



**HAL**  
open science

## **DMA virtuelle sur microstructures composites viscoélastiques réelles, issues d'imagerie en tomographie x**

Nadia Mabrouk, Julien Boisse, Christophe Morlot, Isabelle Bihannic, Stephane Andre

### ► **To cite this version:**

Nadia Mabrouk, Julien Boisse, Christophe Morlot, Isabelle Bihannic, Stephane Andre. DMA virtuelle sur microstructures composites viscoélastiques réelles, issues d'imagerie en tomographie x. 26e Congrès Français de Mécanique, Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3 - UMR CNRS 7239), Aug 2025, Metz, France. <hal-05312956>

**HAL Id: hal-05312956**

**<https://hal.science/hal-05312956v1>**

Submitted on 14 Oct 2025

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.



HAL Authorization

# Calcul de la réponse DMA virtuelle de matériaux composites viscoélastiques imagés par tomographie x

N. MABROUK<sup>1,\*</sup>, J. BOISSE<sup>1</sup>, C. MORLOT<sup>1</sup>, I. BIHANNIC<sup>2</sup>, S. ANDRE<sup>1</sup>

1 : Université de Lorraine, CNRS, LEMTA, F-54000, Nancy, France

2 : plateforme ImaGéo, Observatoire des Sciences de l'Univers de Rennes - UAR 3343  
Université de Rennes

\*Corresponding author: [nadia.mabrouk@univ-lorraine.fr](mailto:nadia.mabrouk@univ-lorraine.fr)

## Résumé :

*Nous présentons l'analyse de la réponse mécanique obtenue par simulation DMA virtuelle sur des microstructures réelles reconstruites à partir de données de tomographie X. Le composite étudié est à renforts particulaires (microsphères creuses) dispersé dans une matrice viscoélastique. Les limites (en résolution) inhérentes à la tomographie X obligent à envisager différentes stratégies pour « accommoder » ces observables de microstructure, ce qui n'est pas sans avoir des répercussions sur le comportement homogénéisé associé (par exemple en induisant une variation de fraction volumique par rapport au matériau réel). Les résultats de simulation numérique, analysant les différents modules de rigidité homogénéisés en termes de modules de stockage et de perte, permettent de comprendre les implications de ces différentes stratégies quant à la capacité prédictive ultérieure de cette approche, qui constitue un premier pas vers une « synthèse » qui pourrait être obtenue avec des résultats expérimentaux réels en DMA.*

## Abstract :

*We present an analysis of the mechanical response obtained by virtual DMA simulation on real microstructures reconstructed from X-ray tomography data. The composite studied has particulate reinforcements (hollow microspheres) dispersed in a viscoelastic matrix. The limitations (in resolution) inherent in X-ray tomography mean that different strategies have to be considered to 'accommodate' these microstructure observables, which has repercussions on the associated homogenised behaviour (for example by inducing a variation in volume fraction compared with the real material). The numerical simulation results, analysing the different homogenised stiffness moduli in terms of storage and loss moduli, provide an understanding of the implications of these different strategies for the subsequent predictive capability of this approach, which constitutes a first step towards a 'synthesis' that could be obtained with real experimental results in DMA.*

**Mots clefs : Viscoélasticité, matériaux composites, DMA virtuelle, Tomographie X.**

# 1 Introduction

Les méthodes FFT en calcul mécanique [1] ont maintenant été étendues à l'Analyse Mécanique Dynamique (DMA) avec les codes : CraFT Virtual DMA [2] ou encore [3].

Ces codes permettent le calcul de la réponse mécanique de matériaux hétérogènes, avec plusieurs phases présentant un comportement viscoélastique linéaire (VE), soumis à un chargement harmonique (DMA). Il est alors possible d'obtenir le champ des contraintes et le champ des déformations au sein d'un VER pour une gamme de fréquences d'excitation par un chargement moyen imposé (et éventuellement à une température donnée). La moyenne spatiale des champs de contraintes/déformations sur des VERs appropriés permet alors de remonter aux modules mécaniques homogénéisés, exprimés sous forme complexe (parties réelle et imaginaire exprimant respectivement les caractères conservatifs et dissipatifs du matériau). Ces « observables » virtuels caractérisent la fonction de transfert homogénéisée de matériaux hétérogènes viscoélastiques, ouvrant la porte à des simulations de comportement dans toutes les configurations.

Cependant, la jonction avec des études expérimentales n'est pas aisée, et ce pour de multiples raisons, notamment (i) d'ordre métrologique, soit avoir une bonne connaissance des propriétés matériaux des phases homogènes (notamment de la phase VE par DMA), et (ii) d'ordre topologique soit avoir accès à la géométrie de la microstructure. Pour ce dernier point, cela passe par le recours à des techniques d'imagerie qui offrent des microstructures digitales formalisées en voxels donc (presque) directement utilisables dans un code FFT tel qu'évoqué supra.

En section 2, nous présentons le composite particulière considéré dans cette étude et la manière dont ont été produits les VER périodiques correspondant à la microstructure réelle telle que l'imagerie par tomographie X nous l'a révélée. En section 3, nous proposons de discuter des résultats de simulation en DMA virtuelle (DMA<sub>v</sub> par la suite) afin essentiellement de déterminer si dans l'état des performances actuelles d'imagerie, on peut espérer que les résultats de DMA<sub>v</sub> puissent être considérés comme pertinents ou si des approches d'amélioration sont à considérer : pour la partie imagerie, se contenter des grandes données statistiques qui en seraient issues pour reconstruire idéalement des microstructures pouvant être considérées comme semblables ; pour la partie simulation, envisager de prendre en compte une voxélisation qui ne soit pas pleine (l'approche « full voxel » soit un voxel par phase) mais composite (Voxels Composites VC ou d'interfaces, nécessitant un modèle d'homogénéisation viscoélastique simplifié à l'échelle du voxel [4, 5]).

