

# **Influence de fibres courtes sur la microstructure et comportement mécanique d'un liège aggloméré**

## *Effect of short fibres on the microstructure and the mechanical behaviour of agglomerated cork*

Louise Le Barbenchon<sup>1</sup>, Jean-Benoît Kopp<sup>1</sup>, Jérémie Girardot<sup>1</sup>, Agnès de Montbrun<sup>2</sup>, Romain Quinton<sup>3</sup> et Philippe Viot<sup>1</sup>

1 : DuMAS, I2M  
Arts et Métiers ParisTech  
Esplanade des Arts et Métiers, 33400 Talence Cedex 3  
e-mail : louise.le\_barbenchon@ensam.eu

2 : Lièges HPK  
19 rue Lasserens, 47230 Lavardac

3 : Safran Power Units  
8 chemin du pont de Rupé, 31200 Toulouse

### **Résumé**

Une mousse bio-sourcée, le liège aggloméré, a été choisie pour évaluer l'influence des fibres courtes sur le comportement mécanique des matériaux cellulaires. Pour obtenir le matériau, des grains de liège (dont le diamètre est compris entre 0,5 et 1 mm) ont été mélangés avec une résine thermosettable. Des fibres courtes (d'environ 300  $\mu\text{m}$  de longueur et 7  $\mu\text{m}$  de diamètre) ont ensuite été ajoutées avant la compression uniaxiale du mélange. On obtient alors un matériau présentant une anisotropie transverse. Le comportement sous compression uniaxiale du matériau renforcé à une vitesse de déformation de 4  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  a été étudié et comparé à celui d'un agglomérat de liège non renforcé. Une mousse plus rigide est obtenue. Le module de Young augmente de 26 et 70 % pour les directions hors plan et dans le plan, grâce aux fibres. L'observation de la microstructure du matériau révèle une organisation particulière des fibres courtes aux interfaces des grains. En s'orientant majoritairement dans le plan de compression du procédé, les fibres forment un réseau anisotrope qui vient s'ajouter à l'anisotropie du matériau. Cependant les mécanismes de déformation ne semblent pas modifiés par cet ajout de renforts.

### **Abstract**

A bio-sourced foam, agglomerated cork, was chosen to evaluate the influence of short fibres on the mechanical behaviour of cellular materials. To obtain the material, cork grains (with a diameter of between 0.5 and 1 mm) were mixed with a thermosetting resin. Short fibres (about 300  $\mu\text{m}$  long and 7  $\mu\text{m}$  in diameter) were then added before the uniaxial compression of the mixture. This results in a material with transverse anisotropy. The uniaxial compression behaviour of the reinforced material at a deformation rate of 4  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  was studied and compared to that of an unreinforced cork agglomerate. A more rigid foam is obtained. Young's modulus increases by 26 and 70 % for out-of-plane and in-plane directions, thanks to fibres. Observation of the microstructure of the material reveals a particular organization of short fibers at the grain interfaces. By orienting themselves mainly in the plane (Oxy), the fibres form an anisotropic network which is added to the anisotropy of the material. However, the deformation mechanisms do not seem to be modified by this addition of reinforcements.

**Mots Clés :** Matériau cellulaire, Fibres courtes, Multi-échelles, Compression, Liège aggloméré

**Keywords :** Cellular Material, Short fibers, Multi-scale, Compressive loading, Agglomerated cork

## **1. Introduction**

Les matériaux cellulaires sont aujourd'hui largement utilisés dans un large éventail de domaines d'application : transport, santé, énergie, sport. Leurs principales caractéristiques sont une faible densité, des propriétés d'amortissement, une isolation thermique et une capacité à dissiper l'énergie

pendant les charges d'impact [1]. Cette dernière est particulièrement intéressante pour les applications de sécurité passive. Selon le niveau de contrainte requis, il est possible de l'adapter [2]. Cependant, cela se fait aujourd'hui principalement en changeant la densité du matériel cellulaire [3]. En tant que matériaux légers potentiels, il est néanmoins important de minimiser le poids tout en augmentant la résistance mécanique pour des applications spécifiques. L'introduction de renforts est l'une des méthodes les plus couramment utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques des matériaux composites habituels [4].

