



HAL
open science

Caractérisation 3D multi-échelles de la microstructure du liège aggloméré

Louise Le Barbenchon, Jérémie Girardot, Jean-Benoît Kopp, Philippe Viot

► **To cite this version:**

Louise Le Barbenchon, Jérémie Girardot, Jean-Benoît Kopp, Philippe Viot. Caractérisation 3D multi-échelles de la microstructure du liège aggloméré. 7èmes journées du GDR 3544 "Sciences du bois", Nov 2018, Cluny, France. hal-03024013

HAL Id: hal-03024013

<https://hal.science/hal-03024013>

Submitted on 25 Nov 2020

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.

Caractérisation 3D multi-échelles de la microstructure du liège aggloméré

LE BARBENCHON Louise¹, GIRARDOT Jérémie¹, KOPP Jean-Benoît¹, VIOT Philippe¹

¹Arts et Métiers ParisTech, CNRS, I2M Bordeaux, Esplanade des Arts et Métiers, F -33405 Talence Cedex, France

louise.le_barbenchon@ensam.eu

Mots clés : Liège aggloméré ; Matériaux cellulaires ; Multi-échelles ; Micro-tomographie à rayons X ; Corrélation d'images numériques

Contexte et Objectifs

En raison des préoccupations émergentes au sujet du réchauffement de la planète et donc de l'empreinte carbone, la demande de matières bio-sourcées augmente actuellement. Le liège étant une mousse polymère naturelle, il présente un ensemble unique de propriétés (résistance au feu, absorption d'énergie, isolation phonique...). C'est donc un excellent candidat pour un large éventail d'applications. Pour réduire la variabilité causée par la dépendance environnementale (temps, lieu de culture, saison de récolte), un sous-produit du liège - liège aggloméré - est préféré pour les applications mécaniques. Il permet également de dépasser l'anisotropie du liège naturel en arrangeant au hasard l'orientation des cellules hexagonales du liège et de mouler des pièces à géométrie plus complexe.

Depuis 10 ans, peu d'études se sont penchées sur le comportement mécanique de ces matériaux dans le cadre d'essais quasi statiques et de chocs. Étant ses applications envisagées, ils se sont concentrés sur le comportement en compression des agglomérats de liège. Ils ont démontré l'influence de la vitesse moyenne de déformation, de la taille des granulés de liège, du type de résine ou de la densité du matériau sur l'énergie absorbée, la force de contact maximale ou le pic d'accélération maximal. La microstructure du liège naturel a elle été bien étudiée. Cependant, celle du liège aggloméré n'est pas encore entièrement décrite, même si elle pourrait fortement influencer son comportement mécanique et ses mécanismes de déformation spécifiques.

L'objectif de ce travail est d'étudier avec plusieurs techniques la microstructure des agglomérats de liège et de commencer à la mettre en lien avec le comportement mécanique du matériau.

Matériel et Méthodes

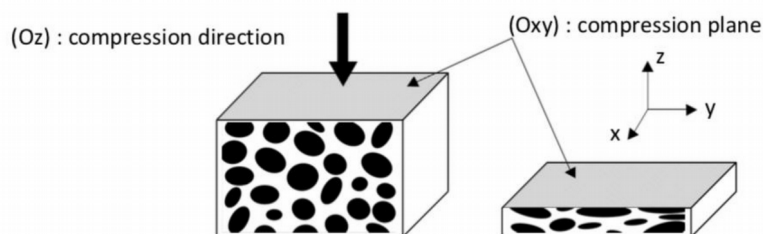


Fig.1 - Processus de fabrication du liège aggloméré

Le liège est une mousse polymère naturelle qui présente une structure à cellules fermées. Pour obtenir du liège aggloméré, le liège naturel est broyé et tamisé pour le classer par taille. Dans cette étude, les grains ($\varnothing = 0.5$ à 1 mm) sont mélangées avec une résine therm durcissable. Il est ensuite compressé uniaxialement en un bloc de $1000 \times 500 \times 150 \sim \text{mm}^3$ à une densité de 0.42 . Cette compression provoque une orientation préférentielle qui sera examinée plus en détail dans cet article. Fig. 1 montre les deux directions induites : les directions dans le plan

(Oxy) seront arbitrairement appelées directions dans le plan et la direction (Oz) sera appelée direction hors plan. Ensuite, la polymérisation se fait en autoclave. Des plaques sont ensuite usinées à partir du bloc.