## 2 Composites imagés par tomographie X

### 2.1 Matériau

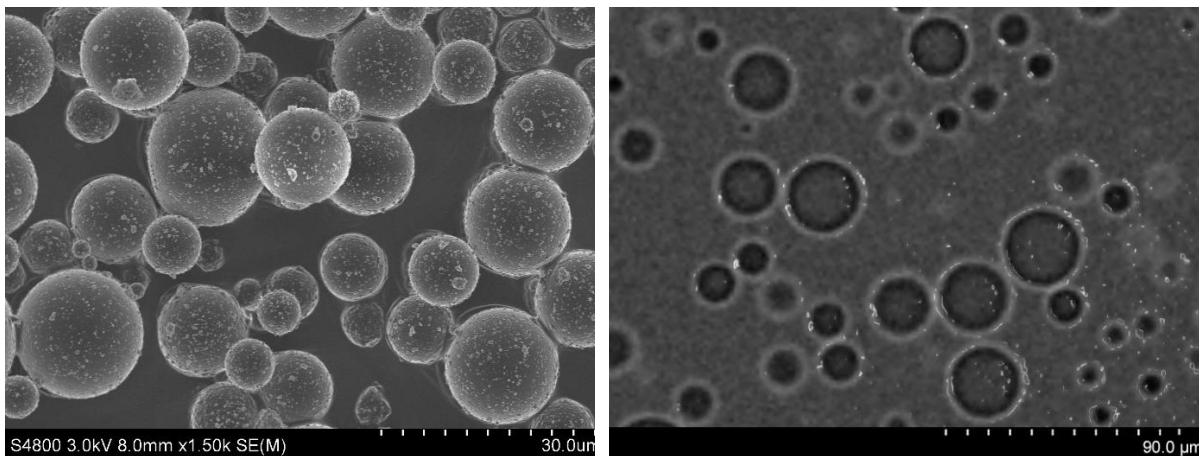
Des matériaux composites ont été élaborés au laboratoire en vue d'une caractérisation expérimentale ultérieure par DMA. Ils sont basés sur une matrice d'époxy (Greenpoxy56 de Sicomin) et de microsphères de verre creuses (Im30K de 3M). Une fraction massique de 30% en billes de verre (BdVc) a été dispersée dans la solution avant polymérisation dans un moule à empreintes. Ces mêmes microsphères ont été utilisées dans la thèse de R.Charière [5] et nous disposons d'une information importante sur l'épaisseur des coques en verre de ces microsphères, qui varie en fonction de leur diamètre, mais se situe entre  $[0.5 - 0.7] \mu m$ .

## 2.2 Imagerie par tomographie X

Le dispositif utilisé est un appareillage EasyTom XL de RX-Solutions, et les images ont été produites par I. Bihannic à l'UAR Plateforme Imagéo de l'Observatoire des Sciences de l'Environnement de Rennes. Les acquisitions ont été faites en utilisant un tube nano-foyer opéré à 70 kV et 193  $\mu\text{Å}$ . Les radiographies ont été enregistrées sur un capteur plan de taille 25 cm  $\times$  20 cm (1924  $\times$  1536 pixels, taille de pixel de 127  $\mu\text{m}$ ), avec un taux d'acquisition de 3 images par seconde et un moyennage sur 7. 2016 images ont été enregistrées sur 360°. Les volumes 3D ont été reconstruits au moyen du logiciel XACT de RX-Solutions. La taille du voxel est de 1.05  $\mu\text{m}$ , correspondant à un zoom géométrique de 98.

Le traitement et l'analyse des images ont été conduites par C. Morlot avec le logiciel Avizo (2024). Le volume de référence, un parallélépipède rectangle de 618  $\times$  554  $\times$  1106 voxels codé en 16 bit non-signé est issue d'un échantillon « fil » de 1 mm de diamètre prélevé dans une éprouvette. La résolution atteinte est de 1.05  $\mu\text{m}$ , pour des voxels cubiques. Elle ne permet donc pas de cribler nettement l'épaisseur des coques. Ceci nous a conduit à adopter une stratégie de segmentation pour identifier les objets, basée sur la phase « gaz », qui s'est avérée plus précise. Mis à part l'information d'épaisseur de paroi, les informations statistiques issues de cette phase de segmentation ont permis de confirmer précisément les valeurs de diamètre moyen, distribution de tailles obtenues par Charière [5]. Une sphéricité en moyenne très proche de 1 a par ailleurs été extraite des mesures, confirmant les images MEB obtenues pour les billes Im30K (**Figure 1**). La tomographie ne révèle aucun taux de casse des microsphères liée à la mise en œuvre.

A partir de ce volume de référence, nous avons procédé à l'extraction de 10 VERs de 128<sup>3</sup> voxels en se basant sur des tirages aléatoires de positionnement en son sein.



**Figure 1** – Visualisation des microsphères im30K par imagerie SEM (Gauche) et au sein de la matrice époxy par tomographie X (en coupes) révélant leur caractère creux (Droite)

## 2.3 Volumes Représentatifs pour les simulations

Un des écueils à notre démarche est inhérent à la technique de simulation numérique utilisée et basé sur une hypothèse de VER périodique (application de FFT). Une étape est donc nécessaire pour rendre périodique les VERs prélevés dans le volume de référence. Nous ne détaillons pas ici la démarche utilisée, faite assez naturellement d'une phase de destruction des objets coupés lors du prélèvement, de reconstitution d'un voisinage du cube initial à partir de 6 clones de lui-même, d'un glissement centripète

