

ANALYSE MULTI-ÉCHELLE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE D'UN MATÉRIAU CELLULAIRE SOUS SOLLICITATIONS QUASI-STATIQUE ET DYNAMIQUE : APPLICATION AU LIÈGE AGGLOMÉRÉ

Louise Le Barbenchon ^{a*}, Jean-Benoît Kopp ^a, Jérémie Girardot ^a, Philippe Viot ^a

^a Arts et Métiers ParisTech, CNRS UMR 5295, I2M, Bordeaux

*louise.le_barbenchon@ensam.eu

Mots-clés : liège aggloméré ; matériau cellulaire ; mécanismes de déformation ; compression dynamique

Résumé

Le liège est un matériau cellulaire polymère biosourcé multi-phasé. Dans ce cas d'étude, il a été aggloméré avec une résine thermodurcissable par un procédé de compression uni-axiale. Le liège aggloméré est aujourd'hui considéré pour des applications d'absorption de choc. L'observation de sa micro-structure par microscopie (optique et électronique) et micro-tomographie aux rayons X a permis de mettre en évidence à l'échelle du grain, une anisotropie géométrique transverse induite par le procédé de mise en oeuvre. L'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du liège aggloméré est ici étudiée. Des essais de compression ont été réalisés sous sollicitations quasi-statique (à 4.2 s^{-1}) et dynamique (autour de 70 s^{-1}) à température ambiante (24°C). Un montage spécifique, la roue inertielle, a permis d'obtenir une vitesse de déformation quasi-constante en cours d'essai en régime dynamique. Comme attendu pour un matériau polymère, le module de Young du matériau ainsi que l'énergie absorbée (élastique et dissipée) au cours de la compression dépendent fortement de la vitesse de déformation moyenne. Les mécanismes de déformation mis en jeu au cours des différents régimes de sollicitation ont pu être observés par corrélation d'images. Les déformations, fortement hétérogènes, prennent la forme de bandes de localisation. En régime quasi-statique, ces bandes de localisation sont observées à proximité des interfaces entre grains. En régime dynamique, les déformations semblent, en revanche, plus diffuses.

1 Introduction

Les matériaux composites à base de liège, déjà utilisés en aérospatial pour leurs propriétés thermiques et acoustiques, apparaissent aujourd'hui comme des candidats à forts potentiels dans une optique d'allègement des structures [1, 2]. Le liège étant un matériau naturellement cellulaire (à cellules fermées) [3], des applications d'absorption de choc sont aujourd'hui envisagées.

Sous le nom de "liège aggloméré", un grand nombre de matériaux différents peuvent cependant être conçus. Son comportement dépend en effet de la densité, de la quantité de résine, de la taille des grains de liège [4]. De plus le liège est un matériau polymérique multi-phasé naturel [1], son comportement mécanique est ainsi fonction du temps [5], de la température [6] ainsi que de l'humidité [7]. Des hétérogénéités de déformation à la surface d'éprouvettes ont été mises en évidence [8]. Cependant leur lien avec les mécanismes de déformation ou la microstructure particulière du matériau n'a pas été explicité.

2 Matériaux et Méthodes

2.1 Matériaux

Des agglomérés de liège produits par la société Liège HPK ont été étudiés. Pour obtenir du liège aggloméré, le liège naturel est broyé en grains ($\varnothing = 0,5/1 \text{ mm}$). Ces grains ont ensuite été mélangés avec une résine thermodurcissable bio-sourcée et des fibres courtes ($l=100 \mu\text{m}$ et $\varnothing = 2 \mu\text{m}$). Ce mélange a ensuite été comprimé uni-axialement en un bloc de $1000 \times 500 \times 150 \text{ mm}^3$ à une densité de 0,42. Le matériau obtenu peut alors être considéré à plusieurs échelles comme le montre la figure 1. Cette compression a causé une anisotropie géométrique et mécanique à l'échelle des grains [9]. La figure 2(a) montre les deux directions induites. Les directions dans le plan (Oxy) seront appelées directions dans-le-plan et la direction (Oz) sera appelée direction hors-plan

