés homogénéisées
  
- La micrographie n'est pas suffisamment représentative du matériau (population d'hétérogénéités incomplète, existence d'autres répartitions)
  - Simuler des microstructures virtuelles
  - Calcul numérique des champs locaux et des propriétés homogénéisées

# Matériaux numériques

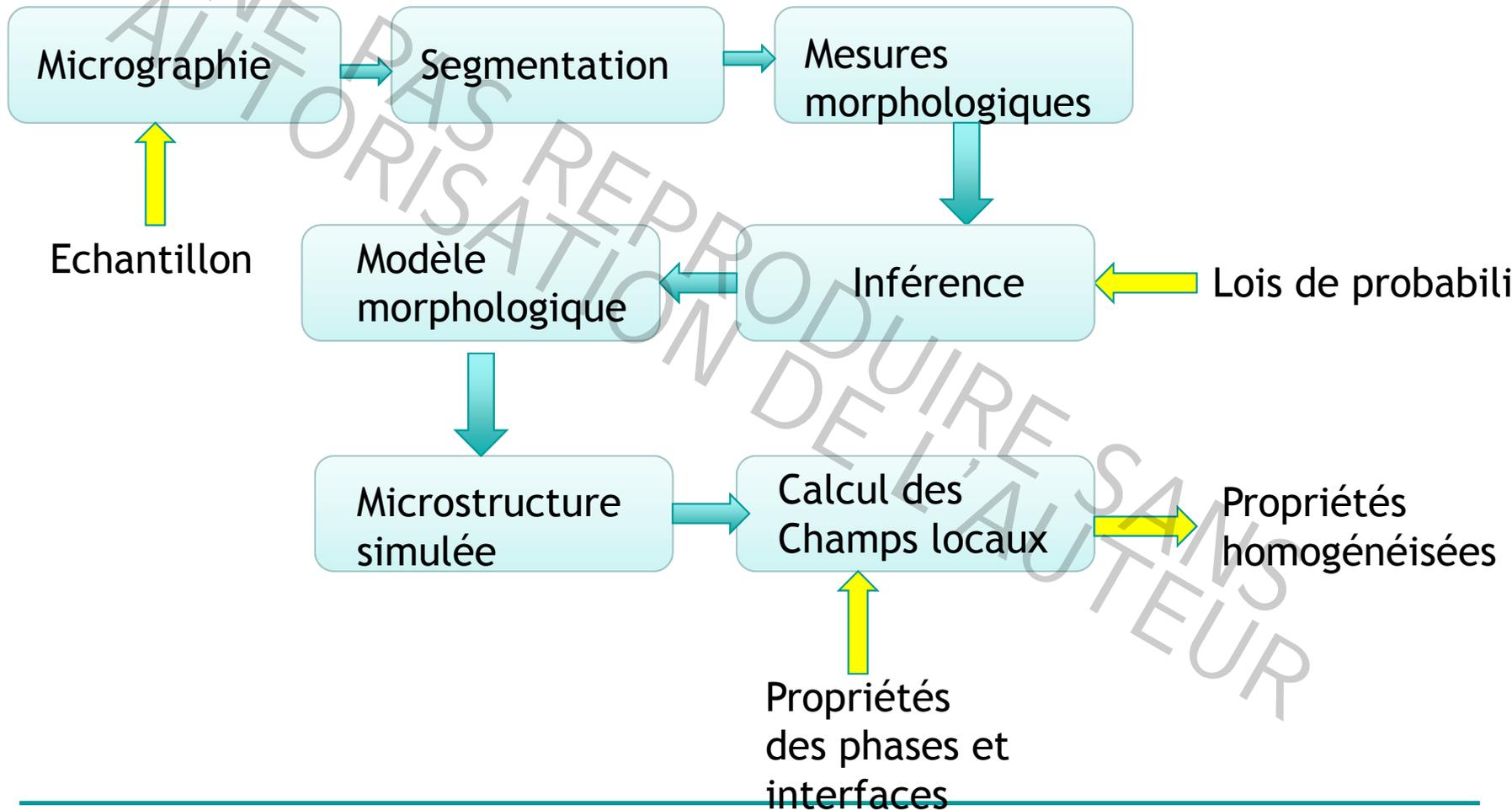
## Méthodologie dans le cas d'une micrographie représentative du matériau



- ❑ Les propriétés des phases sont souvent estimées, certaines étant difficiles à mesurer
- ❑ La méthodologie est applicable aux fibres pour simuler des essais virtuels, la procédure devient alors récursive et multiéchelle

# Matériaux numériques

Méthodologie dans le cas d'une micrographie insuffisamment représentative du matériau



# Modèles numériques de fibres et de faisceaux

## Exemples de modèles de fibres élémentaires

Modèles de type « essais virtuels » pour l'estimation de propriétés anisotropes

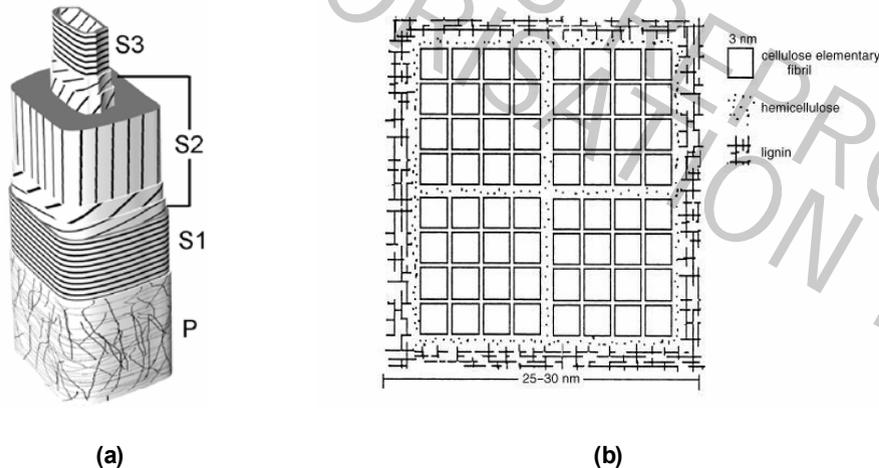


Schéma de la paroi d'une fibre végétale et modèle d'organisation des polymères : modèle de Fengel