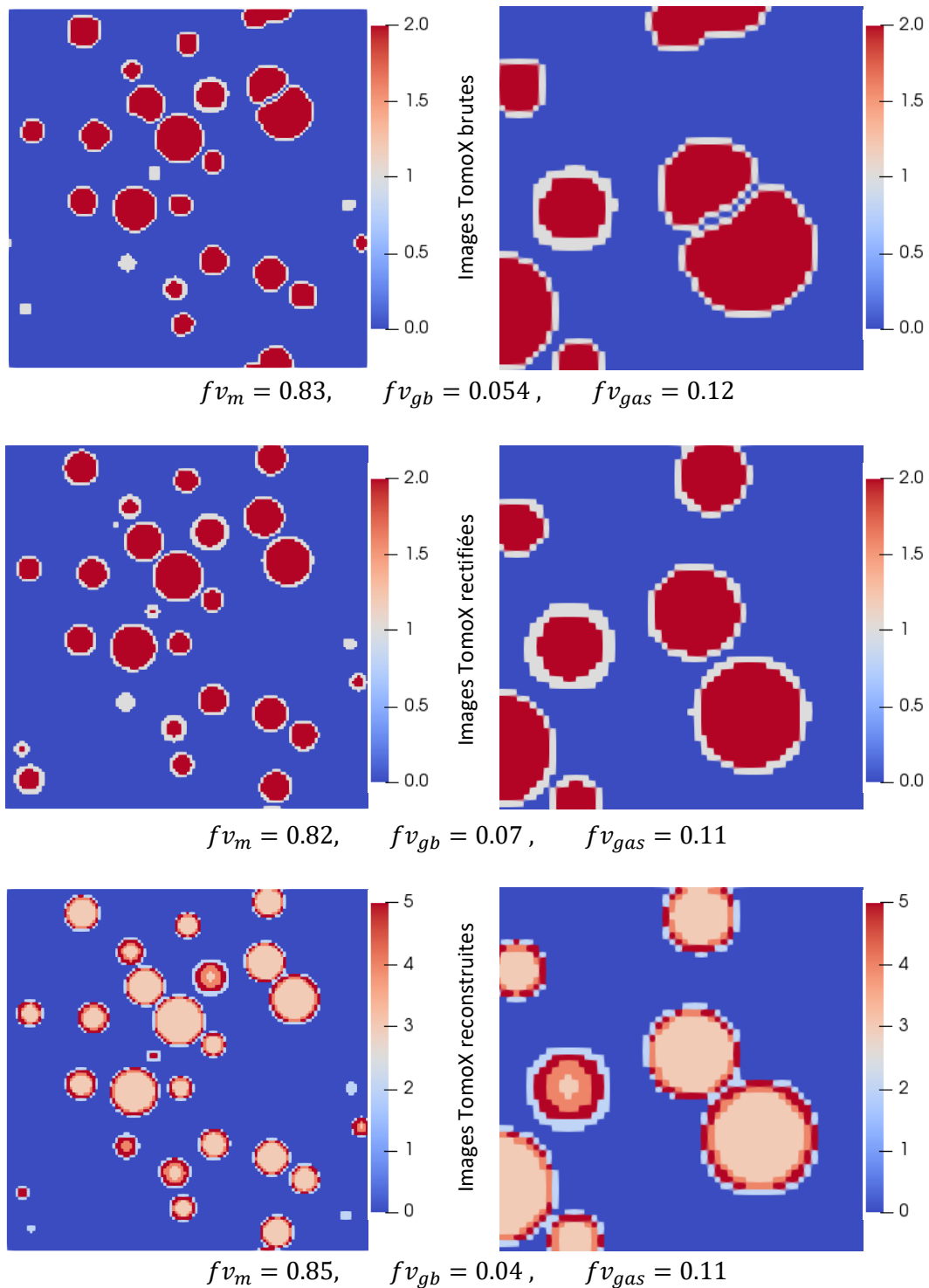
des cubes voisins correspondant à un diamètre moyen (environ 8 voxels) et d'un redécoupage d'un cube de  $128^3$ . L'effet d'altération possible de ce traitement par rapport aux images initiales peut être contrôlé en recalculant la fraction volumique d'objet obtenu. Le second écueil est lié au fait que les images n'établissent à ce stade que la présence de sphères correspondant à la phase gaz des BdVc. Un premier choix a été fait ici consistant à attribuer un voxel périphérique à tous les objets pour matérialiser la coque en verre. Compte-tenu de la résolution au  $\mu\text{m}$ , cela revient à considérer une épaisseur de coque assez largement supérieure à l'épaisseur réelle ( $> 20\%$ ) et uniforme, qui par ailleurs modifie sensiblement la fraction volumique des renforts par rapport à la matrice.

Microstructures raw : Cette phase de traitement des images et conditionnement de 10 VERs conformes aux microstructures modélisables par DMAv fournit des microstructures que nous qualifierons de brutes « raw » par la suite. Un exemple en est donné ligne 1, **Figure 2**. Ces microstructures étant le résultat d'un processus précédemment décrit de traitement des images X et de rajout artificiel d'une coque périphérique de 1 voxel « d'épaisseur » pour reconstituer des microsphères n'offrent pas une consistance parfaite avec les observations pré-traitement et autorisent des sphères « collées ».

Microstructures rec(tified) : Pour palier à cela, les microstructures « raw » sont rectifiées (corrigées) en restituant une sphéricité des objets et en les disjoignant le cas échéant. Pour ce faire un algorithme de type Monte Carlo procède à des déplacements aléatoires des sphères concernées jusqu'à annuler tout volume de chevauchement. Cela fournit un nouveau jeu de microstructures dites rectifiées « rec » telle que présenté Ligne 2, **Figure 2**, qui permettra d'appréhender si cela induit des modifications sensibles de réponse DMA.

Microstructures reb(uilt) : Enfin, connaissant les centres de chacun des objets du VER (les vides), leur diamètre moyen associé, il est possible de reconstruire une topologie idéale (parfaite, c'est-à-dire infiniment résolue) de sphères dotées d'une épaisseur supposée plus conforme avec la réalité (relation empirique obtenue par Charière [5]). Cette microstructure sera ensuite voxélisée en  $128^3$ , ce qui induira des voxels d'interface soit des voxels composites, pouvant être constitué de deux voire trois des phases en présence. Ce type de microstructure reconstruite « reb » est présenté en Ligne 3, **Figure 2**. Le lecteur doit prendre garde qu'il s'agit d'images en coupe, ce qui a pour effet de donner à voir des calottes sphériques expliquant l'apparition de VC pouvant surprendre dans leur hiérarchisation. Ce troisième jeu de microstructures permet de corriger l'artefact d'une épaisseur uniforme associée aux images précédentes mais nécessite de mettre en œuvre au sein du code des lois de comportement spécifiques à ces VC qui utilisent une approximation simple de loi de comportement homogénéisé (géométrie plane, limites de Reuss, Voigt ou laminate) conformément aux travaux menés dans l'équipe de L. Gélébart au CEA [6].