Une option pour renforcer des mousses est d'ajouter des fibres tout en les expansant. Des mousses rigides de polyuréthane à cellules fermées renforcées par des fibres de verre ont par exemple été produites [5]. Les fibres se trouvent à l'intérieur des entretoises en mousse et ont causé des changements localisés dans la morphologie de la mousse. Une augmentation du module de Young a été constatée. Lorsque les fibres s'organisaient en gros faisceaux, elles n'étaient pas efficaces comme agent de renforcement parce qu'elles provoquaient une concentration de contraintes qui affaiblissait la structure. D'autre part, de petits faisceaux ou des fibres isolées pourraient arrêter la fissure et la dévier pour obtenir une trajectoire de fracture plus longue et générer un fragment d'arrachement en raison du cisaillement dans les entretoises radiales. Cela suggère un mécanisme de durcissement causé par l'ajout de fibres. Les mousses de polyuréthane ont également été renforcées avec des plis en fibres de verre qui se dilatent pendant le processus d'expansion de la mousse [6]. Les fibres s'organisaient en paquets de fibres avec un diamètre moyen de  $450 \pm 50 \mu\text{m}$  (pour une taille moyenne de cellule autour de  $400 \pm 95 \mu\text{m}$ ) affectant la morphologie environnante. Ces ensembles de fibres étaient plutôt orientés dans le plan du bloc de mousse. Compte tenu du comportement en compression à basse température ( $-70^\circ\text{C}$ ), les fibres semblaient contenir la localisation de la contrainte. Cependant, à des températures extrêmes, la mousse renforcée avait un comportement plus fragile, probablement en raison de la différence de coefficient de dilatation entre les fibres et le polyuréthane. L'ajout de fibres courtes de verre ou d'aramide à une mousse époxy [7] a aussi été étudié. Il a globalement amélioré les propriétés mécaniques en cisaillement et dans une moindre mesure en compression par rapport à une mousse non renforcée. Les fibres plus longues (au-dessus d'une longueur critique) n'ont cependant pas eu un effet significatif. L'un des principaux inconvénients de cette option commun à toutes ces études est la difficulté de contrôler l'agencement des fibres dans le matériau et leur dispersion [5, 6, 7] mais aussi les changements dans la morphologie de la mousse à proximité des fibres pendant le processus de fabrication.

Une autre approche dans l'utilisation de fibres courtes comme renforts de matériaux cellulaires est proposée ici. Afin d'éviter de coupler l'étape de moussage avec l'ajout des fibres, des mousses multi-échelles sont étudiées. Il s'agit de grains de mousse agglomérées ensemble [8]. Avant l'agglomération, des fibres courtes sont ajoutées à la préparation. Cette étude porte sur l'influence de ces fibres courtes sur la microstructure de la mousse et sur le comportement mécanique en compression du matériau cellulaire multi-échelles étudié ici, le liège aggloméré. Cet article démontre comment l'ajout de fibres courtes rigides peut augmenter la rigidité à la compression du matériau et permet ainsi de modifier les propriétés mécaniques d'un matériau cellulaire sans pour autant augmenter sa densité.

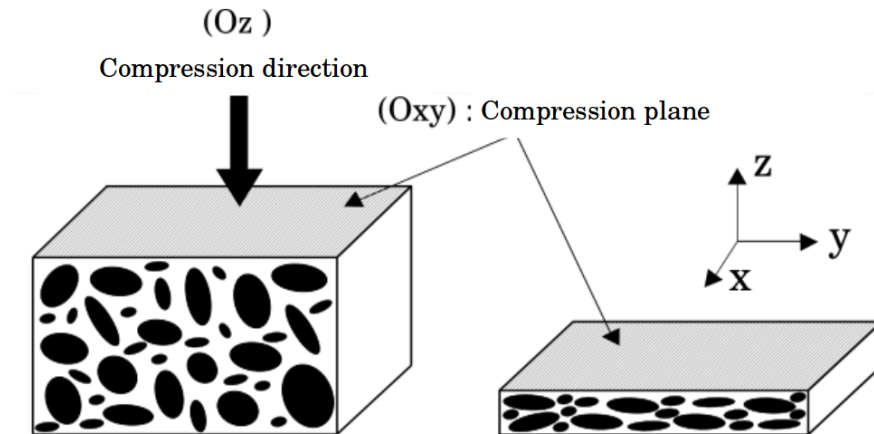
## **2. Matériaux & Méthodes**

### **2.1. Matériaux**

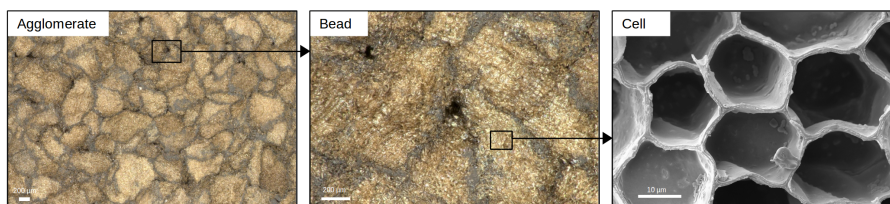
Le liège est un matériau cellulaire polymère naturel qui présente une structure à cellules fermées [9]. Elle est formée de petites cellules prismatiques anisotropes disposées en couches successives présentant une structure alvéolaire relativement homogène. La longueur moyenne des cellules est d'environ  $40 \mu\text{m}$  et l'épaisseur de la paroi cellulaire d'environ  $1 \mu\text{m}$ .