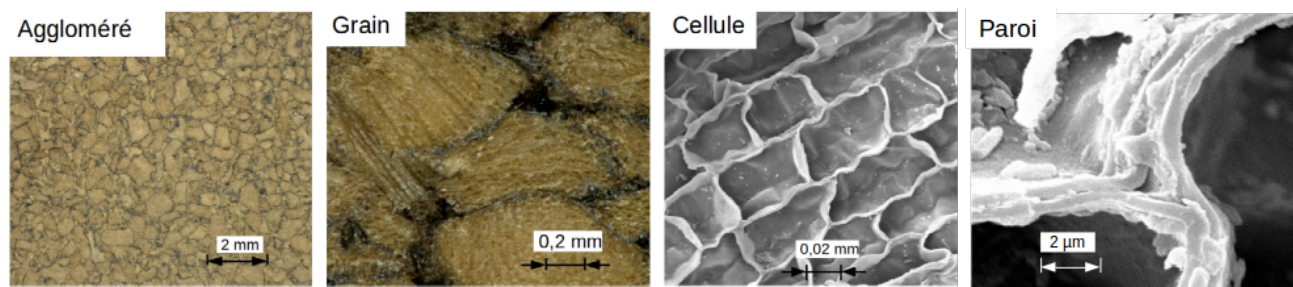
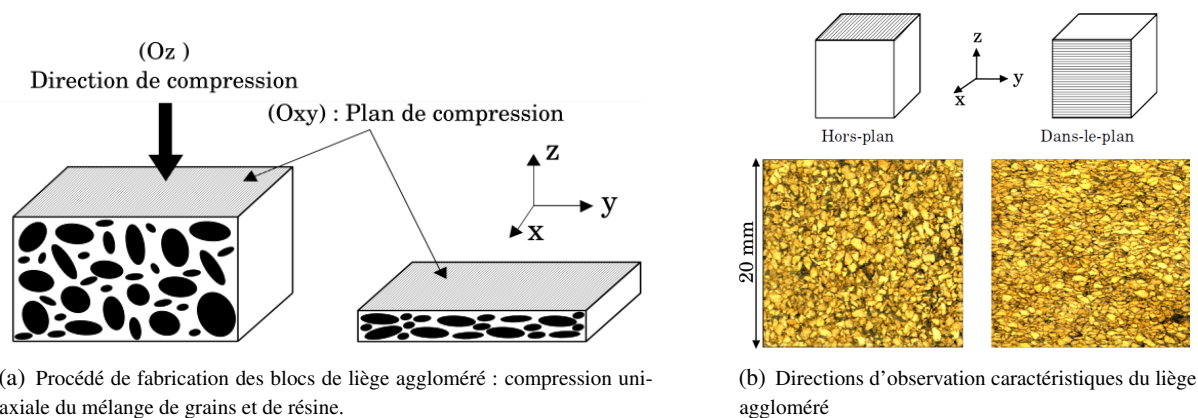


FIGURE 1 – Différentes échelles d’observation du liège aggloméré. Un microscope optique a été utilisé pour les observations à l’échelle de l’aggloméré et des grains. Un microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisé pour les observation à l’échelle des cellules.

(figure 2(b)). Par la suite, la polymérisation s’est faite en autoclave. Les éprouvettes pour la caractérisation mécanique ont ensuite été découpées en cubes de $20 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$. Ces éprouvettes ont ensuite été conditionnées à une température de 20 °C et une humidité relative de RH50% pendant un mois [7].



(a) Procédé de fabrication des blocs de liège aggloméré : compression uniaxiale du mélange de grains et de résine.

(b) Directions d’observation caractéristiques du liège aggloméré

FIGURE 2 – Procédé de fabrication du liège aggloméré et l’anisotropie transverse géométrique qu’il induit dans le matériau.

2.2 Caractérisation de la microstructure

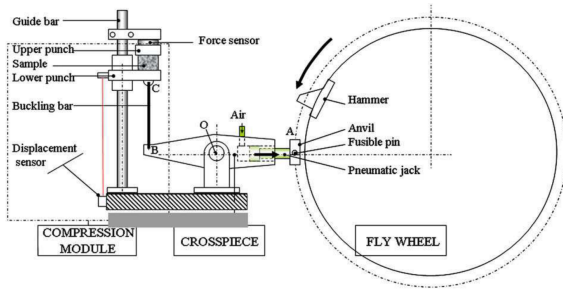
Afin de connaître l’organisation des grains à la surface, les éprouvettes ont été observées à l’aide d’un microscope optique avant caractérisation mécanique. Un microscope Keyence a été utilisé. La surface a été observée à un grossissement de $\times 100$. Des images d’environ 9000×9000 pixels ont ainsi été obtenues.