Muni de ces trois jeux de microstructures issues de la situation réelle, les simulations DMAv visent à mettre au clair l'incidence en termes de biais de ces différentes stratégies (imposées par les limites actuelles de l'imagerie) sur les résultats.



**Figure 2** – Images 2D en  $128^3$  voxels de  $1 \mu\text{m}^3$  du composite BdVc (colonne gauche) avec zoom local (colonne droite). Les différentes phases *époxy/verre/gaz* correspondent à des voxels labellisés respectivement par le code couleur 0-bleu, 1-gris, 2-rouge. Ligne 1 : voxélisation brute issue du traitement d'images de tomographie X, Ligne 2 : voxélisation « idéalisée » (à sphéricité parfaite) rectifiée à partir des coordonnées des centres de billes, Ligne 3 : voxélisation composite idéalisée reconstruite avec les labels 0-bleu = *époxy*, 1 = *verre*, 2 = VC *époxy/verre*, 3-rouge = *gaz*, 4 = VC *verre/gaz*, 5 = VC *époxy/verre/gaz*.

### 3 DMA virtuelle sur composites viscoélastiques

Un code FFT de résolution des équations d'équilibre local sur VER périodique a été développé en Python avec une amélioration des temps de calculs basée sur le recours à une GPU et à la bibliothèque CUDA. Dédié à la simulation d'expériences virtuelle de DMA, il permet de calculer pour un vecteur de fréquences données, les réponses réelle et imaginaire des composantes de la matrice de rigidité d'un milieu hétérogène voxélisé comportant des phases viscoélastiques. Le but ici est d'envisager l'application de ce code sur des topologies hétérogènes 3D issues d'imagerie en TomoX. A ce propos, nous essayons de répondre à deux questions principales : peut-on garantir de bons résultats en homogénéisation numérique sur des images réelles, compte-tenu des niveaux de résolution atteints ? Une voxélisation composite, intégrant la possibilité qu'un voxel d'interface puisse être considéré comme composite, permet-elle de circonvier aux conséquences d'une résolution insuffisante ?

Les simulations sont répétées systématiquement sur 10 VER différents (cf Section 2) et les « sorties » du calcul en termes de modules de rigidité pourront ainsi être moyennées. Le tableau suivant donne les propriétés mécaniques retenues pour la phase verre (élastique) et la phase matrice (VE) modélisée par une approche DLR (de type Standard Linear Solid généralisé [7]).

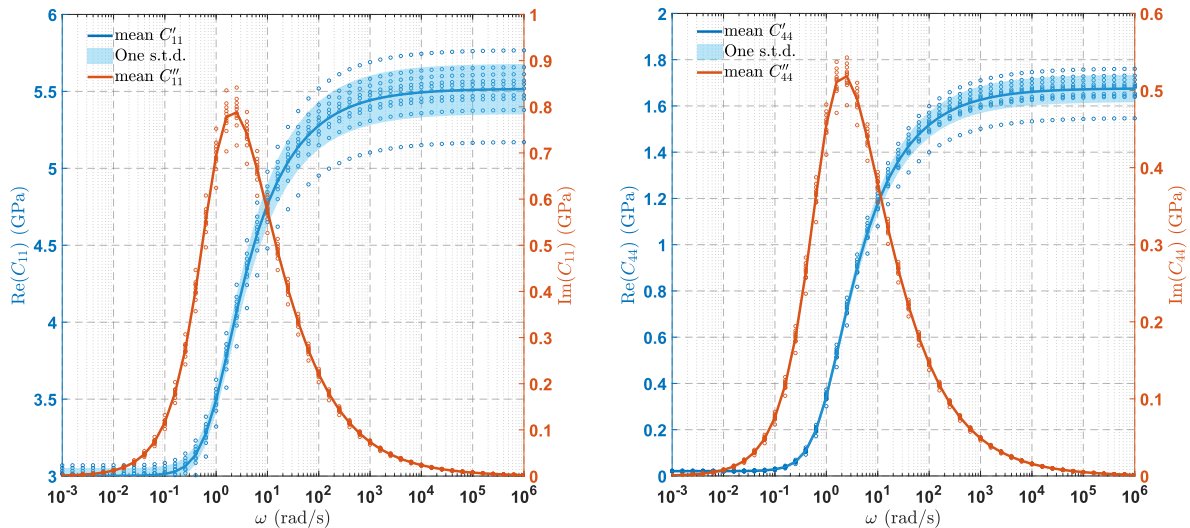
**Table. 1** Propriétés mécaniques (coefficients de compressibilité, cisaillement, Lamé) considérées pour les simulations. Pour le matériau VE, les indices 0 ou g correspondent au module instantané (ou glassy) les indices  $\infty$  ou r au module relaxé (ou rubber).

| Matrice Viscoélastique                    | Renfort Verre                  | Gaz                       |
|---|--------------------------------|---------------------------|
| $K_0 = 2.5 \text{ GPa}$                   | $\lambda = 23.185 \text{ GPa}$ | $\lambda = 0 \text{ GPa}$ |
| $K_\infty = 2.5 \text{ GPa}$              | -                              | -                         |
| $\mu_0 = \mu_g = 1.154 \text{ GPa}$       | $\mu = 29.50 \text{ GPa}$      | $\mu = 0.01 \text{ GPa}$  |
| $\mu_\infty = \mu_r = 0.0116 \text{ GPa}$ | -                              | -                         |
| $\tau_{max} = 1 \text{ s}$                | -                              | -                         |

A titre d'exemple, et dans le cas 'test' où les billes sont considérées comme pleines (cf 3.1), la **Figure 3** montre les simulations obtenues sur les 10 microstructures « raw » pour les modules  $C_{11}$  et  $C_{44} = \mu$ , le module moyenné et pour la partie réelle uniquement la zone correspondant à un(1) écart-type (s.t.d.). Comme on retrouvera systématiquement la même allure pour les deux composantes, nous ne retiendrons par la suite que les résultats obtenus pour le module  $C_{44}$ .