- Modèles relèvent de la MMC, les sous-couches sont supposées homogènes mais anisotropes
- Modèles solide ou coque stratifiée
- Les schémas de Preston et de Fengel sont utilisés pour décrire l'organisation des polymères de base
- Le gradient de la composition chimique est pris en compte
- Les propriétés mécaniques des polymères de base, l'angle MFA sont extraits de la littérature

# Modèles numériques de fibres et de faisceaux

## Exemples de modèles de fibres élémentaires



(a)



(b)

Déformée d'une fibre trachéide soumise à une déformation axiale : (a) rotation libre, (b) rotation bloquée

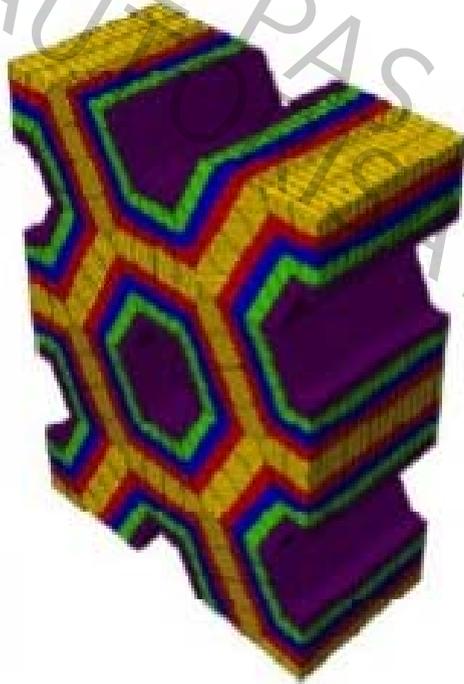
Possibilité de simuler numériquement des essais difficiles à mettre en œuvre (pression interne, torsion)

Comme dans le cas expérimental, plusieurs cas de charge sont nécessaires

Soin particulier à apporter aux conditions aux limites

# Modèles numériques de fibres et de faisceaux

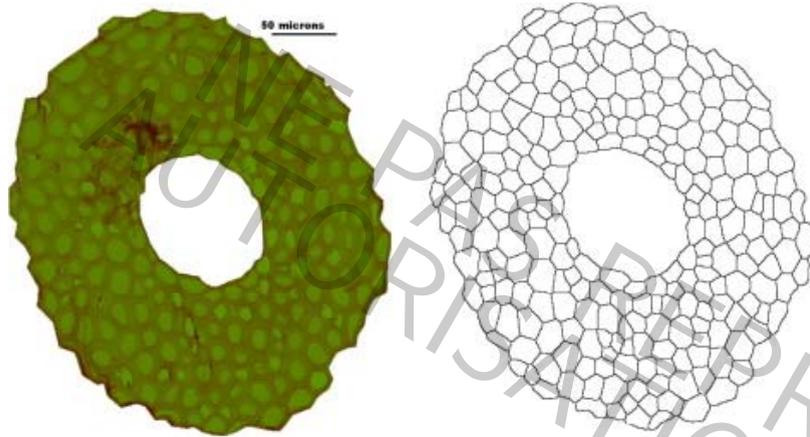
## Exemples de modèles de faisceaux



- Modèle solide
- Fibres trachéides représentées par des cylindres à base hexagonale
- Propriétés élastiques des sous-couches estimées à partir des équations d'Halpin-Tsai
- Le gradient de la composition chimique est pris en compte
- Les propriétés mécaniques des polymères de base, l'angle MFA sont extraits de la littérature

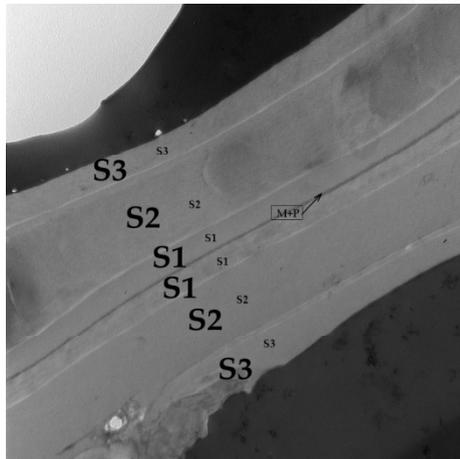
# Modèles numériques de fibres et de faisceaux

## Exemples de modèles de faisceaux



(a) Photomicrography of the RC fiber section.

(b) Image-based reconstruction of the RC fiber section.



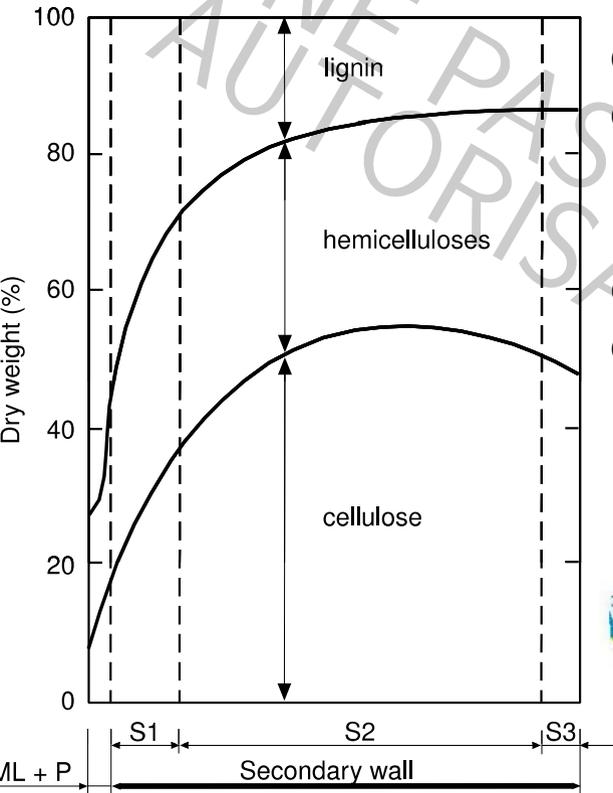
D:\Martino\_002.tif  
coupe trans 09 03 07  
Print Mag: 16400x @ 150 nm  
9:22 03/09/07