Le matériau est d'abord étudié avec un microscope optique Keyence. Avec le logiciel libre ImageJ, l'analyse d'images est réalisée en simplifiant les granulés par ellipses (Fig.2). Les paramètres géométriques de ces ellipses sont ensuite utilisés pour calculer le rapport d'aspect (AR) et l'orientation des granulés. Les échantillons de MEB sont coupés avec une lame de rasoir remplacée à chaque coupe afin d'endommager le moins possible les parois cellulaires comme précisé par Gibson (1981). Des échantillons sont ensuite observés avec un MEB (Zeiss EVO HD 15). Une tension accélérée de 10 keV est utilisée avec un courant de 100 pA. Les deux directions du liège sont étudiées.

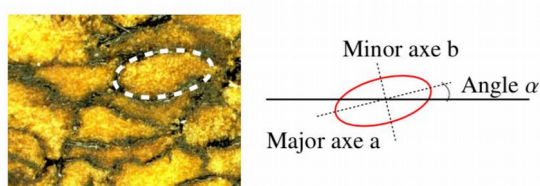


Fig.2 - Assimilation d'un grain de liège à une ellipse

Les deux méthodes précédentes n'impliquaient qu'une analyse de surface et non une analyse complète de la microstructure 3D. Un biais peut également être introduit par étapes de découpe (déformation des cellules, dégradation des interfaces,...) en raison de la très faible densité et de la porosité élevée du matériau. C'est pourquoi la tomographie est pratiquée.

Le principe général de la technique de tomographie par rayons X a été décrit dans de nombreux articles, notamment par Maire (2001). Un échantillon est utilisé pour deux résolutions de rayons X (Fig.3). La première résolution à $8.5 \mu\text{m}/\text{voxel}$ donne la structure à l'échelle du granulat. Après cette première analyse, un échantillon en est découpé à des dimensions plus petites pour obtenir une résolution de $2.5 \mu\text{m}/\text{voxel}$ pour étudier l'échelle cellulaire.

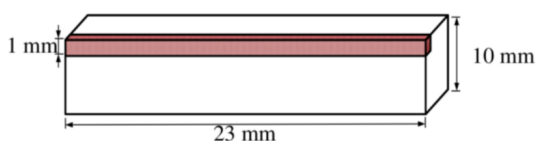


Fig.3 - Échantillon de micro-tomographie à rayons X

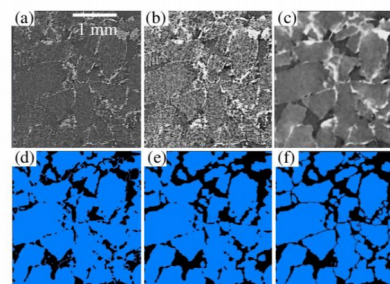


Fig.4 -Post-traitement à l'échelle du grain. (a) Image brute. (b) Égalisation d'histogramme. (c) Filtre médian. (d) Seuillage. (e) Ouverture. (f) Segmentation.

L'algorithme d'analyse post-traitement des données tomographiques est réalisé grâce au logiciel Amira-Avizo pour calculer les paramètres quantitatifs et obtenir la reconstruction 3D (Fig.4).

Résultats & Discussions

Les techniques d'observation 2D, microscopie optique et microscopie électronique à balayage donnent des informations différentes sur le matériau. Fig.5 montre que selon le grossissement et la technique, les choses observées ne sont pas les mêmes. C'est pourquoi trois grandes échelles sont définies dans cet article.

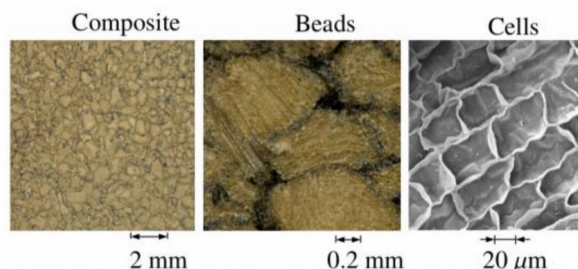


Fig.5 - Structure multi-échelles du liège aggloméré

L'échelle de la structure est l'échelle de l'aggloméré. Lors d'une sollicitation mécanique, il donne des informations sur le comportement mécanique à travers les courbes Force/Déplacement et les paramètres mécaniques associés (comme le module de Young ou l'énergie absorbée). L'échelle du grain (bead) est un granule de liège millimétrique. Les porosités entre grains, les interfaces entre granulés, l'orientation des grains, ... sont des paramètres qui peuvent influencer les mécanismes à cette échelle.