#### 3.1 DMA sur dispersions de billes de verre pleine

Dans un premier temps, nous faisons abstraction du caractère creux des particules de renfort utilisées pour fabriquer le matériau d'étude. Dans les images présentées en **Figure 2**, cela signifie que nous ne considérons ici que deux types de voxel, matrice VE ou verre. Cela nous permettra de comprendre où se situent les sources d'écarts dans les réponses complexes obtenues selon les différents traitements appliqués aux images produites (Section 2) et également de voir comment les réponses du code se situent par rapport (i) à une approche d'homogénéisation type GSC (Generalized Self-Consistent approach) ou (ii) en considérant, à même fraction volumique de phase de renfort, des microstructures idéalement dispersées (structures type CS, CC, CFC etc.).

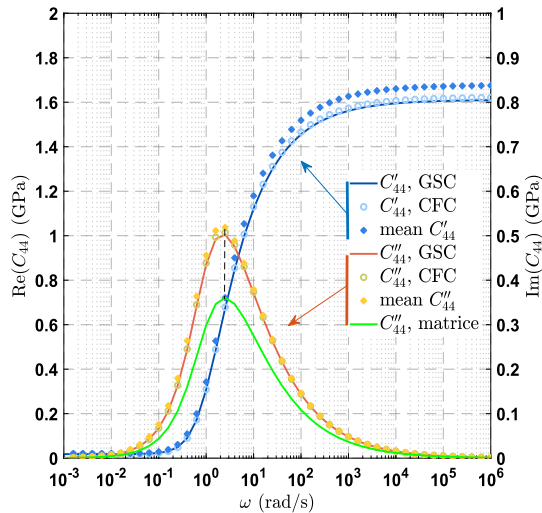


**Figure 3** – Modules réels et imaginaires  $C_{11}$  (gauche) et  $C_{44}$  (droite) obtenus sur les 10 microstructures « raw », les modules moyennés correspondant et un écart type (partie réelle uniquement).

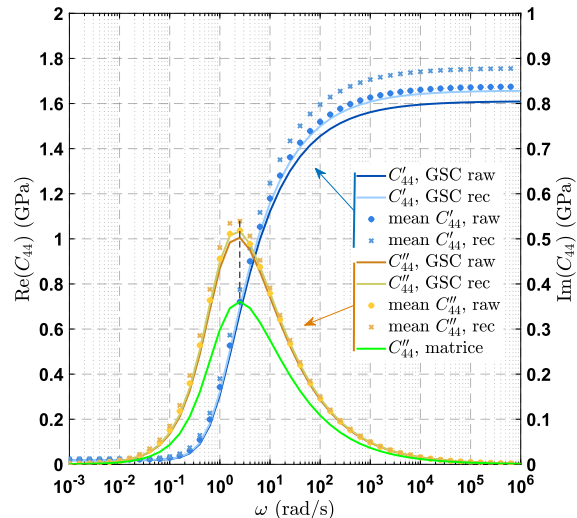
Nous avons confronté les modules effectifs moyennés sur les 10 configurations « raw » aux résultats issus de la simulation DMA $v$ , appliquée à une configuration cubique à faces centrées (CFC) avec une fraction volumique associée égale à la moyenne des fractions volumiques extraites des dix microstructures « raw ». De même, le modèle analytique Milieu Homogène Equivalent (MHE) de type GSC, basé sur les travaux de Christensen et Lo's [8], a également été évalué afin d'assurer une comparaison cohérente entre les approches. Toutes les simulations sont exécutées pour la gamme de pulsations  $\omega = [10^{-3} 10^6] \text{ rad/s}$ .

La **Figure 4.1** montre que si les modules  $C_{44}$  issus d'une DMA $v$  sur microstructure CFC et du modèle de MHE par approche GSC sont très proches, un écart substantiel se manifeste par rapport au module moyen issu des DMA $v$  menées sur les configurations « raw » issues de la tomographie sur notre milieu dispersé. Cette observation peut être expliquée par plusieurs facteurs. Tout d'abord, dans les configurations « raw », la distribution des tailles d'inclusions est hétérogène, tandis que le modèle GSC repose sur l'hypothèse d'inclusions sphériques de taille uniforme. Par ailleurs, le modèle GSC suppose que les inclusions sont parfaitement diluées et sans interactions entre elles, ce qui n'est pas représentatif des configurations « raw », où des chevauchements entre sphères peuvent survenir. En revanche, cette hypothèse est respectée de fait dans une configuration CFC, où les inclusions sont réparties de manière régulière, avec une distance constante entre les sphères. De manière systématique, cet écart est plus important à haute fréquence et pour le module de stockage, c'est-à-dire pour la réponse élastique du composite. Par contre, quel que soit l'approche, le caractère viscoélastique manifesté par l'existence d'un pic sur la partie imaginaire du module se produit pour un même temps de relaxation équivalent égal à  $2.5 \text{ s}$  ( $\omega_{pic} = 2.51 \text{ rad/s}$ ). La **Figure 4.2** présente une comparaison des modules moyens  $C_{44}$  obtenus par DMA $v$  sur les 10 configurations « raw » et « rec » ou calculés par l'approche analytique GSC en respectant les fractions volumiques différentes induites par la rectification des images de tomographie « raw ». A haute fréquence et pour la partie réelle des modules, on observe la manifestation de différences avec des modules associés aux configurations « rec » plus élevés que ceux des configurations « raw ». Cette différence s'explique par une fraction volumique de verre plus importante dans les configurations « rec » ( $fv_{rec} = 18\%$  comparé à  $fv_{raw} = 16\%$ ) et montre une sensibilité forte à la fraction volumique pour ces niveaux-là. Cela signifie que la rectification opérée à partir des images « raw » n'est pas anodine puisqu'elle modifie sensiblement la fraction volumique et ceci a un impact fort sur le comportement équivalent, essentiellement vis-à-vis de l'élasticité. Cette sensibilité est bien

confirmée dans son intensité par l'approche GSC. Les deux types de calculs, tout comme certains travaux expérimentaux [9] montrent que si l'intensité du pic varie avec la fraction volumique en particules renforts, ce paramètre n'affecte pas la position et la largeur du pic dissipatif, représentatifs avant tout des propriétés du matériau matrice.



