



**HAL**  
open science

# Structure et propriétés mécaniques d'empilements aléatoires de sphères creuses : caractérisation et modélisation

Alexandre Fallet

► **To cite this version:**

Alexandre Fallet. Structure et propriétés mécaniques d'empilements aléatoires de sphères creuses : caractérisation et modélisation. Matériaux. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2008. Français. NNT: . tel-00396409

**HAL Id: tel-00396409**

**<https://theses.hal.science/tel-00396409>**

Submitted on 18 Jun 2009

**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.

**INSTITUT POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE**

**N° attribué par la bibliothèque**

|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|

**THESE**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'Institut Polytechnique de Grenoble**

**Spécialité** : « *Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie* »

préparée au laboratoire Sciences et Ingénierie des Matériaux et des Procédés

dans le cadre de l'**Ecole Doctorale** « *Ingénierie – Matériaux, Mécanique, Environnement, Energétique, Procédés,*

*Production* »

présentée et soutenue publiquement

par

Alexandre FALLET

le 04 décembre 2008

***Structure et propriétés mécaniques d'empilements aléatoires de sphères creuses: caractérisation et modélisation***

*Directeur de thèse: YVES BRECHET*

*Co-encadrant: LUC SALVO*

**JURY**

Mme Dominique POQUILLON  
M. Samuel FOREST  
M. Andreas MORTENSEN  
M. Jacques DESRUES  
M. Régis BOUCHET  
M. Yves BRECHET  
M. Luc SALVO

, Présidente  
, Rapporteur  
, Rapporteur  
, Examineur  
, Examineur  
, Directeur de thèse  
, Co-encadrant



# RÉSUMÉ

« *Structure et propriétés mécaniques d'empilements aléatoires de sphères creuses : caractérisation et modélisation* »

Les empilements de sphères creuses sont constitués de coques métalliques minces de forme sphérique reliées entre elles par un contact solide. Ce sont des matériaux cellulaires, à architecture interne, présentant une porosité mixte et qui possèdent des propriétés multifonctionnelles (mécanique, acoustique, thermique). L'objectif de cette thèse est d'étudier et de caractériser la structure et l'architecture des empilements afin d'établir le lien avec les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques effectives du matériau. Les travaux effectués se divisent en trois parties :

**Caractérisation structurale** : La structure et l'architecture interne de différents types d'empilements de sphères creuses en nickel et en acier inoxydable ont été examinées par tomographie aux rayons X. L'analyse des images 3D obtenues permet de caractériser précisément les paramètres structuraux des empilements, tels que les distributions de diamètre et d'épaisseur des sphères, la taille et le nombre de contacts entre sphères. L'impact du procédé d'élaboration sur la structure finale du matériau a également été mis en évidence.

**Comportement et propriétés mécaniques** : Le comportement macroscopique des empilements a été étudié par la réalisation d'essais de compression simple. Ils ont notamment permis de déterminer les propriétés effectives (module d'élasticité, limite d'élasticité, module d'écroutissage) et d'établir une loi d'évolution phénoménologique de ces propriétés sous la forme d'une loi en puissance de la densité des empilements. De plus des essais *in-situ* en tomographie aux rayons X ont été effectués afin d'identifier au cœur de l'échantillon les mécanismes qui gouvernent la déformation et la ruine des empilements.

**Modélisation numérique** : Une méthode de modélisation mixte, par éléments finis et éléments discrets, a été développée pour simuler le comportement mécanique des empilements et calculer leurs propriétés effectives. Des simulations par éléments finis sur un couple de sphères creuses sont effectuées pour déterminer les lois de contact entre deux sphères. Ces relations sont ensuite intégrées dans un calcul par éléments discrets qui permet de déterminer le comportement de l'ensemble de l'empilement et ainsi de proposer des lois d'échelles reliant les propriétés mécaniques aux paramètres structuraux du matériau.

**Mots-clés** : Matériaux cellulaires, empilements de sphères creuses, tomographie aux rayons X, analyses d'images 3D, propriétés mécaniques, essais mécaniques, modélisation éléments finis, méthode des éléments discrets.



# ABSTRACT

« *Structure and mechanical properties of hollow spheres foams :  
characterization and modelling* »

In the framework of designing lightweight multifunctional materials (structural, acoustics, thermal) architected cellular metals are investigated. This thesis focus on metallic hollow spheres foams. They are cellular solids, which show both open and closed porosity, made of random packing of thin spherical metallic shells bonded together by a solid neck. The aim of this work is to study the mechanical behaviour and to analyze the crush mechanisms leading to the collapse of the foam in regards to the structure and architecture of the material. The relationships between the structure and the macroscopic mechanical properties (Young modulus, yield strength) are also investigated and scaling laws are determined. The work is divided into three parts :

**Structural characterization** : The structure and the architecture of different specimens, made of nickel and stainless steel hollow spheres, have been investigated by X-ray microtomography. This technique is very attractive because it provides non-destructively the 3-dimensional structure of the material. The 3D images obtained are analyzed by digital images processing which allows to characterize accurately the structural parameters of the foams, such as the size distribution of diameters and thicknesses of the spheres, the number of contacts between each spheres and the size distribution of these contacts. The effect of the manufacturing process on the final structure of the foam has also been highlighted.

**Experimental mechanical behaviour** : Uniaxial quasi-static compression tests have been performed on hollow spheres foams of different densities in order to measure the macroscopic mechanical properties such as unloading modulus, yield strength and strain hardening behaviour. At a lower scale, X-ray tomography *in-situ* compression tests have also been carried out. These experiments enable to follow locally the cells deformation within the sample and then to identify the plasticity and crush mechanisms active inside the foam.

**Numerical modelling** : The modelling approach consists of two steps. First, finite element computations on the compression of a pair of connected spheres allow to analyze the observed local behaviour according to the structural parameters of the spheres. Then at macroscale, using discrete elements calculations, we propose a description of the mechanical behaviour in coherence with the previously observed local mechanisms. Numerical random packings are generated using a discrete element code in which the contacts between hollow spheres are modelled as bonds which deform elasto-plastically. Contact laws, which describe the normal and tangential forces and the resisting moments at these bonds, are determined using Finite Element simulations on a pair of hollow spheres. This discrete element model enables to describe correctly the mechanical behaviour of hollow spheres foams for small macroscopic strain and thus to propose scaling laws for the macroscopic properties according to the structural parameters of the material.

**Keywords** : Cellular solids, hollow spheres foam, X-ray tomography, 3D images analysis, mechanical properties, mechanical testing, finite element modelling, discrete element method.



# Remerciements

Ah les remerciements, les fameux remerciements, la première chose qu'on lit (qui a dit la seule?! ) mais la dernière que l'on écrit. J'aimerais pouvoir être complètement exhaustif mais rien n'est moins sur, je vais donc commencer par remercier celles et ceux que je vais oublier.

Je souhaite avant tout adresser mes plus sincères remerciements aux membres du jury qui ont accepté d'évaluer mes travaux. Merci à Messieurs *Samuel Forest* et *Andreas Mortensen* de m'avoir fait l'honneur de rapporter cette thèse. Merci également à Madame *Dominique Poquillon* pour avoir présidé ce jury ainsi qu'à *Jacques Desruets* et *Régis Bouchet* pour avoir pris de leur temps pour lire cette thèse.

Ces travaux ont débuté en 2005 au sein de l'école doctorale **Matériaux et Génie des Procédés** de l'*Institut National Polytechnique de Grenoble* au laboratoire GPM2 pour prendre fin 37 mois plus tard à l'école doctorale **Ingénierie - Matériaux Mécanique Energétique Environnement Procédés Production** du *Grenoble Institute of Technology* au laboratoire SIMAP. Que de changements et de chemin parcouru en 3 ans de temps! Néanmoins le passage de « labo » à « groupe » n'a en rien altéré l'ambiance de travail si appréciable du GPM2 ni la valeur scientifique et humaine de son personnel.

Je souhaite pour cela remercier en premier lieu *Didier Bouvard* et *Jean-Jacques Blandin*, respectivement directeur du labo à mon arrivée et directeur du groupe après la « fusion », pour m'avoir accueilli dans leur structure.

Un énorme et chaleureux merci à *Yves Bréchet* et *Luc Salvo* pour m'avoir encadré et conseillé durant ces trois années et pour m'avoir accordé leur confiance. Yves et son éternel enthousiasme débordant pour les matériaux en tout genre, qu'il ne peut s'empêcher de transmettre à toute personne qu'il côtoie. Si je devais vous donner un conseil ce serait de prendre quelques minutes pour discuter avec lui, on en ressort changé! Quant à Luc je suis très reconnaissant de sa grande disponibilité, sa compréhension des problèmes du quotidien et son sens poussé de la pédagogie. J'ai énormément appris à leurs cotés et je leur dois beaucoup.

Je remercie également l'ensemble des membres du GPM2 qui m'ont permis de réaliser cette thèse dans d'excellentes conditions : Claire et Claude pour la parfaite gestion des missions et autres tracasseries administratives (et leur constante sympathie et bonne humeur), Christophe pour m'avoir ouvert les portes de son **dp3D**, Didier et Marc mes collègues d'enseignement de la RdM à l'EN-SIEG, ainsi que Michel, Rémy, Edgar, David, Georges, Émilie, Charles, Franck, Gilles.

Je tiens également à remercier les personnes qui ont collaboré à cette thèse, notamment l'équipe de Régis Bouchet à l'ONERA : Fady, Nicolas, Vincent, Cécile, Jérôme, Pierre, ainsi que nos amis Lyonnais de l'INSA : Olivier, Eric et Jérôme qui nous ont grandement aidé avec le tomographe et la machine de compression in-situ. Vous êtes des bons!

Un merci particulier à tous les thésards et thésardes du GPM2 avec qui j'ai passé de supers moments au labo mais également en dehors. Tout d'abord les anciens, ceux du début : Ariane, Perrine, Alex, Ludo, Seb (qui a pris du galon sur ces 3 ans), Sylvain et Jenn, Ju, Thomas. Et puis les plus récents : les « *milli-thésards* »<sup>1</sup> Charles (t'as encore quelques blocs pour ma terrasse?), Jean-Fifou

---

1. appellation d'origine contrôlée, made in Yves Bréchet



et ses moutons d'acier, Pierre l'autre Monsieur sphères creuses, Mister Magnésium Alloy alias Rémi Boiss', Luis (*lo siento no hablo espanol*), Juliette, Carine, Hyung-Jun, Patrick et aussi les expatriés Soubi et Marie. Enfin il y a les tous jeunes : Laurent l'optimisateur de choc, l'équipe des amorphes Jennifer et Antoine, et Yannick et Eliane.

Mais une thèse ce n'est pas que le labo, c'est également une vie à coté (sisi il y a des temps libres des fois), des sorties, des loisirs, du sport, qui permettent de trouver un bon équilibre. Pour cela je remercie Toan qui m'a appris à dompter la 3<sup>ème</sup> dimension. Il a du faire preuve d'une sacrée patience, et encore mes tonneaux sont encore loin d'être parfaits, manque toujours du pied à gauche !

Merci aussi à la troupe de volleyeurs (la liste entière serait trop longue) de l'UAS et ailleurs : JC, Mat, Val, Marco, Toine, Jéjé, Thib, Hugo, Seb, Patoche, Nad, Auré, etc ... mais également à toute la bande de potes, Pierro, Auré, Yo, JB, Rom, Nico, Rémi, Steph, Winz, etc ... Je garderai de sacrés souvenirs de ces années à vos cotés !

Enfin je termine par celles et ceux qui ont une importance toute particulière pour moi : l'ensemble de ma famille. Jeannette, et surtout mes deux bons frangins Guillaume et Antoine et ceux sans qui tout ça ne serait jamais arrivé : mon cher papa *Lionel* et ma chère maman *Pierrette*. Merci tout simplement d'être vous et d'être là. Vous n'imaginez pas comme votre soutien et votre présence ont été — et sont encore — importants.

*Une pensée émue pour Roger et Catherine.*

# Table des matières

---

---

|   |          |
|---|----------|
| <b>Introduction et contexte général</b> | <b>3</b> |
|---|----------|

---

---

---

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Matériaux cellulaires, mousses métalliques et empilements de sphères creuses : état de l'art</b> | <b>11</b> |
|---|-----------|

---

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>I Généralités sur les matériaux cellulaires et mousses métalliques</b> | <b>11</b> |
| Introduction . . . . .  | 12        |
| 1 Qu'appelle-t-on matériau cellulaire? . . . . .                          | 12        |
| 2 La fabrication des matériaux cellulaires . . . . .                      | 13        |
| 3 Propriétés des matériaux cellulaires et applications . . . . .          | 15        |
| 4 Comportement mécanique des mousses métalliques . . . . .                | 18        |
| Conclusion . . . . .  | 30        |
| <b>II Les empilements de sphères creuses</b>                              | <b>33</b> |
| Introduction . . . . .  | 34        |
| 1 Matériaux constitutifs, propriétés et applications . . . . .            | 34        |
| 2 Procédés d'élaboration des empilements . . . . .                        | 41        |
| 3 Comportement et propriétés mécaniques . . . . .                         | 49        |
| Conclusion . . . . .  | 60        |

---

---

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Présentation du matériau et des outils pour sa caractérisation et sa modélisation</b> | <b>63</b> |
|--|-----------|

---

---

|  |           |
|--|-----------|
| <b>III Matériaux disponibles</b>   | <b>63</b> |
| Introduction . . . . .   | 64        |
| 1 Empilements aléatoires brasés <i>ATECA</i> . . . . .                                 | 64        |
| 2 Empilements aléatoires frittés <i>PLANSEE</i> . . . . .                              | 66        |
| 3 Différences entre les matériaux et paramètres structuraux caractéristiques . . . . . | 68        |
| Conclusion . . . . .   | 71        |

|             |   |            |
|-------------|---|------------|
| <b>IV</b>   | <b>Méthodes et outils de caractérisation</b>  | <b>73</b>  |
|             | Introduction . . . . .  | 74         |
|             | 1 Caractérisation de la structure et de l'architecture . . . . .                                      | 74         |
|             | 2 Caractérisation du comportement et des propriétés mécaniques . . . . .                              | 95         |
|             | Conclusion . . . . .  | 103        |
| <b>V</b>    | <b>Méthodes et outils de modélisation</b>   | <b>105</b> |
|             | Introduction . . . . .  | 106        |
|             | 1 Motivations et choix de la méthode . . . . .  | 106        |
|             | 2 Simulations par éléments discrets . . . . .   | 109        |
|             | 3 Simulations par éléments finis . . . . .  | 124        |
|             | Conclusion . . . . .  | 135        |
| <hr/> <hr/> |   |            |
|             | <b>Caractérisation structurale et relations entre procédé d'élaboration et paramètres structuraux</b> | <b>139</b> |
| <hr/> <hr/> |   |            |
| <b>VI</b>   | <b>Caractérisation de l'architecture</b>  | <b>139</b> |
|             | Introduction . . . . .  | 140        |
|             | 1 Paramètres à caractériser . . . . .   | 140        |
|             | 2 Analyses qualitatives . . . . .   | 141        |
|             | 3 Analyses quantitatives . . . . .  | 144        |
|             | Conclusion . . . . .  | 155        |
| <b>VII</b>  | <b>Relations avec le procédé d'élaboration</b>  | <b>157</b> |
|             | Introduction . . . . .  | 158        |
|             | 1 De la fabrication à la structure des empilements . . . . .  | 158        |
|             | 2 Bilan : comparaison <i>ATECA</i> / <i>PLANSEE</i> . . . . .   | 163        |
|             | Conclusion . . . . .  | 165        |
| <hr/> <hr/> |   |            |
|             | <b>Caractérisation mécanique : de l'architecture du matériau à son comportement mécanique</b>         | <b>169</b> |
| <hr/> <hr/> |   |            |
| <b>VIII</b> | <b>Mécanismes de déformation à l'échelle de la mésostructure</b>                                      | <b>169</b> |
|             | Introduction . . . . .  | 170        |
|             | 1 Résultats expérimentaux par tomographie X . . . . .   | 170        |
|             | 2 Modélisation de deux sphères creuses en contact . . . . .   | 178        |
|             | Conclusion . . . . .  | 185        |
| <b>IX</b>   | <b>Comportement macroscopique et propriétés mécaniques effectives</b>                                 | <b>187</b> |
|             | Introduction . . . . .  | 188        |
|             | 1 Résultats expérimentaux en compression . . . . .  | 188        |
|             | 2 Des mécanismes de déformation locaux au comportement macroscopique . . . . .                        | 197        |
|             | 3 Modélisation d'empilements de sphères creuses . . . . .   | 202        |

---

|   |                                   |     |
|---|-----------------------------------|-----|
| 4 | Analyses et discussions . . . . . | 217 |
|   | Conclusion . . . . .              | 228 |

---

---

|  |  |            |
|--|--|------------|
|  | <b>Conclusions générales et perspectives</b> | <b>231</b> |
|--|--|------------|

---

---

|  |                      |            |
|--|----------------------|------------|
|  | <b>Bibliographie</b> | <b>235</b> |
|--|----------------------|------------|

---

---

|  |                |            |
|--|----------------|------------|
|  | <b>Annexes</b> | <b>245</b> |
|--|----------------|------------|

---

---

|  |   |            |
|--|---|------------|
|  | <b>Annexe A : Analyses d'images 3D</b>            | <b>245</b> |
|  | <b>Annexe B : Synthèse des données numériques</b> | <b>253</b> |



---

# Introduction et contexte général

---



# Introduction générale

Depuis les débuts de l'aviation commerciale, il y a maintenant plus de 50 ans, le trafic aérien est en constante croissance. L'augmentation continue du nombre de vols, mais également de la taille des avions, posent de plus en plus de problèmes en terme de pollution atmosphérique et sonore. La réduction du bruit des appareils, notamment aux environs des zones résidentielles près des grands aéroports, est devenu un enjeu politico-socio-économique majeur. Et même si, comme l'illustre la figure 1, un Airbus A380 d'aujourd'hui émet une énergie sonore par passager 100 fois moindre que son « ancêtre » la Caravelle d'il y a 40 ans, les perspectives d'expansion soutenue du transport aérien mondial posent un défi de taille à l'ensemble de la recherche aéronautique.

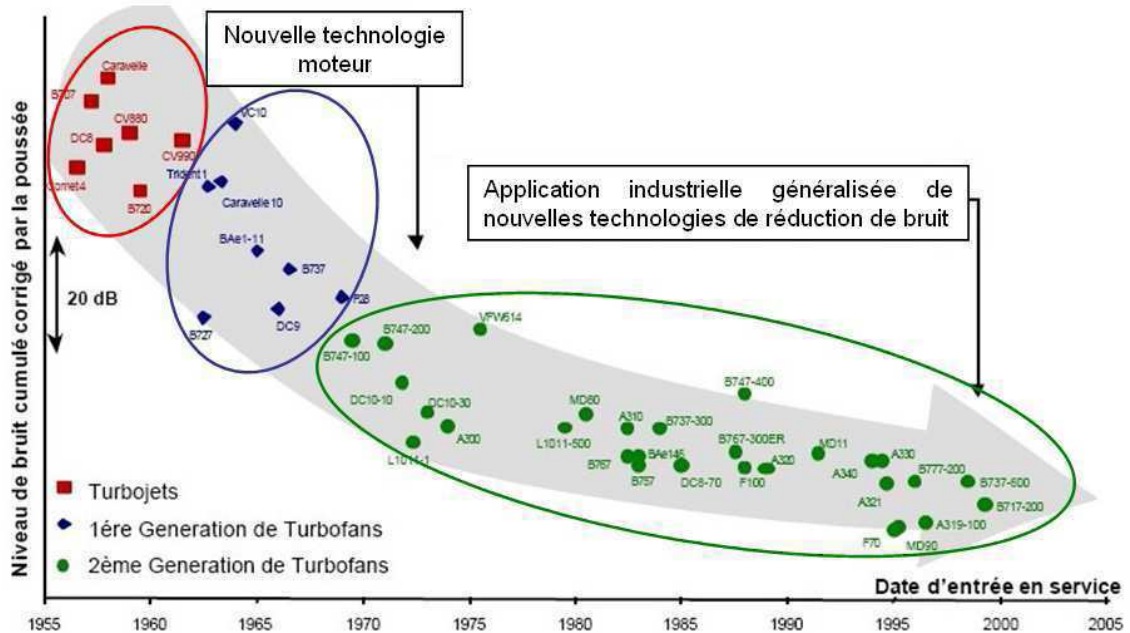


Fig. 1 : Évolution du niveau de bruit des avions au cours des 50 dernières années. Extrait de [1].

Mais si la réduction du bruit est un problème clairement posé, il s'avère être un défi des plus difficiles à résoudre dans la pratique. En effet les diverses émissions sonores que produit un aéronef au décollage ou en approche font intervenir des mécanismes physiques nombreux et complexes et souvent encore mal connus à ce jour. Des travaux de recherche effectués ces dernières années ont permis d'identifier et de quantifier les principaux phénomènes à l'origine des forts niveaux de bruit émis par les aéronefs. On peut les séparer en deux composantes, détaillées sur la figure 2, qui sont d'une part le bruit de cellule et d'autre part le bruit de moteur.

Le bruit de cellule est principalement dû aux fortes interactions de l'écoulement de l'air avec les éléments de structure de l'avion comme le fuselage, voilure, dérive, train d'atterrissage, dispositifs hypersustentateurs. Ces interactions génèrent des phénomènes fortement turbulents et donc



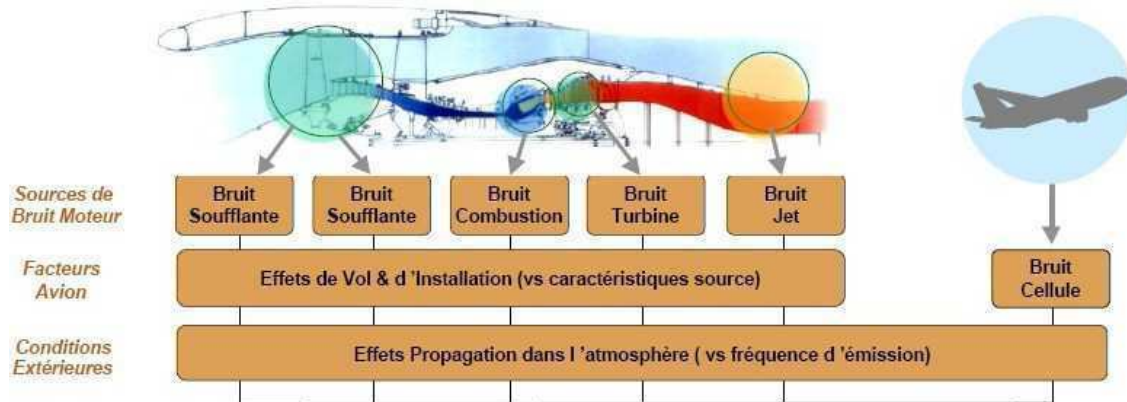


Fig. 2 : Les diverses sources de bruit d'un aéronef provenant de la cellule et du moteur. Extrait de [1].

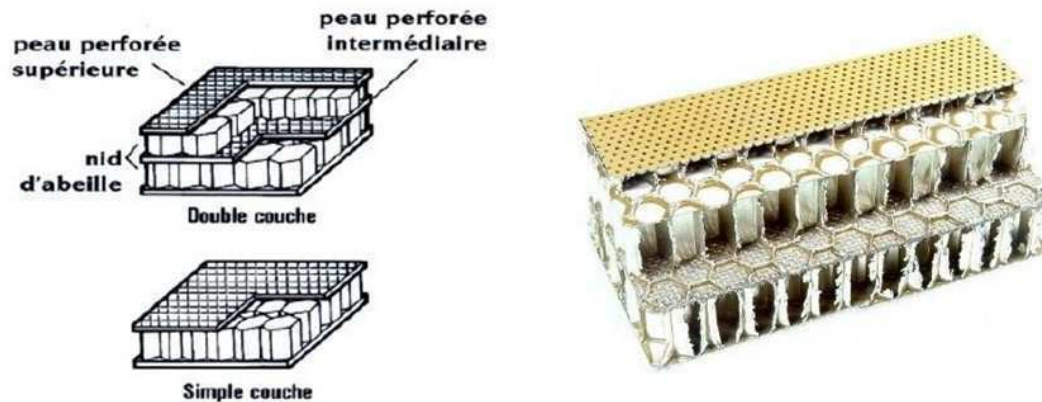
des bruits aérodynamiques importants. Au décollage ces bruits sont masqués par ceux des moteurs, mais en phase d'atterrissage ils deviennent prépondérants et peuvent atteindre  $10 \text{ dB}$  au-dessus du bruit du moteur. Dans ce domaine des recherches sont menées pour caractériser les sources de bruit et optimiser aéroacoustiquement les éléments de structure notamment les trains d'atterrissage et les becs et volets hypersustentateurs.

Le bruit des moteurs, quant à lui, a été très fortement réduit depuis les premiers réacteurs à simple flux des années 50. Dans ces premiers modèles tout l'air entrant était éjecté à grande vitesse, de l'ordre de  $400 \text{ m/s}$ . Ce puissant jet chaud, en se mélangeant à l'air ambiant, provoquait de fortes turbulences génératrices d'un bruit basse fréquence de  $50$  à  $500 \text{ Hz}$ . La source de ce bruit, éloignée du moteur, ne peut pas être contrôlée et sa fréquence est particulièrement favorable à une bonne propagation dans l'atmosphère.

Dans les années 70 une nouvelle génération de turboréacteurs, dits à « double flux », fut développée et mise en service. Dans ces moteurs une partie seulement de l'air entrant, appelé jet primaire, passe dans la chambre de combustion et est éjecté à grande vitesse. L'autre partie, le jet secondaire, est accéléré par la soufflante tournante puis passe autour du moteur pour ensuite se mélanger au jet primaire à l'arrière de la nacelle. Ainsi la vitesse moyenne de l'air éjecté est beaucoup plus faible et le bruit est réduit. Cependant dans ce type de moteur la présence de la soufflante génère un autre bruit de sifflement caractéristique vers  $3500 \text{ Hz}$ , dû aux interactions fluide-structure des aubes rotatives.

La chambre de combustion et la turbine contribuent également aux bruits du moteur. Elles produisent un spectre large bande à haute fréquence, de  $1500$  à  $5000 \text{ Hz}$ . Son atténuation est réalisée par l'application de panneaux acoustiques de nacelle, actuellement utilisés dans les zones « froides » (de  $-50^\circ$  à  $100^\circ$ ) des turboréacteurs. Ce sont principalement des systèmes passifs, constitués de structures sandwichs, simple ou double couches, composées d'une peau perforée et d'un cœur en nid d'abeilles comme illustré sur la figure 3. Les zones chaudes, quant à elles, ne font l'objet d'aucun traitement acoustique particulier.

Les acteurs de la recherche aéronautique envisagent de développer pour ces zones des structures absorbantes qui nécessitent également des propriétés mécaniques permettant la transmission des efforts et la rétention des aubes de turbines [1]. Une solution permettant une bonne atténuation acoustique dans une structure est de dissiper l'énergie de l'onde par frottement visqueux dans un fluide. Il paraît alors judicieux de s'orienter vers des matériaux présentant une forte porosité dans



**Fig. 3** : Panneaux de nacelle de turboréacteur pour absorption acoustique dans les parties froides. Extrait de [1].

laquelle peut s'effectuer l'écoulement acoustique. Ainsi l'utilisation de matériaux fibreux ou cellulaires à porosité ouverte semble parfaitement appropriée pour l'absorption acoustique. Cependant les propriétés mécaniques de ces matériaux sont relativement faibles. Dans le cas des matériaux cellulaires elles peuvent être améliorées par la présence de cellules fermées [2]. Une mousse à porosité mixte, contenant des cellules ouvertes et fermées, apparaît alors comme un bon compromis pour assurer une absorption acoustique correcte et présenter de bonnes propriétés mécaniques. Dans cette optique l'ONERA et ses partenaires ont lancé en 2000 la thèse de *Stéphane GASSER* [3] sur l'étude des propriétés acoustiques d'un matériau cellulaire métallique à porosité mixte, constitué *d'empilements de sphères creuses*.

## Contexte de l'étude

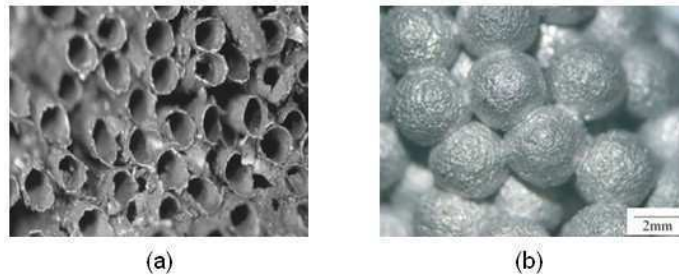
Suite aux travaux de *Stéphane GASSER* un programme de recherche sur la conception et l'optimisation de matériaux absorbants acoustique a alors été lancé par une collaboration entre le CNRS et l'ONERA à travers le projet fédérateur aérospatial *MAPO*<sup>1</sup>. Le but est de développer des matériaux présentant de bonnes propriétés d'absorption acoustique, mais également légers, supportant un environnement agressif (haute température, chocs thermiques, vibrations, corrosion et abrasion...) et participant à la tenue mécanique de l'ensemble donc qui possèdent de bonnes propriétés de structure. On parle alors de *matériaux multifonctionnels*.

Dans le cas de matériaux denses les propriétés  $P$  d'une pièce dépendent principalement du matériau  $M$  dont elle est constituée :  $P = P(M)$ . Pour des matériaux architecturés les propriétés sont fonction du matériau constitutif  $M$  mais également de sa structure interne  $S$  :  $P = P(M, S)$ . On peut alors optimiser l'architecture, pour un matériau constitutif donné, afin d'obtenir les propriétés recherchées : c'est l'approche adoptée dans le programme *MAPO*. Pour obtenir de telles propriétés multifonctionnelles le programme a pour objectif de développer de nouvelles *architectures internes* de matériaux cellulaires en se basant sur le concept de *Materials by Design* où les matériaux sont construits sur mesure afin de réunir toutes les propriétés imposées par un cahier des charges spécifique.

<sup>1</sup>Matériaux de structure poreux et microporeux pour applications multifonctionnelles.

Deux types de structures ont été étudiées lors de ce projet :

1. Micro-nids d'abeilles : structures composées de cellules « tubulaires », illustrées sur la figure 4(a), de diamètre de l'ordre de  $100 \mu\text{m}$ .
2. Assemblages de sphères creuses : empilements de sphères creuses assemblées entre elles, illustré sur la figure 4(b). Les sphères ont un rayon de l'ordre du  $\text{mm}$  et une épaisseur de l'ordre de quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ .



**Fig. 4** : Structures types étudiées dans le programme MAPO : (a) Micro nids d'abeilles (b) Empilement de sphères creuses.

Dans l'objectif d'optimisation des architectures il est nécessaire de déterminer de manière prédictive, notamment par des modélisations numériques, les relations entre structure et propriétés de ces matériaux. Dans le cas de la conception et du développement d'empilements de sphères creuses les relations entre les paramètres structuraux du matériau et ses différentes propriétés mécaniques ont été étudiées à travers trois thèses dans le programme MAPO :

- *L'élasticité et le fluage* a fait l'objet de la thèse de *Fady Mamoud* réalisée à l'ONERA dans le département DMMP, devenu aujourd'hui DMSM, et soutenue au mois de mai 2007.
- *La plasticité et l'endommagement* fait l'objet de ce travail de thèse effectué dans le groupe Génie Physique et Mécanique des Matériaux (GPM2) du laboratoire SIMAP de l'Institut Polytechnique de Grenoble.
- *Le comportement en fatigue* qui concerne la thèse d'*Olivier Caty* au laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon.

## Organisation de la thèse et du manuscrit

Cette thèse, intitulée « *Structure et propriétés mécaniques d'empilements aléatoires de sphères creuses : caractérisation et modélisation* », a pour principal objectif l'étude approfondie de la structure et de l'architecture interne des empilements de sphères creuses pour la compréhension des mécanismes de déformation du matériau et des relations avec le comportement et les propriétés mécaniques effectives. Pour cela il est important dans un premier temps de caractériser précisément la structure et l'architecture des empilements. Les relations avec les propriétés mécaniques sont ensuite déterminées par une modélisation numérique dont la validité des résultats est vérifiée avec la confrontation aux mesures expérimentales. Ces travaux, expérimentaux et numériques, sont exposés dans le manuscrit organisé en quatre parties de la manière suivante.

**Première partie :** Le chapitre I présente de manière générale les matériaux cellulaires et les mousses métalliques, plus particulièrement leur comportement mécanique. Puis le chapitre II expose une étude bibliographique plus complète synthétisant l'état de l'art sur les empilements de sphères creuses, depuis leurs procédés de fabrication jusqu'à la modélisation du comportement mécanique.

**Deuxième partie :** Le chapitre III présente les deux types d'empilements de sphères creuses mis à notre disposition pour la caractérisation expérimentale structurale et mécanique. Ces échantillons sont fournis par les partenaires du programme *MAPO*, les entreprises française *ATECA* et autrichienne *PLANSEE*. Ils sont fabriqués par deux procédés différents ce qui résulte en deux morphologies d'empilements distinctes. Les chapitres IV et V expliquent et détaillent les méthodes et les outils expérimentaux et numériques développés et utilisés pendant la thèse. Des programmes d'analyses quantitatives d'images tridimensionnelles, obtenues par tomographie aux rayons X, ont été spécialement développés pour la caractérisation structurale notamment pour la détermination de la taille des contacts et du nombre de coordination des sphères. Quant à la modélisation numérique des empilements une méthode originale basée sur un modèle discret a été développée et mise en œuvre pour calculer les lois d'échelles entre paramètres structuraux des empilements et propriétés mécaniques effectives (module d'élasticité et limite d'élasticité).

**Troisième partie :** Le chapitre VI présente les résultats obtenus sur la caractérisation tridimensionnelle de la structure et de l'architecture interne des empilements. Les distributions de diamètre et d'épaisseur des sphères ainsi que la distribution de taille des contacts et le nombre de coordination de chaque sphère ont été mesurés sur les images de tomographie aux rayons X. Le chapitre VII met ensuite en évidence les relations entre les paramètres structuraux des empilements (diamètres et épaisseurs des sphères, tailles des contacts et nombre de coordination), et les procédés d'élaboration utilisés pour la fabrication des matériaux.

**Quatrième partie :** Le chapitre VIII traite des mécanismes qui gouvernent la déformation du matériau à l'échelle mésoscopique, c'est à dire à l'échelle locale des sphères. Ils ont été identifiés expérimentalement par des essais de compression *in-situ* en tomographie aux rayons X. L'influence des paramètres structuraux, principalement l'épaisseur relative des sphères et la taille de contact, sur le comportement local a ensuite été étudiée par des simulations éléments finis sur un couple de sphères creuses en contact. Finalement le chapitre IX présente les résultats de l'étude du comportement mécanique macroscopique des empilements de sphères creuses. Dans un premier temps les propriétés effectives expérimentales (module de décharge, limite d'élasticité, module d'écroutissage) sont déterminées à partir d'essais de compression simple qui permettent de fournir des relations phénoménologiques en loi puissance de la densité des matériaux, classique pour les matériaux cellulaires. Puis la modélisation numérique par éléments discrets donne accès aux relations « structure–propriétés mécaniques » pour le module d'élasticité et la limite d'élasticité des empilements. Elles sont exprimées sous la forme de lois d'échelles fonction de l'épaisseur relative des sphères et de la taille de contact relative équivalente dans l'empilement. Enfin des simulations de sollicitations triaxiales permettent de déterminer une partie de la surface de charge des empilements de sphères creuses en fonction des paramètres structuraux.

Notons que l'étude du comportement mécanique est restreint au début de la plasticité donc à des « faibles déformations », notamment pour la modélisation numérique. Les méthodes et les outils de caractérisation structurale et mécanique exposés dans la deuxième partie et notamment les programmes d'analyses d'images développés durant la thèse, restent néanmoins utilisables pour l'étude des grandes déformations.

Par ailleurs comme il le sera détaillé au chapitre III deux types d'empilements de sphères creuses ont été fournis pour ces travaux. Dans la mesure du possible les études et analyses entreprises ont été effectuées sur ces deux morphologies de matériau. Cependant les empilements aléatoires compactés et frittés de chez *PLANSEE* représentent la majorité des matériaux mis à notre disposition. C'est pourquoi nous nous sommes plus attardé sur la caractérisation et la modélisation de ce type d'empilement. De plus comme il sera indiqué dans le chapitre II ce type d'empilement n'a jusqu'à aujourd'hui fait l'objet d'aucune modélisation.

---

**Matériaux cellulaires, mousses  
métalliques et empilements de sphères  
creuses : état de l'art**

---



---

---

# Chapitre I

## *Généralités sur les matériaux cellulaires et mousses métalliques*

---

---

### Sommaire

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introduction</b> . . . . .   | <b>12</b> |
| <b>1 Qu'appelle-t-on matériau cellulaire ?</b> . . . . .                | <b>12</b> |
| <b>2 La fabrication des matériaux cellulaires</b> . . . . .             | <b>13</b> |
| <b>3 Propriétés des matériaux cellulaires et applications</b> . . . . . | <b>15</b> |
| 3.1 Propriétés structurales . . . . .                                   | 15        |
| 3.2 Autres propriétés et applications . . . . .                         | 16        |
| <b>4 Comportement mécanique des mousses métalliques</b> . . . . .       | <b>18</b> |
| 4.1 Observations expérimentales . . . . .                               | 18        |
| 4.2 Modélisation du comportement mécanique . . . . .                    | 22        |
| <b>Conclusion</b> . . . . .   | <b>30</b> |

---



## Introduction

Afin de placer le cadre scientifique dans lequel s'effectuent ces travaux de thèse, nous allons présenter de manière très générale, au moyen de références bibliographiques, le vaste domaine des matériaux cellulaires. Nous nous attacherons dans un premier temps à définir un matériau cellulaire, à exposer les moyens d'élaboration puis à présenter leurs propriétés les plus intéressantes. Finalement nous nous attarderons sur le comportement mécanique de ces matériaux et notamment les relations avec la structure cellulaire.

## 1 Qu'appelle-t-on matériau cellulaire ?

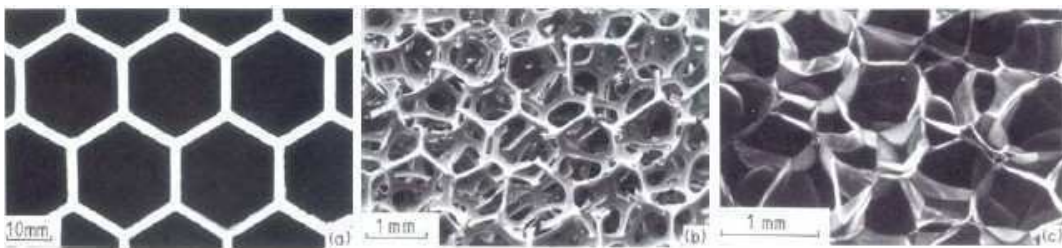
L'ouvrage de référence de *Gibson et Ashby* sur les matériaux cellulaires, intitulé *Cellular Solids* [2], donne la définition suivante :

« *A cellular solid is one made up of an interconnected network of solid struts or plates which form the edges and faces of cells.* »

De manière très générale les matériaux cellulaires sont des matériaux qui présentent une porosité supérieure à 70%. Cette frontière n'est évidemment pas stricte mais permet de donner un ordre de grandeur. Ce type de matériau se retrouve très communément dans la nature : os, bois, liège, éponge, corail, mais également dans les produits alimentaires : pain, meringue, mousse au chocolat. Les matériaux qui les constituent — appelés matériaux constitutifs — sont très variés et on trouve des matériaux cellulaires polymères, céramiques et métalliques. Leur importante porosité font des matériaux cellulaires des structures légères, ce qui représente un de leurs principaux attraits. La matière qui les constitue s'organise selon une structure et une architecture particulière qui permet de classer les matériaux cellulaires en différentes « familles ». On établit deux grandes classes principales :

**Les nids d'abeilles :** matériaux cellulaires à structure bidimensionnelle ; les cellules admettent un motif commun dans le plan, illustré sur la figure I.1(a).

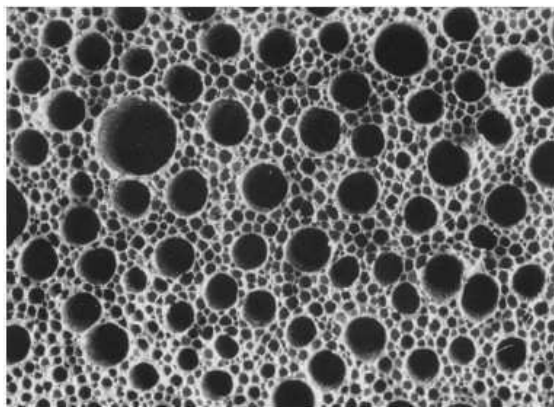
**Les mousses :** matériaux cellulaires à structure tridimensionnelle ; les cellules ont des orientations aléatoires dans l'espace. Illustration sur la figure I.1(b) et (c).



**Fig. I.1 :** Exemples de matériaux cellulaires : (a) nid d'abeilles, (b) mousse ouverte, (c) mousse fermée.

Dans le cas des mousses il faut distinguer les porosités ouvertes des porosités fermées. Une mousse est dite *ouverte* si les pores qui la constitue communiquent entre eux. Inversement elle sera dite *fermée* si les pores ne communiquent pas. Nous verrons par la suite que dans certains cas cette classification est un peu simpliste, il peut notamment exister des mousses à porosité mixte ouverte et fermée, mais elle a le mérite d'être relativement claire. La figure I.1(b) et (c) montre deux images d'une mousse ouverte et d'une mousse fermée.

Une autre caractéristique souvent utilisée pour les mousses est le nombre de cellules par pouce (ppi) qui permet d'évaluer la taille des cellules. Ces tailles couvrent une large gamme. On peut aller de cellules micrométriques à des cellules centimétriques pour les mousses d'aluminium CYMAT par exemple. D'autre part la taille des cellules peut varier au sein d'un même matériau, comme le montre la figure I.2. La distribution de taille peut être très étroite ou très large.



**Fig. I.2 :** *Distribution de taille de cellules dans une mousse de type GASAR.*

Enfin une dernière caractéristique structurale des matériaux cellulaires est la forme des cellules. On trouve des cellules sphériques, polyédriques avec des facteurs de forme plus ou moins importants.

Pour caractériser un matériau cellulaire, le paramètre le plus communément utilisé est la *densité relative* généralement notée  $\rho_r$ . Elle est égale au rapport entre la densité  $\rho^*$  du matériau cellulaire et la densité  $\rho_s$  de son matériau constitutif.

$$\rho_r = \rho^* / \rho_s \quad (\text{I.1})$$

Cette grandeur représente finalement la proportion de pores dans le matériau, elle est égale à  $(1 - \text{porosité})$ . La densité relative est un paramètre très global, elle n'intègre aucune information sur la structure et l'architecture du matériau comme mentionné précédemment.

## 2 La fabrication des matériaux cellulaires

De nombreux procédés d'élaboration existent pour fabriquer des matériaux cellulaires. Ils sont plus ou moins bien contrôlés et adaptés à une production industrielle, mais ils progressent d'années en années. Il semble néanmoins que la fabrication de mousses métalliques soit plus compliquée et moins bien maîtrisée que la fabrication de mousses polymères. Il est possible de classer les procédés en plusieurs catégories qui permettent d'obtenir des mousses ouvertes, fermées ou mixtes. Une synthèse assez complète sur la fabrication des matériaux cellulaires est disponible dans la thèse de *Ariane Marmottant* [4] ainsi que dans l'article détaillé [5] de *John Banhart*.

### Procédés par voie liquide

Dans ces procédés la structure cellulaire est formée à partir du métal à l'état liquide par plusieurs techniques.

- Injection de gaz dans le métal en fusion,
- Utilisation d'agents moussants dans le métal en fusion,

- Solidification eutectique (*GASAR*),
- Fusion d'un composite poudres métalliques + agent moussant,
- Réplication d'une mousse polymère,
- Infiltration de préformes,
- Atomisation.

### Procédés par voie solide ou semi-solide

Dans ces procédés le matériau est directement réalisé à partir du métal à l'état solide, généralement sous forme de poudres, ou semi-solide en refusion ou solidification. Les techniques employées sont basées sur la métallurgie des poudres (compaction, frittage) et autres opérations à l'état solide ou semi-solide.

