HAL
open science

Description multi-échelles du comportement mécanique d'un matériau cellulaire composite sous sollicitations sévères. -Application aux agglomérés de liège pour l'aéronautique -

Louise Le Barbenchon

To cite this version:

Louise Le Barbenchon. Description multi-échelles du comportement mécanique d'un matériau cellulaire composite sous sollicitations sévères. -Application aux agglomérés de liège pour l'aéronautique -. Sciences de l'ingénieur [physics]. HESAM Université, 2020. Français. NNT : . tel-03226101

HAL Id: tel-03226101

https://hal.science/tel-03226101v1

Submitted on 14 May 2021

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.

HESAM UNIVERSITÉ

Arts et Métiers Sciences et Technologies

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES DES MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR

I2M – Campus de Bordeaux

THÈSE

présentée par : **Louise LE BARBENCHON**

Ingénieure INP-ENSIACET spécialité Matériaux

soutenue le : **18 novembre 2020**

pour obtenir le grade de : **Docteur d'HESAM Université**

préparée à : **École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

Spécialité : **Mécanique du Solide et Matériaux**

Description multi-échelles du comportement mécanique d'un matériau cellulaire composite sous sollicitations sévères - Application aux agglomérés de liège pour l'aéronautique -

THÈSE dirigée par :
M. VIOT Philippe

et co-dirigée par :
M. KOPP Jean-Benoît & M. GIRARDOT Jérémie

Jury

Mme Sabine CANTOURNET, Directrice de Recherche, Centre des Matériaux, MINES ParisTech	Présidente
M. Vincent GROLLEAU, Professeur des Universités, IRDL, Université Bretagne Sud	Rapporteur
M. Éric MAIRE, Directeur de Recherche CNRS, MATEIS, INSA Lyon	Rapporteur
M. Philippe VIOT, Professeur des Universités, I2M, Arts et Métiers Sciences et Technologies	Examinateur
M. Jean-Benoît KOPP, Maître de conférences, I2M, Arts et Métiers Sciences et Technologies	Examinateur
M. Jérémie GIRARDOT, Chercheur, I2M, Arts et Métiers Sciences et Technologies	Examinateur
Mme Agnès De MONTBRUN, Dirigeante de société, Lièges HPK	Invitée
M. Romain QUINTON, Ingénieur, SAFRAN POWER UNIT	Invité

T H È S E

Women belong in all places decisions are being made.

— Ruth Bader Ginsburg

À mes grands-mères,

Table des matières

Introduction générale **1**

Contexte industriel et scientifique **3**
Contexte industriel . . . 3
Domaines d'utilisation . . . 4
De nouvelles contraintes . . . 4
Projet LIAMA . . . 5
Présentation des matériaux d'étude . . . 5
Contexte scientifique . . . 8
Une description toujours plus fine . . . 8
Des sollicitations sévères . . . 8

1 Relation structure/propriétés dans les matériaux cellulaires **9**
1.1 Structure des matériaux cellulaires . . . 10
1.1.1 Des matériaux très peu denses . . . 10
1.1.2 Échelles d'observation dans un matériau cellulaire . . . 11
1.1.2.1 Des organisations à différentes échelles : Cas des agglomérés de mousse . . . 11
1.1.2.2 Une structure spécifique du centimètre au nanomètre 12
1.1.3 Description à l'échelle nano . . . 12
1.1.4 Description à l'échelle micro . . . 13
1.1.4.1 Méthodes de caractérisation . . . 13
1.1.4.2 Classe géométrique . . . 14
1.1.4.3 Connectivité des mousses . . . 15
1.1.4.4 Taille et géométrie des cellules . . . 16
1.1.4.5 Cas particulier des mousses agglomérées multi-échelles . . . 17
1.1.5 Description à l'échelle mésoscopique . . . 17
1.2 Comportement mécanique des matériaux cellulaires . . . 20
1.2.1 Un comportement mécanique à plusieurs échelles . . . 20
1.2.2 Description du comportement mécanique en compression . . . 21
1.2.2.1 Paramètres matériaux macroscopiques . . . 21
1.2.2.2 Pertinence de ces paramètres . . . 22
1.2.2.3 Absorption d'énergie en compression . . . 23
1.2.2.4 Mécanismes des trois principaux régimes . . . 23
1.2.2.5 Comportement mécanique sous sollicitation cyclique . . . 30
1.2.3 Cas spécifiques des matériaux cellulaires multi-échelles . . . 33
1.2.3.1 Influence de la mésostructure . . . 33

1.2.3.2 Influence de la microstructure 34
1.2.4 Mécanismes de fissuration dans les matériaux cellulaires 35
1.3 Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des matériaux cellulaires 38
1.3.1 Dépendance du comportement mécanique macroscopique 38
1.3.1.1 Différents régimes de vitesses de déformation 38
1.3.1.2 Influence de la vitesse sur la réponse macroscopique 39
1.3.1.3 Influence de la densité sur la dépendance à la vitesse de déformation 40
1.3.1.4 Influence de la microstructure sur la dépendance à la vitesse de déformation 40
1.3.1.5 Conclusions sur l'observation de la dépendance du comportement macroscopique à la vitesse de déformation 41
1.3.2 Origine de la dépendance du comportement mécanique des matériaux cellulaires classiques à la vitesse de déformation 41
1.3.2.1 Dépendance du matériau constitutif des parois 41
1.3.2.2 Compression et écoulement du fluide 42
1.3.2.3 Dépendance de la structure 42
1.3.2.4 Interdépendance 45
1.3.3 Cas spécifique des matériaux cellulaires multi-échelles 46
1.4 Application industrielle : d'un matériau naturel cellulaire à un composite multi-échelles 48
1.4.1 Le liège : un matériau naturellement cellulaire 48
1.4.1.1 Microstructure du liège 48
1.4.1.2 Composition chimique du liège 50
1.4.1.3 Comportement mécanique du liège naturel 51
1.4.1.4 Influence de l'environnement 53
1.4.2 Un composite à base de liège : le liège aggloméré 54
1.4.2.1 Le liège aggloméré : un matériau cellulaire multi-échelles 55
1.4.2.2 Le liège aggloméré : un matériau modulable 55
1.4.2.3 Influence de la vitesse de déformation 57
1.4.2.4 Influence de l'environnement 57
1.4.2.5 Influence du type de sollicitation 60
1.5 Conclusion de l'état de l'art 61
1.6 Objectifs de l'étude et verrous 62

2 Caractérisation structurale multi-échelles des agglomérés de liège 63
2.1 Méthodes expérimentales pour la caractérisation structurale 64
2.1.1 Informations morphologiques 2D 65
2.1.1.1 Observation par microscopie optique et analyse d'image 2D . . . 65
2.1.1.2 Observation par microscopie électronique à balayage 66
2.1.2 Informations morphologiques 3D 67
2.1.2.1 Principe de la tomographie à rayons X 68
2.1.2.2 Dimensionnement des éprouvettes et acquisition des données . . 69
2.1.2.3 Méthodes de traitement d'images 3D 70
2.1.2.4 Analyse des données 3D et reconstruction 72
2.1.2.5 Discussion sur la sensibilité des résultats à la méthode proposée . 74
2.2 Description de la structure multi-échelle à l'échelle micro 76

2.2.1 Ordres de grandeur à l'échelle des cellules 76
2.2.2 Morphologie des cellules de liège 77
2.2.3 Épaisseur des parois 77
2.3 Description de la structure du liège aggloméré à l'échelle mésoscopique 80
2.3.1 Ordres de grandeur 80
2.3.2 Anisotropie transverse de la géométrie des grains 81
2.3.3 Anisotropie transverse de l'orientation des grains 83
2.3.4 Porosités intergranulaires 84
2.4 Relation entre échelles d'observation 86
2.4.1 Des échelles relativement séparables 86
2.4.2 Interfaces inter-granulaires 87
2.5 Influence de l'ajout de fibres courtes sur la structure 91
2.5.1 Modification des interphases 91
2.5.2 Placement et orientation particuliers des fibres 92
2.6 Conclusions sur la structure multi-échelles des agglomérés de liège 94

3 Comportement mécanique en régime quasi-statique d'un liège aggloméré haute densité 97
3.1 Moyens expérimentaux 98
3.1.1 Essais de compression uni-axiale sur de larges plages de déformation . . . 98
3.1.1.1 Essais de compression monotones en régime quasi-statique 99
3.1.1.2 Calcul des paramètres matériaux 100
3.1.1.3 Essais de compression cycliques en régime quasi-statique 101
3.1.1.4 Post-traitement des essais de compression cycliques 103
3.1.2 Essais de compression in-situ sous MEB 103
3.1.3 Étude du comportement à rupture en mode I 104
3.1.3.1 Éprouvettes Compact Tension (CT) 104
3.1.3.2 Éprouvettes en bande (SBS) 105
3.1.3.3 Post-traitement des données brutes des essais de rupture 107
3.1.4 Étude des champs de déformation 107
3.1.4.1 Observation de la localisation des déformations 108
3.2 Compression hors-plan d'agglomérés de liège non fibrés 110
3.2.1 Compression monotone 110
3.2.2 Compression cyclique 111
3.2.3 Hétérogénéité des champs de déformation 114
3.2.3.1 Hétérogénéités macroscopiques de surface 114
3.2.3.2 Hétérogénéités mésoscopiques et microscopiques de surface . . . 115
3.3 Orthotropie du comportement mécanique du liège aggloméré 122
3.3.1 Compression monotone 122
3.3.2 Premiers liens avec la structure multi-échelles 122
3.3.3 Comportement mécanique sous chargement cyclique 124
3.3.4 Influence de la méso-structure 125
3.3.4.1 Analyse des champs de déformation 125
3.3.4.2 Compression uni-axiale : un chargement complexe à l'échelle méso 127
3.3.5 Traction à rupture 129
3.3.5.1 Isotropie dans le comportement macroscopique en traction à rupture 129

3.3.5.2 Influence de la structure multi-échelles sur les mécanismes de rupture . . . 129
3.3.5.3 Du matériau cellulaire au composite . . . 134
3.4 Ajout de fibres courtes à un aggloméré de liège : rôle d'un renfort ? . . . 136
3.4.1 Influence de l'ajout de fibres courtes sur le comportement en compression du liège aggloméré . . . 136
3.4.1.1 Compression monotone . . . 136
3.4.1.2 Modification des paramètres matériaux due à la présence des fibres 136
3.4.1.3 Influence de l'orientation des fibres sur le comportement mécanique en compression . . . 138
3.4.2 Compression cyclique . . . 139
3.4.3 Hétérogénéité des champs de déformation locaux . . . 140
3.4.4 Traction à rupture . . . 141
3.4.4.1 Influence des fibres sur le comportement macroscopique avant rupture . . . 141
3.4.4.2 Influence des fibres sur la propagation de la fissuration . . . 143
3.4.4.3 Influence des fibres sur les mécanismes de rupture . . . 143
3.4.4.4 Influence de l'orientation des fibres sur le comportement à rupture 145
3.5 Conclusions sur le comportement mécanique d'un aggloméré de liège haute densité 151

4 Comportement mécanique d'un liège aggloméré composite sous sollicitations sévères 153
4.1 Moyens expérimentaux sous sollicitations sévères . . . 154
4.1.1 Déformations infinitésimales . . . 154
4.1.1.1 Principe de la DMA . . . 154
4.1.1.2 Dispositif expérimental pour la DMA . . . 156
4.1.2 Essais en régime quasi-statique en température . . . 156
4.1.3 Essais à différents régimes de sollicitation . . . 157
4.1.3.1 Régime quasi-statique . . . 158
4.1.3.2 Régime dynamique intermédiaire . . . 158
4.1.4 Essais en régime dynamique intermédiaire en température . . . 160
4.1.4.1 Conception d'un système de mise en température sur la roue inertielle . . . 160
4.1.5 Observations des mécanismes de déformation sous sollicitations sévères . . 161
4.1.5.1 Observations en régime quasi-statique . . . 161
4.1.5.2 Observations en régime dynamique . . . 161
4.1.5.3 Corrélation d'images numériques . . . 162
4.2 Comportement visco-élastique des matériaux constitutifs . . . 163
4.2.1 Dépendance du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs à la température . . . 163
4.2.1.1 Comportement visco-élastique du liège aggloméré à différentes températures . . . 163
4.2.1.2 Influence de la résine sur le comportement visco-élastique du liège aggloméré . . . 165
4.2.1.3 Influence des fibres sur la rigidité . . . 166
4.2.1.4 Influence de l'orientation des fibres sur le caractère élastique . . 167
4.2.1.5 Influence de la présence de fibres sur le caractère visqueux . . . 167

4.2.2 Dépendance du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs à la fréquence . . . 168
4.2.3 Obtention des courbes maîtresses des agglomérés de liège . . . 169
4.2.3.1 Principe de l'équivalence temps/température . . . 169
4.2.3.2 Équivalence temps/température pour les agglomérés de liège . . 171
4.3 Influence découplée de la température et de la vitesse . . . 176
4.3.1 Influence de la température en régime quasi-statique . . . 176
4.3.1.1 Compression monotone . . . 176
4.3.1.2 Évolution des paramètres matériaux avec la température . . . 178
4.3.1.3 Compression cyclique . . . 180
4.3.1.4 Hétérogénéités des déformations . . . 181
4.3.2 Influence de la vitesse de déformation à température ambiante . . . 183
4.3.2.1 Compression monotone . . . 183
4.3.2.2 Évolution des paramètres matériaux macroscopiques en fonction de la vitesse de déformation . . . 187
4.3.2.3 Hétérogénéités des champs de déformation . . . 190
4.3.3 Discussion sur l'influence découplée de la température et de la vitesse de déformation . . . 192
4.3.3.1 Origine de la dépendance à la température dans les agglomérés de liège . . . 192
4.3.3.2 Origine de la dépendance à la vitesse de déformation dans les agglomérés de liège . . . 195
4.4 Analyse de l'influence couplée de la température et de la vitesse de déformation . 197
4.4.1 Choix des essais . . . 197
4.4.2 Comportement mécanique en régime dynamique à chaud . . . 197
4.4.3 Comportement mécanique en régime dynamique à froid . . . 199
4.4.3.1 Compression monotone . . . 200
4.4.3.2 Modification des mécanismes de déformation . . . 201
4.4.4 Équivalence temps/température à déformations finies . . . 204
4.5 Conclusions sur l'influence des conditions sévères . . . 211

Conclusion **213**

Perspectives **217**
Étude du comportement mécanique en 3D . . . 217
La fabrication additive comme support à la création de matériaux modèles . . . 217
Modélisation du comportement mécanique par une approche numérique . . . 218
Moyens existants . . . 218
Principe de la modélisation proposée . . . 219

A Variabilité dans les agglomérés de liège **221**
A.1 Étude préliminaire des agglomérés de liège . . . 221
A.1.1 Usinage des blocs de liège . . . 221
A.1.2 Hétérogénéité de la densité au sein d'un bloc de liège aggloméré . . . 221
A.2 Du matériau naturel au composite . . . 226
A.3 Répétabilité du comportement mécanique en régime quasi-statique . . . 226
A.4 Répétabilité du comportement mécanique en régime dynamique . . . 228

A.5 Répétabilité du comportement mécanique en régime dynamique à différentes températures . . . 229

B Tomographie à l'échelle micro : comparaison des techniques d'acquisition 231
B.1 Les différentes techniques d'acquisition . . . 231
B.2 Résultats des acquisitions . . . 231
B.2.1 Corrugations des cellules de liège . . . 233

C Signaux et champs de déplacement 235
C.1 Acquisition des images . . . 235
C.1.1 Essais de compression . . . 235
C.1.2 Essais de rupture . . . 238
C.2 Principe de la corrélation d'images . . . 239
C.3 Comparaison signal de déplacement . . . 241
C.4 Champs de déplacement obtenus par corrélation d'images . . . 242
C.4.1 Essais de compression . . . 242
C.4.2 Essais de rupture . . . 244

D Comportement mécanique sous sollicitations cycliques 249
D.1 Influence de la direction de sollicitation . . . 249
D.2 Influence de la présence de fibres courtes . . . 250

E Plan d'expériences Doehlert // Méthodologie 253

F Dispositif d'essai de compression en régime dynamique en température 257
F.1 Boîte isolante . . . 257
F.2 Boîte de mélange . . . 257
F.3 Système Arduino . . . 258

G Comportement mécanique sous sollicitations sévères 259
G.1 Influence de la vitesse de sollicitation . . . 259
G.1.1 Déformations infinitésimales . . . 259
G.2 Déformations finies . . . 263

Bibliographie 265

Liste des figures 281

Liste des tableaux 295

Remerciements

Les travaux présentés dans ce manuscrit de thèse ont été réalisés au sein du laboratoire I2M de Bordeaux, au centre des Arts et Métiers de Talence. Mes premiers remerciements sont adressés à ces structures qui m'ont permis de réaliser cette formation.

Je remercie vivement Éric MAIRE et Vincent GROLLEAU pour leur examen minutieux du manuscrit de thèse ainsi que les discussions riches et intéressantes qui ont suivi ma présentation. Mes remerciements vont également à Sabine CANTOURNET pour avoir examiné ce travail et présidé le jury.

Je remercie de plus Agnès DE MONTBRUN, Olivier PAULY et Michel DESCOMPS pour leur support et le partage de leurs connaissances sur les composites à base de liège, ainsi que tous les employés de Lièges HPK que j'ai pu croiser durant mes courts séjours à Lavardac. Bien que ces travaux soient pour le moment très académiques, j'espère qu'ils permettront à terme à Lièges HPK d'entrevoir de nouvelles applications pour ce matériau si particulier qu'est le liège.

Au sein du projet, je remercie également Romain QUINTON de Safran Power Unit qui a su amener une dimension applicative à la problématique et a toujours cherché à replacer mes travaux dans cette perspective.

Durant mes trois années de thèse, j'ai été soutenue et épaulée par mes encadrants. Je remercie Philippe VIOT pour m'avoir laissé beaucoup de libertés et ainsi m'avoir permis de développer mon esprit de chercheur, tout en me rappelant régulièrement qu'une thèse n'est pas une œuvre et que j'aurais tout le temps de répondre à mes multiples interrogations dans la suite de ma carrière. Cette dernière phrase manque sans doute de points, mais il fallait bien en garder des comme ça dans le manuscrit final. Je remercie également Jean-Benoît KOPP, une fois, pour toutes ses questions et remarques avisées sur mon travail qui n'ont fait que l'enrichir, d'essais de rupture par exemple ... Mes remerciements vont également à Jérémie GIRARDOT pour nos discussions qui m'ont donné envie d'aller toujours plus loin dans mes questionnements et pour sa capacité à remettre en question beaucoup de choses, pas si triviales que ça.

Un grand merci à tout le reste du laboratoire I2M ! D'abord au sein même du département DuMAS où j'ai pu côtoyer chaque jour des personnes formidables (-ment patientes devant *Radio Le Barbenchon*). Les docteurs Simon DOUSSET, Lucien CADIEU, Bastien VAYSSETTE, Ilan RAPHAEL, Sarah BENART, Alexandre MESSAGER et les prochainement docteurs Kévin MARCHAIS, Camille ROUSSEAU, Marie PIROTAIS. N'oubliez pas la pause réglementaire de 16h !

L'aide précieuse de Jonathan MERZEAU et Valentin HONNO sur la réparation de la roue inertielle et le montage en température m'a permis de mettre au point des essais qui ont encore plus tout fait exploser pour mon plus grand plaisir.

De plus, les différents départements de l'I2M ont été d'une grande aide et m'ont toujours

tendu la main quelques aient été mes questionnements. Un grand merci à l'équipe technique (usinage, microscopie, informatique, plateforme, administration) du laboratoire et de AM Valor qui a permis le bon déroulement de ces travaux. Sans le soutien scientifique du GCE avec Stéphane MOREL et Bernard SOLBÈS et le travail d'Olivier LAGARDÈRE, mes blocs de liège aggloméré n'auraient sans doute pas aussi facilement été transformés en éprouvettes de 20 mm. Je remercie également Virginie BUSIGNIES de MPI d'avoir pris le temps de tenter de mesurer les porosités du liège par BET, j'aurais aimé aller plus loin sur cette technique de mesure.

J'ai également eu la chance d'enseigner pendant ces trois années de thèse. Alors merci à Sandra GUÉRARD de m'avoir donné cette opportunité (et d'avoir suivi ma soutenance des USA) et merci à Amine BEN-ABDELWAHED d'avoir repris son flambeau en MMC.

Je remercie également tous ceux qui ont suivi de près ou de (très) loin ma soutenance de thèse : Enora, Kéti, Marie, il est loin le temps d'Échange et des boubines en Syrie ! Mes amis du lycée, Rozenn, Loïs et Claire. Le cercle des chaussettes disparues, Alix, Chloé, Diana. Le gang des bichettes : Marine, Pauline, Enora, Juliette et Yann. Mes colocs : Louise et Céline, toujours là pour rigoler et décompresser le soir sur du Johnny !

Merci à Damien, notamment pour son soutien pendant cette dernière semaine avant la soutenance. Les répétitions du dimanche matin n'auront pas été de trop !

Mes derniers remerciements vont à ma famille pour leur soutien perpétuel, malgré mes lacunes en terme de tables de multiplication. Comme quoi on donne vraiment des thèses à n'importe qui de nos jours.

Finalement, un grand merci à ma grande sœur.

Introduction générale

Les matériaux cellulaires sont des matériaux présents dans un grand nombres d'applications industrielles et de la vie de tous les jours. Grâce à leur structure à l'échelle microscopique, ils sont entre autre capables de convertir d'importantes quantités d'énergie cinétique afin de réduire la violence d'un choc.

Le comportement mécanique de ces matériaux a ainsi été décrit et mis en relation avec leur structure microscopique, principalement en compression [Gibson et Ashby, 1997; Mills, 2007b]. Cependant l'origine de l'influence de conditions expérimentales telles que la température ou la vitesse de sollicitation n'est pas encore aujourd'hui tout à fait comprise. Étant donnés les domaines d'application de ces matériaux - défense, protection passive -, une meilleure description de ces dépendances pourrait permettre la mise au point de matériaux cellulaires plus performants.

Ce travail s'appuie sur l'étude d'un matériau cellulaire composite bio-sourcé ayant une structure multi-échelles : le liège aggloméré. Après un **contexte** à la fois industriel et scientifique, un **état de l'art sur la relation structure/propriétés mécaniques** dans les matériaux cellulaires (chapitre 1) met en évidence les verrous scientifiques à lever pour permettre une meilleure description du comportement mécanique de ce matériau cellulaire sous sollicitations sévères.

Le point majeur de ce travail est d'optimiser l'utilisation de ces matériaux par une meilleure connaissance de l'origine de la dépendance de leur comportement mécanique à des sollicitations sévères (vitesse de déformation, température). Pour cela, il est nécessaire d'identifier le rôle d'une structure multi-échelles sur leurs propriétés mécaniques. Ces objectifs sont atteints par une **approche expérimentale** en trois étapes.

Une caractérisation de la structure multi-échelles des agglomérés de liège est d'abord réalisée (chapitre 2). Des observations, réalisées à différentes échelles, décrivent qualitativement et quantitativement en 2D et en 3D la structure multi-échelles des agglomérés de liège.

Une étude à plusieurs échelles du comportement mécanique en régime quasi-statique permet ensuite de décrire la relation structure/propriétés mécaniques dans les agglomérés de liège (chapitre 3). Des essais de compression et de traction à rupture associés à des observations locales mettent en évidence le rôle de la mésostructure des agglomérés, en plus de celle de la microstructure, sur les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture.

Finalement, **l'influence de conditions sévères sur le comportement mécanique** des agglomérés de liège est étudiée (chapitre 4). Le comportement visco-élastique à différentes températures et fréquences des matériaux constitutifs du liège aggloméré est d'abord décrit grâce à des essais vibratoires. Ensuite, pour caractériser ces matériaux sur de grands déplacements,

des essais de compression à différentes températures ou différentes vitesses de déformations sont réalisés. Les résultats de ces essais sont mis en regard du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs et l'origine de la dépendance du comportement mécanique des agglomérés à la température et à la vitesse de déformation est discutée. Un montage spécifiquement conçu pour ces travaux permet de réaliser des essais de compression en régime dynamique (70 à 250 s^{-1}) à différentes températures (de 20 à 73°C). Ces essais nourrissent la discussion sur l'origine de l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des matériaux cellulaires polymériques.

Contexte

Contexte industriel

Les enjeux industriels et économiques dans le domaine des matériaux ne cessent d'évoluer depuis plus de 50 000 ans et avec eux l'usage de ceux-ci [Fleck *et al.*, 2010]. À la pré-histoire, les principaux matériaux utilisés étaient ceux présents dans la nature : de l'or pour les métaux, de l'os et des coquillages pour la céramique et du bois dans la catégorie matériaux naturels (fig. 1).

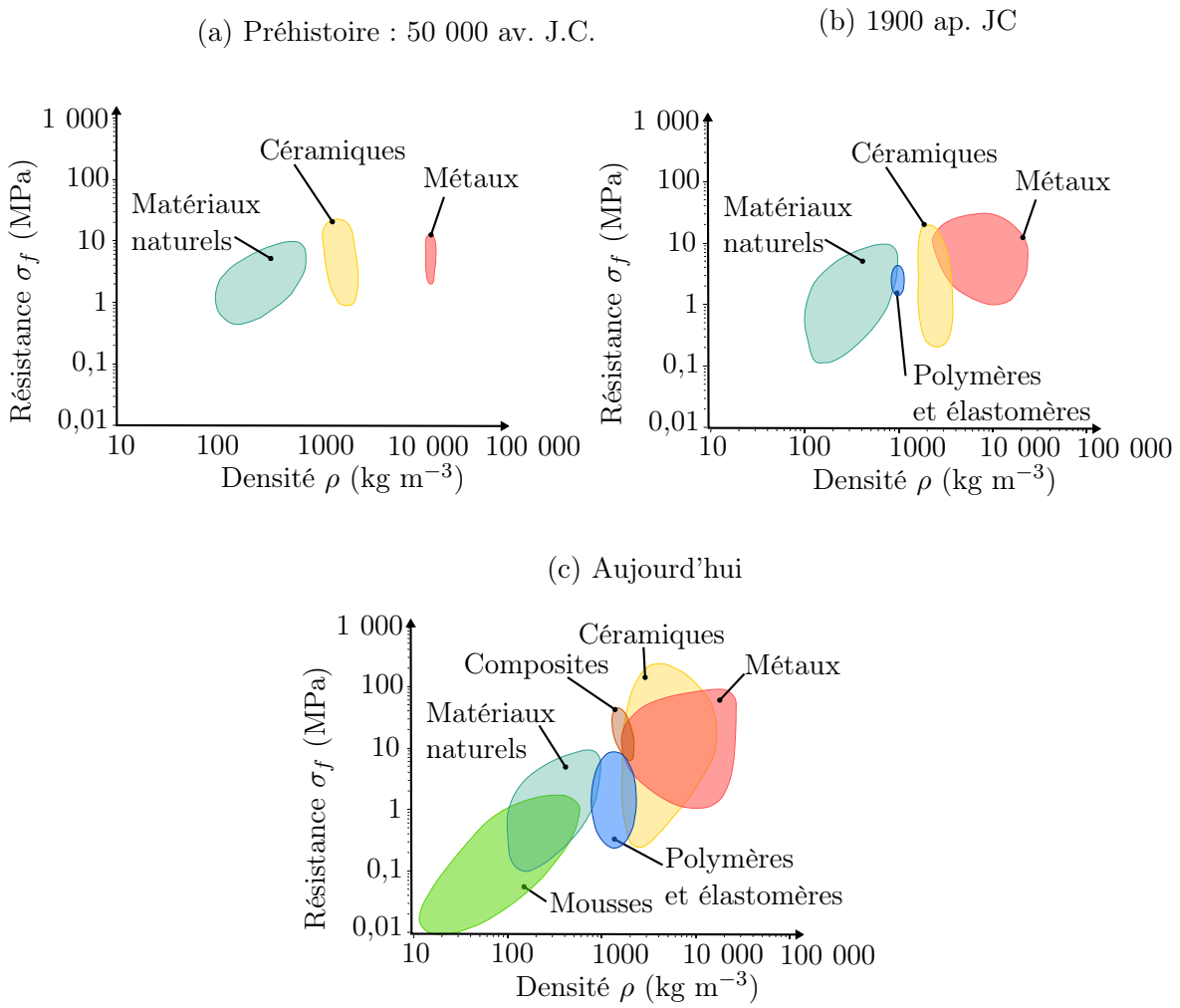


Figure 1 – Remplissage progressif de l'espace des propriétés des matériaux au fil du temps pour répondre aux exigences de résistance et de densité, adapté de [Fleck *et al.*, 2010].

Très longtemps après, en 1900, les matériaux à dispositions étaient bien plus nombreux. Les objets en acier, cuivre ou zinc se sont développés et le béton a fait son apparition (fig. 1). Le développement des matériaux polymères et des composites dans les années 50 ont permis de

considérablement réduire les coûts de production et d'augmenter la cadence de production.

À cette époque, les matériaux et les procédés de transformation étaient peu nombreux : essentiellement des matrices polyesters thermodurcissables renforcées par des fibres de verre courtes, mises en œuvre manuellement dans des moules ouverts ou fermés. Ils permettaient toutefois de diminuer la masse totale des structures, une légèreté à l'époque recherchée pour réduire la consommation énergétique pour des considérations économiques.

Depuis de nouveaux polymères, renforts et procédés de fabrication ont été développés permettant de généraliser l'utilisation de matériaux non-métalliques, plus légers, même pour des applications qui demandent des propriétés mécaniques importantes (fig. 1). Parmi ces matériaux figurent les matériaux cellulaires également appelés *mousses*. Du fait d'une grande porosité à l'échelle millimétrique ou micrométrique, ces matériaux possèdent des propriétés mécaniques très intéressantes, si ces propriétés sont normalisées par la densité des matériaux (fig. 1).

Domaines d'utilisation

La structure particulière de ces matériaux est à l'origine de plusieurs propriétés physiques particulières [Gibson et Ashby, 1997]. De ce fait, ils sont utilisés dans divers domaines d'application où les matériaux plus denses ne sont pas adaptés. Parmi ces applications figurent, par exemple, l'isolation thermique et acoustique des bâtiments (fig. 2(a)), la filtration de l'eau (fig. 2(b)) ou encore la protection des biens et des personnes (fig. 2(c)).

(a) Mousse polyuréthane pour l'isolation phonique.

(b) Mousse carbone pour un filtre à charbon actif.

(c) Mousse polystyrène dans un casque de roller.

Figure 2 – Exemples d'application de matériaux cellulaires.

De nouvelles contraintes

Avec l'entrée en vigueur d'un nouveau règlement européen en 2007, REACh (Registration, Evaluation, Autorisation of Chemical products), sur la sécurisation de la fabrication et de l'utilisation des substances chimiques dans l'industrie européenne, un certain nombre de matériaux qui permettaient de répondre à certains cahiers des charges très spécifiques ne sont plus utilisables. Ces matériaux sont en effet jugés trop dangereux pour les opérateurs ou pour l'environnement.

Les entreprises de haute technicité comme Safran Power Unit (PU) ont ainsi dû revoir un certain nombre de pièces avec un nouveau cahier des charges, dont les matériaux constitutifs des entrées d'air d'auxiliaire de puissance (APU) dans les hélicoptères (fig. 3). Ces pièces doivent en cas de départ de feu être capable de résister pendant 15 minutes à une flamme.

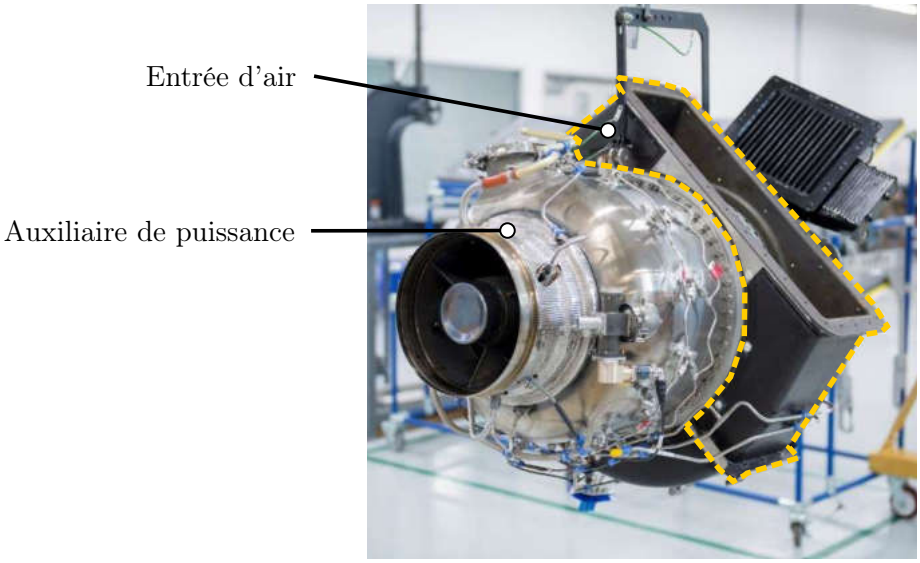


Figure 3 – Entrée d'air sur les auxiliaires de puissance. (source : Safran PU)

Projet LIAMA

La recherche d'une solution technologique a amené Safran PU à considérer de nouveaux matériaux. Un de ces matériaux est le liège, un matériau naturel reconnu pour ses propriétés en isolation thermique et résistance au feu. Toutefois, le liège brut, issu de l'écorce du chêne-liège, ne permet pas la réalisation de structures pour applications industrielles telles que celles envisagées par Safran PU. Une alternative est d'avoir recours à des composites à base d'agglomérés de liège, afin de tirer profit des propriétés physiques du liège tout en étant capable de réaliser des structures.

Lièges HPK (*High Performance corK*), développeur de solutions innovantes composites à base de liège, cherche à atteindre de nouveaux marchés. Leur démarche est de maîtriser plus en amont la fabrication de leurs matériaux et de développer de nouveaux composites à base de liège en fonction de différentes applications.

Le projet de recherche LIAMA, financé par la Région Nouvelle Aquitaine, Safran Power Unit et Lièges HPK, a alors été créé entre ces deux derniers et l'I2M. Son but est d'étudier la faisabilité et l'optimisation de structures de Safran PU par Lièges HPK du point de vue de la tenue mécanique.

Une partie de ce projet a été de décrire finement ce comportement mécanique sous sollicitations sévères. On entend ici les effets de la température et la vitesse de déformation sur la réponse mécanique du matériau. Ceci afin d'explorer les champs d'applications possibles des agglomérés de liège. Le lien entre structure et propriétés mécaniques dans ce matériau fortement hétérogène a été étudié afin d'envisager de piloter le procédé de fabrication en conséquence.

Présentation des matériaux d'étude

Procédé de fabrication des agglomérés de liège chez Lièges HPK

Les agglomérés de liège étudiés ont été produits par la société Lièges HPK. Le procédé de fabrication de l'entreprise est schématisé sur la fig.4. Le liège est d'abord broyé. Les différents grains ainsi obtenus sont ensuite triés en fonction de leur taille. Dans cette étude, des grains classés *0,5-1 mm* ont été utilisés, ce qui fait du matériau étudié un *micro-aggloméré* de liège.

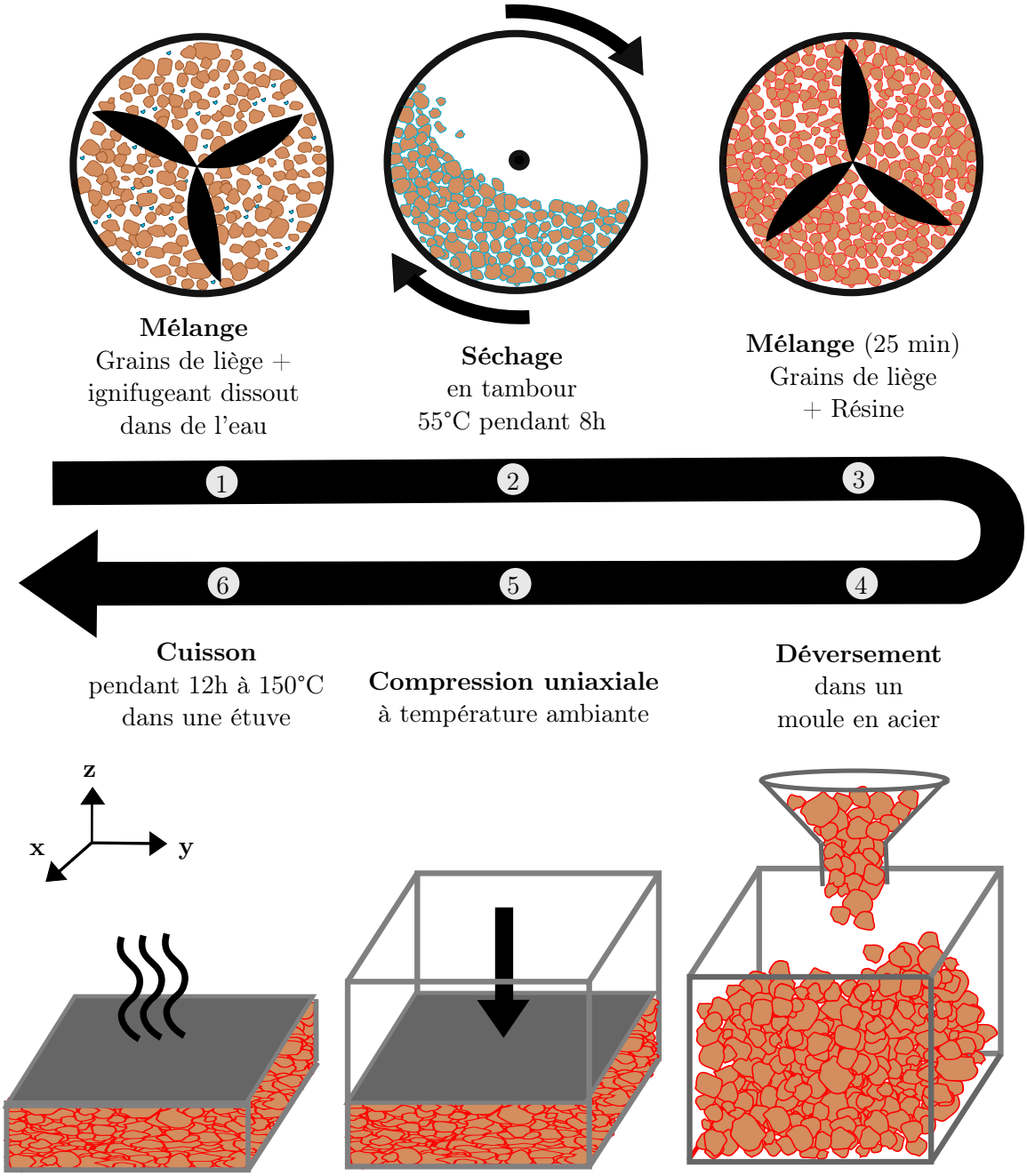


Figure 4 – Procédé de fabrication du liège aggloméré en place chez Lièges HPK

Les grains sont d'abord mélangés avec des cristaux d'ignifugeant [1] dissous dans de l'eau. Les grains de liège étant chargés en eau, ils sont ensuite séchés dans un tambour pendant 8h à 55 ° C. Les grains sont alors mélangés à la résine et de l'eau pendant 25 minutes afin d'enrober les grains.

Ce mélange est ensuite versé directement dans un moule en acier placé sous l'appareil de mélange. L'ensemble est tamisé pour égaliser la hauteur dans le moule et une plaque d'acier est déposée dessus. Une presse hydraulique vient ensuite comprimer le mélange à température ambiante selon l'axe (Oz) jusqu'à atteindre la hauteur du moule. Cette étape du procédé aura une influence importante sur la méso-structure des agglomérés de liège, comme cela sera montré dans la suite du manuscrit, c'est pourquoi une dénomination spécifique a été utilisée. La direction (Oz)

1. traitement utilisé pour améliorer la tenue au feu du matériau. ici 4 kg de sulfamate d'ammonium sont dissous dans 15 kg d'eau.

sera appelée la direction *hors-plan*, tandis que les directions dans le plan (Oxy) seront appelées direction *dans-le-plan*.

Le mélange comprimé est mis à l'étuve pendant 12h à 150 ° C pour amorcer la polymérisation. D'autres procédés de fabrication peuvent être envisagés pour obtenir des agglomérés de liège [Menager *et al.*, 2019] et n'impliquent pas forcément une étape de compression uniaxiale. Celle-ci peut en effet être remplacée par l'infusion des grains de liège dans un moule avec une résine polymère [Jardin *et al.*, 2015].

Composition des matériaux étudiés

Dans cette étude, un matériau spécifique conçu conjointement par Lièges HPK et Safran Power Unit est étudié. C'est un liège aggloméré avec une résine peu utilisée dans la fabrication de ces matériaux, renforcé par des fibres courtes de carbone. Les fibres de carbone sont ajoutées au mélange grain/résine après 30 minutes de mélange. Le tout est alors mélangé à nouveau pendant une dizaine de minutes.

La résine choisie pour cette étude est de l'acide polyfurfurylique (PFA) produite par TransFurans Chemical. C'est une résine thermodurcissable bio-sourcée issue de déchets agro-alimentaires qui démontre une excellente tenue au feu [Neill, 2015; Menager *et al.*, 2019]. Elle possède une masse volumique de ρ_r=1128,5 kg/ m^{-3}.

Les fibres sont un mélange de fibres de carbone et graphite ex-PAN obtenues de fibres de carbone pures sélectionnées et broyées pour le "compoundage". Les monofilaments ont un diamètre de 7 μm. Ces fibres possèdent un module de Young en traction de 230 GPa, une résistance en traction de 3500 MPa et un allongement à rupture de 1,5 %. La densité apparente des fibres est de 170000 $kg\ m^{-3}$. La longueur médiane des fibres est de 300 μm.

Afin d'étudier l'influence des fibres sur la microstructure et le comportement mécanique, un aggloméré sans fibres a également été produit. Étant donné l'absence de fibres, les fractions massiques des composants (liège et résine) sont légèrement différents de celles du liège aggloméré avec fibres (tab. 1). Cependant les fractions volumiques de ces composants, calculées à partir des données des fournisseurs de matière, sont très similaires entre les deux types d'agglomérés (tab. 1)

Fraction massique	w_{liege} (%)	w_{resine} (%)	w_{fibres} (%)
Liège aggloméré non renforcé (NR)	75	25	0
Liège aggloméré renforcé (R)	69	15	16

Fraction volumique	v_{liege} (%)	v_{resine} (%)	v_{fibres} (%)
Liège aggloméré non renforcé (NR)	95.5	4.5	0
Liège aggloméré renforcé (R)	96.5	3.5	0.0002

Tableau 1 – Fraction massique et volumique de chaque composant des matériaux étudiés.

Contexte scientifique

Une description toujours plus fine

Si les matériaux à base de liège sont si multifonctionnels, c'est en partie grâce à la structure spécifique en nid d'abeille du liège à l'échelle micrométrique [Gibson *et al.*, 1981]. Le liège est en effet un matériau naturellement cellulaire.

Les matériaux cellulaires étant largement utilisés dans des domaines variés tels que le transport, l'isolation ou celui de l'énergie, beaucoup d'études se sont intéressées à leur microstructure et leurs différents comportements mécaniques [Mills, 2007b,c,d]. Cependant, aujourd'hui afin d'améliorer les modèles de comportement, la nécessité d'une description plus précise et d'une compréhension plus fine des différents mécanismes se fait sentir. Certains matériaux, développés depuis déjà plusieurs décades, sont plus complexes dans leur structure, qui peut s'établir à différentes échelles. Ces matériaux peuvent être composites à ces multiples échelles d'observation [Compton et Lewis, 2014]. Certains présentent également des échelles d'observation de leurs mécanismes de déformation différentes ou supplémentaires [Bouix *et al.*, 2009].

L'utilisation éclairée de ces matériaux pose alors la question de la prise en compte des différentes échelles d'organisation dans la description du comportement mécanique des matériaux cellulaires multi-échelles [Fleck *et al.*, 2010].

Des sollicitations sévères

La problématique de la protection des biens et des personnes est toujours d'actualité aujourd'hui et gagne même en intérêt au vue de la généralisation de la mobilité et donc de la multiplicité des modes de déplacement. On retrouve cette problématique dans le sport [Mills *et al.*, 2007; Verdejo et Mills, 2002], dans le transport de matières dangereuses [Kraiem, 2016], dans l'automobile, dans l'aéronautique, le militaire, ... C'est un des domaines dans lequel les composites à base de liège semblent être prometteurs .

Cependant les modes de chargements se révèlent alors complexes dans les trajets de chargement puisque à chaque cas d'utilisation, ils peuvent différer. De plus les vitesses de déformation peuvent être multiples et sont à considérer dans un spectre large, de 10^{-6} s^{-1} à 10^{3} s^{-1} [Mills *et al.*, 2007].

Dans le cas de l'automobile, les pièces peuvent ainsi être soumises à des vitesses de déformation qui varient localement dans l'ensemble de la structure de 10^{-6} s^{-1} à 10 s^{-1} avec un maximum au point d'impact qui peut atteindre 1000 s^{-1}. Il pourrait donc être important de caractériser le comportement des matériaux et des structures pour des cas de chargement de nature aussi différente, pour proposer des modèles de comportement capables de les prendre en compte.

Chapitre 1

Relation structure/propriétés dans les matériaux cellulaires

Sommaire

1.1 Structure des matériaux cellulaires 10
1.1.1 Des matériaux très peu denses 10
1.1.2 Échelles d'observation dans un matériau cellulaire 11
1.1.3 Description à l'échelle nano 12
1.1.4 Description à l'échelle micro 13
1.1.5 Description à l'échelle mésoscopique 17
1.2 Comportement mécanique des matériaux cellulaires 20
1.2.1 Un comportement mécanique à plusieurs échelles 20
1.2.2 Description du comportement mécanique en compression 21
1.2.3 Cas spécifiques des matériaux cellulaires multi-échelles 33
1.2.4 Mécanismes de fissuration dans les matériaux cellulaires 35
1.3 Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des matériaux cellulaires 38
1.3.1 Dépendance du comportement mécanique macroscopique 38
1.3.2 Origine de la dépendance du comportement mécanique des matériaux cellulaires classiques à la vitesse de déformation 41
1.3.3 Cas spécifique des matériaux cellulaires multi-échelles 46
1.4 Application industrielle : d'un matériau naturel cellulaire à un composite multi-échelles 48
1.4.1 Le liège : un matériau naturellement cellulaire 48
1.4.2 Un composite à base de liège : le liège aggloméré 54
1.5 Conclusion de l'état de l'art 61
1.6 Objectifs de l'étude et verrous 62

Introduction

Cet état de l'art porte sur la relation structure/propriétés dans les matériaux cellulaires. Il a pour but de mettre en exergue les questionnements encore existants sur le comportement mécanique de ces matériaux et d'ainsi dégager les problématiques de ce travail de thèse.

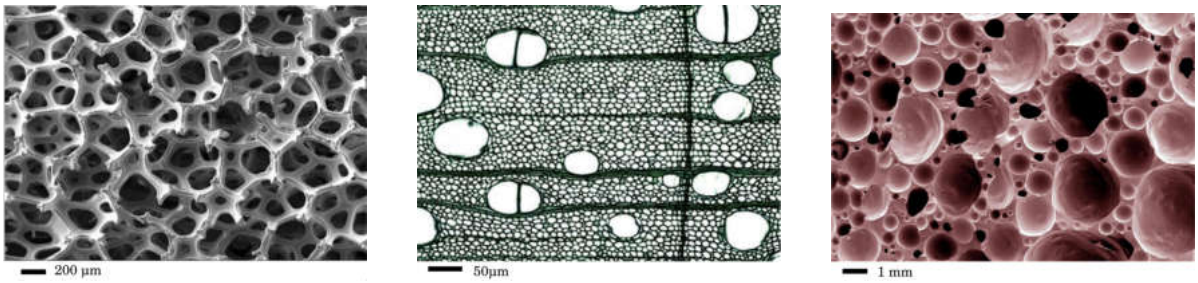
Une première partie porte sur la description à différentes échelles d'observation de la structure des matériaux cellulaires. Dans un second temps, les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture décrits dans ces matériaux sont passés en revue et mis en lien avec leur structure. Dans une troisième partie, l'état de la connaissance sur l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique et sur les mécanismes de déformation est faite. Finalement du fait du contexte industriel des travaux de thèse, ces divers points développés en amont pour tous les matériaux cellulaires, sont revus dans le cas des agglomérés de liège.

1.1 Structure des matériaux cellulaires

Un matériau est dit *cellulaire*, du fait de sa structure spécifique aux échelles milli- ou micrométriques. D'un point de vue géométrique, une structure cellulaire est caractérisée par des **sommets** joints par des **arêtes** qui entourent des **faces**. Cela délimite alors les **cellules**. En découle un comportement mécanique très spécifique, qui dépend fortement de cette architecture.

1.1.1 Des matériaux très peu denses

La fig. 1.1 présente différents matériaux cellulaires : une mousse de nickel observée au microscope électronique à balayage (MEB) (fig. 1.1(a)), une section mince de bois observée au microscope optique (MO) (fig. 1.1(b)) et une barre chocolatée observée au MEB (fig. 1.1(c)).



(a) Mousse de nickel fabriquée par NiTECH [Dillard, 2004].

(b) Bois (bouleau jaune).

(c) Barre de chocolat.

Figure 1.1 – Micrographies de différents matériaux cellulaires.

Ces différentes images montrent que la structure spécifique des matériaux cellulaires est un réseau inter-connecté de poutres ou de plaques qui forment les arêtes et les faces des **cellules**. Ces parois sont constituées d'un **matériau constitutif** [Gibson et Ashby, 1997] qui peut être un métal, un polymère, une céramique ou un matériau composite.

Un matériau cellulaire est donc constitué d'au moins deux phases : une phase solide et une phase fluide (généralement un gaz). Ces matériaux sont caractérisés par un **haut niveau de porosité**, avec une fraction de phase solide inférieure à 40 %. Ils sont donc connus pour leur

faible densité relative ρ_r [Gibson et Ashby, 1997], définie comme le rapport de la masse volumique ρ^* du matériau cellulaire et de celle du matériau constitutif des parois cellulaires ρ_s :

$$\rho_r = \frac{\rho^*}{\rho_s}. \tag{1.1}$$

1.1.2 Échelles d'observation dans un matériau cellulaire

La structure des matériaux cellulaires est généralement décrite à différentes échelles en considérant l'échelle macroscopique, celle des cellules et celle du matériau constitutif [Sun et Li, 2018]. Toutefois beaucoup de matériaux cellulaires démontrent des échelles de structuration supplémentaires [Fleck *et al.*, 2010]. Celles-ci peuvent être supérieures à celle des cellules comme les nid d'abeilles hiérarchiques [Chen *et al.*, 2016]. Mais elles peuvent également être à des échelles inférieures. Les mousses polymères décrites par Ceglia *et al.* [2012] possèdent des parois cellulaires avec une structure sandwich.

1.1.2.1 Des organisations à différentes échelles : Cas des agglomérés de mousse

Dans le cas de structures cellulaires réalisées à partir de grains de matériaux cellulaires agglomérés ensemble, l'organisation des grains entre eux constitue alors une structuration à une échelle supérieure à celle de l'organisation cellulaire [Mills, 2007a]. Les grains de matériaux cellulaires, visibles sur la fig. 1.2, forment un sous-ensemble entre la structure macroscopique et l'organisation cellulaire à l'échelle micrométrique [Mills, 2007b].

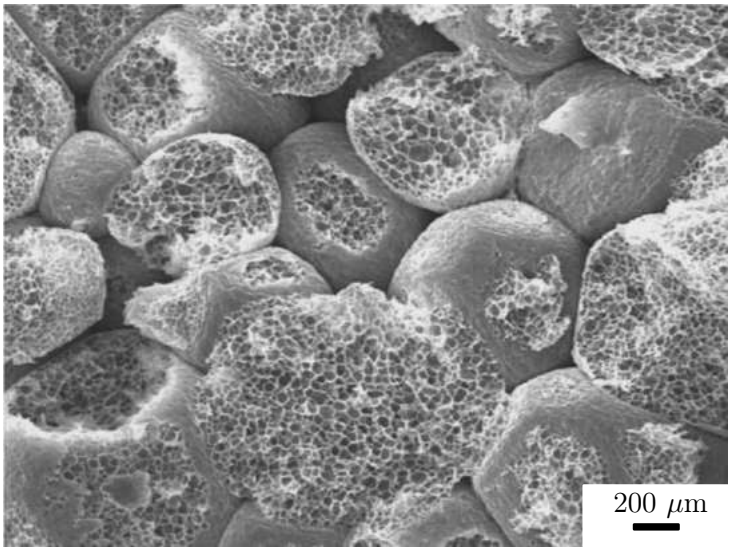


Figure 1.2 – Micrographie réalisée au MEB par Rossacci et Shivkumar [2003] de grains de mousse polystyrène agglomérés entre eux.

Ces matériaux cellulaires ont plusieurs appellations dans la littérature : *bonded bead foam* [Mills et Gilchrist, 2007], simplement *bead foam* [Raps *et al.*, 2015], *expanded foam* [Di Landro *et al.*, 2002] ou encore *composite foam* [Nagy *et al.*, 1974].

À l'heure actuelle, il n'existe pas de dénomination commune pour ces matériaux cellulaires, plus complexes structuralement parlant. Du fait des échelles architecturées supplémentaires en comparaison à des matériaux cellulaires démontrant une organisation spécifique à une seule échelle, on appellera ici ces matériaux des **matériaux cellulaires multi-échelles**.

1.1.2.2 Une structure spécifique du centimètre au nanomètre ...

Une première difficulté dans la description de ces matériaux est ici relevée. Pour les matériaux cellulaires mono-échelles, l'échelle méso fait généralement référence à l'échelle des cellules alors que dans le cas des mousses agglomérées par exemple, cette dénomination renvoie aux grains. Dans la suite de ce manuscrit le choix a été fait d'utiliser la dénomination des mousses agglomérées.

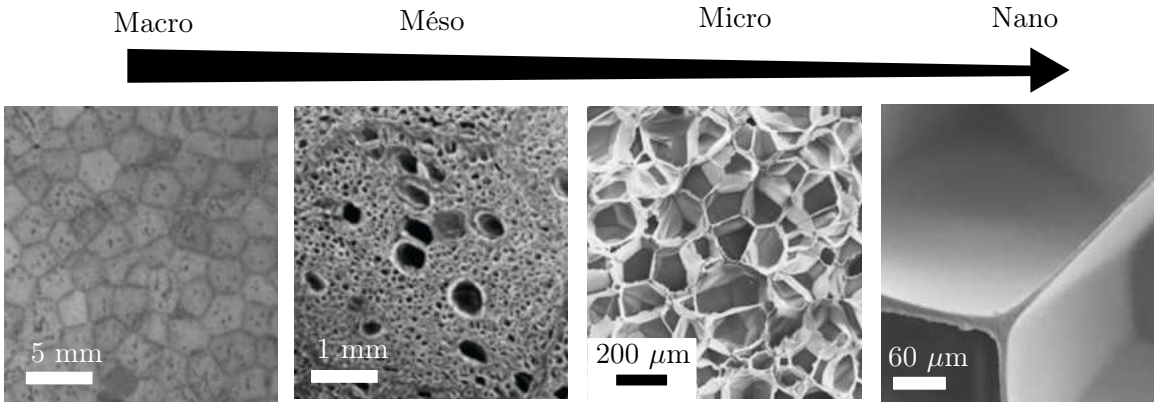


Figure 1.3 – Clichés MEB d'une mousse multi-échelles de polypropylène expansé à cellules fermées à l'échelle macro et méso [Bouix *et al.*, 2006], à l'échelle micro [Bouix *et al.*, 2009] et à l'échelle nano [Bouix, 2008].

Les agglomérés de mousse présentent quatre échelles d'observation [Viot, 2010] : macro, méso, micro, nano (fig. 1.3).

— À l'échelle **macroscopique** (10^{-2} m), le matériau peut être caractérisé par ses propriétés géométriques et physiques globales et l'hypothèse de continuité est alors faite. La structure est oubliée.

— L'échelle **mésoscopique** est celle d'une architecture spécifique comprise entre 10^{-4} - 10^{-2} m. Dans le cas de matériaux cellulaires polymériques avec des grains, l'organisation des grains entre eux est à prendre en compte à cette échelle (fig. 1.3).

— L'échelle **microscopique** (10^{-6} - 10^{-4} m) est dans le cas de matériaux cellulaires polymériques celle de la cellule individuelle (fig. 1.3). Dans la description de cette échelle, on considère le matériau constitutif homogène et continu.

— Une dernière échelle est celle de la parois cellulaire, du matériau constitutif (fig. 1.3). Généralement comprise entre 10^{-9} et 10^{-6} m pour les matériaux cellulaires polymériques, elle est alors appelée échelle **nanoscopique**. Le matériau constitutif n'est alors plus supposé homogène.

1.1.3 Description à l'échelle nano

Généralement l'hétérogénéité des parois cellulaires est la conséquence du procédé de fabrication employé comme l'ont constaté Dillard [2004] et Marcadon *et al.* [2012] pour des matériaux cellulaires métalliques et Maheo *et al.* [2013] pour des matériaux cellulaires polymériques.

Pour une mousse de polystyrène à cellules ouvertes, Maheo *et al.* [2013] ont observé à l'aide d'un microscope électronique à transmission (MET) que les parois cellulaires de cette mousse étaient d'abord constituées d'une couche dense (fig. 1.4a). Elles étaient ensuite moins dense au centre de la paroi cellulaire, démontrant ainsi une structure sandwich à l'échelle nanoscopique.

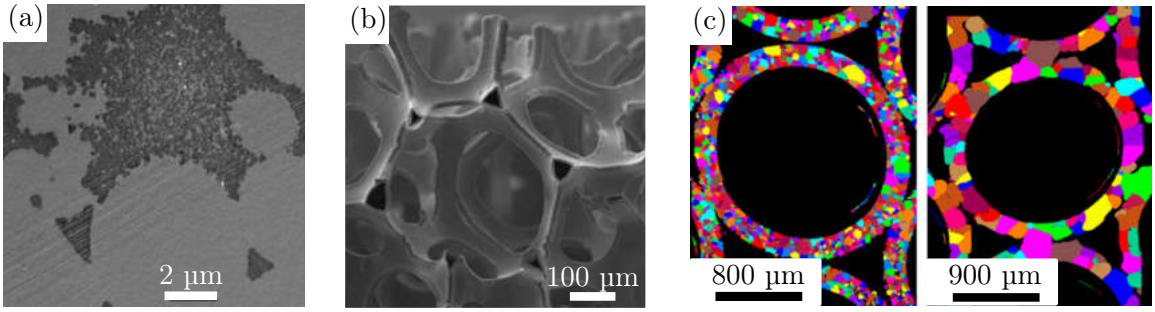


Figure 1.4 – Description de l'hétérogénéité du matériau constitutif des parois pour différents matériaux cellulaires. (a) Mousse de polystyrène à cellules ouvertes observée avec un MET [Maheo *et al.*, 2013]. (b) Mousse de nickel observée avec un MEB [Dillard, 2004]. (c) Empilement de tubes métalliques obtenus par différents procédés de fabrication observé par EBSD [Marcadon *et al.*, 2012].

Les travaux de Dillard [2004] ont montré qu'à cause du procédé de fabrication, la mousse métallique de nickel NiTech possédait des arêtes creuses (fig. 1.4b).

Finalement, dans le cas d'assemblages de tubes métalliques en Inconel 600, Marcadon *et al.* [2012] ont montré que ces matériaux pouvaient présenter une distribution et organisation de grains métalliques très différentes selon le traitement thermique employé (fig. 1.4c).

Les parois cellulaires n'ont pas toujours un comportement mécanique homogène isotrope. Elles peuvent posséder une architecture ou une composition hétérogène (fig. 1.4) qui pourrait influencer fortement le comportement mécanique macroscopique des matériaux cellulaires.

1.1.4 Description à l'échelle micro

La description de la morphologie des cellules permet d'expliquer le comportement mécanique particulier et les principaux mécanismes de déformation qui ont lieu dans les matériaux cellulaires [Gibson et Ashby, 1997]. Cette échelle est de ce fait la plus étudiée et de nombreuses méthodes de caractérisation ont été développées et utilisées pour la décrire.

1.1.4.1 Méthodes de caractérisation

Méthodes d'observation 2D

Les dimensions des cellules peuvent être observées par microscopie optique (MO) ou microscopie électronique à balayage (MEB). Ces observations peuvent ensuite être post-traitées par analyse d'images afin d'extraire des données quantitatives de ces clichés.

L'analyse bi-dimensionnelle bien qu'aisément mise en place, ne permet pas de déterminer précisément la taille des cellules par une étude statistique [Bouix, 2008]. Il est en effet impossible de faire l'hypothèse que toutes les cellules ont été coupées dans leur plan équatorial. Des tendances peuvent cependant être étudiées, dans le cas de cellules peu anisotropes.

Pertinence de l'utilisation de méthodes d'observation 3D

La caractérisation de l'organisation cellulaire est déterminante dans la description des matériaux cellulaires en vue de comprendre ensuite leur comportement mécanique et mécanismes de déformation. D'après Maire [2012], la structure de ces matériaux cellulaires devrait idéalement être étudiée avec des images en trois dimensions (3D). Or les méthodes d'observation telles que la microscopie optique ou électronique à balayage sont intrinsèquement en 2D.

Pour Maire [2012], la tomographie à rayons X (XRCT), depuis maintenant 30 ans, se révèle alors être une technique, relativement non-destructive [Raphael, 2019], de choix pour l'observation et la caractérisation qualitative et quantitative de la structure des matériaux cellulaires.

En témoignent de nombreuses recherches qui aujourd'hui avec cette technique d'imagerie étudient la structure de mousses à différentes échelles [Maire *et al.*, 2014] ou observent les mécanismes de déformation à l'échelle méso ou micro lors d'une sollicitation mécanique [Maire *et al.*, 2003; Viot *et al.*, 2007].

1.1.4.2 Classe géométrique

Le terme de matériau cellulaire fait référence à un large ensemble de matériaux possédant une architecture particulière à de petites échelles. Différents types sont distingués en fonction de l'organisation de leurs cellules.

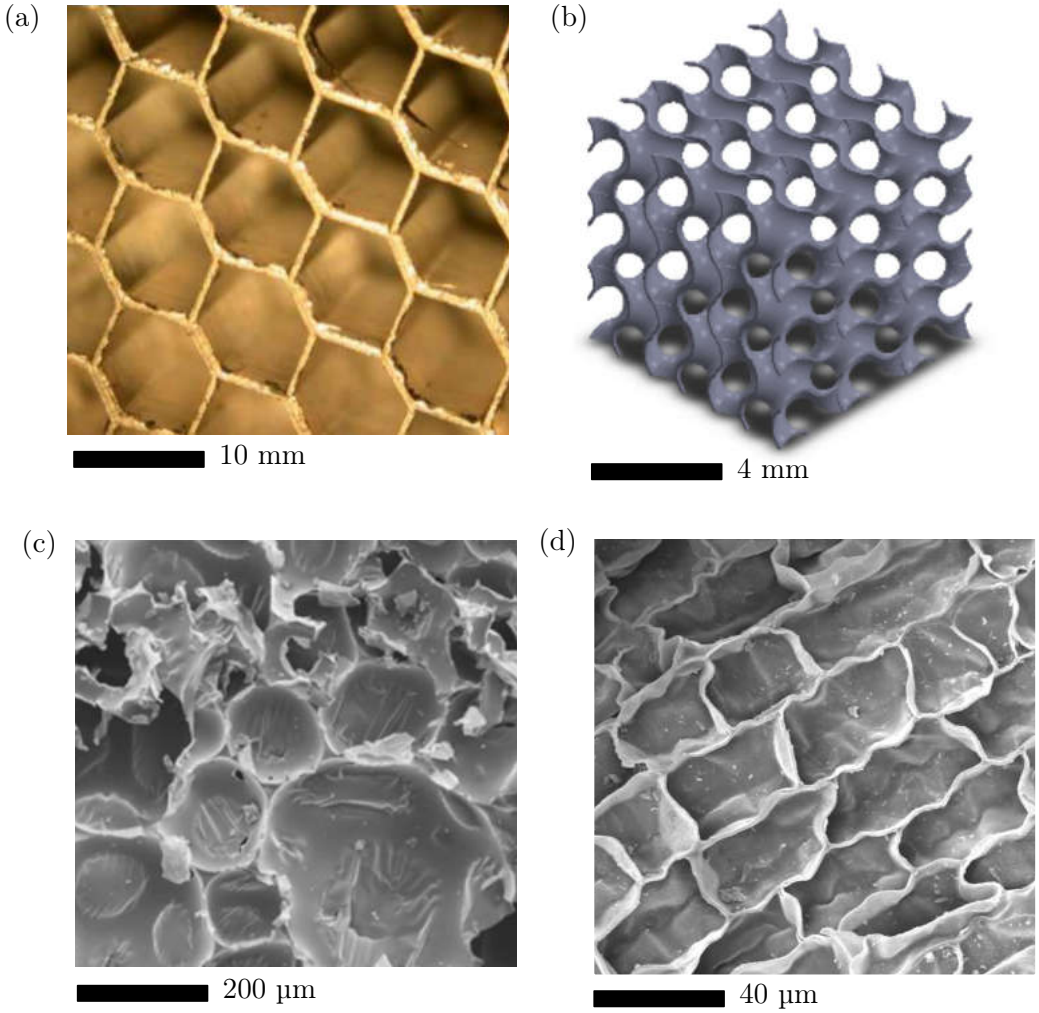


Figure 1.5 – Exemples de différents types de matériaux cellulaires. (a) Nid d'abeille d'aluminium. (b) CAO d'une structure lattice gyroïde. (c) Mousse de polyuréthane. (d) Liège.

— Les **nid d'abeilles** (fig. 1.5a) sont des matériaux qui présentent une microstructure bidimensionnelle (2D) constituée d'arrangements de plaques formant ainsi des polygones ou des cellules hexagonales telles que des nids d'abeilles naturels. Généralement, la taille et la géométrie des cellules sont très régulières. Les structures présentent un comportement anisotrope.

— Les **lattices** ou structures en treillis sont caractérisées par un motif géométrique tridimensionnel (3D) à l'échelle de la cellule qui se répète de manière périodique dans l'espace (fig. 1.5b). Ces matériaux présentent des porosités ouvertes.

— Les **mousses** possèdent également une microstructure 3D. Les cellules ont dans ce cas une organisation stochastique. Les formes et des tailles des cellules de mousses sont variées et peuvent être irrégulières du fait de leur mode de fabrication (fig. 1.5c). Certaines mousses, comme les matériaux cellulaires naturels, peuvent présenter des orientations privilégiées. Dans le cas du liège (fig. 1.5d), ces cellules sont organisées dans la direction de croissance de l'arbre.

Marcadon [2019] commente d'ailleurs les termes de *matériau cellulaire* ou *matériau architecturé* en préférant utiliser celui d'**architecture cellulaire** pour les décrire. D'après lui ce terme permet de mieux représenter le fait que la taille de leurs cellules constitutives sont du même ordre de grandeur que la structure dans laquelle ils sont utilisés.

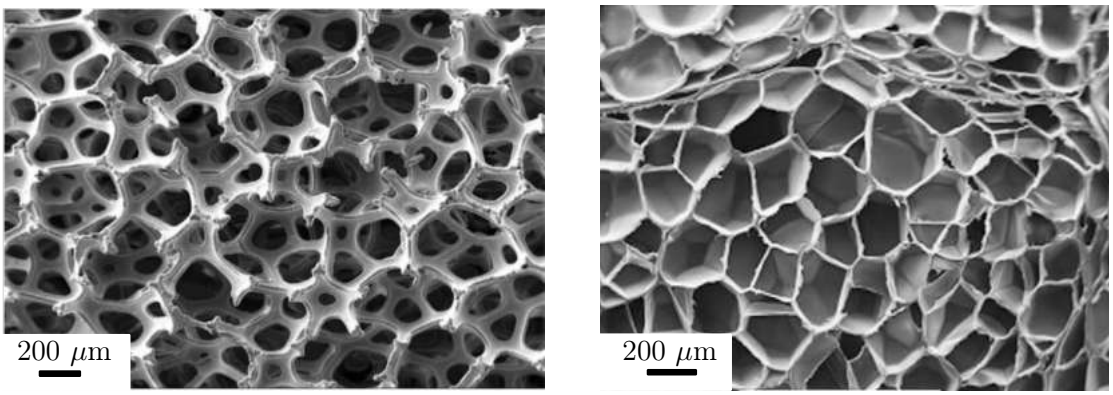
1.1.4.3 Connectivité des mousses

Pour les matériaux cellulaires de type mousse, on distingue généralement deux types de structures en définissant leurs cellules de :

— **cellules ouvertes** : seules les arêtes forment le réseau de cellules. Elles sont donc toutes interconnectées par les parois ouvertes. Un fluide peut circuler entre ces cellules. La fig.1.6(a) de la mousse de nickel en est un exemple.

— **cellules fermées** : les parois sont solides et chaque cellule est isolée des autres. Le fluide contenu dans une cellule ne peut être transféré à une autre (fig. 1.6(b)).

Cependant on retrouve également des cellules semi-ouvertes, c'est-à-dire avec des parois solides formées mais pas complètement fermées.



(a) Mousse à cellules ouvertes [Dillard, 2004]. (b) Mousse à cellules fermées [Bouix *et al.*, 2009]

Figure 1.6 – Clichés réalisés au MEB d'une mousse de nickel à cellules ouvertes et d'une mousse de PPE à cellules fermées.

La fraction de solide dans les arêtes ϕ est un paramètre utilisé pour décrire la microstructure des matériaux cellulaires à cellules fermées [Ceglia *et al.*, 2014]. $(1-\phi)$ est ainsi la fraction de solide restante dans les faces des cellules.

$$\phi = \frac{t_e^2}{t_e^2 + \frac{Z_f}{\overline{n}} t_f l}, \tag{1.2}$$

avec t_e, l'épaisseur des arêtes, t_f, l'épaisseur des faces, l la taille d'une cellule, $\overline{n}$, le nombre moyen d'arêtes par faces et Z_f la coordination des faces.

En plus de cette première classification, d'autres paramètres morphologiques décrivant la structure cellulaires, surtout à l'échelle mésoscopique, peuvent également être pris en compte pour décrire finement la structure de ces matériaux [Gibson et Ashby, 1997; Mills, 2007b] :

— l'arrangement des cellules entre elles,

— la forme, la taille des cellules et la dispersion de ces valeurs,

— la forme des arêtes et des faces.

1.1.4.4 Taille et géométrie des cellules

Les dimensions des cellules (ouvertes ou fermées) sont très variables d'un matériau cellulaire à un autre. Par exemple, dans le cas d'une mousse métallique telle qu'une mousse d'aluminium, le diamètre moyen des cellules est généralement important, de l'ordre de quelques millimètres. Par contre, dans le cas de mousses polymériques, les cellules peuvent être petites (fig. 1.6(b)), de l'ordre de quelques centièmes de millimètres à très petites. Les cellules du liège (fig. 1.5e) ont ainsi une taille caractéristique de 40 μm.

La taille des cellules peut être variable au sein d'un même matériau [Gibson et Ashby, 1997]. La distribution de la taille des cellules peut être si importante que certaines cellules de mousse peuvent être cent fois supérieures aux plus petites [Elliott *et al.*, 2002]. Une mousse polyester étudiée par Jang *et al.* [2008] à une longueur normalisée d'arêtes qui varie de 0,2 à 2,2 (fig. 1.7). Au contraire, cette distribution peut être très étroite, comme dans le cas des nids d'abeilles dont les cellules sont toutes de même taille [Gibson et Ashby, 1997]. Dans tous les cas, cette dispersion est importante à caractériser car elle peut être la cause de fortes localisations dans les déformations locales lors d'un chargement mécanique en compression.

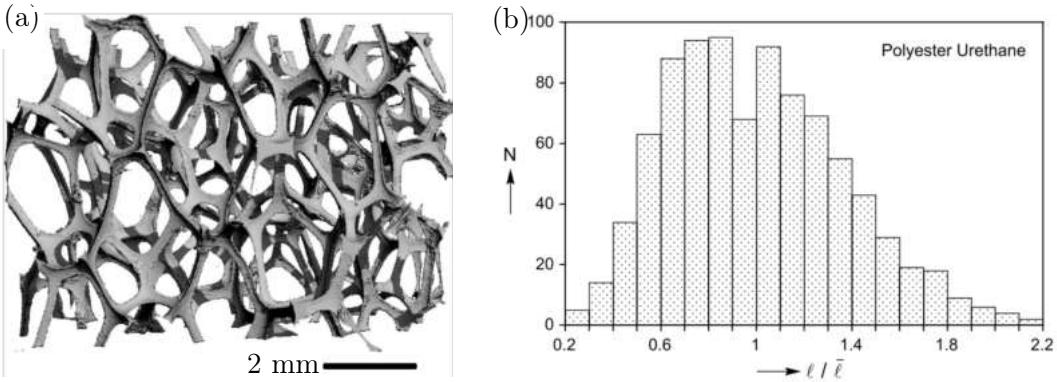


Figure 1.7 – Étude par Jang *et al.* [2008] de la distribution de la longueur d'arêtes d'une mousse polyester urethane à cellules ouvertes. (a) Reconstruction 3D de la mousse de densité relative 0.02 à partir d'observations par tomographie à rayons X. Distribution de la longueur normalisée des arêtes

Lorsque la forme des cellules n'a pas d'orientation privilégiée, les cellules peuvent être assimilées à des polyèdres plus ou moins réguliers : les propriétés du matériau sont alors isotropes. D'autres matériaux cellulaires de type mousse peuvent cependant avoir des cellules qui ont des orientations privilégiées : certains sont naturels (liège ou le bois [Bouix, 2008]), d'autres sont synthétiques (mousse de polyuréthane [Marvi-Mashhadi *et al.*, 2018]).

La forme et les dimensions de ces cellules, mais également la répartition de la matière dans celles-ci, pourraient modifier les mécanismes de déformation de ces matériaux cellulaires et affectent leurs propriétés mécaniques. Une description fine de cette microstructure est donc nécessaire pour être à même de comprendre le comportement mécanique de tels matériaux.

1.1.4.5 Cas particulier des mousses agglomérées multi-échelles

Les analyses de la microstructure de ces mousses multi-échelles révèlent des tendances similaires à celles observées dans les matériaux cellulaires mono-échelle [Bouix, 2008; Andena *et al.*, 2019]. Les dimensions cellulaires et l'épaisseur des parois sont ainsi d'abord fonction de la densité macroscopique.

Une différence notable est cependant constatée entre les matériaux cellulaires mono-échelle et les agglomérés de mousse multi-échelles. Viot *et al.* [2008] et Mills et Gilchrist [2007] ont observé que la présence de grains à l'échelle méso modifie localement l'échelle micro. La microstructure et l'organisation des cellules sont modifiées aux abords des interfaces intergranulaires. Les cellules sont notamment plus petites et plus allongées à la périphérie des grains. De plus selon le procédé de fabrication, les cellules aux abords des interfaces entre grains peuvent également être pré-endommagées [Mills et Gilchrist, 2007].

Les grains, dans le cas des mousses expansées [Viot *et al.*, 2008], sont délimités par des membranes de quelques millimètres, bien plus épaisses que les parois cellulaires. Cela peut donc au cours de la fabrication, influencer la croissance des cellules aux abords de ces membranes.

1.1.5 Description à l'échelle mésoscopique

Méthodes de caractérisation

Comme pour l'échelle micro, l'utilisation de techniques d'imagerie telles que la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage et la tomographie à rayons X sont des outils de choix pour caractériser la structure d'un matériau cellulaire multi-échelles à l'échelle mésoscopique.

Dans le cas de la tomographie à rayons X, en plus des nombreux paramètres morphométriques qui peuvent être extraits tels que la distribution des volumes de grains [Maire et Withers, 2014], des informations sur la densité relative entre grains peuvent également être étudiées (fig. 1.8d) grâce aux différences de niveaux de gris [Viot *et al.*, 2008].

La description de cette échelle fait souvent défaut dans l'étude des matériaux cellulaires multi-échelles. Cependant la mésostructure du matériau final est très dépendante du processus de fabrication [Rossacci et Shivkumar, 2003], il semble donc important de la décrire convenablement.

Variation de la densité

Dans le cas de la mousse de polypropylène expansée (PPE) étudiée par Viot *et al.* [2008], des grains de 2 mm à 3 mm de diamètre ont ainsi été observés et décrits (fig. 1.8). La mousse PPE multi-échelles étudiée montre des interfaces granulaires plus épaisses que les parois cellulaires. Ces interfaces sont constituées de PPE. Les grains en périphérie des échantillons se révèlent plus denses, sûrement à cause du processus de fabrication (fig. 1.8d).

Des observations 2D couplées à de l'analyse d'images révèlent que dans certaines mousses multi-échelles, les grains ont une forme légèrement ellipsoïdale causant une anisotropie géométrique à l'échelle mésoscopique [Mills et Gilchrist, 2007].

Les parois peuvent être plus épaisses à l'interface entre deux grains [Mills et Gilchrist, 2007; Viot *et al.*, 2005] (fig. 1.3). Il y a donc des hétérogénéités locales dans la distribution de fraction

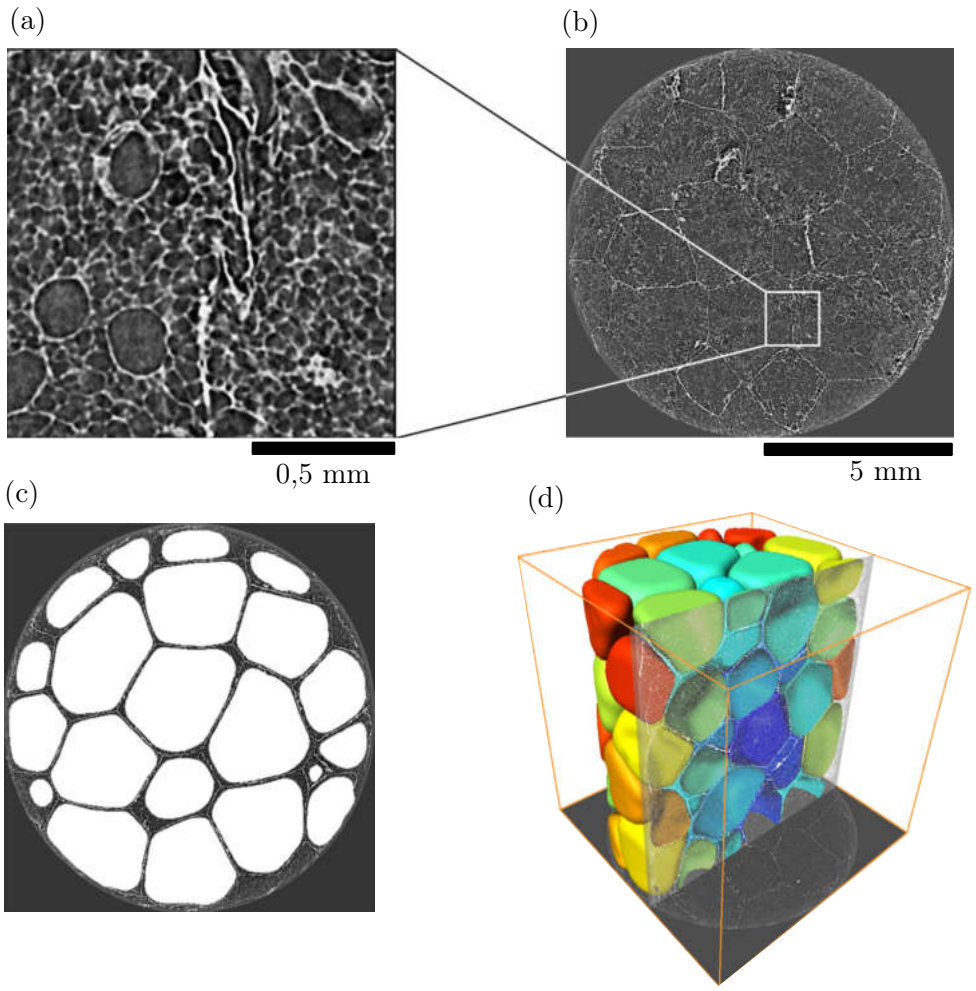


Figure 1.8 – Observation à l'échelle mésoscopique d'une mousse de PPE multi-échelles par Viot *et al.* [2008]. (a) Microstructure de la mousse, interface entre deux grains. (b) Coupe axiale issue d'observations par tomographie à rayons X. (c) Coupe axiale après post-traitement par opérations arithémtiques et morphologiques, les grains (visibles en blanc) ont été isolés. (d) Reconstruction des surfaces délimitant les grains, échelle de couleurs correspondant à la densité relative des grains.

volumique de solide dans le matériau, contrairement à un matériau cellulaire mono-échelle où ce phénomène est bien moins marqué.

Bilan

Les matériaux cellulaires, qu'ils soient mono ou multi-échelles démontrent une structure complexe observable à différentes échelles.

Dans le cas des matériaux cellulaire multi-échelles, la présence d'une organisation structurale à l'échelle méso modifie de façon importante l'organisation structurale à l'échelle micro.

Cette forte porosité structurée fait émerger un comportement mécanique macroscopique très particulier lors d'une sollicitation en compression. Celui-ci est fortement dépendant de la structure cellulaire, une description fine de cette structure est donc importante. En combinant la structure et le matériau constitutif adéquat, ce comportement mécanique peut ainsi être modifié, ce qui fait des matériaux cellulaires de bons candidats dans différents domaines d'applications comme l'absorption d'énergie mécanique lors de chocs, l'atténuation de vibration, l'isolation thermique, l'isolation phonique, ... [Gibson et Ashby, 1997].

Considérant les matériaux cellulaires multi-échelles, la présence d'une échelle de structuration supplémentaire peut amener de toutes nouvelles problématiques de distribution des hétérogénéités et des localisations de déformations au cours d'une sollicitation mécanique en comparaison à un matériau mono-échelle.

1.2 Comportement mécanique des matériaux cellulaires

1.2.1 Un comportement mécanique à plusieurs échelles

L'architecture spécifique des matériaux cellulaires à différentes échelles implique que le comportement mécanique de ces matériaux peut être décrit aux différentes échelles d'observation [Gibson et Ashby, 1997; Mills *et al.*, 2007; Viot *et al.*, 2008]. La fig. 1.9 montre que selon l'échelle d'observation considérée, différents phénomènes pourront être décrits. Dans le cas d'un matériau cellulaire mono-échelle, l'échelle méso définie dans ce manuscrit n'est pas prise en compte.

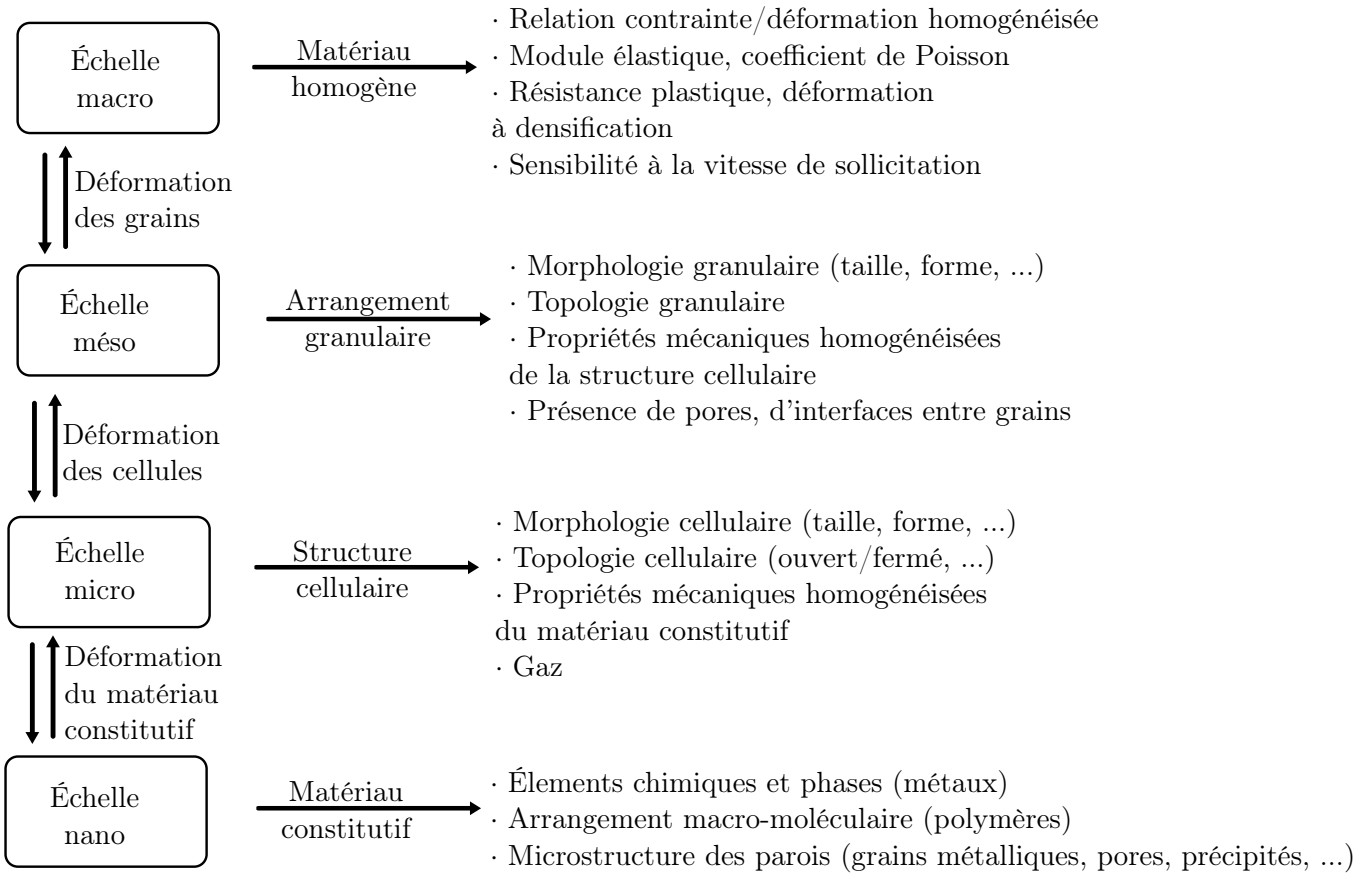


Figure 1.9 – Les différentes échelles des matériaux cellulaires et les différents paramètres auxquelles elles sont reliées dans le cas d'un matériau cellulaire multi-échelles composé de grains à l'échelle méso.

Échelle macro

À l'échelle macroscopique, le comportement mécanique homogénéisé est considéré sous la forme d'une réponse contrainte/déformation homogénéisée. Différents paramètres matériaux peuvent être obtenus par l'étude du comportement mécanique à cette échelle tels que le module d'Young E^* ou le coefficient de Poisson ν^* (fig. 1.9).

Échelle méso

À cette échelle, dans le cas d'un matériau cellulaire constitué de grains, la déformation de ces grains au cours d'une sollicitation peut être observée (fig. 1.9). Les grains sont considérés homogènes. Toutefois les contraintes peuvent elles être hétérogènes.

Échelle micro

En observant un matériau cellulaire à l'échelle microscopique, il sera possible d'étudier comment la structure des cellules évolue au cours d'une sollicitation mécanique (fig. 1.9).

Échelle nano

Enfin à l'échelle microscopique, le matériau constitutif des parois n'est plus considéré homogène. Ses hétérogénéités, au niveau de sa composition chimique ou de son organisation structurale, peuvent influencer le comportement mécanique local de la paroi cellulaire.

1.2.2 Description du comportement mécanique en compression

Le comportement mécanique des matériaux cellulaires est généralement étudié en compression du fait de sa capacité à absorber une grande quantité d'énergie pour ce type de sollicitation [Gibson et Ashby, 1997]. Ainsi lors d'un essai de compression uni-axiale, la vitesse de déplacement peut être imposée. Le déplacement au cours du temps en est déduit, la hauteur de l'éprouvette au cours du temps ainsi que la réponse en force du matériau sont alors mesurées.

À partir des données expérimentales relatives à la force $F(t)$ de sollicitation et à hauteur $h(t)$ de l'éprouvette testée, une relation entre la contrainte macroscopique nominale σ^* et la déformation macroscopique nominale ϵ^* est très souvent déduite et étudiée (fig. 1.10), en posant,

$$\sigma^*(t) = \frac{F(t)}{S_0} \; et \; \epsilon^*(t) = -\frac{h(t) - h_0}{h_0} = -\frac{\Delta h}{h_0} = \frac{\delta}{h_0}, \tag{1.3}$$

avec S_0 (mm^2), la section macroscopique initiale de l'éprouvette, h_0 (mm), la hauteur macroscopique initiale de l'éprouvette testée et δ (mm), le déplacement de la traverse. La déformation en compression est généralement exprimée positivement dans le cas des matériaux cellulaires, d'où la présence du signe négatif dans l'expression de la déformation macroscopique ingénieure.

1.2.2.1 Paramètres matériaux macroscopiques

La fig 1.10 montre de manière schématique une courbe typique de contrainte-déformation dans un essai de compression simple. On distingue dans la réponse mécanique en compression trois zones correspondant à des mécanismes de déformation différents :

— la zone **élastique linéaire**, où la contrainte augmente de façon linéaire avec la déformation. Cette zone peut également être qualifiée de *pseudo-linéaire*. La pente est assimilée au **module d'Young** E^* (MPa).

— Au delà d'une certaine contrainte notée σ_{fl}, la contrainte augmente beaucoup moins rapidement avec la déformation, dans la zone **plateau**. Cette **contrainte de flambement** σ^*_{fl} (MPa) élastique ou plastique correspond donc à la contrainte où a lieu la transition entre le comportement linéaire et le plateau. Le coefficient directeur du plateau est assimilé au **module tangent du plateau** E^*_p (MPa).

— Finalement à partir d'une certaine déformation ε^*_d, la contrainte augmente rapidement, dans la zone de **densification**. Cette déformation est appelée **déformation de l'initiation**

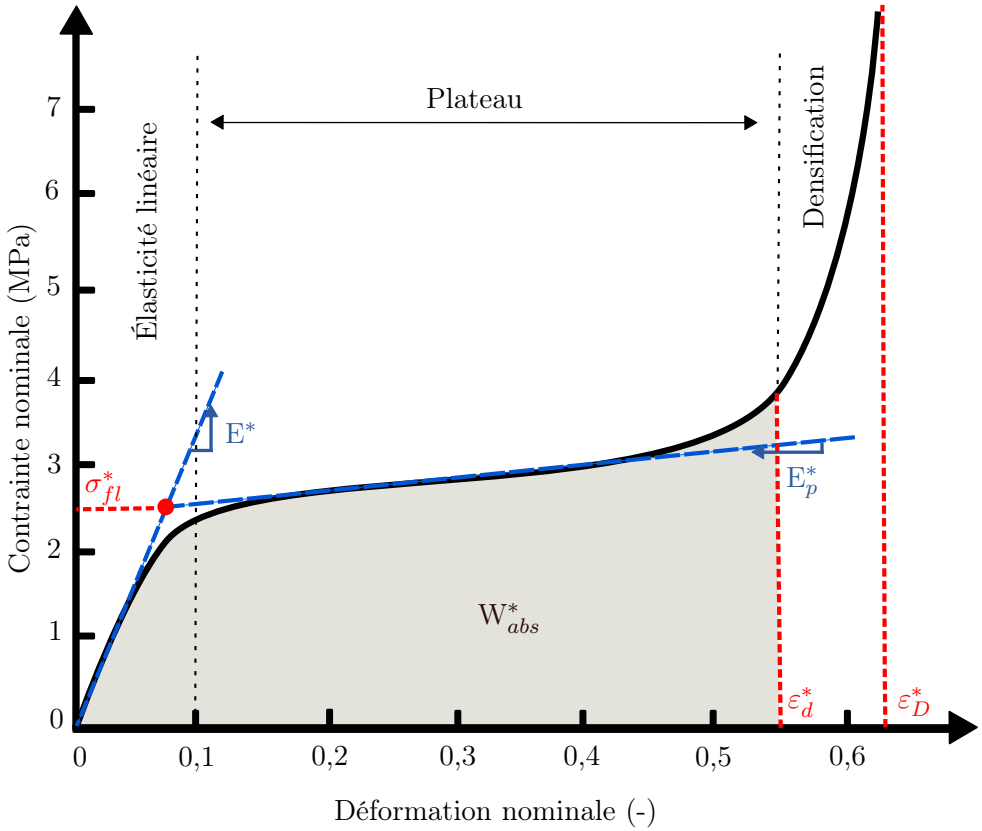


Figure 1.10 – Exemple d'une réponse courbe contrainte/déformation d'un matériau cellulaire sous compression uni-axiale. Les paramètres matériaux classiquement étudiés sont indiqués.

de la densification ε_d^*. Le matériau cellulaire est totalement densifié lorsqu'il atteint la déformation ε_D^*. L'**énergie absorbée à densification** $W_{abs}^*(\varepsilon_d^*)$ correspond à l'énergie cinétique convertie juste avant le début de la densification qui commence à ε_d^* :

$$W_{abs}^* = \int_0^{\varepsilon_d^*} \sigma^*(\varepsilon^*) d\varepsilon^*. \tag{1.4}$$

1.2.2.2 Pertinence de ces paramètres

Ces paramètres macroscopiques sont généralement utilisés à des fins industrielles pour dimensionner des pièces mais également à des fins académiques pour comparer différentes matériaux cellulaires.

Cependant, la section précédente a souligné le caractère poreux des matériaux cellulaires. La pertinence du calcul d'une contrainte macroscopique peut donc se poser, à partir du moment où la surface du matériau n'est pas constante et n'est évidemment pas égale à celle de l'éprouvette macroscopique.

De plus le calcul de la déformation nominale ϵ^* est réalisé dans l'hypothèse des petites perturbations. Étant les déformations importantes atteintes par les matériaux cellulaires (fig. 1.10), le calcul de la déformation logarithmique ε^* semble plus adapté. Celle-ci s'obtient alors selon l'équation suivante :

$$\varepsilon^* = ln(1 + \epsilon^*) = ln\left(1 + \frac{h(t) - h_0}{h_0}\right) \tag{1.5}$$

1.2.2.3 Absorption d'énergie en compression

La fig. 1.10 montre la présence d'un plateau de la contrainte important pour les matériaux cellulaires lors d'une sollicitation en compression. Ce plateau implique que pour une même énergie mécanique absorbée W^*_{abs}, les contraintes atteintes sont bien plus importantes dans le cas d'un matériau dense (fig 1.11).

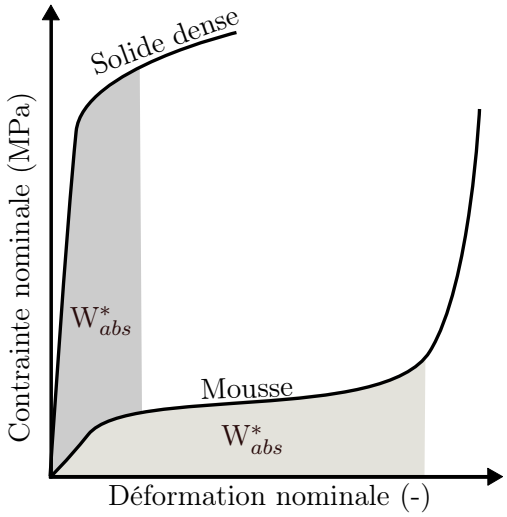


Figure 1.11 – Comparaison des niveaux de contrainte nominale entre un matériau solide et une mousse à même niveau d'énergie absorbée.

Cette caractéristique est exploitée dans des applications structurales où une grande quantité d'énergie cinétique doit être convertie pour une contrainte relativement faible et constante. Cette performance d'absorption d'énergie mécanique est généralement évaluée à travers un essai de compression uni-axiale.

1.2.2.4 Mécanismes des trois principaux régimes

À l'origine des trois principaux stades du comportement mécanique spécifiques aux matériaux cellulaires, visibles sur la fig. 1.10, Gibson et Ashby [1997] évoquent les mécanismes de déformation ayant lieu à l'échelle micro, c'est-à-dire la déformation de la structure cellulaire.

Zone élastique linéaire

Le régime élastique ou pseudo-élastique, à faibles déformations (moins de 5%), est souvent caractérisé par des déformations relativement homogènes à l'échelle macroscopique [Gibson et Ashby, 1997].

Dans le cas de mousses à cellules fermées, trois mécanismes ont été identifiés comme contribuant à la rigidité initiale E^* (fig. 1.12).

Les mousses à porosités fermées se déforment par flexion de leur parois cellulaires (fig. 1.12) et d'après Gibson et Ashby [1997], il s'agit de leur principal mode de déformation. Ils donnent alors une expression de la rigidité $E^*_{flexion}$ qui en découle, qui est similaire à celle pour les cellules ouvertes,

$$\frac{E^*_{flexion}}{E_s} = C_1 \phi^2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2, \tag{1.6}$$

avec C_1, une constante qui peut être approximée à 1 [Gibson et Ashby, 1997].

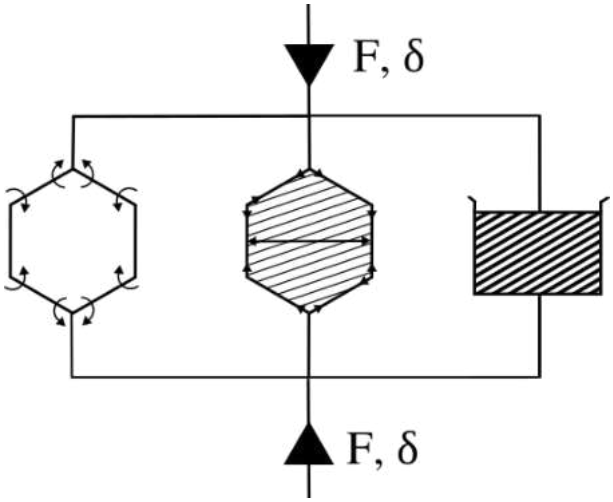


Figure 1.12 – Mécanismes de déformation principaux à l'échelle microscopique dans les matériaux cellulaires.

Deux autres phénomènes ont également été identifiés comme jouant un rôle dans la rigidité du matériau en régime linéaire.

D'abord la compression du gaz piégé dans les cellules fermées peut influencer la rigidité du matériau ((fig. 1.12c). Skochdopole et Rubens [1965] ont proposé un modèle qualitatif de la réponse de l'air suggérant que celui-ci agissait en parallèle de la structure polymère lorsque la mousse était comprimée. Pour de faibles déformations, dans le cas qu'une compression isotherme, il est possible d'exprimer cette contribution par

$$\frac{E^*_{gaz}}{E_s} = \frac{p_0(1-2\nu^*)}{E_s(1-\rho^*/\rho_s)}. \tag{1.7}$$

avec ν^*, coefficient de Poisson qui correspond au rapport des déformations latérale et axiale. Il dépend principalement de la géométrie de la cellule.

L'hypothèse est ici faite qu'il n'y a pas de synergie entre l'augmentation de la pression et la tenue de la structure mésoscopique.

Un étirement des parois cellulaires ((fig. 1.12b) peut finalement avoir lieu dans la direction perpendiculaire à la direction de sollicitation. En considérant une traction uniaxiale de cette paroi, on a alors une rigidité due à ce phénomène exprimée par

$$\frac{E^*_{etirement}}{E_s} = C_2(1-\phi)\frac{\rho^*}{\rho_s}, \tag{1.8}$$

avec C_2, une constante qui peut être approximée à 1 Gibson et Ashby [1997].

Finalement, le module d'Young mesuré expérimentalement serait la résultante de ces trois contributions. Cependant on peut noter ici que ni la température, ni la vitesse de déformation ne sont considérées dans ces équations. Ces deux conditions expérimentales ont pourtant une influence important sur la rigidité initiale des matériaux cellulaire comme cela sera montré par la suite [Rinde et Hoge, 1971].

Cette modélisation analytique relativement simple semble être bien adaptée à différents types de matériaux cellulaires, qu'ils soient métalliques [Amsterdam *et al.*, 2008] ou polymères [Marvi-Mashhadi *et al.*, 2020].

Certains matériaux cellulaires présentent cependant un comportement initial élastique linéaire qui n'est pas forcement réversible. En effectuant des essais de compression cyclique, Sun

et al. [2016a] ont montré que la pente initiale était différente entre charge et décharge pour des mousses d'aluminium et des mousses polymères. Cette différence a été attribuée à un phénomène de localisation de l'endommagement (micro-fissuration, micro-plasticité) généré dès la mise en charge de l'éprouvette.

En présence de ces phénomènes, il serait plus judicieux d'identifier le module d'Young lors de la phase de décharge. De plus la phase de décharge d'un matériau cellulaire présente généralement une non-linéarité importante qui n'est pas prise en compte avec ce modèle élastique [Mills, 2007c].

Zone plateau

Le plateau est associé au flambement progressif des cellules. Ce flambement se produit lorsque la contrainte atteint une contrainte seuil. Celui-ci débuterait à la fin de la phase linéaire lorsque la courbe $\sigma = \mathrm{f}(\varepsilon)$ commence à présenter une forte non-linéarité. Pourtant des observations réalisées par Elliott *et al.* [2002] suggèrent le changement de pente s'apparente plutôt à des flexions et des réorientations dans un ensemble de cellules.

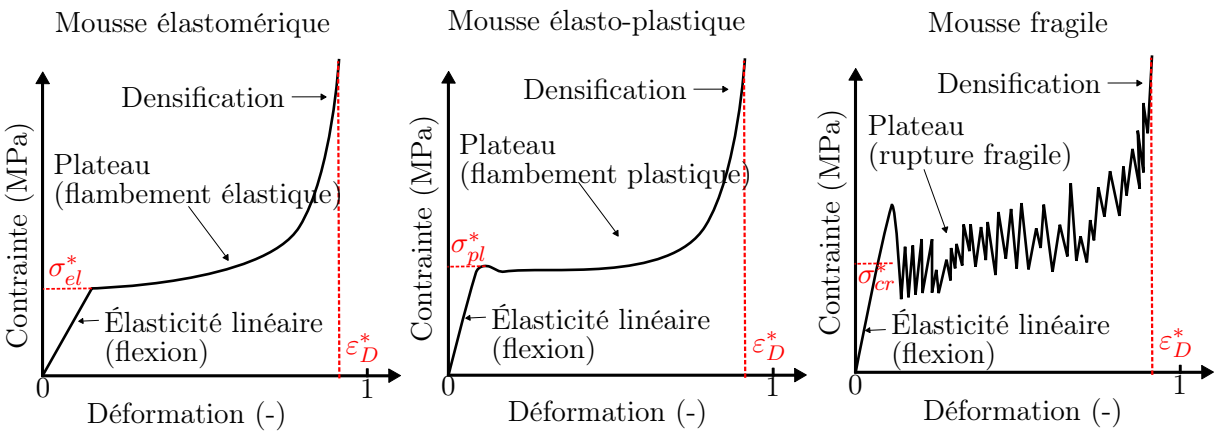


Figure 1.13 – Courbes contrainte/déformation de différents types de mousse identifiés par Gibson et Ashby [1997] : élastomérique, élasto-plastique et fragile.

Trois comportements mécaniques distincts (élastomérique, élastoplastique et fragile) peuvent être envisagés à partir du plateau (fig.1.13) [Gibson et Ashby, 1997].

À ces trois comportements (fig. 1.13), trois types de mécanismes de déformation ont été associés (fig. 1.14), reliant ainsi comportement de la structure à l'échelle macroscopique à celui des modes de déformation de la cellule à l'échelle microscopique.

— Pour un comportement élastomérique [Daphalapurkar *et al.*, 2008], le plateau de contrainte est régie par le flambement élastique de cellules (fig. 1.14a).

— Une mousse élasto-plastique a un plateau de contrainte induit par la formation de rotules plastiques lors du flambement de ses parois cellulaires [Bastawros *et al.*, 2000; Kidd *et al.*, 2012] (fig. 1.14b).

— Dans un comportement élastique-fragile, l'étape du plateau est due à une succession de micro-ruptures fragiles des cellules (fig. 1.14c). La phase plateau du comportement mécanique macroscopique n'est alors pas aussi linéaire que dans les deux cas précédents (fig. 1.13).

De ces grandes catégories de comportement mécanique, certains comportements peuvent être hybrides. Les mécanismes de déformation sont généralement complexes et parfois difficiles à

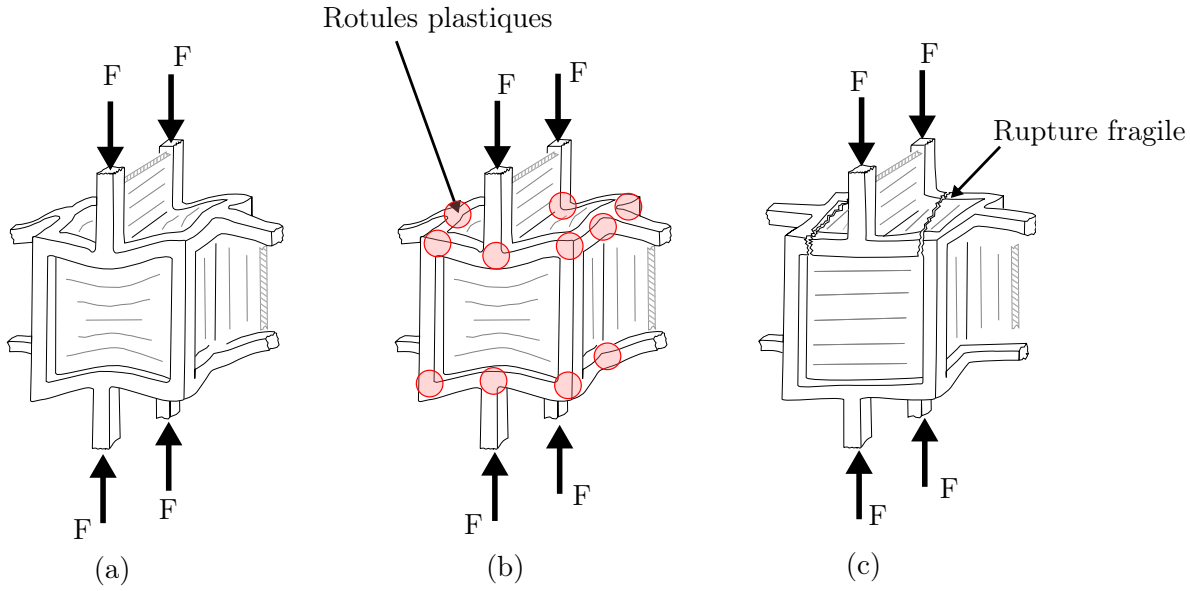


Figure 1.14 – Modes de déformation des cellules fermées, schéma adapté de [Gibson et Ashby, 1997]. (a) Flambement élastique (b) Flambement plastique. (c) Rupture fragile.

synthétiser car la microstructure et le matériau constitutif varient d'une étude à l'autre et ont une grande influence sur ces mécanismes.

L'identification de ces mécanismes peut passer par divers essais mécaniques en lien avec une observation de la microstructure post-mortem [Bouix *et al.*, 2009] ou une évolution de la microstructure pendant un essai mécanique [Dillard *et al.*, 2005; Kader *et al.*, 2017].

Pour les matériaux cellulaires à cellules fermées élastomériques, Gibson et Ashby [1997] proposent que cette contrainte soit estimée analytiquement à partir de la force de flambement d'Euler ainsi que la pression du gaz interne :

$$\frac{\sigma_e^* l}{E_s} = 0,05 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2 + \frac{p_0 - p_{at}}{E_s}. \tag{1.9}$$

Des critiques sur le travail de Gibson et Ashby [1997] ont ainsi été fait par Mills [2007c]. D'après lui, leur hypothèse d'un effondrement purement élastique dans le cas de mousses élastomériques ne peut rendre compte du caractère non-linéaire de la décharge pour des mousses PE. Il souligne également que l'obtention de certains paramètres matériaux n'ont parfois pas de réalité physique. Le modèle de Gibson et Ashby [1997] arrive par exemple à la conclusion que dans les mousses à cellules fermées thermoplastiques, les faces ne jouent qu'un rôle minime par rapport aux arêtes dans la phase de flambement.

Ses remarques éclipsent cependant l'approche générique, orienté comme un outil pour les ingénieurs, voulue par Gibson et Ashby [1997].

Des travaux récents, réalisés par Duan *et al.* [2019], indiquent la présence d'une densité relative critique, en dessous de laquelle un matériau cellulaire se déforme principalement par flexion des bords des cellules, et au-delà de laquelle domine l'étirement des membranes cellulaires.

Le flambement, qu'il soit élastique ou plastique, conduit à une forte hétérogénéité des déformations avec l'apparition de bandes de localisation de déformation. Une densification perpendiculaire à la direction de chargement est observée à la surface d'éprouvettes de mousses en compression uniaxiale [Gibson et Ashby, 1997; Viot *et al.*, 2005]. Ces bandes se propagent sur une large plage de déformations formant ainsi le plateau du comportement macroscopique.

Pour caractériser cette phase plateau sensiblement linéaire dans le cas de mousses élastomé-

riques ou élasto-plastiques, la pente du plateau, E_p^* est définie.

La pente non nulle de ce plateau serait principalement liée à la partie fluide des matériaux cellulaires. Lorsque les cellules sont ouvertes, le gaz présent dans les cellules circulent librement et le plateau de contrainte est sensiblement horizontal en régime quasi-statique.

Dans le cas d'un matériau cellulaire à cellules fermées, le gaz comprimé à l'intérieur engendre une augmentation de la pression au cours du chargement, ce qui pourrait expliquer la pente positive du plateau. Rusch [1969] proposent que la contribution du gaz comprimé, dans l'hypothèse d'un processus isotherme, s'exprime par

$$\sigma_{gaz}^* = \frac{p_a \varepsilon f}{1 - \varepsilon - \rho^*/\rho_s}, \tag{1.10}$$

avec p_a, la pression atmosphérique (la pression du gaz dans les cellules non-déformées) et f la fraction de cellules fermées.

Gibson et Ashby [1997] considèrent que $f = 1$ et évoquent également l'étirement des parois comme une autre cause de l'augmentation de la contrainte pendant le plateau. Toutefois ils supposent que cette contribution est minime car en retirant la contribution du gaz calculée par l'éq. 1.11, les plateaux de mousses de PE testées deviennent horizontaux. Ils proposent ainsi un comportement des matériaux cellulaires à cellules fermées dans la phase plateau après effondrement basé sur la compression du gaz. Dans le cas d'une compression isotherme, cette contribution pourrait alors être exprimée par

$$\frac{\sigma^*(\varepsilon)}{E_s} = 0,05 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2 + \frac{p_0 \varepsilon}{E_s(1 - \varepsilon - \rho^*/\rho_s)}. \tag{1.11}$$

avec p_0, pression initiale du gaz à l'intérieur des cellules.

Cette modélisation analytique basée simplement sur l'augmentation de la pression due au gaz peut paraître simpliste comme le fait remarquer [Sun et Li, 2015]. Dans le cas de mousses polymères dont la pression à l'intérieur d'une cellule est proche de celle atmosphérique, cette simplification semble toutefois relativement adéquate pour décrire la phase plateau dans le matériau cellulaire comme l'illustrent les travaux de Marvi-Mashhadi *et al.* [2020] visible sur la fig. 1.15. L'expression analytique obtenue à partir des travaux de Gibson et Ashby [1997] dont les paramètres ont été obtenus par identification sur courbes expérimentales y est tracée et est comparée à une courbe expérimentale et à une simulation par éléments finis de la compression de la microstructure réelle obtenue par tomographie à rayons X.

Cependant l'expression 1.11 est obtenue à partir de l'hypothèse de petites déformations dans le calcul de la déformation volumique. Or à partir du moment où les parois cellulaires flambent, les déformations locales dans les matériaux cellulaires se révèlent être assez importantes comme observé par Elliott *et al.* [2002] et Daphalapurkar *et al.* [2008]. En tenant compte de cela, une autre expression utilisant la même approche analytique a été proposée par Sun et Li [2015] pour décrire le comportement mécanique après flambement.

$$\Delta\sigma = \left\{ \frac{1 - \rho^*/\rho_s}{1 - \rho^*/\rho_s - (1 - 2\nu)\varepsilon} \left[\left(\frac{\dot{\varepsilon}_{a-c} - \dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_{a-c} - \dot{\varepsilon}_{i-c}} \right) + \left(\frac{\dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}_{i-c}}{\dot{\varepsilon}_{a-c} - \dot{\varepsilon}_{i-c}} \right) \left(\frac{1 - \rho^*/\rho_s}{1 - \rho^*/\rho_s - (1 - 2\nu)\varepsilon} \right)^{\gamma - 1} \right] - 1 \right\} p_0. \tag{1.12}$$

avec ν, le coefficient de Poisson macroscopique du matériau cellulaire, γ la capacité thermique du matériau cellulaire, $\dot{\varepsilon}_{i-c}$ la vitesse de déformation en dessous de laquelle le phénomène de compression est isotherme et $\dot{\varepsilon}_{a-c}$, la vitesse de déformation au-delà de laquelle le phénomène

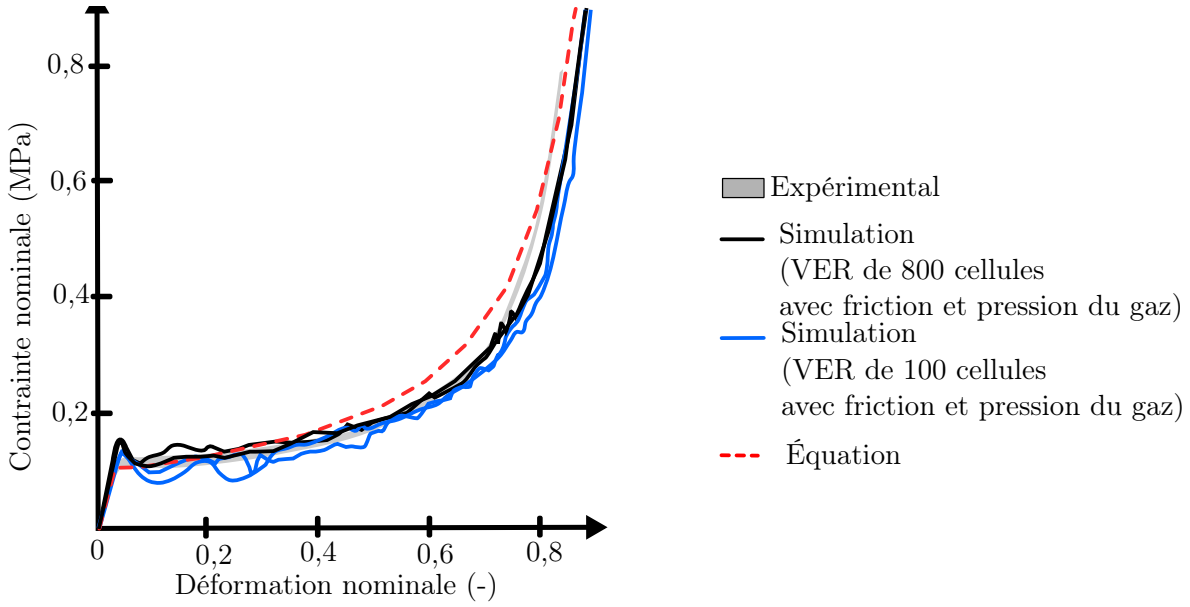


FIGURE 1.15 – Comparaison entre des résultats expérimentaux, une simulation numérique d'un jumeau numérique et une modélisation analytique du comportement mécanique en compression en régime quasi-statique d'une mousse de PU (adaptés de [Marvi-Mashhadi *et al.*, 2020]).

de compression est adiabatique (pas d'échanges thermiques).

Ces modélisations se basent uniquement sur l'influence du gaz sans prendre en compte l'influence de la microstructure ou l'évolution du comportement mécanique du matériau constitutif (ou en le considérant comme élastoplastique parfait), pourtant sollicité localement à de hauts niveaux de contraintes.

Ainsi de plus récents travaux montrent que la pente non nulle du plateau pourrait dépendre à la fois d'effets architecturaux et du comportement visco-plastique du matériau constitutif des parois [Marcadon, 2019] dans le cas de mousses métalliques. Par modélisation par éléments finis 2D d'une mousse métallique à cellule ouverte, Mangipudi *et al.* [2010] ont montré que la combinaison d'effets architecturaux (localisation des contraintes) et d'écrouissage du matériau constitutif pourraient être à l'origine de cette pente.

Zone de densification

La frontière à partir de laquelle cette phase plateau s'achève n'est pas triviale à déterminer car elle est en principe associée à un changement de mécanisme de déformation, changement qui se produit progressivement à l'échelle locale. Les parois des cellules se rapprochent et entrent alors en contact. Une augmentation rapide de la contrainte macroscopique est ainsi constatée à partir de ε_d^*.

La densification totale correspond à un état où presque toutes les cellules se sont effondrées à ε_D^*

Au premier abord, cette déformation à densification totale devrait alors être égale à la porosité du matériau puisqu'elle correspond à un état où toutes les porosités ont été fermées, on aurait alors,

$$\varepsilon_D^* = 1 - \frac{\rho^*}{\rho_s}. \tag{1.13}$$

Cependant, expérimentalement, Maiti *et al.* [1984] ont montré que la déformation à l'initiation

de la densification ε_d^* avait lieu à une valeur plus faible de déformation (fig. 1.16).

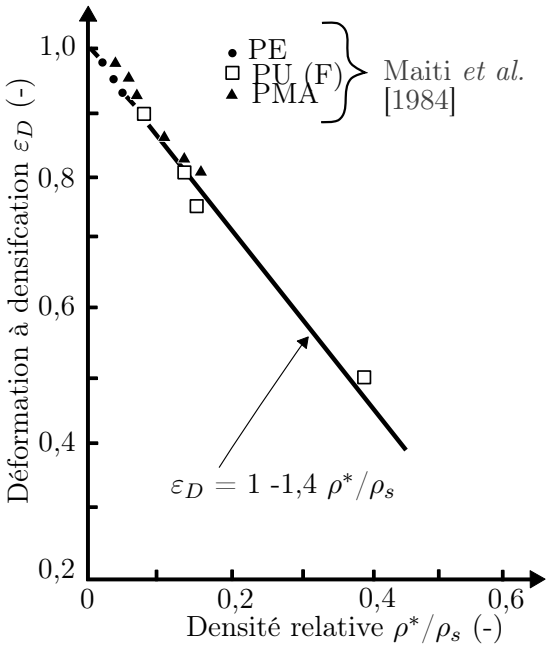


Figure 1.16 – Déformation à densification fonction de la densité relative de matériaux cellulaires testés par Maiti *et al.* [1984].

En se basant sur ces résultats expérimentaux, Gibson et Ashby [1997] proposent l'expression suivante, sans vraiment expliquer l'origine d'un tel phénomène :

$$\varepsilon_D^* = 1 - 1,4\,\frac{\rho^*}{\rho_s}. \tag{1.14}$$

Pour comprendre les mécanismes mis en jeu, des observations par tomographie à rayons X ont été réalisées lors d'essais de compression jusqu'à l'étape de densification par Dillard [2004] sur des mousses de nickel ou par Elliott *et al.* [2002] sur des mousses de polyuréthane (fig. 1.17), à chaque fois pour des matériaux cellulaires à cellules ouvertes.

Ces études montrent que des contacts entre parois cellulaires peuvent apparaître bien avant l'augmentation de la contrainte macroscopique (fig. 1.17vi). Et au contraire, les contacts semblent généralisés bien après le début de la densification (fig. 1.17viii).

Le début de la phase de densification ne s'apparente donc pas à un état où les matériaux cellulaires sont complètement compactés.

Le nombre d'étude s'intéressant à la phase de densification à l'échelle des cellules reste restreint. Les mécanismes à l'origine de l'augmentation de la contrainte macroscopique ne sont donc pas encore bien compris dans un cadre général. De plus, du fait de la pluralité des méthodes utilisées pour caractériser ε_d^* et ε_D^* et une confusion entre ces deux déformations, ce phénomène reste également mal décrit à l'échelle macroscopique [Li *et al.*, 2006].

Gibson et Ashby [1997] supposent que le comportement au delà de cette déformation ε_d^* se rapprocherait peu à peu de celui du matériau constitutif des parois. Toutefois, la mesure de la pente dans la phase de densification, même à de hauts taux de déformation [Ouellet *et al.*, 2006], pour différents matériaux cellulaires est généralement de plusieurs décades inférieure au module d'Young du matériau constitutif des parois E_s.

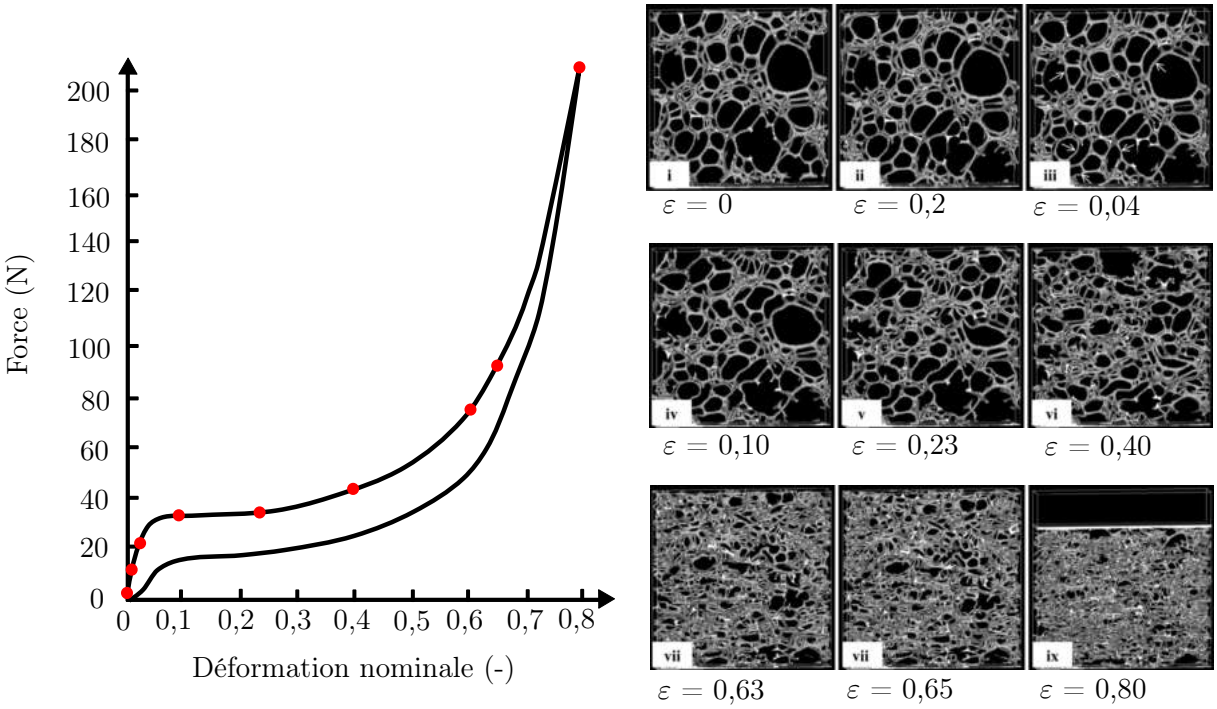


Figure 1.17 – Courbe contrainte/déformation d'une mousse de PU et reconstructions volumiques réalisées à partir de données tomographiques à différents taux de déformation (reporté sur la courbe expérimentale). Issus des travaux de Elliott *et al.* [2002].

1.2.2.5 Comportement mécanique sous sollicitation cyclique

Mills [2007c] a fait le constat en 2007 que le comportement mécanique à décharge des matériaux cellulaires à cellules fermées était généralement peu étudiée et d'autant moins pris en compte dans les modèles, analytiques ou numériques. Les essais cycliques permettent cependant d'affiner la caractérisation du comportement mécanique des matériaux cellulaires. Les trois grandes catégories de comportements mécaniques (élastomérique, élasto-plastique et fragile) possèdent ainsi chacun un comportement sous sollicitation cyclique distinct.

Mousses visco-élastiques

Les travaux de Elliott *et al.* [2002], bien que ne s'attardant pas sur la décharge, montrent l'aspect de la courbe contrainte/déformation dans le cas d'une mousse PU (fig. 1.17). Dans ce cas, la courbe de décharge semble avoir le même comportement que la courbe de charge, mis à part un léger décalage causé par le comportement visco-élastique du matériau constitutif [Deng *et al.*, 2004].

Cela pourrait indiquer que dans ce type de mousses, les principaux mécanismes liés à la dissipation d'énergie sont causés par le caractère visqueux du matériau constitutif des parois.

Après un nombre important de cycles à une déformation importante ($\varepsilon = 0{,}59$), la contrainte est moins importante qu'aux premiers cycles, principalement à cause des mécanismes de rupture au niveau des parois et arêtes cellulaires [Shen *et al.*, 2001].

Mousses ductiles et fragiles

La majeure partie des matériaux cellulaires étudiés possèdent un comportement mécanique lors d'une compression cyclique différent de celui décrit au-dessus. À partir du plateau, il a été constaté pour des mousses d'aluminium [McCullough *et al.*, 1999] et polymères [Flores-Johnson

et al., 2008] que le module de décharge diminuait avec la déformation jusqu'au début de la phase de densification.

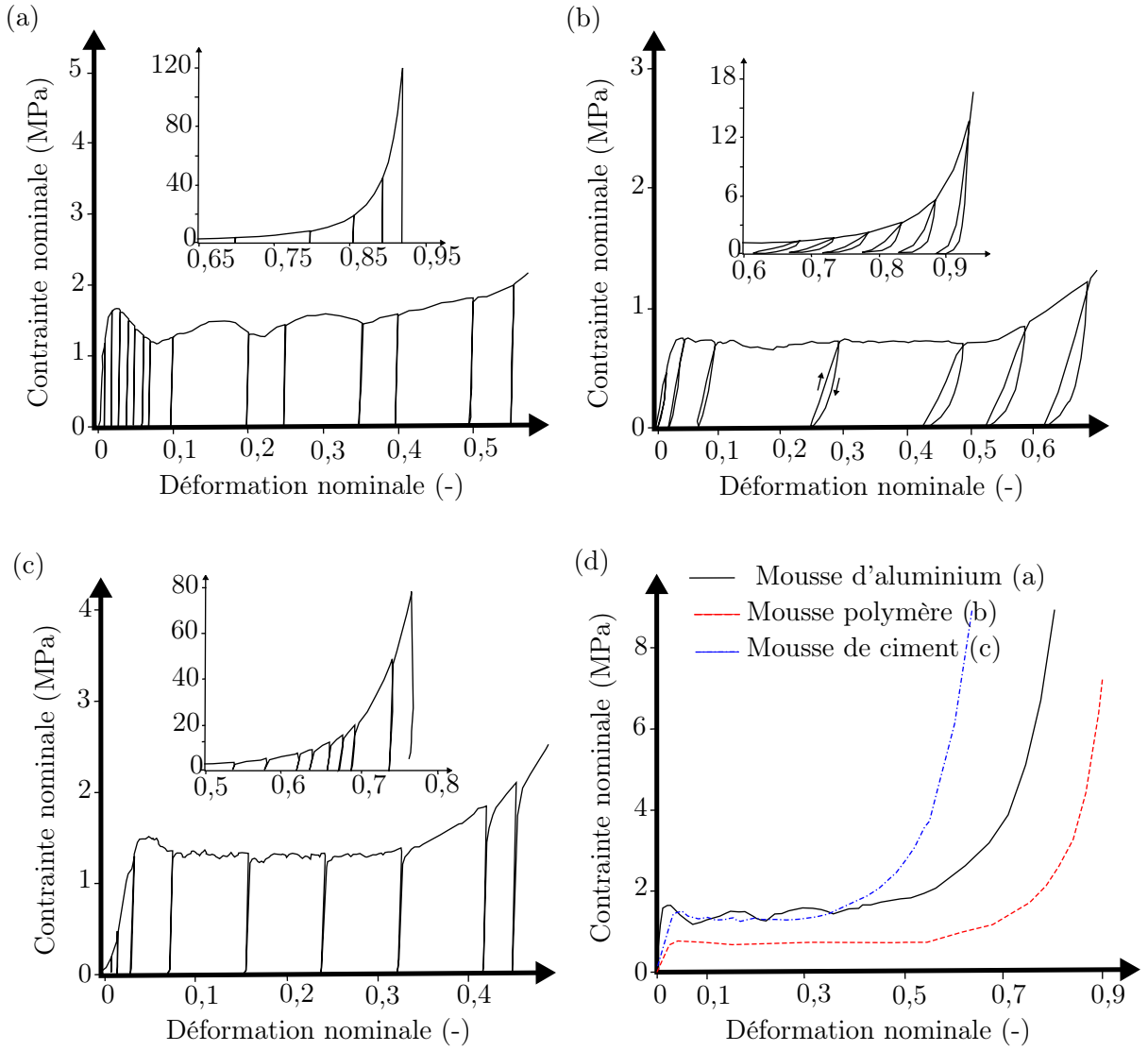


Figure 1.18 – Courbes expérimentales types de contrainte-déformation pour (a) la mousse métallique (aluminium), (b) la mousse de polymère, (c) la mousse de ciment renforcée de fibres ; et (d) une comparaison des courbes de contrainte-déformation (à l'exclusion des parties de déchargement) de différents types de mousses à cellules fermées. Les encadrés montrent les réponses élevées aux contraintes de compression. Schéma adapté de [Sun *et al.*, 2016a].

McCullough *et al.* [1999] ont attribué cela au changement de la géométrie des cellules avec la déformation. Flores-Johnson *et al.* [2008] ont suggéré que la diminution du module d'élasticité était due à une déformation hétérogène (c'est-à-dire à un écrasement plastique progressif des cellules). Ils ont alors proposé un modèle traduisant la dégradation du module en fonction de la déformation nominale. L'accumulation de micro-dommages (c'est-à-dire de micro-fissures) sous compression uniaxiale semble être à l'origine de cette diminution [Moore et Gibson, 2001, 2002] pour l'os trabéculaire, matériau naturellement cellulaire. Pour tous les matériaux cellulaires étudiés, lorsque l'étape de densification est atteinte, toutes les cellules sont écrasées. Une augmentation significative de la densité et une augmentation rapide du module élastique pendant la phase de densification sont alors observées [Despois *et al.*, 2006; Flores-Johnson *et al.*, 2008].

Une autre étude reliant les changements de la structure cellulaire aux variations du module élastique pour les mousses ductiles et fragiles a également été menée [Sun *et al.*, 2016a]. Trois mousses, une métallique (élasto-plastique), une de ciment renforcée par des fibres (fragile) et une polymérique (élastomérique) ont été étudiées (fig. 1.18). Les deux premiers matériaux cellulaires démontrent un retour élastique quasi-nul à chaque décharge successive (fig. 1.18a et b). L'énergie est dans ces cas-là principalement dissipée par des phénomènes de déformation plastique et de rupture, respectivement.

Mousses visco-élasto-plastiques

La mousse polymérique étudiée par Sun *et al.* [2016a], au contraire des deux autres, démontre une déformation résiduelle moindre et son comportement à décharge semble bien différent de celui en phase de charge (fig. 1.18c), contrairement à la mousse PU étudiée par [Deng *et al.*, 2004]. La présence d'une telle hystérésis est observée pour un grand nombre de mousses polymériques Hou *et al.* [2014]; Flores-Johnson *et al.* [2008]; Art [1994].