La microstructure des éprouvettes a également été observée au microscope électronique à balayage (MEB) EVO Zeiss après compression. Les éprouvettes ont été découpées avec des lames de rasoir neuves afin de minimiser les dommages faits aux cellules lors de la découpe [3]. La surface des échantillons a ensuite été métallisée à l’or pour permettre l’observation.

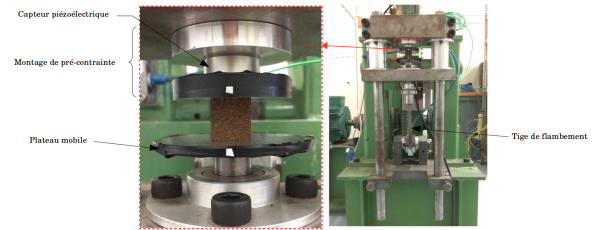
2.3 Essais de compression à différentes vitesses de sollicitation

Les éprouvettes, préalablement observées au microscope optique, ont ensuite été comprimées. Le comportement pour une compression dans la direction hors-plan est ici présentée. En régime quasi-statique, cette compression a été effectuée à $4,2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à l’aide d’une machine de compression Zwick Roell 250kN. Les essais ont été suivis à l’aide d’un appareil photo Canon EOS 50D à une fréquence de 1 Hz. La définition des images était de 3168×4752 pixels. Afin d’atteindre le régime dynamique en compression (autour de 70 s^{-1}), un montage original a été utilisé. La roue inertielle, visible sur la Fig. 3(a), consiste en une roue en acier dotée d’un important moment d’inertie (77 kg m^2). Cela permet d’avoir au cours du chargement une vitesse de sollicitation presque constante. La vitesse du déchargement n’est par contre pas contrôlée. Les signaux force/déplacement lors de la décharge ne seront donc pas étudiés. Les essais ont été filmés à l’aide d’une caméra rapide Photron SA5 à

une fréquence de 12,5 kHz. La définition des images était de 640×848 pixels. Pour les deux types d'essais, le calcul de la contrainte est facilité par le coefficient de Poisson proche de 0 du liège aggloméré. Ainsi on a $\sigma = F/S_0$, la contrainte nominale et $\varepsilon = \ln(1 - L/L_0)$, la déformation nominale.



(a) Schéma du montage complet [10]. Vue de côté.



(b) Photographie du montage. Vue de face.

FIGURE 3 – Montage expérimental de la roue inertielle.

2.4 Corrélation d'images numériques

La corrélation d'images numériques (DIC) repose sur trois étapes : (i) dépôt du mouchetis sur la surface de l'échantillon ; (ii) des images successives de ce mouchetis sont prises au long de la déformation de l'échantillon ; et (iii) la corrélation entre les images successives est effectuée pour mesurer les déplacements à la surface [11]. La résolution de déplacement dépend de ces trois étapes, et plus précisément de la qualité du mouchetis, du montage optique et de la procédure de corrélation.

La surface des échantillons présentant un mouchetis naturel, il n'a pas été nécessaire d'en déposer un [8]. Sachant que sur une face, plus de 1300 grains peuvent être visualisés, cela représente (en ne considérant que la surface de l'échantillon), en moyenne 5790 pixels/grain pour les essais quasi-statiques et 334 pixels/grain pour les essais dynamiques. La taille d'un pixel correspondait à une longueur de 0,0078 mm en quasi-statique et de 0,034 mm en dynamique.

À l'aide du logiciel Pydic de la corrélation d'images locale a été effectuée. Les paramètres de corrélation choisis sont une fenêtre de corrélation de 15 pixels de côté pour un pas de 3 pixels. Finalement le champs des déformations à une déformation donnée sur une grille non-déformée a été obtenu.