**Figure 4.1** – Modules réels et imaginaires  $C_{44}$ . Comparaison entre microstructure CFC, approche GSC et moyenne obtenue sur les 10 configurations « raw ».



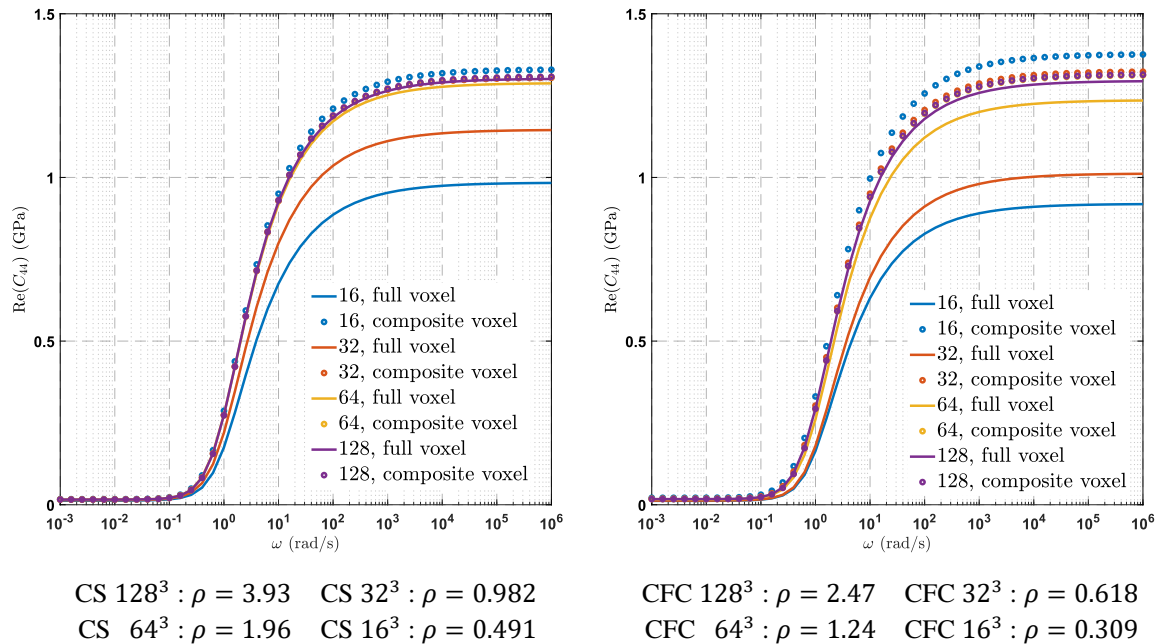
**Figure 4.2** – Modules réels et imaginaires  $C_{44}$ . Comparaison entre les moyennes obtenues sur les 10 configurations « raw » et « rec » ainsi que sur les approches GSC correspondantes (même  $f_v$ ).

### 3.2 DMA sur dispersions de sphères de verre creuses

Nous considérons à présent le cas plus complexe des matériaux réels contenant une dispersion de microsphères creuses. Dans l'étude menée par Charrière et. al. [6] sur ce même type de renforts, la décomposition en voxels est contrôlée par un paramètre de résolution  $\rho$  correspondant au rapport de l'épaisseur de la coque de verre sur la taille de l'arête d'un voxel. Sur la base de cette définition les configurations « raw » et « rec » ont une résolution  $\rho = 1$  (insuffisante donc pour le calcul mécanique sur la phase 'verre'), tandis que les configurations « reb » présentent une résolution variant de 0.5 à 0.7.

En suivant une démarche similaire, nous avons procédé à une étude préliminaire pour valider ou non une décomposition « full voxel » ou « voxel composites » (VC) en effectuant les calculs des modules réel et imaginaire  $C_{44}$  sur des configurations Cubique Simple (CS) et Cubique à Face Centrée (CFC) pour plusieurs résolutions  $\rho$ . La **Figure 5** présente les résultats obtenus pour ces 2 configurations dans lesquelles les fractions volumiques des 3 phases correspondent aux moyennes associées aux 10 configurations « reb ». Les paramètres géométriques moyens obtenus correspondent alors à 1 sphère de rayon extérieur de  $5\mu\text{m}$  avec une épaisseur de  $0.59\mu\text{m}$ .

Les lois d'homogénéisations utilisées pour les voxels composites (voir **Figure 2**) sont les suivantes [4 - 6] : loi *laminare* pour les voxels *époxy/verre* ; loi Voigt pour les voxels *verre/gaz* et loi Voigt pour les voxels triple *époxy/verre/gaz* conformément à une étude préalable d'identification des modèles d'homogénéisation à utiliser dans les calculs VC qui soient les plus précis en fonction des contrastes de module élastique entre les différentes phases.



**Figure 5** – Modules réels  $C_{44}$  calculés pour les configurations CS (à gauche) et CFC (à droite) pour différentes résolutions  $\rho = (\text{épaisseur de verre})/(\text{taille du voxel})$ . Les modules sont calculés pour les 2 types de décomposition en « full voxel » (traits plein) et voxels composites (VC - points).