Les travaux de Marvi-Mashhadi *et al.* [2020], prenant en compte l'influence de la pression interne causée par le gaz et de les frottements entre cellules par une simulation par éléments finis à partir d'une microstructure idéale sur un matériau constitutif élastique parfaitement plastique semblent bien reproduire le comportement à décharge dans ses derniers instants d'une mousse PU présentant un tel comportement (fig. 1.19c). On peut donc attribuer ce comportement au retour élastique des parois cellulaires. Ces travaux n'arrivent cependant pas à simuler le comportement mécanique lors d'un nouveau chargement, l'hystérésis n'apparaissant pas. Cela peut s'expliquer pas la non-prise en compte du caractère visqueux du matériau constitutif des parois.

Ainsi, sans prendre en compte la viscosité du matériau constitutif des parois, une non-linéarité apparaît dans le comportement à décharge à cause de l'appariton de rotules plastiques au niveau de certaines parois cellulaires. Ce qui semble confirmer les hypothèses de Mills [2007c] sur l'apparition de phénomènes plastiques, même pour des mousses parfois caractérisées d'élastomériques.

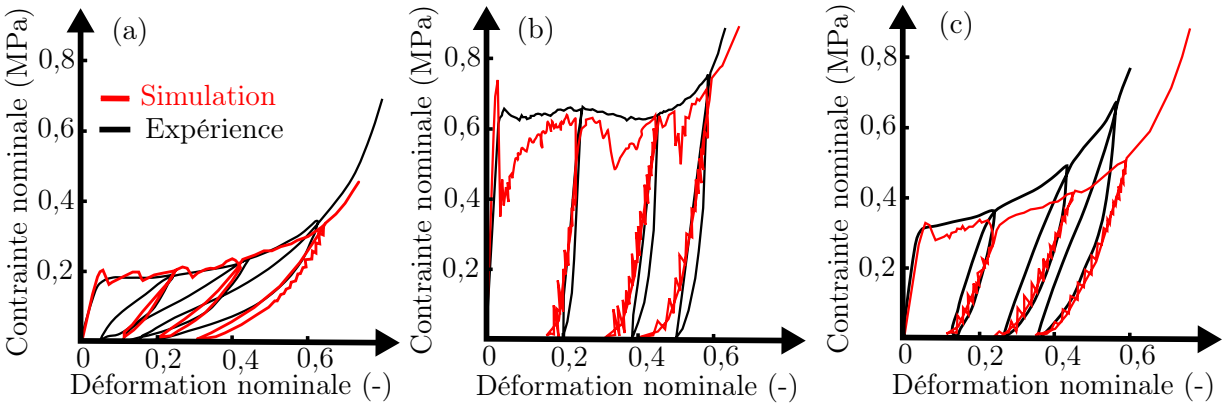


Figure 1.19 – Courbe contrainte/déformation expérimentale et simulée du comportement en compression cyclique d'une mousse isotrope (a), d'une mousse anisotrope testée dans la direction d'élongation des cellules (b), d'une mousse anisotrope testée dans la direction perpendiculaire à la direction d'élongation des cellules (c). Schéma adapté de [Marvi-Mashhadi *et al.*, 2020].

Un autre point intéressant concerne la chute brutale de la contrainte, au début de la décharge. La simulation proposée par Marvi-Mashhadi *et al.* [2020] ne représente pas la baisse brutale. Encore une fois, cela pourrait être dû à la visco-élasticité du matériau constitutif des parois, qui peut présenter un tel comportement contrairement aux métaux.

Grâce à des essais cycliques de compression/traction, entrecoupés d'une relaxation des contraintes, le comportement mécanique à décharge et recharge de tels matériaux cellulaires peut-être relié aux mêmes mécanismes de déformation que ceux du premier chargement [Koissin et Shipsha, 2006].

1.2.3 Cas spécifiques des matériaux cellulaires multi-échelles

À l'échelle macroscopique, le comportement mécanique en compression d'un matériau cellulaire multi-échelles est similaire à celui d'un matériau cellulaire mono-échelle de même densité, en régime quasi-statique ou dynamique comme observé pour une mousse de PPE par Bouix *et al.* [2006]. On y retrouve les différentes phases caractéristiques d'un tel comportement : régime linéaire, plateau et densification.

Cependant dans les matériaux cellulaires multi-échelles, la présence de grains et donc d'interfaces entre eux peut venir perturber la seule dépendance des mécanismes de déformation aux matériaux constitutif et à la structure à l'échelle micro. Un effet du caractère multi-échelles sur les mécanismes de déformation locaux ont ainsi été observés [Roux *et al.*, 2008].

1.2.3.1 Influence de la mésostructure

Hétérogénéité des champs de déformation

Les déformations locales dans un matériau cellulaire mono-échelle sont hétérogènes à partir de la phase plateau à cause du flambement de certaines cellules.

Une hétérogénéité des déformations microscopiques est également observée par Roux *et al.* [2008] dans les matériaux cellulaires multi-échelles à l'intérieur d'un même grain. Toutefois, ils ne montrent pas si le processus de déformation est identique à celui d'un matériau cellulaire mono-échelle.

À l'échelle mésoscopique, les grains de mousse ne sont pas affectés de manière homogène par la sollicitation mécanique. Une deuxième hétérogénéité au niveau des déformations, entre grains cette fois, est observée [Viot et Bernard, 2007; Viot *et al.*, 2007].

Plusieurs facteurs pouvant avoir un effet sur le processus de déformation à l'échelle mésoscopique ont pu être décrits, comme la densité des grains ou la microstructure.

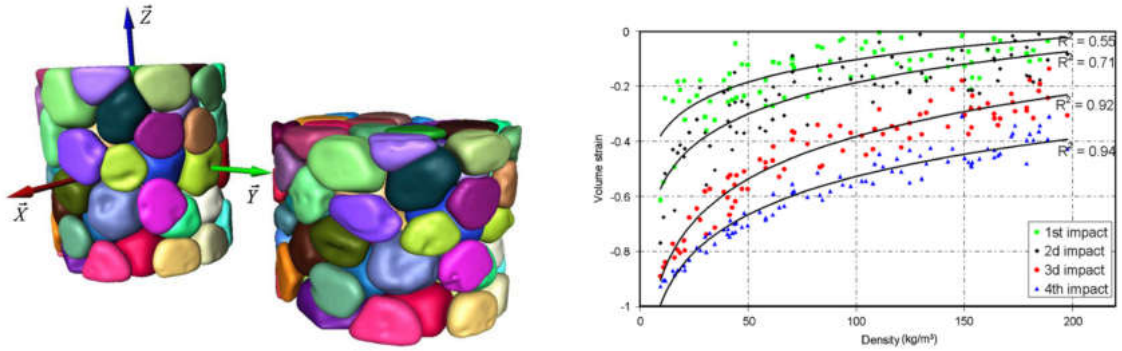
Influence de la distribution de la densité des grains

Les grains, constituant la mésostructure d'un matériau cellulaire mutli-échelles sont caractérisés par une géométrie, un volume et une densité propre, qui selon les matériaux cellulaires peuvent être plus ou moins dispersés.

Une corrélation significative entre le changement de volume des grains au cours d'un chargement en régime dynamique et leur densité a pu être constaté par Viot *et al.* [2008]. Les grains les moins denses se déforment plus que les grains plus denses (et donc plus rigides) (fig. 1.20(b)).

Ce constat pourrait sembler plutôt évident étant donné les nombreuses études qui ont déjà montré l'influence de la densité d'un matériau cellulaire mono-échelle sur son comportement macroscopique : typiquement, une mousse plus dense présente un comportement mécanique en compression avec des contraintes macroscopiques plus importantes pour une même déformation macroscopique. Ils permettent toutefois de confirmer l'importance de l'échelle mésoscopique dans les matériaux cellulaires multi-échelles.

De plus la densité des grains n'est pas le seul paramètre qui influence la réponse mécanique d'un matériau cellulaire multi-échelles. Des grains de densité comparable peuvent ainsi présenter



(a) Reconstruction 3D

(b) Densité vs déformation

Figure 1.20 – (a) Reconstruction de la morphologie de grains d'une éprouvette de PPE. Avant compression (gauche) et après deux impacts consécutifs (droite). Chaque grain est identifié par une couleur. (b) Évolution de la déformation volumique résiduelle en fonction de la densité des grains après impact [Viot *et al.*, 2008].

des déformations après impact très différentes. À l'inverse des grains de densité très différentes ont présenté une évolution de leur déformation similaire [Viot *et al.*, 2008].

La nature des interfaces intergranulaires, la géométrie des grains ou la présence de macro-porosités pourraient expliquer l'observation de ces phénomènes. Cependant il est difficile de faire des hypothèses du fait du peu de données à cette échelle sur l'architecture et le comportement mécanique.

Influence des méso-porosités

Entre les grains de mousses agglomérés, des porosités ont été parfois observées. Du fait de l'échelle à laquelle ces porosités inter-granulaires peuvent être observées, elles peuvent être appelées méso-porosités. Les mousses de Brock, dont les méso-porosités sont plus importantes que des mousses EPP classiques, ont des propriétés mécaniques modifiées en comparaison aux mousses EPP [Mills et Gilchrist, 2007].

1.2.3.2 Influence de la microstructure

Endommagement des cellules

L'apparition de défauts à l'échelle de la microstructure, souvent observés dans les matériaux cellulaires multi-échelles à cause du processus de fabrication [Hossieny *et al.*, 2013] peuvent influencer les propriétés mécaniques et les phénomènes de localisation des déformations.

Un pré-endommagement local des cellules proches des interfaces observé par Mills et Gilchrist [2007] pour différents matériaux cellulaires multi-échelles cause ainsi une diminution de la contrainte plateau.

L'influence de l'endommagement de cellules périphériques sur le comportement mécanique d'un matériau cellulaire avait déjà été évoqué pour les matériaux cellulaires mono-échelle par Shim *et al.* [1992] ou par Fortes *et al.* [1999]. Dans le cas de matériaux cellulaires multi-échelles, le nombre de cellules périphériques et potentiellement pré-endommagées est bien plus important et doit donc être considéré pour décrire le comportement mécanique de ces mousses.

Taille des cellules

Bouix *et al.* [2009] ont étudié deux matériaux cellulaires multi-échelles de densité macroscopique comparable. Ces matériaux présentaient cependant des différences dans leur comportement

mécanique et leurs mécanismes de déformation.

La mousse dont les cellules sont petites (et dont les parois cellulaires sont plus fines) présente une déformation localisée sous la forme de bandes.

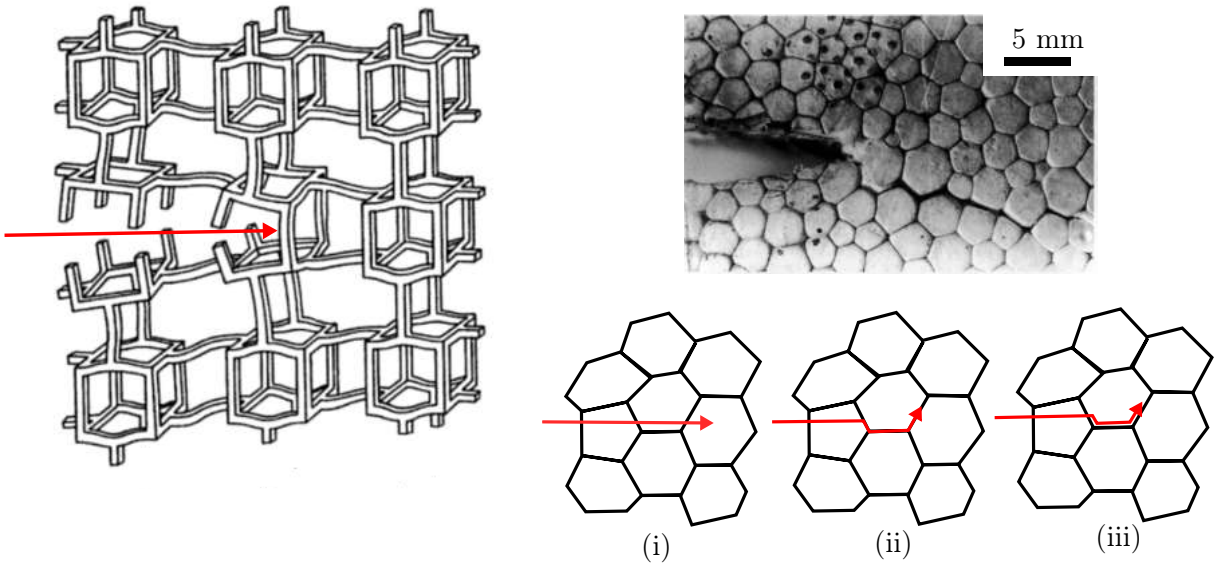
Au contraire pour le matériau cellulaire dont les cellules étaient dix fois plus grandes (dont les parois sont plus épaisses), la localisation des déformations semble avoir lieu dans des grains particuliers seulement. Ceux-ci ne sont pas nécessairement voisins. Dans ce cas, la mésostructure pourrait jouer un rôle prépondérant sur les mécanismes de déformation, ce qui entraîne une grande hétérogénéité des déformations.

Ces résultats montrent que la taille des cellules jouent un rôle important sur le comportement mésoscopique d'un matériau cellulaire multi-échelles. Il est cependant complexe d'aller plus loin dans l'analyse et de proposer un scénario de déformation en fonction de ce paramètre.

Le ratio taille de grains/taille de cellules pourrait avoir une influence sur le comportement mécanique d'un matériau cellulaire multi-échelles. Il pourrait y avoir une taille moyenne limite de cellule en-dessous de laquelle la mésostructure influence beaucoup moins le comportement mécanique.

1.2.4 Mécanismes de fissuration dans les matériaux cellulaires

En traction, les mécanismes de déformation divergent fortement de ceux en compression présentés précédemment [Gibson et Ashby, 1997]. Des mécanismes de rupture apparaissent dans les matériaux cellulaires au delà d'une certaine déformation en traction.



(a) Mousse mono-échelle (b) Mousse multi-échelles

Figure 1.21 – (a) Schéma de la propagation d'une fissure à travers une mousse fragile [Gibson et Ashby, 1997].(b) Cliché d'une fissure qui s'est propagée dans une mousse de agglomérée de PS et schéma illustrant les différents modes de propagation d'une fissure à travers les grains d'une mousse EPS multi-échelles Mills et Kang [1994].

Fissuration par incréments finis

Cette rupture, contrairement à des matériaux denses, n'avance pas de façon infinitésimale à l'échelle des cellules (fig. 1.21a). La fissure avance à mesure que localement des parois cellulaires sont rompues.

La rupture dans les mousses de polyuréthane rigides se produit ainsi perpendiculairement à la direction de chargement, par propagation de la fissure à travers les arêtes et les faces des cellules [Ridha et Shim, 2008]. Cela indique que la présence de faces peut influencer la direction de propagation de la fissure et donc la résistance à l'amorçage d'une fissure dans les mousses à cellules fermées, contrairement à des matériaux cellulaires à cellules ouvertes.

En considérant les matériaux cellulaires comme des milieux continus, le facteur d'intensité des contraintes K_{IC} peut alors être calculé. En réalisant des essais sur des mousses de carbone vitreuses à cellules ouvertes, Huang et Gibson [1991] ont montré que cette hypothèse était valide pour des mousses fragiles quand le ratio a/l, de la longueur de fissure a par rapport à la taille de la cellule l, était supérieur à 10.

Apport du multi-échelles

Les études s'intéressant aux mousses à base de grains ont montré que la méso-structure des grains avait une influence fondamentale sur les mécanismes de rupture. Contrairement aux matériaux cellulaires mono-échelle, la fissure peut ne plus se propager localement de façon perpendiculaire au chargement [Stupak *et al.*, 1991]. Ce type de mécanismes de fissuration ont pu être observés pour les mousses d'EPS par Moosa et Mills [1998] ou pour les mousses de PS par Mills et Kang [1994] (fig. 1.21b).

Après quelques millimètres de propagation à travers les grains, il a été observé que la fissure pouvait suivre ensuite les interfaces granulaires, soit à la limite entre deux grains (fig. 1.21b(ii)), soit dans le grain mais très proche de l'interface [Mills et Kang, 1994] (fig. 1.21b(iii)). Ce dernier mécanisme de propagation suggère que les cellules se situant à proximité des interfaces ont des propriétés mécaniques plus faibles que celles à l'intérieur d'un grain.

Bilan

À l'origine, les recherches sur le comportement mécanique des matériaux cellulaires s'étaient focalisées sur leur comportement à l'échelle macroscopique, mettant en évidence l'importance de la densité macroscopique sur le comportement mécanique. Depuis quelques années, de plus en plus d'études s'intéressent également au comportement mécanique du matériau constitutif et sa microstructure pour expliquer l'origine de différents phénomènes observés. De ce fait les modèles se complexifient afin de mieux prendre en compte la microstructure.

L'observation, la compréhension et la description des mécanismes de déformation est essentielle pour déterminer le bien fondé de certaines modélisations parfois peu représentatives de la réalité physique.

Peu de travaux ont cependant été réalisés sur l'étude du comportement mécanique des matériaux cellulaires multi-échelles en lien avec l'échelle mésoscopique. Pourtant la modification de la structure aux échelles mésoscopiques et microscopiques dans les matériaux cellulaires multi-échelles entraîne une modification des mécanismes de déformations à l'échelle micro et mésoscopique. En plus des mécanismes de déformation habituellement observés à l'échelle des cellules (flexion, flambement), un flambement des parois granulaires a pu être observé [Viot *et al.*, 2007; Bouix *et al.*, 2009].

Les caractéristiques morphologiques (taille, orientation, forme) et mécaniques (densité) des grains ont une influence sur la déformation locale et doivent donc être pris en compte dans une description détaillée du comportement mécanique. En fonction de la microstructure, les phénomènes de localisation des déformation peuvent être également très influencés par la mésostructure.

Cependant les mousses multi-échelles n'ont été étudiées qu'à une échelle très locale et l'organisation et l'évolution de leur mésostructure par rapport à l'échelle macroscopique n'a pas été étudiée. Ceci est principalement dû aux limites techniques des méthodes d'observation utilisées [Viot et Vacher, 2004].

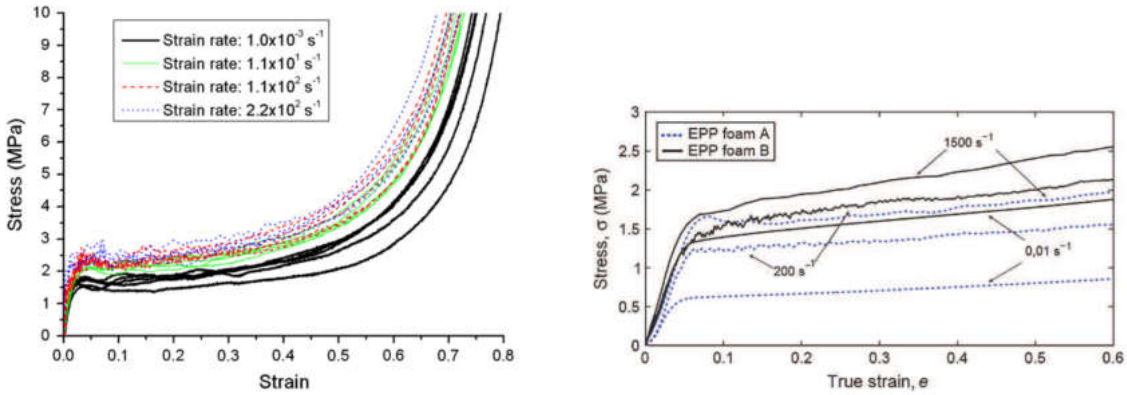
1.3 Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des matériaux cellulaires

Les conditions d'essai telles que le type de sollicitation [Gibson et Ashby, 1997; Li *et al.*, 2019], la vitesse de chargement [Nagy *et al.*, 1974], la température [Traeger, 1967] ou l'humidité relative (RH pour *Relative Humidity*) [Moreland *et al.*, 1994] sont autant de paramètres à prendre en compte dans la description du comportement mécanique de matériaux cellulaires.

Les matériaux cellulaires sont destinés à des applications diverses présentant une large plage de vitesses de sollicitations possibles [Nagy *et al.*, 1974]. Il est donc important de décrire l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique de tels matériaux.

1.3.1 Dépendance du comportement mécanique macroscopique

La sensibilité du comportement mécanique à la vitesse de déformation est observée sur un grand nombre de matériaux cellulaires, qu'ils soient issus de matériaux polymères [Viot *et al.*, 2005; Mills, 2011; Koohbor *et al.*, 2015] ou métalliques [Islam *et al.*, 2018; Liu *et al.*, 2018] comme le montrent respectivement les fig. 1.22(a) et 1.22(b).



(a) Mousse d'aluminium

(b) Mousse de PPE

Figure 1.22 – Courbes de contrainte/déformation à différentes vitesse de déformation macroscopiques. (a) Mousse d'aluminium [Shen *et al.*, 2010]. (b) Mousse de polypropylène expensée [Bouix, 2008]

1.3.1.1 Différents régimes de vitesses de déformation

Plusieurs régimes de vitesse de déformation sont distingués (fig. 1.23), selon la valeur de la vitesse de déformation moyenne [Sun et Li, 2018].

— En **régime quasi-statique**, le comportement mécanique d'un matériau cellulaire est principalement relié aux propriétés mécaniques du matériau constitutif, à la densité relative et l'architecture du matériau cellulaire considéré.

— En **régime dynamique**, de nouveaux phénomènes sont à prendre en compte. Premièrement le matériau constitutif a une dépendance propre à la vitesse de déformation, qui peut ne pas être mis en évidence en régime quasi-statique.

  Des effets d'inertie à l'échelle de la microstructure (relié à l'architecture du matériau cellulaire) peuvent également apparaître. Finalement, le gaz qui est soit comprimé, soit expulsé

peut jouer un rôle important dans la modification du comportement mécanique du matériau cellulaire avec la vitesse de déformation.

— En **dynamique rapide**, l'apparition d'effets d'inertie et le phénomène de propagation d'onde en plus des effets énoncés en régime dynamique caractérisent ce nouveau régime.

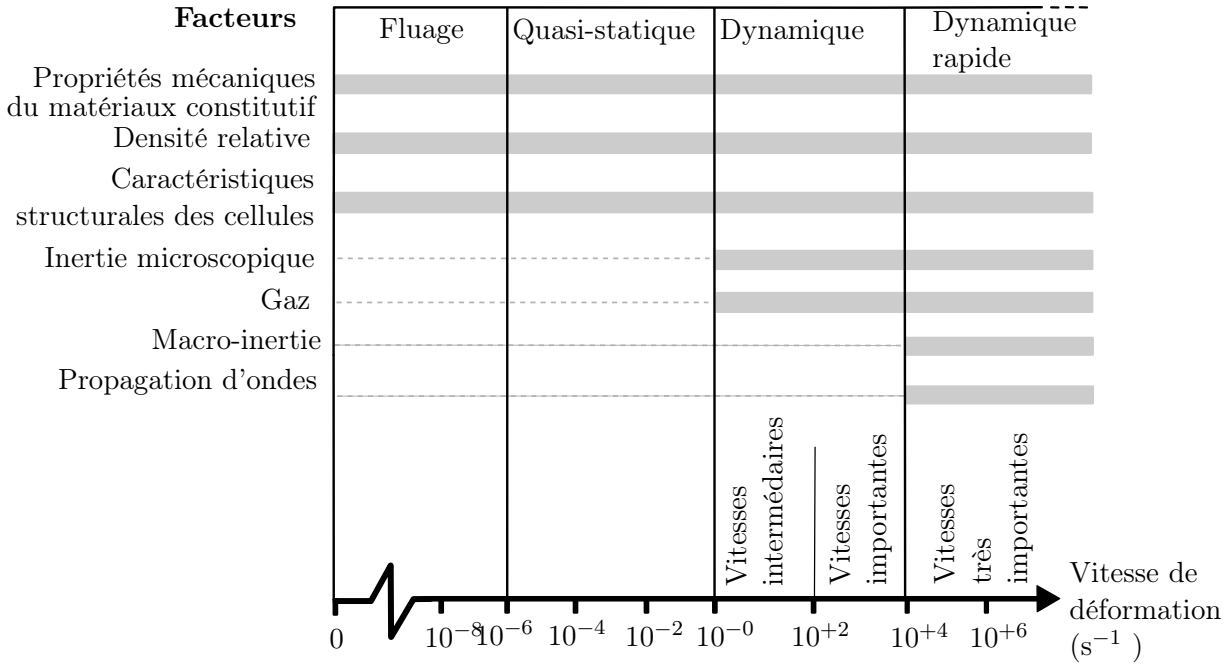


Figure 1.23 – Régime de sollicitation en fonction de la vitesse de déformation et facteurs influençant le comportement mécanique.

Généralement, une sollicitation est considérée comme dynamique lorsque sa vitesse de déformation macroscopique dépasse 100 s^{-1} d'après Sun et Li [2018]. Les sollicitations sont considérées comme quasi-statiques lorsqu'elles sont effectuées à des vitesses de déformation inférieures à 0,1 s^{-1}.

1.3.1.2 Influence de la vitesse sur la réponse macroscopique

Lorsque la vitesse de déformation augmente jusqu'à atteindre le régime dynamique, plusieurs effets peuvent être observés au niveau de la réponse mécanique macroscopique comme l'augmentation de la pente à l'origine E^* [Song *et al.*, 2005, 2007] ou une augmentation de la contrainte seuil σ^*_{pl} ou σ^*_{el} [Song *et al.*, 2005, 2007; Jing *et al.*, 2018].

Pour des vitesses de sollicitation supérieures à 0.01 s^{-1}, la contrainte de flambement (élastique ou plastique) évolue de façon linéaire avec le logarithme de la vitesse pour différentes mousses polymères (PVC, EPS ou balsa) [Song *et al.*, 2005; Tagarielli *et al.*, 2008]. Une loi puissance d'évolution est proposée

$$\frac{\sigma^*_{pl}}{\sigma^*_0} = \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^m, \tag{1.15}$$

où $\dot{\varepsilon}_0$ est la vitesse de déformation de référence, σ^*_0, la contrainte seuil associée à cette vitesse de référence. Une identification est nécessaire pour obtenir l'exposant m.

Concernant la déformation à l'initiation de la densification, les conclusions divergent. Une diminution de la déformation à rupture ou à densification ε_d est observée pour des mousses d'aluminium ou pour du balsa lors la vitesse de déformation augmente [Jing *et al.*, 2018; Shen *et al.*,

2010]. Cependant d'autres études ont montré sur des mousses métalliques que cette déformation à densification pouvait également croître avec la vitesse de déformation [Barnes *et al.*, 2014], ou alors ne pas être influencée par celle-ci. Dans le cas de mousses polymères, les résultats expérimentaux de Mane *et al.* [2017] sur une mousse PU rigide, semblent montrer que cette déformation à l'initiation à la densification diminue de façon importante avec l'augmentation de la vitesse de déformation macroscopique.

1.3.1.3 Influence de la densité sur la dépendance à la vitesse de déformation

Une plus forte sensibilité à la vitesse de déformation de certains paramètres matériaux comme la contrainte seuil σ_{pl} ou l'énergie absorbée W est constatée lorsque la densité augmente pour des mousses PVC ou PU [Saha *et al.*, 2005], pour des mousses époxy [Subhash *et al.*, 2006] ou pour des matériaux cellulaires obtenus par fabrication additive [Duan *et al.*, 2019].

La déformation à densification semble elle relativement indépendante de la vitesse, pour des densités relatives comprises entre 0.1 et 0.3 [Duan *et al.*, 2019].

1.3.1.4 Influence de la microstructure sur la dépendance à la vitesse de déformation

La comparaison de matériaux cellulaires possédant le même matériau constitutif et la même densité relative a été plusieurs fois réalisée afin d'étudier l'influence de la microstructure sur la dépendance à la vitesse de déformation.

Influence de la taille des cellules

Dans la théorie développée par Gibson et Ashby [1997], à iso-densité relative, qu'un matériau ait de grandes ou petites cellules, la contrainte de flambement σ^*_{fl} est similaire. Expérimentalement, cette hypothèse est difficile à confirmer. Sans contrôle fin de la microstructure lors du procédé de fabrication, il est difficile d'obtenir deux matériaux cellulaires présentant simplement une différence dans la taille des cellules (et des parois) tout en conservant une même densité relative.

Il a été observé par Bouix *et al.* [2009] qu'une mousse de PPE possédant de plus petites cellules, avec des parois plus fines possédait une contrainte de flambement nettement supérieure pour de basses vitesses de sollicitation par rapport à une mousse présentant de grandes cellules. Cette première mousse démontre une plus faible dépendance à la vitesse de déformation pour la contrainte d'effondrement. La contrainte d'effondrement d'une mousse à grandes cellules augmente considérablement avec la vitesse, jusqu'à dépasser celle de la mousse ayant de plus petites cellules (au delà de 35 s^{-1}). Toutefois, le matériau constitutif des parois n'est pas exactement similaire dans les deux cas. Grâce à des analyses thermogravimétriques, Bouix [2008] a montré que la mousse avec les plus petites cellules possédait un taux de cristallinité inférieur.

Au contraire, Saha *et al.* [2005] montre que, dans le cas d'une mousse PVC, le matériau avec de plus grandes cellules démontre une contrainte d'effondrement supérieure et une dépendance plus faible à la vitesse de déformation.

Influence du matériau constitutif

Dans le cas de mousses de PVC de densité de 130 kg m^{-3}, le degré de polymérisation (longueur d'une chaîne polymère) est modifié. Une plus faible polymérisation rend le matériau plus ductile et une plus importante dépendance de la contrainte plateau à la vitesse de déformation est observée [Chakravarty *et al.*, 2003].

1.3.1.5 Conclusions sur l'observation de la dépendance du comportement macroscopique à la vitesse de déformation

Les divergences dans les conclusions générales sur le comportement de matériaux cellulaires sont nombreuses. Elles peuvent provenir, soit de la méthode dans la définition des paramètres matériaux, soit des différences inhérentes à la structure cellulaire et au matériau constitutif des matériaux cellulaires testés.

Il est donc important de décrire rigoureusement le protocole expérimental et de prendre en compte des différentes échelles de structuration pour décrire l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique de matériaux cellulaires.

De nombreuses analyses sur la compression des mousses [Hinckley et Yang, 1975; Throne *et al.*, 1985; Maiti *et al.*, 1984] ont été réalisées en partant de l'idée que ces matériaux sont homogènes et continus. Bien que cela donne des résultats acceptables pour des données macroscopiques telles que la force et le déplacement, cela ne tient pas compte de la distribution non homogène de la déformation dans le matériau ou du développement non uniforme des dommages sous des sollicitations dynamiques[Stronge et Shim, 1987]. **En réalité, une mousse n'est pas un continuum mais une distribution, plus ou moins aléatoire, de solide entrecoupée de vides et pouvant interagir avec leurs voisins.**

1.3.2 Origine de la dépendance du comportement mécanique des matériaux cellulaires classiques à la vitesse de déformation

Concernant l'augmentation générale des contraintes macroscopiques atteintes et la modification des paramètres matériaux lors du passage du régime quasi-statique au régime dynamique, trois facteurs clefs ont été identifiés. L'écoulement du fluide présent dans les porosités, un effet d'inertie à l'échelle de la microstructure et une sensibilité à la vitesse du matériau constitutif [Gibson et Ashby, 1997; Sun et Li, 2018].

1.3.2.1 Dépendance du matériau constitutif des parois

Premièrement le matériau constitutif des parois cellulaires peut posséder sa propre dépendance à la vitesse de déformation [Gibson et Ashby, 1997].

Dans le cas d'une mousse PVC, la sensibilité de la contrainte plateau σ^*_{el} à la vitesse de déformation, pour des vitesses de déformation 10^{-4} s^{-1} $< \dot{\varepsilon} <$ 10^4 s^{-1} est comparable à la sensibilité du PVC solide [Thomas *et al.*, 2002; Chakravarty *et al.*, 2003]. Pour Tagarielli *et al.* [2008], la dépendance à la vitesse dans les mousses PVC est donc avant tout causé par la dépendance propre du matériau constitutif.

Cette observation est toutefois valable pour des mousses présentant une masse volumique de 250 kg m^{-3}. Pour des masses volumiques bien plus faibles, il semble que la sensibilité à la vitesse diminue tandis que pour des densités plus élevées, celle-ci augmente.

De plus, la vitesse de déformation microscopique peut être significativement différente de la vitesse de déformation macroscopique à cause de phénomènes de localisation des déformations [Deshpande et Fleck, 2000]. Des mécanismes peuvent donc être activés pour le matériau constitutif alors que la vitesse de déformation macroscopique est bien inférieure à celle attendue pour observer ce genre de mécanismes.

Influence de la température

Dans le cas des matériaux cellulaires polymérique, la température est à considérer lorsque l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du matériau constitutif est étudiée. Pour des mousses dont la température de transition vitreuse T_g du matériau constitutif est bien supérieure à la la température d'essai T, le module du matériau constitutif E_s est presque indépendant de la vitesse de déformation [Rinde et Hoge, 1971]. De plus il varie à peu près linéairement en fonction de la température.

Gibson et Ashby [1997] proposent alors l'expression suivante pour l'évolution du module du matériau constitutif :

$$E_s = E_s^0(1 - \alpha_m \frac{T}{T_g}), \tag{1.16}$$

avec α_m typiquement égal à 0.5 ± 0.2.

Au contraire, si le matériau cellulaire polymérique est comprimé à une température proche de sa température de transition vitreuse T_g, alors le matériau constitutif des parois est visco-élastique. Le module du matériau constitutif E_s dépendra alors fortement de la vitesse de déformation et de la température.

La réponse mécanique d'un tel matériau cellulaire est modélisée par Gibson et Ashby [1997] en considérant les parois cellulaires comme des poutres visco-élastiques chargées en flexion (éq. 1.17). Le temps de relaxation du matériau cellulaire serait le même que celui du matériau constitutif mais avec des déformations bien plus importantes.

$$\dot{\varepsilon} + \frac{E_{s2}}{\eta_s}\varepsilon = \frac{1}{C_1(\rho^*/\rho_s)^2}\left(\frac{\dot{\sigma}}{E_{s1}} + \frac{\sigma}{\eta_s\left(\frac{E_{s1}+E_{s2}}{E_{s1}}\right)}\right). \tag{1.17}$$

1.3.2.2 Compression et écoulement du fluide

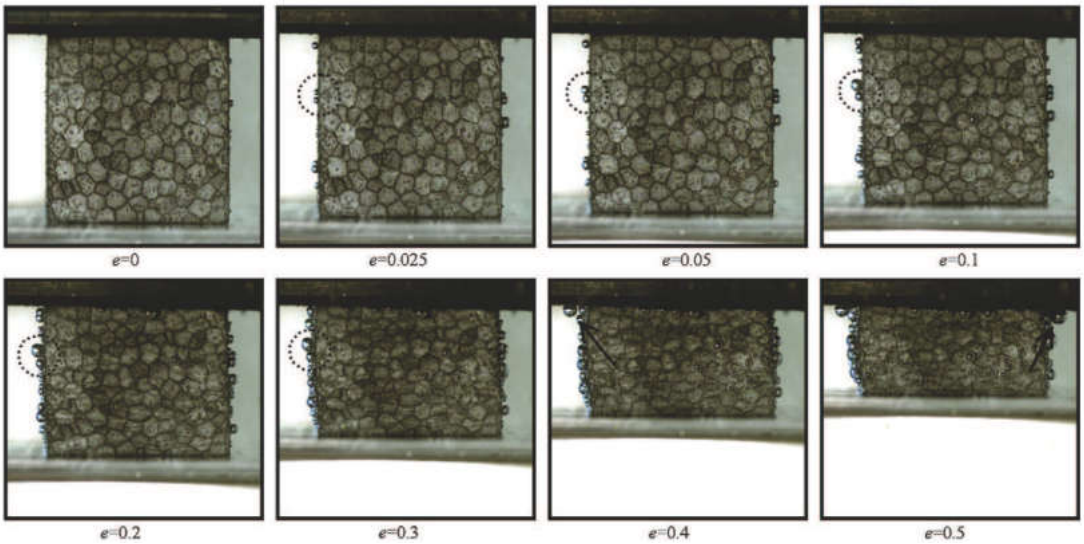
La compression ou l'échappement du fluide présent dans les cellules pourrait influencer la dépendance des matériaux cellulaires à la vitesse de déformation.

En l'absence de porosités dans un nid d'abeilles d'aluminium, la contrainte augmente à la fin de la phase plateau Xu *et al.* [2012, 2014a]. La compression importante du gaz peut également provoquer la rupture précoce des parois cellulaires en régime dynamique pour des mousses PU Green *et al.* [1969]. En diminuant la pression à l'intérieur des cellules, l'apparition des phénomènes de rupture sont alors retardés.

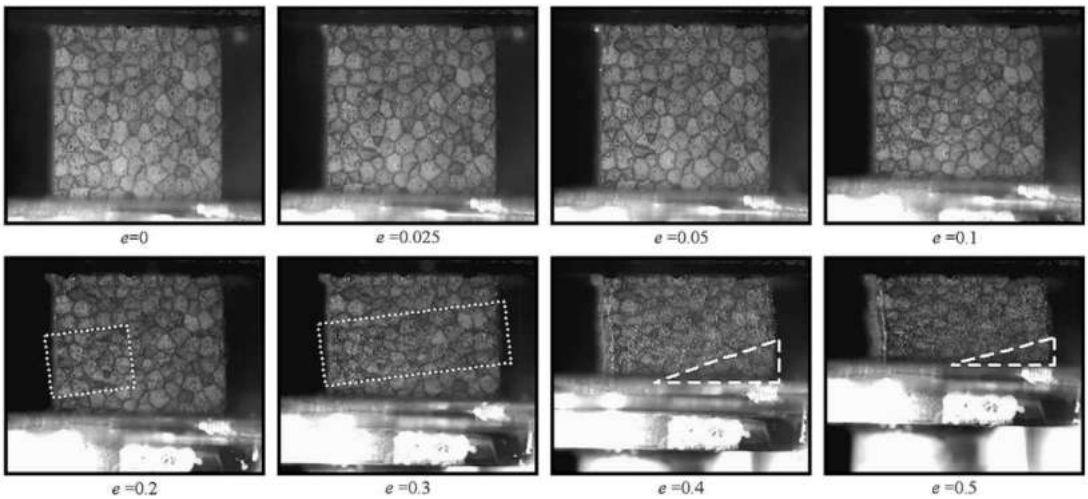
Les travaux de Bouix *et al.* [2009] ont de plus montré expérimentalement qu'un flux de gaz pouvait exister à l'intérieur d'une mousse polymérique. Des essais de compression, réalisés à différentes vitesses de sollicitation dans un liquide, ont fait apparaître des bulles à la surface des éprouvettes. En régime quasi-statique, des bulles de gaz apparaissent localement pour de faibles déformations (fig. 1.24(a)) tandis qu'en régime dynamique les bulles n'apparaissent que pour d'assez hautes déformations (fig. 1.24(b)), au delà du plateau sur la courbe contrainte/déformation. Elles sont plus petites qu'en régime quasi-statique et apparaissent de façon homogène à la surface de l'éprouvette.

1.3.2.3 Dépendance de la structure

Un phénomène de flambement dynamique au niveau des parois cellulaires est évoqué comme étant la cause d'une élévation des contraintes en début de compression [Harrigan *et al.*, 1999; Tan *et al.*, 2002]. En anglais, il peut être retrouvé sous le terme de *micro-inertia*, car ce phénomène est lié au moment quadratique des parois cellulaires, appelé *inertia* en anglais. C'est donc un



(a) Régime quasi-statique



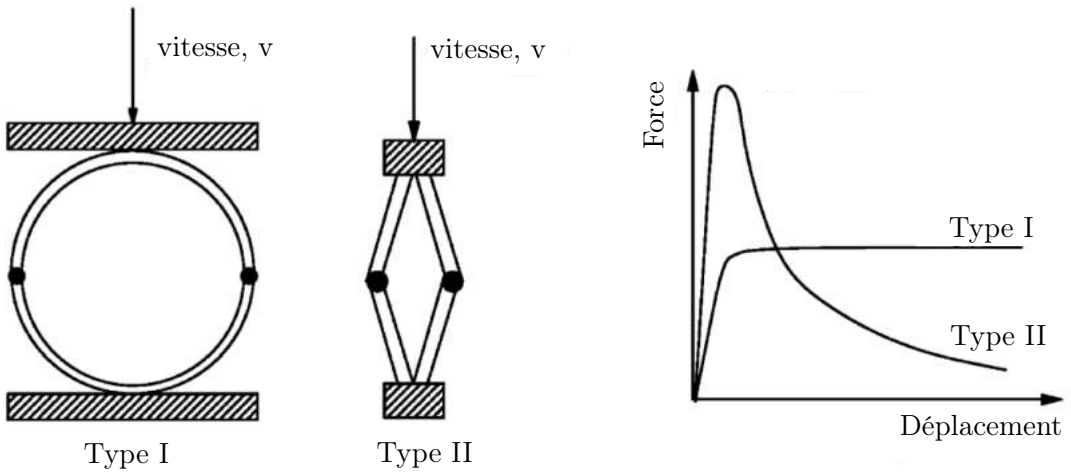
(b) Régime dynamique intermédiaire

Figure 1.24 – Échappement de gaz pendant une sollicitation en compression dans l'eau d'une mousse de polypropylène expensé en régime quasi-statique (0,01 s^{-1}) et en régime dynamique intermédiaire (200 s^{-1}) [Bouix *et al.*, 2009].

mécanisme purement géométrique. Il est à différencier des effets d'inertie observés aux grandes vitesses de déformation.

Ce phénomène affecte en effet les modes de déformations dans les matériaux cellulaires [Klintworth et Stronge, 1989]. Le temps requis, pour que le flambement des parois s'opère, dépend de la vitesse de déformation [Kuzkin, 2015]. Les vitesses de déformation importantes ont tendance à supprimer les modes de flambement les plus faibles. En régime dynamique, le mode de flambement peut alors être modifié et impliquer un étirement supplémentaire qui dissipe plus d'énergie [Stronge et Shim, 1988; Shen *et al.*, 2010].

Calladine et English [1984] ont examiné le phénomène de flambement dynamique à l'échelle des cellules pour deux classes de structures, de type I et II (fig 1.25). Les structures de type I ont une courbe de contrainte en régime quasi-statique présentant un plateau. En régime dynamique, les mêmes mécanismes de flambements locaux ont lieu. En revanche, les structures de type II présentent un mode de flexion fortement adoucissant dans des conditions quasi-statiques. Cepen-



(a) Types de structures

(b) Courbe force/déplacement en régime quasi-statique pour chaque type de structure

Figure 1.25 – Différents types de structures dépendant de la vitesse de déformation [Deshpande et Fleck, 2000].

dant, lorsqu'elles sont soumises à un chargement en régime dynamique, le moment quadratique de la structure induit une phase initiale de compression axiale des parois. Par conséquent, les contraintes augmentent fortement avant que le flambement ait lieu, ce qui cause une augmentation de la contrainte de flambement macroscopique σ_{fl}. Tam et Calladine [1991] ont toutefois montré que cette augmentation des contraintes est sensible au désalignement initial de la structure.

Matériaux cellulaires métalliques

Les nids d'abeilles d'aluminium se comportent comme des structures de type II, s'ils sont comprimés dans la direction hors plan (normale aux cellules hexagonales). S'ils sont comprimés dans la direction dans-le-plan, la réponse est celle d'une structure de type I [Zhao et Gary, 1998]. En régime dynamique, la force dans la direction hors-plan augmente de 40% tandis que dans-le-plan, la différence est négligeable jusqu'à des vitesses de 30 m/s.

Les effets d'inertie à l'échelle des parois cellulaires seraient négligeables pour les matériaux cellulaires métalliques [Deshpande et Fleck, 2000; Sun *et al.*, 2016b]. La présence d'imperfections et de leur mode de déformation principal par flexion des parois empêche ces phénomènes d'apparaître. Ces matériaux présentent de fait un plateau bien défini dans leur réponse contrainte-déformation typique d'une structure de type I.

Matériaux cellulaires polymériques

Le bois chargé parallèlement à ses fibres a également une réponse quasi-statique suggérant une structure de type II Reid et Peng [1997]. En régime dynamique, la contrainte de flambement est 2,3 fois supérieure à la contrainte statique [Harrigan *et al.*, 2005]. Lorsque le bois est chargé perpendiculairement à ses fibres, aucune augmentation n'a été constatée. Ceci est cohérent avec l'observation que la réponse en compression transversale est celle d'une structure de type I sous une charge quasi-statique.

En comparant deux types de matériaux cellulaires polymériques, une mousse PVC et du balsa, Tagarielli *et al.* [2008] ont démontré que la forme des cellules influençait bien la dépendance à la vitesse de déformation. La mousse PVC a un comportement mécanique isotrope et possède un

comportement de type I. Le balsa est fait de cellules ayant un rapport d'aspect de 15 et possède un comportement de type II.

1.3.2.4 Interdépendance

L'influence de chacun de ces effets sur la dépendance à la vitesse de déformation est généralement évoqué qualitativement. Il est en effet difficile de réaliser des essais qui permettent d'isoler un seul de ces effets.

Selon la microstructure et le matériau constitutif, ces effets ne vont pas modifier le comportement mécanique d'un matériau cellulaire de la même façon. Cela rend donc nécessaire l'identification de ces phénomènes pour chaque matériau polymère.

Matériaux cellulaires métalliques

La majorité des matériaux cellulaires métalliques étudiés sont des mousses d'aluminium ainsi que des nid d'abeilles en aluminium [Xu *et al.*, 2014b]. L'aluminium, sous sa forme non architecturée, a une dépendance à la vitesse de déformation qui se traduit principalement par une augmentation de sa limite d'élasticité.

À une vitesse de 100 s^{-1}, la sensibilité du matériau constitutif à la vitesse de déformation est bien supérieure à l'influence de l'inertie à l'échelle des parois cellulaires sur le comportement macroscopique global d'une mousse d'aluminium à cellules ouvertes (fig. 1.26) [Vesenjak *et al.*, 2012]. Des conclusions similaires ont été faites par Sun *et al.* [2015] concernant des mousses d'aluminium à cellules fermées grâce à des simulations numériques basées sur une microstructure réelle obtenue par micro-tomographie.

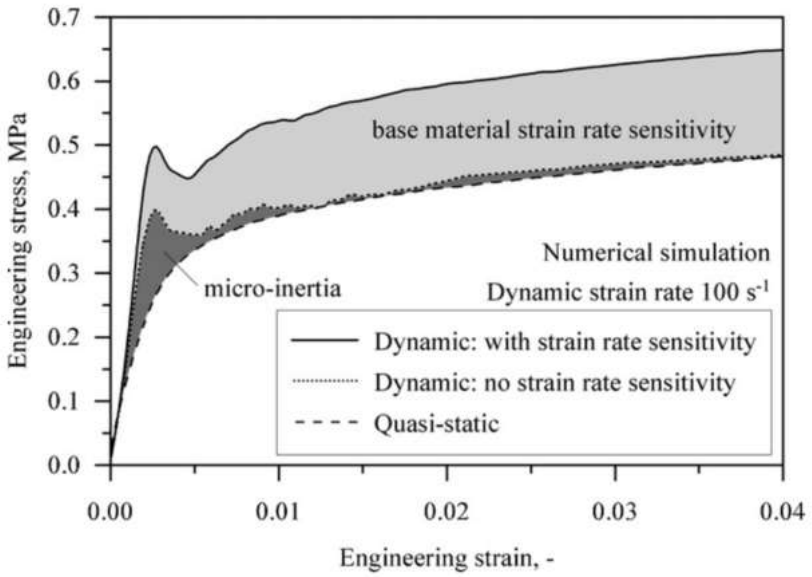


Figure 1.26 – Simulation numérique par éléments finis de l'influence de la sensibilité du matériau constitutif à la vitesse de déformation et de la micro-inertie sur le comportement macroscopique d'une mousse d'aluminium à cellules ouvertes [Vesenjak *et al.*, 2012].

Matériaux cellulaires polymères

Contrairement aux matériaux métalliques, les matériaux polymères ont un comportement fortement dépendant de la vitesse de déformation, dès la phase élastique de leur comportement.

Dans ces matériaux, la dépendance à la vitesse de déformation est étroitement liée à leur dépendance à la température puisqu'elles mettent en jeu le même phénomène physique : l'*agitation moléculaire* et la *reptation des chaînes* [Halary et Lauprêtre, 2015]. Le comportement à température élevée à grande vitesse de déformation est équivalent au comportement à température plus basse à faible vitesse de déformation [Williams *et al.*, 1955]. Certains chercheurs ont donc choisi de tirer partie de cette équivalence pour prédire le comportement mécanique de matériaux cellulaires polymère à des vitesses ou des températures difficilement atteignables [Rinde et Hoge, 1971; Arezoo *et al.*, 2013]. Toutefois, cette équivalence ne peut être réalisée sur les matériaux cellulaires que si l'effet du gaz et de l'inertie à l'échelle des parois sont négligeables devant la dépendance du matériau constitutif à la vitesse de déformation. Les mousses PMI semblent avoir un comportement mécanique en compression en régime dynamique à température ambiante équivalent à celui en régime quasi-statique à -70°C [Arezoo *et al.*, 2013]. La dépendance à la vitesse de sollicitation pour ces mousses pourrait donc être principalement due au caractère visco-élastique des matériaux constitutifs. Toutefois, aucune réelle démonstration n'a été fait de l'applicabilité de la superposition temps/température sur les matériaux cellulaires polymériques.

L'observation de l'effet de ces phénomènes séparément est extrêmement difficile en raison de leur forte interdépendance. Des analyses théoriques simplifiées peuvent éclairer certains de ces mécanismes dans un cadre idéalisé. Cependant, la complexité de la microstructure et le comportement en déformation de ces matériaux nécessitent des modèles de calcul sophistiqués.

1.3.3 Cas spécifique des matériaux cellulaires multi-échelles

Les effets modifiant le comportement mécanique en régime dynamique d'un matériau cellulaire sont très dépendants de l'architecture du matériau.

L'initiation et la propagation localisées de bandes de déformation sous une vitesse de déformation élevée dépendent grandement de la taille moyenne des cellules dans les matériaux cellulaires [Pal *et al.*, 2010].

Les mécanismes de déformation sont modifiés dans un matériau cellulaire multi-échelles en régime quasi-statique (flambement des interfaces intergranulaires) [Viot, 2010]. L'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des matériaux cellulaires multi-échelles peut donc être due à des phénomènes différents ou supplémentaires.

Bilan

Le comportement mécanique des matériaux cellulaires peut démontrer une forte dépendance à la vitesse de déformation. Dans le cas des matériaux cellulaires polymériques, la dépendance du comportement mécanique à la température doit également être prise en compte afin de pouvoir décrire le comportement mécanique de ces matériaux à différentes vitesses de déformation.

Selon le régime de sollicitation (quasi-statique, dynamique), de nouveaux phénomènes peuvent apparaître et s'ajouter à la dépendance propre des matériaux constitutifs à la vitesse de déformation. En régime dynamique, en plus de cette dépendance, l'influence du gaz et des phénomènes de flambement dynamique des parois cellulaires seraient à l'origine de la dépendance des matériaux cellulaires à la vitesse de déformation.

Le gaz, présent à l'intérieur des cellules fermées, s'échapperait plus ou moins tardivement selon la vitesse de déformation. En régime dynamique les contraintes seraient plus importantes du fait de la pressurisation de celui-ci. Cet effet pourrait également entraîner des mécanismes de rupture plus précoces.

Le flambement dynamique est lié au moment quadratique des parois cellulaires. Avec l'augmentation de la vitesse de déformation, les modes de flambement asymétriques seraient supprimés au profit de modes de flambement symétriques. Ces derniers auraient lieu à des contraintes plus élevées. Ainsi, selon la géométrie des cellules, le flambement dynamique pourrait être un mécanisme de déformation privilégié en régime dynamique.

Ces phénomènes sont cependant aujourd'hui principalement évoqués qualitativement. Des recherches ont été initiées pour quantifier chacun de ces effets numériquement. Il semble plus difficile de pouvoir dissocier ces effets expérimentalement.

1.4 Application industrielle : d'un matériau naturel cellulaire à un composite multi-échelles

Le liège aggloméré est aujourd'hui utilisé pour des applications telles que l'isolation thermique, acoustique, la réduction de vibration ou la tenue au feu. Mais il est envisagé pour d'autres utilisations dans des domaines très variés du fait de son origine naturelle et de son ensemble de propriétés intéressantes.

1.4.1 Le liège : un matériau naturellement cellulaire

Le liège, produit par le phellogène, est un matériau naturel qui provient de l'écorce de chêne *Quercus suber* (fig. 1.27). Il s'agit d'un tissu composé de cellules mortes, où il ne reste que les parois minces [Teixeira et Pereira, 2009]. Il pousse majoritairement dans les zones sub-sahariennes comme le Portugal (70 % de la production mondiale), l'Espagne ou la Tunisie mais également la Chine. La pratique sylvicole consiste à enlever le premier périderme à un âge d'environ 25-30 ans, appelé liège vierge, puis à des intervalles périodiques d'environ 9 ans (la récolte étant appelée le "démasclage"), qui sont nécessaires pour produire une couche assez épaisse de liège appelée liège de reproduction. Cela est réalisé sans porter atteinte à l'intégrité de l'arbre [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015a]. Il est utilisé depuis plusieurs millénaires : semelles de chaussures, bateaux, ... Mais ce n'est que depuis le 17eme siècle que sa plus célèbre utilisation, le bouchon de bouteille de vin, a été perfectionnée dans une abbaye bénédictine [Gibson *et al.*, 1981].

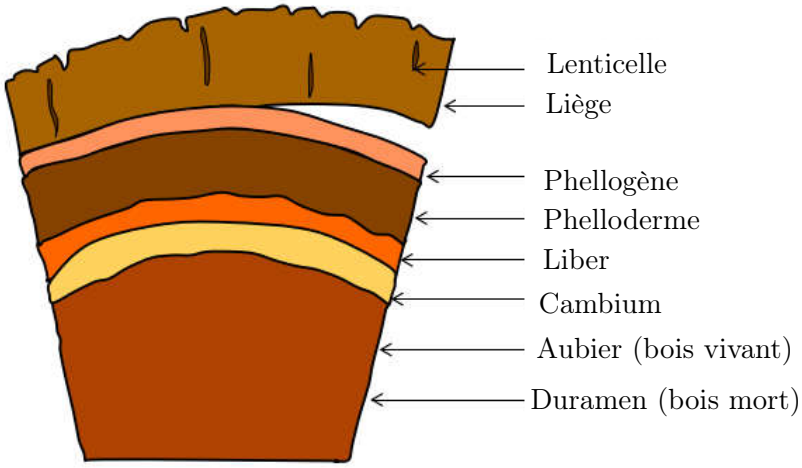


Figure 1.27 – Représentation schématique d'une coupe axiale d'un tronc de chêne liège Quercus suber L. [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015a].

1.4.1.1 Microstructure du liège

Le liège a été un des premiers matériaux observé par Hooke [1664], quand il perfectionna son microscope optique. Il décrit alors une structure hexagonale dans une direction et parallélépipèdique dans une autre. Ce n'est que bien plus tard, en 1981, que la structure de ses cellules est complètement décrite grâce à des observations réalisées au microscope électronique à balayage (MEB) par Gibson *et al.* [1981]. Au lieu de deux directions principales comme suggéré par Hooke, le liège en possède trois : dans l'axe du tronc (direction axiale), la direction tangentielle et la direction radiale (voir fig 1.28).

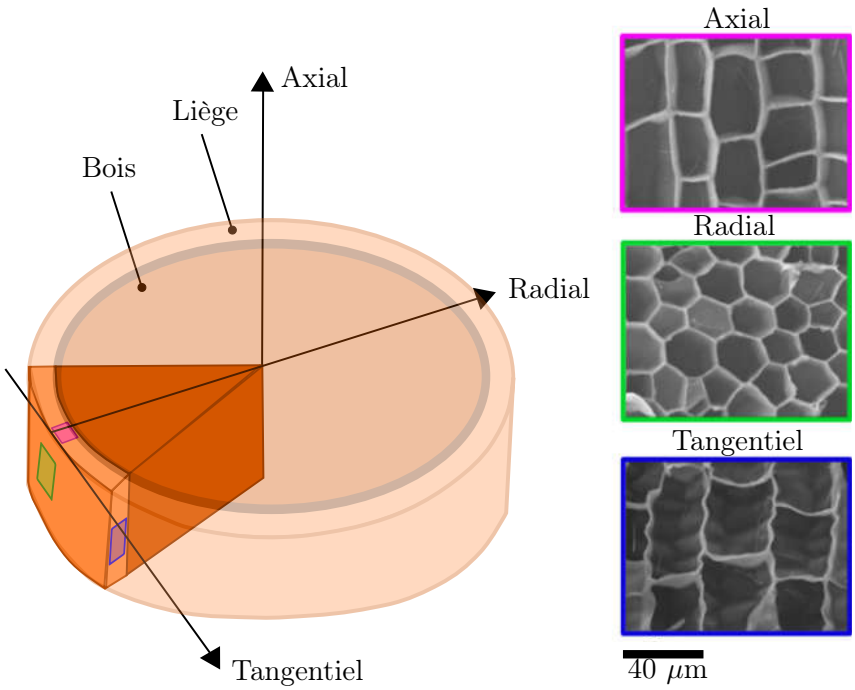


Figure 1.28 – Schématisation de la coupe d'un tronc d'arbre avec ses trois axes principaux. Clichés MEB des plans de coupe correspondants réalisés par Lagorce-Tachon *et al.* [2015a]

De ces observations 2D, une forme schématique de cellule en a été proposée par Gibson *et al.* [1981], comme illustré par la fig.1.29. La cellule unitaire du liège peut être modélisée par un prisme hexagonal comme un nid d'abeille, avec une hauteur h, une longueur caractéristique l et une épaisseur des parois cellulaires notée t. Dans la direction tangentielle, les parois semblent onduler d'une amplitude $2a$ et d'une longueur d'onde λ. Ces ondulations sont appelées corrugations et d'après Fortes et Rosa [1992], elles seraient causées par des contraintes internes lors de la croissance du liège.

Les dimensions des cellules du liège peuvent varier en fonction de la saison, des conditions météorologiques, du lieu de pousse, ... Pereira et Ferreira [1989] donne cependant comme valeurs moyennes de la cellule unitaire : h = 40 μm, l = 20 μm, et t = 1 μm (fig. 1.29).

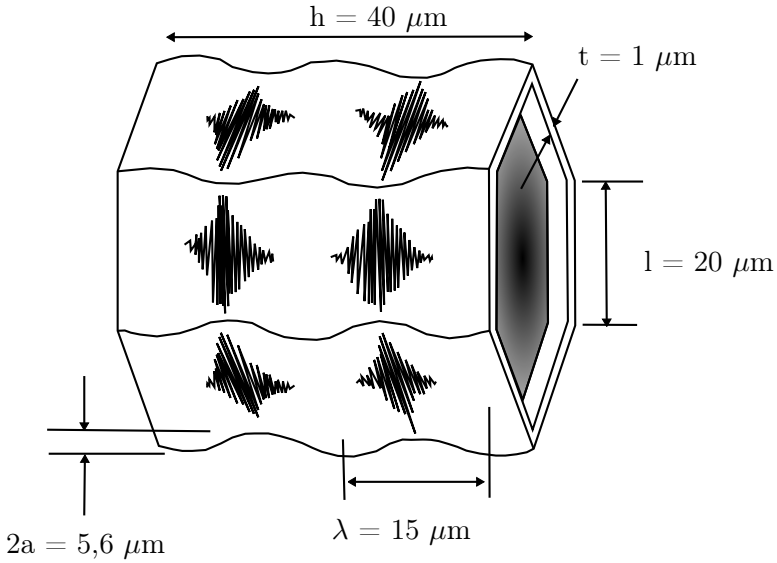


Figure 1.29 – Représentation schématique d'une cellule de liège proposée par Gibson *et al.* [1981]

Depuis, d'autres études se sont intéressées au liège naturel, avant tout pour décrire les macropores et ainsi remonter à la classe du liège, reflétant sa qualité pour une utilisation viticole [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015b; Brunetti *et al.*, 2002; Donepudi *et al.*, 2010]. Lagorce-Tachon *et al.* [2017] ont ainsi développé une méthode automatique étudiant les dimensions des cellules de liège à partir de clichés MEB remontant à des valeurs statistiques pour les dimensions des cellules.

Bien qu'à l'échelle microscopique, les cellules de liège soient des cellules fermées, des observations réalisées au microscope à transmission (MET) ont montré la présence de canaux nanoscopiques dans les parois cellulaires [Teixeira et Pereira, 2009]. Leur épaisseur se trouve autour de 50 nm [Crouvisier-Urion *et al.*, 2019] et c'est via ces canaux, appelés *plasmodesmata*, que les échanges gazeux ont principalement lieu [Pereira, 2015a].

L'organisation 3D du liège a partiellement été décrite. Ses macro-porosités en surface ont pu être comparées à celles dans le volume grâce à de la radiographie à neutron [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015b]. Concernant une représentation 3D à l'échelle des cellules, seule une représentation 3D des cellules à la surface a été réalisée grâce à un microscope confocal [Crouvisier-Urion *et al.*, 2019], confirmant les valeurs déjà observées en 2D.

1.4.1.2 Composition chimique du liège

La paroi cellulaire d'une cellule de liège est un matériau polymère multiphasé (fig. 1.30). Elle est constituée avant tout de subérine (40 %) [Pereira, 1988], un biopolyester hydrophobe dont le rôle est de protéger l'arbre contre les agressions environnementales [Bernards, 2002; Graça et Santos, 2007]. Sa structure précise, relativement complexe, est encore un sujet de recherche [Graça, 2015]. Toutefois la macromolecule semble être constituée de longues chaînes polymères, organisées de façon régulière, reliées ensembles par des liens covalents.

La lignine (25 %) est le deuxième composé le plus présent dans le liège [Marques *et al.*, 2016]. Son rôle est d'apporter une rigidité relative aux parois cellulaires. Le liège est également composé de cellulose et d'hémicellulose (regroupées sous l'appellation *polyosides*), intimement lié à la lignine. On parle alors de matrice ligno-cellulosique. Finalement, des cires et des tannins sont présents dans le liège [Pereira, 1981].

Sa composition chimique, comme les dimensions des cellules, varie en fonction du lieu de pousse, de la saison de récolte et également des conditions météorologiques au cours du développement du liège [Pereira, 2013; Pintor *et al.*, 2012; Oliveira *et al.*, 2014]. Une composition fixe est donc difficile à établir comme le montre le tableau 1.1.

Article	Subérine	Lignine	Polyosides	Extractibles	Cendres
Gil [2009]	42	21,5	16	13	-
Pereira [1988]	33,5	26	26	13	2,5
Pereira [1981]	50	19	13	15	3

Tableau 1.1 – Composition chimique du liège (en fraction massique) [Pintor *et al.*, 2012].

Ces différents polymères constituant les parois cellulaires sont organisés en couches (fig. 1.30) [Silva *et al.*, 2005; Teixeira et Pereira, 2009, 2010]. Toutefois cette organisation, comme la composition chimique, n'est pas parfaitement établie. Certaines zones semblent plus ou moins riches en lignine ou subérine, il semble que les macromolécules sont très enchevêtrées. Une délimitation franche de composition dans les différentes couches ne semble ainsi pas exister. La cellulose et l'hémi-cellulose constituent la paroi tertiaire qui se trouve à l'intérieur de la cellule (fig. 1.30). La

paroi secondaire (fig. 1.30), la plus épaisse, est principalement constituée de subérine. La paroi primaire est avant tout constituée de lignine et de polyosides [Pereira, 2015a]. La lamelle moyenne est composée de lignine. Elle permet de maintenir les cellules de liège entre elles (fig. 1.30). Ainsi à cette échelle d'observation, les parois cellulaires du liège sont un matériau composite.

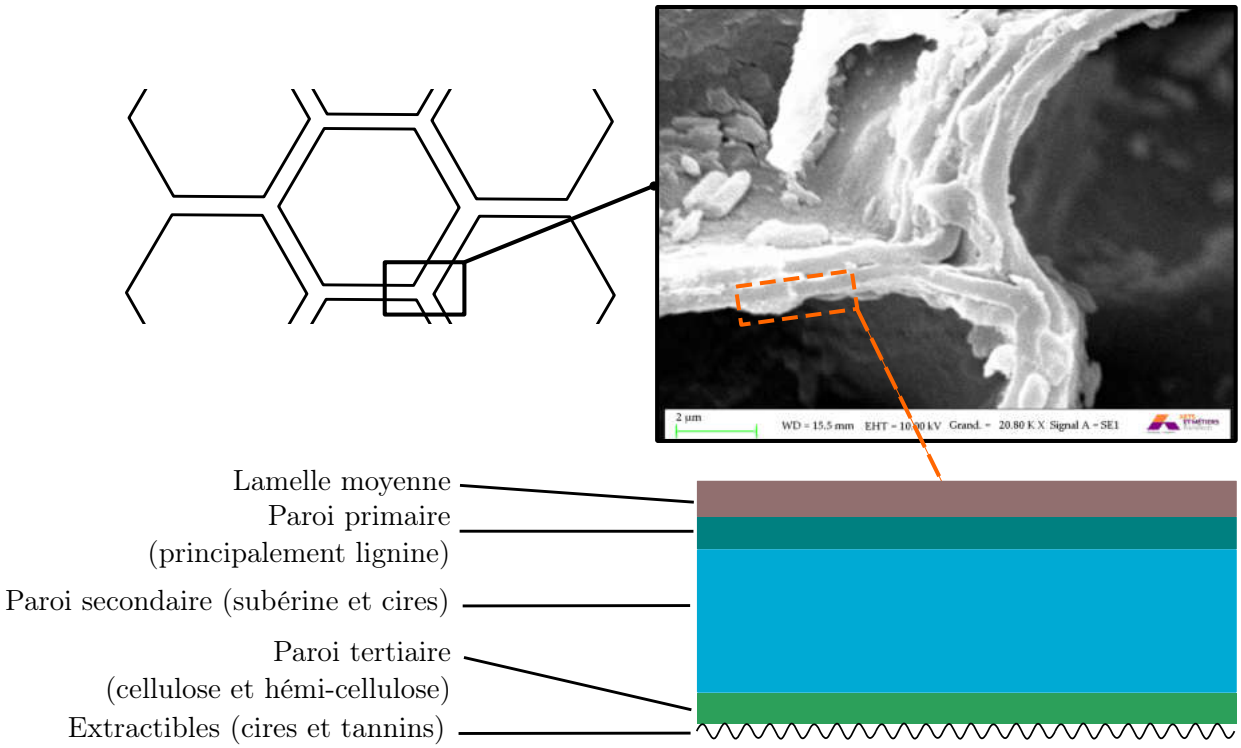


Figure 1.30 – Organisation des différents polymères dans les parois des cellules de liège

1.4.1.3 Comportement mécanique du liège naturel

Le comportement mécanique du liège et ses mécanismes de déformation et de rupture ont ainsi été largement étudiés.

Anisotropie du comportement mécanique

Du fait de la géométrie des cellules, le liège naturel montre une forte anisotropie dans son comportement mécanique. Cette anisotropie peut être assimilée à une orthotropie car les différences de comportement mécanique entre les directions axiales et tangentielles sont faibles (voir tab. 1.2). Le module d'Young dans la direction radiale est presque deux fois supérieur à celui des deux autres directions [Gibson *et al.*, 1981]. Dans cette direction, les déformations avant flambement et avant rupture sont inférieures à celles des deux autres directions.

Direction	E [MPa]	ν [-]	σ_{el} [MPa]	ε_{el} [-]	σ_{rupt} [MPa]	ε_{rupt} [-]
Tangentielle	13 ± 5	0,25 - 0,5	0,7 ± 0,2	0,06	1,1 ± 0,2	0,09
Axiale	13 ± 5	0,25 - 0,5	0,7 ± 0,2	0,06	1,1 ± 0,2	0,09
Radiale	20 ± 7	0 - 0,1	0,8 ± 0,3	0,04	1,0 ± 0,2	0,05

Tableau 1.2 – Propriétés mécaniques du liège dans les différentes directions [Gibson *et al.*, 1981].

Mécanismes de déformation

La composition chimique du liège alliée à son organisation à l'échelle micro sont à l'origine des propriétés physiques et mécaniques particulières de ce matériau cellulaire naturel [Pereira, 2015a].

Lorsque le liège est comprimé les parois cellulaires fléchissent puis flambent au-delà d'une force critique. Il montre ainsi une courbe contrainte-déformation typique d'un matériau cellulaire avec ses trois phases distinctes (linéaire, plateau, densification). Le liège semble pouvoir se déformer de façon importante sans apparition de phénomènes de fissuration. Il retrouve ses dimensions initiales relativement rapidement après décharge grâce au dépliage des corrugations. La grande déformabilité du liège proviendrait de la subérine, grâce à la structure linéaire des macromolécules qui peut se déformer de façon importante sans pour autant provoquer de rupture [Pereira, 2015b].

Des essais de fluage/relaxation à une contrainte macroscopique de σ=0,1 MPa ont montré que la déformation résiduelle augmentait de façon linéaire avec le logarithme du temps d'application de la contrainte [Mano, 2007]. L'origine de ces déformations résiduelles ne serait donc pas due à un écoulement visqueux irréversible intrinsèque au matériau. Des observations réalisées au MEB montrent que le flambement de certaines cellules semble être irréversible, même sollicitées en-dessous d'une contrainte macroscopique critique [Mano, 2007]. Ainsi il est possible que dans le liège, la formation de rotule plastique ait lieu même dans la phase linéaire du comportement mécanique.

Influence de l'anisotropie sur les mécanismes de déformation

Quand le liège est sollicité en compression uniaxiale dans la direction radiale, les corrugations présentes font que les parois se plient facilement. Une fois que la déformation en compression atteint environ 10%, les parois cellulaires flambent principalement élastiquement. La déformation n'est pas homogène dans l'éprouvette et prend la forme d'une bande de localisation. Une compression plus importante fait se propager cette bande de localisation. Les cellules s'effondrent jusqu'aux limites de l'éprouvette puis le flambement local a lieu dans le reste du matériau.

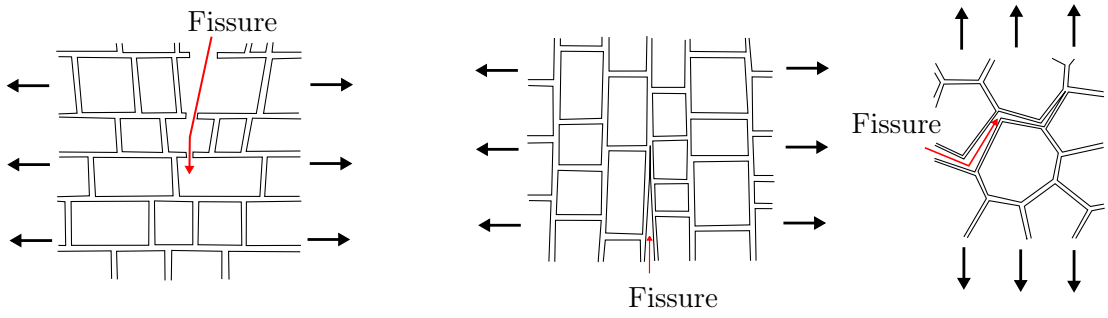
La présence des corrugations diminuerait le module d'Young du matériau dans cette direction, en comparaison à celui d'un nid d'abeille classique de dimensions similaires [Gibson, 1981]. Une telle instabilité n'a pas été constatée pour les deux autres directions.

Mécanismes de rupture

Dans le liège, la rupture apparaît quand les parois cellulaires sont en traction. Pour cette sollicitation également, le comportement mécanique dans la direction radiale est différent des deux autres directions (fig. 1.31). Cette différence proviendrait des modes de rupture selon la direction de sollicitation [Rosa et Fortes, 1991].

Dans les directions non-radiales (fig. 1.31(b)), la rupture s'initie le long des parois cellulaires. Elles sont rompues longitudinalement au niveau du milieu des parois cellulaires. Les parois cellulaires sont formées par différentes couches ou lamelles placées symétriquement de chaque côté d'une lamelle centrale. Ce type de rupture se produit donc probablement par séparation le long de l'interface entre deux lamelles faiblement liées.

En traction dans la direction radiale (fig. 1.31(a)), les corrugations sont d'abord dépliées et une tension supplémentaire les étend d'abord, puis les brise, ce qui provoque la rupture du matériau. Une extension d'environ 5 % est ainsi possible. Les parois latérales sont rompues transversalement. Il n'existe pas de trajet continu similaire pour une fissure s'étendant le long de la base des cellules. Le mode de rupture, longitudinal en traction non-radiale, est alors remplacé par la rupture transversale des parois latérales.



(a) Direction radiale (b) Directions non radiales

FIGURE 1.31 – Mécanismes de rupture dans le liège en traction en fonction de la direction de sollicitation. Schéma adapté de [Rosa et Fortes, 1991].

1.4.1.4 Influence de l'environnement

Dépendance à l'humidité

La dépendance du comportement mécanique pseudo-élastique du liège à son humidité relative (RH (%)) a été démontré par Lagorce-Tachon *et al.* [2015a] lors d'essais de compression uniaxiaux.

Son module d'Young (38 MPa dans la direction radiale) est stable jusqu'à RH53 %. Au delà de cette humidité, la rigidité du matériau diminue jusqu'à atteindre 10 MPa pour RH100 %. De plus la teneur en humidité semble également modifier de façon importante la température de transition vitreuse T_g, comme attendu pour les polymères amorphes. De 26,5± 1,3 ° C à RH0 %, elle passe à -9,5± 1,5 ° C à RH96,9 %.

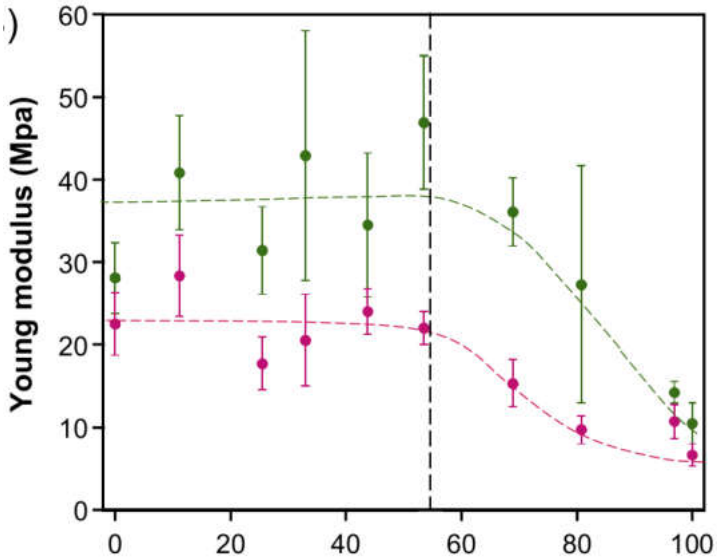


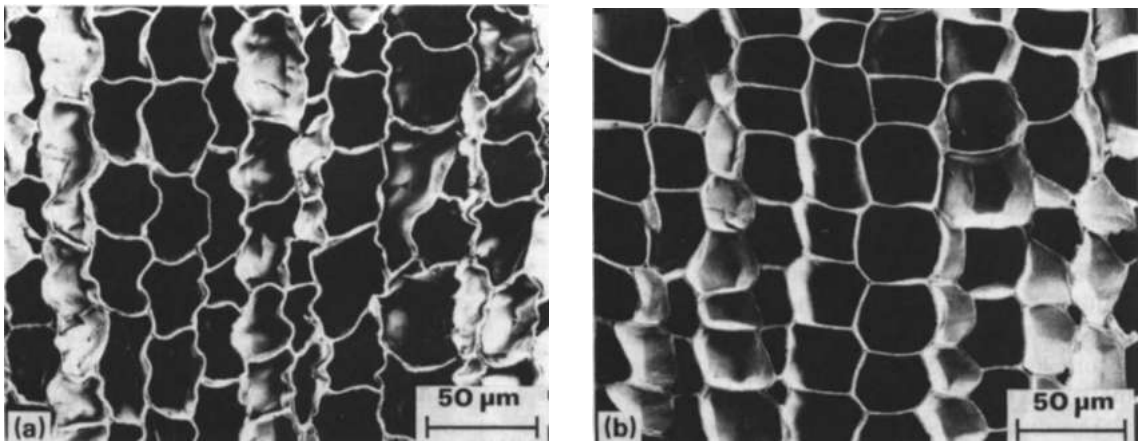
FIGURE 1.32 – Influence du taux d'humidité sur le module d'Young du liège brut dans les directions radiale et tangentielle [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015a].

La teneur en humidité dans les matériaux à base de liège joue donc un rôle important sur le comportement mécanique et pourrait donc influencer également les mécanismes de déformation du liège à l'échelle des cellules.

Dépendance à la température

Le matériau constitutif des parois étant un matériau polymère multiphasé, la microstructure

et le comportement mécanique du liège est donc fortement influencé par la température [Rosa et Fortes, 1988a].



(a) Avant traitement thermique. (b) Après traitement thermique.

Figure 1.33 – Influence d'un traitement thermique sur la structure cellulaire dans la direction radiale du liège. (a) Avant traitement thermique. (b) Après traitement thermique à 300 °C pendant 60 min [Rosa et Fortes, 1988a].

Lorsque le liège est chauffé entre 200 et 300 °C, après 30 min une dégradation thermique des parois cellulaires a lieu [Pereira, 1992]. À ces températures, principalement l'hémicellulose et la cellulose se dégradent en libérant des composés gazeux. Le volume interne des cellules augmente alors à cause de l'élévation de la pression interne et les parois cellulaires sont étirées (fig. 1.33). Pour des températures encore plus importantes, dégradation physique de la structure cellulaire est observée, avec l'apparition de fissures dans le liège.

Concernant le comportement mécanique, Rosa et Fortes [1988a] ont montré que la rigidité du liège diminuait avec l'augmentation de la température. Cependant le comportement visco-élastique de ce matériau ne varie pas linéairement en fonction de la température [Mano, 2002; Lagorce-Tachon *et al.*, 2015a]. Il semble en effet présenter une chute importante de rigidité aux alentours de -10 °C. Les auteurs assimilent cette chute à une relaxation α d'un des composants des parois cellulaires. La température de transition vitreuse T_g du liège est identifiée autour de 10 °C.

Dépendance à la vitesse de déformation

Même en régime quasi-statique, le liège naturel démontre une importante dépendance à la vitesse de déformation en compression [Rosa et Fortes, 1988b; Emilia Rosa et Fortes, 1988] (fig. 1.34). Le ratio σ_{el}/E reste par contre constant sur la fenêtre de vitesses de déformation testées (10^{-4} à 10^{-2} s^{-1}).

1.4.2 Un composite à base de liège : le liège aggloméré

Le liège est un matériau présentant une importante variabilité dans son comportement mécanique. Son utilisation pour des applications industrielles est donc rendue difficile. Un matériau composite à base de liège a été développé, le liège aggloméré, afin de palier en partie à ce problème. Le recours à des agglomérés permet également de réaliser des formes plus complexes de produits finis. Ce composite consiste en l'agglomération de granules de lièges avec une résine polymère présente en quantité relativement faible. Ce procédé permet ainsi d'obtenir un matériau

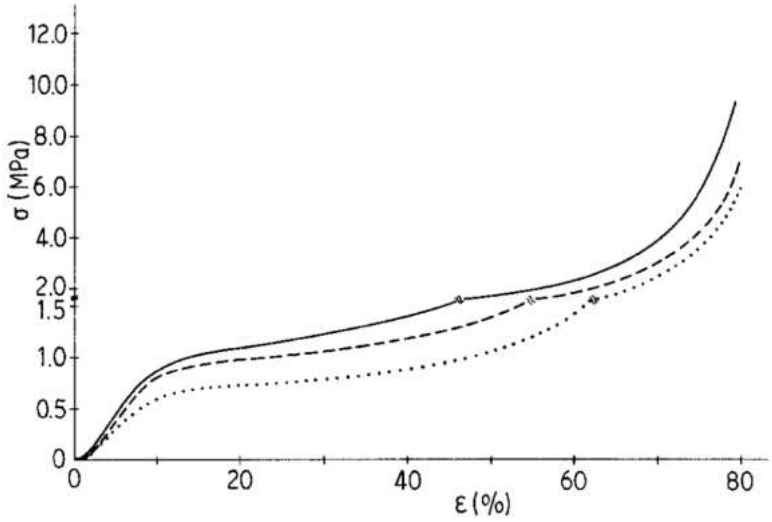


Figure 1.34 – Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique en compression de liège brut testé dans la direction axiale par Rosa et Fortes [1988b]. Vitesses de sollicitation (s^{-1}) à 2.1×10^{-4}, 2.1×10^{-3} et 2.1×10^{-2}.

possédant un comportement mécanique typique d'un matériau cellulaire mais beaucoup moins variable que dans le cas du liège naturel.

1.4.2.1 Le liège aggloméré : un matériau cellulaire multi-échelles

Le liège aggloméré (fig. 1.35(a)) présente une organisation particulière à l'échelle du millimètre avec des grains (voir fig. 1.35(b)) et interfaces entre ces derniers. Ces deux types d'organisation à des niveaux d'observation différents font donc du liège aggloméré un matériau cellulaire multi-échelles .

Comme pour d'autres matériaux cellulaires multi-échelles, il est possible qu'au cours d'une sollicitation mécanique, les mécanismes de déformation, de rupture et d'endommagement aient lieu aux différentes échelles qui le composent et interagissent ensemble :

— Échelle macro (composite),

— Échelle méso(grains/interfaces),

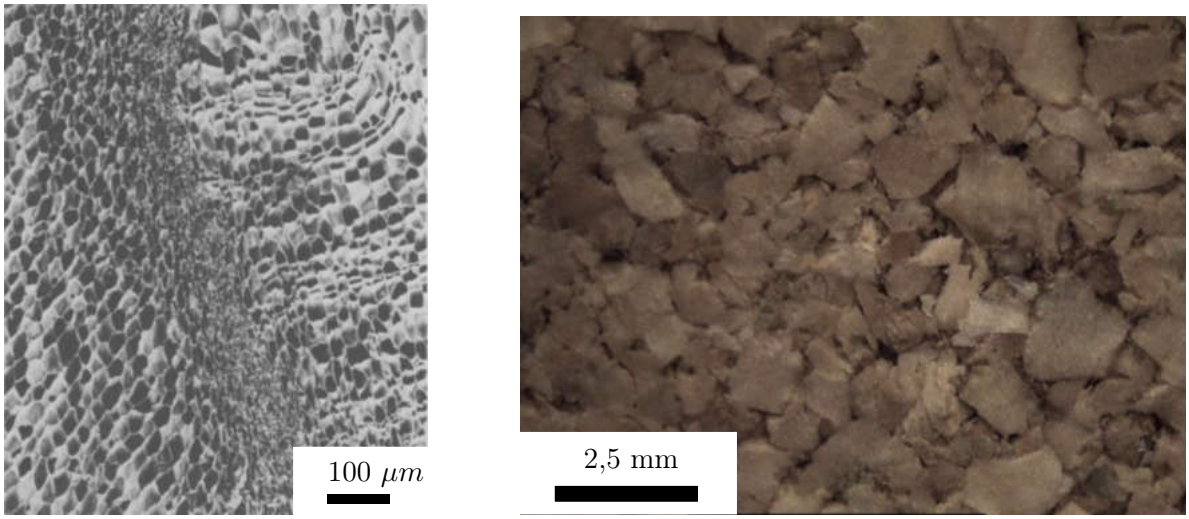
— Échelle micro (cellules).

— Échelle nano (paroi cellulaire).

Toutefois peu d'études se sont intéressées à la microstructure ou la mésostructure du liège aggloméré. Quelques images réalisées grâce à un MEB ont été présentées par Pereira et Ferreira [1989]; Mir *et al.* [2012] ou Menager *et al.* [2019], comme dans les fig. 1.35(a) et fig. 1.35(b), mais aucune étude n'a été plus loin dans la description de sa structure à différentes échelles (porosités, interfaces entre grains de liège, état de déformation des cellules après mise en forme, ...).

1.4.2.2 Le liège aggloméré : un matériau modulable

La dénomination liège aggloméré reste très générale. Sous cette appellation, un large spectre de matériaux peuvent être obtenus en modifiant à la fois la géométrie des matériaux initiaux (taille, forme des grains de liège ...), leur nature (type de résine) ou leurs proportions (ratio grains de liège/résine). Tous ces paramètres ont chacun une influence sur le comportement mécanique du matériau final [Jardin *et al.*, 2015].



(a) Échelle des cellules. (b) Échelle des grains.

Figure 1.35 – Microstructure [Pereira et Ferreira, 1989] et mésostructure [Jardin *et al.*, 2015] du liège aggloméré.

Effet géométrique

La taille et la forme des grains de liège sont deux paramètres importants à prendre en compte lors de la fabrication d'un liège aggloméré. D'après Jardin *et al.* [2015], les agglomérés dont la granulométrie est plus importante sont beaucoup plus sujets aux mécanismes d'endommagement, sans que ces mécanismes soient spécifiquement explicités par les auteurs. Ce faisant, leur performance lors de sollicitations multiples (double impact) est alors plus faible.

La taille des particules de liège ne semble pas particulièrement modifier le comportement thermo-mécanique des agglomérés de liège [Menager *et al.*, 2019]. Motte *et al.* [2017] ont toutefois observé que les agglomérés de liège avec de petits grains de liège démontraient une rigidité et une recouvrance élastique plus faible qu'un aggloméré possédant des gros grains. Ils ont de plus constaté que le broyage du liège en grains provoquait une détérioration des cellules à la surface des grains, également observé par Crouvisier-Urion *et al.* [2018]. Ils ont donc fait l'hypothèse qu'un aggloméré avec des grains de plus petite taille aurait un ratio surface/volume plus important et présenterait une plus grande quantité de cellules endommagées et donc un comportement mécanique plus faible.

Effet matériau

Le type de résine (thermoplastique ou thermodurcissable par exemple) et le ratio volumique de résine sont des éléments clef qui permettent de piloter la rigidité initiale d'un aggloméré de liège [Menager *et al.*, 2019]. Plus la résine est rigide et plus le matériau composite final le sera également [Santos *et al.*, 2017]. Santos *et al.* [2017] ont montré qu'un liège aggloméré plus rigide présente alors un plateau avec un module du plateau E^*_{pl} plus élevé et atteint la phase de densification à plus basse déformation ε_d. Toutefois ils rapportent également qu'un taux plus important de résine retarderait le phénomène de densification.

Ces deux observations montrent que la résine peut jouer un rôle important sur le comportement mécanique macroscopique d'un aggloméré de liège. Cependant les phénomènes à l'origine de ce constat sont peu discutés encore. Il semble toutefois important de les décrire dans une optique d'amélioration des matériaux.

À partir d'une même composition, l'aggloméré peut être plus ou moins densifié lors du pro-

cédé de fabrication. Comme pour les matériaux cellulaires polymériques [Saha *et al.*, 2005], plus l'aggloméré est dense et plus sa rigidité est importante. De plus une relation proportionnelle entre la densité d'un aggloméré et l'énergie mécanique absorbée W_{abs} a été observée par Jardin *et al.* [2015] et Santos *et al.* [2017].

1.4.2.3 Influence de la vitesse de déformation

Aujourd'hui le liège aggloméré est envisagé comme matériau bio-sourcé pour l'absorption d'énergie lors d'impacts [Silva *et al.*, 2014, 2011]. Beaucoup de chercheurs ont orienté dans cette optique leurs recherches sur le comportement mécanique de ce matériau.

Dépendance à la vitesse

Le comportement mécanique des aggloméré de liège dépend de la vitesse de déformation Gameiro *et al.* [2007]. Cette sensibilité du comportement mécanique se traduit par une augmentation générale des contraintes atteintes par le matériau au cours d'une sollicitation en compression à déformation élevée.

L'étude du comportement mécanique en régime dynamique du liège aggloméré a été menée principalement à l'échelle de la structure par l'intermédiaire d'essais d'impact à l'aide de tours de chute. Les essais réalisés par exemple par Sanchez-Saez *et al.* [2015b] ou par Jardin *et al.* [2015] s'attardent sur les problématiques d'énergie absorbée mais pas sur la dépendance du matériau à la vitesse de déformation.

Les travaux de Gameiro et Cirne [2007] suggèrent qu'au delà d'une certaine vitesse de déformation macroscopique, le comportement mécanique ne varie plus. Ainsi entre 200 et 2500 s^{-1}, les courbes contraintes/déformation obtenues avec des barres de Hopkinson sont très semblables.

Cependant, ces tests en régime dynamique ne permettent pas toujours d'atteindre des déformations importantes et la vitesse de déformation peut varier pendant le chargement en compression [Gameiro *et al.*, 2007].

De plus les champs de déformation à la surface du liège aggloméré étudiés par corrélation d'images numériques étant très hétérogènes selon Sasso *et al.* [2018], l'étude de courbes macroscopiques pourrait ne pas être suffisante pour faire de telles conclusions.

Cas des chargements répétés

Le liège aggloméré, comme le liège naturel, présente un comportement fortement visqueux avec une faible déformation permanente en comparaison à d'autres matériaux cellulaires. Il peut démontrer ainsi des bonnes propriétés d'absorption d'énergie mécanique pour des applications d'impacts multiples car l'énergie absorbée peut rester constante même après plusieurs impacts [Sanchez-Saez *et al.*, 2015a; Jardin *et al.*, 2015]. Cependant la composition de l'aggloméré (taux de résine, type de résine, ...) est déterminante puisque d'autres agglomérés voient leurs propriétés mécaniques diminuer après le premier impact [Gameiro *et al.*, 2007].

Le comportement mécanique de ce matériau a donc été principalement étudié en compression sous divers régimes de vitesses de déformation mais peu d'études ont donné lieu à une analyse quantitative ou locale de l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du liège aggloméré.

1.4.2.4 Influence de l'environnement

Le liège étant un matériau polymère multiphasé, son comportement mécanique est fonction des conditions de l'environnement telle que la température ou l'humidité. Ce sont d'ailleurs

ces conditions expérimentales, pas forcément contrôlées lors d'essais mécaniques sur du liège aggloméré, qui peuvent être à l'origine de la non-répétabilité d'essais mécaniques parfois observée.

Influence de l'humidité

Lagorce-Tachon *et al.* [2016] ont montré que les agglomérés de liège absorbaient moins d'eau que le liège naturel sans doute à cause du caractère hydrophobe des résines utilisées (PU, PFA, ...) (fig. 1.36(a)). Toutefois comme pour le liège naturel, la rigidité du matériau diminue de façon importante à partir d'un certain taux d'humidité [Crouvisier-Urion *et al.*, 2018] (fig. 1.36(b)).

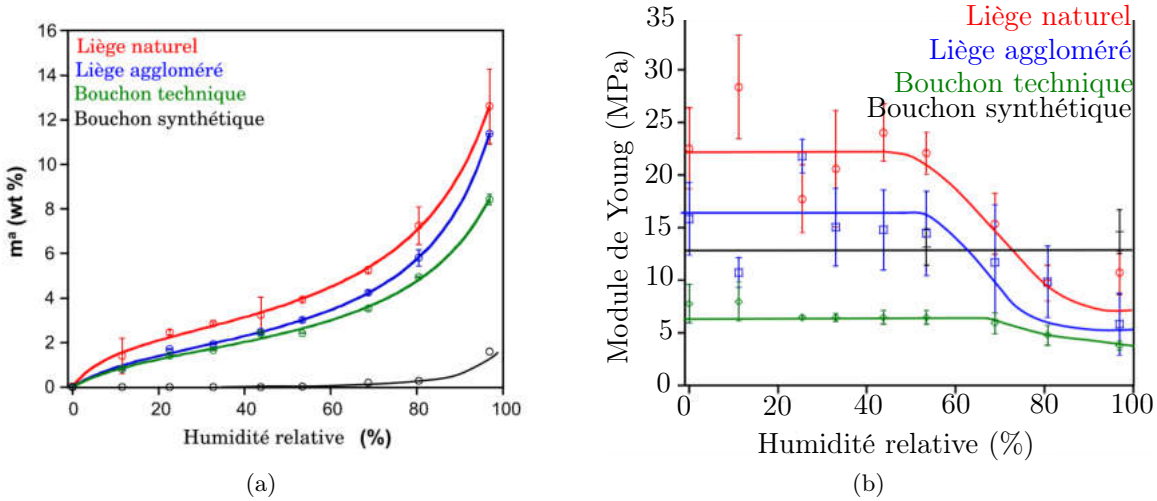


Figure 1.36 – (a) Gain de masse de produits à base de liège de l'eau par du liège (dans le cas du liège aggloméré, une résine polyuréthane a été utilisée) en fonction de l'humidité relative de conditionnement. (b) Influence de l'humidité relative de conditionnement sur le module d'Young de différents matériaux à base de liège [Lagorce-Tachon *et al.*, 2016].

Influence de la température

L'influence de la température sur le comportement mécanique de ce matériau a été étudiée sous plusieurs types de sollicitation.

Concernant le comportement visco-élastique des agglomérés, étudié grâce à des essais harmoniques comme l'analyse mécanique dynamique (DMA), il a été possible de confirmer en partie les observations déjà faites sur le comportement mécanique en température du liège naturel. L'ajout d'une résine au liège a fait apparaître des transitions relatives à la résine utilisée (relaxation α entre autre) dans la dépendance de l'aggloméré à la température [Lagorce-Tachon *et al.*, 2016; Paiva et Magalhães, 2018].

Dans le cas du liège aggloméré avec une résine d'alcool polyfurfurylique (PFA) étudié par Menager *et al.* [2019], la température de transition vitreuse semble être décalée vers de plus hautes températures, augmentant de 18 à 26 °C. Les auteurs associent cette hausse à une restriction dans les mouvements des chaînes provoquée par l'ajout de la résine thermodurcissable.

Peu de travaux portent sur le comportement mécanique des agglomérés de liège en régime quasi-statique à différentes températures. Il est donc difficile d'identifier le rôle que joue le matériau et la structure dans cette dépendance à la température.

Influence de la température en régime dynamique

Les travaux de Ptak *et al.* [2017] ont porté sur l'influence de la température sur le comportement mécanique du liège aggloméré (principalement avec une résine polyuréthane) lors

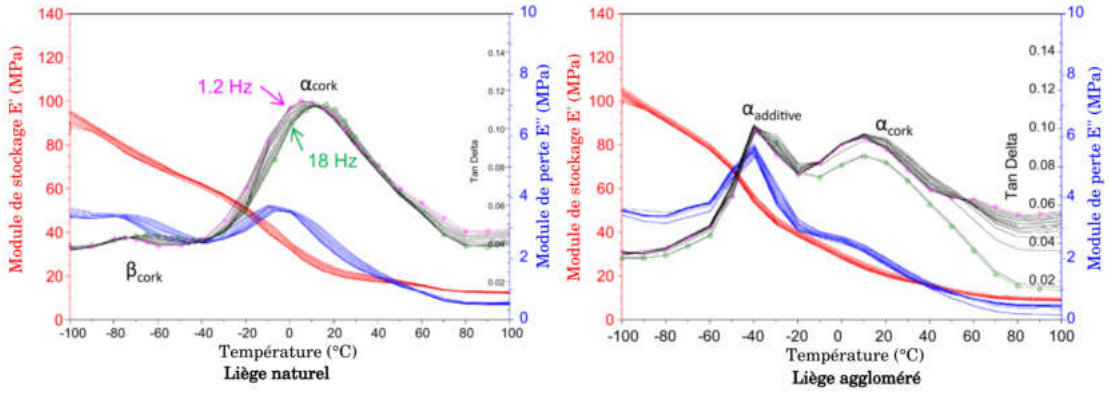


Figure 1.37 – Influence de la température sur le comportement visco-élastique du liège naturel et du liège aggloméré étudiée par DMA (adapté de [Lagorce-Tachon *et al.*, 2016]).

d'impacts à l'aide d'une tour de chute. Les essais à l'échelle de la structure démontrent une faible dépendance du comportement mécanique à la température entre 21 et 50 ° C. Cela paraît plutôt étonnant du fait de la forte baisse de la rigidité du liège entre ces deux température remarqué par Lagorce-Tachon *et al.* [2016].

Lorsque les agglomérés de liège sont impactés entre -30 ° C et 100 ° C, une diminution importante de la capacité d'absorption d'énergie durant un impact est observée avec une augmentation de la température [Kaczynski *et al.*, 2018]. Ce constat est quant à lui sans surprise à la vue des données DMA du liège et de ses co-produits présentés par Lagorce-Tachon *et al.* [2016] dans la fig. 1.37. Sur cette fenêtre de température, en pleine zone de transition du liège, la rigidité du liège et des agglomérés de liège diminue énormément avec l'augmentation de la température.

Kaczynski *et al.* [2018] mettent de plus en évidence l'apparition de fissures à la surface des éprouvettes testées à haute température ainsi qu'un effet tonneau important. Ils ne semblent pas spécifiquement relier le premier phénomène au second. Toutefois un fort effet tonneau peut mener à un chargement en traction à certains endroits de l'éprouvette, ce qui provoquerait l'apparition de fissures. À -30 ° C, ils n'observent pas de propagation de fissures. Les auteurs omettent de commenter la déformation macroscopique maximale atteinte moins importante dans le cas des essais à froid, ainsi que la diminution des frottements comme explications probables de ces observations.

De plus, il semble que l'influence de la température sur l'énergie absorbée augmente avec la densité de l'échantillon [Kaczynski *et al.*, 2018]. Les auteurs de ces travaux ne commentent toutefois pas l'origine d'un tel phénomène.

Comme énoncé précédemment, l'utilisation d'une tour de chute pour étudier le comportement mécanique en régime dynamique, ici à différentes températures, ne permet pas d'avoir une vitesse de déformation moyenne constante. De plus, selon le type d'impacteur choisi, les champs de déplacements peuvent être complexes [Ptak *et al.*, 2017]. L'étude du comportement mécanique du liège aggloméré en régime dynamique à différentes températures est donc aujourd'hui principalement porté sur l'évolution de l'énergie absorbée au cours d'essais structure. L'influence de la résine sur le comportement visco-élastique dans ces conditions sévères est par exemple peu discuté, alors qu'il pourrait être un point crucial dans l'amélioration du comportement mécanique du matériau.

1.4.2.5 Influence du type de sollicitation

Le comportement mécanique des agglomérés de liège est avant tout étudié en compression, du fait des applications envisagées. Le comportement mécanique particulier du liège naturel en compression est à l'origine du comportement mécanique non-linéaire des agglomérés de liège.

Le comportement en traction des agglomérés de liège est beaucoup moins étudié en comparaison à celui en compression. Ce comportement est caractérisé par une zone linéaire pour de faibles déformations [Crouvisier-Urion *et al.*, 2018]. La contrainte augmente ensuite moins rapidement avec la déformation jusqu'à atteindre une contrainte maximale à laquelle la rupture s'amorce dans l'éprouvette.

Selon la taille de grain et le pourcentage de résine utilisé pour obtenir les agglomérés de liège, le comportement mécanique en traction est modifié [Crouvisier-Urion *et al.*, 2018]. Au contraire, la vitesse de déformation ne semble pas avoir une influence très importante sur la réponse en traction des agglomérés de liège [Moreira *et al.*, 2010].

La rupture a lieu pour tous les types d'agglomérés dans les particules de liège plutôt qu'aux interfaces résine/grains [Crouvisier-Urion *et al.*, 2018].

Bilan

La microstructure du liège naturel a été étudiée et décrite de façon quantitative grâce à plusieurs techniques d'observations. La variabilité des dimensions de ces cellules en fonction du lieu de récolte a été démontrée ainsi que l'influence de la température sur cette structure [Rosa et Fortes, 1988a]. Au contraire la microstructure et la mésostructure des agglomérés de liège restent encore relativement peu décrites. Seuls quelques clichés réalisés au microscope électronique à balayage on été réalisés sans plus d'analyse quantitative.

Le comportement mécanique du liège naturel a quant à lui été étudié, décrit, modélisé et simulé dans plusieurs cas d'études et à plusieurs échelles. Ses mécanismes de déformation en compression et traction, jusqu'à rupture ont été bien compris, et ce depuis plusieurs décennies [Gibson *et al.*, 1981; Anjos *et al.*, 2010, 2011]. Le comportement mécanique en compression du liège aggloméré a été décrit à l'échelle de la structure. Ainsi l'influence de paramètres matériaux tels que la densité, le type de résine ou la taille des grains [Santos *et al.*, 2017] et de paramètres environnementaux comme la température ou la vitesse de déformation [Kaczynski *et al.*, 2018] sur l'énergie absorbée au cours d'un impact ont été démontrées. Cependant l'influence de ces paramètres aux échelles plus petites de la structure n'a pas été étudiée. Les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture dans ce matériau restent encore eu connues.

1.5 Conclusion de l'état de l'art

Les matériaux cellulaires peuvent présenter plus que deux échelles de structuration et sont alors appelés matériaux cellulaires multi-échelles. Entre les matériaux cellulaires et les matériaux cellulaires multi-échelles, des différences dans la microstructure entraînent des différences dans les mécanismes de déformation. Cependant l'influence du caractère multi-échelles de l'architecture sur le comportement mécanique n'a pas encore été entièrement décrits.

Il est pourtant primordial de prendre en compte l'échelle supplémentaire des grains dans la description du comportement mécanique de ces matériaux cellulaires multi-échelles. Il reste cependant d'importantes zones d'ombre dans la compréhension des mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture des matériaux cellulaires multi-échelles.

La vitesse de déformation influence fortement le comportement mécanique des matériaux cellulaires, métalliques comme polymériques. L'origine d'une telle dépendance est généralement discutée qualitativement en évoquant le matériau constitutif, le fluide et l'inertie à l'échelle des parois cellulaires. Il semble cependant que dans les mousses métalliques et polymériques au comportement mécanique relativement isotrope, la principale cause de la dépendance à la vitesse de déformation vienne de la dépendance propre du matériau constitutif des parois.

Le liège est un matériau naturellement cellulaire. Du fait de son origine naturelle, il possède une importante variabilité dans les dimensions de ses cellules, sa composition chimique et donc son comportement mécanique. Pour palier à cette variabilité, un composite à base de liège, les agglomérés sont préférentiellement utilisés aujourd'hui pour des applications telles que l'isolation thermique, acoustique, de la réduction de vibration et sa tenue au feu. Les agglomérés de liège sont également actuellement considérés pour d'autres utilisations dans le domaine de la protection des biens et des personnes. Pourtant peu de travaux de recherche se sont intéressés à sa structure multi-échelles. L'état actuel des connaissances quant à son comportement mécanique est ainsi limité au comportement à l'échelle macroscopique de la structure agglomérée, ce qui ne permet pas une optimisation du matériau basée sur la compréhension des mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture.

1.6 Objectifs de l'étude et verrous

À l'issue de cet état de l'art sur la relation structure/propriétés dans les matériaux cellulaires, beaucoup de verrous scientifiques semblent donc encore exister. Dans le contexte de l'étude, il s'agit de lever certains de ces verrous à travers les agglomérés de liège, un matériau cellulaire multi-échelles et composite.

L'étude du comportement mécanique des agglomérés de liège implique de comprendre comment la partie poreuse, le liège, interagit avec les interfaces composites vis-à-vis du comportement mécanique global (fig. 1.38). L'influence de l'ajout de fibres courtes de carbone sur la structure multi-échelles et sur le comportement mécanique doit également être discutée. Du fait de la forte dépendance des matériaux constitutifs de l'aggloméré (liège, résine) aux conditions de sollicitation, une attention particulière sera portée à l'influence des sollicitations sévères telles que la température ou la vitesse de déformation sur le comportement mécanique en compression de cette mousse composite qu'est l'aggloméré de liège et sur l'origine de cette influence (effet structure/matériau).

La place des différentes échelles d'organisation dans le comportement mécanique de ce matériau cellulaire multi-échelles sous sollicitations sévères sera discutée.

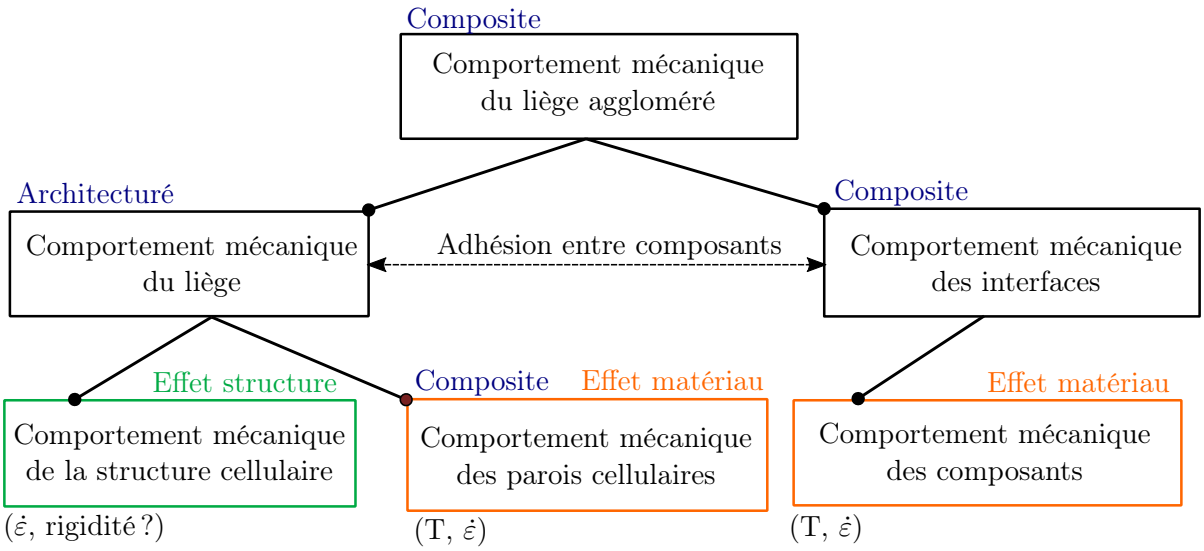


Figure 1.38 – Schématisation de l'étude du comportement mécanique d'un aggloméré de liège.

Les verrous scientifiques qui sont explorés dans ces travaux sont donc les suivants :

- Description quantitative de l'échelle mésoscopique des matériaux cellulaires multi-échelles.
- L'influence de la présence d'interfaces sur le comportement mécanique et les mécanismes de déformation dans les matériaux cellulaires.
- L'origine de la dépendance à la température dans les matériaux cellulaires polymériques.
- L'origine de la dépendance à la vitesse de déformation dans les matériaux cellulaires polymériques.
- Le cas particulier des matériaux cellulaires multi-échelles dans la dépendance à la température et à la vitesse de déformation.

Chapitre 2

Caractérisation structurale multi-échelles des agglomérés de liège

Sommaire

2.1 Méthodes expérimentales pour la caractérisation structurale 64
2.1.1 Informations morphologiques 2D 65
2.1.2 Informations morphologiques 3D 67
2.2 Description de la structure multi-échelle à l'échelle micro 76
2.2.1 Ordres de grandeur à l'échelle des cellules 76
2.2.2 Morphologie des cellules de liège 77
2.2.3 Épaisseur des parois 77
2.3 Description de la structure du liège aggloméré à l'échelle mésoscopique . 80
2.3.1 Ordres de grandeur 80
2.3.2 Anisotropie transverse de la géométrie des grains 81
2.3.3 Anisotropie transverse de l'orientation des grains 83
2.3.4 Porosités intergranulaires 84
2.4 Relation entre échelles d'observation 86
2.4.1 Des échelles relativement séparables 86
2.4.2 Interfaces inter-granulaires 87
2.5 Influence de l'ajout de fibres courtes sur la structure 91
2.5.1 Modification des interphases 91
2.5.2 Placement et orientation particuliers des fibres 92
2.6 Conclusions sur la structure multi-échelles des agglomérés de liège 94

Introduction

L'objet de ce chapitre est de proposer une méthodologie pour étudier la structure de ces matériaux à différentes échelles et de donner une description qualitative et quantitative de la structure du liège aggloméré.

La fig. 2.1 montre un ensemble d'images qui présente les différentes échelles d'observation dans les agglomérés de liège. La fig. 2.1a présente une image de la surface d'un aggloméré de liège prise au microscope optique (MO) et la fig. 2.1c montre les cellules présentes dans cet aggloméré, observée grâce à un microscope électronique à balayage (MEB). À une résolution plus fine, la fig. 2.1d montre avec plus de précision les parois cellulaires du liège. Une échelle supplémentaire entre l'échelle macroscopique et celle des cellules est notable (fig. 2.1b). C'est l'échelle des grains de matériau cellulaire due au procédé de fabrication de l'aggloméré de liège. Cela fait donc du liège aggloméré, un matériau cellulaire multi-échelles.

D'un point de vue caractérisation architecturale, peu d'études se sont intéressées au liège aggloméré, contrairement à d'autres matériaux cellulaires synthétiques. Or la structuration à différentes échelles d'observation d'un matériau cellulaire a une grande influence sur son comportement mécanique [Gibson et Ashby, 1997].

Une étude de cette structure multi-échelles des agglomérés de liège a donc été entreprise grâce à différents moyens d'observation, aussi bien en 2D qu'en 3D afin de la décrire avec précision.

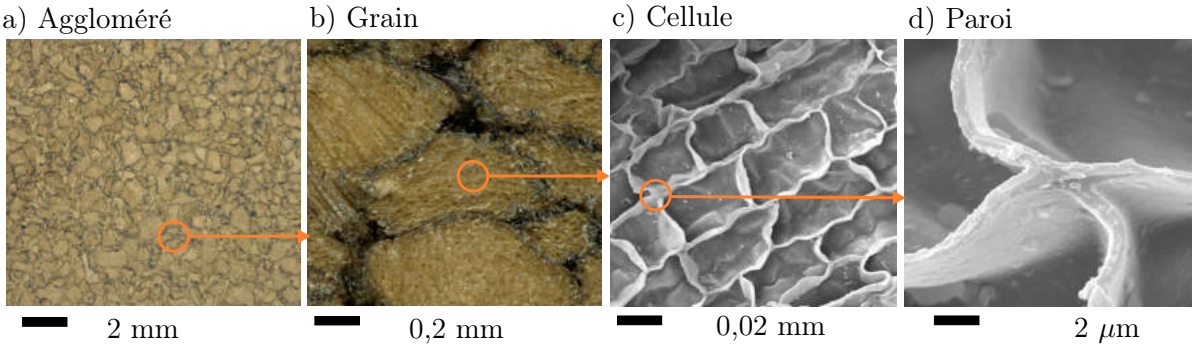


Figure 2.1 – Les différentes échelles d'observation des agglomérés de liège.

2.1 Méthodes expérimentales pour la caractérisation structurale

Plusieurs méthodes d'observations ont été nécessaires afin d'étudier ce matériau à différentes échelles. Elles sont ici regroupées selon deux catégories : pour une étude dans le plan (2D) et pour une étude dans le volume (3D).

L'étude du liège aggloméré en 2D permet d'étudier rapidement un grand nombre d'échantillons de dimensions assez importantes.

L'étude dans le volume (3D) permet d'étudier l'organisation dans l'espace du matériau [Maire, 2012]. Dans certains cas (comme pour les porosités), une étude 2D des éprouvettes n'est en effet pas suffisante pour avoir une idée de la morphologie. De plus étudier la structure interne du matériau sans effectuer de découpe préalable permet d'éviter de trop détériorer le matériau.

2.1.1 Informations morphologiques 2D

2.1.1.1 Observation par microscopie optique et analyse d'image 2D

Les agglomérés de liège sont d'abord étudiés avec un microscope optique Keyence à un grandissement [1] de ×20. À partir de ces observations préliminaires, des variations dans les formes des grains ont été constatées. L'organisation des grains et leur morphologie a donc été étudiée quantitativement par analyse d'images à l'aide du logiciel libre ImageJ.

Pré-traitement des clichés

Le contraste de l'image brute (fig. 2.2a) est modifié afin de mieux percevoir les grains et les interfaces (fig. 2.2b). Une binarisation de l'image est alors effectuée grâce à un seuillage manuel. Les grains de liège sont sélectionnés et sont représentés en blanc sur la fig. 2.2c.

Sur cette image binaire, plusieurs opérations morphologiques sont ensuite réalisées (fig. 2.2d). L'érosion et la dilatation sont deux opérations de base de la morphologie mathématique [Lantuejoul et Maisonneuve, 1984]. Elles sont toutes les deux réalisées à partir d'un élément structurant de forme et de taille définie. L'érosion retourne un élément noir seulement si la zone correspondant à cet élément ne contient que des pixels noirs.

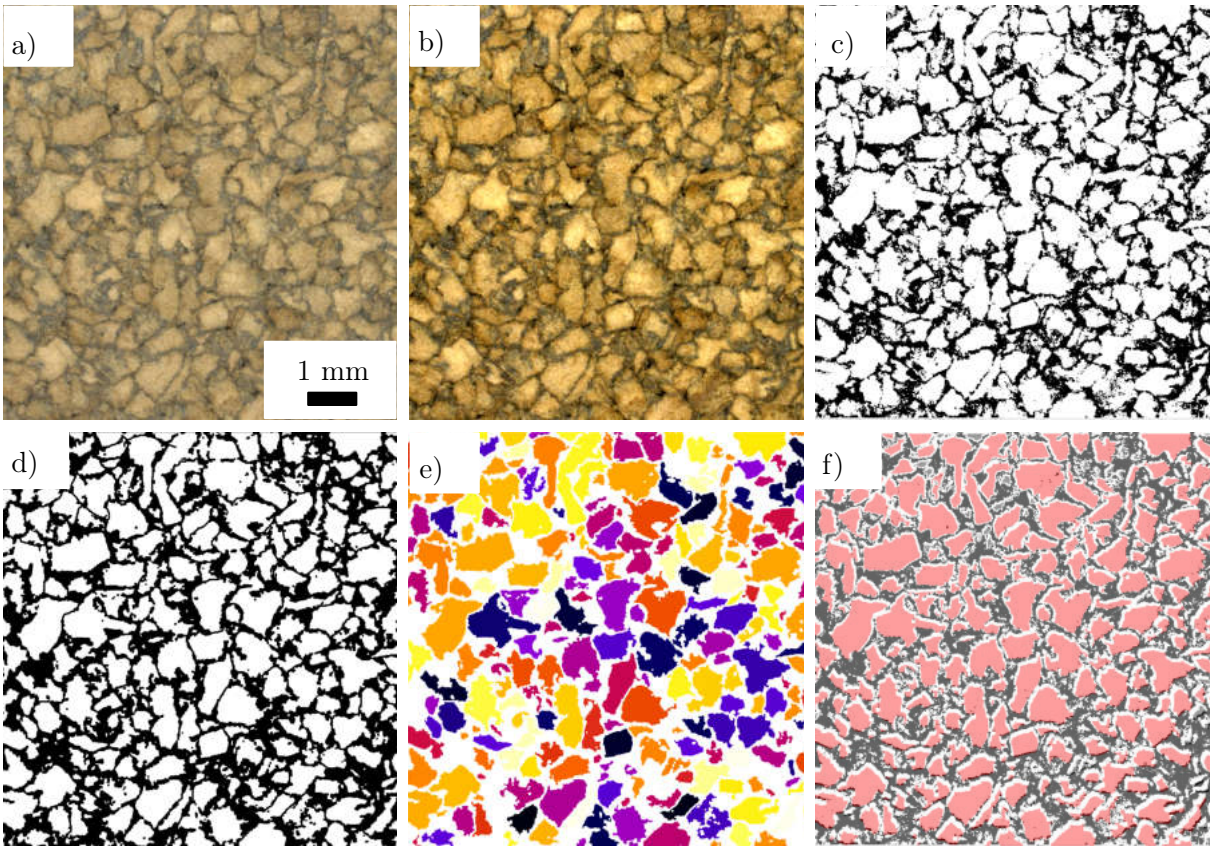


Figure 2.2 – Processus d'analyse d'images surfaciques des grains de liège réalisée à l'aide d'un microscope optique. a) Image brute. b) Contraste et luminosité modifiée. c) Seuillage des grains. d) Opérations d'érosion et de dilatation successives. e) Grains triés selon leur aire surfacique. f) Superposition de l'image c) et de l'image e).

1. L'utilisation du terme grossissement est en effet un abus de langage quand on parle de "zoom" puisqu'en optique le grossissement est le rapport des angles d'observation tandis que le grandissement est le rapport de la taille des objets observés.

La dilatation est l'opération duale de l'érosion. Elle retourne un élément noir si au moins un des pixels de la zone occupée par cet élément est noir. La dilatation aura pour effet d'agrandir la figure L'effet de l'érosion est d'abord de rétrécir l'objet. Des opérations d'érosion et de dilatation sont ainsi utilisées pour séparer au mieux chaque grain, tout en essayant de conserver la géométrie et la taille des particules observées (fig. 2.2d).

À la fin de ces opérations, le nombre de pixels qui sont attribués aux grains est moins importante. Il y a moins de pixels blancs sur la fig. 2.2d. La fig. 2.2 est la superposition de la fig. 2.2c et des grains obtenus en rouge. Elle montre que malgré un léger épaississement des interfaces, la totalité des grains semble être prise en compte.

C'est plus de mille grains qui sont ainsi détectés à la surface d'une seule éprouvette (cubique de 20 mm de côté). L'étude a été menée sur au moins deux éprouvettes par types de liège aggloméré.

Finalement les paramètres morphologiques peuvent être déterminés pour chaque grain, comme sur la fig. 2.2e où la couleur attribuée à chaque grain représente l'aire surfacique (les couleurs les plus sombres étant associées à une faible surface).

Analyse des clichés traités

L'analyse de l'orientation des grains de liège se fait en traçant pour chaque grain des ellipses (fig. 2.2e et fig. 2.3). Ces ellipses sont obtenues en se basant sur la matrice d'inertie de la forme obtenue [Serra, 2008]. Elles sont caractérisées par leur axe majeur a, leur axe mineur b ainsi que l'angle entre l'axe a et l'axe horizontal de l'image.

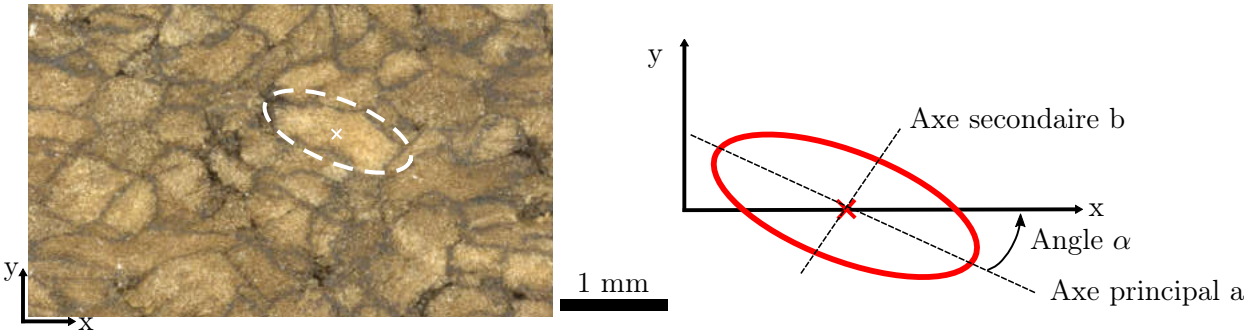


Figure 2.3 – Approximation d'un grain de liège par une ellipse. Paramètres résultants de cette approximation.

Les longueurs des deux axes de ces ellipses sont ensuite utilisés pour calculer le rapport d'aspect AR (Aspect Ratio). Le rapport d'aspect est un facteur de forme obtenu en divisant la longueur de l'axe principal (a) par celle de l'axe secondaire (b) soit AR = a/b. Plus le rapport d'aspect est proche de 1 et plus la particule est circulaire. L'orientation α de l'axe principal a de l'ellipse est assimilé à l'orientation du grain associé à la surface de l'éprouvette photographiée. D'autres paramètres sont calculés tels que l'aire de la surface des grains. La fig. 2.2f montre ainsi l'organisation des grains à la surface d'une éprouvette de liège aggloméré en fonction de leur surface.

2.1.1.2 Observation par microscopie électronique à balayage

Par rapport au microscope optique, le microscope électronique à balayage (MEB) permet d'accéder à des grandissements plus importants (jusqu'à 5 000 fois pour le MO contre 30 000 fois pour le MEB). De plus ce type de microscope, avec le détecteur d'électrons secondaires,

peut fournir une information topologique qui permet de discerner finement les cellules, même pour un faible grandissement [Barry Carter et Grant Norton, 2007]. Ainsi les cellules qui étaient difficilement visibles au microscope optique, le deviennent au microscope électronique à balayage à même grandissement (fig. 2.4).

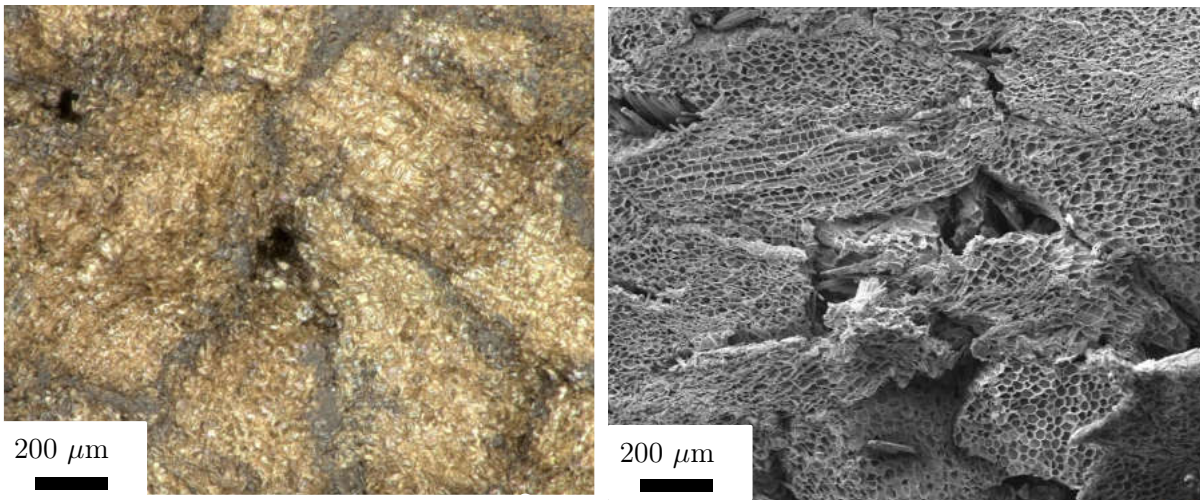


Figure 2.4 – Clichés de deux agglomérés de liège au même grandissement, l'un au microscope optique, l'autre au microscope électronique à balayage.

Les échantillons de liège aggloméré observés à l'aide d'un MEB sont préalablement découpés à l'aide de lames de rasoir neuves afin de limiter l'endommagement des cellules dû à la découpe. Malgré l'utilisation de lames de rasoir neuves comme pour du liège brut [Gibson *et al.*, 1981], l'obtention de surfaces lisses a été difficile. En effet la présence d'interfaces beaucoup plus rigides que les cellules complexifie la phase de préparation des éprouvettes.

Une fine couche d'or est ensuite déposée à la surface des échantillons par pulvérisation cathodique afin de rendre la surface conductrice. La couche d'or est supposée constante à la surface de l'échantillon. Les échantillons sont ensuite observés à l'aide d'un MEB Zeiss EVO HD 15 à une tension d'accélération de 10 keV et un courant de 200 pA.

2.1.2 Informations morphologiques 3D

Pour un matériau cellulaire tel que le liège aggloméré, les analyses 2D ne fournissent que des informations partielles et ne sont pas suffisantes pour décrire totalement sa structure [Maire, 2012]. Celle-ci est aussi bien à l'échelle des cellules que des grains intrinsèquement organisée dans l'espace. De plus des incertitudes demeurent quant à l'endommagement des cellules et des interfaces causé par la découpe des éprouvettes.

La tomographie à rayons X est une technique qui est développée en science des matériaux depuis maintenant 20 ans. Elle est très adaptée à l'étude des matériaux très poreux [Maire, 2012; Petit *et al.*, 2013] tels que les mousses de polyuréthane à cellules ouvertes [Elliott *et al.*, 2002], des mousses de nickel à cellules ouvertes [Dillard, 2004], des mousses d'aluminium à cellules fermées [Sun *et al.*, 2017] ou des mousses de polypropylène à cellules fermées [Viot et Bernard, 2007]. L'étude poussée de la microstructure de matériaux cellulaires plus atypiques tels que celles des os [Müller *et al.*, 1998], du pain [Babin *et al.*, 2005, 2006, 2008] ou du bambou [Dixon *et al.*, 2018] a également été rendue possible grâce à cette technique d'imagerie.

Une étude de l'organisation 3D du liège aggloméré à l'échelle du grain et des cellules a donc été entreprise grâce à la tomographie à rayons X. Les résultats de cette étude sur les agglomérés

de liège sont une première vis-à-vis de l'état de l'art.

2.1.2.1 Principe de la tomographie à rayons X

Le principe général de cette technique a été décrit en détail dans de nombreux articles comme ceux de Maire et al. [Maire, 2012; Salvo *et al.*, 2003; Baruchel *et al.*, 2000; Buffiere *et al.*, 2010; Maire *et al.*, 2003; Maire et Withers, 2014; Maire *et al.*, 2001; Landis et Keane, 2010].

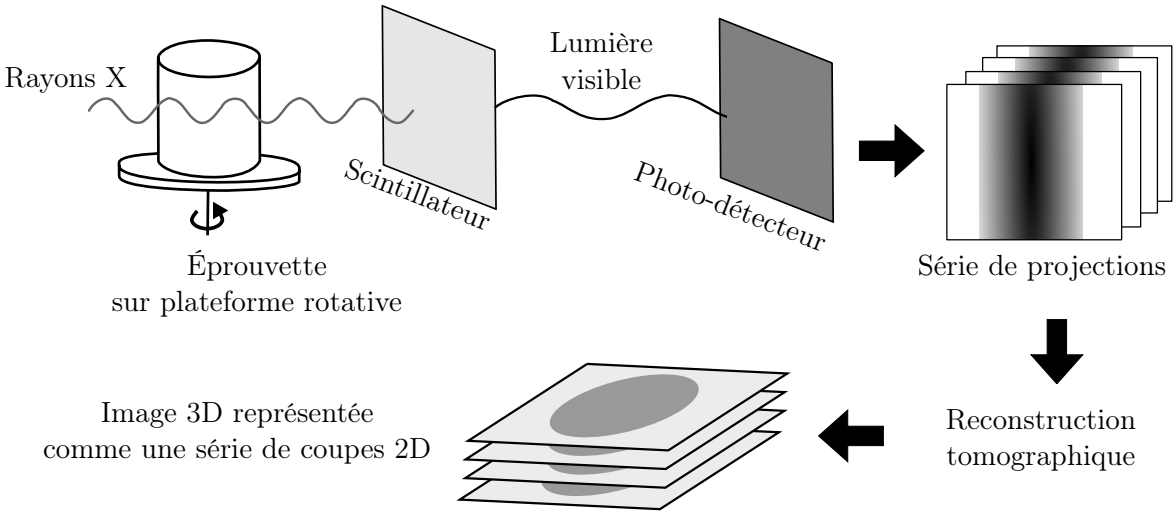


Figure 2.5 – Principe de la méthode de tomographie à rayons X. Schéma adapté de [Landis et Keane, 2010].

Elle nécessite une source de rayons X, un plateau rotatif et un détecteur radioscopique (ou photo-détecteur) (fig. 2.5). Pour obtenir une analyse complète, plusieurs radiographies d'absorption des rayons X de l'échantillon à différents angles sont réalisées. Une dernière étape de reconstruction calculée est nécessaire pour produire une carte tridimensionnelle (3D) des coefficients d'absorption locaux dans le matériau. Cela donne accès à une image 3D de la structure du matériau (fig. 2.5). Le voxel correspond à un élément de l'image tridimensionnelle ainsi obtenue. La résolution s'exprime alors en [unité de longeur]/[voxel]. Selon la source de rayons X, il existe différents types de tomographes.

Tomographe de laboratoire

Les tomographes de laboratoire utilisent une source de rayons X à micro-foyer d'une largeur de quelques microns qui délivre un faisceau conique. Il faudra alors effectuer une rétroprojection pondérée qui prend en compte la forme conique du faisceau de rayons X.

Pour obtenir une reconstruction exacte, l'échantillon doit théoriquement rester dans le champ de vision (fov) et si un détecteur de N éléments est utilisé, la taille du voxel est simplement fov/N. Pour une fenêtre d'observation de 2 mm et une caméra CCD de 2 002 éléments, la taille du voxel est donc 1 μm. Cette taille de voxel est différente de la résolution spatiale réelle du tomographe. Cette dernière est une fonction complexe de l'ensemble des paramètres de la chaîne d'acquisition : taille de la source (source de laboratoire), lentilles optiques (source synchrotron), précision mécanique des moteurs, etc. mais, en règle générale, la résolution spatiale est généralement proche du double de la taille du voxel. Il est parfois possible de scanner des échantillons plus grands que le champ de vision (un processus appelé tomographie locale), mais la qualité des images 3D dépend fortement de l'homogénéité de l'échantillon étudié.

Tomographe à rayonnement synchrotron

Ce type d'appareil se trouve au sein d'un accélérateur de particules électro-magnétique dit "synchrotron". Le synchrotron est un instrument pulsé permettant l'accélération à haute énergie de particules stables chargées (en général des électrons), en contraignant les particules à tourner entre les pôles d'électro-aimants disposés en anneau. En raison de la faible masse des électrons, l'accélération occasionnée par la courbure de leur trajectoire génère une onde électro-magnétique dit *rayonnement synchrotron*. Ce rayonnement est collecté à différents endroits du tore, les lignes de lumière. Chaque faisceau lumineux rencontre ensuite des lentilles, miroirs ou monochromateurs afin de sélectionner la gamme de longueurs d'onde et de modifier les caractéristiques du faisceau (taille, divergence) qui sera utilisé dans l'expérience.

La lumière synchrotron possède des caractéristiques exceptionnelles par comparaison aux sources de lumière classiques disponibles en laboratoire : son spectre d'émission s'étend de l'infrarouge aux rayons X avec une brillance (petite taille, intensité) exceptionnelle, le rayonnement est stable, pulsé, et avec une forte cohérence spatiale et temporelle.

Il permet donc d'utiliser des rayons X monochromatiques pour effectuer la tomographie à rayons X. Cela améliore la qualité de l'image en supprimant les effets de durcissement. Une autre conséquence est qu'il est possible d'utiliser des temps d'exposition très faibles, ce qui permet de capturer des processus modérément rapides. Les sources synchrotron produisent un faisceau parallèle. En conséquence, une rotation complète (sur 360 $^\circ$) de l'échantillon est nécessaire dans les équipements de laboratoire pour enregistrer un balayage alors qu'un demi-tour seulement est nécessaire avec les rayons X du synchrotron. La résolution ne dépendra pas de la distance entre la source et l'échantillon mais de la distance entre le détecteur et l'échantillon.

L'accès à des tomographes de laboratoire est aujourd'hui plus facile, étant donné leur nombre plus important (Plateforme Placamat à Bordeaux, Laboratoire MATEIS à Lyon, Laboratoire GC à Nantes, ...) que celui des synchrotron (2 en France, à Paris et à Grenoble). Des tomographes de laboratoire ont donc été majoritairement utilisés pour cette étude. Des acquisitions de la structure du liège aggloméré à l'échelle des cellules ont également été réalisées au synchrotron SOLEIL.

