
Relations structure-propriétés des matériaux à base de fibres de bois.

Apport de la microtomographie aux rayons X

Christine Delisée, Jérôme Malvestio

Institut de Mécanique et Ingénierie I2M, Bordeaux

Département Génie Civil et Environnemental



Remerciements : Eric Badel, Pascal Doumalin, Jean-Christophe Dupré, Matthieu Faessel, Arnaud Germaneau, Jérôme Lux, Huyen Tran

Contexte et objectifs

Valorisation d'une ressource renouvelable, la biomasse forestière : utilisation de fibres de bois

Optimisation des propriétés de la matière première et des assemblages des fibres (organisation, liaisons)

Etude des relations procédés-structure-fonctions : utilisation de techniques d'imagerie non destructives

Amélioration des procédés / produits et développement de composites innovants aux propriétés optimisées

Matériaux à base de fibres de bois

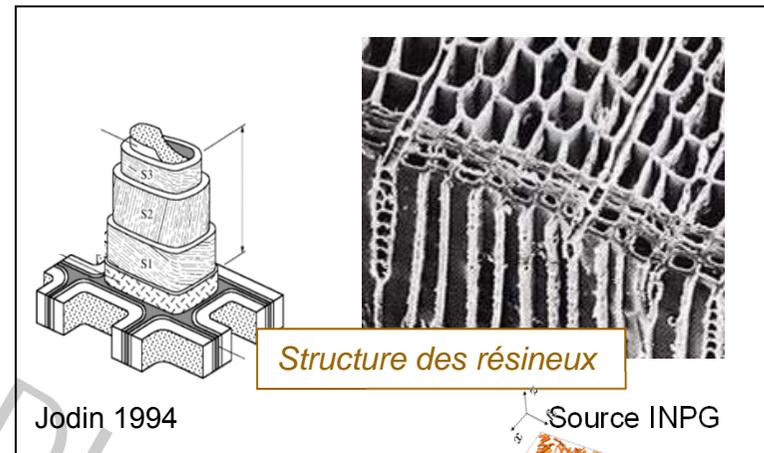
Produits d'origine végétale (fibres de bois)

Matériaux d'usage courant

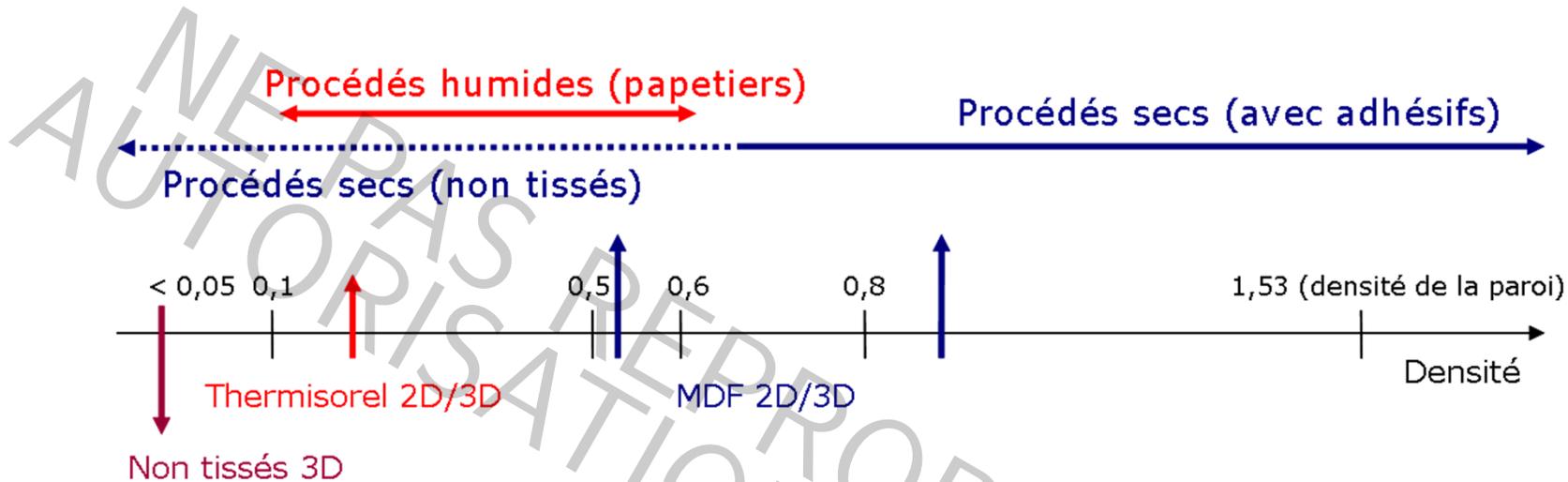
Variabilité aux différentes échelles

Structures à architecture complexe

Propriétés liées aux procédés



Procédés d'élaboration



- ❑ Densités macroscopiques ($0,04 \rightarrow 1,53$)
- ❑ Propriétés intrinsèques des fibres
- ❑ Non homogénéité de densité - Anisotropie
- ❑ Architecture : orientation, tortuosité des fibres et pores ...
- ❑ Nombre, répartition spatiale, nature des liaisons

Outils et méthodes

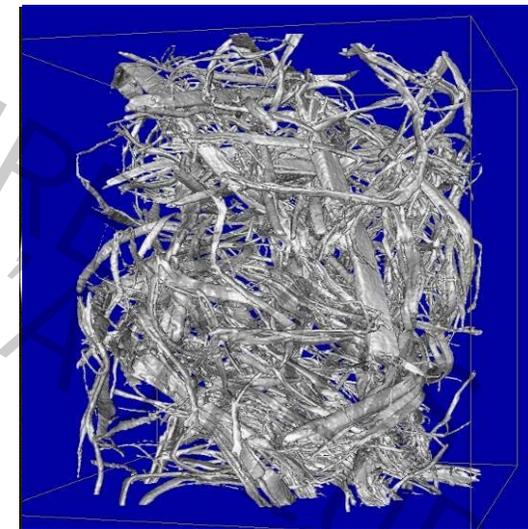
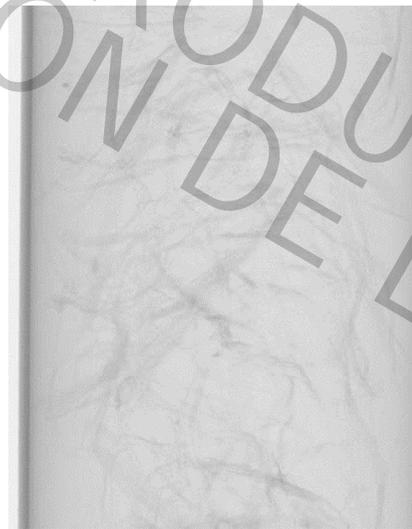
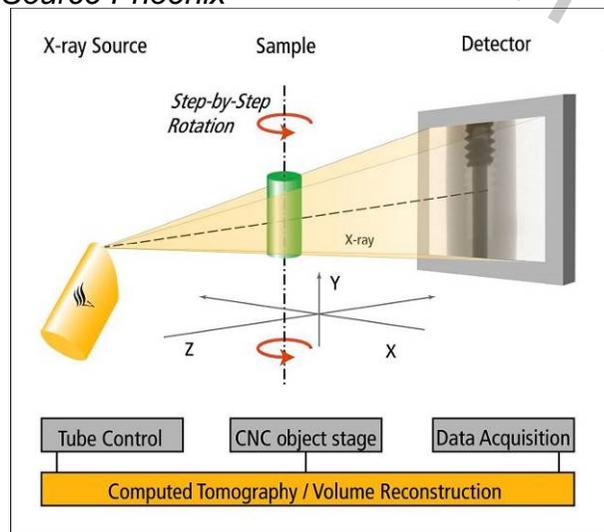
Observation à l'échelle du réseau de fibres (X-ray CT)

ESRF Synchrotron Grenoble, résolution $0,3 \mu\text{m}$

Nano. Phoenix X-Ray ($0,9 \mu\text{m}$) - XRadia ($0,5 \mu\text{m}$) - Skyscan 1174 ($6 \mu\text{m}$)

Taille centimétrique des échantillons (découpe difficile, représentativité)

Source Phoenix



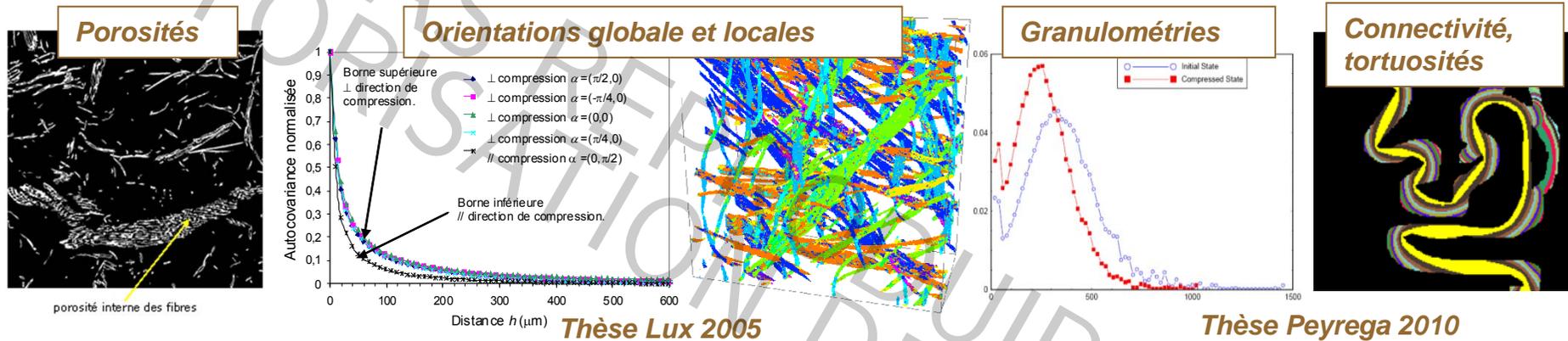
Acquisition des projections

Reconstruction du volume 3D (32 Go)