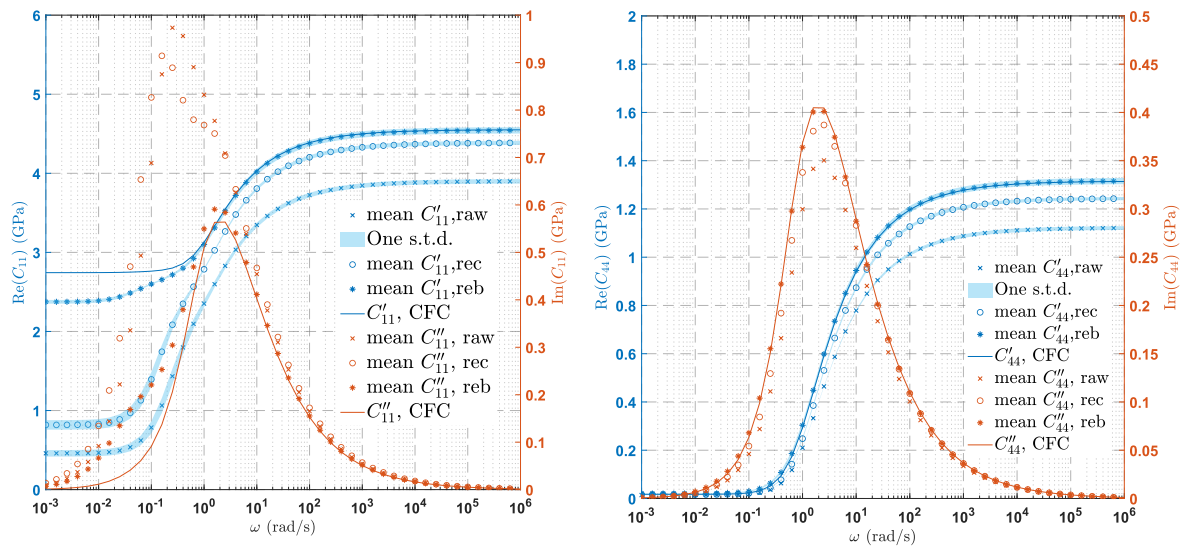
Dans le cas des microstructures CS128<sup>3</sup>, CS64<sup>3</sup>, CS32<sup>3</sup>, CFC128<sup>3</sup> et CFC64<sup>3</sup>, qui présentent des résolutions de 1 à 4 environ, une décomposition de type « full voxel » donnera donc une coque de 1 à 4 voxels d'épaisseur. Les microstructures CS32<sup>3</sup> et CFC64<sup>3</sup> présentent les résolutions les plus proches de 1, soit des microstructures réelles « raw » et « rec ». Les microstructures de résolution inférieure à 1 décrites en « full voxel » ne présentent aucun intérêt car cela signifie que la phase verre correspondant à l'épaisseur de coque ne peut pas donner lieu à un calcul mécanique réaliste.

Pour juger des résultats issus de ces 2 configurations nous prendrons comme référence les modules obtenus pour la microstructure 128<sup>3</sup> décrite en voxels composites (VC).

- Nous pouvons d'ores et déjà observer, d'une manière générale, que les valeurs de  $C_{44}$  s'écartent d'autant plus du résultat de référence que la résolution  $\rho$  diminue.
- Les valeurs du module réel  $C_{44}$  pour les microstructures « full voxels » sont plus faibles qu'attendu lorsque la résolution  $\rho$  diminue. Comparées à la solution de référence, alors que les résultats obtenus pour les microstructures CS128<sup>3</sup>, CS64<sup>3</sup> et CFC128<sup>3</sup> « full voxels » de résolution supérieure à 1.9 présentent un écart relatif d'au maximum 1%, ceux obtenus pour les microstructures de résolutions proches de 1 présentent un écart relatif de 5 à 10%.
- Concernant maintenant les résultats obtenus pour les microstructures décrites en « VC », et présentant une résolution  $\rho \geq 0.618$  ils sont quasiment confondus avec la solution de référence, comme par exemple pour CFC32<sup>3</sup> « VC » de résolution  $\rho = 0.618$  comprise dans l'intervalle [0.5 0.7] obtenu pour les microstructures réelles « reb ». Notons que le cas de la microstructure CS16<sup>3</sup> « VC » de résolution  $\rho = 0.491$  présente un écart relatif de seulement 1%.

Ces observations montrent la sensibilité des valeurs des modules calculés avec DMA<sub>v</sub> à la résolution  $\rho$  retenue pour décrire ici l'interface des microsphères creuses et au type de décomposition retenu pour décrire les microstructures.

Dans la **Figure 6** sont présentés les modules réels et imaginaires  $C_{11}$  et  $C_{44}$  correspondant aux moyennes calculées sur les 10 configurations « raw », « rec » et « reb ». Le résultat obtenu pour la configuration CFC de référence (**Figure 5**) y est également reporté.



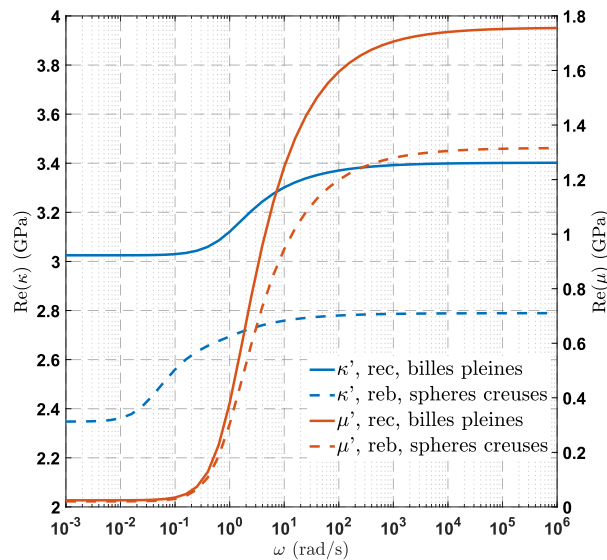
**Figure 6** – Modules réels et imaginaires  $C_{11}$  (gauche) et  $C_{44}$  (droite) des dispersions de sphères creuses : moyennes et écarts types sur les 10 configurations « raw » (symbole x), « rec » (symbole o) et « reb » (symbole \*), et configuration CFC 128<sup>3</sup> ( $\rho = 2.47$  – traits continu).

Sur la base de l'étude préliminaire résumée en **Figure 5**, les résultats obtenus pour les configurations « raw » et « rec » qui présentent une résolution  $\rho = 1$  en « full voxels » ont été invalidés, et cela se manifeste de façon spectaculaire dans les évolutions fréquentielles obtenues par rapport à la configuration CFC qui constitue une forme de variable « proxy » donnant l'évolution attendue. On se concentre donc sur l'analyse des résultats obtenus pour les configurations « reb » VC.