500 nm  
HV=80kV  
Direct Mag: 15000x  
CICD CLERHOFY-FERRAND

- Squelettisation par zone d'influence (SKIZ) des particules (lumen), meilleur rendu que Voronoï
- Modèle coque multicouche, épaisseurs des sous-couches mesurées par TEM
- Propriétés élastiques des sous-couches estimées à partir par bornes de Hashin
- MFA a été mesuré

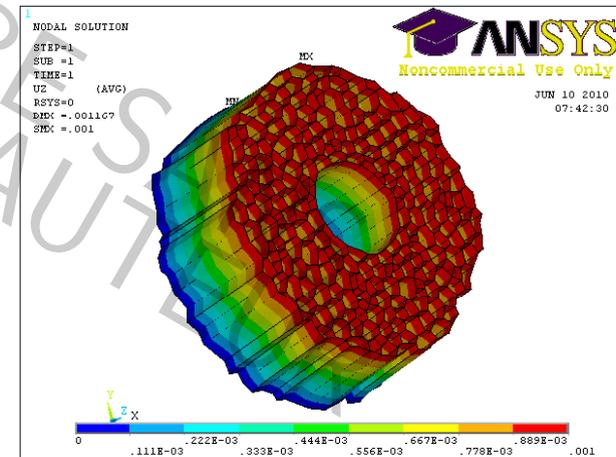
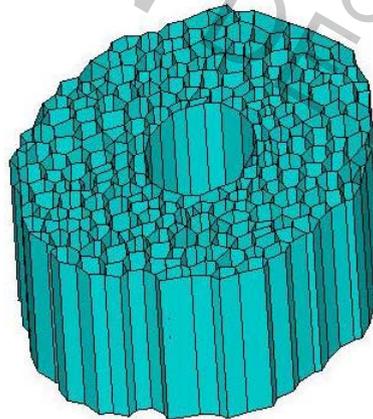
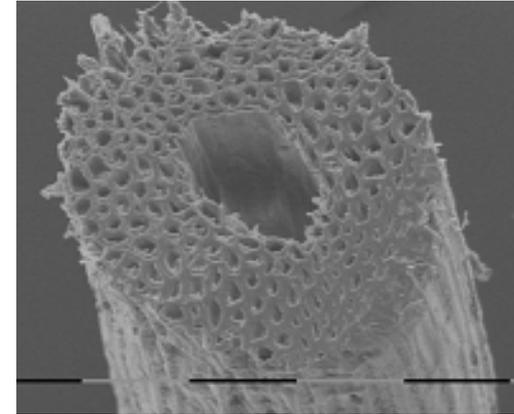
# Modèles numériques de fibres et de faisceaux

## Exemples de modèles de faisceaux



ical composition of the different layers of the c

- Le gradient de la composition chimique est pris en compte
- Les propriétés mécaniques des polymères de base sont extraites de la littérature



# Modèles numériques de fibres et de faisceaux

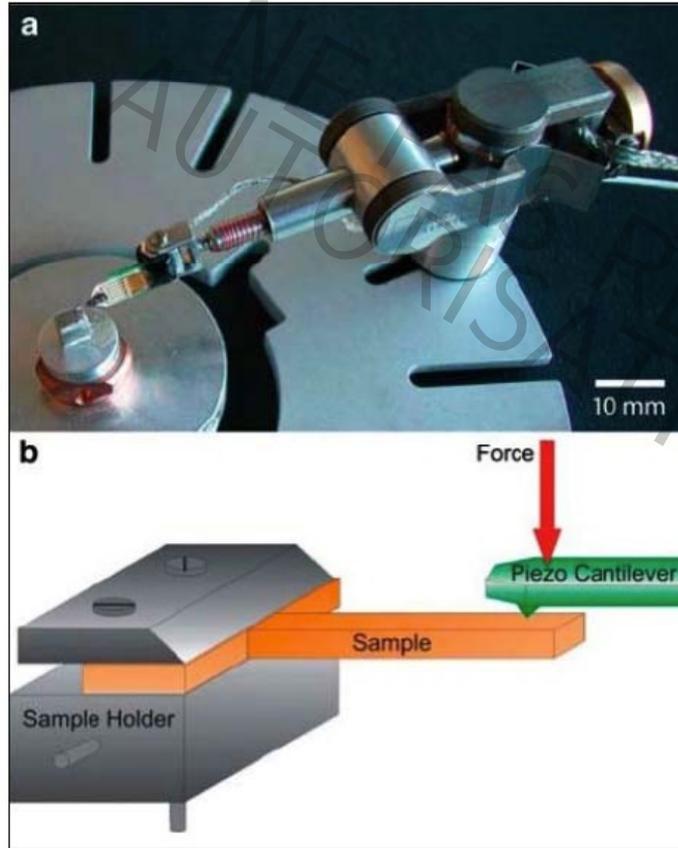
## Bilan des modèles

- Géométrie des fibres, épaisseur des parois bien représentées
- Composition biochimique mesurée de façon globale, ventilation dans les sous-couches sur la base des courbes de la littérature sur le bois
- L'organisation des polymères de base dans la microfibrille n'est pas bien connue, les schémas de Fengel et Preston doivent être validés (Terashima ?). De plus milieu discret / milieu continu ?
- Les propriétés des polymères de base sont pour la plupart issues de simulation. Couplage MD-MMC à envisager ?
- Nécessité de valider les résultats étape par étape