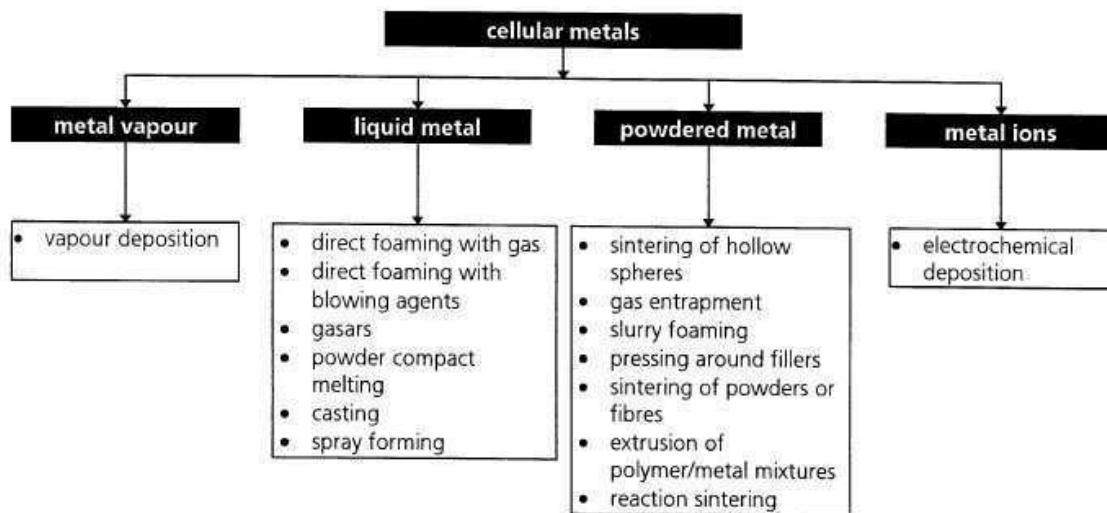
- Frittage partiel de poudres et/ou de fibres,
- Injection de gaz,
- Utilisation d'agents moussants à l'état semi-solide,
- Dépôt de poudres sur précurseurs et frittage.

### Autres voies

Deux autres voies existent encore pour fabriquer des matériaux cellulaires.

- Voie électrochimique : un métal est déposé électrochimiquement sur une préforme polymère qui est ensuite éliminée.
- Voie gazeuse : un métal est déposé en phase gazeuse par un procédé de type dépôt CVD sur une préforme polymère qui est ensuite éliminée.

Les différentes approches d'élaboration sont résumées sur la figure I.3.



**Fig. I.3 :** Différentes méthodes de fabrication de matériaux cellulaires métalliques. Extrait de [5].

Ces techniques ont toutes des avantages et des inconvénients et permettent de fabriquer des mousses dans des gammes de densités données avec des matériaux constitutifs précis. Ces procédés doivent notamment assurer au mieux la maîtrise de la structure du matériau. Il n'y a pas de méthode universelle, certaines sont proches de cadences industrielles alors que d'autres restent des techniques de laboratoire qui conviennent parfaitement à des études plus fondamentales. Nous ne détaillerons plus ici les différents procédés.

### 3 Propriétés des matériaux cellulaires et applications

Les propriétés des matériaux cellulaires dépendent d'une part de la structure du matériau — cellules ouvertes ou fermées, distribution de taille des cellules, forme des cellules, densité relative — et d'autre part des propriétés intrinsèques du matériau constitutif. La forte porosité implique que ces matériaux sont légers et leur architecture leur procure de bonnes propriétés générales d'absorption d'énergie (mécanique, acoustique, thermique). Les mousses présentent des propriétés structurales et/ou fonctionnelles selon leur caractère fermé et/ou ouvert. Les propriétés intéressantes des matériaux cellulaires sont alors la densité, le module d'Young, la résistance à la compression, le coefficient d'absorption d'énergie mécanique, la conductivité thermique, le coefficient d'absorption acoustique. Un ordre de grandeur de quelques unes de ces propriétés est représenté sur la figure I.4 en comparaison avec les matériaux constitutifs solides. On constate qu'en combinant la structure et le matériau constitutif adéquat on peut atteindre d'excellentes performances pour une application donnée.

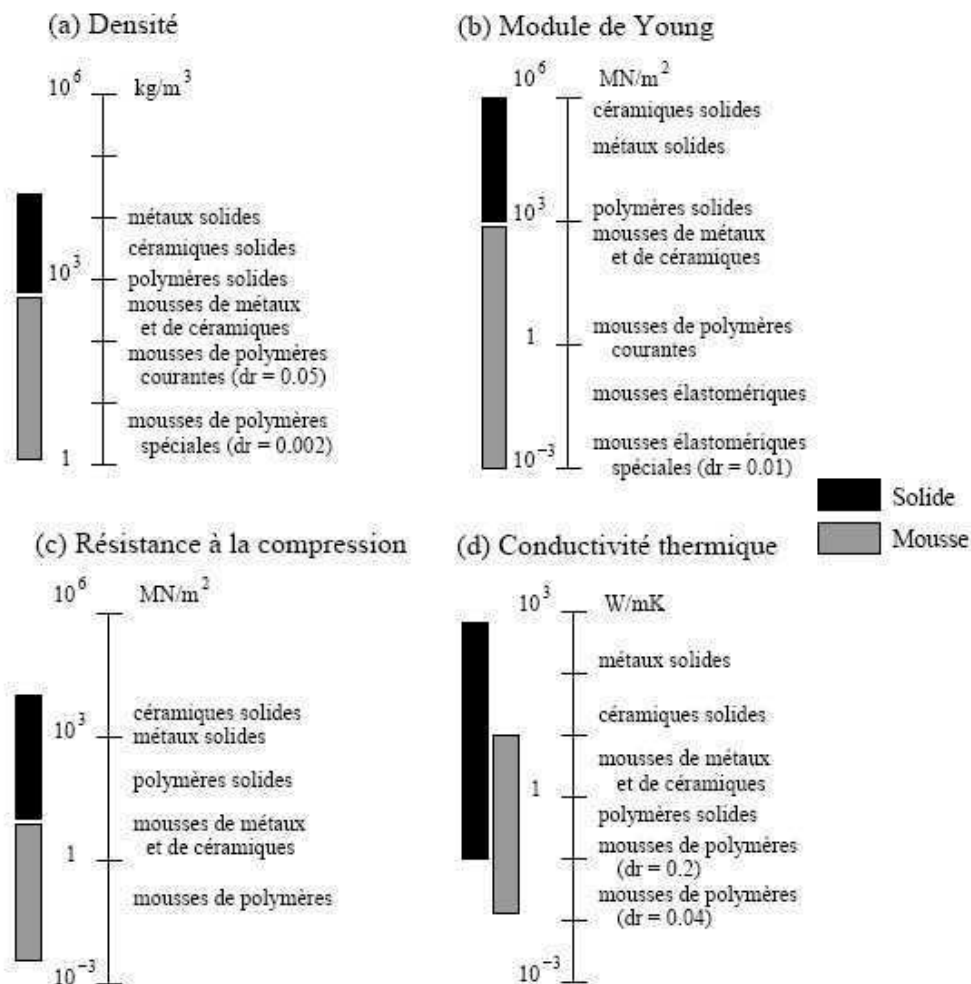


Fig. I.4 : Plages de propriétés des mousses et des solides constitutifs. Le terme « dr » signifie densité relative.

#### 3.1 Propriétés structurales

Le squelette des matériaux cellulaires leur confère une résistance mécanique et permet ainsi une utilisation en tant que matériau de structure. Même dans les cas où l'application structurale n'est pas la première recherchée il est toujours intéressant de pouvoir supporter un chargement mécanique. Ainsi les propriétés mécaniques des matériaux cellulaires apparaissent comme les plus

importantes. La description du comportement mécanique ainsi que sa modélisation seront présentées ultérieurement. On peut cependant d'ores et déjà indiquer que les mousses fermées présentent les meilleures propriétés mécaniques théoriques. On les associe donc préférentiellement aux applications strictement structurales.

Les applications structurales des matériaux cellulaires se basent sur deux caractéristiques. D'une part la bonne rigidité spécifique pour fabriquer des pièces de structure légères, généralement sous forme de matériaux sandwiches. D'autre part la grande déformabilité à charge quasi-constante pour dissiper de l'énergie mécanique et fabriquer des absorbeurs de chocs. De nombreux domaines sont concernés par ces applications potentielles et plus particulièrement les industries du transport (automobile, ferroviaire et aéronautique) où l'allègement des structures est une motivation de plus en plus présente.

### 3.2 Autres propriétés et applications

Les autres propriétés intéressantes des matériaux cellulaires sont principalement dans les domaines de l'acoustique, de la thermique, et de la perméabilité. Ces propriétés requièrent généralement une porosité connexe et on associe alors préférentiellement les mousses ouvertes à ces applications.

#### 1) Acoustique

L'absorption acoustique dans les matériaux cellulaires est principalement due à la dissipation par frottement visqueux de l'air dans les porosités et à la mise en vibration du squelette. De plus amples détails sur l'acoustique des milieux poreux peuvent être trouvés dans les références [3, 6]. Les deux paramètres importants qui interviennent dans l'atténuation acoustique des matériaux cellulaires sont la porosité ouverte et la tortuosité, qui correspond à un facteur de sinuosité entre les pores. Des matériaux cellulaires à porosité ouverte peuvent être utilisés sous forme de panneaux acoustiques le long d'autoroutes, de voies ferrées ou aux abords des aéroports mais aussi dans le bâtiment en paroi murale. Ils peuvent également être incorporés en tant que matériaux absorbants dans des tuyaux d'échappement de gaz de combustion ou nacelles de turboréacteurs.

#### 2) Thermique

A température ambiante le transfert thermique dans les matériaux cellulaires est principalement effectué par conduction dans le squelette solide et dans le fluide des pores. A haute température les échanges radiatifs jouent un rôle plus important. La porosité étant importante, et la conductivité de l'air faible, la conductivité thermique effective du matériau cellulaire est très inférieure à celle du matériau massif. Plus de détails sur les transferts thermiques dans les matériaux cellulaires peuvent être obtenus dans les références [2, 7, 8].

L'utilisation de matériaux constitutifs bons conducteurs de la chaleur (cuivre par exemple) est très intéressante pour des applications tels que des échangeurs de chaleur ou des bouclier pare-flammes. Avec des matériaux constitutifs moins conducteurs les mousses peuvent être utilisées directement comme isolant thermique.

#### 3) Perméabilité

Un fluide peut s'écouler à travers la porosité ouverte d'une mousse. Selon la densité relative et la structure cellulaire cet écoulement s'effectue plus ou moins facilement, ce qui confère un coefficient

de perméabilité effectif plus ou moins élevé au matériau. Plusieurs applications découlent de cette propriété. Le matériau peut être utilisé pour effectuer du contrôle de flux en choisissant la structure adéquate qui permet d'obtenir une perméabilité précise donnée. Il peut également servir de filtre et séparateur pour retenir des particules solides dans un liquide (suspension) ou un gaz. Enfin les matériaux cellulaires peuvent servir de structure de stockage et de transfert de liquides comme par exemple dans des roulements auto-lubrifiant ou encore des murs à changement de phase.

#### 4) Autres applications

D'autres applications peuvent encore exister pour l'utilisation de matériaux cellulaires. Citons entre autre et de manière non exhaustive :

- *Électrodes de batteries.* Des mousses de nickel sont utilisées depuis quelques années dans les batteries de type Ni-Cd et Ni-MH que l'on trouve par exemple dans les téléphones portables. C'est d'ailleurs l'application la plus courante à l'heure actuelle pour les mousses métalliques.
- *Support de catalyseur* dans l'industrie chimique. Cette application utilise la grande surface spécifique des matériaux cellulaires.
- *Implants biomédicaux.* Les mousses de titane sont des bons candidats pour des applications biomédicales car elles sont biocompatibles et résistantes à la corrosion. De plus les pores offrent un espace permettant aux cellules osseuses de se fixer et se régénérer.
- *Purification de fluides.* Élimination d'ions indésirables dans un fluide par une réaction d'oxydoréduction au passage du fluide contre le squelette métallique de la mousse.
- *Art et décoration.* Utilisation de l'aspect esthétique des matériaux cellulaires et mousses métalliques.

Une synthèse plus complète des différentes propriétés et applications actuelles et potentielles des matériaux cellulaires métalliques est disponible dans l'article de *John Banhart* [5].

## Conclusion

Les matériaux cellulaires présentent des propriétés structurales et multifonctionnelles très intéressantes et donc des applications potentielles importantes. Un exemple concret issu du site internet de *Air Liquide*<sup>1</sup> montre une application actuelle pour l'isolation thermique des réservoirs de la fusée Ariane :

« *Un matériau cellulaire à cellules fermées directement collé sur la structure aluminium, assure l'isolation externe des réservoirs cryogéniques principaux d'Ariane. Ce matériau allie les atouts suivants : faible densité, faible conductivité thermique, simplicité de mise en forme, possibilité de collage directement sur une structure aluminium, étanchéité (cellules fermées) pour prévenir tout risque de cryopompage sur le pas de tir, résistance aux flux aérothermiques pendant l'ascension du lanceur.* »

Ceci illustre parfaitement l'attrait de la multifonctionnalité des matériaux cellulaires. Cependant à l'heure actuelle encore peu de domaines industriels utilisent massivement et à grande échelle ces matériaux. Afin de pouvoir mieux les intégrer en conception les bureaux d'études et les ingénieurs ont besoin de modèles fiables. C'est pourquoi l'étude, la compréhension et la modélisation du comportement des matériaux cellulaires est fondamentale.

<sup>1</sup>[www.dta.airliquide.com/fr/espace/equipements-vol-pour-le-stockage/equipement-de-protection-thermique.html](http://www.dta.airliquide.com/fr/espace/equipements-vol-pour-le-stockage/equipement-de-protection-thermique.html)

## 4 Comportement mécanique des mousses métalliques

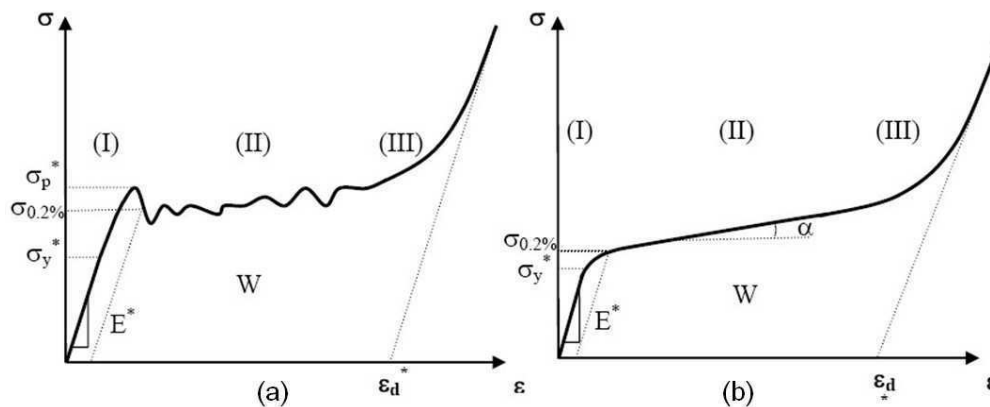
Cette section présente les différentes études et modèles du comportement mécanique des matériaux cellulaires et plus particulièrement des mousses métalliques. La première partie se base sur des travaux et résultats expérimentaux et la deuxième partie décrit les stratégies de modélisation.

### 4.1 Observations expérimentales

#### 1) Comportement macroscopique en compression simple

L'utilisation de mousses métalliques en tant que matériau de structure nécessite généralement une connaissance du comportement mécanique pour des états de charge complexes. Cependant, dans une première approche, de nombreuses études se concentrent sur le comportement en compression simple.

Le comportement macroscopique typique observé lors de la compression d'une mousse métallique est représenté par la courbe contrainte-déformation sur la figure I.5. La distinction entre les comportements de type (a) ou (b) vient essentiellement de la nature du matériau constitutif. Les mousses dont le matériau constitutif est de nature fragile sont représentées par la courbe de type (a) alors que les mousses avec un matériau constitutif ductile sont représentées par la courbe de type (b).



**Fig. I.5 :** Courbe typique contrainte-déformation en compression des mousses métalliques (a) matériau constitutif fragile (b) matériau constitutif ductile.

On identifie trois domaines distincts sur la courbe contrainte-déformation :

**Domaine I :** Généralement appelé domaine *élastique*, il est caractérisé par une pente de charge.

En réalité il ne correspond pas à un comportement purement élastique — donc réversible — du matériau. En effet en pratique on observe de la plasticité localisée quasiment dès la mise en charge de l'échantillon. Ainsi le module d'Young  $E^*$  de la mousse n'est pas égal à la pente de charge observée. Pour le déterminer il convient de mesurer la pente sur une décharge de l'échantillon.

**Domaine II :** Domaine *plastique* généralement appelé « plateau » de plasticité. A noter que le terme « plateau » est un abus de langage et que l'on observe toujours un écrouissage du matériau. Selon les auteurs il peut être caractérisé par une limite d'élasticité à un pourcentage

donné de déformation (par exemple  $\sigma_{0.2\%}$ ), par l'intersection de la pente de charge et du « plateau », par un coefficient d'écroûissage effectif  $\alpha$ , par la valeur de la contrainte à une déformation donnée. Cette phase correspond à l'effondrement progressif des cellules qui s'opère soit par rupture des parois dans le cas d'un matériau constitutif fragile, soit par flexion et/ou flambement plastique des parois dans le cas d'un matériau constitutif ductile. Selon l'architecture du matériau on peut observer des bandes de localisation de la déformation plus ou moins prononcées et donc un « plateau » plus ou moins régulier. Le calcul de l'aire sous la courbe permet d'obtenir l'énergie absorbée par la déformation du matériau.

**Domaine III :** Phase de *densification* du matériau, caractérisée par la déformation à densification  $\varepsilon_d$ . A cette étape toutes les cellules se sont effondrées et l'augmentation brutale de la contrainte tend vers le comportement massif du matériau constitutif.

## 2) Propriétés macroscopiques

Diverses propriétés macroscopiques des mousses peuvent être extraites des données des essais mécaniques de compression. Dans ce qui suit nous nous intéresserons au module d'Young  $E^*$  et à la limite d'élasticité  $\sigma_y^*$  des mousses.

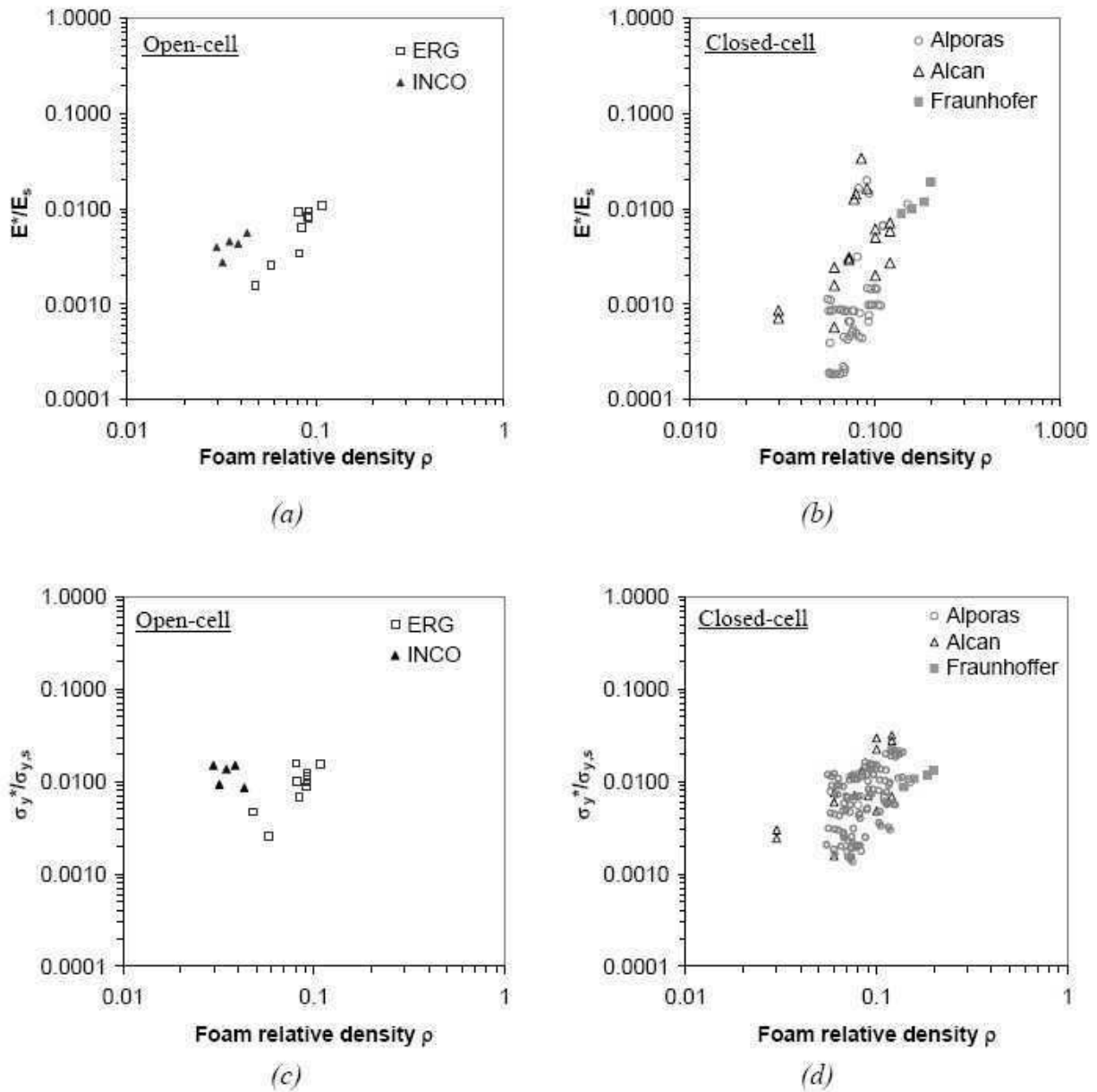
Afin de s'assurer de la bonne représentativité des mesures les échantillons utilisés lors des essais doivent avoir une taille suffisante, contenant au minimum sept cellules par dimension [9]. Les échantillons de compression sont cylindriques ou parallélépipédiques et une lubrification des plateaux en contact avec les surfaces supérieures et inférieures permet de réduire les frottements avec la machine. Une cellule de force et un capteur de déplacement sont utilisés pour enregistrer les données de l'essai. Des séquences de décharges doivent être programmées afin de mesurer le module d'Young. Finalement les données brutes « force  $F$  – déplacement  $\Delta l$  » sont traduites en terme de « contrainte  $\sigma$  – déformation  $\varepsilon$  ».

Le module d'Young  $E^*$  de la mousse est alors égal à la pente de la décharge sur la courbe  $\sigma$ - $\varepsilon$  et la limite d'élasticité à la valeur de la contrainte à une déformation donnée, généralement 0.2% ou 2%.

Des données expérimentales issues d'essais de compression sur différentes mousses métalliques ouvertes et fermées ont été regroupées par *Ariane Marmottant* dans [4] et représentées sur la figure I.6. Les mousses testées proviennent des fabricants suivants :

- Mousses ouvertes
  - *ERG*, Canada. Mousse d'aluminium, nom commercial *DUOCEL*.
  - *INCO*, Canada. Mousse de nickel.
- Mousses fermées
  - *Shinko Wire*, Japon. Mousse d'aluminium, nom commercial *Alporas*.
  - *Alcan*, Canada. Mousse d'aluminium, nom commercial *Cymat*.
  - *Fraunhofer*, Allemagne. Mousse d'aluminium.





**Fig. I.6 :** Propriétés mécaniques expérimentales déterminées par des essais de compression sur différentes mousses métalliques ouvertes et fermées : (a et b) Module d'Young relatif. (c et d) Limite d'élasticité relative. Extrait de [4].

## Module d'Young

La figure I.6(a) et (b) synthétise les modules d'Young relatifs — module d'Young de la mousse  $E^*$  normalisé par le module d'Young du matériau constitutif  $E_s$  — mesurés sur ces mousses. Ils sont représentés en fonction de la densité relative des mousses.

Les mousses fermées montrent une grande dispersion du module d'Young relatif, entre 0.0002 et 0.04. Pour une même densité relative deux mousses différentes peuvent avoir des modules qui diffèrent de plus d'un ordre de grandeur. Cette dispersion est moindre pour les mousses ouvertes, ce qui peut s'expliquer par la meilleure homogénéité structurale de celles-ci.

## Limite d'élasticité

La figure I.6(c) et (d) synthétise les limites d'élasticités relatives — limite d'élasticité de la mousse  $\sigma_y^*$  normalisée par la limite élastique du matériau constitutif  $\sigma_{ys}$  — mesurées sur ces mousses. Elles sont représentées en fonction de la densité relative des mousses.

De même que précédemment on observe une dispersion importante pour les mousses fermées, entre 0.001 et 0.05, et un peu moindre pour les mousses ouvertes. Cependant il est délicat d'effectuer une comparaison des données car le matériau constitutif peut avoir une microstructure assez complexe et sa limite élastique n'est pas toujours connue précisément. Ainsi la valeur de la limite d'élasticité relative est à prendre avec précaution.

## Synthèse

Il ressort de ces données que, pour une même densité relative, des mousses de structures différentes ont des propriétés différentes. Ceci indique bien que la densité relative n'est pas un paramètre suffisant pour caractériser entièrement un matériau cellulaire, comme le font les modèles classiques. Les *effets d'architectures* doivent également être pris en compte.

Les données expérimentales vont également à l'encontre des modèles prédisant de meilleures propriétés mécaniques pour les mousses fermées. Ceci peut s'expliquer par le fait que les procédés d'élaboration ne permettent pas de fabriquer des mousses fermées « modèles », très régulières et sans défaut. Le matériau réel n'atteint donc pas les propriétés prédites par la modélisation.

## 4.2 Modélisation du comportement mécanique

Cette partie présente les modèles qui décrivent les propriétés mécaniques des mousses et plus particulièrement l'évolution du module d'Young et de la limite d'élasticité. Il existe des modèles micromécaniques basés sur une analyse dimensionnelle des cellules, des modèles de type champ moyen, des approches par simulations numériques et des modèles macroscopiques phénoménologiques.

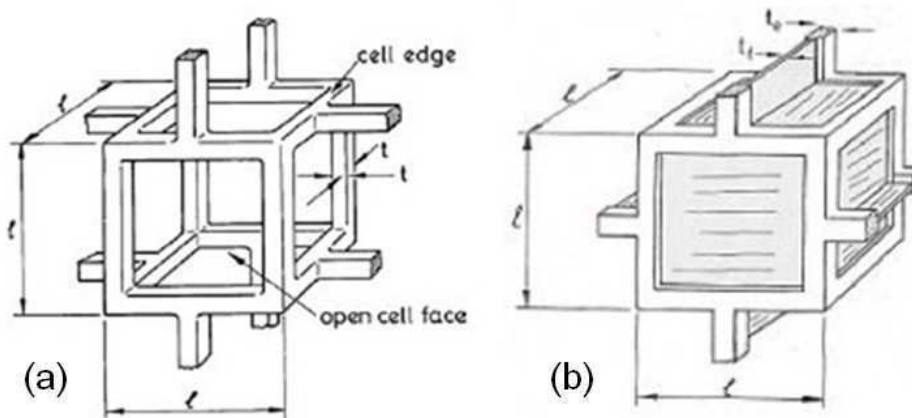
### 1) Modèles micromécaniques

Ce sont des modèles analytiques qui utilisent des calculs de structure sur une cellule de base simplifiée. Ils fournissent des lois d'évolution des propriétés en fonction de la densité relative du matériau. Ces relations, que l'on appelle *lois d'échelles*, expriment l'évolution des propriétés avec la densité relative sous forme d'une loi puissance, du type :

$$X \propto \left( \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{n_X} \quad (\text{I.2})$$

où  $X$  est une propriété macroscopique de la mousse, comme le module d'Young relatif ou la limite d'élasticité relative, et  $n_X$  un coefficient qui dépend de la propriété considérée et de l'architecture de la mousse.

Les travaux de référence dans ce domaine sont ceux de *Gibson et Ashby* qui dans l'ouvrage [2] ont proposé comme représentation simple, mais réaliste, d'une mousse ouverte un réseau régulier de cellules cubiques d'arêtes de longueur  $l$  et de section carrée  $t^2$  comme représenté sur la figure I.7(a). Une mousse à porosité fermée peut être modélisée de la même manière en fermant les cellules par des parois solides (figure I.7(b)).



**Fig. I.7 :** Représentation de la cellule simplifiée utilisée dans le modèle de Gibson et Ashby (a) Mousse ouverte. (b) Mousse fermée.

Dans ce modèle le mécanisme de déformation de la cellule repose sur la flexion des arêtes pour la mousse ouverte et sur la flexion des arêtes combinée à l'étirement des parois pour la mousse fermée. Une analyse mécanique basée sur une hypothèse de théorie des poutres aboutit aux relations du tableau I.1 pour le module d'Young et la limite d'élasticité. Pour les mousses ouvertes le module d'Young évolue avec le carré de la densité relative alors qu'il est linéaire pour les mousses fermées. La limite d'élasticité varie quant à elle en puissance 3/2 pour les mousses ouvertes et linéairement pour les mousses fermées.

| Propriété           | Mousse ouverte   | Mousse fermée   |
|---------------------|--|---|
| Module d'Young      | $\frac{E^*}{E_s} = C_E \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2$                         | $\frac{E^*}{E_s} = C_E \left(\Phi \frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2 + C'_E (1 - \Phi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)$                              |
| Limite d'élasticité | $\frac{\sigma_y^*}{\sigma_{ys}} = C_\sigma \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{3/2}$ | $\frac{\sigma_y^*}{\sigma_{ys}} = C_\sigma \left(\Phi \frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{3/2} + C'_\sigma (1 - \Phi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)$ |

**Tab. I.1 :** Lois d'échelles résultant du modèle de Gibson et Ashby pour les mousses ouvertes et fermées.

$E^*$ ,  $\sigma_y^*$  et  $\rho^*$  sont respectivement le module d'Young, la limite d'élasticité et la densité de la mousse.  $E_s$ ,  $\sigma_{ys}$  et  $\rho_s$  sont respectivement le module d'Young, la limite élastique et la densité du matériau constitutif. Les coefficients  $C_E$ ,  $C_\sigma$ ,  $C'_E$  et  $C'_\sigma$  sont des constantes adimensionnelles qui ne dépendent que de la géométrie des cellules. Le paramètre  $\Phi$  n'intervient que pour les mousses fermées, il représente la répartition de matière entre les arêtes et les parois ( $\Phi = 1$  pour une mousse ouverte et  $\Phi = 0$  pour une mousse fermée avec toute la matière dans les parois).

Warren et Kraynik dans [10] ont effectué une étude similaire pour les mousses ouvertes avec des cellules tétrakaidécaédriques et des arêtes de diverses sections. Ils obtiennent pour le module d'Young relatif une relation du type :

$$\frac{E^*}{E_s} = \frac{\lambda_1 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2}{1 + \lambda_2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)} \quad (\text{I.3})$$

$\lambda_1$  et  $\lambda_2$  sont deux coefficients qui dépendent uniquement de la géométrie des sections. Ils sont répertoriés dans le tableau I.2 pour différentes formes.

| Forme de la section         | $\lambda_1$ | $\lambda_2$ |
|-----------------------------|-------------|-------------|
| Section carrée              | 0.628       | 0.940       |
| Section circulaire          | 0.600       | 0.900       |
| Section triangulaire        | 0.726       | 1.090       |
| Section « bord de Plateau » | 1.009       | 1.514       |

**Tab. I.2 :** Coefficients de la loi sur le module d'Young relatif du modèle de Warren et al. pour les mousses ouvertes avec différentes sections d'arêtes.

On observe que des sections d'arêtes plus réalistes, sous forme de bord de Plateau par exemple, rigidifient la structure. Par ailleurs ces auteurs ont pris en compte dans leur approche la traction et le cisaillement des arêtes, ce qui explique la différence pour les sections carrées avec le modèle de Gibson et Ashby.

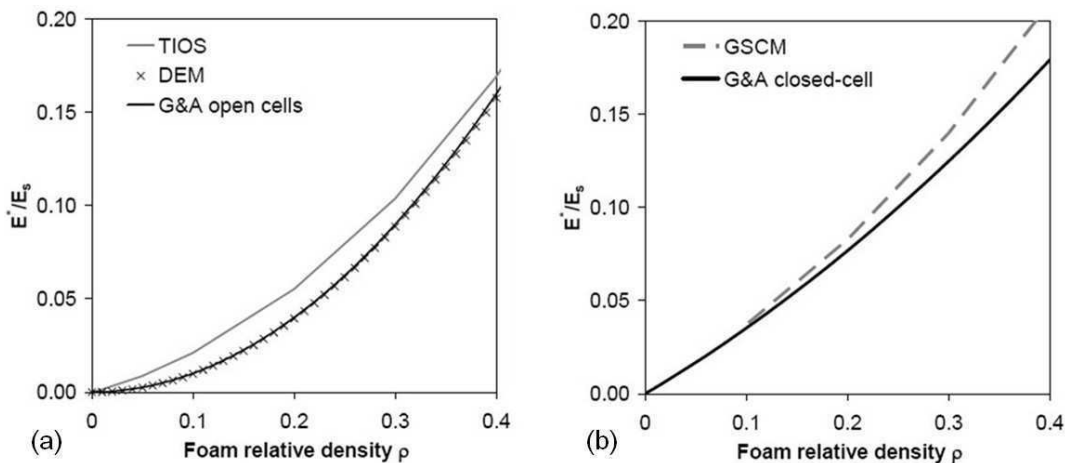
La littérature sur la modélisation micromécanique du comportement des mousses est assez riche et de nombreux autres travaux ont établi des modèles analytiques du comportement élastique de ces matériaux. On pourra notamment consulter les ouvrages *Low Density Cellular Plastics* [11] et *Foam Micromechanics* [12] qui reprennent les différents modèles existants.

## 2) Modèles d'homogénéisation

Une autre approche consiste à considérer une mousse comme un matériau composite à deux phases. Une phase est le squelette en matériau constitutif et la deuxième phase est la porosité. La détermination des propriétés effectives de ce « bi-matériau » passe alors par un modèle d'homogénéisation, c'est à dire par des méthodes de calcul des propriétés du milieu homogène équivalent. Il existe plusieurs types de ces modèles d'homogénéisation qui permettent de prédire les propriétés élastiques, chacun pouvant être associé à une architecture particulière de la porosité. Nous ne citerons ici, sans rentrer dans les détails, que trois approches particulières.

- Le modèle de sphères pénétrantes, alias TIOS (*Torquato Identical Overlapping Spheres*), adapté pour des mousses ouvertes.
- Le modèle autocohérent différentiel, alias DEM (*Differential Effective Medium*), adapté pour des mousses ouvertes.
- Le modèle autocohérent généralisé, alias GSCM (*Generalized Self Consistent Method*), adapté pour des mousses fermées.

De plus amples détails sur ces techniques d'homogénéisation peuvent être consultés dans [13].



**Fig. I.8 :** Comparaison des trois modèles d'homogénéisation et des lois de Gibson et Ashby (noté G&A en légende) pour le module d'Young relatif (a) Mousses ouvertes. (b) Mousses fermées. Extrait de [4].

La figure I.8 présente une comparaison des résultats obtenus avec ces trois approches et le modèle de *Gibson et Ashby* pour le module d'Young relatif. On peut remarquer que pour les mousses ouvertes (figure I.8 (a)) le modèle DEM est équivalent à celui de *Gibson et Ashby*, alors que le modèle TIOS donne des rigidités plus élevées. En ce qui concerne les mousses fermées (figure I.8 (b)) l'écart entre le modèle GSCM et celui de *Gibson et Ashby* se fait sentir pour des densités relatives supérieures à 0.15.

Les modèles d'homogénéisation, tout comme les modèles micromécaniques, ne prennent en compte que la densité relative et la structure ouverte ou fermée comme paramètres de description de la mousse. Nous avons cependant pu observer avec les données expérimentales qu'à même densité relative des mousses de structures différentes peuvent avoir des propriétés très éparées. Ce niveau de description reste donc trop faible et il est nécessaire de prendre en compte d'autres paramètres architecturaux pour décrire plus précisément le comportement mécanique des mousses.

### 3) Modèles numériques

Les modélisations numériques permettent d'affiner les modèles de mousses « parfaites ». Une première démarche réside dans l'étude des effets de taille [14, 15] et de la variabilité de la structure [16–18]. En utilisant un réseau de poutres 2D, généré par tessellation de *Voronoi*, *Fazekas et al.* ont montré dans [16] qu'une distribution bimodale de cellules permet d'améliorer les propriétés élastiques. Une étude sur des mousses 3D, menée par *Roberts et Garboczi* [17, 18], a aussi montré que les structures « perturbées », qui présentent une distribution de taille importante, possèdent des propriétés élastiques plus faibles que des structures régulières. Par ailleurs leur exposant  $n$  de dépendance à la densité relative est plus élevé. Ces travaux révèlent également que les mousses ouvertes atteignent de meilleures propriétés élastiques avec un nombre d'arêtes par nœuds plus élevé. Ces résultats sont illustrés sur la figure I.9. Quatre structures de mousses ouvertes sont étudiées :

- Nombre de coordination aux nœuds élevé (R&G high coordination),
- Nombre de coordination aux nœuds faible (R&G low coordination),
- Structure régulière, obtenue par tessellation de *Voronoi* (R&G Voronoi open-cell),
- Structure perturbée, obtenue par champs gaussiens aléatoires (R&G Gaussian open-cell).

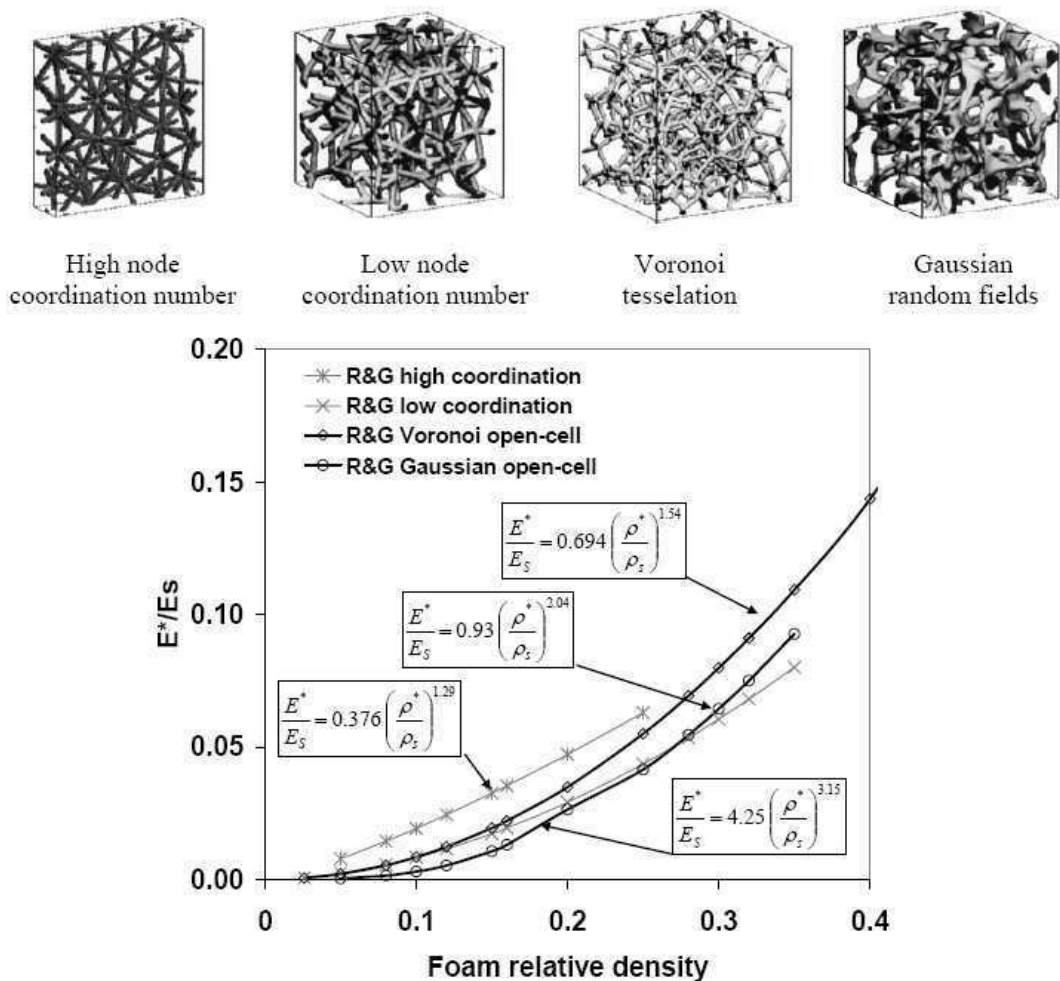
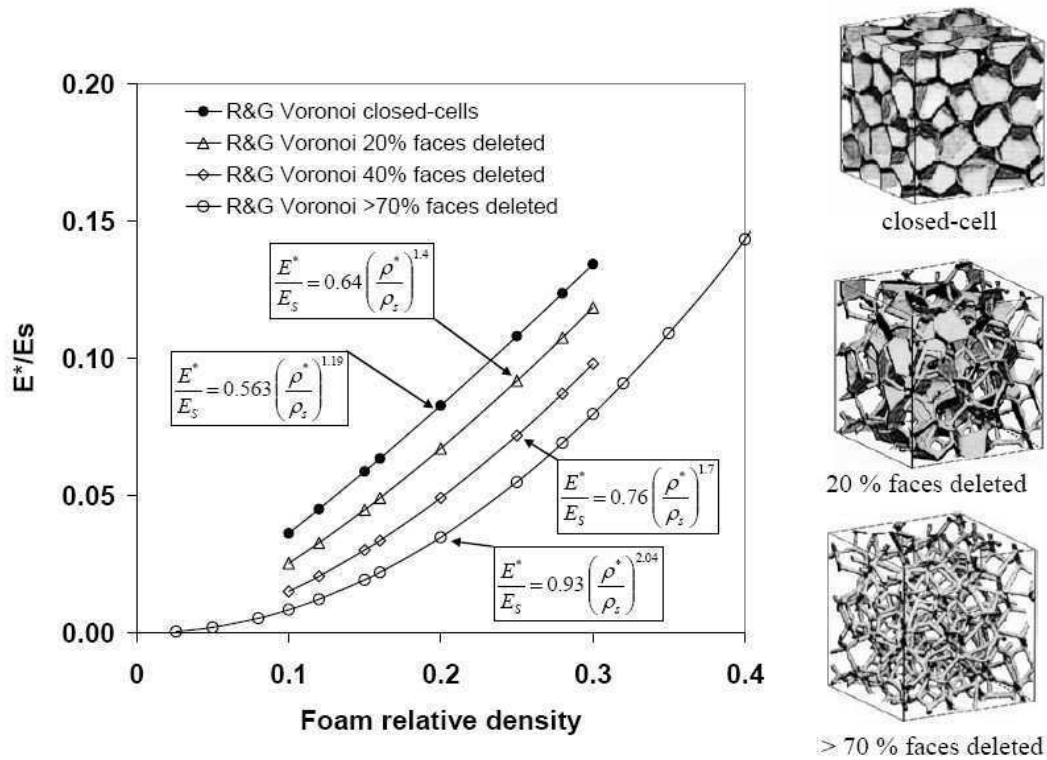


Fig. I.9 : Modélisations numériques de Roberts et al. du module d'Young relatif de mousses ouvertes. Extrait de [4].

Un autre aspect de la modélisation numérique est la possibilité d'étudier des architectures cellulaires plus complexes, à porosité mixte, avec des structures aléatoires. Ainsi *Roberts et Garboczi* dans [17] ont étudié l'effet de la proportion de porosité ouverte et fermée sur les propriétés élastiques des mousses. Pour cela ils sont partis de mousses fermées obtenues par tessellation de *Voronoi* auxquelles ils ont enlevé un pourcentage croissant de parois. L'évolution du module d'Young calculé est représenté sur la figure I.10.



**Fig. I.10 :** Modélisations numériques de Roberts et al. du module d'Young relatif de mousses à porosité mixte obtenues en effaçant une proportion déterminée de parois de mousses fermées. Extrait de [4].

Quatre structures de mousses sont étudiées :

- Mousse initiale totalement fermée (R&G Voronoi closed-cells),
- Mousse initiale à laquelle 20% de parois ont été supprimées (R&G Voronoi 20% faces deleted),
- Mousse initiale à laquelle 40% de parois ont été supprimées (R&G Voronoi 40% faces deleted),
- Mousse initiale à laquelle plus de 70% de parois ont été supprimées (R&G Voronoi >70% faces deleted).