2.1.2.2 Dimensionnement des éprouvettes et acquisition des données

Échelle méso

L'échelle méso a été étudiée à l'aide d'un tomographe de laboratoire. Les cellules de liège ont une taille caractéristique de 40 μm [Gibson *et al.*, 1981]. Pour étudier les agglomérés à l'échelle des grains, une première résolution autour de 8,5 μm/voxel à 10 μm/voxel est recherchée. Cette résolution permet de ne pas visualiser distinctement les cellules, tout en permettant de visualiser les interfaces entre grains.

Des échantillons prismatiques à base carrée de 10 mm de côté et de 20 mm de hauteur ont été découpés grâce à une Dremel Multitool. Des cylindres de 16 mm et de 12 mm de hauteur ont également été découpés par stratoconception. La tension et le courant d'accélération des rayons X ont été fixés respectivement à 80 kV et 100 μA.

Échelle micro

Pour pouvoir étudier les cellules des agglomérés de liège, une résolution plus fine est nécessaire afin de décrire les parois cellulaires dont l'épaisseur est autour de 2 μm [Gibson *et al.*, 1981]. Pour cela, soit des éprouvettes plus petites sont nécessaire, soit il faut recourir à de la tomographie locale.

Échelle	Type aggloméré	Résolution (μm/voxel)	Dimensions (vox×vox×vox)
Méso	Avec fibres	8	794×699×859
Méso	Sans fibres	8	907×792×1482
Micro	Avec fibres	0,68	456×502×128
Micro	Avec fibres	0,68	293×497×539
Micro	Sans fibres	0,68	126×110×152

Tableau 2.1 – Dimensions de différents VOI.

La comparaison des différentes méthodes d'acquisition peut être trouvée en Annexe B. Finalement, le choix a été fait d'exploiter finement les résultats obtenus par tomographie locale sur un tomographe à rayonnement synchrotron (SOLEIL). Cette méthode est en effet celle qui permet de décrire au mieux les parois cellulaires des agglomérés de liège. La résolution est alors de 0,68 μm/voxel (tab. 2.1), ce qui permet d'avoir plusieurs voxels dans une paroi cellulaire.

2.1.2.3 Méthodes de traitement d'images 3D

Les paramètres morphométriques ont été calculés à l'aide d'un sous-volume prismatique de l'objet original imagé, appelé ici volume d'intérêt (VOI). Pour l'étude des grains, le VOI sélectionné a été placé au centre de l'échantillon pour éliminer tout effet de bord, artefacts et dommages causés par la découpe de ce dernier. La taille des VOI étaient de 907×792×1482 voxels pour les agglomérés sans fibres et de 794×699×859 voxels pour les agglomérés avec fibres (tab. 2.1).

Plusieurs VOI ont été sélectionnés afin d'étudier les cellules de liège (tab. 2.1). Ceux-ci se situaient à l'intérieur de trois grains différents pour éviter également tout effet de bord causé par la présence des interfaces.

À l'échelle des grains

À cette échelle, un simple seuillage à partir des coupes tomographiques brutes (fig. 2.6a et b) ne permet pas d'isoler les grains les uns des autres pour étudier leur morphologie (fig. 2.6c). La résolution ici n'est pas assez fine pour bien différencier les parois des cellules des porosités. De plus les interfaces entre grains ne sont pas assez distinctes.

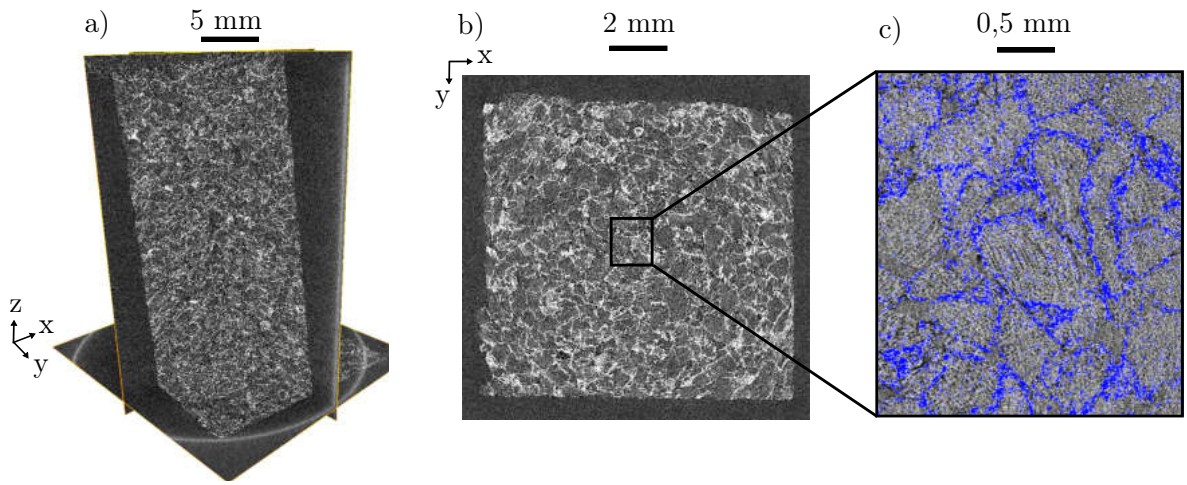


Figure 2.6 – Images brutes issues de la tomographie à l'échelle des grains. a) Coupes réalisées dans différents plans. b) Coupe xy. c) Essai de seuillage des interfaces entre grains.

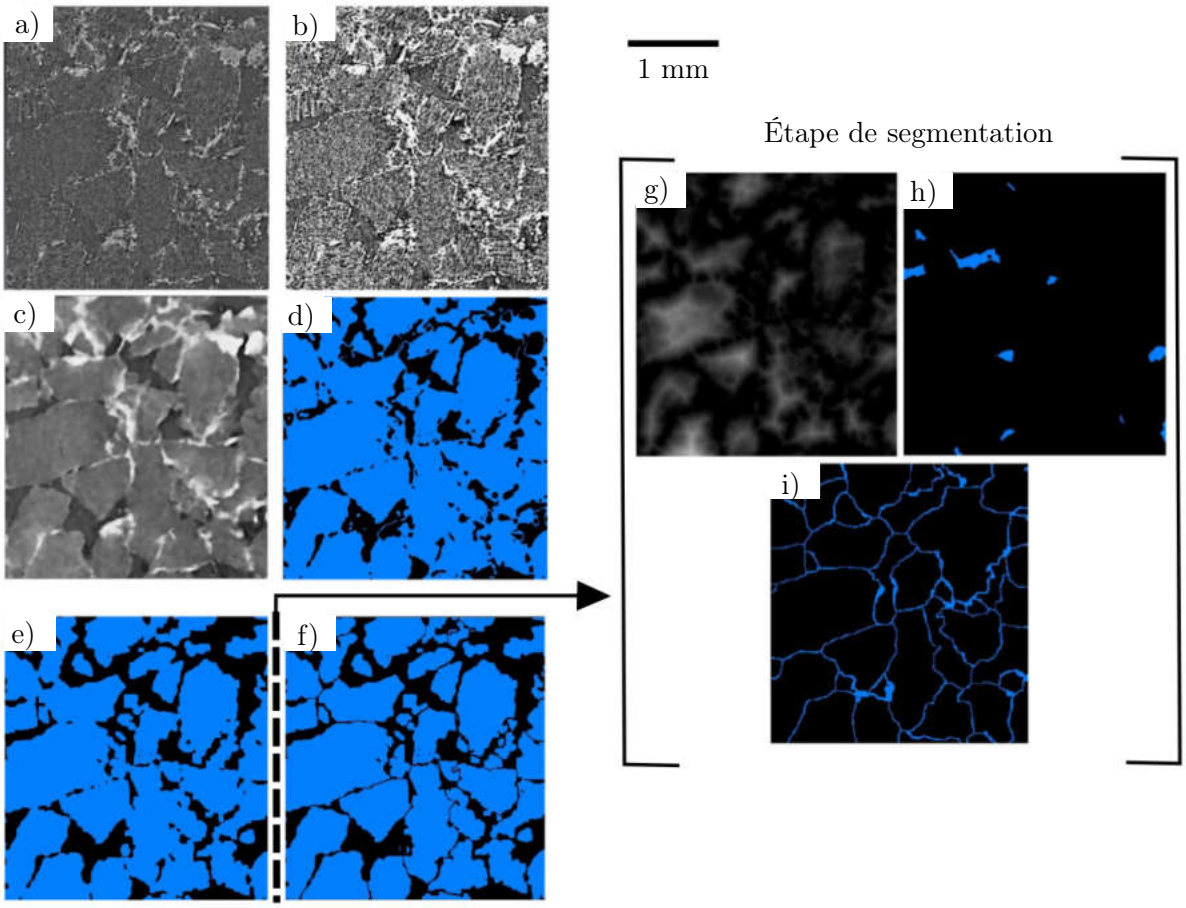


Figure 2.7 – Procédé de post-traitement des données de tomographie à l'échelle des grains. (a) Image brute. (b) Égalisation de l'histogramme. (c) Filtre médian. (d) Seuillage. (e) Ouverture. (f) Segmentation. Étapes de la segmentation. (g) Carte des distances de Chamfer inversée. (h) Marqueurs sélectionnés par la technique des H-maxima. (i) Lignes de séparation des eaux obtenues par la segmentation basée sur les marqueurs.

L'histogramme des coupes tomographiques brutes est d'abord égalisé pour améliorer leur contraste 2.7b). L'égalisation d'un histogramme consiste à redistribuer de façon plus homogène les niveaux de gris sur la plage entière des niveaux de gris (0 - 255 pour une image 8 bits) [Pratt, 1994].

Ensuite, un filtre médian 3D est appliqué (fig. 2.7c). Ce filtre numérique fonctionne en remplaçant pour chaque pixel, la valeur de son niveau de gris par la valeur médiane des niveaux de gris des pixels voisins. Ce filtre est utilisé plusieurs fois de suite afin d'uniformiser l'intérieur d'un grain, tout en mettant en exergue les interfaces, surtout avec les porosités à l'échelle méso (ou méso-porosités).

C'est seulement après ces étapes qu'un seuillage manuel des niveaux de gris est utilisé pour sélectionner les porosités ou les grains (dans fig. 2.7d, les grains sont sélectionnés).

Puis plusieurs ouvertures (une érosion suivie d'une dilatation avec un élément structurant tel qu'un cube ou un disque) sont réalisées pour supprimer les irrégularités ou les voxels isolés (fig. 2.7e).

Enfin, une segmentation est opérée afin de séparer complètement chacun des grains grâce aux conditions topographiques (fig. 2.7f). La segmentation consiste en une décomposition d'une image en plusieurs régions. C'est ici les différents qui doivent être séparés les uns des autres. Après cette segmentation, un label propre peut être associé à chaque grain. L'étape de segmentation

n'est pas utilisée pour les porosités.

L'étape de segmentation 3D est elle-même divisée en trois étapes principales [Serra, 2008]. Tout d'abord, une carte de distance est calculée, ici grâce à l'algorithme de chanfrein [Thiel et Montanvert, 1992] . Cela permet d'avoir la plus petite distance entre chaque voxel et le contour obtenu par seuillage. Sur la fig. 2.7g, plus le niveau de gris est faible (donc plus le voxel est clair) et plus le voxel est éloigné du contour seuillé. Le centre des grains correspond donc aux zones les plus claires sur la fig. 2.7g. Leur position est obtenue par érosions successives et les points trouvés sont appelés marqueurs (fig. 2.7h).

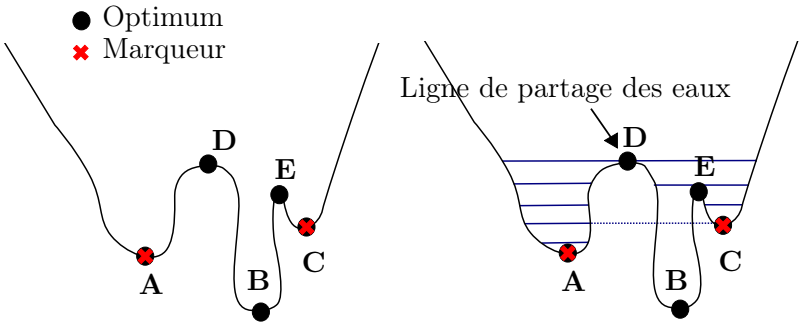


Figure 2.8 – Schématisation de la méthode de partage des eaux.

Les marqueurs sont ensuite sélectionnés en se basant sur les conditions topographiques (fig. 2.7h). Enfin, la méthode de partage des eaux (schématisée sur la fig. 2.8) est réalisée à partir de ces marqueurs à l'aide de la fonction de distance (fig. 2.7i) [Serra, 2008]. Cette méthode permet d'obtenir des lignes de partage des eaux qui déterminent les frontières des grains. Ces lignes sont finalement soustraites à l'image binaire initiale (fig. 2.7d) afin d'obtenir les différents grains séparés (fig. 2.7f).

À l'échelle des cellules

Les coupes tomographiques de résolution plus fine qui permettent d'observer les cellules dans les grains de liège ne nécessitent pas de filtre spécifique. La différence des niveaux de gris entre les parois des cellules du liège et des vides à l'intérieur des cellules est assez important (fig. 2.9), ce qui rend inutile d'utilisation d'un filtre médian.

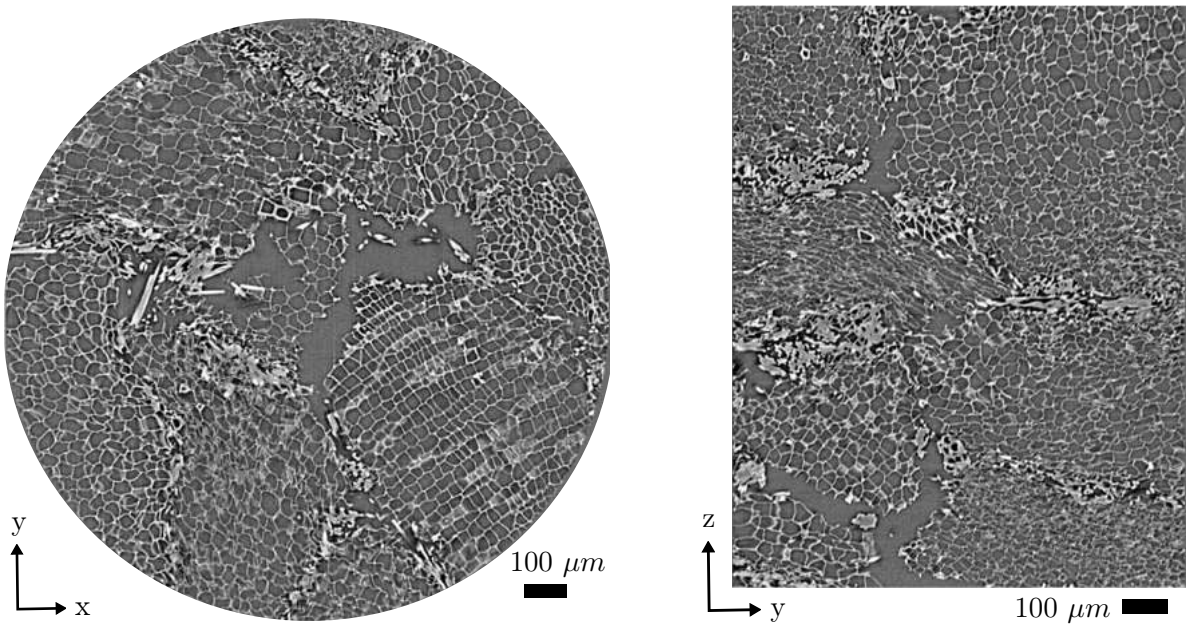
Un seuillage manuel des niveaux de gris est réalisé pour générer une image binaire. Pour avoir accès au volume des cellules, la phase gazeuse, comme dans la fig.2.10b), doit être seuillée. Ensuite, les mêmes opérations morphologiques (ouverture, segmentation) que vues précédemment sont réalisées afin d'extraire les paramètres morphométriques (la fig.2.10). Avec la sélection de trois VOI dans différents grains de liège, près de 1400 cellules ont été étudiées. Ce nombre semble être suffisant pour être représentatif de la microstructure à l'échelle cellulaire.

2.1.2.4 Analyse des données 3D et reconstruction

Le post-traitement des données tomographiques est réalisé grâce au logiciel Amira-Avizo. À partir des niveaux de gris seuillés et labellisés en 3D, des paramètres quantitatifs peuvent être calculés.

Pour les grains et les cellules, des paramètres classiques sont calculés comme le volume des grains V_p ou la surface A_p de l'enveloppe.

La sphéricité est également calculée à partir de ces premiers paramètres,



(a) Direction Hors-plan. (b) Direction Dans-le-plan.

Figure 2.9 – Coupes dans différentes directions issues d'un tomographe synchrotron.

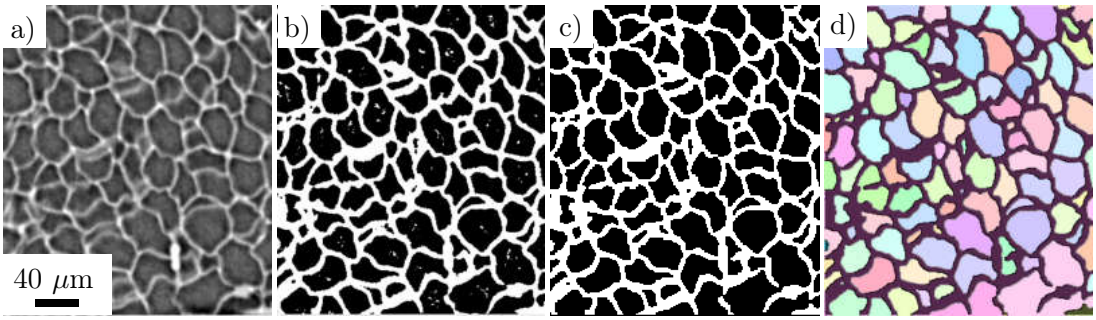


Figure 2.10 – Procédé de post-traitement des données de tomographie à l'échelle des cellules.(a) Image brute. (b) Seuillage des parois cellulaires. (c) Ouverture, fermeture et suppression de petits groupes de voxels. (d) Segmentation et labellisation des cellules.

$$\psi = \frac{\pi^{\frac{1}{3}}(6V_p)^{\frac{2}{3}}}{A_p}. \tag{2.1}$$

Elle représente l'écart du volume de la particule étudiée au volume d'une sphère parfaite de même rayon et se rapproche donc de 1 pour une sphère parfaite.

La mesure des dimensions principales de l'ellipsoïde correspondant au grain se base sur le calcul de la matrice d'inertie de chaque grain. Trois grandeurs sont ainsi obtenues,

— la longueur L, la plus grande dimension.

— La largeur l,

— l'épaisseur t.

L'orientation des grains dans l'espace est caractérisée par l'orientation dans le volume de la dimension principale L des grains. Celle-ci est donnée par deux angles. ϕ, l'angle polaire ou colatitude qui traduit l'inclinaison par rapport à l'axe (Oz), c'est-à-dire la direction *hors-plan* (fig. 2.11). L'angle θ est l'angle d'azimut ou longitude et donne l'angle entre la direction principale

et la direction (Ox) (fig. 2.11). Les valeurs des deux angles sont comprises entre [0 °,90 °].

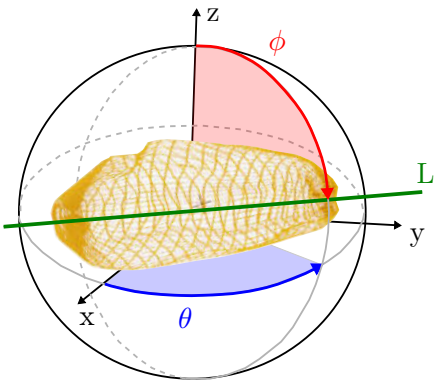
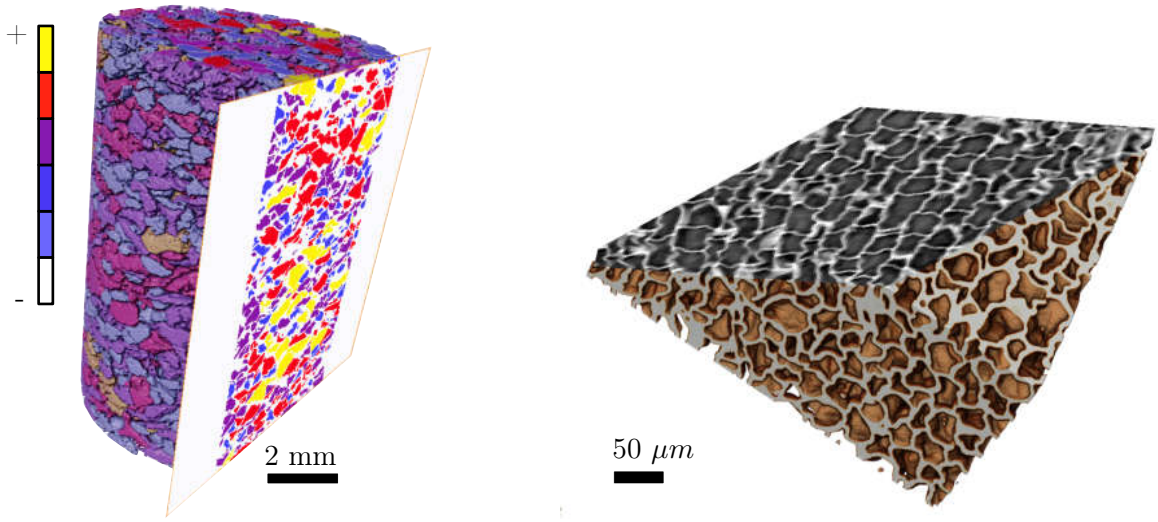


Figure 2.11 – Définition des orientations dans l'espace.

À partir des volumes segmentés, il est également possible de reconstruire en 3D les éprouvettes soit à l'échelle des grains (fig. 2.12(a)) soit à l'échelle des cellules (fig. 2.12(b)). Le post-traitement de la quasi-totalité de l'échantillon permet de reconstruire près de 9000 grains. L'échantillon est alors suffisamment grand pour être représentatif.



(a) Grains. (b) Cellules.

Figure 2.12 – Reconstructions tridimensionnelles à partir des données de tomographie à rayons X (a) à l'échelle des grains. Les couleurs traduisent ici le volume de chaque grain. (b) à l'échelle des cellules.

2.1.2.5 Discussion sur la sensibilité des résultats à la méthode proposée

La tomographie à rayons X semble être une technique d'observation très adaptée pour l'étude des matériaux cellulaires [Salvo *et al.*, 2003; Maire, 2012]. Cependant au vu des différentes étapes de post-traitement, la question de la pertinence dans la quantification d'éléments de la morphologie peut se poser. Il faut garder à l'esprit que pour la tomographie à faisceau conique (dans le cas des tomographes de laboratoire), l'algorithme de reconstruction Feldkamp, Davis, Kress [Feldkamp *et al.*, 1984] est une approximation en périphérie du plan médian.

Les acquisitions à basse résolution peuvent être fortement biaisées, en raison de l'impossibilité de détecter un grand nombre de petites cavités alors que les plus grandes porosités sont fidèlement

enregistrées. Une mauvaise segmentation ou des effets de durcissement du faisceau peuvent aussi biaiser la quantification.

L'incertitude de mesure due à la technique d'acquisition semble beaucoup plus faible que celle due au post-traitement des données. Le seuillage de l'image serait l'une des étapes les plus critiques [Olurin *et al.*, 2002] dans ce post-traitement. L'autre source d'incertitude dans la quantification de la morphologie vient également de la segmentation. Toutefois, il semble qu'il n'existe aucune technique établie pour évaluer la précision de la technique de segmentation [Majumdar *et al.*, 1996].

Une concertation internationale sur la métrologie dimensionnelle en tomographie à rayons X en 2012 a donné lieu aux conclusions suivantes [Carmignato *et al.*, 2012] :

1. seule une minorité d'utilisateurs participant à la comparaison a été en mesure d'effectuer des mesures de longueur avec des erreurs inférieures aux spécifications de leurs systèmes d'acquisition. Cependant, les résultats de l'audit indiquent qu'il est possible d'obtenir des erreurs de mesure de longueur de l'ordre de $1/10^{me}$ de la taille du voxel.
2. Les participants ont eu des difficultés à évaluer correctement l'incertitude de mesure.
3. Une nouvelle méthode d'essai a été proposée pour quantifier la résolution structurelle, sur la base d'un échantillon standard "sablier" comprenant deux sphères en contact et mesurant le diamètre apparent de contact, d : une valeur d inférieure indique une résolution spatiale supérieure.

Dans le cas des agglomérés de liège, la distribution des différents paramètres morphologiques est étudiée. Les ordres de grandeurs sont comparés aux données obtenues par microscopie optique ou électronique à balayage.

2.2 Description de la structure multi-échelle à l'échelle micro

À cette échelle, ce sont les cellules du liège qui sont avant tout considérées. En observant les agglomérés de liège, les cellules du liège peuvent être observées (fig.2.13). Du fait du caractère naturel du liège, la dispersion dans la taille et l'arrangement de ses cellules est souvent évoqué [Lagorce-Tachon *et al.*, 2017]. Différentes techniques d'imagerie ont déjà été utilisées pour caractériser cette dispersion, mais aucune n'a pu décrire la microstructure en 3D [Crouvisier-Urion *et al.*, 2019]. Une approche quantitative se basant sur des mesures 3D grâce à la tomographie à rayons X est proposée ici et fait figure de première concernant ce matériau à cette échelle. Des observations qualitatives réalisées au MEB et par tomographie à rayons X complètent la description des agglomérés de liège à cette échelle.

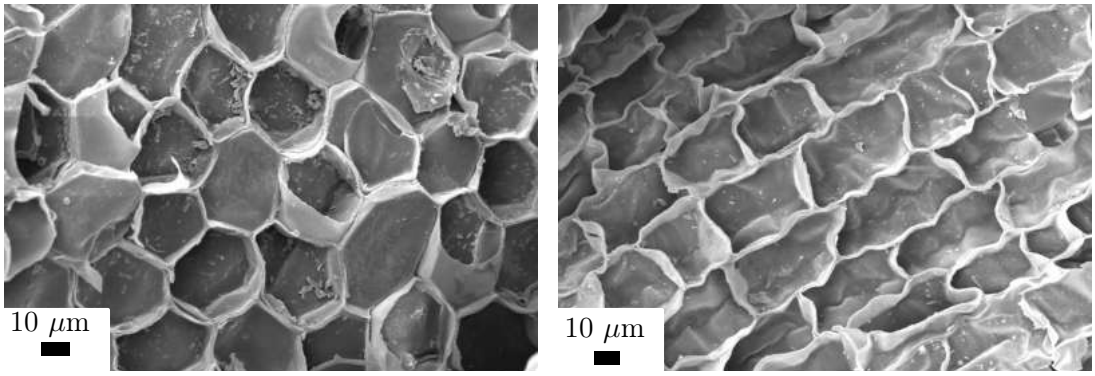


Figure 2.13 – Micrographies MEB d'agglomérés de liège à fort grandissement.

2.2.1 Ordres de grandeur à l'échelle des cellules

Taille caractéristique

Les dimensions caractéristiques d'une ellipsoïde équivalente à chaque cellule sont principalement comprises entre 10 et 30 μm en ce qui concerne la largeur et l'épaisseur (fig. 2.14(a)). En effet, 80 % des cellules ont une épaisseur et une largeur dans cette plage.

La longueur des cellules varie elle principalement de 30 à 70 μm. 40 % des cellules ont une longueur de 40 μm.

Ces valeurs sont proches de celles évoquées dans la littérature par Gibson *et al.* [1981] à partir d'observations au MEB ou par Lagorce-Tachon *et al.* [2017] obtenues par analyse d'images MEB. Toutefois l'amplitude des variations dans ces dimensions n'est que peu évoquée, et d'autant moins à partir d'observations 3D.

La fig. 2.14(a) montre bien ici que malgré l'origine naturelle du liège, la distribution de la taille de ses cellule est très resserrée autour de 30 et 40 μm. De plus cette taille est très inférieure à ce qui est généralement observé dans les mousses polymères comme les mousses EPP [Bouix *et al.*, 2009] ou des mousses PE [Pérez-Tamarit *et al.*, 2018] qui ont des cellules dont les dimensions sont voisines de 0,5 mm.

Volume des cellules

Le volume de cellules de liège obtenu par tomographie aux rayons X est illustré à la fig. 2.14(b). Il est basé sur l'analyse de plus de 1400 cellules de plusieurs VOI contenues dans différents grains. Le volume moyen des cellules est d'environ $1{\cdot}10^{-5}$ mm^3 avec un écart-type de $0{,}5{\cdot}10^{-5}$ mm^3.

La comparaison avec les données 2D de la littérature peut être faite en considérant une géométrie plus simple que la géométrie réelle des cellules de liège. Avec les dimensions indiquées

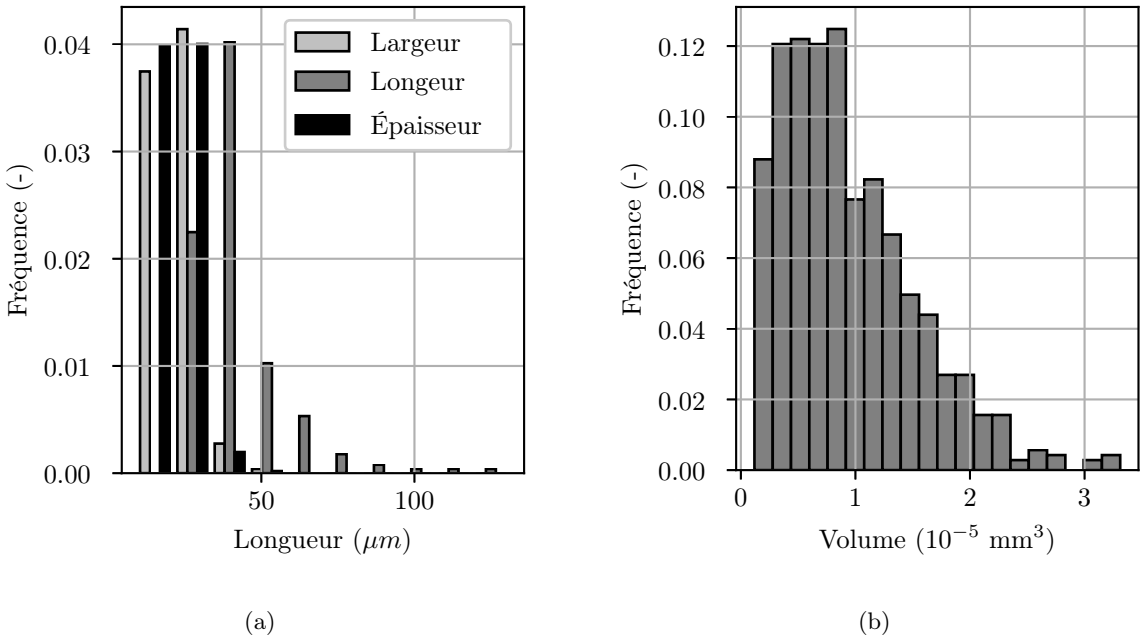


Figure 2.14 – Données quantitatives issues de la tomographie. (a) Distribution des longueurs d'un ellipsoïde équivalent aux cellules. (b) Distribution du volume des cellules.

par Gibson *et al.* [1981] (h = 40 μm et l = 20 μm), pour un cylindre de base circulaire, le volume de la cellule serait d'environ 1,3·10^{-5} mm^3. Les mesures 2D et 3D sont alors similaires pour les cellules, étant donné la variation dimensionnelle des cellules du liège en fonction des conditions environnementales pendant la croissance.

2.2.2 Morphologie des cellules de liège

Selon la direction d'observation des volumes obtenus par tomographie, différentes orientations des cellules sont observées. En orientant les coupes sur un volume reconstruit, les sections rectangulaires et hexagonales des directions principales du liège identifiées par Gibson *et al.* [1981] peuvent être identifiées (fig. 2.15).

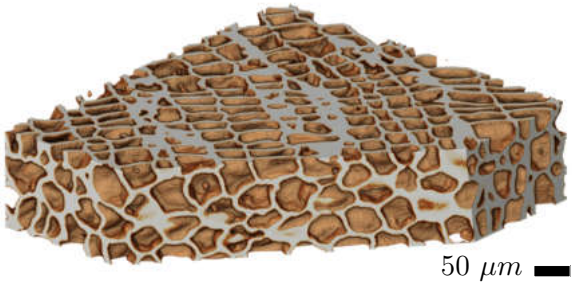


Figure 2.15 – Reconstruction tridimensionnelle de cellules de liège dans un grain donné.

2.2.3 Épaisseur des parois

L'aire et le périmètre des cellules de liège observées au MEB dans un plan avaient fait l'objet d'une étude statistique [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015a]. Cependant la dispersion de l'épaisseur des parois cellulaires est encore mal connue pour le liège. Grâce aux données obtenues au synchrotron

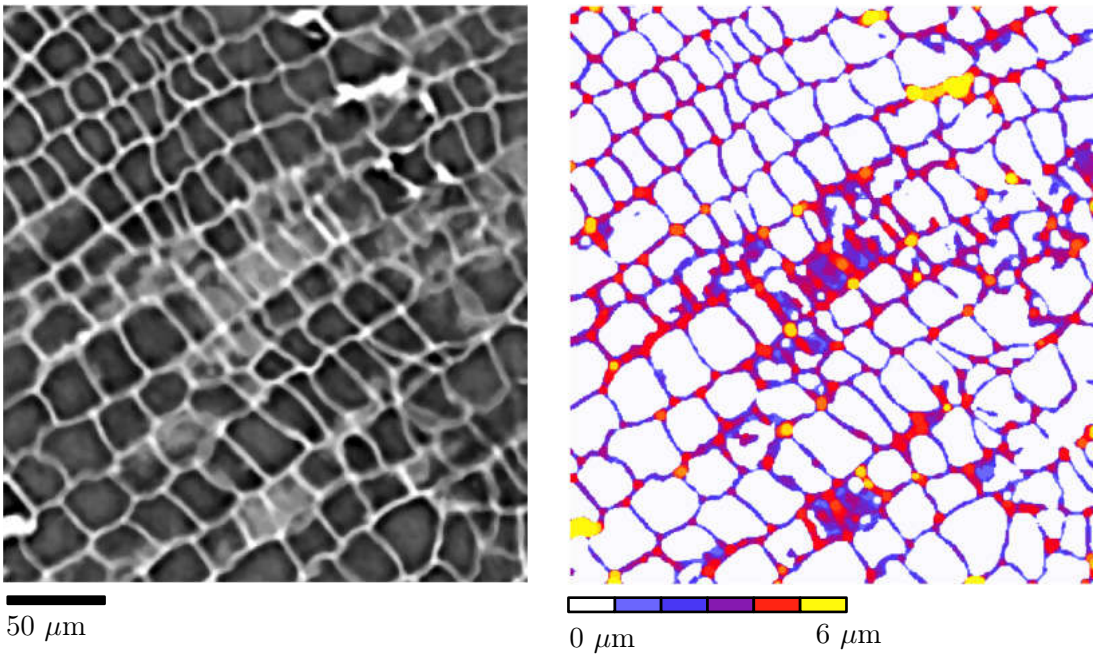


Figure 2.16 – Coupe tomographique avant et après post-traitement et analyse de l'épaisseur des parois.

SOLEIL, il est possible par analyse d'images d'étudier la distribution de l'épaisseur des parois dans les cellules des agglomérés de liège (fig. 2.17(a)-coupe).

À partir de la méthode décrite dans la partie 2.1.2.3 à l'échelle des cellules, une fois les parois cellulaires seuillées, une sphère centrée à chaque voxel du volume seuillé peut être positionnée. En lui donnant le diamètre le plus important possible de façon à ce qu'elle soit toujours contenu dans le volume seuillé, il est possible de déterminer localement l'épaisseur des parois cellulaires en 3D.

La distribution des épaisseurs, mesurée pour un VOI précis, montre que l'épaisseur des parois cellulaires est principalement comprise entre 1 et 5 μm (fig. 2.17(a)). Gibson *et al.* [1981] évoquent une taille moyenne d'épaisseur des parois cellulaires du liège autour de 1 μm.

D'après Pereira [2007], la distribution de solide dans les parois et les faces est très uniforme pour le liège. La représentation 3D présentée sur la fig. 2.17(b) montre que l'épaisseur est plus importante au niveau des arêtes des cellules. Ces arêtes des cellules sont généralement deux fois plus épaisses que les faces. Toutefois la différence d'épaisseur entre parois et arêtes est bien moins marquée pour le liège, que pour certaines mousses industrielles où le rapport des deux peut être de 10 ou de 20 [Pérez-Tamarit *et al.*, 2018].

À partir de ces mesures, il est possible de calculer ϕ, la fraction de matière contenue dans les arêtes des cellules [Gibson et Ashby, 1997].

$$\phi = \frac{t_e^2}{t_e^2 + \frac{Z_f}{\overline{n}} t_f l}, \tag{2.2}$$

avec t_e, l'épaisseur des arêtes, t_f, l'épaisseur des faces, l la taille d'une cellule, $\overline{n}$, le nombre moyen d'arêtes par faces et Z_f la coordination des faces.

Dans le cas du liège, $Z_f = 3{,}6$ et $\overline{n} = 4{,}5$. À partir des observations MEB et de tomographie, les valeurs des différentes épaisseurs sont estimées à $t_e = 4$ μm et $t_f = 2$ μm. Ainsi dans le cas du liège, la fraction de solide dans les arêtes serait de $\phi = 0{,}40$.

Dans le liège, les faces contiennent donc une part importante de solide. En comparaison, une

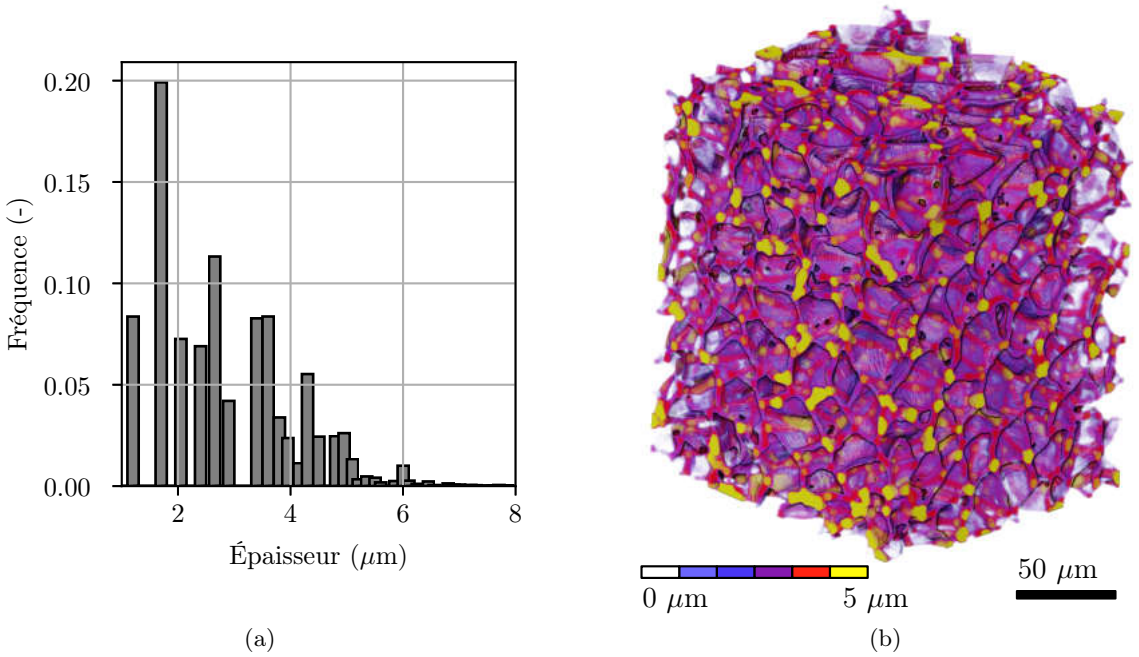


Figure 2.17 – (a) Distribution de l'épaisseur des parois du liège. (b) Rendu 3D du VOI associé et démontrant la dispersion spatiale de l'épaisseur des cellules de liège, avec les plus faibles épaisseurs en transparence.

mousse de PU rigide a une fraction de solide dans les arêtes de ϕ=0,7 [Gibson et Ashby, 1997]. La mousse de PU a donc des faces beaucoup plus fines que les arêtes.

Bilan

La description de la structure des agglomérés de liège à l'échelle micro à l'aide de mesures réalisées en 3D s'est révélée très riche d'informations quantitatives et qualitatives. Alliées à des observations réalisées au MEB, ces observations ont montré qu'à cette échelle, les agglomérés de liège, étant donné le caractère naturel liège, présentaient une **faible dispersion** dans la taille des cellules et dans l'épaisseur des parois cellulaires.

2.3 Description de la structure du liège aggloméré à l'échelle mésoscopique

La morphologie spécifique des matériaux cellulaires multi-échelles du type mousses agglomérées n'a été étudiée en détail que dans le cas des mousses de polypropylène expansées (PPE) [Viot *et al.*, 2008; Bouix *et al.*, 2009]. Il y a été décrit des mécanismes de déformation et d'endommagement à l'échelle des cellules mais également des grains. La structure des agglomérés de liège à l'échelle mésoscopique, celle des grains a donc été réalisée et est présentée dans cette partie.

2.3.1 Ordres de grandeur

Taille des grains

Au début du procédé de fabrication, les grains avaient une taille caractéristique comprise entre 0,5 et 1 mm d'après les données communiquées par le fournisseur de grains de liège. Après la fabrication des agglomérés de liège, la majorité des grains ont des longueurs qui restent similaires. En effet, les valeurs des longueurs caractéristiques des grains sont principalement comprises entre 0,5 et 1 mm (fig. 2.18(a)). Certains grains cependant, voient leur taille sensiblement augmenter dans une direction. 10 % des grains ont une longueur supérieure à 1,5 mm (fig. 2.18(a)). Ces dimensions sont très inférieures à celles qui sont généralement retrouvées dans les mousses agglomérées industrielles comme les mousses de PP étudiées par Mills et Gilchrist [2007]. La longueur des grains de PP a été estimée à 5,15 mm ± 0,88 mm et leur largeur à 4,01 mm ± 0,75 mm.

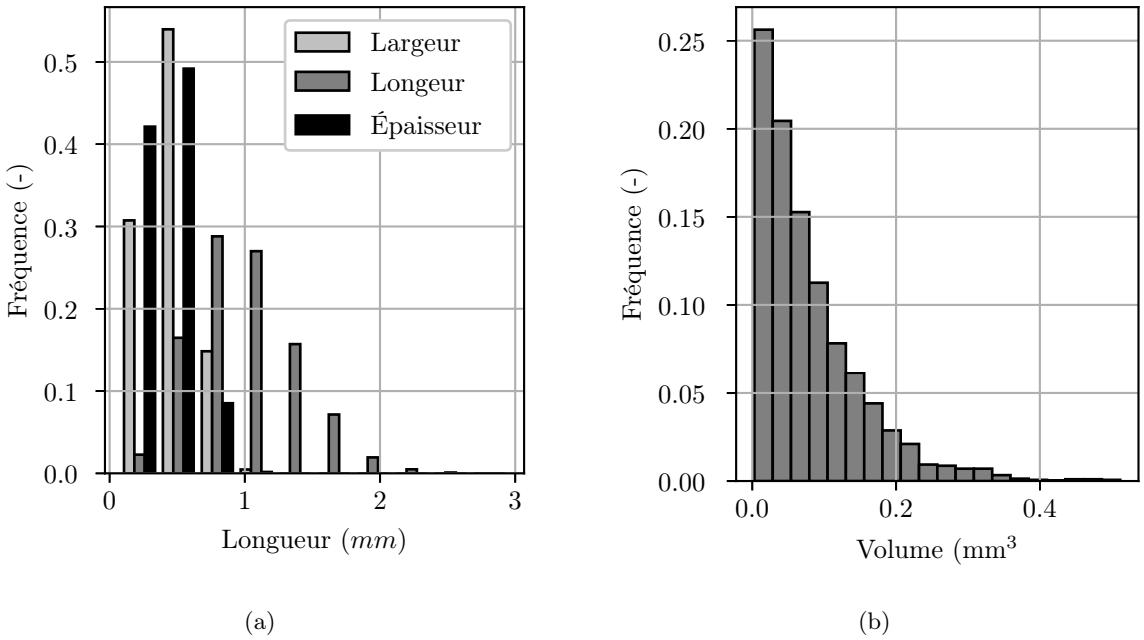


Figure 2.18 – Données quantitatives issues de la tomographie. (a) Distribution des longueurs d'un ellipsoïde équivalent aux grains. (b) Distribution du volume des grains.

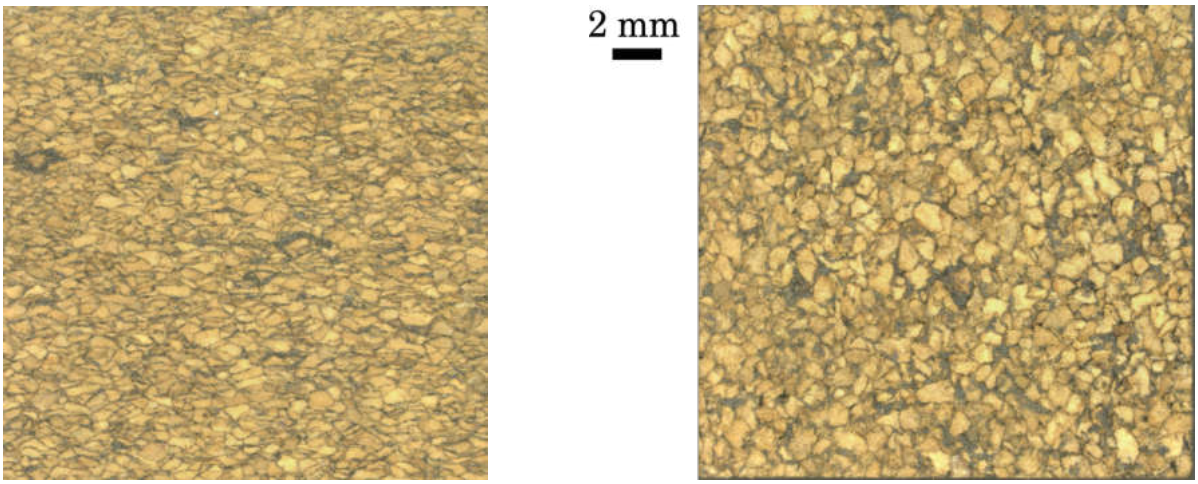
Volume des grains

La distribution du volume des grains de liège est illustrée par la fig. 2.18(b). Cela représente plus de 8000 grains dans le VOI. Cette mesure a été réalisée sur plusieurs éprouvettes d'agglomérés

de liège, avec ou sans fibres, et la distribution du volume des grains est toujours très similaire. Le volume moyen d'un grain est d'environ $9{,}9{\cdot}10^{-2}\text{mm}^3$. Son écart type est de $9{\cdot}10^{-2}\text{mm}^3$. La distribution du volume des grains est donc très large.

2.3.2 Anisotropie transverse de la géométrie des grains

Les observations à l'œil nu ou à faible grandissement suffisent pour repérer les différences entre les directions dans-le-plan et hors-plan (fig. 2.19). Dans la direction hors plan, les grains de liège conservent l'aspect qu'ils avaient avant le procédé de mise en forme. Les grains dans la direction dans-le-plan montrent une élongation apparente dans la direction (Oy). Les observations faites dans les directions (Ox) ou (Oy) sont similaires. Par conséquent, la mésostructure dans le plan (Oxy) est isotrope.



(a) (b)

Figure 2.19 – Observation au microscope optique (×20) de la surface d'un liège aggloméré avec fibres courtes (a) dans la direction dans-le-plan (b) dans la direction hors-plan.

Analyse 2D

L'étude de la morphologie des grains à la surface des éprouvettes par analyse d'images à partir des clichés réalisés au microscope optique montre un allongement des grains dans une direction.

Près de 60 % des grains observés dans la direction hors-plan ont un rapport d'aspect compris entre 1 et 2 (fig.2.20). Pour les grains observés dans la direction dans-le-plan, ce ne sont plus que 30 % des grains qui ont un rapport d'aspect entre 1,2 et 2. Les grains observés dans cette direction ont plus tendance à avoir un rapport d'aspect entre 2 et 3 (fig.2.20). Les observations 2D montrent donc que les grains sont plus ronds lorsqu'ils sont observés dans la direction hors-plan, donc dans le plan (Oxy).

Analyse 3D

Les données obtenues par tomographie à rayons X permettent de décrire plus finement la géométrie des grains. La distribution de la sphéricité des grains est présentée à la fig. 2.21(a). Elle se situe principalement entre 0,4 et 0,8, ce qui est une distribution assez large. Il semble donc que le liège aggloméré haute densité, après mise en forme n'ait pas des grains très sphériques.

La distribution peut être associée à une distribution gaussienne f(x) exprimée par l'équation

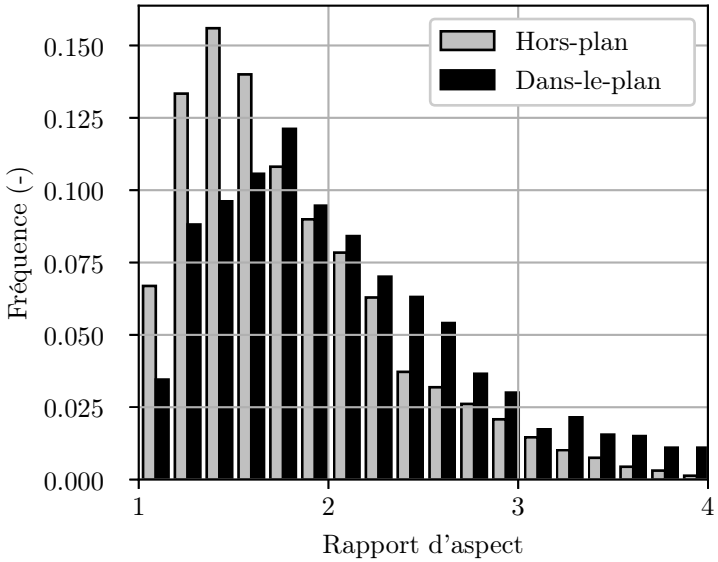
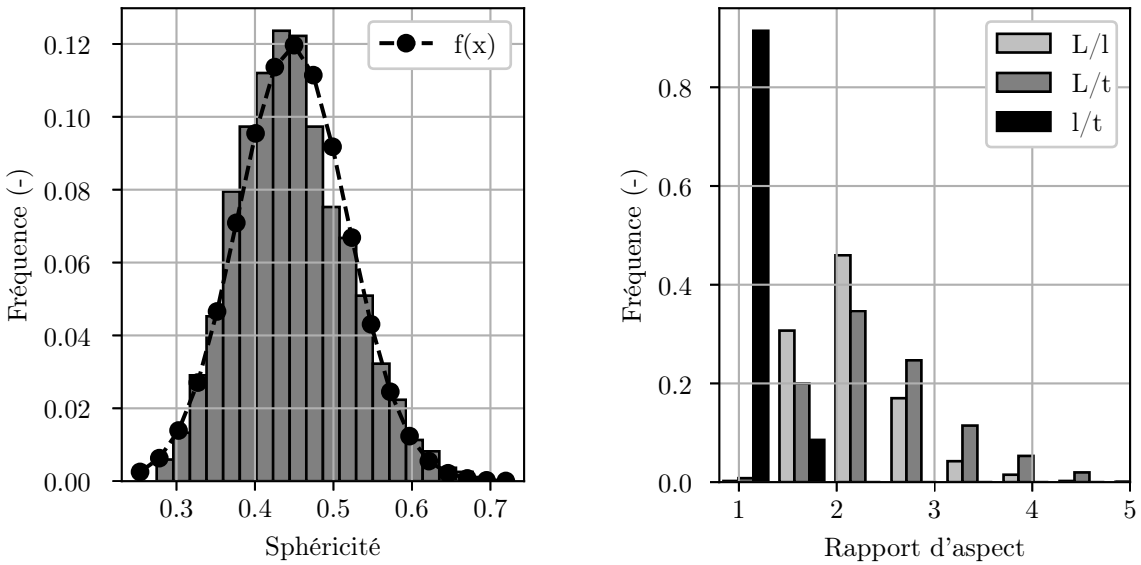


Figure 2.20 – Distribution des rapports d'aspect des grains de liège d'un liège aggloméré sans fibres dans les directions dans-le-plan et hors-plan d'après les mesures par microscopie optique.



(a) Sphéricité des grains.

(b) Ratio des longueurs

Figure 2.21 – (a) Forme des grains dans un aggloméré de liège avec fibres d'après les données issues de la tomographie. (b) Ratio entre les longueurs caractéristiques des ellipsoïdes équivalents aux grains.

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{1}{2}(\frac{x-\mu}{\sigma})^2}, \tag{2.3}$$

avec x, la sphéricité, μ la valeur moyenne de la distribution et σ la déviation standard de la distribution. Dans le cas de la sphéricité, μ = 0,45 et σ= 0,07.

Le ratio des différentes longueurs caractéristiques est proche de 1 lorsque les deux plus petites dimensions sont comparées (fig. 2.21(b))). De plus par rapport à la dimension la plus importante, la longueur, la largeur et l'épaisseur peuvent être jusqu'à 4 fois plus petites (fig.2.21(b)). Le fait d'une des dimensions soit très importante devant les autres indique que les grains seraient des sphéroïdes oblong.

2D vs 3D

Ces résultats issus de la tomographie peuvent être comparé aux dimensions des grains mesurés en surface. Un ellipsoïde de révolution avec comme dimensions a/2 = 0,45 mm (demi-axe principal) et b/2 = 0,22 mm (demi-axe secondaire) est un ellipsoïde oblate. Il aurait une sphéricité d'environ 0,6.

2.3.3 Anisotropie transverse de l'orientation des grains

Analyse 2D

La distribution de l'orientation de l'axe principal **a** des ellipses en fonction du plan d'observation est visible sur la fig. 2.22(a). Les grains dans la direction dans-le-plan ont leur axe principal majoritairement orienté entre -30 et 30 ° avec le pic de la distribution centré en 0 ° (fig. 2.22(a)). Au contraire lorsque ces grains sont observés dans la direction hors-plan, la distribution de l'angle de l'axe principal est également répartie sur tout le spectre [-90 ° , 90 °]. Dans la direction hors-plan, les grains sont donc orientés de façon aléatoire.

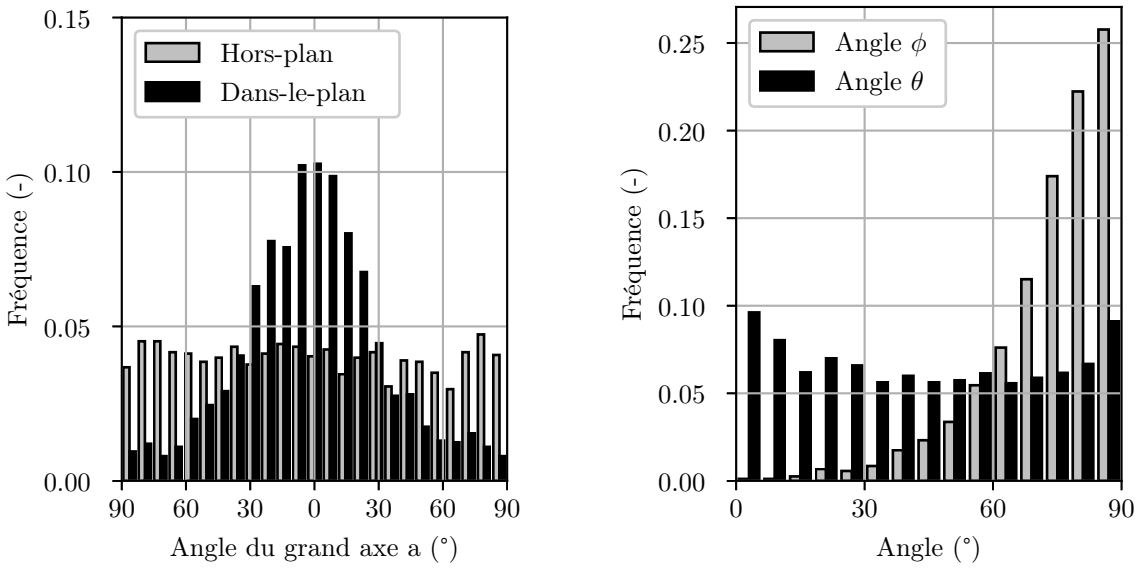
Analyse 3D

La fig. 2.22(b) illustre la distribution de valeur de ces angles dans un échantillon de liège aggloméré. Les valeurs de l'angle d'azimut θ sont également réparties sur [0 ° , 90 °]. Les grains ont donc une orientation aléatoire dans le plan (Oxy). Au contraire, les valeurs de l'angle polaire ϕ sont essentiellement comprises autour de [70 ° , 90 °]. Dans les plans (Oxz) ou (Oyz), les grains ont tendance à être alignés avec les directions dans-le-plan (Ox) et (Oy).

2D vs 3D

Les résultats de la microscopie optique sont dans ce cas encore étayés par des résultats de microtomographie. Les tendances observées par microscopie optique sont identiques à celles obtenues par tomographie. Ces dernières permettent cependant d'obtenir une description plus complète de la structure à cette échelle grâce à des paramètres morphométriques supplémentaires (sphéricité, orientation dans l'espace). Les grains de liège de forme oblate sont ainsi principalement orientés dans le plan (Oxy).

Malgré plusieurs articles portant sur le comportement mécanique du liège aggloméré, peu voire aucune mention de cette anisotropie structurale et mécanique n'avait été faite. Le procédé de fabrication (broyage puis compression uni-axiale) utilisé dans le cas du matériau étudié est la cause principale de cette isotropie transverse. Or tous les agglomérés de liège ne sont pas produits de la même façon. Les procédés de hand layup, vacuum bagging ou d'infusion peuvent également permettre d'obtenir des agglomérés de liège [Sanchez-Saez *et al.*, 2015a].



(a) Microscopie optique.

(b) Tomographie.

Figure 2.22 – (a) Distribution de l'angle de l'axe principal a des grains de liège d'un liège aggloméré sans fibres dans les directions dans-le-plan et hors-plan d'après les mesures par microscopie optique. (b) Distribution de l'orientation spatiale tridimensionnelle des grains de liège d'un liège aggloméré sans fibres d'après les mesures par tomographie.

La densité importante du matériau étudié ici exacerbe très certainement l'anisotropie géométrique, moins importante pour des lièges agglomérés de plus faibles densités habituellement étudiés [Santos *et al.*, 2017].

2.3.4 Porosités intergranulaires

Des porosités entre grains de liège ont pu être repérées sur les images MEB (fig. 2.25). Aucune résine se semble être piégée à l'intérieur de ces porosités à l'échelle mésoscopique (également appelées méso-porosités). Ce genre de porosités intergranulaires est également présent dans les mousses agglomérées industrielles [Mills et Gilchrist, 2007], toutefois ces porosités sont à priori toutes interconnectées et permettent un refroidissement plus rapide de la structure lors de la fabrication.

Sur les images de tomographie, les porosités peuvent également être repérées sur trois plans différents. Elles sont donc bien tridimensionnelles et ne sont donc pas seulement dues à la préparation de l'échantillon pour les observations. Elles sont présentes initialement dans le matériau après le procédé de fabrication. Ces porosités intergranulaires constituent une grande différence de structure par rapport aux matériaux cellulaires mono-échelle.

Forme des porosités

La fig. 2.23 montre la reconstruction 3D des porosités. La plus grande porosité visible ne s'étend pas sur l'ensemble de l'échantillon. Les porosités ne sont donc pas toutes interconnectées.

La visualisation spatiale des porosités montre des formes complexes. Par conséquent, les descripteurs de forme habituels tels que le facteur d'aspect ou la sphéricité n'ont pas pu être utilisés ici.

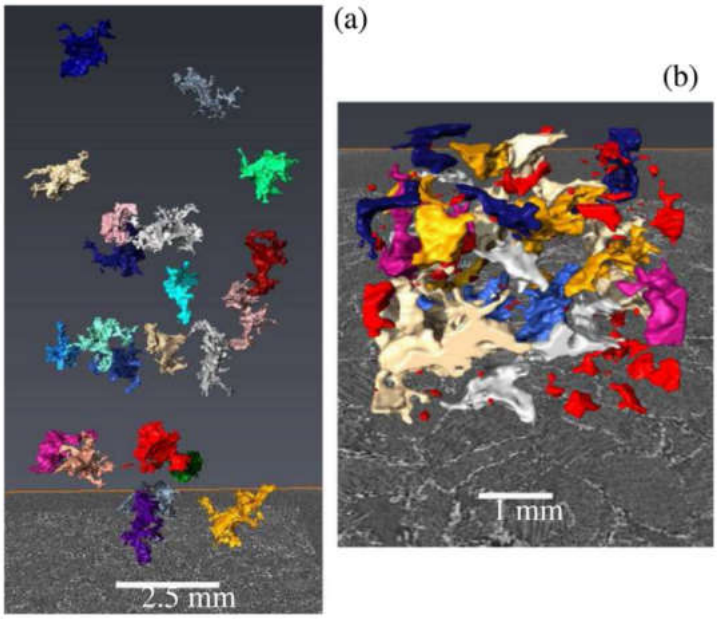


Figure 2.23 – Reconstruction tridimensionnelle des porosités présentes dans un échantillon de liège aggloméré.

Volume des porosités

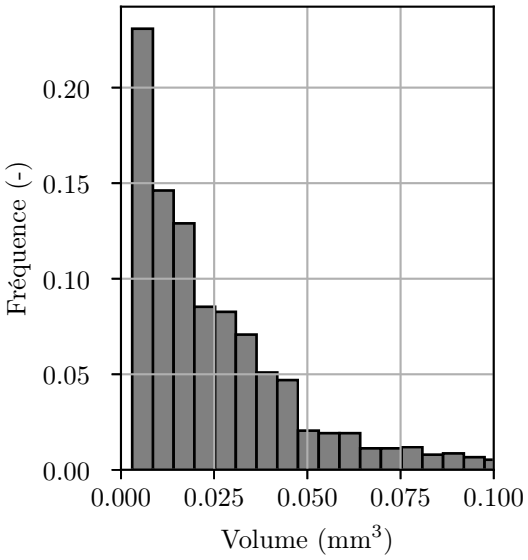
La distribution des volumes des porosités est illustrée à la fig.2.24(a). Il est basé sur les résultats de plus de 3 000 porosités contenues dans le VOI. Le volume moyen est d'environ 0,027 mm^3 avec un écart-type de 0,024 mm^3. Globalement, ils sont plus petits que les grains de liège, mais certains d'entre eux ont un volume proche de petits grains de liège.

En rapportant le volume total des porosités au volume de l'échantillon, un taux de porosités mésoscopiques de l'ordre de 10 % est obtenu.

Les porosités intergranulaires sont souvent oubliées dans la modélisation de l'aggloméré de liège en raison du manque d'informations à ce sujet. L'analyse de surface ne permet ni de les observer convenablement ni d'obtenir des mesures quantifiées. En revanche, la tomographie apparaît ici comme l'outil approprié pour les étudier. Ces méso-porosités intergranulaires sont caractéristiques d'un matériau cellulaire multi-échelles et ne sont pas présentes au sein d'un matériau cellulaire mono-échelle. Leur volume est suffisamment important pour que nous puissions suspecter une influence de celles-ci sur le comportement mécanique des agglomérés de liège.

Bilan

La structure des agglomérés de liège à l'échelle des grains fait apparaître une **forte orientation de la mésostructure dans la direction** z. Elle est principalement causée par l'étape de compression uni-axiale durant le procédé de fabrication des agglomérés de liège. Ces grains ont une forme de sphéroïde oblong dont les dimensions se trouvent entre 0,2 et 1 mm. Leur volume moyen est ainsi autour de 0,3 mm^3. Des porosités intergranulaires ont été observées entre les grains. Contrairement à d'autres mousses agglomérées, celles-ci ne semblent pas inter-connectées. Le volume moyen de ces porosités se trouve autour de 0,025 m^3, cependant certaines atteignent le même volume que certains petits grains de liège.



(a) Distribution du volume des porosités.

Figure 2.24 – Mesures de volumes des porosités intergranulaires réalisées grâce aux données issues de la tomographie sur du liège aggloméré.

2.4 Relation entre échelles d'observation

La description de la structure des agglomérés de liège a fait jusqu'ici l'objet de considérations bien distinctes. Pourtant la micrographie réalisée au MEB (fig. 2.25) fait apparaître la structure relativement complexe des agglomérés de liège, avec les interfaces entre grains qui semblent être du même ordre de grandeur que les cellules ou l'orientation particulière des cellules dans chacun des grains. La question de la séparabilité des échelles est donc ici discutée.

2.4.1 Des échelles relativement séparables

Différences de volume

La différence entre le volume des cellules et des grains est importante, même pour un micro-aggloméré tel que le matériau ici étudié. Il y aurait en effet environ 0,1/0,00001 = 10 000 cellules/grain. Cette particularité rend les observations simultanées aux deux échelles complexes.

Orientation des cellules de liège dans un grain

Le liège est un matériau cellulaire anisotrope. Chaque grain est donc caractérisé par une orientation de cellule dans une direction propre. Dans la zone a) de la fig. 2.25, la direction tangentielle est visible, tandis que dans la zone b), la forme hexagonale des cellules signale que c'est la direction radiale qui est observée.

Comme les propriétés mécaniques du liège dépendent de l'orientation des cellules [Gibson *et al.*, 1981], chaque grain aura alors un comportement mécanique dépendant de l'orientation de ses cellules par rapport au tenseur de direction de chargement.

Distribution des porosités

Le volume occupé par le vide des cellules est équivalent à la présence de micro-porosités dans le liège. En comparant le volume total occupé par ces micro-porosités au volume total des

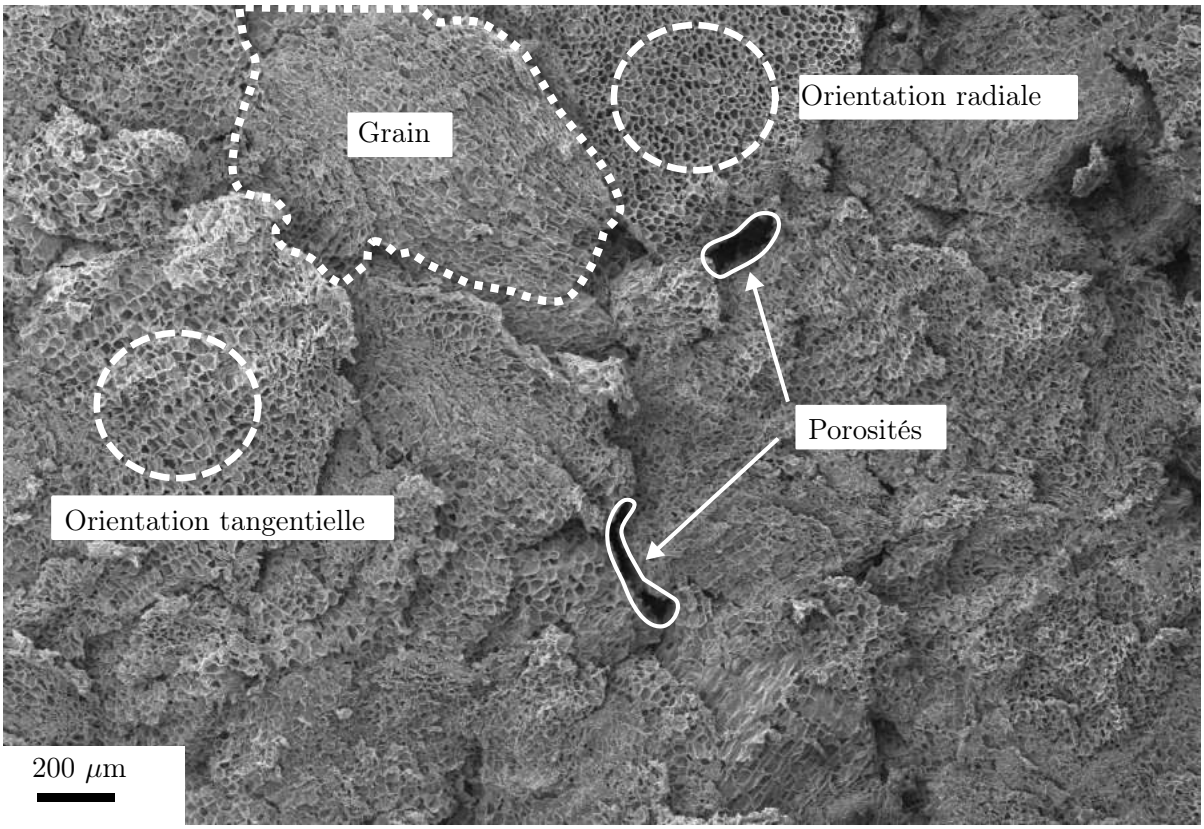


Figure 2.25 – Cliché MEB de liège aggloméré.

volumes de liège considérés, la fraction occupée par les cellules est autour de 75 %. La fraction de solide, autour de 25 % est donc plus importante que celle évoquée par Gibson *et al.* [1981], qui était de 15 %.

Cette différence peut venir du fait que le liège ici étudié a poussé en fin de saison, les cellules ont alors des parois plus épaisses [Fortes *et al.*, 1987]. Une autre explication peut venir de la façon dont Gibson *et al.* [1981] estiment cette valeur. Ils se basent sur la moyenne pondérée des densités des différents constituants et la compare à la densité réelle du matériau. Dans ce travail de thèse, des moyens d'imagerie 3D ont été utilisés.

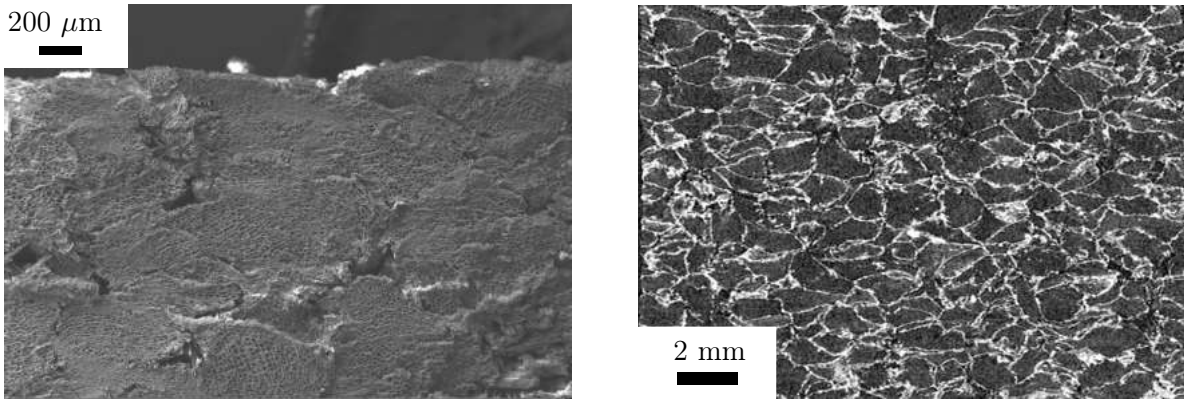
En réalisant le même calcul pour les méso-porosités, la fraction volumique de porosités dans les éprouvettes décroît à 10 %. Le caractère poreux des agglomérés de liège est ainsi principalement lié au liège et à son caractère cellulaire. Il est tout de même important de mentionner cette distribution bi-modale de la porosité dans les agglomérés. La distribution multi-échelles des porosité donnerait un pic très important à 1 10^{-5} mm^3 et un moins important à 2,7 10^{-2} mm^3.

2.4.2 Interfaces inter-granulaires

Une pré-déformation des cellules

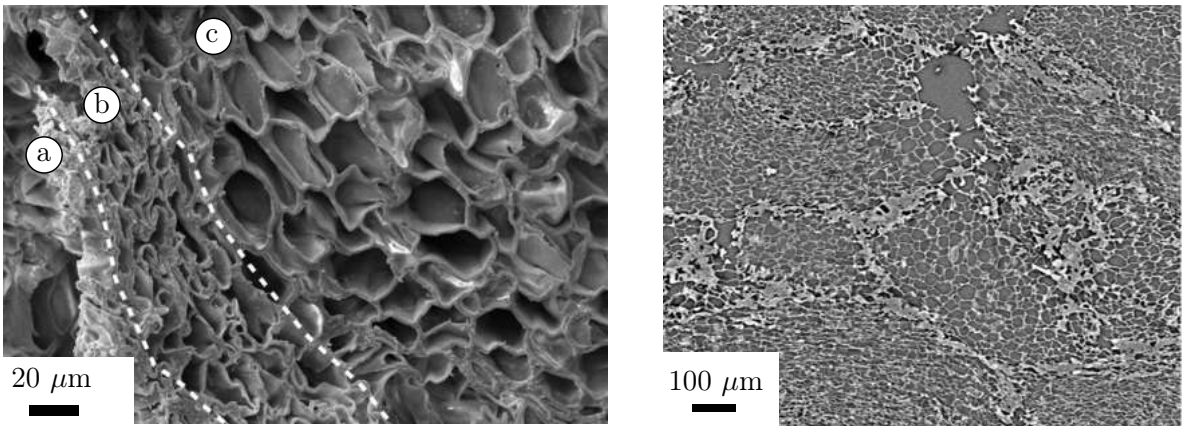
Les observations MEB montrent des interfaces minces difficiles à délimiter entre deux grains (fig. 2.26(a)). La résine a été repérée de façon incertaine à l'aide d'observations au MEB principalement à cause du fait qu'elle est présente en faible quantité dans le matériau.

Les observations par tomographie à rayons X permettent de mieux repérer la présence de la résine (fig. 2.26(b)). En effet, de grandes zones blanches entre grains semblent correspondre à la résine présente autour des grains de liège. Certaines zones blanches ne semblent pas seulement limitées aux interfaces et sont associées à des agrégats de résine, piégée dans des méso-porosités.



(a) (b)

Figure 2.26 – Interfaces à l'échelle des grains (a) Cliché MEB d'interfaces entre grains d'un aggloméré de liège non renforcé (b) Coupe tomographique dans la direction xz d'un aggloméré de liège non renforcé.



(a) (b)

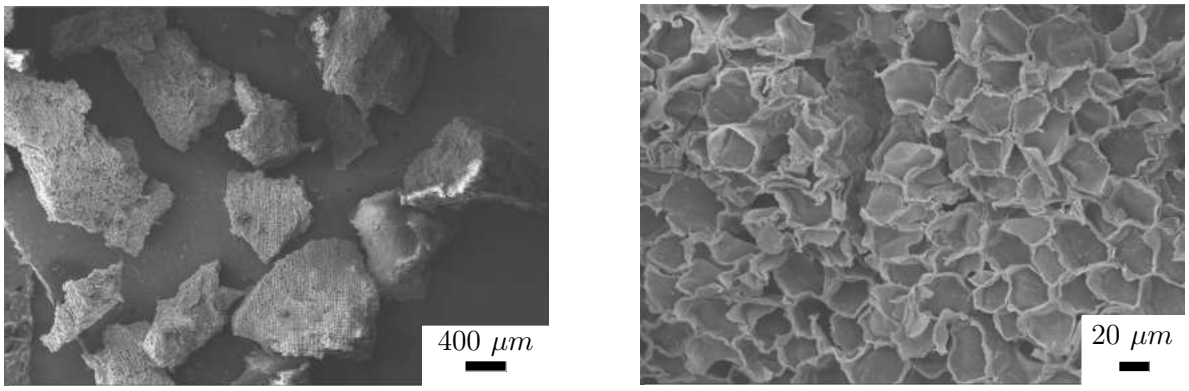
Figure 2.27 – Interfaces à l'échelle des cellules (a) Cliché MEB de l'interface d'un grain dans un aggloméré de liège non renforcé. (b) Coupe tomographique dans la direction xz d'un aggloméré de liège non renforcé.

Les observations du MEB montrent également que les cellules de liège sont souvent effondrées près des interfaces (fig. 2.27(a)). Pour certains grains, toutes les cellules sont déformées. Trois domaines distincts sont mis en évidence ici. Le premier (a) est l'interface avec de la résine. La zone suivante (b) contient des cellules qui sont totalement effondrées. Enfin, loin de l'interface (c), les cellules sont la plupart du temps intactes ou du moins seulement déformées. Les observations par tomographie confirment ces observations (fig. 2.27(b)). Certains grains ont également toutes leurs cellules qui sont effondrées, tandis que d'autres ont seulement quelques cellules aux abords des interfaces qui sont déformées. La découpe des échantillons pour l'observation n'est donc pas l'unique raison de cet effondrement cellulaire. De plus les observations réalisées grâce à la tomographie valident la présence de la résine sur une très faible épaisseur, aux interfaces des grains.

Origine de la pré-déformation

Des grains avant mise en forme ont été observés avec un MEB (fig. 2.28(a)). La fig. 2.28(b) montre des parois cellulaires qui ont été endommagées par le broyage du liège en grains. Cer-

taines déformations cellulaires sont donc présentes avant le processus de fabrication. Ce pré-endommagement initial est ensuite fortement accentué par le processus de fabrication par compression uni-axiale.



(a) Grains de liège avant mise en forme. (b) Cellules endommagées.

Figure 2.28 – Clichés MEB de grains de liège de calibre 0,5/1 mm plat tels que reçus par Lièges HPK.

Vers la notion d'interphase ...

L'observation des zones inter-granulaires à l'échelle méso et microscopique a mis en lumière un gradient de la microstructure qui n'est pas simplement localisé aux interfaces. De ce fait, pour les agglomérés de liège, obtenus par compression uni-axiale, une zone d'épaisseur non nulle où localement les propriétés commencent à être différentes de celles de la résine et qui s'étend jusqu'à ce qu'elles deviennent identiques à celles du liège semble exister. C'est pourquoi la notion d'interphase sera maintenant utilisée à la place d'interface.

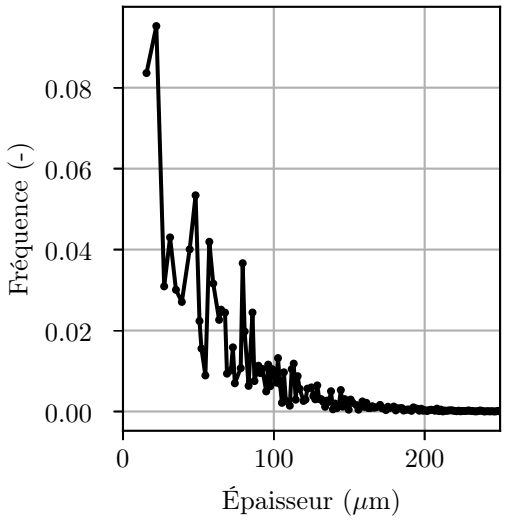


Figure 2.29 – Distribution de l'épaisseur des interphases dans une éprouvette de liège aggloméré non renforcé.

Épaisseur de l'interphase

La distribution de l'épaisseur des interphases a été mesurée à partir de la même technique que celle décrite dans la section 2.2.3. Cette fois, ce sont les interphases blanches qui ont été seuillées. Cette distribution est visible sur la fig. 2.29.

L'interphase entre grains de liège a une épaisseur variable entre 10 μm et 250 μm, même si la majeur partie est plutôt comprise entre 10 et 80 μm. En considérant que celle-ci soit bien constituée de résine et de cellules partiellement pré-densifiées (d'une hauteur de 10 μm au lieu de 40 μm en moyenne), cela pourrait signifier que de part et d'autre de l'interface intergranulaire, il y a entre 1 à 4 rangs de cellules effondrées.

Bilan

À première vue, les agglomérés de liège présentent une bonne séparabilité des échelles d'observation. Les grains, même pour les micro-agglomérés de liège, ont un volume bien supérieur aux cellules. La distribution des porosités montre bien une **distribution bimodale des tailles de porosités** avec d'un côté les méso-porosités et de l'autre les micro-porosités (ou vides cellulaires).

Toutefois, en considérant les zones périphériques des grains, il est plus difficile de séparer grains et cellules. Aux abords des interfaces intergranulaires, la présence de cellules pré-endommagées par le procédé de fabrication des grains puis renforcée par l'étape de compression font émerger des **interphases** relativement épaisses par rapport aux dimensions des grains.

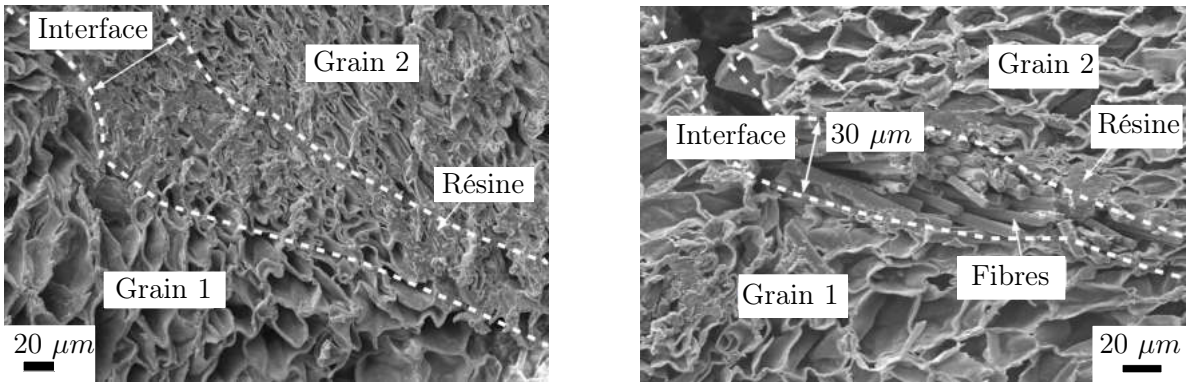
2.5 Influence de l'ajout de fibres courtes sur la structure

L'optimisation des propriétés mécaniques des matériaux cellulaires est aujourd'hui un fort enjeu industriel [Song *et al.*, 2019]. Pour un même type de mousse, si l'on cherche à augmenter la rigidité du matériau, alors cela se fera au prix d'une densité plus élevée. L'ajout de charge est donc une piste envisageable pour ce type de matériaux. Dans cette étude, des fibres courtes de carbone d'un diamètre de 7 μm et d'une longueur médiane de 170 μm ont été ajoutées au matériau, tout en faisant en sorte de garder une densité similaire.

2.5.1 Modification des interphases

Morphologie des interphases

Pour le matériau composite, des cellules effondrées sont également présentes à proximité de l'interface (fig. 2.30(b)). Comme pour l'aggloméré de liège décrit précédemment, la résine forme un film mince à la surface des particules. Les interphases sont cependant plus épaisses (environ 20 μm) à cause de la présence des fibres. Il semble que les fibres sont bien dispersées entre chaque grain (peu de concentration de fibres). Comme les grains, elles semblent la plupart du temps recouvertes de résine. Les fibres s'organisent souvent en paquets de quelques fibres enduites. Le diamètre moyen de ces paquets, qui est autour de 50 μm (fig. 2.32(b)) est beaucoup plus petit que le diamètre moyen des grains de liège (environ 300 μm).



(a) Interfaces intergranulaires d'un liège aggloméré non-renforcé.

(b) Interfaces intergranulaires d'un liège aggloméré renforcé.

Figure 2.30 – Clichés MEB des interfaces entre grains de liège dans un liège aggloméré.

Épaisseur des interphases

À l'échelle mésoscopique, la différence entre l'épaisseur des interphases des agglomérés de liège avec et sans fibres est minime par rapport aux interfaces (fig. 2.31). La distribution de l'épaisseur des interphases des deux agglomérés est identique. L'aggloméré avec fibres démontre lui aussi des interphases dont l'épaisseur est principalement comprise entre 20 et 80 μm. Ainsi d'un point de vue mésoscopique, les deux agglomérés sont très semblables.

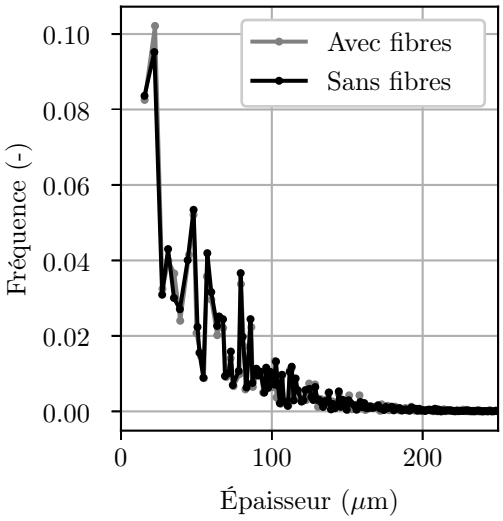
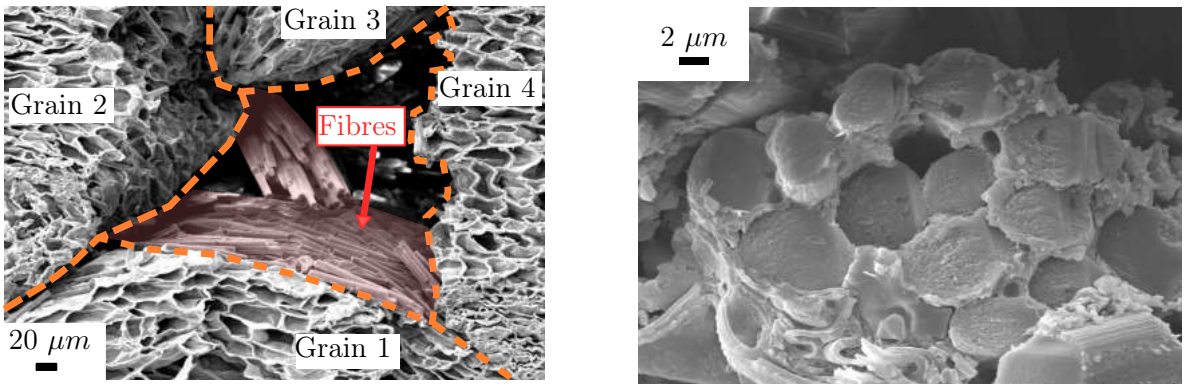


Figure 2.31 – Comparaison entre les distributions des épaisseurs des interphases des agglomérés de liège avec et sans fibres obtenues par le seuillage des interphases sur les données tomographiques à l'échelle des grains.

2.5.2 Placement et orientation particuliers des fibres

Les fibres courtes sont placée la plupart du temps le long des interfaces intergranulaires (fig. 2.32(a)). La longueur moyenne des fibres courtes est de 170 μm. Cette faible dimension permet aux fibres d'être tangentes aux interfaces. Aucune observation n'a été fait de fibre rentrant dans un grain de liège.

Comme déjà remarqué, le procédé de fabrication de la compression uni-axiale provoque une modification des dimensions des grains dans les agglomérés de liège haute densité [Joao Teixeira *et al.*, 1996]. Les grains du matériau ont tendance a être plus allongés perpendiculairement à la direction de compression. Les interfaces entre les grains sont alors plus orientées dans le plan de compression (Oxy) qui correspond à la direction dans-le-plan. Les fibres courtes étant le long de ces interfaces, elles sont alors préférentiellement orientées elles aussi dans le plan (Oxy).



(a) Organisation des fibres dans un liège aggloméré renforcé.

(b) Groupement de fibres.

Figure 2.32 – Clichés MEB des interfaces entre grains de liège dans un liège aggloméré.

Bilan

À l'échelle mésoscopique, les deux agglomérés sont très similaires. Ils présentent une organisation des grains et une distribution dans l'épaisseur des interphases quasi-identique.

Toutefois, à plus petite échelle, les observations microscopiques ont montré que la présence des fibres élargissait les interfaces. De plus **les fibres se placent tangentiellement aux grains**, elles sont donc comme les grains préférentiellement orientées dans le plan (Oxy).

2.6 Conclusions sur la structure multi-échelles des agglomérés de liège

Ce travail sur la caractérisation de la structure des agglomérés de liège a permis de mettre en lumière le caractère multi-échelles de ce matériau. Par rapport à un matériau cellulaire mono-échelle, les principales différences sont :

— la présence d'un matériau supplémentaire (résine et fibres),

— la présence d'interfaces (résine/mousse, résine/fibres, fibres/mousse),,

— une modification de la morphologie des cellules aux abords des interfaces (ici pré-endommagement) causant l'apparition d'interphases

Il est ainsi possible, pour les deux types d'agglomérés de liège étudiés, de proposer une structure multi-échelles type. Celle-ci rend compte des principaux élements à prendre en compte à chaque échelle d'observation.

Les agglomérés présentent à première vue une organisation des échelles similaires aux mousses agglomérées. Toutefois des différences dans la méso et la microstructure entre ces deux matériaux ont pu également être observées. Ainsi, contrairement aux mousses agglomérées par expansion des grains de mousse, les agglomérés de liège démontrent une orientation de la géométrie à plusieurs échelles (cellules, grains).

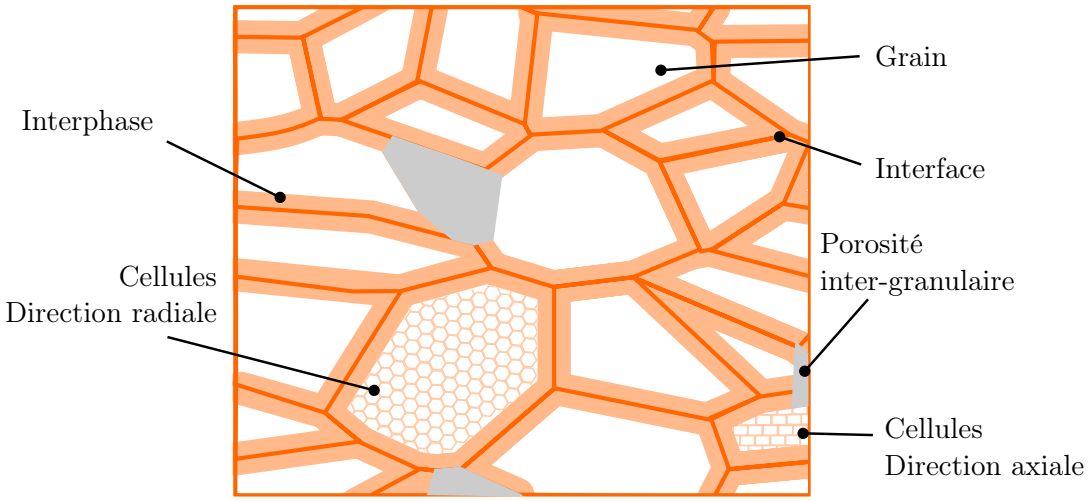


Figure 2.33 – Schéma de la structure multi-échelles des agglomérés de liège.

-	Volume	Taille	Épaisseur	Anisotrope
Grain	0,1 mm^3	0,2 - 1,2 mm	-	Oui
Méso-porosités	0,025 mm^3	-	-	Oui
Interfaces	-	-	80 μm	Oui (si fibres)
Cellules	$1{\cdot}10^{-5}$ mm^3	20-50 μm	3 μm	Oui

Tableau 2.2 – Grandeurs caractéristiques des principaux constituants des agglomérées de liège à différentes échelles.

En plus de cette description qualitative des agglomérés de liège, permettant de délimiter le cadre de l'étude, une étude quantitative à partir de mesures 3D a été menée aux différentes échelles d'observation. Ces données permettent d'associer des grandeurs et même des distribution de grandeurs, aux différents éléments de la structure multi-échelle type. Les ordres de grandeurs des différents composants des agglomérés de liège sont ainsi résumés dans le tab. 2.2.

De plus ces valeurs permettent de créer des éprouvettes dont la structure est représentative de celle du liège. En effet, les étapes d'extraction d'une structure à partir des données de tomographie puis de maillage de cette structure peuvent être complexes. De plus, du fait du caractère multi-échelles des agglomérés de liège, cela serait difficilement envisageable d'obtenir à la fois l'échelle des cellules et celle des grains. Au contraire, à l'aide de logiciels de construction de microstructure tel que Neper [Quey *et al.*, 2018], il est possible d'obtenir une structure proche de celle du liège en ayant recours aux valeurs et distributions présentées dans ce chapitre (fig. 2.34). Le caractère multi-échelles peut même être représenté sur ce genre d'éprouvette numérique.

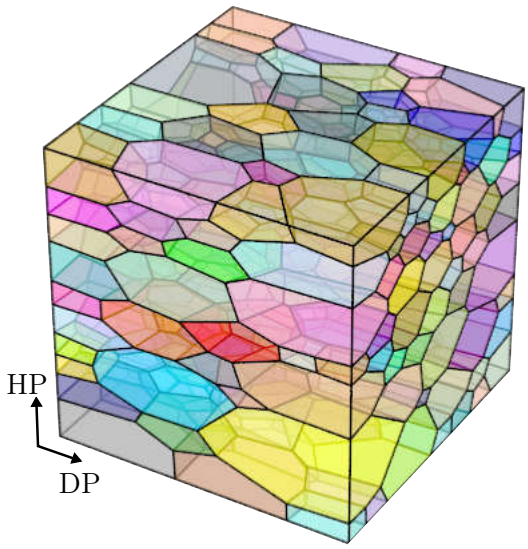


Figure 2.34 – Éprouvette numérique représentant la structure du liège à l'échelle mésoscopique réalisée avec le logiciel Neper.

Chapitre 3

Comportement mécanique en régime quasi-statique d'un liège aggloméré haute densité

Sommaire

3.1 Moyens expérimentaux 98
3.1.1 Essais de compression uni-axiale sur de larges plages de déformation . . 98
3.1.2 Essais de compression in-situ sous MEB 103
3.1.3 Étude du comportement à rupture en mode I 104
3.1.4 Étude des champs de déformation 107
3.2 Compression hors-plan d'agglomérés de liège non fibrés 110
3.2.1 Compression monotone 110
3.2.2 Compression cyclique 111
3.2.3 Hétérogénéité des champs de déformation 114
3.3 Orthotropie du comportement mécanique du liège aggloméré 122
3.3.1 Compression monotone 122
3.3.2 Premiers liens avec la structure multi-échelles 122
3.3.3 Comportement mécanique sous chargement cyclique 124
3.3.4 Influence de la méso-structure 125
3.3.5 Traction à rupture 129
3.4 Ajout de fibres courtes à un aggloméré de liège : rôle d'un renfort ? 136
3.4.1 Influence de l'ajout de fibres courtes sur le comportement en compression du liège aggloméré 136
3.4.2 Compression cyclique 139
3.4.3 Hétérogénéité des champs de déformation locaux 140
3.4.4 Traction à rupture 141
3.5 Conclusions sur le comportement mécanique d'un aggloméré de liège haute densité 151

Introduction

Ce chapitre décrit le comportement mécanique des deux agglomérés de liège, avec et sans fibres, sollicités en régime quasi-statique et à température ambiante.

L'enjeu de ce chapitre est de relier la structure multi-échelles (micro et méso) des agglomérés de liège décrite dans le chapitre précédent à leur comportement macroscopique, lors de sollicitations à une vitesse de déformation en régime quasi-statique et à température ambiante. L'influence de l'ajout de renforts fibreux rigides sur le comportement mécanique d'agglomérés a été étudié. Le comportement mécanique de l'aggloméré de liège renforcé par des fibres développé par Lièges HPK et Safran PU a ainsi été comparé à celui de l'aggloméré de liège non renforcé.

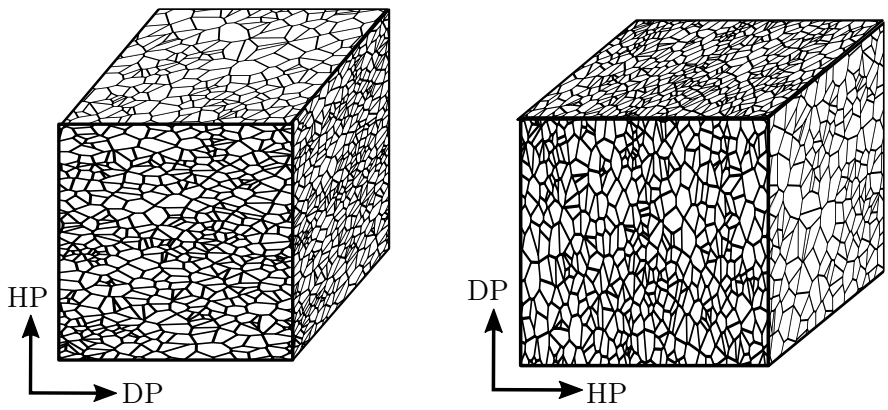
3.1 Moyens expérimentaux

Différents types de sollicitation (compression, traction, essais monotones ou cycliques) ont été appliqués aux agglomérés de liège. Des observations aux différentes échelles ont été réalisées pendant et après ces essais.

3.1.1 Essais de compression uni-axiale sur de larges plages de déformation

Le comportement mécanique des agglomérés a principalement été étudié en compression uni-axiale dans ces travaux car les agglomérés pourraient à l'avenir être utilisés pour la protection des biens et des personnes Silva *et al.* [2011]; Santos *et al.* [2017].

Pour cela, des éprouvettes cubiques de dimension 20×20×20 mm^3 ont été découpées à l'aide d'une scie à ruban à partir de plaques de 20 mm d'épaisseur. Les éprouvettes sont préalablement conditionnées dans une atmosphère à 20°C et à un taux d'humidité relatif de 50% (RH pour *Relative Humidity*). Les dimensions des éprouvettes sont mesurées au pied à coulisse numérique (résolution : 0,03 mm). Les éprouvettes sont également pesées avec une balance (résolution : 0,01 g), dans les minutes qui précèdent les essais mécaniques.



(a) Sollicitation hors-plan (b) Sollicitation dans-le-plan

Figure 3.1 – Schématisation des éprouvettes cubique de compression avec la méso-structure représentée pour différencier les chargements dans la direction hors-plan et dans-le-plan.

Les éprouvettes cubiques ont été sollicitées en compression suivant les trois directions du matériau, afin d'étudier l'anisotropie du comportement mécanique des agglomérés. Pour une

compression dans la direction hors-plan, les grains sont principalement orientés dans le plan de compression du chargement (fig. 3.1(a)). Dans le cas d'une compression dans la direction dans-le-plan, les grains seront par contre orientés dans la direction de la sollicitation (fig. 3.1(b)).

3.1.1.1 Essais de compression monotones en régime quasi-statique

Les essais de compression monotone en régime quasi-statique ($\dot{\varepsilon} \in [10^{-5}\ \mathrm{s}^{-1}\ ;\ 1\ \mathrm{s}^{-1}]$) sont menés à l'aide d'une presse électro-mécanique Zwick Roell. L'évolution de la force F (N) en fonction du temps est mesurée par une cellule de charge résistive de 250 kN. La mesure du déplacement imposé à l'éprouvette ΔL (mm) est déduite du déplacement de la traverse. Le déplacement de la traverse de la machine peut être en léger décalage avec le déplacement imposé à l'éprouvette. Il a donc été comparé à celui de la partie mobile de l'éprouvette grâce à des clichés pris lors de la sollicitation (visible en Annexe C à la fig. C.9). Les deux étant identiques, l'utilisation du déplacement de la traverse de la machine a été validée.

Les éprouvettes cubiques sont testées en compression à une vitesse de déplacement imposée de 5 mm min^{-1}. Les agglomérés de liège avec et sans fibres sont ainsi étudiés. Au moins 5 éprouvettes dans chaque configuration ont été testées.

À partir des données force/déplacement, l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation est obtenue. La déformation macroscopique ε^* est définie selon la déformation logarithmique. Celle-ci est définie par $\varepsilon^* = ln(1+\epsilon)$, où ϵ représente la déformation ingénieure macroscopique, c'est-à-dire $-\Delta L/L_0$ (L_0 étant la hauteur initiale de l'éprouvette). Au début du chargement la déformation est donc nulle et augmente au fur et à mesure que l'éprouvette est comprimée. L'utilisation de cette description est nécessaire car le comportement mécanique des matériaux cellulaires est généralement étudié pour des grandes transformations. Au delà de 20% de déformation, la différence entre ε^* et ϵ devient importante pour les agglomérés de liège.

La contrainte macroscopique σ^* est calculée selon la convention de l'ingénieur, c'est-à-dire en déterminant $\sigma^* = F/S_0$, avec S_0 la section initiale apparente de l'échantillon. Dans le cas de matériaux cellulaires comme le liège, il est possible d'assimiler contrainte "ingénieur" et contrainte vraie car le coefficient de Poisson de ces composites est proche de zéro. L'évolution de la section lors de la compression est quasiment nulle [Fortes et Teresa Nogueira, 1989]. Une faible variation de section est tout même perceptible pendant la phase de densification [Widdle *et al.*, 2008; Sanborn et Song, 2019]. Cette analogie entre la contrainte nominale et la contrainte vraie dans le cas des agglomérés sera discutée dans la suite du manuscrit.

Ce comportement mécanique, représenté par une courbe contrainte/déformation est associé à une vitesse de déformation macroscopique $\dot{\varepsilon}^*$. Elle est définie comme étant la dérivée temporelle de la déformation logarithmique macroscopique ε^*.

Commentaire sur la détermination des contraintes et des déformations

Une remarque peut être faite sur la pertinence de parler en contrainte/déformation dans le cas de matériaux architecturés. Une première hypothèse est faite sur le calcul de la contrainte. En effet la surface est supposée continue dans l'échantillon. Ce qui n'est pas le cas d'une éprouvette de matériau cellulaire puisque l'on oublie dans ce cas la notion de porosité. La surface réelle du matériau dans une section est donc nettement inférieure à celle supposée. De plus, la tortuosité des parois engendre de forts gradients de localisation de contraintes dans le matériau [Kartal *et al.*, 2017]. La contrainte réelle locale qui s'applique donc dans le matériau est donc nettement supérieure à celle calculée.

Une deuxième hypothèse est faite sur le calcul de la déformation. En effet, la déformation

est calculée à partir du déplacement machine et est supposée homogène dans ce calcul. Or dans le cas des matériaux cellulaires, la déformation peut être beaucoup plus importante localement [Ding *et al.*, 2016]. Celle-ci n'est pas forcément homogène à l'intérieur de l'éprouvette [Kader *et al.*, 2017]. La déformation ε^* ainsi calculée n'est donc qu'une déformation macroscopique, plus utilisée pour adimensionner les mesures et faciliter les comparaisons entre différentes éprouvettes et différents matériaux que pour obtenir des informations quantitatives locales. Cette même remarque est également valable pour la vitesse de déformation macroscopique $\dot{\varepsilon}^*$, qui souvent sous-estime les vitesses locales de déformation de plusieurs ordres de grandeur [Zhao, 2004].

3.1.1.2 Calcul des paramètres matériaux

À partir des relations force/déplacement ou contrainte/déformation, les paramètres matériaux décrits dans l'état de l'art sont calculés (fig. 1.10). La détermination de ces paramètres matériaux est essentielle pour être à même de comparer les différents essais de compression menés.

module d'Young

Le module d'Young E^* (MPa) pouvant varier de façon importante selon les points choisis pour le calculer, une méthode semi-automatique a été développée. Un polynôme de degré suffisamment élevé est calculé sur une partie de la courbe contrainte/déformation. Sa dérivée seconde indique le point d'inflexion de la courbe, à ε_2 sur la fig. 3.2. Un polynôme du premier degré a ensuite été défini entre $\varepsilon_1 = 0{,}005$ et $0{,}8\times\varepsilon_2$. La pente d'un polynôme de degré 1 est finalement assimilée au module d'Young donné ici.

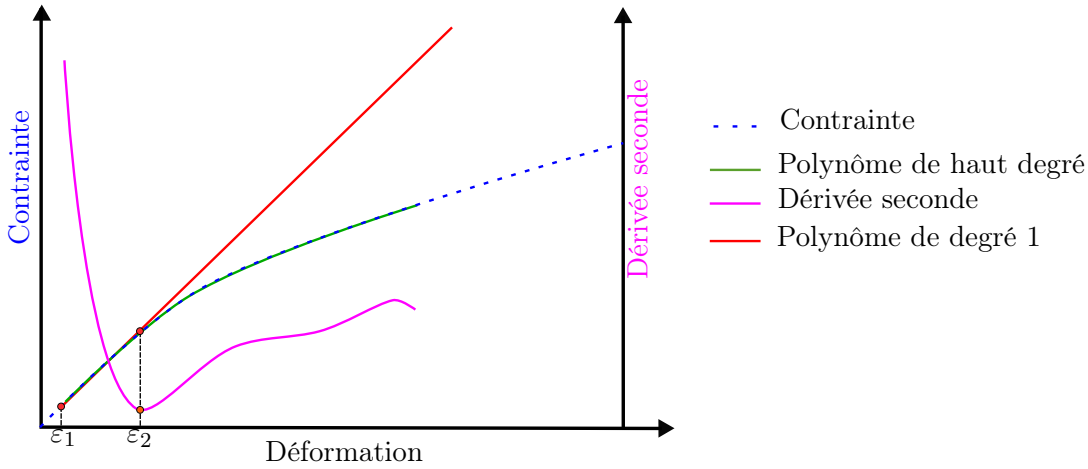


Figure 3.2 – Méthode de détermination du module d'Young. Tracé d'un polynôme de degré 6 et de sa dérivée seconde. Puis tracé d'un polynôme de degré 1 sur la partie linéaire de la courbe contrainte/déformation.

Module tangent et contrainte de flambement

Le module tangent E_p^* (MPa) est obtenu en calculant un polynôme de degré 1 entre les déformations de 0,1 et 0,3.

La contrainte de flambement σ_{fl}^*, qui marque le passage du régime linéaire à la phase plateau est définie comme étant la contrainte à laquelle le polynôme caractérisant le module d'Young et celui caractérisant le module tangent sont égaux.

Déformation à l'initiation de la densification

La méthode pour la détermination de la déformation où s'initie la densification ε^*_{dens} ne fait pas consensus. La méthode choisie est celle se basant sur l'efficacité énergétique, car c'est la plus reproductible de toutes [Li *et al.*, 2006]. L'efficacité énergétique η est définie par

$$\eta(\epsilon) = \frac{1}{\sigma(\epsilon)} \int_0^{\epsilon} \sigma(\epsilon)\, \mathrm{d}\epsilon. \tag{3.1}$$

Le maximum de cette efficacité énergétique correspondrait alors à la fin du plateau et au début de la densification (fig. 3.3), de telle façon qu'à la déformation ε_{d0},

$$\left.\frac{d\eta(\epsilon)}{d\epsilon}\right|_{\epsilon=\epsilon_{d0}} = 0. \tag{3.2}$$

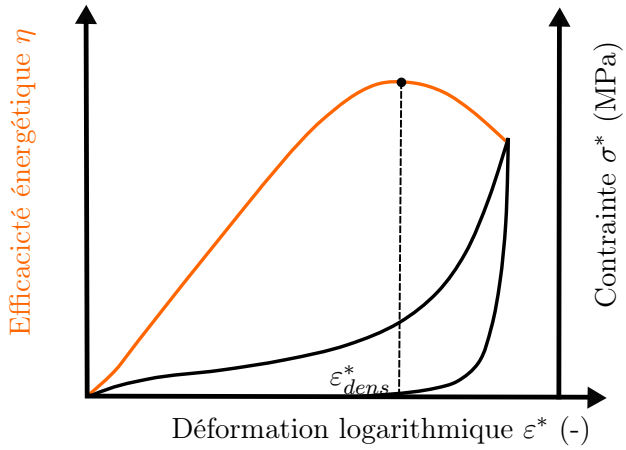


Figure 3.3 – Courbe contrainte/déformation expérimentale (noir) montrant l'évolution de l'efficacité énergétique (orange) calculée à partir de l'éq. 3.1 pour une éprouvette de liège aggloméré comprimée dans la direction hors-plan à 5 mm/min.

Énergie absorbée

L'énergie absorbée à l'initiation de la densification correspond à l'énergie élastique stockée et l'énergie dissipée jusqu'à la déformation à densification. Elle correspond à l'aire sous la courbe contrainte/déformation jusqu'à la déformation ε_{d0}.

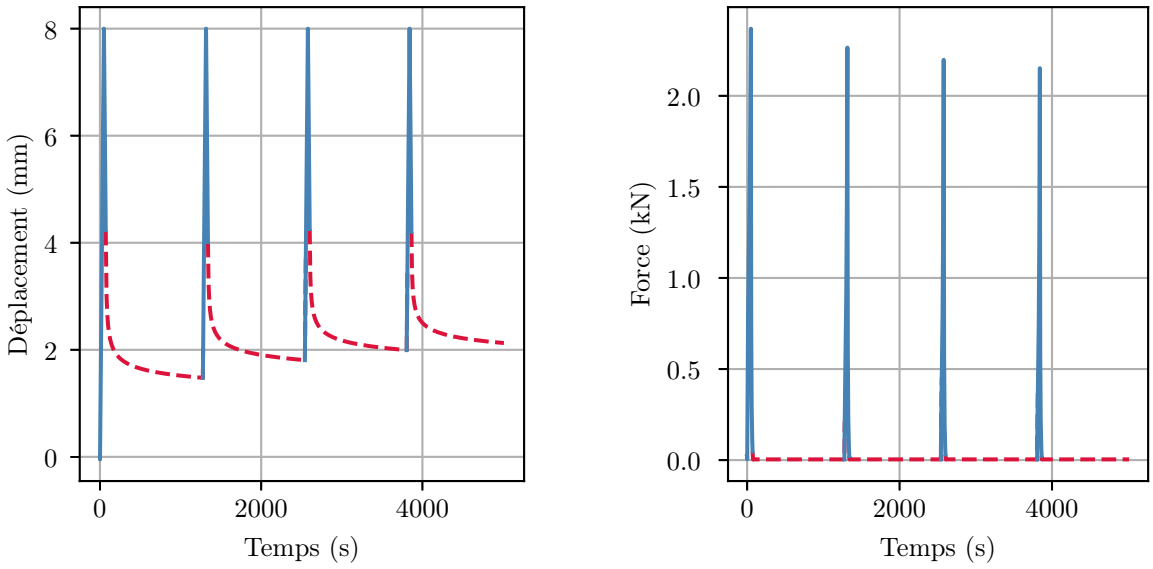
L'intérêt des matériaux cellulaires réside en partie dans leur capacité à absorber une énergie importante pour de faibles contraintes. La mesure de cette énergie avant que la contrainte ne commence à augmenter brutalement permet de juger de la propension d'un matériau cellulaire à être envisagé pour certaines applications de protection. L'énergie absorbée a donc ici été calculée jusqu'à la déformation limite où débute la densification ε_{d0}. Pour cela la méthode des trapèzes a été utilisée afin de calculer cette aire. La valeur obtenue est ensuite divisée par le volume de l'éprouvette afin d'obtenir des valeurs en J mm^{-3}, permettant d'estimer cette énergie absorbée, rapportée au volume de l'éprouvette.

3.1.1.3 Essais de compression cycliques en régime quasi-statique

Des essais cycliques ont été réalisés jusqu'à une déformation imposée afin d'étudier l'apparition et l'évolution de phénomènes irréversibles et de l'endommagement au cours d'un essai de compression en régime quasi-statique.

Essais cycliques à déformation maximale constante

Les déformations maximales ε^*_{max} imposées ont été fixées à 0,02 ; 0,1 et 0,37 afin de se placer aux différents stades de la courbe contrainte/déformation : dans la partie linéaire ($\varepsilon^*_{max} = 0,02$), au début du plateau ($\varepsilon^*_{max} = 0,1$) et au début de la phase de densification ($\varepsilon^*_{max} = 0,37$). Des éprouvettes cubiques de liège avec et sans fibres de 20 mm de côté ont été testées dans les directions hors-plan et dans-le-plan à une vitesse de sollicitation de 10 mm min^{-1}. Les éprouvettes étaient comprimées jusqu'à la déformation ε^*_{max} puis déchargée jusqu'à atteindre une force nulle à la même vitesse de déplacement. Sur la fig. 3.4, ce contrôle en vitesse de déplacement est tracé par une courbe bleue et continue.



(a) ΔL(t)

(b) F(t)

Figure 3.4 – Signal de déplacement Δl et de force en fonction du temps lors d'un essai de compression cyclique sur une éprouvette de liège aggloméré renforcé testé dans la direction hors-plan à température ambiante jusqu'à un déplacement de 8 mm soit une déformation de $\varepsilon = 0.37$. — : contrôle en vitesse de déplacement, - - - : contrôle en force.

Un retour à force nulle ne garantit pas une recouvrance élastique totale car le liège possède un comportement mécanique fortement visco-élastique [Mano, 2002]. Une pause a donc été effectuée entre chaque cycle à force nulle imposée avant d'entamer le cycle suivant. Ce contrôle en force correspond à la partie rouge et en pointillés des signaux de déplacement (fig. 3.4a) et de force (fig. 3.4b) en fonction du temps. Cette pause était de 30 secondes pour les cycles à $\varepsilon^*_{max} = 0,02$ et de 10 minutes et 30 minutes pour les cycles jusqu'à une déformation ε^*_{max} de 0,1 et 0,37 respectivement.

Le signal brut du déplacement en fonction du temps (fig. 3.4a) présente donc d'abord un motif triangulaire associé à la phase de charge/décharge réalisée à la même vitesse de déplacement. Une fois une force nulle atteinte, la vitesse de déplacement n'est plus contrôlée. Le contrôle s'effectue en force de façon à ce que la force soit toujours nulle (fig. 3.4b). Une décroissance de type recouvrance est alors observée pour le signal de déplacement en fonction du temps (fig. 3.4a). Le contrôle à force nulle pendant un temps défini permet de garantir un retour élastique complet et d'enregistrer l'évolution de ce retour.

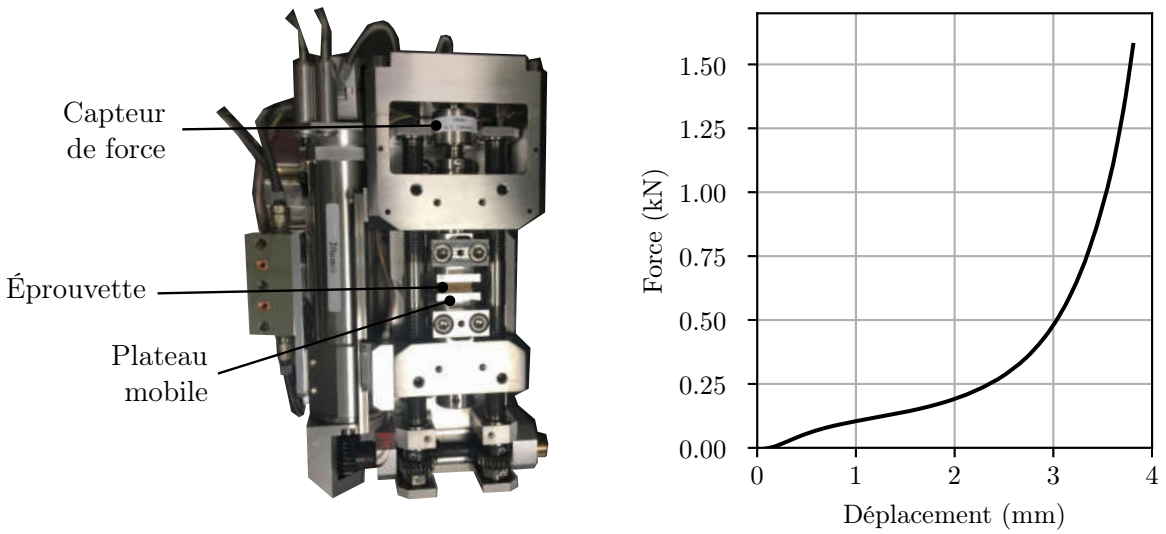
3.1.1.4 Post-traitement des essais de compression cycliques

La relation contrainte/déformation a été obtenue à partir des données force/déplacement, comme pour les essais monotones.

Pour les deux types d'essais cycliques, le module d'Young à chaque cycle a été mesuré, ainsi que la déformation rémanente après recouvrance.

3.1.2 Essais de compression in-situ sous MEB

Des essais de compression ont pu être menés sous microscope électronique à balayage grâce à une micro-machine de traction/compression (fig. 3.5(a)). Des éprouvettes de géométrie rectangulaire ont été découpées avec une lame de rasoir. Leurs dimensions étaient de 5×7,5×11 mm^3.



(a) Montage expérimental.

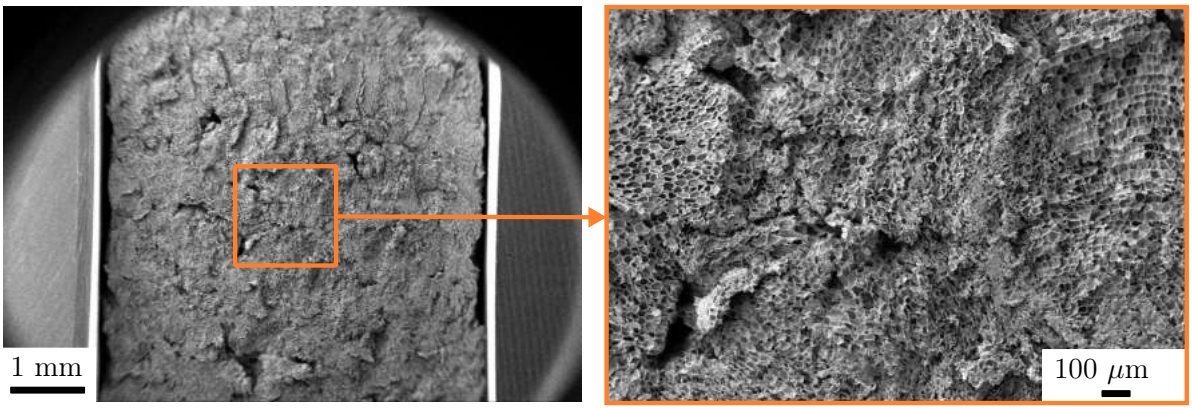
(b) Courbe force/déplacement.

Figure 3.5 – (a) Micro-machine de compression positionnée l'intérieur du MEB. (b) Signal brut d'un essai de compression in-situ réalisé sous MEB d'un aggloméré de liège sans fibres sollicité dans la direction hors-plan.

La machine est équipée d'un capteur de force de 5000 N, les dimensions des éprouvettes ont été calculées, à partir des données obtenues pour les éprouvettes macroscopiques. La surface observée a ensuite été recouverte d'or de la même manière que décrit dans le chapitre précédent.

Afin de solliciter l'échantillon à une vitesse de déformation proche de celles testées avec la machine électro-mécanique, la vitesse de déplacement a été fixé à 5 μm s^{-1}. La fréquence d'acquisition des points de mesure était de 10 Hz. Le signal force/déplacement de cet essai est visible sur la fig. 3.5(b).

Un grandissement de ×150 a été choisi afin d'observer à la fois la déformation des cellules et celles des interfaces et des grains (fig. 3.6). Une fréquence d'acquisition d'images de 0,2 Hz a été choisie.



(a) Vue de l'éprouvette de compression sous MEB

(b) Zone d'observation

FIGURE 3.6 – (a) Éprouvette de compression placée dans les mors. (b) Zone d'observation à t = 0 s.

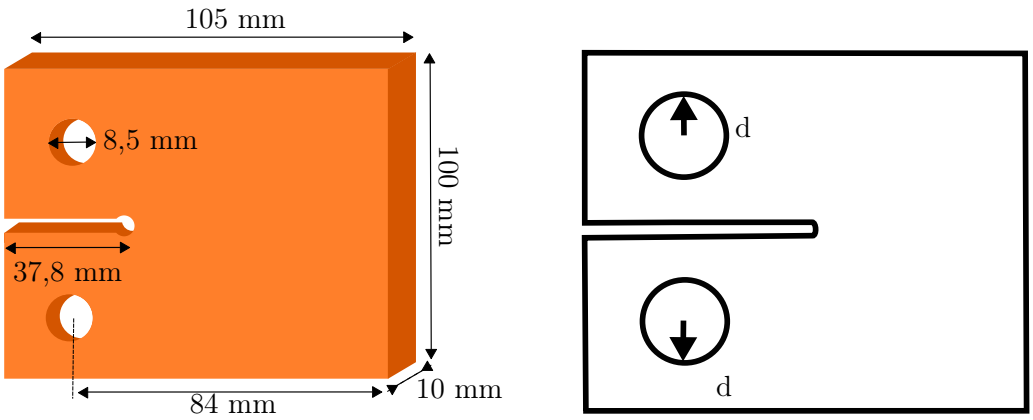
3.1.3 Étude du comportement à rupture en mode I

Des essais de rupture en mode I ont été menés. Une sollicitation en mode I permet de venir solliciter préférentiellement les interfaces et d'exacerber les mécanismes de rupture.

3.1.3.1 Éprouvettes Compact Tension (CT)

Géométrie des éprouvettes

La géométrie CT a été choisie pour les éprouvettes afin d'étudier le comportement à rupture des agglomérés (fig. 3.7(a)). Il s'agit d'une plaque rectangulaire de 105×100×10 mm^3 coupée à la scie à ruban. Une entaille initiale de 37,8 mm a été usinée dans l'éprouvette grâce à une scie à ruban pour s'affranchir des effets de bords dans la mesure du possible et de localiser l'amorçage de la fissuration. Un encoche circulaire en bout de pré-fissure est réalisée à l'aide d'un foret. Les alésages d'un diamètre de 8,5 mm ont été réalisées à la perceuse à colonne en augmentant peu à peu de diamètre de perçage. Les éprouvettes ont ensuite été conditionnées pendant 50h à 20°C et 50% d'humidité relative.

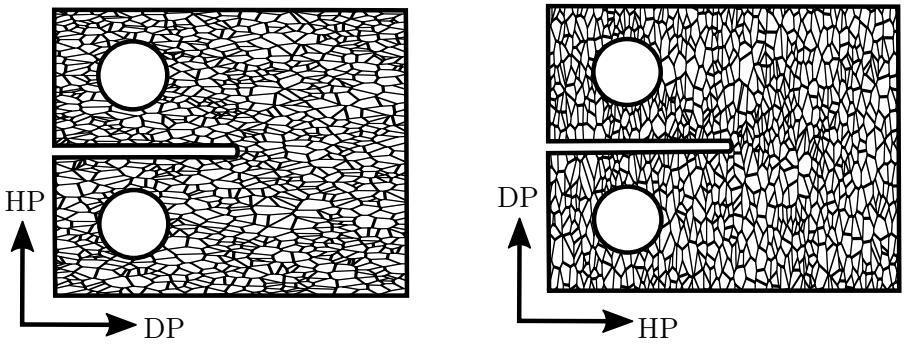


(a) (b)

FIGURE 3.7 – (a) Schéma des éprouvettes CT. (b) Schéma des conditions limites de l'essai de rupture.

Méso-structure des éprouvettes de rupture

Les éprouvettes ont été découpées dans différentes directions, à partir de plaques de liège. Deux types d'éprouvettes ont ainsi été produits (fig. 3.8).



(a) Sollicitation selon la direction hors-plan

(b) Sollicitation selon la direction dans-le-plan

Figure 3.8 – Représentation schématique de la méso-structure dans les éprouvettes CT de liège aggloméré pour une sollicitation de rupture en mode I.

La première éprouvette présente des grains allongés dans la même direction que la pré-fissure, la sollicitation aura lieu dans la direction hors-plan (fig. 3.8a). La deuxième présente des grains allongés perpendiculairement à la pré-fissure, la sollicitation aura lieu dans la direction dans-le-plan (fig. 3.8b).

Sollicitation à rupture en chargement monotone

La même machine de traction/compression électromécanique que pour les essais de compression a été utilisée. Des goupilles sont glissées dans les alésages des éprouvettes. Un déplacement est imposé à ces goupilles à l'aide d'un montage spécifique (fig. 3.7(b)). Le déplacement a été imposé à une vitesse de déplacement de 10 mm min^{-1} jusqu'à la dégradation totale de la plaque.

Observations microscopiques

Les éprouvettes ont été observées après essai avec un microscope optique Keyence à un grandissement de $\times 30$. La région aux alentours de la fissure a été observée avec une attention particulière, à plus fort grandissement.

3.1.3.2 Éprouvettes en bande (SBS)

Géométrie des éprouvettes

La géométrie des éprouvettes en bande ou *Strip Band Specimen* (SBS) a également été adoptée pour étudier les mécanismes de propagation des fissures dans les deux types d'agglomérés. Cette forme d'éprouvette permet d'obtenir une grande longueur de fissure, mais du fait de ses dimensions importantes.

Il s'agit d'une plaque rectangulaire de $300\times100\times5$ mm^3 coupée à la scie à ruban (fig. 3.9). Une entaille initiale de 100 mm a également été usinée dans l'échantillon avec une scie à ruban pour s'affranchir des effets de bords dans la mesure du possible et de localiser l'amorçage de la fissuration. Le fond d'entaille est circulaire grâce à l'utilisation d'un foret. Les éprouvettes ont ensuite été conditionnées pendant 50h à 20°C et 50% d'humidité relative.

Du fait de la taille importante des éprouvettes SBS en comparaison à la taille initiale des blocs d'agglomérés de liège fabriqués, il n'a pas été possible de réaliser des éprouvettes de façon

à les solliciter dans la direction dans-le-plan. Seules des éprouvettes sollicitées dans la direction hors-plan ont pu être découpées, pour les agglomérés avec et sans fibres. Elles ont ainsi une méso-structure similaire à celle présentée dans la fig. 3.8a.

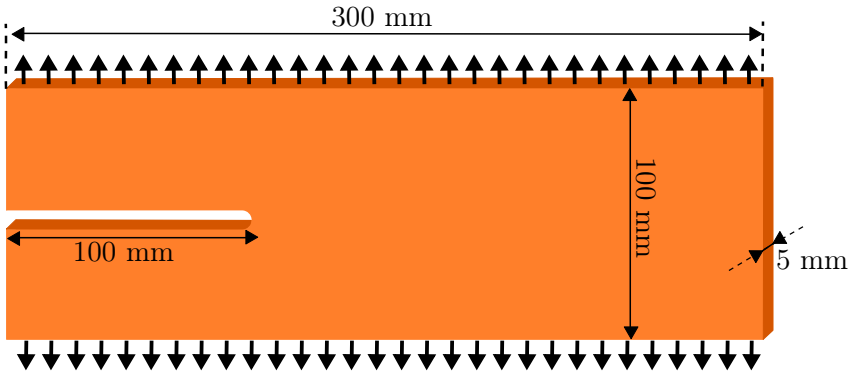


Figure 3.9 – Schéma des éprouvettes de traction à rupture type SBS.

Sollicitation à rupture en chargement monotone

La même machine d'essai de traction/compression électromécanique que pour les essais de compression a été utilisée. Un montage spécifique a été installé sur cette machine (fig. 3.10). Ce montage permet de solliciter en traction les éprouvettes SBS (fig. 3.9). Les mesures de déplacement par corrélation d'images à la surface des éprouvettes ont confirmé que contrairement aux éprouvettes CT, les éprouvettes SBS étaient sollicitées principalement en traction (voir Annexe D).

Le déplacement a été imposé à une vitesse de déplacement de 10 mm min^{-1} jusqu'à la dégradation totale de la plaque.

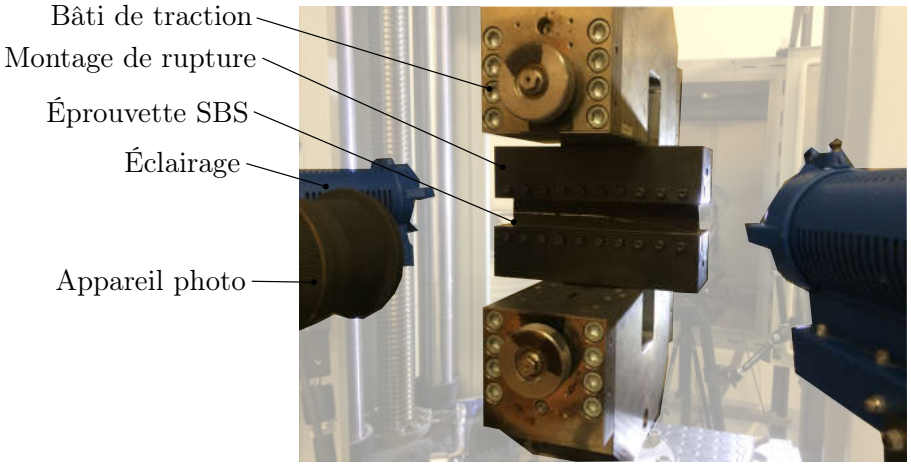


Figure 3.10 – Observation des éprouvettes lors des essais en rupture

Observations microscopiques

Certaines éprouvettes ont été observées avant essai avec un microscope optique Keyence à un grandissement de ×100. La région à proximité de l'entaille a été observée avec une attention particulière. Des images de 5500×3000 pixels ont été obtenues. La même éprouvette a également été observée post-mortem et l'image obtenue a été comparée à l'image de l'éprouvette avant essai.

Sur les éprouvettes fissurées, des échantillons ont été prélevés afin d'observer le faciès de rupture et chemin de fissuration à l'échelle des cellules du liège avec un MEB. Pour cela les échantillons ont été découpés à l'aide d'une lame de rasoir et préparés de la même manière que décrit dans le chapitre 2.

3.1.3.3 Post-traitement des données brutes des essais de rupture

La pente initiale a été mesurée à partir de la courbe force/déplacement. Elle est assimilée à la rigidité initiale, K (fig. 3.11). La force maximale atteinte lors de l'essai a été identifiée comme étant la force à rupture F_{frac} (N). Le déplacement à rupture correspondant a été appelé d_{frac} (mm). En raison du contrôle en vitesse de déplacement, le déplacement de la plaque a continué d'augmenter alors que la force diminuait à cause de la rupture de l'éprouvette. Une fois la plaque complètement fissurée, la force est alors nulle . Quand cette force nulle est atteinte, le déplacement correspondant est appelé d_{max} (mm). La différence entre d_{frac} et d_{max} est également calculée et est appelée Δd (mm).

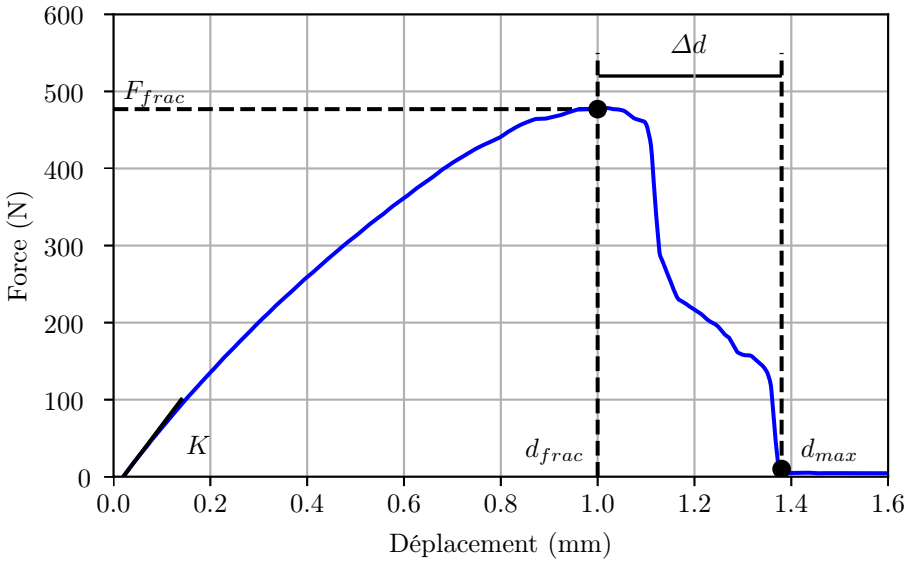


Figure 3.11 – Données expérimentales force/déplacement d'une éprouvette SBS de liège non renforcé sollicité en traction dans la direction hors-plan et paramètres matériaux correspondants.