→ **Manque notoire de données d'entrée des modèles**

# Mesure locale de propriétés mécaniques

## Module d'élasticité de la paroi végétale par essai de flexion



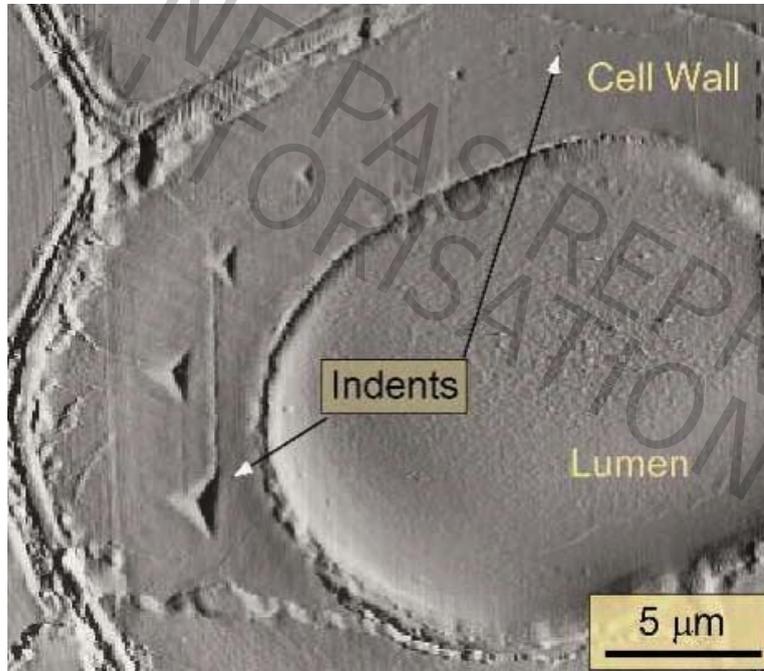
- Découpe d'une poutre dans la double paroi végétale par faisceau d'ions (FIB)
- Eprouvette encastrée à une extrémité et sollicitée à l'autre extrémité par une sonde piezorésistive montée sur un micro-manipulateur
- L'observation au MEB permet de mesurer la flèche en fonction de la force appliquée

Extract: Fig. 2 (a) The testing device. (b) Schematic of the bending test method.

Validation du module d'élasticité de la paroi, estimé à partir de grandeurs aux échelles inférieures  
Donnée d'entrée de modèles à parois homogènes et isotropes

# Mesures locales de propriétés mécaniques

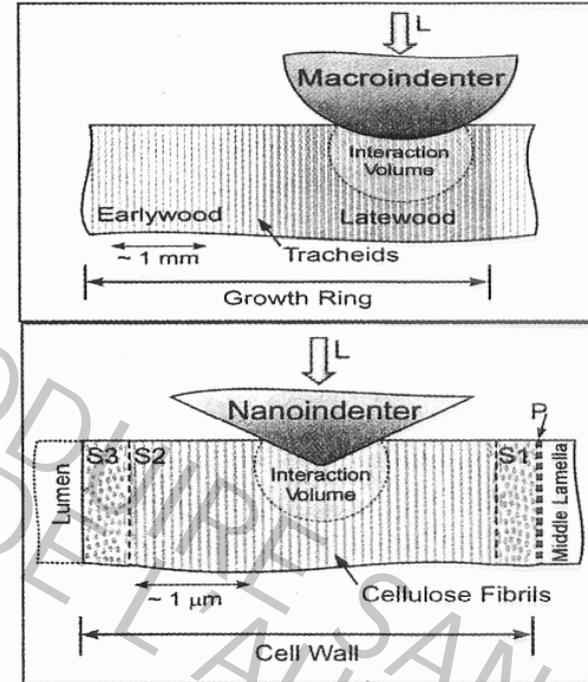
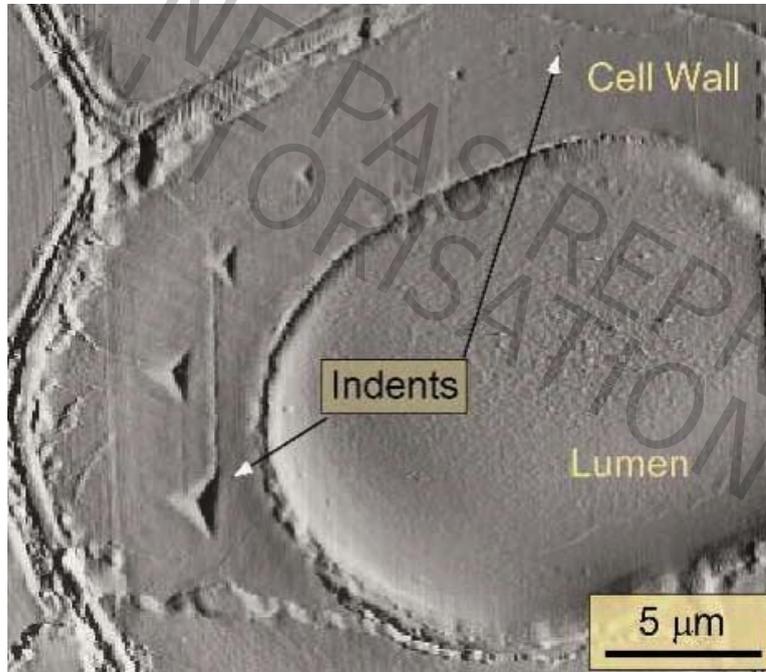
## Module d'élasticité de la paroi végétale par nanoindentation



Série d'indentations à effort croissant dans la paroi par une sonde AFM  
Relevé de l'effort en fonction de la profondeur de l'empreinte  
Calcul du module d'élasticité, du module de relaxation et de la dureté