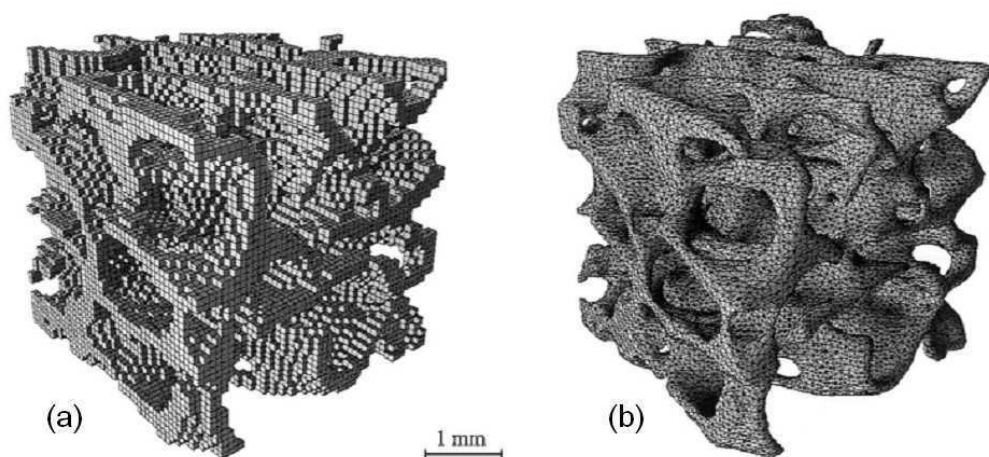
On constate que les mousses complètement fermées atteignent les meilleures propriétés et que le module d'Young diminue avec la quantité de parois enlevée, c'est à dire quand la proportion de porosité ouverte augmente. En revanche l'exposant  $n$  de la loi d'échelle en densité relative augmente avec la proportion de porosité ouverte. Il passe de  $\approx 1.2$  pour une mousse totalement fermée à  $\approx 2.0$  pour une mousse ouverte, ce qui correspond au modèle de *Gibson et Ashby*.

Enfin la modélisation numérique peut être utilisée pour étudier le comportement mécanique de mousses réelles. La géométrie de la structure en 2 ou 3 dimensions est numérisée par différentes techniques d'acquisition d'images — microscopie confocale optique, à balayage laser, tomographie X — puis est maillée pour ensuite effectuer des calculs par éléments finis. Diverses stratégies de maillage à partir des images ont été adoptées.

**Maillage « poutres » :** les images subissent un traitement de type *squelettisation* qui permet d'extraire la fibre neutre des arêtes constituant le matériau. Ce squelette est alors discrétisé en éléments poutres à une dimension. Cette méthode convient bien pour des mousses ouvertes dont les arêtes sont fines. Une telle approche a été utilisée par *Nygaard et al.* pour l'étude de la compression de mousses ouvertes d'aluminium [19] et par *Elliott et al.* pour l'étude de la déformation de mousses de polyuréthane [20].

**Maillage « voxels » :** chaque voxel, l'équivalent du pixel en 3D, de l'image numérisée représente un élément hexaédrique à 8 nœuds (élément linéaire) ou à 20 nœuds (élément quadratique). La mousse est ainsi maillée directement à partir des images de sa structure comme l'illustre la figure I.11(a). Le maillage obtenu comporte généralement un très grand nombre d'éléments ce qui peut rapidement limiter les possibilités de calculs. Afin de diminuer ce nombre d'éléments des techniques de sous-résolution exposées dans [21, 22], qui consistent à remplacer un groupement de voxels par un seul élément hexaédrique, sont généralement utilisées.

**Maillage « lissé » :** les images subissent un traitement de type *Marching Cubes* [23] qui permet de lisser la surface de la mousse en remplaçant les faces des voxels par des éléments triangulaires. Un algorithme d'avancée de front génère ensuite un maillage volumique avec des éléments tétraédriques à 4 nœuds (élément linéaire) ou à 10 nœuds (élément quadratique). Ces opérations sont décrites dans [21] et [24, 25]. Le maillage obtenu, figure I.11(b), représente la géométrie de la mousse de manière plus ou moins précise selon le degré de « lissage » des images initiales.



**Fig. I.11 :** Illustration des maillages issus d'images 3D de la structure réelle d'une mousse (a) Maillage « voxels » avec des éléments hexaédriques. (b) Maillage « lissé » avec des éléments tétraédriques. Extrait de [21].

Les maillages obtenus à partir d'images de structures réelles comportent généralement un grand nombre d'éléments afin d'assurer un résultat de calcul correct. Ces simulations requièrent donc des



moyens informatiques importants et imposent des temps de calcul assez longs. Ainsi uniquement des petits volumes de mousses peuvent être modélisés et ne sont probablement pas représentatifs du comportement global du matériau en terme de propriétés effectives. C'est pourquoi les simulations sur des géométries réelles sont plus généralement utilisées pour observer et comprendre les mécanismes de déformation à l'échelle locale. Elles permettent de mettre en évidence les effets des irrégularités et des défauts des cellules.

A l'heure actuelle avec le développement rapide de moyens de calculs toujours plus puissants on commence à pouvoir effectuer des simulations sur des échantillons plus conséquents. On peut ainsi imaginer réaliser dans un futur proche de véritables calculs de structure en grandes déformations avec prise en compte d'une loi de comportement du matériau constitutif non linéaire, sur un volume représentatif de mousse.

#### 4) Lois de comportement macroscopiques

Des modèles phénoménologiques de plasticité ont été proposés par différents auteurs pour décrire le comportement macroscopique multiaxial des matériaux cellulaires [26–28]. Ces modèles fournissent des lois de comportement qui décrivent convenablement les surfaces de plasticité expérimentales. Elles considèrent le matériau comme homogène et donnent un critère de plasticité dépendant des deux premiers invariants du tenseur des contraintes  $\sigma_m = \frac{\text{trace}(\sigma)}{3}$  la pression hydrostatique et  $\sigma_e$  la contrainte effective de *Von Mises*.

Les deux modèles les plus fréquemment utilisés pour la plasticité des mousses métalliques sont ceux de *Miller* et *Deshpande et al.*

*Miller* a proposé dans [26] la fonction de charge suivante, éq. (I.4), inspiré du critère de *Drucker-Prager* développé pour la mécanique des sols.

$$f = \sigma_e - \gamma \sigma_m + \frac{\alpha}{d_0 \sigma_y^*} \sigma_m^2 - d_0 \sigma_y^* \leq 0 \quad (\text{I.4})$$

Avec  $\sigma_y^*$  la limite d'élasticité en compression de la mousse. Cette loi comporte trois paramètres  $\gamma$ ,  $\alpha$  et  $d_0$  permettant d'ajuster le modèle aux mesures et données expérimentales. Ils sont reliés au rapport  $\beta$  entre la limite d'élasticité en compression et en traction et au coefficient de Poisson plastique  $\nu_p$  par les relations suivantes :

$$\gamma = \frac{6\beta^2 - 12\beta + 6 + 9(\beta^2 - 1)/(1 + \nu_p)}{2(\beta + 1)^2} \quad (\text{I.5})$$

$$\alpha = \frac{45 + 24\gamma - 4\gamma^2 + 4\nu_p(2 + \nu_p)(-9 + 6\gamma - \gamma^2)}{16(1 + \nu_p)^2} \quad (\text{I.6})$$

$$d_0 = \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{\gamma}{3} + \sqrt{\left(1 - \frac{\gamma}{3}\right)^2 + \frac{4\alpha}{9}} \right) \quad (\text{I.7})$$

Dans les travaux de *Deshpande et Fleck* [27] le comportement sous chargement compressif multiaxial de mousses d'aluminium *Alporas* et *Duocel* a été étudié. Ils ont observé que les surfaces de charge expérimentales pour ces mousses ont une forme plus ou moins elliptique et ont alors proposé la fonction de charge suivante, éq. (I.8) :

$$\Phi = \hat{\sigma} - \sigma_y^* \leq 0 \quad (\text{I.8})$$

où la contrainte équivalente  $\hat{\sigma}$  est donnée par l'équation (I.9) :

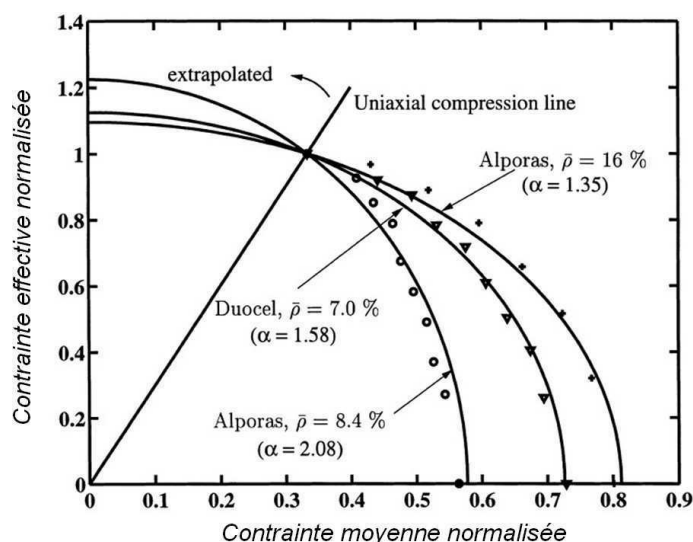
$$\hat{\sigma}^2 = \frac{1}{1 + (\alpha/3)^2} [\sigma_e^2 + \alpha^2 \sigma_m^2] \quad (\text{I.9})$$

avec  $\alpha$  un paramètre ajustable agissant sur la forme de la surface de plasticité.

La relation (I.8) décrit une surface de charge elliptique avec la limite d'élasticité en traction-compression égale à  $\sigma_y^*$  et la limite d'élasticité hydrostatique à  $\frac{\sqrt{1+(\alpha/3)^2}}{\alpha} \sigma_y^*$ . Le paramètre  $\alpha$  définit ainsi le rapport des deux axes de l'ellipse. Il est relié au coefficient de Poisson plastique  $\nu_p$  de la mousse par la relation (I.10) suivante :

$$\alpha = 3 \sqrt{\frac{0.5 - \nu_p}{1 + \nu_p}} \quad (\text{I.10})$$

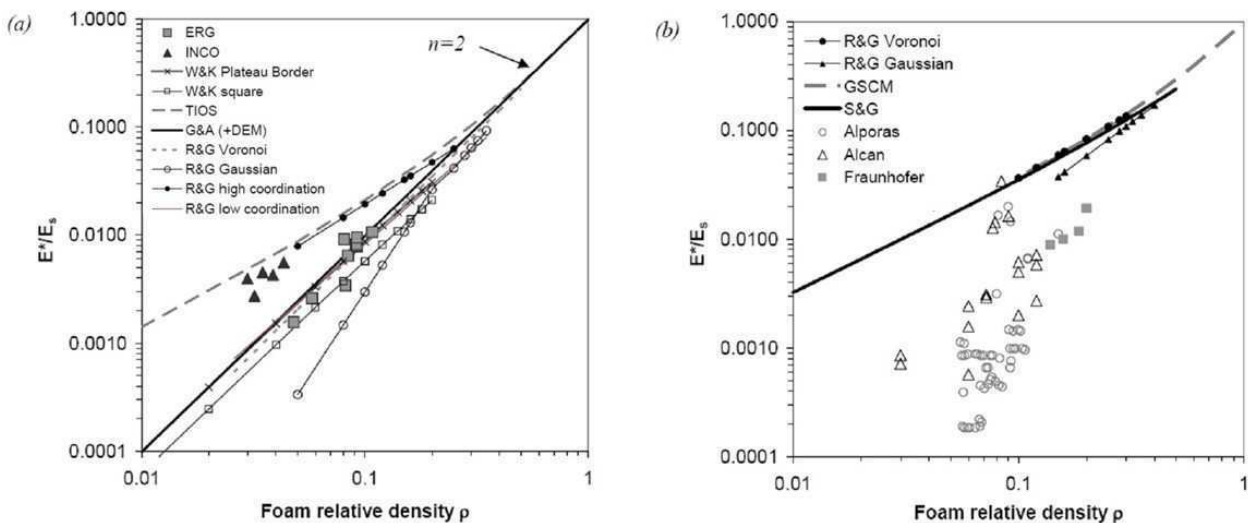
La figure I.12 montre qu'en choisissant bien le paramètre  $\alpha$  le modèle de *Deshpande et Fleck* décrit correctement les surfaces de charge expérimentales pour les mousses d'aluminium *Alporas* et *Duocel*.



**Fig. I.12 :** Comparaison du modèle de *Deshpande et Fleck* aux données expérimentales des mousses d'aluminium *Alporas* et *Duocel*. Les contraintes sont normalisées par la limite d'élasticité  $\sigma_y^*$  en compression simple. Les valeurs de  $\alpha$  utilisées sont indiquées entre parenthèses. Extrait de [27].

## Conclusion

Les modèles mécaniques utilisent la densité relative et le caractère ouvert ou fermé comme paramètres. Ils fournissent des lois d'échelles pour les propriétés élastiques à travers une relation en puissance de la densité relative. L'exposant  $n$  varie d'environ 1 pour les mousses fermées à environ 2 pour les mousses ouvertes. Ils indiquent également que les mousses fermées atteignent de meilleures propriétés élastiques que les mousses ouvertes. Cependant les données expérimentales disponibles dans la littérature vont à l'encontre de ces modèles, en particulier pour les mousses fermées (figure I.13). Dans ce cas ils ne décrivent pas bien les évolutions en terme de densité, ni les niveaux absolus.



**Fig. I.13 :** Évolution du module d'Young relatif avec la densité relative. Comparaison des données expérimentales avec les modèles mécaniques. (a) Mousses ouvertes. (b) Mousses fermées. Extrait de [4].

On remarque aussi qu'à densité relative fixée les propriétés s'étalent sur une plage importante, pouvant atteindre un ordre de grandeur de différence. Ceci indique clairement que la densité relative n'est pas un paramètre suffisant pour caractériser entièrement une mousse. Les travaux de *Warren et al.* [10] et de *Roberts et al.* [17, 18] confirment que d'autres paramètres architecturaux doivent être pris en compte pour la modélisation du comportement mécanique.

Nous n'avons présenté ici, très succinctement, que l'étude du comportement mécanique quasi-statique des mousses métalliques. D'avantages de travaux ont été entrepris tant sur le plan expérimental que de la modélisation pour l'étude en fluage [29–32], la fatigue [33–35], le comportement dynamique [36–39].

## Conclusion sur les généralités des matériaux cellulaires

Les matériaux cellulaires, bien qu'encore assez peu représentés en tant que matériau de structure dans les milieux industriels destinés au grand public, offrent un potentiel d'application très vaste. Ils ont la particularité de combiner des propriétés intéressantes leur conférant ainsi un caractère multifonctionnel appréciable dans de nombreux domaines.

Le principal attrait réside dans leur faible densité couplée à des propriétés mécaniques spécifiques

performantes. Ils peuvent ainsi endosser un rôle structural en plus d'assurer une autre fonction au sein de leur environnement. Afin de pouvoir les intégrer au mieux dans un processus de conception il est indispensable d'étudier, de comprendre et de modéliser leur comportement mécanique. Leurs propriétés mécaniques dépendent d'une part du matériau qui les constitue et d'autre part de leur architecture, leur structure cellulaire. Des modèles simples, basés sur des considérations de résistance des matériaux, proposent des lois d'échelles qui dépendent uniquement de la densité relative du matériau et de son caractère ouvert ou fermé. Cette approche attractive par sa simplicité n'est malheureusement pas suffisante et on s'aperçoit en réalité que la densité relative n'est pas un paramètre suffisant pour caractériser entièrement les mousses. D'autres paramètres liés à l'architecture du matériau doivent être explicitement pris en compte. En considérant la quantité d'architectures cellulaires que l'on peut obtenir par les procédés d'élaboration existants on peut affirmer qu'il n'existe pas de modèle universel du comportement mécanique des matériaux cellulaires. Les modèles généraux peuvent fournir des bornes, des encadrements, des propriétés mais pour prédire une valeur précise il faut tenir compte de la géométrie spécifique du matériau que l'on utilise.

Dans le chapitre suivant nous nous intéressons à décrire une mousse métallique particulière qui fait l'objet de ce travail de thèse : les empilements de sphères creuses. Nous nous attacherons notamment à décrire précisément son architecture afin de pouvoir réaliser une modélisation mécanique adaptée de ce matériau, prenant en compte sa structure interne.



---

---

## Chapitre II

# *Les empilements de sphères creuses*

---

---

### Sommaire

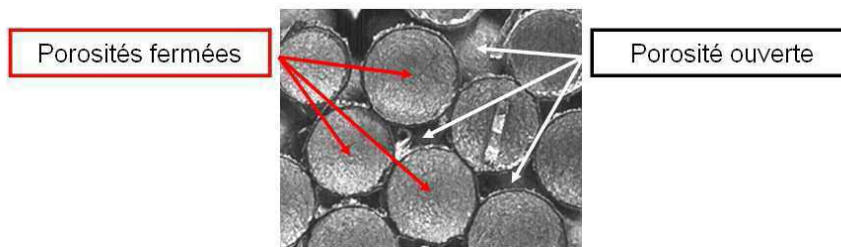
---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introduction</b> . . . . .   | <b>34</b> |
| <b>1 Matériaux constitutifs, propriétés et applications</b> . . . . . | <b>34</b> |
| 1.1 Polymères . . . . .   | 35        |
| 1.2 Céramiques . . . . .  | 35        |
| 1.3 Métaux . . . . .  | 36        |
| 1.4 Synthèse . . . . .  | 41        |
| <b>2 Procédés d'élaboration des empilements</b> . . . . .             | <b>41</b> |
| 2.1 Sphères creuses individuelles . . . . .                           | 41        |
| 2.2 Empilement et assemblage des sphères creuses . . . . .            | 45        |
| <b>3 Comportement et propriétés mécaniques</b> . . . . .              | <b>49</b> |
| 3.1 Empilements ordonnés . . . . .                                    | 49        |
| 3.2 Empilements aléatoires . . . . .                                  | 54        |
| 3.3 Synthèse générale sur le comportement mécanique . . . . .         | 59        |
| <b>Conclusion</b> . . . . .   | <b>60</b> |

---

## Introduction

Les empilements de sphères creuses sont constitués d'un arrangement de coques sphériques, de taille millimétrique et de rapport épaisseur sur rayon généralement faible, reliées entre elles par un contact consolidé. Les dimensions typiques des sphères vont de 0.5 à 10 mm de diamètre pour une épaisseur de 10  $\mu\text{m}$  à 1000  $\mu\text{m}$ . Les sphères creuses sont élaborées individuellement puis sont ensuite assemblées, par divers mécanismes, selon un réseau ordonné ou aléatoire. L'empilement obtenu forme un matériau cellulaire de type mousse à porosité mixte, la porosité ouverte correspondant au volume libre entre les sphères et la porosité fermée au volume intérieur des sphères, comme illustré sur la figure II.1.



**Fig. II.1** : Structure d'un empilement de sphères creuses métalliques mettant en évidence la double porosité.

L'utilisation de sphères permet d'obtenir une structure cellulaire simple, de forme régulière avec une distribution de taille contrôlée. La maîtrise et le contrôle de cette structure assurent une bonne reproductibilité du comportement mécanique et permet de mettre en place une démarche de modélisation prédictive des propriétés macroscopiques. Il est alors possible d'ajuster les propriétés mécaniques du matériau pour une application donnée en élaborant les empilements de sphères creuses ayant la structure adéquate. On se place ainsi dans une démarche de « *Materials by Design* » [40, 41] où le matériau est fabriqué sur mesure, spécialement conçu et optimisé à partir de l'application envisagée.

Ce chapitre présente dans un premier temps les matériaux constitutifs utilisables pour fabriquer des empilements de sphères creuses ainsi que les applications possibles et les différents procédés d'élaboration et d'assemblage des empilements. Ensuite le comportement et les propriétés mécaniques des empilements de sphères creuses sont exposés à travers les études et résultats disponibles dans la littérature.

## 1 Matériaux constitutifs, propriétés et applications

Les sphères creuses peuvent être réalisées, selon divers procédés de fabrication, en différents matériaux dans les trois grandes familles polymères, céramiques et métaux. A chaque matériau constitutif est associée une (ou des) application(s) adaptée(s). Comme la majorité des matériaux cellulaires les empilements de sphères présentent des propriétés multifonctionnelles et ainsi de nombreuses applications potentielles dans des domaines très variés.

Cette partie expose les matériaux utilisés pour faire des empilements de sphères creuses et décrit leurs applications existantes ou potentielles. Nous nous attarderons plus en détails sur ce qui concerne les empilements de sphères creuses métalliques car il s'agit du matériau étudié pendant la thèse.

## 1.1 Polymères

A l'heure actuelle aucune étude dans la littérature traitant d'empilements de sphères creuses polymères n'a été portée à notre connaissance. Nous pourrions citer les travaux de *Ruan et al.* [42] sur la compression et l'effondrement de sphères creuses en celluloïd (balles de ping-pong), composé de nitrate de cellulose et de camphre, cependant il s'agit d'avantage d'une étude fondamentale sur le comportement mécanique en compression de coques sphériques individuelles que de l'étude d'un matériau cellulaire constitué d'un assemblage de sphères creuses. Il est cependant intéressant de garder à l'esprit que la fabrication d'empilements de sphères creuses polymères reste tout à fait envisageable et des applications spécifiques peuvent exister. L'entreprise française *ATECA*<sup>1</sup>, située à Montauban et partenaire du programme MAPO, a d'ailleurs breveté un procédé d'élaboration de sphérules creuses en matériaux synthétiques [43] et a fabriqué des sphères creuses en polyamide et polyéthylène. Il n'y a cependant pas eu de développement du produit. L'entreprise *Kayton Industrial Tectonics Inc.*<sup>2</sup> à Dexter dans le Michigan (USA) propose également des sphères creuses en polypropylène. Enfin *Expancel*<sup>3</sup> en Suède fabrique des microsphères creuses par expansion de particules sphériques de polymères thermoplastiques (polypropylène, polyéthylène, PVC, PMMA). Il est notamment possible d'exploiter le fait que des sphères creuses polymères, et plus spécialement élastomères, peuvent exhiber un flambage élastique — donc réversible — en compression. On peut par exemple penser à des applications en amortissement de vibrations, comme il a été fait avec des empilements de sphères pleines par *Wakasawa et al.* [44]. Dans un autre registre des applications en flottabilité peuvent également être envisagées.

## 1.2 Céramiques

Les empilements de sphères creuses en céramique permettent de combiner les propriétés intéressantes des céramiques (résistance aux hautes températures, effets piézoélectriques) et des matériaux cellulaires (faible densité, perméabilité, absorption acoustique). Ainsi des sphères creuses en alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et en mullite ( $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ ) sont produites industriellement par *Keith Ceramic Materials Ltd.*<sup>4</sup>, Angleterre, pour des applications réfractaires [45]. En France *ATECA* produit également des sphères creuses en céramique (figure II.2).



**Fig. II.2 :** *Empilements de sphères creuses en céramique produits par ATECA.*

Les empilements de sphères creuses en mullite présentent également une excellente résistance aux chocs thermiques et peuvent être utilisés dans des brûleurs radiants [46]. Une équipe de la *Pennsylvania State University* a quant à elle développé des transducteurs piézoélectriques sphériques

<sup>1</sup>[www.ateca-fr.com](http://www.ateca-fr.com)

<sup>2</sup>[www.itiball.com](http://www.itiball.com)

<sup>3</sup>[www.expancel.com](http://www.expancel.com)

<sup>4</sup>[www.kcm.co.uk](http://www.kcm.co.uk)



miniatures à partir de sphères creuses de Titano-Zirconate de Plomb (PZT)  $\text{PbZrTiO}_x$ . [46, 47]. Les applications visées sont le développement d'hydrophones directionnels et l'amélioration de la résolution en imagerie ultrasonore. *McEntyre et al.* [48] ont mesuré la perméabilité d'empilements de sphères creuses et les valeurs obtenues, de 500 à 5000 *Darcies*, permettent d'envisager la réalisation de filtres pour métaux en fusion.

Toutes ces applications ne sont pas exhaustives, d'autres exemples peuvent être consultés dans l'ouvrage de référence sur les matériaux cellulaires céramiques *Cellular Ceramics* [49].

### 1.3 Métaux

De nombreux métaux et alliages ont été utilisés pour la fabrication de sphères creuses. Le choix du matériau dépend essentiellement de l'application envisagée. En effet le comportement des empilements de sphères creuses dépend d'une part de son architecture et de sa structure cellulaire et d'autre part des propriétés du matériau constitutif des sphères. Ainsi pour une utilisation de sphères creuses métalliques dans des turboréacteurs, donc à haute température, il est intéressant d'utiliser des sphères en superalliage à base nickel [50]. Pour une application comme isolant thermique dans des fours à haute température une étude sur des empilements de sphères creuses en molybdène a été menée en 2004 par *Färber et al.* [51]. On trouve également des travaux sur des sphères creuses en cuivre [52], en laiton [53], en nickel [3, 54], en titane [55], en aluminium [56], en acier [57, 58].



Fig. II.3 : Sphères creuses en acier produites par PLANSEE. Extrait de [59].

Les trois applications les plus fréquemment retrouvées dans les études et travaux sur les empilements de sphères creuses métalliques sont les pièces de structures légères, l'absorption de chocs et l'atténuation acoustique.

#### 1) Structures légères

Cette application, comme pour l'ensemble des matériaux cellulaires métalliques, repose sur les très bonnes propriétés mécaniques spécifiques des empilements de sphères creuses métalliques. Dans ce cas les empilements sont utilisés comme matériaux de structure dont les caractéristiques utiles sont principalement la rigidité et la résistance. La caractérisation du comportement et l'étude des propriétés mécaniques ont fait l'objet de quelques travaux expérimentaux et de modélisation. Les premières études ont été réalisées sur des empilements ordonnées par *Sanders* [60–62] et *Gasser* [3, 63, 64] qui ont proposé, par des calculs éléments finis, des lois d'échelles reliant les propriétés mécaniques (module d'Young, limite d'élasticité) aux paramètres structuraux des empilements. *Gao*

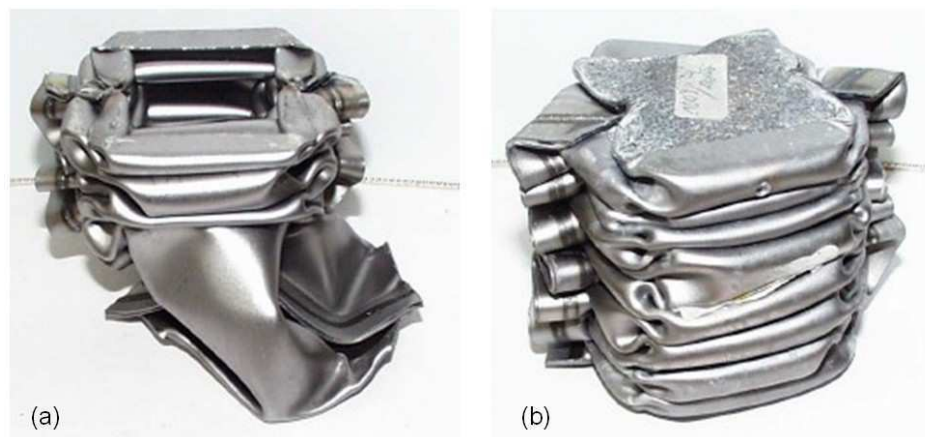
*et al.* [65] ont également effectué des simulations numériques sur des empilements ordonnés à grande déformation afin d'estimer les capacités d'absorption d'énergie du matériau.

Pour des empilements aléatoires des études expérimentales sur le comportement macroscopique ont été entreprises par *Lim et al.* [66] et *Friedl et al.* [58]. Ce dernier a également observé les mécanismes locaux de déformation à l'échelle de la sphère grâce à des essais de traction et de compression *in situ* sous microscope électronique à balayage. Pour la modélisation du comportement mécanique d'empilements aléatoires, *Mamoud* [67] a développé une méthode basée sur un modèle de coques minces et propose une loi d'évolution du module d'Young en fonction des paramètres structuraux des empilements. Le même type de loi d'échelle est donné par *Taguchi* et *Kurashige* [68] qui ont, quant à eux, utilisé une modélisation discrète par un réseau 3D de ressorts.

Plus de détails sur ces travaux de caractérisation mécanique des empilements de sphères creuses métalliques sont présentés en section 3 de ce chapitre.

## 2) Absorption de chocs

La grande déformabilité à contrainte quasi-constante des empilements de sphères creuses assure au matériau une très bonne capacité d'absorption d'énergie. Ainsi lors d'un choc une grande partie de l'énergie mise en jeu peut être dissipée par la déformation du matériau. Cette caractéristique s'avère très intéressante pour l'industrie automobile et aéronautique et tout autre domaine utilisant des structures pare-chocs. Des essais ont d'ailleurs été menés d'une part par *EADS* avec des empilements de sphères creuses utilisés comme matériau de cœur d'une structure sandwich soumise à l'impact à l'oiseau et d'autre part par *PLANSEE* avec des empilements dans des profilés creux (figure II.4) et dans des « B-pillar » de véhicules automobiles (figure II.5).



**Fig. II.4** : Tube profilé en acier pour structure pare-chocs. (a) Tube creux. (b) Tube rempli de sphères creuses métalliques. Extrait de [59].

L'absorption de chocs nécessite de connaître le comportement mécanique des empilements de sphères creuses sous chargement dynamique. Ce comportement a été étudié expérimentalement par *Zhao et al.* [37] avec l'utilisation d'un dispositif SHPB standard (barres de Hopkinson). Ces auteurs, ainsi que *Vesenjak et al.* [70], ont également effectué une modélisation par éléments finis du comportement en dynamique rapide d'empilements ordonnés. Ces études ont notamment permis d'explorer la sensibilité à la vitesse de déformation ainsi que la capacité d'absorption d'énergie des empilements de sphères creuses. Il a été mis en évidence une augmentation de la résistance mécanique



Fig. II.5 : B-pillar d'une voiture de tourisme. (a) Pièce originale. (b) Pièce partiellement remplie de sphères creuses. Extrait de [69].

de l'empilement avec la vitesse d'impact, représenté sur la figure II.6, ainsi que l'apparition d'un pic de contrainte suivi d'oscillations plus ou moins importantes selon la vitesse d'impact.

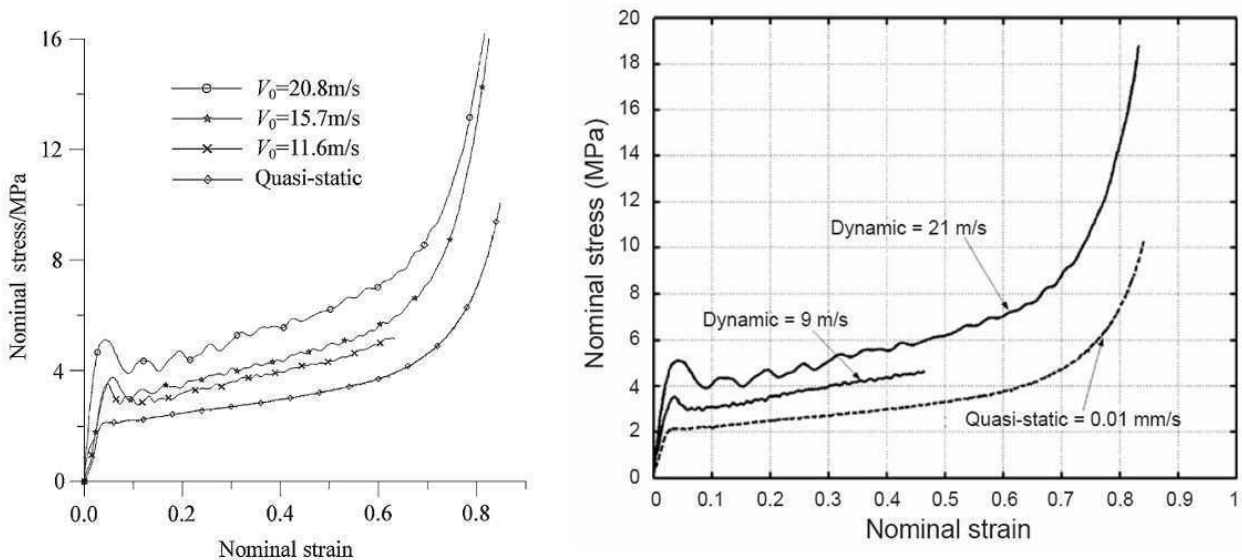


Fig. II.6 : Courbes contrainte-déformation typiques de la compression dynamique d'empilements de sphères creuses métalliques. Extrait de [37, 65].

La sensibilité à la vitesse d'impact est liée à quatre phénomènes largement décrits dans la littérature [36, 71, 72], à savoir :

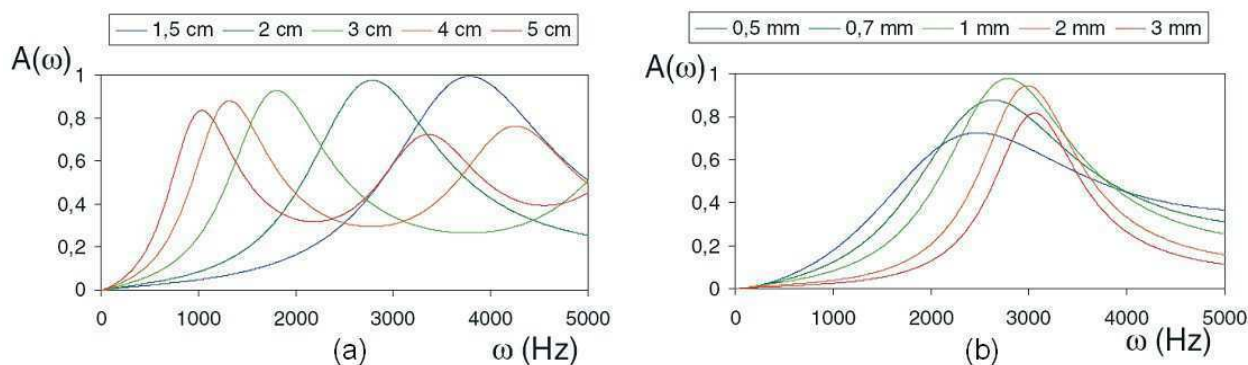
- La sensibilité à la vitesse du matériau constitutif,
- La pression du fluide dans les cellules,
- La propagation de l'onde de choc,
- Les effets microinertiels.

De plus, pour les empilements ordonnés, *Gao et al.* ont montré dans [65] que pour l'absorption d'énergie la configuration de l'empilement a peu d'influence en comparaison du rapport épaisseur sur rayon des sphères creuses.

Pour des empilements aléatoires il n'existe, à l'heure actuelle et à notre connaissance, aucune modélisation du comportement en dynamique rapide.

### 3) Atténuation acoustique

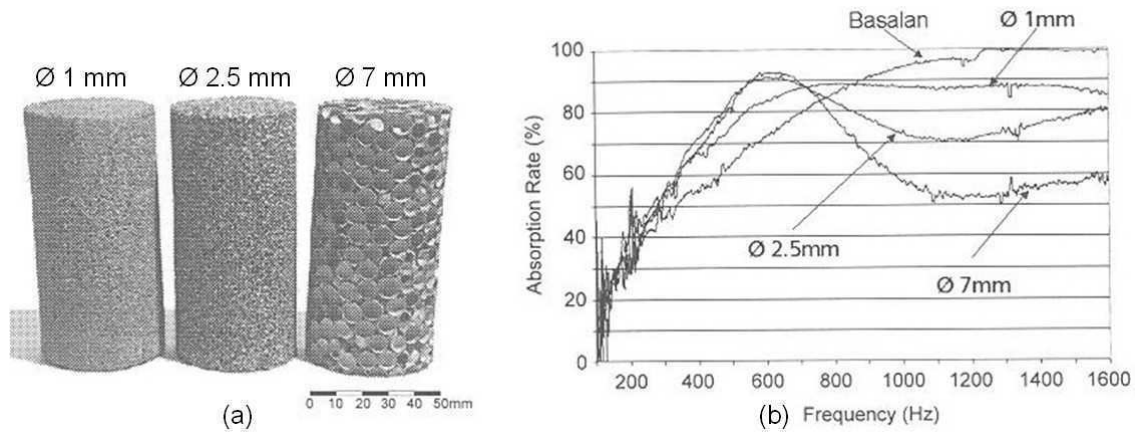
La porosité ouverte ainsi que la tortuosité des empilements de sphères creuses font de ce matériau un bon absorbant acoustique. Gasser a étudié, lors de sa thèse à l'ONERA, les propriétés acoustiques d'empilements de sphères creuses ordonnées selon un réseau cubique à face centré [3, 73] avec pour application la conception et l'optimisation d'absorbants sonores passifs pour les conduits chauds de turboréacteurs [1]. Il a montré que la forme générale de la courbe du coefficient d'absorption en fonction de la fréquence comporte un ou deux pics, comme illustré sur la figure II.7.



**Fig. II.7 :** Coefficient d'absorption acoustique d'un empilement CFC de sphères creuses (a) sphères de 1 mm de rayon et différentes tailles de l'empilement (b) empilement de 2 cm et différents rayons de sphères. Extrait de [74].

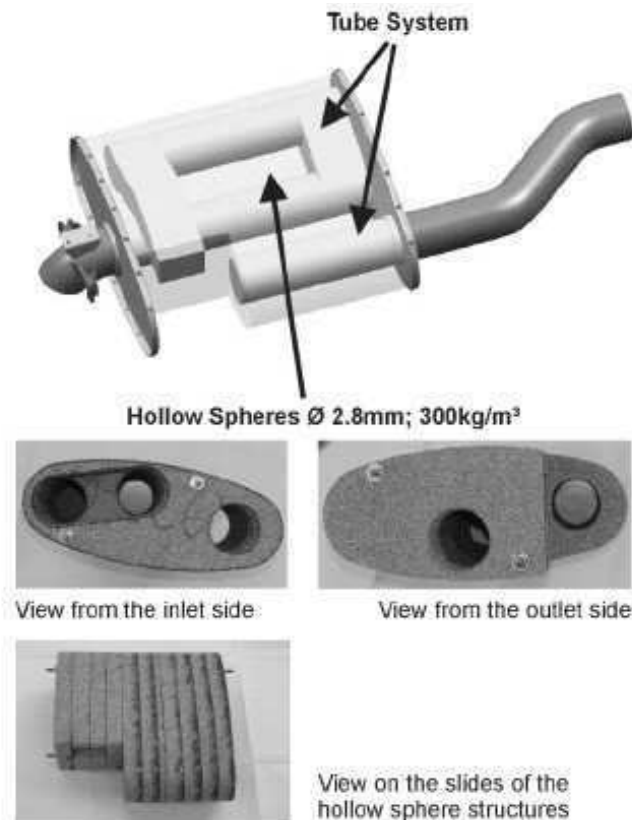
Ces pics correspondent à un phénomène de résonance et apparaissent quand la taille de l'empilement atteint un quart de la longueur d'onde incidente. Ainsi la taille de la structure permet de régler la fréquence absorbée (figure II.7 (a)) alors que le rayon des sphères influe sur la largeur et l'amplitude du pic d'absorption (figure II.7 (b)). Le matériau peut alors être optimisé pour l'absorption d'un spectre de fréquences particulier. Pour un spectre localisé autour d'une fréquence spécifique il s'agit de choisir l'épaisseur de la structure qui donne un pic d'absorption coïncidant avec cette fréquence et une taille de sphère donnant la plus grande amplitude d'absorption. Dans le cas d'un spectre plus large il faut choisir des sphères de plus petite taille afin d'étaler le pic d'absorption. Pour des empilements cubiques à face centrées, de porosité ouverte et tortuosité constante, le choix adéquat de la taille des sphères et de l'épaisseur de l'empilement permet donc d'adapter l'absorption acoustique du matériau. La présence d'un pic d'absorption indique que ce matériau est particulièrement performant pour l'atténuation d'un spectre localisé autour d'une fréquence particulière.

Göhler *et al.* [75] ont étudié les propriétés d'absorption acoustique d'empilements aléatoires de sphères creuses. Ils ont comparé le coefficient d'absorption d'empilements de trois tailles de sphères (diamètre 1 mm, 2.5 mm et 7 mm) de densité respective 0.39, 0.37 et 0.57  $g/cm^3$  représentées sur la figure II.8(a), avec du « basalan » une laine minérale utilisée dans l'industrie automobile. Ils retrouvent l'existence d'un pic d'absorption pour les empilements de sphères creuses ainsi que l'influence de la taille des sphères sur la largeur de ce pic, celui-ci étant plus fin pour des sphères de diamètre 7 mm et plus étalé pour des sphères de 1 mm comme le montre la figure II.8(b).



**Fig. II.8 :** (a) Échantillons cylindriques utilisés pour les essais d'absorption acoustique. (b) Comparaison du taux d'absorption en fonction de la fréquence pour les 3 échantillons de sphères creuses et pour le basalan. Extrait de [75].

Une étude industrielle sur l'absorption de bruit dans les tuyaux d'échappement de gaz de combustion dans l'industrie automobile a été menée par *Stephani et al.* [69]. Ils ont réalisé un prototype de silencieux constitué d'empilements aléatoires de sphères creuses en acier inoxydable de diamètre 2.8 mm et de densité  $0.3 \text{ g/cm}^3$ . Il est représenté sur la figure II.9.



**Fig. II.9 :** Prototype de silencieux pour tuyau d'échappement à base d'empilements de sphères creuses en acier inoxydable. Extrait de [69].

Ce silencieux a été testé en conditions réelles d'utilisation sur un moteur BMW 2.4 TDI et a montré une réduction de bruit considérable pour des régimes moteurs inférieurs à 1500 tours par

minute. Notons que pour cette étude une seule taille de sphère a été utilisée. Il serait intéressant d'effectuer le même type d'essai avec des sphères de différents diamètres afin d'observer la différence d'absorption obtenue.

Il est important de rappeler que la porosité ouverte et la tortuosité sont deux paramètres significatifs pour les propriétés acoustiques des matériaux cellulaires. Avec des empilements de sphères il est possible de faire varier ces paramètres en jouant sur la densité de l'empilement. Cependant à l'heure actuelle aucune étude ne portant sur l'influence de la densité d'empilement sur l'absorption acoustique n'existe dans la littérature. Dans le cadre du projet MAPO à l'ONERA des essais préliminaires ont été réalisés en tube à impédance sur des empilements de différentes densités.

## 1.4 Synthèse

Grâce à leur porosité mixte les empilements de sphères creuses cumulent les avantages des mousses ouvertes et fermées. Ils possèdent ainsi toutes les (nombreuses) propriétés intéressantes des matériaux cellulaires qui confèrent un caractère fortement multifonctionnel aux empilements de sphères creuses. Toutes ces propriétés peuvent trouver des applications dans de nombreux domaines comme par exemple l'industrie automobile, aéronautique/aérospatiale, navale, ferroviaire, construction, bâtiment, machine-outils, équipements sportifs, biomédical, extraction pétrolière, électrochimie, architecture, art et décoration.

## 2 Procédés d'élaboration des empilements

Il existe plusieurs moyens de fabriquer des sphères creuses et les procédés diffèrent selon le matériau constitutif. Nous ne présenterons dans cette partie que les procédés d'élaboration relatifs à la fabrication de sphères creuses métalliques. Pour la réalisation de sphères creuses céramiques nous vous invitons à consulter l'ouvrage de référence *Cellular Ceramics* [49].

### 2.1 Sphères creuses individuelles

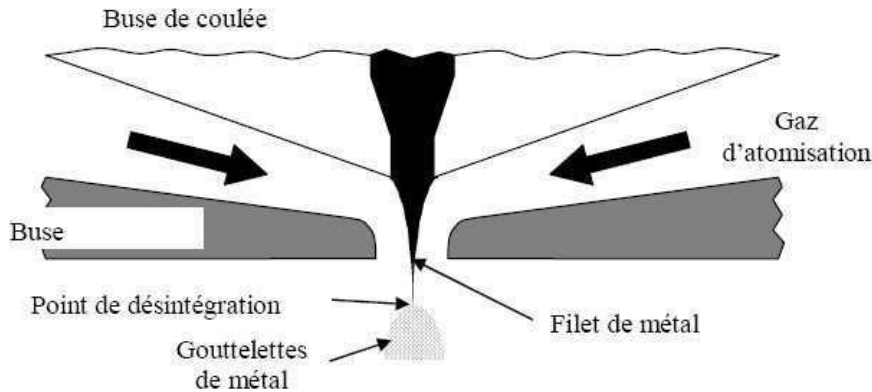
Le procédé d'élaboration doit permettre de contrôler très précisément la géométrie des sphères creuses, en particulier leur rayon et leur épaisseur, afin d'obtenir *in fine* un matériau à la structure cellulaire très régulière, sans imperfection. En pratique aucune technique ne permet de fabriquer des sphères creuses aux dimensions parfaitement constantes et une distribution de taille, plus ou moins large, existe toujours. Il s'agit alors de minimiser cette distribution et de savoir la quantifier. De plus tous les procédés n'ont pas un rendement de fabrication intéressant et ne permettent pas une production à l'échelle industrielle. De même les coûts de fabrication par sphère peuvent varier fortement.

Cette partie présente les différents procédés d'élaboration de sphères creuses métalliques, synthétisés dans les ouvrages de *Banhart* [5] et de *Ashby* [9].