Outils et méthodes

Mesures quantitatives aux échelles micro / méso

Morphologie et topologie des réseaux



Mesures sur fibres individuelles et populations segmentées



Outils et méthodes

Modélisation par des milieux aléatoires adaptés à des structures et/ou des procédés d'élaboration



Modèle probabiliste renseigné.
Thèse Faessel 2003

Modèles booléens paramétrés sur images.
Thèse Peyrega 2009. Coll. CMM

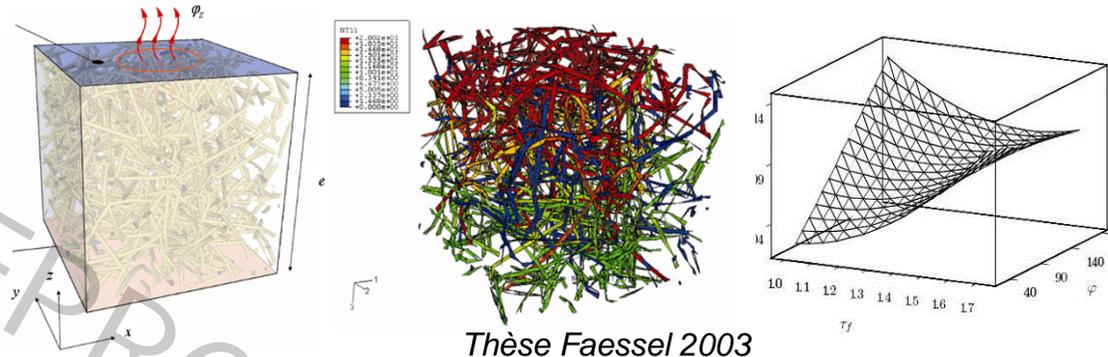
Faessel et al, 2005 Compos Sc Technol

Peyrega et al, 2011 Adv Engin Materials

Relations structure – propriétés

Conductivité thermique simulée par EF (fibres)

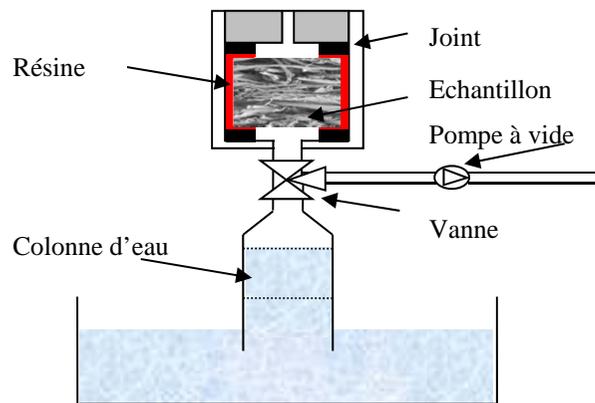
Optimisation :
variation des paramètres
d'entrée du modèle



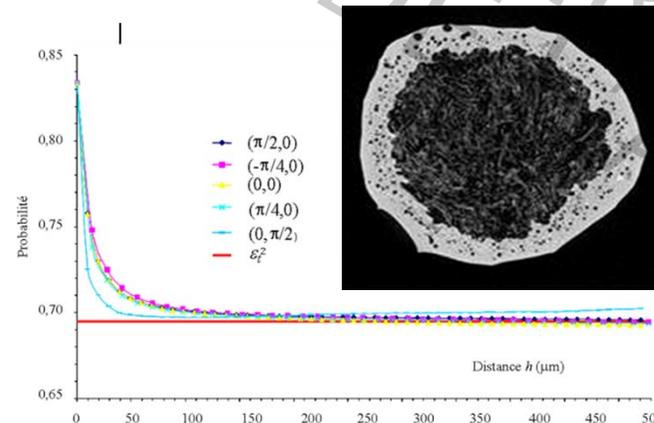
Thèse Faessel 2003

Faessel et al, 2005 Compos Sc Technol

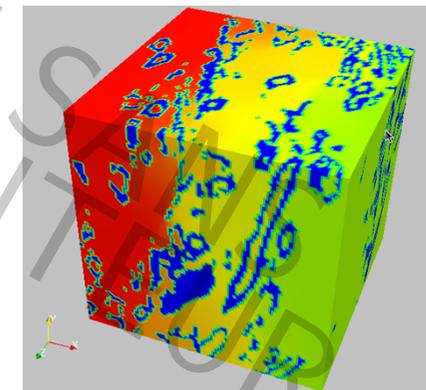
Perméabilité à l'air (pores) : résolution directe dans un VER



Mesures expérimentales



Mesures morphologiques X-Ray



Simulation numérique LEPTIAB

Delisée et al, 2010 Transport Porous Med

Relations structure – propriétés

Identification du processus local de compression d'isolants nontissés

Christine Delisée¹, Eric Badel², Jérôme Lux³, Jérôme Malvestio¹

(1) Institut de Mécanique et Ingénierie I2M , dépt GCE, Bordeaux

(2) INRA PIAF, Clermont Ferrand

(3) Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement LASSIE, La Rochelle

Relations structure – propriétés

Identification du processus local de compression d'isolants
nontissés

Matériau étudié



Panneau Bois/PES (100²x65mm³)

Matériau complexe,
fortement hétérogène

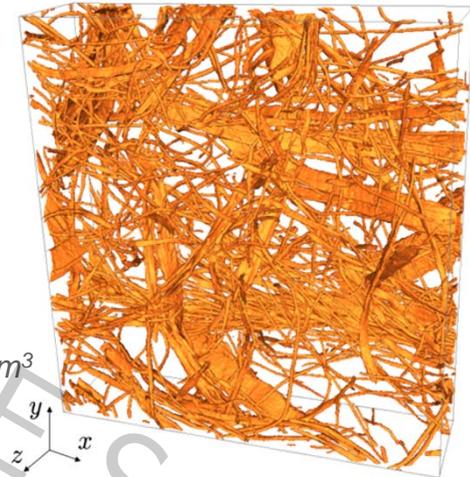
Porosité: > 95%

Densité : 0,045

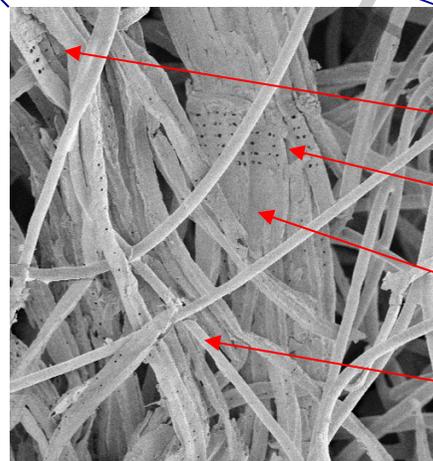
$\lambda \approx 0,05 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$

Image MEB (940² mm²)

80% pin maritime + 20%
fibres thermofusibles
PES/coPES



3D rendering
4.7 x 4.7 x 0.5 mm³



fibre de bois individuelle : $\Phi_{\text{moy.}} = 40 \mu\text{m}$,
longueur 1 mm

ponctuations aréolées

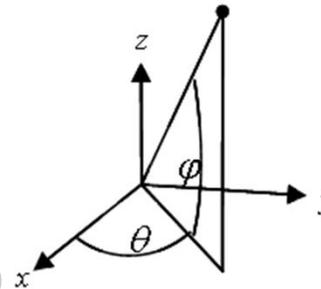
bûchette : $\Phi_{\text{moy.}} = 300 \mu\text{m}$,
longueur 10 mm