3.1.4 Étude des champs de déformation

Afin d'étudier les mécanismes de déformation locaux au cours d'un essai mécanique, la technique de corrélation d'images numériques (DIC) a été choisie. Cette technique repose sur trois étapes [Hild Francois et Prensier, 2004] :

— Le dépôt du mouchetis sur la surface de l'échantillon.

— La prise d'images successives de ce mouchetis au long de la déformation de l'échantillon.

— Un traitement par corrélation d'images successives est effectuée pour mesurer les déplacements à la surface.

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.

Acquisition des images

Dans le cas du liège, la surface est naturellement hétérogène. Il a donc été choisi de tirer partie de cette hétérogénéité et d'utiliser la texture naturelle du liège aggloméré. La surface des différentes éprouvettes a été observée à l'aide d'un appareil photo canon EOS 5D avec un objectif 70 mm F2.8 MACRO SIGMA. Pour minimiser les mouvements de l'appareil photo, un signal GBF carré à une fréquence de 1 Hz (en compression) ou 0,5 Hz (rupture) est transmis à l'appareil photo afin de déclencher la prise de vue. Plus de détails sur les images obtenues pour les différents essais peuvent être trouvés en annexe C.1.

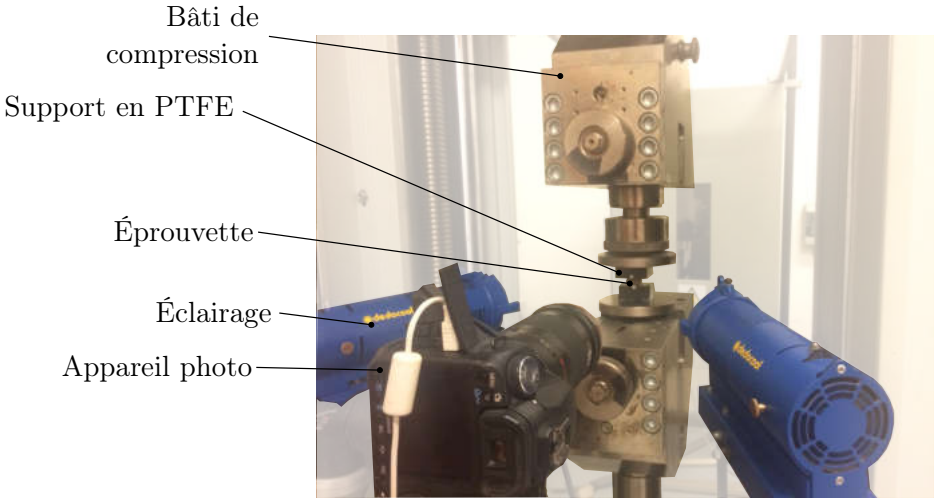


Figure 3.12 – Observation des éprouvettes lors des essais en compression

Post-traitement des images

Le traitement par corrélation d'images a été réalisé avec le logiciel Vic2D. Le principe de la corrélation est rappelé en annexe C.2. Selon les essais réalisés (compression, traction), différents paramètres de corrélation ont été choisis (tab. 3.1). À partir du champ de déplacement, il est possible d'obtenir le champ des déformations sur une image déformée ou non-déformée. Dans le cas présent, les déformations de Hencky ont été calculées, du fait des déplacements importants en compression. Tous les champs de déplacements peuvent être retrouvés en annexe C.4.

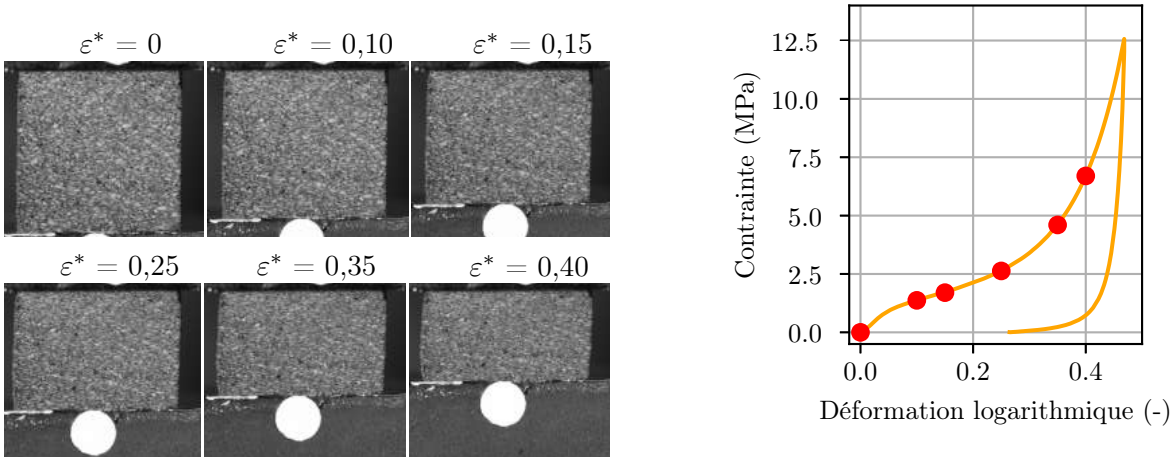
Essai	Zones d'étude (pixels)	Pas (pixels)	Ratio mm/pixel
Compression	47	7	0,0088
Traction CT	57	7	0,0231
Traction SBS	57	7	0,0450

Tableau 3.1 – Paramètres de corrélation d'images choisis selon les essais de caractérisation mécanique.

3.1.4.1 Observation de la localisation des déformations

Une méthode d'étude de la localisation des déformations dans les grains a été mise en place pour étudier où les déformations avaient lieu à la surface de l'aggloméré à l'échelle mésoscopique. Cette méthode est proche de celle développée par Chauve *et al.* [2017], 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 a 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.



(a) Chronophotographie.

(b) Courbe contrainte/déformation.

Figure 3.13 – Essai de compression en régime quasi-statique observé à l'aide d'un appareil photo numérique.

3.2 Compression hors-plan d'agglomérés de liège non fibrés

Le comportement mécanique d'un liège aggloméré sans fibres avec une résine PFA sollicité dans la direction hors-plan est ici décrit. Le comportement macroscopique en compression de l'aggloméré étudié est d'abord comparé à celui d'autres agglomérés de liège [Jardin *et al.*, 2015; Santos *et al.*, 2017; Ptak *et al.*, 2019; Sarasini *et al.*, 2019a]. Des essais cycliques ainsi que des observations plus locales sont ensuite réalisés pour étudier les mécanismes de déformation et d'endommagement de l'aggloméré.

3.2.1 Compression monotone

Le liège aggloméré avec une résine PFA sans fibres courtes présente un comportement mécanique en compression similaire à d'autres lièges agglomérés avec une résine différente (fig. 3.14). Le liège aggloméré sans fibres étudié ici se densifie de façon précoce par rapport aux autres agglomérés. La densité plus importante de l'aggloméré (0,42) par rapport à celle des autres (de 0,16 à 0,30 d'après le tab. 3.2) est à priori la raison principale d'un tel phénomène [Gibson et Ashby, 1997]. Les agglomérés étudiés dans ces travaux peuvent donc être caractérisés d'agglomérés de liège *haute densité*, par rapport aux autres agglomérés de liège.

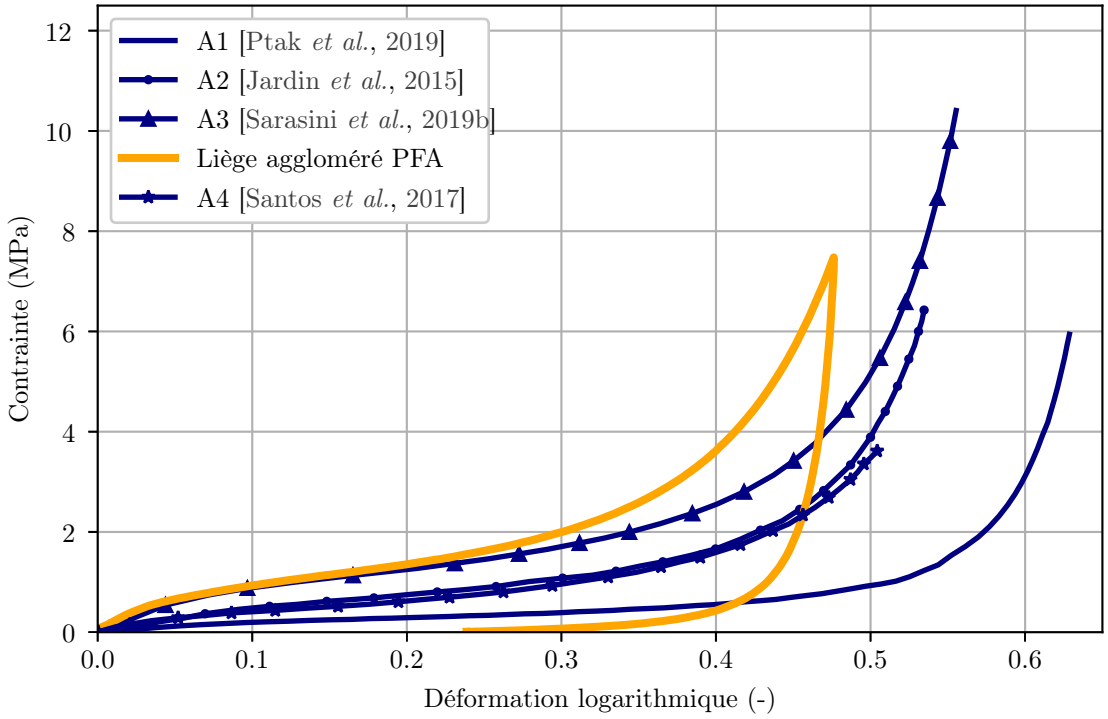


Figure 3.14 – Comparaison du comportement mécanique en compression en régime quasi-statique de différents agglomérés de liège et du liège aggloméré non renforcé étudié.

Son comportement se rapproche de celui du liège aggloméré avec une résine PU étudié par Sarasini *et al.* [2019b]. Ce dernier a une densité plus importante (0,3) que les autres agglomérés (tab. 3.2) qui est plus proche de celle du liège aggloméré étudié.

La nature de la résine modifie le comportement mécanique des agglomérés de liège [Santos *et al.*, 2017]. Il semble toutefois que la différence entre une résine PFA et la résine PU utilisée par [Sarasini *et al.*, 2019b] ne soit pas très prononcée.

Matériau	Article	Taille grains (mm)	Résine	Densité	$\dot{\varepsilon}^*$ (s^{-1})
Liège aggloméré	Cette étude	0,5 - 1	PFA	0,42	4,2 10^{-3}
A1	[Ptak *et al.*, 2019]	0,5 - 1	PU	0,16	0,1
A2	[Jardin *et al.*, 2015]	2 - 4	PU	0,22	1,4 10^{-3}
A3	[Sarasini *et al.*, 2019b]	1 - 2	PU	0,30	2,7 10^{-3}
A4	[Santos *et al.*, 2017]	0,5 - 1	PU	0,20	3 10^{-3}

Tableau 3.2 – Composition de différents agglomérés de liège et conditions d'essais imposées lors d'une sollicitation en compression en régime-quasi-statique.

3.2.2 Compression cyclique

Les essais cycliques réalisés jusqu'à une déformation imposée permettent d'étudier l'évolution de l'endommagement ou de l'apparition de phénomènes irréversibles au cours d'un essai de compression en régime quasi-statique. Les courbes de la fig. 3.15 montrent les courbes contrainte/déformation pour différentes déformations maximales imposées.

Le comportement mécanique en phase de décharge suit un trajet différent que celui en phase de charge, quelle que soit la déformation maximale imposée. Ce comportement sous sollicitation cyclique est comparable à celui de mousses visco-élasto-plastiques.

Régime pseudo-linéaire

À faible déformation, sur la fig. 3.15(b), le premier cycle est très légèrement différent des autres cycles. La déformation résiduelle ε^*_{res} est quasi-nulle après un temps d'attente suffisant, de 30 secondes. Elle augmente toutefois très légèrement avec le nombre de cycles (fig. 3.16(a)). Cette augmentation reste minime. Le comportement mécanique dans la phase pseudo-linéaire est donc principalement élastique.

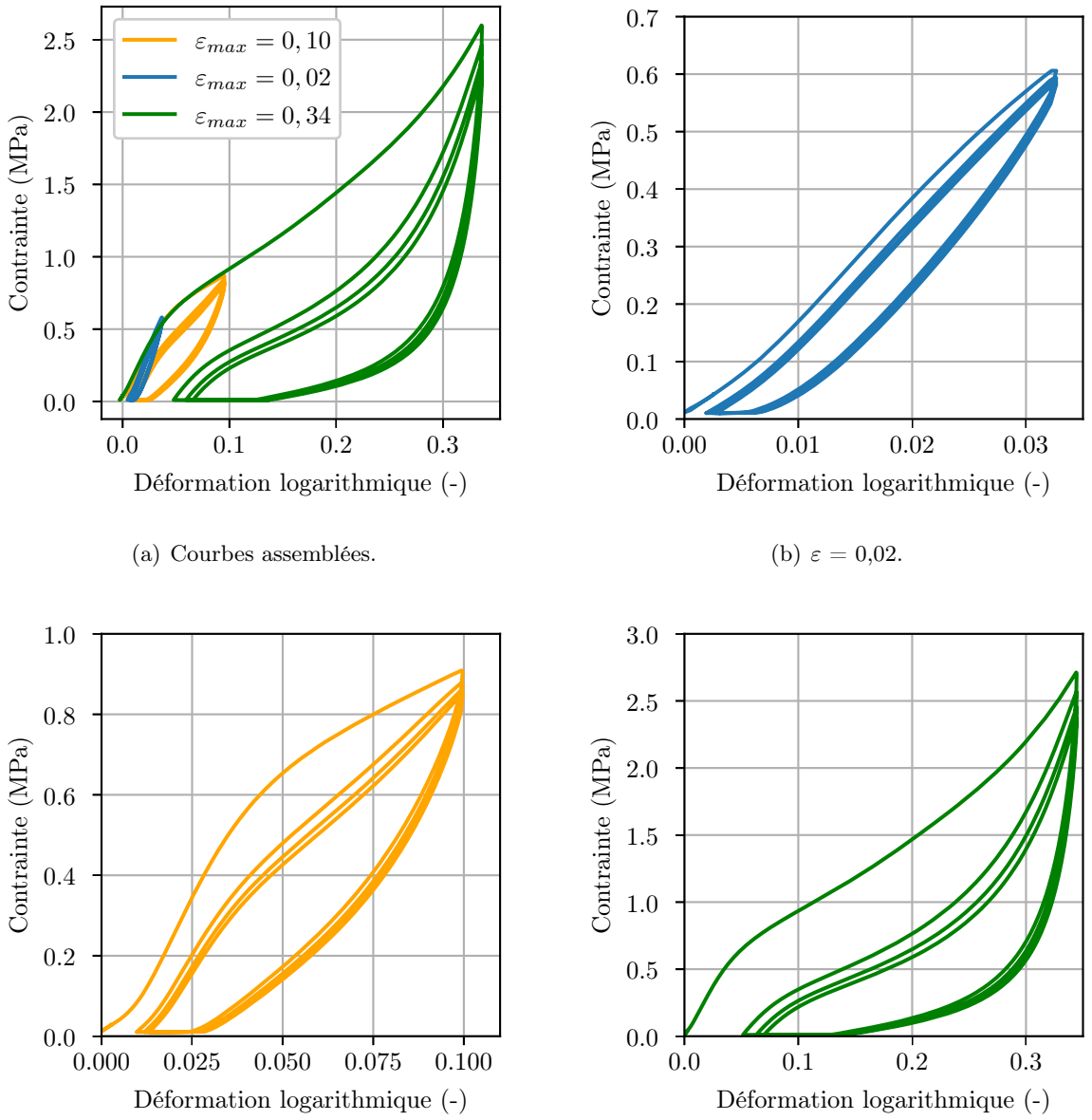
Le module d'Young ne varie pas entre le premier et les autres cycles (fig. 3.16(b)). Il n'y a donc pas d'endommagement dans cette partie du comportement mécanique en compression.

L'énergie est ici absorbée principalement à cause du caractère visqueux des agglomérés. Peu de différences sont observées entre l'énergie absorbée au premier cycle et aux cycles suivants (fig. 3.16(c)). La dénomination de régime *élastique* pour la première partie de la courbe contrainte/déformation semble donc adéquat dans le cas du liège aggloméré, en régime quasi-statique. Dans cette partie de la courbe de compression, il n'y pas ou peu de déformation locale irréversible ou d'endommagement.

Plateau

Au début du plateau sur la fig. 3.15(c), une déformation résiduelle ε^*_{res} de 0,01 apparaît entre le premier cycle et les cycles suivants (fig. 3.16(a)). Cette déformation résiduelle est relativement faible, peu de déformations irréversibles semblent donc avoir lieu au début du plateau. Pourtant à partir du second cycle, la contrainte de flambement σ_{fl} est plus faible. Elle passe de 0,6 MPa à 0,4 MPa (fig. 3.16(c)). Des phénomènes de déformation irréversible locaux pourraient donc apparaître dès le début de la phase plateau. Parmi ces phénomènes, on peut évoquer la formation de rotules plastiques dans la partie cellulaire de l'aggloméré et également des phénomènes de plasticité dans la résine présente aux interfaces. Le flambement visco-élastique des parois cellulaires pourrait également causer la baisse de la contrainte, si le temps de recouvrance entre deux cycles n'est pas suffisant.

Le module d'Young diminue au fur et à mesure que le nombre de cycles augmente (fig. 3.16(b)).



(a) Courbes assemblées.

(b) ε = 0,02.

(c) ε = 0,10.

(d) ε = 0,34.

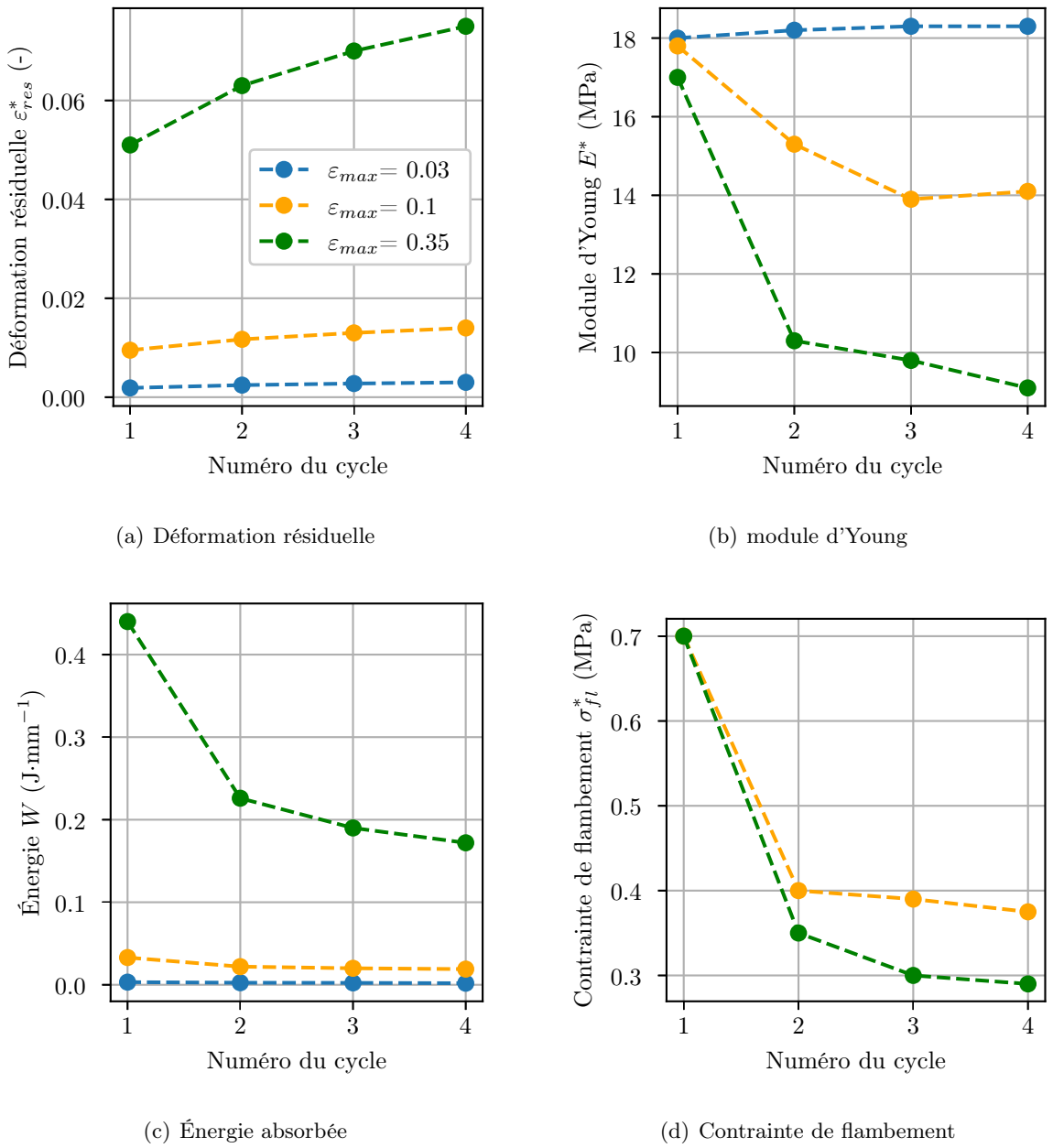
Figure 3.15 – Essai de compression cyclique à différentes déformations maximales d'un liège aggloméré sans fibres sollicité à 10 mm min^{-1} à température ambiante (19 ° C) dans la direction hors-plan.

Il passe ainsi de 18 MPa à 14 MPa au troisième cycle. Il semble ensuite se stabiliser. Cette diminution de la rigidité est le signe d'un endommagement dans le matériau.

L'énergie absorbée au premier cycle est un peu plus importante que celle aux cycles suivants (fig. 3.16(c)). Celle-ci se stabilise dès le second cycle.

À partir du plateau il semble donc qu'au premier cycle, des mécanismes d'endommagement et de la déformation locale irréversible aient lieu. Puis aux cycles suivants, si la déformation maximale ne varie pas, ces phénomènes sont plus rares. L'énergie est alors principalement absorbée grâce au caractère visco-élastique des agglomérés.

Densification



(a) Déformation résiduelle

(b) module d'Young

(c) Énergie absorbée

(d) Contrainte de flambement

Figure 3.16 – Évolution de différents paramètres matériaux en fonction du nombre de cycles imposés et de la déformation maximale pour des agglomérés de liège sans fibres sollicités dans la direction hors-plan à 10 mm min^{-1} à température ambiante (19 ° C).

Lorsque la déformation macroscopique est suffisamment élevée pour atteindre les débuts de la phase de densification (fig. 3.15(d)), une nette augmentation des déformations résiduelles est observée (fig. 3.16(a)). Dès le premier cycle, celle-ci est importante, proche de 0,05. Ensuite, elle ne cesse d'augmenter, mais cette augmentation est de moins en moins importante. La contrainte de flambement σ^*_{fl} diminue de 0,7 MPa au premier cycle à 0,3 MPa aux cycles suivants (fig. 3.16(c)).

Il semble donc y avoir une généralisation des phénomènes plastiques localisés dans les agglomérés de liège une fois la phase de densification atteinte. Ceux-ci pourraient provenir de la partie cellulaire avec la formation de rotules plastiques lors du flambement. La résine qui a servi à lier les grains de liège entre eux pourrait également plastifier et empêcher un retour total des parois cellulaires.

Après le premier cycle, le module d'Young chute brutalement (fig. 3.16(b)) de 17 MPa à 10,5 MPa au second cycle. Il continue ensuite de décroître plus lentement aux cycles suivants.

En comparaison au début de la phase plateau, la différence d'énergie absorbée entre le premier et les autres cycles au début de la phase de densification est bien plus importante. À ce stade de la déformation, l'énergie absorbée diminue de moité entre le premier et le second cycle(fig. 3.16(c)).

3.2.3 Hétérogénéité des champs de déformation

Les résultats du traitement par corrélation d'images réalisées lors d'essais de compression en régime quasi-statique et les observations de la microstructure post-mortem sont utilisés pour étudier plus localement le comportement mécanique des agglomérés de liège sans fibres.

3.2.3.1 Hétérogénéités macroscopiques de surface

La courbe contrainte/déformation (fig 3.17(a)) issue d'un essai de compression en régime quasi-statique montre le comportement mécanique macroscopique classique d'un aggloméré sans fibres. Au cours de cet essai, à partir des clichés réalisés, les déformations ε_{yy} sur une des faces de l'éprouvette ont été obtenues par traitement par corrélation d'images. Les champs de déformation à différentes déformations macroscopiques ε^* sont visibles sur la fig. 3.17(b).

Au début de l'essai et pour de faibles déformations macroscopiques, le champ de déformation est relativement homogène (fig. 3.17(b)). À partir de $\varepsilon^* = 0{,}1$ (fig. 3.17(b)), des déformations locales plus importantes apparaissent localement à la surface. À cette déformation macroscopique, la phase pseudo-linéaire du comportement mécanique est dépassée (fig 3.17(a)). Enfin plus la déformation macroscopique augmente, et plus certaines zones voient leur déformation locale ε_{yy} augmenter considérablement en comparaison d'autres (fig. 3.17(b)). Les déformations locales se propagent sous la forme de bandes de localisation, perpendiculairement à la direction de sollicitation.

La répartition des déformations locales ε_{yy} le long d'une ligne au centre de l'éprouvette a été tracée sous forme d'histogrammes pour différentes déformations macroscopiques ε^* : 0,03 ;0,1 ; 0,25 et 0,4 (fig. 3.18).

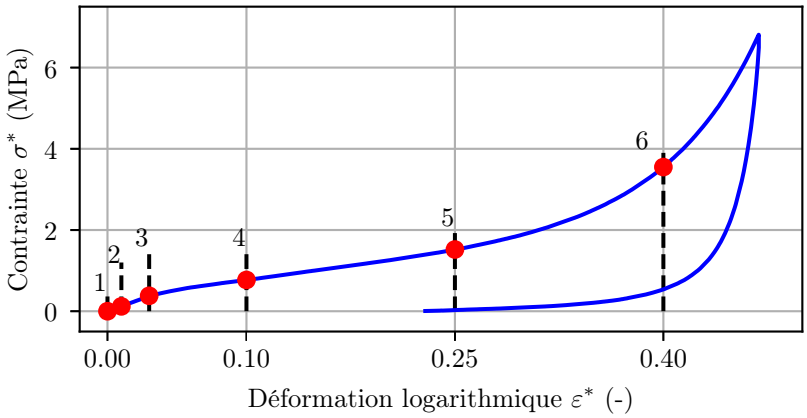
À faible déformation macroscopique soit ε^*=0,03 (fig. 3.18), plus de 80 % des déformations locales ε_{yy} sont entre 0 et -0,1. Elles sont donc faibles et relativement proches de la déformation macroscopique ε^*=0,03.

À mesure que la déformation macroscopique ε^* augmente, le nombre de zones peu déformées diminue. Cette diminution est très marquée entre ε^*=0,03 et ε^*=0,1 (fig. 3.18). À ε^*=0,03, plus de 40 % des zones ont une déformation locale ε_{yy} proche de 0, contre moins de 10 % à ε^*=0,1. La diminution du nombre de zones peu déformées est beaucoup moins importante entre ε^*=0,25 et ε^*=0,4 puisqu'elle passe de 8 à 7 % (fig. 3.18).

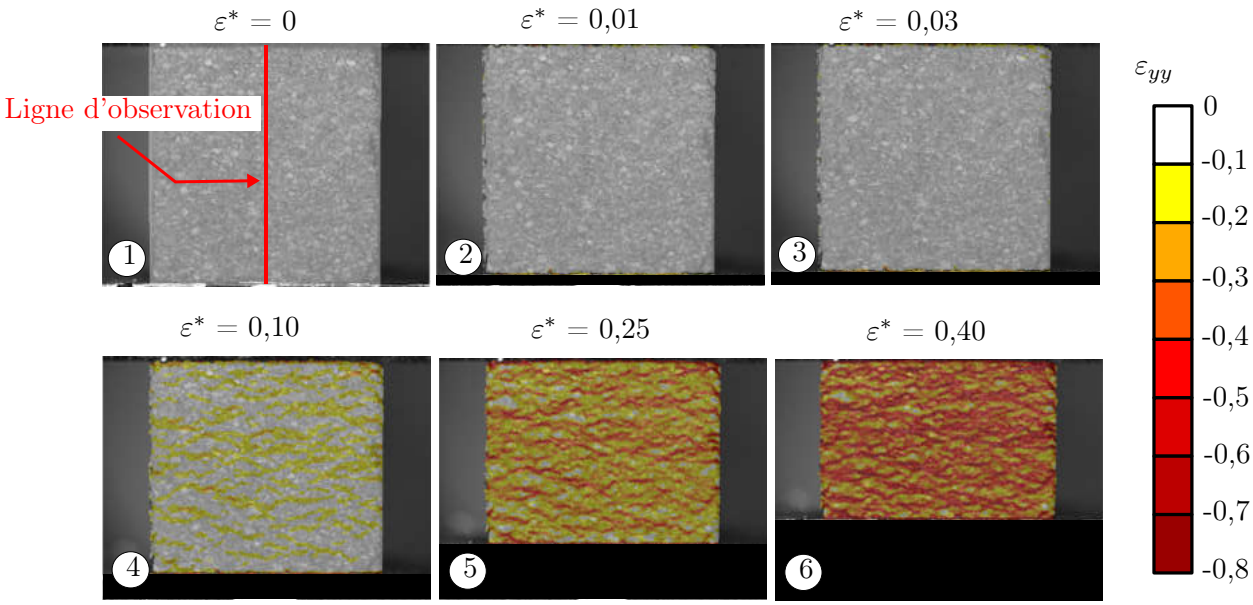
Au-delà de ε^*=0,1, les déformations locales ε_{yy} peuvent de plus être très supérieures à la déformation macroscopique ε^* (fig. 3.18). À ε^*=0,1, les déformations locales sont principalement comprises entre 0 et -0,3. À ε^*=0,25, les déformations locales peuvent atteindre -0,6 et et à ε^*=0,4 certaines se trouvent autour de -1,0 (fig. 3.18).

Les déformations locales à la surface des éprouvettes d'agglomérés de liège sont donc très hétérogènes à l'échelle mésoscopique à partir de la phase plateau. Les déformations se localisent sous la forme de bandes où les déformations locales ε_{yy} peuvent être jusqu'à deux fois supérieures à la déformation moyenne ε^*.

La notion de déformation macroscopique ε^* est donc pour ce type de matériau, avant tout une manière d'adimensionner les déplacements.



(a) Courbe contrainte/déformation



(b) Champs de déformations ε_{yy}

FIGURE 3.17 – (a) Courbe macroscopique contrainte/déformation d'un essai de compression sur une éprouvette de liège aggloméré sans fibres testé dans la direction hors-plan à 5 mm min^{-1} à température ambiante (23 ° C). (b) Cartographie des déformations ε_{yy} observées à la surface par DIC.

3.2.3.2 Hétérogénéités mésoscopiques et microscopiques de surface

Limite des méthodes d'observation post-mortem

Une observation au MEB d'éprouvettes de liège aggloméré après essai de compression dans la direction hors-plan a été effectuée (fig. 3.19). Les zones en pointillés blancs indiquent des zones qui présentent un grand nombre de cellules effondrées et sont numérotées de 1 à 9. Les zones A et B délimitées par un trait noir indiquent des zones où les cellules sont très peu déformées.

Pour certains grains, les déformations importantes se trouvent principalement aux interfaces (zones 4, 6, 8 et 9), tandis que le reste des cellules dans le grain est très peu déformé (zone B par rapport à la zone 8) (fig. 3.19).

Pour d'autres grains, la déformation des cellules est importante aux interfaces mais les cellules du reste du grain sont également très déformées (zones 1,2,3,5) (fig. 3.19).

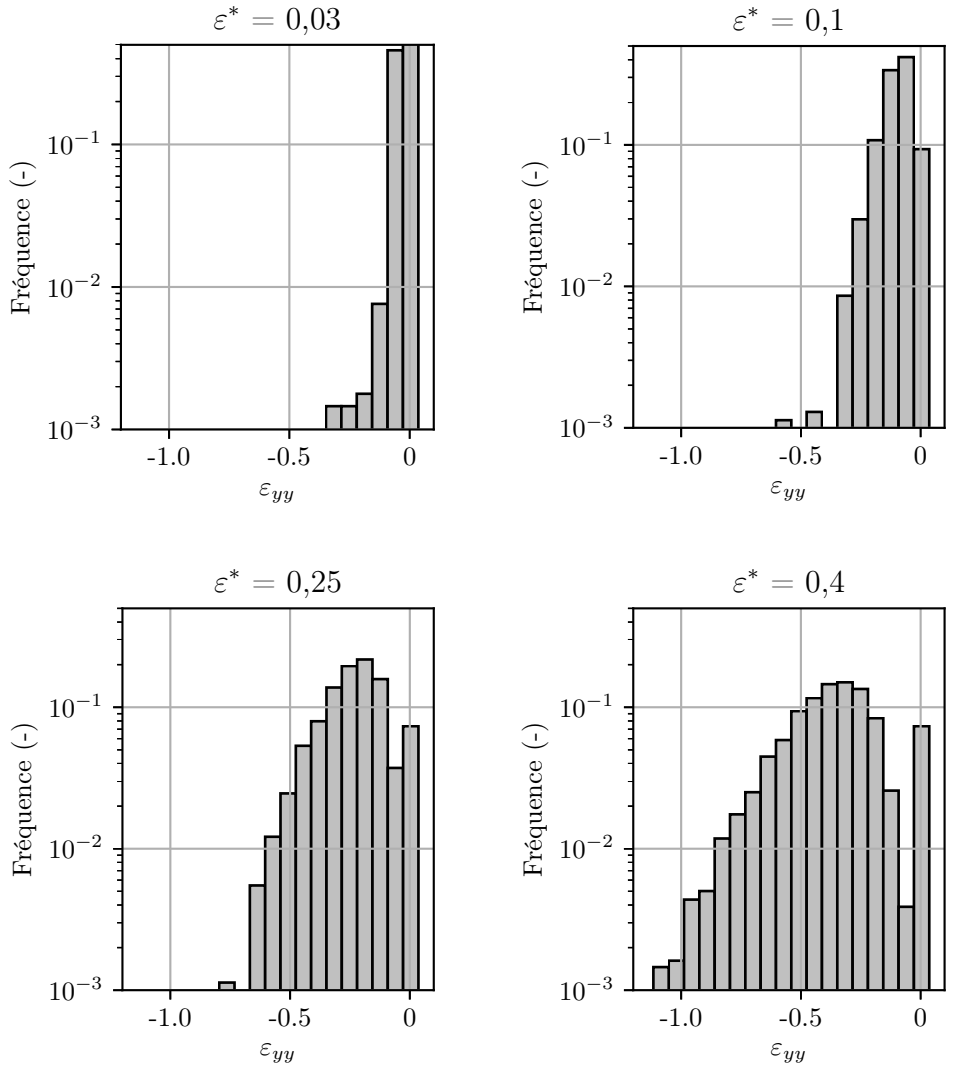


Figure 3.18 – Répartition des déformations locales ε_{yy} en fonction de la déformation moyenne ε^* de l'éprouvette.

De plus deux grains voisins peuvent avoir un état de déformation à l'échelle micro très différent. Le grain qui contient la zone A a ainsi des cellules peu déformées, tandis que celui contenant la zone 7 a ses cellules complètement effondrées le long de l'interface (fig. 3.19).

Ces déformations à l'échelle micro constatées au MEB pourraient avoir été causées par le procédé de fabrication ou par la découpe de l'échantillon pour l'observation plutôt que par la compression uni-axiale. Les courbes macroscopiques ont montré que même pour des déformations importantes, le retour visco-élastique du matériau était important. La fig. 3.19 montre une microstructure post-mortem similaire à celles présentées dans le chapitre 2, avant essai de compression. Un grand nombre de cellules présente des dimensions proches de celles de cellules non-déformées. La sollicitation en compression ne semble pas, avec ces outils d'observation, causer une modification importante de la microstructure.

Le recours a des méthodes d'observations non-intrusives à des échelles méso et microscopiques semblent donc nécessaires pour étudier les mécanismes de déformation des agglomérés de liège.

Vers des méthodes d'observation *in situ*

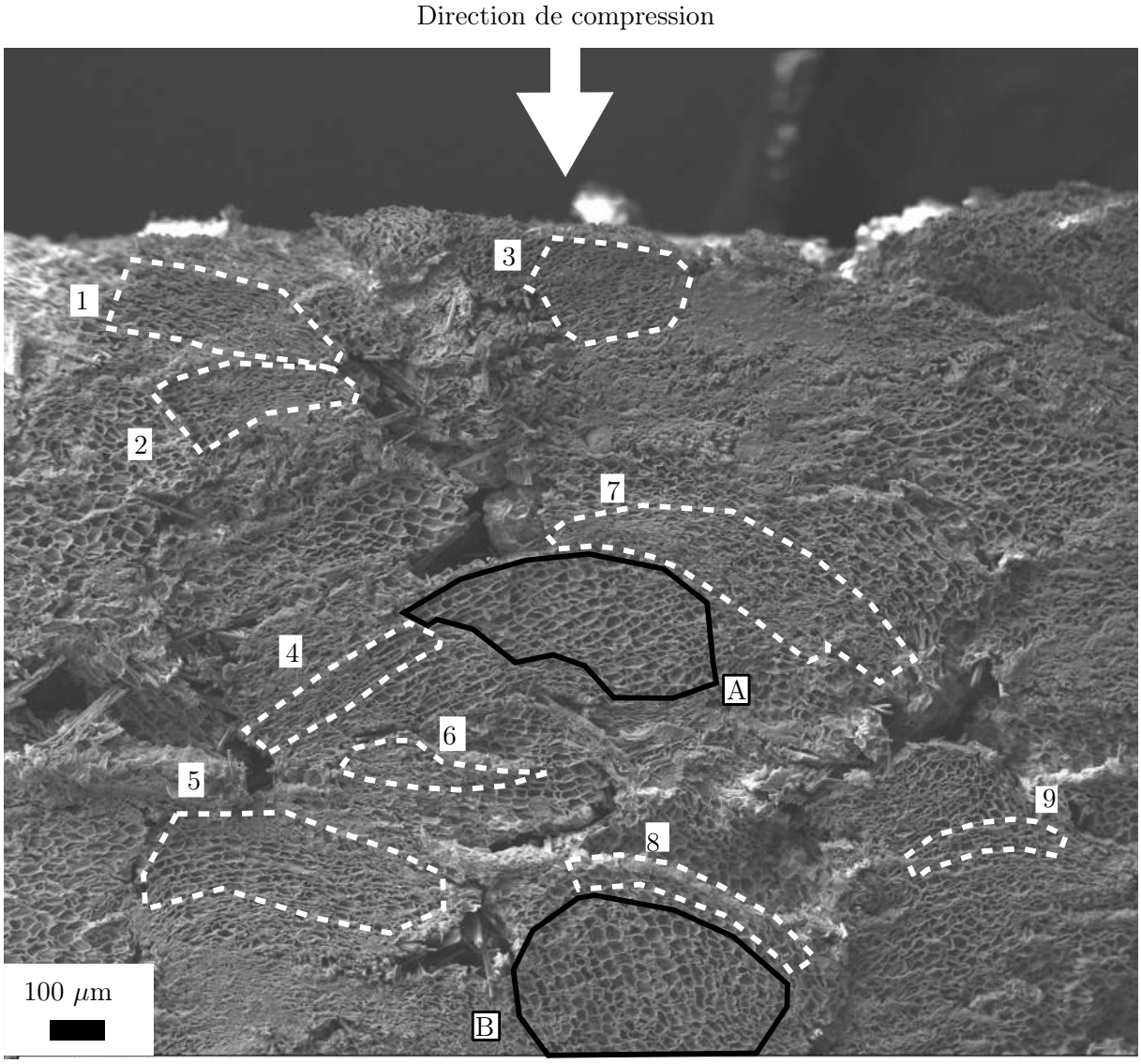


Figure 3.19 – Cliché MEB d'une éprouvette de liège aggloméré comprimé dans la direction hors-plan jusqu'à ε^*=0,4 à 5 mm min^{-1}. Les zones en pointillés blancs (1→9) indiquent des zones qui présentent un grand nombre de cellules effondrées. Les zones A et B délimitées par un trait noir indiquent des zones où les cellules sont très peu déformées.

Une photographie haute résolution de la mésostructure réalisée avant essai permet de retracer les interfaces à la surfaces de l'éprouvette (fig. 3.20). La cartographie des déformations locales ε_{yy} obtenue par corrélation d'images est superposée au tracé des interfaces (fig. 3.20). Les déformations les plus importantes (en bleu et violet) semblent principalement se situer aux interfaces (fig. 3.20), comme pour les zones 1, 2 et 4.

Les résultats du traitement par corrélation d'images réalisé sur la surface totale de l'éprouvette permettent d'observer l'évolution des champs de déformation locaux ε_{yy} en fonction de la déformation moyenne ε^* (fig. 3.21). La résolution des images ne permet pas de retracer l'ensemble des interfaces intergranulaires comme dans la fig. 3.20. Cependant, les champs de déformation autour d'un grain spécifique délimité par des pointillés noirs peuvent être décrits (fig. 3.21).

À partir de ε^* =0,05, des déformations locales ε_{yy} autour de -0,1 apparaissent au niveau de l'interface du grain. Ensuite, plus la déformation moyenne augmente et plus la déformation locale au niveau de l'interface est importante (fig. 3.21). Elle atteint -0,6 pour ε^* =0,18.

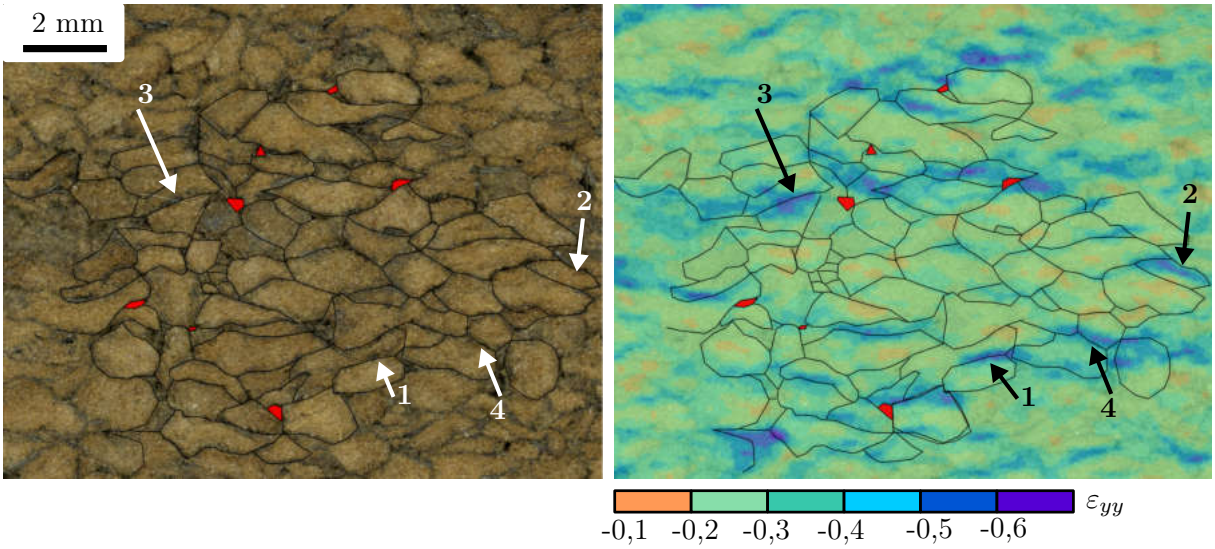


Figure 3.20 – Superposition d'une image de la microstructure et des champs de déformation. Les porosités intergranulaires sont représentées en rouge.

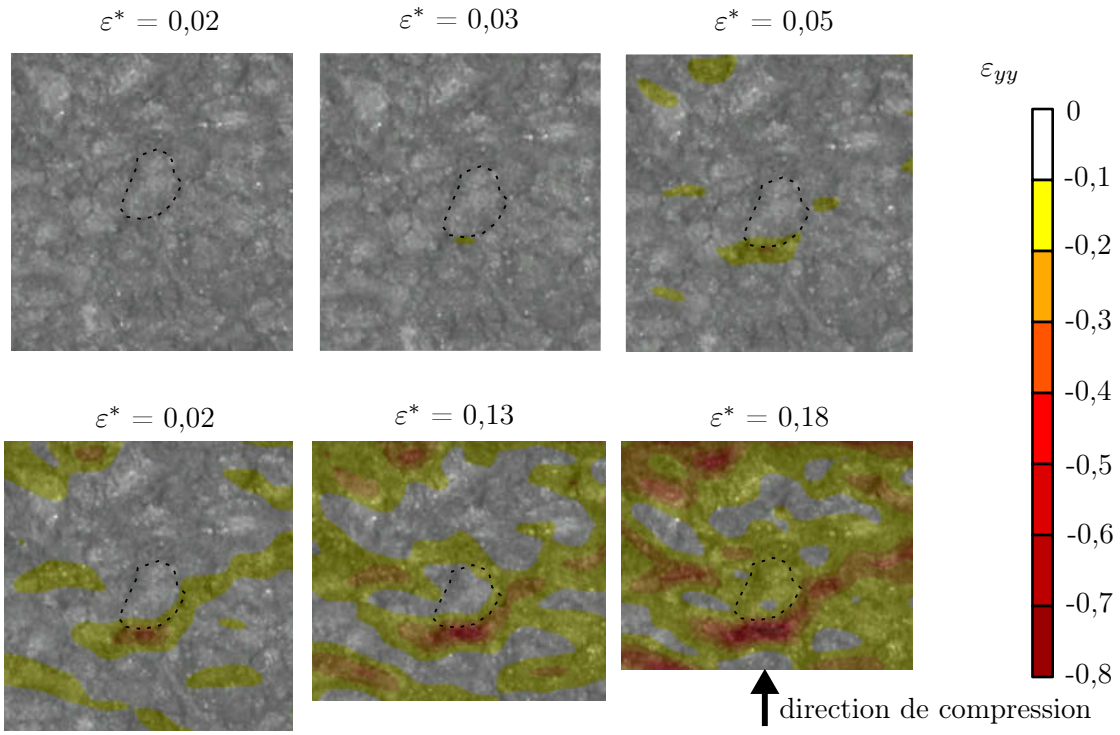


Figure 3.21 – Évolution des champs de déformation ε_{yy} dans une zone spécifique de la surface.

À mesure que la déformation locale s'intensifie, la localisation de la déformation s'étend aux grains voisins le long de l'interface (fig. 3.21).

Les travaux de Silva et Gibson [Silva et Gibson, 1997] ont montré numériquement que la présence de défauts (comme l'absence d'une paroi cellulaire) dans une microstructure non-périodique 2D causaient une diminution d'au moins 30 % de la rigidité dans des mousses élastomériques ou élastoplastiques. De plus la présence de défauts aux interfaces peut aussi influencer les bandes de localisation des déformations [Afonso *et al.*, 2007].

Dans des matériaux cellulaires ne présentant que les deux échelles macroscopique et microscopique, des défauts à l'échelle des cellules sont répartis stochastiquement. Pour les matériaux

cellulaires multi-échelles, des défauts aléatoires à l'intérieur des grains ainsi que des défauts de forme de grains peuvent être présents. De plus, dans le cas des agglomérés de liège, le procédé de fabrication tend à générer d'importants défauts principalement à proximité des interfaces, en déformant les cellules. De ce fait, les déformations auront tendance à se localiser au niveau des défauts [Silva et Gibson, 1997], c'est-à-dire aux interfaces.

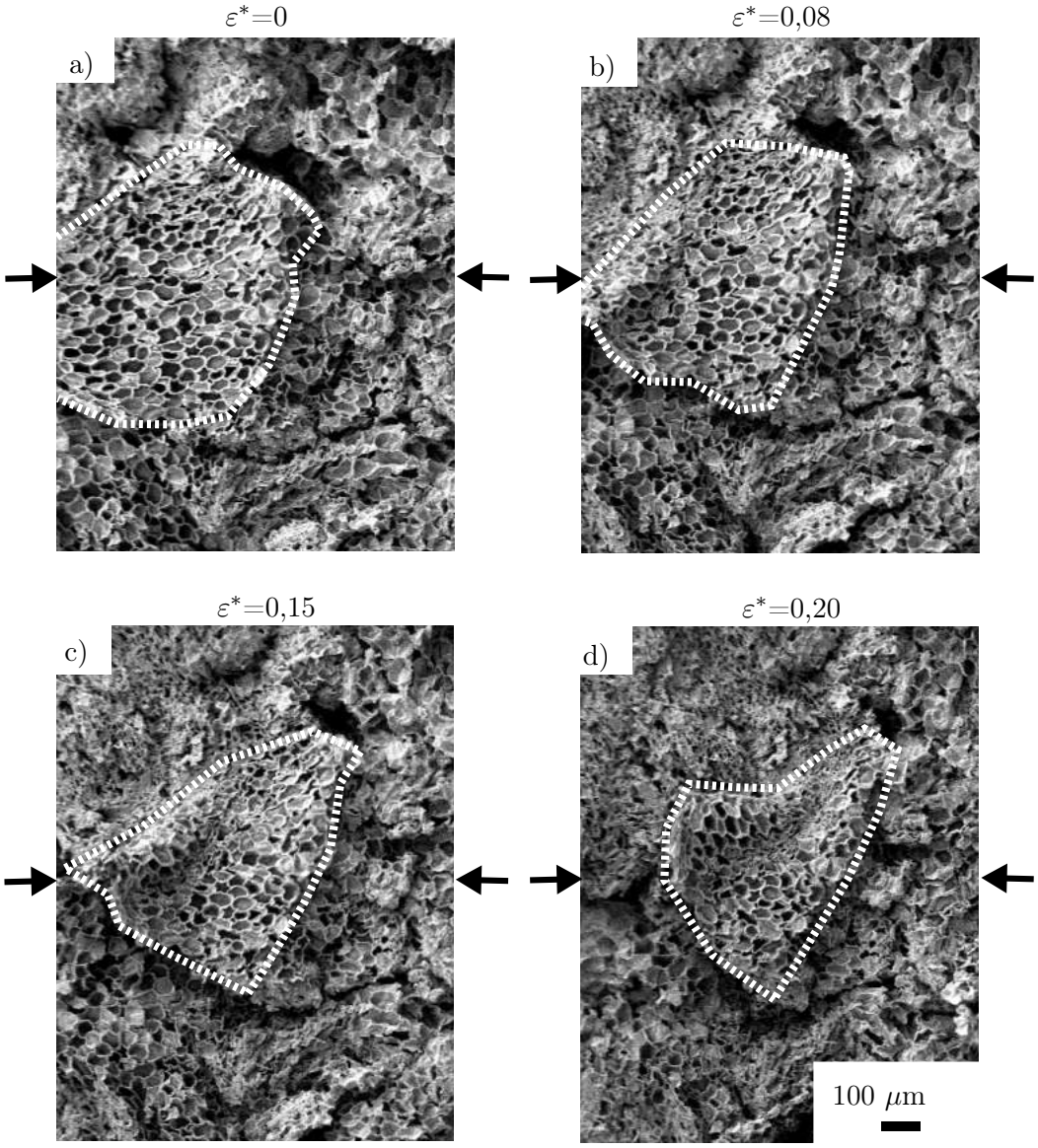


Figure 3.22 – Défauts de surface dus à la découpe qui peuvent influencer les mécanismes de déformation. La direction de la compression uni-axiale est indiquée par les flèches noires.

Les essais de compression réalisés sous MEB permettent d'observer comment la structure à l'échelle des cellules évolue en surface au cours d'une sollicitation en compression. L'étude du liège aggloméré à différents taux de déformation se révèle très complexe. L'étape préliminaire de découpe des éprouvettes qui sont observées au microscope électronique à balayage devient déterminante dans l'apparition de certains phénomènes de surfaces. De plus, la complexité de la structure à cette échelle ne facilite pas l'identification des mécanismes de déformation locaux.

Sur la fig. 3.22, à partir de la photo b), un déplacement hors-plan du grain délimité par des pointillés est observé. Sur les clichés c) et d), ce défaut ainsi que l'arrangement des grains voisins semble provoquer une compression dans une direction qui n'est pas celle de la sollicitation

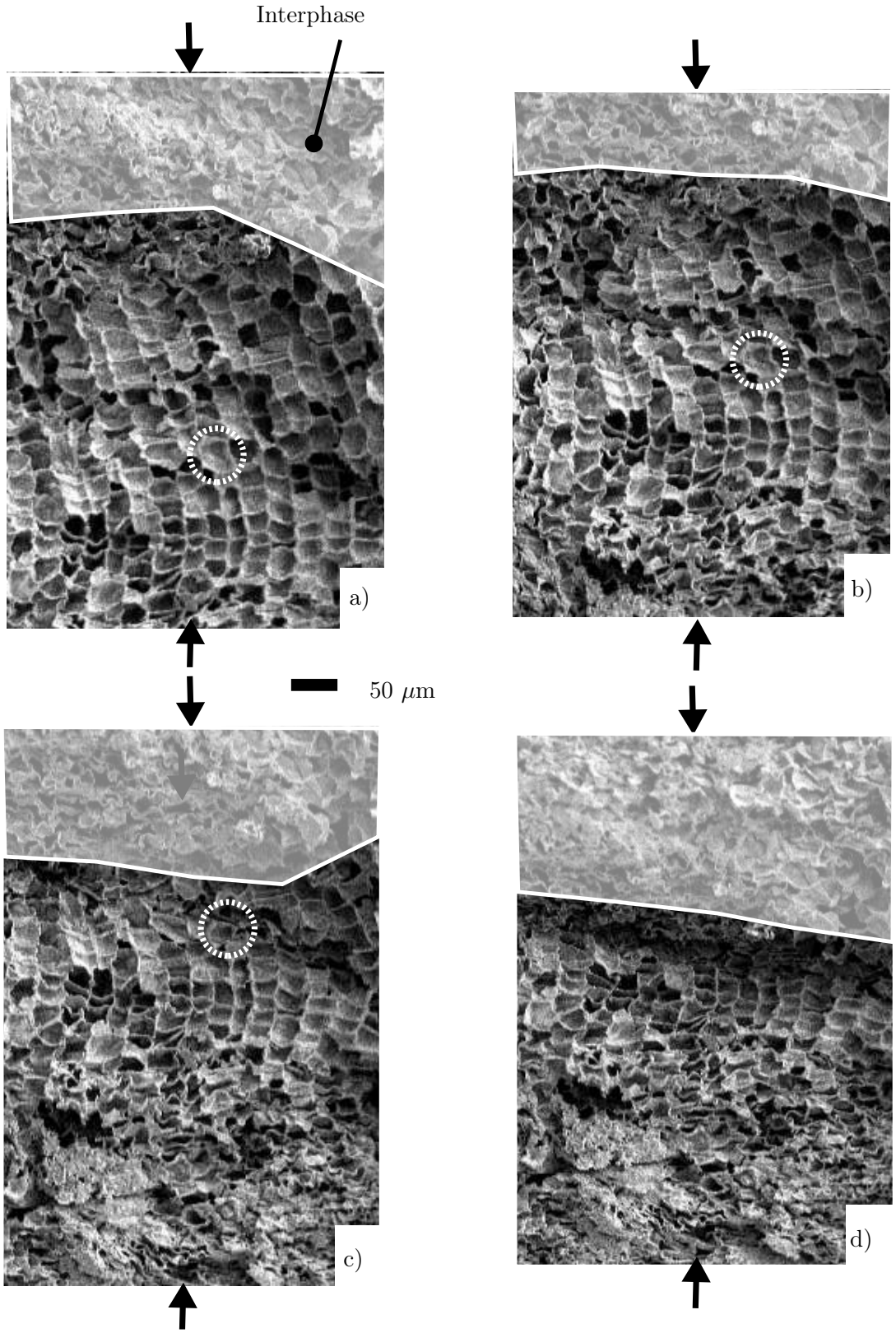


Figure 3.23 – Déformation des cellules aux abords des interfaces. La direction de la compression uni-axiale est indiquée par les flèches noires.

(horizontale au cliché). À l'intérieur du grain, les cellules sont comprimées et les mécanismes de déformation sont bien plus complexes qu'une compression uni-axiale sur laquelle se basent les

modèles analytiques développés par Gibson et Ashby [1997]. Du fait de l'orientation aléatoire des cellules dans l'aggloméré, les cellules de liège ne sont pas forcément sollicitées dans les directions privilégiées de la cellule unitaire. De plus des défauts de surface dus à la découpe des éprouvettes viennent perturber la compression uni-axiale.

Ces essais permettent également d'observer, à l'échelle des cellules, la localisation des déformation aux abords des interphases. En effet, dans la fig. 3.23a et b, les cellules (dont celle entourée de pointillés blancs) se déforment légèrement lorsqu'elles sont éloignées de l'interphase (zone blanche en transparence). Cependant à proximité de celle-ci, les cellules se déforment de façon beaucoup plus importante (fig. 3.23c)). Dans la fig. 3.23d, la cellule servant de repère n'est plus discernable car elle fait maintenant partie de l'interphase.

Ces observations ont été réalisées sur des surfaces libres. Et bien que les tendances des morphologies à l'échelle des grains et des cellules soient comparables entre des observations 2D et 3D, les mécanismes de déformations peuvent être modifiés. L'étude locale de l'état de la structure à différents taux de déformation à l'aide de moyens d'observation à la surface semblent ici montrer leurs limites. Le recours à des moyens d'observation 3D comme la tomographie à rayons X doit permettre d'étudier plus finement ces mécanismes, comme cela à déjà été le cas avec des mousses de nickel [Dillard *et al.*, 2005] ou de la gypse poreuse [Devillard *et al.*, 2020].

Bilan

À l'échelle macroscopique, le comportement mécanique non-linéaire des agglomérés présente les trois étapes typiques des matériaux cellulaire : linéaire, plateau et densification. Des déformations irréversibles et de l'endommagement ont lieu localement pendant le plateau et se généralisent pendant la densification.

Les observations à l'échelle macroscopique et à des échelles plus fines, mésoscopiques et microscopiques, mettent en exergue le caractère très **hétérogène** des déformations au sein des agglomérés de liège.

Une **localisation de la déformation au niveau des interphases** apparaît à partir du début de la phase plateau. Elle s'étend aux grains voisins sous forme de bandes de localisation avec l'augmentation de la déformation moyenne. À une déformation moyenne donnée ε^*, les déformations locales peuvent varier de 0 à deux fois la déformation moyenne ε^*.

3.3 Orthotropie du comportement mécanique du liège aggloméré

Une étude du comportement mécanique des agglomérés de liège soumis à une compression uni-axiale suivant les deux directions principales a été menée, du fait de la structure particulière des agglomérés de liège à l'échelle mésoscopique. Le comportement de l'aggloméré de liège sans fibres courtes est ici étudié.

3.3.1 Compression monotone

La fig. 3.24 présente le comportement mécanique macroscopique en régime quasi-statique suivant les directions hors-plan(HP) et dans-le-plan (DP) pour un liège aggloméré non-renforcé. Selon la direction de compression le comportement mécanique de l'aggloméré de liège diffère. Des mécanismes de rupture observés pendant les essais coïncident avec la zone A sur la fig. 3.24.

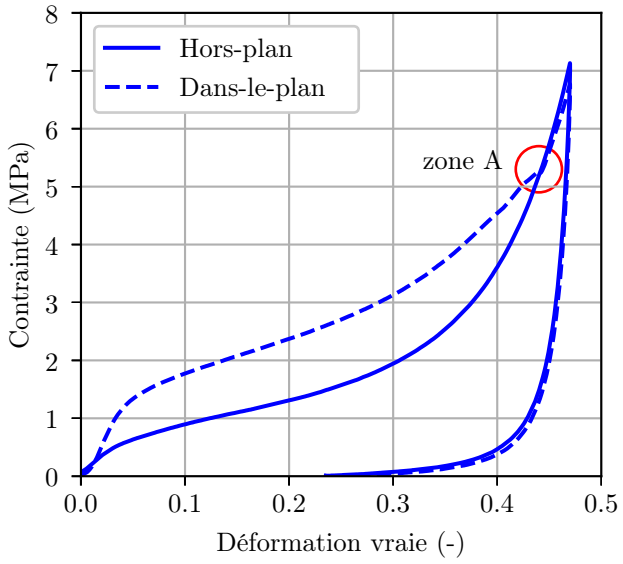


Figure 3.24 – Courbes contrainte/déformation expérimentales de liège aggloméré renforcé sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 5 mm min^{-1} à température ambiante (23°C).

Les paramètres matériaux mesurés pour ces deux directions de sollicitation sont résumés dans le tab 3.3. À une même vitesse de sollicitation en régime quasi-statique, le liège aggloméré possède un module d'Young plus important de + 64 % dans la direction dans-le-plan et est donc plus rigide dans cette direction (tab 3.3). Selon cette direction, le comportement mécanique du liège aggloméré atteint la phase plateau pour une contrainte de flambement plus importante de 44 % (tab 3.3). Toutefois, le plateau a une pente moins importante que pour une compression selon la direction hors-plan, étant donné que le module E_p diminue de 23 % entre la direction hors-plan et dans-le-plan (tab 3.3).

3.3.2 Premiers liens avec la structure multi-échelles

module d'Young

La différence dans les modules de Young s'explique du fait de la forme et de l'orientation particulière des grains de liège dans le matériau. Si on considère que le matériau est fait de

Matériau	E (MPa)	σ_{pl} (MPa)	E_p (MPa)	ε_d (-)	W_d (J/mm^3)
Direction hors-plan	22.0 ± 1	0.83 ± 0.06	5.77 ± 0.42	0.455 ± 0.008	0.93 ± 0.08
Direction dans-le-plan	36.0 ± 2.9	1.2 ± 0.13	4.47 ± 0.57	0.530 ± 0.005	1.28 ± 0.06
Anisotropie	+ 64 %	+ 44 %	- 23 %	+ 16 %	+ 38 %

Tableau 3.3 – Paramètres matériaux du liège aggloméré testé en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à une vitesse de déformation macroscopique de $4,2\ 10^{-3}\ s^{-1}$ à température ambiante.

grains anisotropes g et d'une résine m, alors pour une sollicitation parallèle à la direction de ces particules, le module d'Young s'exprime par l'expression

$$E = E_g * V_g + E_m * V_m. \tag{3.3}$$

On obtient alors 36 MPa. Tandis que si la sollicitation est exercée perpendiculairement à la direction des particules, soit dans la direction hors-plan, alors E est plus faible, de l'ordre de 15 MPa car il se calcule à partir de l'expression

$$\frac{1}{E} = \frac{V_g}{E_g} + \frac{V_m}{E_m}. \tag{3.4}$$

Ces deux expressions simplifiées ne permettent que d'approcher les modules de Young réels des deux directions. Toutefois elles permettent de montrer que l'orthotropie du module d'Young pourrait être d'origine géométrique à l'échelle mésoscopique.

Cette orthotropie pourrait également avoir une origine géométrique à l'échelle microscopique. Les observations microscopiques ont en effet montré que certains grains avaient des cellules qui étaient déjà fortement déformées principalement dans la direction hors-plan. La rigidité du matériau dans cette direction pourrait alors être moins importante.

Contrainte de flambement

La transition de la phase linéaire à la phase plateau s'initie à partir du moment où des parois cellulaires commence à flamber. Il est possible que le procédé de fabrication, en pré-comprimant le matériau dans une direction, ait abaissé la force critique à laquelle les cellules flambent.

Module tangent

Cette pré-compression serait également à l'origine du module tangent plus important dans la direction hors-plan. Plus de cellules sont effondrées dans cette direction. En plus de provoquer un flambement des parois cellulaires, une sollicitation en compression sollicite les cellules pré-effondrées et ceci nécessite une force plus importante.

Déformation à densification

La modification de la déformation à l'initiation de la densification, plus faible dans la direction hors-plan, serait également due au procédé de fabrication. En pré-comprimant des cellules principalement des cellules dans cette direction, la déformation nécessaire pour atteindre la densification est abaissée.

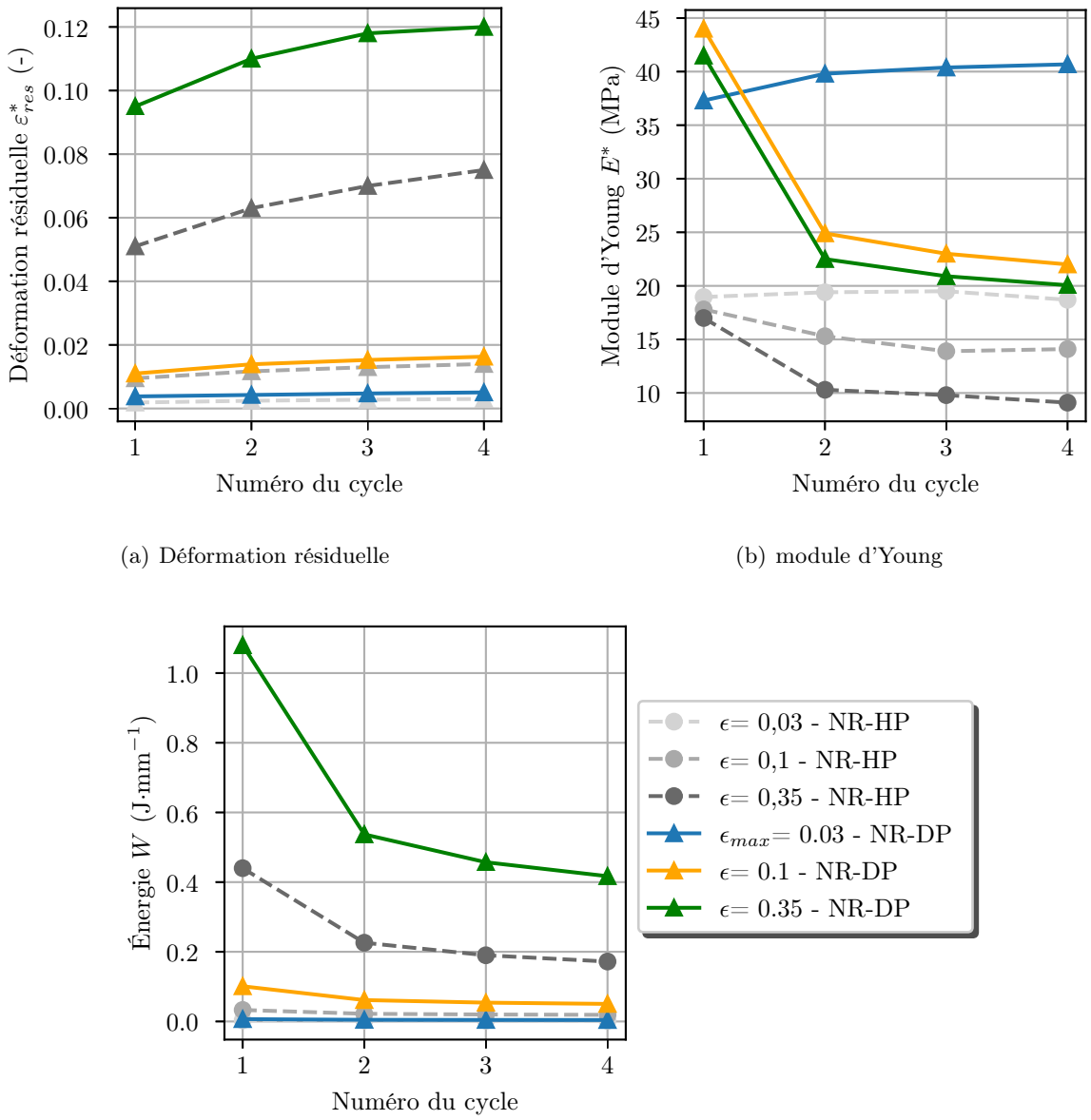
Énergie absorbée à densification

Finalement, la modification de ces paramètres matériaux font que l'énergie absorbée au début de la densification est plus importante pour une sollicitation dans la direction dans-le-plan.

Certains mécanismes de déformation et d'endommagement ont déjà eu lieu dans le matériau dans la direction hors-plan. L'énergie absorbée est donc moins importante.

3.3.3 Comportement mécanique sous chargement cyclique

Le comportement mécanique dans les différentes directions a également été étudié sous sollicitations cycliques. Le but de ces essais est de déterminer si des modifications à l'échelle macroscopique étaient perceptibles vis-à-vis des mécanismes de déformation et d'endommagement. Les courbes contrainte/déformation des essais cycliques sont en Annexe D (fig. D.2).



(a) Déformation résiduelle

(b) module d'Young

(c) Énergie absorbée

Figure 3.25 – Paramètres matériaux en fonction du nombre de cycles imposés et de la déformation maximale pour des agglomérés de liège sans fibres comprimés selon la direction dans-le-plan (en couleur) et comprimés selon la direction hors-plan (en gris) à 10 mm min^{-1} à température ambiante (19 ° C).

Comme selon la direction hors-plan, la déformation résiduelle ε^*_{res} pour une compression uni-axiale selon la direction dans-le-plan est relativement faible pour ε^*=0,03 et ε^*=0,1 (fig. 3.25(a)). Une fois la densification atteinte, la déformation résiduelle ε^*_{res} augmente de façon importante.

La fig. 3.25(a) montre que quelle que soit la déformation macroscopique ε^* imposée, la déformation résiduelle est plus importante lors d'une sollicitation dans la direction dans-le-plan.

Pour le module d'Young également, les tendances sont similaires pour les deux directions de sollicitation (fig.3.25(b)). L'augmentation de la rigidité observée pour ε^*=0,03 est plus importante lors d'une compression selon la direction dans-le-plan. Au contraire pour des déformations au-delà de la phase linéaire, lors d'une compression selon la direction dans-le-plan, la perte de rigidité est supérieure à celle observée pour une compression selon la direction hors-plan (fig.3.25(b)).

Pour une sollicitation au-delà de la phase linéaire dans la direction dans-le-plan, la perte de rigidité est telle que le module se rapproche de celui d'une éprouvette sollicitée dans la direction hors-plan pour la première fois. Le procédé de fabrication des agglomérés de liège semblent être la cause de telles observations. L'étape de compression uni-axiale dans le matériau initie des déformations irréversibles ou de l'endommagement localement, principalement selon la direction hors-plan. Pour une compression selon la direction hors-plan, les propriétés mécaniques varient alors moins avec le nombre de cycles car le procédé de fabrication a joué un rôle de pré-compression. Au contraire, dans la direction dans-le-plan, aucun phénomène de déformation irréversible ou d'endommagement n'a été activé. Lors d'une première compression, une majorité de ces phénomènes a lieu, causant au second cycle une diminution importante des propriétés mécaniques.

Finalement, les essais cycliques confirment que pour toute déformation macroscopique imposée, une sollicitation dans la direction dans-le-plan permet d'absorber plus d'énergie (fig.3.25(c)). Après un premier cycle, comme pour une sollicitation dans la direction hors-plan, celle-ci décroît puis semble se stabiliser. De la même manière que pour les autres paramètres matériaux, la perte de propriétés mécaniques entre le premier et le second cycle est plus importante pour la direction dans-le-plan.

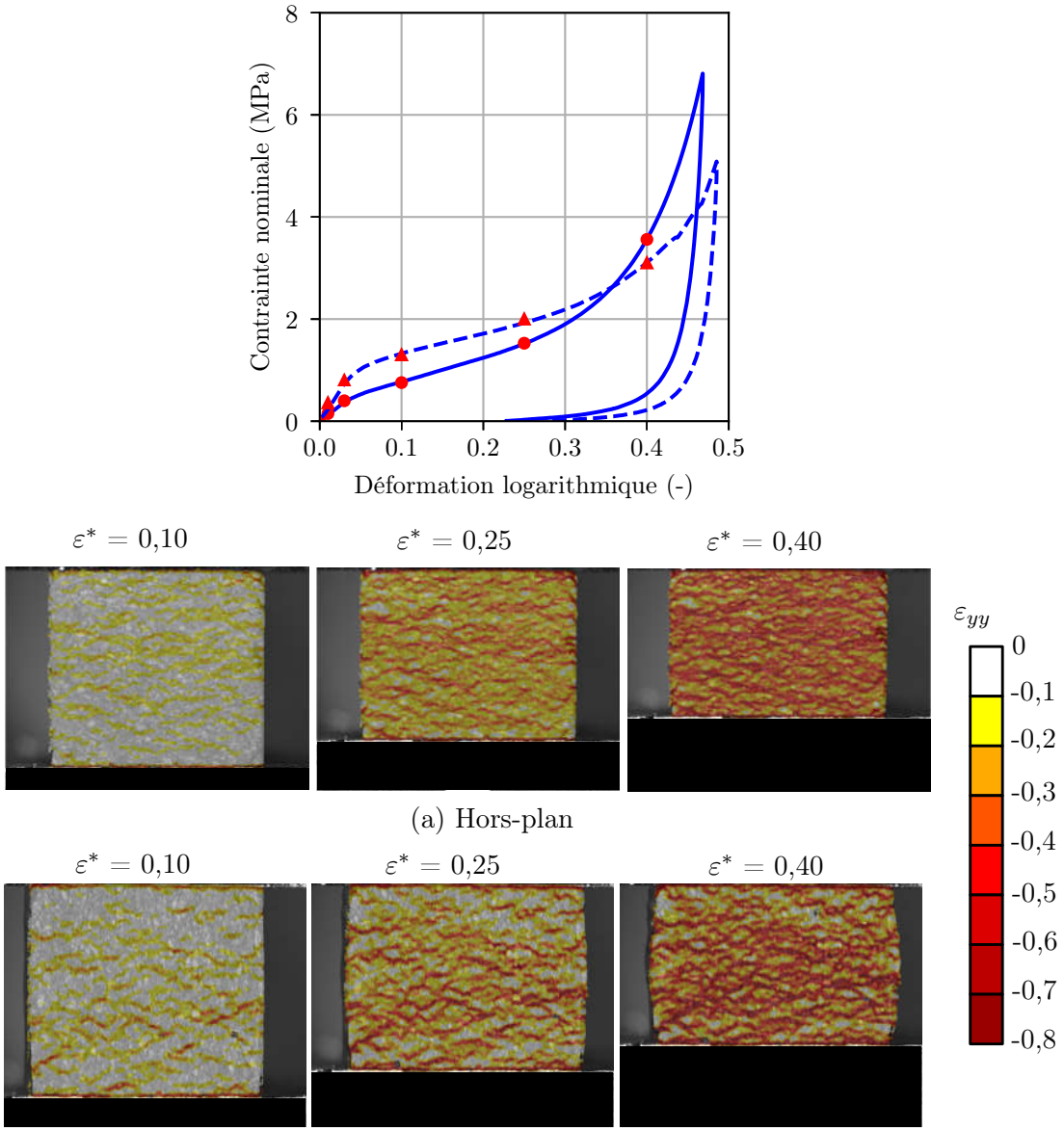
3.3.4 Influence de la méso-structure

Des observations à des échelles plus fines que l'échelle macroscopique ont été réalisées pour comprendre l'origine de ce comportement orthotrope.

3.3.4.1 Analyse des champs de déformation

À faible déformation, les champs de déformations locales ε_{yy} pour des compressions selon les directions hors-plan et dans-le-plan sont très similaires. Une fois la phase élastique dépassée, les bandes de localisation des déformations apparaissent (fig.3.26).

À $\varepsilon^* = 0{,}1$, lorsque l'aggloméré est comprimé selon la direction hors-plan, des bandes de concentration des déformations légèrement plus importantes que la déformation macroscopique apparaissent à la surface de l'éprouvette (fig.3.26a). La répartition des déformations locales au centre de l'éprouvette (fig.3.27a) montre en effet des déformations locales ε_{yy} comprises entre 0 et -0,3 à ε^*=0,1.



(a) Hors-plan

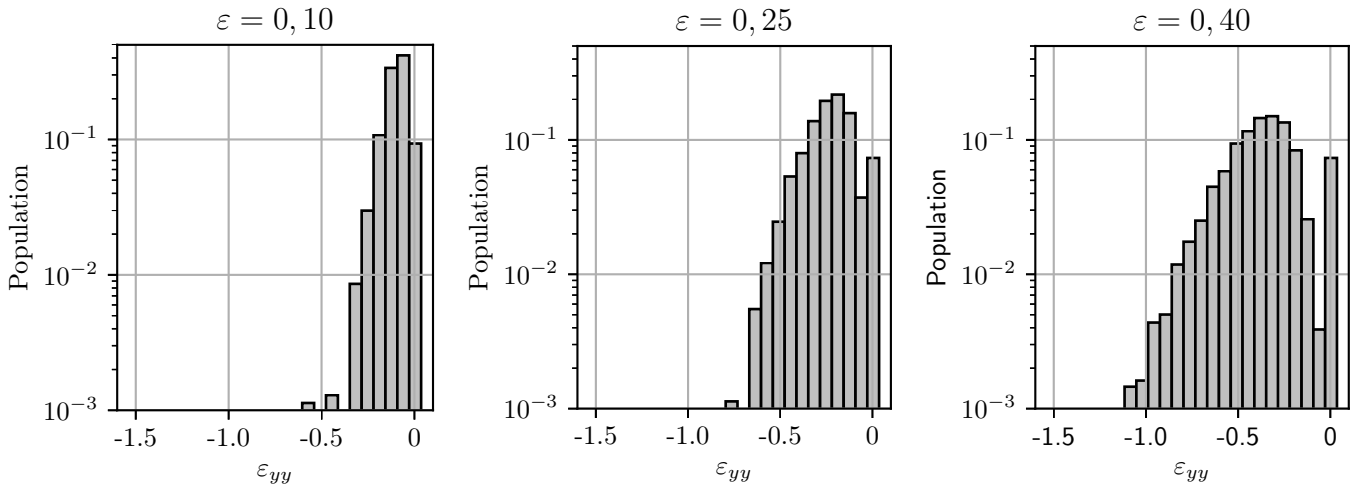
(b) Dans-le-plan

Figure 3.26 – Champs de déformation ε_{yy} à la surface d'une éprouvette de liège aggloméré sans fibres sollicité en compression à température ambiante à dans la direction dans-le-plan à 5 mm min^{-1}.

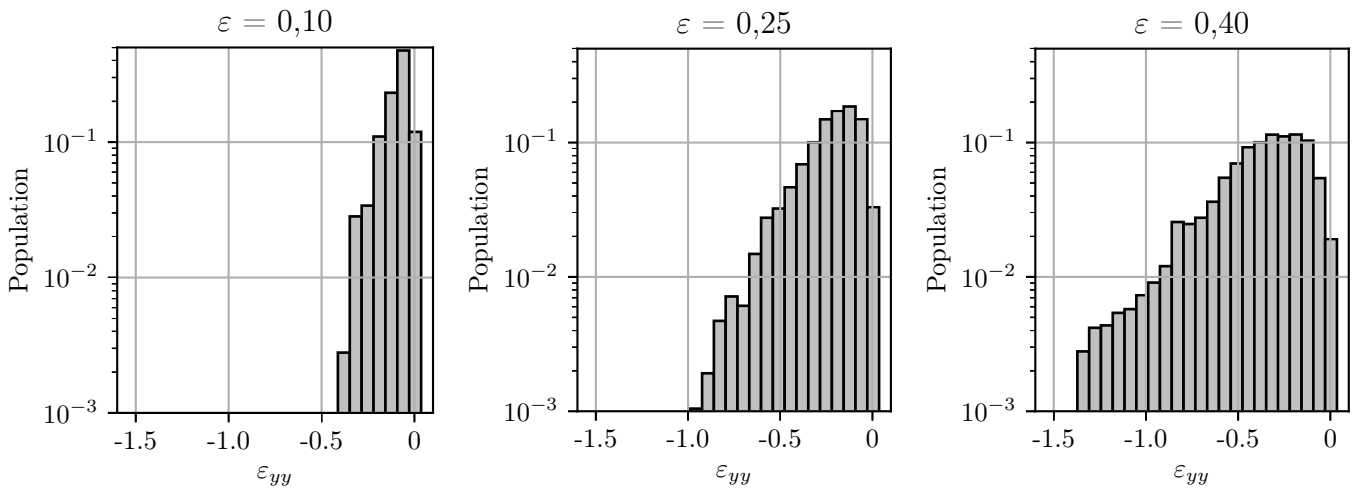
Dans la direction dans-le-plan, tandis que certaines zones restent non-déformées, d'autres démontrent des déformations locales ε_{yy} plus importantes que dans la direction hors-plan (fig.3.26b). Ces déformations locales sont comprises entre 0 et -0,4 au centre de l'éprouvette (fig.3.27b)

Pour ε^*=0,4, les agglomérés de liège testés selon la direction hors-plan ont atteint leur zone de densification. Presque toutes les zones visibles à la surface de l'éprouvette ont été déformées (fig.3.26a). La distribution des déformations locales selon une ligne au centre de l'éprouvette montre que moins de 10 % des déformations locales sont supérieures à -0,1 (fig.3.27a).

Comprimés selon la direction dans-le-plan, les agglomérés de liège ne sont pas encore densifiés à ε^*=0,4 et plusieurs zones ne sont que peu déformées à la surface des éprouvettes (fig.3.26b). Un effet tonneau est observé lorsque les éprouvettes sont comprimées selon cette direction. Les déformations locales au centre de l'éprouvette peuvent atteindre -1,4 (fig.3.27b) ; tandis que pour une compression selon la direction hors-plan, les déformations locales maximales sont de -1



(a) Hors-plan



(b) Dans-le-plan

Figure 3.27 – Répartition des déformations locales ε_{yy} en fonction de la déformation moyenne ε^* de l'éprouvette.

(fig.3.27a).

Une concentration plus importante des déformations locales ε_{yy} est ainsi observée pour les agglomérés de liège comprimés selon la direction dans-le-plan.

3.3.4.2 Compression uni-axiale : un chargement complexe à l'échelle méso

Coefficient de Poisson

Le liège naturel est un matériau cellulaire dont le coefficient de Poisson est proche de 0,05 à 0,1 dans les directions non-radiales quelle que soit la direction de sollicitation. Il présente un coefficient de Poisson autour de 0,3 dans la direction radiale pour une sollicitation dans les directions non-radiales [Fortes et Teresa Nogueira, 1989]. Les agglomérés de liège présentent généralement également un coefficient de Poisson faible compris entre 0,02 et 0,16 [Jardin *et al.*, 2015].

Dans ces travaux, les éprouvettes de liège aggloméré comprimées selon la direction hors-

plan possèdent également un coefficient de Poisson faible (fig. 3.28). Celui-ci augmente au cours de la compression puis se stabilise pour $\varepsilon^* = 0,1$ à ν^*=0,07. On a ainsi $\nu^*_{HP/DP} = [0; 0,07]$, le coefficient de Poisson macroscopique selon les directions dans-le-plan pour une compression selon la direction hors-plan.

Un très léger effet tonneau est parfois remarqué, en fin de compression à $\varepsilon^* = 0,45$ (fig. 3.29(a)). Il est dû a l'important coefficient de frottement du liège [Gibson *et al.*, 1981]. Les frottements entre l'éprouvette et les plateaux de compression empêchent la surface en contact de convenablement s'étendre dans la direction perpendiculaire à la sollicitation.

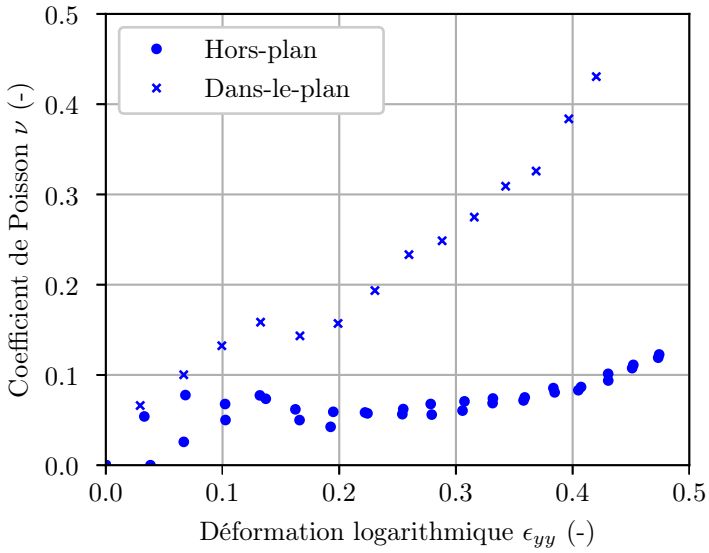
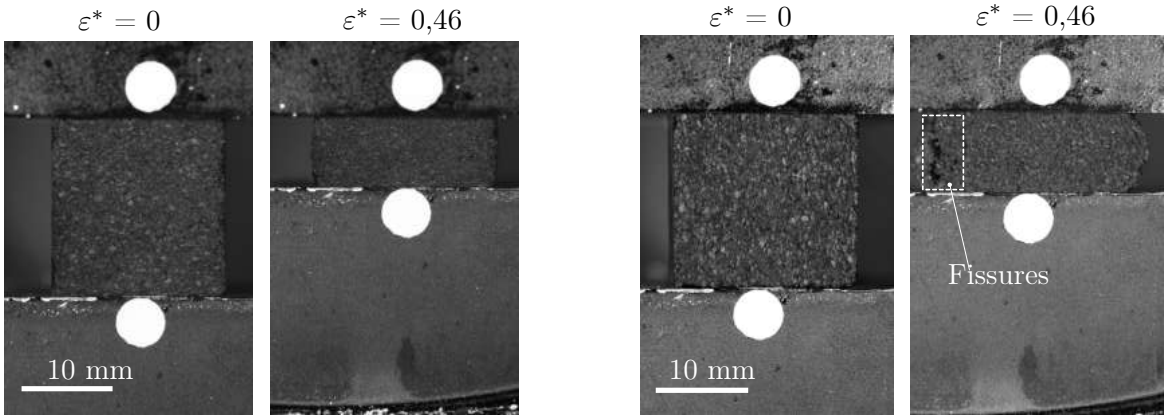


Figure 3.28 – Évolution du coefficient de Poisson au cours d'une sollicitation en compression pour des éprouvettes de liège aggloméré non-renforcé testés dans les directions hors-plan et dans-le-plan à 5 mm min^{-1} à température ambiante.

Au contraire, le liège aggloméré testé dans la direction dans-le-plan possède un coefficient de Poisson important qui augmente pendant toute la compression (fig. 3.28). On a alors $\nu^*_{DP/HP} = [0; 0,5]$, le coefficient de Poisson macroscopique selon la direction hors-plan pour une compression selon la direction dans-le-plan. La mesure exacte du coefficient de Poisson est toutefois parasitée par le fort effet tonneau observé (fig. 3.29(b)). Malgré des efforts faits pour minimiser les frottements entre l'éprouvette et les plateaux de compression, il n'a pas été possible de le supprimer. Les faces se déformant par effet tonneau sont toujours celles correspondant à la direction hors-plan. C'est pourquoi, on suppose $\nu^*_{DP/DP} \simeq \nu^*_{HP/DP} = [0; 0,07]$. Si l'hypothèse de coefficients de frottement similaires selon les directions hors-plan et dans-le-plan, le fort effet tonneau observé pour une compression selon la direction dans-le-plan indique que le coefficient de Poisson est qualitativement plus important dans cette direction.

Lorsqu'une éprouvette de liège aggloméré est comprimée dans la même direction que lors de la mise en œuvre, (selon la direction hors-plan), les grains ont déjà été partiellement comprimés. Les cellules ont donc déjà partiellement flambé. Dans le liège naturel, le coefficient de Poisson augmente moins rapidement après $\varepsilon = 0,5$ [Fortes et Teresa Nogueira, 1989]. C'est pourquoi le coefficient de Poisson des agglomérés de liège est relativement faible selon la direction hors-plan.

Suivant la direction dans-le-plan, peu de déformations ont été causées par le procédé de fabrication. Le coefficient de Poisson plus important pour une compression selon cette direction, pourrait donc venir de la déformation des cellules de liège suivant cette direction.



(a) Hors-plan. (b) Dans-le-plan.

Figure 3.29 – Clichés d'éprouvettes de liège aggloméré non-renforcé à ε=0 et à ε=0,46 ; à la fin du cycle de charge en compression, sollicitées à 5 mm min^{-1} à température ambiante dans les directions hors-plan et dans-le-plan.

Apparition de fissures

Des fissures apparaissent également sur les faces dans la direction dans-le-plan pendant la compression (fig. 3.29(b)), ce qui se traduit sur la courbe contrainte/déformation macroscopique par des variations de pente dans la zone A.

Les champs de déplacement à la surface des éprouvettes comprimées selon la direction dans-le-plan font apparaître des déplacements importants en traction selon l'axe x (fig. C.12). Ces champs de déplacement sont dus à l'effet tonneau important observé pour une compression selon la direction dans-le-plan.

3.3.5 Traction à rupture

Les essais de traction réalisés à l'aide d'éprouvettes CT ont permis d'étudier les mécanismes de rupture au sein des agglomérés de liège. Seulement quelques essais monotones ont pu être réalisés selon chaque direction, c'est pourquoi, la variabilité pourtant importante en rupture, n'est pas ici prise en compte. Ces essais ont pour but principalement d'étudier qualitativement les mécanismes de rupture au sein des agglomérés de liège.

3.3.5.1 Isotropie dans le comportement macroscopique en traction à rupture

La fig. 3.30 présente les courbes force/déplacement obtenues pour des essais de rupture dans les directions hors-plan et dans-le-plan pour les agglomérés de liège sans fibres. Le comportement mécanique semble être relativement similaire entre les deux directions, cependant le faible nombre d'essai (2 selon chaque direction) ne permet pas de conclure. La direction hors-plan démontre un déplacement à rupture supérieur à celui de la direction dans-le-plan. Une fois la fissure amorcée, la propagation de celle-ci semble équivalente dans les deux directions.

3.3.5.2 Influence de la structure multi-échelles sur les mécanismes de rupture

L'influence de la méso-structure sur les mécanismes de rupture a été étudiée grâce à des moyens d'observation locaux.

Mécanismes de rupture à l'échelle microscopique

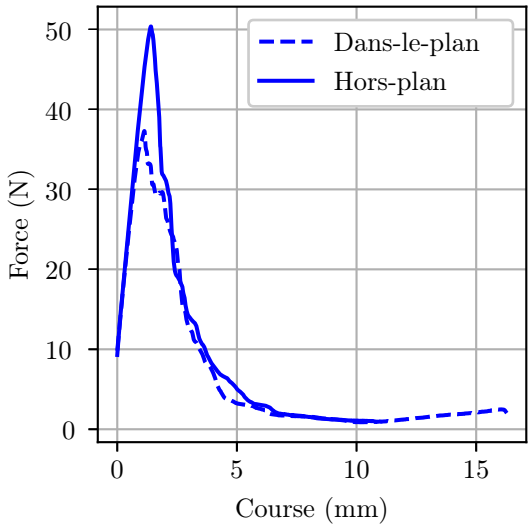


Figure 3.30 – Courbes force/déplacement expérimentales d'éprouvettes CT de liège aggloméré non-renforcé sollicité en traction dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm min^{-1} à température ambiante.

La fissure, observée à l'aide d'un microscope optique, semble se propager le long des interfaces de grains dans les agglomérés de liège (fig. 3.31), comme pour les mousses EPP étudiées par Mills et Kang [1994]. Les observations à l'échelle mésoscopique ne semblent toutefois pas suffisantes pour conclure. Des observations plus locales des profils de fissure ont été réalisées avec un MEB.

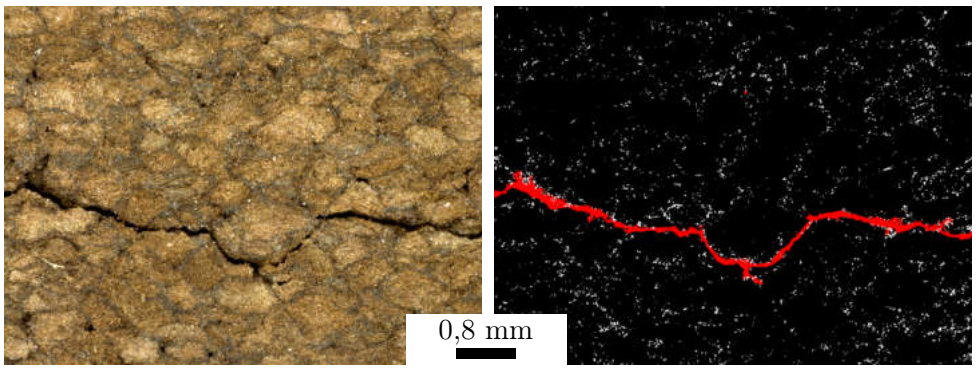
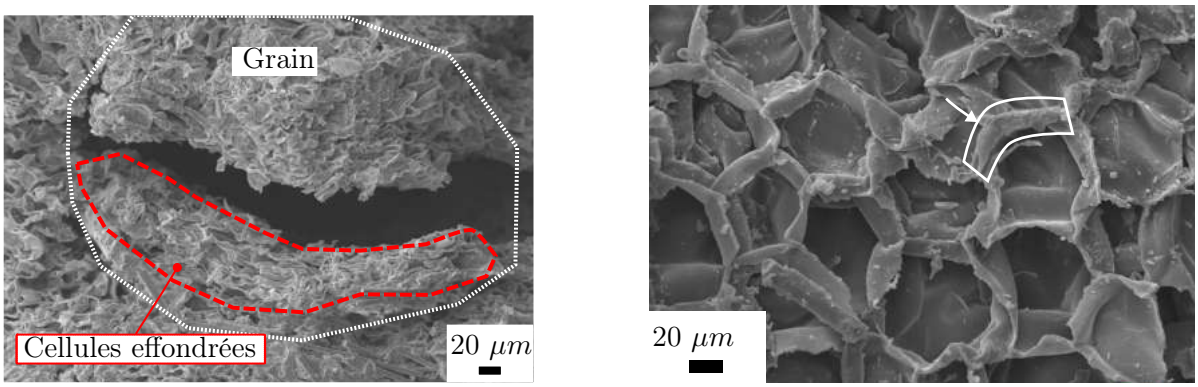


Figure 3.31 – Cliché du profil de la fissure dans un aggloméré de liège sans fibres ainsi qu'une photo mettant en exergue la fissure (rouge) et les interfaces seuillées (blanc).

Les prises de vue MEB, du profil et de la surface de la fissure, montrent principalement des parois cellulaires déchirées (fig. 3.32). Aucune fissuration n'est observée dans la résine. Cela signifie qu'il n'y a pas de rupture à l'interface entre deux grains, confirmant une bonne adhérence entre eux.

La surface de la fissure présente un grand nombre de cellules avec des parois effondrées (fig. 3.32(b)). Ainsi la fissuration dans les agglomérés semblent avoir lieu principalement dans la zone où les cellules de liège sont pré-comprimées pendant la fabrication des agglomérés. La fissuration des agglomérés de liège aurait ainsi principalement lieu à l'interphase. La fissuration ici observée peut donc être caractérisée de fissuration *intra-granulaire périphérique* (fig. 3.32(a)).

Pour Mills et Kang [1994], la rupture à proximité des interfaces dans les agglomérés de mousses s'explique par des propriétés mécaniques inférieures à la périphérie des grains. Ceci se



(a) Profil d'une zone de rupture intra-granulaire périphérique.

(b) Surface d'une zone de rupture intra-granulaire périphérique.

Figure 3.32 – Profils et surfaces de rupture d'agglomérés de liège testés en traction à l'aide d'éprouvettes SBS observés au MEB.

confirme également dans le cas des agglomérés de liège haute densité.

Influence de la mésostructure sur la propagation de la fissure

L'évolution de la longueur de fissure en fonction du temps a été tracée (fig. 3.33), à partir des prises de vue réalisées pendant les essais de traction (fig. 3.34). Pour une sollicitation en traction selon la direction hors-plan, la longueur de la fissure augmente rapidement avant la rupture de l'éprouvette (fig. 3.33). Entre 1,5 et 4 secondes, la fissure s'est largement propagée sur la longueur de l'éprouvette CT (fig. 3.34a).

Selon la direction dans-le-plan, la longueur de fissure augmente beaucoup moins rapidement et atteint un plateau à partir de 20 s (fig. 3.33). 0 t=4 s, tandis de l'éprouvette sollicitée selon la direction hors-plan est presque entièrement fissurée, la fissure s'est très peu propagée dans l'éprouvette sollicitée selon la direction dans-le-plan (fig. 3.34b).

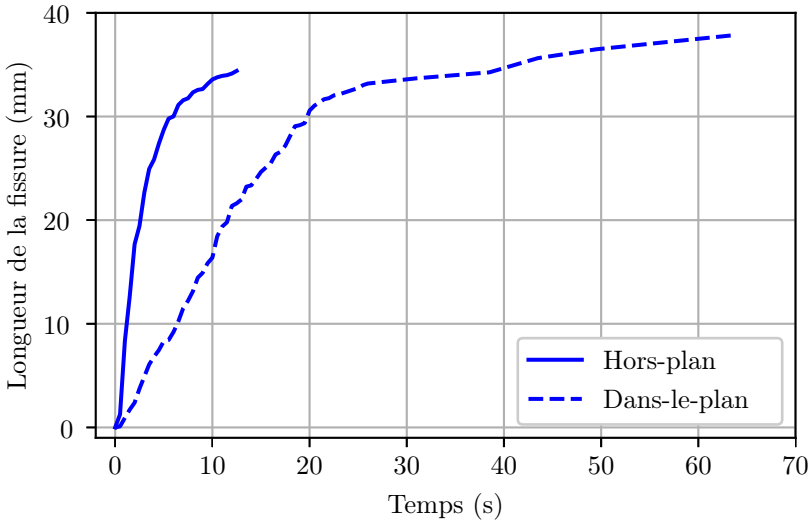


Figure 3.33 – Évolution de la longueur de fissure dans les agglomérés de liège sans fibres à partir d'essais de rupture sur éprouvettes CT en fonction de la direction de sollicitation.

À partir de ces premiers résultats, il semble que la propagation de la fissure pour une solli-

citation en traction selon la direction hors-plan est beaucoup plus critique que dans la direction dans-le-plan (fig. 3.34).

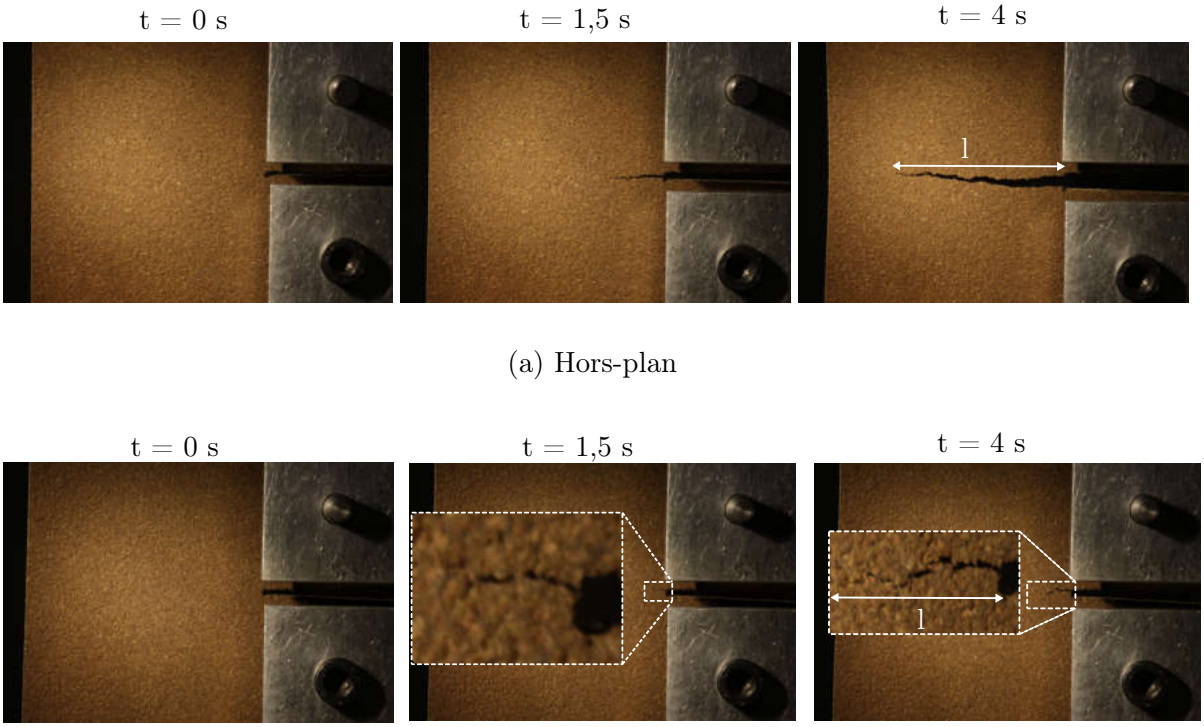
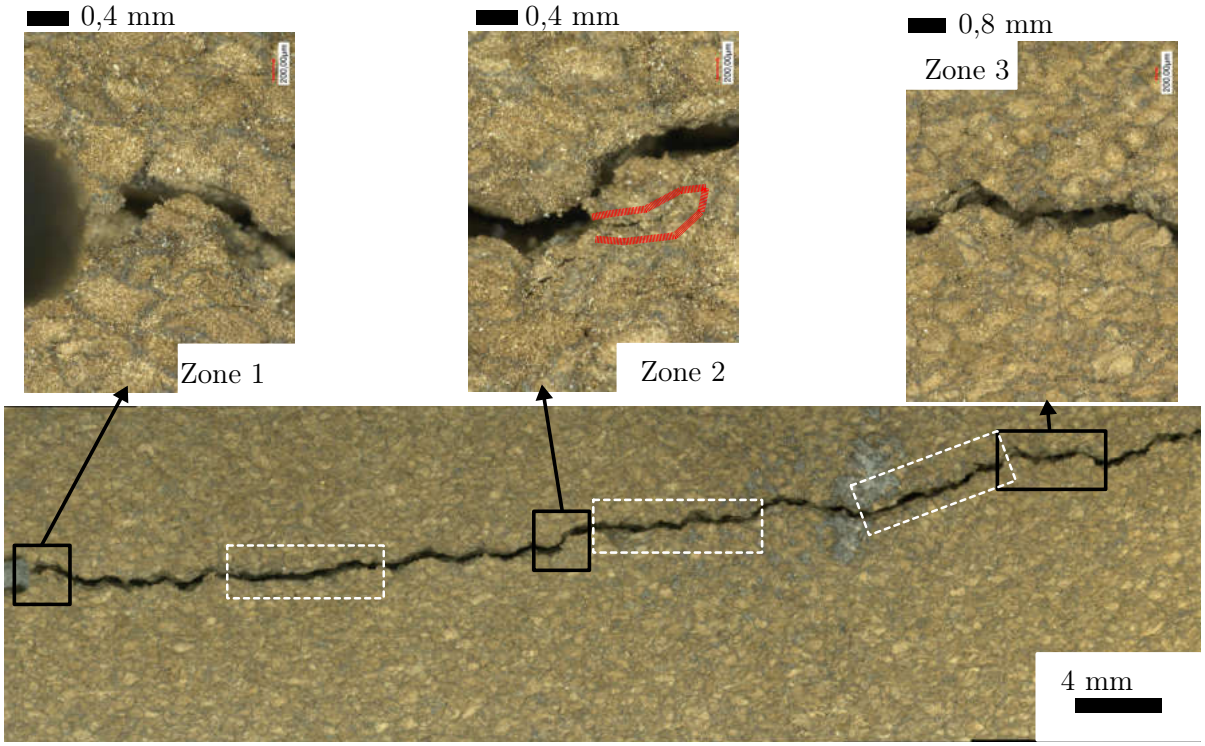


Figure 3.34 – État d'avancement de la fissure à la surface d'éprouvettes CT d'agglomérés de liège sans fibres sollicitées en traction à différents instants après l'amorçage macroscopique.

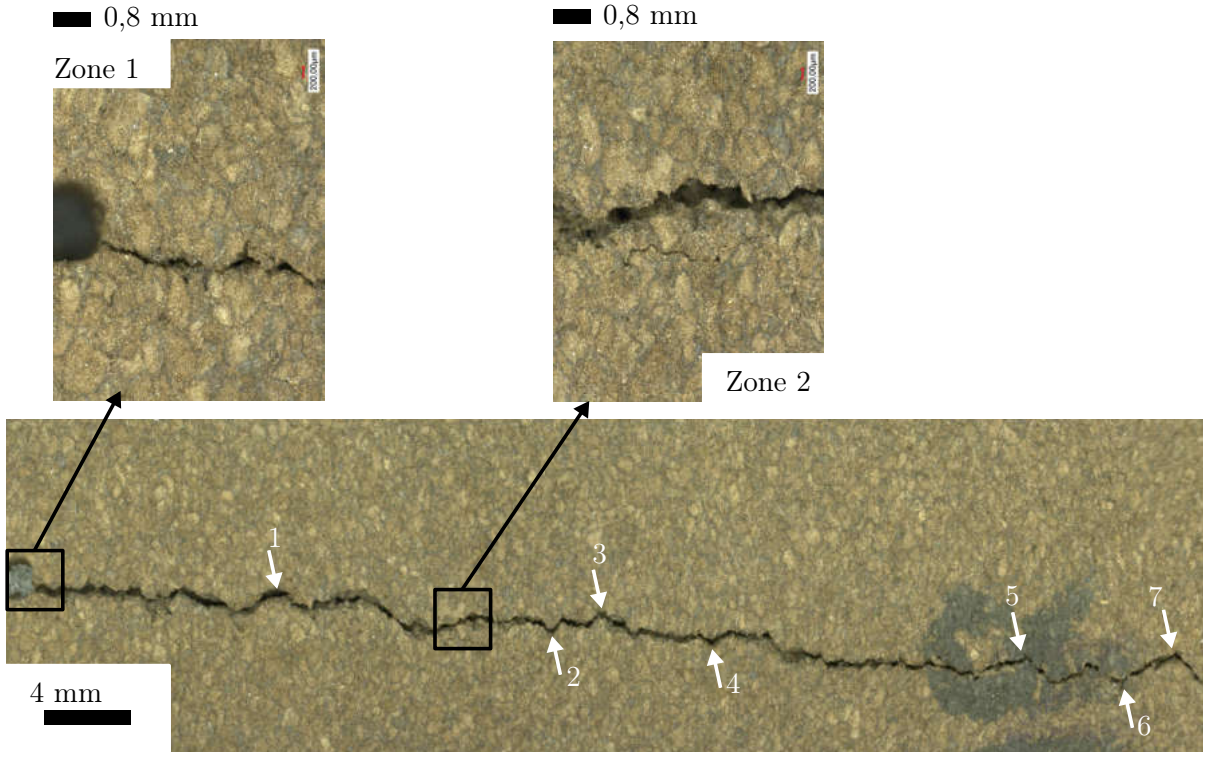
À l'échelle macroscopique, quelle que soit la direction de sollicitation, la fissure se propage perpendiculairement à la direction de sollicitation (fig. 3.34).

Les éprouvettes sollicitées selon la direction hors-plan démontrent également une fissure principale qui s'est propagée à l'échelle mésoscopique principalement perpendiculairement à la direction de sollicitation (fig. 3.35a). De légères réorientations sont observées et pourraient être liées à la mésostructure. La zone 2 (fig. 3.35a) montre en effet un agrandissement d'une réorientation. Une micro-fissure (entourée en rouge) est présente de façon à ce que la fissure se propage perpendiculairement. Toutefois la fissure principale a finalement bifurqué au-dessus du grain. Les rectangles en pointillés blancs indiquent les zones où la fissure s'est propagée sans presque aucune réorientation (fig. 3.35a).

Au contraire, les observations à l'échelle mésoscopique montrent que pour une sollicitation selon la direction dans-le-plan, la fissure ne s'est généralement pas propagée localement perpendiculairement à la direction de la sollicitation en traction (fig. 3.35b). La fissure s'est réorientée plusieurs fois pendant sa propagation (fig. 3.35b). Les flèches blanches indiquent où ces réorientations ont eu lieu (fig. 3.35b). Certaines sont très locales (flèches blanches 2,3,4), d'autres provoquent une propagation de la fissure à 45° de la direction de sollicitation sur quelques millimètres (1,5,6,7). Ces réorientations pourraient donc être liées à la mésostructure des grains et ralentiraient la propagation de la fissure dans les agglomérés de liège.



(a) Hors-plan.



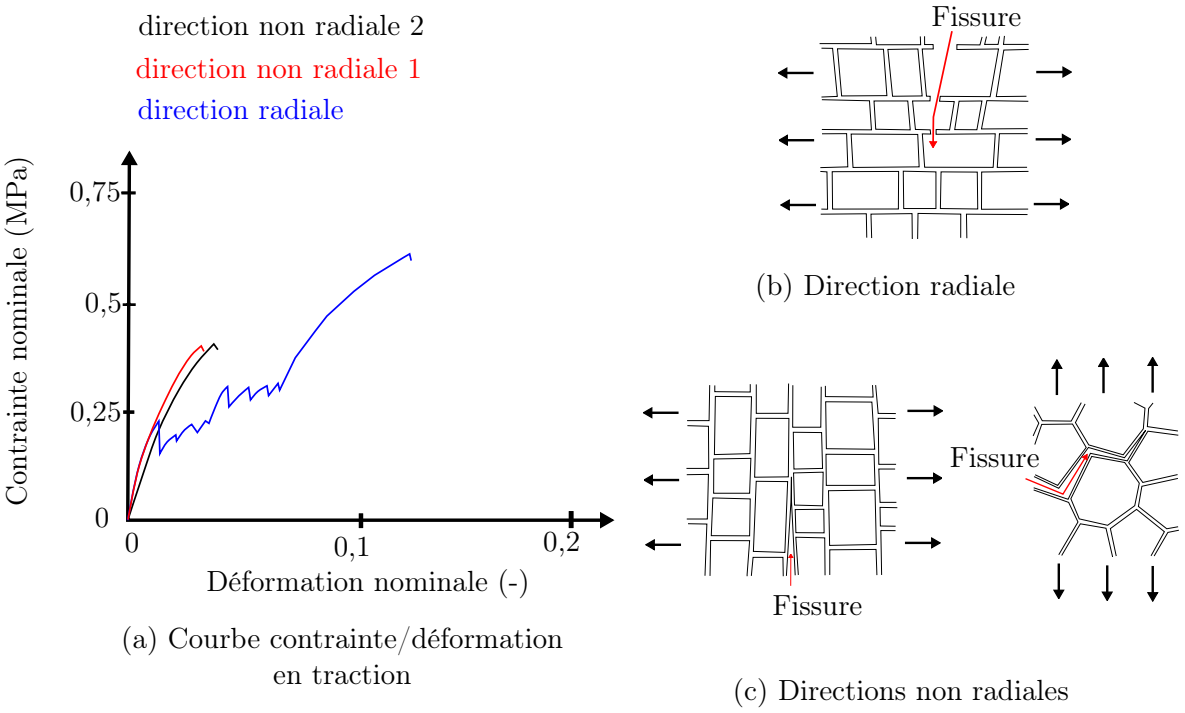
(b) Dans-le-plan.

Figure 3.35 – Observation au microscope optique du profil de rupture d'éprouvettes CT testées dans les directions hors-plan et dans-le-plan.

3.3.5.3 Du matériau cellulaire au composite

Le comportement mécanique à rupture des agglomérés est assez différent de celui du liège naturel.

Lorsque le liège naturel est sollicité en traction dans la direction radiale, à l'échelle macroscopique des dentelures sont observées sur la courbe contrainte/déformation (fig. 3.36a). Ces dentelures sont des chutes brutales de la contrainte pendant la sollicitation en traction. [Rosa et Fortes, 1991] ont relié la présence de ces dentelures aux ruptures localisées des parois lorsque le liège est sollicité dans cette direction (fig. 3.36b). Dans les directions non-radiales, ces dentelures ne sont pas observées macroscopiquement (fig. 3.36a) car la traction engendre microscopiquement un décollement des parois cellulaires (fig. 3.36c) plutôt qu'une rupture ponctuelle des parois.



(a) Courbe contrainte/déformation en traction

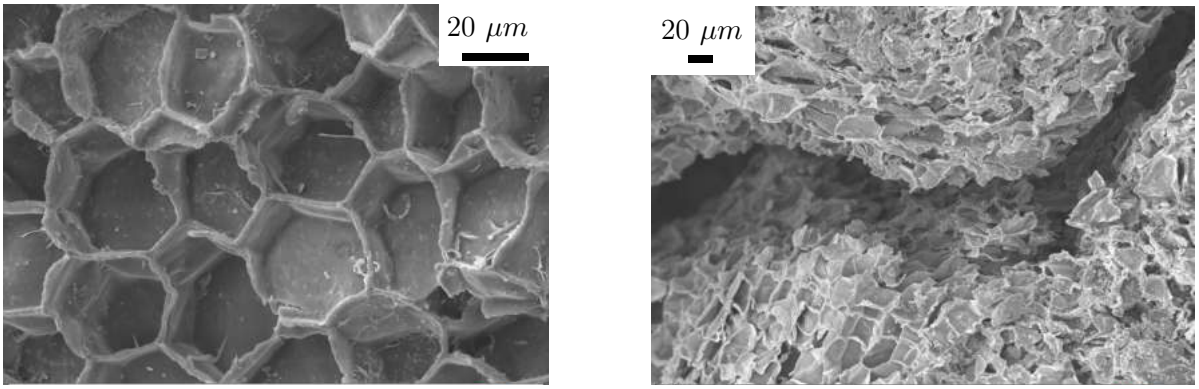
(b) Direction radiale

(c) Directions non radiales

Figure 3.36 – (a) Courbe contrainte/déformation du comportement mécanique de liège naturel sollicité en traction avec des éprouvettes à double entaille. (b et c) Schématisation des mécanismes de rupture au sein du liège sollicité en traction. Données issues de [Rosa et Fortes, 1991]

Aucune dentelure n'a été observée sur les courbes force/déplacement des agglomérés de liège lorsqu'ils sont sollicités en traction. Il est possible que les ruptures localisées à l'origine de ces dentelures ne se produisent pas dans les agglomérées, contrairement au liège naturel. Mais en observant la surface de rupture des agglomérés, la direction radiale (cellules hexagonales) semble bien présente (fig. 3.37(a)). Toutefois, les observations microscopiques des profils de rupture des agglomérés de liège ne semblent pas indiquer que les mécanismes de rupture soient similaires à ceux observés dans le liège naturel (fig. 3.37(b)).

En dehors de l'orientation radiale, une orientation assez aléatoire des cellules du liège semble encore être observée à la surface de la fissure. Ainsi, une rupture des parois cellulaires se produirait dans les grains de liège pour toutes les orientations de cellules, pas seulement dans une direction privilégiée ((fig. 3.37(b))).



(a) Surface de rupture - direction radiale.

(b) Profil de rupture.

Figure 3.37 – (a) Présence de la direction radiale, observée à la surface de la fissure au MEB d'une éprouvette de liège aggloméré non-renforcé sollicitée à rupture dans la direction HP. (b) Observation du profil de la fissure qui montre différentes orientations de cellules. Pour les deux images, la direction de propagation est de gauche à droite.

Bilan

La mésostructure spécifique des agglomérés de liège haute densité est à l'origine d'un comportement mécanique anisotrope, à la fois concernant le comportement mécanique en compression mais également concernant les mécanismes de rupture en traction à l'échelle mésoscopique.

— Lorsqu'il est sollicité en **compression**, l'aggloméré comprimé selon la direction dans-le-plan est plus rigide et se densifie plus tard, ce qui lui permet d'absorber beaucoup plus d'énergie lors d'une compression en régime quasi-statique. Il présente alors un coefficient de Poisson non nul et à cause du coefficient de frottement important du liège, un fort effet tonneau apparaît. L'effet tonneau engendre un champ de déplacement en traction dans la direction hors-plan. Une concentration plus importantes des déformations locales ε^*_{yy} sous la forme de bandes de localisation a été constatée à la surface des éprouvettes comprimées selon la direction dans-le-plan.

— Les essais préliminaires de traction sur des éprouvettes CT semblent indiquer un comportement en traction à **rupture** relativement isotrope à l'échelle macroscopique. Ces résultats restent toutefois à confirmer. Les mécanismes de fissurations sont observés principalement à l'interphase. La **fissuration intra-granulaire interne** est donc le mécanisme de rupture principal dans les agglomérés de liège. Du fait de l'orientation de grains perpendiculairement à la direction de propagation de la fissure dans le cas de sollicitations dans la direction dans-le-plan, la direction est moins fragile que la direction hors-plan. La présence d'une échelle mésoscopique dans les agglomérés engendre des mécanismes de rupture très différents de ceux observés pour le liège naturel.

L'influence de la méso-structure sur le comportement mécanique et sur les mécanismes de déformation et de rupture est ici prépondérante. Généralement plus subie que réellement contrôlée, elle pourrait toutefois être une voie d'optimisation dans la recherche de matériaux cellulaires plus structurants.

3.4 Ajout de fibres courtes à un aggloméré de liège : rôle d'un renfort ?

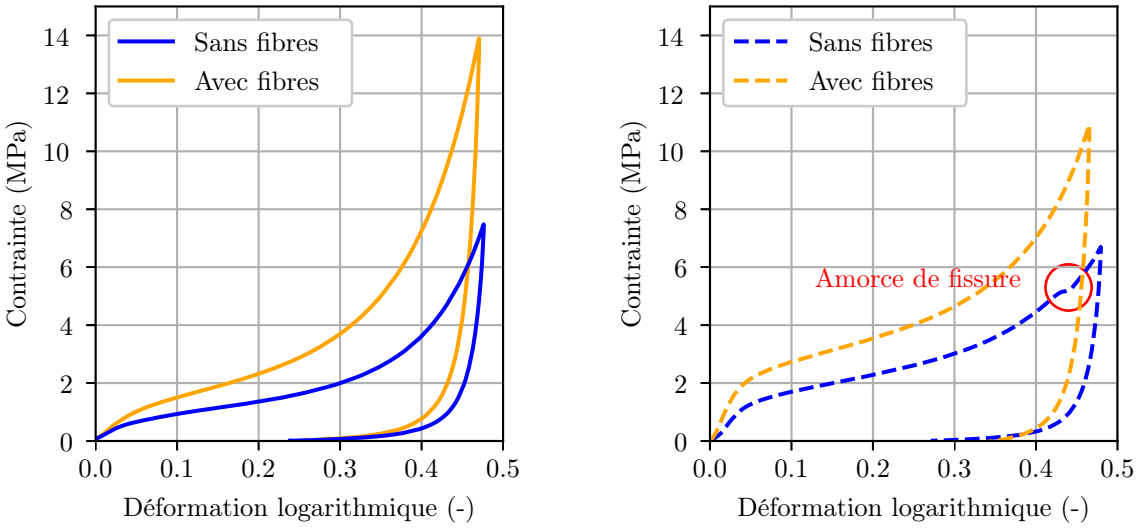
L'ajout de fibres courtes dans la résine modifie de façon importante les interfaces intergranulaires des agglomérés de liège. L'influence de la présence de fibres courtes aux interfaces sur le comportement mécanique en compression et en traction des agglomérés de liège a donc été étudiée.

3.4.1 Influence de l'ajout de fibres courtes sur le comportement en compression du liège aggloméré

3.4.1.1 Compression monotone

La fig. 3.38 présente les courbes de contrainte/déformation des agglomérés de liège, avec et sans fibres, comprimés selon les deux directions (hors-plan et dans-le-plan) pour une vitesse de déformation macroscopique de 4,2 10^{-3} s^{-1} à température ambiante.

Selon les deux directions, les contraintes nominales atteintes par l'aggloméré avec fibres sont plus importantes que pour celui sans fibres. Dans la direction dans-le-plan, aucun signe de rupture sur la courbe contrainte/déformation n'est observé pour l'aggloméré avec fibres courtes.



(a) Direction hors-plan

(b) Direction dans-le-plan

Figure 3.38 – Courbes contrainte/déformation expérimentales de liège aggloméré et d'un aggloméré renforcé testés en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 5 mm min^{-1}, correspondant à une vitesse de déformation macroscopique de 4,2 10^{-3} s^{-1}.

3.4.1.2 Modification des paramètres matériaux due à la présence des fibres

Les paramètres matériaux calculés pour une vitesse de déformation macroscopique de 4,2 10^{-3} s^{-1} sont résumés dans le tab. 3.4 pour chaque matériau et chaque direction.

Dans les directions dans-le-plan et hors-plan, de nombreux paramètres matériaux sont influencés par l'ajout de fibres. Le module d'Young E^* augmente ainsi respectivement de 26 et 70

%, dans les directions hors-plan et dans-le-plan. La contrainte de flambement σ_{fl} augmente jusqu'à 30 % (73 %) dans la directions hors-plan (dans-le-plan). Le module tangent E_p^* et l'énergie absorbée à l'initiation de la densification W_{abs}^* sont également tous les deux plus élevés pour le matériau renforcé, d'environ 45 % (57 %) et 42 % (55 %) dans la direction hors-plan (dans-le-plan).

Matériau	E* (MPa)	σ_{fl}^* (MPa)	E_p^* (MPa)	ε_d^* (-)	W_{abs}^* (J/mm^3)
NR-HP	22,00 ± 1,0	0,83 ± 0,06	5,77 ± 0,42	0,455 ± 0,008	0,93 ± 0,08
R-HP	27,7 ± 1,9	1,08 ± 0,04	8,39 ± 0,34	0,457 ± 0,002	1,32 ± 0,06
Effet des fibres HP	+ 26 %	+ 30 %	+ 45 %	+ 4 %	+ 42 %
NR-DP	36,0 ± 2,9	1,2 ± 0,13	4,47 ± 0,57	0,530 ± 0,005	1,28 ± 0,06
R-DP	61,2 ± 4,5	2,07 ± 0,04	7,04 ± 0,11	0,501 ± 0,005	1,99 ± 0,04
Effet des fibres DP	+ 70 %	+ 73 %	+ 57 %	-5 %	+ 55 %

Tableau 3.4 – Paramètres matériaux du liège aggloméré (NR) et du liège aggloméré renforcé par des fibres courtes (R) testés en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à une vitesse de déformation macroscopique de $4,2\ 10^{-3}\ s^{-1}$ à température ambiante (26°C).

Rigidification de l'aggloméré composite

Étant donné l'augmentation du module d'Young E^*, l'ajout de fibres courtes constitue, pour les agglomérés de liège, un réseau de renforts englobant les grains. Ces renforts possèdent un module d'Young élevé (270 GPa). Lorsqu'elles sont sollicitées, elles augmentent la rigidité de la structure aux interfaces. Il en résulte un matériau cellulaire macroscopiquement plus rigide.

L'ajout de fibres ne modifie pas le comportement mécanique des cellules de liège dans l'aggloméré ni les mécanismes de déformation impliqués. L'augmentation de la contrainte de flambement σ_{fl*} observée pour les agglomérés de liège avec fibres serait donc liée à la rigidification du composite causé par l'ajout des fibres courtes.

L'augmentation constatée de la rigidité de l'aggloméré de liège par l'ajout de fibres courtes est beaucoup plus importante que pour les agglomérés de liège renforcés par de longues fibres de coco avec un agent de couplage spécifique, qui était d'environ + 27 % en traction [Fernandes *et al.*, 2013]. La rigidité des fibres joue donc un rôle important, mais il est probable que la taille et la longueur de celles-ci soient aussi un vecteur d'amélioration possible non-négligeable.

Déformation à l'initiation de la densification

La déformation à densification ne varie pas entre le liège aggloméré et le liège aggloméré renforcé. En termes de porosités, les deux agglomérés sont très similaires. Les différentes étapes liées aux mécanismes de déformation en compression d'un matériau cellulaire auront à priori lieu à des déformations similaires. Comme constaté avant, c'est avant tout en terme de contrainte nécessaire pour atteindre cette déformation que l'ajout de fibres courtes de carbone joue un rôle.

Effet Poisson

Le coefficient de Poisson a été mesuré pour les éprouvettes de liège aggloméré avec fibres lors d'essais de compression. Comme pour les agglomérés sans fibres, l'aggloméré avec fibres présente, pour une sollicitation dans la direction hors-plan, un faible effet Poisson qui augmente jusqu'à ν = 0,1. Il s'y stabilise ensuite à ε^*=0,1 (fig. 3.39).

Pour une sollicitation selon la direction dans-le-plan, une expansion importante est observée jusqu'à la fin du chargement (fig. 3.39). Cette expansion est du même ordre de grandeur que celle

observée pour un aggloméré sans fibres sollicité dans la même direction. L'ajout de fibres semble donc avoir peu d'influence sur l'expansion des agglomérés dans les directions perpendiculaires à la direction de sollicitation.

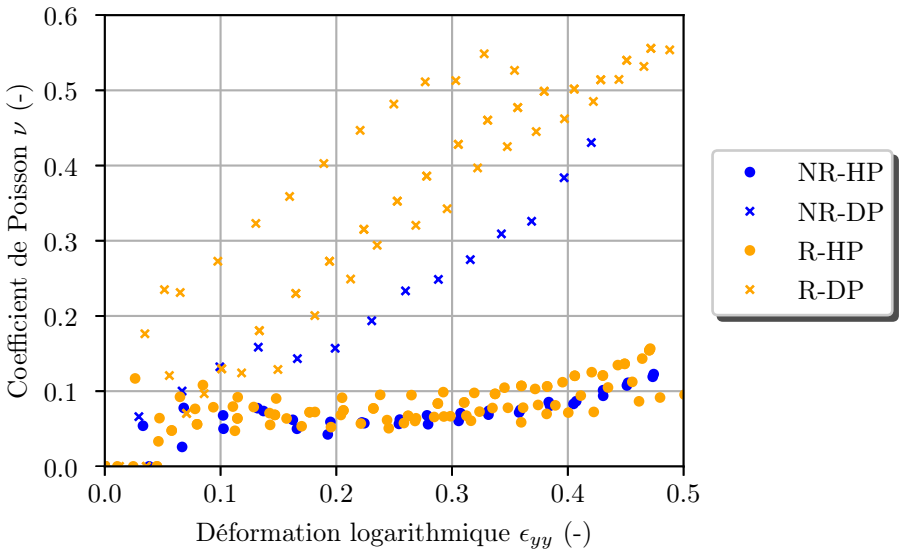


FIGURE 3.39 – Évolution du coefficient de Poisson au cours d'une sollicitation en compression pour plusieurs éprouvettes d'agglomérés de liège avec (R) et sans fibres (NR) testés dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 5 mm min^{-1} à température ambiante.

3.4.1.3 Influence de l'orientation des fibres sur le comportement mécanique en compression

Des écarts entre les paramètres matériaux dans les directions dans-le-plan et hors-plan ont été constatés dans la section précédente. L'anisotropie A_{NR} dans l'aggloméré sans fibres, pour un paramètre matériau M_i entre la direction hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP), est égale à $(M_{DP} - M_{HP})/M_{HP}$. Elle est obtenue pour les différents paramètres matériaux à partir du tableau 3.4. L'effet des fibres est ensuite égal à $(A_R - A_{NR})/A_{NR}$.

Le tableau 3.5 résume comment l'anisotropie est modifiée par la présence de fibres. L'aggloméré renforcé présente en effet une anisotropie différente en comparaison à l'aggloméré de liège non renforcé.

L'augmentation des paramètres matériaux pour le matériau renforcé est plus présente en phase plateau selon la direction hors-plan. Cette augmentation est notable pour E_p dont l'anisotropie passe de -23% dans le matériau classique à -16% dans l'aggloméré renforcé.

D'autre part, les paramètres matériaux augmentent très fortement pour les petites déformations lorsque l'aggloméré de liège est comprimé selon la direction dans-le-plan. Le module d'Young augmente de 70% et la contrainte d'effondrement élastique de 73% (tab 3.4). Tandis que dans la direction hors-plan ces paramètres sont dans une moindre mesure affectés par l'ajout de fibre. Ainsi la différence entre ces paramètres matériaux passe de 64 et 44% pour les agglomérés de liège sans fibres à 121 et 92% pour les agglomérés de liège avec fibres (tab 3.5). Cela représente donc une modification de l'anisotropie due à l'ajout de fibres courtes de 89 % pour le module d'Young et de 109% pour la contrainte de flambement.

Comme indiqué précédemment, le liège aggloméré à haute densité obtenue par compression

Matériau	E* (MPa)	σ^*_{fl} (MPa)	E^*_p (MPa)	ε^*_d (-)	W^*_{abs} (J/mm^3)
Liège aggloméré	+ 64 %	+ 44 %	- 23 %	+ 16 %	+ 38 %
Aggloméré renforcé	+ 121 %	+ 92 %	- 16 %	- 10 %	+ 51 %
Effet des fibres	+ 89 %	+ 109 %	- 30 %	- 38 %	+ 34 %

Tableau 3.5 – Différence en pourcentage entre les paramètres matériaux du tab. 3.4 des directions hors-plan et dans-le-plan du liège aggloméré et de l'aggloméré renforcé comprimés à une vitesse de déformation macroscopique de 4,2 10^{-3} s^{-1}.

uniaxiale démontre un comportement mécanique anisotrope causé par une microstructure anisotrope à l'échelle du grain. En effet l'analyse par tomographie à rayons X a montré que les grains sont aplatis dans le plan de compression (Oxy) pendant la fabrication, donc dans la direction dans-le-plan. Comme les fibres courtes se trouvent tangentiellement à la surface des grains, les fibres auront donc également tendance à être orientées principalement dans la direction dans-le-plan.

Les fibres courtes, par leur orientation privilégiée, constituent ainsi un réseau rigide et anisotrope qui s'ajoute au matériau déjà anisotrope, accentuant l'anisotropie dans le liège aggloméré avec fibres.