#### 1) Atomisation

Cette méthode se base sur la technique de fabrication de poudres métalliques sphériques par atomisation d'un métal en fusion par un gaz inerte [76, 77]. Le principe de l'atomisation des métaux et alliages consiste à fondre le matériau de base dans un creuset. Le bain de métal en fusion s'écoule alors à travers une buse vers la chambre d'atomisation où le filet de matière est brisé en fines

gouttelettes par des jets de gaz inerte. Ces gouttelettes se solidifient par échange convectif au cours de leur déplacement dans la chambre d'atomisation schématisée sur la figure II.10. On forme ainsi des particules sphériques qui sont collectées dans un réceptacle au bas de la tour d'atomisation. Le spectre granulométrique produit est relativement large, et on observe très souvent une petite fraction, entre 1 et 5 %, de poudres de grande taille, diamètre de 0.5 à 1 mm, qui sont creuses avec une densité relative de l'ordre de 0.1.



**Fig. II.10 :** Schéma de principe du procédé d'atomisation pour la fabrication de poudres métalliques. Extrait de [78].

Ainsi, en adaptant les paramètres du procédé, il est possible de produire des sphères creuses de taille et d'épaisseur variables dans des tonnages importants, de l'ordre de plusieurs dizaines de kilogrammes par heure. L'adaptation de ce procédé d'atomisation à la fabrication de sphères creuses est encore à développer pour une bonne maîtrise de la production mais il s'avère être un bon moyen de fabrication à grande échelle.

## 2) Procédé électrochimique

Le principe de fabrication est le suivant : on procède à une métallisation et à un dépôt électrochimique d'une couche métallique poreuse sur un noyau, généralement une sphère en polystyrène expansé. Ce noyau est ensuite éliminé soit par dissolution dans un solvant, soit par pyrolyse, à travers la couche poreuse précédemment déposée. On obtient ainsi une sphère creuse de diamètre intérieur correspondant à la taille du noyau utilisé. Ce procédé permet de réaliser des sphères creuses de diamètre précisément contrôlé par la granulométrie des noyaux utilisés et d'épaisseur contrôlée par la couche de métal déposée. Une des restrictions de cette méthode réside dans le faible nombre de métaux pouvant être déposés par voie électrochimique. Elle permet de réaliser des sphères creuses à base de nickel, cuivre, zinc. Deux variantes de ce procédé ont été brevetées par :

- Société ATECA, brevet français FR2585373 [79] datant de 1985,
- Manfred JAECKEL, brevet allemand DE3210770 [80] datant de 1982.

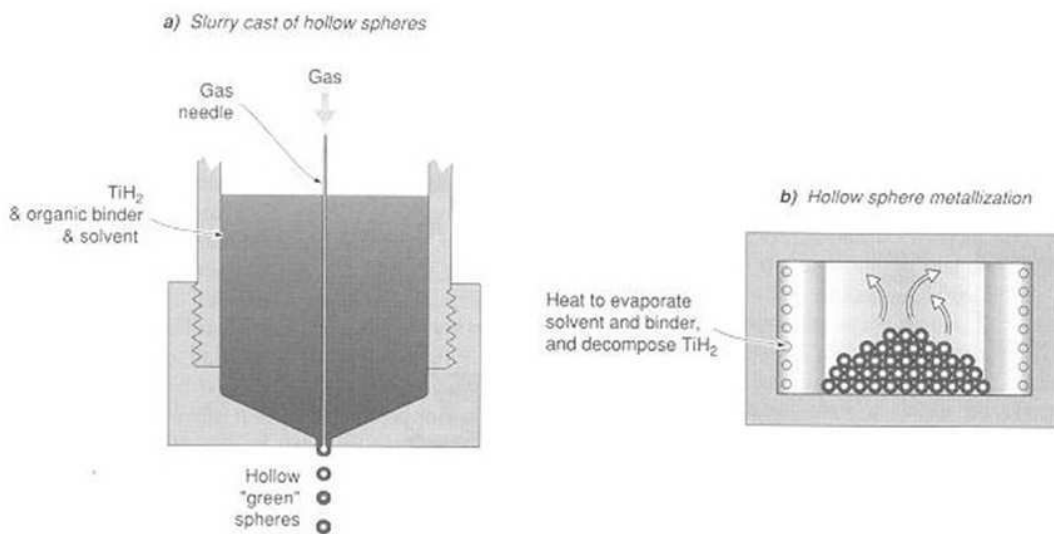
Plus de détails sur la fabrication de sphères creuses en nickel par le procédé breveté par ATECA sont exposés au chapitre III.

## 3) Métallurgie des poudres

L'utilisation de poudres métalliques et de traitements thermiques adaptés permet de fabriquer des sphères creuses par frittage. Deux techniques générales existent, elles ont été développées parallèlement au *Georgia Institute of Technology* (Georgia Tech.) et à l'institut de recherche allemand *Institut für Angewandte Materialforschung* (IFAM) [57, 81].

### Procédé Georgia Tech.

Cette méthode se base sur la pulvérisation d'un gaz et de poudres en solution. Un mélange de poudres métalliques, solvant et liant organique contenus dans une cuve est pulvérisé à travers un embout coaxial dans un écoulement de gaz, comme schématisé sur la figure II.11. En contrôlant les débits la solution de poudres forme un cylindre creux à la sortie du jet. Sous l'effet des forces hydrostatiques et de la tension de surface les parois du cylindre se referment sur elles-mêmes pour donner des sphères creuses. Le solvant s'évapore ensuite à l'air libre. Ce procédé permet de produire jusqu'à 15000 sphères par minute soit de l'ordre d'une dizaine de kilogramme par heure. Ces sphères à l'état « vert » subissent ensuite un traitement thermique qui permet de pyrolyser le liant et de fritter les poudres restantes pour former une coque dense ou microporeuse.



**Fig. II.11** : Principe du procédé mis au point au Georgia Institute of Technology pour la fabrication de sphères creuses métalliques. Extrait de [9].

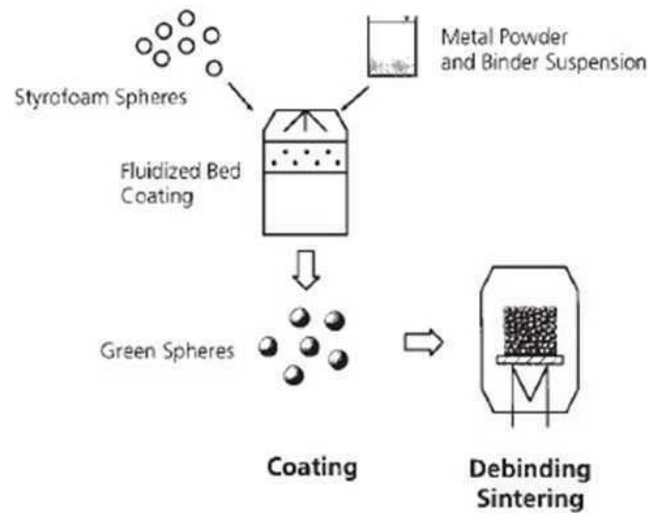
Cette méthode permet d'obtenir des sphères creuses de 1 à 6 mm de diamètre pour des épaisseurs de 40 à 200  $\mu\text{m}$ .

### Procédé IFAM

Cette méthode utilise des noyaux, généralement des billes de polystyrène expansé, sur lesquelles un mélange de poudres métalliques et liant organique est déposé par un dispositif de type lit fluidisé. Ces sphères à l'état « vert » subissent ensuite un traitement thermique qui permet de pyrolyser le liant et le noyau de polystyrène puis de fritter les poudres restantes pour former une coque dense ou microporeuse. Ce procédé est schématisé sur la figure II.12. Il permet de réaliser des sphères creuses de diamètre précisément contrôlé par la granulométrie des noyaux utilisés et d'épaisseur contrôlée par la quantité de solution de poudre déposée. La méthode permet de fabriquer des sphères creuses de 0.5 à 10 mm de diamètre pour des épaisseurs de 10 à 1000  $\mu\text{m}$ .

Ce procédé d'élaboration a été utilisé industriellement par l'entreprise Autrichienne *PLANSEE* pour réaliser des empilements de sphères creuses en acier inoxydable. Plus de détails sont exposés au chapitre III.





**Fig. II.12 :** Principe du procédé mis au point à l'IFAM pour la fabrication de sphères creuses métalliques par métallurgie des poudres. Extrait de [57].

Un des avantages de ces méthodes est que la totalité des matériaux disponibles en métallurgie des poudres sont théoriquement utilisables. Une large gamme de matériaux constitutifs sont donc envisageables pour fabriquer des sphères creuses par ce moyen, incluant des superalliages et intermétalliques.

#### 4) Autres méthodes

D'autres méthodes, plus artisanales ou moins adaptées à une production à grande échelle, existent pour fabriquer des sphères creuses. Elles nécessitent généralement des opérations de fabrication individuelle où les sphères sont produites une à une. Ce sont donc des méthodes onéreuses et dont l'automatisation conduit à des équipements chers et complexes. Citons quelques exemples, non exhaustifs, de tels procédés :

- une technique consiste à fabriquer deux coquilles hémisphériques par moulage ou emboutissage et à les assembler par divers moyens (collage, soudage) [56] pour former une sphère creuse.
- une autre technique, qui est notamment utilisée pour réaliser de petites billes de chainettes, consiste à emboutir celles-ci à partir d'un tube. Dans ce cas chaque sphère se trouve perforée à deux endroits.
- une dernière méthode consiste à réaliser individuellement chaque sphère par électroformage en bout d'une électrode soluble autour d'un mandrin destructible. Elle conduit à des sphères creuses qui comportent un orifice d'extraction du mandrin.

#### Conclusion

Divers procédés très différents, plus ou moins performants et coûteux, permettent d'élaborer des sphères creuses métalliques. Cependant la fabrication de sphères creuses reste encore à l'heure actuelle un thème de recherche à part entière notamment pour le développement, la maîtrise et l'optimisation des paramètres des procédés existants. En effet faire progresser les procédés d'élaboration constitue une étape indispensable pour une production et une utilisation à grande échelle du matériau.

## 2.2 Empilement et assemblage des sphères creuses

A partir des sphères creuses individuelles deux configurations d'empilements sont envisageables : ordonnée ou aléatoire.

### 1) Empilements ordonnés

Ces empilements forment des structures régulières et périodiques. Les sphères sont arrangées selon un réseau de *Bravais*, plus particulièrement sur des mailles cubique simple (CS) figure II.13, cubique centrée (CC) et cubique à faces centrées (CFC) figure II.14. Les empilements ordonnés présentent l'avantage d'avoir une compacité donnée (52% pour le CS, 68% pour le CC et 74% pour le CFC) ainsi qu'un nombre de coordination constant (6 pour le CS, 8 pour le CC et 12 pour le CFC). Leur architecture est donc totalement fixée et connue. Ces caractéristiques permettent une caractérisation théorique déterministe de leur comportement.

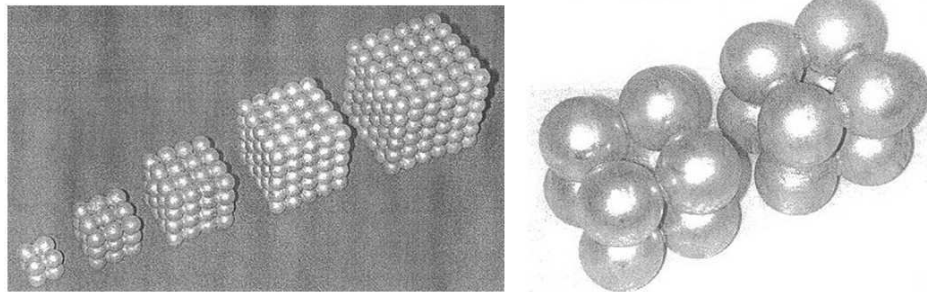


Fig. II.13 : Empilements ordonnés selon un réseau cubique simple. Extrait de [60].

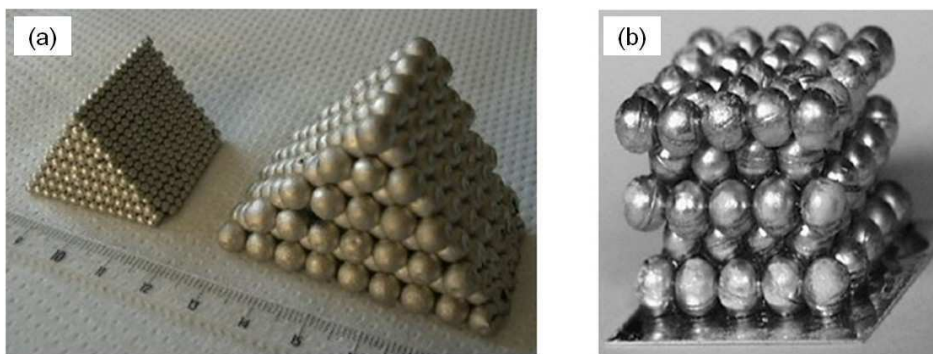
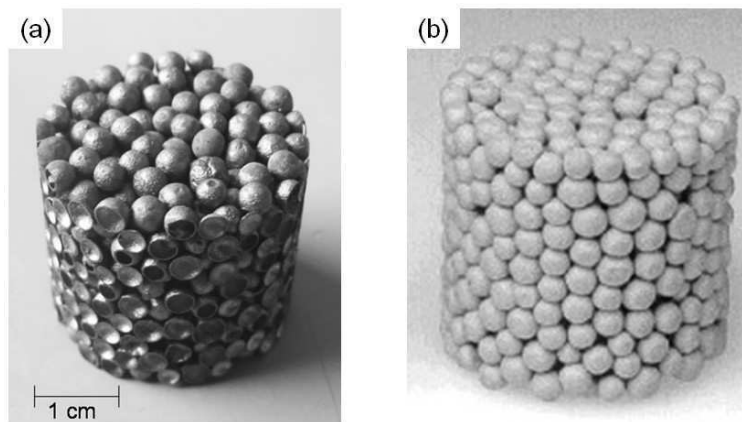


Fig. II.14 : Empilements ordonnés selon un réseau cubique à faces centrées (a) échantillons prismatiques de sphères creuses de nickel, extrait de [3]. (b) échantillon cubique de sphères creuses d'aluminium, extrait de [56].

Cependant en pratique ces empilements sont assez délicats à obtenir et il est très difficile de réaliser des structures de grandes dimensions. La difficulté majeure est d'éviter l'apparition de défauts d'empilements facilités par la distribution de taille des sphères. Des « lacunes » ou des « dislocations » se créent lors de l'empilement des sphères et cette zone irrégulière se propage au fur et à mesure que l'on ajoute des cellules. Ces irrégularités et défauts dans les empilements sont a priori très préjudiciables vis-à-vis des propriétés mécaniques, c'est pourquoi on cherche à les éviter au maximum. Pour fabriquer des empilements CFC Gasser a utilisé un montage en dièdre, sous forme de « V » ouvert à  $70.5^\circ$ , qui permet d'obtenir des échantillons prismatiques, comme illustrés sur la figure II.14(a), qu'il est ensuite possible d'usiner. Banhart dans [5] propose d'utiliser un nid d'abeilles en cire comme patron de l'empilement.

## 2) Empilements aléatoires

Les sphères creuses sont versées dans un moule de forme quelconque où l'empilement est formé par gravité. La figure II.15 montre deux échantillons cylindriques d'empilements aléatoires gravitaires. Cette opération peut être réalisée sur un pot vibrant afin de permettre un réarrangement des sphères et donc d'augmenter la densité de l'empilement. La littérature sur les arrangements aléatoires de sphères [82–85] indique que, selon les conditions de réalisation de l'empilement, la compacité s'étend d'environ 55% à un maximum de 64% pour un nombre de coordination moyen respectif d'environ 5.0 à 7.0. Par ailleurs l'empilement aléatoire obtenu peut ensuite être soumis à une compaction qui a pour effet d'augmenter la densité et la coordination moyenne [86]. Dans ce cas les sphères sont déformées au niveau des contacts entre voisines et ont tendance à se « polyhédriquer ». C'est le cas de l'empilement de la figure II.15(b).



**Fig. II.15 :** Empilements aléatoires gravitaires de sphères creuses (a) en nickel, produits par ATECA (b) en acier inoxydable, soumis à une compaction préalable. Extrait de [57].

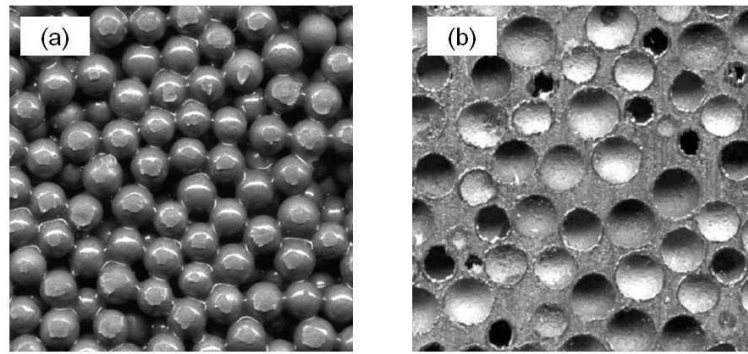
Les empilements aléatoires présentent l'avantage d'être simple à réaliser et de pouvoir ainsi fabriquer des structures de grandes dimensions. Cependant ils n'ont pas la régularité des empilements ordonnés, ce qui constitue à priori un inconvénient quant à la reproductibilité et à la modélisation de leur comportement mécanique.

La dernière étape pour l'obtention du matériau cellulaire final consiste à consolider les contacts entre sphères creuses voisines dans l'empilement. Plusieurs techniques existent pour cela. Elles sont classées en méthodes utilisant ou non un ajout de matière.

## 3) Assemblage avec ajout de matière

On trouve deux méthodes d'assemblage des empilements avec ajout de matière : le collage et le brasage ou brasage-diffusion.

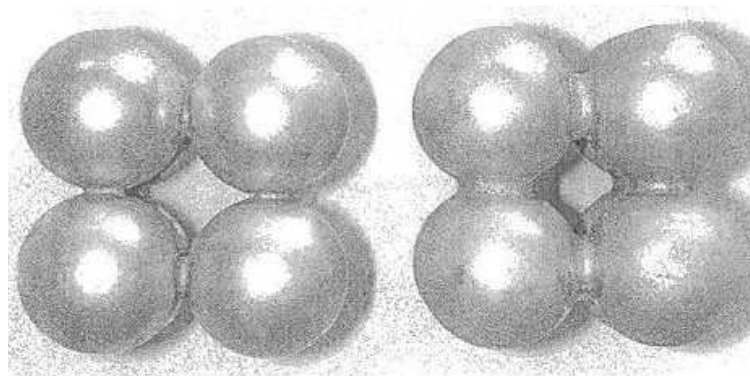
**Collage :** Les sphères creuses sont enduites d'un adhésif de type résine époxy qui après séchage donne un lien solide entre les sphères en contact dans l'empilement. Un tel assemblage est représenté sur la figure II.16(a). La taille du lien entre sphères dépend de la quantité de résine déposée, on peut aller de contacts quasiment ponctuels jusqu'à un enrobage complet de l'empilement dans une matrice de résine comme l'illustre la figure II.16(b).



**Fig. II.16 :** Empilements aléatoires de sphères creuses (a) partiellement collées. (b) enrobées dans une matrice de résine. D'après [70].

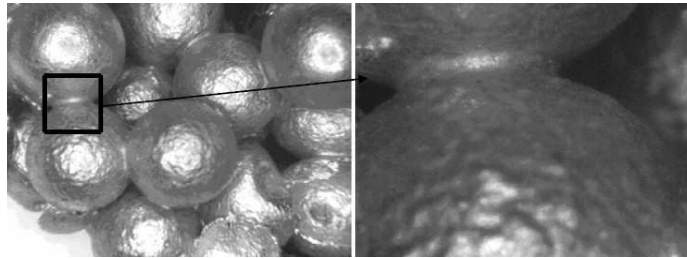
L'utilisation de colle ne permet pas une utilisation du matériau à haute température. Dans ce cas la limitation se situe autour de 150-200°C.

**Brasage :** La méthode de brasage se base sur la fusion d'un métal d'apport qui lors d'un cycle thermique vient mouiller par capillarité la zone de contact entre deux sphères. Le métal d'apport doit avoir une température de fusion inférieure au matériau constituant les sphères et le brasage est réalisé dans un four à atmosphère contrôlé ou sous vide pour éviter les problèmes d'oxydation. Plusieurs moyens existent pour apporter le matériau de brasure. Quatre différentes méthodes sont décrites par *Sanders* dans [60] utilisant des feuilles de brasure, des anneaux de brasure et une pâte ou une solution de brasure. Les méthodes utilisant des feuilles ne sont adaptées qu'à la réalisation d'empilements cubiques simples et celles utilisant des anneaux qu'aux empilements CS, CC et CFC. De plus elles requièrent un temps important pour placer individuellement chaque brasure. Ces méthodes n'ont donc aucun intérêt pour une production à grande échelle et restent des techniques de laboratoire. Seules les méthodes utilisant des solutions de poudres de brasure avec un liant organique sont utilisables pour réaliser des empilements aléatoires. Les sphères sont enrobées avec la solution de brasure et l'empilement subit un traitement thermique permettant l'évaporation du liant et la fusion des poudres. On obtient ainsi après refroidissement un col de brasure au niveau de la zone de contact entre deux sphères voisines, illustré sur la figure II.17. La taille de la zone de contact dépend de la quantité de brasure déposée et de ses propriétés de mouillage.



**Fig. II.17 :** Cols de brasure entre sphères creuses en contact. Extrait de [60].

**Brasage-diffusion :** Le procédé de brasage-diffusion est proche du brasage conventionnel. Il repose également sur l'apport d'un métal qui après fusion va mouiller la zone de contact entre deux sphères et former un ménisque de brasure. Cependant lors d'un brasage-diffusion il y a un maintien en température jusqu'à solidification isotherme du col de brasure. Cela favorise notamment l'interdiffusion des éléments du joint et des sphères à assembler. On obtient ainsi après la solidification isotherme un col de brasure au niveau de la zone de contact entre deux sphères voisines représenté sur la figure II.18. La taille de la zone de contact dépend de la quantité de brasure déposée et de ces propriétés de mouillage. Plus de détails sur ce procédé sont exposés dans le chapitre suivant.

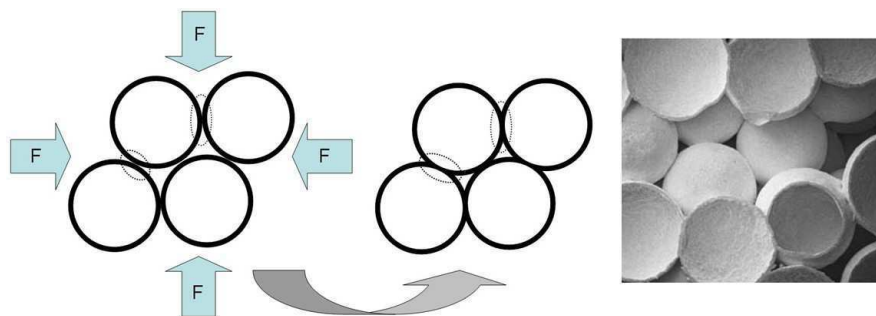


**Fig. II.18 :** Empilement aléatoire et ménisques de brasure de sphères creuses en nickel assemblées par brasage-diffusion de NiB. Extrait de [50].

Les difficultés liées aux procédés de brasage et brasage-diffusion sont nombreuses. Il faut notamment choisir de manière adéquate le métal d'apport. Il doit avoir une température de fusion inférieure à celle du matériau des sphères avec un domaine de fusion étroit pour assurer une bonne fluidité. Enfin il doit également fournir un bon mouillage des sphères à assembler pour obtenir un col de brasure de dimensions suffisantes.

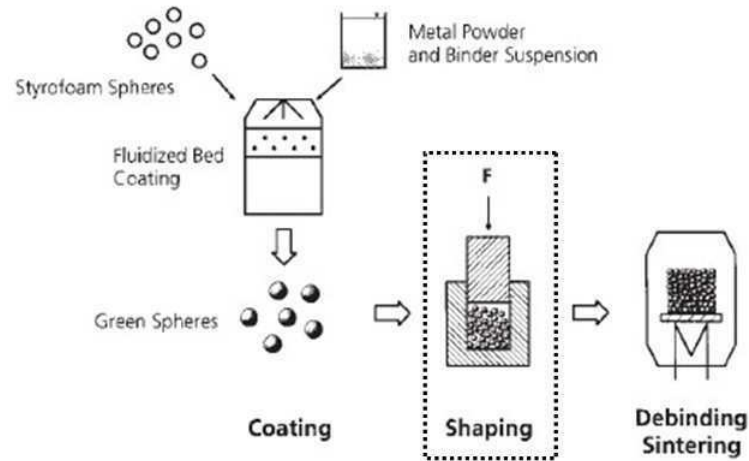
#### 4) Assemblage sans ajout de matière

Les sphères creuses peuvent être assemblées sans ajout de matière par un procédé de frittage. Cette méthode n'est réalisable qu'avec des sphères creuses elles-mêmes fabriquées par métallurgie des poudres. La technique, mise au point à l'IFAM de Dresde (Allemagne), s'intègre alors directement dans le processus d'élaboration des sphères creuses [57]. Les sphères à l'état « vert » sont empilées dans un moule et subissent une opération de mise en forme de type compaction isotrope ou compression en matrice. Lors de cette étape la présence des noyaux en polystyrène empêche les parois métalliques de flamber et permet de former une zone de contact aplatie, non-punctuelle, entre sphères voisines comme illustré sur la figure II.19. Cette opération implique une distribution assez large de taille de contacts dans l'empilement ainsi qu'une augmentation de la densité et de la coordination de l'empilement.



**Fig. II.19 :** Principe de la compaction des sphères à l'état « vert » pour former des contacts aplatis, de grande taille, d'après le procédé de l'IFAM.

L'empilement mis en forme subit ensuite un traitement thermique pour pyrolyser le liant et les noyaux de polystyrène puis fritter les poudres restantes. On forme alors dans un même temps des coques denses ou microporeuses et des liens entre sphères en contact. La distribution de taille des contacts dépend des conditions de mise en forme effectuée avant frittage.



**Fig. II.20 :** Procédé de fabrication d'empilement de sphères creuses frittées incluant l'étape de mise en forme des contacts, développée par l'IFAM. Extrait de [57].

Ce procédé permet de fabriquer en grande quantité des empilements aléatoires de sphères creuses avec tout matériau disponible en métallurgie des poudres. Les paramètres structuraux de l'empilement peuvent être contrôlés par les différentes étapes du procédé, on peut alors à priori fabriquer le matériau avec une structure choisie. Cependant il reste encore de nombreux développements à faire pour l'optimisation et la maîtrise précise de ce procédé. Des travaux sont d'ailleurs toujours en cours à l'IFAM à Dresde. Cette méthode semble néanmoins la plus intéressante et la plus prometteuse pour une production industrielle, à grande échelle, d'empilements aléatoires de sphères creuses.

### 3 Comportement et propriétés mécaniques

Cette partie expose les travaux existants dans la littérature sur la caractérisation du comportement mécanique d'empilements ordonnés ou aléatoires de sphères creuses à travers des études expérimentales ou de modélisation numérique.

#### 3.1 Empilements ordonnés

##### 1) Approche expérimentale

En raison des difficultés pratiques pour réaliser des empilements ordonnés, très peu de travaux expérimentaux sur le comportement mécanique ont été entrepris. Une première étude succincte, réalisée par ATECA [54], a mis en œuvre des essais de compression sur une structure sandwich composée d'un empilement hexagonal compact collé entre deux peaux en acier inoxydable.

Lors de sa thèse [3], Gasser a effectué des essais de compression sur des empilements cubiques à faces centrées avec des sphères creuses brasées en nickel fournis par ATECA. Il a réalisé des échantillons prismatiques avec des sphères de rayon 1 mm, 2 mm et 3 mm et d'épaisseur 90 μm, 120 μm

et  $150 \mu\text{m}$ . Plusieurs décharges ont été effectuées pendant les essais afin de mesurer l'évolution du module d'élasticité avec la déformation. Il a pu constater qu'en début de compression le module à décharge augmente pour atteindre un maximum puis diminue rapidement avec la déformation, ce qui traduit un endommagement des sphères dans l'empilement. Les modules d'Young maximaux pour les différents échantillons testés sont représentés en fonction de l'épaisseur relative  $t/R$  des sphères sur la figure II.21.

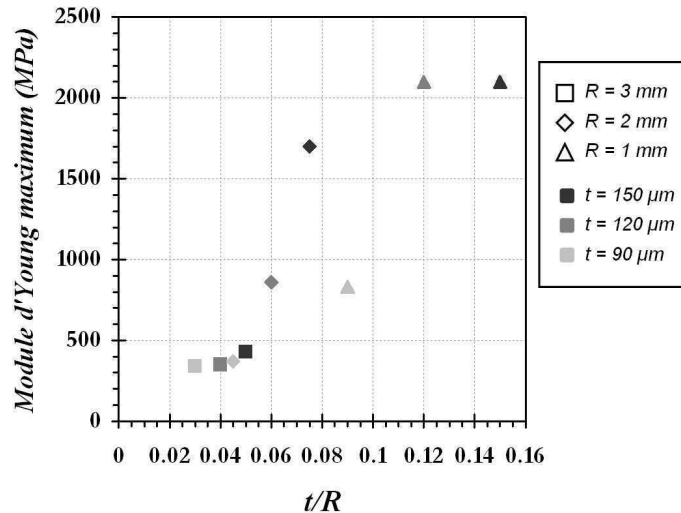


Fig. II.21 : Modules d'Young expérimentaux d'empilements CFC mesurés par Gasser.

Des points peuvent sembler aberrants, notamment ceux des échantillons à  $R = 1 \text{ mm}$ . Ceci peut s'expliquer par la méthode de mesure du module à partir des données expérimentales. A noter également qu'aucune information sur la reproductibilité de ces mesures n'a été fournie par l'auteur.

Enfin, plus récemment, *Yamada et al.* ont publié des travaux sur des essais de compression d'empilements cubiques centrés de sphères creuses en aluminium collées [56]. Ils ont utilisé des sphères de  $4 \text{ mm}$  de diamètre et d'épaisseur  $100 \mu\text{m}$ ,  $300 \mu\text{m}$  et  $500 \mu\text{m}$ . Les empilements obtenus ont une masse volumique respective de  $0.29$ ,  $0.43$  et  $0.68 \text{ g/cm}^3$ . Les courbes de compression obtenues sont représentées sur la figure II.22.

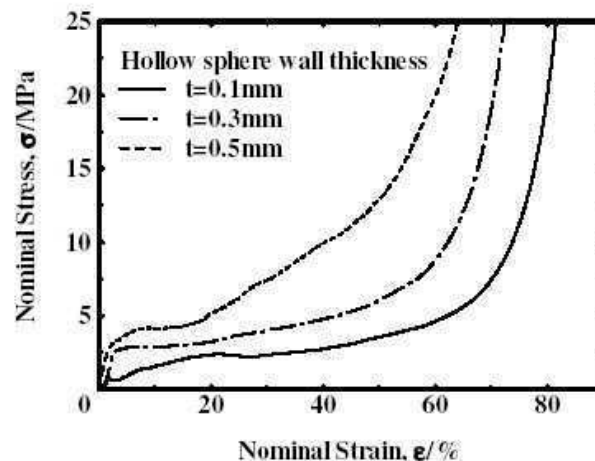


Fig. II.22 : Courbes contrainte-déformation de compression d'empilements CC de sphères creuses d'aluminium collées. Extrait de [56].

Aucune donnée sur le module d'Young n'a été extraite de ces essais de compression. Les auteurs se sont intéressés plus particulièrement à l'évolution de la contrainte à plateau  $\sigma_{pl}$  avec la densité relative  $\rho_r$  du matériau ainsi qu'à l'énergie par unité de volume  $W_V$  absorbée pendant la déformation. Pour la contrainte  $\sigma_{pl}$ , en considérant une loi d'échelle en puissance  $\sigma_{pl} = C\rho_r^n$  classique pour les matériaux cellulaires, ils ont déterminé un exposant  $n$  proche de 1 ce qui correspond aux modèles obtenus pour les mousses fermées.

## 2) Modélisation

Trois études majeures sur la modélisation numérique du comportement mécanique d'empilements ordonnés ont été effectuées. Les premiers travaux sont ceux de *Sanders* en 2002 [60–62] et *Gasser* en 2003 [3, 63, 64], puis plus récemment *Gao et al.* [65] en 2007. Le caractère régulier et périodique des empilements ordonnés permet de réduire la globalité du matériau en une cellule représentative et facilite ainsi la modélisation numérique.

**Sanders :** il s'est intéressé à l'élasticité et au seuil de plasticité macroscopique de structures CS, CC et CFC avec un contact arrondi [60–62]. Il a calculé les surfaces de charge initiales et a étudié l'anisotropie de ces empilements. Il a ainsi pu établir des lois d'échelles reliant les propriétés élastiques du matériau aux paramètres structuraux  $t/R$ , épaisseur relative des sphères, et  $\theta$  décrivant la taille des contacts. Les équations (II.1), (II.2) et (II.3) correspondent respectivement aux lois d'évolution du module d'Young relatif pour les empilements CS, CC et CFC.

$$\frac{E^*}{E_s} = \frac{(t/R)^{-1.4 \cdot 10^{-2} \theta + 1.39}}{3.85 \cdot 10^{-3} \theta^2 - 0.294 \theta + 8.33} \quad (\text{II.1})$$

$$\frac{E^*}{E_s} = \frac{(t/R)^{-1.24 \cdot 10^{-2} \theta + 1.35}}{-2.99 \cdot 10^{-2} \theta + 1.89} \quad (\text{II.2})$$

$$\frac{E^*}{E_s} = \frac{(t/R)^{2.37 \theta - 0.278}}{-1.52 \cdot 10^{-2} \theta + 1.40} \quad (\text{II.3})$$

Les équations (II.4), (II.5) et (II.6) correspondent respectivement aux lois d'évolution de la limite d'élasticité relative pour les empilements CS, CC et CFC.

$$\frac{\sigma_y^*}{\sigma_{ys}} = [0.018 \theta + 0.015] \left( \frac{t}{R} \right)^{-3.61 \cdot 10^{-3} \theta + 1.13} \quad (\text{II.4})$$

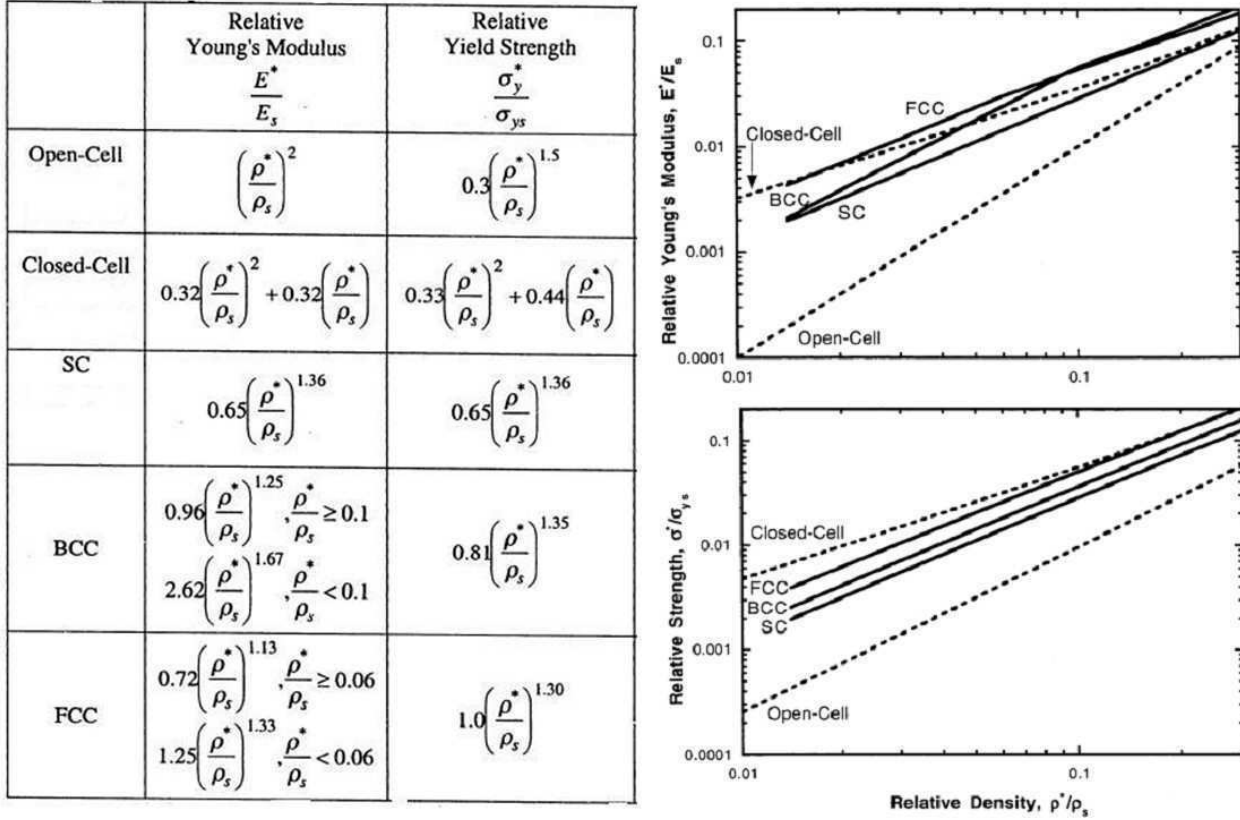
$$\frac{\sigma_y^*}{\sigma_{ys}} = [0.029 \theta + 0.352] \left( \frac{t}{R} \right)^{1.13} \quad (\text{II.5})$$

$$\frac{\sigma_y^*}{\sigma_{ys}} = [-1.58 \cdot 10^{-3} \theta + 1.10 \theta + 0.015] \left( \frac{t}{R} \right)^{1.13} \quad (\text{II.6})$$

Ces lois sont valables pour  $0.02 \leq t/R \leq 0.2$  et  $10^\circ \leq \theta \leq 40^\circ$ , domaine des simulations effectuées.



En les traduisant en terme de densité relative il a comparé les propriétés obtenues selon le type d'arrangement avec les modèles classiques de *Gibson et Ashby* [2] pour des mousses à porosité ouverte et fermée. Les évolutions sont représentées sur la figure II.23.



**Fig. II.23 :** Lois d'échelles pour les empilements ordonnés déterminées par Sanders et comparaison avec les modèles de mousses fermées et ouvertes de Gibson et Ashby. Extrait de [60].

Des trois types d'arrangements, les empilements CFC présentent la plus grande rigidité et les plus hautes valeurs de limite d'élasticité. Les résultats obtenus pour les empilements ordonnés se situent entre les modèles de mousses ouvertes et fermées pour la limite d'élasticité. Pour le module d'élasticité les empilements CC et CFC se montrent plus performants que les mousses fermées pour des densités relatives supérieures à 5%.

**Gasser :** il s'est également intéressé à l'élasticité d'empilements CFC avec des contacts arrondis. Il a calculé le module d'élasticité de ces empilements [63] et a proposé un critère de microplasticité [64]. Il a établi une loi polynomiale, éq. (II.7), reliant le module d'élasticité du matériau aux paramètres structuraux épaisseur relative des sphères  $t/R$  et taille relative des contacts  $a/R$ .

$$\begin{aligned} \frac{E^*}{E_s} = & \left[ 5.14 \cdot \left(\frac{a}{R}\right)^2 + 0.587 \cdot \left(\frac{a}{R}\right) + 0.118 \right] \left(\frac{t}{R}\right) \\ & + \left[ -30.1 \cdot \left(\frac{a}{R}\right)^2 + 10.5 \cdot \left(\frac{a}{R}\right) + 0.826 \right] \left(\frac{t}{R}\right)^2 \end{aligned} \quad (\text{II.7})$$

Le paramètre  $a/R$  est relié au paramètre  $\theta$  utilisé par Sanders par la relation II.8.

$$\frac{a}{R} = \frac{\tan \theta + (\cos \theta - 1)}{\cos \theta} \quad (\text{II.8})$$

Les simulations ont été effectuées pour des épaisseurs relatives de coque  $t/R = 0.0133$  à  $0.0666$  et pour des tailles relatives des contacts  $a/R = 0.133$  à  $0.4$  soit  $\approx 8^\circ \leq \theta \leq \approx 28^\circ$ . Les domaines de validité des modélisations de *Sanders* et *Gasser* se recouvrent et se prolongent légèrement. Pour des petits contacts,  $\theta \leq 10^\circ$  ou  $a/R \leq 0.161$ , le modèle de *Gasser* peut être utilisé alors que celui de *Sanders* le sera pour des tailles supérieures.

**Gao et al. :** Ils ont repris plus récemment la modélisation d'empilements ordonnés par simulations numériques [65]. Contrairement aux travaux de *Sanders* et *Gasser*, ces auteurs ont adopté une géométrie de contacts aplatis afin de respecter les caractéristiques structurales des empilements compactés avant frittage. Cette modélisation présente également l'avantage de pouvoir utiliser des éléments finis de type coques minces ; le temps de calcul en est ainsi grandement réduit. De plus le formalisme des transformations finies leur permet d'effectuer des simulations à grande déformation. Les auteurs ont donc étudié par des simulations de compression simple, d'une part les propriétés élastiques du matériau, et d'autre part les capacités d'absorption d'énergie pour les grandes déformations plastiques jusqu'à densification. Pour des empilements CFC, l'effet de la taille des contacts, de  $\theta = 5^\circ$  à  $\theta = 15^\circ$ , a été analysé pour une épaisseur relative  $t/R$  fixée égale à  $0.033$ . Aucune relation quantitative n'en a été déduite. De même l'effet de l'épaisseur relative, de  $t/R = 0.01$  à  $0.1$ , a été exploré pour une taille de contact fixée égale à  $5^\circ$ . Dans ce cas les lois d'échelle suivantes ont été déterminées pour le module d'élasticité relatif, éq. (II.9), et pour la limite d'élasticité relative, éq. (II.10) :

$$\frac{E^*}{E_s} = 0.53 \cdot \left( \frac{t}{R} \right)^{1.13} \quad (\text{II.9})$$

$$\frac{\sigma_{ys}^*}{\sigma_{ys}} = 1.08 \cdot \left( \frac{t}{R} \right)^{1.25} \quad (\text{II.10})$$

### Synthèse sur la modélisation des empilements ordonnés

Trois auteurs ont proposé des modèles d'évolution des propriétés des empilements ordonnés de sphères creuses. Les travaux les plus complets sont ceux de *Sanders* qui s'est intéressé aux empilements cubiques simples, cubiques centrés et cubiques à faces centrées. Il a donné des lois d'échelles pour le module d'Young relatif et la limite d'élasticité relative de ces empilements. *Gasser* n'a quant à lui étudié que l'évolution du module d'Young d'empilements CFC et *Gao* n'a donné qu'une modélisation pour les empilements CFC à taille de contact fixée.

Ces différents modèles sont représentés sur la figure II.24 qui trace l'évolution du module d'Young relatif en fonction de l'épaisseur relative des sphères  $t/R$  pour un empilement CFC avec une taille de contact de  $5^\circ$ .

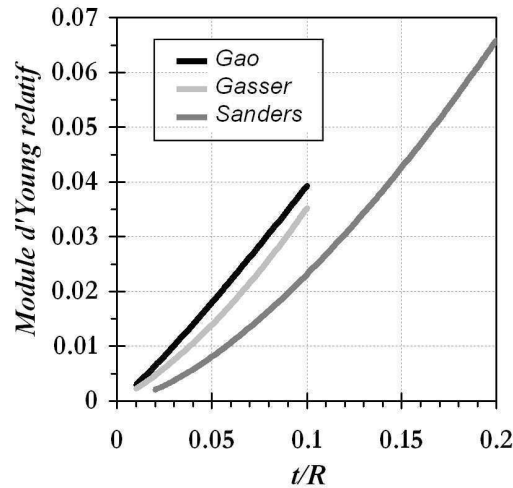


Fig. II.24 : Évolution du module d'Young relatif d'empilement CFC avec l'épaisseur relative  $t/R$  pour des contacts de  $5^\circ$  et comparaison des modèles de Sanders, Gasser et Gao.

Il est cependant difficile de fournir une comparaison correcte car les domaines de validité des différents modèles sont différents. Ainsi sur le graphe le modèle de Sanders est représenté alors qu'une taille de contact de  $5^\circ$  n'est pas dans son domaine de validité. Ceci peut d'ailleurs expliquer la différence observée avec les deux autres modèles. Enfin l'écart observé entre les modèles de Gasser et Gao s'explique notamment par la différence de morphologie des contacts dans les simulations. Gasser a modélisé des contacts arrondis alors que Gao a modélisé des contacts aplatis. On observe donc un effet de forme sur le module des empilements.

### 3.2 Empilements aléatoires

#### 1) Approche expérimentale

A notre connaissance aucune étude n'a été publiée sur la caractérisation expérimentale du comportement d'empilements aléatoires de sphères creuses brasées. Quelques travaux, assez succincts, existent sur des empilements collés [87]. Le reste de la littérature porte sur des empilements frittés.