2.5 Superposition des déformations et la microstructure

Afin d'étudier où les déformations ont lieu dans l'aggloméré, une méthode d'étude de la localisation des déformations dans les grains a été mise en place. Cette méthode est proche de celle développée dans [12], pour de la glace colonnaire. L'image microscopique a été seuillée afin de ne conserver que les interfaces (plus sombres à cause de la résine). Sa taille a ensuite été réduite à celle des prises de vue pour faciliter le post-traitement. La matrice des déformations issue de la corrélation d'images a ensuite été interpolée de façon à ce qu'elle soit de la même taille que cette image. Les deux images ont ensuite été superposées en faisant correspondre le haut de l'éprouvette (Fig. 4). À partir de cette superposition, une fonction distance a été définie (équation 1). Elle traduit la distance euclidienne entre chaque pixel de la carte de déformations et l'interface la plus proche.

$$Distance = \min \left(\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - y_i)^2} \right) \quad (1)$$

avec x, le pixel d'une déformation et y, le pixel d'une interface.

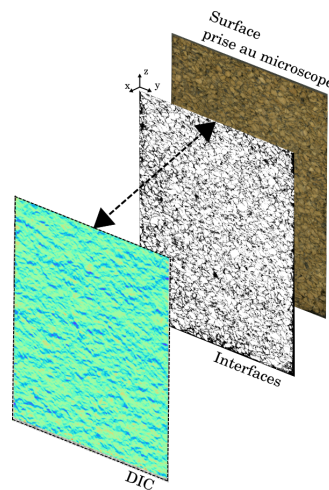


FIGURE 4 – Méthode pour l’étude de la relation déformation/microstructure : superposition des interfaces et des champs de déformation non déformé obtenus par DIC.

3 Résultats

3.1 Comportement mécanique

Les essais de compression ont donné accès aux courbes contrainte/déformation nominale. La Fig. 5(a) montre que le liège aggloméré a un comportement semblable à une mousse en compression [13]. On peut donc distinguer trois principales étapes lors de la déformation. D’abord l’éprouvette se déforme de façon linéaire, ce qui correspond principalement à la flexion des parois. Ensuite la contrainte augmente peu pour une large plage de déformation. Cette zone est appelée le plateau. Elle correspond au flambement progressif des cellules. Enfin quand toutes les cellules se sont effondrées, le comportement du matériau se rapproche de celui d’un matériau dense. La contrainte augmente donc de façon bien plus importante. Cette dernière étape est appelée densification. Pour les compressions en régime quasi-statique, la décharge a également été enregistrée. On remarque une hystérésis importante. Immédiatement après l’essai, la déformation des éprouvettes était de $0,20 \pm 0,03$ en moyenne. Longtemps après l’essai, cette déformation résiduelle était proche de 0,05. Les mécanismes de déformation dont le flambement des cellules semblent donc être principalement élastiques, même pour d’importants taux de déformation.

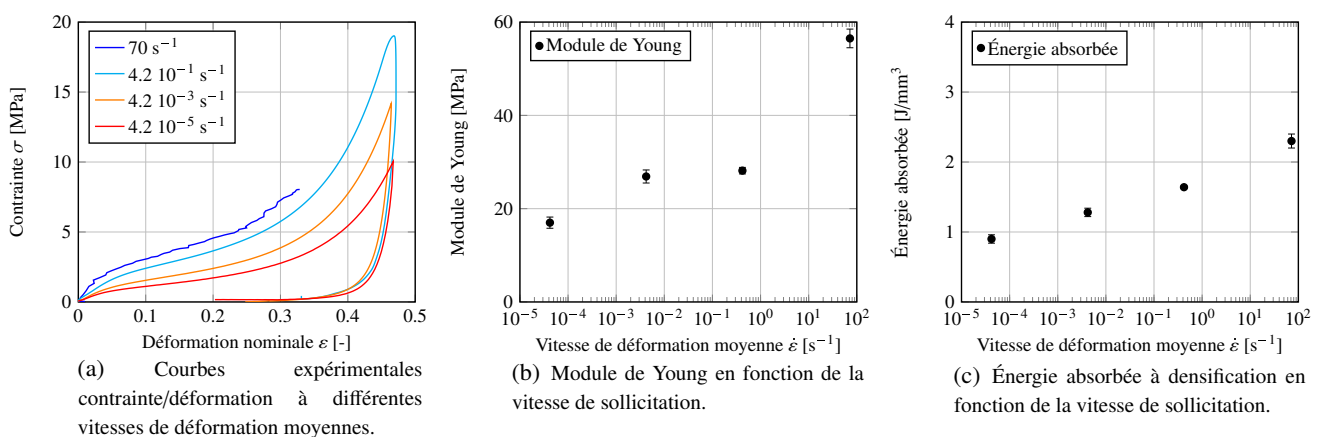


FIGURE 5 – Résultats des essais de compression

À partir de ces courbes, le module de Young (pente de la partie linéaire, pour de faibles déformations) ainsi que l’énergie absorbée avant densification (dissipée et élastique) ont pu être déterminés. Pour de faibles vitesses de sollicitation, le module de Young semble augmenter faiblement, de façon linéaire en fonction du logarithme décimal de la vitesse de sollicitation. Cependant, lorsque la vitesse de sollicitation est plus importante, une forte