fibre textile PES/CoPES : $\Phi_{\text{moy.}} = 40 \mu\text{m}$,
longueur 55 mm

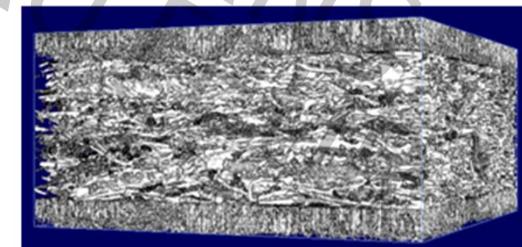
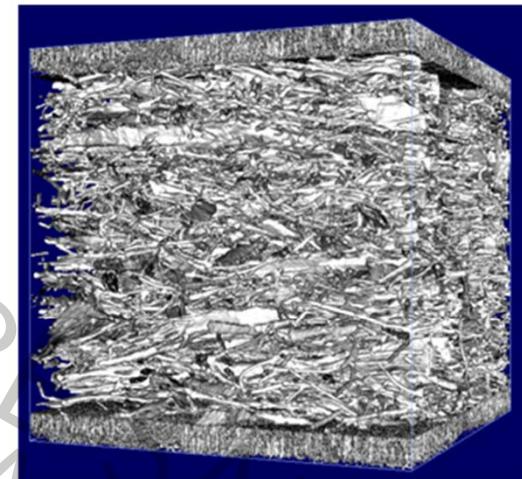
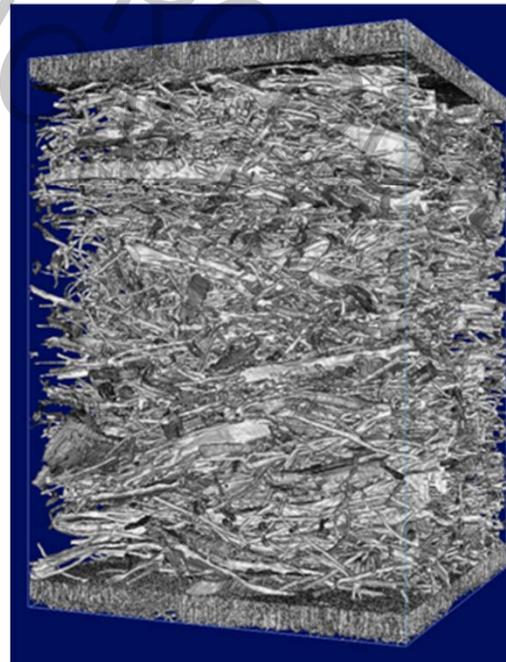
Relations structure – propriétés

Etude exploratoire : essais ESRF Ligne ID19, résolution 4,91 $\mu\text{m}/\text{pixel}$

Système traction compression,
J.-Y Buffière, E. Maire

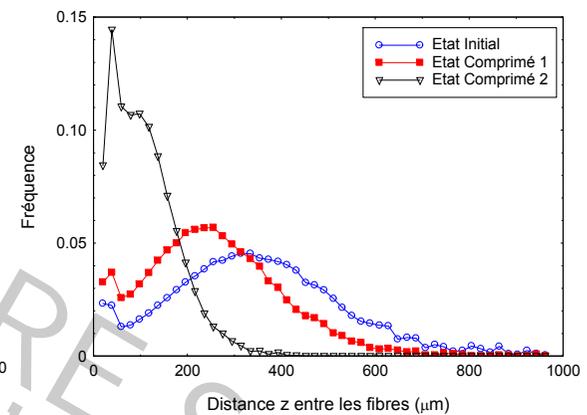
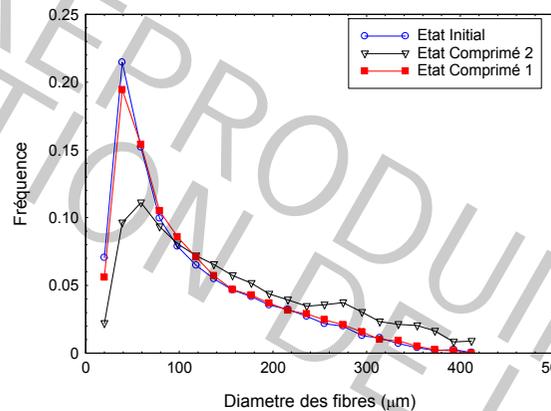
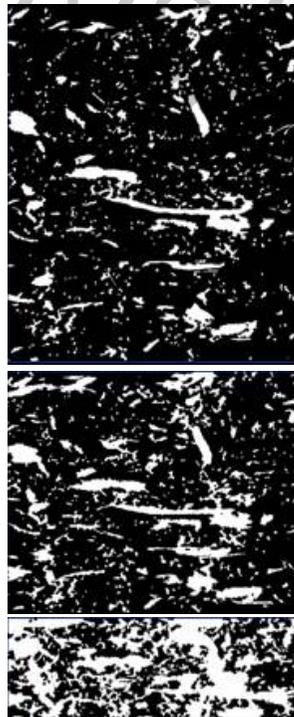
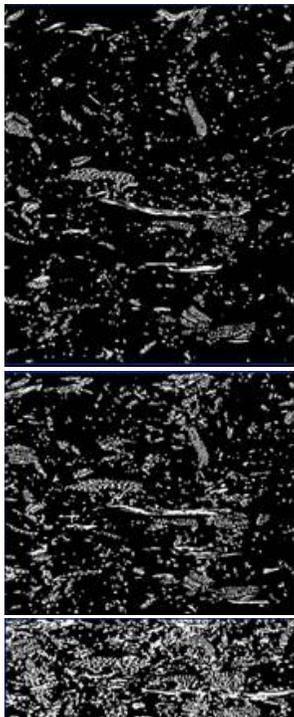


Rendus volumiques à 3 états
de compression 0%, 32%, 70%



Relations structure – propriétés

→ Mesures morphologiques sur un VER à différents taux de compression (grandes déformations)



Etat de compression	Porosité totale	Porosité interne des fibres	Porosité externe aux fibres	Diamètre moyen des fibres (µm)	Diamètre moyen des pores (µm)
Etat initial	92,4 %	37,1 %	87,8 %	109	354
Etat comprimé 32,8 %	88,6 %	37,4 %	81,8 %	113	258
Etat comprimé 72,5 %	73,1 %	40,8 %	54,6 %	166	109

Badel et al, 2008 Compos Sci Technol

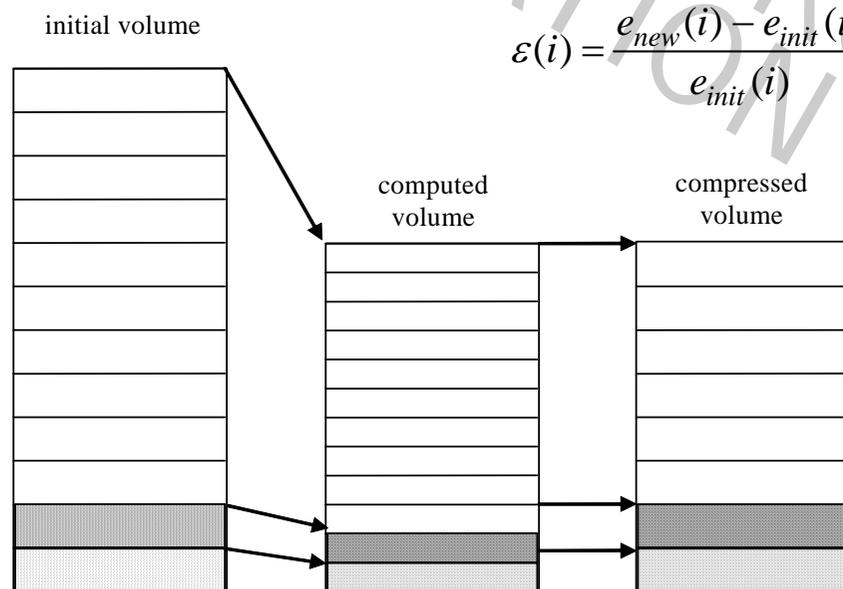
Relations structure – propriétés

→ *Identification du processus de densification locale*

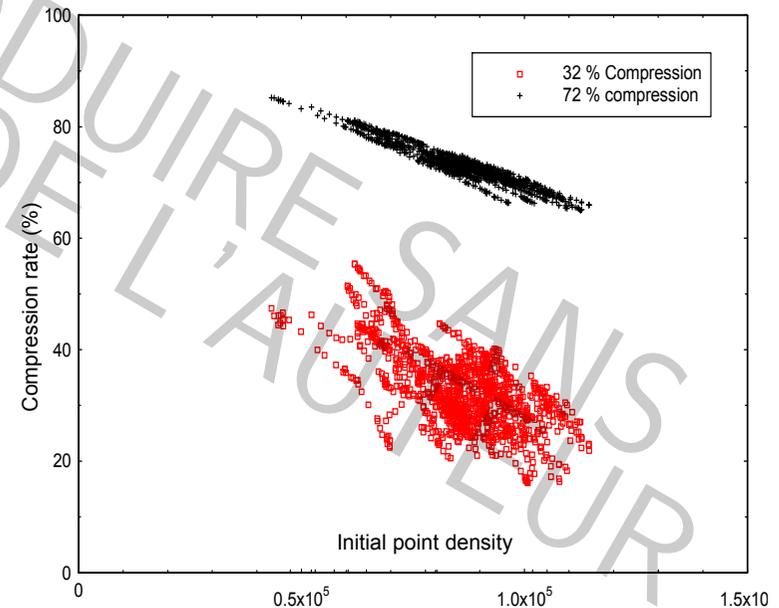
Conservation de la masse, i.e. nombre de points matériels

Pas de compression de la phase solide (parois)

Réorganisation des fibres au sein du volume poreux



$$\varepsilon(i) = \frac{e_{new}(i) - e_{init}(i)}{e_{init}(i)}$$



Badel et al, 2008 Compos Sci Technol

Relations structure – propriétés

Suivi 4D de processus d'endommagement et mesures de champs : méthodologie multi-échelle

Christine Delisée¹, Pascal Doumalin², Jean-Christophe Dupré², Arnaud Germaneau², Jérôme Malvestio¹, Huyen Tran^{1,2}