Pour ce type d'empilements une des premières études revient à Andersen *et al.* [57] qui ont développé le procédé de fabrication à l'IFAM. Ils ont effectué des essais de compression simple sur des échantillons cylindriques d'empilements aléatoires de sphères creuses en acier 316L. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure II.25.

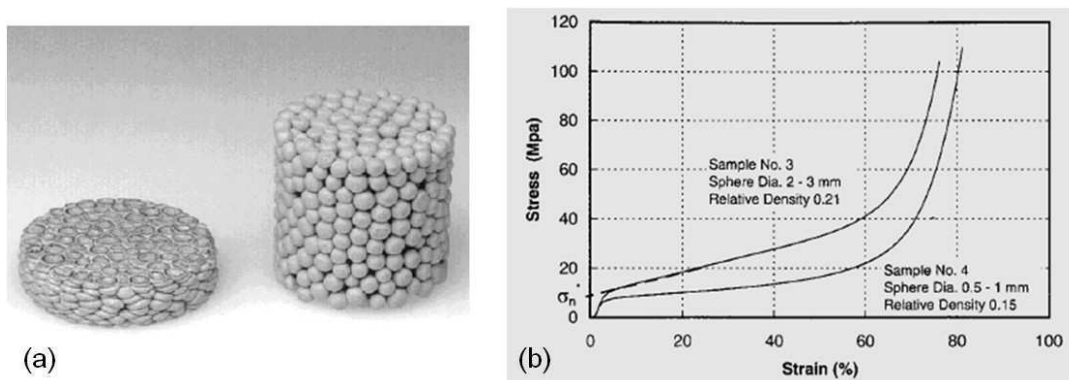


Fig. II.25 : (a) Échantillon avant et après déformation. (b) Courbes contrainte-déformation de la compression d'empilements de sphères creuses en acier 316L. Extrait de [57].

On constate sur la figure II.25(a) que l'échantillon garde son intégrité pendant toute la déformation. Les sphères ne se détachent pas, l'empilement ne se désagrège pas et témoigne d'une très grande ductilité. Qualitativement les courbes contrainte-déformation montrent un long « plateau » de déformation plastique, sans perturbation, qui présente un relativement faible écrouissage, comme l'illustre la figure II.25(b). Ces essais mettent en évidence la très bonne reproductibilité du comportement mécanique des empilements de sphères creuses.

Deux diamètres  $D$  et deux épaisseurs  $t$  de sphères ont été utilisés pour leurs essais, donnant des masses volumiques  $\rho^*$  différentes aux empilements. Les caractéristiques structurales de chaque échantillon sont résumées dans le tableau II.1.

Ils ont extrait de chaque essai le module de décharge  $E^*$  à 10% de déformation, les contraintes  $\sigma_{25}$  et  $\sigma_{50}$  à 25% et 50% de déformation et la limite d'élasticité  $\sigma_y^*$  définie comme l'extrapolation à  $\varepsilon = 0$  du plateau de plasticité. Les résultats obtenus sont synthétisés dans le tableau II.1.

| $D$ (mm) | $t$ ( $\mu\text{m}$ ) | $\rho^*$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) | $E^*$ (GPa) | $\sigma_{25}$ (MPa) | $\sigma_{50}$ (MPa) | $\sigma_y^*$ (MPa) |
|----------|-----------------------|-------------------------------------|-------------|---------------------|---------------------|--------------------|
| 2.0–3.0  | 250                   | 1.43                                | 1.44        | 22.3                | 34.9                | 10.1               |
| 2.0–3.0  | 250                   | 1.44                                | 1.42        | 20.9                | 33.3                | 9.0                |
| 2.0–3.0  | 250                   | 1.43                                | 1.31        | 20.9                | 32.9                | 9.0                |
| 0.5–1.0  | 40                    | 1.05                                | 0.95        | 10.7                | 16.5                | 7.4                |
| 0.5–1.0  | 40                    | 1.02                                | 1.01        | 10.0                | 15.4                | 6.7                |

**Tab. II.1 :** Caractéristiques structurales et propriétés mécaniques extraites des essais de compression de Andersen et al. sur des empilements aléatoires de sphères creuses en acier 316L.

Lim et al. [66] et Friedl et al. [58] ont également publié des travaux sur l'étude expérimentale du comportement mécanique d'empilements aléatoires de sphères creuses métalliques.

Ce dernier a utilisé des sphères creuses en acier 316L avec deux diamètres et deux épaisseurs différentes. Les empilements étudiés sont de densités inférieures à ceux de Andersen et al. Les caractéristiques de chaque échantillon, diamètres des sphères  $D$ , épaisseurs des sphères  $t$  et masse volumique de l'empilement  $\rho^*$ , sont résumées dans le tableau II.2.

Des essais de compression et de traction ont été effectués en conditions quasi-statiques. Les propriétés macroscopiques déterminées par les essais de compression sont le module de décharge  $E^*$  à 5% de déformation, la limite d'élasticité  $\sigma_y^*$  définie comme l'intersection de la pente initiale et de la pente de plasticité ainsi que la déformation  $\varepsilon_y^*$  correspondante. Les résultats obtenus sont synthétisés dans le tableau II.2.

| $D$ (mm) | $t$ ( $\mu\text{m}$ ) | $\rho^*$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) | $E^*$ (GPa) | $\sigma_y^*$ (MPa) | $\varepsilon_y^*$ (%) |
|----------|-----------------------|-------------------------------------|-------------|--------------------|-----------------------|
| 1.7      | 32                    | 0.3                                 | 0.201       | 1.13               | 1.59                  |
| 3.0      | 45                    | 0.3                                 | 0.358       | 1.65               | 2.51                  |
| 3.5      | 75                    | 0.6                                 | 0.637       | 4.56               | 2.38                  |

**Tab. II.2 :** Caractéristiques structurales et propriétés mécaniques extraites des essais de compression de Friedl et al. sur des empilements aléatoires de sphères creuses en acier 316L.

Quant aux essais de traction ils ont permis de déterminer la limite d'élasticité à 0.2% de déformation  $\sigma_{0.2}$ , le coefficient de Poisson plastique  $\nu_p$  et la contrainte  $\sigma_{UTS}$  et déformation  $\varepsilon_{UTS}$  à rupture. Les résultats obtenus sont synthétisés dans le tableau II.3.

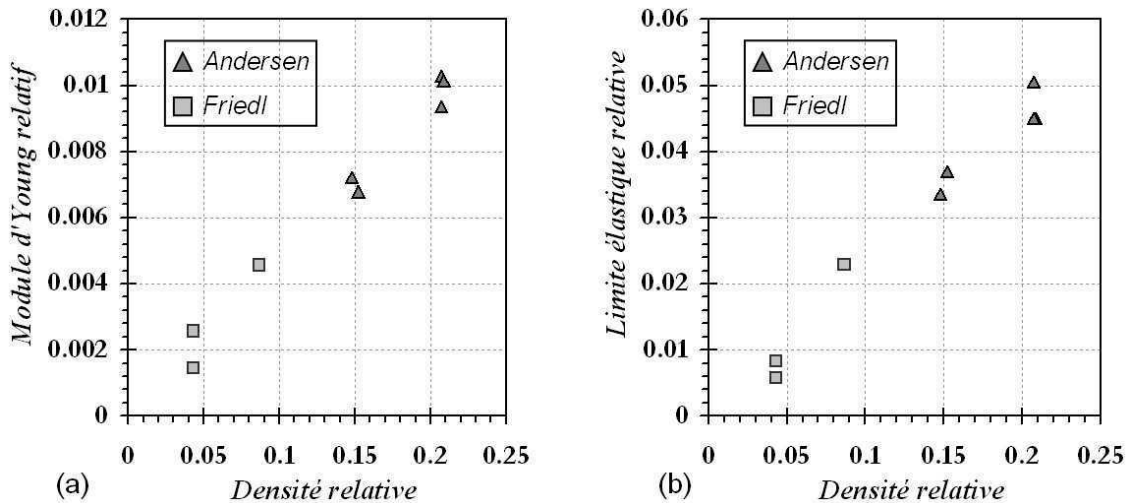
| $D$ (mm) | $t$ ( $\mu\text{m}$ ) | $\rho^*$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) | $\sigma_{0.2}$ (MPa) | $\nu_p$ | $\sigma_{UTS}$ (MPa) | $\varepsilon_{UTS}$ (%) |
|----------|-----------------------|-------------------------------------|----------------------|---------|----------------------|-------------------------|
| 1.7      | 32                    | 0.3                                 | 0.89                 | 0.10    | 1.59                 | 3.50                    |
| 3.0      | 45                    | 0.3                                 | 1.55                 | 0.13    | 2.53                 | 3.35                    |
| 3.5      | 75                    | 0.6                                 | 3.34                 | 0.13    | 5.32                 | 3.27                    |

**Tab. II.3 :** Caractéristiques structurales et propriétés mécaniques extraites des essais de traction de Friedl et al. sur des empilements aléatoires de sphères creuses en acier 316L.

Des essais de compression et de traction *in-situ* en microscope électronique à balayage ont également été effectués afin d'observer les mécanismes de déformation à l'échelle mésoscopique. Enfin des essais dynamiques, basés sur la mesure de fréquences de résonance, ont permis d'évaluer l'évolution du module d'élasticité des échantillons avec la température, de l'ambiante à  $700^\circ\text{C}$ . Dans cette plage de température une légère décroissance linéaire du module a été observée.

### Synthèse sur les données expérimentales des empilements aléatoires

Les données expérimentales issues des travaux de Andersen *et al.* et Friedl *et al.* sont regroupées sur la figure II.26. Ces deux auteurs ayant travaillé sur des empilements aléatoires de sphères creuses frittées en acier 316L, élaborés selon le procédé IFAM, nous pouvons comparer directement leurs résultats. Les grandeurs sont normalisées par les propriétés de l'acier 316L fritté donné par Andersen *et al.* dans [57]. La figure II.26(a) représente le module d'Young relatif et la figure II.26(b) la limite d'élasticité relative en fonction de la densité relative de l'empilement.



**Fig. II.26 :** Propriétés mécaniques expérimentales d'empilements aléatoires de sphères creuses issues des travaux de Andersen *et al.* [57] et de Friedl *et al.* [58]. (a) Module d'élasticité relatif. (b) Limite d'élasticité relative.

Néanmoins ces graphes sont à manipuler avec précaution. En effet le matériau constitutif des sphères n'a pas été fritté dans les mêmes conditions pour les deux études. Les propriétés mécaniques peuvent donc différer légèrement. De plus le module d'élasticité a été mesuré à la décharge à 10%

de déformation dans le cas de *Andersen* et à 5% de déformation dans le cas de *Friedl*. Enfin les limites d'élasticité des empilements n'ont pas été déterminées selon la même définition. *Andersen* assimile la limite d'élasticité à l'intersection de la pente de plasticité avec l'axe des ordonnées alors que *Friedl* la prend égale à l'intersection de la pente de plasticité avec la pente de charge initiale. On peut cependant considérer que la différence entre les deux approches est faible.

Finalement les données expérimentales sur le comportement mécanique des empilements aléatoires de sphères creuses restent peu nombreuses. Les études effectuées sont assez exploratoires et ne permettent pas, à l'heure actuelle, de fournir des lois d'évolution des propriétés mécaniques en fonction des paramètres structuraux du matériau.

## 2) Modélisation

Le caractère aléatoire des empilements impose de modéliser un volume représentatif du matériau contenant une grande quantité de sphères. Cela implique, pour des calculs par éléments finis, l'utilisation de moyens informatiques puissants et des temps de calculs importants. Ces aspects sont souvent rédhibitoires pour la simulation numérique des empilements aléatoires.

Afin de palier ces limitations *Mamoud* a développé une méthode basée sur un modèle de coques minces pour étudier l'élasticité des empilements [88]. Elle est adaptée pour des matériaux présentant une géométrie de contacts arrondis. Il a ainsi établi une loi d'échelle polynomiale, éq. (II.11), reliant le module d'élasticité du matériau aux paramètres structuraux  $t/R$  et  $a/R$  des empilements.

$$\begin{aligned} \frac{E^*}{E_s} &= \left[ a_1 \left( \frac{a}{R} \right)^2 + b_1 \left( \frac{a}{R} \right) + c_1 \right] \left( \frac{t}{R} \right)^2 \\ &+ \left[ a_2 \left( \frac{a}{R} \right)^2 + b_2 \left( \frac{a}{R} \right) + c_2 \right] \left( \frac{t}{R} \right) \\ &+ \left[ a_3 \left( \frac{a}{R} \right)^2 + b_3 \left( \frac{a}{R} \right) + c_3 \right] \end{aligned} \quad (\text{II.11})$$

Avec les coefficients indiqués dans le tableau II.4.

|       |                       |       |                       |       |                        |
|-------|-----------------------|-------|-----------------------|-------|------------------------|
| $a_1$ | -8.124                | $a_2$ | 1.946                 | $a_3$ | $-3.818 \cdot 10^{-2}$ |
| $b_1$ | 2.830                 | $b_2$ | $1.733 \cdot 10^{-2}$ | $b_3$ | $8.271 \cdot 10^{-3}$  |
| $c_1$ | $1.304 \cdot 10^{-1}$ | $c_2$ | $5.513 \cdot 10^{-2}$ | $c_3$ | $9.307 \cdot 10^{-4}$  |

**Tab. II.4 :** Coefficients de la loi d'échelle, éq. (II.11), déterminée par *Mamoud* pour le module d'élasticité relatif d'empilements aléatoires.

Cette loi est valable pour des valeurs d'épaisseur relative comprises entre  $t/R = 0.029$  et  $0.089$ , afin de rester dans l'hypothèse de coques minces. Les simulations ont été effectuées pour des tailles relatives de contact  $a/R$  faibles variant de  $0.059$  à  $0.18$ , soit respectivement  $\approx 3.5^\circ \leq \theta \leq \approx 11^\circ$ .

Une autre approche a été adoptée par *Taguchi* et *Kurashige* dans [68]. Ils ont proposé une modélisation basée sur un réseau tridimensionnel de ressorts. Les sphères sont assimilées à un point correspondant à leur centre et les interactions entre sphères en contact dans l'empilement sont représentées par un ressort à six degrés de liberté : un degré de liberté en elongation et torsion et deux degrés de liberté en flexion et cisaillement. Les valeurs des six constantes de ressort sont

déterminées par des calculs éléments finis sur un couple de sphères reliées par un contact arrondi. L'empilement est alors représenté par un ressort pour chaque contact entre sphères. Le calcul de l'équilibre mécanique du réseau pour une sollicitation imposée permet d'obtenir une relation globale force-déplacement et d'en extraire les propriétés élastiques de l'empilement.

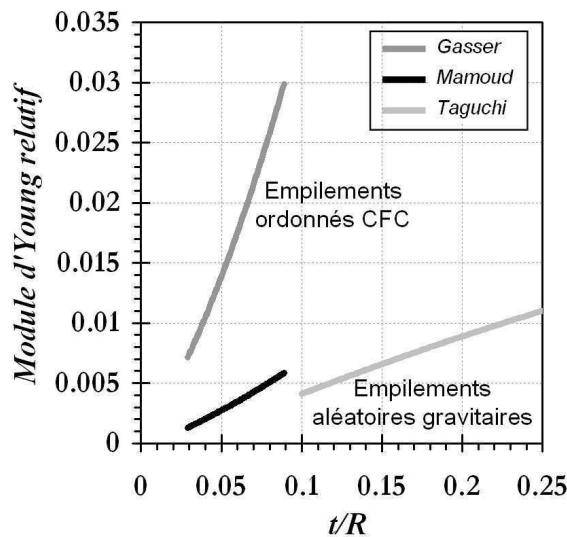
Des simulations d'essais de traction et de cisaillement ont été effectuées et les auteurs proposent des lois d'échelles reliant le module d'élasticité relatif et le module de cisaillement relatif de l'empilement aux paramètres structuraux  $t/R$  et  $\theta$  respectivement compris entre  $[0.1 - 1]$  et  $[3^\circ - 45^\circ]$ . Pour le module d'élasticité ils obtiennent la relation (II.12) suivante :

$$\begin{aligned} \frac{E^*}{E_s} = & 10^{-3} \left[ 5.28 + 6.64 \left( 1 - \frac{t}{R} \right) - 9.27 \left( 1 - \frac{t}{R} \right)^2 \right] \theta \\ & + 10^{-5} \left[ -1.16 - 3.42 \left( 1 - \frac{t}{R} \right) + 4.96 \left( 1 - \frac{t}{R} \right)^2 \right] \theta^2 \end{aligned} \quad (\text{II.12})$$

Ils ont également montré que ces empilements générés de manière gravitaire ont un comportement de type isotrope transverse, où le module d'élasticité dans la direction  $z$  (direction de la gravité) est environ 20% plus élevé que dans les directions  $x$  et  $y$ , de même pour le module de cisaillement.

### Synthèse sur la modélisation des empilements aléatoires

Les modèles de *Mamoud* et *Taguchi* sont représentés sur la figure II.27 et comparés aux résultats obtenus avec le modèle de *Gasser* pour des empilements CFC. Le graphe trace l'évolution du module d'Young relatif avec l'épaisseur relative des sphères  $t/R$  pour une taille de contact de  $5^\circ$ . Les empilements CFC apparaissent nettement plus performants que les empilements aléatoires. Notons tout de même que les domaines de validité des modèles sont distincts et qu'il est donc difficile de les comparer directement.



**Fig. II.27 :** Évolution du module d'Young relatif avec l'épaisseur relative des sphères  $t/R$  pour des contacts de  $5^\circ$ . Comparaison des modèles de Gasser pour des empilements CFC et Mamoud et Taguchi et al. pour des empilements aléatoires.

Il ressort de cette étude bibliographique qu'il n'existe à l'heure actuelle que très peu de travaux de modélisation du comportement mécanique d'empilements aléatoires de sphères creuses. Les deux approches entreprises par *Mamoud* et *Taguchi* se limitent à une étude purement élastique et ne peuvent fournir que des lois d'évolution du module d'Young des empilements avec une morphologie de contacts arrondis. Aucun calcul n'a été effectué en plasticité. De même aucune modélisation n'a été faite pour des contacts aplatis.

### 3.3 Synthèse générale sur le comportement mécanique

En comparaison de la quantité de littérature existante sur les mousses métalliques, l'étude bibliographique sur le comportement mécanique des empilements de sphères creuses montre que peu de travaux ont été entrepris sur ce sujet. Quelques études expérimentales, assez exploratoires, ont été menées généralement sur des empilements aléatoires frittés. Très peu de données expérimentales existent pour les empilements ordonnés. Les différents travaux et propriétés mesurées sont récapitulés dans le tableau II.5.

| Empilement     | Contacts | Auteur                  | Paramètres structuraux |                        |          | Propriétés   |
|----------------|----------|-------------------------|------------------------|------------------------|----------|--|
|                |          |                         | $\rho^*$               | $t/R$                  | $\theta$ |  |
| Ordonné<br>CFC | brasés   | <i>Gasser</i><br>[3]    | NC (Non<br>Communiqué) | 0.03–0.15              | NC       | $E^*$  |
| Ordonné<br>CFC | collés   | <i>Yamada</i><br>[56]   | 0.29, 0.43, 0.68       | 0.025, 0.075,<br>0.125 | NC       | $\sigma_{pl}, W_V$   |
| Aléatoire      | frittés  | <i>Andersen</i><br>[57] | 1.43, 1.05             | 0.11, 0.2              | NC       | $E^*, \sigma_{25}, \sigma_{50}, \sigma_{ys}^*$   |
| Aléatoire      | frittés  | <i>Friedl</i><br>[58]   | 0.3, 0.6               | 0.03, 0.037,<br>0.043  | NC       | $E^*, \sigma_{ys}^*, \varepsilon_{ys}^*, \sigma_{0.2}, \nu, \sigma_{UTS}, \varepsilon_{UTS}$ |

**Tab. II.5 :** Récapitulatif des études expérimentales sur les propriétés mécaniques des empilements de sphères creuses.

Quant à la modélisation du comportement mécanique quelques auteurs ont proposé des lois d'évolution du module d'Young et de la limite d'élasticité en fonction des paramètres structuraux du matériau pour les empilements ordonnés. Pour les empilements aléatoires seul le module d'Young a été étudié. Enfin, en dehors des travaux de *Gao et al.* sur des empilements ordonnés, aucun modèle n'existe à l'heure actuelle pour les empilements présentant une morphologie de contacts aplatis. Les différents modèles sont récapitulés dans le tableau II.6. Notons que les données expérimentales disponibles restant très limitées la validation de ces modèles est difficile.



| Empilement     | Contacts arrondis                                       |                           | Contacts aplatis      |                          |
|----------------|---|---------------------------|-----------------------|--------------------------|
|                | $E^*/E_s$   | $\sigma_y^*/\sigma_{ys}$  | $E^*/E_s$             | $\sigma_y^*/\sigma_{ys}$ |
| Ordonné<br>CS  | <i>Sanders</i> (éq. II.1)                               | <i>Sanders</i> (éq. II.4) | ×                     | ×                        |
| Ordonné<br>CC  | <i>Sanders</i> (éq. II.2)                               | <i>Sanders</i> (éq. II.5) | ×                     | ×                        |
| Ordonné<br>CFC | <i>Sanders</i> (éq. II.3)<br><i>Gasser</i> (éq. II.7)   | <i>Sanders</i> (éq. II.6) | <i>Gao</i> (éq. II.9) | <i>Gao</i> (éq. II.10)   |
| Aléatoire      | <i>Mamoud</i> (éq. II.11)<br><i>Taguchi</i> (éq. II.12) | ×                         | ×                     | ×                        |

**Tab. II.6 :** Récapitulatif des modèles pour les propriétés élastiques des empilements de sphères creuses. Voir dans le texte pour le domaine de validité de chacun des modèles.

Le champ de travail sur les empilements de sphères creuses est donc large, tant au niveau expérimental que sur le plan de la modélisation. De nombreuses avancées sont attendues pour caractériser plus précisément le comportement mécanique de ces matériaux.

## Conclusion

Comme nous l'avons vu les empilements de sphères creuses présentent un grand potentiel d'applications dans des domaines très variés. La double porosité ouverte et fermée leur confère de bonnes propriétés multifonctionnelles. Ils sont d'excellents candidats pour une conception sur mesure où le matériau est fabriqué à partir du cahier des charges de son application. Ils peuvent être réalisés dans de nombreux matériaux constitutifs (polymères, céramiques, métaux) et les procédés de fabrication doivent permettre d'élaborer la structure adaptée.

Une des applications majeures des empilements de sphères creuses est l'utilisation en tant que matériau de structure. Il est alors fondamental de savoir prédire les propriétés mécaniques du matériau. Celles-ci dépendent d'une part du matériau constitutif des sphères et d'autre part de son architecture. L'enjeu principal est alors de pouvoir relier le comportement mécanique du matériau à sa structure cellulaire. Le caractère récent de ces matériaux fait que les études sont assez limitées, aussi bien sur le plan expérimental que sur la modélisation des différentes propriétés. Les modèles existants à l'heure actuelle portent essentiellement sur des empilements ordonnés avec des morphologies de contact arrondis de type ménisque de brasage.

---

**Présentation du matériau et des outils  
pour sa caractérisation et sa  
modélisation**

---



---

---

## Chapitre III

# *Matériaux disponibles*

---

---

### Sommaire

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introduction</b> . . . . .   | <b>64</b> |
| <b>1 Empilements aléatoires brasés <i>ATECA</i></b> . . . . .                       | <b>64</b> |
| 1.1 Matériau constitutif et élaboration . . . . .                                   | 64        |
| 1.2 Caractéristiques techniques . . . . .   | 65        |
| <b>2 Empilements aléatoires frittés <i>PLANSEE</i></b> . . . . .                    | <b>66</b> |
| 2.1 Matériau constitutif et élaboration . . . . .                                   | 66        |
| 2.2 Caractéristiques techniques . . . . .   | 67        |
| <b>3 Différences entre les matériaux et paramètres structuraux caractéristiques</b> | <b>68</b> |
| 3.1 Les différences morphologiques . . . . .  | 68        |
| 3.2 Paramètres structuraux des empilements . . . . .                                | 69        |
| <b>Conclusion</b> . . . . .   | <b>71</b> |

---

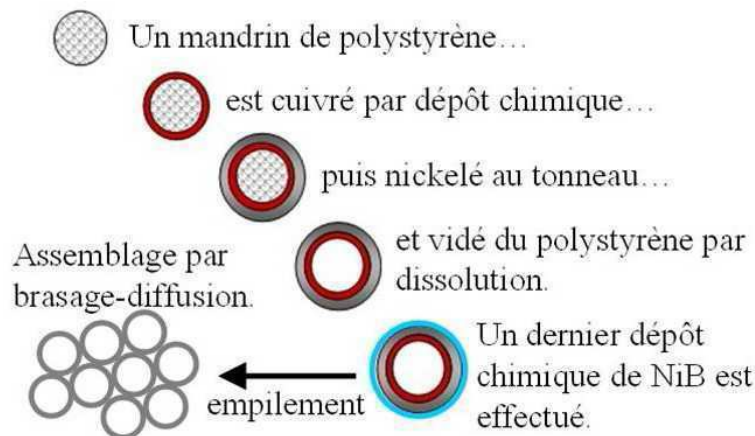
## Introduction

Ce travail de thèse n'a pas pour objectif principal de s'intéresser à l'élaboration du matériau. Deux entreprises, *ATECA* (Montauban, France) et *PLANSEE* (Reutte, Autriche), partenaires du programme *MAPO* et spécialisées dans ce domaine nous ont fourni deux types d'empilements aléatoires de sphères creuses. Nous sommes alors dépendant des capacités et des politiques de production de ces entreprises. Nous n'avons ainsi pas toujours été informé en détails des procédés de fabrication et nous n'avons pas une grande liberté de choix pour les paramètres structuraux des empilements. Pour le matériau d'*ATECA* un seul type d'empilement nous a été fourni. Quant au matériau de *PLANSEE* nous avons pu disposer de quatre types d'empilements différents.

## 1 Empilements aléatoires brasés *ATECA*

### 1.1 Matériau constitutif et élaboration

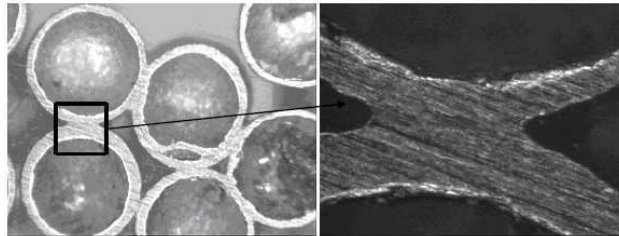
Les empilements fournis par *ATECA* sont constitués de sphères creuses en nickel, élaborées par un procédé électrochimique breveté [79] et assemblées par brasage-diffusion de nickel-bore. Ce procédé est schématisé sur la figure III.1 et les détails sont exposés dans les références [88] et [50].



**Fig. III.1 :** Principe du procédé d'élaboration d'empilements de sphères creuses en nickel brasées utilisé par *ATECA*.

Des mandrins sphériques constitués de polystyrène expansé sont cuivrés chimiquement. Cette opération dure approximativement 30 minutes, la couche de cuivre obtenue est d'environ  $1 \mu\text{m}$ . Le cuivrage sert à rendre les sphères conductrices afin de pouvoir ensuite y déposer du nickel par voie électrochimique. L'opération de nickelage est effectuée par électrolyse au tonneau. Lorsque le dépôt de nickel a atteint une épaisseur de  $40 \mu\text{m}$ , le polystyrène est éliminé par une dissolution chimique, suivie d'une pyrolyse. Pour obtenir des épaisseurs de sphère supérieures, le dépôt électrolytique de nickel est repris. L'étape suivante consiste à déposer une fine couche de nickel-bore  $\text{Ni}_3\text{B}$  qui servira de matériau de brasage pour l'assemblage de l'empilement. Ce dépôt de  $\text{Ni}_3\text{B}$  est effectué par réaction chimique dans un procédé breveté par *Josso* [89]. Les sphères creuses en nickel + nickel-bore sont alors versées doucement dans un moule en alumine. Celui-ci est porté à environ  $1170^\circ\text{C}$  dans un four sous vide pendant 20 minutes. A cette température le  $\text{Ni}_3\text{B}$  est fondu et il vient mouiller par capillarité les zones de contact entre sphères voisines en créant un ménisque liquide. En maintenant la température il y a diffusion du bore dans le nickel des sphères. La phase liquide s'appauvrit en

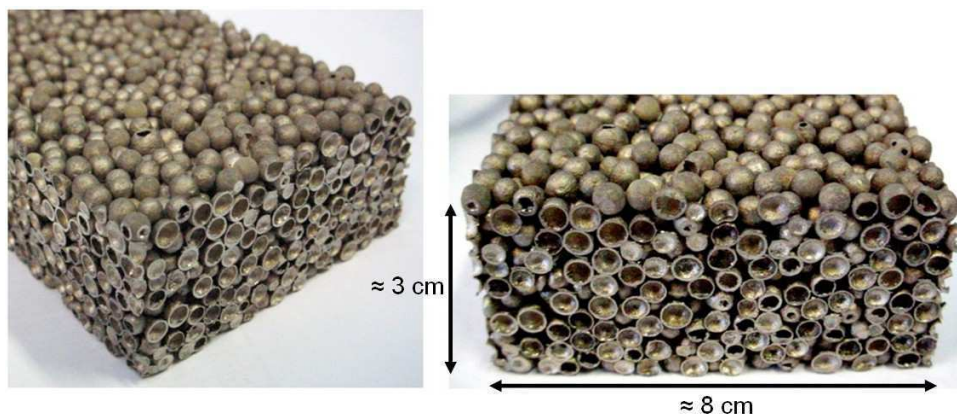
bore en créant ainsi du nickel solide. Il y a donc solidification du ménisque de brasure qui donne une zone de contact arrondie entre sphères, illustrée sur la figure III.2. Les conditions de dépôt de  $\text{Ni}_3\text{B}$  étant identiques pour chaque sphère, la couche de brasure obtenue est homogène dans tout l'empilement. Les contacts doivent donc théoriquement avoir tous la même taille, du moins leur distribution de taille doit être faible.



**Fig. III.2 :** Morphologie des contacts arrondis d'un empilement fourni par ATECA.

## 1.2 Caractéristiques techniques

Les échantillons fournis par ATECA se présentent sous forme de plaques, figure III.3, facilement usinables par électroérosion.



**Fig. III.3 :** Empilements de sphères creuses ATECA fournis sous forme de plaques.

Un seul type d'empilement est disponible, les mandrins en polystyrène utilisés sont donnés à  $3\text{ mm}$  de diamètre et les épaisseurs des sphères sont estimées à approximativement  $100\ \mu\text{m}$  d'après la durée de dépôt de nickel au tonneau. ATECA n'a pas effectué de caractérisation plus fine de leur matériau. Nous n'avons donc aucune information sur les autres paramètres tels que la taille des contacts, la densité de l'empilement, la coordination.

Les caractéristiques des empilements de sphères creuses de chez ATECA sont résumées dans le tableau III.1.

|                                    |   |
|------------------------------------|---|
| Type d'empilement                  | Aléatoire gravitaire non vibré              |
| Procédé d'élaboration              | Dépôt électrochimique                       |
| Procédé d'assemblage               | Brasage-diffusion                           |
| Matériau constitutif               | Nickel + Nickel-bore                        |
| Densité                            | $\approx 1000 \text{ g/L}$                  |
| Diamètre des sphères               | $\approx 3 \text{ mm}$                      |
| Épaisseur des sphères              | $\approx 100 \text{ }\mu\text{m}$           |
| Morphologie et taille des contacts | Col de brasure arrondi, taille non précisée |

Tab. III.1 : Caractéristiques des empilements ATECA.

## 2 Empilements aléatoires frittés *PLANSEE*

### 2.1 Matériau constitutif et élaboration

Les empilements fournis par *PLANSEE* sont constitués de sphères creuses en acier inoxydable 314 norme AISI — équivalence Z15CNS25.20 norme AFNOR et X15CrNiSi25-21 (1.4841) norme EN — élaborées selon le procédé de l'IFAM par métallurgie des poudres et assemblées par frittage. Ce procédé est représenté sur la figure III.4.

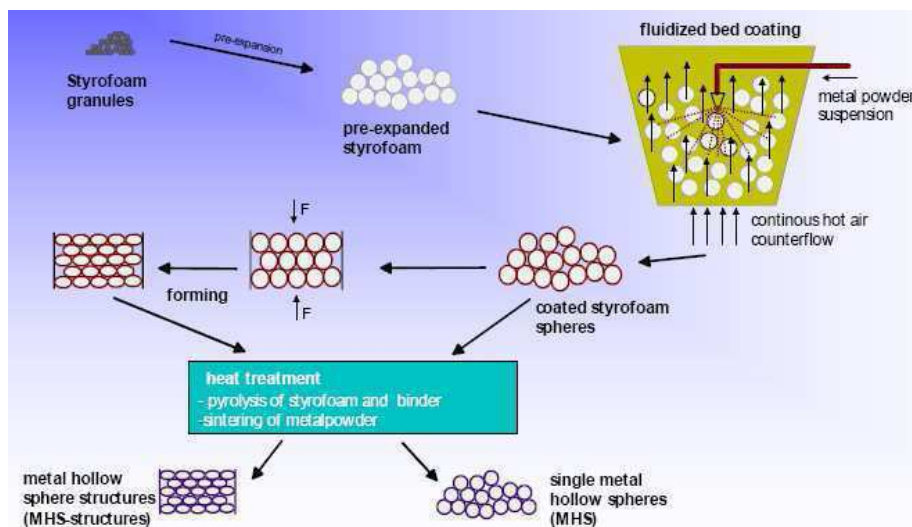
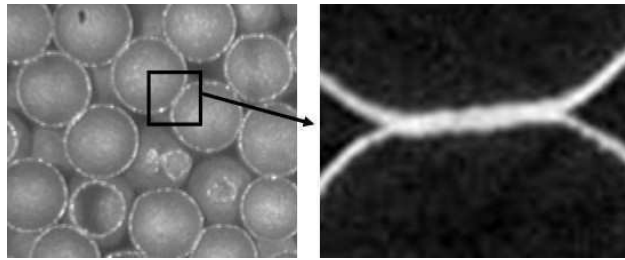


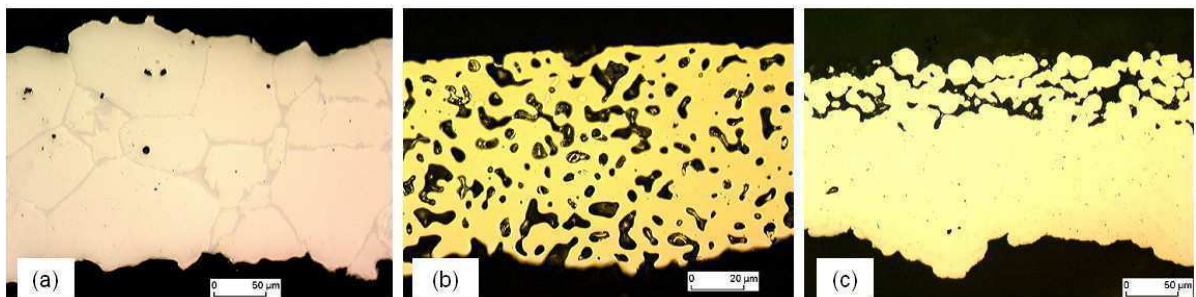
Fig. III.4 : Principe du procédé d'élaboration d'empilements de sphères creuses en acier inoxydable 314 utilisé par *PLANSEE*.

Les poudres sont déposées sur des mandrins en polystyrène expansé dans un lit fluidisé. Les rayons des sphères sont déterminés par la taille des mandrins utilisés et l'épaisseur des coques par la quantité de suspension de poudres déposée. Les sphères sont ensuite empilées et mise en forme par compaction. Cette étape implique la création de zones de contacts aplatis, illustrés sur la figure III.5, avec une distribution de taille assez large ainsi qu'une augmentation du nombre de coordination de l'empilement.



**Fig. III.5 :** Empilement PLANSEE montrant des contacts aplatis obtenus par compaction lors de l'élaboration.

Finalement un traitement thermique est effectué pour pyrolyser les mandrins et fritter les coques et les contacts. Les paramètres de frittage permettent d'obtenir différentes microstructures pour le matériau constitutif, comme illustré sur la figure III.6. Elles peuvent être denses (figure III.6(a)), poreuses (figure III.6(b)) ou à gradient (figure III.6(c)).

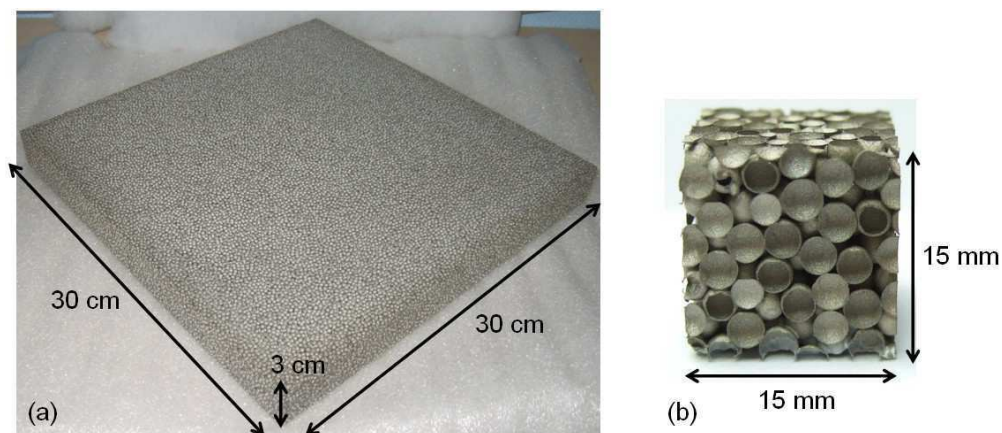


**Fig. III.6 :** Microstructure des parois des sphères creuses PLANSEE (a) coques denses porosité  $\leq 5\%$  (b) coques poreuses  $\geq 5\%$  (c) coques à gradient de porosité. Extrait de [59]

PLANSEE ne nous a pas donné de plus amples détails techniques sur le procédé d'élaboration comme par exemple le type et les conditions de mise en forme des empilements, les cycles thermiques utilisés ou encore le retrait de frittage obtenu en fin d'opération.

## 2.2 Caractéristiques techniques

Les échantillons fournis par PLANSEE se présentent sous forme de plaques de  $30 \times 30 \text{ cm}$  pour  $3 \text{ cm}$  d'épaisseur, figure III.7(a), et de blocs de  $10 \times 10 \times 6 \text{ cm}$  qui sont facilement usinables par électroérosion comme le montre la figure III.7(b).



**Fig. III.7 :** (a) Plaque de sphères creuses fournie par PLANSEE. (b) Échantillon découpé par électroérosion.



Quatre types d'empilements sont disponibles avec des mandrins de polystyrène de diamètre 1.5 mm ou 3 mm pour des épaisseurs de coque d'environ 45  $\mu\text{m}$ , 65  $\mu\text{m}$  et 90  $\mu\text{m}$  de microporosité inférieure à 5%. Les masses volumiques des échantillons fournis sont d'environ 400 g/L, 600 g/L et 800 g/L soit des densités relatives respectives d'environ 0.051, 0.077 et 0.102 en prenant 7800 g/L pour la masse volumique de l'acier. Les autres paramètres tels que la distribution de taille des contacts, la densité de l'empilement ou le nombre de coordination, ne sont pas précisés.

Les caractéristiques des empilements de sphères creuses de chez *PLANSEE* sont résumées dans le tableau III.2.

|                                    |   |                           |                           |                           |
|------------------------------------|---|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Type d'empilement                  | Aléatoire gravitaire compacté                   |                           |                           |                           |
| Procédé d'élaboration              | Métallurgie des poudres                         |                           |                           |                           |
| Procédé d'assemblage               | Frittage  |                           |                           |                           |
| Matériau constitutif               | Acier inoxydable 314                            |                           |                           |                           |
| Type                               | A   | B                         | C                         | D                         |
| Densité                            | $\approx 400 \text{ g/L}$                       | $\approx 600 \text{ g/L}$ | $\approx 800 \text{ g/L}$ | $\approx 800 \text{ g/L}$ |
| Diamètre des sphères               | $\approx 3 \text{ mm}$                          | $\approx 3 \text{ mm}$    | $\approx 3 \text{ mm}$    | $\approx 1.5 \text{ mm}$  |
| Épaisseur des sphères              | $\approx 45 \mu\text{m}$                        | $\approx 65 \mu\text{m}$  | $\approx 90 \mu\text{m}$  | $\approx 45 \mu\text{m}$  |
| Morphologie et taille des contacts | Contacts frittés aplatis, tailles non précisées |                           |                           |                           |

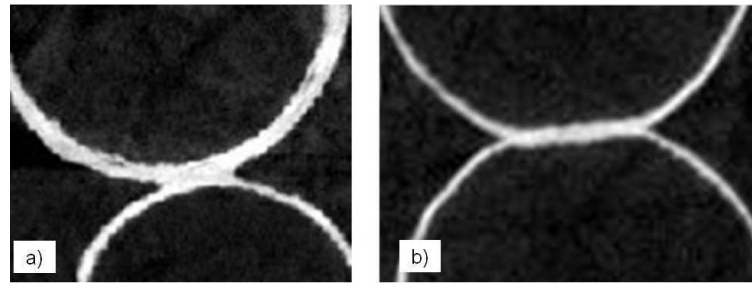
Tab. III.2 : Caractéristiques des empilements *PLANSEE*.

### 3 Différences entre les matériaux et paramètres structuraux caractéristiques

#### 3.1 Les différences morphologiques

Les différences morphologiques et structurales des deux matériaux *ATECA* et *PLANSEE* proviennent des procédés d'élaboration et d'assemblage utilisés. Les empilements de *PLANSEE* subissent une mise en forme avant le frittage. La densité d'empilement ainsi que la coordination moyenne sont donc augmentées par rapport aux empilements d'*ATECA* qui sont simplement versés dans un moule. Les matériaux *PLANSEE* doivent présenter, à priori, une porosité ouverte moins importante et un nombre de contacts par sphère plus élevé.

L'opération de mise en forme implique également une déformation des sphères qui se traduit par un aplatissement et une augmentation de l'aire de contact entre cellules voisines. Lors du cycle de frittage les contacts gardent la taille et la forme obtenue lors de la compaction. Les empilements d'*ATECA* quant à eux possèdent des contacts arrondis qui correspondent à la solidification du ménisque liquide de brasure autour d'un contact quasi-ponctuel entre sphères voisines. La figure III.8 met en évidence la différence de morphologie des contacts des deux matériaux.



**Fig. III.8 :** Différence de morphologie des contacts (a) ATECA, contact arrondi (b) PLANSEE, contact aplati

Une dernière différence importante concerne la distribution de taille des contacts dans l'empilement. Pour le matériau *PLANSEE*, lors de la mise en forme de l'empilement chaque couple de sphères en contact ne subit pas la même déformation. Les contacts créés ont donc une distribution de taille assez large. Pour le matériau *ATECA*, la quantité de brasure déposée étant à peu près constante pour toutes les sphères, la distribution de taille des contacts doit être faible.