Deux matériaux ont été étudiés : l'un sans fibres et l'autre avec fibres courtes. Ce dernier matériau

sera appelé la mousse renforcée. Pour obtenir du liège aggloméré, de petits grains de liège ( $\varnothing = 0.5 - 1 \text{ mm}$ ) sont mélangées avec une résine thermodurcissable ( $\rho_{resin} = 1128,5 \text{ kg m}^{-3}$ ). Pour la mousse renforcée, des fibres courtes hachées ont été ajoutées à cette étape ( $\varnothing = 7 \pm 2 \mu\text{m}$  et  $l_{mean} = 170 \mu\text{m}$ ). Il est ensuite compressé uniaxialement en un bloc de  $1000 \times 500 \times 150 \text{ mm}^3$  à une densité de 0.42. Cette compression provoque une orientation préférentielle. La figure 1(a) montre les deux directions induites : les directions dans le plan (Oxy) sont appelées directions dans-le-plan (DP) et les directions hors-plan (HP) sont selon (Oz) [10]. Ensuite, la polymérisation se fait en autoclave. Des plaques sont ensuite usinées à partir du bloc où des échantillons seront découpés avec une scie à ruban.



(a) Étape de compression dans le processus de fabrication.



(b) Différentes échelles d'observation.

Fig. 1. a) a) Processus de compression et orientations qui en résultent. b) Différentes échelles d'observation démontrant la structure multi-échelles du liège aggloméré obtenu. À l'échelle de l'agglomérat et des grains, les photos sont prises au microscope optique. L'échelle des cellules est illustrée par une image MEB de cellules de liège observées dans la direction axiale.

On obtient ainsi un matériau cellulaire multi-échelles. La figure 1(b) montre les trois échelles qui peuvent être considérées. Tout d'abord, l'échelle de structure à partir de laquelle les paramètres matériaux seront déduits. Ensuite, l'échelle des grains avec des dimensions millimétriques. Enfin, chaque grain est fait d'un matériau cellulaire, ici le liège. Par conséquent, en regardant de plus près les grains, les cellules peuvent être repérées, avec un microscope électronique à balayage (MEB). Cette échelle des cellules est à l'échelle micrométrique. Chaque grain est ainsi caractérisé par une orientation cellulaire spécifique [11].

## 2.2. Observations MEB

Afin d'observer la structure des cellules et des interfaces, les échantillons de MEB sont coupés avec une lame de rasoir remplacée pour chaque coupe dans le but d'endommager le moins possible les parois cellulaires [9]. Les échantillons sont ensuite légèrement recouverts d'or conducteur pour permettre la conduction des électrons à la surface de l'échantillon. L'appareil utilisé est un Cressington 108 auto.

La couche d'or est supposée constante à la surface de l'échantillon. Des échantillons sont ensuite observés avec un MEB (Zeiss EVO HD 15). Une tension accélérée de 10 keV est utilisée avec un courant de 200 pA.

### 2.3. Comportement mécanique - Essais de compression quasi-statique

Une machine électromécanique de traction/compression (Zwick Roell 250 de Allround-Line) d'une capacité de 250 kN est utilisée. La vitesse de chargement est de  $5 \text{ mm min}^{-1}$  correspondant à une vitesse de déformation moyenne de  $4.2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Comme l'hygrométrie influence profondément le comportement mécanique du liège [12], les échantillons sont conditionnés à RH%50 (RH = humidité relative) préalablement. Le comportement mécanique des deux directions est étudié (dans-le-plan et hors-plan) à température ambiante (environ  $23^\circ\text{C}$ ). Pour chaque expérience, 5 à 8 échantillons ont été testés.