Un grain de liège est un matériau cellulaire. C'est pourquoi il existe une échelle plus petite. En effet, la taille des cellules du liège est de quelques dizaines de microns. L'échelle de la cellule concerne la façon dont les parois cellulaires se déforment lors d'une charge spécifique, la géométrie de la cellule ou la phase gazeuse piégée à l'intérieur,

C'est pourquoi la structure multi-échelle des agglomérats de liège, déjà étudiée pour le liège naturel et d'autres mousses polymères, est mise en évidence comme par Viot (2007). Comme chaque échelle pourrait s'influencer mutuellement et avoir un effet sur les mécanismes de déformation, chacune d'entre elles doit être rapportée avec prudence.

L'analyse des images a permis de convertir les grains en ellipses. Il a confirmé que les granulats dans le plan ont principalement leur axe principal orienté à 0° alors que les granulats hors plan sont orientés de façon aléatoire (Fig. 6).

L'orientation des granulés a également été étudiée grâce à la tomographie par rayons X. L'orientation des grains de liège 3D est caractérisée par deux angles phi et theta. Fig. 7 montre la valeur de ces angles. Les valeurs thêta sont réparties également. Au contraire phi semble se situer essentiellement autour de 70 et 90°. Cela signifie que les billes ont une orientation aléatoire dans le plan (Oxy) alors que dans les plans (Oxz) ou (Oyz) elles ont tendance à être alignées avec les directions dans le plan.

Les résultats de la microscopie optique sont ensuite étayés par ceux de la micro-tomographie. D'autres précieuses informations concernant la taille moyenne des cellules, des grains et des porosités, leur forme ainsi que leur orientation ont également pu être étudiées attentivement afin de décrire précisément la micro-structure du liège aggloméré.

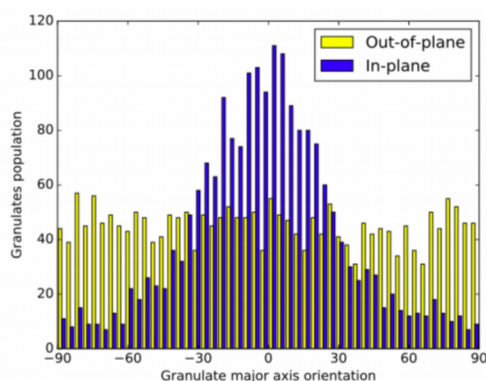


Fig.6 – Distribution de l'orientation des ellipses à partir des observations surfaciques

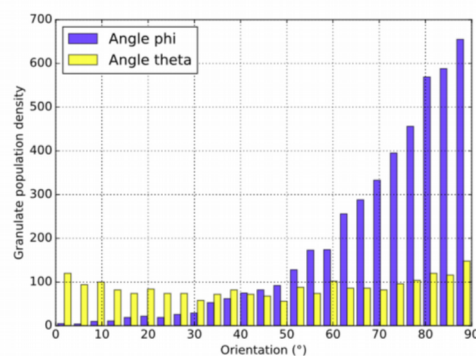


Fig.7 - Distribution de l'orientation spatiale des grains

Conclusions

Grâce à différentes techniques d'imagerie, la structure multi-échelles du liège aggloméré a été mise en évidence. De plus ces outils ont également permis de fournir des données qualitatives ainsi que quantitatives aux différentes échelles. L'anisotropie transverse du liège aggloméré fabriqué par compression uni-axiale a également été étudié.

La suite de ce travail est d'étudier la relation micro-structure/comportement mécanique lors de sollicitations en régime quasi-statique mais également dynamique. Pour cela, la microstructure sera étudiée grâce à la micro-tomographie. De plus, de la corrélation d'images numériques permettra d'étudier les hétérogénéités de déformations causées par la structure du liège aggloméré.

Remerciements

Les auteurs remercient la société Lièges HPK d'avoir fourni le liège aggloméré.

Références

- Gibson, L. J., Easterling, K. E., Ashby, M. F. (1981) The Structure and Mechanics of Cork, Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, vol. 377, pp. 99-117.
- Maire, E., Buffière, J. Y., Salvo, L., Blandin, J. J., Ludwig, W., Létang, J. M. (2001) On the Application of X-ray Microtomography in the Field of Materials Science, Advanced Engineering Materials, vol. 3, pp. 539 - 546
- Viot P., Bernard D. (2007) Multi-scale foam behaviour characterisation, Computational Methods and Experiments in Materials Characterisation III, vol. 1, pp. 197-206