### 3.2 Paramètres structuraux des empilements

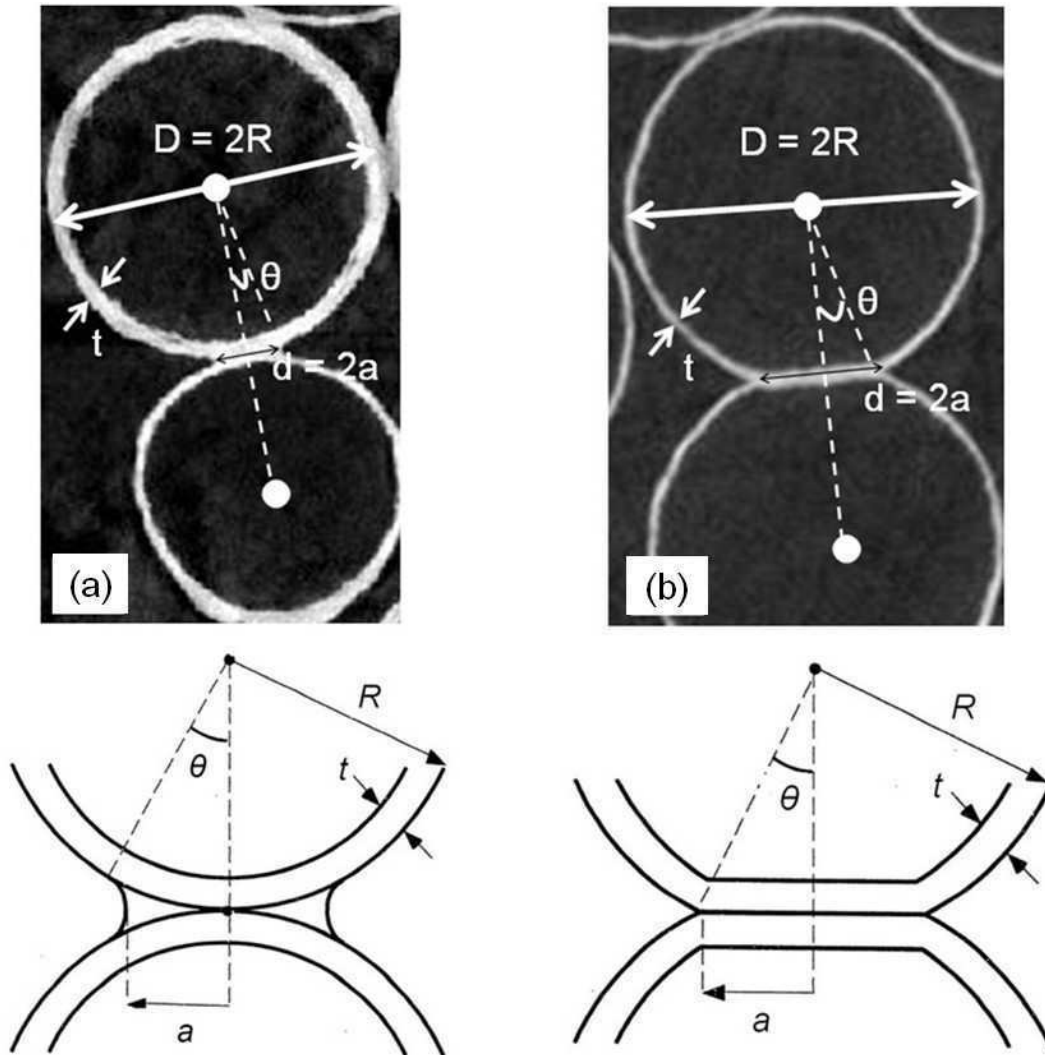
La structure des empilements est entièrement décrite par trois paramètres géométriques caractérisant les sphères creuses et les contacts, représentés sur la figure III.9 pour les deux types d'empilements :

- Le rayon des sphères  $R$  ou le diamètre  $D$  reliés par  $D = 2R$
- L'épaisseur des sphères  $t$
- Le rayon des contacts  $a$  ou le diamètre  $d$  avec  $d = 2a$ . On définit également l'angle de contact  $\theta$  tel que pour un contact arrondi (brasé) :

$$a = R \cdot \left( \tan \theta + \frac{\cos \theta - 1}{\cos \theta} \right) \quad (\text{III.1})$$

et pour un contact aplati (fritté) :

$$a = R \cdot \sin \theta \quad (\text{III.2})$$



**Fig. III.9 :** Paramètres structuraux des empilements de sphères creuses (a) ATECA, contact arrondi. (b) PLANSEE, contact aplati.

## Conclusion

Deux types d'empilements aléatoires de sphères creuses présentant principalement des morphologies de contact différentes sont à disposition pour ces travaux. Par la suite chacune des morphologies est identifiée par le nom du fabricant qui a fourni les échantillons, à savoir :

- Empilements *ATECA* pour les contacts arrondis.
- Empilements *PLANSEE* pour les contacts aplatis.

L'avantage de posséder deux types de matériaux, élaborés par des procédés différents qui conduisent à des nuances de structure et d'architecture, réside dans la possibilité de déterminer l'effet du procédé d'élaboration sur la structure des empilements et donc sur le comportement et les propriétés mécaniques.

Ainsi, et dans la mesure du possible, toutes les études et analyses entreprises ont été effectuées sur ces deux matériaux. Cependant la quantité et la diversité des échantillons fournis par *PLANSEE* — empilements aléatoires compactés et frittés — devant ceux d'*ATECA* fait que nous nous sommes plus attardé sur la caractérisation et la modélisation de ce type d'empilement. De plus cet aspect est renforcé par le fait que jusqu'à aujourd'hui ces empilements n'ont fait l'objet d'aucune modélisation, comme l'indique le tableau II.6 dans le chapitre précédent.

Néanmoins les outils de caractérisation structurale et mécanique ainsi que les méthodes de modélisation exposées dans les deux chapitres suivants ont été développés et adaptés pour les deux types d'empilements.



---

---

## Chapitre IV

# *Méthodes et outils de caractérisation*

---

---

### Sommaire

---

|   |            |
|---|------------|
| <b>Introduction</b> . . . . .   | <b>74</b>  |
| <b>1 Caractérisation de la structure et de l'architecture</b> . . . . .         | <b>74</b>  |
| 1.1 Moyens et méthodes d'analyses . . . . .                                     | 74         |
| 1.2 Tomographie aux rayons X . . . . .  | 76         |
| 1.3 Caractéristiques, traitements et analyses des images . . . . .              | 82         |
| 1.4 Analyses quantitatives des images . . . . .                                 | 86         |
| 1.5 Conclusion sur les méthodes de caractérisation structurale . . . . .        | 95         |
| <b>2 Caractérisation du comportement et des propriétés mécaniques</b> . . . . . | <b>95</b>  |
| 2.1 Propriétés mécaniques macroscopiques . . . . .                              | 96         |
| 2.2 Mécanismes de déformation locaux . . . . .                                  | 98         |
| 2.3 Conclusion sur les méthodes de caractérisation mécanique . . . . .          | 102        |
| <b>Conclusion</b> . . . . .   | <b>103</b> |

---

## Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter les méthodes et les outils de caractérisation utilisés lors de la thèse. Il est divisé en deux parties, une première sur la caractérisation structurale du matériau puis une seconde sur la caractérisation mécanique. Chaque partie expose les méthodes retenues pour l'étude des empilements de sphères creuses puis explique leur principe et leur mise en œuvre pratique.

## 1 Caractérisation de la structure et de l'architecture

La caractérisation structurale d'une mousse métallique consiste à quantifier la géométrie cellulaire du matériau. L'objectif est de mesurer, par divers moyens, les paramètres pertinents qui décrivent la structure de la mousse. Trois différentes échelles d'observations peuvent être distinguées :

Échelle *microscopique* : il s'agit de la microstructure du matériau constitutif de la mousse. Le caractère cellulaire n'intervient pas à ce stade. Seul le matériau constitutif est considéré. Les paramètres correspondants sont ceux classiquement recherchés lors d'une étude métallurgique : composition chimique, taille et orientation des grains etc . . . L'ordre de grandeur caractéristique de cette échelle est le micromètre.

Échelle *mésoscopique* : de la cellule à un groupement de cellules. Il s'agit de l'échelle de la structure interne de la mousse. Les paramètres correspondants sont ceux décrivant la géométrie des cellules et leur architecture : taille, forme, coordination etc . . . L'ordre de grandeur caractéristique de cette échelle va du millimètre au centimètre.

Échelle *macroscopique* : il s'agit de l'échelle de l'échantillon ou de la pièce considérée. Le caractère cellulaire intervient de manière globale. Les paramètres correspondants sont typiquement la densité relative, la porosité ouverte et/ou fermée. L'ordre de grandeur caractéristique de cette échelle va du centimètre à quelques dizaines de centimètres.

Comme l'échelle microscopique ne rentre pas dans le cadre des travaux effectués, cette partie ne présente que les techniques de caractérisation aux échelles mésoscopiques et macroscopiques.

### 1.1 Moyens et méthodes d'analyses

#### 1) Caractérisation macroscopique

Il s'agit de techniques qui permettent de déterminer les grandeurs structurales globales d'un matériau cellulaire : densité relative et porosité.

**Densitométrie** : détermination de la masse volumique  $\rho^*$  et de la densité relative  $\rho_r$  de la mousse. Elles sont données par les relations IV.1 et IV.2 suivantes :

$$\rho^* = \frac{m_f}{V_f} \quad (\text{IV.1})$$

où  $m_f$  et  $V_f$  sont respectivement la masse en  $g$  et le volume en  $cm^3$  mesurés précisément sur un échantillon de mousse.

$$\rho_r = \frac{\rho^*}{\rho_s} \quad (\text{IV.2})$$

où  $\rho^*$  est la masse volumique de la mousse et  $\rho_s$  la masse volumique de son matériau constitutif.

**Pycnométrie à l'hélium :** technique permettant, par l'introduction d'hélium dans un matériau poreux, de mesurer très précisément le volume du squelette solide plus la porosité fermée de l'échantillon [90]. Connaissant la masse de l'échantillon on peut ensuite remonter indirectement à la valeur de la porosité fermée.

**Porosimétrie au mercure :** méthode pour mesurer la porosité ouverte [91, 92]. La technique consiste à introduire du mercure liquide sous pression dans le matériau. Le volume introduit à une pression donnée permet de remonter au volume des pores et à la loi de distribution de la porosité. La porosité mesurée ne peut être qu'une porosité ouverte car le mercure doit pouvoir s'y infiltrer.

## 2) Caractérisation mésoscopique

Il s'agit de techniques utilisées pour la détermination des paramètres géométriques de la structure cellulaire. Elles sont généralement basées sur des méthodes d'imagerie en deux ou trois dimensions qui offrent un grossissement suffisant pour observer et mesurer les paramètres structuraux.

**Images photographiques :** l'obtention d'images par photographie ou par caméra vidéo est rapide et facile à mettre en œuvre. Elles peuvent fournir un ordre de grandeur des caractéristiques structurales du matériau mais n'offrent pas une grande précision. Ces techniques sont d'avantages adaptées à des contrôles de qualité en production qu'à des études approfondies sur la caractérisation structurale.

**Microscopie :** optique ou électronique les techniques de microscopie fournissent des images bidimensionnelles d'une coupe du matériau. Elles ont l'avantage d'être simples et rapides à mettre en œuvre mais présentent de nombreuses limitations. En effet ce sont des méthodes destructives qui demandent une préparation minutieuse de la surface de l'échantillon, ce qui peut s'avérer délicat dans le cas des matériaux cellulaires. De plus cette préparation peut modifier la morphologie et l'état de surface (arrachement de matière, déformation de parois . . .) et finalement fournir des observations erronées. D'autre part ces méthodes étant bidimensionnelles les mesures effectuées correspondent à des grandeurs apparentes et non réelles. De plus certaines informations comme la connexité de la porosité ou la coordination des cellules ne sont pas accessibles.

Les méthodes classiques de microscopie permettent donc de déterminer quelques paramètres architecturaux mais se révèlent insuffisantes pour une caractérisation tridimensionnelle approfondie de la structure.

**Tomographie aux rayons X :** technique non destructive d'acquisition d'images permettant de visualiser la structure interne d'un matériau en trois dimensions. Basée sur le principe de la radiographie et donc sur la différence d'absorption des phases constitutives, elle est particulièrement bien adaptée aux matériaux cellulaires métalliques. En effet dans leur cas le contraste d'absorption entre les deux phases — parois métalliques et porosités — est très marqué. De plus les résolutions des images obtenues sont de l'ordre du  $\mu m$  ce qui en fait un outil parfaitement adapté à la visualisation de la structure cellulaire des mousses [22, 93]. Le développement assez récent de puissantes sources de



rayons X a donné lieu ces dernières années à la publication de nombreux travaux de caractérisation de matériaux cellulaires métalliques [94, 95], céramiques [96, 97], polymères [24, 98], végétaux [99], alimentaires [100, 101] ou du vivant [102, 103].

## Bilan

La caractérisation structurale des matériaux cellulaires à l'échelle mésoscopique nécessite l'acquisition d'images avec une résolution suffisante pour quantifier les paramètres géométriques et architecturaux du matériau. Les moyens classiques de microscopie optique ou électronique peuvent fournir des informations sur des coupes du matériau. Cependant ces techniques présentent l'inconvénient d'être destructives et limitées à des images bidimensionnelles. L'étude de l'architecture cellulaire tridimensionnelle par ces méthodes nécessite une longue succession peu évidente d'abrasion et observation couche par couche de l'échantillon. Au final elles ne paraissent pas bien adaptées pour ce type de travaux.

Pour l'étude structurale nous utiliserons alors la **tomographie aux rayons X** qui permet d'obtenir de manière non-intrusive des images tridimensionnelles de l'architecture interne du matériau.

## 1.2 Tomographie aux rayons X

Cette partie expose le principe général de la tomographie aux rayons X, puis présente les dispositifs et instruments utilisés pendant la thèse. Les lecteurs souhaitant en apprendre plus sur la technique et ses nombreuses applications pourront se référer à l'ouvrage de *Baruchel et al.* [104]

### 1) Description de la technique

#### Principe général

La tomographie repose sur l'utilisation de radiographies qui tirent profit des propriétés d'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière et plus particulièrement de l'absorption du rayonnement par le matériau. Lorsque des photons X, de longueur d'onde comprise entre  $10^{-10}$  et  $10^{-9}$  m, traversent un échantillon de matière leur intensité subit une atténuation exprimée par la loi de *Beer-Lambert* (IV.3). Le nombre de photons transmis  $N_1$  s'exprime en fonction du nombre de photons incidents  $N_0$  d'énergie  $E$  et du coefficient d'atténuation  $\mu$  de l'échantillon, le long du trajet  $s$  :

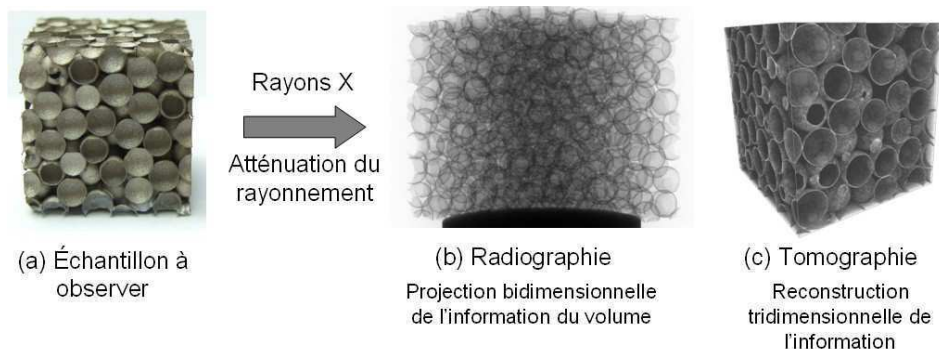
$$N_1 = N_0 \cdot \exp \left[ - \int_s \mu(s) ds \right] \quad (\text{IV.3})$$

Dans le cas d'un spectre monochromatique le coefficient d'atténuation  $\mu$  varie le long du rayon et dépend de la composition locale de l'échantillon analysé ainsi que de l'énergie des photons. Il suit une loi du type :

$$\mu(x, y, z) = K \rho \frac{Z^4}{E^3} \quad (\text{IV.4})$$

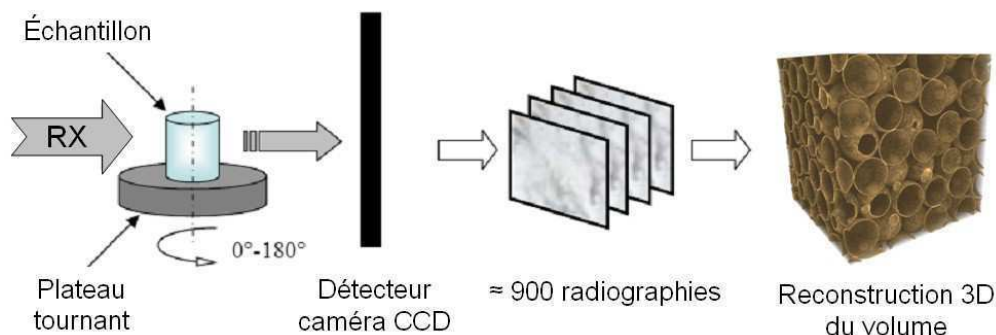
où  $K$  est une constante,  $\rho$  et  $Z$  sont respectivement la densité et le numéro atomique du matériau étudié et  $E$  est l'énergie des photons incidents.

Les images obtenues représentent donc une carte du coefficient d'atténuation des rayons X au sein du matériau. Ceci explique le bon contraste observé pour les mousses métalliques où la phase « parois » est beaucoup plus absorbante que les porosités.



**Fig. IV.1 :** *Imagerie par atténuation des rayons X (a) Échantillon initial. (b) Radiographie. (c) Reconstruction tomographique.*

Une image de radiographie, figure IV.1 (b), représente l'intégrale du coefficient d'atténuation le long d'un chemin dans l'échantillon. Chaque pixel correspond ainsi à la projection de l'ensemble des informations collectées sur un trajet du faisceau. Le principe de la tomographie, illustré sur la figure IV.2, consiste à combiner plusieurs centaines de radiographies obtenues par rotation de l'échantillon. Une reconstruction tridimensionnelle est réalisée grâce à un algorithme de « rétro-projection filtrée », qui détermine la valeur du coefficient d'atténuation en chaque point de l'échantillon à partir de l'ensemble des projections. On obtient ainsi une image en trois dimensions, comme sur la figure IV.1(c), dont chaque voxel — l'équivalent du pixel pour une image bidimensionnelle — représente la valeur locale du coefficient d'atténuation. On parle de *tomographie d'absorption des rayons X*.



**Fig. IV.2 :** *Schéma de principe de la tomographie en absorption des rayons X.*

La reconstruction 3D est possible si l'angle entre chaque prise de vue est très faible c'est à dire à partir d'un nombre minimum de radiographies  $N_R$  donné par la relation :

$$N_R = N_P \times \frac{\pi}{2} \quad (\text{IV.5})$$

avec  $N_R$  le nombre de prises de vue minimum et  $N_P$  le nombre de pixels en ligne de la caméra.

Ainsi pour une caméra  $1024 \times 1024$  pixels, le nombre de prises de vue minimum est d'environ 1600. En pratique 900 vues sont suffisantes pour effectuer une reconstruction de bonne qualité du volume 3D. Dans la suite, on appellera *scan* l'ensemble des radiographies acquises pour l'analyse complète de l'échantillon. Ainsi pour un balayage sur  $180^\circ$ , l'incrément de rotation est de  $0.2^\circ$ . La durée d'un scan comprend le temps d'acquisition des 900 radiographies ainsi que le temps nécessaire aux 900 incréments de rotation.

Notons qu'en tomographie aux rayons X le contraste de l'image peut être obtenu par un autre phénomène que l'atténuation du rayonnement. Il s'agit du *contraste de phase*. Dans ce cas le phénomène exploité pour l'imagerie est le déphasage du faisceau qui intervient à l'interface entre deux phases du matériau et qui résulte sur la création de franges d'interférences après la propagation sur une certaine distance. Cette observation est possible avec un rayonnement X possédant une bonne cohérence spatiale. L'imagerie en mode de phase est très utile quand le contraste d'atténuation est faible entre deux constituants ou bien quand les matériaux présentent peu de contraste d'atténuation avec le milieu ambiant, ce qui est notamment le cas des mousses polymères.

### Mise en œuvre

Les dispositifs de mise en œuvre de la tomographie aux rayons X comportent les instruments suivants, schématisé sur la figure IV.2 :

- une source de rayons X,
- un goniomètre,
- un détecteur de rayons X.

Les rayons X peuvent être obtenus par une source « classique » de laboratoire ou par une source synchrotron. Dans le premier cas les rayons X sont produits dans un tube à vide à partir d'électrons accélérés et projetés sur une cible. Le flux de photons est assez faible et limite ainsi les images obtenues en terme de temps d'acquisition, de l'ordre de 30 minutes par scan, et de résolution spatiale supérieure à  $2 \mu m$ . On parle alors de tomographie moyenne résolution.

Dans le cas d'une source synchrotron le rayonnement X produit est de grande qualité. Il possède un flux de photon très important, on dit qu'il est brillant, il est homogène, parallèle, cohérent et monochromatique. Ces caractéristiques permettent d'obtenir des images de très haute qualité dans des temps d'acquisition rapide, pouvant descendre sous la minute, et une résolution spatiale inférieure au  $\mu m$ . On parle de tomographie haute résolution.

Le goniomètre est le support permettant de fixer l'échantillon et de le faire tourner en contrôlant très précisément l'angle de rotation.

Le dispositif de détection permet de convertir les rayons X transmis en lumière visible afin d'être enregistrés par une caméra CCD. Il existe différents types de caméras :  $1024 \times 1024$ ,  $2048 \times 2048$  pixels. L'ensemble détecteur-caméra a un rôle très important puisqu'il participe à la détermination de la résolution spatiale de l'image obtenue. Par la suite on parlera uniquement de *taille de voxel* qui en toute rigueur diffère légèrement de la résolution spatiale. Ce terme désigne la taille du plus petit objet détectable sur l'image 3D qui correspond à un volume élémentaire cubique et que l'on désignera par sa taille d'arête. Selon le dispositif utilisé la taille de voxel atteinte dans le volume reconstruit varie généralement de 1 à  $50 \mu m$ .

Deux instruments ont été utilisés lors de ces travaux pour effectuer de l'imagerie 3D par tomographie aux rayons X sur les empilements de sphères creuses. D'une part une ligne de lumière synchrotron de l'*European Synchrotron Radiation Facility* et d'autre part un tomographe de laboratoire à l'INSA de Lyon. Ces observations ont été réalisées en collaboration avec une équipe du laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon et plus particulièrement *Olivier Caty* également doctorant dans le programme MAPO.

## 2) Ligne ID19 de l'ESRF

### Présentation

La tomographie haute résolution a été effectuée sur la ligne ID19 de l'European Synchrotron Radiation Facility à Grenoble (figure IV.3).

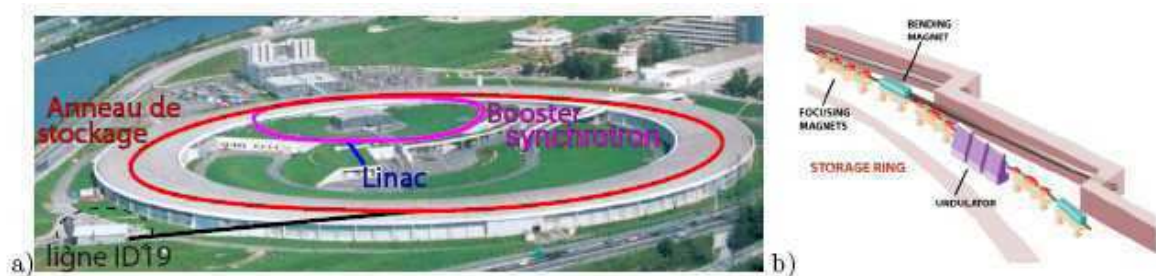


Fig. IV.3 : Bâtiments de l'ESRF à Grenoble (a) Vue aérienne. (b) Parties constitutives de l'anneau de stockage.

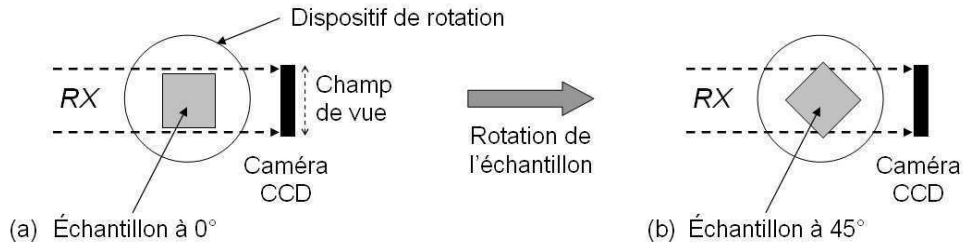
L'ESRF fait partie des synchrotrons de 3<sup>ème</sup> génération, source de rayons X extraordinairement puissantes. Des électrons sont émis par un canon à électrons dans un accélérateur linéaire (Linac) puis sont transférés dans un accélérateur circulaire (Booster) jusqu'à atteindre une énergie de 6 GeV. Ils sont alors envoyés dans l'anneau de stockage où ils tournent à énergie constante pendant plusieurs heures à l'intérieur d'une chambre à vide.

La trajectoire des électrons est définie par les champs magnétiques qu'ils traversent. Lorsqu'ils passent dans les aimants de courbure (figure IV.3(b)), les électrons sont déviés de plusieurs degrés et décrivent ainsi une trajectoire courbe. Cette déviation conduit les électrons à émettre de la « lumière synchrotron », des photons X. Les faisceaux de rayonnement synchrotron émis sont alors dirigés vers les « lignes de lumière », disposées tangentiellement autour de l'anneau. Chaque ligne est spécialisée soit dans une technique, soit dans un domaine de recherche. La ligne ID19 est spécifiquement destinée à l'imagerie aux rayons X. Pour cette raison, elle possède des caractéristiques légèrement différentes par rapport aux autres lignes. Afin de bénéficier d'un faisceau large et parallèle, la cabine expérimentale est située à 150 mètres de la source de rayons X. La ligne ID19 se trouve donc à l'extérieur de l'anneau de stockage, comme l'illustre la figure IV.3(a).

Les lecteurs intéressés par plus de détails sur l'ESRF, les différentes lignes de lumière et les applications sont invités à se rendre sur le site internet [www.esrf.eu](http://www.esrf.eu)

### Conditions expérimentales

De par la nature des matériaux à observer, des sphères creuses en nickel et en acier, un faisceau monochromatique de 60 keV a été utilisé. L'acquisition des images est effectuée par une caméra  $2048 \times 2048$  pixels de type FRELON (*Fast REad LOw Noise*) spécialement développée à l'ESRF. L'optique utilisée donne une taille de voxel de  $8 \mu\text{m}$ . Cependant afin de réduire le temps de scan et la taille des fichiers informatiques engendrés nous avons travaillé en mode *binning*, c'est à dire en regroupant  $4 \times 4$  les pixels de la caméra. Il y a donc finalement  $1024 \times 1024$  pixels de  $16 \mu\text{m}$ . Le champ de vue disponible est ainsi de  $16.4 \text{ mm}$ . Les échantillons à observer sont découpés sous forme de cubes de  $15 \text{ mm}$  de côté. Remarquons que cela donne une dimension maximale dans la diagonale de  $21.2 \text{ mm}$ . Lors de la rotation ils ne sont donc pas toujours entièrement compris dans le cadre de vue de la caméra, comme l'illustre la figure IV.4. Quelques radiographies sont « incomplètes » mais cela n'a pas gêné la bonne reconstruction des volumes tridimensionnels.



**Fig. IV.4 :** Illustration de la limite du champ de vue en tomographie aux rayons X. (a) Échantillon entièrement dans le champ de vue de la caméra. (b) Avec la rotation une petite partie de l'échantillon est hors du champ de vue.

Les empilements observés ayant des sphères d'environ 3 mm de diamètre au maximum, les échantillons contiennent approximativement au moins 5 cellules par coté, ce qui n'assure pas un volume représentatif du matériau. Dans ces conditions le temps de scan est d'environ 20 min et la taille du fichier informatique contenant les images de 1 Go. Toutes ces données sur les conditions d'observations sont récapitulées dans le tableau IV.1.

| Caméra      | Taille voxel     | Champ de vue | Échantillon     | Sphères       | Scan             | Fichier |
|-------------|------------------|--------------|-----------------|---------------|------------------|---------|
| 1024 × 1024 | 16 $\mu\text{m}$ | 16.4 mm      | 15 × 15 × 15 mm | $\approx 5^3$ | $\approx 20$ min | 1 Go    |

**Tab. IV.1 :** Conditions d'observations des empilements de sphères creuses sur la ligne ID19 de l'ESRF.

### 3) Tomographe de laboratoire

#### Présentation

Au cours de la thèse le laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon, partenaire du programme MAPO, s'est équipé d'un tomographe de laboratoire de type VTomeX (figure IV.5) fabriqué par Phoenix X-ray.



**Fig. IV.5 :** Tomographe du laboratoire MATEIS de l'INSA Lyon.

Le faisceau de rayons X, à la différence de la source synchrotron, est moins brillant, polychromatique et divergent. Il est produit par un tube à rayons X de tension réglable de 10 à 160 kV avec centrage et focus automatiques. Ceci permet d'observer des objets de différentes natures (métaux, polymères, céramiques) et de différentes dimensions (de 0.5 mm à une dizaine de cm). La taille du foyer peut varier d'une dizaine de  $\mu m$  à moins de 1  $\mu m$  selon la résolution recherchée. La taille de voxel est réglée en approchant plus ou moins l'échantillon de la source. La meilleure taille que l'on peut obtenir est d'environ 1  $\mu m$ . Le détecteur en silicium amorphe possède des dimensions de  $1920 \times 1536$  pixels. La qualité des prises de vues et le temps de scan dépendent des autres réglages de l'appareil, tel que l'intensité du tube, le mode d'ouverture du faisceau, le temps de pause et le nombre de projections.

### Conditions expérimentales

Deux configurations d'observations différentes ont été utilisées pour l'imagerie des empilements de sphères creuses. Dans le premier cas la taille de voxel est fixée à 8  $\mu m$  afin d'avoir une résolution suffisante pour la mesure précise des paramètres structuraux des empilements, notamment de l'épaisseur des sphères qui peut atteindre 50  $\mu m$ . Dans ces conditions le champ de vue disponible est de 15.4 mm de largeur pour 12.3 mm de hauteur. Les échantillons utilisés sont cubiques de 10 mm de côté, soit une dimension maximale dans la diagonale de 14.1 mm ce qui permet de ne pas sortir latéralement du champ de vue du détecteur.

La deuxième configuration correspond à une taille de voxel fixée à 16  $\mu m$  afin d'avoir un champ de vue suffisant pour observer des échantillons de plus grande taille et améliorer la statistique des mesures. Dans cette condition le champ de vue est de 30.8 mm de largeur pour 24.6 mm de hauteur. Les échantillons utilisés sont cubiques de 20 mm de côté, soit une dimension maximale dans la diagonale de 28.3 mm ce qui permet de ne pas sortir latéralement du champ de vue du détecteur. Toutes les données sur les conditions d'observations sont récapitulées dans le tableau IV.2.

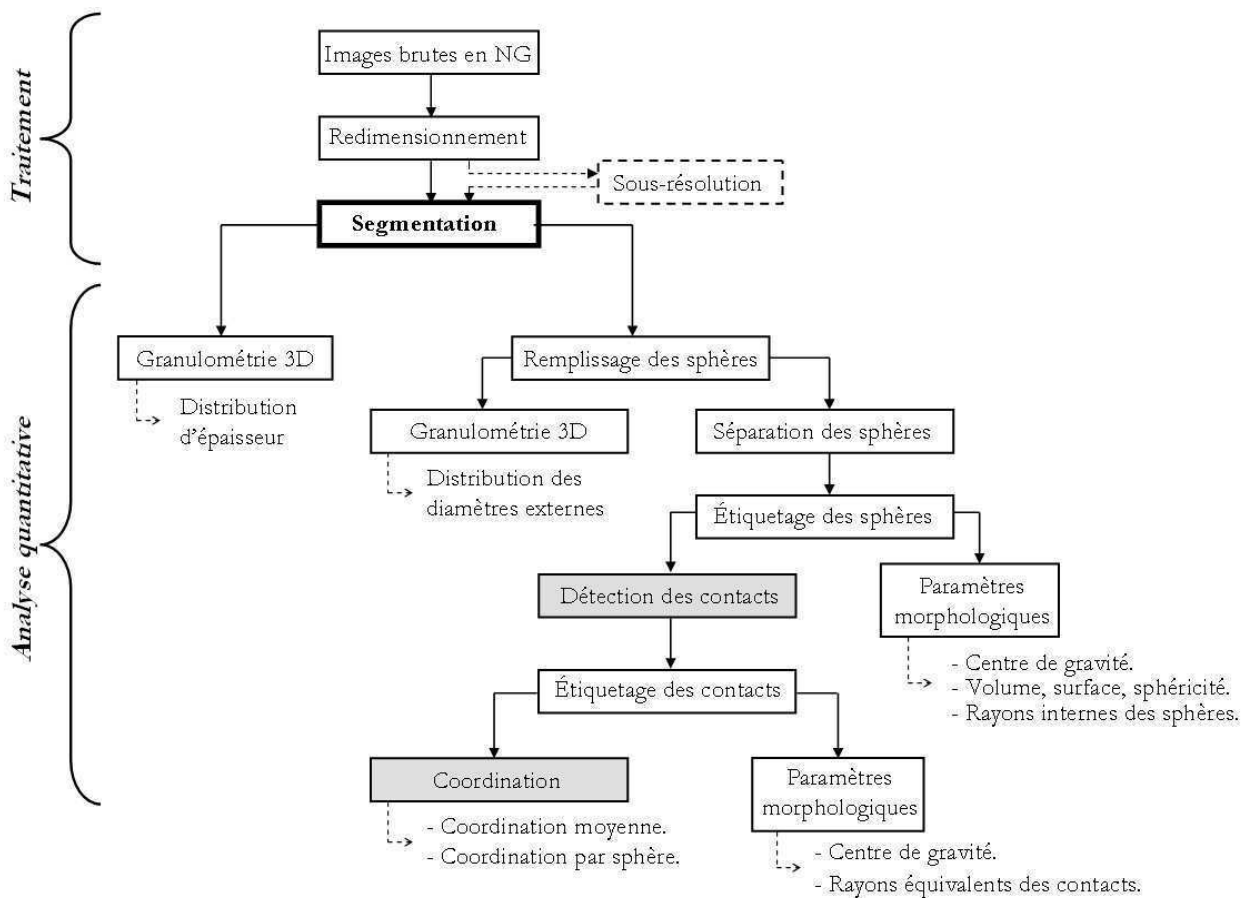
| Détecteur   | Taille voxel | Champ de vue   | Échantillon     | Sphères       | Scan          | Fichier |
|-------------|--------------|----------------|-----------------|---------------|---------------|---------|
| 1920 × 1536 | 8 $\mu m$    | 15.4 × 12.3 mm | 10 × 10 × 10 mm | $\approx 4^3$ | $\approx 1$ h | 1 Go    |
| 1920 × 1536 | 16 $\mu m$   | 30.8 × 24.6 mm | 20 × 20 × 20 mm | $\approx 7^3$ | $\approx 1$ h | 1 Go    |

**Tab. IV.2 :** Conditions d'observations des empilements de sphères creuses sur le tomographe de l'INSA Lyon.

### 1.3 Caractéristiques, traitements et analyses des images

La tomographie aux rayons X fournit des images 3D des échantillons scannés. Ces images brutes sont traitées puis analysées numériquement afin de caractériser précisément de manière qualitative et quantitative la structure des empilements de sphères creuses. Cette partie expose les caractéristiques des images obtenues et présente les différentes étapes de traitements préalables à l'analyse quantitative.

La figure IV.6 ci-dessous donne un aperçu global des opérations de traitements et d'analyses d'images qui sont détaillées par la suite. Elle expose la démarche générale et les outils développés pour la caractérisation structurale des empilements de sphères creuses.



**Fig. IV.6 :** Organisation des opérations d'analyse d'images tomographiques pour la caractérisation structurale des empilements de sphères creuses. Les rectangles grisés indiquent le développement de programmes spécifiques pendant la thèse.

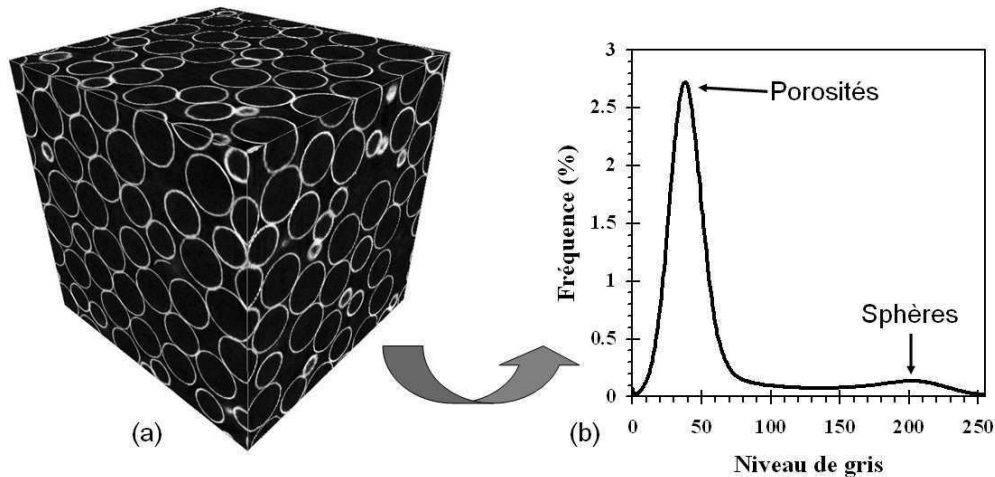
Les images présentées par la suite sont issues des logiciels *ImageJ* et *amira*® utilisés pour le traitement et l'analyse.

#### 1) Caractéristiques des images brutes

Les images obtenues par tomographie aux rayons X, issues de l'*ESRF* ou du tomographe de l'INSA, se présentent sous forme de volumes numériques constitués d'éléments cubiques, les voxels, stockés dans un fichier informatique. Leur taille correspond à la définition des récepteurs, soit  $1024 \times 1024 \times 1024$  voxels pour les acquisitions de l'*ESRF* et  $1920 \times 1920 \times 1536$  voxels pour celles

de l'INSA. Les voxels sont codés sur 1 octet ce qui signifie qu'ils ont une valeur comprise entre 0 et  $(2^8 - 1)$ , soit entre 0 et 255. Cette valeur est corrélée au coefficient d'atténuation local  $\mu$  des rayons X du matériau au point correspondant au voxel considéré. Plus le coefficient d'atténuation est important plus la valeur du voxel est élevée. La visualisation des images sur un logiciel adapté se fait en affectant à chaque voxel un niveau de gris égal à sa valeur. Ainsi les coques métalliques, très absorbantes, sont représentées par des voxels de couleur gris clair (valeur élevée, 255 étant du blanc) alors que les porosités qui atténuent peu les rayons X apparaissent en gris foncé (valeur faible, 0 étant du noir) comme illustré sur la figure IV.7(a).

Une image brute est caractérisée par son histogramme de niveaux de gris, comme représenté sur la figure IV.7(b). Sur cet histogramme apparaissent deux pics qui correspondent à deux valeurs d'absorption différentes dans le matériau. Le pic de faible niveau de gris représente une phase peu absorbante, c'est à dire ici les porosités, alors que le pic de niveau de gris élevé représente une phase très absorbante, c'est à dire les sphères métalliques.



**Fig. IV.7 :** (a) Image 3D brute obtenue par tomographie d'absorption des rayons X. (b) Histogramme des niveaux de gris des voxels du volume.

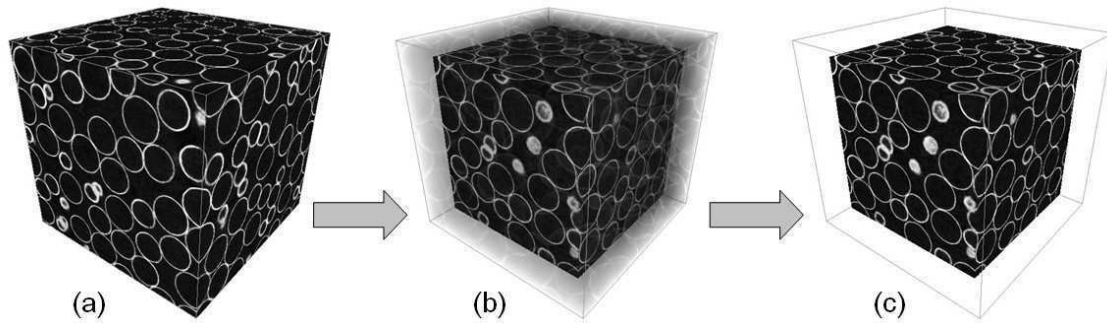
De manière générale les images brutes obtenues avec les empilements de sphères creuses sont de bonne qualité, sans défaut ou artéfact de reconstruction. Elles ne sont pas excessivement bruitées et possèdent un bon contraste entre sphères métalliques et porosités.

## 2) Traitements des images brutes

### Redimensionnement

Les échantillons observés ont pu être abimés lors de la découpe et présentent sur leurs bords des sphères ouvertes et déformées. Pour ne pas prendre en compte ces sphères lors de l'analyse des images un recadrage des images brutes, illustré figure IV.8, est effectué de manière systématique. Pour les données issues de l'ESRF les volumes sont redimensionnés à  $700 \times 700 \times 700$  voxels et pour les images faites à l'INSA à  $800 \times 800 \times 800$  voxels.





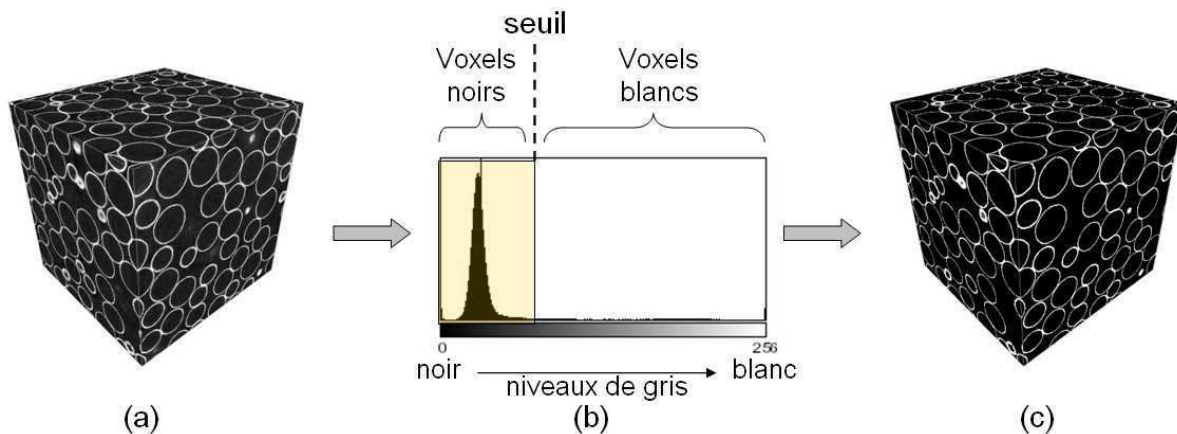
**Fig. IV.8 :** Opération de redimensionnement des images tomographiques (a) Image 3D brute. (b) Redimensionnement du volume pour s'affranchir des bords de l'échantillon. (c) Image 3D redimensionnée finale.

### Sous-résolution

Chaque voxel étant codé sur un octet la taille importante des images induit des fichiers informatiques volumineux. Une image de  $800 \times 800 \times 800$  contient  $800^3$  voxels soit un fichier de 512 Mo. Effectuer des calculs sur des volumes de cette taille requiert des ressources informatiques importantes spécialement en terme de mémoire vive. De plus les temps de calculs peuvent devenir très longs. Aussi, afin de s'adapter aux moyens informatiques disponibles, une étape de réduction de taille des volumes a été effectuée dans les cas le nécessitant. Cette opération, que l'on nomme sous-résolution ou *binning*, consiste à associer les voxels deux à deux dans chaque dimension. Huit voxels sont ainsi remplacés par un seul dont la valeur est égale à la moyenne des valeurs des huit voxels dont il est issu. Cette opération permet de diviser la taille du fichier par huit. Elle provoque cependant une perte d'information car cela revient à multiplier la taille d'arête de voxel par deux.

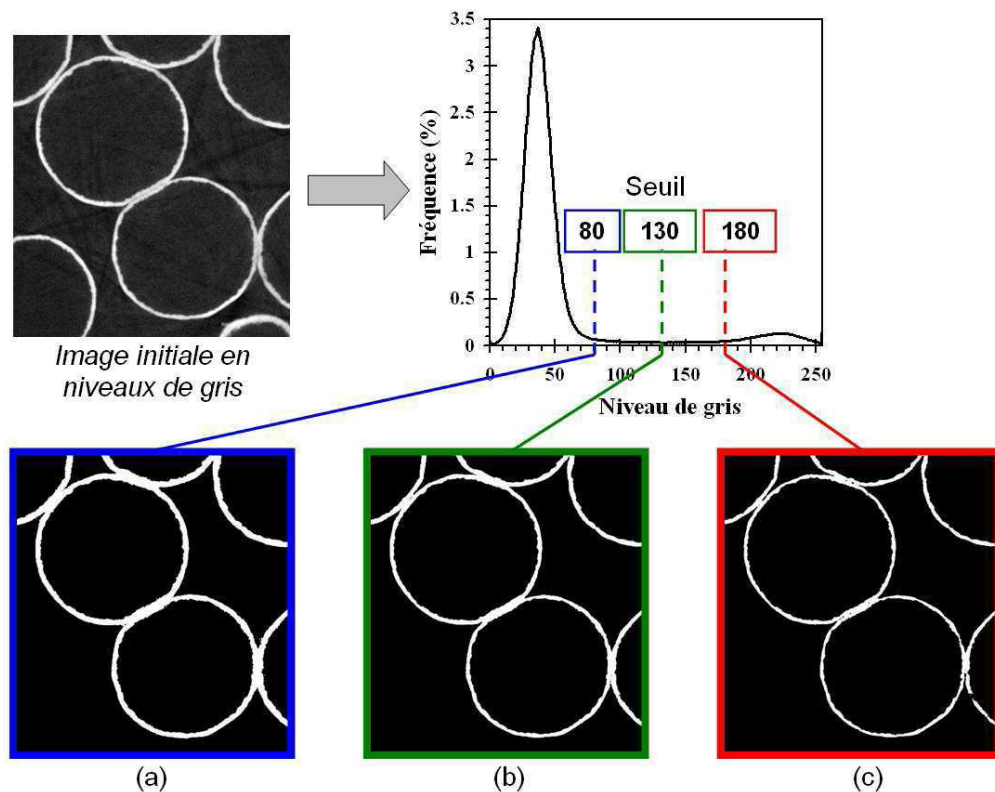
### Segmentation

L'analyse quantitative de la structure nécessite des images dont les deux phases métalliques et porosités sont distinctes. L'étape de segmentation, également appelée *seuillage*, consiste à séparer ces phases en leur affectant chacune un niveau de gris constant égal à 0 (noir) pour les porosités et 255 (blanc) pour les sphères. On obtient alors une image contenant deux phases parfaitement déterminées, chacune possédant un niveau de gris constant soit 0 soit 255 (figure IV.9(c)).