3.4.2 Compression cyclique

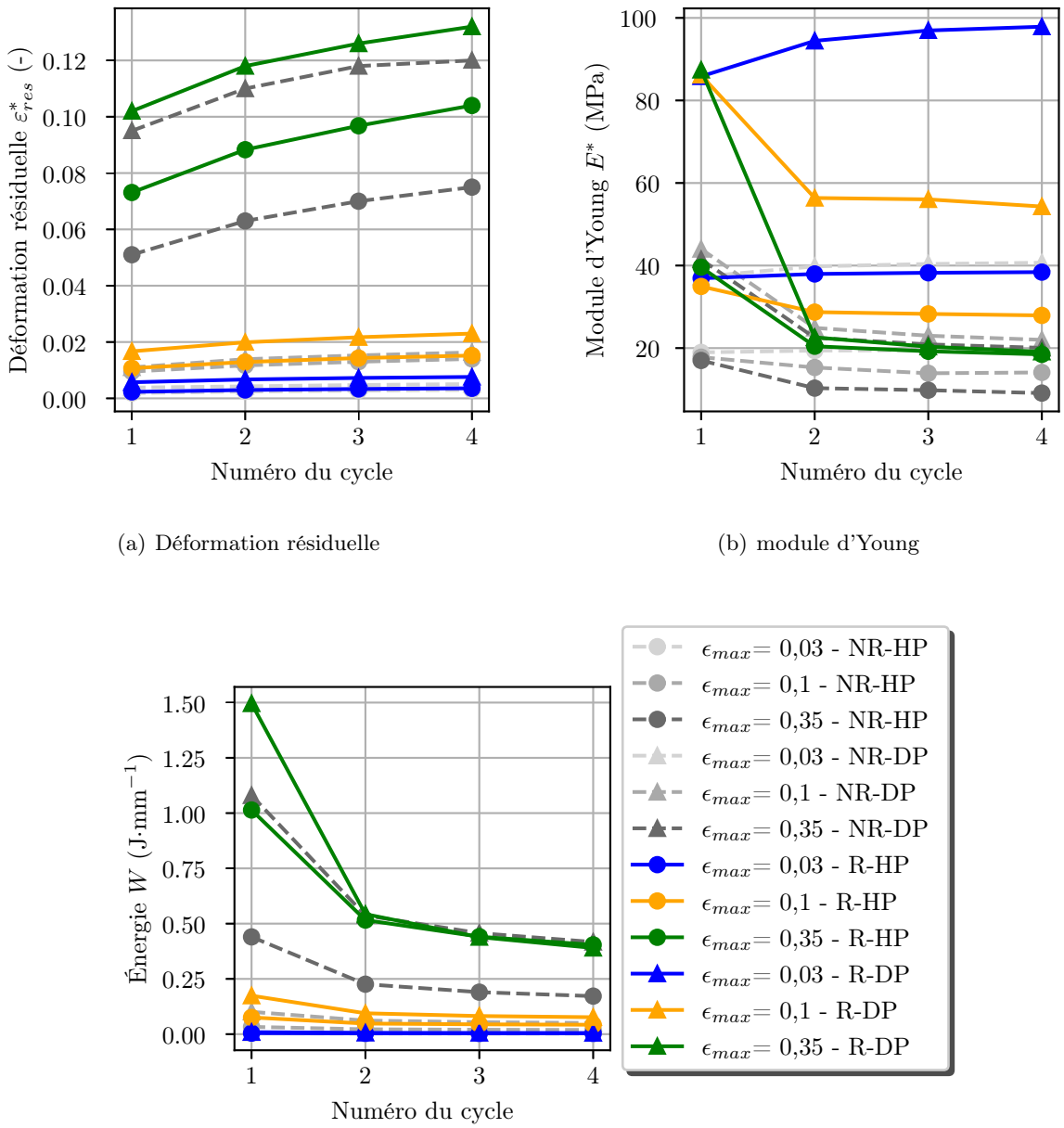
Les courbes contrainte/déformation des éprouvettes de liège aggloméré avec fibres courtes sollicitées en compression sous chargement cyclique se trouvent en Annexe D.

Pour les deux directions de sollicitation, la déformation résiduelle ε^*_{res} est plus importante pour les agglomérés avec fibres courtes (fig. 3.40(a)). Les agglomérés de liège avec fibres présentent ainsi plus de déformations locales irréversibles que les agglomérés de liège sans fibres. La seule différence entre ces agglomérés provenant des interfaces, cela signifierait que ces phénomènes irréversibles ont lieu à cet endroit. Il est possible que la présence de fibres provoque des concentrations de contraintes importantes à certains endroits des interfaces. Cela pourrait alors provoquer l'arrivée de phénomènes plastiques locaux dans la résine. Les interfaces restreignant les grains de liège, la déformation résiduelle ε^*_{res} sera plus importante.

Comme pour les agglomérés sans fibres, une chute du module est observé après le premier cycle de compression lorsque la phase plateau est atteinte (fig. 3.40(b)). Cette chute est plus importante pour l'aggloméré avec fibres ; elle est particulièrement marquée pour la compression selon la direction dans-le-plan (fig. 3.40(b)). En effet, après un premier cycle jusqu'à la densification, ce module est ensuite similaire à celui dans la direction hors-plan. Les mécanismes d'endommagement semblent ainsi plus nombreux dans le liège aggloméré avec fibres, avant tout dans la direction dans-le-plan.

Ces essais cycliques montrent que les agglomérés avec fibres absorbent plus d'énergie qu'un aggloméré sans fibres à iso-densité (fig. 3.40(c)). Pour une compression jusqu'à densification, la baisse de l'énergie absorbée après le premier cycle est très importante pour le liège aggloméré avec fibres sollicité selon la direction dans-le-plan. Elle devient alors similaire à celle absorbée par le liège aggloméré avec fibres sollicité dans la direction hors-plan ainsi que celle de l'aggloméré sans fibres sollicité dans la direction dans-le-plan.

L'ajout de fibres semble ainsi provoquer plus d'endommagement et de déformations locales irréversibles quand la phase de densification est atteinte. Ce phénomène est particulièrement observé pour une compression de l'aggloméré avec fibres selon la direction dans-le-plan. Cela permet alors au matériau avec fibres d'absorber plus d'énergie lors d'une première sollicitation.



(a) Déformation résiduelle

(b) module d'Young

(c) Énergie absorbée

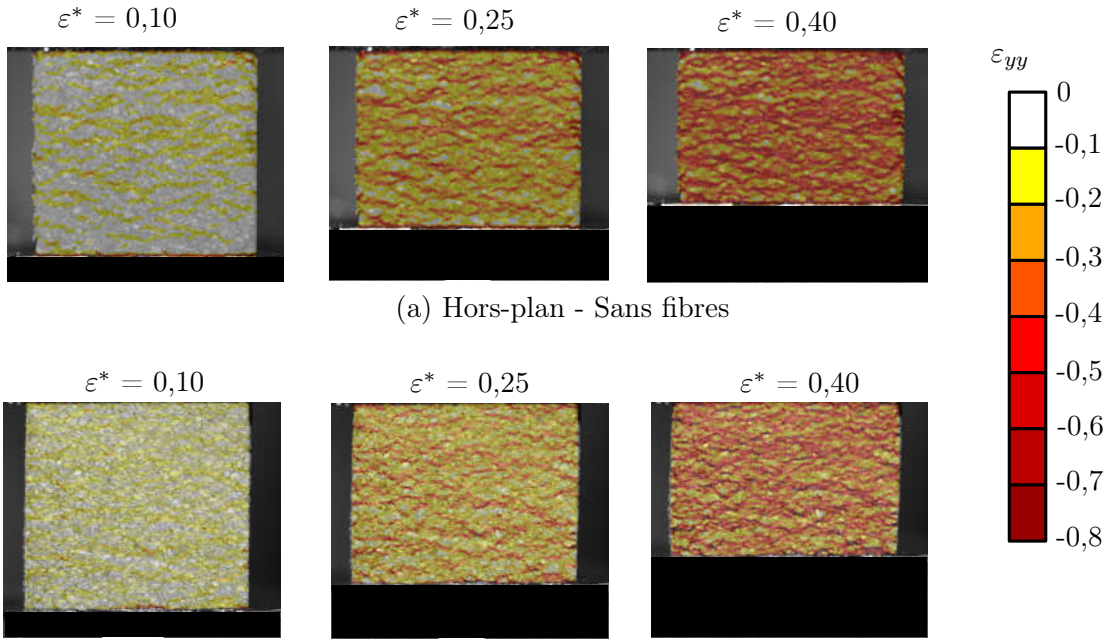
FIGURE 3.40 – Évolution de différents paramètres matériaux en fonction du nombre de cycles imposés et de la déformation maximale pour des agglomérés de liège à 10 mm min^{-1} à température ambiante (19 ° C). ◯ : direction hors-plan. △ : direction dans-le-plan. — : avec fibres. - - - : sans fibres. — : ε_{max} = 0,03, — : ε_{max} = 0,1, — : ε_{max} = 0,35.

Après cela, dans le cas de sollicitations cycliques, le comportement des deux agglomérés est très similaire. Il est possible que le réseau de fibres soit alors rompu.

3.4.3 Hétérogénéité des champs de déformation locaux

Les résultats obtenus par corrélation d'images ne montrent pas de différences significatives dans les distributions des déformations locales ε^*_{yy} à la surface des éprouvettes de compression (fig. 3.41).

Ainsi les mécanismes de déformation en compression dans les agglomérés de liège renforcé



(a) Hors-plan - Sans fibres

(b) Hors-plan - Avec fibres

Figure 3.41 – Champs de déformation ε_{yy} obtenus par corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sollicité en compression dans la direction hors-plan à 5 mm min^{-1} à température ambiante.

avec des fibres courtes très rigides ne sont pas modifié par cet ajout de fibres. Tout ce qui a été décrit et développé dans les chapitres précédents pourrait donc s'appliquer aux agglomérés haute densité en général.

3.4.4 Traction à rupture

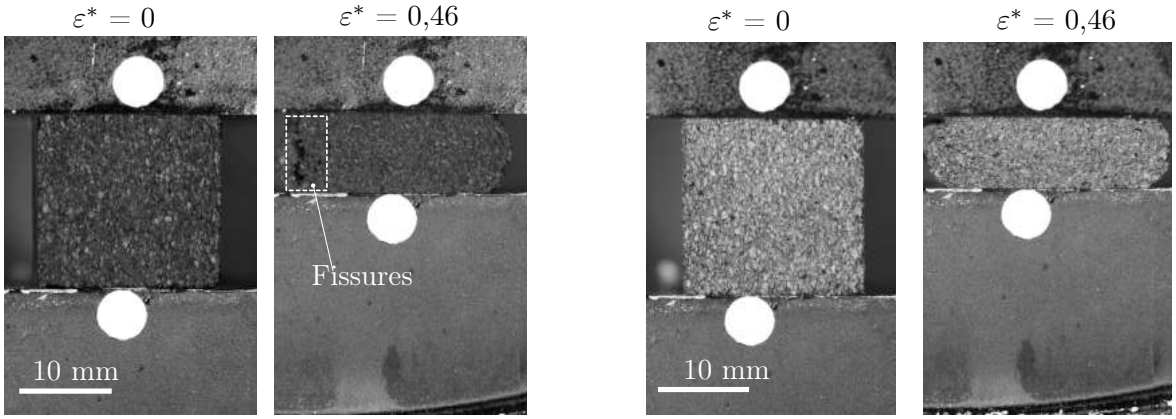
Dans le cas d'agglomérés non-renforcés, des mécanismes de rupture pouvaient apparaître en compression. Il a été montré précédemment qu'ils sont causés par l'apparition de champs de déplacement traction localisés en périphérie d'éprouvette dû à un effet tonneau. Une fois une fissure amorcée, celle-ci se propage plus facilement dans le cas d'un chargement en traction dans la direction hors-plan.

L'observation des éprouvettes lors d'essais de compression montrent que les agglomérés avec fibres semblent moins sujet à des phénomènes de fissuration (fig. 3.42(b)). Cela malgré un coefficient de Poisson et un effet tonneau (fig. 3.42(a)) qui sont équivalents à celui du liège aggloméré non-renforcé.

3.4.4.1 Influence des fibres sur le comportement macroscopique avant rupture

Le comportement à rupture des deux type d'agglomérés de liège étudié dans la direction hors-plan est illustré figure 3.43. Dans cette figure, l'évolution de la force en fonction du déplacement pour une éprouvette SBS est tracée. Les deux courbes présentent d'abord un comportement force/déplacement linéaire, puis un adoucissement de la force est rapidement observé. Le liège aggloméré avec fibres présente un adoucissement plus important en comparaison à celui sans fibres.

Cette non-linéarité du comportement mécanique peut être lié à la viscosité du matériau et à l'endommagement de celui-ci. Le fait qu'elle soit plus importante dans le cas des agglomérés avec fibres est lié à une augmentation et la modification des mécanismes d'endommagement dans



(a) Sans fibres. (b) Avec fibres.

Figure 3.42 – Clichés d'éprouvettes de liège aggloméré sans et avec fibres testées en compression dans la direction dans-le-plan à 5 mm min^{-1} à température ambiante à ε=0 et à ε=0,46 ; à la fin du cycle de charge en compression,.

le matériau avec fibres comme cela a déjà été constaté en compression. Il semble en effet peu probable que les fibres de carbone amène une composante visqueuse au comportement mécanique de l'aggloméré.

Cette modification du comportement mécanique est comparable à ce qui a déjà été observé pour les polymères renforcés par des fibres courtes [Rolland *et al.*, 2016]

Matériau	d_{frac} [mm]	d_{max} [mm]	Δd [mm]	F_{frac} [N]	K [N/mm]
Liège aggloméré	1	1.3	0.3	475	832
Liège aggloméré renforcé	1.7	2.7	1	875	1531
Effet des fibres	+70 %	+108 %	+230 %	+84 %	+84 %

Tableau 3.6 – Courbes force/déplacement expérimental obtenues par des tests de rupture en mode I. Effet de l'ajout de fibres sur le comportement mécanique d'un aggloméré de mousse.

Le tab. 3.6 présente plusieurs paramètres mesurés à l'aide de la courbe force/déplacement des différents lièges agglomérés. Plusieurs différences peuvent être observées dans les valeurs obtenues. La raideur initiale K (définie comme la pente initiale) est beaucoup plus importante (+ 84 %) pour le liège aggloméré avec fibres. Cette augmentation de la raideur est probablement, comme pour la compression, directement liée à la rigidité élevée des fibres courtes.

Le tab. 3.6 montre également une force à rupture F_{frac} (+ 84 %) et un déplacement à rupture d_{frac} (+ 70 %) beaucoup plus élevés avant le début de la propagation de la fissure pour l'aggloméré avec fibres. La force atteinte la plus élevée pourrait également être liée à la rigidité importante des fibres. Le déplacement plus élevé avant la rupture indique que le liège aggloméré renforcé peut se déformer plus avant l'amorçage d'une fissure. L'apparition de micro-fissures en aval de la fissure principale serait moins critique dans l'aggloméré avec fibres que dans le liège aggloméré classique. Cela peut être dû au confinement de ces dommages au voisinage des fibres courtes, à l'interface.

Malgré la modification (sans optimisation) des interfaces par l'ajout de fibres, la tenue mécanique entre les grains de liège, la matrice et les fibres semble relativement bonne.

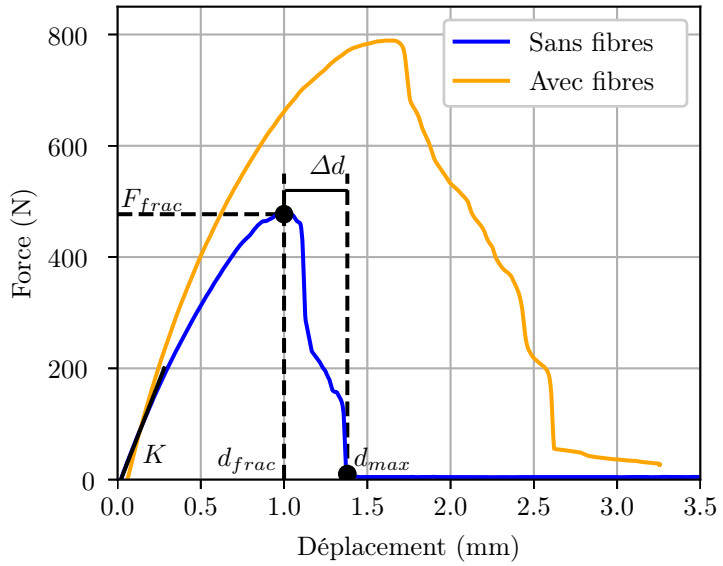


Figure 3.43 – Courbes force/déplacement d'éprouvettes SBS de liège aggloméré et de liège aggloméré renforcé testés en traction dans la direction hors-plan (HP) à 10 mm min^{-1}.

3.4.4.2 Influence des fibres sur la propagation de la fissuration

La distance Δd entre d_{rupt} et d_{max}, quantifie à quel point l'éprouvette doit être étirée avant sa rupture complète. Pour l'aggloméré avec fibres, cette résistance à la propagation des fissures Δd est augmentée de +230 % pour une sollicitation en traction selon la direction hors-plan.

La longueur totale de la fissure principale en fonction du temps (fig. 3.44) a pu être calculée à partir des clichés des éprouvettes pris pendant les essais. Dans le cas du liège aggloméré, la propagation des fissures est très rapide. Il n'y a que peu de points de mesure. Après 3 secondes, la fissure a traversé toute l'éprouvette SBS et seulement sept clichés ont pu être enregistrés (fig. 3.44). En revanche, il faut environ 3,5 fois plus de temps pour que la fissure se propage dans l'éprouvette SBS de l'aggloméré renforcé. Pour de petits déplacements, la fissure semble même ne pas se propager. L'ajout de fibres courtes semble donc limiter la propagation de fissures dans les agglomérés.

À l'échelle macroscopique, la fissure suit une trajectoire rectiligne. Mais à l'échelle mésoscopique, les micro-fissures apparaissant dans les interphases dans les agglomérés de liège pourraient être confinées par les fibres. La fissure principale ne pourrait donc pas rejoindre ces micro-fissures pour dissiper plus d'énergie. Un déplacement plus important serait nécessaire pour que la fissure puisse se propager davantage.

Une influence similaire a été rapportée pour les sols renforcés par des fibres courtes de polypropylène [Tang *et al.*, 2007]. L'ajout de fibres dans ces milieux granuleux semblait limiter le développement de fissures de tension grâce à l'effet de pont. Elle a également modifié le comportement de fragilisation du sol cimenté en le rendant plus ductile.

3.4.4.3 Influence des fibres sur les mécanismes de rupture

Rupture à l'échelle mésoscopique

Contrairement au liège aggloméré non renforcé, un nombre plus important de rupture intergranulaire à l'intérieur des grains et non proche des interfaces a été observé sur les éprouvettes de liège aggloméré avec fibres courtes.

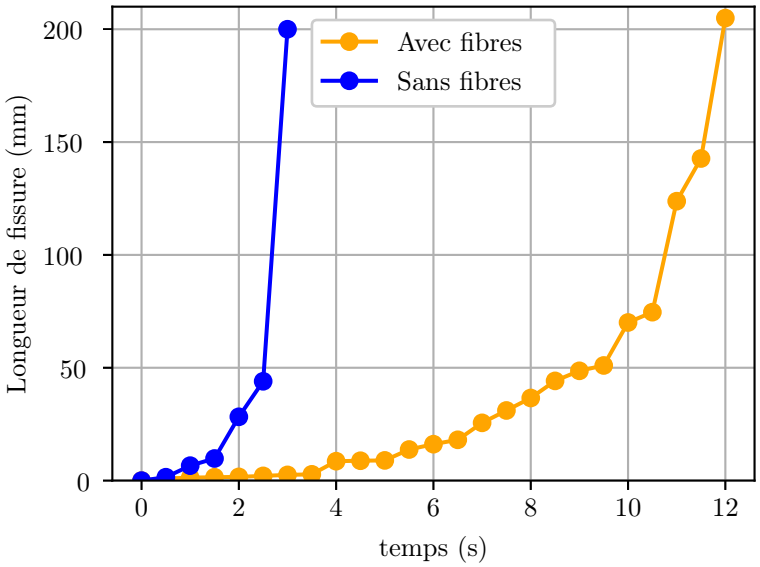
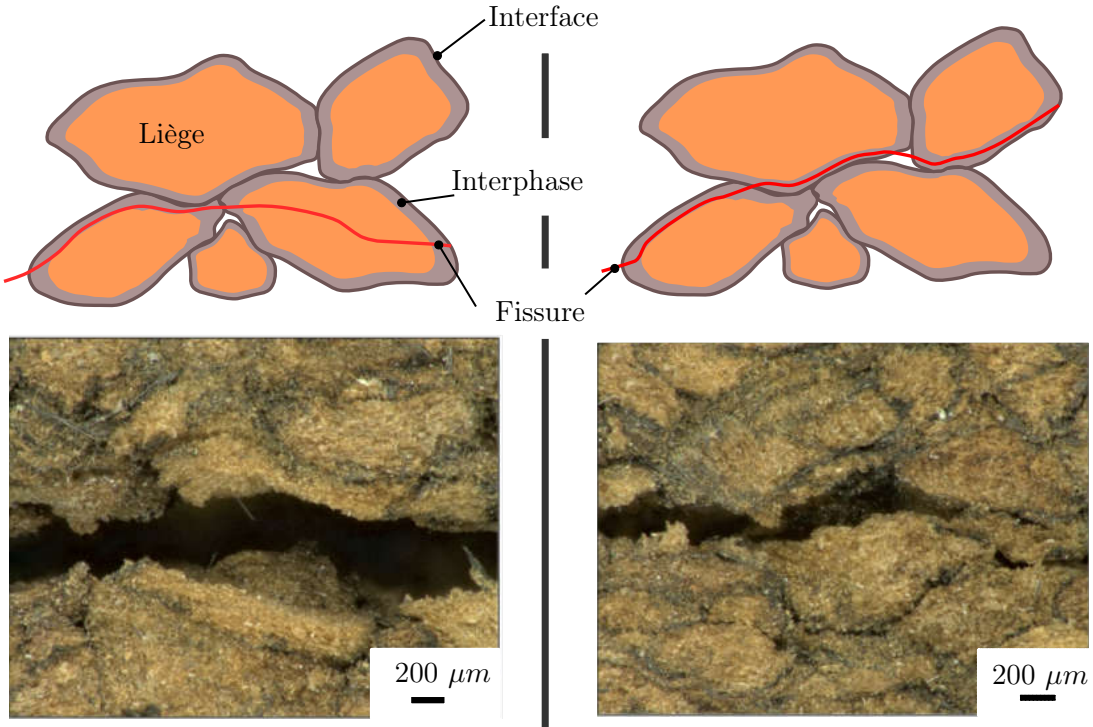


FIGURE 3.44 – Évolution de la longueur de la fissure en fonction du temps pour deux éprouvettes SBS d'agglomérés de liège, avec et sans fibres, testés dans la direction hors-plan.



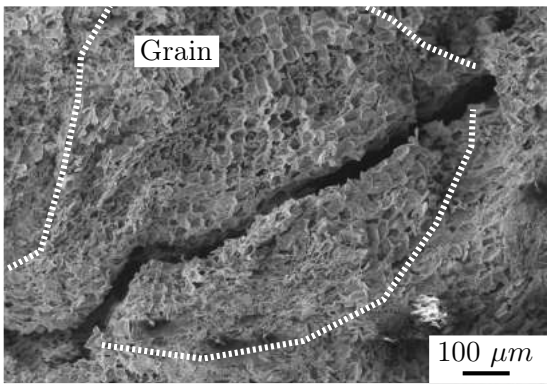
(a) Rupture intragranulaire interne (b) Rupture intragranulaire externe

FIGURE 3.45 – Schéma de deux types de rupture intra-granulaire.

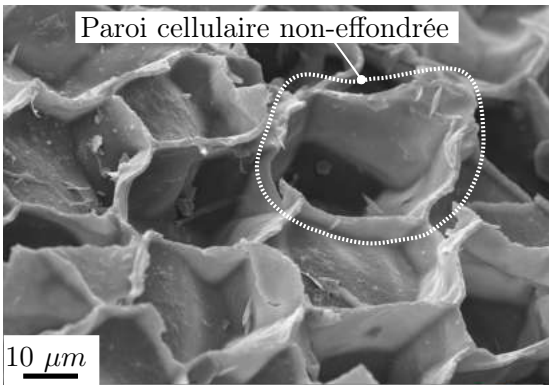
En addition de la rupture intra-granulaire périphérique observée pour l'aggloméré sans fibres (fig. 3.45b), un deuxième mode de rupture semble apparaître dans les agglomérés de liège avec fibres (fig. 3.45). La *rupture intra-granulaire interne* caractérise une fissure qui traverse le grain (fig. 3.45a), sans rester localisée au niveau de l'interphase.

Rupture à l'échelle microscopique

La rupture intra-granulaire interne (fig. 3.46(a)) se remarque par des parois cellulaires non affaissées (fig. 3.46(b)). Les cellules à proximité de la fissure sont plutôt intactes. Des ramifications et fissures microscopiques ont été repérées à proximité de la fissure principale.



(a) Profil d'une zone de rupture intra-granulaire interne.



(b) Surface d'une zone de rupture intra-granulaire interne.

Figure 3.46 – Profils et surfaces de rupture d'agglomérés de liège testés en traction à l'aide d'éprouvettes SBS observés au MEB.

Les observations réalisées au MEB montrent également que l'aggloméré de liège avec fibres semble présenter plus de rupture intra-granulaire interne. Il a cependant été complexe de déterminer si ce type de rupture avait lieu dans des zones spécifiques de l'aggloméré (renforcement local plus prononcé dû à une concentration de fibres), du fait de l'hétérogénéité importante du matériau et des faciès et profils de rupture.

Ce type de rupture pourrait être dû à une concentration des micro-fissures aux interphases causé par les fibres à l'interface lorsque la fissure passe dans un autre grain. Selon l'état de contraintes local, la fissure pourrait passer à travers le grain plutôt qu'au niveau des cellules endommagées qui se trouvent proches des fibres.

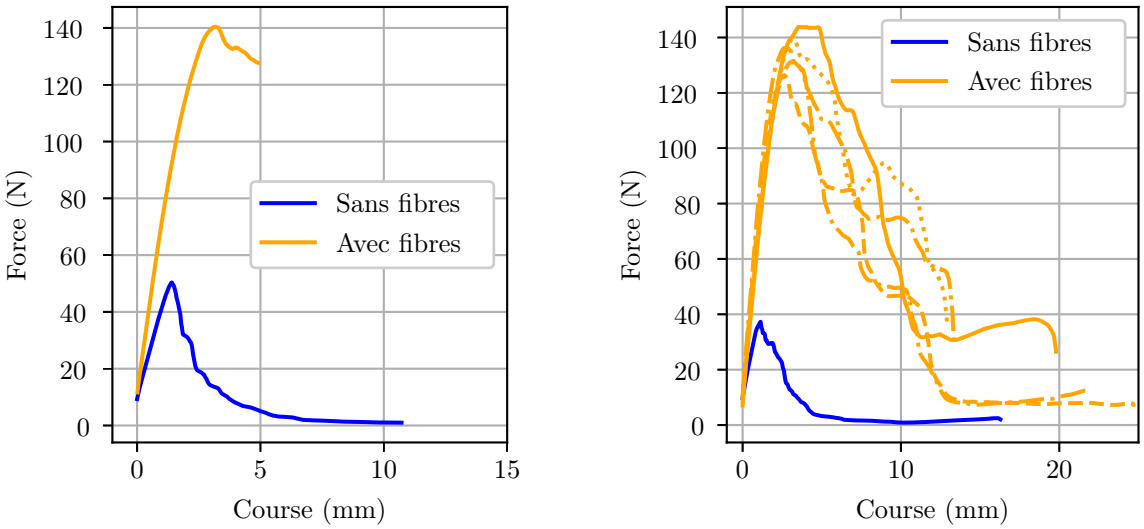
3.4.4.4 Influence de l'orientation des fibres sur le comportement à rupture

Échelle macroscopique

Les éprouvettes CT, plus petites que les éprouvettes SBS, permettent d'usiner des éprouvettes pour venir les solliciter en traction selon la direction dans-le-plan. Le comportement mécanique en traction étudié à l'aide d'éprouvettes CT ne semble pas très différent selon l'orientation des fibres. Les courbes sur la fig. 3.47 sont en effet très similaires entre la direction hors-plan et dans-le-plan pour l'aggloméré avec fibres. Les forces maximales et le déplacement à rupture sont très proches pour les deux directions.

Le comportement mécanique en traction à rupture lorsque les agglomérés avec fibres sont sollicités selon la direction dans-le-plan ne semble pas très variable (fig. 3.47(b)). Avant rupture, les agglomérés avec fibres démontrent une pente K similaire. La force commence à décroître pour toutes les éprouvettes à partir d'un déplacement compris entre 2,6 mm et 3,5 mm (fig. 3.47(b)). La force à rupture est comprise entre 126 N et 143 N.

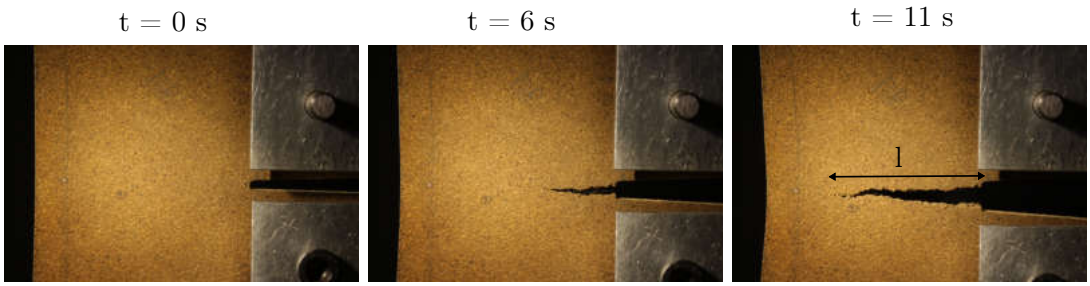
Toutefois, les éprouvettes de liège aggloméré renforcé par des fibres courtes sollicitées dans la direction dans-le-plan ont montré une propagation particulière de la fissure lors des essais avec géométrie CT (fig. 3.48). Selon cette direction, la fissure ne s'est jamais propagée perpendiculairement à la direction de sollicitation sur toute l'éprouvette.



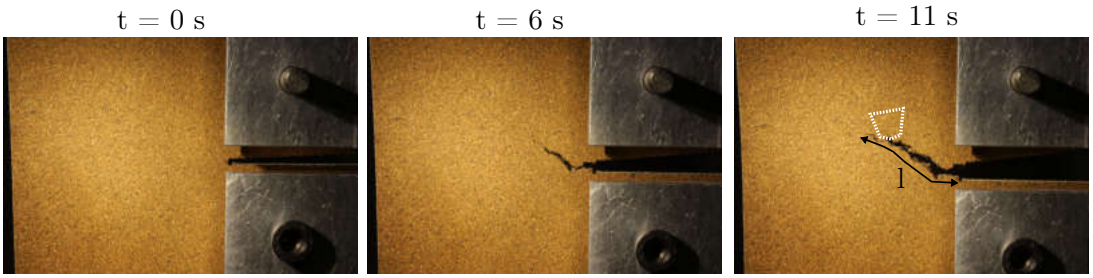
(a) Direction hors-plan

(b) Direction dans-le-plan

FIGURE 3.47 – Courbes force/déplacement d'éprouvettes CT de liège aggloméré et de liège aggloméré renforcé testés en traction dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm min^{-1}.



(a) Hors-plan



(b) Dans-le-plan

FIGURE 3.48 – État d'avancement de la fissure à la surface des éprouvette de liège aggloméré avec fibres à différents instants après l'amorçage.

L'Annexe C.4.2 montre que les déplacements imposés à l'éprouvette sont similaires pour toutes les directions de sollicitation. L'origine de cette bifurcation ne semble donc pas être reliée aux conditions limites de l'essai.

L'évolution de la longueur de fissure en fonction du temps a été tracée pour l'aggloméré

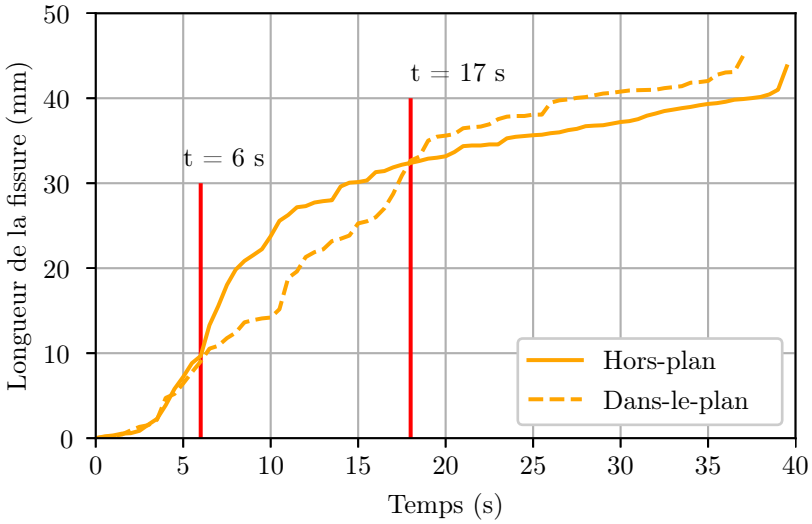


Figure 3.49 – Évolution de la longueur de fissure dans les agglomérés de liège avec fibres à partir d'essais de rupture sur éprouvettes CT en fonction de la direction de sollicitation.

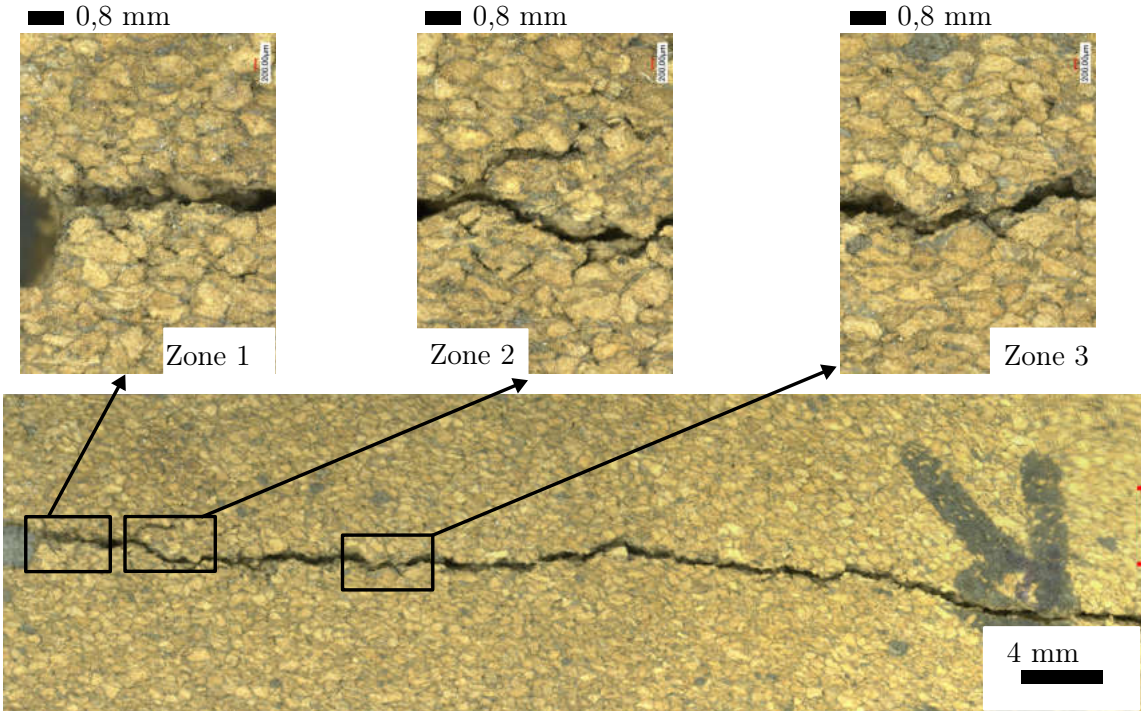
avec fibres selon la direction de sollicitation (fig. 3.49). Au début de la fissuration, l'éprouvette sollicitée selon la direction dans-le-plan se comporte de la même manière que celle sollicitée selon l'autre direction. À partir de t = 6 s, l'éprouvette sollicitée dans la direction hors-plan se fissure plus rapidement. La fissure a alors déjà bifurqué à la surface de l'éprouvette (fig. 3.48b).

À t=11 s, une bifurcation de la fissure pour une sollicitation selon la direction hors-plan est observée. Quelques secondes avant, la fissure se développait dans la zone entourée de pointillés blancs (fig. 3.48b). Un arrêt de l'évolution de la longueur de fissure pendant 1 seconde, à t= 9 s, est alors constaté (fig. 3.49). La longueur de fissure au-delà de 10 s augmente ensuite rapidement et une nouvelle branche principale apparaît dans une zone différente (fig. 3.48b).

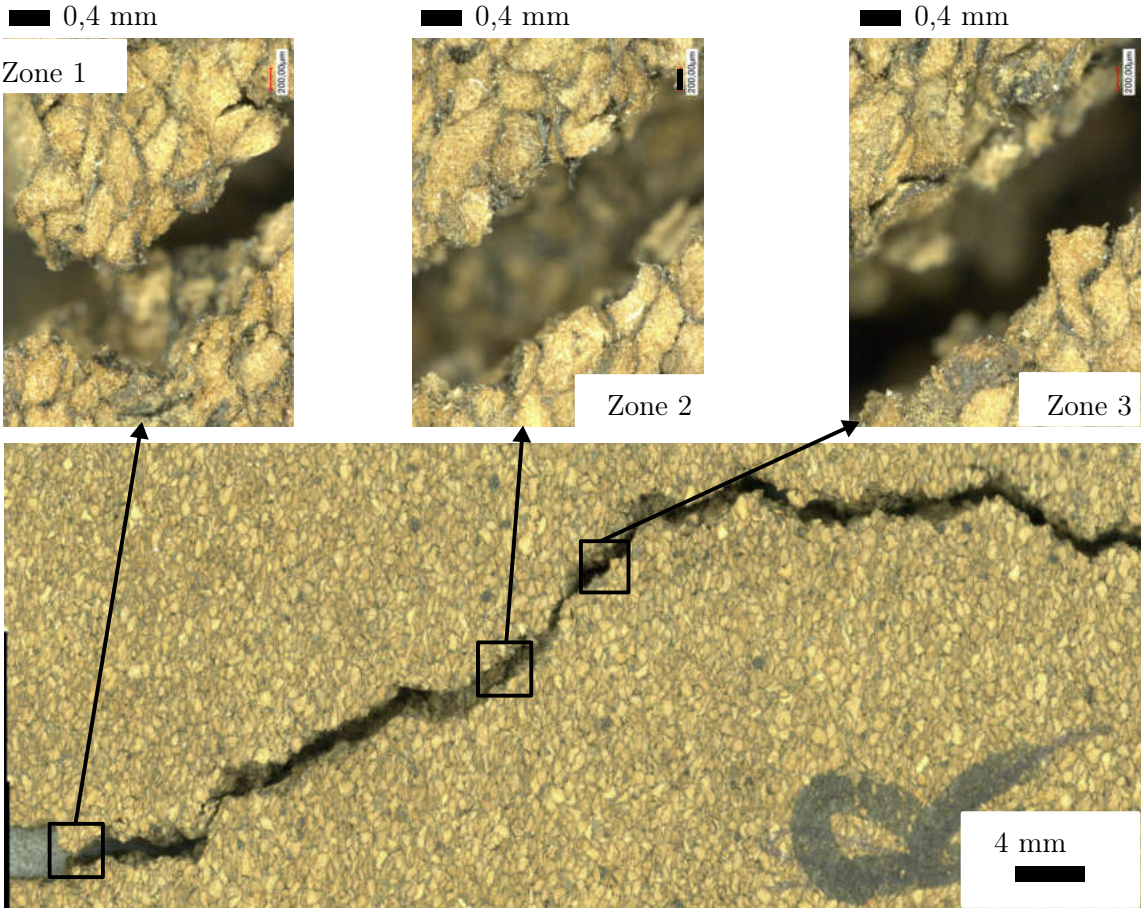
À partir de t=17 s, les longueurs de fissure sont similaires selon les deux directions de sollicitation (fig. 3.49). La longueur de fissure évolue ensuite de la même façon selon les deux directions de sollicitation.

Lors d'une traction jusqu'à rupture selon la direction hors-plan, la fissure se propage sans démontrer d'importantes bifurcations à l'échelle macroscopique. Au contraire, lors d'une sollicitation selon la direction dans-le-plan, la propagation de la fissure ne se fait pas macroscopiquement en ligne droite. Des d'arrêts de la fissure et des bifurcations sont constatés pendant sa propagation.

Pour une meilleure compréhension du rôle des fibres sur le comportement mécanique à rupture, des observations plus locales sont nécessaires.



(a) Hors-plan.



(b) Dans-le-plan.

Figure 3.50 – Observation au microscope optique du profil de rupture d'éprouvettes CT d'agglomérés de liège renforcés par des fibres courtes testées dans les directions hors-plan et dans-le-plan.

Échelle mésoscopique

Les profils de fissure ont été observés avec un microscope optique pour tenter de comprendre si la mésostructure pouvait être à l'origine de la propagation particulière des fissures dans un aggloméré de liège avec fibres lors d'une traction selon la direction dans-le-plan.

L'observation des profils de rupture montre que la fissure s'est propagée perpendiculairement à la direction de la sollicitation, dans le cas des éprouvettes de liège aggloméré sollicitées en traction selon la direction hors-plan (fig. 3.50(a)). Au début de la propagation, dans la zone 1 de la figure 3.50(a), la fissure semble se propager à travers les grains sans suivre les interfaces. Très rapidement, la fissure s'oriente localement, de façon à suivre ces interfaces (zone 2 de la fig. 3.50(a)). Des micro-branchements sont observés ainsi que des micro-fissures (zone 2 de la fig. 3.50(a)). Ces micro-fissures ne semblent pas reliées à la fissure principale d'après ces observations de la surface. Finalement sur toute la longueur restante de l'éprouvette, la fissure continue de s'orienter localement (zone 3 - fig. 3.50(a)) mais la fissure reste droite à l'échelle macroscopique (fig. 3.50(a)).

Pour une sollicitation en traction selon la direction dans-le-plan, à proximité de la zone d'amorçage, la fissure semble déviée par les interfaces intergranulaires (zone 1 - fig. 3.50(b)). Juste après cette zone, la fissure se propage perpendiculairement à la direction de sollicitation (fig. 3.50(b)). Cependant, après s'être propagée de 5 mm, la fissure bifurque à nouveau (fig. 3.50(b)). Les profils de rupture des éprouvettes de liège aggloméré renforcé selon la direction dans-le-plan démontrent tous cette alternance de zones de propagation perpendiculaire et de bifurcations locales importantes (zone 2 et 3 - fig. 3.50(b)).

Une concentration de fibres plus importante à une interface ou des contraintes géométriques pourraient provoquer cette réorientation locale. La réorientation de la fissure perpendiculairement à la direction de sollicitation serait complexifiée par la présence des fibres aux interfaces, c'est pourquoi dans les agglomérés sans fibres sollicités selon la même direction, aucune déviation aussi importante de la fissure principale n'a été constatée.

Bilan

Ces travaux ont montré que les fibres courtes rigides de carbone avaient un véritable rôle de renfort vis-à-vis du comportement mécanique d'agglomérés de liège, en compression mais également concernant le comportement à rupture sous une sollicitation en traction.

À l'échelle macroscopique

Les fibres permettent de rigidifier le matériau en compression et en traction sans pour autant diminuer la déformation à densification. Du fait du procédé de fabrication, l'orientation préférentielle des fibres, similaire à celle des grains de liège, accentue l'anisotropie du matériau en compression.

De plus les fibres courtes permettent à la fois, pour les deux directions, d'augmenter la résistance à l'amorçage d'une fissuration mais également la résistance à la propagation d'une fissure. L'ajout de fibres permet ainsi de palier en partie à l'un des principaux défauts observé pour une compression selon la direction dans-le-plan : l'apparition de fissures due à la traction générée par l'effet tonneau dans la direction hors-plan. L'addition de fibres courtes permet ainsi d'augmenter la résistance à l'extension des dommages.

À l'échelle microscopique

Les observations microscopiques ont montré qu'à cette échelle, l'ajout de fibres courtes ne modifiait pas les mécanismes de déformation en compression dans la partie cellulaire du composite. Les essais de compression cyclique ont toutefois montré qu'il y avait plus d'endommagement et de phénomènes de déformation irréversibles dans le matériau fibré. Cela permet aux agglomérés avec fibres d'absorber plus d'énergie lors d'une sollicitation en compression.

L'addition de fibres courtes influence également les mécanismes de rupture. La trajectoire de la fissure est principalement intra-granulaire pour les deux types d'agglomérés. L'agglomeré non renforcé présente principalement une fissuration à proximité de ses interfaces où les cellules sont pré-déformées en raison du procédé de fabrication. L'agglomeré renforcé présente lui une part plus importante de fissuration intra-granulaire interne. Les fibres à l'interface pourraient limiter la fissuration intra-granulaire périphérique en confinant les micro-fissures apparaissant dans les interphases.

Afin d'adapter les propriétés mécaniques des agglomérés aux besoins industriels, les fibres courtes rigides semblent donc une alternative intéressante. D'autres améliorations pourraient être réalisées par la suite en utilisant des fibres avec une longueur et une quantité optimisées [Alonso *et al.*, 2006] ou des traitements de surface adaptés à la résine et aux grains de liège.

3.5 Conclusions sur le comportement mécanique d'un aggloméré de liège haute densité

Un matériau aux mécanismes divers et complexes

La description du comportement mécanique d'agglomérés de liège a fait apparaître des mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture complexes. Cette description a été réalisée à différentes échelles d'observation : macroscopique, mésoscopique et microscopique.

L'ajout d'interfaces à l'échelle mésoscopique modifie les mécanismes de déformation en comparaison à un matériau cellulaire mono-échelle. En compression, les déformations se localisent principalement aux interfaces en début d'essai à cause de la présence de cellules endommagées en périphérie des grains de liège. Les déformations se développent ensuite sous la forme de bandes de localisation, perpendiculaires à la direction de compression.

La structure multi-échelles modifie également les mécanismes de rupture au sein des agglomérés. Ces mécanismes sont principalement intra-granulaires. Contrairement au liège naturel où la fissure se propage bien perpendiculairement à la direction de sollicitation, la fissure principale dans les agglomérés a tendance à suivre les interfaces inter-granulaires.

Une orthotropie marquée

Le chapitre précédent avait démontré que le procédé de fabrication générait une anisotropie de la mésostructure et de la microstructure. Dans ce chapitre, l'anisotropie du comportement mécanique en compression a été constaté et relié à la mésostructure des agglomérés de liège. Les essais préliminaires de rupture n'ont pas permis de montrer une anisotropie dans le comportement mécanique macroscopique en traction jusqu'à rupture. Toutefois des différences concernant les mécanismes de rupture ont pu être observées au niveau des chemins de fissuration à l'échelle mésoscopique.

Un renforcement possible

L'ajout de fibres courtes s'est avérée être une solution efficace pour l'amélioration du comportement mécanique d'agglomérés de liège à iso-densité. En considérant le comportement mécanique en compression ou en traction jusqu'à rupture, les fibres ont permis d'améliorer le module d'Young du matériau composite et de retarder l'amorçage et la propagation de fissure sans pour autant augmenter sa densité. L'énergie pouvant être absorbée par l'aggloméré est de plus augmentée par la présence des fibres, du fait de l'apparition de phénomènes d'endommagement et de déformations irréversibles supplémentaires.

Chapitre 4

Comportement mécanique d'un liège aggloméré composite sous sollicitations sévères

Sommaire

4.1 Moyens expérimentaux sous sollicitations sévères 154
4.1.1 Déformations infinitésimales 154
4.1.2 Essais en régime quasi-statique en température 156
4.1.3 Essais à différents régimes de sollicitation 157
4.1.4 Essais en régime dynamique intermédiaire en température 160
4.1.5 Observations des mécanismes de déformation sous sollicitations sévères . 161
4.2 Comportement visco-élastique des matériaux constitutifs 163
4.2.1 Dépendance du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs à la température 163
4.2.2 Dépendance du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs à la fréquence 168
4.2.3 Obtention des courbes maîtresses des agglomérés de liège 169
4.3 Influence découplée de la température et de la vitesse 176
4.3.1 Influence de la température en régime quasi-statique 176
4.3.2 Influence de la vitesse de déformation à température ambiante 183
4.3.3 Discussion sur l'influence découplée de la température et de la vitesse de déformation 192
4.4 Analyse de l'influence couplée de la température et de la vitesse de déformation 197
4.4.1 Choix des essais 197
4.4.2 Comportement mécanique en régime dynamique à chaud 197
4.4.3 Comportement mécanique en régime dynamique à froid 199
4.4.4 Équivalence temps/température à déformations finies 204
4.5 Conclusions sur l'influence des conditions sévères 211

Introduction

Ce chapitre présente les essais mis en place, ainsi que les résultats expérimentaux obtenus, qui ont permis d'étudier le comportement mécanique en compression d'agglomérés de liège sous sollicitations sévères. Dans le contexte d'une utilisation aéronautique, à une large plage de vitesses de déformations (de 10 s^{-5} à 10 s^2) et à des températures plus ou moins élevées vis-à-vis de l'ambiant. Comme pour le chapitre précédent, l'enjeu est de relier le comportement macroscopique de ces matériaux à leur structure aux échelles mésoscopique et microscopique.

Il apparaît directement trois observations :

— il est aujourd'hui techniquement difficile d'effectuer des observations locales lors de sollicitations en régime dynamique, et celles-ci sont aussi grandement mises en difficulté lorsque la température varie de -30 à 80°C.

— Malgré les limites dues aux conditions expérimentales, il apparaît nécessaire de dissocier l'influence provenant du matériau constitutif et des effets de la micro et mésostructure sur le comportement mécanique.

— le comportement intrinsèquement visco-élastique des matériaux polymères constitutifs du liège [Mano, 2002] apporte déjà un couplage entre les effets de température et de vitesse qui doivent être pris en compte dans l'analyse du comportement mécanique.

Dans ce dernier chapitre, uniquement la réponse en compression du matériau sera étudiée car elle correspond à la majorité des utilisations actuelles.

4.1 Moyens expérimentaux sous sollicitations sévères

Plusieurs dispositifs d'essais ont été employés afin de mettre en œuvre les tests mécaniques nécessaires à l'étude du comportement des matériaux cellulaires pour tenter de dissocier l'effet matériaux de l'effet structure. Le choix des dispositifs a principalement été dicté par leur plage de vitesse de déformation accessible ainsi que les taux de déformation maximum.

4.1.1 Déformations infinitésimales

Les essais en régime vibratoire permettent de s'affranchir des phénomènes de relaxation de contraintes du matériau qui peuvent perturber les mesures pendant les essais en régime quasi-statique. Il est de plus possible grâce à ces essais de caractériser le comportement mécanique, dans leur phase élastique linéaire, sur une large plage de fréquences et de températures.

Dans ces travaux, des essais d'*Analyse Mécanique Dynamique* ou *Dynamic Mechanical Analysis* (DMA) ont été utilisés pour caractériser le comportement mécanique visco-élastique des agglomérés de liège.

4.1.1.1 Principe de la DMA

Les essais DMA consistent à imposer une sollicitation dynamique harmonique à une fréquence f imposée et à mesurer sa réponse. Le signal de déformation $\varepsilon(t)$ peut s'écrire

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 sin(\omega t), \tag{4.1}$$

avec t le temps, $\omega = 2\pi f$ la pulsation et ε_0 l'amplitude du cycle de déformation (fig. 4.1). La contrainte résultante $\sigma(t)$ est supposée également harmonique, de même fréquence mais déphasée de δ (fig. 4.1) :

$$\sigma(t) = \sigma_0 sin(\omega t + \delta). \tag{4.2}$$

σ_0 est l'amplitude du cycle de contrainte et δ est l'angle de perte traduisant le déphasage entre la déformation appliquée et la contrainte induite.

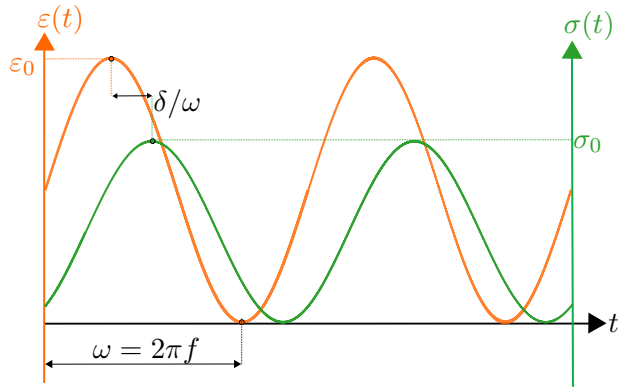


Figure 4.1 – Déformation appliquée à l'échantillon et contrainte résultante mesurée, déphasée d'un angle δ.

— Si la réponse du matériau est en phase avec la sollicitation appliquée alors $\delta = 0\,^\circ$, le comportement du polymère est *purement élastique*.

— Si la réponse du matériau est en déphasage, le comportement du polymère est *visco-élastique*.

— Si la réponse du matériau est en opposition de phase avec la sollicitation appliquée alors δ=90 $^\circ$, le comportement du polymère est purement visqueux et correspond au comportement d'un *fluide newtonien*.

Le comportement viscoélastique du matériau est représenté par un **module d'élasticité complexe** E^*_{DMA}, dépendant de la pulsation ω et de la température T de l'essai. Il est défini par :

$$E^*_{DMA}(\omega, T) = \frac{\sigma^*(\omega, T)}{\varepsilon^*(\omega, T)} \tag{4.3}$$

$$= E'(\omega, T) + iE''(\omega, T) \tag{4.4}$$

$$= E'(\omega, T) \times (1 + itan(\delta(\omega, T))), \tag{4.5}$$

où $\sigma^* = \sigma_0 \varepsilon^{i(\omega t + \delta)}$ et $\varepsilon^* = \varepsilon^{i(\omega t)}$.

La partie réelle du module complexe E'(ω, T) est appelée **module de conservation**. Elle traduit la capacité du matériau à conserver élastiquement et à restituer l'énergie de déformation. La partie imaginaire du module complexe E"(ω, T) est appelée **module de perte**. Elle représente la composante visqueuse du matériau. Le **facteur de perte** $\tan(\delta(\omega, T))$ est le rapport entre ces deux modules et exprime l'aptitude du matériau à dissiper sous forme de chaleur l'énergie mécanique.

Les essais DMA permettent d'estimer les valeurs de ces trois grandeurs en fonction de la fréquence et de la température de l'essai.

4.1.1.2 Dispositif expérimental pour la DMA

Les différentes éprouvettes ont été sollicitées en compression à l'aide de l'appareil Mettler Toledo I (fig. 4.2) contrôlé par le logiciel STARe. Les essais ont été réalisés au sein de la plateforme CANOE, Centre Technologique Nouvelle-Aquitaine des Composites et des Matériaux Avancés. Les éprouvettes, prismatiques à base rectangulaire, avaient pour dimensions 5×5×5 mm^3. Le déplacement imposé était de 5 μm (ou inférieur en fonction du module d'élasticité macroscopique de l'échantillon) ce qui correspond à une déformation de l'ordre de 0,1 %.

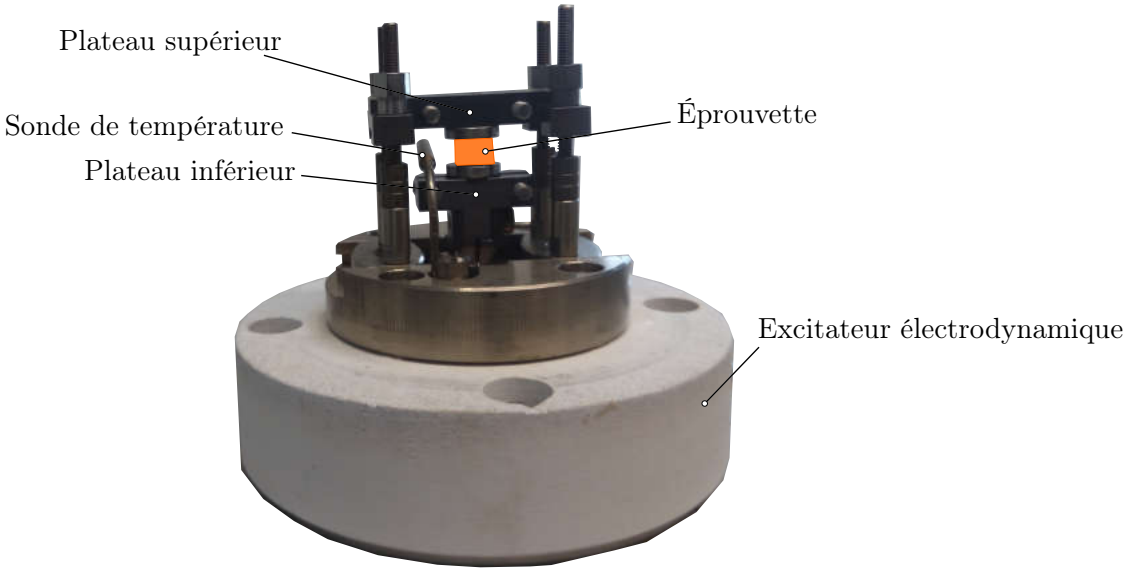


Figure 4.2 – Dispositif expérimental des essais DMA en compression réalisés à la plateforme CANOE.

Fréquence

Le balayage en fréquence a été réalisé entre 0,01 Hz et 100 Hz, soit 4 décades, avec trois points par décade (par exemple à 1 ; 2 et 5 Hz). Pour des fréquences trop importantes, une dérive des résultats peut avoir lieu en raison de la résonance de la machine d'essai [Placet et Foltête, 2010].

Température des essais

L'analyse dynamique mécanique est effectuée dans une enceinte thermique. Le balayage en température a été effectué entre -80°C et 150°C par pas de 10°C. Un maintien à température constante pendant 30 minutes est réalisé avant chaque balayage en fréquence afin d'obtenir une température stabilisée et homogène dans l'éprouvette.

4.1.2 Essais en régime quasi-statique en température

De la même manière qu'au chapitre précédent, des essais de compression en régime quasi-statique ont été menés sur les différents agglomérés. Cependant, ces essais ont ici été menés à différentes températures comprises entre -30 et 80°C afin d'étudier l'influence de la température sur le comportement mécanique non-linéaire du liège aggloméré. Les essais de compression en régime quasi-statique en température ont été menés à l'aide d'une machine électromécanique Zwick Roell munie d'un capteur de force de 250 kN. Des échantillons cubiques d'environ 20×20×20mm^3 ont été découpés à l'aide d'une scie à ruban. Ceux-ci sont préalablement conditionnés à une humidité relative de 50%.

Les températures auxquelles ont été comprimées les éprouvettes ont été choisies à partir des résultats obtenus par DMA dans cette étude et ceux de la littérature [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015b]. Ils ont ainsi été comprimés à [-30°C, -10°C, 25°C, 80°C] afin de tester le matériau dans son plateau caoutchoutique (80°C), dans sa zone de transition vitreuse (environ 25 et -10 °C) et le plus proche possible de son plateau vitreux à -80°C (-30°C). Avant et après chaque essai, la température à la surface de l'éprouvette a été mesurée à l'aide d'un thermomètre infrarouge laser.

La vitesse de déplacement de la traverse a été fixée à 5 mm min^{-1}, ce qui correspond à une vitesse de déformation macroscopique initiale de 4,2 10^{-3} s^{-1}. Au moins trois éprouvettes par condition d'essais ont été testées.

Haute température

Une enceinte climatique entourant la machine de compression couplée à des résistances a permis de réaliser les essais à 80°C. Les éprouvettes ont été placées dans leur sachet de conditionnement au moins 1 h avant l'essai. Ces sachets permettent de maintenir le taux d'humidité constant dans l'éprouvette pendant le stockage ou la mise en température de celles-ci. Une pesée avant et après chauffe a permis de vérifier que l'humidité contenue dans l'éprouvette était restée constante.

Basses températures

La même enceinte climatique a été utilisée pour tester les éprouvettes à -30 et -10°C. De l'azote liquide a permis la mise en température de l'enceinte. De la même manière qu'à chaud, les éprouvettes ont été placées dans leur sachet de conditionnement au moins 1 h avant l'essai afin d'assurer une température homogène dans l'éprouvette, compte tenu du caractère isolant du liège aggloméré.

Température ambiante

Les essais à température ambiante sont effectués à 26°C. Ces essais ont tous été réalisés le même jour, sans enceinte thermique.

Les mêmes méthodes de post-traitement que celles présentées dans le chapitre précédent pour les courbes force/déplacement ainsi que pour l'obtention des paramètres matériaux ont été utilisées, pour tous les essais.

4.1.3 Essais à différents régimes de sollicitation

L'un des principaux problèmes pour l'étude expérimentale à des vitesses de déformation élevées, sur une grande plage de déformation, réside dans le fait qu'il n'existe pas de moyen unique permettant de balayer une grande gamme de vitesses de déformation (de 10^{-4} à 10^{5} s^{-1}) [Sun et Li, 2018]. Ces dispositifs d'essais sont généralement répertoriés selon les vitesses de déformation qu'ils peuvent imposer. Pour accéder aux vitesses les plus lentes, des machines de type électro-mécanique, comme celle utilisée dans le chapitre précédent, sont utilisées. Les vitesses de déplacement de traverses qu'elles permettent d'atteindre n'excèdent habituellement pas 0,1 m s^{-1}. Au delà de ces vitesses, des machines hydrauliques sont utilisées. Les vitesses de déplacement imposées au matériau à tester peuvent alors atteindre 5 à 15 m s^{-1}.

Les machines à chocs, telles que la roue à grande inertie permettent d'atteindre des vitesses de déplacement plus importantes. Pour des vitesses très supérieures, la méthode la plus répan-

due s'appuie sur le principe de la barre de Kolsky-Hopkinson avec laquelle le chargement de l'éprouvette à tester s'effectue par propagation d'ondes. Cependant, les vitesses de déformation qui sont souvent mises en jeu pour la majorité des applications des matériaux cellulaires sont de l'ordre de quelques mètres par seconde et n'atteignent pas celles obtenues par barres d'Hopkinson. L'utilisation d'une roue à grande inertie a donc été privilégiée ici.

4.1.3.1 Régime quasi-statique

En régime quasi-statique, la même presse électro-mécanique que celle évoquée au chapitre 3 a été utilisée. Celle-ci est en effet capable d'imposer une vitesse de déplacement jusqu'à 600 mm min^{-1}. Les vitesses de déplacement imposées ici étaient de 0,05 ; 5 et 500 mm min^{-1}. Pour les éprouvettes cubiques de 20 mm de côté testées, cela correspond respectivement à une vitesse de déformation macroscopique de 4,2 10^{-5} s^{-1} ; 4,2 10^{-3} s^{-1} et 4,2 10^{-1} s^{-1}. Les essais ont été réalisés à température ambiante (26°C), en vérifiant la température des éprouvettes à l'aide d'un thermomètre infra-rouge laser avant et après essai.

4.1.3.2 Régime dynamique intermédiaire

Présentation du montage de la roue inertielle

Parmi les moyens présents au sein du laboratoire permettant d'atteindre des vitesses de déformation en régime dynamique, la roue inertielle possède la particularité de proposer un chargement à vitesse de déformation quasi-constante. Elle est schématisée dans la fig. 4.3.

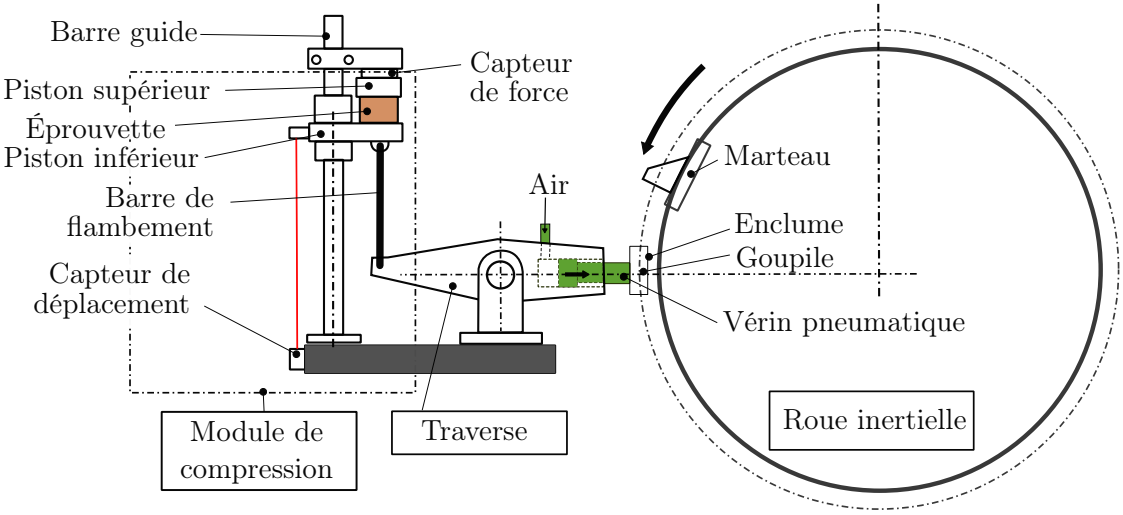


Figure 4.3 – Montage expérimental de la roue inertielle.

C'est un montage constitué d'une roue massive de 1 m de diamètre en acier dont la masse est de 600 kg de grande inertie (77 kg m^2). Cette roue est entraînée en rotation par un moteur asynchrone (fig. 4.3). La vitesse de rotation de la roue est imposée en entrée et donne accès à la vitesse de déplacement.

Un capteur piézoélectrique *KISTLER* type 9031A associé à un amplificateur de charge *KISTLER* 5018A1000 monté sur le plateau supérieur (fig. 4.4) est utilisé pour mesurer la force appliquée à l'éprouvette. Le capteur de force a été préalablement pré-contraint à une valeur de 5 kN entre deux disques métalliques. La sensibilité de cette cellule de charge est de -4,22 pC N^{-1} pour une plage d'effort de 0 à 20 kN. La linéarité du capteur est de $\pm 0,5\%$ et sa précision est de 0,02 N. Les températures d'utilisation sont entre -196°C et 200°C.

Un capteur laser *Micro-epsilon LD1627-27* mesure le déplacement du plateau inférieur (fig. 4.4). Sa plage d'acquisition est de 20 mm répartie de -10 à 10 V. La linéarité du capteur est de 40 μm et son erreur en statique est de 6 μm. Les températures d'utilisation sont entre -20°C et 80°C.

L'acquisition des signaux de force et de déplacement a été réalisée avec une carte National Instrument NI USB-6361 reliée à une caméra rapide Photron SA5, dont le montage est présenté plus loin. La fréquence d'acquisition des signaux de force et déplacement était de 93 kHz, ce qui correspondait à dix points par cliché de l'éprouvette.

Lors des essais réalisés, la mesure de déplacement a également pu être déterminée par analyse d'images numériques. Un suivi de cible a été opéré afin de comparer les deux mesures de déplacement. Les résultats de cette comparaison peuvent être retrouvés en Annexe C.3. Ils montrent que les deux mesures de déplacement sont très similaires.

Fonctionnement de la roue inertielle

Le moteur asynchrone est mis en marche à une vitesse de rotation ω_{roue} donnée. Lorsque la vitesse de rotation souhaitée (entre 1 et 4 Hz) est atteinte, l'opérateur actionne un vérin pneumatique qui déplace l'enclume vers la roue (fig. 4.3). Le marteau, fixé sur la roue, vient alors impacter l'enclume et provoque ainsi la rotation du levier qui met en mouvement la tige de flambement. Celle-ci appuie alors sur le plateau mobile de compression (fig. 4.3). L'échantillon est ainsi comprimé. À une force pré-déterminée à l'avance, la tige flambe, faisant ainsi office de fusible et empêchant la ruine du montage [Viot, 2009].

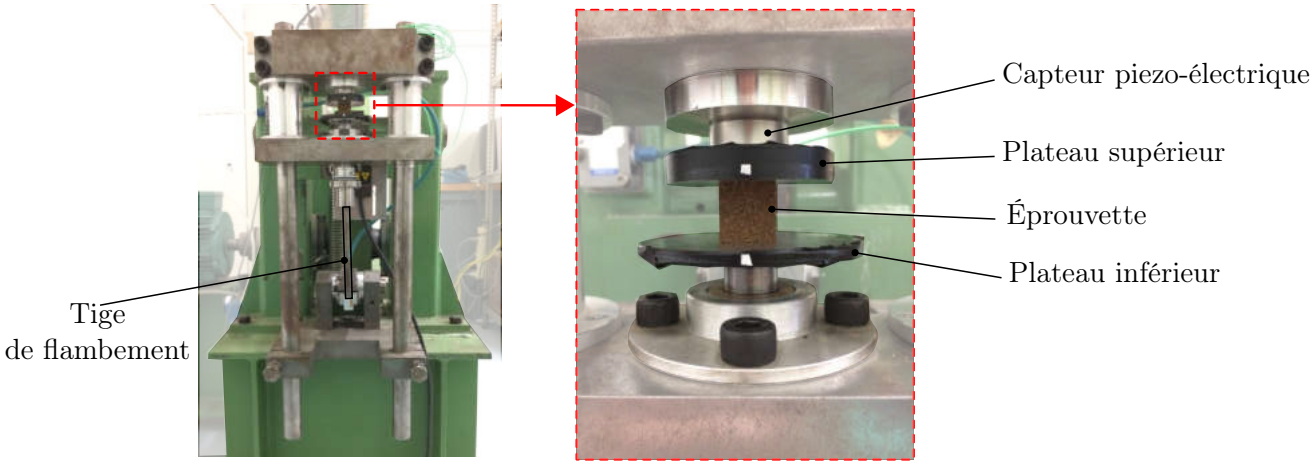


Figure 4.4 – Vue de face du montage de compression de la roue inertielle et agrandissement sur la zone de compression.

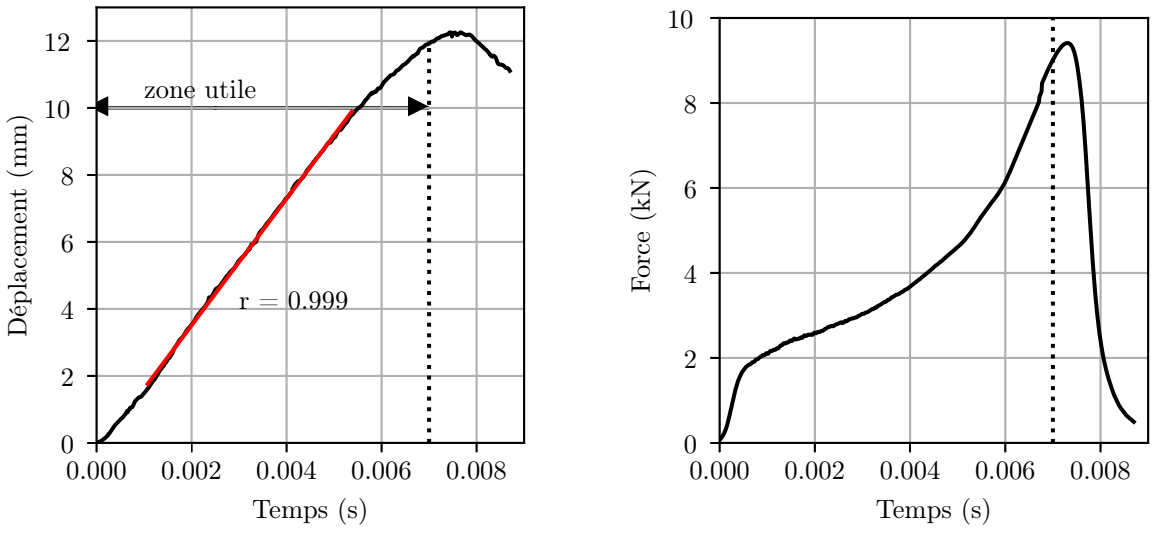
Il est important de noter que la décharge n'est pour ce montage pas contrôlée et donc ne s'opère pas à la même vitesse de déplacement que la charge. C'est pourquoi la décharge ne sera pas tracée pour les essais de compression sur roue.

La grande quantité d'énergie cinétique disponible est telle, qu'elle permet de supposer que la roue n'est pas ralentie par le choc avec l'enclume [Froustey *et al.*, 2007]. La vitesse de déplacement peut-être considérée comme constante sur une plage de temps au cours de l'essai comme cela peut-être constaté sur le signal de déplacement en fonction du temps visible sur la fig. 4.5a.

Les mêmes éprouvettes cubiques conditionnées que pour la compression en régime quasi-statique sont utilisées. Des essais avec du liège aggloméré avec et sans fibres sont ainsi menés à température ambiante.

Signaux bruts

Des signaux de la force et du déplacement en fonction du temps sont obtenus grâce aux capteurs (fig. 4.5). Le signal de force en fonction du temps (fig. 4.5b) démontre une évolution représentative de la réponse d'un matériau cellulaire.



(a) Signal de déplacement.

(b) Signal de force.

Figure 4.5 – Signal de brut en fonction du temps lors d'un essai de compression réalisé avec la roue inertielle sur une éprouvette de liège aggloméré renforcé testé dans la direction dans-le-plan à température ambiante (26°C) à une vitesse de sollicitation autour de 2,1 m/s.

Post-traitement des données

À partir des données brutes obtenues, les calculs de la contrainte ingénieure σ^* et de la déformation logarithmique macroscopique ε^* sont réalisés de la même manière que présenté au chapitre 3 (p.100), pour les essais quasi-statiques. Les paramètres matériaux sont ensuite calculés à partir de ces courbes.

4.1.4 Essais en régime dynamique intermédiaire en température

4.1.4.1 Conception d'un système de mise en température sur la roue inertielle

Un système de mise en température adapté à la roue inertielle a été conçu afin de réaliser les essais en température à haute vitesse de déformation (fig. 4.6).

Le système comprend trois parties :

— un micro-contrôleur Arduino qui joue le rôle de thermostat.

— Une boîte *échangeur* en bois stratifié où se situent à l'intérieur une résistance électrique et l'arrivée d'azote. Des échangeurs de chaleurs y sont également placés afin de maximiser les échanges thermiques pendant la mise en température de l'air contenu dans la boîte. À chaque extrémité de la boîte se trouve un ventilateur.

— Une boîte *isolante* réalisée en liège aggloméré qui vient créer un environnement isolé thermiquement autour de la zone d'essai sur la roue inertielle.

L'air est réchauffé ou refroidit dans la boîte *échangeur*. Les deux boîtes *échangeur* et *isolante* sont reliées par un tube en acier isolé. Les ventilateurs viennent créer un circuit d'air qui amène

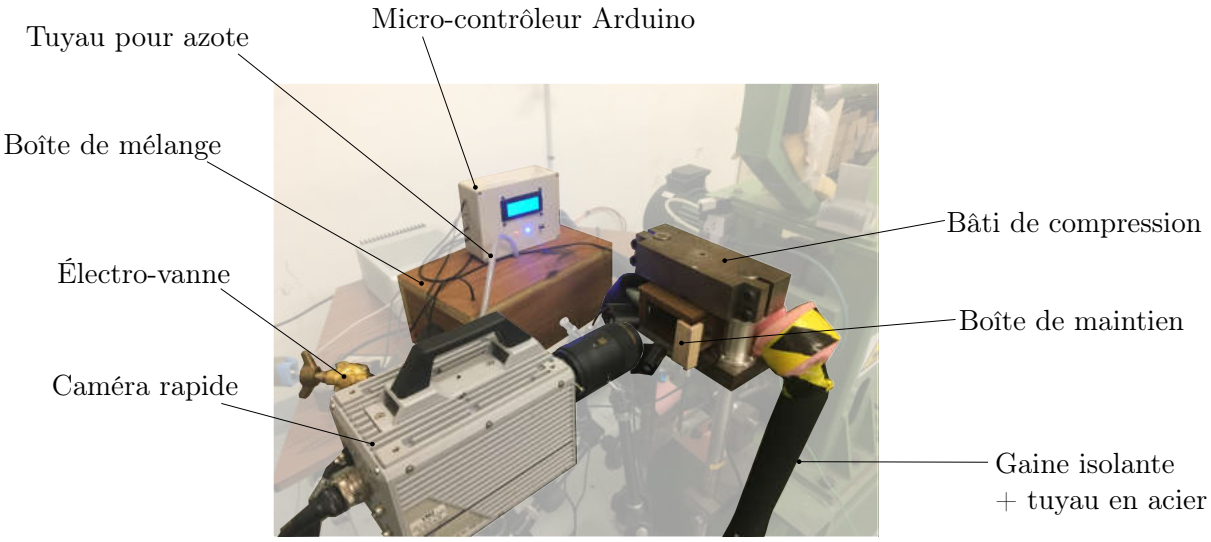


FIGURE 4.6 – Montage pour la réalisation d'essais de compression en régime dynamique en température. Mise en place du système de mise en température.

la boîte isolante à la température voulue. Des précisions sur le montage de mise en température et sa conception peuvent être trouvées en Annexe F.

4.1.5 Observations des mécanismes de déformation sous sollicitations sévères

4.1.5.1 Observations en régime quasi-statique

L'observation de la déformation à la surface des éprouvettes en régime quasi-statique a été réalisée pour les essais effectués aux vitesses de déplacement de 5 mm s^{-1} grâce à un appareil photo numérique Canon EOS 5D. Ce montage a pu être mis en place pour les essais à température ambiante et à froid.

À froid, des lampes LED ont été installées dans l'enceinte thermique afin d'obtenir une luminosité suffisante pour l'exploitation des images. La présence de ces lampes pouvant causer un échauffement des éprouvettes, leur température a été vérifiée juste après la fin de l'essai. L'enceinte thermique était fermée mais l'observation de la déformation de l'éprouvette était possible par une fenêtre. Les images ainsi obtenues ainsi que leur histogrammes sont présentés en Annexe C.1.

4.1.5.2 Observations en régime dynamique

Essais à température ambiante

Une caméra rapide Photron SA5 a été utilisée pour observer la déformation à la surface des éprouvettes en régime dynamique (fig. 4.7). Les temps de sollicitation sur la roue sont en effet beaucoup plus brefs qu'en régime quasi-statique. Le même objectif macro SIGMA a été utilisé. La fréquence d'acquisition des images a été fixée à 9300 Hz. La vitesse d'obturation a été augmentée à 20000 Hz afin de garantir la netteté des clichés. La surface de l'éprouvette est éclairée à l'aide de lampes placées de part et d'autre de la caméra (fig. 4.7). La mise au point est réalisée manuellement avant l'essai.

Par rapport au régime quasi-statique, la résolution des images obtenues est inférieure. À une fréquence de 9300 Hz, la résolution des image était de 1024×800 pixels. Cette fenêtre permet d'observer la surface d'une éprouvette dans sa totalité avec un objectif macroscopique.

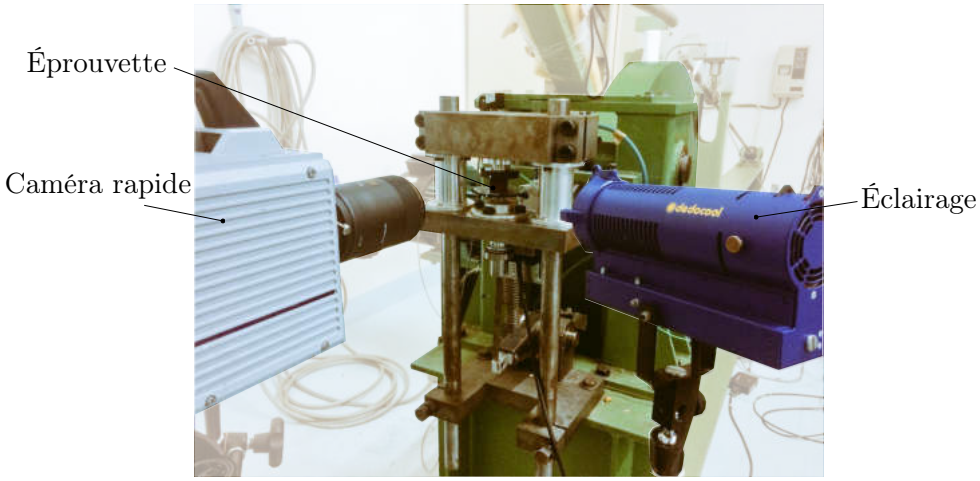


Figure 4.7 – Montage sur roue inertielle pour l'observation des champs de déformation à la surface des éprouvettes sollicitées en régime dynamique à température ambiante.

Essais en régime dynamique en température

Les essais en régime dynamique en température ont été filmés avec la même caméra rapide (fig. 4.6). Plus de luminosité était nécessaire dans la zone d'essai, à cause la présence de la boîte *isolante*. De ce fait, l'éclairage a dû être rapproché au maximum de la surface de l'éprouvette. Des lumières LED ont ici été utilisées afin de minimiser l'échauffement de l'éprouvette, avant tout pour les essais réalisés à -20°C. Les clichés réalisés ainsi que l'analyse de leur histogramme peuvent être retrouvé en Annexe C.1.

4.1.5.3 Corrélation d'images numériques

La technique de corrélation d'images a encore une fois été utilisée pour étudier l'influence de la vitesse de déformation et de la température sur les déformations, à la surface des éprouvettes.

Essai	Zones d'étude (mm)	Zones d'étude (px)	Pas (mm)	Pas (px)
Régime quasi-statique	0,5	67	0,05	7
Régime dynamique	0,5	15	0,05	2

Tableau 4.1 – Paramètres de corrélation d'images choisis selon les essais de compression à différents régimes de sollicitation.

Le ratio mm/pixel n'est pas le même entre les images réalisées avec l'appareil photo et celles réalisées avec la caméra rapide. Ce ratio est de 0,0078 mm/pixel en régime quasi-statique et de 0,034 mm/pixel en régime dynamique.

Si une taille constante en pixels est choisie pour les paramètres de corrélation d'images, il y aura un lissage spatial plus important pour les essais en régime dynamique. Les paramètres du traitement par corrélation d'images ont été définis en millimètres (tab. 4.1). À l'aide du ratio mm/pixel, ces paramètres pour les images en régime quasi-statique et en régime dynamique ont pu être obtenus en pixels (tab. 4.1).

4.2 Comportement visco-élastique des matériaux constitutifs

Ces travaux cherchent à améliorer la compréhension de l'influence des conditions expérimentales sur le comportement mécanique des agglomérés de liège, qu'elles soient température ou vitesse de déformation. Pour cela, le comportement mécanique des matériaux constitutifs des agglomérés de liège vis-à-vis de ces conditions doit à minima être dissocié des autres mécanismes influençant la dépendance à la température et à la vitesse de déformation.

Dans un premier temps, il est proposé un essai qui ne met, à priori, en jeu que les matériaux constitutifs et qui permet de caractériser leur comportement visco-élastique : l'essai DMA. Ces essais ayant lieu à très faible déformation, la compression n'a lieu qu'au début de la partie pseudo-linéaire du comportement mécanique des agglomérés. Le chapitre 3 a montré qu'à priori, dans cette région, les principaux mécanismes de déformations étaient de la compression au niveau des interfaces et de la flexion au niveau des parois cellulaires. Il n'y donc ni compression importante du gaz, ni flambement qui ont lieu lors des essais DMA. Seule la dépendance à la température du matériau constitutif des parois et de la résine entre grains est donc à priori étudiée avec les essais DMA en compression [Rodríguez-Pérez *et al.*, 2000].

4.2.1 Dépendance du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs à la température

Ces essais sont utilisés pour étudier la dépendance du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs des agglomérés à la température.

4.2.1.1 Comportement visco-élastique du liège aggloméré à différentes températures

Les spectres DMA à 1 Hz, entre -80 et 150°C sont obtenus pour les agglomérés de liège avec et sans fibres sollicités dans les directions hors-plan ou dans-le-plan (fig. 4.8). L'évolution du module de conservation E', du module de perte E'' et du facteur de perte tan δ en fonction de la température sont visibles dans les figures fig. 4.8(a), 4.8(b) et 4.8(c), respectivement.

Description des courbes DMA

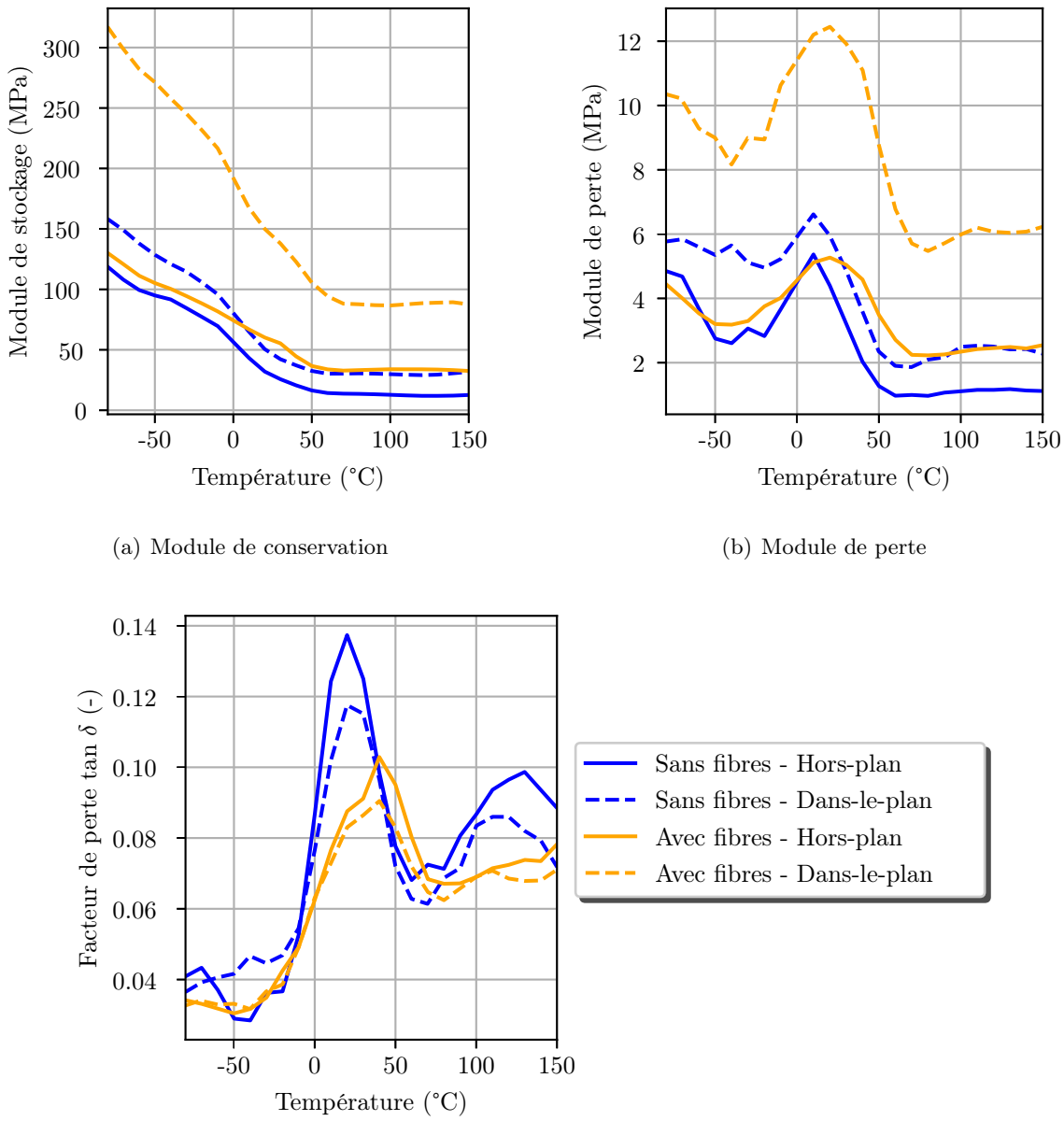
Pour tous les matériaux testés, le module de conservation (fig. 4.8(a)) sur cette plage de température ne fait que décroître pour atteindre un plateau à partir de 50°C. Ce plateau correspond au plateau caoutchoutique des agglomérés de liège. Dans cet état, les chaînes apparaissent souples sans pour autant qu'il y ait écoulement.

Le module de perte E'' montre deux pics distinctifs (fig. 4.8(b)). Un premier est proche de -80°C et n'est pas visible entièrement. Le second se trouve à 20°C à 1 Hz. Le module de perte semble augmenter à nouveau légèrement, vers les hautes températures.

Enfin le facteur de perte $tan\ \delta$ démontre trois pics (fig. 4.8(c)). Un premier se trouve proche de -80°C. Un second pic, très large puisqu'il commence vers -10°C et finit à 60°C, a son maximum proche de 15°C. Enfin un troisième pic, peu visible pour le module de perte, est bien identifiable à 120°C.

Analyse des courbes DMA

Le premier pic du facteur de perte $tan\ \delta$ à -80°C peut être relié à une relaxation secondaire β d'un ou de plusieurs des polymères qui constituent les parois cellulaires du liège [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015a]. Cela signifie que le plateau vitreux, difficilement identifiable avec le module de



(a) Module de conservation

(b) Module de perte

(c) Facteur de perte

Figure 4.8 – Spectre DMA en fonction de la température d'un liège aggloméré (NR) et d'un liège aggloméré renforcé avec des fibres (R) sollicités en compression à une fréquence de 1 Hz dans les directions hors-plan(HP) et dans-le-plan (DP).

conservation E' se terminerait à -80°C. À l'état vitreux, les grands mouvements de chaînes de polymères sont presque impossibles. Seul des mouvements locaux de parties de chaînes peuvent avoir lieu. Les déformations sont donc faibles et les modules élevés.

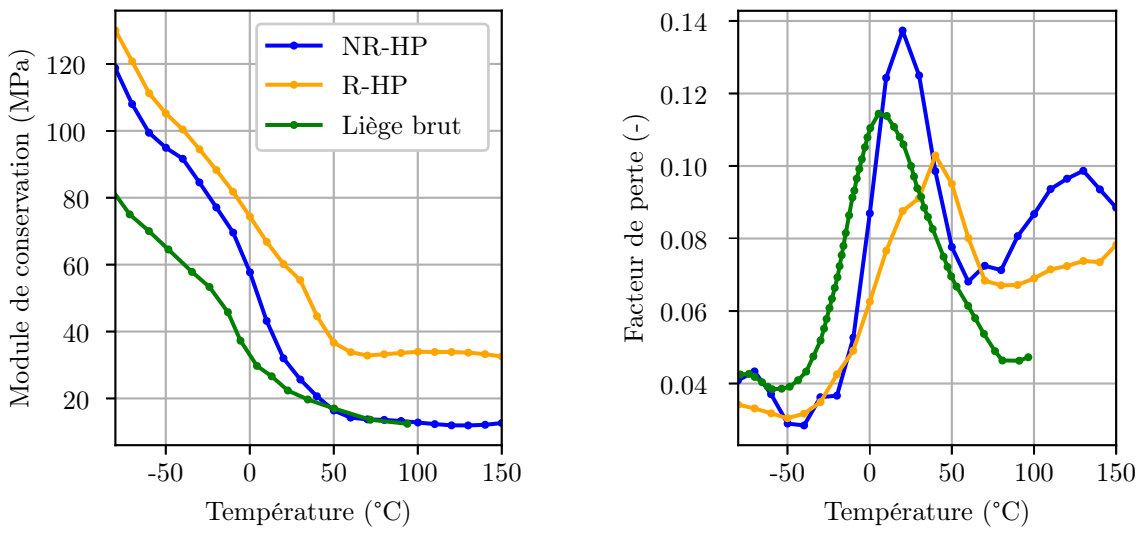
Le second pic du facteur de perte $tan\ \delta$, à 15°C, est identifié comme correspondant à la relaxation principale α de certains des composants des parois du liège. Cette transition est associée à l'augmentation des mouvements des macro-molécules à large échelle. Les déplacements des chaînes moléculaires sont ainsi facilités. Cela explique la chute importante du module de conservation E' dans cette zone de transition. Le maximum du pic est ici utilisé pour identifier la température de transition vitreuse T_g.

Ces analyses sont en accord avec les travaux de Lagorce-Tachon *et al.* [2015a] et de Mano [2002] réalisés sur du liège brut. La température de transition vitreuse T_g des agglomérés de liège étudiés ici se trouve entre 15 et 20°C. La zone de transition vitreuse des agglomérés de liège se situe donc à température ambiante, ce qui rend leur comportement mécanique très dépendant de faibles variations de température autour de 20°C.

4.2.1.2 Influence de la résine sur le comportement visco-élastique du liège aggloméré

Le liège aggloméré étant constitué de différents matériaux polymères, la question de la part de chacun dans le comportement visco-élastique des agglomérés de liège peut se poser. S'il est difficile de dissocier les comportements des différents matériaux constitutifs des parois, il est par contre possible d'étudier l'influence de la résine ajoutée au liège sur le comportement visco-élastique.

Le module de conservation E' et le facteur de perte $tan\ \delta$ des deux agglomérés comprimés selon la direction hors-plan ont été comparés à celui d'une éprouvette de liège brut, comprimée selon la direction radiale (fig. 4.9). Les données du liège brut testé à la même fréquence (1 Hz) sont issus des travaux de Lagorce-Tachon *et al.* [2015a].



(a) Module de conservation

(b) Facteur de perte

Figure 4.9 – Spectre DMA en fonction de la température du liège aggloméré avec fibres et sans fibres testés dans la direction hors-plan à 1 Hz comparé au liège brut testé dans la direction radiale à 1 Hz issu des travaux de Lagorce-Tachon *et al.* [2015a]

Les modules de conservation E' des deux agglomérés évoluent de la même manière que celui du liège brut sur la plage de température étudiée (fig. 4.9(a)). Ceux-ci décroissent fortement de -80 à 10°C puis plus lentement de 10 à 150°C marquant ainsi le plateau caoutchoutique. La valeur de ce module est plus importante dans le cas des agglomérés. Cela serait lié à la présence de la résine dans les agglomérés qui est plus rigide que les particules de liège [Menager *et al.*, 2019].

Le facteur de perte est également supérieur pour l'aggloméré sans fibres en comparaison à du liège brut (fig. 4.9(b)). Plus d'énergie est donc dissipée par l'aggloméré non-renforcé. Les ordres de grandeurs des valeurs restent cependant relativement comparables. Le maximum est à 0,14 pour l'aggloméré non-renforcé et à 0,11 pour le liège brut. La différence pourrait provenir

de la présence d'interfaces entre grains permettant de dissiper plus d'énergie. La variabilité de la structure et de la composition chimique du liège [Pereira, 2013] pourraient également être la source de cette différence.

Le maximum du pic de la transition principale du liège est décalé vers des températures plus importantes pour les deux agglomérés par rapport à du liège brut. Ce décalage est associé au fait que les chaînes polymères du liège sont légèrement plus contraintes en présence de la résine PFA par rapport au liège brut [Menager *et al.*, 2019].

Ainsi entre -80 et 150°C, la résine ne joue qu'un rôle mineur sur la dépendance à la température des agglomérés étudiés. Son rôle principal est de rigidifier le matériau. Il y a donc une augmentation de l'énergie stockée élastiquement dans les agglomérés par rapport au liège brut. La présence de résine décale également de quelques degrés la zone de transition principale du liège.

4.2.1.3 Influence des fibres sur la rigidité

Le module de conservation E' est plus élevé pour les éprouvettes d'aggloméré renforcé (fig. 4.8(a)). Cette observation est en accord avec ce qui a déjà été observé dans le chap. 3, en régime quasi-statique. Ce module plus important pour les agglomérés avec fibres serait donc dû à la rigidité très supérieure des fibres courtes (E_f = 230 GPa) par rapport à la résine ou aux particules de liège.

La différence des modules de conservation E' pour une même direction de compression entre les deux types d'agglomérés de liège, $E'_R - E'_{NR}$, a été calculée (fig. 4.10). Cette différence est relativement stable pour une sollicitation dans la direction hors-plan (fig. 4.10).

Une augmentation de la différence est visible entre 0 et 50°C, c'est-à-dire dans la zone de transition du liège. Cette variation est principalement due au décalage de la température de transition causé par la présence de fibres. Tandis qu'à partir de 0°C, le module de conservation E' du liège sans fibres décroît rapidement, celui de l'aggloméré avec fibres décroît plus lentement à ces températures (fig.4.9(a)).

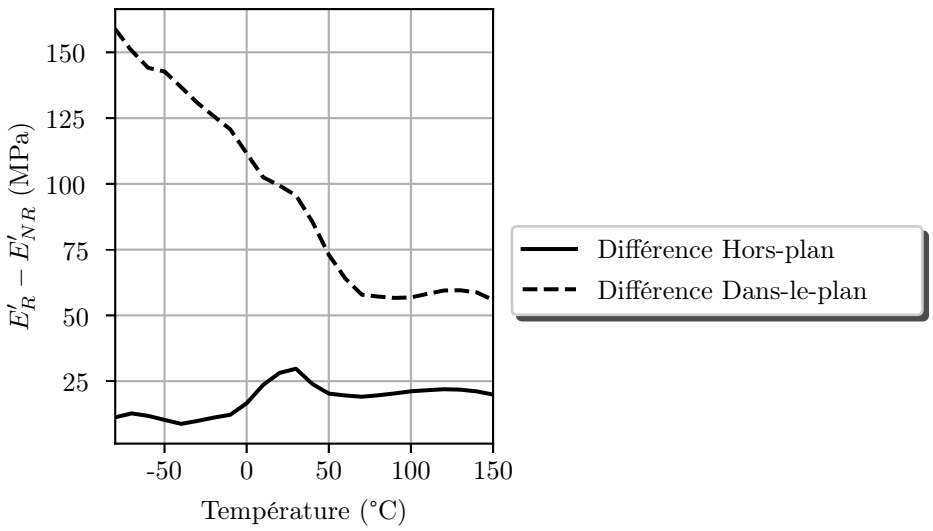


Figure 4.10 – Différence des modules de conservation E' des agglomérés de liège sans et avec fibres ($E'_R - E'_{NR}$), dans les directions hors-plan et dans-le-plan sur une large gamme de températures.

4.2.1.4 Influence de l'orientation des fibres sur le caractère élastique

Comme en régime quasi-statique, l'augmentation de la rigidité causée par la présence de fibres courtes rigides est beaucoup plus importante pour les éprouvettes testées dans la direction dans-le-plan (fig. 4.10). La différence de module de conservation E' entre les deux types de liège aggloméré testés dans la direction hors-plan n'est jamais supérieure à 30 MPa. Tandis que dans la direction dans-le-plan, cette différence est toujours supérieure à 50 MPa et peut atteindre plus de 150 MPa à basse température (fig. 4.10).

L'anisotropie supplémentaire entre les directions hors-plan et dans-le-plan causée par l'ajout de fibres est avant tout marquée aux températures basses et modérées. La différence entre les deux directions diminue avec l'augmentation de la température et se stabilise à partir de 50°C (fig. 4.10).

Avant et pendant la zone de transition du liège, les matériaux polymères de l'aggloméré de liège sont assez rigides et la majeure partie de l'effort pourrait ainsi être transmis aux fibres. À cause de leur orientation préférentielle dans le plan (Oxy), les fibres seront plus sollicitées lorsque le liège aggloméré est testé dans la direction dans-le-plan. Tandis qu'à haute température, et d'autant plus quand la résine s'approche elle aussi de sa température de transition vitreuse (vers 100°C), l'ensemble des matériaux polymères ne sont plus assez rigides. Ils ne peuvent alors plus transmettre convenablement les efforts et donc l'effet des fibres est amoindri.

4.2.1.5 Influence de la présence de fibres sur le caractère visqueux

Une modification du pic principal correspondant à la relaxation α du liège est également observée sur le facteur de perte (fig. 4.8(c)). Pour les agglomérés avec fibres, ce pic est moins intense mais plus large et le maximum est déplacé vers des températures plus élevées.

La température de transition vitreuse T_g est autour de 20°C pour les agglomérés de liège, tandis qu'elle se situe autour de 40°C pour l'aggloméré renforcé (tab. 4.2). Les chaînes polymères dans les parois cellulaires du liège seraient plus contraintes en présence de fibres courtes par rapport à un aggloméré de liège classique. Le décalage du coefficient de dilatation thermique qui est relativement faible pour les fibres ex-PAN par rapport aux polymères pourrait expliquer un tel phénomène [Dong et Gauvin, 1993].

Matériau	T_g [°C]
Liège aggloméré HP	20,2
Liège aggloméré renforcé HP	40,3
Liège aggloméré DP	20,2
Liège aggloméré renforcé DP	40,3

Tableau 4.2 – Données extraites des résultats DMA. Température de transition vitreuse $T_g$mesurée au maximum de tan δ.

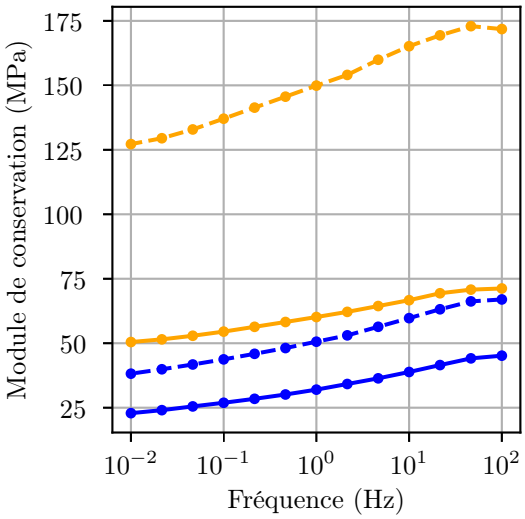
L'évolution du module de perte E'' ne semble pas être modifiée par l'ajout de fibres (fig. 4.8(b)). En effet, les éprouvettes avec fibres sollicitées dans la direction hors plan présentent des valeurs du module de perte plus élevées mais avec une évolution similaire à celle des éprouvettes non fibrées (fig. 4.8(b)).

Le module de perte E'' du liège aggloméré renforcé testé dans la direction dans-le-plan est beaucoup plus important comparé à l'autre direction et aux autres matériaux. Les fibres étant beaucoup plus sollicitées dans cette direction, il est probable qu'il y ait plus de contact entre elles et donc plus de frottements. Plus d'énergie sera alors dissipée sous forme de chaleur au cours de la sollicitation.

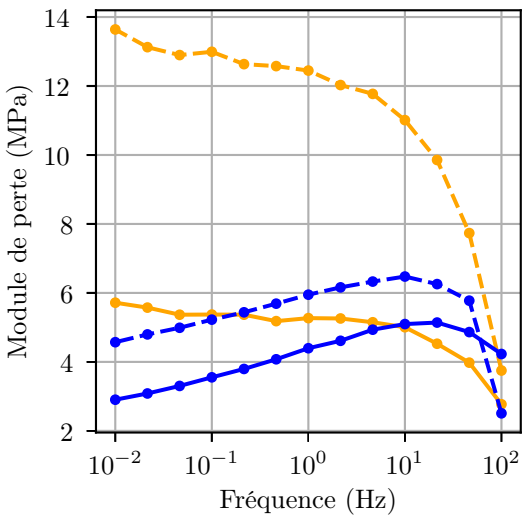
L'amortissement des agglomérés de liège est diminué par l'ajout de fibres mais reste relativement important (fig. 4.8(c)). Ceci suggère une bonne adhérence dans l'aggloméré renforcé entre les différents composants. L'interface peut donc jouer son rôle dans le transfert de la charge.

4.2.2 Dépendance du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs à la fréquence

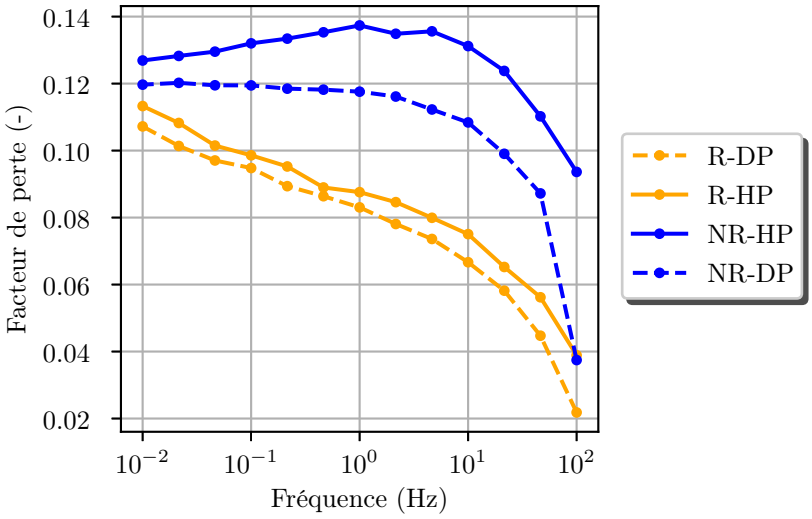
Les essais DMA permettent également de décrire l'évolution du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs avec la fréquence f de sollicitation (fig. 4.11).



(a) Module de conservation



(b) Module de perte



(c) Facteur de perte

Figure 4.11 – Spectre DMA sur une plage de fréquence de [0,01 Hz ;100 Hz] d'un liège aggloméré et d'un liège aggloméré renforcé avec des fibres sollicité en compression à 20°C dans les directions hors-plan(HP) et dans-le-plan (DP).

Description des courbes DMA

La figure 4.11 montre l'évolution du module de conservation E' (fig. 4.11a), du module de perte E'' (fig. 4.11b) et du facteur de perte $tan\ \delta$ (fig. 4.11c) issus de la DMA en fonction de la fréquence à une température de 20°C. Quels que soient le matériau et la direction sollicitée, une augmentation du module de conservation E' avec la fréquence est observée (fig. 4.11a). La rigidité des agglomérés augmente ainsi avec la fréquence.

Le module de perte E'' est relativement stable de 0,01 à 10 Hz pour le liège aggloméré avec fibres, puis à partir de cette fréquence, il diminue de façon importante (fig. 4.11b). Cette diminution est également observée pour le liège aggloméré sans fibres, cependant avant 10 Hz, le module de perte augmente linéairement avec la fréquence (fig. 4.11b). Au delà de 10 Hz à 20°C, le caractère visqueux des agglomérés est donc de moins en moins marqué.

L'évolution du facteur de perte $tan\ \delta$ peut être expliquée par celle du module de conservation E' et du module de perte E'' (fig. 4.11c). Comme $tan\ \delta = E''/E'$, la diminution abrupte du module de perte E'' à partir de 10 Hz associée à l'augmentation constante du module de conservation E' causent la diminution importante du facteur de perte $tan\ \delta$ pour tous les matériaux.

Analyse des courbes DMA

Les valeurs de module de conservation E' entre 10^{-2} Hz et 100 Hz varient de 125 à 175 MPa pour l'aggloméré avec fibres comprimé selon la direction dans-le-plan (fig. 4.11a). D'après les essais DMA réalisés à différentes températures (fig. 4.8a), ces valeurs, ainsi que celles des autres types d'agglomérés, indiquent que les essais sont menés dans la zone de transition des agglomérés.

L'évolution du module de perte E'' (fig. 4.11b)et du facteur de perte $tan\ \delta$ (fig. 4.11c) avec la fréquence de tous les matériaux confirment cette observation. Ces deux paramètres diminuent tous les deux de la même manière qu'entre 10 et 40°C (fig. 4.8).

Ainsi, balayer cinq décades de fréquences ne permet pas d'étudier les différentes zones du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs. De plus, une plage de fréquence de cinq décades est équivalent à une plage de température de 30°C. L'influence de la fréquence est donc beaucoup moins importante que celle de la température sur le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs.

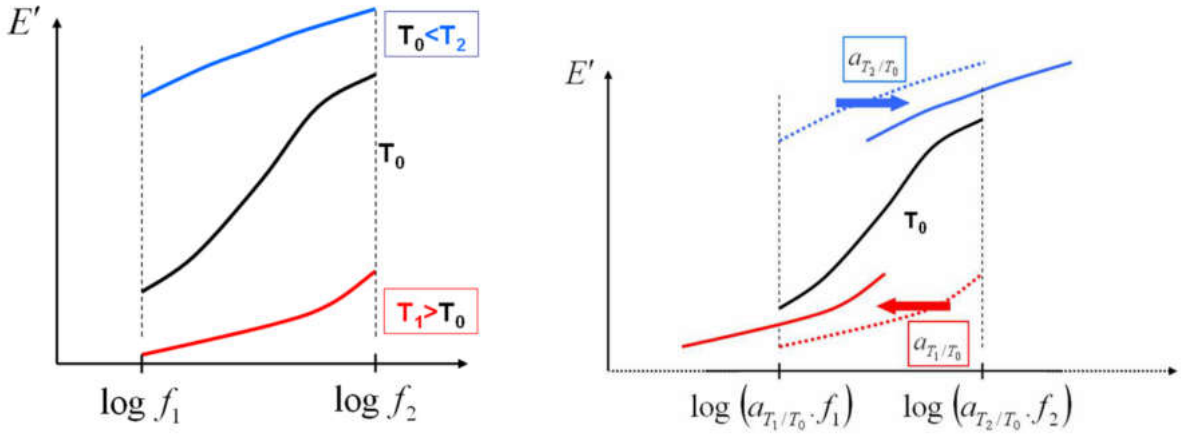
4.2.3 Obtention des courbes maîtresses des agglomérés de liège

4.2.3.1 Principe de l'équivalence temps/température

Une équivalence entre l'influence de la vitesse de déformation et celle de la température est souvent évoquée pour les propriétés visco-élastiques des matériaux polymères. Elle est appelée **équivalence temps/température** (TTSP pour *time/temperature superposition principle*) [Williams *et al.*, 1955]. Le comportement mécanique de ces matériaux à basse température pour des vitesses de déformation importantes est équivalent à celui de ce même matériau à haute température pour des vitesses de déformation faibles.

Cette équivalence est due au fait que la dépendance du comportement visco-élastique des polymères à la température et la dépendance du comportement visco-élastique à la vitesse de déformation possèdent la même origine [Prime, 2005]. Le temps nécessaire au mouvement des macro-molécules pour atteindre une déformation correspondant à la contrainte appliquée cause à la fois une dépendance du comportement mécanique visco-élastique à la vitesse de déformation et une dépendance de ce comportement à la température. À haute température et basse vitesse de déformation, cette mobilité moléculaire est favorisée.

Pour mettre en évidence ce principe d'équivalence temps-température des matériaux au comportement visco-élastique, une **courbe maîtresse** peut être tracée à partir des courbes réalisées à différentes températures sur une plage de fréquences donnée [Williams *et al.*, 1955]. La fig. 4.12(a) présente l'évolution du module de conservation E' d'un matériau en fonction de la fréquence pour trois températures T_0, T_1 et T_2 avec $T_1 > T_0 > T_2$.



(a) Isothermes (b) Translation des isothermes

Figure 4.12 – (a) Obtention de l'évolution du facteur de conservation E' sur une plage de fréquence donnée à différentes températures T_0, T_1, T_2 avec $T_1 > T_0 > T_2$. (b)Translation horizontale des isothermes à une température de référence.

La courbe maîtresse est obtenue à partir d'une isotherme à une température de référence choisie arbitrairement, ici T_0. Les autres isothermes sont translatées horizontalement sur la courbe de référence figée. La courbe à T_2 est translatée vers de plus hautes fréquences ($T_2 < T_0$) en multipliant la fréquence f par le facteur $a_{T_2/T_0} > 1$, tandis que la courbe à T_1 est translatée vers de plus basses fréquences ($T_1 > T_0$) en multipliant l'abscisse par le facteur $a_{T_1/T_0} < 1$ (fig. 4.12(b)).

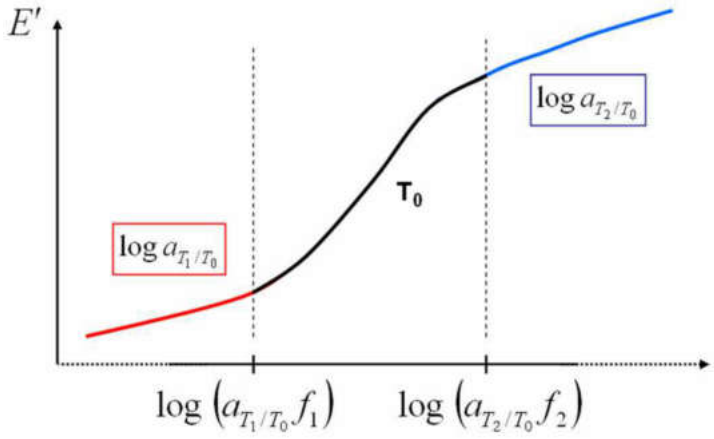


Figure 4.13 – Courbe maîtresse du module de conservation en fonction de la fréquence réduite f_r à la température de référence T_0.

Le facteur de translation a_{T/T_0} appliqué est dépendant de la température et doit être identique pour le module de conservation et pour le facteur de perte [Dealy et Plazek, 2009]. Ces translations sont opérées jusqu'à obtenir une courbe unique, la courbe maîtresse, visible sur la fig. 4.13. Cette

figure représente le module de conservation en fonction de la fréquence réduite f_r définie par

$$f_r = f \times a_{T/T_0}, \tag{4.6}$$

avec a_{T/T_0} le facteur de translation, égal à 1 pour la température de référence T_0.

La courbe maîtresse (fig. 4.13) permet d'extrapoler les données mesurées sur une plage de fréquences donnée à différentes températures à une plage de fréquences réduites bien plus large que celle atteignable expérimentalement à T_0. La construction de cette courbe permet de connaître les propriétés visco-élastiques d'un matériau polymère sur une large bande de fréquences en le testant uniquement sur une plage limitée de fréquences et de températures.

4.2.3.2 Équivalence temps/température pour les agglomérés de liège

Applicabilité de l'équivalence temps/température dans le cas des agglomérés

Cette équivalence du comportement mécanique visco-élastique à différents couples de température et de fréquence n'est cependant pas valable pour tous les polymères. Si une courbe maîtresse peut être obtenue, les polymères sont alors dits *thermo-rhéologiquement simples*. Deux indicateurs sont couramment utilisés pour vérifier si les polymères considérés sont dans ce cas :

— le diagramme **Cole-Cole** proposé par Dae Han et Kim [1993] est obtenu en traçant le module de perte E'' en fonction du module de conservation E'.

— Le diagramme **Wickett** [Van Gurp et Palmen, 1998] : le facteur de perte $tan(\delta)$ est tracé en fonction de la norme du module complexe E^*_{DMA}.

Ces deux diagrammes ont été tracés pour l'agglomeré de liège sans fibres testé dans la direction hors-plan (fig.4.14). Pour le diagramme Cole-Cole (fig.4.14(a)) et le diagramme Wickett (fig. 4.14(b)), une courbe continue peut être tracée, si les hautes fréquences ne sont pas prises en compte. Cette déviation de la réponse à des hautes fréquences serait dû à un phénomène de résonance du montage [Butaud *et al.*, 2019]. La continuité des courbes indique que le principe de superposition temps/température peut être appliqué pour les agglomérés de liège.

Dans le diagramme Cole-Cole, chaque demi-ellipse signifie la présence d'une transition (fig.4.14(a)). Trois demi-cercles sont observés sur la plage de température [-80°C, 150°C]. Celles à très basse et températures ambiantes étant celles de relaxations β et α du composite constitutif des parois du liège [Lagorce-Tachon, 2015]. Celle à haute température correspondrait à la relaxation α de la résine PFA utilisée pour agglomérer les grains de liège.

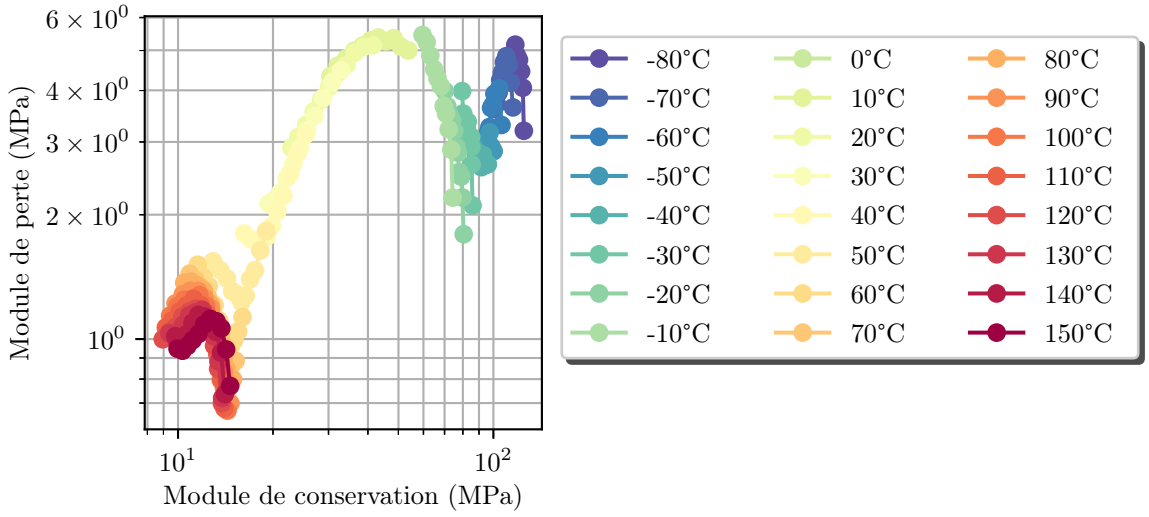
Isothermes

La figure 4.15 montre pour une éprouvette de liège aggloméré avec fibres comprimée selon la direction hors-plan la dépendance des paramètres matériaux, E', E'' et $tan\ \delta$, issus des essais DMA à différentes températures sur la plage de fréquence [0,01 Hz ;100 Hz].

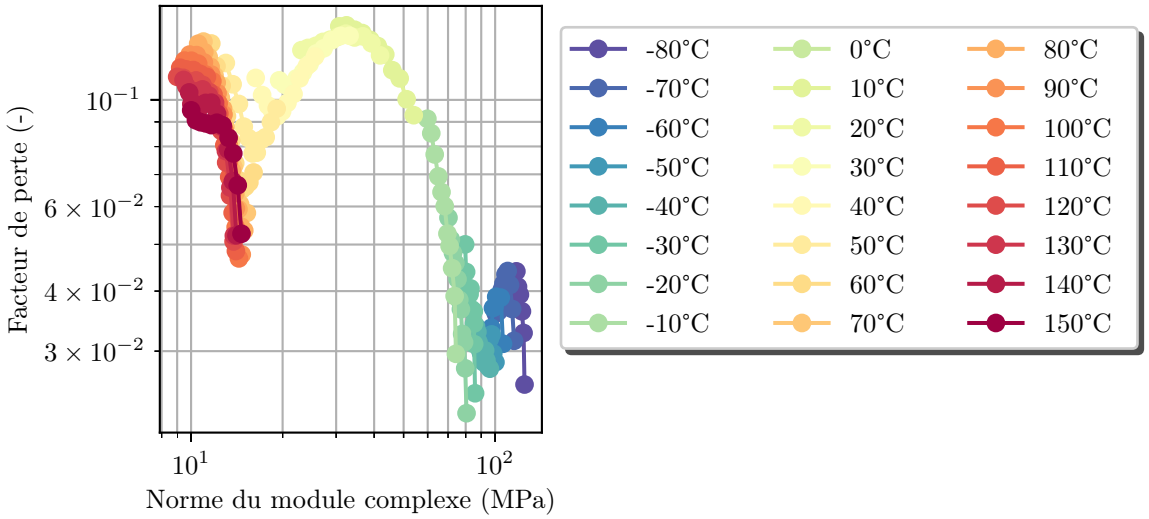
Les différentes phases du comportement visco-élastique de l'aggloméré sont alors clairement distinguables.

— Dans le plateau caoutchoutique, au delà de 70°C, le module de conservation est faible et peu dépendant de la vitesse de déformation sur plusieurs décades (fig. 4.15(a)). De plus le module de perte est stable jusqu'à une fréquence de 1 Hz puis commence à décroître (fig. 4.15(b)).

— À basse température, en deçà de -30°C, le plateau vitreux est proche et le module de conservation est de moins en moins dépendant de la fréquence au fur et à mesure que la



(a) Diagramme Cole-Cole



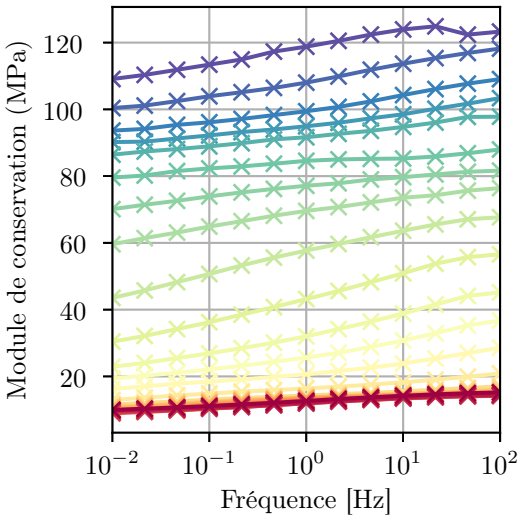
(b) Diagramme Wickett

FIGURE 4.14 – Diagrammes Cole-Cole et Wickett issus des données DMA pour le liège aggloméré non renforcé testé dans la direction hors-plan.

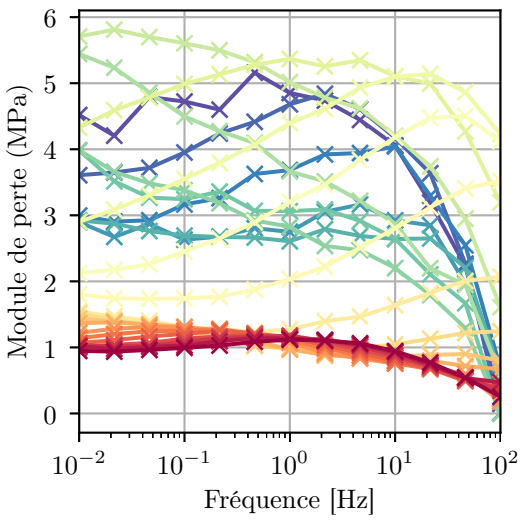
température diminue (fig. 4.15(a)). Le facteur de perte est plus faible que dans le plateau caoutchoutique, et ici reste stable jusqu'à 10 Hz (fig. 4.15(c)).

— Finalement c'est logiquement dans la zone de transition qu'on observe une dépendance bien plus importante du module de conservation à la température (fig. 4.15(a)). L'influence de la fréquence n'est toutefois pas aussi importante que celle de la température. Le facteur de perte est maximal pour des températures dans la zone transition (fig. 4.15(c)), c'est-à-dire pour des températures entre -10 et 50°C pour des fréquences assez faibles (de l'ordre de 0,01 à 1 Hz)

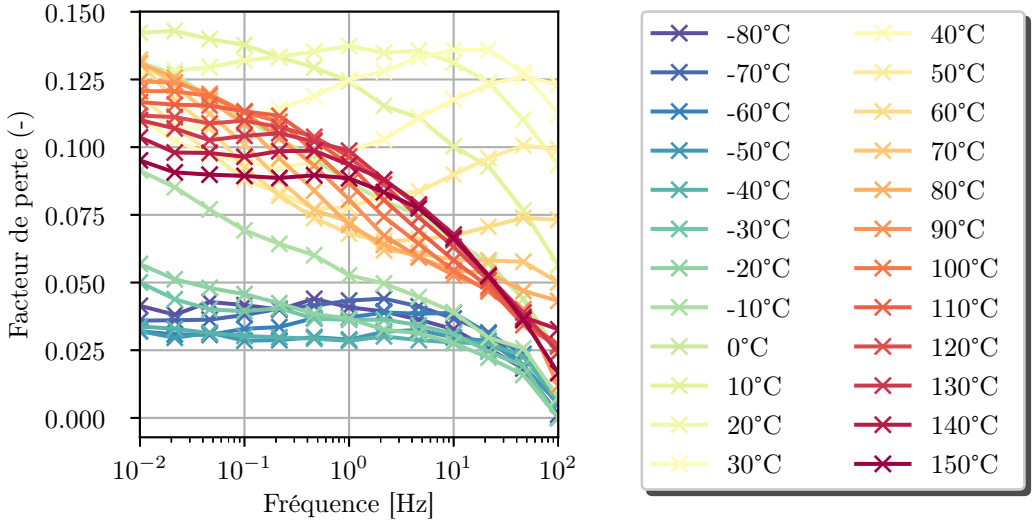
Ces isothermes illustrent bien que la température et la fréquence ont une influence couplée sur le comportement mécanique visco-élastique des agglomérés de liège. En étudiant leur comportement mécanique à vitesse ou température fixée, il est probable de ne pas pouvoir le décrire



(a) Module de conservation



(b) Module de perte



(c) Facteur de perte

Figure 4.15 – Spectre DMA en fonction de la fréquence pour différentes températures de sollicitation d'un liège aggloméré sollicité en compression à 20°C selon la direction hors-plan(HP).

dans sa totalité.

Courbes maîtresses des agglomérés de liège

Les courbes maîtresses, à une température de référence $T_{ref} = 20°C$, du module de conservation des agglomérés sont obtenues à partir des isothermes (fig. 4.16 pour l'aggloméré sans fibres comprimé dans la direction hors-plan et fig. G.2 pour les autres agglomérés).

Ces courbes maîtresses illustrent le principe d'équivalence temps-température pour les agglomérés de liège. Elles permettent d'établir à une température et à une fréquence données, le module de conservation du matériau.

Ainsi, si l'aggloméré est sollicité en compression à T_{ref} à une fréquence comprise entre 10^{-7} et 10^{-3} Hz (zone A), son comportement mécanique sera caoutchoutique (fig. 4.16). La rigidité

des matériaux constitutifs évoluera peu. De 10^{-3} à 10^{13} Hz (zone B), il sera dans sa zone de transition due à la relaxation α du liège, car le module de conservation E' varie fortement. La relaxation β du liège est finalement discernable de 10^{13} à 10^{21} Hz (zone C). Dans cette plage, le module de conversation augmente encore de façon importante fig. 4.16.

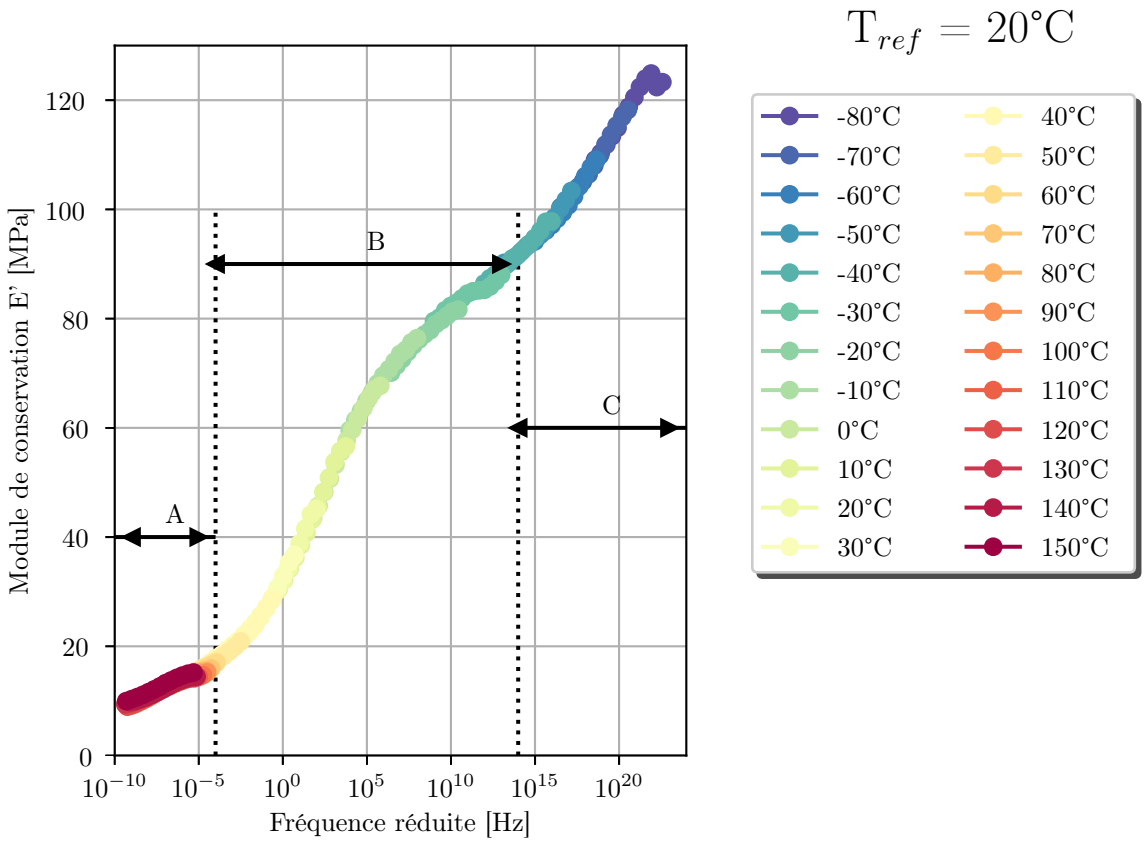


Figure 4.16 – Courbe maîtresse du module de conservation E' en compression de l'aggloméré sans fibres comprimé dans la direction hors-plan.

Afin d'établir une correspondance entre fréquence et vitesse de déformation macroscopique, un modèle rhéologique est nécessaire et doit être mis au point à partir de des courbes maîtresses obtenues.

Étant donné que les essais DMA réalisés étaient dynamiques, les modèles rhéologiques les plus simples comme Maxwell, Voigt ou Zener ne sont pas adaptés [Rouleau, 2014]. Un modèle Zener fractionnaire [Butaud, 2015] aurait pu être choisi, étant donné le faible nombre de paramètres à déterminer ainsi que son équivalence plusieurs fois démontrée avec un modèle de Maxwell généralisé. Par rapport à un modèle Zener, le *dashpot* est remplacé par un *springpot* qui est une représentation asymptotique d'éléments élastiques et visqueux en série et parallèle et un des paramètres est l'ordre de dérivation qui déterminera le caractère plus ou moins visqueux du matériau.

La mise au point d'un tel modèle et la résolution de l'équation différentielle de celui-ci ne font toutefois pas partie du cadre de ce travail.

Bilan

La réalisation et l'analyse des essais DMA à différentes fréquences et différentes températures ont permis d'étudier le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs des agglomérés de liège.

Ce comportement s'est avéré très similaire au liège pur. La résine PFA utilisée pour agglomérer les grains ensemble ne modifie que très peu le comportement visco-élastique des agglomérés. La dépendance des agglomérés à la température n'est pas modifié par la résine. La température de transition vitreuse des agglomérés est toutefois décalée vers des température plus importantes, passant de 10 à 20°C. La présence de fibres aux interfaces cause également l'augmentation de la température de transition vitreuse, de 20 à 40°C.

L'obtention d'une courbe maîtresse illustre l'équivalence temps/température concernant le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs des agglomérés de liège. Cette courbe montre bien que température et vitesse de déformation sont intrinsèquement liées lorsque le comportement visco-élastique des agglomérés de liège est considéré.

L'étude de ce comportement, et par extension celui des matériaux constitutifs, grâce aux essais DMA permettent d'établir la dépendance des matériaux constitutifs à la fréquence mais pas à la vitesse de déformation. Cette dépendance est largement modifiée avec la température. Ces deux conditions d'essais doivent donc être méticuleusement mesurées afin de décrire le comportement mécanique d'un tel matériau sous sollicitations sévères.

4.3 Influence découplée de la température et de la vitesse

Il est proposé dans un second temps de découpler l'analyse de l'influence des conditions expérimentales sur le comportement mécanique non-linéaire en compression des agglomérés de liège. Toutes les autres conditions expérimentales sont standard par ailleurs.

Les modes de déformation dans la partie poreuse des agglomérés sont différents de ceux de la phase pseudo-linéaire [Gibson et Ashby, 1997]. Dans cette dernière, les mécanismes de déformation ont principalement été identifiés comme étant de la compression au niveau des interfaces ainsi que de la flexion au niveau des parois cellulaires. Pour des déplacements plus importants, le chapitre 3 a montré qu'une localisation importante pouvait être observée aux échelles mésoscopique et microscopique. Cette localisation est causée par le flambement local des parois cellulaires et elle entraîne une compression importante du gaz présent dans les cellules du liège.