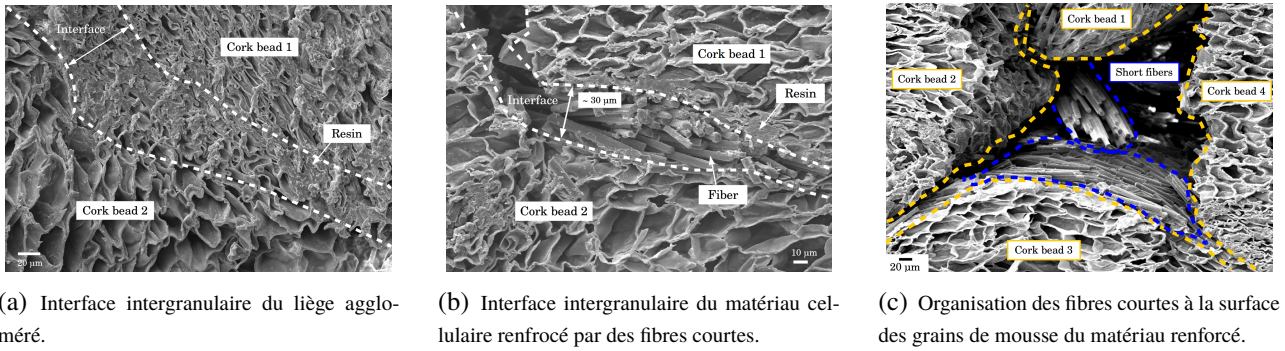
À partir des données de force/déplacement de la machine, les courbes de contrainte/déformation sont déduites en calculant la contrainte nominale ( $\sigma = \frac{F}{S_0}$ ) et la déformation vraie ( $\varepsilon = \ln(\frac{l_0-l}{l})$ ). Le coefficient de Poisson du liège étant proche de 0, la section n'a pas changé pendant l'essai de compression. Pour obtenir le module de Young E, un polynôme de sept degrés est calculé à partir de la courbe réelle. La fin de la partie linéaire de la courbe se trouve à l'aide du minimum de sa dérivée seconde. Un polynôme de degré un est alors calculé entre  $\varepsilon = 0.01$  et ce point. Sa pente correspond au module de Young donné dans cet article. Le module tangent  $E_p$  est défini comme la pente du plateau entre une déformation de 0,1 et 0,3. La contrainte d'effondrement élastique  $\sigma_{el}$  marque la fin du régime linéaire et le début de l'étape du plateau. Elle est définie comme la contrainte à laquelle deux polynômes du premier degré ayant une pente de E et  $E_p$  se rencontrent. La déformation à densification est identifiée comme la déformation d'efficacité énergétique maximale [3, 13]. L'énergie absorbée correspond à la somme des énergies dissipée et élastique. On l'obtient en intégrant le long du déplacement à l'aide de la règle trapézoïdale composite. La densité énergétique absorbée à la densification est ici calculée en intégrant jusqu'à  $\varepsilon = \varepsilon_{densification}$  et en divisant l'énergie trouvée par le volume initial de l'échantillon. Pour chaque paramètre, l'incertitude est calculée comme étant l'écart moyen entre les expériences. Il donne la moyenne des écarts absolus des observations par rapport à leur moyenne arithmétique.

## 3. Résultats & Discussions

### 3.1. Effet des fibres sur la microstructure d'une mousse agglomérée

Les deux matériaux ont une microstructure très similaire. En dehors des interfaces, aucune différence majeure n'a été observée. Les interfaces entre les grains de mousse sont observés à l'aide d'un MEB. La figure 2(a) montre que pour le liège aggloméré, les interfaces sont très fines (environ  $1 \mu\text{m}$ ). Elles sont révélés par des cellules effondrées à proximité et de la résine recouvrant la surface des cellules de liège comme cela a déjà été remarqué pour d'autres agglomérats de liège [14, 11]. De plus, la nature anisotrope des cellules de liège [9] peut aider à distinguer un grain d'un autre.

Pour le matériau cellulaire composite, des cellules effondrées sont également présentes à proximité de l'interface ( Fig.2(b)). Comme pour l'aggloméré de liège, la résine forme un film mince à la surface des grains. Les interfaces sont cependant plus épaisses (environ  $20 \mu\text{m}$ ) à cause des fibres. Il semble que les fibres sont bien dispersées et sont présentes entre chaque grain. Comme les grains, elles semblent la plupart du temps recouvertes de résine. Ils s'organisent souvent en paquets de fibres enduites. Leur diamètre moyen (environ  $50 \mu\text{m}$ ) est cependant beaucoup plus petit que le diamètre des grains de mousse (environ  $300 \mu\text{m}$  [11]).



(a) Interface intergranulaire du liège aggloméré.

(b) Interface intergranulaire du matériau cellulaire renforcé par des fibres courtes.

(c) Organisation des fibres courtes à la surface des grains de mousse du matériau renforcé.

Fig. 2. Clichés MEB des interfaces entre grains de matériaux cellulaires des deux matériaux, sans et avec fibres courtes.

En regardant de plus près la figure 2(c), on constate que les fibres courtes n'endommagent jamais un grain de liège en le traversant. Elles semblent se placer la plupart du temps tangentiellement aux grains de mousse. La longueur moyenne des fibres courtes hachées étant d'environ  $170 \mu\text{m}$ , elles s'adaptent assez bien à la topologie du grain.

Comme déjà remarqué, le procédé de fabrication de la compression uniaxiale provoque une anisotropie transversale des agglomérats de mousse haute densité [14, 11]. Les grains du matériau cellulaire ont tendance à s'aplatir dans le plan de compression, à savoir le plan (Oxy) tel que présenté dans la figure 1(a). [11]. Les interfaces entre les grains sont donc plus orientées dans ce même plan, c'est-à-dire dans la direction dans-le-plan. Les fibres courtes sont alors plus orientées dans le plan (Oxy) puisqu'elles sont tangentes aux grains.