**Fig. IV.9 :** Opération de segmentation des images tomographiques (a) Image initiale en niveaux de gris. (b) Histogramme des niveaux de gris du volume (c) Image seuillée en noir (porosités) et blanc (sphères métalliques).

En pratique il faut déterminer un niveau de gris limite — le *seuil* — au delà duquel tous les voxels sont attribués à la phase métallique (valeur 255 ↔ blanc) et en deçà à la phase porosité (valeur 0 ↔ noir), comme illustré sur la figure IV.9(b). Toute la difficulté de cette opération de segmentation réside dans le choix du seuil. En effet plus la limite choisie est faible plus on affecte de voxels à la phase métallique et donc on augmente artificiellement la quantité de matière et la taille des objets comme l'illustre la figure IV.10 sur une coupe prise dans l'image 3D. Ceci a alors un impact important sur les caractéristiques structurales mesurées par la suite.



**Fig. IV.10 :** Segmentation des images pour différentes valeurs de seuil. Pour faciliter la visualisation une coupe 2D dans le volume est représentée (a) Seuil à 80, la phase métallique est surestimée. (b) Seuil à 130, la segmentation est bonne. (c) Seuil à 180, la phase métallique est sous-estimée.

De nombreuses méthodes existent pour effectuer la segmentation des images. Elles sont regroupées en trois classes principales :

- Segmentation basée sur la classification ou le seuillage des pixels en fonction de leur intensité. C'est la technique de segmentation la plus directe.
- Segmentation basée sur les « régions » de l'image. On y trouve par exemple la croissance de région, la décomposition/fusion.
- Segmentation basée sur les contours.

Des techniques hybrides plus évoluées, reposant sur un mélange des trois types de méthodes, existent et peuvent encore être développées.

Signalons qu'il n'y a pas de méthode universelle pour la segmentation d'une image. Chaque problème est particulier et demande une approche adaptée pour fournir le meilleur résultat possible.

Pour ces travaux nous avons opté pour une segmentation par *croissance de région*. Ce choix se justifie par le fait que la phase métallique est connexe, c'est à dire qu'il existe un chemin continu permettant de relier toutes les sphères de l'empilement.

Le principe est le suivant : un intervalle de niveau de gris  $[NG1-NG2]$  et un voxel initial de coordonnées  $(i, j, k)$  dans le volume sont spécifiés par l'utilisateur. Le niveau de gris de chacun des 26 voisins du voxel initial est examiné. S'il est compris entre les valeurs  $NG1$  et  $NG2$  alors le voxel correspondant est affecté de la valeur 255. Sinon il est fixé à 0. Cette opération est ensuite répétée de proche en proche pour chaque voxel passé à 255. Au final l'image est seuillée avec en blanc la phase connexe de niveaux de gris initiaux compris entre  $NG1$  et  $NG2$  et en noir les voxels restants.

En choisissant comme plage de niveau de gris l'intervalle  $[seuil-255]$  et comme voxel initial un point de la phase métallique, l'algorithme de croissance de région sélectionne uniquement la phase métallique dont le niveau de gris est supérieur à la valeur *seuil*. De manière pratique le choix du seuil s'effectue à partir de l'histogramme des niveaux de gris de l'image initiale. Une valeur située à équidistance des deux pics donne une bonne segmentation (figure IV.10(b)). Dans tous les cas une confirmation visuelle de la qualité de seuillage est nécessaire.

## 1.4 Analyses quantitatives des images

Les images traitées et seuillées font l'objet d'opérations morphologiques et de calculs permettant une analyse quantitative de la structure cellulaire des empilements de sphères creuses. Cette partie présente les méthodes d'analyses utilisées et les outils développés pendant la thèse ainsi que leur application pratique.

### 1) Densité relative

Le paramètre structural le plus rapide et le plus facile à mesurer à partir des images est la densité relative de l'empilement  $\rho_r$ . Elle correspond simplement à la quantité de la phase métallique dans le matériau. Elle est donc directement donnée par la proportion de voxels blancs dans le volume. On la calcule par la relation suivante :

$$\rho_r = \frac{\text{Nombre de voxels blancs}}{\text{Nombre total de voxels}} \quad (\text{IV.6})$$

La porosité totale de la mousse est égale à  $(1 - \rho_r)$

### 2) Paramètres structuraux des sphères

#### Granulométrie par ouverture

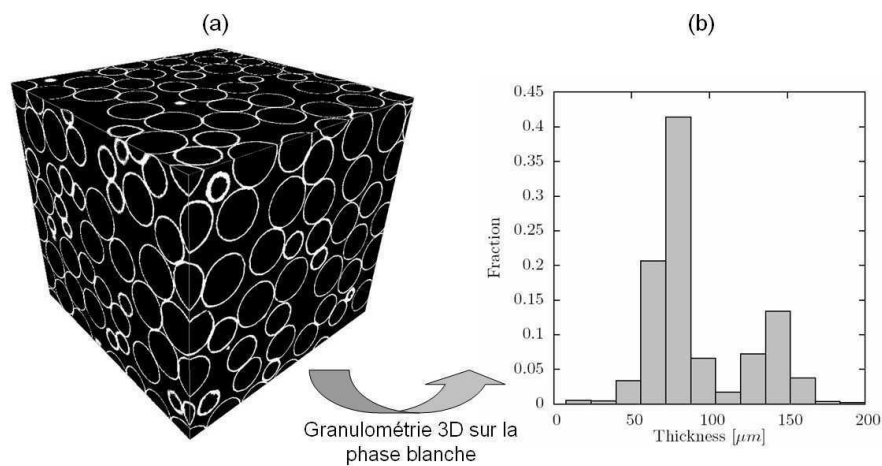
Cette méthode, inspirée de la technique classiquement utilisée pour la caractérisation des poudres, donne accès à **la distribution en taille des objets** de l'image.

Le principe est le suivant : à partir de l'image seuillée une opération morphologique d'ouverture (une érosion suivie d'une dilatation) par un élément structurant de taille 1 est effectuée sur chaque voxel appartenant à la phase à analyser. Après cette première ouverture les voxels qui ont disparu sont comptés. Une seconde ouverture, de taille 2, est ensuite effectuée sur les objets restants et les voxels éliminés sont de nouveau comptabilisés. Des ouvertures de taille croissance sont effectuées ainsi de suite jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucun objet. A chaque degré d'ouverture, les voxels éliminés sont comptabilisés ce qui permet de représenter les résultats de l'analyse granulométrique sous la forme d'une distribution en taille. L'histogramme obtenu représente en abscisse la taille équivalente des

objets et en ordonnée la fréquence en volume dans la phase considérée. Une illustration plus détaillée de la technique de granulométrie est présentée en annexe A.

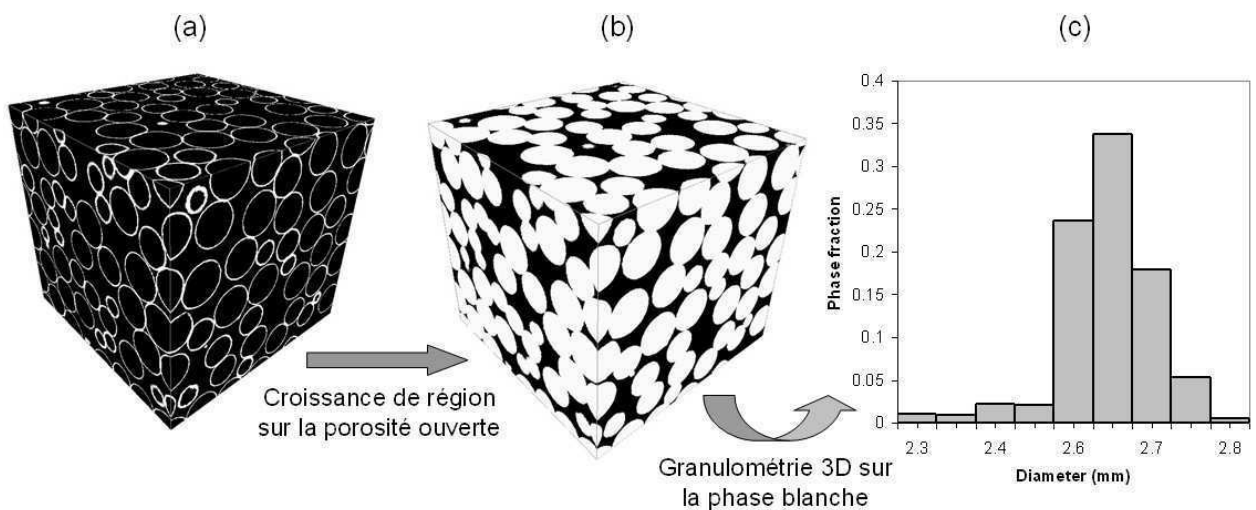
Dans ces travaux la méthode de granulométrie est effectuée sur des images à trois dimensions. L'élément structurant utilisé est octaédrique car cette forme est plus adaptée qu'un cube pour analyser des objets sphériques.

Une granulométrie effectuée directement sur la phase blanche des images seuillées permet d'accéder à la distribution d'épaisseur des sphères creuses, illustrée sur la figure IV.11.



**Fig. IV.11 :** (a) *Granulométrie 3D effectuée sur les sphères creuses.* (b) *Histogramme des épaisseurs calculées.*

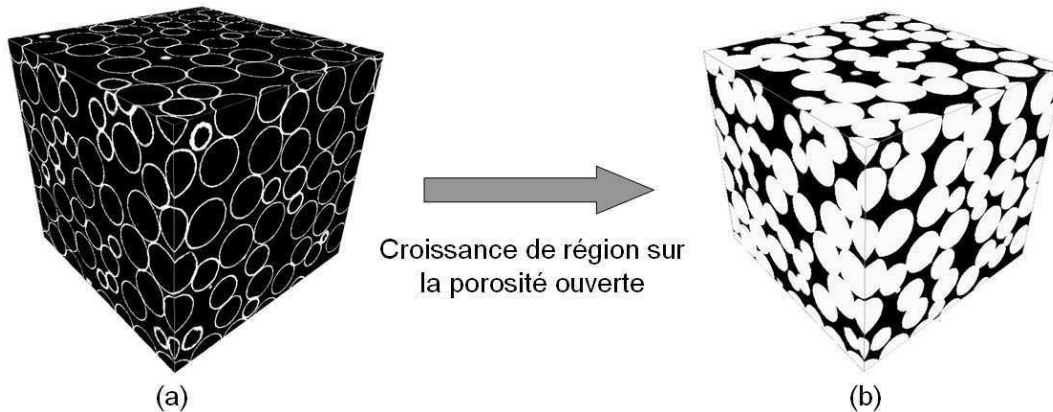
Une opération de croissance de région sur la porosité ouverte de l'empilement est effectuée pour « remplir » les sphères, c'est à dire reproduire l'empilement avec des sphères pleines (figure IV.12(b)). La réalisation d'une granulométrie sur la phase blanche obtenue (sphères pleines) permet de mesurer la distribution des diamètres, représentée sur la figure IV.12(c), qui correspondent aux diamètres extérieurs des sphères creuses initiales.



**Fig. IV.12 :** (a) *Croissance de région sur la porosité ouverte pour « remplir » les sphères.* (b) *Granulométrie 3D effectuée sur les sphères pleines.* (c) *Histogramme des diamètres obtenu.*

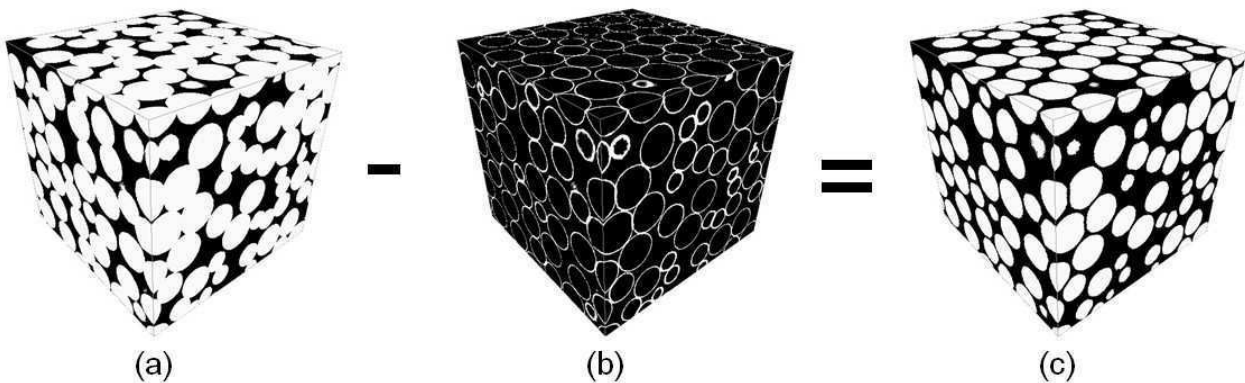
### Séparation des sphères

La granulométrie ne fournissant que des informations globales dans tout le volume, aucun paramètre individuel de chaque sphère n'est accessible. Pour cela une opération de séparation des sphères dans l'empilement est nécessaire. Cette étape est réalisée par l'intermédiaire de deux opérations successives sur l'image initiale. Dans un premier temps une croissance de région effectuée sur la porosité ouverte de l'empilement permet de « remplir » les sphères, comme l'illustre la figure IV.13.



**Fig. IV.13 :** Croissance de région sur les porosités ouvertes pour le « remplissage » des sphères (a) Image seuillée initiale. (b) Sphères « remplies » par la croissance de région.

En effectuant ensuite une soustraction de l'image initiale à l'image issue de la croissance de région on obtient uniquement les intérieurs des sphères creuses, qui correspondent aux porosités fermées de l'empilement. Cette opération est illustrée sur la figure IV.14.

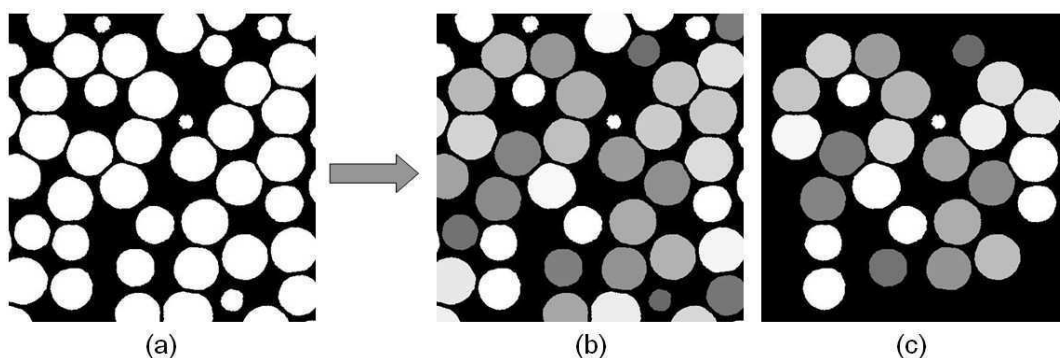


**Fig. IV.14 :** Soustraction des images pour l'obtention des intérieurs des sphères. (a) Sphères pleines – (b) Sphères creuses = (c) Intérieurs des sphères.

**L'opération de séparation des sphères fournit ainsi une image de l'intérieur des sphères creuses.** Toutes les opérations sur les sphères individuelles dans la suite de l'étude seront effectuées sur ces intérieurs.

### Étiquetage des sphères et paramètres géométriques

Sur les images des sphères séparées tous les objets appartiennent à la même phase de niveau de gris égal à 255. L'étiquetage des sphères, également appelé *labellisation*, consiste alors à attribuer une valeur de niveau de gris différente à chaque objet, comme le montre la figure IV.15. Ainsi les intérieurs sont individualisés, chaque sphère possède son propre numéro. En pratique l'étiquetage est effectué en attribuant une valeur identique à tous les voxels appartenant à un ensemble connexe. Le codage est effectué sur 16 bits afin de disposer de  $2^{16}$ , soit 65536, valeurs distinctes ce qui permet d'isoler autant d'objets connexes dans l'image. Il est également possible de choisir de ne pas prendre en compte les objets en contact avec les bords (figure IV.15(c)) ou inférieurs à une certaine taille.

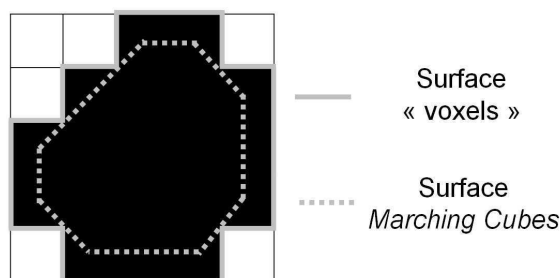


**Fig. IV.15 :** Étiquetage des sphères illustré sur une coupe 2D (a) Objets issus de la séparation des sphères. (b) Intérieurs labellisés, chaque objet possède un niveau de gris différent. (c) Intérieurs labellisés sans prendre en compte les objets en contact avec les bords de l'image.

**Toutes les sphères sont ainsi identifiées et individualisées dans l'empilement.**

Différents paramètres morphologiques peuvent alors être extraits de chaque intérieur de sphère labellisé. Les principales informations déterminées sont les suivantes :

- Coordonnées  $(x_G, y_G, z_G)$  du centre de gravité de l'objet.
- La surface  $S$  de l'objet calculée par la méthode des *Marching Cubes* [23]. Cet algorithme, illustré en 2D sur la figure IV.16, consiste à « lisser » la surface de l'objet 3D en la délimitant par des triangles élémentaires.
- Volume  $V$  de l'objet calculé soit directement à partir du nombre de voxels, soit à partir de l'enveloppe déterminée par la méthode des *Marching Cubes*.
- Les dimensions  $b_x, b_y, b_z$  du parallélépipède circonscrit à l'objet.



**Fig. IV.16 :** Illustration schématique sur une image 2D de la méthode des *Marching Cubes*.

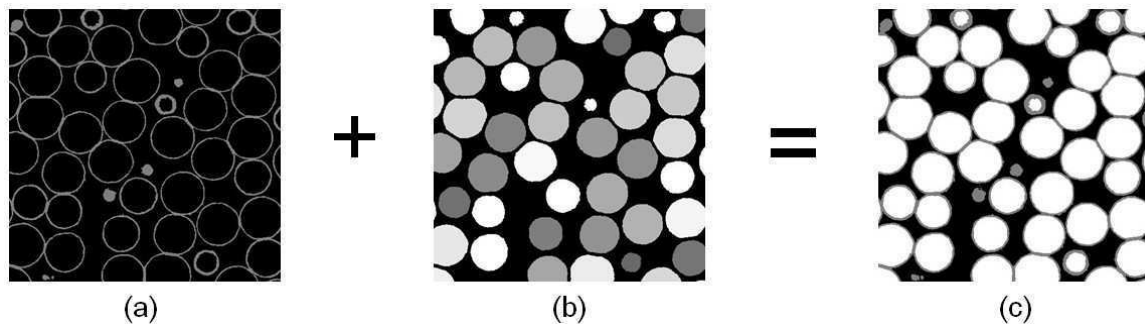
### 3) Paramètres structuraux des contacts

#### Séparation des contacts

Les contacts entre sphères, qui permettent la cohésion des empilements, sont également des éléments architecturaux importants à caractériser. Un algorithme a été spécialement développé pendant la thèse pour identifier les zones de contacts sur les images de tomographie. Cette méthode est basée sur des opérations morphologiques de l'image initiale des empilements. Elle se décompose en deux étapes principales :

1. Segmentation des phases avec labellisation des porosités fermées (intérieurs des sphères).
2. Détection des contacts par comparaison de valeur de voxels sur un élément structurant.

La première étape utilise des concepts déjà évoqués auparavant. Il s'agit d'effectuer une addition élémentaire de l'image des intérieurs labellisés avec l'image des sphères creuses dont la phase « métallique » a été portée à la valeur 1. On obtient alors une image où la porosité ouverte possède un niveau de gris égal à 0, la phase métallique à 1 et les porosités fermées (intérieurs des sphères) des niveaux de gris de 2 à  $n + 2$  avec  $n$  le nombre de sphères. Cette opération est représentée sur la figure IV.17.



**Fig. IV.17 :** Labellisation de l'image initiale pour la détermination des contacts (a) Porosités ouvertes et fermées à 0 et sphères creuses à 1 + (b) Porosités fermées labellisées en  $n$  niveaux de gris = (c) Porosité ouverte à 0, sphères creuses à 1 et porosités fermées de 2 à  $n + 2$ .

La détermination des contacts est alors réalisée sur cette image entièrement labellisée. Elle est effectuée par une opération de comparaison de niveaux de gris sur un élément structurant sphérique. Elle utilise les valeurs différentes de chaque intérieur de sphère pour identifier les voxels situés sur les zones de contact. Le principe, schématisé en 2D sur la figure IV.18 avec un élément structurant de taille 2, est le suivant.

L'élément structurant, de taille spécifiée par l'utilisateur, est appliqué sur chaque voxel de valeur 1, c'est à dire appartenant à la phase métallique. A chaque point d'application il « recouvre » un ensemble de voxels dont le nombre dépend de la taille de l'élément. Les valeurs de tous les voxels appartenant à cet ensemble sont comparées entre elles. Trois cas se présentent :

- Tous les voxels sont égaux à 0 et/ou 1. Le point d'application de l'élément structurant ne se situe pas sur une zone de contact. La valeur de ce voxel est fixée à 0. Cas de la figure IV.18(a).
- Les voxels sont égaux à 0, 1 et  $NG1$ , où  $NG1$  est un niveau de gris entre 2 et  $n + 2$ . Le point d'application de l'élément structurant ne se situe pas sur une zone de contact. La valeur de ce voxel est fixée à 0. Cas de la figure IV.18(b).

- Les voxels sont égaux à 0, 1,  $NG1$  et  $NG2$ , où  $NG1$  et  $NG2$  sont deux niveaux de gris différents entre 2 et  $n + 2$ . Le point d'application de l'élément structurant se situe sur une zone de contact. La valeur de ce voxel est fixée à 255. Cas de la figure IV.18(c)-(d)-(e).

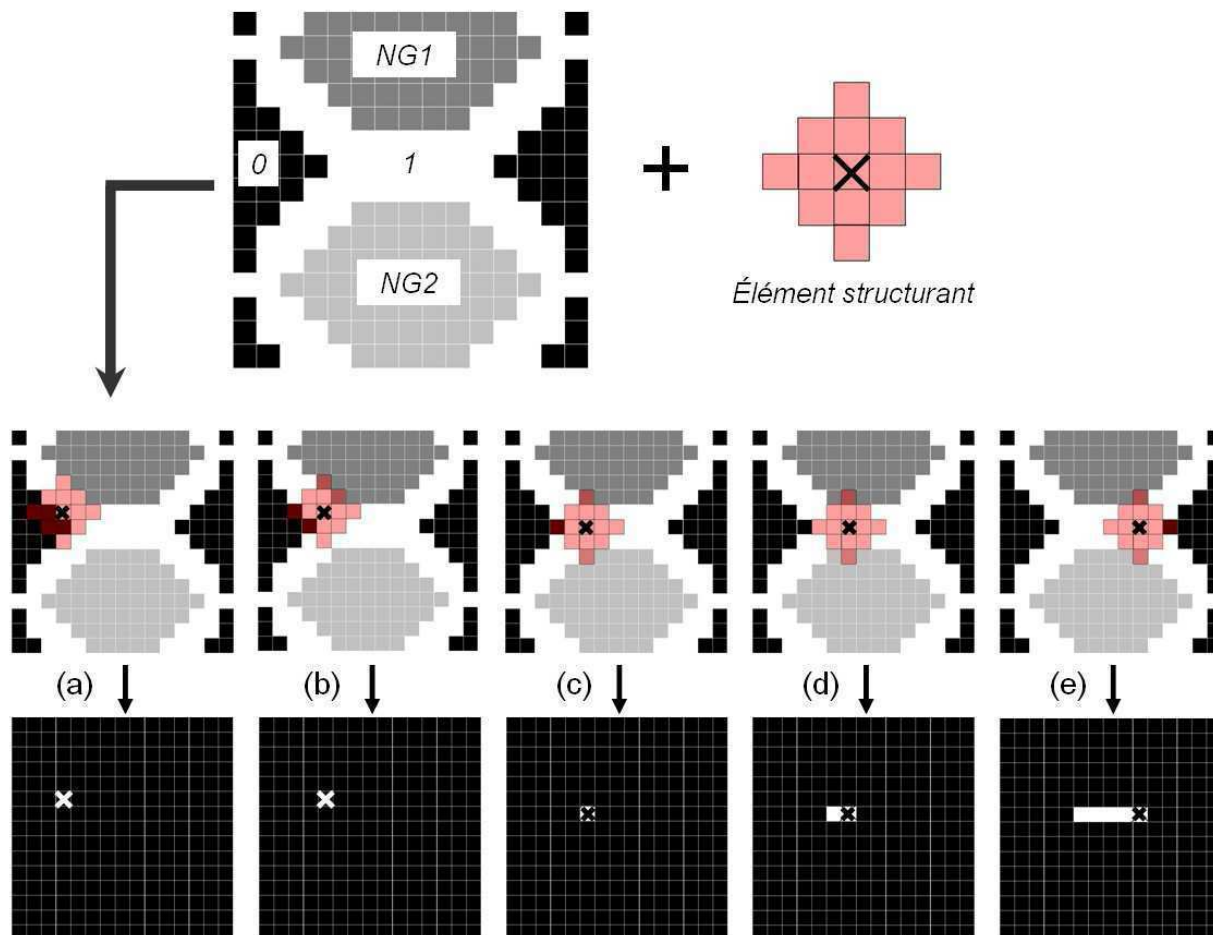


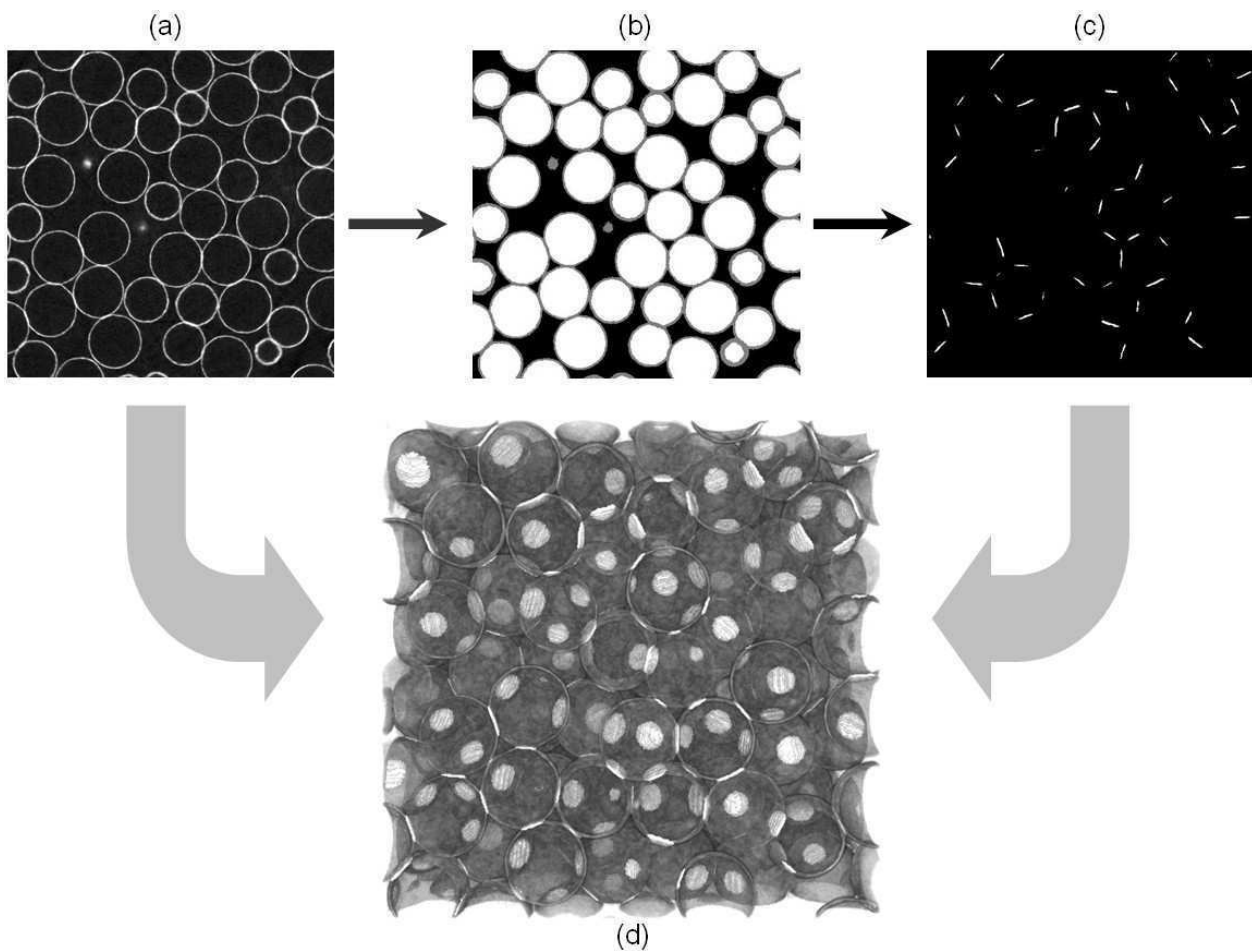
Fig. IV.18 : Illustration de la méthode de détection des contacts entre sphères. Explications dans le texte.

On construit ainsi, voxel par voxel, une image où seuls les contacts sont représentés en blanc. Remarquons que le choix de la taille de l'élément structurant est primordial. Un élément structurant trop grand va surestimer la zone de contact alors qu'un élément trop petit la sous-estimera. Cet aspect est détaillé en annexe A.

Cette méthode de détection de contacts a été implémentée sous la forme d'un *plugin* dans le logiciel ImageJ programmé en langage *Java*<sup>TM</sup>. L'utilisation de ce *plugin* avec les images labellisées des empilements donne une image 3D des contacts entre les sphères.

**Synthèse de la méthode de recherche des contacts :** l'image initiale en niveaux de gris est seuillée puis labellisée pour obtenir une image avec les porosités ouvertes à 0, les sphères creuses à 1 et les porosités fermées (les intérieurs des sphères) de 2 à  $n + 2$ . L'algorithme de détection des contacts, spécifiquement développé pendant ces travaux, est appliqué à l'image en choisissant judicieusement la taille de l'élément structurant à utiliser. L'image obtenue représente les zones de contact entre les sphères voisines. Cette opération est représentée sur la figure IV.19. La méthode de recherche des contacts appliquée aux empilements de sphères creuses donne des résultats tout à fait satisfaisants.

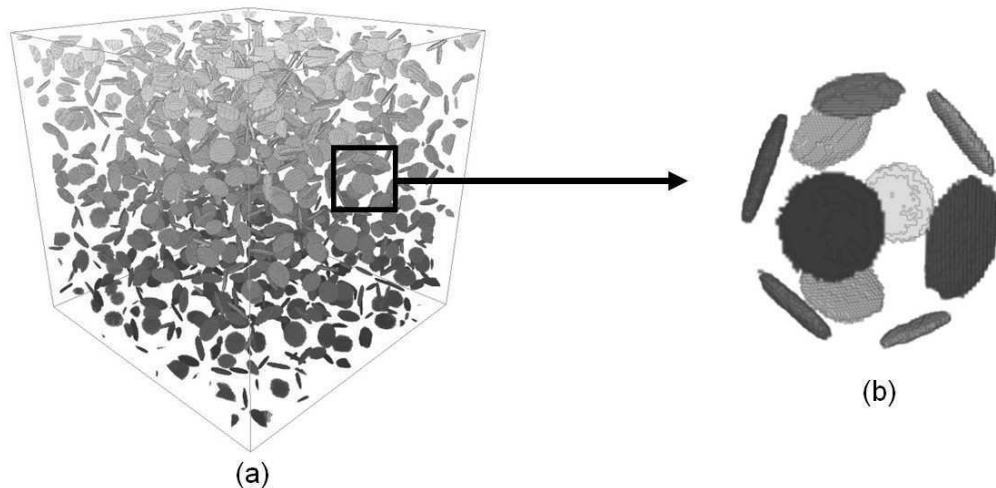




**Fig. IV.19 :** Synthèse de la méthode de recherche des contacts. (a) Image originale en niveaux de gris (b) Image segmentée et labellisée. (c) Image des contacts obtenue par le plugin de recherche. (d) Superposition en 3D de l'image originale et des contacts illustrant les bons résultats obtenus.

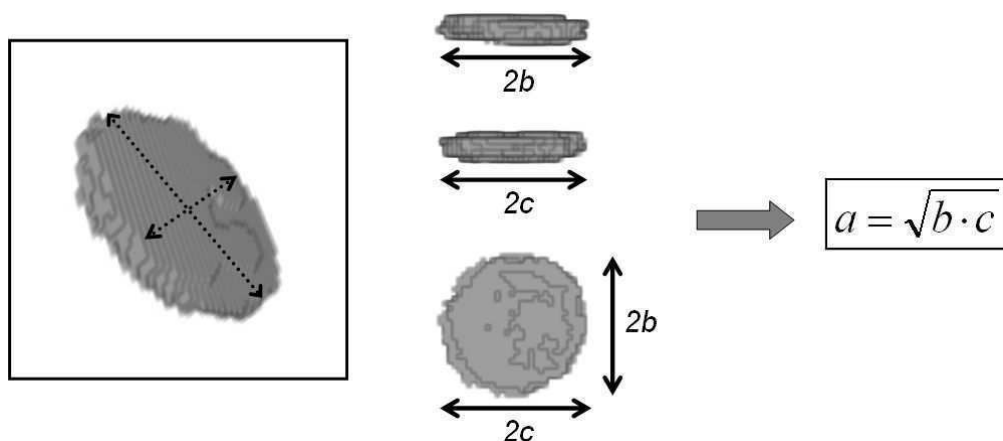
### Étiquetage des contacts et paramètres géométriques

De la même manière que pour les intérieurs des sphères, l'image des contacts déterminée précédemment est labellisée afin d'individualiser chaque objet. Les contacts possèdent alors chacun leur niveau de gris, illustré sur la figure IV.20, et divers paramètres morphologiques peuvent être déterminés pour chaque objet étiqueté.

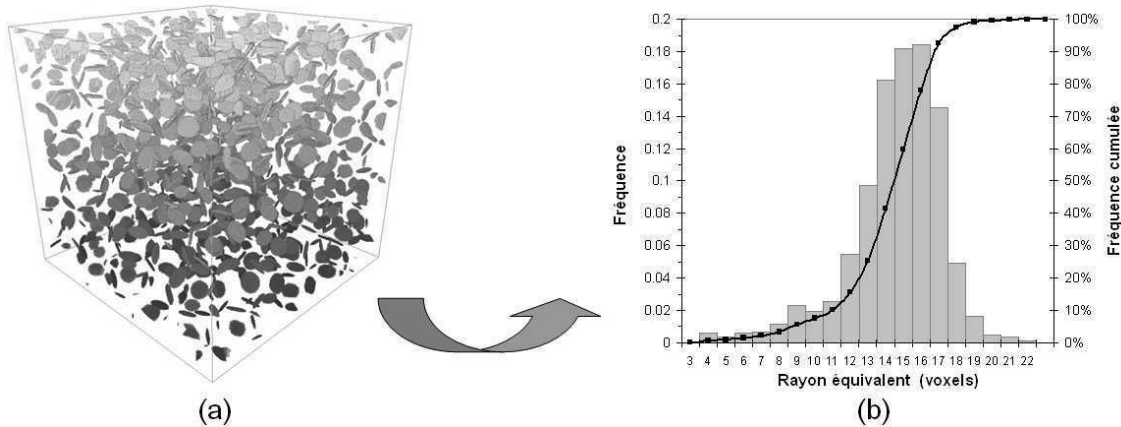


**Fig. IV.20 :** Images des contacts labellisés. (a) Ensemble des contacts dans l'empilement. (b) Contacts d'une sphère dans l'empilement.

On observe que les contacts ont une forme elliptique **quasiment circulaire**. Les paramètres morphologiques calculés sur les objets fournissent les valeurs du grand axe  $2b$  et du petit axe  $2c$  des contacts. La figure IV.21 montre un contact isolé avec ses dimensions  $2b$  et  $2c$ . On définit alors un rayon équivalent du contact  $a$  égal à  $\sqrt{b \cdot c}$ . L'histogramme des rayons équivalents est finalement établi pour quantifier la distribution de taille des contacts dans l'empilement. La figure IV.22 montre un exemple type de résultat obtenu.



**Fig. IV.21 :** Dimensions d'un contact données par les axes  $2b$  et  $2c$  et définition du rayon équivalent  $a$ .



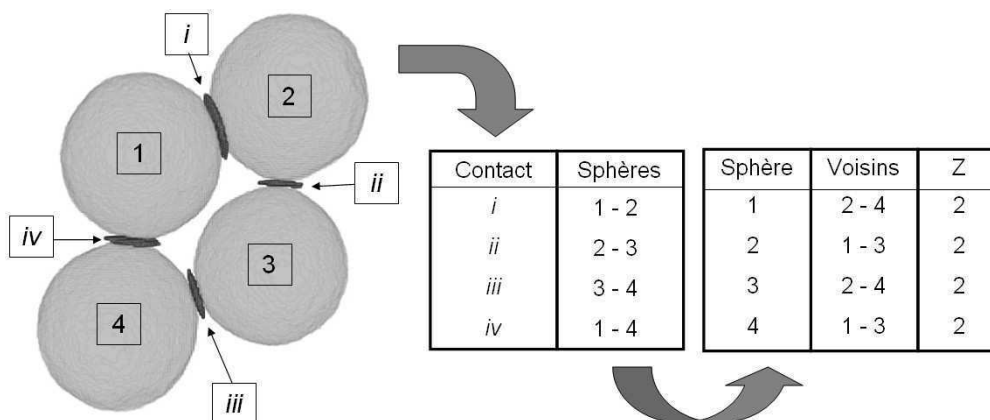
**Fig. IV.22 :** Analyse des contacts entre sphères sur les images de tomographie. (a) Image 3D de l'ensemble des contacts isolés dans l'empilement. (b) Histogramme des rayons équivalents des contacts.

### Nombre de coordination

Un paramètre architectural important des empilements est le nombre de coordination, c'est à dire **le nombre de contacts par sphère**. Une information générale sur la coordination est exprimée par le nombre de coordination moyen de l'empilement  $Z_m$ , égal aux nombre total de contacts divisé par le nombre de sphères dans l'échantillon. Ce paramètre  $Z_m$  est directement accessible après la labellisation des sphères et des contacts qui fournit dans les deux cas le nombre d'objets. On a simplement :

$$Z_m = \frac{\text{Nombre total de contacts}}{\text{Nombre total de sphères}} \quad (\text{IV.7})$$

Une information plus locale est donnée par le nombre de contacts pour chaque sphère de l'empilement. Elle est accessible à partir des images des intérieurs des sphères labellisées et des contacts labellisés. En pratique, un *plugin* pour imageJ a été adapté à partir de celui développé par Ariane Marmottant pendant sa thèse [4] et amélioré. En définissant une « boîte de recherche » il identifie les sphères qui touchent chaque contact et les classe dans un tableau. Les résultats sont ensuite triés en établissant la liste de toutes les sphères en contact et donnant ainsi le nombre de coordination de chacune. Le principe est illustré sur un exemple donné sur la figure IV.23.



**Fig. IV.23 :** Principe du plugin développé pour le calcul du nombre de coordination des sphères.

Notons que pour ces opérations d'étude de la coordination, les sphères touchant les bords de l'image ne sont pas prises en compte car celles-ci peuvent avoir des contacts hors des images.

#### 4) Synthèse sur les outils d'analyses d'images

La démarche de caractérisation structurale par analyse d'images 3D issues d'observations par tomographie aux rayons X se décompose en deux étapes :

1. Traitements et préparation des images tomographiques brutes.
2. Analyse quantitative des images pour mesure des paramètres structuraux et architecturaux des empilements.

L'étape la plus importante dans la préparation des images, qui va influencer sur tous les résultats obtenus par l'analyse quantitative, est la phase de *segmentation*. Cette opération demande une attention particulière pour s'assurer de la validité des résultats qui en découlent. Les étapes de séparation des contacts et du calcul du nombre de coordination ont fait l'objet d'un développement pendant la thèse d'algorithmes et de programmes spécifiques. Les autres opérations, notamment la granulométrie, l'étiquetage et le calcul des paramètres morphologiques utilisent des *plugins* déjà existants.

### 1.5 Conclusion sur les méthodes de caractérisation structurale

La tomographie aux rayons X, méthode d'imagerie 3D en pleine expansion dans le domaine de la sciences des matériaux, a été utilisée comme outil pour la caractérisation structurale des empilements de sphères creuses. Des observations ont été réalisées à l'*European Synchrotron Radiation Facility* à Grenoble ainsi que sur un tomographe de laboratoire à l'INSA de Lyon. Ces images ont été analysées numériquement pour déterminer de manière quantitative les paramètres structuraux et architecturaux des empilements. Des méthodes et des outils spécifiques ont été développés, leur validation sur un empilement aléatoire modèle généré numériquement par DEM est présentée en annexe A. Ces outils ont notamment permis d'accéder à des informations morphologiques sur les contacts ainsi qu'au nombre de coordination des sphères. Ces informations sont particulièrement importantes à déterminer car elles jouent un rôle significatif dans le comportement mécanique du matériau et, contrairement aux tailles des sphères (rayons et épaisseurs), elles ne sont jamais indiquées par les fabricants d'empilements de sphères creuses.

## 2 Caractérisation du comportement et des propriétés mécaniques

La caractérisation mécanique expérimentale du matériau est effectuée aux échelles macroscopiques et mésoscopiques. Dans les deux cas nous nous intéressons uniquement à une sollicitation en compression simple quasi-statique. L'étude macroscopique consiste à déterminer les propriétés mécaniques effectives des empilements, de la même manière que pour un matériau homogène. Quant à l'approche mésoscopique elle a pour but de décrire les mécanismes locaux qui gouvernent la déformation des sphères et qui conduisent à la ruine des empilements.

## 2.1 Propriétés mécaniques macroscopiques

### 1) Essai de compression simple

#### Principe et dispositif

Les essais de compression simple ont été réalisés sur une machine classique de type *ADAMEL DY35* équipée d'un capteur de déplacement LVDT et d'une cellule de force de 20 kN. Une photographie du dispositif est représentée sur la figure IV.24. Les échantillons utilisés sont de forme cubique de trois tailles différentes 10 mm, 20 mm et 30 mm de côté. Une lubrification des plateaux de compression est faite par pulvérisation de polytétrafluoroéthylène (*Teflon®*) afin de réduire les frottements entre les mors et l'échantillon. Le pilotage de la machine est effectué à vitesse de déplacement de traverse constante égale à 0.05 mm/s ce qui correspond à une vitesse de déformation initiale respective de  $0.005 \text{ s}^{-1}$ ,  $0.0025 \text{ s}^{-1}$  et  $0.0017 \text{ s}^{-1}$  pour les échantillons de 10 mm, 20 mm et 30 mm. Les trois cas sont conformes à des conditions quasi-statiques. Une acquisition photographique de l'échantillon est également réalisée pendant les essais à la fréquence d'une image par seconde.



Fig. IV.24 : Photographie du dispositif de compression sur la machine *ADAMEL DY35*.

Plusieurs séquences de décharge sont programmées au cours de la compression afin de mesurer le module d'élasticité des empilements et son évolution avec la déformation accumulée. Elles sont effectuées tous les 0.005 de déformation jusqu'à une déformation de 0.05 puis tous les 0.1 de déformation jusqu'à la fin de l'essai. L'essai est arrêté lorsque la charge atteint la limite de la cellule de force soit 20 kN. Un ordinateur centralise les données de force et déplacement qui sont ensuite utilisées pour tracer la courbe contrainte-déformation et déterminer les propriétés mécaniques effectives du matériau.