4.3.1 Influence de la température en régime quasi-statique

4.3.1.1 Compression monotone

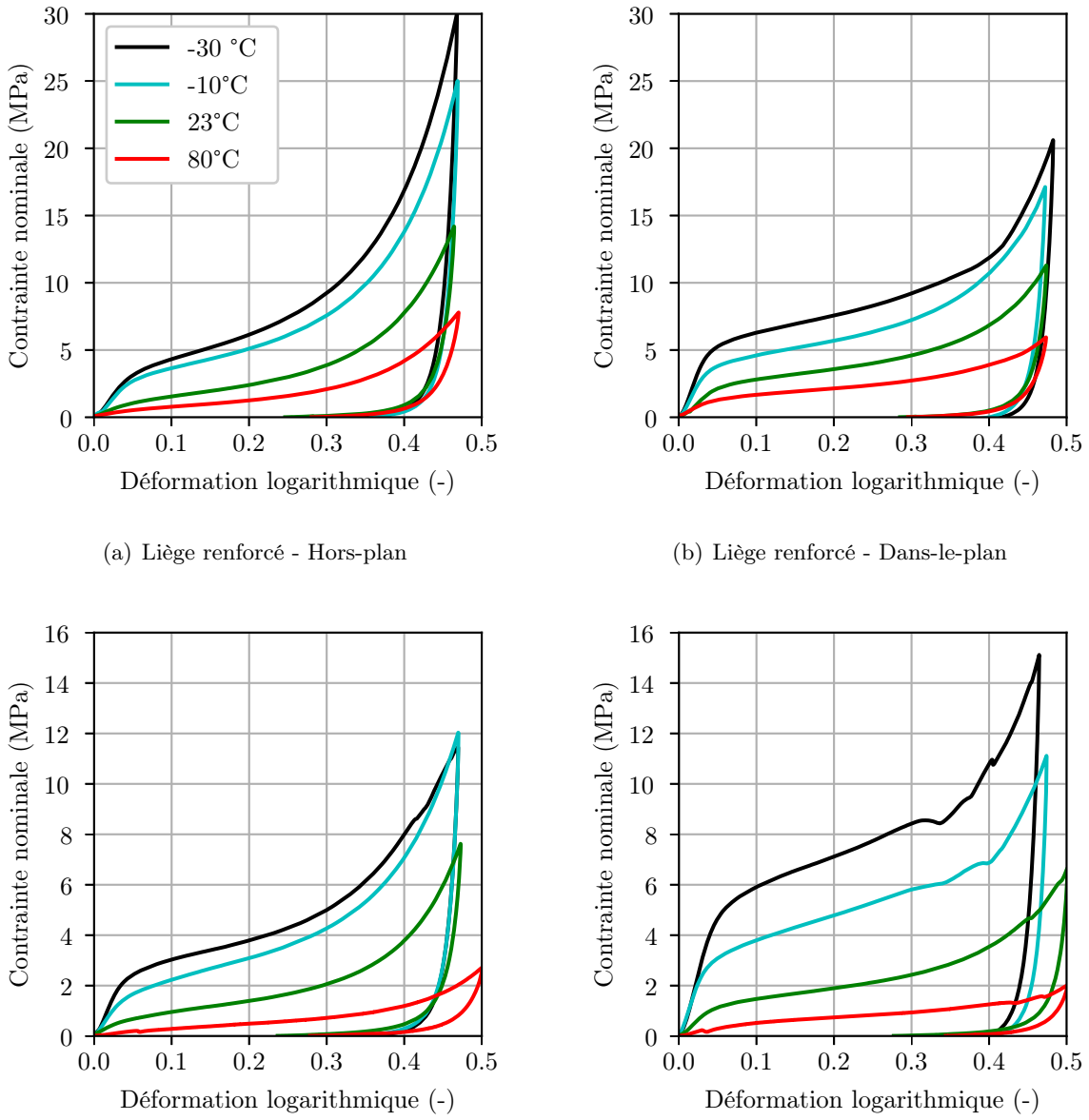
La dépendance à la température du comportement mécanique non-linéaire des agglomérés de liège a donc été étudiée à l'aide d'essais de compression monotone en régime quasi-statique, menés à -30, -10, 26 et 80°C (fig. 4.17). Les courbes contrainte/déformation réalisées aux différentes températures montrent que pour les deux types d'agglomérés de liège, le comportement mécanique est fortement modifié avec la température (fig. 4.17). Comme déjà observé pour de nombreux matériaux polymères, denses ou cellulaires, une contrainte plus importante est nécessaire pour atteindre les mêmes taux de déformation macroscopiques lorsque la température diminue [Thomas *et al.*, 2002; Song *et al.*, 2009]. Tous les agglomérés montrent ainsi une nette différence dans les valeurs de contrainte nominale atteinte entre 26°C et -10°C (fig. 4.17). Les agglomérés comprimés selon la direction dans-le-plan (fig. 4.17b et fig. 4.17d) ont des valeurs de contrainte très différentes entre -30 et -10°C à partir de la phase plateau. Au contraire, à ces deux températures, les contraintes nominales des éprouvettes comprimées selon la direction hors-plan sont proches (fig. 4.17a et fig. 4.17c).

Lorsque la température est supérieure à la température ambiante, la contrainte nominale diminue. Tandis qu'à chaud la variation de température est de 55°C, la différence entre 26 et -10°C est moins importante. Les différences sont plus marquées à froid qu'à chaud (fig. 4.17).

Matériau	ε^*_{rupt} à -30°C	ε^*_{rupt} à -10°C	ε^*_{rupt} à 26°C	ε^*_{rupt} à 80°C
R-HP	-	-	-	-
NR-HP	0,42	0,45	-	-
R-DP	0,38	0,45	-	-
NR-DP	0,33	0,35	0,45	0,47

Tableau 4.3 – Déformation macroscopique à partir de laquelle des fissures sont constatées à la surface des éprouvettes lors d'une compression uni-axiale à 4,2 10^{-3} s^{-1} en fonction de la température d'essai. - : aucune fissuration n'est constatée.

L'agglomeré de liège sans fibres comprimé selon la direction dans-le-plan est le plus sensible à l'apparition de mécanismes de fissuration comme discuté dans les chapitres précédents. Ces observations portaient sur le comportement du matériau à température ambiante. Les mécanismes de fissuration sont également de plus en plus précoces avec la diminution de la température (tab. 4.3) comme en témoignent les ruptures de pente de la contrainte pendant la compression



(a) Liège renforcé - Hors-plan

(b) Liège renforcé - Dans-le-plan

(c) Liège non renforcé - Hors-plan

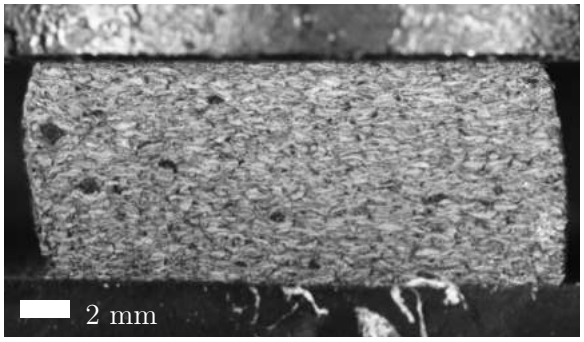
(d) Liège non renforcé - Dans-le-plan

Figure 4.17 – Courbes contrainte/déformation de liège aggloméré avec et sans fibres courtes sollicités en compression à 0,0042 s^{-1} dans les directions hors-plan ou dans-le-plan à différentes températures.

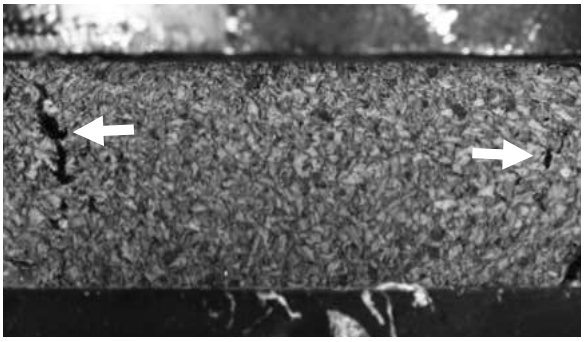
(fig. 4.17d). Ils apparaissent à une déformation de ε^*_{rupt}=0,47 à 80°C tandis qu'ils sont observés dès ε^*_{rupt}=0,33 à -30°C (tab. 4.3).

À des températures inférieures à la température ambiante, des fissures sont également observées dans le liège aggloméré sans fibres comprimés selon la direction hors-plan (tab. 4.3). Des mécanismes de rupture sont visibles à partir de -10°C, à ε^*_{rupt}=0,45 (fig. 4.17(c)).

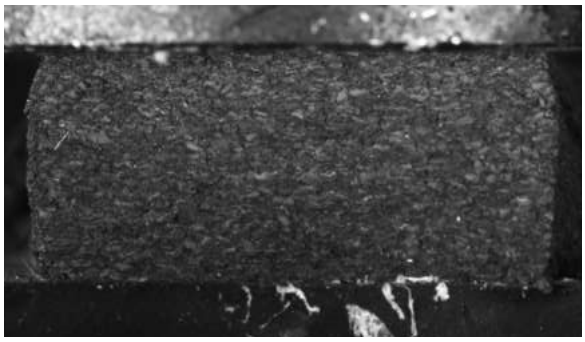
Le changement de pente à -30°C sur les courbes macroscopiques est moins importante dans la direction hors-plan (fig. 4.17(c)). Les clichés pris lors de la compression montrent également que la fissuration est moins critique dans la direction hors-plan car la fissure n'atteint pas forcément toutes les faces des éprouvettes (fig. 4.18c). Ces observations sont corrélées avec les résultats du chap.3 qui ont montré qu'en traction, la fissure se propageait plus difficilement lorsque la



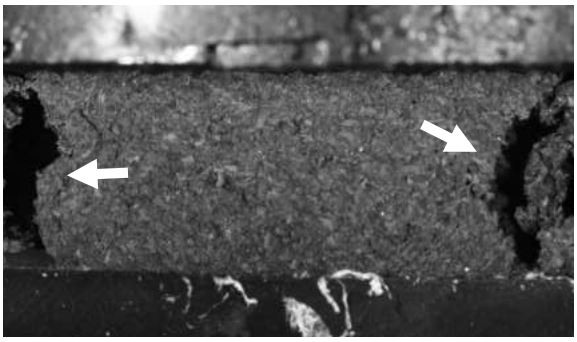
(a) Liège renforcé - Hors-plan



(b) Liège renforcé - Dans-le-plan



(c) Liège non renforcé - Hors-plan



(b) Liège renforcé - Dans-le-plan

Figure 4.18 – Clichés des éprouvettes de liège aggloméré à la déformation maximale imposée d'une sollicitation en compression à -30°C en régime quasi-statique.

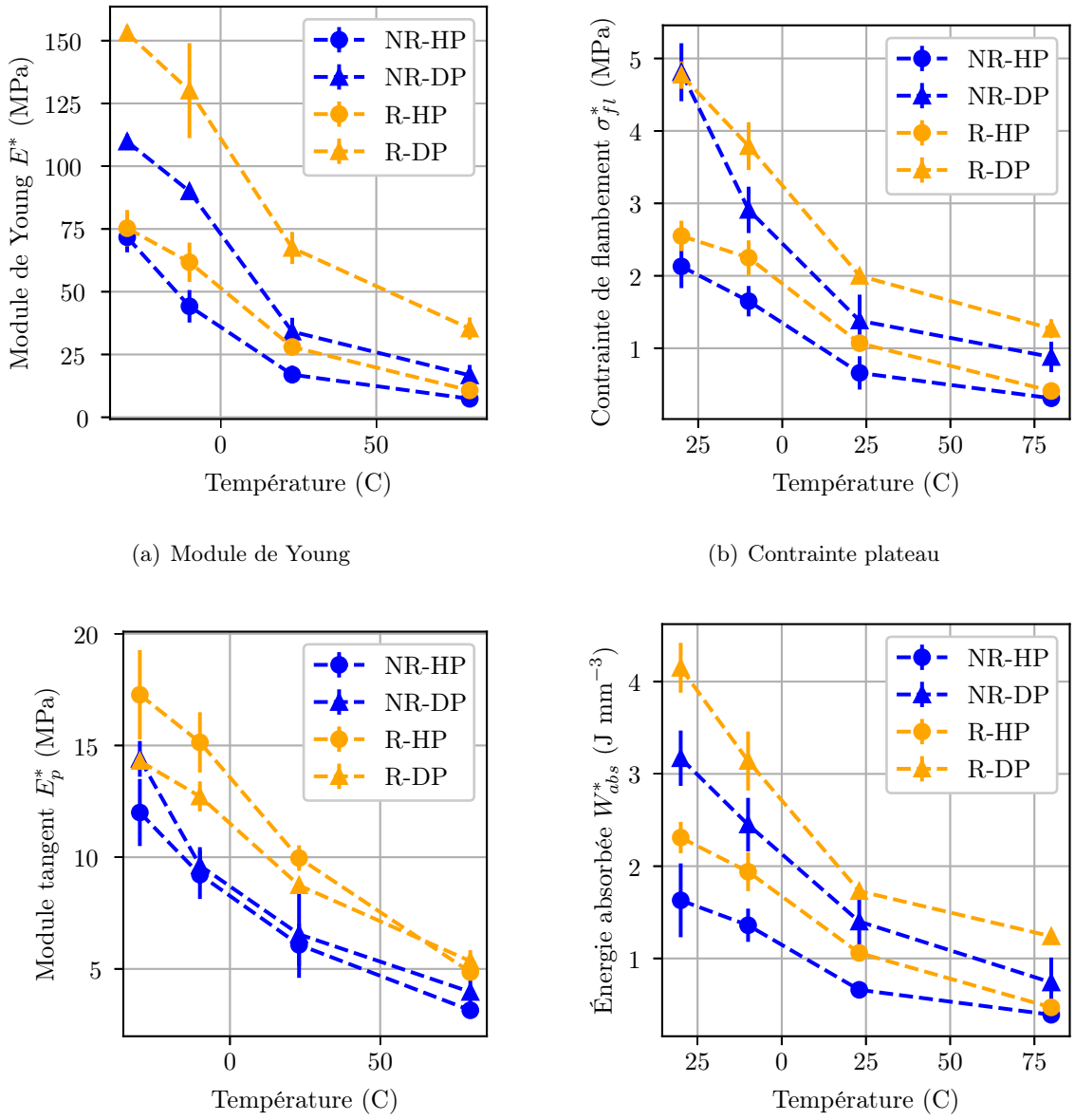
sollicitation en traction était perpendiculaire aux grains.

Le liège aggloméré renforcé comprimé selon la direction dans-le-plan fissure également lorsqu'il est comprimé à -10 et -30°C (tab. 4.3 et fig. 4.18b). En comparaison au liège aggloméré non renforcé testé selon la direction dans-le-plan, ces mécanismes de rupture ont lieu à une plus grande déformation macroscopique (fig. 4.17(b)). À -10°C, ils apparaissent à $\varepsilon^*_{rupt} = 0{,}45$ pour les agglomérés de liège avec fibres et à $\varepsilon^*_{rupt} = 0{,}35$ pour les agglomérés sans fibres. De plus les fissures se propagent de façon moins critique. De fines fissures sont en effet visibles à la surface des éprouvettes R-DP (fig. 4.18b). Mais celles-ci n'entraînent pas la désolidarisation d'une partie de l'éprouvette comme pour l'aggloméré sans fibres (fig. 4.18d).

Le chapitre précédent a montré que la fissuration était intra-granulaire. Cette diminution de la déformation à rupture avec la température serait ainsi principalement due à la fragilisation en traction des cellules de liège avec la baisse de la température.

4.3.1.2 Évolution des paramètres matériaux avec la température

L'évolution des paramètres matériaux en fonction de la température des différents agglomérés de liège testés a pu être tracée à partir de ces courbes macroscopiques (fig. 4.19). Avec l'augmentation de la température, le module de Young E^* diminue de façon non-linéaire pour tous les agglomérés sur la fig. 4.19(a). La baisse du module de Young E^* est importante entre -30°C et 25°C. Celle-ci est ensuite moins importante pour des températures supérieures à 25°C. À part la



(a) Module de Young

(b) Contrainte plateau

(c) Module tangent

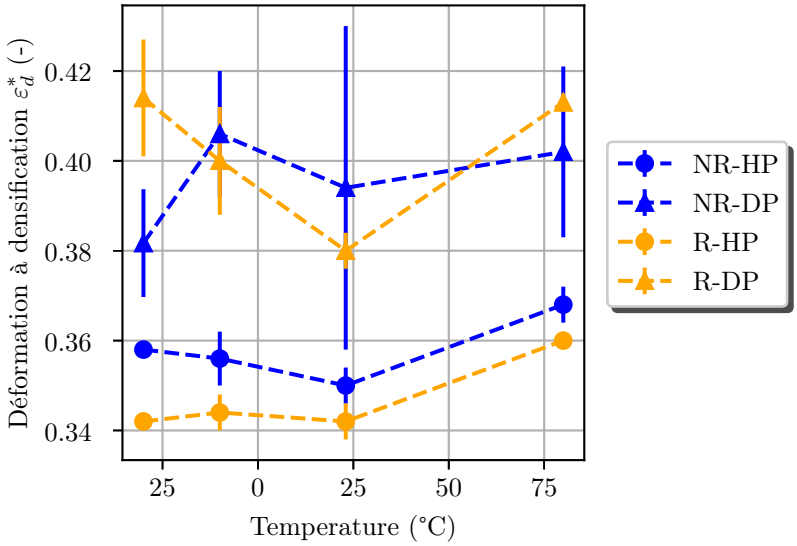
(d) Énergie absorbée à densification

Figure 4.19 – Évolution des paramètres matériaux avec la température du liège aggloméré avec (R) et sans fibres (NR) courtes testés en compression à 0.0042 s^{-1} dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP).

déformation à densification, le reste des paramètres matériaux tels que la contrainte de flambement σ^*_{fl} (fig. 4.19(b)), le module tangent E^*_p (fig. 4.19(c)) et l'énergie absorbée à densification W^*_{abs} (fig. 4.19(d)) évolue de la même manière avec la température (fig. 4.19).

Concernant la déformation à densification (fig. 4.20(a)), les résultats ne semblent révéler aucune tendance spécifique. Selon les matériaux et les directions testés, la déformation qui marque le début de la phase de densification n'évolue pas de la même manière. Cela pourrait venir de la façon dont cette déformation est obtenue. Ainsi même en la calculant à l'aide de l'efficacité énergétique, la valeur de celle-ci pourrait être faussée. De plus, le passage du plateau à la densification est un phénomène local. Il est peut-être ainsi complexe dans le cas de matériaux cellulaires démontrant une localisation de la déformation importante d'étudier ce phénomène à partir de

mesures macroscopiques.



(a) Déformation de l'initiation de la densification

Figure 4.20 – Évolution des paramètres matériaux avec la température du liège aggloméré avec (R) et sans fibres (NR) courtes testés en compression à 0.0042 s^{-1} dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP).

4.3.1.3 Compression cyclique

Les essais de compression monotone en température ont montré qu'entre -30°C et une température ambiante, des mécanismes de rupture arrivaient plus précocement. Les résultats DMA ont confirmé qu'autour de 15°C, les températures correspondaient à la zone de transition vitreuse du liège. À partir de 0°C, le module de conservation E' des agglomérés était donc faible, tandis qu'à -30°C, le module de conservation E' des agglomérés était très important.

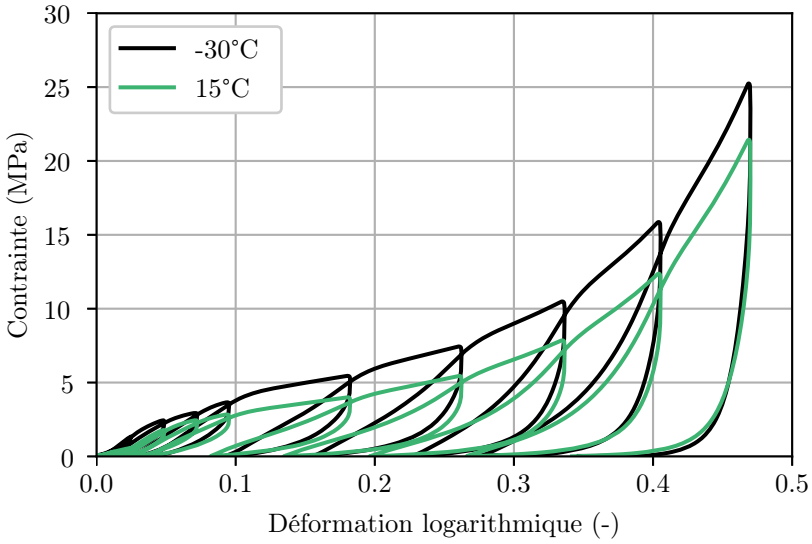
Des essais cycliques à pas de déformation maximale ε^*_{max} croissante ont été réalisés à 15 et -30°C pour poursuivre l'étude de l'évolution avec la température des mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture dans les agglomérés de liège avec fibres (fig. 4.21).

Une modification des mécanismes de déformation dans le liège lors du passage de la phase linéaire au plateau (flambement élastique, flambement plastique ou rupture fragile) ou aux interfaces avec la température pourrait en effet avoir lieu.

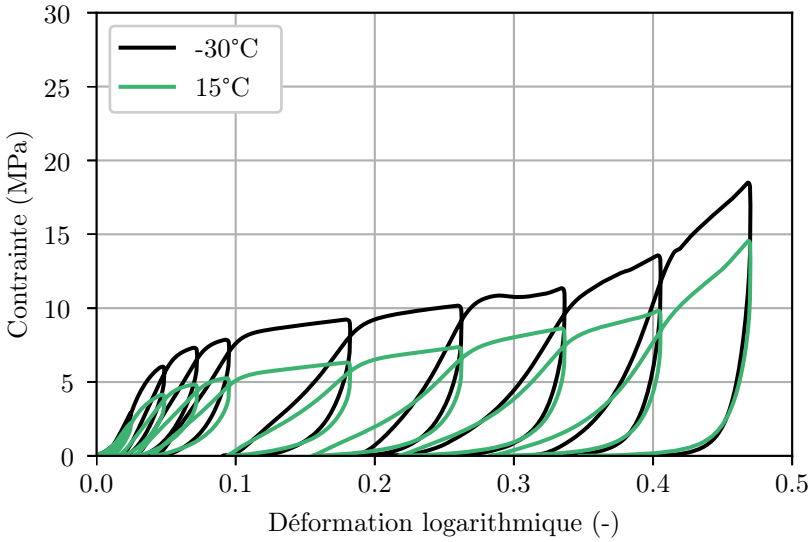
Les courbes macroscopiques ont une allure similaire aux deux températures testées, 15 et -30°C (fig. 4.21). Les contraintes macroscopiques sont plus importantes dans les agglomérés sollicités à -30°C, comme pour les essais monotones.

Les déformations macroscopiques résiduelles ε^*_{res} ont été mesurées à chaque cycle et tracées en fonction de la déformation macroscopique maximale imposée ε^*_{max} (fig. 4.22).

À faible déformation ε^*_{max}, les déformations résiduelles ε^*_{res} sont équivalentes aux deux températures (fig. 4.22). À partir d'une déformation macroscopique ε^*=0,2, la déformation résiduelle macroscopique est légèrement plus importante lorsque le liège aggloméré est comprimé à -30°C, notamment dans la direction dans-le-plan. Le retour visco-élastique reste relativement important à basse température même pour des déformations macroscopiques ε^*_{max} qui atteignent la phase de densification (fig. 4.21). Ainsi, même à -30°C, les agglomérés de liège conservent des propriétés visqueuses importantes.



(a) Liège renforcé - Hors-plan



(b) Liège renforcé - Dans-le-plan

Figure 4.21 – Courbes contrainte/déformation de liège aggloméré renforcé par des fibres courtes sollicités en compression cyclique à déformation maximale croissante à une vitesse de déplacement de 70 mm min^{-1} dans les directions hors-plan et dans-le-plan.

Il semble donc que sur cette plage de température pour des vitesses de déformation en régime quasi-statique, les mécanismes de déformation à l'échelle des parois cellulaires restent relativement inchangés avec la température. Il y aurait donc toujours principalement des phénomènes de flambement élastique au niveau des parois cellulaires.

4.3.1.4 Hétérogénéités des déformations

Les observations réalisées par corrélation d'images numériques lors des essais de compression monotones permettent d'étudier à une échelle plus locale l'influence de la température sur les mécanismes de déformation dans les agglomérés de liège. Les champs de déformation ε_{yy} pour

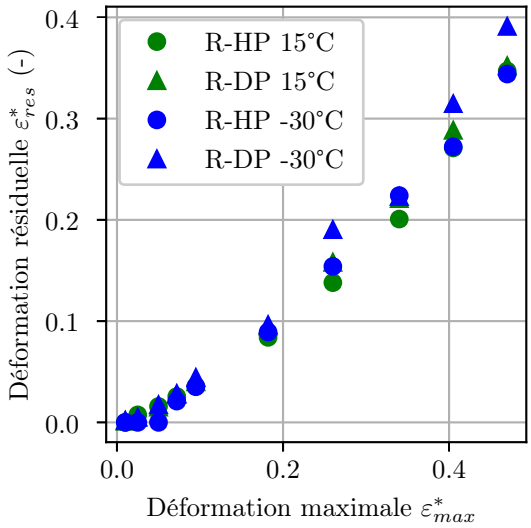


Figure 4.22 – Déformation résiduelle en fonction de la déformation macroscopique ε^* pour des agglomérés de liège avec fibres, en fonction de la direction de compression et de la température de sollicitation.

un aggloméré de liège avec fibres sollicité dans la direction hors-plan ont été tracés à 26°C, -10°C et -30°C (fig. 4.23). Pour toutes les températures, la déformation se développe sous forme de bandes de localisation.

Les histogrammes des valeurs de ε_{yy} sur une ligne au centre de l'éprouvette permettent de décrire quantitativement cette évolution (fig. 4.24).

À 26°C, pour ε^*=0,1, la majeure partie des déformations ε_{yy} est proche de 0 (fig. 4.24(a)), il y a donc un nombre important de zones peu déformées. Plus la déformation macroscopique ε^* augmente et plus le nombre de zones peu déformées diminue, au profit de déformations ε_{yy} légèrement plus importantes (ε_{yy} qui s'éloigne de 0). À ε^*=0,25, les déformation locales ε_{yy} sont ainsi comprises entre -0,5 et 0 (fig. 4.24(a)). À ε^*=0,4, la part de zones peu déformées est très faibles et les déformations locales ε_{yy} sont principalement comprises entre -0,65 et -0.25. Plus la température diminue et plus la part de zones peu déformées est importante à déformation macroscopique ε^* identique. De plus à basse température,le nombre de zones très déformées augmente (fig. 4.24(a)).

La répartition des déformations locales ε_{yy} reste toutefois relativement similaire entre les éprouvettes comprimées à des températures différentes (fig. 4.23). Les principales différences entre les champs de déformation sont pour des déformations moyennes importantes.

Ainsi la température, en plus de modifier la réponse macroscopique du comportement mécanique des agglomérés, modifie légèrement les champs de déformation à la surface des agglomérés de liège. Plus la température diminue et plus la localisation des déformations est importante. Tandis qu'à température ambiante, toutes les zones se déforment à mesure que ε^* augmente, à basse température, le nombre de zones non déformées est supérieur pour une même déformation macroscopique ε^*.

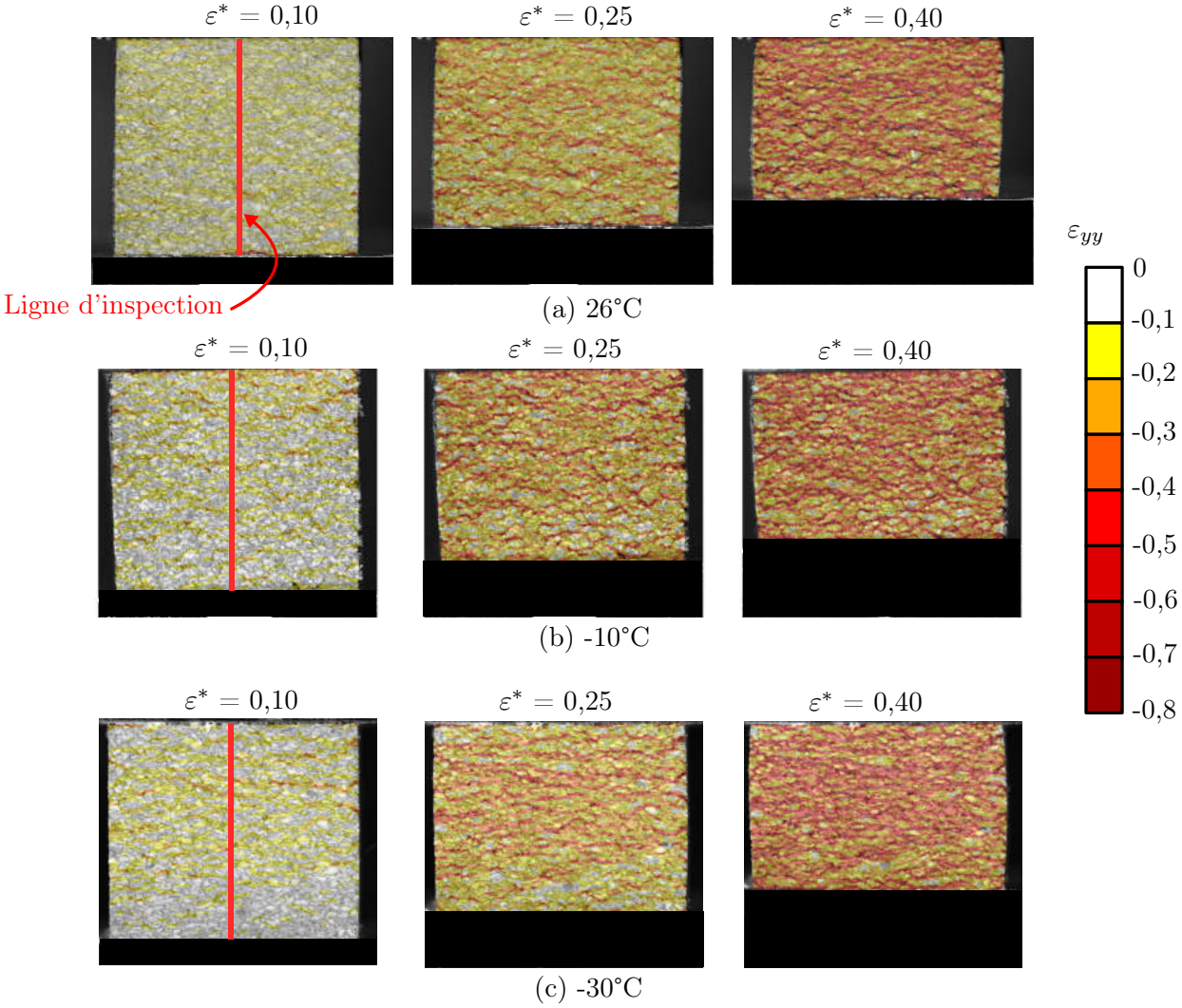


FIGURE 4.23 – Champs de déformation ε_{yy} obtenus par corrélation d'images à la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres comprimés dans la direction hors-plan à 4,2 10^{-3} s^{-1} à différentes températures. La ligne en rouge illustre le tracé de l'histogramme des déformations ε_{yy} de cette ligne.

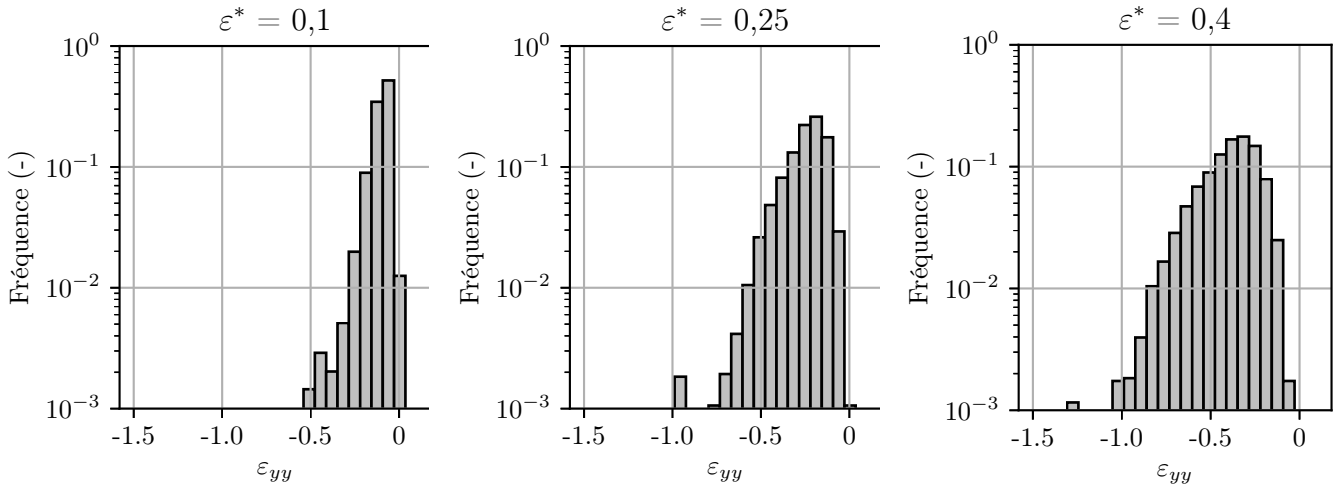
4.3.2 Influence de la vitesse de déformation à température ambiante

La dépendance à la vitesse de déformation du comportement mécanique macroscopique des agglomérés de liège pour de grands déplacements est ici décrite. L'évolution des paramètres matériaux avec la vitesse de déformation est ensuite présentée et discutée.

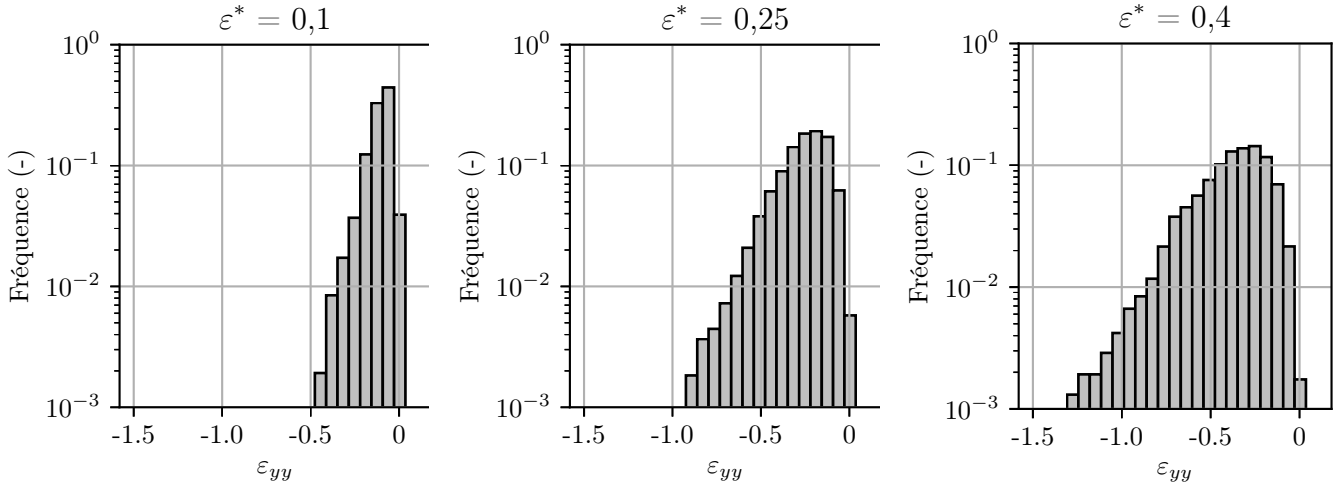
4.3.2.1 Compression monotone

La fig. 4.25 présente les courbes contrainte/déformation obtenues à partir d'essais de compression sur des éprouvettes de liège aggloméré avec fibres à température ambiante (26°C) réalisés à différentes vitesses de déplacement. Les vitesses de déplacement de 0,005 ; 5 et 500 mm/min ainsi que 2,5 et 5 m s^{-1} correspondent respectivement à des vitesses de déformation moyennes $\dot{\varepsilon}^*$ de 4,2 10^{-5} ; 4,2 10^{-3} ; 4,2 10^{-1} ; 125 et 250 s^{-1}. Les courbes pour les agglomérés sans fibres peuvent être retrouvées sur la fig. 4.26.

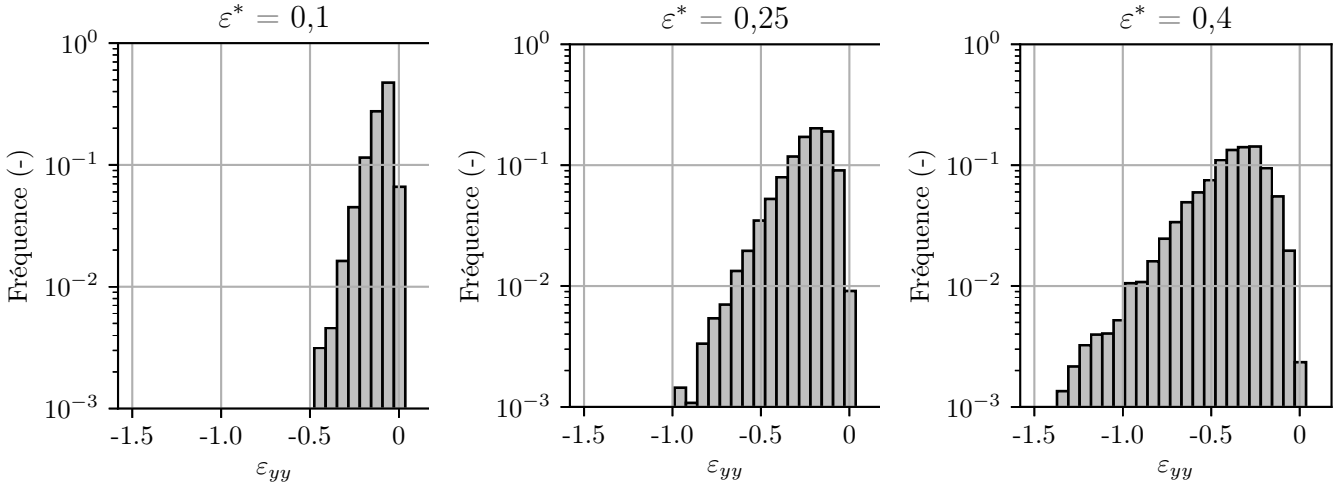
En régime quasi-statique, au moins cinq essais ont été réalisés à la même vitesse de déformation. En régime dynamique, au moins trois essais ont été réalisés à 125 s^{-1} et deux à 250 s^{-1}.



(a) 26°C

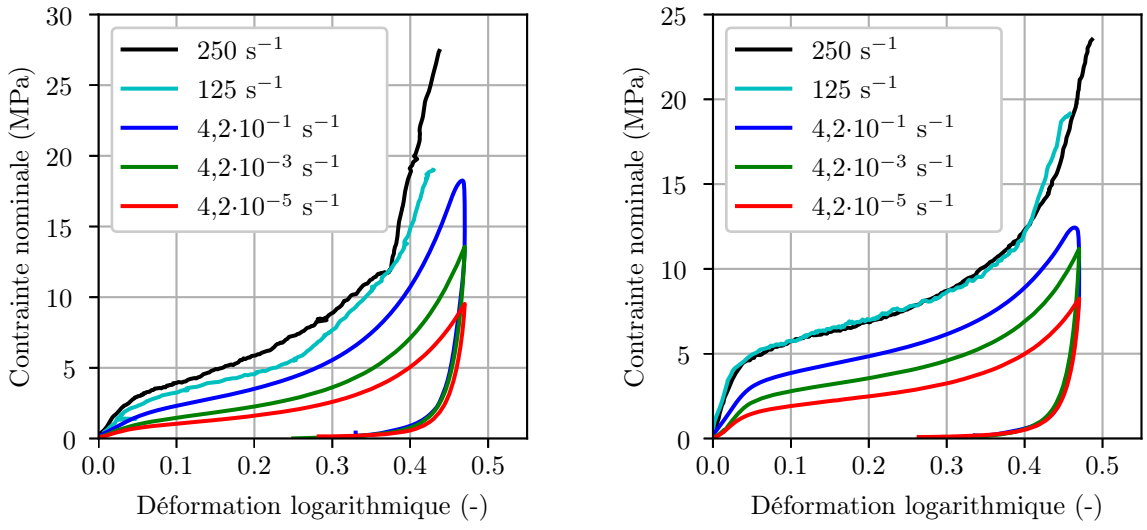


(b) -10°C



(c) -30°C

Figure 4.24 – Répartition des déformations locales ε_{yy} en fonction de la déformation moyenne ε^* de l'éprouvette de liège aggloméré avec fibres comprimé selon la direction hors-plan à différentes températures.



(a) Liège renforcé - Hors-plan

(b) Liège renforcé - Dans-le-plan

Figure 4.25 – Courbes contrainte/déformation d'agglomérés de liège avec fibres courtes sollicités en compression dans les directions hors-plan ou dans-le-plan à différentes vitesses.

L'ensemble des courbes contrainte/déformation des essais réalisés en régime quasi-statique sont disponibles en Annexe A.3 et en régime dynamique en Annexe A.4.

Comme pour les polymères denses [Halary et Lauprêtre, 2015], la vitesse de déformation a une influence opposée à celle de la température sur le comportement mécanique des agglomérés : plus la vitesse de déformation augmente et plus les contraintes nominales sont importantes (fig. 4.25 et fig. 4.26).

En régime quasi-statique (à 4,2 10^{-5} ; 4,2 10^{-3} et 4,2 10^{-1} s^{-1}), la vitesse de déformation varie à chaque fois de deux décades et une nette différence est observée entre chaque courbe pour toutes les directions à partir de la phase plateau (fig. 4.25 et fig. 4.26).

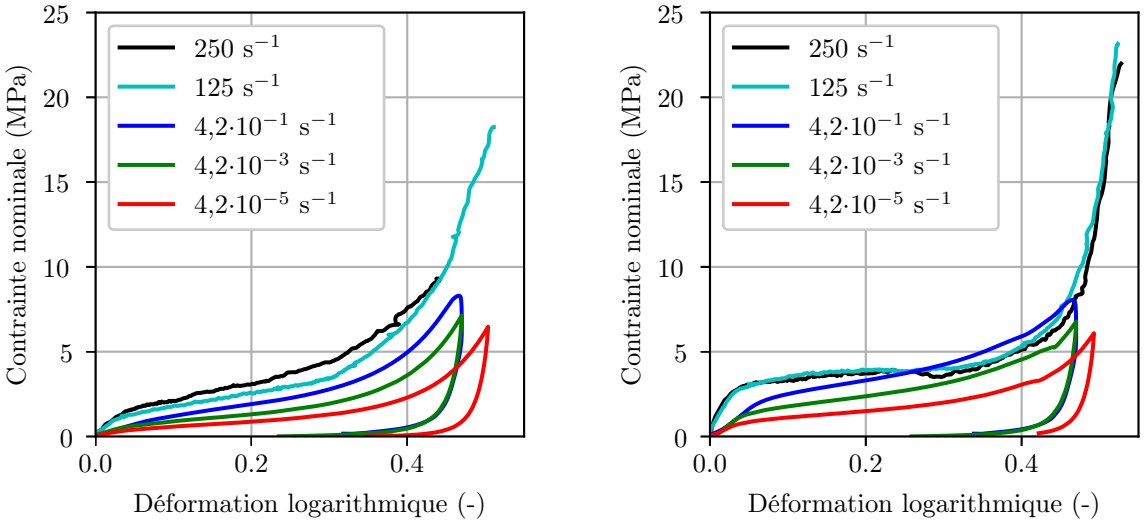
En régime dynamique (à 125 et 250 s^{-1}), une telle amplitude dans les vitesses de déformation n'a pas été possible. Les deux vitesses de déformation moyennes ont seulement un rapport de 2 entre elles. Dans la direction hors-plan, pour les deux types d'agglomérés, une différence est notable entre les deux courbes en régime dynamique (fig. 4.25a et fig. 4.26a). Au contraire, dans la direction dans-le-plan, les courbes à 125 et 250 s^{-1} sont voisines (fig. 4.25b et fig. 4.26b).

Mécanismes de fissuration

L'agglomeré avec fibres comprimé selon la direction hors-plan ne présente aucune fissure à sa surface quelle que soit la vitesse de déplacement imposée (fig. 4.27a et tab. 4.4).

Pour l'agglomeré sans fibres sollicité selon la direction hors-plan, aucun mécanisme de fissuration n'est également repéré pour des déformations macroscopiques inférieures à ε^*=0,45 (fig. 4.27b). Des fissures sont observées à la fin de la compression dans le cas de la sollicitation à 125 s^{-1} où la déformation macroscopique atteinte est très importante (tab. 4.27).

Lorsque l'agglomeré de liège sans fibres est comprimé selon la direction dans-le-plan, des mécanismes de fissurations sont observés pour toutes les vitesses de déformation moyennes (tab. 4.4). L'augmentation moins importante de la contrainte nominale pour une même déformation macroscopique serait à priori causée par les mécanismes de rupture (fig. 4.26b).



(a) Liège non renforcé - Hors-plan

(b) Liège non renforcé - Dans-le-plan

Figure 4.26 – Courbes contrainte/déformation d'agglomérés de liège sans fibres courtes sollicités en compression dans les directions hors-plan ou dans-le-plan à différentes vitesses.

Matériau	ε^*_{rupt} à 4,2 10^{-5} s^{-1}	ε^*_{rupt} à 4,2 10^{-3} s^{-1}	ε^*_{rupt} à 4,2 10^{-1} s^{-1}	ε^*_{rupt} à 125 s^{-1}	ε^*_{rupt} à 250 s^{-1}
R-HP	-	-	-	-	-
NR-HP	-	-	-	0,48	-
R-DP	-	-	-	0,41	0,36
NR-DP	0,42	0,42	0,40	0,30	0,28

Tableau 4.4 – Déformation macroscopique à partir de laquelle des fissures sont observées à la surface des éprouvettes en fonction de la vitesse de déformation moyenne. - : aucune fissuration n'a été constatée macroscopiquement.

Ces phénomènes sont similaires à ceux décrits dans le chapitre précédent et sont principalement dus à l'effet tonneau important dans cette direction. Plus la vitesse de déformation moyenne augmente et plus les fissures apparaissent pour de faibles déformations macroscopiques (tab. 4.4).

Ainsi pour une même déformation macroscopique ε^*=0,35 ; aucune fissure n'est constatée à la surface des éprouvettes comprimées à 4,2 10^{-3} s^{-1} tandis que des fissures sont constatée pour des vitesses de déformation moyennes plus importantes (fig. 4.27d).

Pour l'aggloméré avec fibres comprimé selon la direction dans-le-plan, le même type de fissuration a lieu mais seulement à partir d'une vitesse de déformation de 125 s^{-1} (tab. 4.4). Comme pour l'aggloméré sans fibres, la déformation à partir de laquelle des fissures sont constatées à la surface de l'éprouvette diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation moyenne (tab. 4.4).

Les deux agglomérés comprimés selon la direction dans-le-plan démontrent des effets tonneau très importants à ε^*=0,35 pour l'aggloméré sans fibres (fig. 4.27d) et à ε^*=0,45 pour l'aggloméré avec fibres (fig. 4.27c). Le calcul de la contrainte nominale ne semble donc plus ici pertinent et la prise en compte de la section réelle de l'éprouvette serait nécessaire.

De plus, à 250 s^{-1}, les mécanismes de fissuration entraînent une désolidarisation d'une partie de l'éprouvette. À cette vitesse de déformation macroscopique, à partir de ε^*=0,35, la section réelle S de l'éprouvette diminue brutalement, et la contrainte vraie devrait donc aussi augmenter.

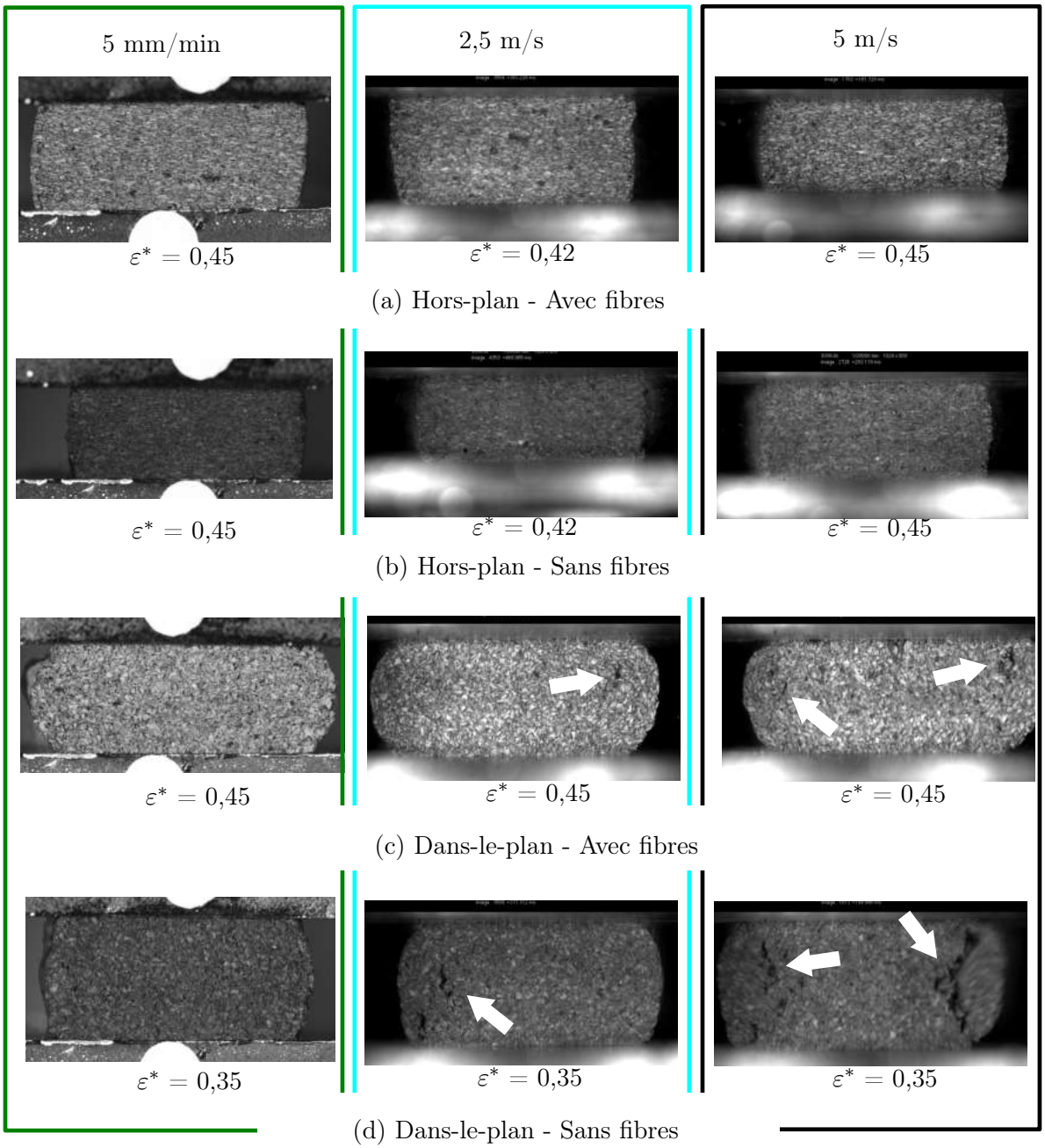


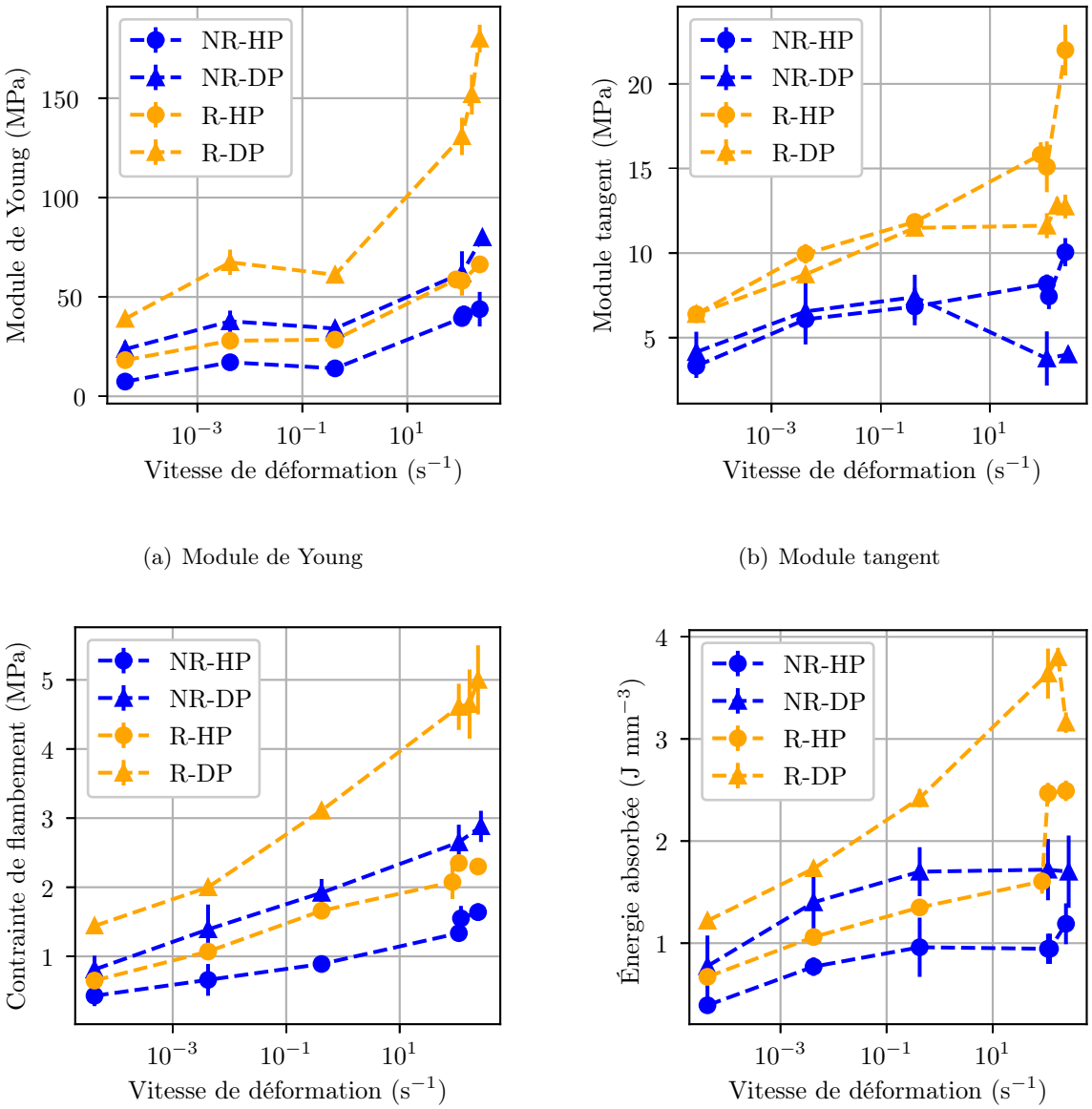
Figure 4.27 – Clichés d'éprouvettes d'agglomérés à une déformation donnée si l'apparition de fissures est constatée (indiquée par des flèches blanches) ou à la fin de la phase de charge si aucune fissure n'est observée.

4.3.2.2 Évolution des paramètres matériaux macroscopiques en fonction de la vitesse de déformation

À partir des courbes de contrainte/déformation, l'évolution des paramètres matériaux (module de Young E^*, contrainte de flambement σ^*_{fl}, module tangent E^*_p, énergie absorbée à l'initiation de la densification W^*_{abs} et déformation à densification ε^*_d) a pu être tracée en fonction de la vitesse de déformation moyenne pour les différents agglomérés de liège (fig. 4.28).

Module de Young et module tangent

Le module de Young E^* (fig. 4.28(a)) et le module tangent E^*_p (fig. 4.28(b)) évoluent tous les



(a) Module de Young

(b) Module tangent

(c) Contrainte de flambement

(d) Énergie absorbée à densification

Figure 4.28 – Évolution des paramètres matériaux avec la vitesse de déformation macroscopique du liège aggloméré avec (R) et sans fibres (NR) courtes testés en compression à température ambiante dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP).

deux d'une manière non-linéaire similaire avec la vitesse de déformation macroscopique. L'évolution est relativement faible sur plusieurs décades en régime quasi-statique. Pour des vitesses appartenant au régime dynamique, les valeurs de ces deux paramètres augmentent plus rapidement, au-delà de 10^{-1}s^{-1}.

La dépendance propre des matériaux constitutif pourrait être à l'origine d'une telle augmentation.

Contrainte de flambement

La contrainte de flambement élastique macroscopique σ^*_{fl} (fig. 4.28(c)) augmente également avec la vitesse de déformation. L'évolution de ce paramètre est quasi-linéaire, surtout pour des

vitesses de sollicitation supérieures à 10^{-3} s^{-1}, avec le logarithme de la vitesse de déformation macroscopique, en comparaison aux deux modules.

Cette tendance pour la contrainte de flambement est similaire à ce qui a déjà été observé pour des vitesses de sollicitation supérieures à 0,01 s^{-1} sur des mousses polymères (PVC, EPS ou balsa) [Song *et al.*, 2005; Tagarielli *et al.*, 2008]. Les agglomérés de liège et les mousses de polystyrène expansé multi-échelles [Song *et al.*, 2005] sont constitués de polymères au comportement visco-élastique différent. Et pourtant, ils montrent des tendances similaires dans l'évolution de certains paramètres matériaux macroscopiques. Ces résultats expérimentaux pourraient donc indiquer que la dépendance à la vitesse de déformation de la contrainte de flambement pourrait ne pas simplement être due à la dépendance propre des matériaux constitutifs.

Énergie absorbée à densification

L'énergie absorbée avant densification W^*_{abs} croît avec la vitesse de déformation pour tous les agglomérés de liège considérés (fig. 4.28(d)). Dans les cas des agglomérés sans fibres, cette augmentation semble atteindre un plateau en régime dynamique. L'augmentation est plutôt linéaire pour les agglomérés avec fibres, avec une pente plus importante pour les agglomérés comprimés selon la direction dans-le-plan (fig. 4.28(d)).

Déformation à l'initiation de la densification

Les essais à différentes températures n'étaient pas concluants sur l'évolution de la déformation à l'initiation de la densification. Il semble également difficile de conclure à partir des résultats obtenus à différentes vitesses de déformation (fig. 4.29). La déformation à l'initiation de la densification augmente légèrement avec la vitesse de déformation pour les agglomérés de liège avec fibres (fig. 4.29). Cette augmentation est plus marquée lors d'une compression selon la direction hors-plan.

Les agglomérés de liège sans fibres ont une déformation à l'initiation de la densification qui augmente en régime quasi-statique puis diminue brutalement pour des compressions en régime dynamique, notamment selon la direction hors-plan (fig. 4.29).

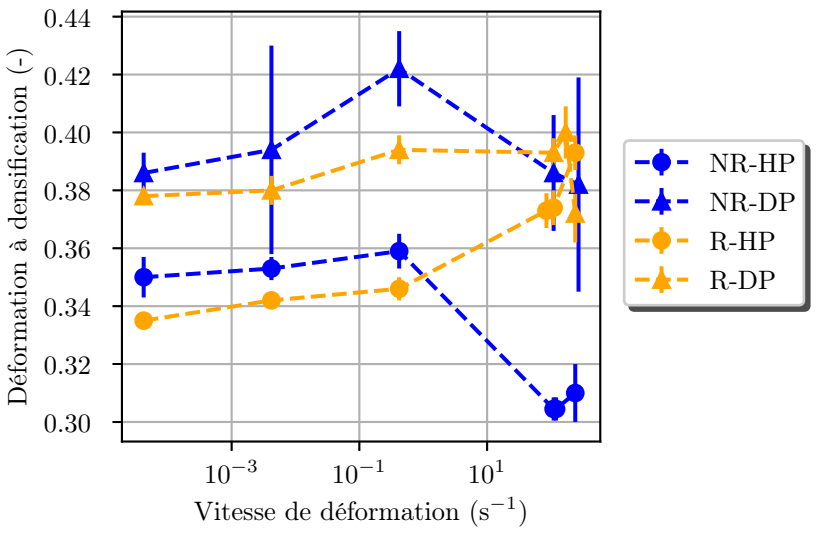


Figure 4.29 – Évolution des paramètres matériaux avec la vitesse de déformation du liège aggloméré avec (R) et sans fibres (NR) courtes testés en compression à température ambiante dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP).

L'évolution des paramètres matériaux avec la vitesse de déformation n'est donc pas la même pour tous les paramètres, contrairement à ce qui a été observé avec la dépendance du comportement mécanique à la température. L'évolution différente avec la vitesse de déformation du module d'Young, de la contrainte de flambement et du module tangent pourraient indiquer que la dépendance à la vitesse du comportement mécanique des matériaux cellulaires n'est pas simplement due à la dépendance propre des matériaux constitutifs.

4.3.2.3 Hétérogénéités des champs de déformation

Les champs de déformation à la surface des éprouvettes étudiés dans le chapitre précédent sont comparés à ceux obtenus en régime dynamique. Pour tous les agglomérés, l'augmentation de la vitesse de déformation moyenne a la même influence sur l'évolution des champs de déformation au cours de la compression. Les champs de déformation des éprouvettes comprimées dans la direction hors-plan peuvent être retrouvées en Annexe G à la fig. G.4.

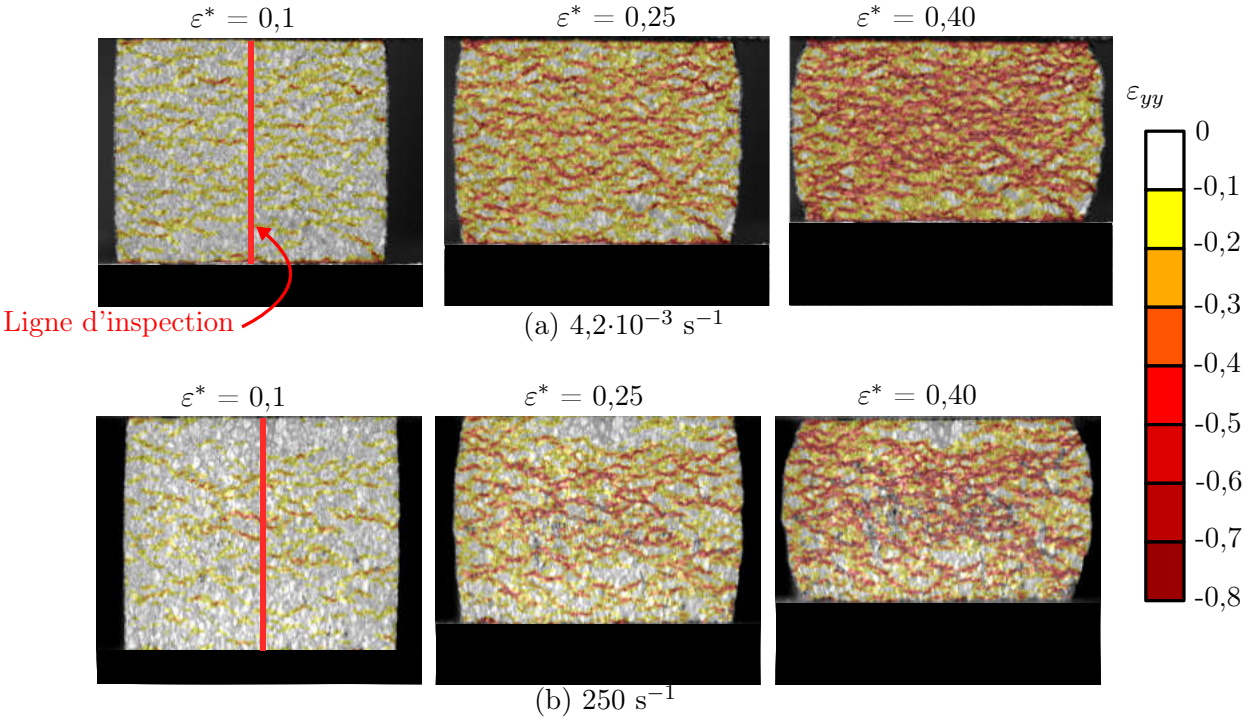


Figure 4.30 – Champs de déformation ε_{yy} obtenus par corrélation d'images à la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres comprimés dans la direction dans-le-plan à 26°C à différentes vitesses de déformation macroscopiques $\dot{\varepsilon}^*$. La ligne en rouge illustre le tracé de l'histogramme des déformations ε_{yy} de cette ligne.

Localisation importante en début de compression

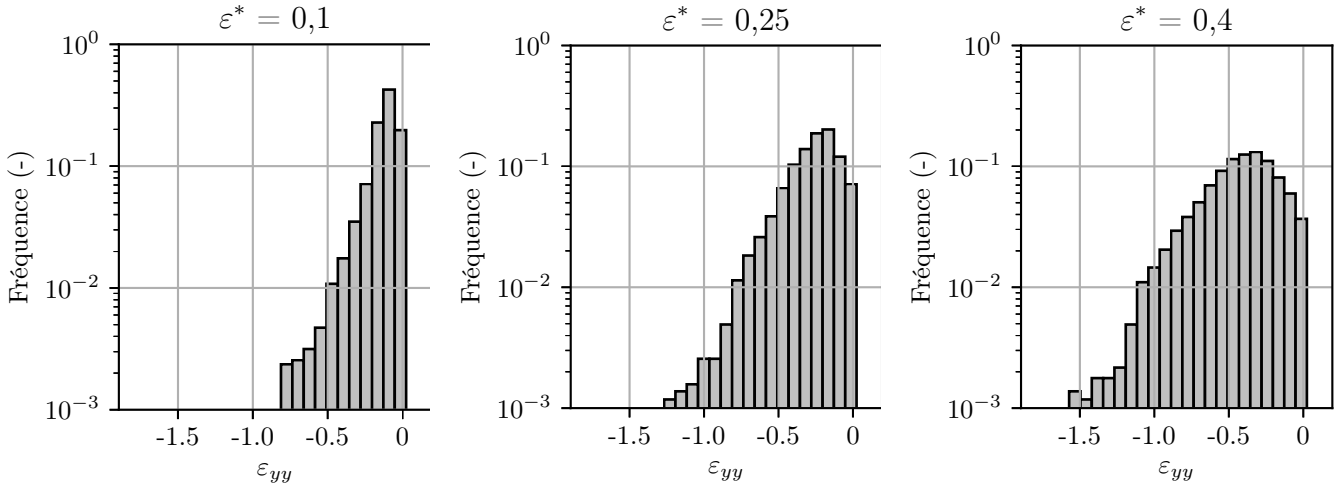
Dans les deux régimes de sollicitation, à ε^*=0,1, la majorité des déformation locales ε_{yy} est proche de la déformation macroscopique ε^* (fig. 4.31 et fig. G.5).

Homogénéisation des déformations dans la phase plateau

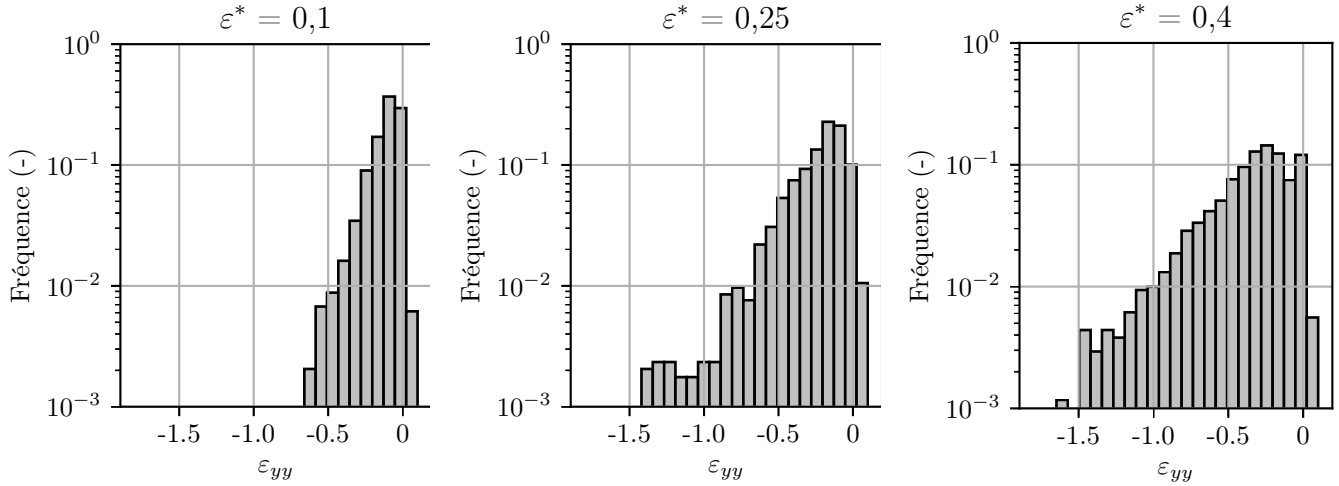
En régime quasi-statique, au-delà de la phase pseudo-linéaire et jusqu'à $\varepsilon^* = 0{,}4$; la distribution des déformations locales au centre de l'éprouvette est sensiblement la même pour tous les types d'agglomérés. Les déformations locales ε_{yy} diminuent de 0 à la valeur de la déforma-

tion moyenne (fig. 4.31a). Puis un nombre de plus en plus restreint de points à la surface a une déformation locale inférieure à la déformation macroscopique.

En régime dynamique, la distribution des déformations locales ε_{yy} au centre des éprouvettes ne montre pas un comportement aussi régulier. L'aggloméré avec fibres sollicité selon la direction hors-plan a un nombre de points avec des déformations entre 0 et -1 presque égal (fig. G.5b). Au contraire, l'aggloméré avec fibres sollicité selon la direction dans-le-plan suit également une loi log-normale jusqu'à ε_{yy}=-1 puis la quantité de déformations locales inférieures à -1 diminue moins rapidement (fig. 4.31b) qu'en régime quasi-statique (fig. 4.31a).



(a) Régime quasi-statique



(b) Régime dynamique

Figure 4.31 – Histogramme des déformations ε_{yy} sur une ligne, au centre de l'éprouvette, pour une compression dans la direction hors-plan à température ambiante à différentes vitesses de déformation macroscopiques $\dot{\varepsilon}^*$.

4.3.3 Discussion sur l'influence découplée de la température et de la vitesse de déformation

4.3.3.1 Origine de la dépendance à la température dans les agglomérés de liège

Bien que la comparaison quantitative des données issues d'essais DMA et quasi-statique soit hasardeuse [Menard, 2008], la dépendance à la température de paramètres matériaux constatée lors d'essais monotones et celle du module de conservation E' constatée lors d'essais DMA peut être équivalente [Diani *et al.*, 2015]. L'influence de la température sur les paramètres matériaux lors d'une compression en régime quasi-statique a donc été comparée à la variation du module de conservation E' avec la température obtenue lors d'essais DMA.

La comparaison de paramètres matériaux tels que la contrainte de flambement σ^*_{fl} avec un module de conservation E' n'a pas de sens à proprement parler. C'est toutefois ici la variation de ces valeurs avec la température qui est étudiée. La corrélation de ces variations avec la température et la possible causalité est discutée.

Toutes les valeurs ont été normalisées par leur valeur à -30 °C pour étudier cette dépendance à la température (fig. 4.32 et 4.33). Les modules de conservation E' des agglomérés de liège et celui du liège brut (données issues des travaux de thèse de Lagorce-Tachon *et al.* [2015a]) y sont également tracées.

Malgré certains décalages, les mêmes tendances dans la dépendance à la température sont observées entre le liège brut et les paramètres matériaux tels que le module de Young E^*, la contrainte de flambement σ^*_{fl}, le module du plateau E^*_p ou l'énergie absorbée à densification W^*_{abs} (fig. 4.32 et 4.33).

Module d'Young

Les modules d'Young E^* mesurés en régime quasi-statique de tous les agglomérés évoluent avec la température de la même manière que le module de conservation E' des agglomérés de liège sans fibres et que celui du liège brut mesurés lors d'essais DMA (fig. 4.32a).

À partir de considérations issues de la théorie des poutres, Gibson et Ashby [1997] décrivent le comportement en régime linéaire des matériaux cellulaires à cellules fermées comme étant principalement dû à la flexion des arêtes, la traction dans les faces des cellules et à la pression interne due au fluide présent dans une cellule.

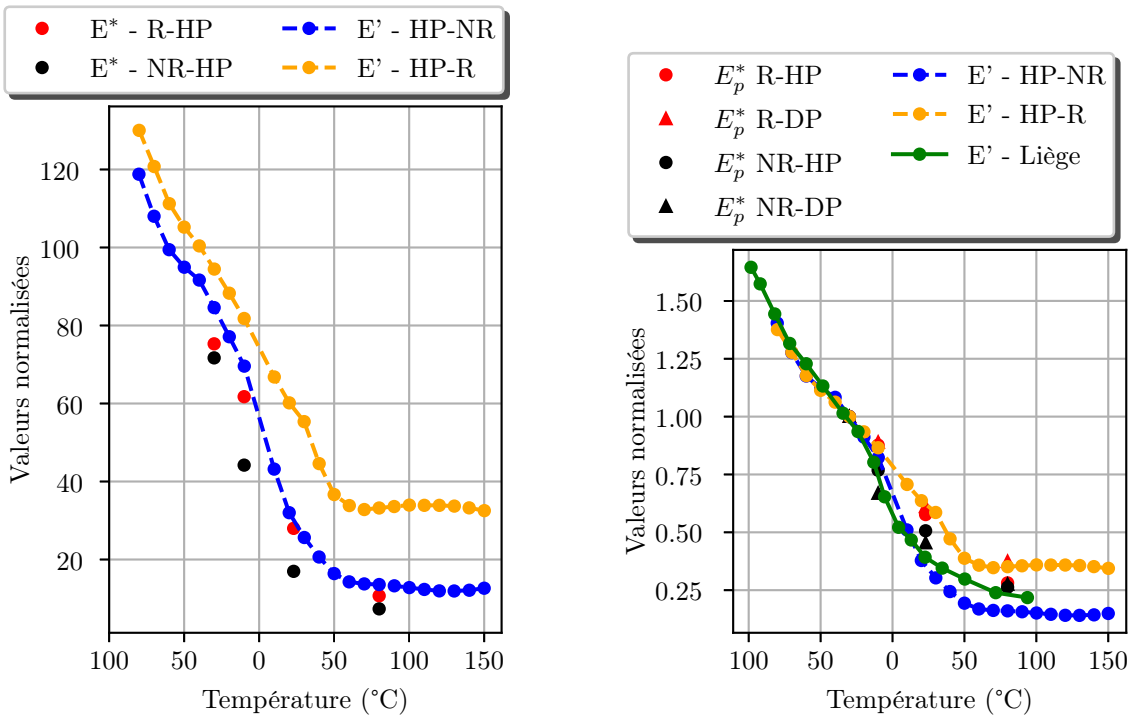
Ils ont montré qu'à partir du comportement mécanique d'une cellule unitaire, en le reliant au comportement mécanique global d'une éprouvette, que le module de Young pouvait être relativement bien décrit par l'équation suivante :

$$E^* = \phi^2(\frac{\rho^*}{\rho_s})^2 E_s + (1-\phi)\frac{\rho^*}{\rho_s}E_s + \frac{p_0(1-2\nu^*)}{1-\rho^*/\rho_s}. \tag{4.7}$$

Leur modèle analytique ne prend pas explicitement en compte l'influence de la température sur le module d'Young. Cependant, dans l'équation 4.7, si la température est modifiée alors le seul terme qui va être modifié de façon significative est en effet le module d'Young du matériau constitutif E_s. Il est donc relativement logique et attendu que le module de Young de l'agglomeré soit directement influencé par le module de Young de ses matériaux constitutifs cellulaires.

Module tangent

Le module tangent E^*_p des agglomérés de liège avec fibres démontre une variation avec la température similaire à celle du module de conservation E' des agglomérés avec fibres (fig. 4.32b).



(a) Module d'Young

(b) Module tangent

Figure 4.32 – Comparaison du module d'Young et du module tangent normalisés par leur valeur à -30°C avec le module de conservation issu d'essai DMA normalisés eux aussi par leur valeur à -30°C d'éprouvettes NR-HP, R-HP et de liège brut (issu des travaux de [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015b]).

Le module tangent du plateau E_p traduirait principalement l'influence de la compression du gaz sur le comportement mécanique macroscopique d'après Gibson et Ashby [Gibson et Ashby, 1997]. Toutefois les observations de l'évolution de la pente de ce plateau (fig. 4.32b) montrent qu'il serait également fortement dépendant de la rigidité du matériau constitutif des parois. Cela rejoint l'hypothèse de Marcadon [2019], selon laquelle la pente du plateau pouvait également traduire des phénomènes plus complexes que la simple compression du gaz. Cette augmentation de la contrainte de flambement σ_{fl}^* serait due à l'interaction entre la structure cellulaire et les arrangements formés après effondrement et le comportement du matériau constitutif.

Contrainte de flambement

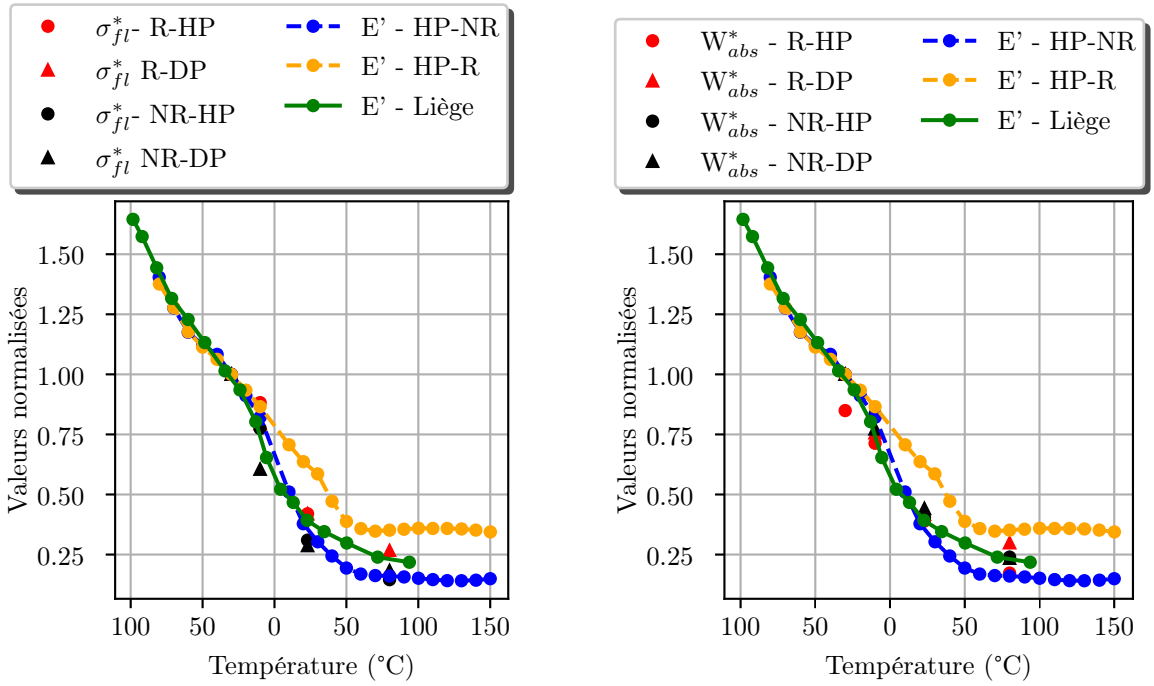
La contrainte de flambement élastique σ_{fl}^* diminue également de façon non-linéaire avec la température. La variation de ce paramètre, pour tous les agglomérés de liège, est similaire à la variation du module de de conservation du liège brut avec la température (fig. 4.33a).

La contrainte de flambement σ_{fl}^* peut être calculée analytiquement à partir de la charge critique de flambement théorique [Gibson et Ashby, 1997],

$$F = \frac{\pi^2 E_s I}{l_k^2}, \tag{4.8}$$

avec I le moment quadratique des parois cellulaires et l_k la longueur des parois cellulaires.

Celle-ci peut être, de la même manière que le module de Young, reliée à des paramètres



(a) Contrainte de flambement

(b) Énergie absorbée à l'initiation de la densification

FIGURE 4.33 – Comparaison de la contrainte de flambement et de l'énergie absorbée à l'initiation de la densification normalisés par leur valeur à -30°C avec le module de conservation issu d'essai DMA normalisés eux aussi par leur valeur à -30°C d'éprouvettes NR-HP, R-HP et de liège brut (issu des travaux de [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015b]).

macroscopiques. L'expression suivante est alors obtenue,

$$\sigma^*_{fl} = 0,05(\frac{\rho^*}{\rho_s})^2 E_s + (p_0 - p_{at}). \tag{4.9}$$

Dans les équations 4.8 et 4.9, c'est également seulement le module d'Young E_s du matériau constitutif des parois cellulaires qui est modifié par une variation de la température dans le cas d'une sollicitation en régime quasi-statique.

Énergie absorbée à l'initiation de la densification

L'énergie absorbée à l'initiation de la densification W^*_{abs} semble également varier de la même façon que le module de conservation E' du liège brut avec la température (fig. 4.33b).

L'énergie absorbée à l'initiation de la densification W^*_{abs} est calculée à partir de l'aire sous la courbe $\sigma = f(\varepsilon)$. Cette corrélation dans les variations des valeurs de ces deux grandeurs avec la température pourrait venir du fait que le comportement mécanique des agglomérés de liège est avant tout visco-élastique, même pour des déformations ε^* importantes. Ainsi l'augmentation de l'énergie absorbée à l'initiation de la densification W^*_{abs} avec la baisse de la température viendrait principalement de la rigidification des parois cellulaires du liège.

L'évolution des paramètres matériaux des agglomérés de liège avec la température est donc principalement similaire à l'évolution du module de conservation E' du liège brut (fig.4.32 et fig.4.33). On peut donc faire l'hypothèse que la dépendance à la température du comportement

mécanique des agglomérés de liège pour de grands déplacements est principalement causée par le caractère visco-élastique des matériaux constitutifs du liège.

Cette hypothèse avait déjà été faite pour des mousses polymériques synthétiques [Ramsteiner *et al.*, 2001]. Toutefois c'est la première fois que cela est évoqué pour un matériau cellulaire multi-échelles et composite. De plus cette hypothèse est ici soutenue par des résultats expérimentaux qui semblent la confirmer.

4.3.3.2 Origine de la dépendance à la vitesse de déformation dans les agglomérés de liège

À l'origine de la dépendance des matériaux cellulaire à la vitesse de déformation, trois phénomènes sont généralement cités [Sun et Li, 2018] :

— la dépendance inhérente des matériaux constitutifs à la vitesse,

— la pressurisation et échappement du gaz,

— le flambement dynamique.

Ce sont des phénomènes, souvent évoqués comme distincts, qui influencent les mécanismes de déformation locaux. Le verrou technique majeur dans l'étude de ces phénomènes vient de la difficulté à les étudier séparément et localement. En effet, plus la vitesse augmente et plus ces effets seront intensifiés, sans pour autant que l'on soit capable d'isoler leur part respective dans la dépendance du matériau cellulaire à la vitesse de déformation.

Les essais DMA ont permis de montrer que la dépendance à la vitesse de déformation des matériaux constitutifs des agglomérés était importante, à condition de balayer des plages assez larges. Il est toutefois plus difficile de discuter de l'origine de la dépendance à la vitesse de déformation observée à partir des essais de compression monotone, en regard des résultats des essais DMA. Cela supposerait en effet qu'une correspondance est réalisée entre la fréquence de la sollicitation et la vitesse de déformation. Pour cela, la construction d'un modèle rhéologique est nécessaire.

Les essais DMA et les essais monotones à température ambiante ne permettent donc pas pour l'instant de mettre en évidence les influences des autres mécanismes comme le flambement dynamique ou le gaz. Pour lever ce verrou, une dernière campagne expérimentale qui couple les deux conditions expérimentales, température et vitesse, a été réalisée.

Plusieurs raisons expliquent ce choix :

— en observant une réponse dynamique à chaud, les effets visco-élastiques de la sollicitation haute vitesse pourraient être annulés. Ainsi, les différences observables entre essais en régime dynamique à chaud ne pourront provenir que d'un effet structure.

— En observant une réponse dynamique à froid, le régime vitreux pourrait être atteint, et le comportement mécanique des matériaux constitutifs pourrait également ne varier que très peu en régime dynamique.

— Finalement ces essais pourraient permettre de s'affranchir de la complexité de la relation fréquence d'excitation et vitesse de déformation, en étudiant les équivalences température/vitesse de déformation pour des déformations finies et en les comparant aux équivalences obtenus grâce aux essais DMA.

Bilan

Les essais de compression ont montré que la vitesse de déformation et la température modifiaient fortement le comportement mécanique non-linéaire des agglomérés de liège.

Avec la baisse de la température, à une vitesse de déformation en régime quasi-statique, la dépendance du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs semble être la principale cause de l'élévation des contraintes, même pour des déformations importantes.

La cause de l'augmentation des contraintes avec la hausse de la vitesse de déformation macroscopique est moins évidente. En plus de l'effet matériau, des phénomènes supplémentaires, dus à un effet structure, pourraient également influencer la dépendance du comportement mécanique macroscopique à la vitesse de déformation. Le recours à des essais de compression à température fixe semble montrer ses limites.

4.4 Analyse de l'influence couplée de la température et de la vitesse de déformation

4.4.1 Choix des essais

Un plan d'expérience Doehlert à deux paramètres a été utilisé afin d'étudier l'influence de la température et de la vitesse de déformation et leur effet possible sur le comportement mécanique à grands déplacements à travers plusieurs paramètres matériaux (module de Young E^*, contrainte de flambement σ^*_{fl}, module tangent E^*_p, énergie absorbée à l'initiation de la densification W^*_{abs} et déformation à densification ε^*_d). La mise au point du plan d'expériences est décrit plus en détails en Annexe E. Les expériences effectuées sont décrites figure 4.34.

Essai	U_1 (s^{-1})	U_2 (°C)
1	125	26
2	0,0042	26
3	250	26
4	62,5	-20
5	187,5	-20
6	62,5	73
7	187,5	73

Tableau 4.5 – Valeurs des variables réelles

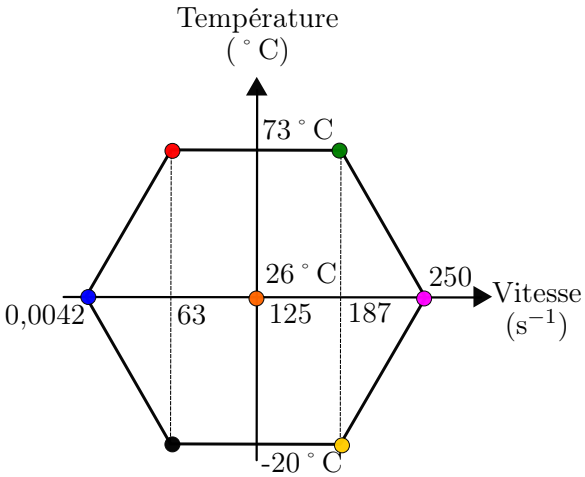


Figure 4.34 – Schéma des variables réelles

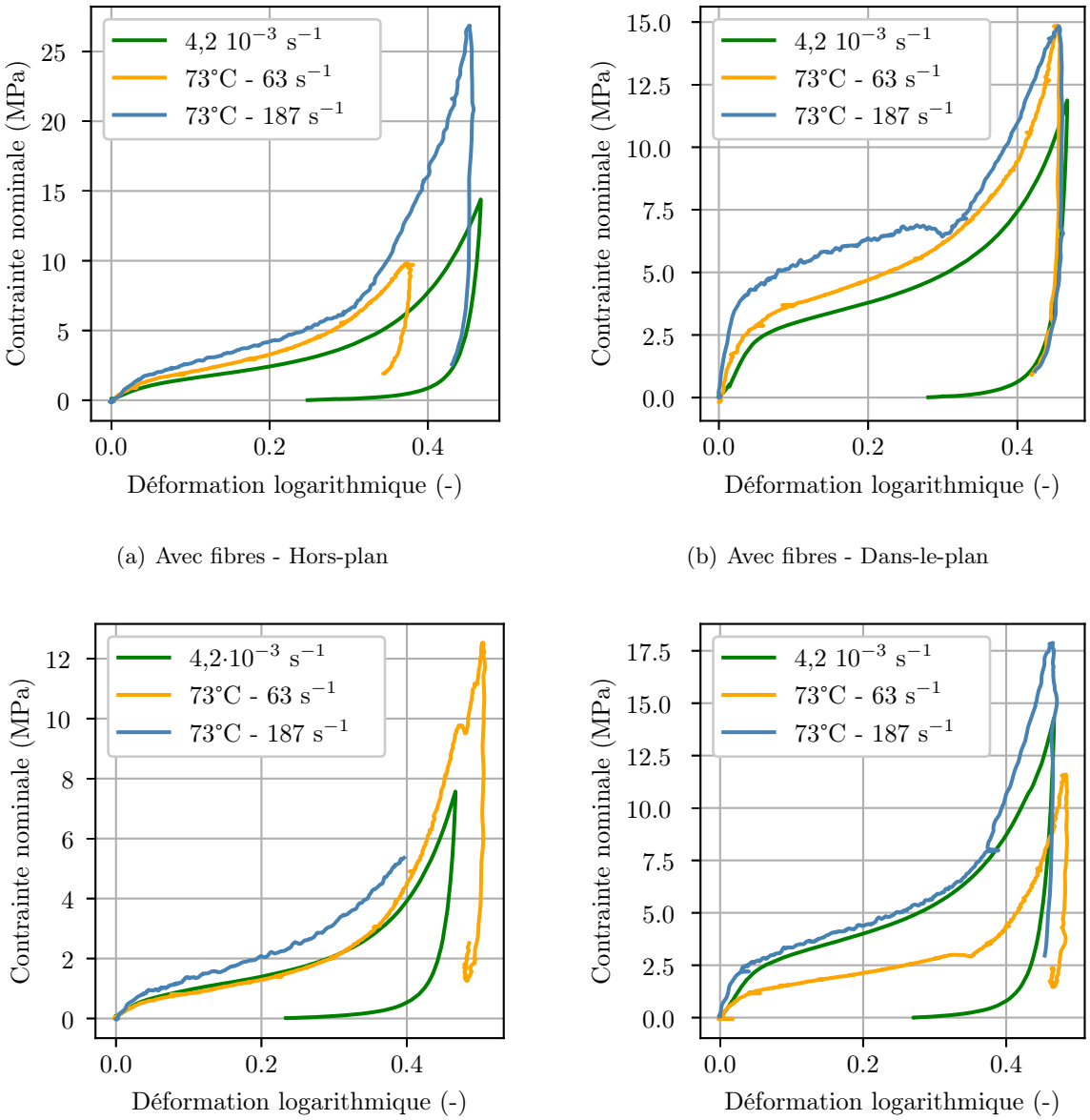
4.4.2 Comportement mécanique en régime dynamique à chaud

L'augmentation du module causé par l'augmentation de la vitesse de déformation pourrait être amoindrie voire annulée grâce à réalisation d'essais de compression en régime dynamique à chaud. Comme l'ont montré les isothermes et la courbe maîtresse, au-delà de 40°C, le module de conservation E' ne varie que très peu, même pour des fréquences importantes (fig. 4.15 et fig. 4.16). Ainsi, les différences observables entre deux essais en régime dynamique à chaud ne pourraient à priori provenir que d'un effet structure.

Des essais de compression en régime dynamique à 73°C (fig. 4.35), ont été réalisés grâce au montage présenté en Annexe F.

Les valeurs de contraintes atteintes lors des essais de compression en régime dynamique à chaud se rapprochent de celles effectuées à température ambiante en régime quasi-statique (fig. 4.35). La majorité des agglomérés a un comportement mécanique à 63 s^{-1} à 73°C proche de celui en régime quasi-statique (fig. 4.35a, b et c). À 63 s^{-1}, le comportement mécanique des matériaux constitutifs serait donc caoutchoutique. Une élévation d'une centaine de s^{-1} ne semble pas suffisante pour passer d'un domaine à un autre. Les essais DMA ont en effet montré qu'il fallait considérer plusieurs décades de vitesses pour pouvoir observer des transitions, surtout à haute température (au-delà de la température de transition vitreuse).

L'aggloméré sans fibres sollicité selon la direction dans-le-plan atteint des contraintes bien inférieures en comparaison au régime quasi-statique (fig. 4.35d). L'observation des éprouvettes



(a) Avec fibres - Hors-plan

(b) Avec fibres - Dans-le-plan

(c) Sans fibres - Hors-plan

(d) Sans fibres - Dans-le-plan

Figure 4.35 – Courbes contrainte/déformation des agglomérés de liège avec et sans fibres comprimés selon les directions hors-plan et dans-le-plan à 73°C en régime dynamique et à température ambiante (26°C) en régime quasi-statique.

lors de la compression ne semblent pas indiquer de fissuration précoce de l'éprouvette. Il est donc difficile d'expliquer un tel comportement mécanique.

En régime dynamique à chaud, des différences de comportement mécanique entre deux vitesses de déformation (63 et 187 s^{-1}) sont observées. Ces différences ne sont toutefois pas les mêmes selon la direction de sollicitation.

— Selon la direction hors-plan, les comportement mécaniques sont proches dans la phase pseudo-linéaire, puis le plateau a atteint un peu plus tard à 187 s^{-1} (fig. 4.35a et c). La contrainte de flambement est supérieure lorsque la vitesse de déformation augmente.

— Selon la direction dans-le-plan, d'importantes différences sont observées entre les deux vitesses de déformation, dès le début de la compression (fig. 4.35b et d).

La contrainte de flambement σ_{fl} des essais de compression à chaud augmente rapidement en régime dynamique (fig. 4.36). L'augmentation en régime dynamique est plus importante qu'à température ambiante. Alors que dans le domaine caoutchoutique les propriétés mécaniques des matériaux constitutifs ne varient pas beaucoup, le comportement mécanique macroscopique est fortement influencé par la vitesse de déformation en régime dynamique. Ces résultats, qui devront être enrichis par des essais supplémentaires, pourraient être une démonstration expérimentale d'un effet structure dans la dépendance à la vitesse de déformation des agglomérés de liège. L'augmentation de la contrainte de flambement pourrait ainsi être due à des phénomènes de flambement dynamique, qui sont principalement visibles dans cette partie de la courbe de compression [Vesenjak *et al.*, 2012].

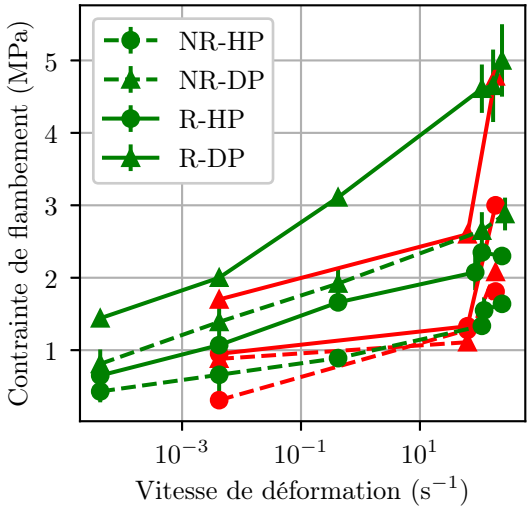


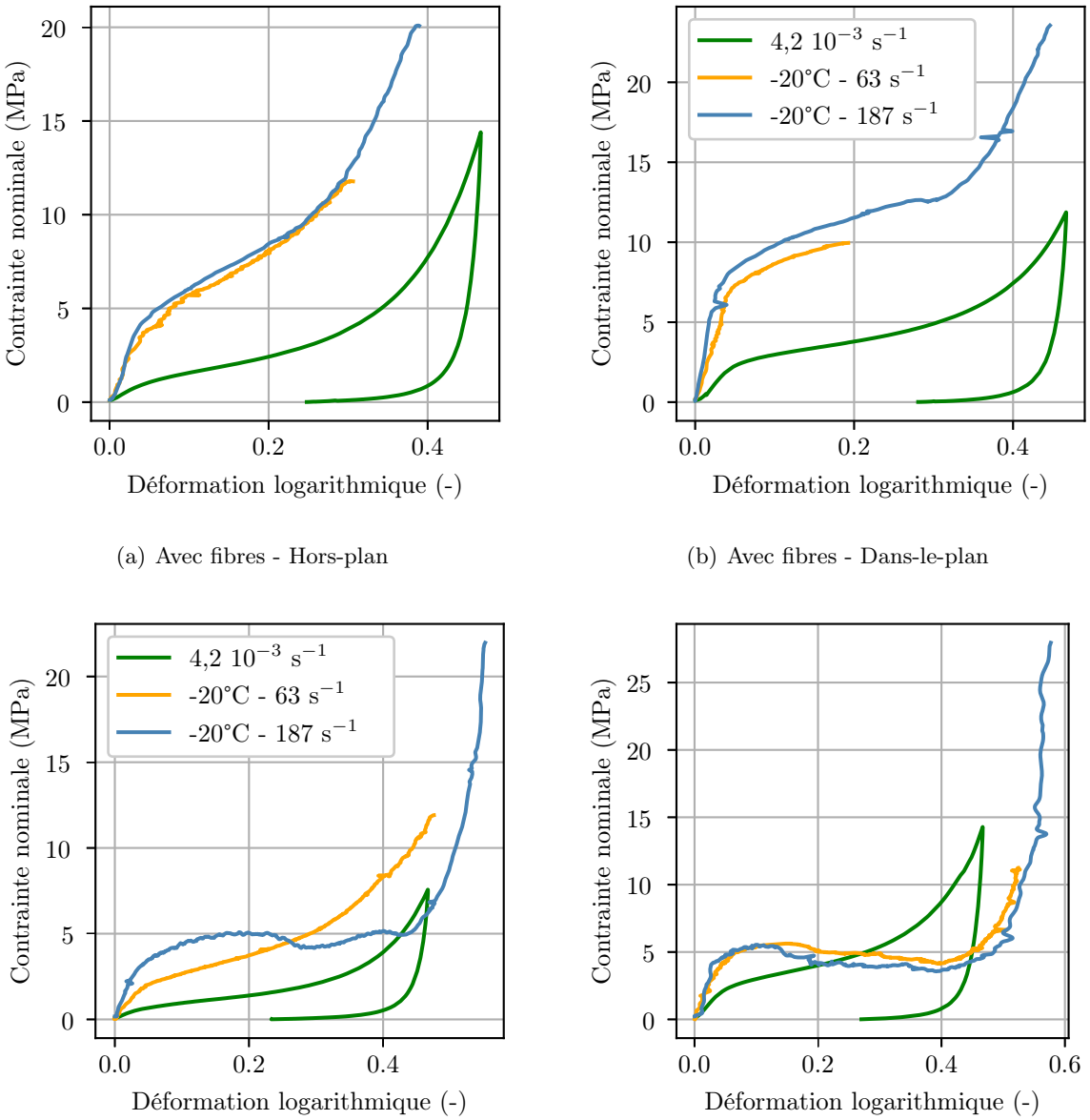
Figure 4.36 – Évolution de la contrainte de flambement σ_{fl} en fonction de la vitesse de déformation, à température ambiante (vert) et à 73°C (rouge) pour tous les agglomérés de liège.

Le fait que cette différence soit plus marquée pour les agglomérés sollicités selon la direction dans-le-plan va dans ce sens (fig. 4.35b et d). Les matériaux cellulaires polymériques aux cellules ayant un important rapport d'aspect montrent un effet structure dû au flambement dynamique plus marqué [Tagarielli *et al.*, 2008]. Or, le chapitre 2 a montré que dans les agglomeré de liège, un nombre non négligeable de cellules étaient effondrées aux abords des interfaces intergranulaires. Les cellules effondrées selon la direction hors-plan pourraient lors d'une compression en régime dynamique selon la direction dans-le-plan causer une élévation des contraintes par flambement dynamique.

4.4.3 Comportement mécanique en régime dynamique à froid

La réalisation d'essais de compression en régime dynamique à froid, le comportement mécanique des matériaux constitutifs pourrait tendre vers le plateau vitreux.

Des essais de compression en régime dynamique à -20°C, ont été réalisés grâce au montage présenté en Annexe F. En associant vitesse de déformation importante et basse température, la sollicitation qui est imposée au matériau est caractérisée de "plus sévères" car les résultats précédents ont montré que ces deux conditions étaient tous les deux propices à la fissuration précoce des agglomérés.



(a) Avec fibres - Hors-plan

(b) Avec fibres - Dans-le-plan

(c) Sans fibres - Hors-plan

(d) Sans fibres - Dans-le-plan

Figure 4.37 – Courbes contrainte/déformation des agglomérés de liège avec et sans fibres comprimés selon les direction hors-plan et dans-le-plan à -20°C en régime dynamique et à température ambiante (26°C) en régime quasi-statique.

4.4.3.1 Compression monotone

En régime dynamique et à froid, les contraintes atteintes par les différentes agglomérés sont beaucoup plus importantes qu'en régime quasi-statique (fig. 4.37).

Les paramètres matériaux, tels que le module de Young E^*, la contrainte de flambement σ^*_{fl} ou l'énergie absorbée avant densification W^*_{abs}, mesurés à partir de ces courbes sont bien plus importants dans ces conditions sévères que celles mesurées en régime quasi-statique (tab. 4.6).

L'augmentation de la vitesse de déformation et la diminution de la température modifient principalement le module de Young et la contrainte de flambement. Ces paramètres pour tous les types d'agglomérés de liège augmentent de plus de 150% dans ces conditions sévères (tab. 4.6).

Les valeurs des modules de Young indiquent cependant que le plateau vitreux n'est à priori pas atteint (tab. 4.6). Ces vitesses de déformation associées à une température de -20°C ne sont donc pas suffisantes pour atteindre le plateau vitreux des matériaux constitutifs.

Matériau	E* [MPa]	σ^*_{fl} [MPa]	E^*_p [MPa]	ε^*_d [-]	W^*_{abs} [J/mm^3]
NR-HP	22,00 ± 1,0	0,83 ± 0,06	5,77 ± 0,42	0,455 ± 0,008	0,93 ± 0,08
-20°C, 187 s^{-1}	87	3,5	2,92	0,45	2,52
	+ 295%	+ 322 %	- 49 %	- 1 %	+ 171 %
R-HP	27,7 ± 1,9	1,08 ± 0,04	8,39 ± 0,34	0,457 ± 0,002	1,32 ± 0,06
-20°C, 187 s^{-1}	118	4,2	22,1	0,3	2,49
	+ 326 %	+ 289 %	+ 163 %	- 34 %	+ 89 %
NR-DP	36,0 ± 2,9	1,2 ± 0,13	4,47 ± 0,57	0,530 ± 0,005	1,28 ± 0,06
-20°C, 187 s^{-1}	93	4,4	-9,9	0,426	2,09
	+ 158 %	+ 267 %	- 321 %	- 15 %	+ 63 %
R-DP	61,2 ± 4,5	2,07 ± 0,04	7,04 ± 0,11	0,501 ± 0,005	1,99 ± 0,04
-20°C, 187 s^{-1}	192	5,7	15,5	0,362	4,4
	+ 214 %	+ 175 %	+ 120 %	- 28 %	+ 121 %

Tableau 4.6 – Paramètres matériaux du liège aggloméré (NR) et du liège aggloméré renforcé par des fibres courtes (R) testés en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) soit à une vitesse de déformation macroscopique de $4,2\ 10^{-3}\ s^{-1}$ à température ambiante (26°C) soit à une vitesse de déformation macroscopique de 187 s^{-1} à -20°C.

Pour les agglomérés de liège avec fibres, l'augmentation de la vitesse de déformation associée à une diminution de la température ont un effet non négligeable sur la diminution de la déformation à l'initiation de la densification ε^*_d (tab. 4.6). Ce paramètre ne variait que peu avec simplement la température ou la vitesse de déformation moyenne lors des précédentes sollicitations tandis qu'il diminue de 34 et 28% respectivement pour les direction hors-plan et dans-le-plan lorsque les effets de vitesse de déformation et de température sont cumulés. Cet effet est beaucoup moins marqué pour les agglomérés sans fibres, car la déformation à l'initiation de la densification ne diminue que de 1 % pour la direction hors-plan et de 15% pour la direction dans-le-plan. L'apparition de mécanismes de déformation différents dans la phase plateau pourraient être à l'origine de cette observation.

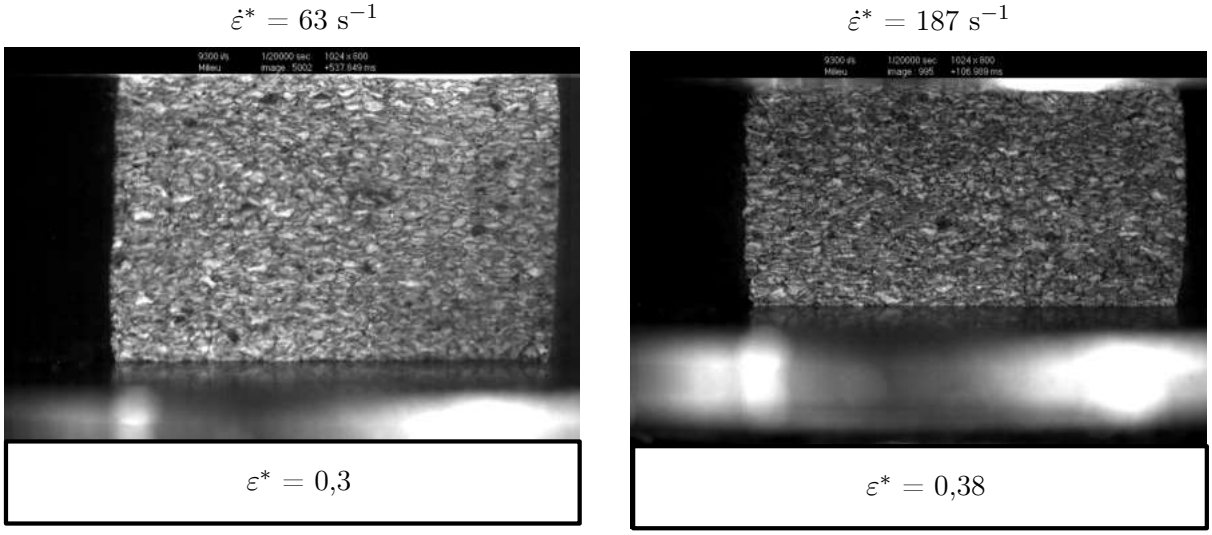
La différence de comportement entre deux essais de compression à froid à deux vitesses relativement proches n'est pas très marquée, à part pour les agglomérés sans fibres comprimés selon la direction hors-plan. Comme à température ambiante, à une température fixée, la variation de la vitesse de déformation sur une faible plage ne modifie que peu le comportement mécanique des agglomérés de liège. Cela indiquerait que l'effet matériau est prépondérant sur la dépendance à la vitesse de déformation, aucune élévation majeure des contraintes n'étant discernable entre le deux vitesses de déformation, en régime dynamique.

Ainsi, lorsque les conditions expérimentales sont telles que les matériaux constitutifs des agglomérés sont dans leur phase de transition vitreuse, l'effet matériau serait la principale cause de la dépendance du comportement mécanique des agglomérés à la vitesse de déformation.

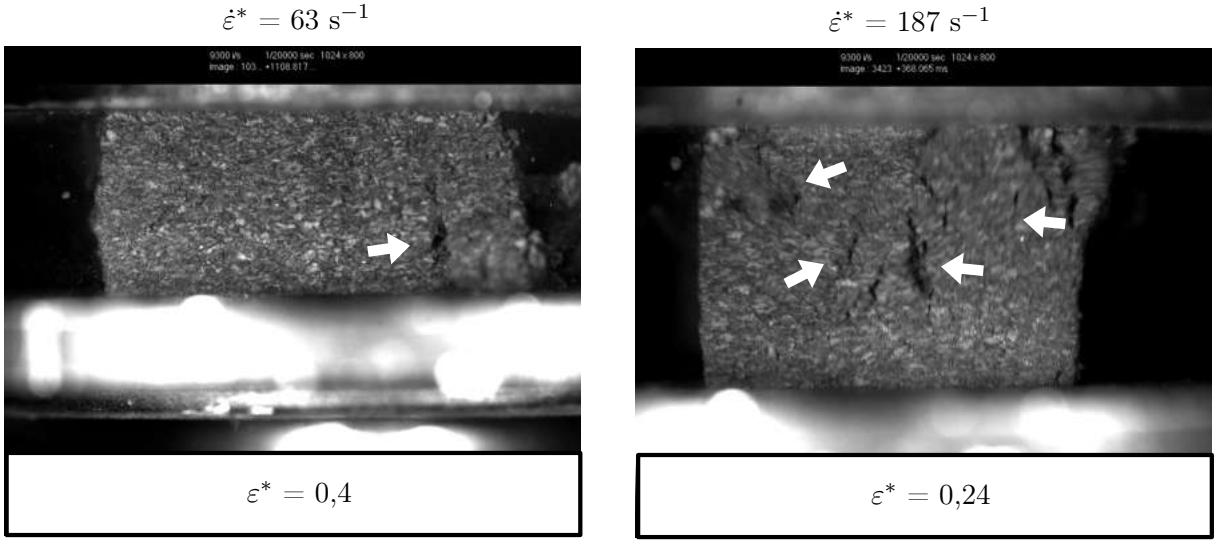
4.4.3.2 Modification des mécanismes de déformation

Les agglomérés de liège sans fibres ont une phase plateau sous sollicitations sévères qui est moins pentue lorsqu'ils sont comprimés selon la direction hors-plan et possède une pente négative lorsque la compression a lieu dans la direction dans-le-plan (tab. 4.6). Cette modification de la

phase plateau sous sollicitations sévères (fig. 4.37) est principalement due à l'apparition plus précoce de mécanismes de rupture dans ces conditions (fig. 4.38b et fig. 4.39b).



(a) Avec fibres - Hors-plan



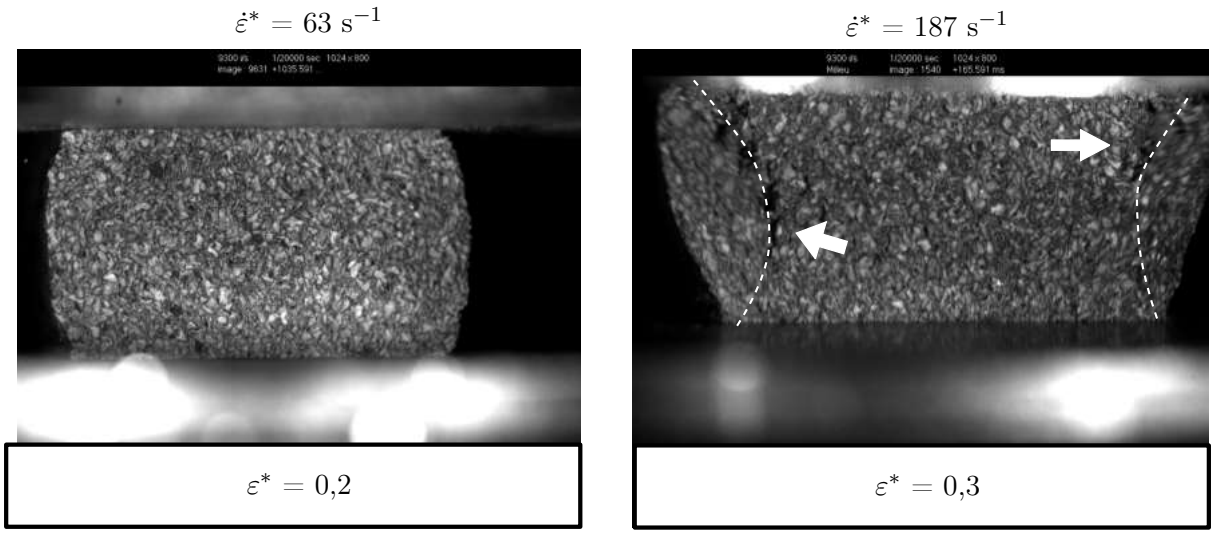
(b) Sans fibres - Hors-plan

Figure 4.38 – Clichés des éprouvettes de liège agglomérés avec et sans fibres sollicités selon la direction hors-plan. Les flèches blanches indiquent la présence de fissures et les lignes en pointillés tracent l'allure des fissures à la surface des éprouvettes.

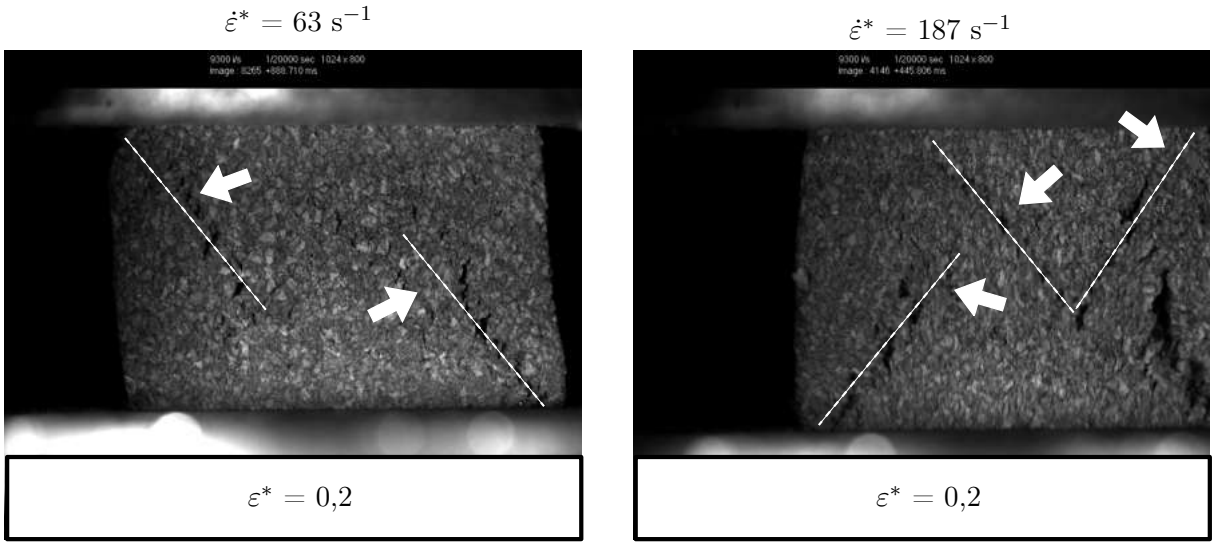
Dans le cas des agglomérés sans fibres sollicités selon la direction hors-plan, le comportement mécanique est fortement modifié à froid entre une compression uni-axiale à 63 s^{-1} et une compression uni-axiale à 187 s^{-1} (fig. 4.37c). Les clichés des éprouvettes réalisés au cours de l'essai montrent également une modification des mécanismes de fissuration. À 63 s^{-1}, des fissures ne sont visibles qu'à partir de ε^*=0,4 (fig. 4.38b). Celles-ci se trouvent à la périphérie de l'éprouvette, comme ce qui a été décrit précédemment pour les éprouvettes comprimées selon la direction dans-le-plan. Les clichés des éprouvettes comprimées à 187 s^{-1} à -20°C montrent que de nombreuses fissures apparaissent au centre de l'éprouvette et cela pour une déformation macroscopique très inférieure, à ε^*=0,24 (fig. 4.38b).

L'augmentation de l'énergie absorbée à l'initiation de la phase densification est moins impor-

tante pour l'aggloméré de liège sans fibres sollicité selon la direction dans-le-plan (tab. 4.6). Les observations ont montré que ces éprouvettes de liège aggloméré, dans ces conditions, fissuraient très prématurément. Des fissures peuvent être observées à la surface à partir de ε^*=0,08 ; soit dès le début de la phase plateau.



(a) Avec fibres - Dans-le-plan



(b) Sans fibres - Dans-le-plan

Figure 4.39 – Clichés des éprouvettes de liège agglomérés avec et sans fibres sollicités selon la direction dans-le-plan. Les flèches blanches indiquent la présence de fissures et les lignes en pointillés tracent l'allure des fissures à la surface des éprouvettes.

L'apparition de ces fissures est différente de ce qui a été observé pour des conditions moins sévères. Pour de plus basses vitesses de déformation ou plus hautes températures, les fissures apparaissaient en périphérie de l'éprouvette, à cause de l'effet tonneau. C'est d'ailleurs ce type de fissuration qui est observé pour les autres matériaux (fig. 4.39a).

Pour les agglomérés sollicité en régime dynamique à -20°C, les fissures apparaissent désormais dans la diagonale de l'éprouvette (fig. 4.39b).

Les mécanismes de déformation impliqués dans la phase plateau qui permettent d'absorber

de l'énergie mécanique ne sont donc plus les mêmes entre les essais de compression en régime quasi-statique à température ambiante et ceux en régime dynamique à froid.

4.4.4 Équivalence temps/température à déformations finies

Les courbes maîtresses obtenues en DMA ont permis d'établir des équivalences concernant le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs des agglomérés. En réalisant des essais avec des couples (T, $\dot{\varepsilon}$) différents une équivalence pourrait également être obtenue. Une équivalence temps/température différente pourrait être le signe d'un effet structure dans la dépendance à la vitesse de déformation, contrairement à la température.

Couples $(T, \dot{\varepsilon})$

L'équivalence temps-température pourrait être appliquée, même pour des déformations finies, comme cela a été montré pour des réseaux polymères amorphes par Diani *et al.* [2015], si la dépendance à la vitesse de sollicitation est principalement due au comportement visco-élastique des matériaux constitutifs.

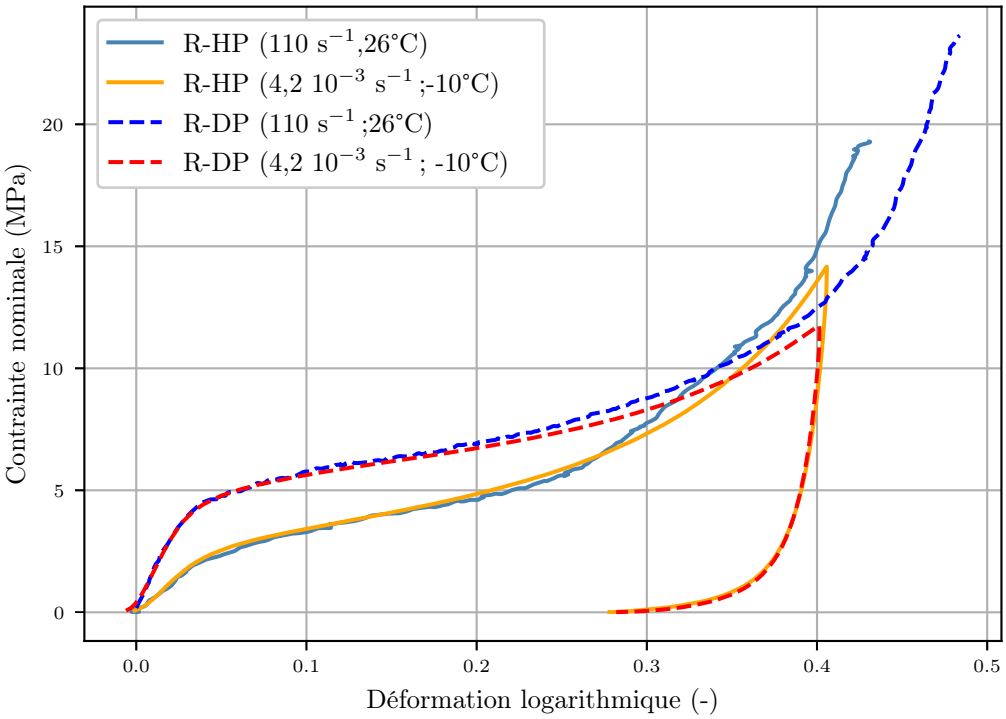
Pour cela, les essais à différentes vitesses de déformation macroscopiques $\dot{\varepsilon}^*$ et différentes températures ont été comparés. Des couples $(T, \dot{\varepsilon})$ démontrant un comportement mécanique macroscopique similaire ont été trouvés (tab. 4.7).

Type d'aggloméré	Direction	Couple 1	Couple 2
Comparaison A			
Sans fibres	Hors-plan	-10°C, 4,2 10^{-3} s^{-1}	26°C, 250 s^{-1}
Sans fibres	Dans-le-plan	-10°C, 4,2 10^{-3} s^{-1}	26°C, 250 s^{-1}
Avec fibres	Hors-plan	-10°C, 4,2 10^{-3} s^{-1}	26°C, 110 s^{-1}
Avec fibres	Dans-le-plan	-10°C, 4,2 10^{-3} s^{-1}	26°C, 110 s^{-1}
Comparaison B			
Sans fibres	Hors-plan	26°C, 4,2 10^{-3} s^{-1}	73°C, 63 s^{-1}
Sans fibres	Dans-le-plan	26°C, 4,2 10^{-3} s^{-1}	73°C, 63 s^{-1}
Avec fibres	Hors-plan	26°C, 4,2 10^{-1} s^{-1}	73°C, 63 s^{-1}
Avec fibres	Dans-le-plan	26°C, 4,2 10^{-1} s^{-1}	73°C, 63 s^{-1}

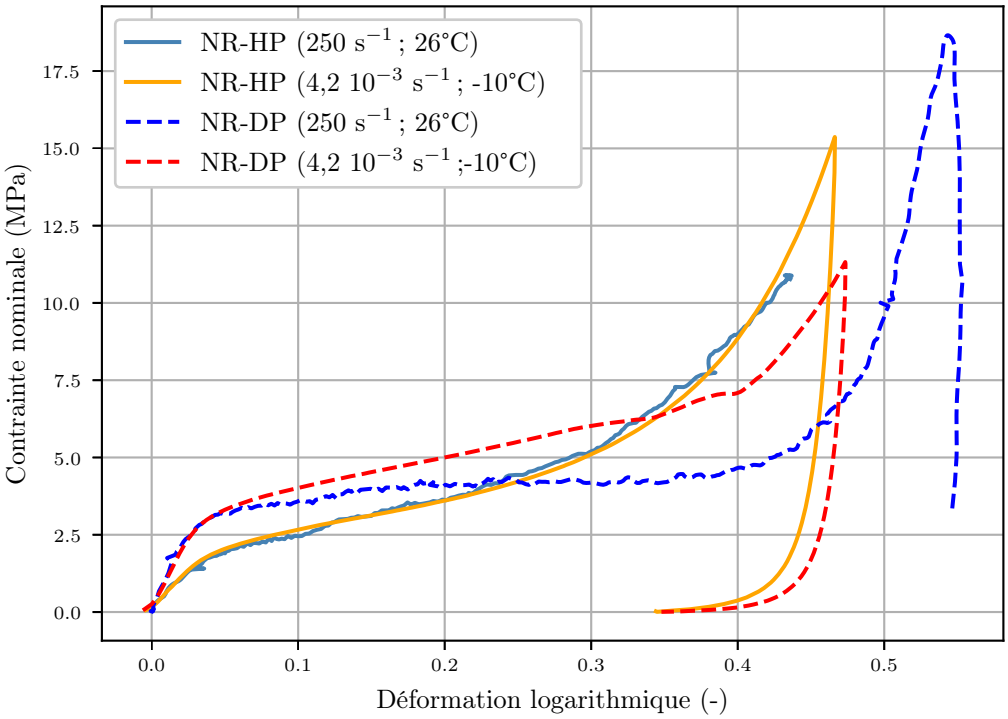
Tableau 4.7 – Couples $(T, \dot{\varepsilon})$ illustrant l'équivalence temps/température pour des déformations finies selon le type d'aggloméré.

Les courbes des couples régime quasi-statique à froid/régime dynamique à température ambiante (fig. 4.40 ainsi que celles des couples régime quasi-statique à température ambiante/régime dynamique à chaud (fig. 4.42) ont été tracées.

Les courbes macroscopiques des essais de la comparaison A réalisés en régime quasi-statique et en régime dynamique à froid ont ainsi été comparées. Les différents couples $(T, \dot{\varepsilon})$ (tab. 4.7) démontrent une réponse contrainte-déformation similaire, sauf pour l'aggloméré sans fibres, comprimé dans la direction dans-le-plan (fig. 4.40). Les courbes sont identiques jusqu'à environ ε=0,25 pour tous les agglomérés avec fibres. Après cela, les contraintes sont supérieures pour les essais réalisés en régime dynamique à température ambiante. La pressurisation du gaz en régime dynamique dans les cellules fermées du liège serait une hypothèse probable [Sun et Li, 2015] concernant cette élévation des contraintes à partir du milieu du plateau. En quasi-statique, le débit d'échappement imposé est relativement faible. La contrainte supplémentaire causée par cet effet tuyère est donc faible. Au contraire, pour des vitesses assez importantes, le débit nécessaire à l'échappement du gaz est tel, que certaines parois cellulaires fissurent ce qui cause l'initiation



(a) Avec fibres

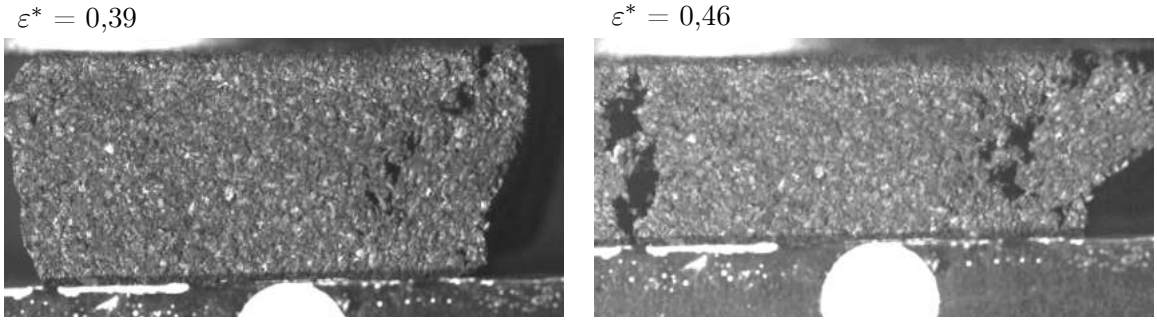


(b) Sans fibres

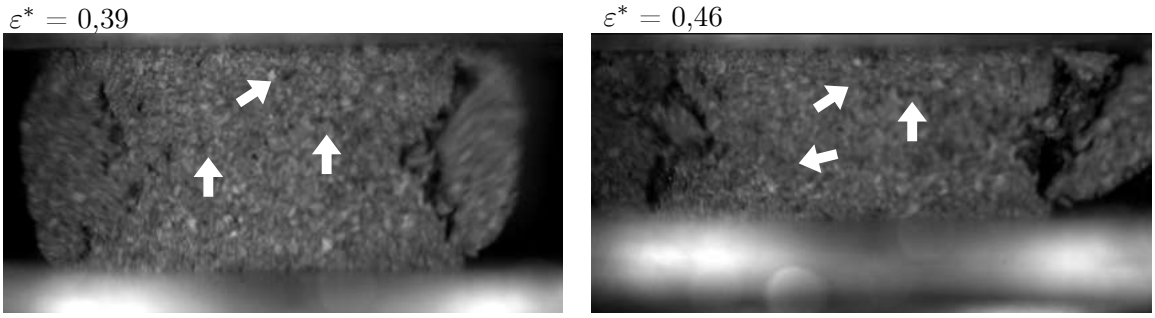
Figure 4.40 – Mise en évidence expérimentale de l'équivalence temps/température à déformations finies. Comportement mécanique en compression uni-axiale d'agglomérés de liège en régime quasi-statique à -10°C et en régime dynamique à température ambiante.

de mécanismes de rupture. Des résultats expérimentaux obtenus par Xu *et al.* [2012] ont ainsi montré qu'en l'absence de porosités, la contrainte augmentait à la fin de la phase plateau. Dans le cas de mousses d'aluminium peu denses, leur plateau en régime dynamique semble suivre la même courbe que du gaz piégé [Sadot *et al.*, 2016].

Dans le cas du liège aggloméré avec fibres, le comportement mécanique visco-élastique du matériau constitutif des parois sollicité à 20°C à 10^2 s^{-1} équivaut à son comportement à -10°C sollicité 10^{-3} s^{-1}. À l'inverse, le comportement mécanique du matériau constitutif des parois sollicité autour de 70°C vers 10^2 s^{-1}, équivaut à son comportement à 10°C à 10^{-3} s^{-1}.



(a) Régime quasi-statique, -10°C

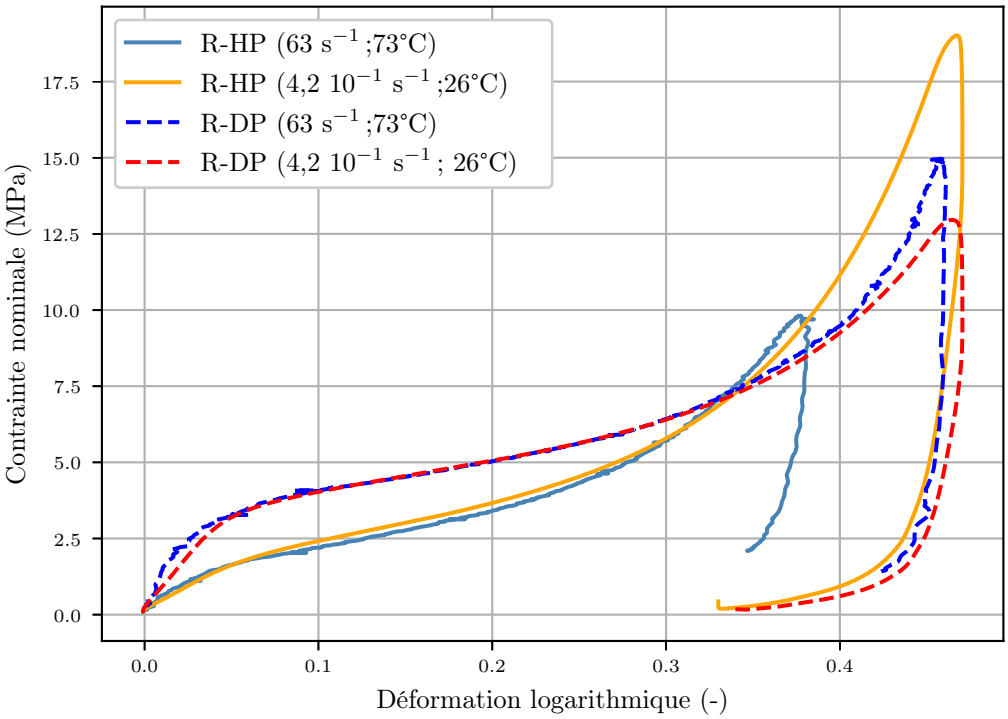


(b) Régime dynamique, 26°C

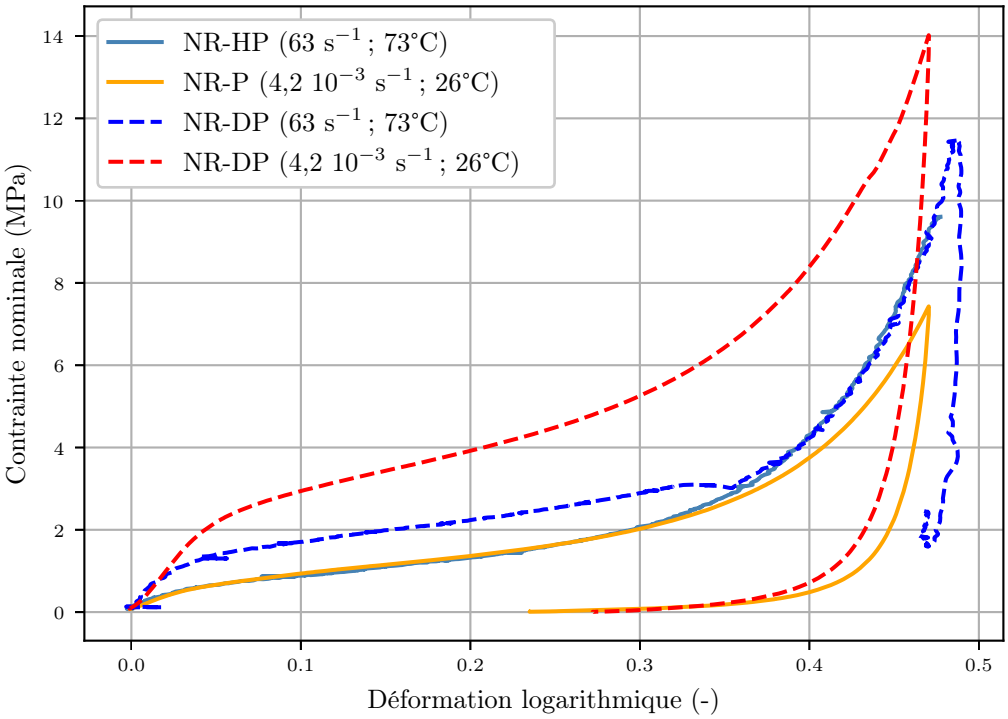
Figure 4.41 – Clichés de la surface des éprouvettes de liège aggloméré sans fibres comprimés selon la direction dans-le-plan à 4,2 10^{-3} s^{-1} à -10°c (a) et à 250 s^{-1} à 26°C. Les flèches blanches indiquent la présence de petites fissures observées au centre de la surface des éprouvettes en plus des fissures périphériques due à l'effet tonneau.