### 3.2. Effet des fibres sur le comportement mécanique macroscopique

Les matériaux cellulaires sont en partie utilisés pour leurs propriétés d'absorption d'énergie. Le comportement en compression des deux matériaux a donc été étudié pour des chargements quasi-statiques. La figure 3.2 affiche les courbes de contrainte/déformation de chaque matériau testé dans les deux directions (hors plan et dans le plan) pour une vitesse de déformation moyenne de  $4,2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Matériau	E [MPa]	$\sigma_{el}$ [MPa]	$E_p$ [MPa]	$\varepsilon_d$ [-]	$\mathcal{E}_d$ [J/mm <sup>3</sup> ]
Liège aggloméré HP	$22.0 \pm 1$	$0.83 \pm 0.06$	$5.77 \pm 0.42$	$0.455 \pm 0.008$	$0.93 \pm 0.08$
Mousse composite HP	$27.7 \pm 1.9$	$1.08 \pm 0.04$	$8.39 \pm 0.34$	$0.457 \pm 0.002$	$1.32 \pm 0.06$
Effet des fibres HP	+ 26 %	+ 30 %	+ 45 %	+ 4 %	+ 42 %
Liège aggloméré DP	$36.0 \pm 2.9$	$1.2 \pm 0.13$	$4.47 \pm 0.57$	$0.530 \pm 0.005$	$1.28 \pm 0.06$
Mousse composite DP	$61.2 \pm 4.5$	$2.07 \pm 0.04$	$7.04 \pm 0.11$	$0.501 \pm 0.005$	$1.99 \pm 0.04$
Effet des fibres DP	+ 70 %	+ 73 %	+ 57 %	-5 %	+ 55 %

Tab. 1. Paramètres matériaux du liège aggloméré et de la mousse composite testés dans les directions dans-le-plan (DP) et hors-plan (HP) à une vitesse de 5 mm/min soit une vitesse de déformation moyenne de  $4.2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Pour les deux matériaux, on remarque un comportement typique de type matériau cellulaire. Pour les petites déformations, ils présentent d'abord un régime linéaire. Leur pente est caractérisée par le module de Young E. Ensuite la contrainte augmente lentement jusqu'à de plus importantes déformations. Cette étape s'appelle le plateau et se caractérise par une contrainte élastique d'effondrement  $\sigma_{el}$  où commence l'étape du plateau (ici élastique dans le cas du liège [9]). Un module tangent  $E_p$  exprime comment le plateau augmente en raison de la compression du gaz [3]. Enfin, la contrainte augmente fortement autour de  $\varepsilon_d$ . C'est ce qu'on appelle la densification. La comparaison des courbes déformations-contraintes n'indique pas d'écarts importants dans le comportement global.