Concernant l'évolution des modules conservatifs  $C'_{11}$  et  $C'_{44}$ , on a une adéquation parfaite de la signature fréquentielle de  $C'_{44}$  entre le milieu dispersé réel et la configuration CFC « proxy ». Il s'agit ici de prendre conscience que ceci est obtenu s'agissant du comportement vis-à-vis du cisaillement ( $C'_{44}=\mu$ ) sur lequel le comportement viscoélastique s'imprime du fait du choix de nos données de simulation (Tableau 1) Des écarts sont observés par contre pour  $C'_{11}$ , uniquement à basse fréquence ( $\omega < 1$ ), et traduisent l'impact de l'hypothèse d'égale compressibilité à toutes les fréquences, selon que l'on considère le milieu réel, à taille d'objets variables, et le milieu « proxy » résumé par une égale fraction volumique des phases en présence. Concernant l'évolution des modules de perte  $C''_{11}$  et  $C''_{44}$ , les mêmes observations peuvent être répétées.

En conclusion, nous montrons qu'en situation de résolution insuffisante de la tomographie X, la reconstruction de l'image du milieu dispersé (configuration rebuilt) à partir des informations de localisation et de taille des particules, ainsi que d'épaisseur de paroi d'interface, doit être privilégiée. Combinée à une approche de simulation en DMA<sub>v</sub>, il est alors nécessaire que cette image soit décrite par des voxels composites munis d'une loi de MHE adaptée. L'outil de simulation permettrait aisément maintenant d'investiguer les facteurs déterminants influant sur ce résultat, en particulier par exemple, l'impact des corrélations de distances entre particules voisines déterminant l'éloignement de la variable « proxy » de la microstructure CFC et le rôle du contraste entre propriétés mécaniques à l'état *glassy* ou *relaxed*.

Pour finir, les résultats obtenus pour les distributions de billes de verre pleines et les distributions de sphères de verre creuses sont comparées sur la **Figure 7**. Ce sont les modules réels de compressibilité  $\kappa'$  et de cisaillement  $\mu'$  qui y sont reportés (évolution moyenne des 10 configurations « reb »).



**Figure 7** – Modules réels de compressibilité  $\kappa = C_{11} - \frac{4}{3}C_{44}$  et de cisaillement  $\mu = C_{44}$  des dispersions : billes de verres pleines (traits continus), et sphères creuses (traits discontinus).

L'utilisation de sphères creuses à la place de billes pleines en tant que renforts dans une matrice polymère présente l'avantage de baisser la masse volumique du matériau composite (d'environ 16% en considérant une résine matrice époxy et une fraction volumique de 17%). C'est un objectif généralement recherché par les industriels utilisateurs du produit. Sur la base des modules calculés par DMA $\nu$ , il est donc possible d'envisager l'évolution qui en résulte sur les propriétés mécaniques. Ici en sondant directement une gamme fréquentielle, le caractère viscoélastique peut être pris en compte et permettre de mettre en regard le gain en masse volumique avec les performances VE : réaction basse et haute fréquence, effets dissipatifs. En **Figure 7** on observe une baisse du module de cisaillement haute fréquence (de l'ordre de 26%) et du module de compressibilité de respectivement 22% et 17%.

## 4 Conclusion

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à la question de l'homogénéisation numérique de milieux composites réels, à renforts particuliers, sous l'angle de leur réponse fréquentielle en VE linéaire (DMA). A cet égard, et en se basant sur les microstructures dispersées telles que produites par imagerie en tomographie X, nous avons essayé d'identifier ce qui constituerait la meilleure stratégie, étant donné les limites techniques actuelles pour accéder à des résolutions submicroniques. Elle nous a permis de montrer qu'une approche de discrétisation des images en Voxels Composites constitue un atout que nous jugeons indispensable.

## References

- [1] H. Moulinec et P. Suquet, « A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure », *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 157, n° 1, p. 69-94, avr. 1998, doi: 10.1016/S0045-7825(97)00218-1.
- [2] S. André, J. Boisse, et C. Noûs, « An FFT solver used for virtual Dynamic Mechanical Analysis experiments: Application to a glassy/amorphous system and to a particulate composite », 2021.
- [3] « Python FFT homogenization routine for linear viscoelasticity – Mechanics of Polymers ». Consulté le: 13 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.diani-research.com/data-sharing/python-fft-homogenization-routine-for-linear-viscoelasticity/>
- [4] M. Kabel, D. Merkert, et M. Schneider, « Use of composite voxels in FFT-based homogenization », *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 294, p. 168-188, sept. 2015, doi: 10.1016/j.cma.2015.06.003.
- [5] R. Chariere, « Développement de nouveaux matériaux polymères composites allégés à base de micro-sphères creuses modifiées ». Thèse de doctorat, Université de Lyon, 2021.
- [6] R. Charière, A. Marano, et L. Gélébart, « Use of composite voxels in FFT based elastic simulations of hollow glass microspheres/polypropylene composites », *International Journal of Solids and Structures*, vol. 182-183, p. 1-14, janv. 2020, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2019.08.002.
- [7] A. Blaise, S. André, P. Delobelle, Y. Meshaka, et C. Cunat, « Advantages of a 3-parameter reduced constitutive model for the measurement of polymers elastic modulus using tensile tests », *Mech Time-Depend Mater*, vol. 20, n° 4, p. 553-577, nov. 2016, doi: 10.1007/s11043-016-9312-1.
- [8] R. M. Christensen, « Effective properties for single size, rigid spherical inclusions in an elastic matrix », *Composites Part B: Engineering*, vol. 35, n° 6-8, p. 475-482, sept. 2004, doi: 10.1016/j.compositesb.2004.04.008.
- [9] A. Agbossou, A. Bergeret, K. Benzarti, et N. Alberola, « Modelling of the viscoelastic behaviour of amorphous thermoplastic/glass beads composites based on the evaluation of the complex Poisson's ratio of the polymer matrix », *Journal of Materials Science*, vol. 28, n° 7, p. 1963-1972, 1993, doi: 10.1007/BF00595770.