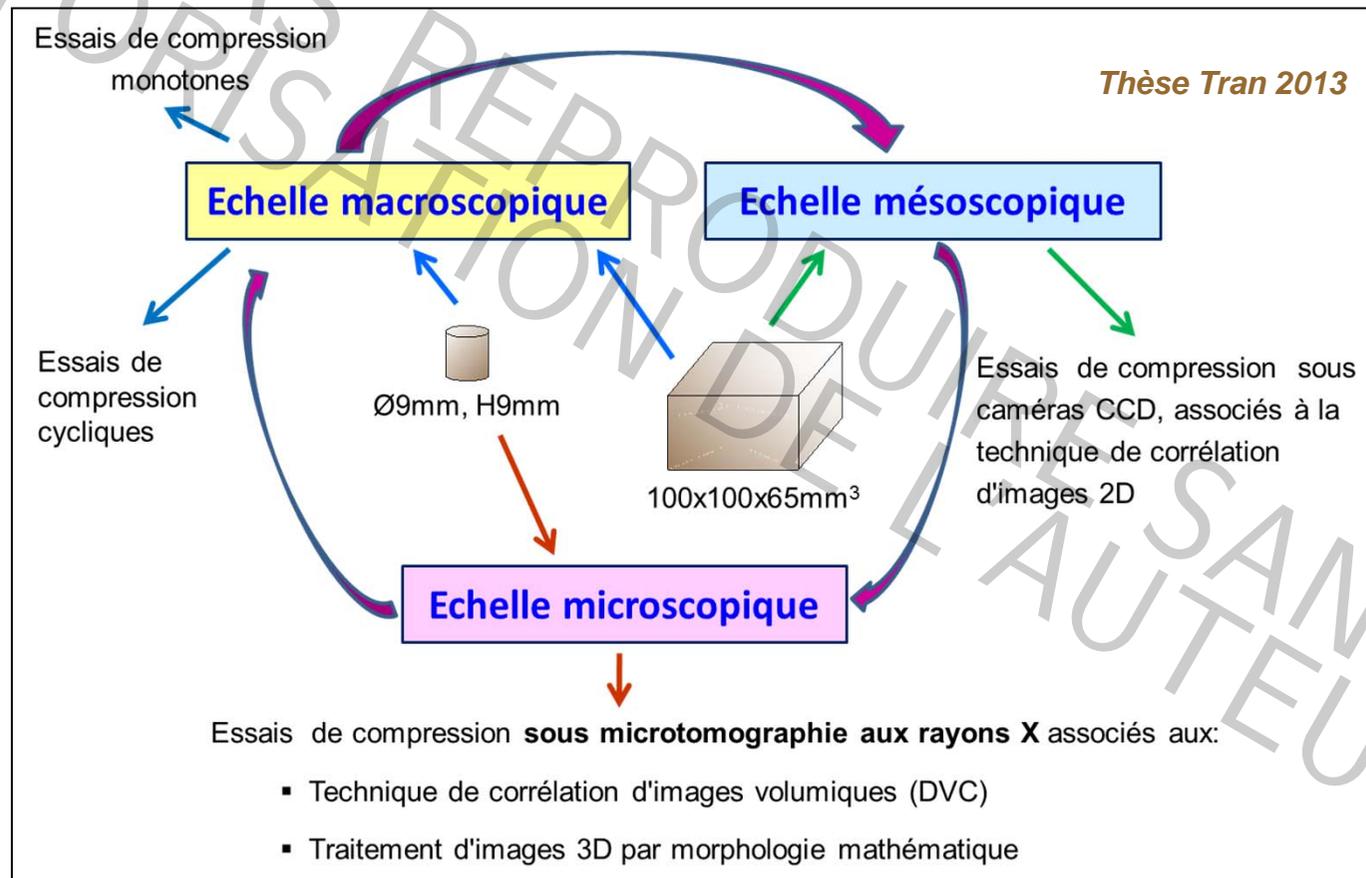
(1) Institut de Mécanique et Ingénierie I2M , dépt GCE, Bordeaux

(2) Institut P', Axe PEM, Poitiers



Relations structure – propriétés

Suivi 4D de processus d'endommagement et mesures de champs : méthodologie multi-échelle



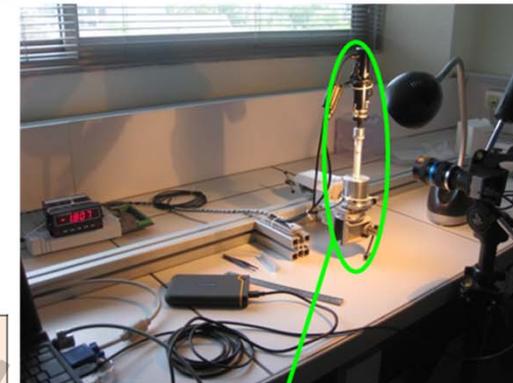
Comportement à l'échelle macro

Essais de compression sur grands et petits échantillons

Comportement global



Effet de la taille



	Grands	Petits
Compression	monotone ou cyclique	monotone
Taille	100x100x65 mm ³	Ø9mm, épaisseur 9mm
Nombre	5	12
Vitesse	0.05mm/sec	0.083mm/sec
Confinement	oui et non	oui



Système de compression sur grands échantillons

Système de compression sur petits échantillons

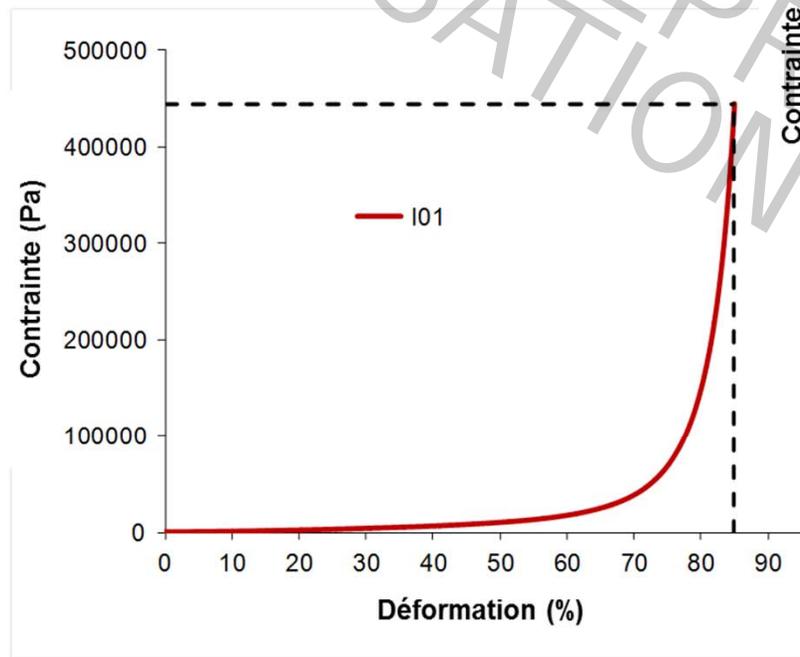


Petit échantillon

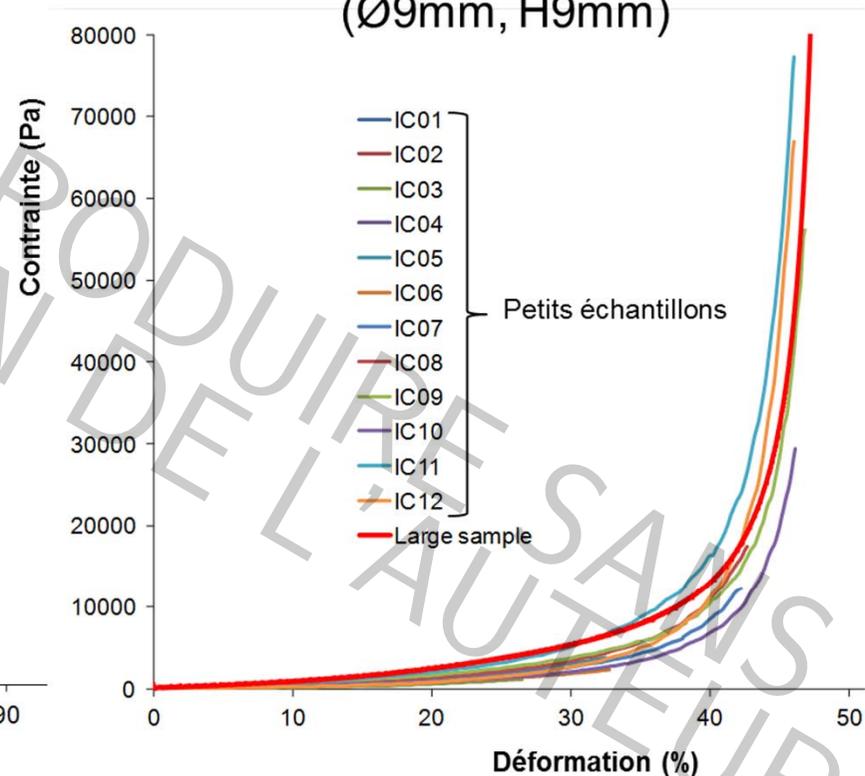
Comportement à l'échelle macro

Courbes contrainte-déformation : grands et petits échantillons

Grand échantillon
(100x100x65mm)