# Mesures locales de propriétés mécaniques

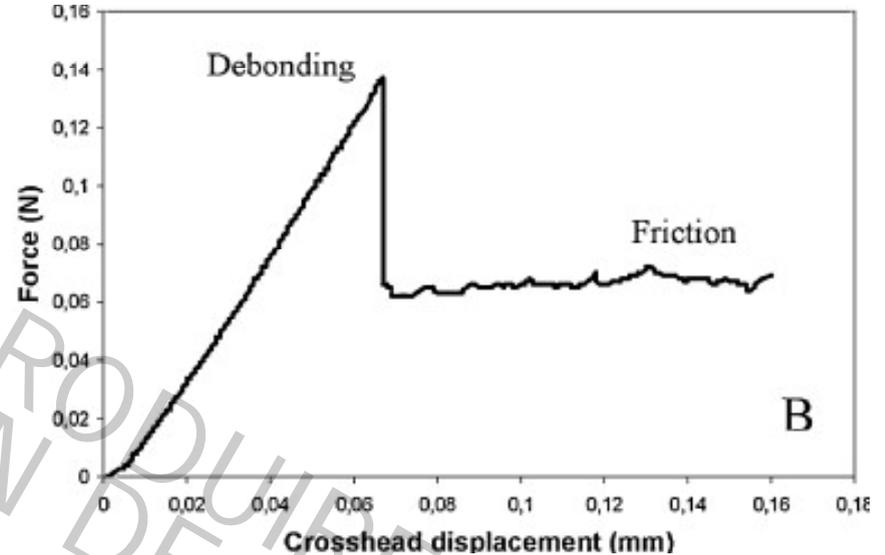
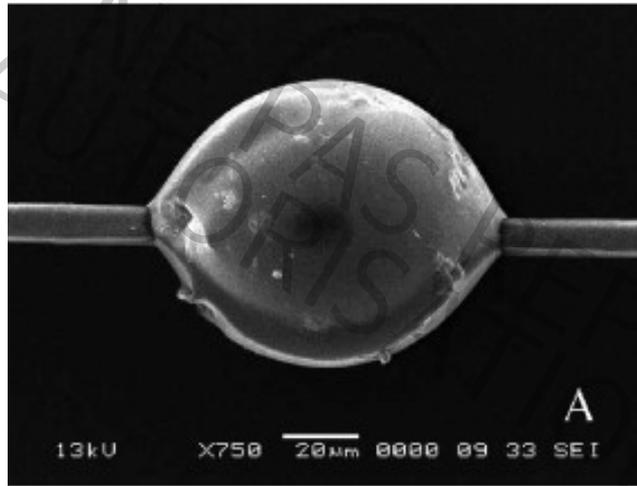
## Module d'élasticité de la paroi végétale par nanoindentation



Discrimination des sous-couches difficile en raison du volume d'interaction

# Mesures locales de propriétés mécaniques

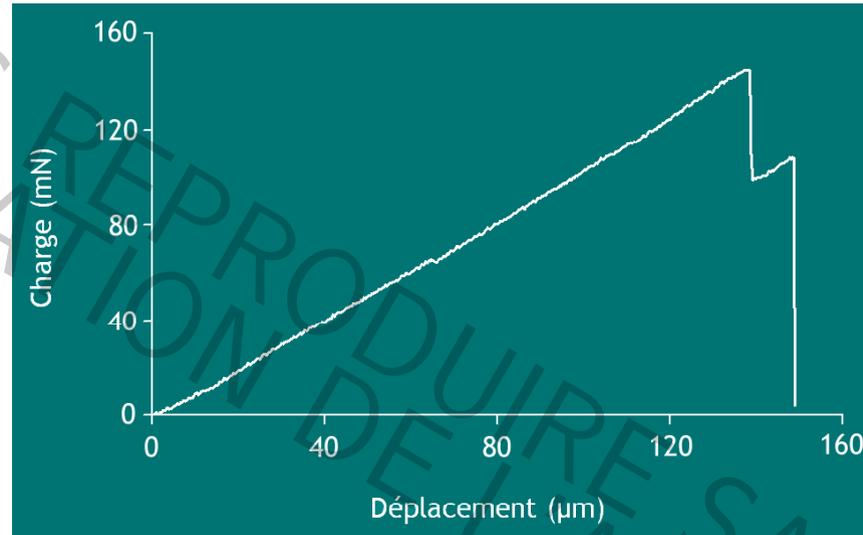
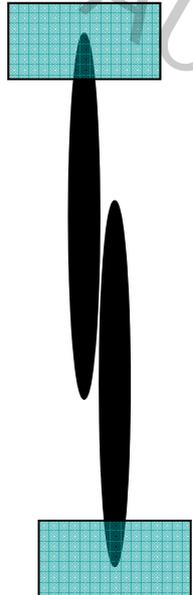
Propriétés d'interface **fibre / matrice** par essai de la microgoutte



- Goutte de résine déposée sur la fibre et polymérisée
- Goutte bloquée par dispositif à lames et fibre tirée à travers la goutte
- Résistance en cisaillement apparente calculée à partir de la courbe

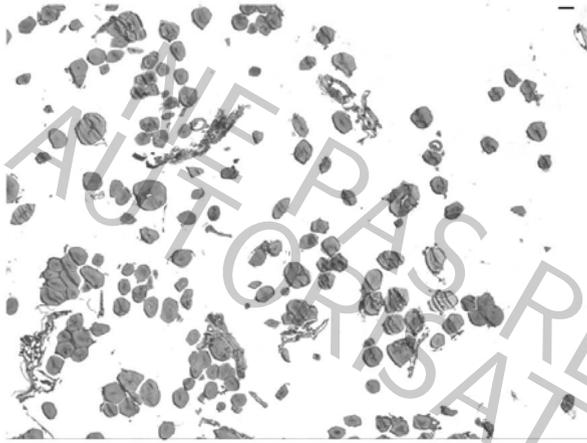
# Mesures locales de propriétés mécaniques

Propriétés d'interface  **fibre/fibre**  par essai de cisaillement



→ Interface fibre/fibre plus faible que l'interface fibre / matrice

# Simulation de contour virtuel de fibre



composite 1D lin / époxy

850 fibres élémentaires

175 faisceaux

Soit un taux de fibres élémentaires de 83%

*Une des dix micrographies utilisées*

Etape 1 : Reconstruire les contours réels des sections de fibres avec l'information essentielle

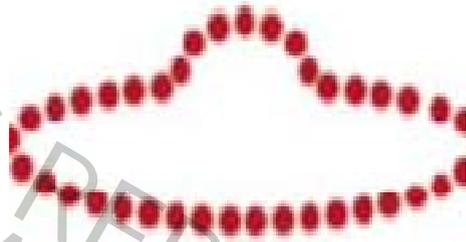
Etape 2 : Identifier le processus aléatoire dont les réalisations définissent les contours de fibres