augmentation de ce module est constatée. Au contraire, l'énergie absorbée semble elle augmenter linéairement en fonction de $\log(\dot{\epsilon})$.

La corrélation d'images numériques montre pour les deux régimes de sollicitation des résultats qui semblent similaires à l'échelle de l'aggloméré (Fig. 6). Pour de faibles déformations, le champ de déformation semble à peu près homogène. Lorsque le plateau est atteint, des hétérogénéités dans les déformations commencent à apparaître. Elles se développent ensuite sous la forme de bandes de localisation, perpendiculairement à la direction de compression de l'essai.

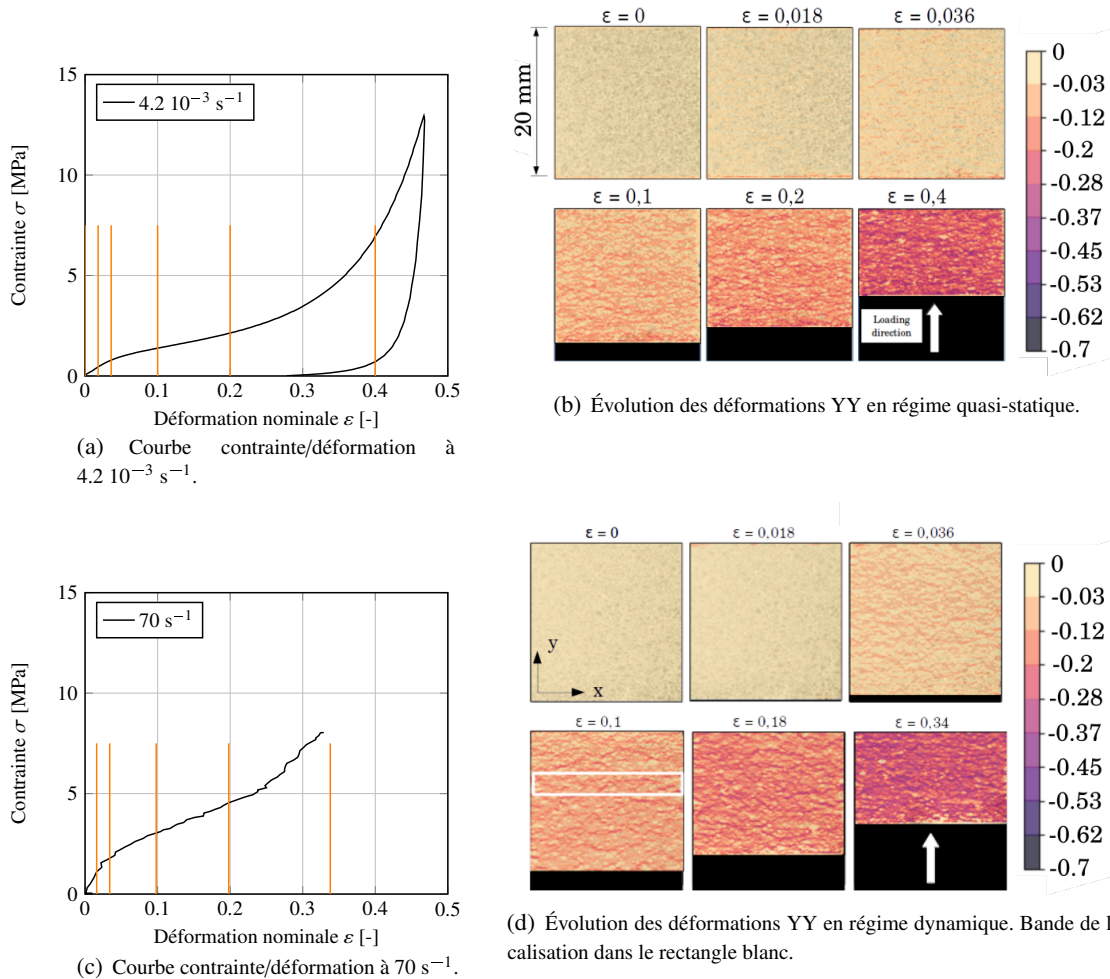


FIGURE 6 – Chronologie des déformations au cours d'un essai de compression aux deux différents régimes de sollicitation et les courbes expérimentales contrainte/déformation correspondantes.