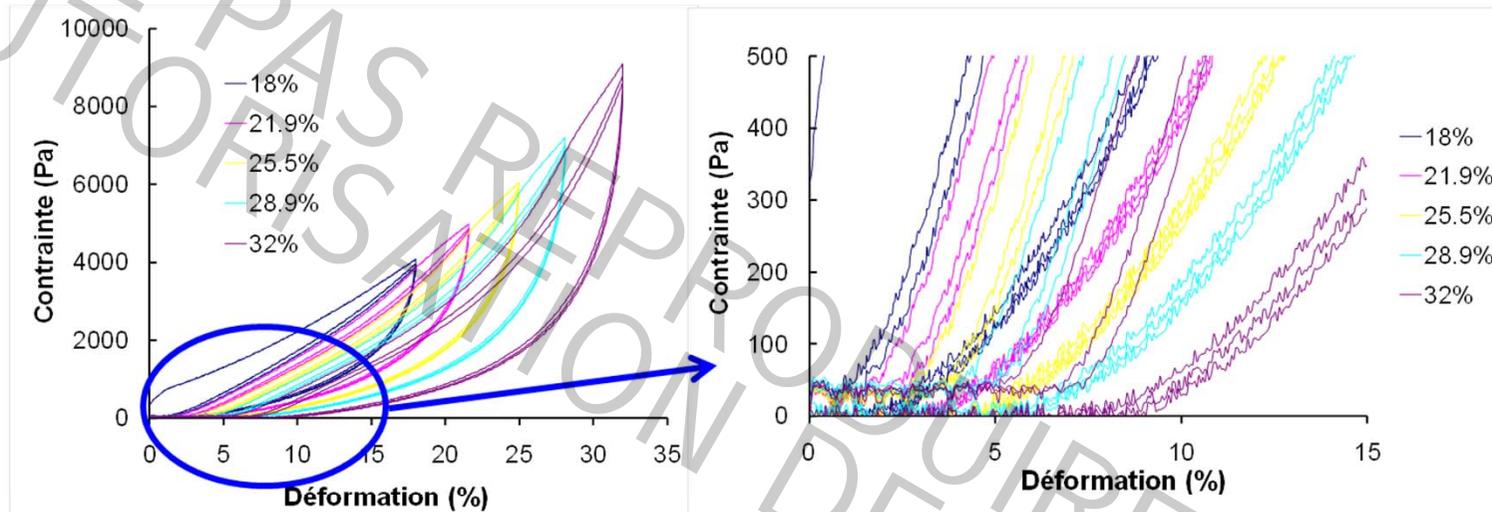
Petits échantillons
(Ø9mm, H9mm)



=> Comportement comparable entre grand échantillon et petits échantillons

Comportement à l'échelle macro

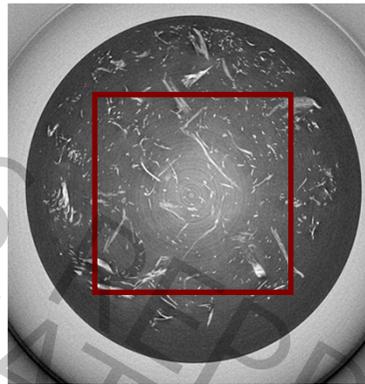
Courbes contrainte-déformation : essais cycliques



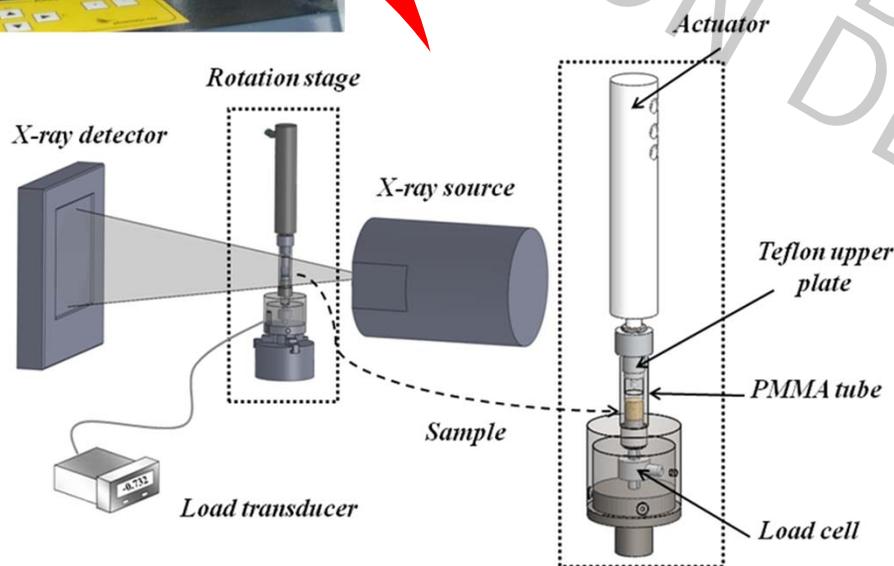
Courbe contrainte-déformation dans l'essai cyclique (100x100x65mm³)

- ◆ L'allure de la courbe dépend du taux appliqué de compression
=> Propriété du matériau viscoélastique
- ◆ Les courbes de charge – décharge se stabilisent au 3^{eme} cycle
- ◆ Comportement non-linéaire avec déformation résiduelle et hystérésis dues au réarrangement, glissement, réorientation irréversible des fibres

Comportement à l'échelle micro : μ CT



Visualisation 2D d'une tranche
 10^2 mm^2 (2048^2 pixels)



Equipement :

ICMCB-I2M, Bordeaux

Nanotom Phoenix X-ray, source conique ($6\mu\text{m}/\text{pixel}$)

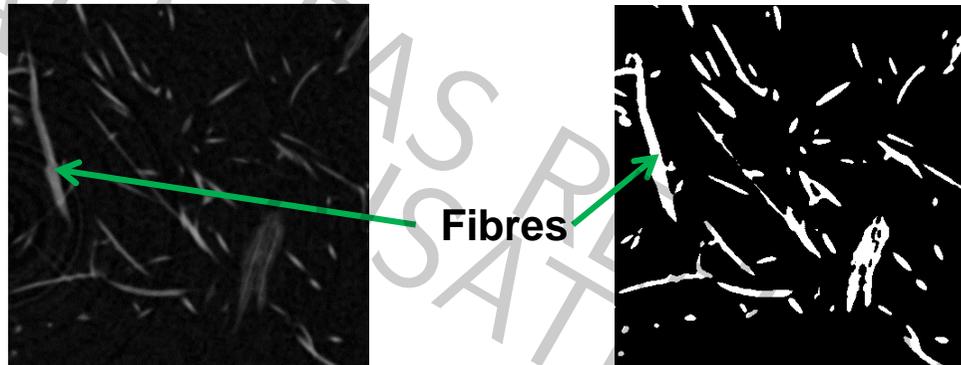
Essai de compression:

Echantillon : $\text{Ø}=9\text{mm}$, $H=9\text{mm}$

Déplacement imposé (8 états + compression ultime + reprise en épaisseur)

Caractérisation de la microstructure

Segmentation par seuillage des réseaux fibreux et poreux



(a) Image initiale (400×400pixels)

(b) Image seuillée (2,4×2,4mm²)

- Porosité externe à l'état initial: ~93% [Lux]
- Aphelion™ ,ImageJ

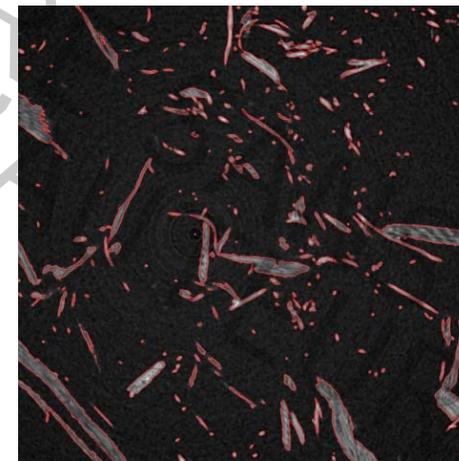
Rebouchage des lumens : accès aux tailles des fibres (pores)



(a) Image seuillée (1024² pixels)



(b) Image rebouchée (6,1² mm²)