Fibres élémentaires et faisceaux sont traités séparément

On ne s'intéresse pas ici à la distribution des fibres dans le composite

# Simulation de contours virtuels de fibre

## Reconstruction de contours réels



Sections de fibres et de faisceaux sont traités comme des particules pleines (lumen négligé)

Contour = ensemble de  $N$  points de coordonnées  $(x,y)$

Détection des points du contour (Image J, Matlab), coordonnées stockées dans un tableau à deux entrées de dimension  $N$

# Simulation de contours virtuels de fibre

## Reconstruction de contours réels : paramètres morphométriques

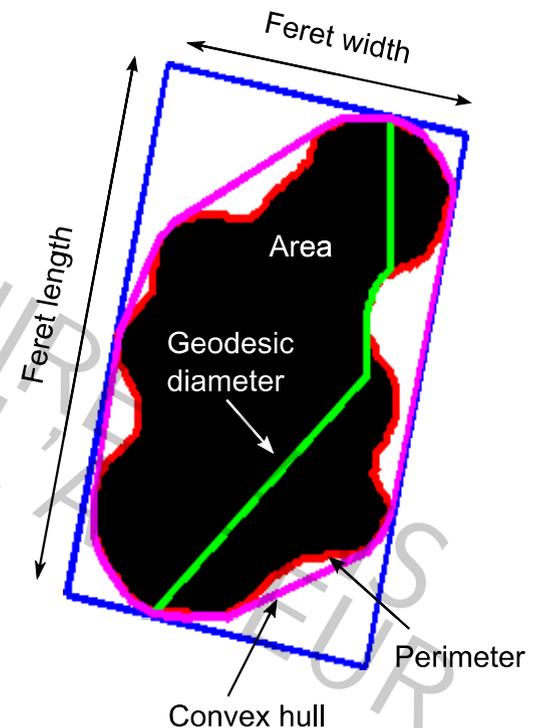
Permettent de quantifier la taille et la forme des sections droites de fibres assimilées à des particules 2D

### □ Paramètres de taille :

- aire, périmètre
- longueur, largeur et ratio de Feret

### □ Paramètres de forme :

- circularité géodésique
- convexité



Toolboxes sur <http://www.pfl-cepia.inra.fr>

*Définition des paramètres morphométriques*

# Simulation de contours virtuels de fibre

## Paramètres morphométriques

			
Feret ratio	0	+	+++
Geodesic circularity	0	+	++
Tortuosity	0	-	0
Convexity	0	-	-

			
Feret ratio	+	++	+
Geodesic circularity	++	+++	++
Tortuosity	0	+++	+
Convexity	---	---	---

# Simulation de contours virtuels de fibre

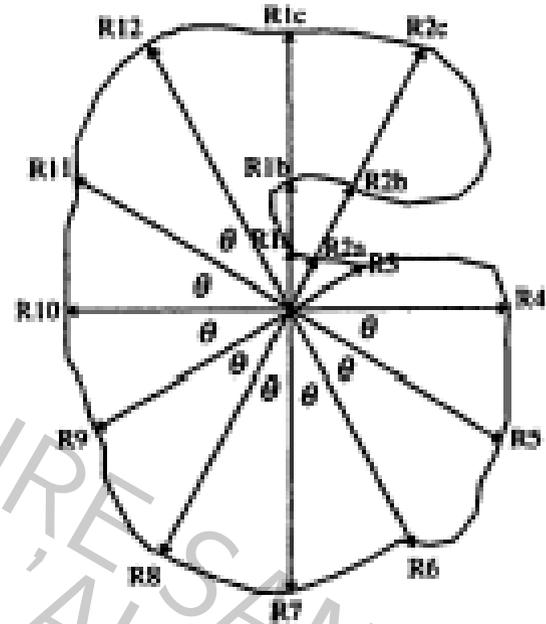
## Description des contours de section droite de fibres

Méthodes principales utilisées basées sur :

-La distance radiale du centroïde de la particule aux points du contour (**ne convient pas aux contours avec repliements**)

-L'angle cumulé de courbure (**conduit parfois à des courbes non fermées**)

-Une fonction des coordonnées complexes des points du contour (**utilisée dans le cadre de ce travail**)



# Simulation de contours virtuels de fibre

## Reconstruction des contours réels : description de la méthode

Choix d'une fonction de la variable complexe  $f(z_n) = z_n = (x_n - x_c) + j(y_n - y_c)$

Transformée directe de Fourier 
$$Z_k = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N-1} z_n e^{-j2\pi k \frac{n}{N}}$$

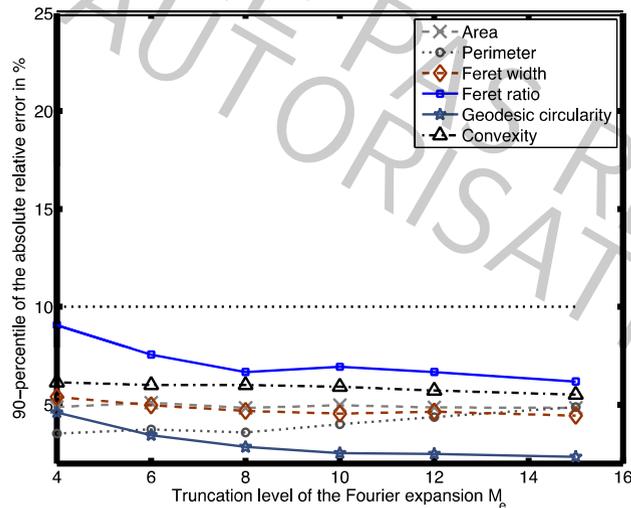
Transformée inverse de Fourier 
$$z_n = \sum_{k=0}^{N-1} Z_k e^{j2\pi k \frac{n}{N}}$$

Troncature de la fonction inverse (1024 coefficients de Fourier, trop riche en information, trop lourde à manipuler)