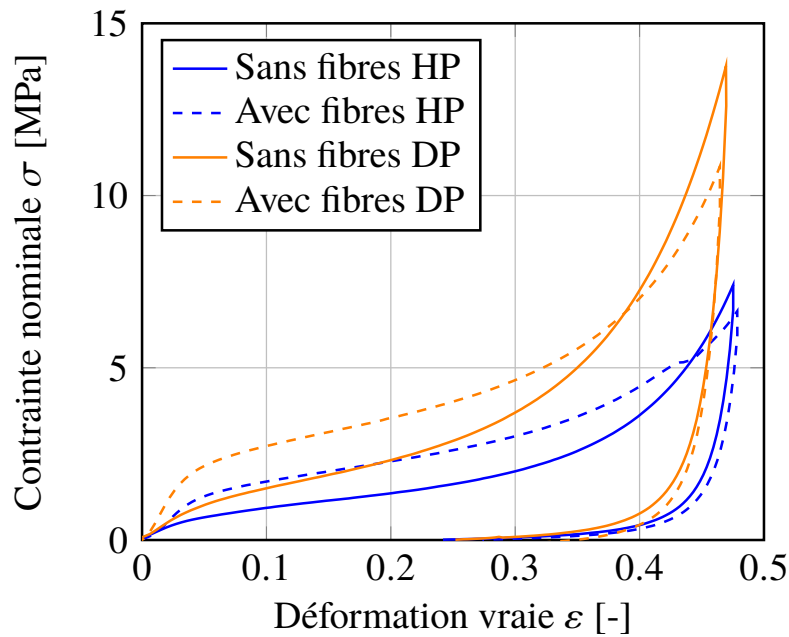


Fig. 3. Courbes contrainte/déformation expérimentales du liège aggloméré et du matériau cellulaire avec fibres courtes testés dans les directions dans-le-plan (DP) et hors-plan (HP) à une vitesse de 5 mm/min soit une vitesse de déformation moyenne de  $4.2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Tous les paramètres matériaux décrits ci-dessus ( $E$ ,  $\sigma_p$ ,  $E_p$ ,  $\varepsilon_d$  et  $\mathcal{E}_d$ ) ont été calculés pour le liège aggloméré et la mousse renforcée. Leurs valeurs pour une vitesse de déformation moyenne de  $4,2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour chaque matériau et direction se trouvent dans le tableau 1. Dans les deux directions, de nombreux paramètres du matériau sont influencés par l'ajout de fibres, comme indiqué par Tab. 1. Le module de Young augmente de 26 et 70 %, dans la direction hors-plan et dans-le-plan, respectivement. La contrainte d'effondrement élastique augmente jusqu'à 30 et 73 %, dans la direction hors plan et dans le plan, respectivement. Le module tangent et l'énergie absorbée à la densification sont également plus élevés pour la mousse composite, d'environ 45 et 57 %, dans la direction hors-plan et dans-le-plan, respectivement. Ainsi, en comparant plusieurs paramètres de matériaux tels que le module de Young ou la contrainte de plateau, il semble que l'ajout de fibres courtes augmente la rigidité globale de la mousse.

Ceci est principalement dû au module élevé des fibres par rapport au matériau cellulaire. Lorsqu'elles sont sollicitées, elles augmentent la rigidité des interfaces. Il en résulte un matériau cellulaire globalement plus rigide, qui est caractérisé (en plus du module de Young) par un plateau de contrainte plus élevé et donc plus d'énergie absorbée pendant la compression [3]. Au contraire, la déformation à densification  $\varepsilon_d$  ne varie pas entre le liège aggloméré et la mousse renforcée. La stabilité de la déformation à densification est due au fait que la densification se produit lorsque de nombreuses cellules sont effondrées. Il ne dépend donc pas de la rigidité du matériau. Néanmoins, la contrainte à densification sera elle plus élevée pour le matériau cellulaire renforcé car il est plus rigide que celui sans fibres. Pour atteindre une telle déformation, il faudra donc une contrainte beaucoup plus importante.

### 3.3. Effet de l'orientation des fibres sur le comportement mécanique macroscopique

Dans la section précédente, des divergences entre les paramètres des matériaux testés dans-le-plan et hors-plan ont été constatées. Tab.2 indique comment l'anisotropie entre ces deux directions est modifiée par la présence des fibres. L'amélioration due aux fibres est plus présente dans le plateau pour la direction hors-plan (en regardant  $E_p$  dans Tab.2). L'anisotropie a donc tendance à diminuer

pour cette partie de la courbe.

Au contraire, le comportement mécanique est fortement influencé dès le début dans la direction dans-le-plan. C'est pourquoi l'anisotropie augmente fortement dès le début, avec une différence dans les modules de +121 % et une différence dans les contraintes limite d'effondrement de +92 % pour la mousse renforcée. La différence d'anisotropie entre le liège aggloméré et la mousse est alors très importante, avec  $\Delta E$  et  $\Delta\sigma_{el}$  qui valent 89 et 109 %, respectivement.

Comme indiqué précédemment, la mousse agglomérée à haute densité obtenue par compression uni-axiale présente un comportement mécanique anisotrope [14] causé par une microstructure anisotrope à l'échelle du grain. L'analyse par tomographie à rayons X a montré qu'après le processus de fabrication, les grains sont aplatis dans le plan de compression, donc dans la direction dans-le-plan [11]. Comme les fibres courtes se trouvent le plus souvent tangentiellement à ces grains, les fibres auront donc tendance à être plus orientées dans la direction dans-le-plan. Les interfaces sont alors plus rigides dans cette direction. L'ajout des fibres font alors des interfaces un réseau rigide et anisotrope qui s'ajoute au matériau déjà anisotrope de par ses grains aplatis. Ceci explique pourquoi l'anisotropie est plus élevée dans le matériau composite.

De plus, cette orientation préférentielle implique que, selon le sens de sollicitation, les fibres ne sont pas aussi sollicitées pour les mêmes valeurs de déformation et donc pour les mêmes mécanismes de déformation. Lorsque la mousse renforcée est comprimée dans la direction hors-plan, les fibres sont le plus souvent orientées perpendiculairement à cette direction. Ils sont donc principalement sollicités en flexion mais les grains de liège auront tendance à se déformer avant eux. C'est pourquoi leur effet s'observe surtout après l'effondrement élastique. Par contre, lorsque l'échantillon est comprimé dans la direction dans-le-plan, les fibres sont placées de façon aléatoire. Afin de déformer la mousse renforcée, les fibres seront alors sollicitées soit en flexion, soit en tension, soit en cisaillement selon leur orientation. Ceci explique pourquoi le module de Young et la contrainte d'élasticité à l'effondrement sont beaucoup plus accentués dans cette direction.

Les fibres courtes semblent alors globalement raidir le matériel cellulaire et améliorer l'énergie absorbée avant densification. C'est cependant au prix d'une contrainte d'effondrement élastique plus élevée  $\sigma_{el}$  et donc d'une contrainte de plateau plus élevée. L'ajout de fibres courtes provoque également une augmentation de l'anisotropie entre la direction dans-le-plan et la direction hors-plan car elles sont orientées dans le matériau cellulaire et forment un réseau anisotrope. Elles seront ainsi plus sollicitées dans la direction dans-le-plan. Ainsi, selon le sens de sollicitation, les fibres ne semblent pas avoir le même rôle dans les mécanismes de déformation.