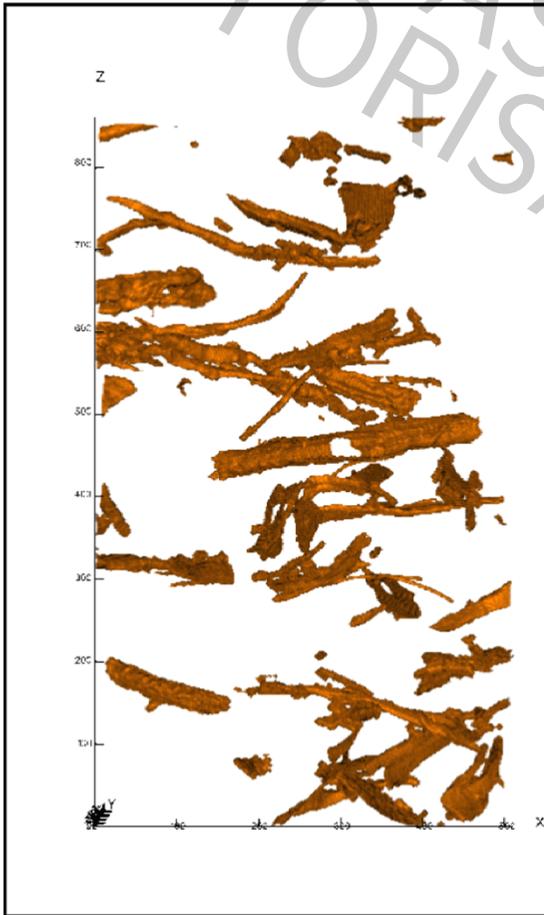


(c) Superposition des NDG avec les contours dans l'image rebouchée

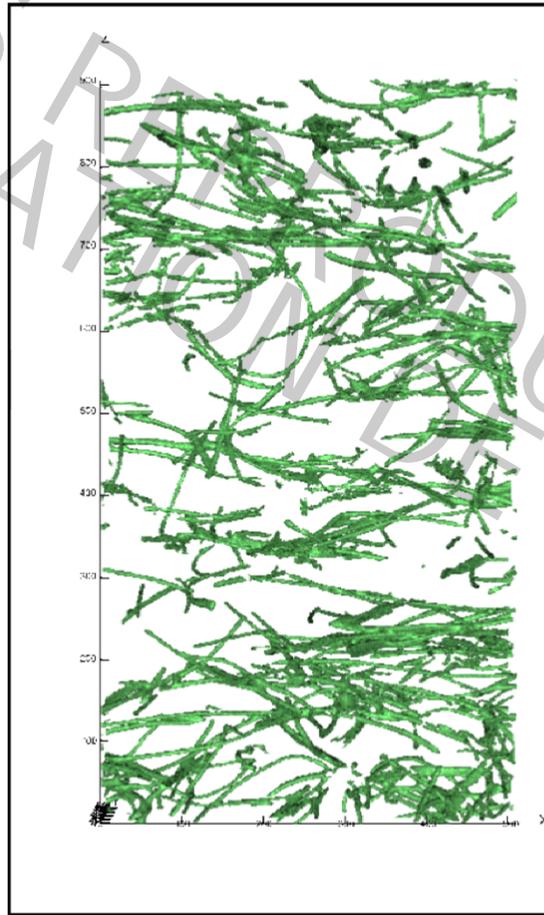
Caractérisation de la microstructure

Segmentation des réseaux Bois et Textile

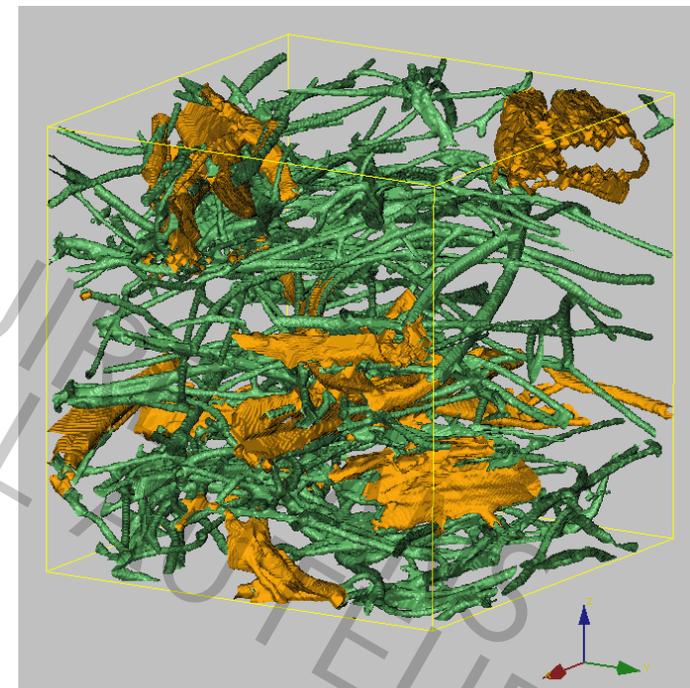
Vidéo Bois



Vidéo PES

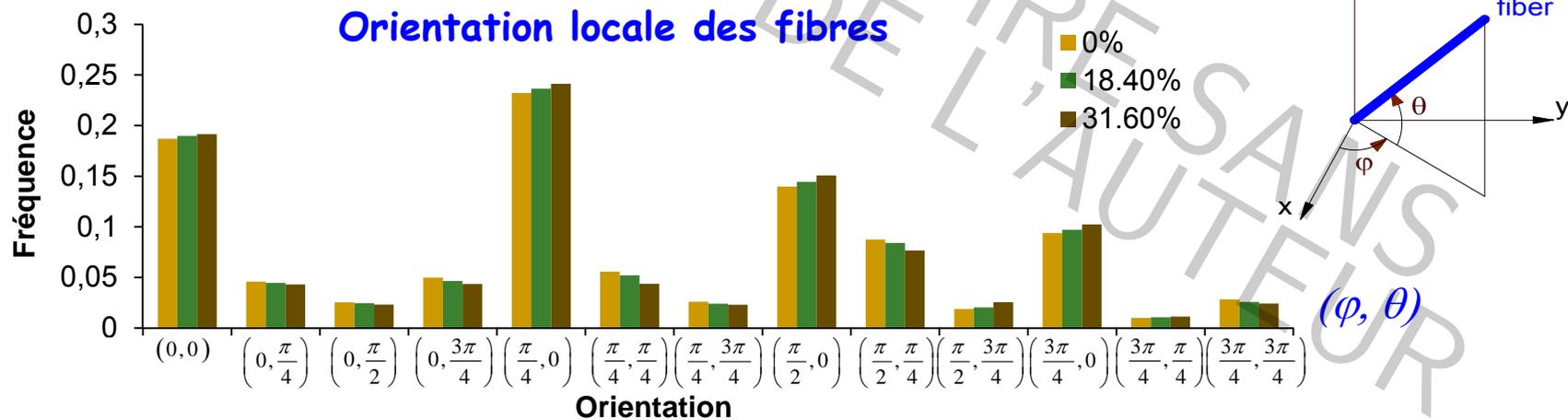
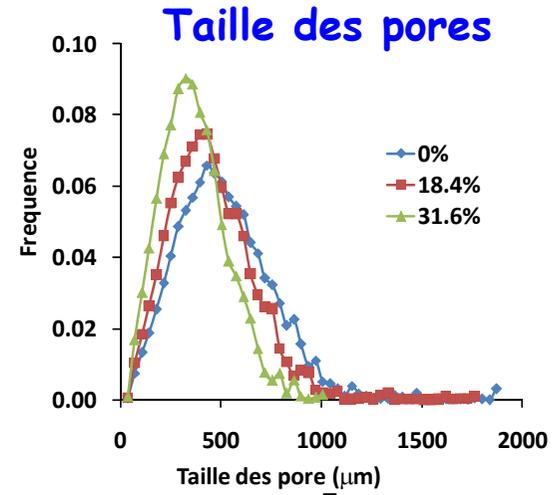
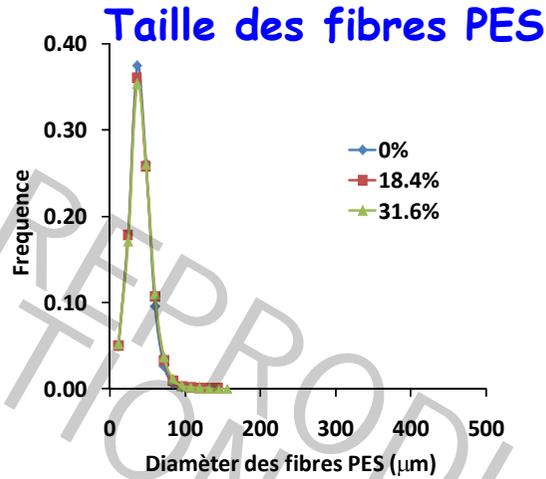
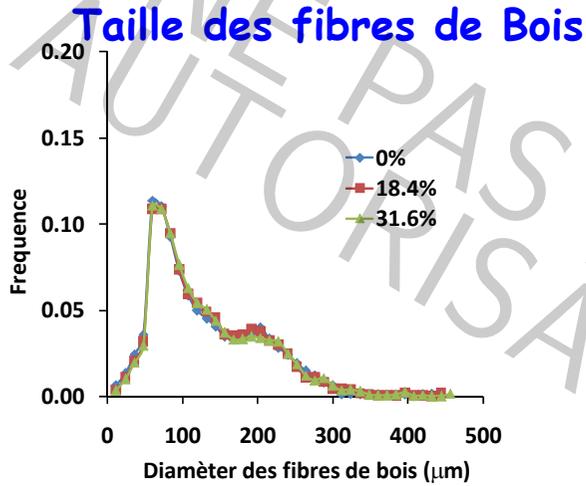


Segmentation réseau Bois/PES

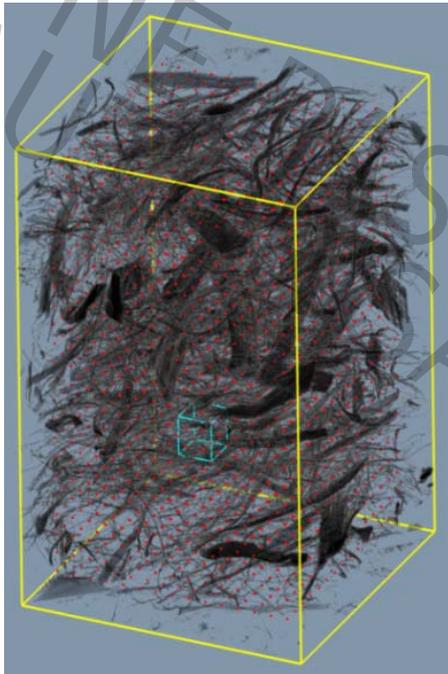


Visualisation 3D d'un réseau Bois/PES après segmentation (300x300x300voxels)