3.2 Influence de la microstructure

La superposition des cartes de déformation et des interfaces est illustrée par les figures 7(a) et 7(b). Dans le cas du régime quasi-statique, une importante localisation des déformations proche des interfaces peut être observée. Au contraire, dans le cas de la compression en régime dynamique, les déformations semblent plus homogènes à l'intérieur d'un même grain.

Afin de quantifier cette localisation, une fonction de distance a été définie. Elle caractérise la distance euclidienne entre les déformations et la plus proche interface. Les résultats de ce calcul sont exposés dans la figure 8. Il est montré qu'en régime quasi-statique, les plus grandes déformations ont lieu presque uniquement proche des interfaces, à moins de 0,05 mm.

En revanche, en régime dynamique, ces déformations semblent plus moyennées. Elles auraient lieu de 0 à 0,2 mm de distance. Cela correspond environ à la taille d'un grain de liège. Il peut toutefois être noté que la plus basse résolution des images pour la sollicitation dynamique mène en partie à cette homogénéisation.

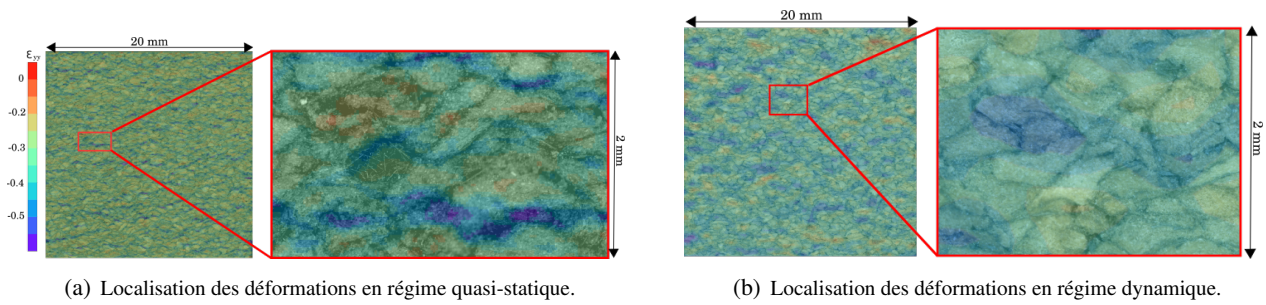


FIGURE 7 – Superposition des cartes des déformations YY et de la surface prise au microscope optique.

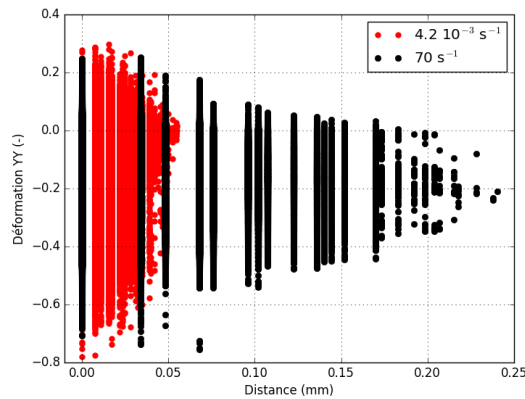


FIGURE 8 – Carte des distances entre les déformations et la plus proche interface aux différents régimes de sollicitation.

4 Discussions

4.1 Localisation aux interfaces

L'étude de la localisation des déformations en régime quasi-statique révèle une initiation des déformations aux interfaces des grains. Ainsi, au cours d'un essai de compression la localisation des déformations commence par le flambement stochastique de cellules présentes proches des interfaces entre grains. Ceci a d'ailleurs été observé sur des observations faites au MEB comme le montre la figure 9. Cette déformation va ensuite se propager aux cellules voisines également proches des interfaces. Enfin, en fonction de plusieurs critères de forme ou de structure multi-échelles [14], cette déformation, se propagera aux grains voisins (dans le plan Oxy), prenant donc la forme de bandes de localisation. Les bandes vont ainsi s'étendre sur tout l'échantillon.