Pour l'aggloméré sans fibres comprimé selon la direction dans-le-plan, l'équivalence n'est plus valable dès le début du plateau. Tandis qu'en régime quasi-statique, la contrainte augmente dans la phase plateau, en régime dynamique la contrainte est très stable. L'observation des essais montre qu'en régime dynamique, des fissures apparaissent au centre de la surface de l'éprouvette, en plus des fissures périphériques dues à l'effet tonneau (fig. 4.41). Il semble qu'il y ait une généralisation des mécanismes de rupture dans l'éprouvette en régime dynamique contrairement au régime dynamique à froid. La présence plus importante de fissures dans l'éprouvette de liège aggloméré comprimée en régime dynamique pourrait donc être à l'origine de sa contrainte nominale macroscopique plus faible.

Pour les couples de la comparaison B (tab. 4.7), des commentaires similaires peuvent être faits. Dans le cas des agglomérés de liège avec fibres selon les deux directions et pour l'aggloméré sans fibres comprimé selon la direction hors-plan, les courbes sont très similaires (fig. 4.42). Les essais réalisés en régime dynamique démontrent une élévation plus importante de la contrainte



(a) Avec fibres



(b) Sans fibres

Figure 4.42 – Mise en évidence expérimentale de l'équivalence temps/température à déformations finies. Comportement mécanique en compression uni-axiale d'agglomérés de liège avec fibres en régime quasi-statique à 26°C et en régime dynamique à 73°C.

au-delà de ε^*=0,3.

Le comportement de l'aggloméré de liège sans fibres comprimé selon la direction dans-le-plan a toutefois un comportement mécanique très différent (fig. 4.42). Une fois encore, en régime dynamique, la contrainte est pour de faibles déformations macroscopiques inférieure à celle en régime quasi-statique. Les clichés réalisés pendant les essais de compression montrent également la présence de fissures au centre de l'éprouvette en régime dynamique contrairement au régime quasi-statique.

Facteurs de translation

Les facteurs de translation $a_{T_0/T}$ à une température T pour une température de référence T_0, tels que,

$$f_r = f \times a_{T_0/T}, \tag{4.10}$$

obtenus lors de la construction des courbes maîtresses, peuvent être comparés à ceux obtenus pour les essais à déformations finies (fig. 4.43).

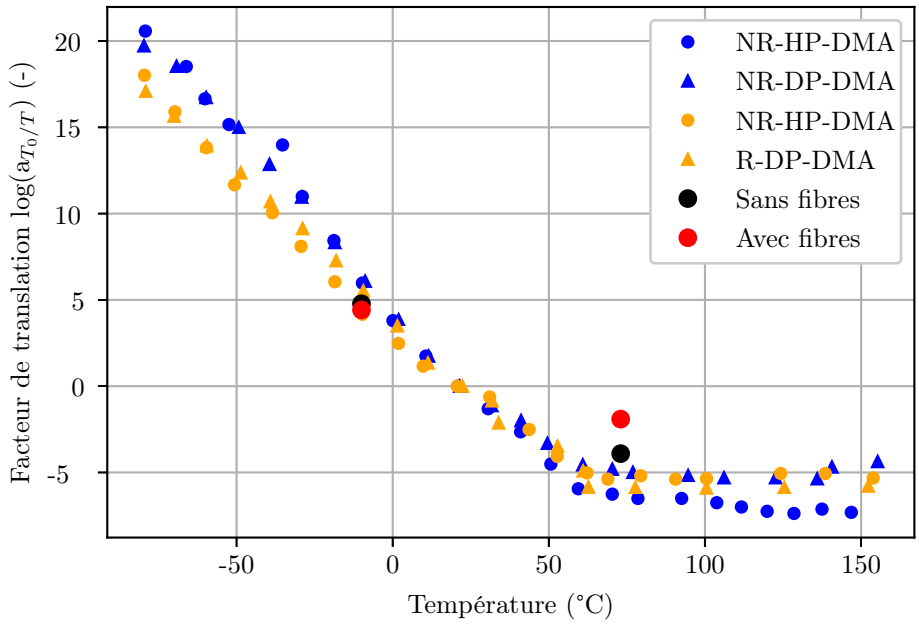


Figure 4.43 – Facteurs de translation des agglomérés de liège obtenus pour des déformations infinitésimales (essais DMA) et des déformations finies (essais de compression en régime quasi-statique et régime dynamique).

Ces derniers sont obtenus d'après l'équation proposée par Diani *et al.* [2015],

$$\dot{\varepsilon}^*(T) = \frac{\dot{\varepsilon}^*(T_0)}{a_{T_0/T}}. \tag{4.11}$$

La comparaison A des essais en régime dynamique à température ambiante avec ceux réalisés en régime quasi-statique à froid donnent un facteur de translation de 5 à T=-10°C. Cette valeur est tout à fait en accord avec celles obtenues par DMA. Si les facteurs de translation sont proches entre les essais à déformations infinitésimales et les essais à déformation finies, cela pourrait signifier que l'origine de l'équivalence temps/température est similaire. À l'échelle macroscopique, la dépendance à la vitesse de déformation du comportement mécanique non-linéaire

des agglomérés serait donc principalement due au comportement visco-élastique des matériaux constitutifs. Cette équivalence semble toutefois valable seulement tant que la compression n'est pas trop importante et si et seulement si les mécanismes de déformation et de rupture locaux ne sont pas modifiés par les conditions expérimentales.

Les essais en régime dynamique à chaud comparés à ceux en régime quasi-statique à froid à température ambiante donnent un facteur de translation à $T=$ 73°C de -2 pour les agglomérés avec fibres et de -4 pour les agglomérés sans fibres. Ces valeurs sont plus élevées que celles obtenues avec les essais DMA, qui se trouvent entre -5 et -6. Pour que le facteur de translation de l'équivalence temps/température à déformations finies soit équivalent à celui à déformations infinitésimales, il aurait fallu que la vitesse de déformation équivalente à $T=$ 73°C soit d'au moins deux décades supérieures. Il semble donc qu'à chaud, la dépendance à la vitesse de sollicitation du comportement mécanique des agglomérés ne soit pas seulement due aux effets matériaux. Des effets structure, comme du flambement dynamique ou l'échappement du gaz, peuvent être la source d'une élévation des contraintes.

Si ces phénomènes n'ont lieu qu'à chaud, cela pourrait signifier qu'à partir d'une rigidité suffisamment faible, l'effet structure prend le pas sur l'effet matériau. Ces phénomènes pourraient également avoir toujours lieu, mais ils seraient gommés lorsque les matériaux constitutifs sont dans leur zone de transition, la variation de rigidité étant beaucoup plus importante.

Bilan

Zone de transition vitreuse

Lorsque les conditions expérimentales (T, $\dot{\varepsilon}$) sont telles que les matériaux constitutifs sont sollicités dans leur phase de transition vitreuse, le comportement mécanique des agglomérés de liège possède une dépendance à la vitesse de déformation qui est **principalement dictée par le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs**.

Pour des déformations assez importantes, lorsque la phase plateau est assez avancée, le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs n'est plus suffisant pour expliquer l'augmentation des contraintes avec la vitesse de déformation. L'échappement ou la compression du gaz, présent dans les cellules du liège, pourrait être à l'origine de cette augmentation des contraintes en fin de compression.

L'association de vitesses de déformation importantes (> 100 s^{-1}) et de basses températures (-20°C $< T_g$) ont pour effet d'augmenter fortement la rigidité des agglomérés de liège, sans pour autant permettre d'atteindre le plateau vitreux des matériaux constitutifs. Pour les agglomérés les plus fragiles, sans fibres, de nouveaux mécanismes de fissuration apparaissent, au début de la phase plateau. Ces nouveaux mécanismes de fissuration semblent remplacer les mécanismes de déformation locaux auparavant observés, comme le flambement élastique des parois cellulaires du liège. Dans ces conditions expérimentales, l'agglomeré de liège sans fibres passe d'un comportement mécanique de mousse élastomérique à un comportement mécanique de mousse fragile. Il y a alors une compétition des modes de déformation, d'endommagement et de rupture pour l'absorption d'énergie dans les agglomérés de liège sans fibres.

Plateau caoutchoutique

Lorsque les conditions expérimentales (T, $\dot{\varepsilon}$) sont telles que les matériaux constitutifs sont sollicités dans leur plateau caoutchoutique, des **effets structure** (flambement dynamique, échappement retardé du gaz par compression) semblent s'ajouter à l'effet matériau. La rigidité moins importante des parois cellulaires pourrait causer l'apparition de ces phénomènes. Une deuxième hypothèse est que ces phénomènes seraient beaucoup moins détectable dans la zone de transition vitreuse car l'effet matériau serait trop important, dans le cas des mousses polymériques.

4.5 Conclusions sur l'influence des conditions sévères

Comportement visco-élastique

Des essais vibratoires ont permis de décrire l'équivalence temps/température concernant le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs des agglomérés de liège. Le résultats de ces essais ont ensuite été utilisés afin de décrire l'effet matériau dans la dépendance du comportement mécanique des agglomérés de liège à la température et à la vitesse de déformation.

Influence de la température

La dépendance du comportement mécanique non-linéaire d'agglomérés de liège à la température est principalement causée par la dépendance du comportement visco-élastique à la température de ces matériaux constitutifs. En plus de rigidifier le matériau, la baisse de la température rend également le matériau composite plus fragile.

Les matériaux constitutifs des parois du liège brut ont une zone de transition assez large (de -10 à 60°C) avec une température de transition vitreuse proche de 15°C. Le comportement mécanique de composites principalement composés de liège est donc très dépendant de la température sur des plages de températures standard dans le cas d'une application aéronautique.

Influence de la vitesse de déformation

La dépendance à la vitesse de déformation de matériaux cellulaires polymères tels que le liège aggloméré sur des plages de vitesses comprenant le régime quasi-statique (10^{-5} à 10^{-1} s^{-1}) et dynamique lent (10^{0} à 10^{2} s^{-1}) dépend de l'état dans lequel sont les matériaux constitutifs :

— Dans la **zone de transition vitreuse**, un effet matériau prépondérant : les mêmes mécanismes qui causaient la dépendance du comportement mécanique des matériaux à la température sont à l'origine de la dépendance de ces matériaux à la vitesse de déformation. À une température donnée, l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs sur plusieurs décades doit être considérée.

— Dans le **plateau caoutchoutique**, des effets structure sont discernables. L'augmentation des contraintes pendant la phase plateau pourrait être imputée à l'échappement retardé du gaz [Bouix *et al.*, 2009] (tous les directions). L'augmentation des contraintes dès le début de la compression semblent plutôt indiquer que des phénomènes de flambement dynamique (seulement direction dans-le-plan). Ces phénomènes n'ont toutefois pas pu être identifiés sans équivoque dans ce travail.

Conclusion

Synthèse des résultats

La démarche développée pour étudier l'origine de la dépendance de leur comportement mécanique à des sollicitations sévères des matériaux cellulaires tels que les agglomérés de liège s'est articulée en trois étapes majeures.

Une description de la structure aux différentes échelles d'observation a été réalisée à l'aide de différentes méthodes d'observation. De la microscopie optique et de la microscopie électronique à balayage ont permis d'identifier la mésostructure et la microstructure des agglomérés de liège. Des acquisitions par tomographie à rayons X ont permis de décrire en trois dimensions quantitativement ces deux échelles d'observations. Cette technique d'imagerie a de plus permis de mieux caractériser les interfaces et porosités intergranulaires. Cette description multi-échelles de la structure des agglomérés a montré que ces matériaux étaient fortement hétérogènes aux différentes échelles d'observation et que des orientations spécifiques de la structure étaient présentes à chaque échelle.

Du fait de cette structure complexe, la relation structure/propriétés mécanique dans les agglomérés de liège a d'abord été étudiée grâce à des essais de compression en régime quasi-statique. Ces essais ont permis de mettre en évidence l'orthotropie du comportement mécanique des agglomérés de liège haute densité causé par le procédé de fabrication. Ils ont de plus montré que l'ajout de fibres courtes de carbone dans le matériau permettait d'améliorer considérablement les propriétés mécaniques des agglomérés sans pour autant augmenter la densité des matériaux. Des essais de traction à rupture ont montré que la présence de fibres permettaient également d'améliorer de façon importante la résistance à la propagation de fissures des agglomérés de liège. Localement ces essais ont permis d'observer que la rupture s'effectuait principalement par rupture intra-granulaire. Cette rupture avait ensuite lieu soit proche des interfaces inter-granulaires soit au milieu du grain. Grâce à la méthode de corrélation d'images, d'importantes hétérogénéités ont été constatées en compression à la surface des éprouvettes. L'évolution des déformations locales sous forme de bandes de localisation perpendiculaires à la direction de sollicitation a ainsi été décrite qualitativement et quantitativement. Ces bandes s'initient à proximité des interfaces intergranulaires puis s'étendent au grain entier et au grains voisins, par les interfaces.

Finalement, après une description fine de la structure multi-échelles et de sa relation avec le comportement mécanique en compression des agglomérés de liège, l'influence de la température et de la vitesse de déformation sur ce comportement mécanique ont été étudiées.

Le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs des agglomérés à différentes fréquences et températures a été décrit grâce à des essais DMA en compression. Ces essais ont montré que c'est principalement le liège qui dictait le comportement visco-élastique des agglomérés.

Des essais de compression en régime quasi-statique (4,2 10^{-3} s^{-1}) ont ensuite été menés à différentes températures (-30°C, -10°C, 26°C et 80°C) et leurs paramètres matériaux (E^*, σ^*, E_p^*, ε_{den}^* et W_{abs}^*) ont été mesurés. L'évolution de ces paramètres matériaux avec la température s'est avérée similaire à l'évolution du module de conservation E' obtenu par DMA. Ce parallèle a donc montré expérimentalement que la dépendance du comportement mécanique macroscopique non-linéaire des agglomérés de liège à la température était principalement due au caractère visco-élastique des matériaux constitutifs.

L'étude de la dépendance du comportement mécanique des agglomérés de liège à la vitesse de déformation a été initiée par des essais de compression réalisés à température ambiante (26°C) à différentes vitesses de déformation macroscopiques, allant de 4,2 10^{-5} s^{-1} à 250 s^{-1}. Ces essais ont montré que sur cinq décades, le comportement mécanique des agglomérés était modifiés par la vitesse de déformation.

Pour comprendre d'où venait cette dépendance à la vitesse de sollicitation, des essais de compression à différents couples ($\dot{\varepsilon}^*$, T) ont été réalisés grâce à un montage spécifique conçu pendant ce travail de thèse. Une équivalence temps/température à déformations finies a été comparée à celle à déformations infinitésimales. Lorsque les matériaux constitutifs étaient sollicités dans leur zone de transition, la dépendance à la vitesse de déformation du comportement mécanique macroscopique des agglomérés de liège semble principalement due au caractère visco-élastique des matériaux constitutifs. Lorsque les matériaux constitutifs sont sollicités dans leur plateau caoutchoutique, des effets structure tels que le flambement dynamique ou l'échappement retardé du gaz semblent prendre le pas sur l'effet matériau, en régime dynamique.

Conclusion générale

Vis-à-vis des verrous scientifiques identifiés lors de l'état de l'art sur la relation structure/propriété dans les matériaux cellulaires,

— ces travaux ont permis de caractériser qualitativement et quantitativement l'échelle mésoscopique dans les agglomérés de liège. Pour des matériaux cellulaire multi-échelles similaires, la tomographie à rayons X apparaît comme une technique d'observation nécessaire à la caractérisation de cette échelle. Cette mésostructure est importante à prendre en compte puisque le comportement mécanique des mousses multi-échelle est fortement dépendant d'elle.

— La mésostructure influence fortement les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture des matériaux cellulaires multi-échelles. La rigidification des interfaces intergranulaires dans une mousse multi-échelles ne modifie pas l'allure du comportement mécanique de ces matériaux. Toutefois, les valeurs des contraintes peuvent être fortement augmentées. L'ajout d'une échelle de structuration pourrait donc être une piste intéressante pour le renforcement de matériaux cellulaires.

— La dépendance à la température du comportement mécanique d'une mousse visco-élasto-plastique multi-échelles est principalement due au caractère visco-élastique des matériaux constitutif de la partie poreuse. Ce résultat est valable à condition que la température de transition vitreuse d'autres constituants soient assez éloignée de la température d'essai.

— La dépendance à la vitesse de déformation dans les matériaux cellulaires doit se considérer à vitesse de déformation donnée mais également à température donnée. Dans la zone de transition vitreuse, cette dépendance semble être principalement due à un effet matériau. La visco-élasticité des matériaux constitutifs des agglomérés semble en effet être la cause principale de l'augmentation des contraintes lorsque la vitesse de déformation augmente.

Dans le plateau caoutchoutique, des effets structure tels que le flambement dynamique ou l'échappement retardé du gaz semblent prendre le pas sur l'effet matériau, en régime dynamique.

Perspectives

L'état de l'art a permis de mettre en exergue les verrous scientifiques encore présents aujourd'hui concernant la relation structure/propriétés dans les matériaux cellulaires, et l'influence de la vitesse de sollicitation sur ceux-ci.

Les travaux de cette thèse ont permis de lever certains de ces verrous. Mais ils ont également permis de délimiter les contours de nouveaux verrous.

Étude du comportement mécanique en 3D

Les résultats expérimentaux ainsi que les analyses phénoménologiques des essais réalisés sur différents agglomérés de liège, dans des conditions d'essais différentes invitent à l'exploration des mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture à l'échelle mésoscopique et microscopique pour comprendre et prédire les comportements mécaniques observés à l'échelle macroscopique.

Des essais de compression réalisés à différentes échelles couplés à des observations 3D pourraient permettre une description de l'évolution de la forme des grains et des cellules en fonction de la déformation. Après l'acquisition des données, en plus d'une description plus précise, le recours à des techniques d'analyse d'images (3D) comme la corrélation de volume (DVC) pourrait de plus permettre d'étudier les champs de déformation intra-granulaire [Roux *et al.*, 2008]

Malheureusement, il est souvent difficile de contrôler microstructure et composition chimique dans les matériaux cellulaires. Cette problématique est d'autant plus exacerbée dans les matériaux d'origine naturelle. Le liège présente ainsi forcément une distribution de taille de cellule et une composition chimique qui va dépendre des conditions de pousse du matériau Pereira et Ferreira [1989]; Pereira [2013]; Pintor *et al.* [2012]; Oliveira *et al.* [2014]. De plus le procédé de fabrication du liège aggloméré permet difficilement de contrôler la présence des macro-porosités.

C'est pourquoi, une étude de l'influence de défauts micro ou mésostructurels, ou encore de la répartition de la taille des cellules, par exemple, pourrait difficilement être exploitable expérimentalement en étudiant directement un liège aggloméré. Les résultats seraient très propres aux agglomérés de liège et n'apporteraient pas forcément de réponse globale sur la description du comportement mécanique des matériaux cellulaires.

La fabrication additive comme support à la création de matériaux modèles

Plusieurs études commencent à utiliser des procédés de fabrication additive pour proposer de nouveaux matériaux cellulaires et étudient leur comportement mécanique en régime quasi-statique [Chen *et al.*, 2018; Abueidda *et al.*, 2019; Jiang *et al.*, 2020; Yuan *et al.*, 2019] ou dynamique [Kucewicz *et al.*, 2019; Duan *et al.*, 2019].

Toutefois, peu d'études ont recours à la fabrication additive comme un moyen de réaliser des matériaux modèles permettant de vérifier des hypothèses. Dixon *et al.* [2018] ont par exemple ainsi reproduit la microstructure du bambou à plus grande échelle afin de proposer une modélisation analytique plus précise du module d'Young de ce matériau en fonction de la densité.

Grâce à ces procédés de fabrication, il pourrait être possible d'étudier plus facilement les effets matériaux et les effets de structure indépendamment l'un de l'autre. L'utilisation de structures mono-échelle et multi-échelles modèles obtenues par fabrication additive pourrait ainsi permettre de venir confirmer expérimentalement des modèles de comportement mécanique existants et d'en proposer de nouveaux vis-à-vis de la dépendance de ces matériaux à la vitesse de déformation.

Modélisation du comportement mécanique par une approche numérique

Moyens existants

Afin d'aller plus loin dans l'exploitation des données expérimentales, il serait également possible de recourir à la modélisation puis à la simulation numérique. Cette voie est à considérer à la fois pour les essais sur matériaux modèles mais également pour exploiter les résultats expérimentaux obtenus à partir d'essais sur les agglomérés de liège.

L'objectif d'une telle approche serait d'étudier précisément le rôle de la microstructure mais également de mettre en évidence des phénomènes physiques de ruine à l'échelle locale sur le comportement macroscopique. En effet, lorsque le comportement mécanique macroscopique des agglomérés de liège ne permet pas de comprendre et d'identifier les phénomènes régissant le comportement particulier qu'est la capacité d'absorption de ces matériaux, il est nécessaire de discrétiser le milieu pour voir et comprendre l'influence des effets locaux sur le comportement global.

Plusieurs stratégies de modélisation peuvent être envisagées. Elles peuvent être regroupées en trois approches : analytique, continue, discrète. Les approches continues peuvent considérer différentes échelles.

— **Micro → Macro** : ces approches proposent un modèle homogène équivalent du comportement mécanique d'un matériau cellulaire [Gilchrist et Mills, 2001; Shen *et al.*, 2014; Barthélémy *et al.*, 2016]. Ces modèles sont performants et versatiles mais nécessitent l'identification précautionneuse d'une loi de comportement constitutive. Il y a de plus une perte importante d'informations en terme de microstructure.

— **Nano → Micro** : ces approches, appelées parfois *calcul de microstructure* modélisent le comportement mécanique du matériau constitutif des parois dans un matériau cellulaire mono-échelle. À partir d'une microstructure idéale (modèle CAO) [Langrand *et al.*, 2017; Gebhart *et al.*, 2019; Marvi-Mashhadi *et al.*, 2020] ou réelle (obtenue à partir de données de tomographie à rayons X) [Youssef *et al.*, 2005; Petit *et al.*, 2013; Sun *et al.*, 2015], le comportement mécanique du matériau cellulaire est simulé. L'avantage de ces méthodes est une étude fine des propriétés à l'échelle de la microstructure. Cependant à partir de données de tomographie le modèle est spécifique à une architecture donnée, les paramètres structuraux ne peuvent pas être modifiés. Ces approches nécessitent de plus des moyens importants en calcul. Enfin, pour les matériaux cellulaires multi-échelles micro-structurés, le volume obtenu par tomographie captant les différentes échelles est trop petit pour identifier des localisations qui seront visibles à l'échelle de la structure.

Les approches discrètes sont beaucoup moins répandues que les approches continues. Toutefois un découpage similaire des échelles de modélisation considérées peut être observé dans les études qui existent.

— **Micro → Macro** : Ces démarches proposent de modéliser le comportement mécanique d'une cellule [Bouix, 2008; Viot *et al.*, 2010]. Leur but est d'explorer les effets structure à cette échelle sur des localisations de déformation perceptibles à l'échelle macroscopique.

— **Nano → Micro** : Les éléments discrets peuvent modéliser le comportement mécanique des matériaux constitutifs. Ils doivent également être organisés de façon à reproduire l'échelle micro [Wittel *et al.*, 2005].

Les approches discrètes pourraient être prometteuses étant donné les déformations importantes qui peuvent avoir lieu au sein de matériaux cellulaires, d'autant plus lors de sollicitations en régime dynamique. C'est pourquoi, dans ce travail de thèse, un modèle de comportement mécanique basé sur une modélisation par éléments discrets de l'échelle micro et à macro prenant en compte l'échelle méso a été réfléchi.

Principe de la modélisation proposée

L'approche choisie dans cette démarche de modélisation est de considérer l'aggloméré à l'échelle des cellules de liège (fig. 4.44a). Chaque cellule est supposée équivalente à une cellule modèle proposée par Gibson et Ashby [1997] en tenant en compte des paramètres géométriques des cellules de liège (fig. 4.44b).

C'est pourquoi à partir de ce modèle de cellule, un comportement mécanique tri-linéaire est associé à chaque cellule à partir de considérations basées sur la théorie des poutres (fig. 4.44c). Ce comportement mécanique tri-linéaire devrait prendre en compte l'évolution du comportement visco-élastique des matériaux constitutifs de la partie cellulaire ainsi que l'évolution de la pression du gaz à l'intérieur des cellules. La mise au point de ce comportement tri-linéaire est donc une étape importante de la modélisation du comportement mécanique par éléments discrets.

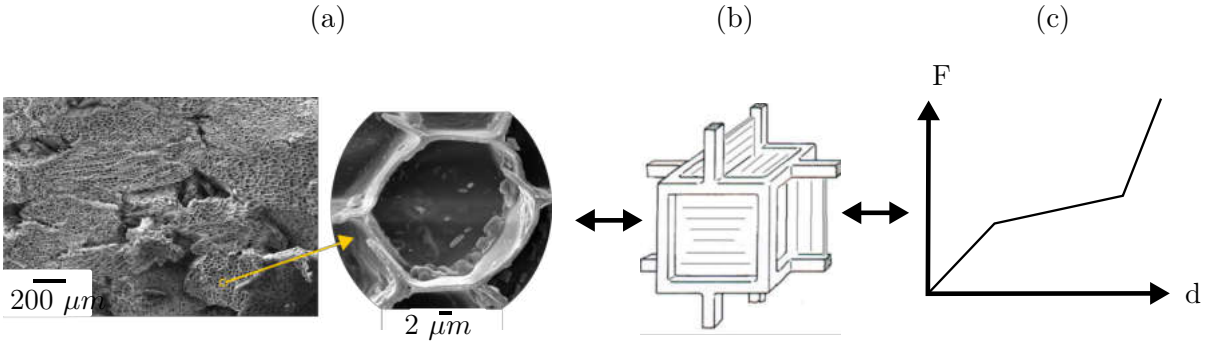


Figure 4.44 – Principe de la modélisation par éléments discrets.

La deuxième grande étape de cette modélisation est la construction d'une éprouvette numérique permettant de prendre en compte les différentes échelles de structuration des agglomérés.

Pour cela, un cylindre est d'abord rempli d'éléments discrets (fig. 4.45a). Les éléments discrets sont ensuite associés à différents grains grâce à un voronoï 3D (fig. 4.45b). À chaque grain formé, une orientation α des cellules est associée. Les liens discrets reliant deux grains différents sont ensuite apparentés aux interfaces (fig. 4.45c).

La mise au point d'un tel modèle permettrait donc d'étudier les phénomènes de localisation des déformation dans les matériaux cellulaires multi-échelles, mais également comment la part

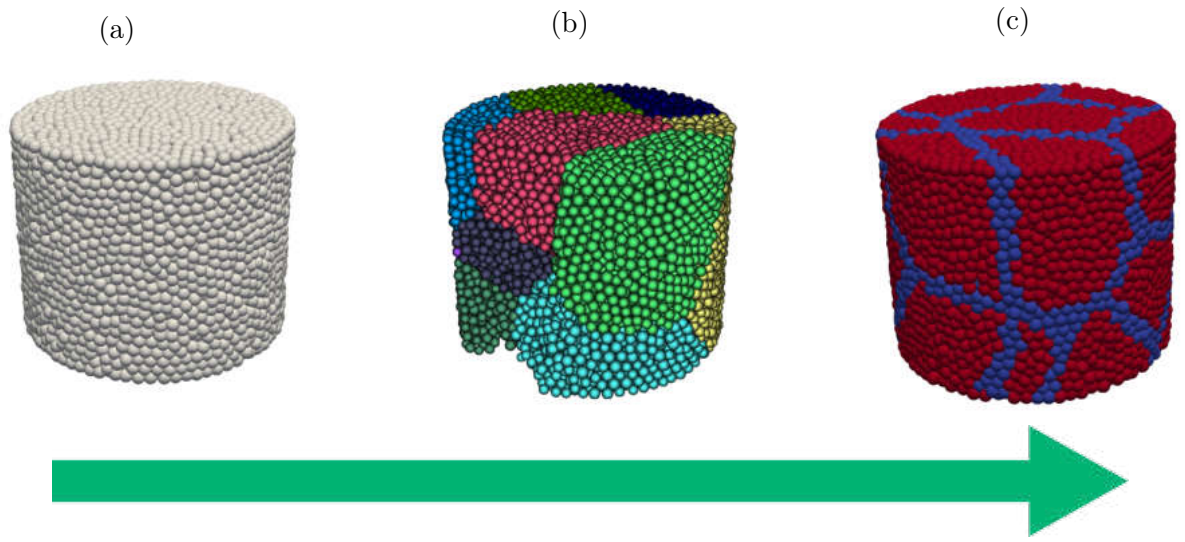


Figure 4.45 – Construction d'une éprouvette numérique de liège aggloméré.

structure et la matériau peuvent expliquer l'augmentation des contraintes avec la vitesse de déformation.

Annexe A

Variabilité dans les agglomérés de liège

A.1 Étude préliminaire des agglomérés de liège

A.1.1 Usinage des blocs de liège

Les blocs de liège aggloméré étaient de $1000 \times 500 \times 130$ mm^3 après fabrication (fig. A.1a). Une scie circulaire a été nécessaire pour usiner des plaques de différentes épaisseurs t_i à partir de ces blocs (fig. A.1b). Les dimensions des plaques étaient de $500 \times 130 \times t_i$ mm^3. Les plaques ont ensuite à nouveau été usinées pour obtenir des éprouvettes cubiques, des éprouvettes CT ou des éprouvettes SBS.

(a) Blocs de liège aggloméré

(b) Découpe des blocs de liège aggloméré

Figure A.1 – (a) Cliché des blocs d'agglomérés de liège après fabrication. (b) Usinage de blocs de liège aggloméré sous la forme de plaques à l'aide d'une scie circulaire.

A.1.2 Hétérogénéité de la densité au sein d'un bloc de liège aggloméré

La densité au sein de blocs de liège aggloméré de $1000 \times 500 \times 130$ a été étudiée à l'aide d'un plan d'expérience Doehlert à trois paramètres (plus d'informations sur les plans d'expériences sont disponibles en Annexe E).

Les trois paramètres du plan étaient la longueur, la largeur et l'épaisseur du bloc (tab. E.2). Les maxima et minima ont été choisis de façon à ce que le centre du bloc corresponde à l'origine

du repère (tab. E.2).

Matériau	Épaisseur U_1 (mm)	Longueur U_2 (mm)	Largeur U_3 (mm)
Minimum	-65	-500	-250
Maximum	65	500	250
Centre	0	0	0
Incrément	65	500	250

Tableau A.1 – Paramètres du plan d'expériences Doehlert pour l'étude de la densité dans un bloc de liège aggloméré.

À partir des dimensions du bloc, la méthodologie de plan d'expériences Doehlert à trois variables donne treize variables codées (tab. A.2). L'épaisseur est associée à la variable codée X_1, la longueur est associée à la variable codée X_2 et la largeur est associée à la variable codée X_3. Ces variables codées permettent ensuite d'obtenir en variables réelles les découpes à effectuer (tab. A.3).

Essai	X_1	X_2	X_3
A	0	0	0
B	1	0	0
C	0,5	0,866	0
D	-0,5	0,866	0
E	-1	0	0
F	-0,5	-0,866	0
G	0,5	-0,866	0
H	0,5	0,289	0,816
I	-0,5	0,289	0,816
J	0	-0,577	0,816
K	0,5	-0,289	-0,816
L	-0,5	-0,289	-0,816
M	0	0,577	-0,816

Tableau A.2 – Valeurs des variables codées

Essai	U_1	U_2	U_3
A	0	0	0
B	65	0	0
C	32,5	433	0
D	-32,5	433	0
E	-65	0	0
F	-32,5	-433	0
G	32,5	-433	0
H	32,5	144,5	204
I	-32,5	144,5	204
J	0	-288,5	204
K	32,5	-144,5	-204
L	-32,5	-144,5	-204
M	0	288,5	-204

Tableau A.3 – Valeurs des variables réelles

Des éprouvettes sont découpées au cutter aux différents endroits du bloc (fig. A.2) indiqués par le plan d'expérience (tab. A.3). Celles-ci sont mesurées au pied à coulisse et pesées. La densité de chaque éprouvette est ainsi mesurée.

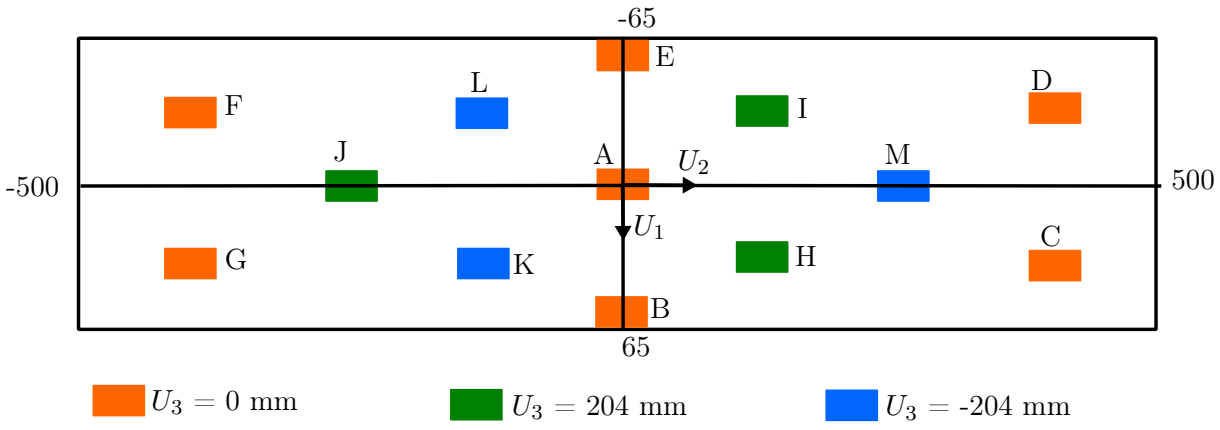


Figure A.2 – Schématisation de la localisation des éprouvettes prélevées dans un bloc de liège.

Essai	U_1	U_2	U_3	Bloc 1	Bloc 2
A	0	0	0	0,39	0,43
B	65	0	0	0,38	0,45
C	32,5	433	0	0,36	0,36
D	-32,5	433	0	0,3	0,41
E	-65	0	0	0,38	0,38
F	-32,5	-433	0	0,38	0,43
G	32,5	-433	0	0,35	0,4
H	32,5	144,5	204	0,4	0,45
I	-32,5	144,5	204	0,44	0,48
J	0	-288,5	204	0,42	0,45
K	32,5	-144,5	-204	0,4	0,49
L	-32,5	-144,5	-204	0,44	0,4
M	0	288,5	-204	0,41	0,43

Tableau A.4 – Résultats du plan Doehlert sur l'étude de la densité dans un bloc de liège aggloméré avec fibres courtes.

Les résultats de ces mesures sont visibles dans le tableau A.4.

À partir de la matrice X (13×3) des variables codées (tab.E.1) et de la matrice résultat Y (13×1) de la valeur d'un paramètre matériau aux différents essais, il est possible de calculer A, la matrice des coefficients du polynôme de degré 2 de la densité dans un bloc,

$$A = (X'X)^{-1}X'Y = \begin{pmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_3 \\ a_{11} \\ a_{22} \\ a_{33} \\ a_{12} \\ a_{13} \\ a_{23} \end{pmatrix}. \tag{A.1}$$

L'expression de la régression linéaire du paramètre matériau ainsi étudié est alors

$$Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + +a_{3X}3 + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{23}X_2X_3 + a_{11}X_1^2 + a_{22}X_2^2 + a_{33}X_3^2, \tag{A.2}$$

avec :

— a_0, qui est le terme constant.

— a_1,a_2 et a_3 qui sont les termes linéaires.

— a_{12}, a_{13} et a_{23} qui sont les termes d'interaction entre deux facteurs.

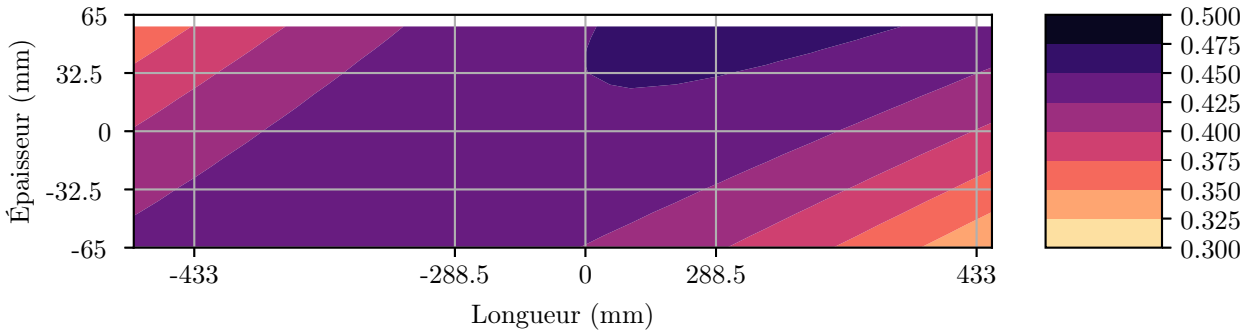
— a_1, a_{22} et a_{33} qui sont les termes carrés.

Il n'est donc pas possible avec un plan Doehlert d'étudier l'interaction entre trois facteurs à la fois.

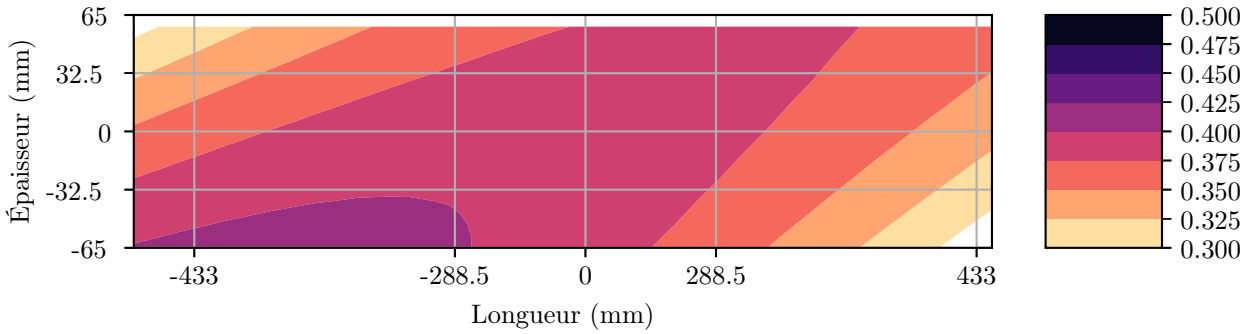
Les surfaces de réponse sont ensuite tracées à partir de la matrice A et de l'équation A.2, pour le bloc 1 (fig. A.3) et pour le bloc 2 (fig. A.4).

De grandes disparités dans la répartition de la densité sont observées à l'intérieur d'un même bloc. À une largeur U_3 donnée, une grande hétérogénéité de la densité est également observée. Pour U_3=-204 mm, la densité se situe entre 0.33 et 0.45 (fig. A.3a). Au centre du bloc, à U_3= 0 mm et quand U_1 et U_2 sont également proches de 0, la densité semble plus homogène, autour de 0,40 (fig. A.3b).

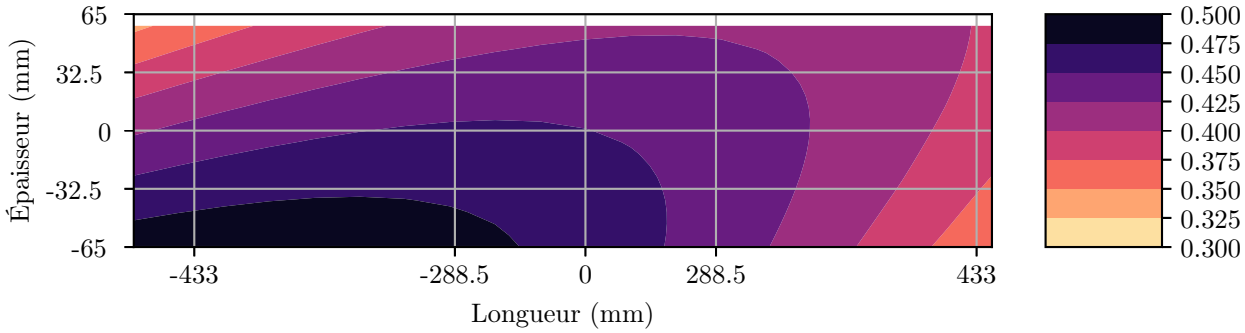
Dans le bloc 1, la périphérie du bloc (fig. A.3a et A.3c) est plus dense que le centre du bloc. Elle est en moyenne entre 0,40 et 0,43 en périphérie contre 0,38 et 0,40 au centre (fig. A.3).



(a) U_3 = -204 mm



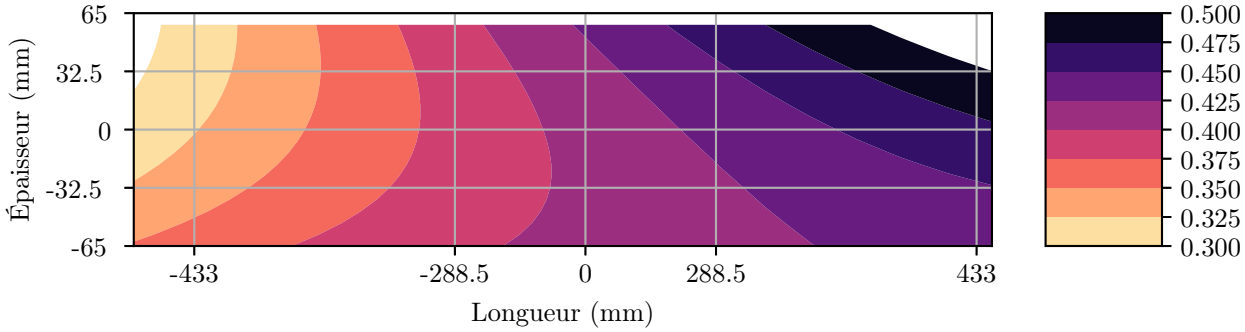
(b) U_3 = 0 mm



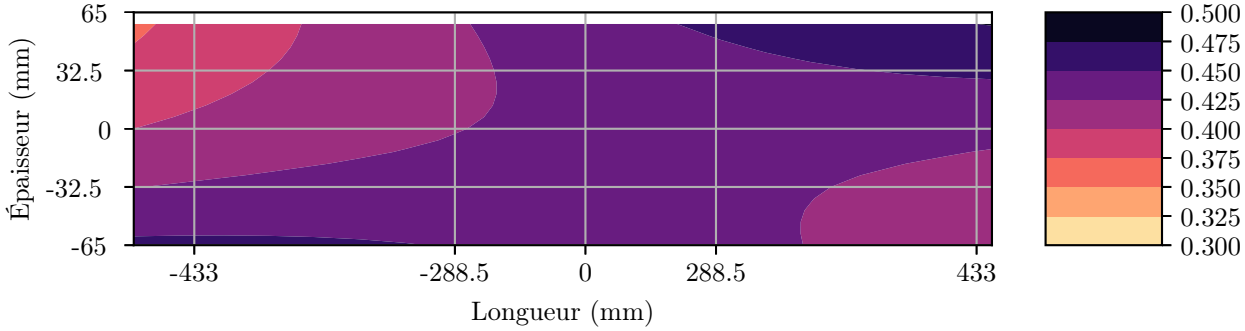
(c) U_3 = 204 mm

Figure A.3 – Surface de réponse de la distribution de la densité dans le bloc 1 d'aggloméré de liège avec fibres, à partir de la réalisation d'un plan Doehlert à trois paramètres.

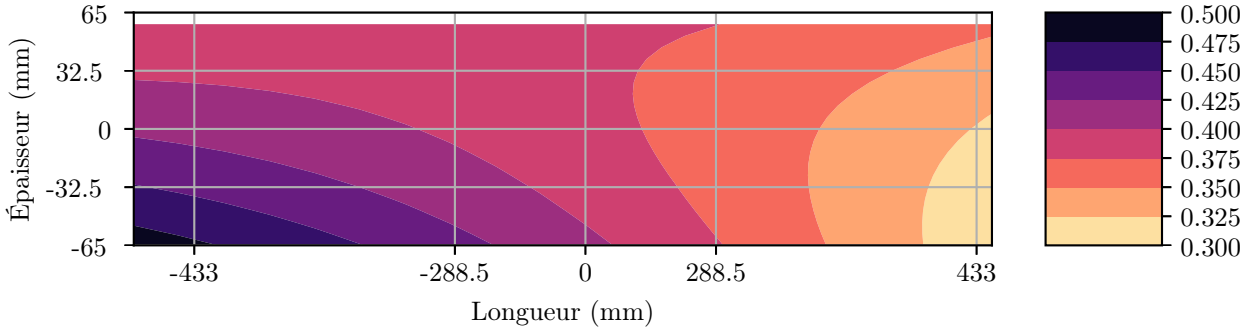
Dans le bloc 2, la distribution de la densité est également plus hétérogène à la périphérie du bloc (fig. A.4a et A.4c). À l'extrémité du bloc, la densité varie ainsi entre 0,3 et 0,5. Au centre, la densité est principalement comprise entre 0,45 et 0,4 (fig. A.4b). Toutefois, contrairement au bloc 1, le centre n'apparaît pas moins dense que la périphérie (fig. A.4).



(a) U_3 = -204 mm



(b) U_3 = 0 mm



(c) U_3 = 204 mm

Figure A.4 – Surface de réponse de la distribution de la densité dans le bloc 2 d'aggloméré de liège avec fibres, à partir de la réalisation d'un plan Doehlert à trois paramètres.

Cette étude de la densité au sein de deux blocs de liège aggloméré montre donc que ces agglomérés présente une forte dispersion de leur densité au sein du matériau. Pour minimiser la variabilité due à ce paramètre dans les résultats des essais mécaniques, toutes les éprouvettes de liège aggloméré ont été usinées à partir d'un même bloc de liège aggloméré. Plusieurs plaques de différentes épaisseurs ont été prélevées au centre du bloc (U_3 proche de 0), puis les éprouvettes

ont été usinées également au centre des plaques (U_1 et U_2 proche de 0).

Avant chaque essai, toutes les éprouvettes sont mesurées et pesées afin d'avoir accès à la densité moyenne de l'éprouvette.

A.2 Du matériau naturel au composite

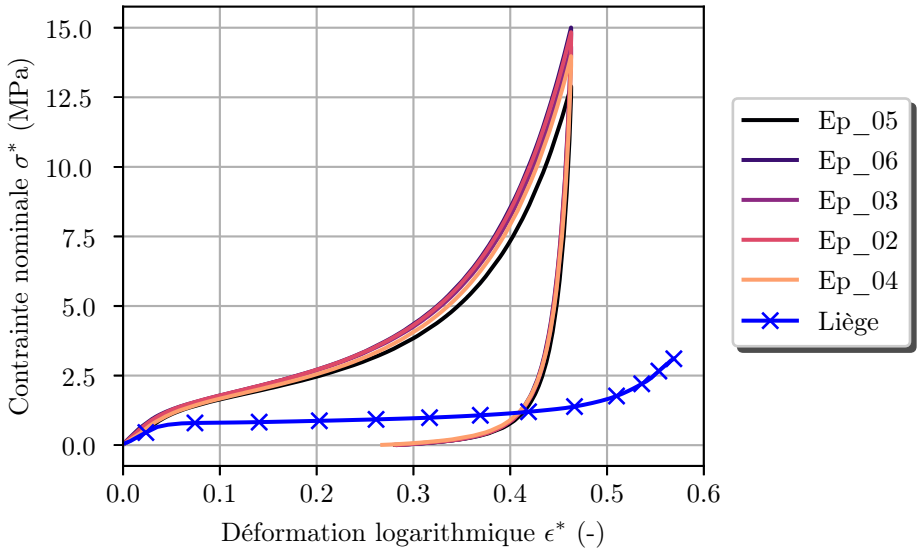


Figure A.5 – Essais de compression d'éprouvettes de liège aggloméré renforcé par des fibres courtes sollicité à 5 mm·min^{-1} à 26 ° C et conditionné à 50% d'humidité relative dans la direction hors-plan. Courbe d'une éprouvette de liège de 15 mm testée dans la direction tangentielle à 1 mm/s issue des travaux de Lagorce-Tachon *et al.* [2015a].

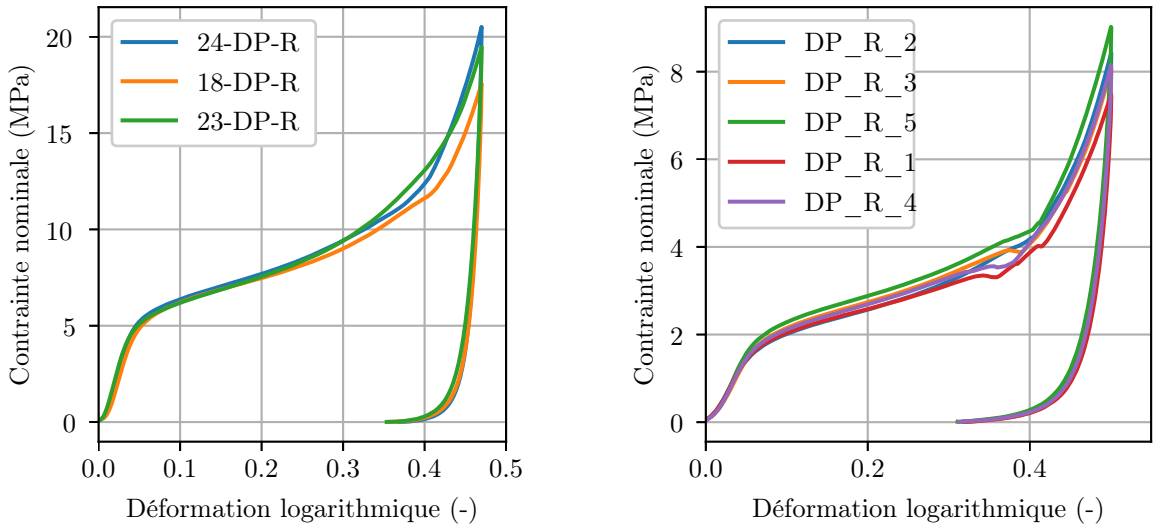
La densité des agglomérées de liège est plus importante que celle du liège brut et cela est dû à deux choses. Premièrement, pour obtenir les agglomérés de liège, une résine de densité plus importante que le liège est ajoutée pour permettre la cohésion du matériau composite final. De plus, le procédé de fabrication utilisé pour réaliser ces agglomérés de liège peut nécessiter une phase de compression uni-axiale confinée dans un moule de métal. Cette compression provoque la compression de certaines cellules du liège. Les agglomérés de liège obtenus par compression uni-axiale peuvent ainsi être considérés comme des matériaux pré-densifiés.

A.3 Répétabilité du comportement mécanique en régime quasi-statique

Le liège étant un matériau naturel, sa microstructure peu varier d'une éprouvette à l'autre. Cette problématique est également à considérer dans les agglomérés de liège. La température et l'humidité sont deux conditions expérimentales qui ont une influence importante sur le comportement mécanique des agglomérés. Le choix a donc été fait de conditionner les éprouvettes en humidité et de les stocker dans des sachets imperméables à l'eau et l'air.

En plus de l'attention particulière portée aux éprouvettes lors de la découpe des blocs, cette procédure a permis d'obtenir un comportement mécanique relativement répétable. En régime quasi-statique, les courbes sont très similaires (fig. A.5). Des petites différences sont observées en fin de compression dans la phase de densification.

Les essais de compression réalisés en régime quasi-statique à froid (fig. A.6a) ou à chaud (fig. A.6b) se sont également révélés très répétables. Pour les éprouvettes d'agglomérés de liège comprimés selon la direction dans-le-plan, à une vitesse de déformation et une température données, les mécanismes de rupture sont observés à partir d'un déformation ε^*_{rupt} relativement similaire.

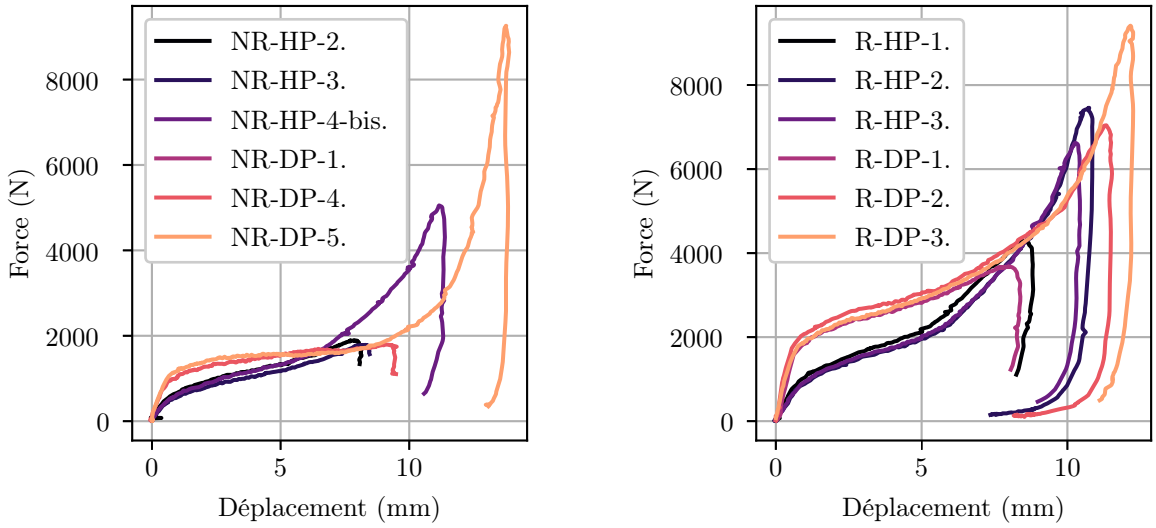


(a) -30°C

(b) Avec fibres

Figure A.6 – Essais de compression d'éprouvettes d'agglomérés de liège avec fibres sollicitées selon la direction dans-le-plan en régime quasi-statique à 4,2 10^{-3} s^{-1}. (a) à -30°C (b) à 80°C.

A.4 Répétabilité du comportement mécanique en régime dynamique



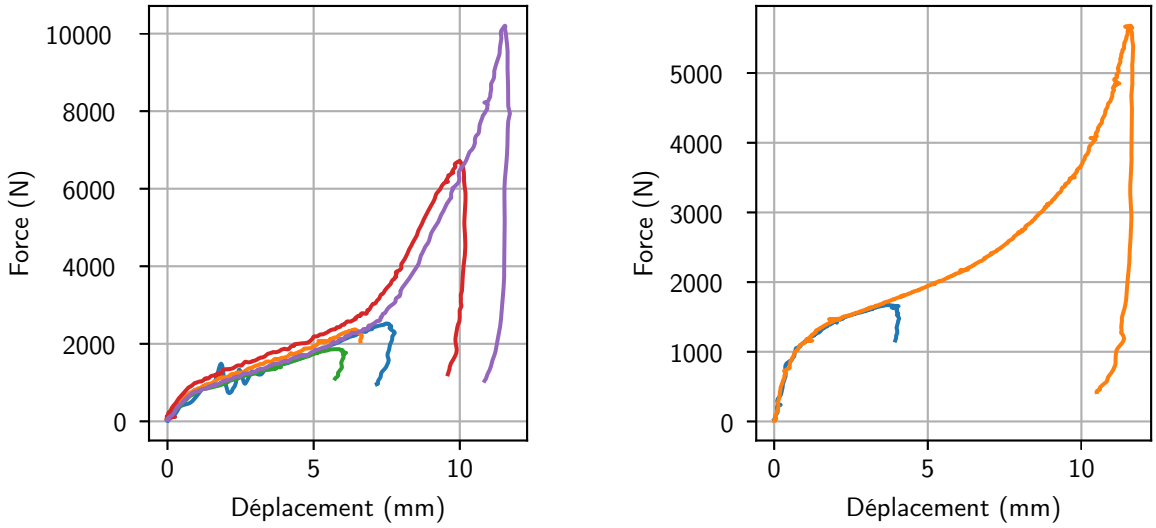
(a) Sans fibres

(b) Avec fibres

Figure A.7 – Essais de compression d'éprouvettes d'agglomérés de liège sollicitées à 125 s^{-1} à 26 ° C et conditionné à 50% d'humidité relative.

Les courbes brutes de force/déplacement obtenues grâce à des essais sur la roue inertielle à 125 s^{-1} montrent que même en régime dynamique, il est possible d'obtenir un comportement mécanique relativement répétable (fig. A.7).

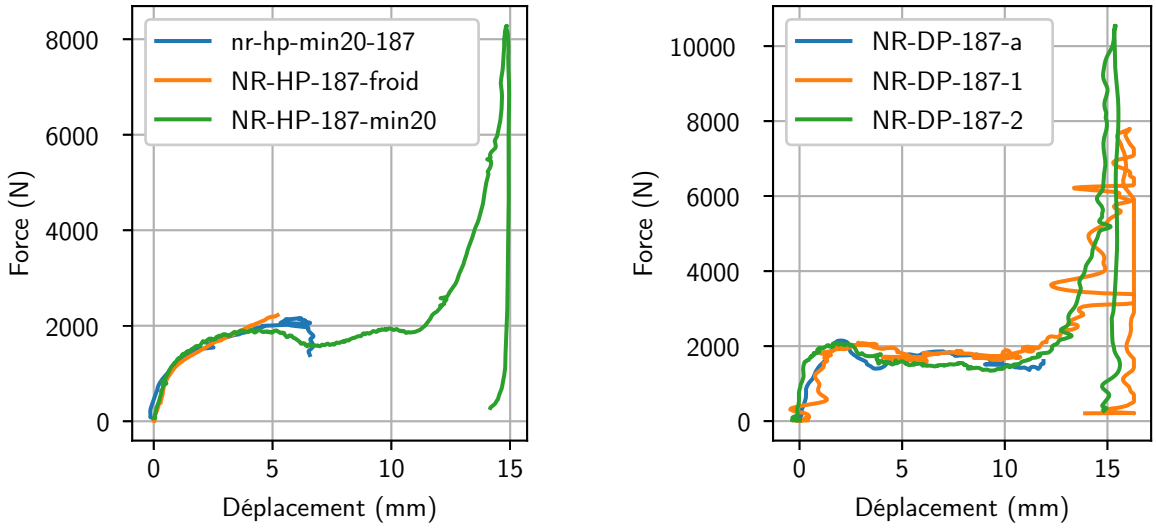
A.5 Répétabilité du comportement mécanique en régime dynamique à différentes températures



(a) Avec fibres - Hors-plan - 187 s^{-1}

(b) Avec fibres - Dans-le-plan - 63 s^{-1}

Figure A.8 – Essais de compression d'éprouvettes d'agglomérés de liège avec fibres comprimées à 73°C conditionnées à 50% d'humidité relative (a) 187 s^{-1} (b) 63 s^{-1}.



(a) Sans fibres - Hors-plan - 187 s^{-1}

(b) Avec fibres - Dans-le-plan - 63 s^{-1}

Figure A.9 – Essais de compression d'éprouvettes d'agglomérés de liège sans fibres comprimées à -20°C conditionnées à 50% d'humidité relative à 187 s^{-1}.

Annexe B

Tomographie à l'échelle micro : comparaison des techniques d'acquisition

B.1 Les différentes techniques d'acquisition

Une résolution fine est nécessaire afin de décrire les parois cellulaires dont l'épaisseur est autour de 2 μm [Gibson *et al.*, 1981] dans un aggloméré de liège. Pour cela, soit des éprouvettes plus petites sont nécessaires, soit il faut recourir à de la tomographie locale.

Plusieurs techniques d'acquisitions ont pu être utilisées afin de caractériser en 3D la structure des agglomérés à l'échelle microscopique :

— Tomographe de laboratoire - petite éprouvette (PLACAMAT, Bordeaux)

— Tomographe de laboratoire - tomographie locale (MATEIS, Lyon)

— Tomographe à rayonnement synchrotron - tomographie locale (SOLEIL, Saclay)

Un prisme à base carrée de 1,5 mm de côté et d'une hauteur de 20 mm est découpé avec une Dremel Multi Tools. Cette petite éprouvette peut être placée au plus près de la source de rayons X. Il est alors possible d'atteindre une résolution de 2,5 μm/voxel. La tension et le courant d'accélération des rayons X ont été réglés respectivement à 70 kV et 220 μA.

Le laboratoire MATEIS a eu recours à de la tomographie locale sur des éprouvettes cylindriques de liège aggloméré. Une résolution est de 1 μm a ainsi pu être obtenue. À SOLEIL également, de la tomographie locale est été réalisée sur des éprouvettes de liège aggloméré. La résolution est de 0,68 μm.

B.2 Résultats des acquisitions

Des coupes tomographiques des volumes obtenus par les différentes méthodes d'acquisition sont visibles sur la fig. B.1. Les images obtenues par tomographie classique ne sont pas d'une résolution suffisante pour permettre d'étudier quantitativement les parois cellulaire du liège dans les agglomérés (fig. B.1). En effet, il n'y a pas suffisamment de voxels dans une paroi pour pouvoir les seuiller (fig. B.2)

La tomographie locale, qu'elle soit réalisée avec un tomographe de laboratoire ou avec un tomographe à rayonnement synchrotron permet d'observer les cellules de liège très finement

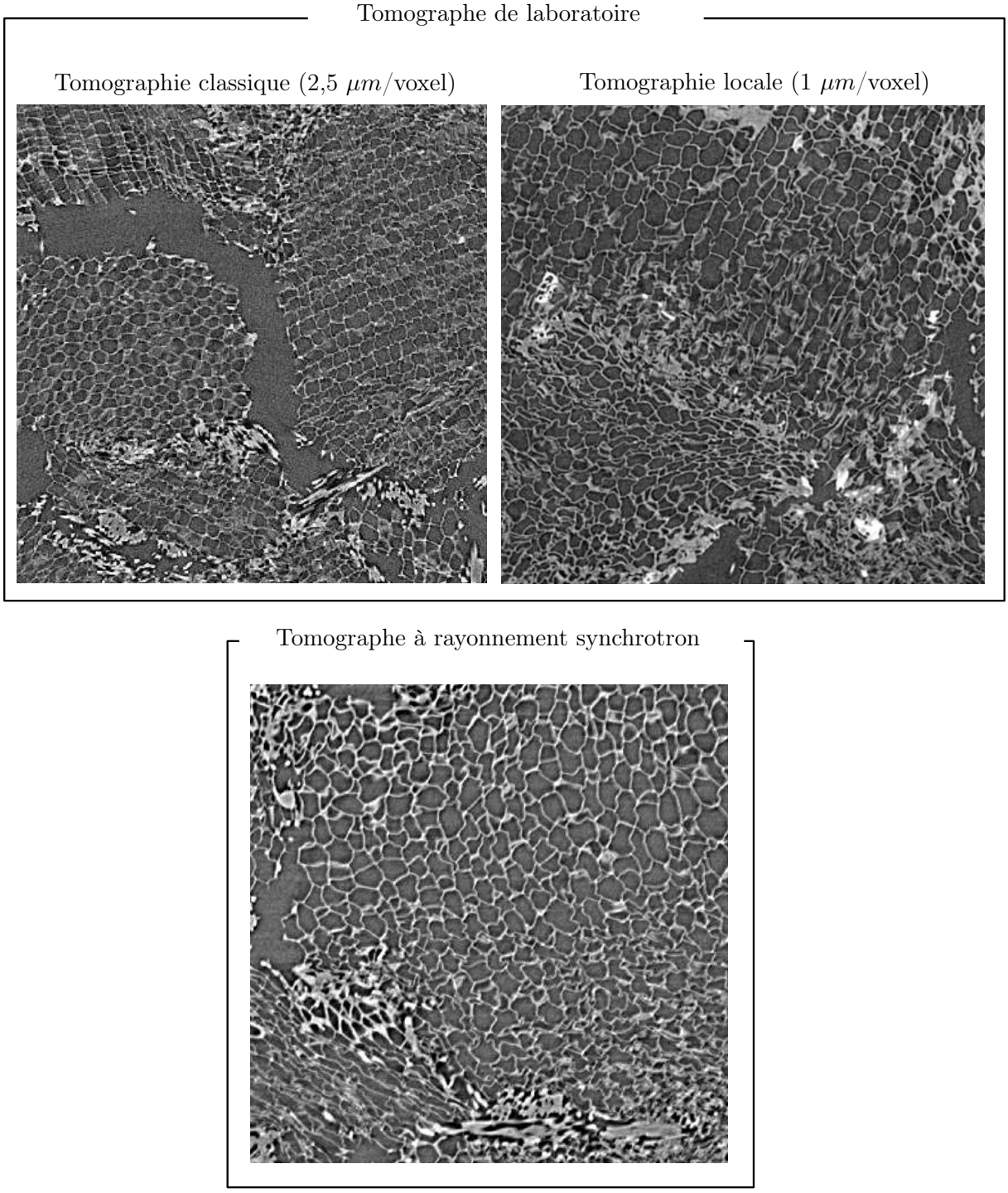


Figure B.1 – Coupes tomographiques d'agglomérés de liège obtenues par les différentes méthodes d'acquisition.

(fig. B.1). Même à proximité des interfaces, où beaucoup de parois cellulaires ont flambé, il est possible de distinguer les cellules entre elles.

Cette qualité d'observation s'explique par le fait que plusieurs voxels peuvent être contenus dans une seule paroi cellulaire. Le post-traitement des données obtenues par tomographie locale sera donc plus facile et plus précis que le post-traitement des données obtenues par tomographie classique.

La découpe d'éprouvettes aussi fines est également difficile et peut causer une détérioration

de la structure cellulaires. Si des déformations au niveau des cellules sont observées, il est alors plus complexe de faire l'hypothèse que ces déformations ne sont pas dues à la découpe.

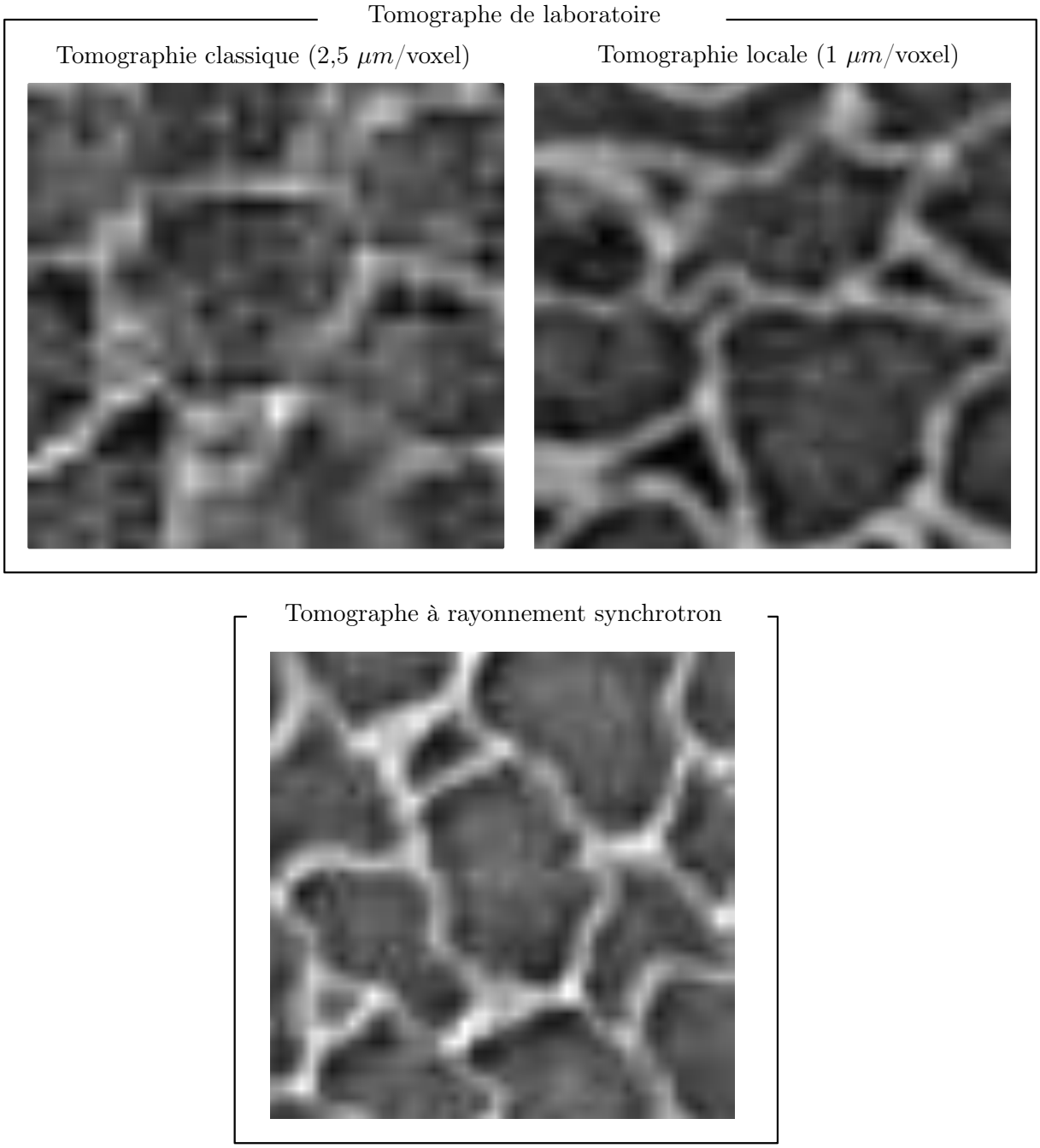


Figure B.2 – Coupes tomographiques d'agglomérés de liège obtenues par les différentes méthodes d'acquisition. Vue de près.

B.2.1 Corrugations des cellules de liège

Les parois des cellules de liège ne sont pas planes. Elles présentent des ondulations particulièrement visibles lorsqu'elles sont observées dans la direction tangentielle. Ces corrugations, décrites dans la littérature [Gibson *et al.*, 1981], étaient difficilement repérables sur les images

obtenues par tomographie classique. La résolution, pas assez fine, des acquisitions réalisées est la principale cause de cela.

D'après Gibson *et al.* [1981], les corrugations ont en effet une longueur d'onde de 15 μm pour une amplitude de 5-6 μm. La taille d'un voxel étaient de 2,5 μm pour le tomographe de laboratoire, les ondulations seraient trop petites pour être perçues à cette résolution. Au contraire, les acquisitions réalisées par tomographie locale permettent de visualiser ces corrugations (fig.B.3).

C'est pour cela que l'exploitation des données de tomographie locale pour la description de la structure des agglomérés à l'échelle microscopique a été privilégiée pour la suite du travail de thèse.

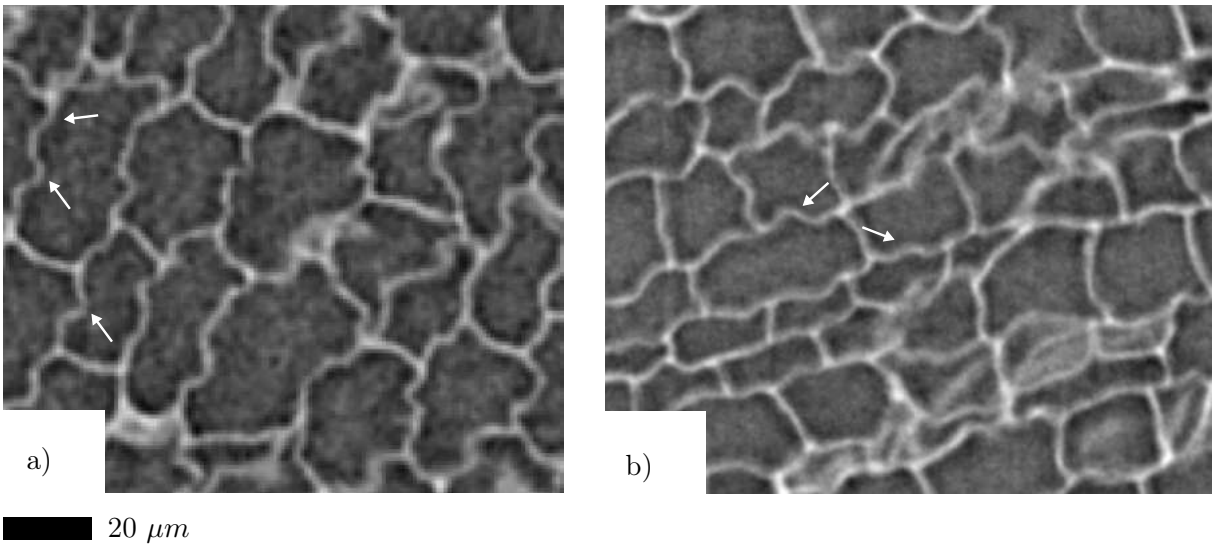


Figure B.3 – Observation des corrugations dans les cellules de liège par tomographie locale. (a) Tomographe de laboratoire (MATEIS). Tomographe à rayonnement synchrotron (SOLEIL).

Annexe C

Signaux et champs de déplacement

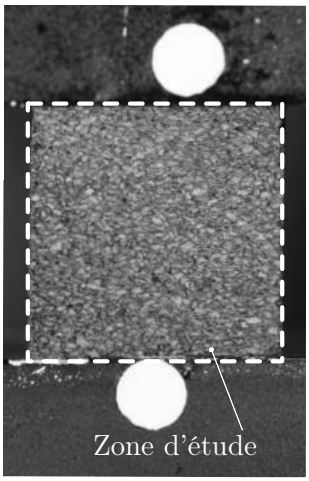
C.1 Acquisition des images

Lors des essais de compression monotone ainsi que lors des essais de traction à rupture, des photos de la surface des éprouvettes ont été réalisées au cours de la sollicitation mécanique.

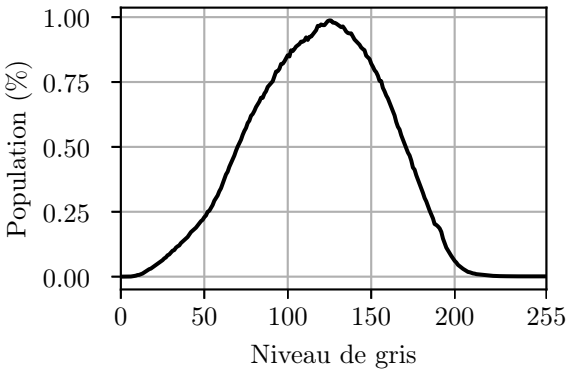
C.1.1 Essais de compression

Régime quasi-statique - Température ambiante

Pour les essais de compression monotone, autour du bâti de compression un appareil photo numérique Canon EOS 5D avec un objectif 70 mm F2.8 MACRO SIGMA est installé. Ce genre d'objectif est conçu pour être utilisé à des distances rapprochées. Toutefois il a l'avantage de fournir des images de bonne qualité aux forts taux de reproduction (1 :2 à 1 :1) et plus lumineuses qu'un objectif classique.



(a) Surface d'une éprouvette.

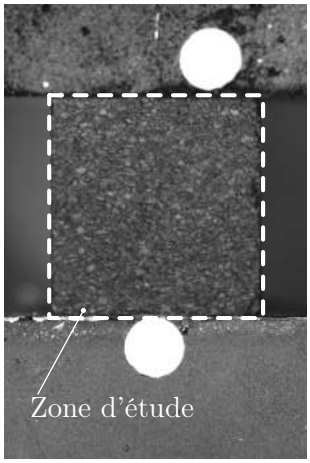


(b) Histogramme de la zone d'intérêt.

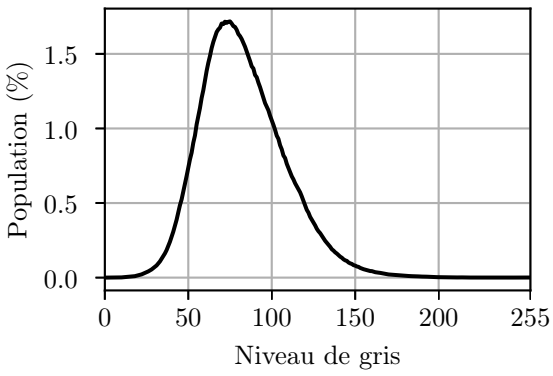
Figure C.1 – Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres réalisé avec un appareil photo avant compression dans la direction hors-plan. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface.

Des lampes sont disposées de par et d'autre de l'appareil photo afin d'obtenir le meilleur contraste possible sur les clichés (fig. 3.12). Pour minimiser les mouvements de l'appareil photo, un signal GBF carré à une fréquence de 1 Hz est relié à celui-ci afin d'automatiser la prise de vues au cours de l'essai à intervalle régulier.

Les images générées par l'appareil photo ont pour dimensions 3168×4752 pixels. Cependant, certains pixels n'appartiennent pas à la surface de l'éprouvette (fig. C.1(a)). La zone, qui sera celle étudiée par corrélation d'images, est nommée *zone d'intérêt* et est délimitée par des pointillés blancs sur la fig. C.1(a). Environ 2540×2550 pixels sont compris dans cette zone d'intérêt.



(a) Surface d'une éprouvette.



(b) Histogramme de la zone d'intérêt.

Figure C.2 – Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré sans fibres réalisé avec un appareil photo avant compression dans la direction hors-plan. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface.

Les clichés des surfaces des éprouvettes avec fibres possèdent une répartition des niveaux de gris de très bonne qualité. L'histogramme s'étale sur un très grand nombre de niveaux de gris. De plus aucune sous-exposition (niveaux de gris à 0) ni de sur-exposition (niveaux de gris à 255) n'est observée. Les éprouvettes sans fibres sont plus sombres que celles avec fibres, s'en suit une répartition des niveaux de gris moins large (fig. C.2(b)). Toutefois lorsque plus de cinquante niveaux de gris sont présents, le contraste est suffisant pour réaliser une corrélation d'images satisfaisante [Jones, E.M.C. and Iadicola, 2018]. 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. La taille d'un pixel correspondait à une longueur de 0,0078 mm.

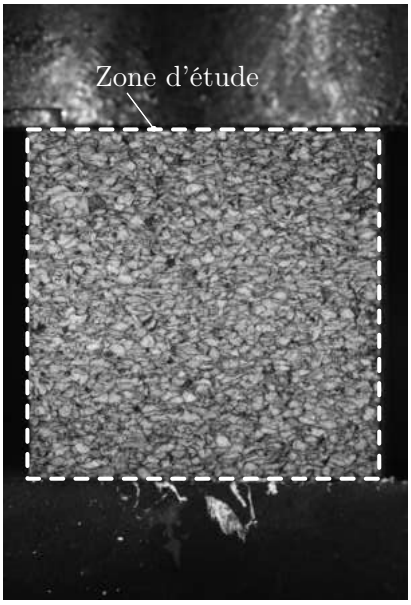
Régime quasi-statique - Essais à froid

Une quantité similaire de pixels est attribuée à la surface de l'éprouvette de liège aggloméré qui est la zone d'intérêt entre les essais à température ambiante et à froid (fig. C.3(a)). Les surfaces représentent environ 2800×2800 pixels. Les images obtenues à froid sont d'une qualité inférieure par rapport aux images obtenues à température ambiante du fait de la présence de la vitre entre l'objectif et l'éprouvette.

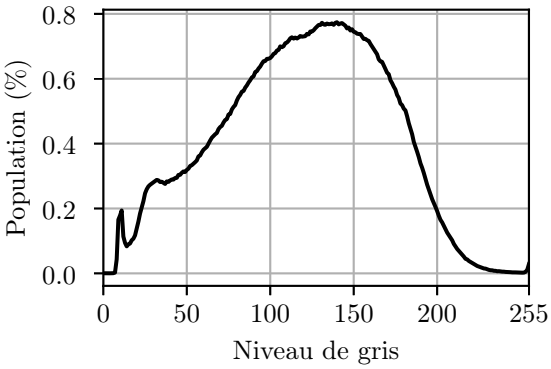
Ces images restent toutefois tout à fait exploitables pour une observation qualitative des modes de déformation et de ruine à -10 et -30°C, mais également pour une observation quantitative à l'aide de corrélation d'images. L'histogramme des niveaux de gris sur la fig. C.3(b) montre en effet un bon contraste, avec des niveaux de gris qui vont de 10 à environ 200 [Jones, E.M.C. and Iadicola, 2018]. De plus, aucune sur ou sous-exposition est constatée.

Au delà d'un déplacement trop important de la traverse, la luminosité est cependant modifiée. Cela rend plus complexe une étude des déplacements et des déformations locales.

Régime dynamique - Température ambiante



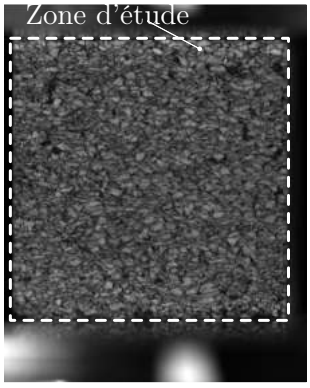
(a) Surface d'une éprouvette.



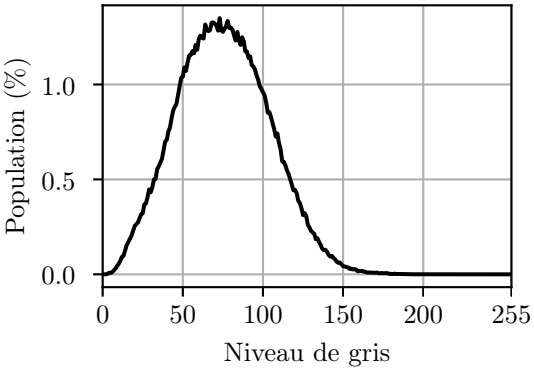
(b) Histogramme de la zone d'intérêt.

Figure C.3 – Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres réalisé avec un appareil photo avant compression dans la direction hors-plan à -30°C. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface.

En comparaison aux images réalisées en régime quasi-statique, le contraste est un peu moins bon (fig. C.4(b)). Toutefois, il reste largement suffisant pour réaliser une étude des déplacements et des déformations à la surface par la suite.



(a) Surface d'une éprouvette.

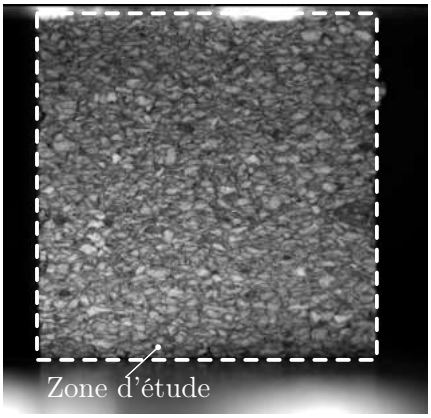


(b) Histogramme de la zone d'intérêt.

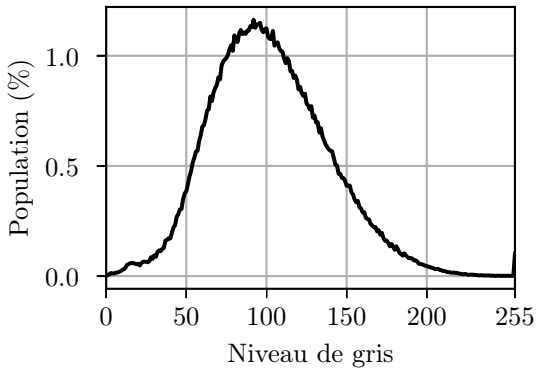
Figure C.4 – Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres réalisé avec une caméra rapide avant compression dans la direction hors-plan. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface.

Régime dynamique - Essais en température

La mise en température de la zone d'essai avec le système développé et présenté dans la section précédente rend la mise en place des éprouvettes un peu plus complexe. Cependant, on peut voir que malgré l'encombrement autour de la zone d'essai, le contraste des images reste suffisant (fig. C.5(b)).



(a) Surface d'une éprouvette.

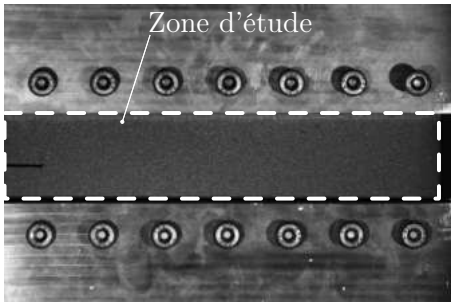


(b) Histogramme de la zone d'intérêt.

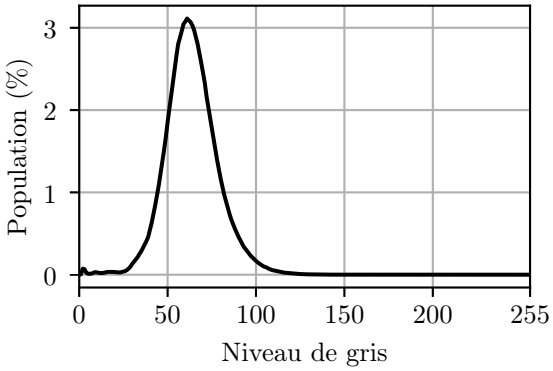
Figure C.5 – Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres réalisé avec une caméra rapide avant compression dans la direction hors-plan à 73°C. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface.

C.1.2 Essais de rupture

Pour les essais de traction à rupture, le même appareil photo a été utilisé et a été réglé cette fois à une fréquence d'acquisition de 0,5 Hz ; sa limite (fig. 3.10). L'installation est relativement similaire a celle pour les essais de compression. Toutefois, du fait de la taille importante et allongée de l'éprouvette SBS, l'appareil photo a du être éloigné du montage. La surface de l'éprouvette observée avec l'appareil photo est ainsi de 4600×880 pixels (fig. C.6(a)).



(a) Surface d'une éprouvette.



(b) Histogramme de la zone d'intérêt.

Figure C.6 – Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré sans fibres réalisé avec un appareil photo avant initiation de la rupture dans la direction hors-plan. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'étude délimitée en pointillés sur le cliché de la surface.

Grâce aux clichés réalisés, un suivi de fissure a ainsi pu être opéré en repérant la position de la fissure grâce au logiciel de traitement d'images libre ImageJ. Toutefois, du fait de la fissuration rapide pour le liège aggloméré sans fibres, ces mesures restent relativement discrètes. Dans la fig. C.7, les deux dernières images sont ainsi prises à 0,5 secondes d'intervalle.

Une caméra rapide a donc été utilisée en plus afin de capter certains phénomènes de fissuration, trop rapides pour être captés par l'appareil photo. La caméra rapide utilisée est une Fastcam SA5 de Photron ayant une capacité de 1,5 Gfps. L'objectif utilisé est un xx de Sigma. La vitesse

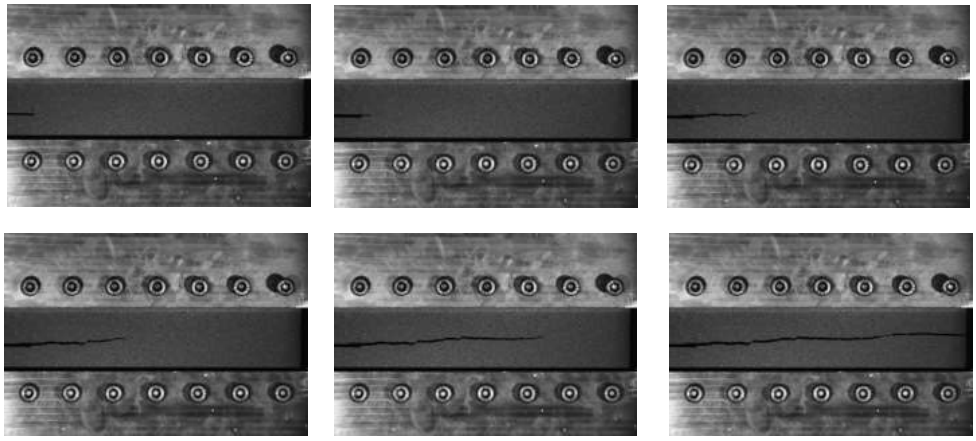


Figure C.7 – Évolution de la fissure à la surface d'un éprouvette SBS de liège aggloméré sollicitée en traction dans la direction hors-plan à 10 mm·min^{-1} à température ambiante observée grâce à un appareil photo numérique.

d'acquisition des images est réglée à 15 000 images/seconde. Pour ces essais, la fréquence d'obturation était la même que la fréquence d'acquisition des images. Un éclairage performant est de plus nécessaire car le temps d'exposition dans le cas de caméras rapides est largement diminué en comparaison aux appareils photos. Un système d'éclairage continu est de plus nécessaire, sinon les clignotements dus au courant alternatif peuvent être observés sur les clichés.

C.2 Principe de la corrélation d'images

Une fois les images acquises, le post-traitement se réalise en plusieurs étapes, l'étape de corrélation étant la plus critique :

— Définir la zone d'étude, qui n'est pas nécessairement toute l'image acquise comme illustré précédemment (fig. C.8).

— Découper la zone d'étude en zones plus petites, appelées zones d'intérêt (fig. C.8). La taille de ces zones ainsi que leur espacement $\Delta\, p$ doivent est choisis en fonction de la taille de la texture à la surface des éprouvettes.

— Corréler ces zones.

L'hypothèse de la conservation des niveaux de gris est faite. Ainsi, le niveau de gris du pixel x_0 dans la configuration de référence $f(x_0)$ est égal à celui de la configuration déformée $g(x_0+u)$, où u est le déplacement qui s'est produit entre les deux instants d'acquisition [Hild Francois et Prensier, 2004]. On a donc :

$$f(x) = g(x + u(x)) + b(x), \tag{C.1}$$

Déterminer le décalage u ne peut pas se faire pour chaque pixel indépendamment de par le fait que l'hypothèse de conservation des niveaux de gris n'est jamais satisfaite exactement (à cause du bruit d'acquisition) et que le nombre d'inconnues par pixel est en général plus élevé que le nombre d'équations disponibles. En conséquence on cherche à minimiser sur une zone d'intérêt l'écart quadratique à la conservation des niveaux de gris (éq. C.2). Les positions des pixels x sont des informations 2D voire 3D et le déplacement u n'est pas nécessairement indépendant des positions x, ce qui complexifie le champ de déplacement [Leclerc *et al.*, 2012].

$$\sum_{x_0 \in ZI} (f(x) - g(x + u(x)))^2$$

(C.2)

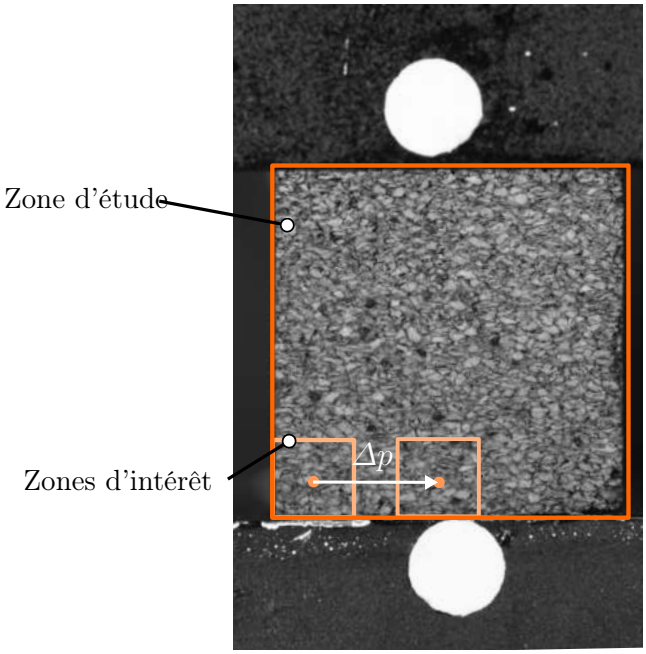


Figure C.8 – Principe du traitement par corrélation d'images numériques.

Ceci correspond donc à une méthode des moindres carrés. Dans le cas présent elle est non linéaire. On peut montrer que minimiser la somme des écarts quadratiques est équivalent à maximiser le produit de corrélation donné dans l'éq. C.3, qui a donné son nom à la technique de mesure.

$$\sum_{x_0 \in ZI} f(x)g(x + u(x))) \tag{C.3}$$

Au fil des ans, de nombreux algorithmes ont été proposés pour déterminer les champs de déplacement. On peut souvent distinguer deux groupes principales. Les techniques du premier groupe, décrites ici, sont des méthodes locales basées sur des zones d'intérêt (*Zone of Interest* soit ZOI). Elles s'appuient sur une description locale de la cinématique en suivant chaque ZOI individuellement [Hild et Roux, 2012].

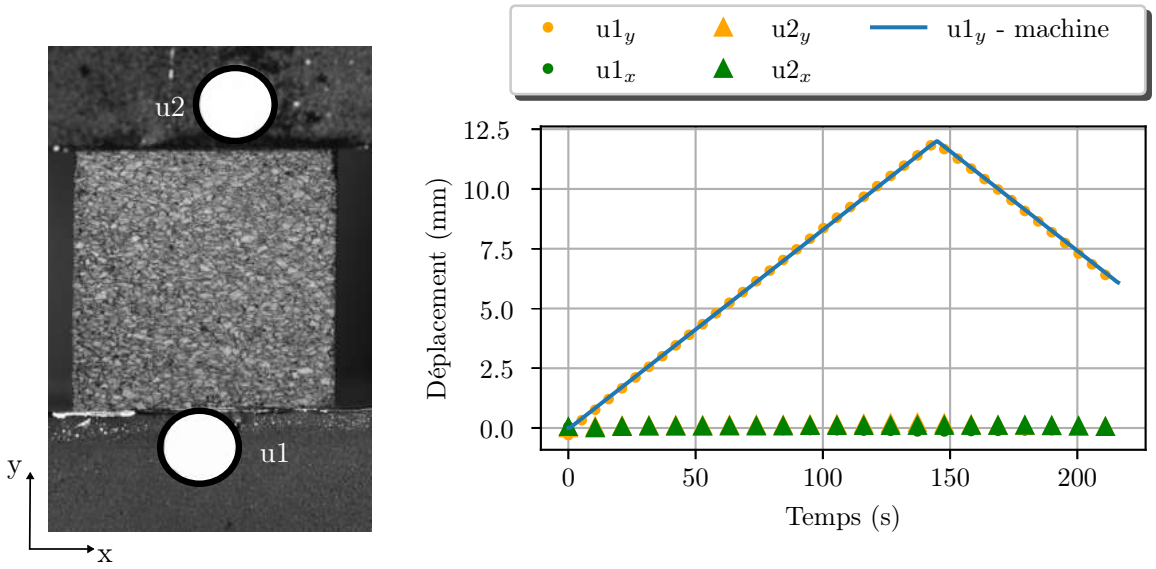
Le second groupe est basé sur les éléments finis (FE) [Pan *et al.*, 2015]. Les méthodes de ce groupe utilisent la description global de la cinématique pour suivre tous les éléments déterminant le déplacement de tous les nœuds en même temps. Les méthodes basées sur les éléments finis peuvent en principe capturer des cinématiques plus complexes en cas de déformations hétérogènes [Hild et Roux, 2012; Pan *et al.*, 2015]. Elles ont ainsi trouvé davantage d'applications dans l'expérimentation dynamique [Hild *et al.*, 2017].

À partir des champs de déplacement, il est possible de calculer les champs de déformation associés.

C.3 Comparaison signal de déplacement

Régime quasi-statique

En régime quasi-statique, grâce à la présence de pastilles blanches de part et d'autre de l'éprouvette, un suivi de cible a été opéré (fig. C.9(a)) avec un outil présent au laboratoire TrackTheTarget. Les trajectoires dans le plan (Oxy) des deux cibles u1 (plateau mobile) et u2 (plateau statique) ont ainsi pu être relevées.



(a) (b)

Figure C.9 – (a) Montage pour le suivi de cible (b) Comparaison entre le signal de déplacement de la traverse inférieure donné par la machine de traction/compression et les déplacements des traverses inférieure ($u1_x$ et $u1_y$) et supérieure ($u2_x$ et $u2_y$) obtenus par suivi de cible.

Le déplacement de la pastille du plateau statique, que ce soit dans la direction x ou y, est bien nul pendant le chargement, de même que le déplacement selon la direction x de la pastille sur le plateau mobile (fig. C.9(b)). Le déplacement selon y de u1 est lui identique au signal de déplacement en fonction du temps donné par la machine de traction/compression.

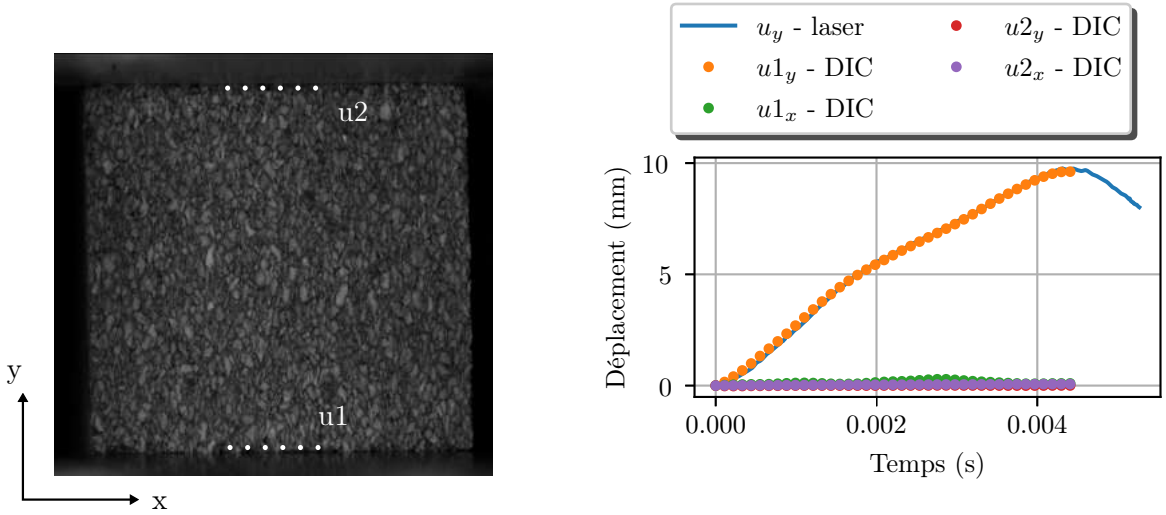
Ces mesures permettent donc de valider l'utilisation du déplacement traverse fourni par la machine pour l'obtention des courbes force/déplacement relativement au comportement mécanique en compression des agglomérés de liège.

Régime dynamique

Dans le cas de chargements en régime dynamique, la profondeur de champ était très limitée, du fait de l'utilisation d'un objectif macro. La mise au point était réalisée sur la surface de l'éprouvette, les bords des plateaux apparaissent donc très flous sur les images. La présence de pastilles ou de lignes blanches sur les plateaux de compression du montage de la roue inertielle n'ont alors pas permis d'avoir recours au suivi de cible.

Le signal de déplacement de la périphérie du plateau mobile dans la direction y est obtenu grâce au capteur laser KEYENCE. Celui-ci a alors été comparé au signal de déplacement du bas de l'éprouvette obtenu par corrélation d'images locales. Plusieurs points ont été sélectionnés au bas de l'éprouvette (en contact avec le plateau mobile) et en haut (en contact avec le plateau

statique) et leur déplacement dans le plan (Oxy) a été étudié (fig. C.10(a)).



(a) (b)

Figure C.10 – (a) Position des points pour la corrélation d'images (b) Comparaison entre le signal de déplacement de la traverse inférieure donné par la machine de traction/compression et les déplacements des traverses inférieure ($u1_x$ et $u1_y$) et supérieure ($u2_x$ et $u2_y$) obtenus par suivi de cible.

Le déplacement du plateau statique est bien nul dans les directions x et y tout au long du chargement. Il en va de même pour le déplacement selon x pour le plateau mobile (fig. C.10(b)). Le déplacement selon y du plateau mobile est lui comparable à celui donné par le capteur laser.

En régime dynamique, sur le montage de la roue inertielle, l'utilisation des valeurs fournis par le capteur laser permettent ainsi de tracer les courbes force/déplacement pour l'étude du comportement mécanique en compression d'agglomérés de liège.

C.4 Champs de déplacement obtenus par corrélation d'images

À chaque type d'essai réalisé, le chargement a été étudié par corrélation d'images afin de vérifier la validité de l'essai. Bien sûr, cette étude est issue d'observations surfaciques. Elle permet toutefois de clarifier certains doutes sur la nature du chargement.

C.4.1 Essais de compression

Régime quasi-statique

En régime quasi-statique, les champs de déplacement dans la direction de sollicitation observés à la surface des éprouvettes indiquent bien une sollicitation en compression (fig. C.11). Que ça soit pour les éprouvettes testées dans la direction hors-plan ou dans-le-plan, le déplacement imposé dans la direction y évolue bien dans la direction perpendiculaire à la direction de sollicitation.

Lors d'une sollicitation dans la direction hors-plan, les champs de déplacement dans la direction x sont très faibles (fig. C.12). Tandis que le centre de l'éprouvette ne se déplace pas dans la direction x, les extrémités se déplacent d'environ 0,125 mm de chaque côté. Cela correspond à une déformation ε_x^* de 0,006. Ce qui est minime à côté de la déformation imposée de 0,25 à ce

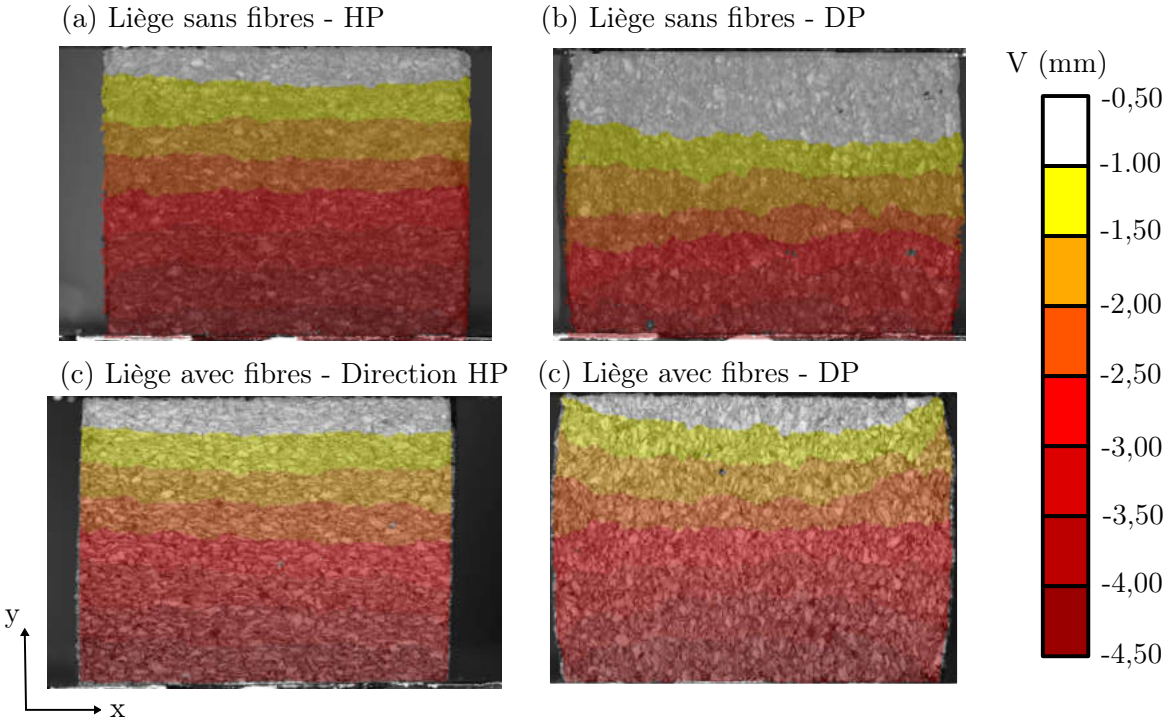


Figure C.11 – Champs de déplacement V (mm) dans la direction y à ε^*=0,25 obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sollicités à 5 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan (HP) ou dans-le-plan (DP).

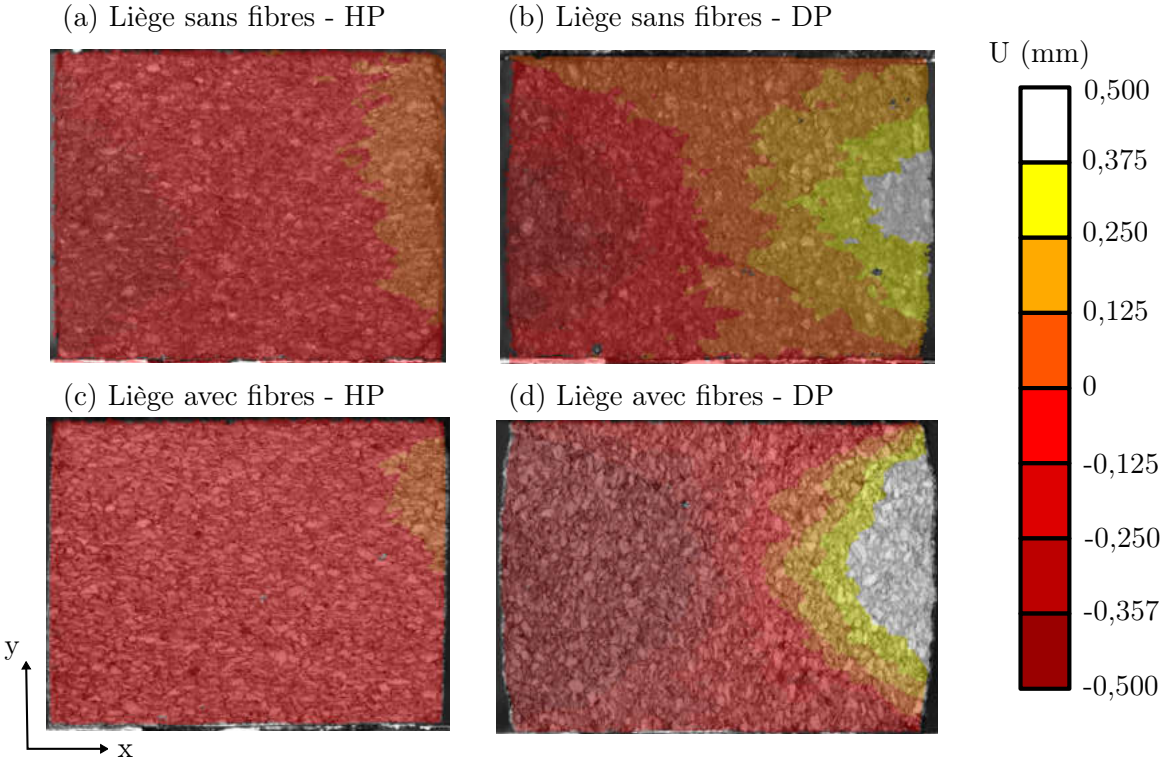


Figure C.12 – Champs de déplacement U (mm) dans la direction x à ε^*=0,25 obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sollicités à 5 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan (HP) ou dans-le-plan (DP).

stade de la sollicitation. Dans la direction hors-plan, à cette déformation macroscopique, le liège aggloméré aurait un coefficient de Poisson macroscopique ν^* de 0,024.

Les déplacements dans la direction x sont plus importants lors d'une sollicitation dans la direction dans-le-plan (fig. C.12). Ceux-ci sont compris entre -0,5 et 0,5 mm, soit $\varepsilon_x^* = 0{,}025$, lorsque $\varepsilon^* = 0{,}25$. Dans la direction dans-le-plan, à cette déformation macroscopique, le liège aggloméré aurait un coefficient de Poisson macroscopique ν^* de 0,1. Comme pour une sollicitation dans la direction hors-plan, le centre de l'éprouvette ne se déplace pas. Ce sont les extrémités qui se déplacent en s'éloignant du centre. Les déplacements sont plus importants pour les points les plus éloignés des plateaux de compression. Les frottements entre le liège et les plateaux de compression en Téflon semblent être la principale cause de cette distribution des déplacements U en arrondi aux extrémités des éprouvettes.

Régime dynamique

C.4.2 Essais de rupture

Éprouvettes SBS

La sollicitation imposée aux éprouvettes SBS est similaire à une sollicitation en traction. En effet, les déplacements imposés dans la direction y sont homogènes sur toute la longueur de l'éprouvette (en aval du front de fissure).

Les déplacements dans la directions x sont très faibles : de l'ordre de quelques pixels. L'hétérogénéité des déplacements dans la directions est principalement visible au niveau du bord libre de l'éprouvette (fig. C.14).

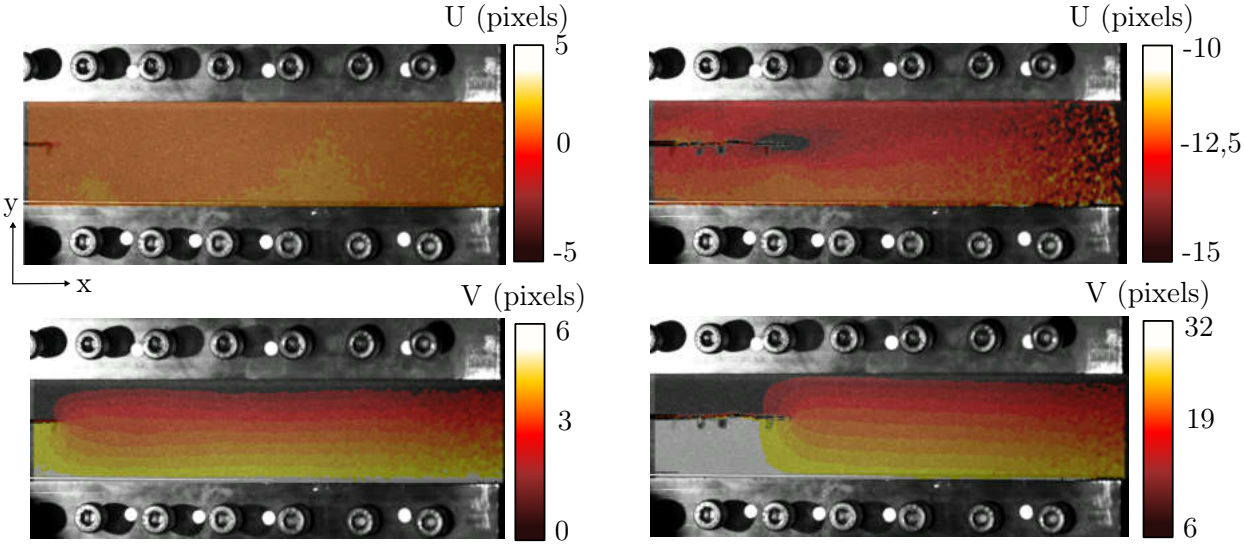


Figure C.13 – Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes SBS obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sans fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan.

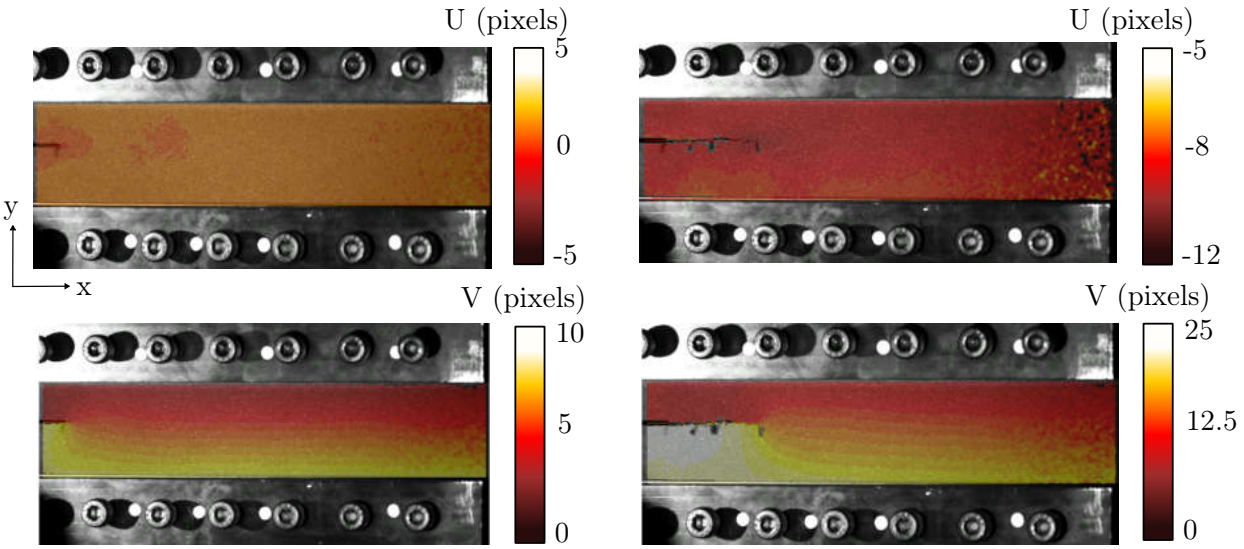


Figure C.14 – Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes SBS obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan.

Éprouvettes CT

Le chargement imposé aux éprouvettes CT est lui un peu plus complexe. La direction x est perpendiculaire à la direction de chargement en début d'essai. Dans cette direction, pour toutes les éprouvettes, le déplacement est important à proximité de l'entaille. Il semble que pour une sollicitation dans la direction hors-plan (fig. C.15 et fig. C.17), le champs de déplacement ait la forme d'une ellipse très allongée, centré à l'entaille. Cette ellipse semble s'allonger au fur et à mesure que le déplacement imposé augmente.

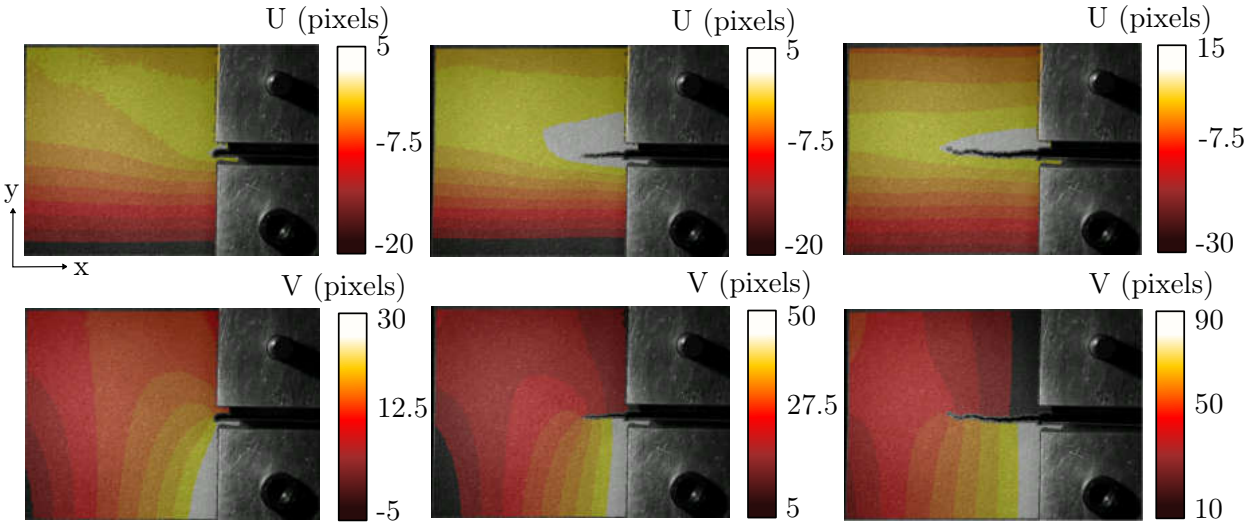


Figure C.15 – Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes CT obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sans fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan.

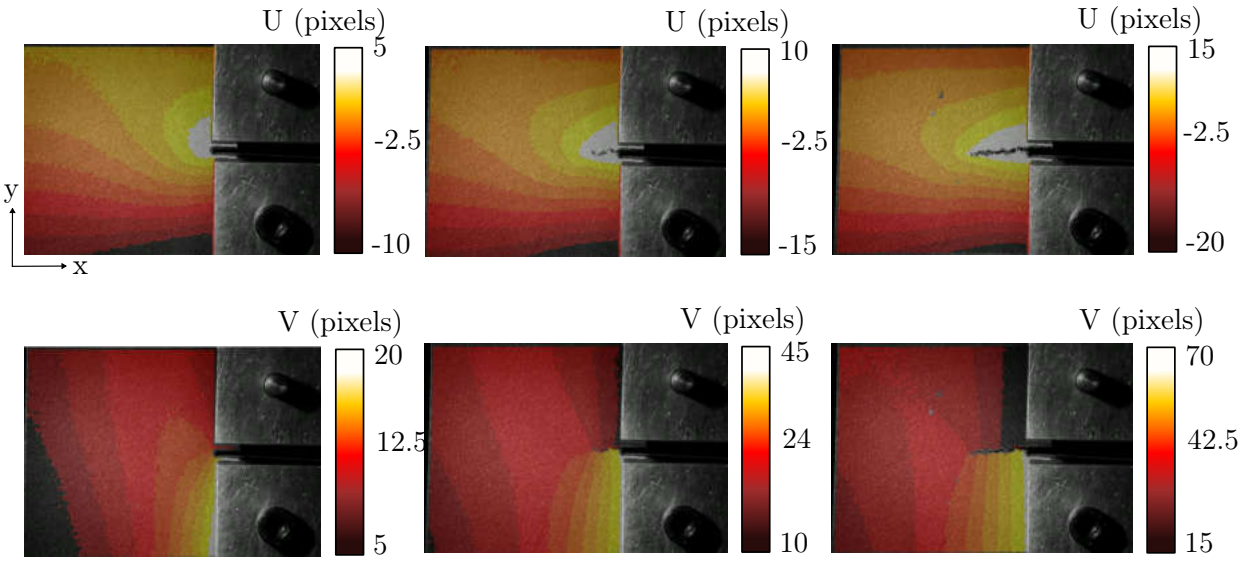


Figure C.16 – Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes CT obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sans fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction dans-le-plan.

Pour les éprouvettes sollicitées dans la direction dans-le-plan (fig. C.16 et fig. C.18), le champs de déplacement semble plus confiné que dans la direction hors-plan.

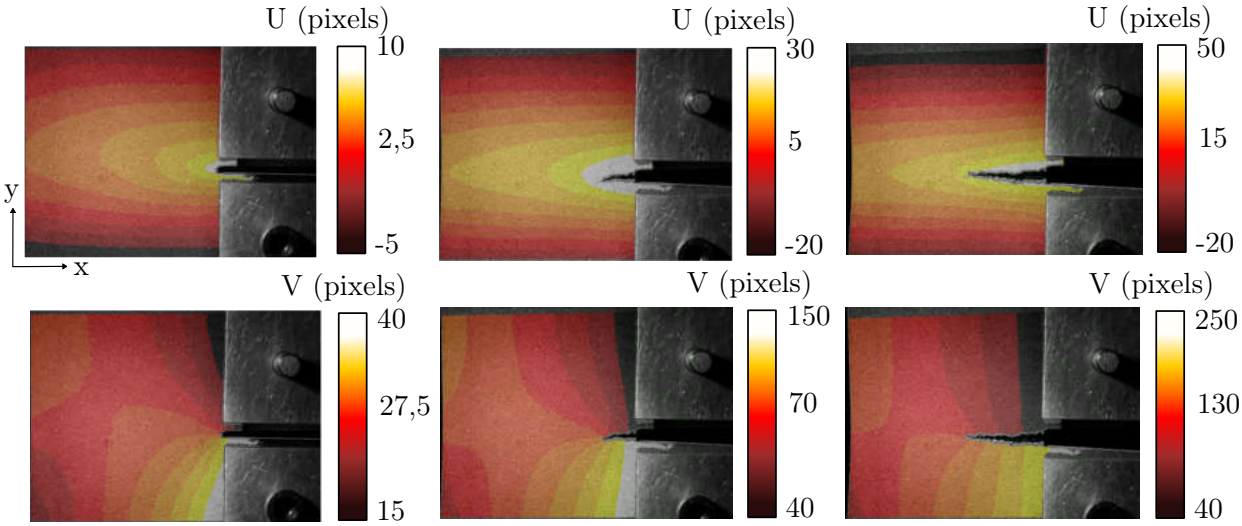


Figure C.17 – Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes CT obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan.

Pour tous les essais de rupture réalisés avec des éprouvettes de liège aggloméré avec fibres dans la direction dans-le-plan, la fissure a fortement bifurqué vers le haut ou le bas de l'éprouvette. Pour quelques essais, celle-ci à de nouveau bifurqué pour atteindre l'extrémité de l'éprouvette, comme initialement prévu. Les conditions limites (fig. C.18), semblables aux autres éprouvettes, ne fournissent pas d'explications à ces observations.

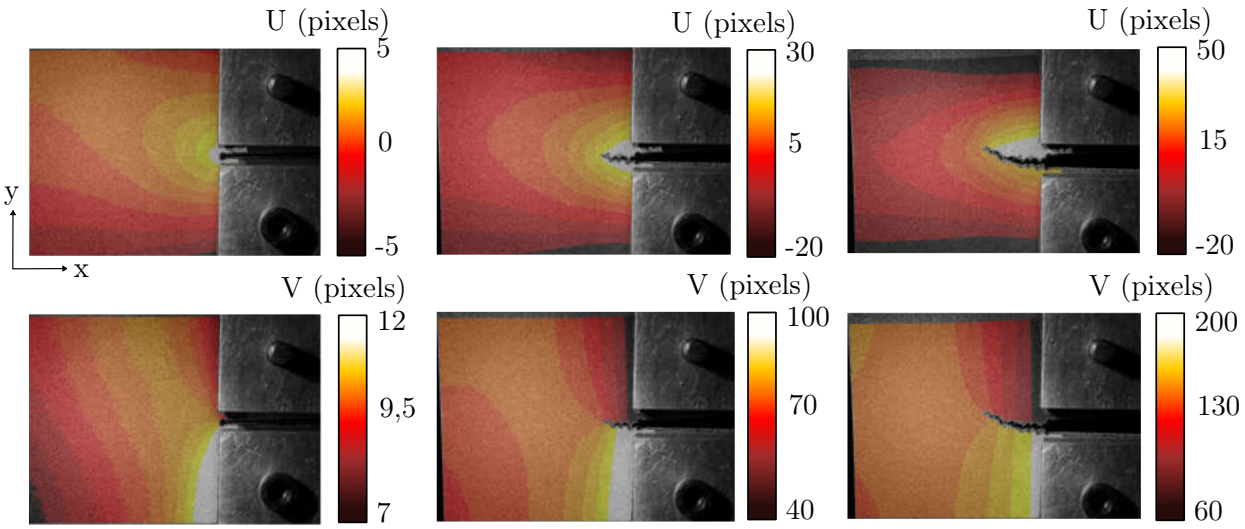
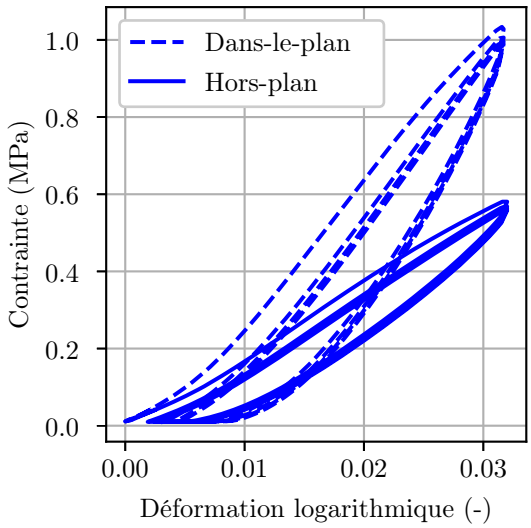


Figure C.18 – Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes CT obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction dans-le-plan.

Annexe D

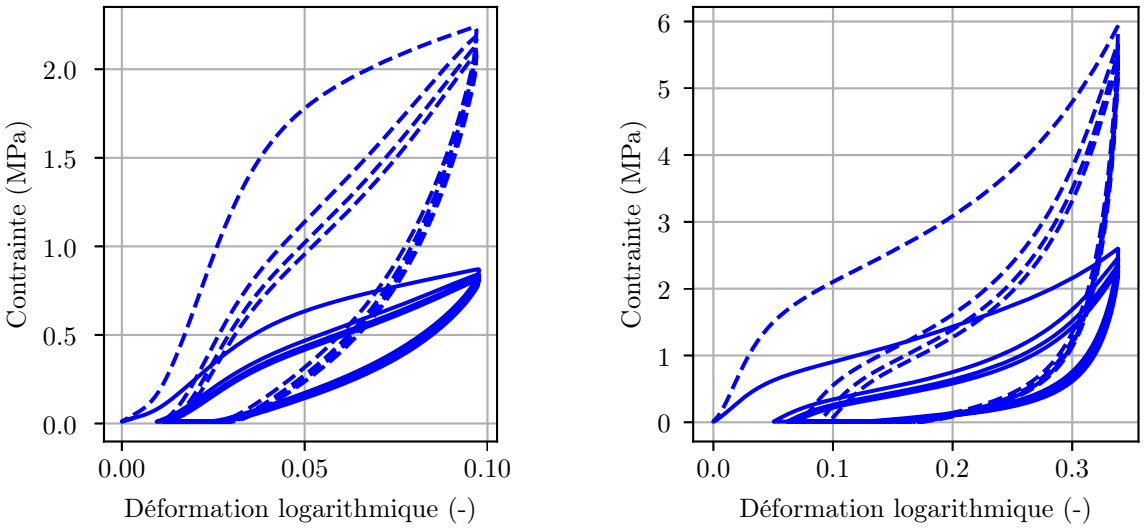
Comportement mécanique sous sollicitations cycliques

D.1 Influence de la direction de sollicitation



(a) $\varepsilon_{max} = 0{,}03$

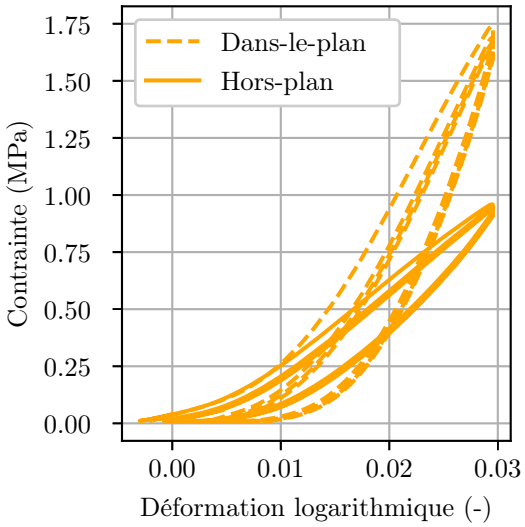
Figure D.1 – Courbes force/déplacement expérimentales de liège aggloméré sans fibres sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm·min^{-1} à température ambiante (19°C) jusqu'à différentes déformations macroscopiques maximales ε_{max}.



(a) $\varepsilon_{max} = 0{,}1$ (b) $\varepsilon_{max} = 0{,}34$

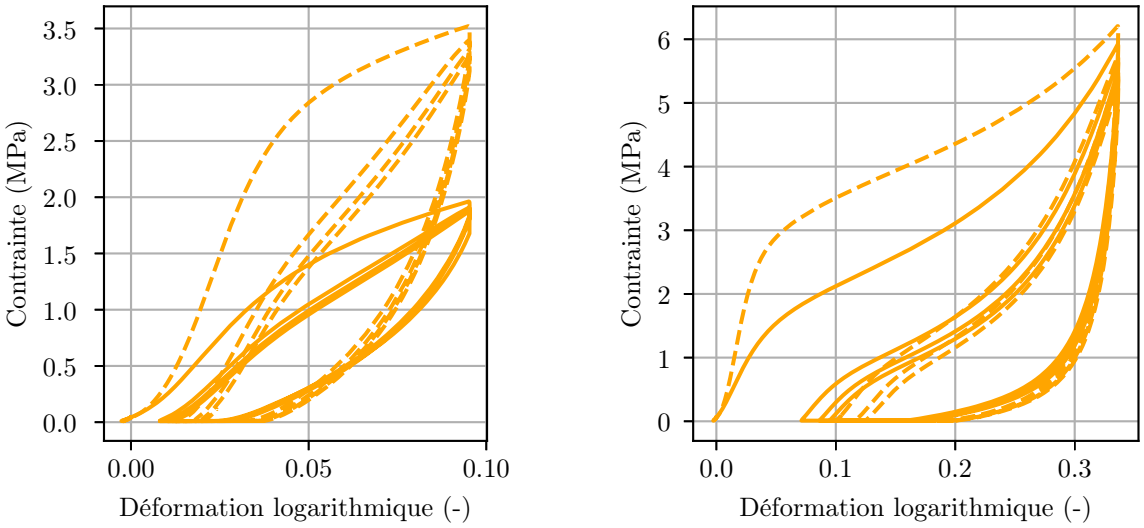
Figure D.2 – Courbes force/déplacement expérimentales de liège aggloméré sans fibres sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm·min^{-1} à température ambiante (19°C) jusqu'à différentes déformations macroscopiques maximales ε_{max}.

D.2 Influence de la présence de fibres courtes



(a) $\varepsilon_{max} = 0{,}03$

Figure D.3 – Courbes force/déplacement expérimentales de liège aggloméré avec fibres sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm·min^{-1} à température ambiante (19°C) jusqu'à différentes déformations macroscopiques maximales ε_{max}.



(a) $\varepsilon_{max} = 0{,}1$

(b) $\varepsilon_{max} = 0{,}34$

Figure D.4 – Courbes force/déplacement expérimentales de liège aggloméré avec fibres sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm·min^{-1} à température ambiante (19°C) jusqu'à différentes déformations macroscopiques maximales ε_{max}.

Annexe E

Plan d'expériences Doehlert // Méthodologie

Un plan d'expérience consiste en un choix organisé d'essais lors d'expérimentations afin de décrire la dépendance d'un phénomène à n variables avec un minimum d'essais et une précision la plus grande possible. Cette méthodologie permet ainsi de répondre à différentes questions, telles que :

— Parmi les n facteurs, quels sont les plus influents sur les plages considérées ?

— Existe-t-il des interactions entre les facteurs (corrélations) sur ces plages ?

— Peut-on linéariser le processus (ou la propriété) en fonction de ces facteurs et le modèle ainsi obtenu est-il prédictif ?