Matériau	E [MPa]	$\sigma_{el}$ [MPa]	$E_p$ [MPa]	$\varepsilon_d$ [-]	$\mathcal{E}_d$ [J/mm <sup>3</sup> ]
Anisotropie dans le liège aggloméré	+ 64 %	+ 44 %	- 23 %	+ 16 %	+ 38 %
Anisotropie dans la mousse renforcée	+ 121 %	+ 92 %	- 16 %	- 10 %	+ 51 %
Effet des fibres	+ 89 %	+ 109 %	- 30 %	- 38 %	+ 34 %

Tab. 2. Différence en pourcentage entre les paramètres matériaux de la direction hors-plan et dans-le-plan du liège aggloméré et de la mousse agglomérée renforcée, pour un essai de compression uni-axiale à une vitesse de 5 mm/min soit une vitesse de déformation moyenne de  $4.2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### 3.4. Mécanismes de déformation sous compression uni-axiale

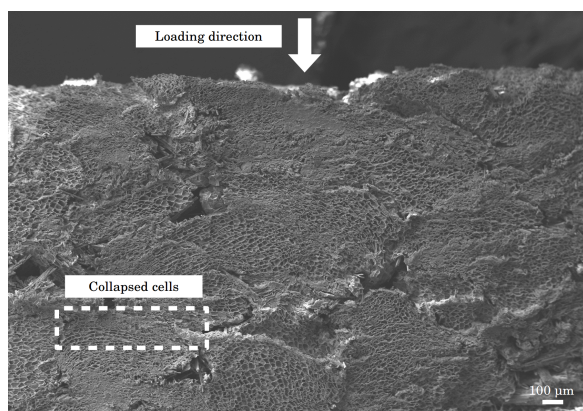
Les deux matériaux cellulaires ont été observés après compression. Dans les directions de compression dans le plan et hors plan, les observations sont très similaires à l'échelle de la cellule.

Peu de temps après la fin du chargement, de nombreuses cellules sont encore effondrées dans le sens de chargement, comme on peut le voir sur la figure 4(a). Les parois des cellules ont flambé principalement dans le sens de la charge. Mais en fonction de la géométrie locale de l'organisation

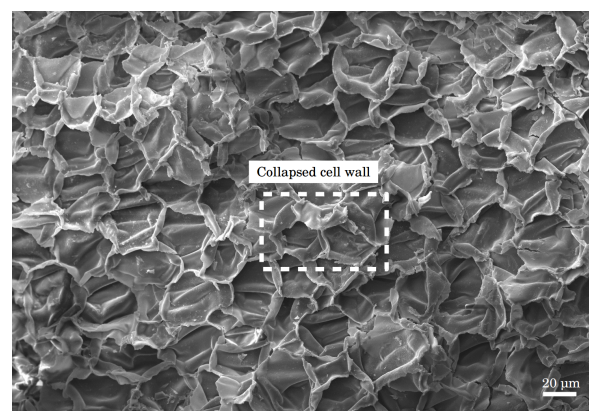


des grains, les cellules peuvent également être effondrées dans d'autres directions. Ainsi, même si la charge macroscopique est uni-axiale, en raison de la microstructure complexe, des modes de charge mixtes apparaissent à l'échelle microscopique.

Les observations de la surface de compression sur la Fig. 4(b) montrent des parois effondrées. Certaines cellules ont recouvert leur taille d'origine pendant le déchargement ou en raison de la viscosité élevée du matériau, retourneront à leur état initial plus tard. C'est pourquoi la hauteur de l'échantillon augmente lentement, même après la fin du chargement. Cependant, certaines cellules de la mousse resteront effondrées, même après un long moment. Ainsi après une certaine valeur dans la déformation locale, certaines cellules voient leurs parois déformées plastiquement. Les observations SEM sont très similaires entre les deux matériaux. Pour chaque type de matériau, les cellules effondrées se trouvent principalement à la périphérie du grain, près de l'interface. Certains grains ont toutes leurs cellules effondrées. Les mécanismes de déformation en compression ne sont donc pas fondamentalement différents entre le liège aggloméré et la mousse composite et sont proches de ceux présentés dans des travaux antérieurs [11].



(a) Observation au MEB juste après chargement du profil d'une éprouvette de liège aggloméré avec fibres courtes comprimée dans la direction hors-plan.



(b) Observation juste après chargement de la surface d'une éprouvette de liège aggloméré courtes comprimée dans la direction hors-plan.

Fig. 4. Observations MEB d'éprouvettes de matériaux cellulaires agglomérés juste après chargement (compression uni-axiale).