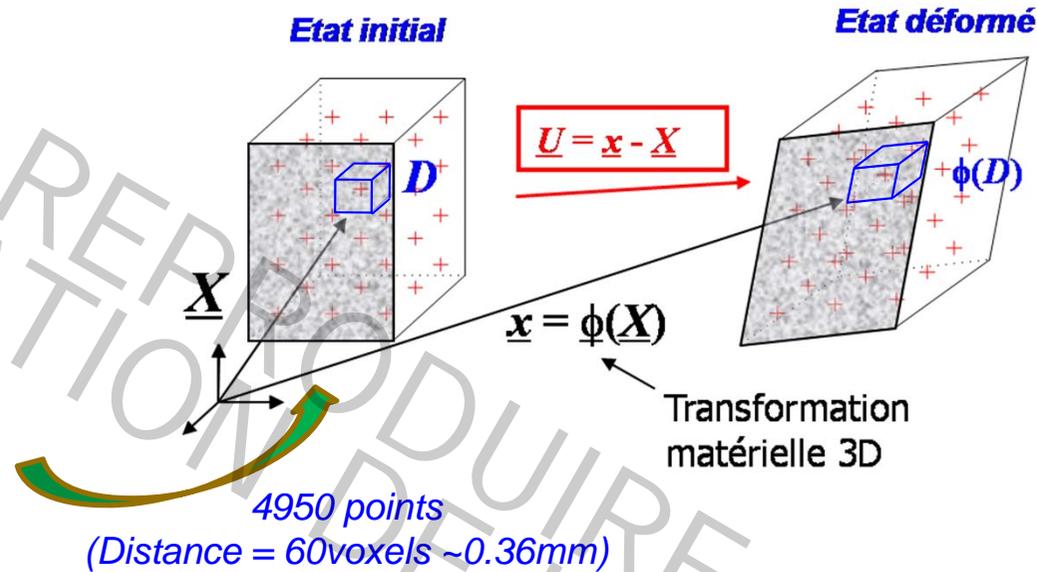
Caractérisation de la microstructure



Champs de déformation interne (DVC)



900²x1320 voxels (~5.4²x7.92mm³)



Principe de la corrélation d'images volumiques (DVC)

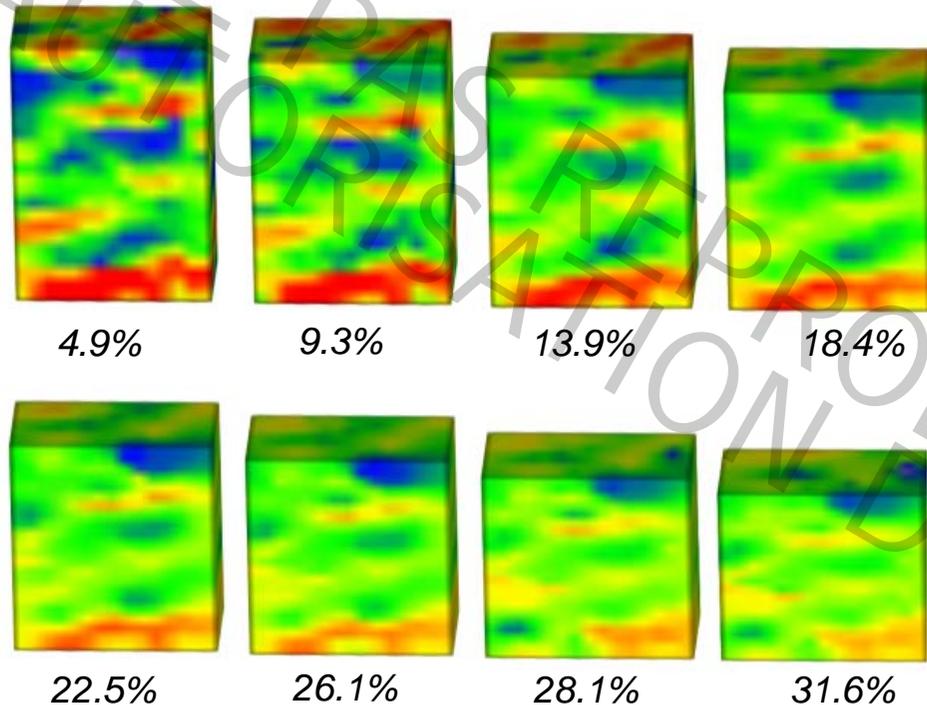
DVC employée sur les images microtomographiques à différents états

Tenseur de déformation de Green-Lagrange : $\underline{\underline{E}} = \frac{1}{2} (\underline{\underline{F}}^T \underline{\underline{F}} - \underline{\underline{I}})$

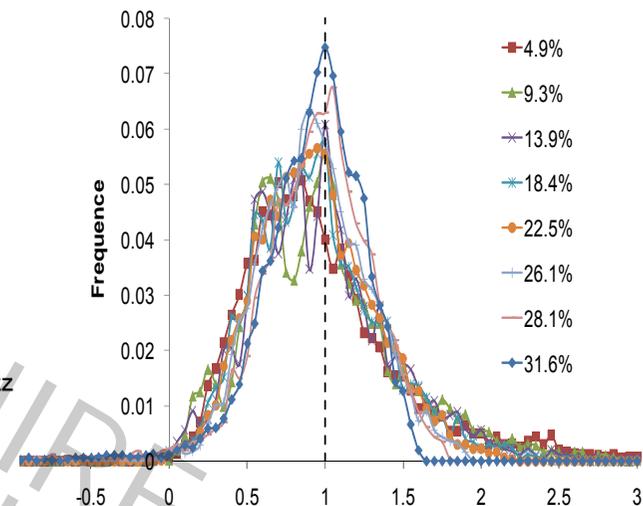
avec le tenseur du gradient de la transformation : $\underline{\underline{F}} = \frac{\partial \underline{x}}{\partial \underline{X}} = \underline{\underline{I}} + \frac{\partial \underline{U}}{\partial \underline{X}}$

Champs de déformation interne (DVC)

Ezz normalisée à différents états de compression



Histogramme de Ezz normalisée à différents états de compression

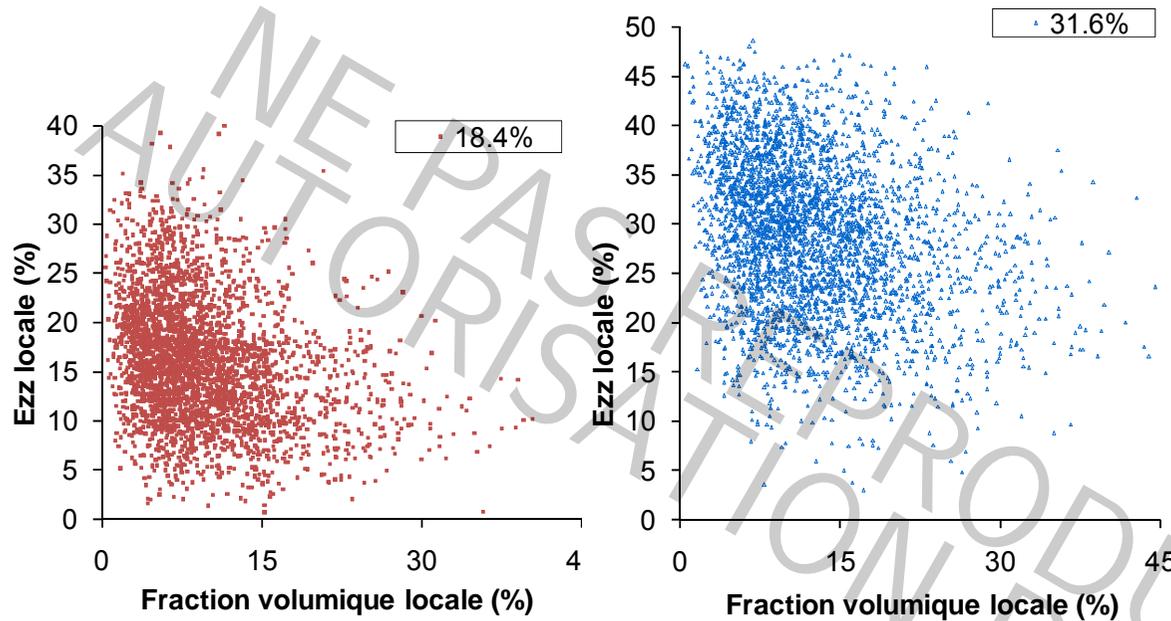


Champs de déformation 3D hétérogène suivant toutes les directions

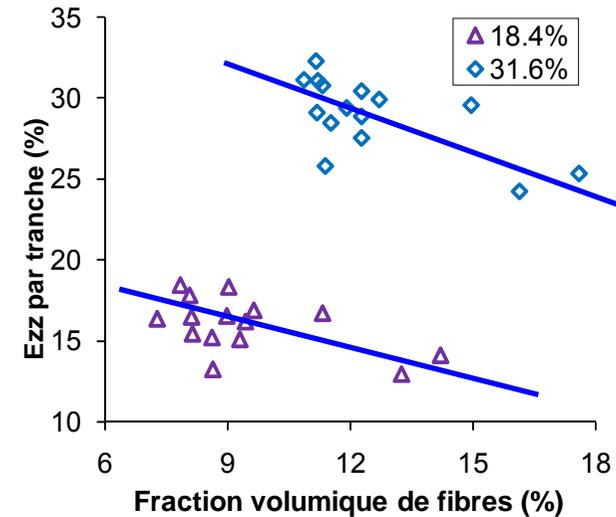
Uniformisation des déformations locales dans la compression