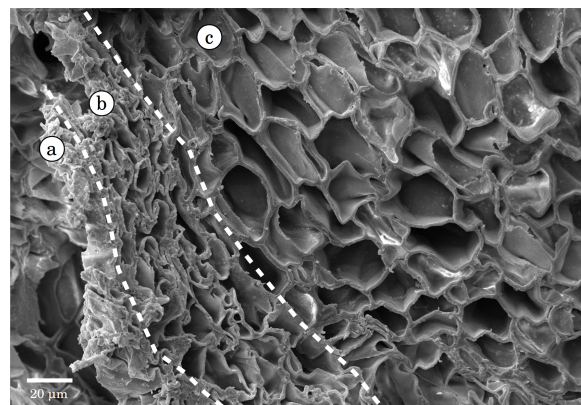


FIGURE 9 – État des cellules à l'interface entre grains. Photo réalisée au MEB. a) Interface. b) Cellules effondrées à l'interface. c) Intérieur du grain.

4.2 Effets dynamiques

L'augmentation de la rigidité ainsi que la probable homogénéisation des déformations observées dans la section 3 semblent causées par des vitesses de déformation importantes.

Trois phénomènes influencent la réponse d'un matériau cellulaire dans le régime de compression dynamique [13, 15]. Le premier est la dépendance propre du matériau constitutif des parois cellulaires à la vitesse. Le liège naturel, constitué de plusieurs polymères, a démontré une forte dépendance au couple temps/température [7]. À une fréquence de 1 Hz, sa température de transition vitreuse T_g se trouve aux alentours de 10°C. En augmentant la fréquence, T_g va avoir tendance à augmenter. Il est donc plausible qu'en régime dynamique, la température d'essai (24°C) soit proche de la T_g , causant une augmentation de la rigidité.

Ensuite la pressurisation du gaz dans les cellules fermées joue un rôle important à grande vitesse de sollicitation, même pour une mousse à cellules fermées [16]. À haute vitesse de sollicitation, le gaz reste piégé pour un niveau de déformation plus élevé. Ce retard de l'expulsion gazeuse peut contribuer à l'augmentation de la rigidité et à l'homogénéisation des déformations à cause de l'augmentation de la pression dans les cellules.

Enfin un retard peut avoir lieu dans le flambement des cellules. Les mécanismes de déformations sont alors de la flexion et de la compression des parois pour de plus grandes déformations [17]. Cet effet est également appelé micro-inertie. Ces phénomènes mènent tous trois à une homogénéisation des déformations et à un durcissement mécanique et pourraient expliquer les résultats expérimentaux.

5 Conclusion

L'effet de la vitesse sur le comportement et les mécanismes de déformation du liège aggloméré a été ici étudié. Des observations à l'échelle intra-granulaire ont ainsi été nécessaires. Les déformations ont été étudiées à la surface des éprouvettes par DIC. Les éprouvettes ont été comprimées soit en régime quasi-statique (à plusieurs vitesses), soit en régime dynamique à l'aide du montage original qu'est la roue inertielle (autour de 70 s⁻¹) permettant une vitesse de sollicitation quasi-constante au cours du chargement.

Les courbes de contrainte/déformation démontrent une dépendance à la vitesse du matériau. Le module de Young augmente légèrement avec cette dernière en régime quasi-statique. Il augmente ensuite plus brusquement sous sollicitation dynamique. L'énergie absorbée semble augmenter linéairement sur tout le spectre de vitesse de déformation balayé dans cette étude. Les champs de déformation obtenus par DIC sont très hétérogènes à partir de la phase plateau. Ces hétérogénéités prennent la forme de bandes de localisation perpendiculaires à la direction de sollicitation. En régime quasi-statique, ces déformations se localisent à proximité de l'interface entre deux grains. Ainsi la déformation des grains de liège s'initie sur les cellules à l'interface puis se propage dans les cellules voisines. En revanche en régime dynamique, ces déformations semblent plus homogènes dans un grain. Cette différence de comportement peut être attribuée à des effets dynamiques liés à l'air pressurisé présent dans les cellules fermées du liège, à la micro-inertie retardant le flambement des parois cellulaires ainsi que la dépendance propre à la vitesse des matériaux polymères constitutifs des parois cellulaires. Dans les deux cas, les bandes de localisation se propagent de grain en grain de façon perpendiculaire à la direction de sollicitation.