#### 4. Conclusions

Dans cet article, le renforcement des matériaux cellulaires par des fibres courtes a été étudié. Le matériau composite était constitué de grains de matériau cellulaire (ici du liège) mélangées à une résine polymère et à des fibres courtes. Ce mélange a ensuite été comprimé uni-axialement avant la polymérisation dans un four.

En considérant l'échelle macroscopique, l'ajout de fibres courtes améliore le comportement en compression. Pour ce mode de chargement, la mousse renforcée présente encore un comportement typique d'un matériau cellulaire avec les trois étapes distinctes (comportement linéaire, plateau et densification). À part la déformation à densification, tous les autres paramètres du matériau ont augmenté avec l'ajout de fibres. Le module de Young  $E$ , la contrainte d'effondrement  $\sigma_{el}$ , l'énergie absorbée et le module tangent  $E_p$  augmentent tous entre 26 et 45 % pour la direction hors-plan et entre 55 et 73 % pour la direction dans-le-plan. Cette anisotropie supplémentaire a été corrélée avec l'orientation préférentielle des fibres courtes observée dans le plan.

Les observations microscopiques ont indiqué que concernant les mécanismes de compression les fibres courtes ne semblent pas les modifier fondamentalement. Mais en raison de la microstructure



complexe des deux matériaux, un simple chargement en compression uniaxiale semble induire des modes de déformation mixtes à l'échelle des grains et des cellules.

Afin d'adapter les propriétés mécaniques des matériaux cellulaires, les mousses multi-échelles et les fibres courtes semblent une alternative intéressante. D'autres améliorations peuvent être réalisées en utilisant des fibres avec une longueur et une quantité optimisées [7], ou bien des traitements de surface tels que des agents de couplage spécialement adaptés à la résine particulière.

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet LIAMA (soutenu par Liège HPK, Safran Power Unit et la Région Nouvelle Aquitaine).

## Références

- [1] N. J. Mills, C. Fitzgerald, A. Gilchrist, R. Verdejo « Polymer foams for personal protection : Cushions, shoes and helmets », *Composites Science and Technology* Vol. 63 n° 16, pp. 2389–2400, 2003, ISSN 02663538.
- [2] L. Maheo, P. Viot « Impact on multi-layered polypropylene foams », *International Journal of Impact Engineering* Vol. 53, pp. 84–93, 2013, ISSN 0734743X.
- [3] L. J. Gibson, M. F. Ashby, *Cellular Solids : Structure and Properties*, Cambridge University Press, Oxford, cambridge edn., 1997.
- [4] M. Chatain « Matériaux composites : présentation générale », *Techniques de l'Ingénieur* Vol. base docum n° ref. article : am5000, pp. 1–11, 2015.
- [5] T. C. Cotgreave, J. B. Shortall « The mechanism of reinforcement of polyurethane foam by high-modulus chopped fibres », *Journal of Materials Science* ISSN 00222461.
- [6] A. G. Denay, S. Castagnet, A. Roy, G. Alise, C. Coursault, D. Mellier « Size effect in glass fiber reinforced and pure polyurethane foams in monotonic and creep compression », *Journal of Cellular Plastics* ISSN 0021955X.
- [7] M. V. Alonso, M. L. Auad, S. Nutt « Short-fiber-reinforced epoxy foams », *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* ISSN 1359835X.
- [8] P. Viot, D. Bernard « Multi-scale foam behaviour characterisation », *Computational Methods and Experiments in Materials Characterisation III* Vol. I, pp. 197–206, 2007, ISSN 1743-3533.
- [9] L. J. Gibson, K. E. Easterling, M. F. Ashby « The Structure and Mechanics of Cork », *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* Vol. 377 n° 1769, pp. 99–117, 1981, ISSN 1364-5021.
- [10] L. Le Barbenchon, J. Girardot, J.-B. Kopp, P. Viot « Strain Rate Effect on the Compressive Behaviour of Reinforced Cork Agglomerates », in : EPJ Web of Conferences, vol. 183, , pp. 3018, 2018.
- [11] L. Le Barbenchon, J.-B. Kopp, J. Girardot, P. Viot « Multi-scale foam : 3D Structure/Compressive Behaviour Relationship Of Agglomerated Cork », *Materialia* .
- [12] A. Lagorce-Tachon, T. Karbowiak, D. Champion, R. D. Gougeon, J. P. Bellat « Mechanical properties of cork : Effect of hydration », *Materials and Design* Vol. 82, pp. 148–154, 2015, ISSN 18734197.
- [13] Q. M. Li, I. Magkiriadis, J. J. Harrigan « Compressive strain at the onset of densification of cellular solids », *Journal of Cellular Plastics* ISSN 0021955X.
- [14] M. Joao Teixeira, A. C. Fernandes, B. Saramago, M. E. Rosa, J. C. Bordado « Influence of the wetting properties of polymeric adhesives on the mechanical behaviour of cork agglomerates », *Journal of Adhesion Science and Technology* .