— Comment minimiser le nombre de points de mesure du processus (ou de la propriété) pour obtenir le maximum d'informations ?

— Existe-t-il des biais dans les résultats des mesures ?

L'utilisation d'un plan d'expériences type Doehlert à n facteurs permet la réalisation d'une régression polynomiale d'ordre n et de degré 2 à partir d'une valeur de sortie Y. Ce type de plan d'expérience permet donc d'étudier des phénomènes physiques qui peuvent être représentés, jusqu'à un certain niveau de précision ou sur une plage spécifique, par le segment d'une parabole, comme c'est le cas de beaucoup de phénomènes naturels.

Variables codées

Une étude mettant en jeu deux conditions d'essai ($n = 2$), la température et la vitesse de sollicitation, a été mise en place. Afin de choisir les essais à réaliser et pouvoir capter des influences non-linéaires, un plan d'expériences Doehlert à deux paramètres a été choisi. Celui-ci donne, en terme de variables codées X_i, neuf expériences à réaliser (tab. E.1). L'essai 1, au centre, est en effet à réaliser trois fois afin de vérifier la répétabilité des essais. La représentation schématique de ces expériences dans l'espace considéré représente un hexagone (fig. E.1) et montre que ces valeurs sont normalisées par leur valeur au centre.

Essai	X_1	X_2
1	0	0
2	-1	0
3	1	0
4	-0,5	-0,866
5	0,5	-0,866
6	-0,5	0,866
7	0,5	0,866

Tableau E.1 – Valeurs des variables codées

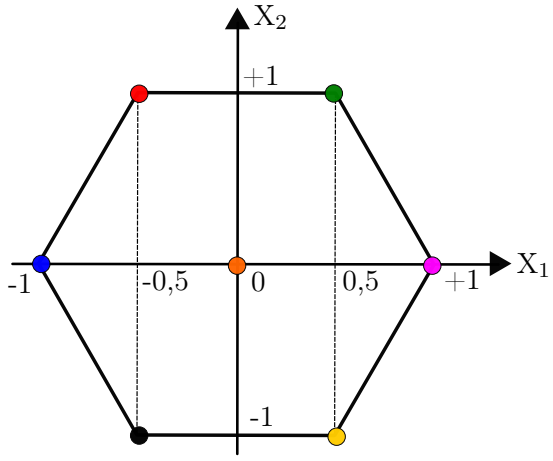


Figure E.1 – Schéma des variables codées

Variables réelles

Pour accéder aux valeurs des variables réelles U_i, il faut fixer le cadre de nos expériences. Le tab. E.2 résume les paramètres d'entrée pour fixer les essais à réaliser. Dans le cas étudié ici, il a été fait le choix d'associer la température à U_2, car c'est le paramètre le plus complexe à régler et U_2 ne demande que 3 configurations contre 5 pour U_1.

Matériau	Vitesse (s^{-1})	Température (°C)
Minimum	0.0042	-30
Maximum	250	80
Centre	125	25
Incrément	125	55

Tableau E.2 – Paramètres du plan d'expériences Doehlert.

Pour chaque facteur U_i, le maximum et le minimum correspondent respectivement aux valeurs +1 et -1 des valeurs codées des X_i correspondants. Ces valeurs délimitent le domaine dans lequel la régression polynomiale sera possible. Pour la vitesse, le minimum a été fixé à 0.0042 s^{-1} et le maximum à 250 s^{-1} de façon à obtenir des vitesses de déformation macroscopiques qui peuvent être atteintes soit avec la machine électro-mécanique, soit avec la roue inertielle. Pour la température, le minimum a été fixé à -30°C et le maximum à 80°C.

Il est alors possible d'obtenir le centre C_i pour chaque U_i, qui correspondra à la valeur 0 des X_i correspondants, avec :

$$C_i = \frac{max_i + min_i}{2}. \tag{E.1}$$

L'incrément p_i est ensuite déduit en faisant la différence entre le maximum et le centre :

$$p_i = max_i - C_i \tag{E.2}$$

À partir de ces valeurs, grâce à la méthodologie proposée par le plan Doehlert à 2 paramètres, il est possible, à partir des variables codées, d'obtenir les variables réelles en attribuant à chaque valeur U_i :

$$U_i = X_i \cdot p_i + C_i, \tag{E.3}$$

on a alors le jeu de conditions expérimentales à fixer pour chaque essai (tab. E.3), qu'on peut

également tracer dans un espace à deux dimensions (fig. E.2).

Essai	U_1 (s^{-1})	U_2 (°C)
1	125	26
2	0,0042	26
3	250	26
4	62,5	-20
5	187,5	-20
6	62,5	73
7	187,5	73

Tableau E.3 – Valeurs des variables réelles

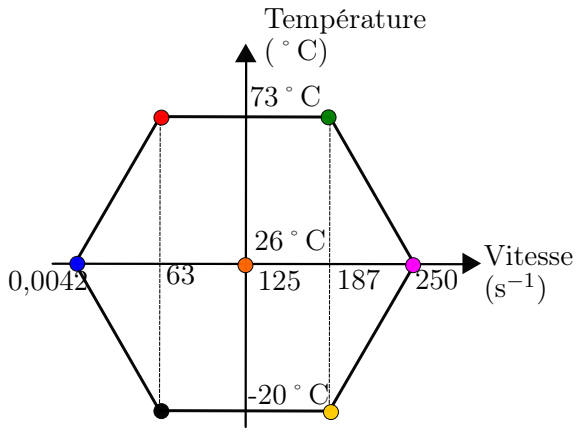


Figure E.2 – Schéma des variables réelles

Régression polynomiale

Une fois les essais réalisés, les différents paramètres matériaux (module de Young E^*, contrainte de flambement σ^*_{fl}, module tangent E^*_p, énergie absorbée à l'initiation de la densification W^*_{abs} et déformation à densification ε^*_d) présentés au chapitre précédent sont calculés pour chaque essai. À partir de la matrice X (7×2) des variables codées (tab.E.1) et de la matrice résultat Y (7×1) de la valeur d'un paramètre matériau aux différents essais, il est possible de calculer A, la matrice des coefficients du polynôme de degré 2 du paramètre matériau en question,

$$A = (X'X)^{-1}X'Y = \begin{pmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_{12} \\ a_{11} \\ a_{22} \end{pmatrix}. \tag{E.4}$$

L'expression de la régression linéaire du paramètre matériau ainsi étudié est alors

$$Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X2 + a_{12}X_1X2 + a_{11}X_1^2 + a_{22}X_2^2, \tag{E.5}$$

avec :

— a_0, qui est le terme constant.

— a_1 et a_2, qui sont les termes linéaires.

— a_{12}, qui est le terme d'interaction entre les deux facteurs.

— a_1 et a_{22} qui sont les termes carrés.

Annexe F

Dispositif d'essai de compression en régime dynamique en température

Afin de réaliser les essais en température à haute vitesse de sollicitation, un système de mise en température adapté à la roue inertielle a été conçu. Le système consiste en trois parties :

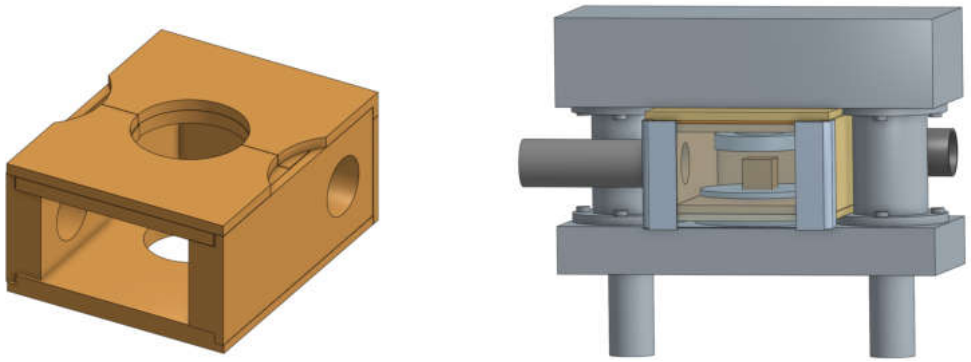
— Un système Arduino qui joue le rôle de thermostat

— Une boîte de mélange qui permet de mettre l'air à une température voulue.

— Une boîte isolante qui permet de maintenir la zone d'essai à la température voulue.

F.1 Boîte isolante

réalisée en liège aggloméré par strato-conception qui vient créer un environnement isolé thermiquement autour de la zone d'essai sur la roue inertielle. Son dessin CAO est montré sur la fig. F.1(a). Elle y est placé en situation sur la zone d'essai en compression de la roue inertielle dans la fig. F.1(b)



(a) Boîte de maintien.

(b) Boîte de maintien sur la zone d'essai de la roue inertielle.

Figure F.1 – CAO de la boîte de maintien en liège.

F.2 Boîte de mélange

en bois stratifié où se situent à l'intérieur une résistance et l'arrivée d'azote ainsi que des échangeurs de chaleurs afin de maximiser les échanges thermiques pendant la mise en température

de l'air contenu dans la boîte. À chaque extrémité se trouve un ventilateur

Les deux boîtes sont reliées de part et d'autre par un tube en acier isolé par une mousse en polyuréthane flexible de 20 mm d'épaisseur. Les ventilateurs viennent créer un circuit d'air qui peu à peu amène la boîte de maintien à la température voulue.

F.3 Système Arduino

Le système de commande s'effectue grâce à un micro-contrôleur Arduino. Il est décrit par la fig. F.2. Deux capteurs thermocouples ont été placés dans la boîte de mélange et deux autres dans la boîte de maintien et renvoient chacun les températures T_1, T_2 et T_3, T_4. La température est mesurée à une fréquence de 0,5 Hz. La température voulue T_c doit d'abord être rentrée sur l'interface Arduino. Celle-ci est ensuite comparée à la température moyenne dans la boîte de maintien, $T^* = (T_3+T_4)/2$. Il y a alors deux cas de figure.

— Si $T_c > T^*$, alors l'électro-vanne reliée au conteneur d'azote liquide s'ouvre. La vanne manuelle étant réglée au minimum, un léger filet d'azote gazeux est libéré dans la boîte de mélange. Le chauffage est désactivé.

— Si $T_c < T^*$, alors la résistance se met au chauffer. L'électro-vanne est désactivée.

L'ensemble a été conçu de façon a pouvoir être adapté à d'autres montages. En effet, il suffit de remplacer la boîte de maintien par une adaptée à l'essai considéré et le reste du système reste inchangé.

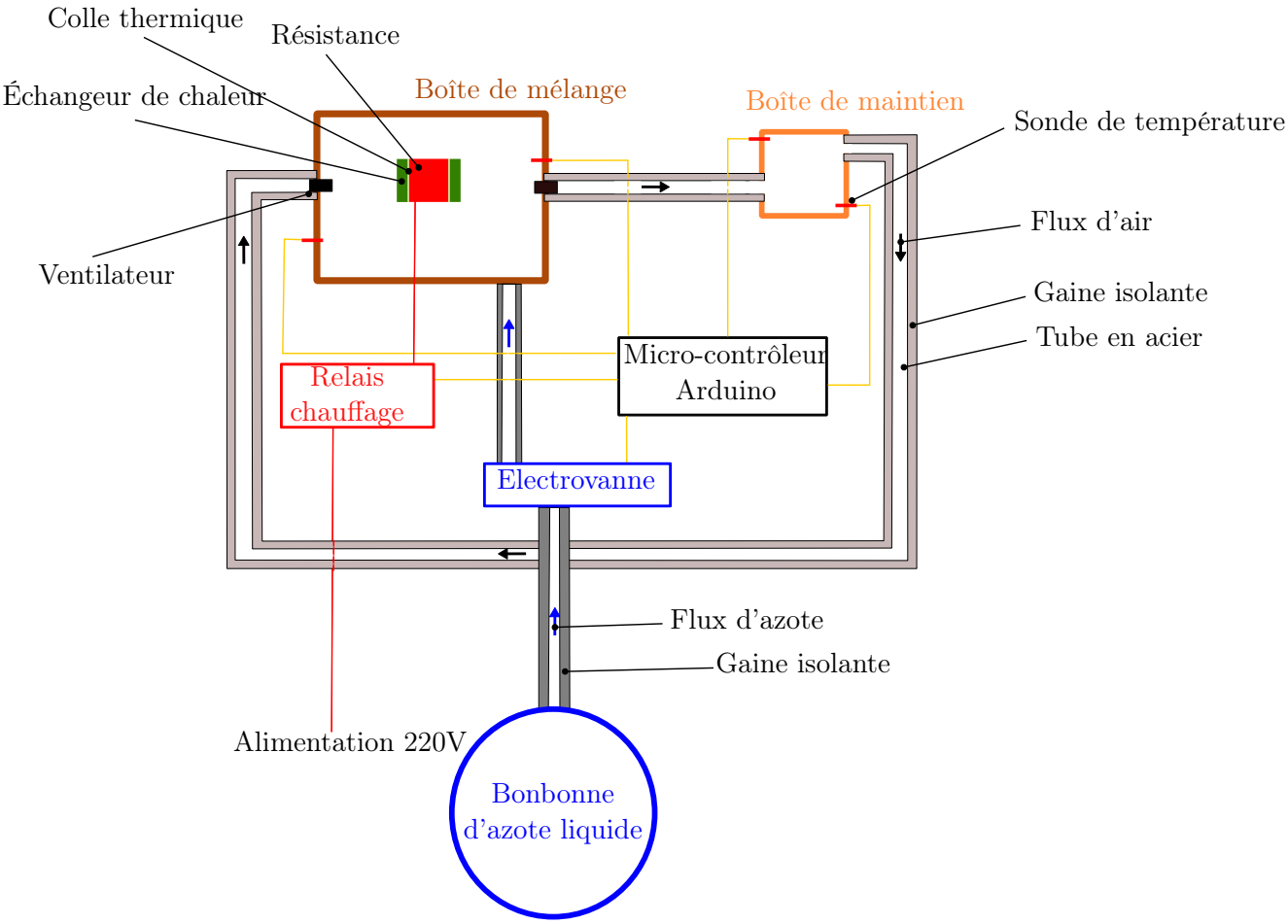


Figure F.2 – Schéma du montage du système de mise en température

Annexe G

Comportement mécanique sous sollicitations sévères

G.1 Influence de la vitesse de sollicitation

G.1.1 Déformations infinitésimales

Courbes maîtresses

Les courbes maîtresses du module de conservation de l'aggloméré sans fibres comprimé dans la direction dans-le-plan et de l'aggloméré avec fibres comprimé dans les directions hors-plan et dans-le-plan sont visibles sur la fig. G.2.

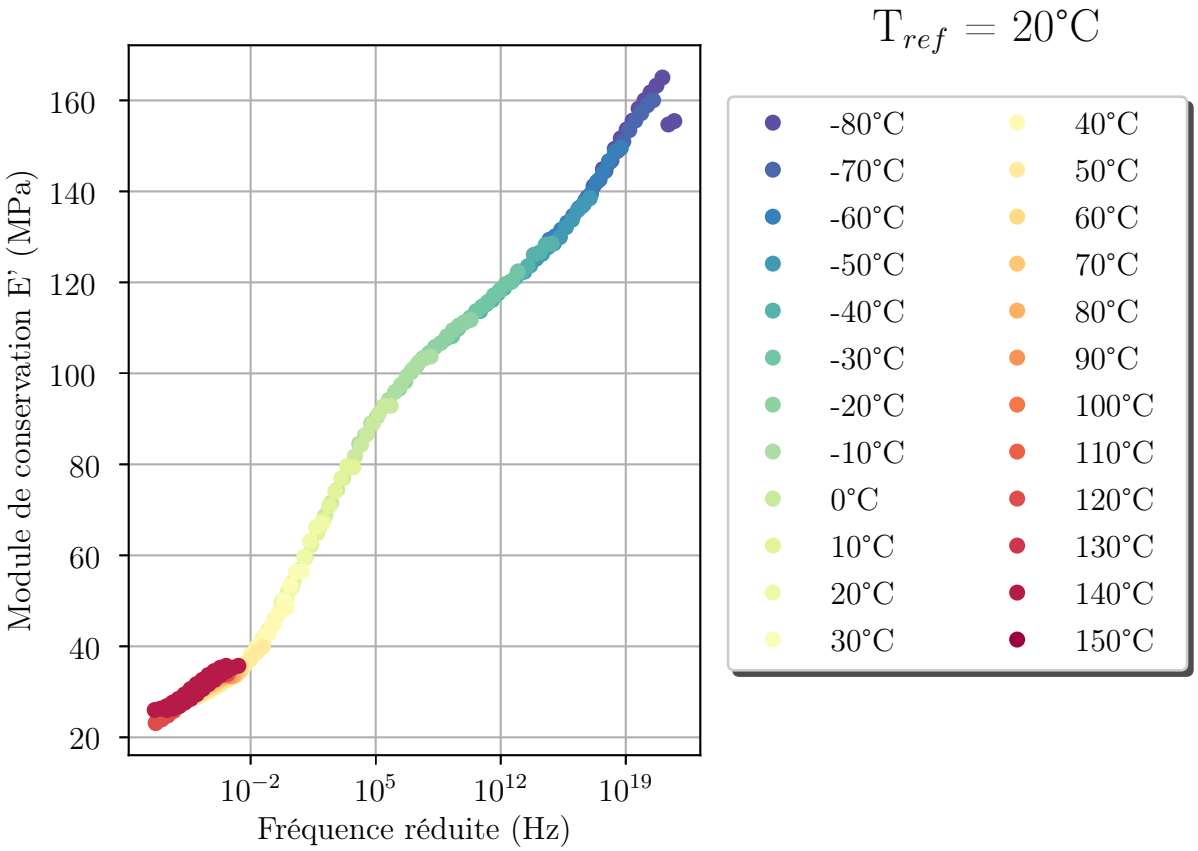


Figure G.1 – Courbe maîtresse à 20°C du liège aggloméré sans fibres comprimé selon la direction dans-le-plan.

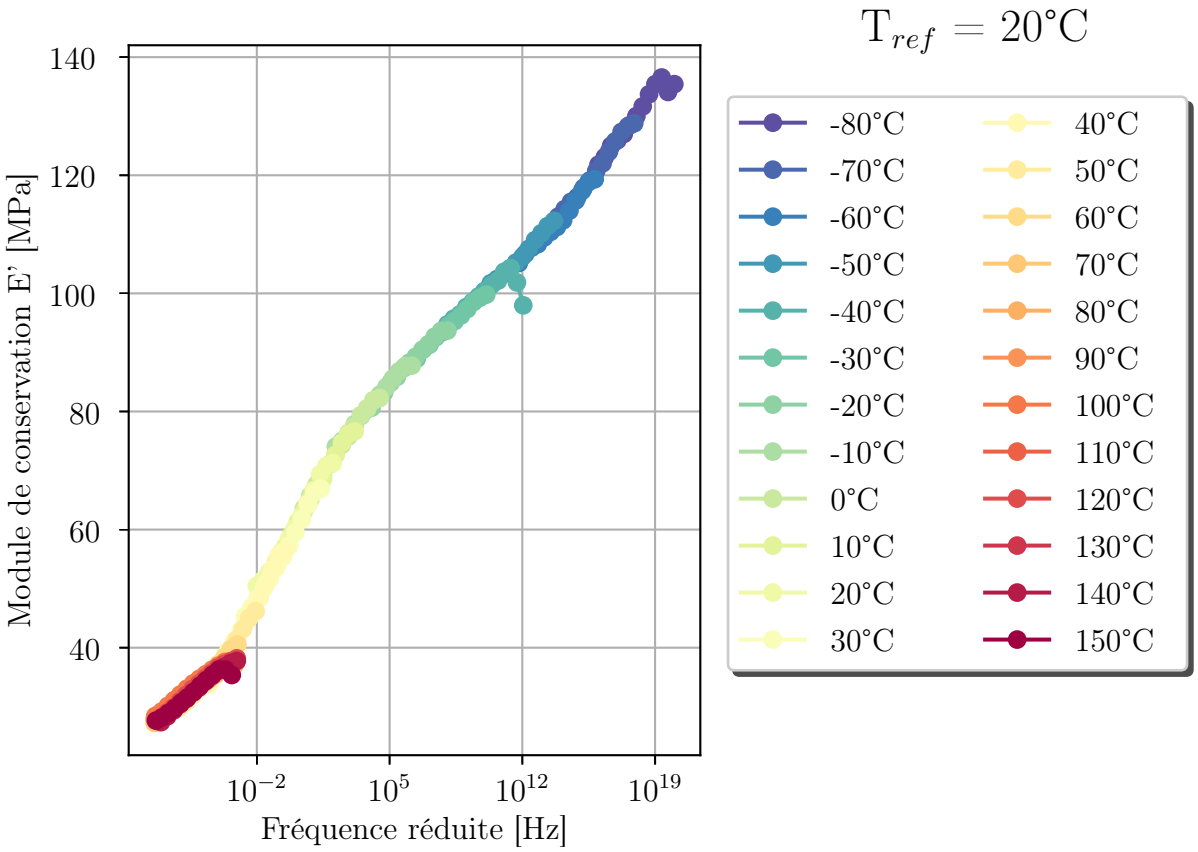


Figure G.2 – Courbe maîtresse à 20°C du liège aggloméré avec fibres comprimé selon la direction hors-plan.

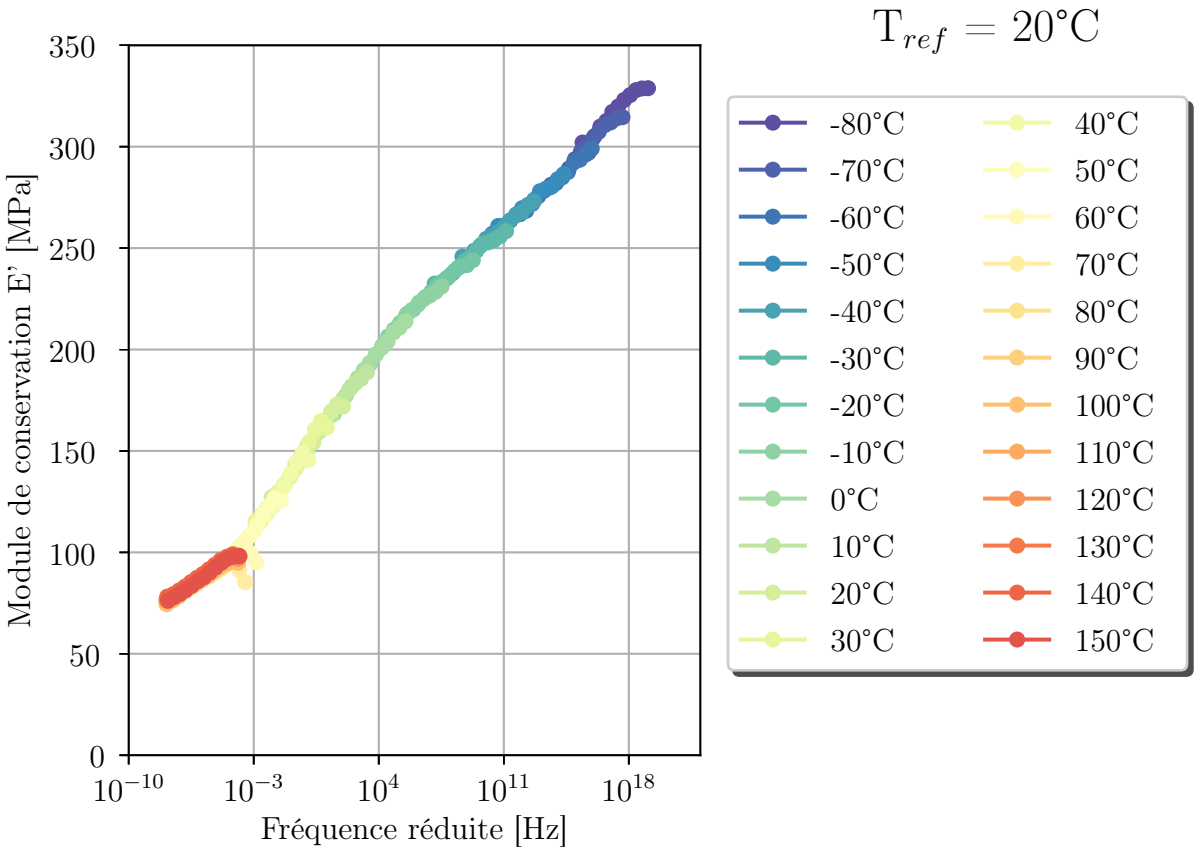


Figure G.3 – Courbe maîtresse à 20°C du liège aggloméré avec fibres comprimé selon la direction dans-le-plan.

G.2 Déformations finies

Les champs de déformations locales ε_{yy} pour les agglomérés de liège avec fibres sollicités dans la direction hors-plan ainsi que ceux des agglomérés sans fibres sont présentés ici.

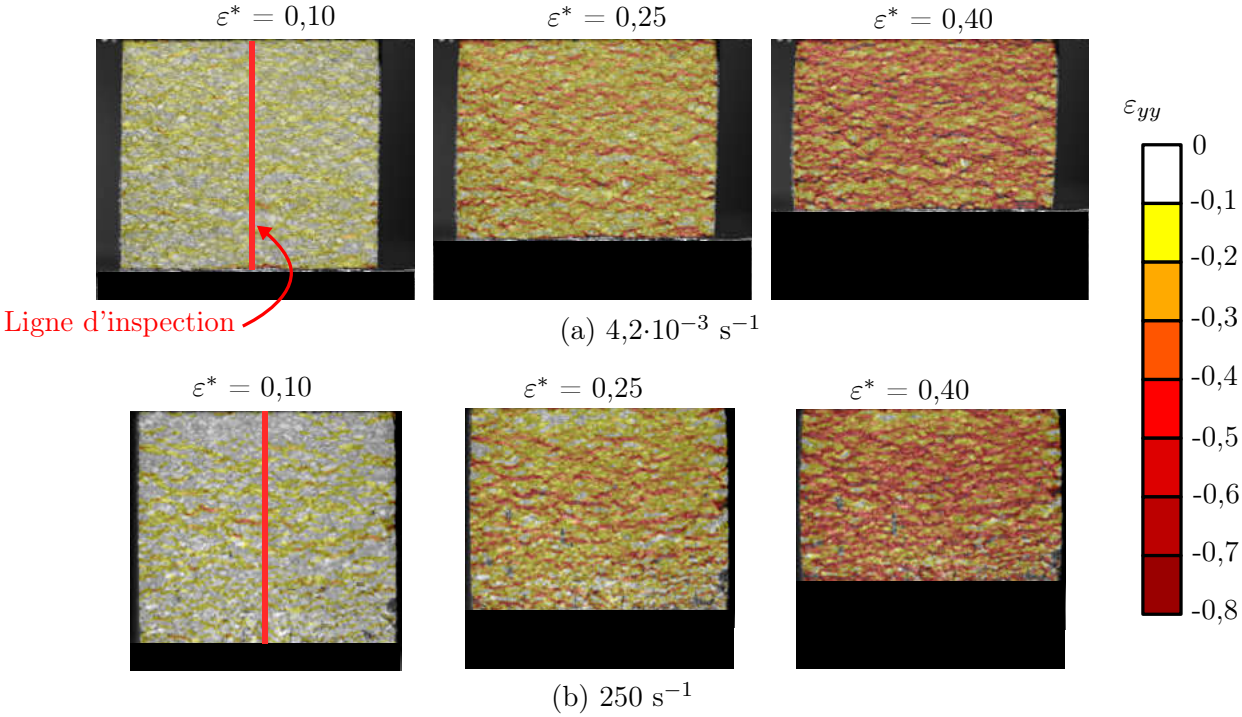
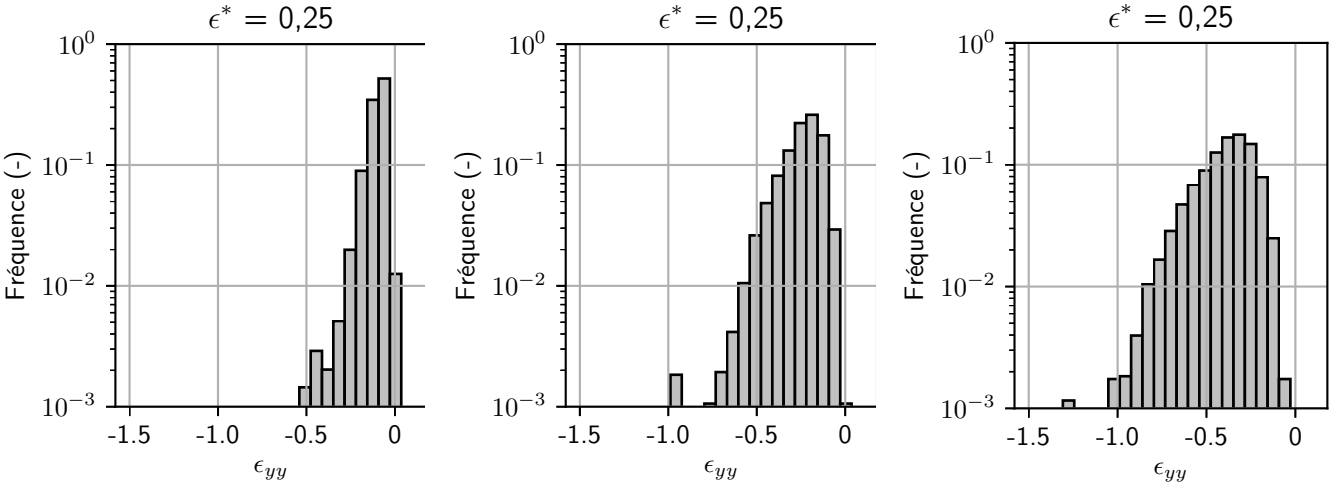
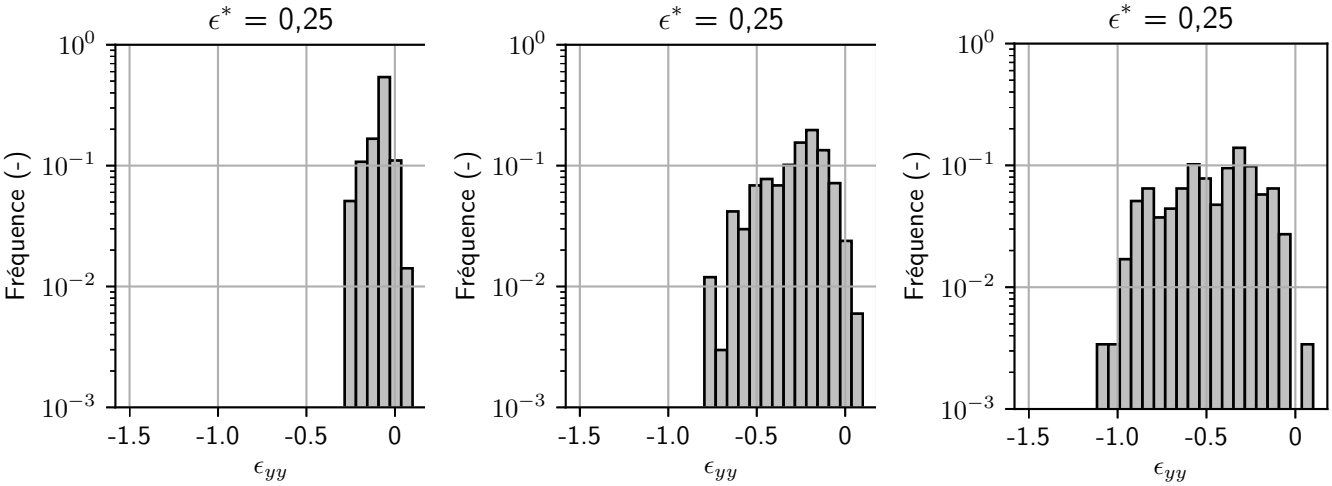


Figure G.4 – Champs de déformation ε_{yy} obtenus par corrélation d'images à la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres comprimés dans la direction hors-plan à 26°C à différentes vitesses de déformation macroscopiques $\dot{\varepsilon}^*$. La ligne en rouge illustre le tracé de l'histogramme des déformations ε_{yy} de cette ligne.



(a) Régime quasi-statique



(b) Régime dynamique

Figure G.5 – Répartition des déformations locales ε_{yy} au centre de l'éprouvette en fonction de la déformation moyenne ε^* de l'éprouvette à différentes températures.

Bibliographie

(1994). Low density cellular plastics. *In* Hilyard, N. et Cunningham, A., éditeurs : *Springer Science*. ChapmHall. → page 32

Abueidda, D. W., Elhebeary, M., Shiang, C. S. A., Pang, S., Abu Al-Rub, R. K. et Jasiuk, I. M. (2019). Mechanical properties of 3D printed polymeric Gyroid cellular structures : Experimental and finite element study. *Materials and Design*, 165:107597. → page 217

Afonso, L., Rosa, M. E. et Fortes, M. A. (2007). Interfaces between honeycomb foams : Defect content and behaviour under deformation. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 309(1-3):38–48. → page 118

Alonso, M. V., Auad, M. L. et Nutt, S. (2006). Short-fiber-reinforced epoxy foams. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*. → page 150

Amsterdam, E., De Hosson, J. T. M. et Onck, P. R. (2008). On the plastic collapse stress of open-cell aluminum foam. *Scripta Materialia*, 59(6):653–656. → page 24

Andena, L., Caimmi, F., Leonardi, L., Nacucchi, M. et De Pascalis, F. (2019). Compression of polystyrene and polypropylene foams for energy absorption applications : A combined mechanical and microstructural study. *Journal of Cellular Plastics*, 55(1):49–72. → page 17

Anjos, O. S., Pereira, H. et Rosa, M. E. (2010). Tensile properties of cork in the tangential direction : Variation with quality, porosity, density and radial position in the cork plank. *Materials and Design*, 31(4):2085–2090. → page 60

Anjos, O. S., Pereira, H. et Rosa, M. E. E. (2011). Tensile properties of cork in axial stress and influence of porosity, density, quality and radial position in the plank. *European Journal of Wood and Wood Products*, 69(1):85–91. → page 60

Arezoo, S., Tagarielli, V. L., Siviour, C. R. et Petrinic, N. (2013). Compressive deformation of Rohacell foams : Effects of strain rate and temperature. *International Journal of Impact Engineering*, 51:50–57. → page 46

Babin, P., Della Valle, G., Chiron, H., Cloetens, P., Hoszowska, J., Pernot, P., Réguerre, A. L., Salvo, L. et Dendievel, R. (2006). Fast X-ray tomography analysis of bubble growth and foam setting during breadmaking. *Journal of Cereal Science*, 43(3):393–397. → page 67

Babin, P., Della Valle, G., Dendievel, R., Lassoued, N. et Salvo, L. (2005). Mechanical properties of bread crumbs from tomography based Finite Element simulations. *Journal of Materials Science*, 40(22):5867–5873. → page 67

Babin, P., Della Valle, G. D., Chiron, H., Cloetens, P., Hoszowska, J., Pernot, P., Réguerre, A. L., Salvo, L. et Dendievel, R. (2008). *In situ Fast X-ray Tomography Study of the Evolution of Cellular Structure in Bread Dough During Proving and Baking*, volume 7. AACC International, Inc. → page 67

Barnes, A. T., Ravi-Chandar, K., Kyriakides, S. et Gaitanaros, S. (2014). Dynamic crushing of aluminum foams : Part i - Experiments. *International Journal of Solids and Structures*, 51(9):1631–1645. → page 40

Barry Carter, C. et Grant Norton, M. (2007). *Ceramic materials : Science and engineering*. Springer. → page 67

Barthélémy, R., Jacques, N., Kerampran, S. et Vermeersch, F. (2016). Modelling of micro-inertia effects in closed-cell foams with application to acoustic and shock wave propagation. *International Journal of Solids and Structures*, $97_98 : 445 - -457$. → page 218

Baruchel, J., Buffiere, J., Maire, E., Merle, P. et Peix, G. (2000). *X Ray Tomography in Material Science*. → page 68

Bastawros, A. F., Bart-Smith, H. et Evans, A. G. (2000). Experimental analysis of deformation mechanisms in a closed-cell aluminum alloy foam. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(2):301–322. → page 25

Bernards, M. A. (2002). Demystifying suberin. *Canadian Journal of Botany*, 80(3):227–240. → page 50

Bouix, R. (2008). *Caractérisation mécanique et modélisation numérique du comportement des mousses polymériques sous sollicitations statiques et dynamiques*. Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech. → pages 12, 13, 16, 17, 38, 40, 219, 281, 282

Bouix, R., Viot, P. et Lataillade, J. (2006). Phenomenological study of a cellular material behaviour under dynamic loadings. *Journal de Physique*, 134:109–116. → pages 12, 33, 281

Bouix, R., Viot, P. et Lataillade, J. L. (2009). Polypropylene foam behaviour under dynamic loadings : Strain rate, density and microstructure effects. *International Journal of Impact Engineering*, 36(2):329–342. → pages 8, 12, 15, 26, 34, 37, 40, 42, 43, 76, 80, 211, 281, 282

Brunetti, A., Cesareo, R., Golosio, B., Luciano, P. et Ruggero, A. (2002). Cork quality estimation by using Compton tomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 196:161–168. → page 50

Buffiere, J. Y., Maire, E., Adrien, J., Masse, J. P. et Boller, E. (2010). In situ experiments with X ray tomography : An attractive tool for experimental mechanics. *In Proceedings of the Society for Experimental Mechanics, Inc.* → page 68

Butaud, P. (2015). *Contribution à l'utilisation des polymères à mémoire de forme pour les structures à amortissement contrôlé*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté. → page 174

Butaud, P., Ouisse, M., Jaboviste, K., Placet, V., Butaud, P., Ouisse, M., Jaboviste, K., Placet, V. et Dynamical, E. F. (2019). Dynamical Mechanical Thermal Analysis of Shape Memory Polymers. *Blends and Composites*, 115:129–151. → page 171

Calladine, C. R. et English, R. W. (1984). Strain-rate and inertia effects in the collapse of two types of energy-absorbing structure. *International Journal of Mechanical Sciences*, 26(11):689–701. → page 43

Carmignato, S., Pierobon, A., Rampazzo, P., Parisatto, M. et Savio, E. (2012). CT for Industrial Metrology – Accuracy and Structural Resolution of CT Dimensional Measurements. *Conference on Industrial Computed Tomography (ICT)*, pages 161–172. → page 75

Ceglia, G., Mahéo, L., Viot, P., Bernard, D., Chirazi, A., Ly, I., Mondain-Monval, O. et Schmitt, V. (2012). Formulation and mechanical properties of emulsion-based model polymer foams. *European Physical Journal E*, 35(4). → page 11

Ceglia, G., Merlin, A., Viot, P., Schmitt, V. et Mondain-Monval, O. (2014). Porous materials with tunable mechanical properties. *Journal of Porous Materials*, 21(6):903–912. → page 15

Chakravarty, U., Mahfuz, H., Saha, M. et Jeelani, S. (2003). Strain rate effects on sandwich core materials : An experimental and analytical investigation. *Acta Materialia*, 51(5):1469–1479. → pages 40, 41

Chauve, T., Montagnat, M., Lachaud, C., Georges, D. et Vacher, P. (2017). Strain heterogeneities at the ductile to brittle transition ; a case study on ice. *Solid Earth Discussions*, 8(5):1–18. → page 108

Chen, Y., Jia, Z. et Wang, L. (2016). Hierarchical honeycomb lattice metamaterials with improved thermal resistance and mechanical properties. *Composite Structures*, 152:395–402. → page 11

Chen, Y., Li, T., Jia, Z., Scarpa, F., Yao, C. W. et Wang, L. (2018). 3D printed hierarchical honeycombs with shape integrity under large compressive deformations. *Materials and Design*, 137:226–234. → page 217

Compton, B. G. et Lewis, J. A. (2014). 3D-printing of lightweight cellular composites. *Advanced Materials*, 26(34):5930–5935. → page 8

Crouvisier-Urion, K., Bellat, J. P., Gougeon, R. D. et Karbowiak, T. (2018). Mechanical properties of agglomerated cork stoppers for sparkling wines : Influence of adhesive and cork particle size. *Composite Structures*, 203:789–796. → pages 56, 58, 60

Crouvisier-Urion, K., Chanut, J., Lagorce, A., Winckler, P., Wang, Z., Verboven, P., Nicolai, B., Lherminier, J., Ferret, E., Gougeon, R. D., Bellat, J. P. et Karbowiak, T. (2019). Four hundred years of cork imaging : New advances in the characterization of the cork structure. *Scientific Reports*, 9(1):1–10. → pages 50, 76

Dae Han, C. et Kim, J. K. (1993). On the use of time-temperature superposition in multicomponent/multiphase polymer systems. *Polymer*, 34(12):2533–2539. → page 171

Daphalapurkar, N. P., Hanan, J. C., Phelps, N. B., Bale, H. et Lu, H. (2008). Tomography and simulation of microstructure evolution of a closed-cell polymer foam in compression. *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, 15(8):594–611. → pages 25, 27

Dealy, J. et Plazek, D. (2009). Time-temperature superposition-a users guide. *Rheology Bulletin*, 78(2). → page 170

Deng, R., Davies, P. et Bajaj, A. K. (2004). A case study on the use of fractional derivatives : The low-frequency viscoelastic uni-directional behavior of polyurethane foam. *Nonlinear Dynamics*, 38(1-4):247–265. → pages 30, 32

Deshpande, V. S. et Fleck, N. A. (2000). High strain rate compressive behaviour of aluminum alloy foams. *International Journal of Impact Engineering*, 24(3):277–298. → pages 41, 44, 283

Despois, J. F., Mueller, R. et Mortensen, A. (2006). Uniaxial deformation of microcellular metals. *Acta Materialia*, 54(16):4129–4142. → page 31

Devillard, J., Adrien, J., Roux, S., Meille, S. et Maire, E. (2020). Highlighting the role of heterogeneity on the indentation hardness of foamed gypsum. *Journal of the European Ceramic Society*, 40(11):3795–3805. → page 121

Di Landro, L., Sala, G. et Olivieri, D. (2002). Deformation mechanisms and energy absorption of polystyrene foams for protective helmets. *Polymer Testing*, 21(2):217–228. → page 11

Diani, J., Gilormini, P. et Arrieta, J. S. (2015). Direct experimental evidence of time-temperature superposition at finite strain for an amorphous polymer network. *Polymer*, 58:107–112. → pages 192, 204, 208

Dillard, T. (2004). *Caractérisation et simulation numérique du comportement mécanique des mousses de nickel : morphologie tridimensionnelle, réponse élastoplastique et rupture.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. → pages 10, 12, 13, 15, 29, 67, 281

Dillard, T., N'Guyen, F., Maire, E., Salvo, L., Forest, S., Bienvenu, Y., Bartout, J. D., Croset, M., Dendievel, R. et Cloetens, P. (2005). 3D quantitative image analysis of open-cell nickel foams under tension and compression loading using X-ray microtomography. *Philosophical Magazine*, 85(19):2147–2175. → pages 26, 121

Ding, Y., Wang, S., Zheng, Z., Yang, L. et Yu, J. (2016). Dynamic crushing of cellular materials : A unique dynamic stress–strain state curve. *Mechanics of Materials*, 100:219–231. → page 100

Dixon, P. G., Muth, J. T., Xiao, X., Skylar-Scott, M. A., Lewis, J. A. et Gibson, L. J. (2018). 3D printed structures for modeling the Young's modulus of bamboo parenchyma. *Acta Biomaterialia*, 68:90–98. → pages 67, 218

Donepudi, V. R., Cesareo, R., Brunetti, A., Zhong, Z., Yuasa, T., Akatsuka, T., Takeda, T. et Gigante, G. E. (2010). Cork embedded internal features and contrast mechanisms with DEI using 18, 20, 30, 36, and 40 kev synchrotron x-rays. *Research in Nondestructive Evaluation*, 21(3):171–183. → page 50

Dong, S. et Gauvin, R. (1993). Application of dynamic mechanical analysis for the study of the interfacial region in carbon fiber/epoxy composite materials. *Polymer Composites*, 14(5):414–420. → page 167

Duan, Y., Du, B., Shi, X., Hou, B. et Li, Y. (2019). Quasi-static and dynamic compressive properties and deformation mechanisms of 3D printed polymeric cellular structures with Kelvin cells. *International Journal of Impact Engineering*, 132(December 2018). → pages 26, 40, 217

Elliott, J. A., Windle, A. H., Hobdell, J. R., Eeckhaut, G., Oldman, R. J., Ludwig, W., Boller, E., Cloetens, P. et Baruchel, J. (2002). In-situ deformation of an open-cell flexible polyurethane foam characterised by 3D computed microtomography. *Journal of Materials Science*, 37(8):1547–1555. → pages 16, 25, 27, 29, 30, 67, 282

Emilia Rosa, M. et Fortes, M. A. (1988). Stress relaxation and creep of cork. *Journal of Materials Science*, 23(1):35–42. → page 54

Feldkamp, L. A., Davis, L. C. et Kress, J. W. (1984). Practical cone-beam algorithm. *Journal of the Optical Society of America A*, 1(6):612. → page 74

Fernandes, E. M., Correlo, V. M., Mano, J. F. et Reis, R. L. (2013). Natural fibres as reinforcement strategy on cork-polymer composites. *Materials Science Forum*, 730-732:373–378. → page 137

Fleck, N. A., Deshpande, V. S. et Ashby, M. F. (2010). Micro-architectured materials : Past, present and future. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 466(2121):2495–2516. → pages 3, 8, 11, 281

Flores-Johnson, E. A., Li, Q. M. et Mines, R. A. (2008). Degradation of elastic modulus of progressively crushable foams in uniaxial compression. *Journal of Cellular Plastics*, 44(5):415–434. → pages 30, 31, 32

Fortes, M., Emília Rosa, M. et Pereira, H. (1987). The Cellular Structure of Cork from Quercus Suber L. *IAWA Journal*, 8(3):213–218. → page 87

Fortes, M. A. et Rosa, M. E. (1992). Growth stresses and strains in cork. *Wood Science and Technology*, 26(4):241–258. → page 49

Fortes, M. A., Rosa, M. E. et Findlay, S. (1999). Properties of peripheric cells in cellular structures. *Philosophical Magazine A : Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties*, 79(8):1853–1869. → page 34

Fortes, M. A. et Teresa Nogueira, M. (1989). The poisson effect in cork. *Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing - MATER SCI ENG A-STRUCT MATER*, 122:227–232. → pages 99, 127, 128

Froustey, C., Lambert, M., Charles, J. et Lataillade, J. L. (2007). Design of an Impact Loading Machine Based on a Flywheel Device : Application to the Fatigue Resistance of the High Rate Pre-straining Sensitivity of Aluminium Alloys. *Experimental Mechanics*, 47:709–721. → page 159

Gameiro, C. P. et Cirne, J. (2007). Dynamic axial crushing of short to long circular aluminium tubes with agglomerate cork filler. *International Journal of Mechanical Sciences*, 49(9):1029–1037. → page 57

Gameiro, C. P., Cirne, J. et Gary, G. (2007). Experimental study of the quasi-static and dynamic behaviour of cork under compressive loading. *Journal of Materials Science*, 42(12):4316–4324. → page 57

Gebhart, T. M. J., Jehnichen, D., Koschichow, R., Müller, M., Göbel, M., Geske, V. et Stegelmann, M. (2019). Multi-scale modelling approach to homogenise the mechanical properties of polymeric closed-cell bead foams. *International Journal of Engineering Science*, 145:103168. → page 218

Gibson, L. J. (1981). *The elastic and plastic behaviour of cellular materials.* Thèse de doctorat, University of Cambridge. → page 52

Gibson, L. J. et Ashby, M. F. (1997). *Cellular Solids : Structure and Properties.* Cambridge University Press, Oxford, cambridge édition. → pages 1, 4, 10, 11, 13, 16, 19, 20, 21, 23, 24, 25, 26, 27, 29, 35, 38, 40, 41

Gibson, L. J., Easterling, K. E. et Ashby, M. F. (1981). The Structure and Mechanics of Cork. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 377(1769): 99–117. → pages 8, 48, 49, 51, 60, 67, 69, 76, 77, 78, 86, 87, 128, 231, 233, 234, 283, 295

Gil, L. (2009). Cork Composites : A Review. *Materials*, 2(3):776–789. → page 50

Gilchrist, A. et Mills, N. J. (2001). Impact deformation of rigid polymeric foams : Experiments and FEA modelling. *International Journal of Impact Engineering*, 25(8):767–786. → page 218

Graça, J. (2015). Suberin : the biopolyester at the frontier of plants. *Frontiers in Chemistry*, 3(October):1–11. → page 50

Graça, J. et Santos, S. (2007). Suberin : A biopolyester of plants' skin. *Macromolecular Bioscience*, 7(2):128–135. → page 50

Green, S. J., Schierloh, F. L., Perkins, R. D. et Babcock, S. G. (1969). High-velocity deformation properties of polyurethane foams. *Experimental Mechanics*, 9(3):103–109. → page 42

Halary, J.-L. et Lauprêtre, F. (2015). *Mécanique des matériaux polymères*. Humensis. → pages 46, 185

Harrigan, J. J., Reid, S. R. et Peng, C. (1999). Inertia effects in impact energy absorbing materials and structures. *International Journal of Impact Engineering*, 22:955–979. → page 42

Harrigan, J. J., Reid, S. R., Tan, P. J. et Reddy, T. Y. (2005). High rate crushing of wood along the grain. *International Journal of Mechanical Sciences*, 47(4-5 SPEC. ISS.):521–544. → page 44

Hild, F., Bouterf, A., Forquin, P. et Roux, S. (2017). On the use of digital image correlation for the analysis of the dynamic behavior of materials. *In The Micro-World Observed by Ultra High-Speed Cameras : We See What You Don't See*, chapitre 5, pages 185–206. → page 240

Hild, F. et Roux, S. (2012). Comparison of Local and Global Approaches to Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 52(9):1503–1519. → page 240

Hild Francois et Prensier, J.-l. (2004). Annexe : Algorithme de calcul de corrélation d ' images numériques. Rapport technique, ENS Cachan. → pages 107, 239

Hinckley, W. M. et Yang, J. C. S. (1975). Analysis of rigid polyurethane foam as a shock mitigator. *Experimental Mechanics*, 15(5):177–183. → page 41

Hooke, R. (1664). *Micrographia*. Royal Society, London. → page 48

Hossieny, N., Ameli, A. et Park, C. B. (2013). Characterization of expanded polypropylene bead foams with modified steam-chest molding. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 52(24):8236–8247. → page 34

Hou, C., Czubernat, K., Jin, S. Y., Altenhof, W., Maeva, E., Seviaryna, I., Bandyopadhyay-Ghosh, S., Sain, M. et Gu, R. (2014). Mechanical response of hard bio-based PU foams under cyclic quasi-static compressive loading conditions. *International Journal of Fatigue*, 59:76–89. → page 32

Huang, J. S. et Gibson, L. J. (1991). Creep of polymer foams. *Journal of Materials Science*, 26(3):637–647. → page 36

Islam, M. A., Brown, A. D., Hazell, P. J., Kader, M. A., Escobedo, J. P., Saadatfar, M., Xu, S., Ruan, D. et Turner, M. (2018). Mechanical response and dynamic deformation mechanisms of closed-cell aluminium alloy foams under dynamic loading. *International Journal of Impact Engineering*, 114(November 2017):111–122. → page 38

Jang, W. Y., Kraynik, A. M. et Kyriakides, S. (2008). On the microstructure of open-cell foams and its effect on elastic properties. *International Journal of Solids and Structures*, 45(7-8):1845–1875. → pages 16, 281

Jardin, R., Fernandes, F., Pereira, A. et Alves de Sousa, R. (2015). Static and Dynamic Mechanical Response of Different Cork Agglomerates. *Materials Design*, 68:121–126. → pages 7, 55, 56, 57, 110, 111, 127, 283

Jiang, H., Barbenchon, L. L., Bednarcyk, B. A., Scarpa, F. et Chen, Y. (2020). Bioinspired multilayered cellular composites with enhanced energy absorption and shape recovery. *Additive Manufacturing*, 36(April):101430. → page 217

Jing, L., Su, X., Yang, F., Ma, H. et Zhao, L. (2018). Compressive strain rate dependence and constitutive modeling of closed-cell aluminum foams with various relative densities. *Journal of Materials Science*, 53(20):14739–14757. → page 39

Joao Teixeira, M., Fernandes, A. C., Saramago, B., Rosa, M. E. et Bordado, J. C. (1996). Influence of the wetting properties of polymeric adhesives on the mechanical behaviour of cork agglomerates. *Journal of Adhesion Science and Technology.* → page 92

Jones, E.M.C. and Iadicola, M. E., éditeur (2018). *A Good Practices Guide for Digital Image Correlation.* International Digital Image Correlation Society. → page 236

Kaczynski, P., Ptak, M., Wilhelm, J., Fernandes, F. et de Sousa, R. A. (2018). High-energy impact testing of agglomerated cork at extremely low and high temperatures. *International Journal of Impact Engineering.* → pages 59, 60

Kader, M. A., Islam, M. A., Saadatfar, M., Hazell, P. J., Brown, A. D., Ahmed, S. et Escobedo, J. P. (2017). Macro and micro collapse mechanisms of closed-cell aluminium foams during quasi-static compression. *Materials and Design*, 118:11–21. → pages 26, 100

Kartal, M. E., Dugdale, L. H., Harrigan, J. J., Siddiq, M. A., Pokrajac, D. et Mulvihill, D. M. (2017). Three-dimensional in situ observations of compressive damage mechanisms in syntactic foam using X-ray microcomputed tomography. *Journal of Materials Science*, 52(17):10186–10197. → page 99

Kidd, T. H., Zhuang, S. et Ravichandran, G. (2012). In situ mechanical characterization during deformation of PVC polymeric foams using ultrasonics and digital image correlation. *Mechanics of Materials*, 55:82–88. → page 25

Klintworth, J. W. et Stronge, W. J. (1989). Plane punch indentation of ductile honeycomb. *International Journal of Mechanical Sciences*, 31(5):359–378. → page 43

Koissin, V. et Shipsha, A. (2006). Deformation of foam cores in uniaxial compression-tension cycle. *Journal of Sandwich Structures and Materials*, 8(5):395–406. → page 33

Koohbor, B., Mallon, S., Kidane, A. et Lu, W. Y. (2015). The deformation and failure response of closed-cell PMDI foams subjected to dynamic impact loading. *Polymer Testing*, 44:112–124. → page 38

Kraiem, O. (2016). *Comportement mécanique d'une mousse fragile . Application aux emballages de transportde matières dangereuses.* Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay. → page 8

Kucewicz, M., Baranowski, P., Stankiewicz, M., Konarzewski, M., Płatek, P. et Małachowski, J. (2019). Modelling and testing of 3D printed cellular structures under quasi-static and dynamic conditions. *Thin-Walled Structures*, 145(September). → page 217

Kuzkin, V. A. (2015). Structural model for the dynamic buckling of a column under constant rate compression. *Physics*, pages 1–8. → page 43

Lagorce-Tachon, A. (2015). *Propriétés mécaniques, structure interne et mécanismes de transfert de l'oxygène dans le liège.* Thèse de doctorat, Université de Bourgogne Franche-Comté. → page 171

Lagorce-Tachon, A., Karbowiak, T., Champion, D., Gougeon, R. D. et Bellat, J. P. (2015a). Mechanical properties of cork : Effect of hydration. *Materials and Design*, 82:148–154. → pages 48, 49, 53, 54, 77, 163, 165, 192, 226, 283, 288, 291

Lagorce-Tachon, A., Karbowiak, T., Champion, D., Gougeon, R. D. et Bellat, J.-P. P. (2016). How does hydration affect the mechanical properties of wine stoppers ? *Journal of Materials Science*, 51(9):4227–4237. → pages 58, 59, 283

Lagorce-Tachon, A., Karbowiak, T., Loupiac, C., Gaudry, A., Ott, F., Alba-Simionesco, C., Gougeon, R. D., Alcantara, V., Mannes, D., Kaestner, A., Lehmann, E. et Bellat, J.-P. P. (2015b). The cork viewed from the inside. *Journal of Food Engineering*, 149:214–221. → pages 50, 157, 193, 194, 290

Lagorce-Tachon, A., Mairesse, F., Karbowiak, T., Gougeon, R. D., Bellat, J.-P., Sliwa, T. et Simon, J.-M. (2017). Contribution of image processing for analyzing the cellular structure of cork. *Journal of Chemometrics*. → pages 50, 76

Landis, E. N. et Keane, D. T. (2010). X-ray microtomography. → pages 68, 283

Langrand, B., Casadei, F., Marcadon, V., Portemont, G. et Kruch, S. (2017). Experimental and finite element analysis of cellular materials under large compaction levels. *International Journal of Solids and Structures*, 128(December):99–116. → page 218

Lantuejoul, C. et Maisonneuve, F. (1984). Geodesic methods in quantitative image analysis. *Pattern Recognition*. → page 65

Leclerc, H., Périé, J. N., Hild, F. et Roux, S. (2012). Digital volume correlation : What are the limits to the spatial resolution ? *Mechanics and Industry*, 13(6):361–371. → page 239

Li, P., Guo, Y. B., Zhou, M. W. et Shim, V. P. (2019). Response of anisotropic polyurethane foam to compression at different loading angles and strain rates. *International Journal of Impact Engineering*, 127(December 2018):154–168. → page 38

Li, Q. M., Magkiriadis, I. et Harrigan, J. J. (2006). Compressive strain at the onset of densification of cellular solids. *Journal of Cellular Plastics*, 42(5):371–392. → pages 29, 101

Liu, J., He, S., Zhao, H., Li, G. et Wang, M. (2018). Experimental investigation on the dynamic behaviour of metal foam : From yield to densification. *International Journal of Impact Engineering*, 114(August 2017):69–77. → page 38

Maheo, L., Viot, P., Bernard, D., Chirazi, A., Ceglia, G., Schmitt, V. et Mondain-Monval, O. (2013). Elastic behavior of multi-scale, open-cell foams. *Composites Part B : Engineering*, 44(1):172–183. → pages 12, 13, 281

Maire, E. (2012). X-Ray Tomography Applied to the Characterization of Highly Porous Materials. *Annual Review of Materials Research*, 42(1):163–178. → pages 13, 14, 64, 67, 68, 74

Maire, É., Adrien, J. et Petit, C. (2014). Structural characterization of solid foams. *Comptes Rendus Physique*, 15(8-9):674–682. → page 14

Maire, E., Buffière, J. Y., Salvo, L., Blandin, J. J., Ludwig, W. et Létang, J. M. (2001). On the Application of X-ray Microtomography in the Field of Materials Science. *Advanced Engineering Materials*, 3(8):539. → page 68

Maire, E., Elmoutaouakkil, A., Fazekas, A. et Salvo, L. (2003). In situ X-ray tomography measurements of deformation in cellular solids. *MRS Bulletin*, 28(4):284–289. → pages 14, 68

Maire, E. et Withers, P. J. (2014). Quantitative X-ray tomography. *International Materials Reviews*, 59(1):1–43. → pages 17, 68

Maiti, S. K., Gibson, L. J. et Ashby, M. F. (1984). Deformation and energy absorption diagrams for cellular solids. *Acta Metallurgica*, 32(11):1963–1975. → pages 28, 29, 41, 282

Majumdar, S., Newitt, D., Mathur, A., Osman, D., Gies, A., Chiu, E., Lotz, J., Kinney, J. et Genant, H. (1996). Magnetic resonance imaging of trabecular bone structure in the distal radius : Relationship with X-ray tomographic microscopy and biomechanics. *Osteoporosis International*, 6(5):376–385. → page 75

Mane, J. V., Chandra, S., Sharma, S., Ali, H., Chavan, V. M., Manjunath, B. S. et Patel, R. J. (2017). Mechanical Property Evaluation of Polyurethane Foam under Quasi-static and Dynamic Strain Rates- An Experimental Study. *Procedia Engineering*, 173:726–731. → page 40

Mangipudi, K. R., Van Buuren, S. W. et Onck, P. R. (2010). The microstructural origin of strain hardening in two-dimensional open-cell metal foams. *International Journal of Solids and Structures*, 47(16):2081–2096. → page 28

Mano, J. F. (2002). The viscoelastic properties of cork. *Journal of Materials Science*, 37(2):257–263. → pages 54, 102, 154, 165

Mano, J. F. (2007). Creep-recovery behaviour of cork. *Materials Letters*, 61(11-12):2473–2477. → page 52

Marcadon, V. (2019). *Comportement mécanique des architectures cellulaires -Du matériau à la structure-*. Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay. → pages 15, 28, 193

Marcadon, V., Davoine, C., Passilly, B., Boivin, D., Popoff, F., Rafray, A. et Kruch, S. (2012). Mechanical behaviour of hollow-tube stackings : Experimental characterization and modelling of the role of their constitutive material behaviour. *Acta Materialia*, 60(15):5626–5644. → pages 12, 13, 281

Marques, A. V., Rencoret, J., Gutiérrez, A., Del Río, J. C. et Pereira, H. (2016). Ferulates and lignin structural composition in cork. *Holzforschung*, 70(4):275–289. → page 50

Marvi-Mashhadi, M., Lopes, C. S. et LLorca, J. (2018). Effect of anisotropy on the mechanical properties of polyurethane foams : An experimental and numerical study. *Mechanics of Materials*, 124(April):143–154. → page 16

Marvi-Mashhadi, M., Lopes, C. S. et LLorca, J. (2020). High fidelity simulation of the mechanical behavior of closed-cell polyurethane foams. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 135:103814. → pages 24, 27, 28, 32, 218, 282

McCullough, K. Y., Fleck, N. A. et Ashby, M. F. (1999). Uniaxial stress-strain behaviour of aluminum alloy foams. *Acta Materialia*, 47(8):2323–2330. → pages 30, 31

Menager, C., Guigo, N., Wu, X., Vincent, L. et Sbirrazzuoli, N. (2019). 'Green' composites prepared from polyfurfuryl alcohol and cork residues : Thermal and mechanical properties. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 124(February):105473. → pages 7, 55, 56, 58, 165, 166

Menard, K. (2008). *Dynamic Mechanical Anaylsis*. CRC Press, Boca Raton, USA. → page 192

Mills, N. (2007a). Bead foam microstructure and processing. *In Polymer Foams Handbook*, chapitre 4, pages 69–83. Ltd, Butterworth-Heinemann. → page 11

Mills, N. (2007b). Introduction to polymer foam microstructure. *In Polymer Foams Handbook*, chapitre 1, pages 1–18. Ltd, Butterworth-Heinemann. → pages 1, 8, 11, 16

Mills, N. J. (2007c). Micromechanics of closed-cell foams. *In Polymer Foams Handbook*, chapitre 11, pages 252–279. Ltd, Butterworth-Heinemann. → pages 8, 25, 26, 30, 32

Mills, N. J. (2007d). Micromechanics of open-cell foams. *In Polymer Foams Handbook*, chapitre 7, pages 148–175. Ltd, Butterworth-Heinemann. → page 8

Mills, N. J. (2011). Modeling the dynamic crushing of closed-cell polyethylene and polystyrene foams. *Journal of Cellular Plastics*, 47(2):173–197. → page 38

Mills, N. J. et Gilchrist, A. (2007). Properties of bonded-polypropylene-bead foams : Data and modelling. *Journal of Materials Science*, 42(9):3177–3189. → pages 11, 17, 34, 80, 84

Mills, N. J., Gilchrist, A., Rodriguez-Perez, M., Zhu, H., Ankrah, S., Verdejo, R., Masso-Moreu, Y., Lyn, I. et Mills, C. F. N. (2007). *Polymer Foams Handbook : Engineering and Biomechanics Applications and Design Guide*. Butterworth-Heinemann. → pages 8, 20

Mills, N. J. et Kang, P. (1994). The Effect of Water Immersion on the Mechanical Properties of Polystyrene Bead Foam Used in Soft Shell Cycle Helmets. *Journal of Cellular Plastics*, 30(3):196–222. → pages 35, 36, 130, 282

Mir, A., Bezzazi, B., Zitoune, R. et Collombet, F. (2012). Study of mechanical and hygrothermal properties of agglomerated cork. *Mechanika*, 18(1):40–45. → page 55

Moore, T. L. A. et Gibson, L. J. (2001). Modeling Modulus Reduction in Bovine Trabecular Bone Damaged in Compression. *Journal of Biomechanical Engineering*. → page 31

Moore, T. L. A. et Gibson, L. J. (2002). Microdamage Accumulation in Bovine Trabecular Bone in Uniaxial Compression. *Journal of Biomechanical Engineering*. → page 31

Moosa, A. S. et Mills, N. J. (1998). Analysis of Bend Tests on Polystyrene Bead Foams. *Polymer Testing*, 17(5):357–378. → page 36

Moreira, R. A. S., De Melo, F. J. Q. et Dias Rodrigues, J. F. (2010). Static and dynamic characterization of composition cork for sandwich beam cores. *Journal of Materials Science*, 45(12):3350–3366. → page 60

Moreland, J. C., Wilkes, G. L. et Turner, R. B. (1994). Viscoelastic behavior of flexible slabstock polyurethane foams : Dependence on temperature and relative humidity. I. Tensile and compression stress (load) relaxation. *Journal of Applied Polymer Science*, 52(4):549–568. → page 38

Motte, J. C., Delenne, J. Y., Barron, C., Dubreucq, É. et Mayer-Laigle, C. (2017). Elastic properties of packing of granulated cork : Effect of particle size. *Industrial Crops and Products*, 99:126–134. → page 56

Müller, R., Van Campenhout, H., Van Damme, B., Van Der Perre, G., Dequeker, J., Hildebrand, T. et Rüegsegger, P. (1998). Morphometric analysis of human bone biopsies : A quantitative structural comparison of histological sections and micro-computed tomography. *Bone*, 23(1):59–66. → page 67

Nagy, A., Ko, W. L. et Lindholm, U. S. (1974). Mechanical Behavior of Foamed Materials Under Dynamic Compression. *Journal of Cellular Plastics*, 10(3):127–134. → pages 11, 38

Neill, O. (2015). Polyfurfuryl alcohol thermosets resins in fire resistant composite applications. *In 20th International Conference on Composite Materials*, pages 19–24, Copenhagen. → page 7

Oliveira, V., Rosa, M. E. et Pereira, H. (2014). Variability of the compression properties of cork. *Wood Science and Technology*, 48(5):937–948. → pages 50, 217

Olurin, O. B., Arnold, M., Körner, C. et Singer, R. F. (2002). The investigation of morphometric parameters of aluminium foams using micro-computed tomography. *Materials Science and Engineering A*, 328(1):334–343. → page 75

Ouellet, S., Cronin, D. et Worswick, M. (2006). Compressive response of polymeric foams under quasi-static, medium and high strain rate conditions. *Polymer Testing*, 25(6):731–743. → page 29

Paiva, D. et Magalhães, F. D. (2018). Dynamic mechanical analysis and creep-recovery behavior of agglomerated cork. *European Journal of Wood and Wood Products*, 76(1):133–141. → page 58

Pal, S., Maiti, S. et Subhash, G. (2010). Effect of microscopic deformation mechanisms on the dynamic response of soft cellular materials. *Mechanics of Materials*, 42:118–133. → page 46

Pan, B., Wang, B., Lubineau, G. et Moussawi, A. (2015). Comparison of Subset-Based Local and Finite Element-Based Global Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 55(5):887–901. → page 240

Pereira, H. (1981). Studies on the chemical composition of virgin and reproduction cork of Quercus suber L . *Anais do Instituto Superior de Agronomia*, 25:1–8. → page 50

Pereira, H. (1988). Chemical composition and variability of cork from Quercus suber L. *Wood Science and Technology*, 22(3):211–218. → page 50

Pereira, H. (1992). The thermochemical degradation of cork. *Wood Science and Technology*, 26(4):259–269. → page 54

Pereira, H. (2007). *Cork : Biology, Production and Uses*. Elsevier B.V., Oxford. → page 78

Pereira, H. (2013). Variability of the chemical composition of cork. *BioResources*, 8(2):2246–2256. → pages 50, 166, 217

Pereira, H. (2015a). The rationale behind cork properties : A review of structure and chemistry. *BioResources*, 10(3):1–23. → pages 50, 51, 52

Pereira, H. (2015b). The rationale behind cork properties : A review of structure and chemistry. *BioResources*, 10(3):1–23. → page 52

Pereira, H. et Ferreira, E. (1989). Scanning electron microscopy observations of insulation cork agglomerates. *Materials Science and Engineering A*, 111(C):217–225. → pages 49, 55, 56, 217, 283

Pérez-Tamarit, S., Solórzano, E., Hilger, A., Manke, I. et Rodríguez-Pérez, M. A. (2018). Multiscale tomographic analysis of polymeric foams : A detailed study of the cellular structure. *European Polymer Journal*, 109(July):169–178. → pages 76, 78

Petit, C., Meille, S. et Maire, E. (2013). Cellular solids studied by x-ray tomography and finite element modeling - A review. → pages 67, 218

Pintor, A. M., Ferreira, C. I., Pereira, J. C., Correia, P., Silva, S. P., Vilar, V. J., Botelho, C. M. et Boaventura, R. A. (2012). Use of cork powder and granules for the adsorption of pollutants : A review. *Water Research*, 46(10):3152–3166. → pages 50, 217, 295

Placet, V. et Foltête, E. (2010). Is dynamic mechanical analysis (DMA) a non-resonance technique ? *In EPJ Web of Conferences*, volume 6. → page 156

Pratt, W. K. (1994). *Digital Image Processing*, volume 19. Springer. → page 71

Prime, R. B. (2005). Dynamic mechanical analysis of thermosetting materials. *Thermal analysis. Fundamentals and applications to material characterization*, (c):206–224. → page 169

Ptak, M., Kaczynski, P., Fernandes, F. A. et de Sousa, R. J. (2017). Assessing impact velocity and temperature effects on crashworthiness properties of cork material. *International Journal of Impact Engineering*, 106:238–248. → pages 58, 59

Ptak, M., Kaczyński, P., Wilhelm, J., Margarido, J. M., Marques, P. A., Pinto, S. C., de Sousa, R. J. et Fernandes, F. A. (2019). Graphene-enriched agglomerated cork material and its behaviour under quasi-static and dynamic loading. *Materials*, 12(1). → pages 110, 111

Quey, R., Villani, A., Maurice, C., Quey, R., Villani, A. et Maurice, C. (2018). Nearly uniform sampling of crystal orientations. *Ltd, Butterworth-Heinemann*, 51(4). → page 95

Ramsteiner, F., Fell, N. et Forster, S. (2001). Testing the deformation behaviour of polymer foams. *Polymer Testing*, 20(6):661–670. → page 195

Raphael, I. (2019). *Cyclic-creep of reinforced Polyamide 6,6 under fatigue loading.* Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech. → page 14

Raps, D., Hossieny, N., Park, C. B. et Altstädt, V. (2015). Past and present developments in polymer bead foams and bead foaming technology. *Polymer*, 56:5–19. → page 11

Reid, S. R. et Peng, C. (1997). Dynamic uniaxial crushing of wood. *International Journal of Impact Engineering*, 19(5-6):531–570. → page 44

Ridha, M. et Shim, V. P. (2008). Microstructure and tensile mechanical properties of anisotropic rigid polyurethane foam. *Experimental Mechanics*, 48(6):763–776. → page 36

Rinde, J. A. et Hoge, K. G. (1971). Time and Temperature Dependence of the Mechanical Properties of Polystyrene Bead Foam. *Journal of Applied Polymers Science*, 15:1317–1395. → pages 24, 42, 46

Rodríguez-Pérez, M. A., Velasco, J. I., Arencón, D., Almanza, O. et De Saja, J. A. (2000). Mechanical characterization of closed-cell polyolefin foams. *Journal of Applied Polymer Science*, 75(1):156–166. → page 163

Rolland, H., Saintier, N. et Robert, G. (2016). Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during in situ microtomography tensile tests. *Composites Part B : Engineering.* → page 142

Rosa, M. E. et Fortes, M. (1988a). Temperature induced alterations of the structure and mechanical properties of cork. *Mater. Sci. Eng. A 111*, 100:217–225. → pages 54, 60, 283

Rosa, M. E. et Fortes, M. A. (1988b). Rate effects on the compression and recovery of dimensions of cork. *Journal of Materials Science*, 23(3):879–885. → pages 54, 55, 283

Rosa, M. E. et Fortes, M. A. (1991). Deformation and fracture of cork in tension. *Journal of Materials Science*, 26(2):341–348. → pages 52, 53, 134, 283, 287

Rossacci, J. et Shivkumar, S. (2003). Bead fusion in polystyrene foams. *Journal of Materials Science*, 38(2):201–206. → pages 11, 17, 281

Rouleau, L. (2014). *Modélisation vibro-acoustique de structures sandwich munies de matériaux visco-élastiques.* Thèse de doctorat, Conservatoire national des arts et métiers. → page 174

Roux, S., Hild, F., Viot, P. et Bernard, D. (2008). Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(8):1253–1265. → pages 33, 217

Rusch, K. C. (1969). Load-Compression Behavior of Flexible Foams. *Journal of Applied Polymer Science*, 13:2297–2311. → page 27

Sadot, O., Ram, O., Anteby, I., Gruntman, S. et Ben-Dor, G. (2016). The trapped gas effect on the dynamic compressive strength of light aluminum foams. *Materials Science and Engineering A*, 659:278–286. → page 206

Saha, M. C., Mahfuz, H., Chakravarty, U. K., Uddin, M., Kabir, M. E. et Jeelani, S. (2005). Effect of density, microstructure, and strain rate on compression behavior of polymeric foams. *Materials Science and Engineering A*, 406(1-2):328–336. → pages 40, 57

Salvo, L., Cloetens, P., Maire, E., Zabler, S., Blandin, J. J., Buffière, J. Y., Ludwig, W., Boller, E., Bellet, D. et Josserond, C. (2003). X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 200:273–286. → pages 68, 74

Sanborn, B. et Song, B. (2019). Poisson's ratio of a hyperelastic foam under quasi-static and dynamic loading. *International Journal of Impact Engineering*, 123:48–55. → page 99

Sanchez-Saez, S., Barbero, E., Garcia-Castillo, S. K., Ivañez, I. et Cirne, J. (2015a). Experimental response of agglomerated cork under multi-impact loads. *Materials Letters*, 160:327–330. → pages 57, 83

Sanchez-Saez, S., García-Castillo, S. K., Barbero, E. et Cirne, J. (2015b). Dynamic crushing behaviour of agglomerated cork. *Materials Design*, 65:743–748. → page 57

Santos, P. T., Pinto, S., Marques, P. A., Pereira, A. B. et Alves de Sousa, R. J. (2017). Agglomerated cork : A way to tailor its mechanical properties. *Composite Structures*, 178:277–287. → pages 56, 57, 60, 84, 98, 110, 111

Sarasini, F., Tirillò, J., Lampani, L., Sasso, M., Mancini, E., Burgstaller, C. et Calzolari, A. (2019a). Static and dynamic characterization of agglomerated cork and related sandwich structures. *Composite Structures*. → page 110

Sarasini, F., Tirillò, J., Lampani, L., Sasso, M., Mancini, E., Burgstaller, C. et Calzolari, A. (2019b). Static and dynamic characterization of agglomerated cork and related sandwich structures. *Composite Structures*. → pages 110, 111

Sasso, M., Mancini, E., Chiappini, G., Sarasini, F. et Tirillò, J. (2018). Application of DIC to Static and Dynamic Testing of Agglomerated Cork Material. → page 57

Serra, J. (2008). Advances in mathematical morphology : Segmentation. → pages 66, 72

Shen, C. J., Lu, G. et Yu, T. X. (2014). Investigation into the behavior of a graded cellular rod under impact. *International Journal of Impact Engineering*, 74:92–106. → page 218

Shen, J., Lu, G. et Ruan, D. (2010). Compressive behaviour of closed-cell aluminium foams at high strain rates. *Composites Part B : Engineering*, 41(8):678–685. → pages 38, 39, 43, 282

Shen, Y., Golnaraghi, F. et Plumtree, A. (2001). Modelling compressive cyclic stress-strain behaviour of structural foam. *International Journal of Fatigue*, 23(6):491–497. → page 30

Shim, V. P., Yap, K. Y. et Stronge, W. J. (1992). Effects of nonhomogeneity, cell damage and strain-rate on impact crushing of a strain-softening cellular chain. *International Journal of Impact Engineering*, 12(4):585–602. → page 34

Silva, J. M., Gamboa, P. V., Nunes, C., Paulo, L. et Franco, N. (2011). Cork : Is it a good material for aerospace structures ? *In AIAA - Structural Dynamics and Materials Conference*, numéro April, pages 1–11. → pages 57, 98

Silva, J. M., Sabatini, R. et Gardi, A. (2014). Opportunities Offered by Naturally Occurring Materials in Lightweight Aerostructures Design. *In Engineers Australie Convention*, numéro November, pages 1–9. → page 57

Silva, M. J. et Gibson, L. J. (1997). The effect of non-periodic microstructure and defects on the compressive strength of two-dimensionnal cellular solids. *Int. J. Mech. Sci*, 39(5). → pages 118, 119

Silva, S. P., Sabino, M. A., Fernandes, E. M., Correlo, V. M., Boesel, L. F. et Reis, R. L. (2005). Cork : properties, capabilities and applications. *International Materials Reviews*, 50(6):345–365. → page 50

Skochdopole, R. E. et Rubens, L. C. (1965). Physical Property Modifications of Low-Density Polyethylene Foams. *Journal of Cellular Plastics*, 1(1):91–96. → page 24

Song, B., Chen, W. et Lu, W. Y. (2007). Compressive mechanical response of a low-density epoxy foam at various strain rates. *Journal of Materials Science*, 42(17):7502–7507. → page 39

Song, B., Chen, W. W., Dou, S., Winfree, N. A. et Kang, J. H. (2005). Strain-rate effects on elastic and early cell-collapse responses of a polystyrene foam. *International Journal of Impact Engineering*, 31:509–521. → pages 39, 189

Song, B., Lu, W. Y., Syn, C. J. et Chen, W. (2009). The effects of strain rate, density, and temperature on the mechanical properties of polymethylene diisocyanate (PMDI)-based rigid polyurethane foams during compression. *Journal of Materials Science*, 44(2):351–357. → page 176

Song, J., Wang, Y., Zhou, W., Fan, R., Yu, B., Lu, Y. et Li, L. (2019). Topology optimization-guided lattice composites and their mechanical characterizations. *Composites Part B : Engineering*, 160(November 2018):402–411. → page 91

Stronge, W. J. et Shim, V. P. (1987). Dynamic crushing of a ductile cellular array. *International Journal of Mechanical Sciences*, 29(6):381–406. → page 41

Stronge, W. J. et Shim, V. P. (1988). Microdyamics of crushing in cellular solids. *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*, 110(2):185–190. → page 43

Stupak, P. R., Frye, W. O. et Donovan, J. A. (1991). The Effect of Bead Fusion on the Energy Absorption of Polystyrene Foam. Part II : Energy Absorption P. *Journal of Cellular Plastics*, 27(5):484–505. → page 36

Subhash, G., Liu, Q. et Gao, X. L. (2006). Quasistatic and high strain rate uniaxial compressive response of polymeric structural foams. *International Journal of Impact Engineering*, 32(7):1113–1126. → page 40

Sun, Y., Amirrasouli, B., Razavi, S. B., Li, Q. M., Lowe, T. et Withers, P. J. (2016a). The variation in elastic modulus throughout the compression of foam materials. *Acta Materialia*. → pages 24, 31, 32, 282

Sun, Y., Li, Q. et Withers, P. (2015). Strain-rate sensitivity of foam materials : A numerical study using 3D image-based finite element model. *EPJ Web of Conferences*. → pages 45, 218

Sun, Y. et Li, Q. M. (2015). Effect of entrapped gas on the dynamic compressive behaviour of cellular solids. *International Journal of Solids and Structures*, 63:50–67. → pages 27, 204

Sun, Y. et Li, Q. M. (2018). Dynamic compressive behaviour of cellular materials : A review of phenomenon, mechanism and modelling. *International Journal of Impact Engineering*, 112(February 2017):74–115. → pages 11, 38, 39, 41, 157, 195

Sun, Y., Li, Q. M., Lowe, T., McDonald, S. A. et Withers, P. J. (2016b). Investigation of strain-rate effect on the compressive behaviour of closed-cell aluminium foam by 3D image-based modelling. *Materials and Design*, 89:215–224. → page 44

Sun, Y., Zhang, X., Shao, Z. et Li, Q. M. (2017). Image-based correlation between the meso-scale structure and deformation of closed-cell foam. *Materials Science and Engineering A*, 688:27–39. → page 67

Tagarielli, V. L., Deshpande, V. S. et Fleck, N. A. (2008). The high strain rate response of PVC foams and end-grain balsa wood. *Composites Part B : Engineering*, 39:83–91. → pages 39, 41, 44, 189, 199

Tam, L. L. et Calladine, C. R. (1991). Inertia and strain-rate effects in a simple plate-structure under impact loading. *International Journal of Impact Engineering*, 11(3):349–377. → page 44

Tan, P. J., Harrigan, J. J. et Reid, S. R. (2002). Inertia effects in uniaxial dynamic compression of a closed cell aluminium alloy foam. *Materials Science and Technology*, 18(5):480–488. → page 42

Tang, C., Shi, B., Gao, W., Chen, F. et Cai, Y. (2007). Strength and mechanical behavior of short polypropylene fiber reinforced and cement stabilized clayey soil. *Geotextiles and Geomembranes*, 25(3):194–202. → page 143

Teixeira, R. T. et Pereira, H. (2009). Ultrastructural observations reveal the presence of channels between cork cells. *Microscopy and microanalysis : the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada*, 15(6):539–544. → pages 48, 50

Teixeira, R. T. et Pereira, H. (2010). Suberized cell walls of cork from cork oak differ from other species. *Microscopy and Microanalysis*, 16(5):569–575. → page 50

Thiel, E. et Montanvert, A. (1992). Chamfer masks : Discrete distance functions, geometrical properties and optimization. *Proceedings - International Conference on Pattern Recognition*, 3:244–247. → page 72

Thomas, T., Mahfuz, H., Carlsson, L. A., Kanny, K. et Jeelani, S. (2002). Dynamic compression of cellular cores : Temperature and strain rate effects. *Composite Structures*, 58(4):505–512. → pages 41, 176

Throne, J. L., Progelhof, R. C. et Kumar, S. (1985). Closed-cell foam behavior under dynamic loading-III. Impact loading of high-density foams. *Journal of Cellular Plastics*, 21(2):123–140. → page 41

Traeger, R. K. (1967). Physical Properties of Rigid Polyurethane Foams. *Journal of Cellular Plastics*, 3(9):405–418. → page 38

Van Gurp, M. et Palmen, J. (1998). Time-temperature superposition for polymeric blends. *J Rheol Bull*, 65(January 1998):5–8. → page 171

Verdejo, R. et Mills, N. (2002). Performance of EVA foam in running shoes. *The engineering of sport*, pages 1–7. → page 8

Vesenjak, M., Veyhl, C. et Fiedler, T. (2012). Analysis of anisotropy and strain rate sensitivity of open-cell metal foam. *Materials Science and Engineering A*, 541:105–109. → pages 45, 199, 283

Viot, P. (2009). Hydrostatic compression on polypropylene foam. *International Journal of Impact Engineering*, 36(7):975–989. → page 159

Viot, P. (2010). Comportement des matériaux cellulaires sous sollicitations dynamiques. Partie 1 : approche macroscopique. *Mécanique Industries*, 11(1):1–23. → pages 12, 46

Viot, P., Beani, F. et Lataillade, J. L. (2005). Polymeric foam behavior under dynamic compressive loading. *Journal of Materials Science*, 40(22):5829–5837. → pages 17, 26, 38

Viot, P. et Bernard, D. (2007). Multi-scale foam behaviour characterisation. *Computational Methods and Experiments in Materials Characterisation III*, I:197–206. → pages 33, 67

Viot, P., Bernard, D. et Plougonven, E. (2007). Polymeric foam deformation under dynamic loading by the use of the microtomographic technique. *Journal of Materials Science*, 42(17):7202–7213. → pages 14, 33, 37

Viot, P., Bouix, R., Iordanoff, I. et Lataillade, J. L. (2010). Deformation localisation modelling of polymer foam microstructure under compression : A new approach by discrete element modelling. *Composite Structures*, 92(2):585–592. → page 219

Viot, P., Plougonven, E. et Bernard, D. (2008). Microtomography on polypropylene foam under dynamic loading : 3D analysis of bead morphology evolution. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(8):1266–1281. → pages 17, 18, 20, 33, 34, 80, 281, 282

Viot, P. et Vacher, P. (2004). Identification of foam behavior under dynamic loading by the use of particle imaging techniques. *In 15th Dymat Technical Meeting*, pages 95–100, Metz. → page 37

Widdle, R. D., Bajaj, A. K. et Davies, P. (2008). Measurement of the Poisson's ratio of flexible polyurethane foam and its influence on a uniaxial compression model. *International Journal of Engineering Science*, 46(1):31–49. → page 99

Williams, M. L., Landel, R. F. et Ferry, J. D. (1955). The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids. *Journal of the American Chemical Society*, 77(14):3701–3707. → pages 46, 169, 170

Wittel, F. K., Dill-Langer, G. et Kröplin, B. H. (2005). Modeling of damage evolution in softwood perpendicular to grain by means of a discrete element approach. *Computational Materials Science*, 32(3-4):594–603. → page 219

Xu, S., Beynon, J. H., Ruan, D. et Yu, T. X. (2012). Strength enhancement of aluminium honeycombs caused by entrapped air under dynamic out-of-plane compression. *International Journal of Impact Engineering*, 47:1–13. → pages 42, 206

Xu, S., Ruan, D. et Lu, G. (2014a). Strength enhancement of aluminium foams and honeycombs by entrapped air under dynamic loadings. *International Journal of Impact Engineering*, 74:120–125. → page 42

Xu, S., Ruan, D. et Lu, G. (2014b). Strength enhancement of aluminium foams and honeycombs by entrapped air under dynamic loadings. *International Journal of Impact Engineering*, 74:120–125. → page 45

Youssef, S., Maire, E. et Gaertner, R. (2005). Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by X-ray tomography. *Acta Materialia*. → page 218

Yuan, S., Chua, C. K. et Zhou, K. (2019). 3D-Printed Mechanical Metamaterials with High Energy Absorption. *Advanced Materials Technologies*, 4(3):1–9. → page 217

Zhao, H. (2004). Cellular Materials Under Impact Loading. Rapport technique. → page 100

Zhao, H. et Gary, G. (1998). Crushing behaviour of aluminium honeycombs under impact loading. *International Journal of Impact Engineering*, 21(10):827–836. → page 44

Liste des figures

1 Remplissage progressif de l'espace des propriétés des matériaux au fil du temps pour répondre aux exigences de résistance et de densité, adapté de [Fleck *et al.*, 2010]. 3

2 Exemples d'application de matériaux cellulaires. 4

3 Entrée d'air sur les auxiliaires de puissance. (source : Safran PU) 5

4 Procédé de fabrication du liège aggloméré en place chez Lièges HPK 6

1.1 Micrographies de différents matériaux cellulaires. 10

1.2 Micrographie réalisée au MEB par Rossacci et Shivkumar [2003] de grains de mousse polystyrène agglomérés entre eux. 11

1.3 Clichés MEB d'une mousse multi-échelles de polypropylène expansé à cellules fermées à l'échelle macro et méso [Bouix *et al.*, 2006], à l'échelle micro [Bouix *et al.*, 2009] et à l'échelle nano [Bouix, 2008]. 12

1.4 Description de l'hétérogénéité du matériau constitutif des parois pour différents matériaux cellulaires. (a) Mousse de polystyrène à cellules ouvertes observée avec un MET [Maheo *et al.*, 2013]. (b) Mousse de nickel observée avec un MEB [Dillard, 2004]. (c) Empilement de tubes métalliques obtenus par différents procédés de fabrication observé par EBSD [Marcadon *et al.*, 2012]. 13

1.5 Exemples de différents types de matériaux cellulaires. (a) Nid d'abeille d'aluminium. (b) CAO d'une structure lattice gyroïde. (c) Mousse de polyuréthane. (d) Liège. 14

1.6 Clichés réalisés au MEB d'une mousse de nickel à cellules ouvertes et d'une mousse de PPE à cellules fermées. 15

1.7 Étude par Jang *et al.* [2008] de la distribution de la longueur d'arêtes d'une mousse polyester urethane à cellules ouvertes. (a) Reconstruction 3D de la mousse de densité relative 0.02 à partir d'observations par tomographie à rayons X. Distribution de la longueur normalisée des arêtes 16

1.8 Observation à l'échelle mésoscopique d'une mousse de PPE multi-échelles par Viot *et al.* [2008]. (a) Microstructure de la mousse, interface entre deux grains. (b) Coupe axiale issue d'observations par tomographie à rayons X. (c) Coupe axiale après post-traitement par opérations arithémtiques et morphologiques, les grains (visibles en blanc) ont été isolés. (d) Reconstruction des surfaces délimitant les grains, échelle de couleurs correspondant à la densité relative des grains. 18

1.9 Les différentes échelles des matériaux cellulaires et les différents paramètres auxquelles elles sont reliées dans le cas d'un matériau cellulaire multi-échelles composé de grains à l'échelle méso. 20

1.10 Exemple d'une réponse courbe contrainte/déformation d'un matériau cellulaire sous compression uni-axiale. Les paramètres matériaux classiquement étudiés sont indiqués. 22
1.11 Comparaison des niveaux de contrainte nominale entre un matériau solide et une mousse à même niveau d'énergie absorbée. 23
1.12 Mécanismes de déformation principaux à l'échelle microscopique dans les matériaux cellulaires. 24
1.13 Courbes contrainte/déformation de différents types de mousse identifiés par Gibson et Ashby [1997] : élastomérique, élasto-plastique et fragile. 25
1.14 Modes de déformation des cellules fermées, schéma adapté de [Gibson et Ashby, 1997]. (a) Flambement élastique (b) Flambement plastique. (c) Rupture fragile. 26
1.15 Comparaison entre des résultats expérimentaux, une simulation numérique d'un jumeau numérique et une modélisation analytique du comportement mécanique en compression en régime quasi-statique d'une mousse de PU (adaptés de [Marvi-Mashhadi *et al.*, 2020]). 28
1.16 Déformation à densification fonction de la densité relative de matériaux cellulaires testés par Maiti *et al.* [1984]. 29
1.17 Courbe contrainte/déformation d'une mousse de PU et reconstructions volumiques réalisées à partir de données tomographiques à différents taux de déformation (reporté sur la courbe expérimentale). Issus des travaux de Elliott *et al.* [2002]. . 30
1.18 Courbes expérimentales types de contrainte-déformation pour (a) la mousse métallique (aluminium), (b) la mousse de polymère, (c) la mousse de ciment renforcée de fibres ; et (d) une comparaison des courbes de contrainte-déformation (à l'exclusion des parties de déchargement) de différents types de mousses à cellules fermées. Les encadrés montrent les réponses élevées aux contraintes de compression. Schéma adapté de [Sun *et al.*, 2016a]. 31
1.19 Courbe contrainte/déformation expérimentale et simulée du comportement en compression cyclique d'une mousse isotrope (a), d'une mousse anisotrope testée dans la direction d'élongation des cellules (b), d'une mousse anisotrope testée dans la direction perpendiculaire à la direction d'élongation des cellules (c). Schéma adapté de [Marvi-Mashhadi *et al.*, 2020]. 32
1.20 (a) Reconstruction de la morphologie de grains d'une éprouvette de PPE. Avant compression (gauche) et après deux impacts consécutifs (droite). Chaque grain est identifié par une couleur. (b) Évolution de la déformation volumique résiduelle en fonction de la densité des grains après impact [Viot *et al.*, 2008]. 34
1.21 (a) Schéma de la propagation d'une fissure à travers une mousse fragile [Gibson et Ashby, 1997].(b) Cliché d'une fissure qui s'est propagée dans une mousse de agglomérée de PS et schéma illustrant les différents modes de propagation d'une fissure à travers les grains d'une mousse EPS multi-échelles Mills et Kang [1994]. 35
1.22 Courbes de contrainte/déformation à différentes vitesse de déformation macroscopiques. (a) Mousse d'aluminium [Shen *et al.*, 2010]. (b) Mousse de polypropylène expensée [Bouix, 2008] 38
1.23 Régime de sollicitation en fonction de la vitesse de déformation et facteurs influençant le comportement mécanique. 39
1.24 Échappement de gaz pendant une sollicitation en compression dans l'eau d'une mousse de polypropylène expensé en régime quasi-statique (0,01 s^{-1}) et en régime dynamique intermédiaire (200 s^{-1}) [Bouix *et al.*, 2009]. 43

1.25 Différents types de structures dépendant de la vitesse de déformation [Deshpande et Fleck, 2000]. 44
1.26 Simulation numérique par éléments finis de l'influence de la sensibilité du matériau constitutif à la vitesse de déformation et de la micro-inertie sur le comportement macroscopique d'une mousse d'aluminium à cellules ouvertes [Vesenjak *et al.*, 2012]. 45
1.27 Représentation schématique d'une coupe axiale d'un tronc de chêne liège Quercus suber L. [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015a]. 48
1.28 Schématisation de la coupe d'un tronc d'arbre avec ses trois axes principaux. Clichés MEB des plans de coupe correspondants réalisés par Lagorce-Tachon *et al.* [2015a] 49
1.29 Représentation schématique d'une cellule de liège proposée par Gibson *et al.* [1981] 49
1.30 Organisation des différents polymères dans les parois des cellules de liège 51
1.31 Mécanismes de rupture dans le liège en traction en fonction de la direction de sollicitation. Schéma adapté de [Rosa et Fortes, 1991]. 53
1.32 Influence du taux d'humidité sur le module d'Young du liège brut dans les directions radiale et tangentielle [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015a]. 53
1.33 Influence d'un traitement thermique sur la structure cellulaire dans la direction radiale du liège. (a) Avant traitement thermique. (b) Après traitement thermique à 300 °C pendant 60 min [Rosa et Fortes, 1988a]. 54
1.34 Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique en compression de liège brut testé dans la direction axiale par Rosa et Fortes [1988b]. Vitesses de sollicitation (s^{-1}) à 2.1×10^{-4}, 2.1×10^{-3} et 2.1×10^{-2}. 55
1.35 Microstructure [Pereira et Ferreira, 1989] et mésostructure [Jardin *et al.*, 2015] du liège aggloméré. 56
1.36 (a) Gain de masse de produits à base de liège de l'eau par du liège (dans le cas du liège aggloméré, une résine polyuréthane a été utilisée) en fonction de l'humidité relative de conditionnement. (b) Influence de l'humidité relative de conditionnement sur le module d'Young de différents matériaux à base de liège [Lagorce-Tachon *et al.*, 2016]. 58
1.37 Influence de la température sur le comportement visco-élastique du liège naturel et du liège aggloméré étudiée par DMA (adapté de [Lagorce-Tachon *et al.*, 2016]). 59
1.38 Schématisation de l'étude du comportement mécanique d'un aggloméré de liège. . 62

2.1 Les différentes échelles d'observation des agglomérés de liège. 64
2.2 Processus d'analyse d'images surfaciques des grains de liège réalisée à l'aide d'un microscope optique. a) Image brute. b) Contraste et luminosité modifiée. c) Seuillage des grains. d) Opérations d'érosion et de dilatation successives. e) Grains triés selon leur aire surfacique. f) Superposition de l'image c) et de l'image e). 65
2.3 Approximation d'un grain de liège par une ellipse. Paramètres résultants de cette approximation. 66
2.4 Clichés de deux agglomérés de liège au même grandissement, l'un au microscope optique, l'autre au microscope électronique à balayage. 67
2.5 Principe de la méthode de tomographie à rayons X. Schéma adapté de [Landis et Keane, 2010]. 68
2.6 Images brutes issues de la tomographie à l'échelle des grains. a) Coupes réalisées dans différents plans. b) Coupe xy. c) Essai de seuillage des interfaces entre grains. 70

2.7 Procédé de post-traitement des données de tomographie à l'échelle des grains. (a) Image brute. (b) Égalisation de l'histogramme. (c) Filtre médian. (d) Seuillage. (e) Ouverture. (f) Segmentation. Étapes de la segmentation. (g) Carte des distances de Chamfer inversée. (h) Marqueurs sélectionnés par la technique des H-maxima. (i) Lignes de séparation des eaux obtenues par la segmentation basée sur les marqueurs. 71
2.8 Schématisation de la méthode de partage des eaux. 72
2.9 Coupes dans différentes directions issues d'un tomographe synchrotron. 73
2.10 Procédé de post-traitement des données de tomographie à l'échelle des cellules.(a) Image brute. (b) Seuillage des parois cellulaires. (c) Ouverture, fermeture et suppression de petits groupes de voxels. (d) Segmentation et labellisation des cellules. 73
2.11 Définition des orientations dans l'espace. 74
2.12 Reconstructions tridimensionnelles à partir des données de tomographie à rayons X (a) à l'échelle des grains. Les couleurs traduisent ici le volume de chaque grain. (b) à l'échelle des cellules. 74
2.13 Micrographies MEB d'agglomérés de liège à fort grandissement. 76
2.14 Données quantitatives issues de la tomographie. (a) Distribution des longueurs d'un ellipsoïde équivalent aux cellules. (b) Distribution du volume des cellules. . . 77
2.15 Reconstruction tridimensionnelle de cellules de liège dans un grain donné. 77
2.16 Coupe tomographique avant et après post-traitement et analyse de l'épaisseur des parois. 78
2.17 (a) Distribution de l'épaisseur des parois du liège. (b) Rendu 3D du VOI associé et démontrant la dispersion spatiale de l'épaisseur des cellules de liège, avec les plus faibles épaisseurs en transparence. 79
2.18 Données quantitatives issues de la tomographie. (a) Distribution des longueurs d'un ellipsoïde équivalent aux grains. (b) Distribution du volume des grains. . . . 80
2.19 Observation au microscope optique (×20) de la surface d'un liège aggloméré avec fibres courtes (a) dans la direction dans-le-plan (b) dans la direction hors-plan. . 81
2.20 Distribution des rapports d'aspect des grains de liège d'un liège aggloméré sans fibres dans les directions dans-le-plan et hors-plan d'après les mesures par microscopie optique. 82
2.21 (a) Forme des grains dans un aggloméré de liège avec fibres d'après les données issues de la tomographie. (b) Ratio entre les longueurs caractéristiques des ellipsoïdes équivalents aux grains. 82
2.22 (a) Distribution de l'angle de l'axe principal a des grains de liège d'un liège aggloméré sans fibres dans les directions dans-le-plan et hors-plan d'après les mesures par microscopie optique. (b) Distribution de l'orientation spatiale tridimensionnelle des grains de liège d'un liège aggloméré sans fibres d'après les mesures par tomographie. 84
2.23 Reconstruction tridimensionnelle des porosités présentes dans un échantillon de liège aggloméré. 85
2.24 Mesures de volumes des porosités intergranulaires réalisées grâce aux données issues de la tomographie sur du liège aggloméré. 86
2.25 Cliché MEB de liège aggloméré. 87
2.26 Interfaces à l'échelle des grains (a) Cliché MEB d'interfaces entre grains d'un aggloméré de liège non renforcé (b) Coupe tomographique dans la direction xz d'un aggloméré de liège non renforcé. 88

2.27 Interfaces à l'échelle des cellules (a) Cliché MEB de l'interface d'un grain dans un aggloméré de liège non renforcé. (b) Coupe tomographique dans la direction xz d'un aggloméré de liège non renforcé. 88
2.28 Clichés MEB de grains de liège de calibre 0,5/1 mm plat tels que reçus par Lièges HPK. 89
2.29 Distribution de l'épaisseur des interphases dans une éprouvette de liège aggloméré non renforcé. 89
2.30 Clichés MEB des interfaces entre grains de liège dans un liège aggloméré. 91
2.31 Comparaison entre les distributions des épaisseurs des interphases des agglomérés de liège avec et sans fibres obtenues par le seuillage des interphases sur les données tomographiques à l'échelle des grains. 92
2.32 Clichés MEB des interfaces entre grains de liège dans un liège aggloméré. 92
2.33 Schéma de la structure multi-échelles des agglomérés de liège. 94
2.34 Éprouvette numérique représentant la structure du liège à l'échelle mésoscopique réalisée avec le logiciel Neper. 95

3.1 Schématisation des éprouvettes cubique de compression avec la méso-structure représentée pour différencier les chargements dans la direction hors-plan et dans-le-plan. 98
3.2 Méthode de détermination du module d'Young. Tracé d'un polynôme de degré 6 et de sa dérivée seconde. Puis tracé d'un polynôme de degré 1 sur la partie linéaire de la courbe contrainte/déformation. 100
3.3 Courbe contrainte/déformation expérimentale (noir) montrant l'évolution de l'efficacité énergétique (orange) calculée à partir de l'éq. 3.1 pour une éprouvette de liège aggloméré comprimée dans la direction hors-plan à 5 mm/min. 101
3.4 Signal de déplacement Δl et de force en fonction du temps lors d'un essai de compression cyclique sur une éprouvette de liège aggloméré renforcé testé dans la direction hors-plan à température ambiante jusqu'à un déplacement de 8 mm soit une déformation de $\varepsilon = 0.37$. — : contrôle en vitesse de déplacement, - - - : contrôle en force. 102
3.5 (a) Micro-machine de compression positionnée l'intérieur du MEB. (b) Signal brut d'un essai de compression in-situ réalisé sous MEB d'un aggloméré de liège sans fibres sollicité dans la direction hors-plan. 103
3.6 (a) Éprouvette de compression placée dans les mors. (b) Zone d'observation à t = 0 s. 104
3.7 (a) Schéma des éprouvettes CT. (b) Schéma des conditions limites de l'essai de rupture. 104
3.8 Représentation schématique de la méso-structure dans les éprouvettes CT de liège aggloméré pour une sollicitation de rupture en mode I. 105
3.9 Schéma des éprouvettes de traction à rupture type SBS. 106
3.10 Observation des éprouvettes lors des essais en rupture 106
3.11 Données expérimentales force/déplacement d'une éprouvette SBS de liège non renforcé sollicité en traction dans la direction hors-plan et paramètres matériaux correspondants. 107
3.12 Observation des éprouvettes lors des essais en compression 108
3.13 Essai de compression en régime quasi-statique observé à l'aide d'un appareil photo numérique. 109

3.14 Comparaison du comportement mécanique en compression en régime quasi-statique de différents agglomérés de liège et du liège aggloméré non renforcé étudié. 110
3.15 Essai de compression cyclique à différentes déformations maximales d'un liège aggloméré sans fibres sollicité à 10 mm min^{-1} à température ambiante (19 $^\circ$ C) dans la direction hors-plan. 112
3.16 Évolution de différents paramètres matériaux en fonction du nombre de cycles imposés et de la déformation maximale pour des agglomérés de liège sans fibres sollicités dans la direction hors-plan à 10 mm min^{-1} à température ambiante (19 $^\circ$ C). 113
3.17 (a) Courbe macroscopique contrainte/déformation d'un essai de compression sur une éprouvette de liège aggloméré sans fibres testé dans la direction hors-plan à 5 mm min^{-1} à température ambiante (23 $^\circ$ C). (b) Cartographie des déformations ε_{yy} observées à la surface par DIC. 115
3.18 Répartition des déformations locales ε_{yy} en fonction de la déformation moyenne ε^* de l'éprouvette. 116
3.19 Cliché MEB d'une éprouvette de liège aggloméré comprimé dans la direction hors-plan jusqu'à ε^*=0,4 à 5 mm min^{-1}. Les zones en pointillés blancs (1→9) indiquent des zones qui présentent un grand nombre de cellules effondrées. Les zones A et B délimitées par un trait noir indiquent des zones où les cellules sont très peu déformées. 117
3.20 Superposition d'une image de la microstructure et des champs de déformation. Les porosités intergranulaires sont représentées en rouge. 118
3.21 Évolution des champs de déformation ε_{yy} dans une zone spécifique de la surface. 118
3.22 Défauts de surface dus à la découpe qui peuvent influencer les mécanismes de déformation. La direction de la compression uni-axiale est indiquée par les flèches noires. 119
3.23 Déformation des cellules aux abords des interfaces. La direction de la compression uni-axiale est indiquée par les flèches noires. 120
3.24 Courbes contrainte/déformation expérimentales de liège aggloméré renforcé sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 5 mm min^{-1} à température ambiante (23°C). 122
3.25 Paramètres matériaux en fonction du nombre de cycles imposés et de la déformation maximale pour des agglomérés de liège sans fibres comprimés selon la direction dans-le-plan (en couleur) et comprimés selon la direction hors-plan (en gris) à 10 mm min^{-1} à température ambiante (19 $^\circ$ C). 124
3.26 Champs de déformation ε_{yy} à la surface d'une éprouvette de liège aggloméré sans fibres sollicité en compression à température ambiante à dans la direction dans-le-plan à 5 mm min^{-1}. 126
3.27 Répartition des déformations locales ε_{yy} en fonction de la déformation moyenne ε^* de l'éprouvette. 127
3.28 Évolution du coefficient de Poisson au cours d'une sollicitation en compression pour des éprouvettes de liège aggloméré non-renforcé testés dans les directions hors-plan et dans-le-plan à 5 mm min^{-1} à température ambiante. 128
3.29 Clichés d'éprouvettes de liège aggloméré non-renforcé à ε=0 et à ε=0,46 ; à la fin du cycle de charge en compression, sollicitées à 5 mm min^{-1} à température ambiante dans les directions hors-plan et dans-le-plan. 129

3.30 Courbes force/déplacement expérimentales d'éprouvettes CT de liège aggloméré non-renforcé sollicité en traction dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm min^{-1} à température ambiante. 130
3.31 Cliché du profil de la fissure dans un aggloméré de liège sans fibres ainsi qu'une photo mettant en exergue la fissure (rouge) et les interfaces seuillées (blanc). . . . 130
3.32 Profils et surfaces de rupture d'agglomérés de liège testés en traction à l'aide d'éprouvettes SBS observés au MEB. 131
3.33 Évolution de la longueur de fissure dans les agglomérés de liège sans fibres à partir d'essais de rupture sur éprouvettes CT en fonction de la direction de sollicitation. 131
3.34 État d'avancement de la fissure à la surface d'éprouvettes CT d'agglomérés de liège sans fibres sollicitées en traction à différents instants après l'amorçage macroscopique. 132
3.35 Observation au microscope optique du profil de rupture d'éprouvettes CT testées dans les directions hors-plan et dans-le-plan. 133
3.36 (a) Courbe contrainte/déformation du comportement mécanique de liège naturel sollicité en traction avec des éprouvettes à double entaille. (b et c) Schématisation des mécanismes de rupture au sein du liège sollicité en traction. Données issues de [Rosa et Fortes, 1991] 134
3.37 (a) Présence de la direction radiale, observée à la surface de la fissure au MEB d'une éprouvette de liège aggloméré non-renforcé sollicitée à rupture dans la direction HP. (b) Observation du profil de la fissure qui montre différentes orientations de cellules. Pour les deux images, la direction de propagation est de gauche à droite. 135
3.38 Courbes contrainte/déformation expérimentales de liège aggloméré et d'un aggloméré renforcé testés en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 5 mm min^{-1}, correspondant à une vitesse de déformation macroscopique de 4,2 10^{-3} s^{-1}. 136
3.39 Évolution du coefficient de Poisson au cours d'une sollicitation en compression pour plusieurs éprouvettes d'agglomérés de liège avec (R) et sans fibres (NR) testés dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 5 mm min^{-1} à température ambiante. 138
3.40 Évolution de différents paramètres matériaux en fonction du nombre de cycles imposés et de la déformation maximale pour des agglomérés de liège à 10 mm min^{-1} à température ambiante (19 $^{\circ}$ C). ◯ : direction hors-plan. △ : direction dans-le-plan. — : avec fibres. - - - : sans fibres. — : ε_{max} = 0,03, — : ε_{max} = 0,1, — : ε_{max} = 0,35. 140
3.41 Champs de déformation ε_{yy} obtenus par corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sollicité en compression dans la direction hors-plan à 5 mm min^{-1} à température ambiante. 141
3.42 Clichés d'éprouvettes de liège aggloméré sans et avec fibres testées en compression dans la direction dans-le-plan à 5 mm min^{-1} à température ambiante à ε=0 et à ε=0,46 ; à la fin du cycle de charge en compression,. 142
3.43 Courbes force/déplacement d'éprouvettes SBS de liège aggloméré et de liège aggloméré renforcé testés en traction dans la direction hors-plan (HP) à 10 mm min^{-1}. 143
3.44 Évolution de la longueur de la fissure en fonction du temps pour deux éprouvettes SBS d'agglomérés de liège, avec et sans fibres, testés dans la direction hors-plan. . 144
3.45 Schéma de deux types de rupture intra-granulaire. 144

3.46 Profils et surfaces de rupture d'agglomérés de liège testés en traction à l'aide d'éprouvettes SBS observés au MEB. 145
3.47 Courbes force/déplacement d'éprouvettes CT de liège aggloméré et de liège aggloméré renforcé testés en traction dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm min^{-1}. 146
3.48 État d'avancement de la fissure à la surface des éprouvette de liège aggloméré avec fibres à différents instants après l'amorçage. 146
3.49 Évolution de la longueur de fissure dans les agglomérés de liège avec fibres à partir d'essais de rupture sur éprouvettes CT en fonction de la direction de sollicitation. 147
3.50 Observation au microscope optique du profil de rupture d'éprouvettes CT d'agglomérés de liège renforcés par des fibres courtes testées dans les directions hors-plan et dans-le-plan. 148

4.1 Déformation appliquée à l'échantillon et contrainte résultante mesurée, déphasée d'un angle δ. 155
4.2 Dispositif expérimental des essais DMA en compression réalisés à la plateforme CANOE. 156
4.3 Montage expérimental de la roue inertielle. 158
4.4 Vue de face du montage de compression de la roue inertielle et agrandissement sur la zone de compression. 159
4.5 Signal de brut en fonction du temps lors d'un essai de compression réalisé avec la roue inertielle sur une éprouvette de liège aggloméré renforcé testé dans la direction dans-le-plan à température ambiante (26°C) à une vitesse de sollicitation autour de 2,1 m/s. 160
4.6 Montage pour la réalisation d'essais de compression en régime dynamique en température. Mise en place du système de mise en température. 161
4.7 Montage sur roue inertielle pour l'observation des champs de déformation à la surface des éprouvettes sollicitées en régime dynamique à température ambiante. 162
4.8 Spectre DMA en fonction de la température d'un liège aggloméré (NR) et d'un liège aggloméré renforcé avec des fibres (R) sollicités en compression à une fréquence de 1 Hz dans les directions hors-plan(HP) et dans-le-plan (DP). 164
4.9 Spectre DMA en fonction de la température du liège aggloméré avec fibres et sans fibres testés dans la direction hors-plan à 1 Hz comparé au liège brut testé dans la direction radiale à 1 Hz issu des travaux de Lagorce-Tachon *et al.* [2015a] . . . 165
4.10 Différence des modules de conservation E' des agglomérés de liège sans et avec fibres ($E'_R - E'_{NR}$), dans les directions hors-plan et dans-le-plan sur une large gamme de températures. 166
4.11 Spectre DMA sur une plage de fréquence de [0,01 Hz ;100 Hz] d'un liège aggloméré et d'un liège aggloméré renforcé avec des fibres sollicité en compression à 20°C dans les directions hors-plan(HP) et dans-le-plan (DP). 168
4.12 (a) Obtention de l'évolution du facteur de conservation E' sur une plage de fréquence donnée à différentes températures T_0, T_1, T_2 avec $T_1 > T_0 > T_2$. (b)Translation horizontale des isothermes à une température de référence. 170
4.13 Courbe maîtresse du module de conservation en fonction de la fréquence réduite f_r à la température de référence T_0. 170
4.14 Diagrammes Cole-Cole et Wickett issus des données DMA pour le liège aggloméré non renforcé testé dans la direction hors-plan. 172

4.15 Spectre DMA en fonction de la fréquence pour différentes températures de sollicitation d'un liège aggloméré sollicité en compression à 20°C selon la direction hors-plan(HP). 173
4.16 Courbe maîtresse du module de conservation E' en compression de l'aggloméré sans fibres comprimé dans la direction hors-plan. 174
4.17 Courbes contrainte/déformation de liège aggloméré avec et sans fibres courtes sollicités en compression à 0,0042 s^{-1} dans les directions hors-plan ou dans-le-plan à différentes températures. 177
4.18 Clichés des éprouvettes de liège aggloméré à la déformation maximale imposée d'une sollicitation en compression à -30°C en régime quasi-statique. 178
4.19 Évolution des paramètres matériaux avec la température du liège aggloméré avec (R) et sans fibres (NR) courtes testés en compression à 0.0042 s^{-1} dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP). 179
4.20 Évolution des paramètres matériaux avec la température du liège aggloméré avec (R) et sans fibres (NR) courtes testés en compression à 0.0042 s^{-1} dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP). 180
4.21 Courbes contrainte/déformation de liège aggloméré renforcé par des fibres courtes sollicités en compression cyclique à déformation maximale croissante à une vitesse de déplacement de 70 mm min^{-1} dans les directions hors-plan et dans-le-plan. . . 181
4.22 Déformation résiduelle en fonction de la déformation macroscopique ε^* pour des agglomérés de liège avec fibres, en fonction de la direction de compression et de la température de sollicitation. 182
4.23 Champs de déformation ε_{yy} obtenus par corrélation d'images à la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres comprimés dans la direction hors-plan à 4,2 10^{-3} s^{-1} à différentes températures. La ligne en rouge illustre le tracé de l'histogramme des déformations ε_{yy} de cette ligne. 183
4.24 Répartition des déformations locales ε_{yy} en fonction de la déformation moyenne ε^* de l'éprouvette de liège aggloméré avec fibres comprimé selon la direction hors-plan à différentes températures. 184
4.25 Courbes contrainte/déformation d'agglomérés de liège avec fibres courtes sollicités en compression dans les directions hors-plan ou dans-le-plan à différentes vitesses. 185
4.26 Courbes contrainte/déformation d'agglomérés de liège sans fibres courtes sollicités en compression dans les directions hors-plan ou dans-le-plan à différentes vitesses. 186
4.27 Clichés d'éprouvettes d'agglomérés à une déformation donnée si l'apparition de fissures est constatée (indiquée par des flèches blanches) ou à la fin de la phase de charge si aucune fissure n'est observée. 187
4.28 Évolution des paramètres matériaux avec la vitesse de déformation macroscopique du liège aggloméré avec (R) et sans fibres (NR) courtes testés en compression à température ambiante dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP). . 188
4.29 Évolution des paramètres matériaux avec la vitesse de déformation du liège aggloméré avec (R) et sans fibres (NR) courtes testés en compression à température ambiante dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP). 189
4.30 Champs de déformation ε_{yy} obtenus par corrélation d'images à la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres comprimés dans la direction dans-le-plan à 26°C à différentes vitesses de déformation macroscopiques $\dot{\varepsilon}^*$. La ligne en rouge illustre le tracé de l'histogramme des déformations ε_{yy} de cette ligne. 190

4.31 Histogramme des déformations ε_{yy} sur une ligne, au centre de l'éprouvette, pour une compression dans la direction hors-plan à température ambiante à différentes vitesses de déformation macroscopiques $\dot{\varepsilon}^*$. 191
4.32 Comparaison du module d'Young et du module tangent normalisés par leur valeur à -30°C avec le module de conservation issu d'essai DMA normalisés eux aussi par leur valeur à -30°C d'éprouvettes NR-HP, R-HP et de liège brut (issu des travaux de [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015b]). 193
4.33 Comparaison de la contrainte de flambement et de l'énergie absorbée à l'initiation de la densification normalisés par leur valeur à -30°C avec le module de conservation issu d'essai DMA normalisés eux aussi par leur valeur à -30°C d'éprouvettes NR-HP, R-HP et de liège brut (issu des travaux de [Lagorce-Tachon *et al.*, 2015b]).194
4.34 Schéma des variables réelles 197
4.35 Courbes contrainte/déformation des agglomérés de liège avec et sans fibres comprimés selon les directions hors-plan et dans-le-plan à 73°C en régime dynamique et à température ambiante (26°C) en régime quasi-statique. 198
4.36 Évolution de la contrainte de flambement σ_{fl} en fonction de la vitesse de déformation, à température ambiante (vert) et à 73°C (rouge) pour tous les agglomérés de liège. 199
4.37 Courbes contrainte/déformation des agglomérés de liège avec et sans fibres comprimés selon les direction hors-plan et dans-le-plan à -20°C en régime dynamique et à température ambiante (26°C) en régime quasi-statique. 200
4.38 Clichés des éprouvettes de liège agglomérés avec et sans fibres sollicités selon la direction hors-plan. Les flèches blanches indiquent la présence de fissures et les lignes en pointillés tracent l'allure des fissures à la surface des éprouvettes. 202
4.39 Clichés des éprouvettes de liège agglomérés avec et sans fibres sollicités selon la direction dans-le-plan. Les flèches blanches indiquent la présence de fissures et les lignes en pointillés tracent l'allure des fissures à la surface des éprouvettes. 203
4.40 Mise en évidence expérimentale de l'équivalence temps/température à déformations finies. Comportement mécanique en compression uni-axiale d'agglomérés de liège en régime quasi-statique à -10°C et en régime dynamique à température ambiante. 205
4.41 Clichés de la surface des éprouvettes de liège aggloméré sans fibres comprimés selon la direction dans-le-plan à 4,2 10^{-3} s^{-1} à -10°c (a) et à 250 s^{-1} à 26°C. Les flèches blanches indiquent la présence de petites fissures observées au centre de la surface des éprouvettes en plus des fissures périphériques due à l'effet tonneau. . 206
4.42 Mise en évidence expérimentale de l'équivalence temps/température à déformations finies. Comportement mécanique en compression uni-axiale d'agglomérés de liège avec fibres en régime quasi-statique à 26°C et en régime dynamique à 73°C. 207
4.43 Facteurs de translation des agglomérés de liège obtenus pour des déformations infinitésimales (essais DMA) et des déformations finies (essais de compression en régime quasi-statique et régime dynamique). 208
4.44 Principe de la modélisation par éléments discrets. 219
4.45 Construction d'une éprouvette numérique de liège aggloméré. 220

A.1 (a) Cliché des blocs d'agglomérés de liège après fabrication. (b) Usinage de blocs de liège aggloméré sous la forme de plaques à l'aide d'une scie circulaire. 221
A.2 Schématisation de la localisation des éprouvettes prélevées dans un bloc de liège. 222

A.3 Surface de réponse de la distribution de la densité dans le bloc 1 d'aggloméré de liège avec fibres, à partir de la réalisation d'un plan Doehlert à trois paramètres. . 224

A.4 Surface de réponse de la distribution de la densité dans le bloc 2 d'aggloméré de liège avec fibres, à partir de la réalisation d'un plan Doehlert à trois paramètres. . 225

A.5 Essais de compression d'éprouvettes de liège aggloméré renforcé par des fibres courtes sollicité à 5 mm·min^{-1} à 26 $^{\circ}$ C et conditionné à 50% d'humidité relative dans la direction hors-plan. Courbe d'une éprouvette de liège de 15 mm testée dans la direction tangentielle à 1 mm/s issue des travaux de Lagorce-Tachon *et al.* [2015a]. 226

A.6 Essais de compression d'éprouvettes d'agglomérés de liège avec fibres sollicitées selon la direction dans-le-plan en régime quasi-statique à 4,2 10^{-3} s^{-1}. (a) à -30°C (b) à 80°C. 227

A.7 Essais de compression d'éprouvettes d'agglomérés de liège sollicitées à 125 s^{-1} à 26 $^{\circ}$ C et conditionné à 50% d'humidité relative. 228

A.8 Essais de compression d'éprouvettes d'agglomérés de liège avec fibres comprimées à 73°C conditionnées à 50% d'humidité relative (a) 187 s^{-1} (b) 63 s^{-1}. 229

A.9 Essais de compression d'éprouvettes d'agglomérés de liège sans fibres comprimées à -20°C conditionnées à 50% d'humidité relative à 187 s^{-1}. 229

B.1 Coupes tomographiques d'agglomérés de liège obtenues par les différentes méthodes d'acquisition. 232

B.2 Coupes tomographiques d'agglomérés de liège obtenues par les différentes méthodes d'acquisition. Vue de près. 233

B.3 Observation des corrugations dans les cellules de liège par tomographie locale. (a) Tomographe de laboratoire (MATEIS). Tomographe à rayonnement synchrotron (SOLEIL). 234

C.1 Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres réalisé avec un appareil photo avant compression dans la direction hors-plan. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface. 235

C.2 Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré sans fibres réalisé avec un appareil photo avant compression dans la direction hors-plan. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface. 236

C.3 Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres réalisé avec un appareil photo avant compression dans la direction hors-plan à -30°C. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface. 237

C.4 Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres réalisé avec une caméra rapide avant compression dans la direction hors-plan. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface. 237

C.5 Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres réalisé avec une caméra rapide avant compression dans la direction hors-plan à 73°C. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'intérêt délimitée en pointillés sur le cliché de la surface. 238

C.6 Cliché de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré sans fibres réalisé avec un appareil photo avant initiation de la rupture dans la direction hors-plan. Histogramme des niveaux de gris de la zone d'étude délimitée en pointillés sur le cliché de la surface. 238

C.7 Évolution de la fissure à la surface d'un éprouvette SBS de liège aggloméré sollicitée en traction dans la direction hors-plan à 10 mm·min^{-1} à température ambiante observée grâce à un appareil photo numérique. 239

C.8 Principe du traitement par corrélation d'images numériques. 240

C.9 (a) Montage pour le suivi de cible (b) Comparaison entre le signal de déplacement de la traverse inférieure donné par la machine de traction/compression et les déplacements des traverses inférieure ($u1_x$ et $u1_y$) et supérieure ($u2_x$ et $u2_y$) obtenus par suivi de cible. 241

C.10 (a) Position des points pour la corrélation d'images (b) Comparaison entre le signal de déplacement de la traverse inférieure donné par la machine de traction/compression et les déplacements des traverses inférieure ($u1_x$ et $u1_y$) et supérieure ($u2_x$ et $u2_y$) obtenus par suivi de cible. 242

C.11 Champs de déplacement V (mm) dans la direction y à ε^*=0,25 obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sollicités à 5 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan (HP) ou dans-le-plan (DP). 243

C.12 Champs de déplacement U (mm) dans la direction x à ε^*=0,25 obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sollicités à 5 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan (HP) ou dans-le-plan (DP). 243

C.13 Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes SBS obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sans fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan. 244

C.14 Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes SBS obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan. 245

C.15 Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes CT obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sans fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan. 245

C.16 Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes CT obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré sans fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction dans-le-plan. 246

C.17 Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes CT obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction hors-plan. 246

C.18 Champs de déplacement dans la direction x et y des essais de rupture avec éprouvettes CT obtenus à partir de corrélation d'images de la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres sollicités à 10 mm·min^{-1} à température ambiante dans la direction dans-le-plan. 247

D.1 Courbes force/déplacement expérimentales de liège aggloméré sans fibres sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm·min^{-1} à température ambiante (19°C) jusqu'à différentes déformations macroscopiques maximales ε_{max}. 249
D.2 Courbes force/déplacement expérimentales de liège aggloméré sans fibres sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm·min^{-1} à température ambiante (19°C) jusqu'à différentes déformations macroscopiques maximales ε_{max}. 250
D.3 Courbes force/déplacement expérimentales de liège aggloméré avec fibres sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm·min^{-1} à température ambiante (19°C) jusqu'à différentes déformations macroscopiques maximales ε_{max}. 250
D.4 Courbes force/déplacement expérimentales de liège aggloméré avec fibres sollicité en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à 10 mm·min^{-1} à température ambiante (19°C) jusqu'à différentes déformations macroscopiques maximales ε_{max}. 251

E.1 Schéma des variables codées 254
E.2 Schéma des variables réelles 255

F.1 CAO de la boîte de maintien en liège. 257
F.2 Schéma du montage du système de mise en température 258

G.1 Courbe maîtresse à 20°C du liège aggloméré sans fibres comprimé selon la direction dans-le-plan. 260
G.2 Courbe maîtresse à 20°C du liège aggloméré avec fibres comprimé selon la direction hors-plan. 261
G.3 Courbe maîtresse à 20°C du liège aggloméré avec fibres comprimé selon la direction dans-le-plan. 262
G.4 Champs de déformation ε_{yy} obtenus par corrélation d'images à la surface d'éprouvettes de liège aggloméré avec fibres comprimés dans la direction hors-plan à 26°C à différentes vitesses de déformation macroscopiques $\dot{\varepsilon}^*$. La ligne en rouge illustre le tracé de l'histogramme des déformations ε_{yy} de cette ligne. 263
G.5 Répartition des déformations locales ε_{yy} au centre de l'éprouvette en fonction de la déformation moyenne ε^* de l'éprouvette à différentes températures. 264

Liste des tableaux

1 Fraction massique et volumique de chaque composant des matériaux étudiés. . . 7

1.1 Composition chimique du liège (en fraction massique) [Pintor *et al.*, 2012]. 50
1.2 Propriétés mécaniques du liège dans les différentes directions [Gibson *et al.*, 1981]. 51

2.1 Dimensions de différents VOI. 70
2.2 Grandeurs caractéristiques des principaux constituants des agglomérées de liège à différentes échelles. 95

3.1 Paramètres de corrélation d'images choisis selon les essais de caractérisation mécanique. 108
3.2 Composition de différents agglomérés de liège et conditions d'essais imposées lors d'une sollicitation en compression en régime-quasi-statique. 111
3.3 Paramètres matériaux du liège aggloméré testé en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à une vitesse de déformation macroscopique de $4,2\ 10^{-3}\ s^{-1}$ à température ambiante. 123
3.4 Paramètres matériaux du liège aggloméré (NR) et du liège aggloméré renforcé par des fibres courtes (R) testés en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) à une vitesse de déformation macroscopique de $4,2\ 10^{-3}\ s^{-1}$ à température ambiante (26°C). 137
3.5 Différence en pourcentage entre les paramètres matériaux du tab. 3.4 des directions hors-plan et dans-le-plan du liège aggloméré et de l'aggloméré renforcé comprimés à une vitesse de déformation macroscopique de 4,2 10^{-3} s^{-1}. 139
3.6 Courbes force/déplacement expérimental obtenues par des tests de rupture en mode I. Effet de l'ajout de fibres sur le comportement mécanique d'un aggloméré de mousse. 142

4.1 Paramètres de corrélation d'images choisis selon les essais de compression à différents régimes de sollicitation. 162
4.2 Données extraites des résultats DMA. Température de transition vitreuse $T_g$mesurée au maximum de tan δ. 167
4.3 Déformation macroscopique à partir de laquelle des fissures sont constatées à la surface des éprouvettes lors d'une compression uni-axiale à 4,2 10^{-3} s^{-1} en fonction de la température d'essai. - : aucune fissuration n'est constatée. 176
4.4 Déformation macroscopique à partir de laquelle des fissures sont observées à la surface des éprouvettes en fonction de la vitesse de déformation moyenne. - : aucune fissuration n'a été constatée macroscopiquement. 186
4.5 Valeurs des variables réelles 197

4.6 Paramètres matériaux du liège aggloméré (NR) et du liège aggloméré renforcé par des fibres courtes (R) testés en compression dans les directions hors-plan (HP) et dans-le-plan (DP) soit à une vitesse de déformation macroscopique de $4,2\ 10^{-3}\ s^{-1}$ à température ambiante (26°C) soit à une vitesse de déformation macroscopique de 187 s^{-1} à -20°C. 201
4.7 Couples $(T, \dot{\varepsilon})$ illustrant l'équivalence temps/température pour des déformations finies selon le type d'aggloméré. 204

A.1 Paramètres du plan d'expériences Doehlert pour l'étude de la densité dans un bloc de liège aggloméré. 222
A.2 Valeurs des variables codées 222
A.3 Valeurs des variables réelles 222
A.4 Résultats du plan Doehlert sur l'étude de la densité dans un bloc de liège aggloméré avec fibres courtes. 223

E.1 Valeurs des variables codées 254
E.2 Paramètres du plan d'expériences Doehlert. 254
E.3 Valeurs des variables réelles 255

Louise LE BARBENCHON

Description multi-échelles du comportement mécanique d'un matériau cellulaire composite sous sollicitations sévères
- Application aux agglomérés de liège pour l'aéronautique -

Résumé : Dans une optique d'allègement des structures, l'amélioration et le renforcement des matériaux deviennent des préoccupations grandissantes dans l'aéronautique et l'aérospatial. L'adéquation de certains matériaux à balayer un large spectre de propriétés physiques permettrait d'apporter des gains de masse substantiels sur de nombreuses applications existantes. Le liège aggloméré est un de ces matériaux polyvalents grâce à sa composition chimique et sa structure cellulaire naturelle. Il est ainsi aujourd'hui considéré pour des applications d'absorption de choc et l'ajout de renforts fibrés pourrait être une piste d'amélioration de ses performances.

L'étude de la capacité d'absorption de ce matériau selon la température et la vitesse de déformation permet d'affiner la compréhension du comportement mécanique de matériaux cellulaires polymériques multi-échelles lors de sollicitations sévères. La caractérisation de la structure à différentes échelles a mis en évidence le caractère fortement hétérogène des agglomérés de liège ainsi qu'une structure mésoscopique fortement orientée. Des essais mécaniques en régime quasi-statique réalisés à différentes échelles d'observation ont montré le rôle prépondérant de cette mésostructure sur les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture, en compression comme en traction à rupture.

Pour étudier l'influence couplée de la vitesse de sollicitation et de la température, le comportement visco-élastique des matériaux constitutifs des aggloméré a été étudié grâce à des essais vibratoires à double balayage en temps et en température (essais DMA). Un montage spécifiquement conçu pour ces travaux a permis de réaliser des essais de compression en régime dynamique (70 à 250 s^{-1}) à différentes températures (de 20 à 73°C) afin de tenter de décorréler effet matériau et effet structure dans la dépendance des matériaux cellulaires polymériques à la vitesse de déformation.

Mots clés : matériaux cellulaires, microstructure, compression, régime dynamique, absorption d'énergie, agglomérés de liège, composites

Abstract: In order to lightening structures, the improvement and reinforcement of materials are becoming a growing concern in the aeronautics and aerospace industries. The suitability of certain materials to sweep across a wide spectrum of physical properties would make it possible to bring substantial mass savings to many existing applications. Agglomerated cork is one of these versatile materials thanks to its chemical composition and natural cellular structure. It is thus today considered for shock absorption applications and the addition of fibre reinforcements could be a way of improving its performance.

The study of the absorption capacity of this material according to temperature and strain rate allows us to refine our understanding of the mechanical behaviour of multi-scale polymeric cellular materials under severe loading. The characterisation of the structure at different scales has highlighted the highly heterogeneous character of cork agglomerates as well as a strongly oriented mesoscopic structure. Mechanical tests in quasi-static regime carried out at different scales of observation showed the predominant role of this mesostructure on the mechanisms of deformation, damage and rupture, in compression as well as in tension at breakage.

In order to study the coupled influence of strain rate and temperature, the visco-elastic behaviour of the materials making up the agglomerates was investigated using double sweep vibration tests in time and temperature (DMA tests). A set-up specifically designed for this work made it possible to carry out compression tests in dynamic regime (70 to 250 s^{-1}) at different temperatures (from 20 to 73°C) in order to try to decorrelate material and structure effects in the dependence of polymeric cellular materials on the strain rate.

Keywords: cellular material, foam, microstructure, mechanical behaviour, dynamic regime, energy absorption, cork agglomerates, composite