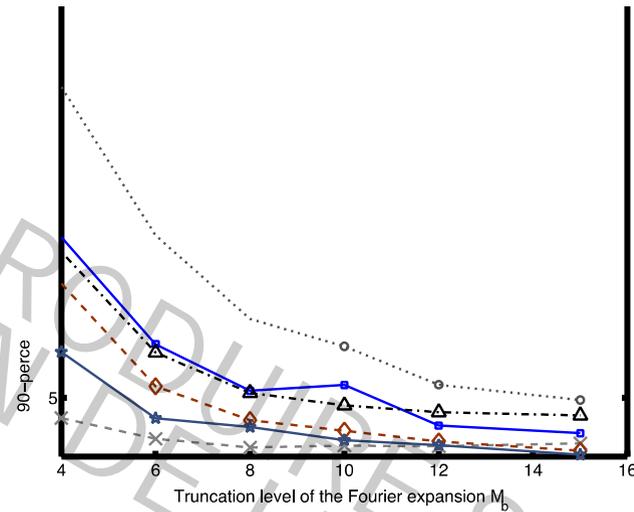
# Simulation de contours virtuels de fibre

## Critère de troncature des fonctions

Basé sur l'erreur relative sur les facteurs morphométriques



(a) Elementary fibers



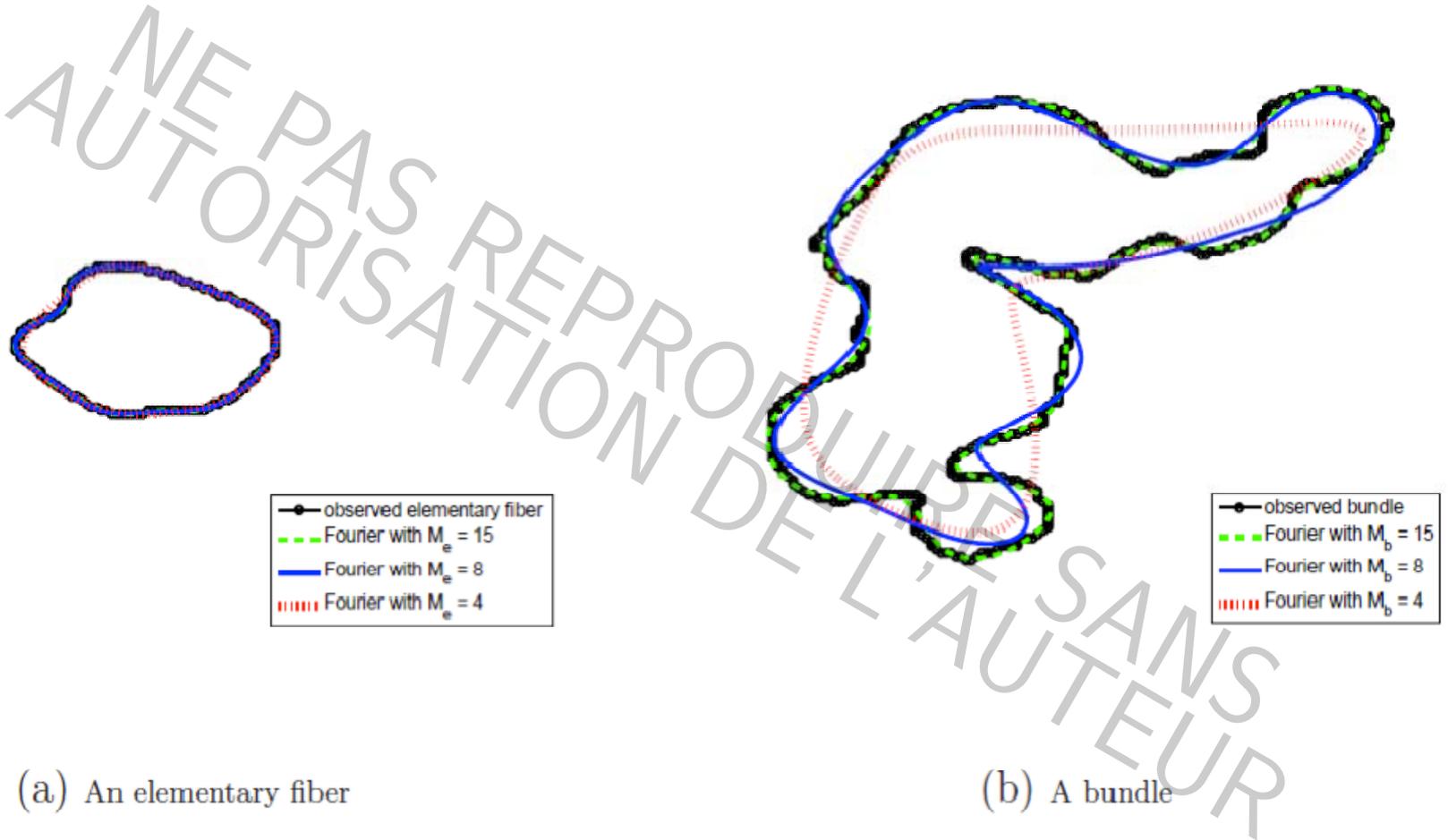
(b) Bundles

Critère : 90<sup>ème</sup> centile de l'erreur relative < 0,1

➡  $M = 4$  pour les fibres élémentaires,  $M = 8$  pour les faisceaux  
(contre 1024 précédemment)

# Simulation de contours virtuels de fibre

Influence de l'ordre de troncature sur la forme des contours



# Simulation de contours virtuels de fibre

## Méthodologie

Hypothèse : Chaque **contour réel reconstruit** est une réalisation d'un processus aléatoire bivarié (plan complexe)

Identification de ce processus et de ses caractéristiques par les méthodes classiques d'inférence