La méthode développée pour mesurer les champs de déformations à des vitesses de déformation lentes et moyennes semble donc être adaptée à l'étude des mécanismes de déformation des matériaux fortement hétérogènes. Elle sera cependant améliorée afin de diminuer la différence de résolution des images obtenues en quasi-statique et dynamique. Cela permettra d'augmenter la fiabilité des résultats obtenus.

Remerciements

Les auteurs remercient les acteurs du projet LIAMA : la région Nouvelle-Aquitaine, Safran Power Unit et Lièges HPK pour leur soutien financier.

Références

- [1] S. P. Silva, M. A. Sabino, E. M. Fernandes, V. M. Correlo, L. F. Boesel, and R. L. Reis, "Cork : properties, capabilities and applications," *International Materials Reviews*, vol. 50, no. 6, pp. 345–365, 2005.
- [2] L. Gil, "New Cork-Based Materials and Applications," *Materials*, vol. 8, no. 2, pp. 625–637, 2015.

- [3] L. J. Gibson, K. E. Easterling, and M. F. Ashby, "The Structure and Mechanics of Cork," *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 377, no. 1769, pp. 99–117, 1981.
- [4] R. Jardin, F. Fernandes, A. Pereira, and R. Alves de Sousa, "Static and Dynamic Mechanical Response of Different Cork Agglomerates," *Materials & Design*, vol. 68, pp. 121–126, 2015.
- [5] S. Sanchez-Saez, S. K. García-Castillo, E. Barbero, and J. Cirne, "Dynamic crushing behaviour of agglomerated cork," *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 65, pp. 743–748, 2015.
- [6] J. F. Mano, "Creep-recovery behaviour of cork," *Materials Letters*, vol. 61, no. 11-12, pp. 2473–2477, 2007.
- [7] A. Lagorce-Tachon, T. Karbowski, D. Champion, R. D. Gougeon, and J. P. Bellat, "Mechanical properties of cork : Effect of hydration," *Materials and Design*, vol. 82, pp. 148–154, 2015.
- [8] M. Sasso, E. Mancini, G. Chiappini, F. Sarasini, and J. Tirillò, "Application of DIC to Static and Dynamic Testing of Agglomerated Cork Material," 2018.
- [9] L. Le Barbenchon, J. Girardot, J.-B. Kopp, and P. Viot, "Strain Rate Effect on the Compressive Behaviour of Reinforced Cork Agglomerates," in *EPJ Web of Conferences*, vol. 183, p. 3018, 2018.
- [10] P. Viot, "Hydrostatic compression on polypropylene foam," *International Journal of Impact Engineering*, vol. 36, no. 7, pp. 975–989, 2009.
- [11] Hild Francois and J.-I. Prensier, "Annexe : Algorithme de calcul de corrélation d'images numériques," tech. rep., ENS Cachan, 2004.
- [12] F. Grennerat, M. Montagnat, O. Castelnau, P. Vacher, H. Moulinec, P. Suquet, and P. Duval, "Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep," *Acta Materialia*, 2012.
- [13] L. J. Gibson and M. F. Ashby, *Cellular Solids : Structure and Properties*. Oxford : Cambridge University Press, cambridge ed., 1997.
- [14] P. Viot and F. Beani, "Polypropylene foam behavior under compressive loading at high strain rate," in *Dymat* (E. Sciences, ed.), (Porto), pp. 543–549, 2003.
- [15] Y. Sun and Q. M. Li, "Dynamic compressive behaviour of cellular materials : A review of phenomenon, mechanism and modelling," *International Journal of Impact Engineering*, vol. 112, no. February 2017, pp. 74–115, 2018.
- [16] R. Bouix, P. Viot, and J. L. Lataillade, "Polypropylene foam behaviour under dynamic loadings : Strain rate, density and microstructure effects," *International Journal of Impact Engineering*, vol. 36, no. 2, pp. 329–342, 2009.
- [17] J. Harrigan, P. Tan, and S. Reid, "Inertia effects in the uniaxial dynamic compression of a closed-cell aluminium alloy foam," *Mat. Sci. Tech.*, vol. 18, no. 0, pp. 480–418, 2002.