Le comportement devient plus proche de celui d'un matériau homogène

Relation fraction vol. fibres – déf. locale



Relation Fraction volumique de fibres – Déformation locale

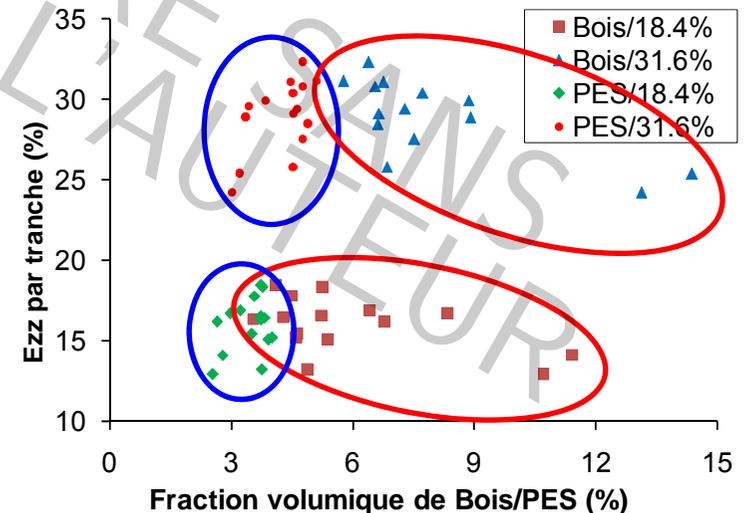


Relation Fraction volumique moyenne de fibres – Déformation moyenne suivant l'épaisseur

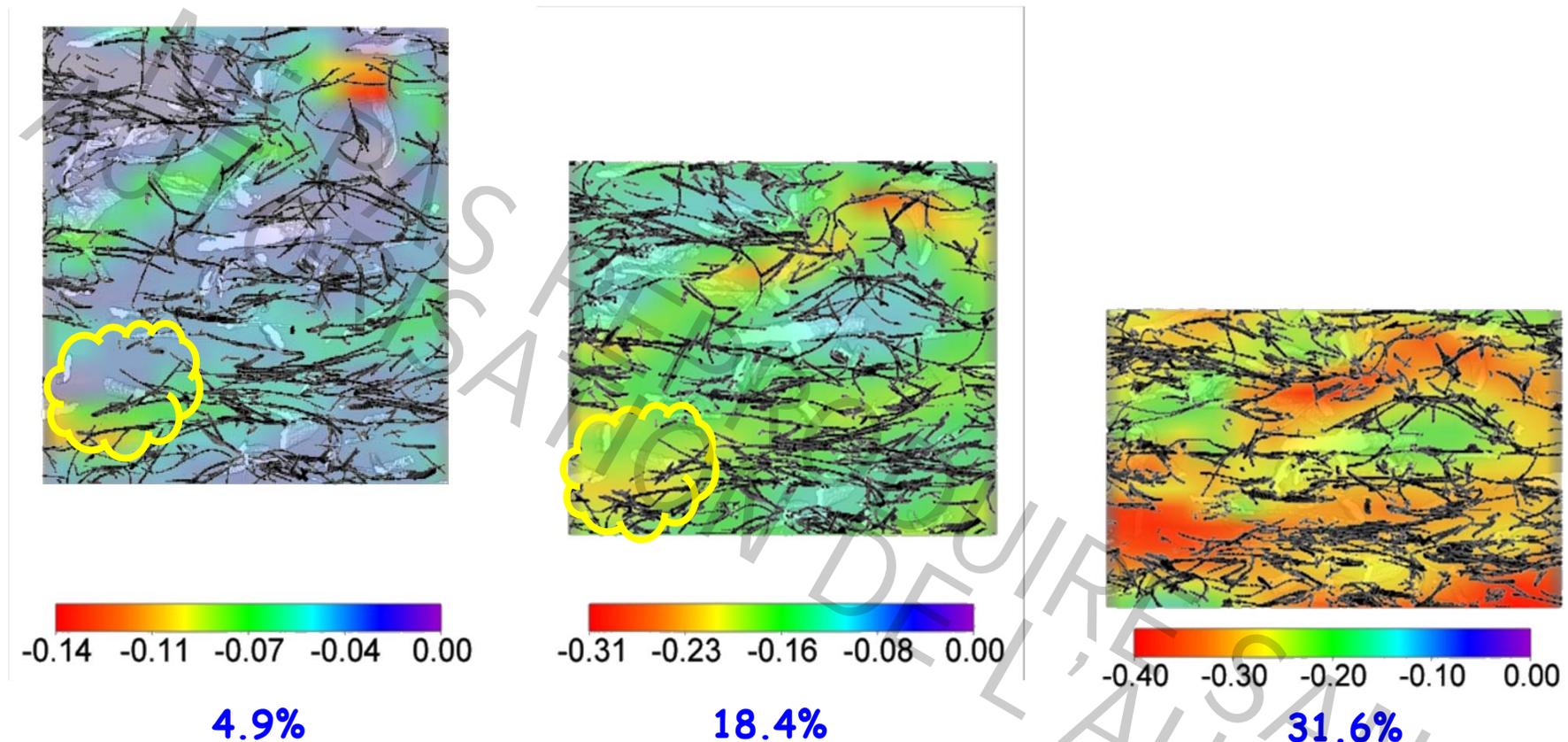
Pas de relation linéaire

Tendance : zones plus déformées là où la porosité est forte

Les fibres de bois ont plus d'influence sur le comportement local



Microstructure et déformation locale



Tendance : zones plus déformées là où la porosité est forte

Rôle majeur de la fraction volumique de fibres

Existence de zones poreuses peu déformées

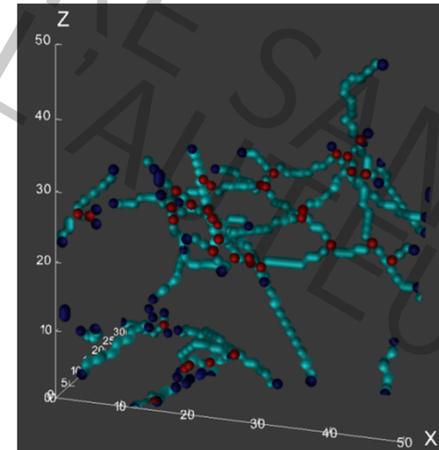
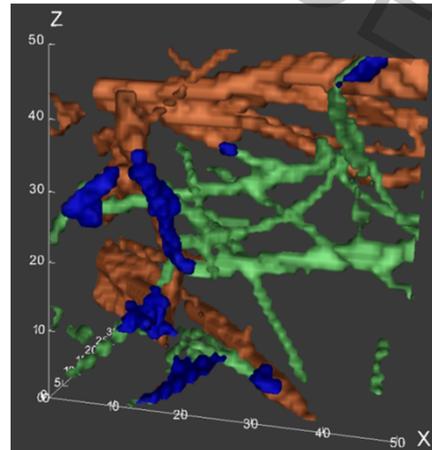
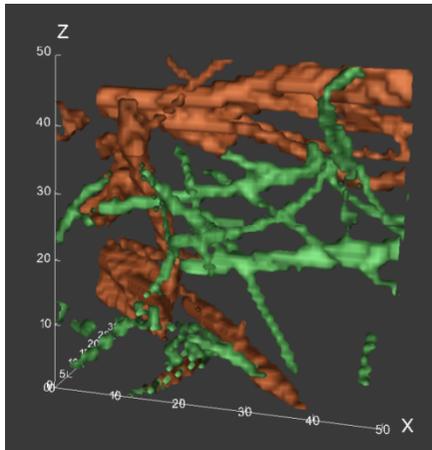
Tran et al, 2013 Journal of Material Science

Conclusions et perspectives

- Caractérisation préliminaire des matériaux et des procédés nécessaire
- Utilisation et développement d'outils 3D d'imagerie quantitative et de traitement des images performants
- Validation nécessaire du passage micro /macro (VER)
- Evolution des réseaux sous sollicitation mécanique caractérisée à partir de traitement d'images 3D + DVC
- Le champ de déformation est hétérogène et fortement lié à la microstructure

Conclusions et perspectives

- Evaluation de l'influence d'autres propriétés microstructurales : répartition, nature et nombre des contacts (Bois/PES, PES/PES, Bois/Bois)
- Adaptation des outils à l'étude de taux de compression plus élevés
- Caractérisation de la reprise en épaisseur



Conclusions et perspectives

- Suivi des fibres individualisées
- Amélioration et développement de nouveaux matériaux et / ou procédés : Chaîne d'élaboration de nontissés (EquipEx Xyloforest), ...