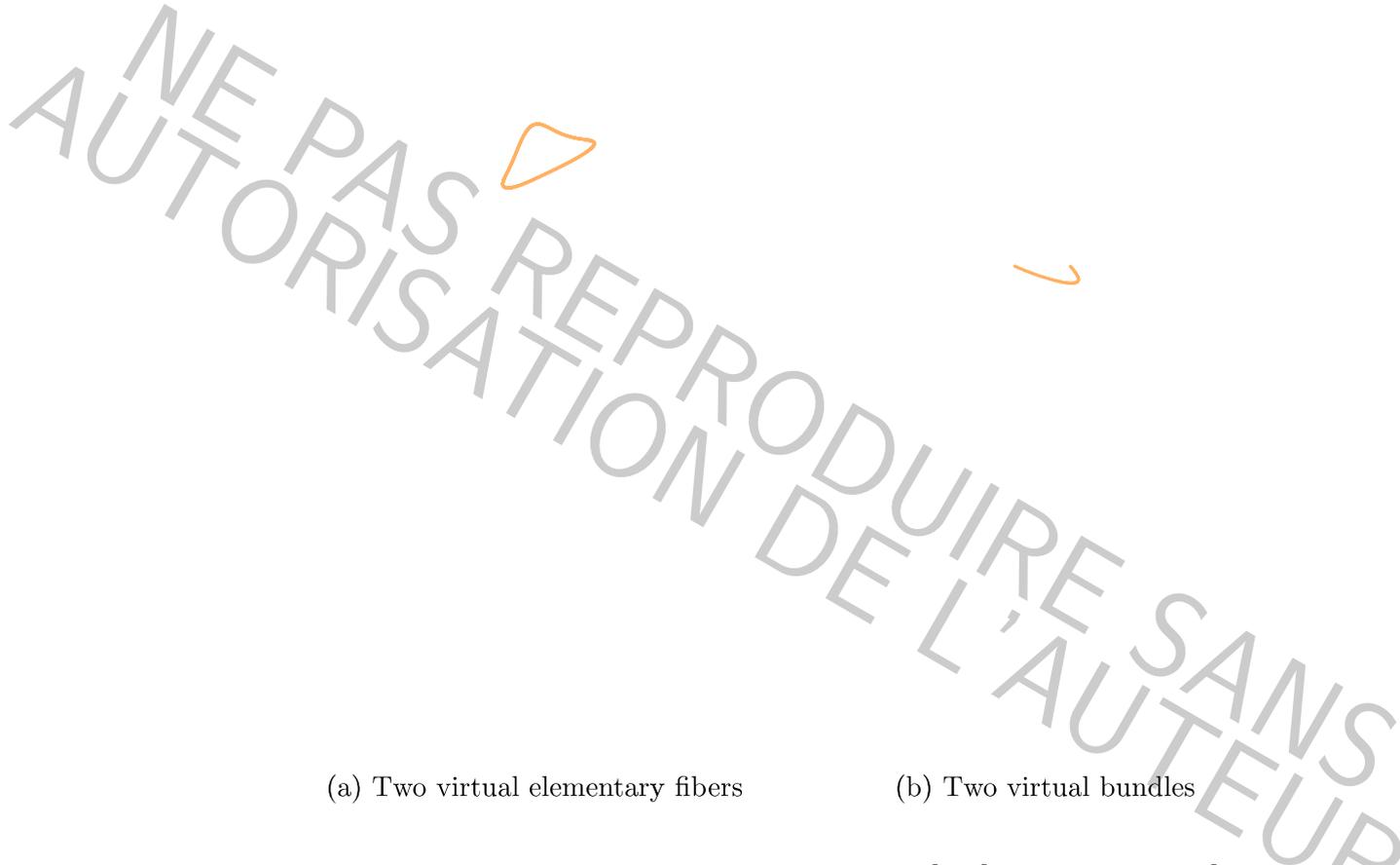
Distributions marginales et matrices de corrélation du processus sont déterminées

Simulation de contours virtuels de fibres par Monte Carlo

Validation à partir des facteurs morphométriques

# Simulation de contours virtuels de fibre

## Exemples de contours simulés



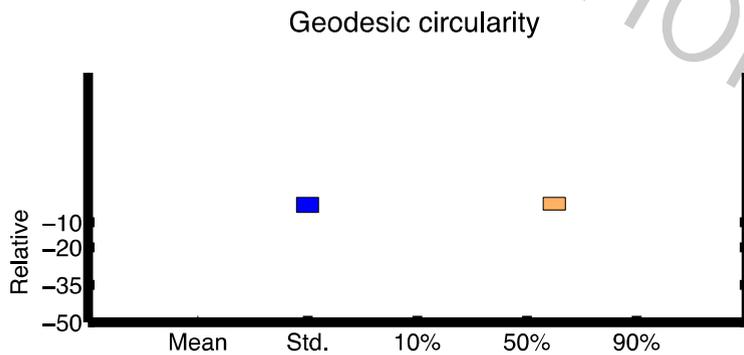
(a) Two virtual elementary fibers

(b) Two virtual bundles

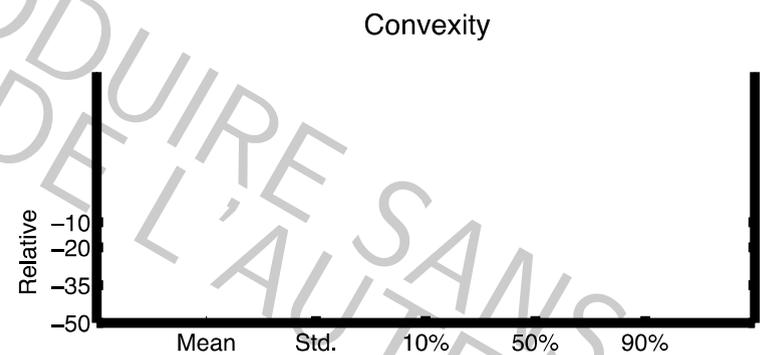
Les contours comportant des boucles ont été supprimés (2% des tirages pour les fibres élémentaires, 24% pour les faisceaux)

# Simulation de contours virtuels de fibre

## Comparaison des paramètres morphométriques



(e) Geodesic circularity



(f) Convexity

# Conclusion

- ❑ Nécessité d'une approche « matériaux numériques » pour la modélisation du comportement des composites renforcés par des fibres végétales
- ❑ Avancée considérable dans la numérisation des microstructures et l'analyse des micrographies
- ❑ Reste à faire :
  - Développer des modèles à base physique
  - Concevoir et mettre en œuvre des essais pour l'acquisition des données et la validation des modèles à des échelles intermédiaires.