#### Traitement et exploitation des données

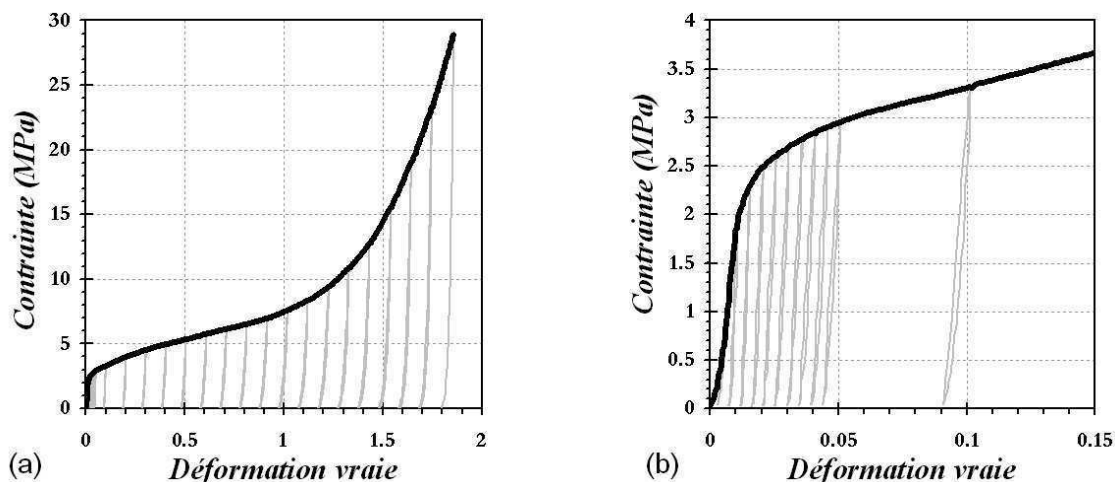
La sollicitation imposée par le déplacement des plateaux engendre, à cause de l'architecture interne du matériau, un état de contrainte complexe dans l'empilement. Cependant macroscopiquement elle correspond à un état de compression simple où seule la composante axiale  $\sigma_{zz}$  du tenseur des contraintes est non nulle. Quant au tenseur des déformations macroscopiques il est réduit à ses trois termes diagonaux  $\varepsilon_{zz}$  la déformation axiale et  $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{yy}$  les déformations latérales. Contrainte

et déformation vraie axiale  $\sigma_{zz}$  et  $\varepsilon_{zz}$  se déduisent des données de l'essai en force et déplacement  $F$  et  $\Delta l$  par les relations (IV.8) et (IV.9). Nous prendrons par convention  $\sigma_{zz}$  et  $\varepsilon_{zz}$  positives en compression.

$$\sigma_{zz} = \frac{F}{S} \quad (\text{IV.8})$$

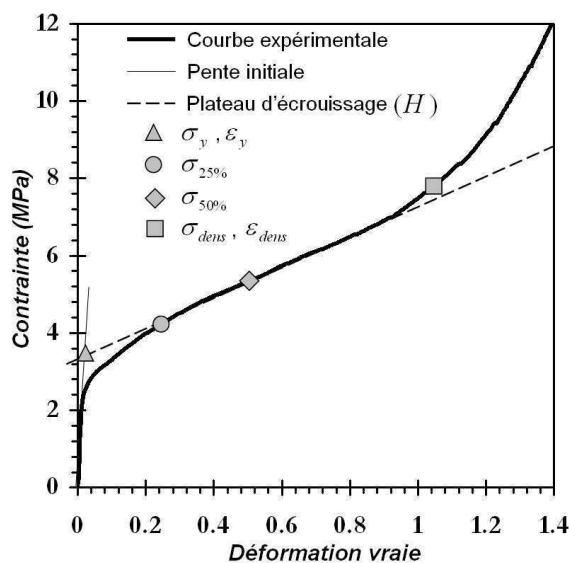
$$\varepsilon_{zz} = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = -\ln \left( 1 - \frac{\Delta l}{l_0} \right) \quad (\text{IV.9})$$

où  $S$  est la section de l'échantillon et  $l_0$  sa hauteur initiale.  $F$  et  $\Delta l$ , données de l'essai, sont positifs.



**Fig. IV.25 :** Courbe contrainte-déformation macroscopique type obtenue par les essais de compression. Les séquences décharge-recharge sont représentées en gris clair. (a) Courbe entière jusqu'à la fin de l'essai à la densification (b) Début de compression jusqu'à 15% de déformation vraie.

Une courbe contrainte-déformation vraie macroscopique typique des essais de compression est représentée sur la figure IV.25 avec les séquences de décharge en gris clair. Diverses propriétés macroscopiques des empilements sont déterminées à partir de ces courbes. Elles sont représentées graphiquement sur la figure IV.26.



**Fig. IV.26 :** Propriétés mécaniques macroscopiques extraites de la courbe contrainte-déformation.

- Module de décharge  $E(\varepsilon)$  : correspond à la pente en début de la décharge à  $\varepsilon$ .
- Module de décharge maximum  $E_{max}$  : valeur maximum du module de décharge  $E(\varepsilon)$ .
- Limite « d'élasticité »  $\sigma_y$  et déformation  $\varepsilon_y$ , définie par l'intersection de la pente initiale et du module d'érouissage  $H$ . Remarquons que le terme limite d'élasticité est ici abusif car ce paramètre ne représente pas l'apparition de déformations irréversibles dans le matériau. Il est cependant utile pour la caractérisation de la courbe contrainte–déformation macroscopique.
- Contraintes à 25% et 50% de déformation  $\sigma_{25\%}$  et  $\sigma_{50\%}$ .
- Module d'érouissage  $H$  : pente du « plateau » de plasticité pour  $0.2 \leq \varepsilon \leq 0.8$ .
- Contrainte  $\sigma_{dens}$  et déformation  $\varepsilon_{dens}$  à densification.
- Énergie absorbée à densification  $W_{dens}$  définie par la relation (IV.10).

$$W_{dens} = \int_0^{\varepsilon_{dens}} \sigma(\varepsilon) \quad (\text{IV.10})$$

Pour cette thèse nous nous intéresserons plus particulièrement au début de la plasticité du matériau, ainsi seules les propriétés  $E$ ,  $E_{max}$ ,  $\sigma_y$ ,  $\varepsilon_y$ ,  $\sigma_{25\%}$  et  $H$  seront étudiées et analysées.

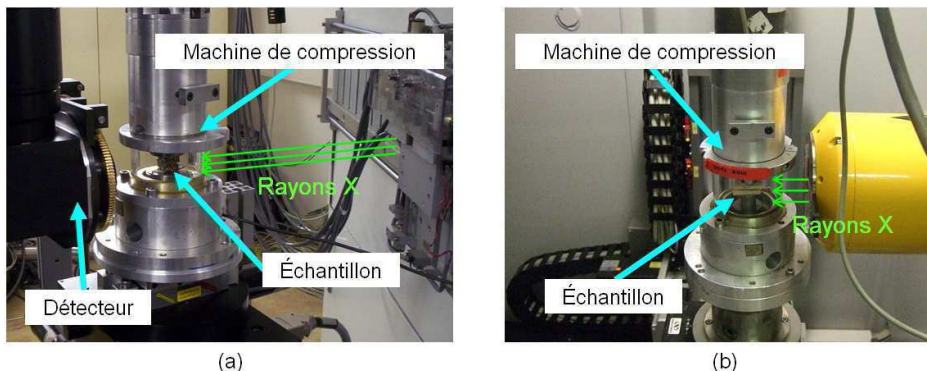
## 2.2 Mécanismes de déformation locaux

L'observation et l'analyse des mécanismes de déformation à l'échelle mésoscopique utilise l'imagerie par tomographie X couplée à de l'analyse d'images 3D. Ces opérations permettent d'identifier qualitativement les phénomènes responsables de l'effondrement du matériau et de quantifier l'endommagement des empilements.

### 1) Essai de compression *in-situ*

L'étude du comportement local du matériau, au niveau de chaque sphère, peut être réalisée par corrélation d'images grâce aux prises photographiques faites pendant les essais de compression. Cependant les images obtenues sont bidimensionnelles et montrent une face de l'échantillon constituée de sphères coupées. Ces analyses risquent donc de ne pas être représentatives des phénomènes qui interviennent au cœur de l'empilement et de représenter principalement des effets de bords. Une observation 3D s'impose avec le recours à la tomographie aux rayons X.

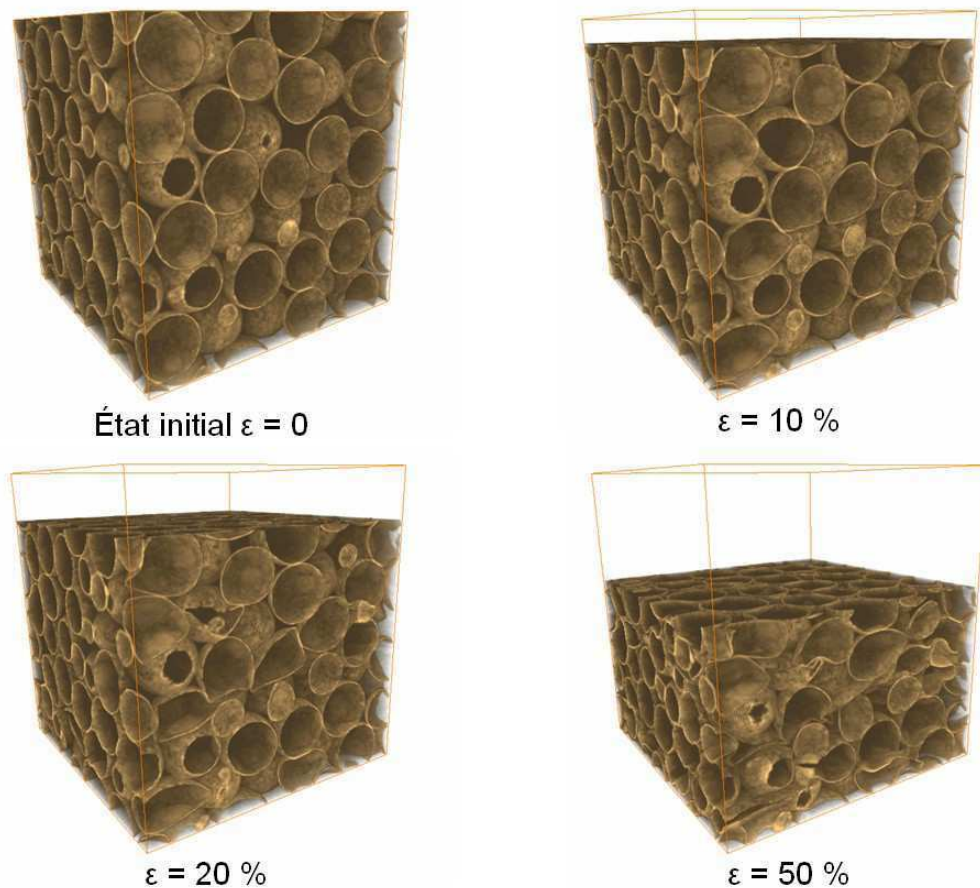
Pour cela des essais de compression *in-situ* ont été effectués sur la ligne ID19 de l'ESRF et sur le tomographe de l'INSA de Lyon grâce à une machine de traction-compression directement intégrée dans le dispositif de tomographie. Une photographie des dispositifs est représentée sur la figure IV.27.



**Fig. IV.27 :** Dispositif de compression *in-situ* en tomographie X. (a) Sur la ligne ID19 à l'ESRF. (b) Sur le tomographe de l'INSA de Lyon.

Cette machine, développée au laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon, est similaire à une machine d'essai classique [105]. Elle se compose de deux plateaux supérieur et inférieur sur lesquels vient reposer l'échantillon, d'un tube en polymère (transparent aux rayons X) qui transmet l'effort, d'un capteur de déplacement et d'une cellule de force de 5 kN. Le déplacement du plateau supérieur est imposé à une vitesse constante de 0.02 mm/s et l'effort et le déplacement sont enregistrés. Les échantillons testés sont cubiques de 15 mm de côté et la taille de voxel des images tomographiques est fixée à 16  $\mu\text{m}$ .

L'intérêt d'un tel dispositif est de pouvoir effectuer une compression puis une acquisition tomographique sans déplacer l'échantillon. On peut alors réaliser plusieurs séquences « compression - scan tomo » pour obtenir les images 3D de l'échantillon à différents stades de déformation. On réalise ainsi un suivi de la déformation de l'empilement.



**Fig. IV.28 :** Images 3D d'un empilement de sphères creuses à 4 états de déformation obtenues par la compression in-situ en tomographie X.

Lors de notre étude les acquisitions ont été faites à l'état initial non déformé puis à approximativement 3%, 6%, 10%, 15%, 20% jusqu'à 100% de déformation macroscopique par incrément de 10%. La figure IV.28 montre la reconstruction volumique des images de tomographie d'un échantillon déformé à 10%, 20% et 50%.

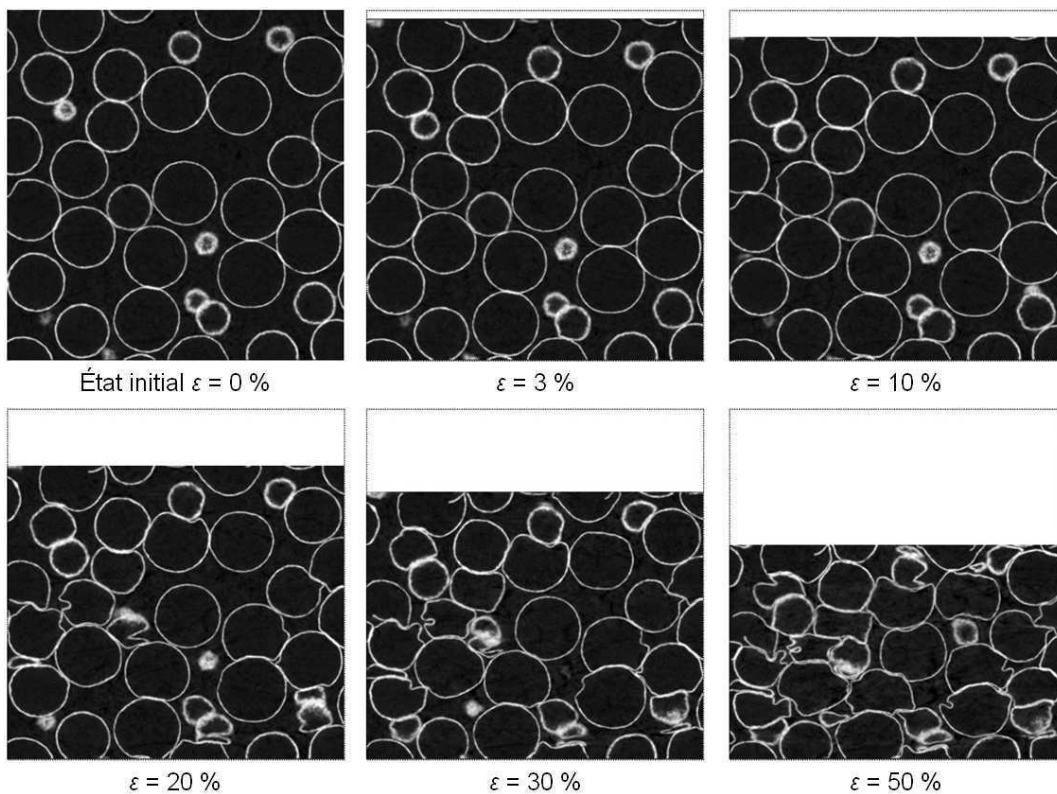


## 2) Exploitation et analyses d'images

Pour chaque volume — correspondant à des niveaux de déformation différents — le traitement des images brutes issues de la tomographie est le même que pour la caractérisation structurale, à savoir redimensionnement, sous-résolution et segmentation. Toutes les opérations d'analyses d'images exposées précédemment peuvent ensuite être effectuées, en particulier la séparation et labellisation des sphères puis la recherche des contacts.

### Analyse qualitative

Les images de tomographie, représentée sur les figures IV.28 et IV.29, apportent des informations sur les mécanismes de déformation intervenant au cœur de l'échantillon. Nous pouvons ainsi identifier visuellement et de manière qualitative les phénomènes responsables de l'effondrement de l'empilement.



**Fig. IV.29 :** Coupes 2D d'un empilement de sphères creuses à 5 états de déformation obtenues par la compression *in-situ* en tomographie X.

### Analyse quantitative

**Suivi des sphères pendant la déformation :** afin de pouvoir exploiter les paramètres mesurés à chaque état de déformation il est utile de suivre chaque sphère individuellement lors de la déformation. Pour cela un algorithme de *suivi d'objets* a été spécialement développé pendant la thèse et implémenté sous la forme d'un programme en langage C. Il permet, à partir des paramètres morphologiques des objets labellisés dans chaque volume, d'identifier les sphères une à une pour chaque état de déformation, comme illustré sur la figure IV.30.

Ce suivi est réalisé par comparaison des coordonnées du centre de gravité des sphères et de leur volume. Entre deux états l'incrément de déformation implique un déplacement et un changement de forme des objets. On fixe alors un double critère de comparaison sur la position du centre de gravité et sur le volume des objets en définissant un déplacement maximal  $(\delta_x, \delta_y, \delta_z)$  et une variation de volume maximale  $\Delta V$ .

Soit respectivement  $(x_1^i, y_1^i, z_1^i)$  et  $V_1^i$  les coordonnées du centre de gravité et le volume des objets  $i$  à l'état 1.

Soit respectivement  $(x_2^j, y_2^j, z_2^j)$  et  $V_2^j$  les coordonnées du centre de gravité et le volume des objets  $j$  à l'état 2.

Les objets des deux images 1 et 2 sont comparés un à un. Les couples  $(i, j)$  satisfaisants simultanément l'ensemble des conditions (IV.11) sont alors identifiés comme un seul et même objet dans les états 1 et 2.

$$\begin{aligned} |x_2^j - x_1^i| &\leq \delta_x \\ |y_2^j - y_1^i| &\leq \delta_y \\ |z_2^j - z_1^i| &\leq \delta_z \\ |V_2^j - V_1^i| &\leq \Delta V \end{aligned} \quad (\text{IV.11})$$

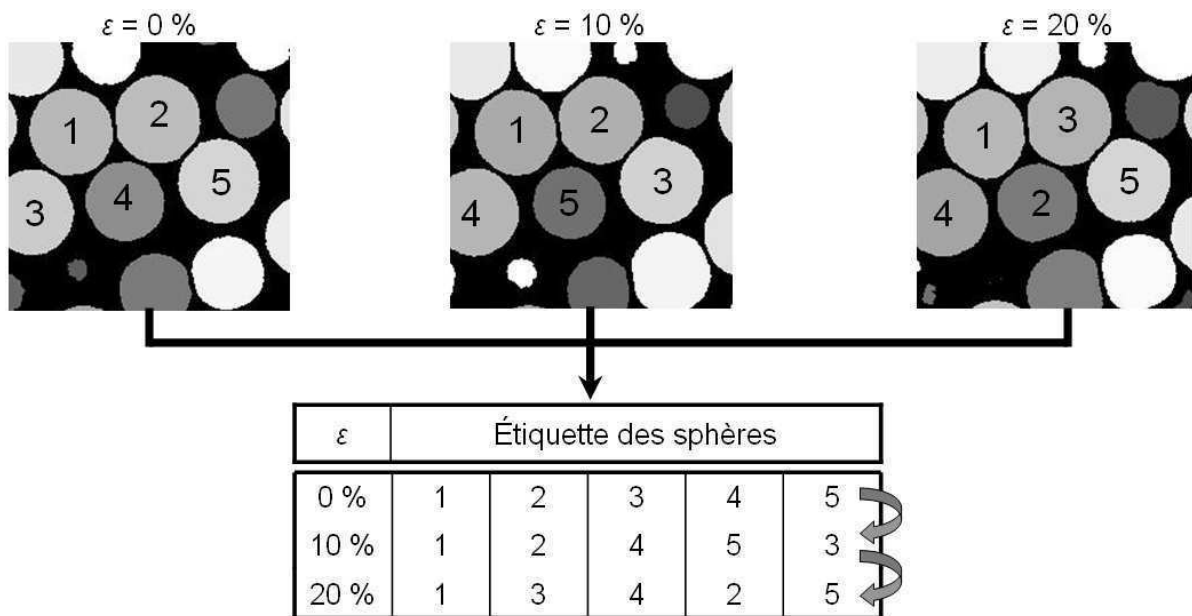
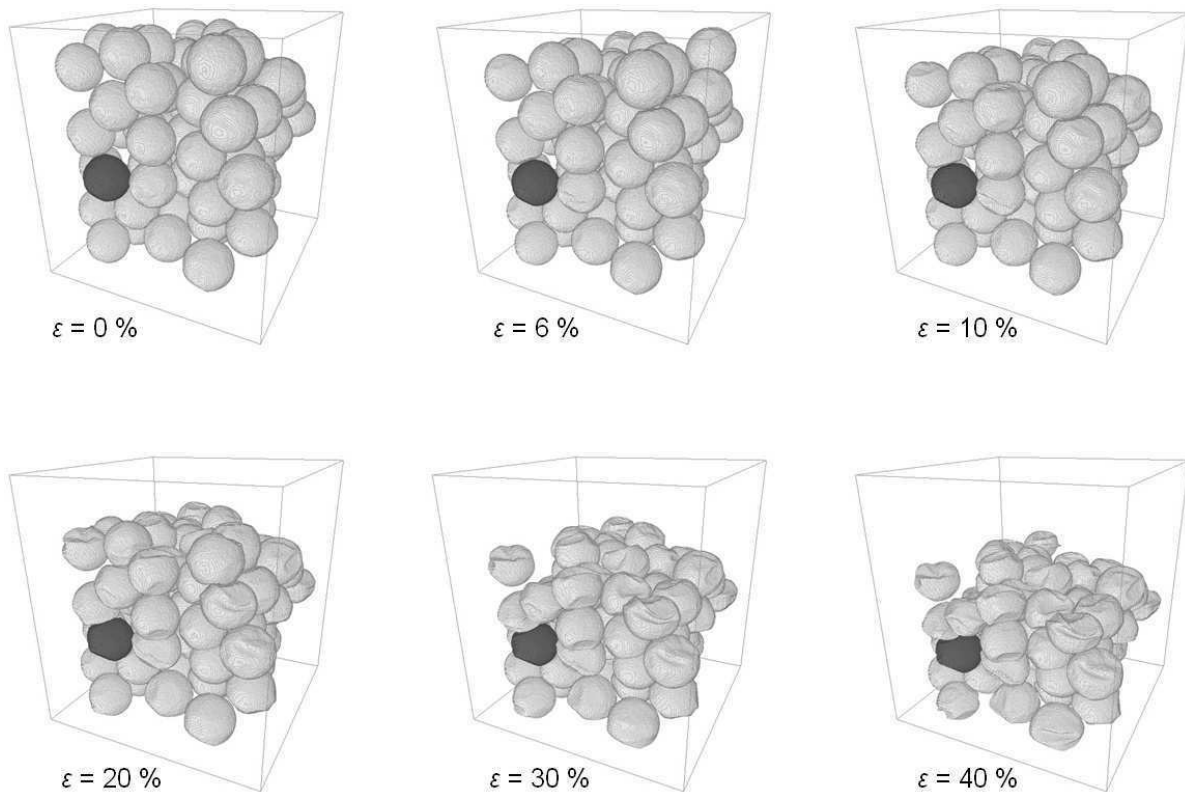


Fig. IV.30 : Illustration du programme de suivi des sphères labellisées entre plusieurs états de déformation.

**Toutes les sphères sont ainsi identifiées et suivies une à une dans chaque état de déformation.**

La figure IV.31 montre une sphère, en gris foncé, suivie grâce à l'utilisation de ce programme lors de la déformation de l'échantillon jusqu'à 40%. Pour ne pas surcharger l'image en 3D seules les sphères ne touchant pas les bords sont représentées. Remarquons qu'avec la déformation croissante une sphère peut sortir de l'image et donc le suivi s'arrête à ce stade.



**Fig. IV.31 :** *Suivi d'une sphère en gris foncé dans l'empilement jusqu'à 40% de déformation. Seules les sphères ne touchant pas les bords de l'échantillon sont représentées.*

Cette analyse permet d'obtenir l'évolution de la forme, de la taille et du déplacement de toutes les sphères en fonction de la déformation macroscopique.

**Paramètres morphologiques :** toutes les opérations d'analyses d'images quantitatives exposées auparavant peuvent être effectuées sur chaque volume. Ainsi combiné avec le suivi des sphères nous disposons des paramètres structuraux et architecturaux de l'empilement pour tous les états de déformation. Notons que pour l'étude du début de la plasticité des empilements, mais également dans un souci de temps, nous nous sommes restreint à l'analyse des images pour une déformation maximale d'environ 30%. Les outils développés dans le cadre de ce travail peuvent cependant encore être utilisés pour l'étude des déformations supérieures.

Nous pouvons ainsi effectuer une quantification de l'endommagement des sphères qui apporte de nombreuses informations importantes pour la compréhension du comportement plastique du matériau. Grâce au suivi des objets nous sommes notamment capable d'évaluer l'évolution de la porosité ouverte et fermée de l'empilement en fonction de la déformation macroscopique, mais également de quantifier la proportion de sphères « écrasées » et l'évolution du nombre de contacts entre sphères.

### 2.3 Conclusion sur les méthodes de caractérisation mécanique

Les propriétés mécaniques macroscopiques des empilements de sphères creuses sont déterminées par l'intermédiaire d'essais de compression simple en condition quasi-statique. Les propriétés étudiées sont principalement le module d'Young du matériau, la limite « d'élasticité » ainsi que des propriétés relatives à la plasticité des empilements tel que le module d'écroutissage.

A une échelle plus locale des essais de compression *in-situ* en tomographie aux rayons X permettent d'étudier et de comprendre les mécanismes de déformation qui gouvernent la plasticité et l'effondrement des empilements. Couplé à de l'analyse d'images 3D pour un suivi individuel de chaque sphère pendant la déformation, ces observations donnent accès à une quantification de l'endommagement du matériau en fonction des paramètres structuraux des empilements.

## Conclusion

Les méthodes de caractérisation structurale et mécanique des empilements de sphères creuses se basent essentiellement sur la tomographie aux rayons X pour l'imagerie 3D du matériau. L'analyse numérique des images obtenues permet d'effectuer une caractérisation précise des paramètres structuraux et architecturaux des empilements. Outre les paramètres facilement mesurables et donnés par les fabricants, comme la densité, le diamètre et l'épaisseur des sphères, d'autres informations importantes sont quantifiées, tels que la distribution de taille des contacts et le nombre de coordination des sphères. La détermination de ces paramètres structuraux est primordiale car ils régissent le comportement et les propriétés mécaniques des empilements.

Les mécanismes de déformation qui interviennent lors de l'effondrement du matériau sont également observés par tomographie aux rayons X sur des échantillons sollicités en compression. Une quantification de ces mécanismes est réalisée par l'analyse numérique des images obtenues. Cette étude permet de comprendre la plasticité des empilements et d'établir un lien avec les propriétés macroscopiques du matériau. Celles-ci sont par ailleurs déterminées par des essais classiques de compression simple quasi-statique.



---

---

## Chapitre V

# *Méthodes et outils de modélisation*

---

---

### Sommaire

---

|  |            |
|--|------------|
| <b>Introduction</b> . . . . .                                      | <b>106</b> |
| <b>1 Motivations et choix de la méthode</b> . . . . .              | <b>106</b> |
| 1.1 Programme « <i>Garbozci</i> » . . . . .                        | 106        |
| 1.2 Autres modélisations par éléments finis . . . . .              | 108        |
| 1.3 Méthode adoptée . . . . .                                      | 108        |
| <b>2 Simulations par éléments discrets</b> . . . . .               | <b>109</b> |
| 2.1 Principe général et mise en œuvre . . . . .                    | 109        |
| 2.2 Application aux empilements de sphères creuses . . . . .       | 113        |
| 2.3 Préparation des échantillons numériques . . . . .              | 117        |
| 2.4 Simulations effectuées . . . . .                               | 120        |
| 2.5 Post-traitement et exploitations des résultats . . . . .       | 121        |
| 2.6 Limitations de la modélisation par éléments discrets . . . . . | 123        |
| <b>3 Simulations par éléments finis</b> . . . . .                  | <b>124</b> |
| 3.1 Principe général et mise en œuvre . . . . .                    | 124        |
| 3.2 Structures modélisées : géométries et maillages . . . . .      | 126        |
| 3.3 Autres opérations de pré-traitement . . . . .                  | 129        |
| 3.4 Post-traitement des résultats et lois d'interactions . . . . . | 133        |
| <b>Conclusion</b> . . . . .  | <b>135</b> |

---

## Introduction

Ce chapitre présente les outils de modélisation numérique du comportement mécanique des empilements de sphères creuses utilisés et développés pendant la thèse. Il se décompose en trois parties, une première sur le choix de la méthode adoptée, puis deux suivantes sur la description de cette méthode. Celle-ci repose sur des simulations par éléments discrets pour la détermination des propriétés effectives des empilements. Ces calculs nécessitent d'identifier par éléments finis les lois d'interaction entre deux sphères creuses en contact. Les modélisations éléments finis sur un couple de sphères permettent également d'étudier le comportement mécanique à l'échelle locale afin d'analyser les mécanismes qui gouvernent la déformation des empilements.

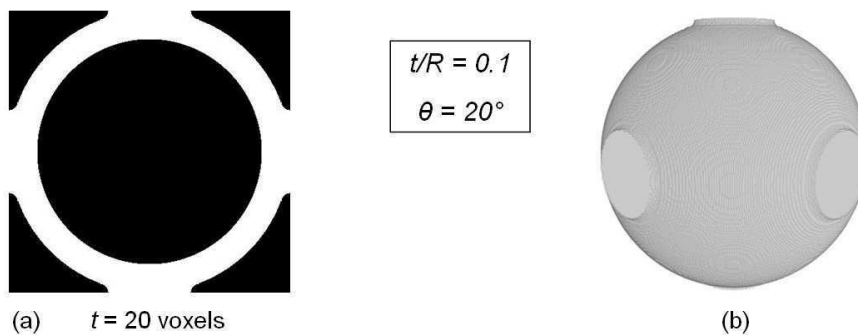
## 1 Motivations et choix de la méthode

Dans cette partie nous nous intéressons à la mise en place d'une méthode pour modéliser le comportement mécanique des empilements de sphères creuses afin de déterminer leurs propriétés effectives et notamment les relations avec la structure et l'architecture de l'empilement. Le calcul de ces propriétés macroscopiques peut être effectué par plusieurs types de simulations. Les paragraphes suivants exposent succinctement les solutions à notre disposition et justifient la méthode retenue.

### 1.1 Programme « Garboczi »

Edward J. Garboczi du *National Institute of Standards and Technology* (États-Unis) a développé un programme spécifique de calculs par éléments finis des propriétés élastiques effectives de matériaux hétérogènes représentés sous forme d'images digitales périodiques 2D ou 3D [106]. Il considère les voxels de l'image comme maillage de la structure et utilise un algorithme de gradient conjugué pour les calculs numériques. Chaque voxel peut théoriquement représenter une phase différente. Dans le cas d'une image segmentée d'un matériau cellulaire, les voxels blancs représentent la phase solide et les voxels noirs la phase « vide ». Les images peuvent être issues d'observations de structures réelles, comme par exemple des images 3D provenant de tomographie aux rayons X, ou représenter des structures modèles générées par ordinateur.

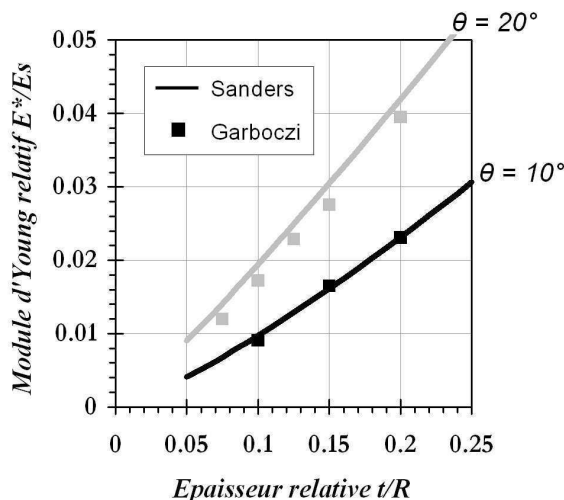
Afin de tester la performance de cette méthode sur des empilements de sphères creuses une étude préliminaire a été effectuée sur l'image modèle d'une sphère creuse avec six contacts, représentée sur la figure V.1. Elle correspond à la cellule élémentaire d'un empilement ordonné cubique simple.



**Fig. V.1** : Image périodique modèle de la cellule représentative d'un empilement cubique simple pour les calculs Garboczi. (a) Coupe 2D. (b) Représentation 3D.

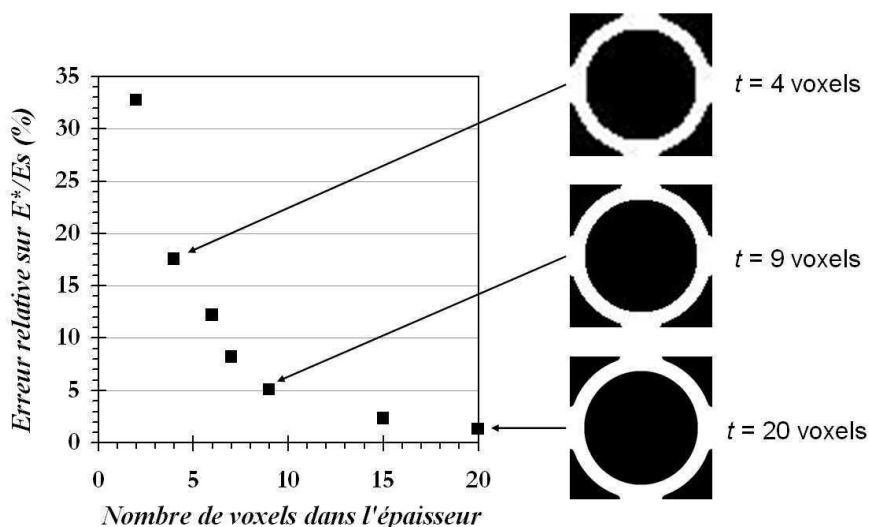
Différentes épaisseurs relatives  $t/R$  et deux tailles de contact  $\theta = 10^\circ$  et  $20^\circ$  sont simulées. Les résultats obtenus pour le module d'Young relatif sont comparés avec les lois proposées par Sanders

dans [61]. La figure V.2 montre que les valeurs sont en bon accord, ce qui confirme la validité des calculs.



**Fig. V.2 :** Comparaison avec le modèle de Sanders (traits pleins) des résultats obtenus pour le module d'Young relatif par les calculs Garboczi (carrés).

Cependant il a fallu utiliser un maillage fin, c'est à dire un nombre assez important de voxels dans l'épaisseur de la coque, pour obtenir un résultat convergé. La figure V.3 montre en effet que le module d'Young est déterminé avec une erreur relative inférieure à 5% pour un minimum de 10 voxels dans l'épaisseur de la sphère.



**Fig. V.3 :** Influence du nombre de voxels dans l'épaisseur de la sphère pour les calculs Garboczi.

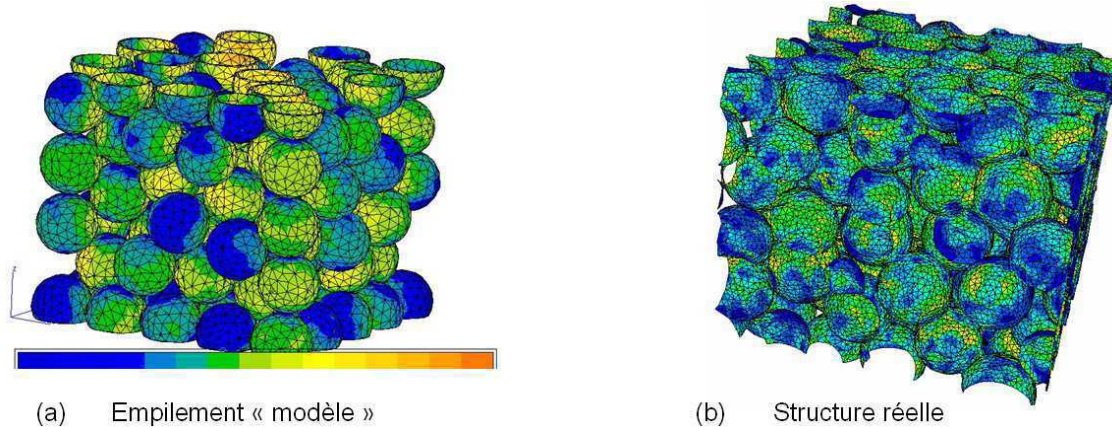
Ceci pose problème pour la modélisation de sphères fines car les moyens informatiques disponibles au laboratoire limitent les simulations à des images de taille maximale  $400 \times 400 \times 400$  voxels. Pour des sphères d'épaisseur relative  $t/R = 0.05$ , prendre 10 voxels dans l'épaisseur pour assurer la validité du calcul conduit à un rayon de 200 voxels. Il est donc impossible de représenter plus d'une sphère sur l'image. La modélisation d'un empilement aléatoire, dont la notion de cellule « unitaire » représentative n'a pas de sens, est ainsi irréalisable.

Nous pouvons donc en conclure que **le programme Garboczi n'est pas adapté au calcul du module d'Young effectif d'empilements aléatoires de sphères creuses.**



## 1.2 Autres modélisations par éléments finis

Comme cela a déjà été fait pour différents matériaux cellulaires [21, 25, 107], des simulations par éléments finis utilisant des logiciels commerciaux plus répandus peuvent être menées à partir de géométries d'empilements modèles ou de structures réelles, comme illustré sur la figure V.4.



**Fig. V.4 :** *Calculs éléments finis réalisés sur (a) un empilement numérique modèle (b) une structure réelle issue d'images de tomographie aux rayons X (fournie par Olivier Caty).*

L'aspect aléatoire des empilements nécessite l'utilisation d'un volume élémentaire représentatif qui contient un nombre suffisant de sphères pour caractériser le comportement effectif du matériau. Ce VER est constitué d'un minimum de plusieurs centaines de sphères et les structures à modéliser sont donc de taille importante. Le maillage d'une telle géométrie devient difficile à réaliser et conduit à un très grand nombre d'éléments, de l'ordre du million. Les simulations demandent alors des moyens informatiques très performants et les temps de calculs peuvent devenir rédhibitoires. Dans ce cas une parallélisation des calculs s'avère fortement utile et conseillée.

La simulation numérique par éléments finis de tout un empilement peut donc constituer un outil de calcul des propriétés effectives. Cette méthode reste cependant très lourde et contraignante à mettre en œuvre et nécessite un équipement informatique perfectionné. **Nous avons alors préféré écarter cette solution.**

## 1.3 Méthode adoptée

Nous avons donc cherché à développer une méthode permettant de modéliser un empilement de grande taille, comprenant un nombre suffisant de sphères pour être représentatif des propriétés effectives du matériau, sans nécessiter de moyens de calculs trop puissants. La solution adoptée, dont le détail est exposé dans les deux parties suivantes, consiste à utiliser une modélisation mixte par éléments discrets et éléments finis. Les calculs par éléments discrets présentent l'avantage de pouvoir modéliser facilement et rapidement un grand nombre de sphères. Cependant leurs réalisations supposent la connaissance du comportement de deux sphères en contact. L'étude de ces relations est alors effectuée par une modélisation éléments finis sur un couple de sphères creuses reliées. L'identification du comportement de cette structure « élémentaire » permet ainsi d'incorporer les lois adéquates dans le modèle discret et de calculer les propriétés effectives des empilements. La démarche de cette méthode hybride est illustrée sur la figure V.5.

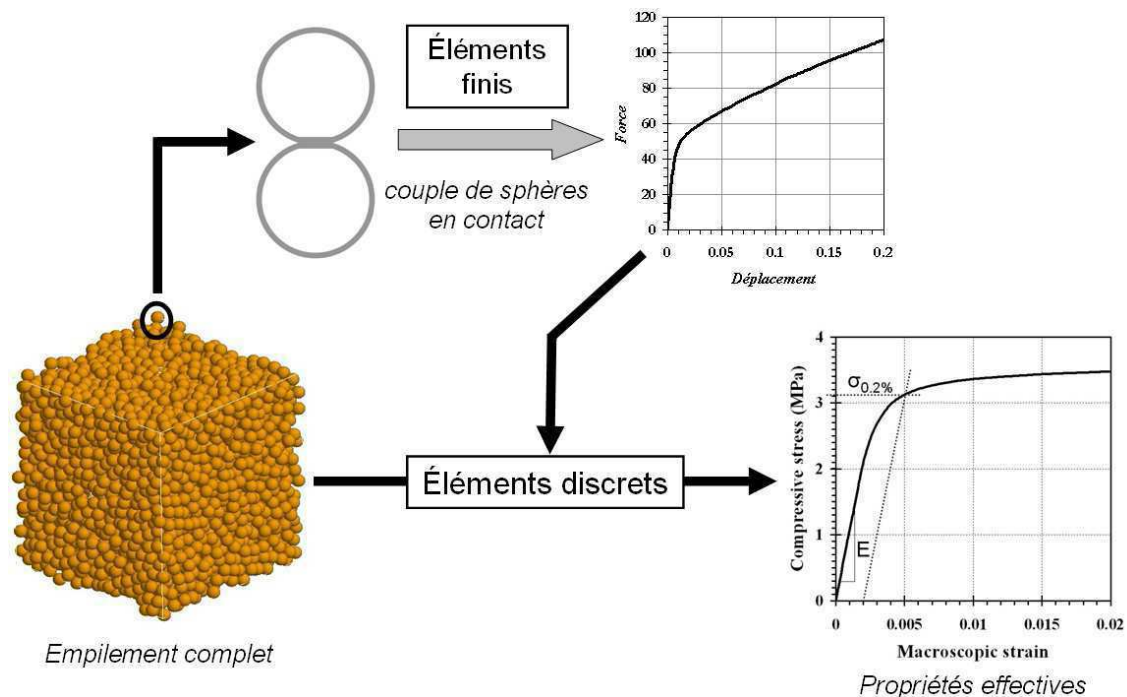


Fig. V.5 : Illustration de la méthode de modélisation mixte éléments discrets/élément finis développée pendant la thèse pour le calcul des propriétés mécaniques effectives des empilements de sphères creuses.

## 2 Simulations par éléments discrets

Cette technique se base sur le caractère particulière des empilements de sphères creuses. En effet chaque sphère peut être considérée comme une « particule élémentaire » en contact solide avec ses voisines. L'empilement est alors similaire à un matériau granulaire cohésif composé d'un ensemble discret de grains en interaction entre eux. L'utilisation de la méthode des éléments discrets (DEM), répandue pour la modélisation des matériaux granulaires, est donc susceptible d'être appliquée aux empilements de sphères creuses. Les sections suivantes présentent le principe général de la DEM et les développements effectués durant la thèse pour l'adaptation aux empilements de sphères creuses. Les limitations inhérentes à ce type de modélisation sont exposées en fin de section.

### 2.1 Principe général et mise en œuvre

#### 1) Matériaux granulaires et modèles discrets

Les matériaux granulaires se retrouvent dans de nombreux secteurs comme par exemple les domaines de l'agroalimentaire (graines, farines), de l'industrie pharmaceutique (gélules, comprimés), du génie civil (ballast, ciments, granulats), de la géomécanique (roches, sables, neige) ou de la métallurgie des poudres. Ils présentent tous la même caractéristique d'être formés de grains distincts qui peuvent interagir mécaniquement par des actions de contact, de frottement et/ou de cohésion d'origines diverses. On distingue deux types de milieux granulaires :

- Les milieux granulaires *pulvérulents* pour lesquels seules des actions de contact et de frottements agissent entre les particules. Ils présentent un comportement mécanique complexe, pouvant sous certaines conditions s'écouler comme un fluide ou présenter une certaine rigidité ou tenue mécanique.

- Les milieux granulaires *cohésifs* où des phénomènes empêchant le glissement ou le décollement des grains interviennent. Cette cohésion peut provenir d'effets électrostatiques (forces de *Van der Waals*), d'effets capillaires en présence d'un liquide interstitiel, ou encore de joints solides entre particules. La cohésion entre les grains confère une tenue mécanique au matériau. Dans la situation d'une cohésion par joints solides le matériau présente une rigidité et un comportement de type solide déformable. C'est le cas des empilements de sphères creuses.

Une approche assez naturelle pour modéliser le comportement mécanique de ces matériaux consiste à prendre en compte explicitement leur caractère particulière. C'est sur ce principe que reposent les diverses méthodes de calculs par éléments discrets. L'idée de base est de considérer chaque élément constituant le matériau comme une entité à part entière dont le mouvement est dicté par les interactions avec ses voisins. Parmi les nombreux travaux effectués sur ce sujet c'est la dynamique des assemblages de particules indéformables qui a généré le plus d'études. Les méthodes d'éléments discrets ont été largement développées pour aborder ce type de problème à la fois par les physiciens du granulaire et par les mécaniciens (en particulier les géomécaniciens). Depuis quelques années ces techniques ont évolué pour s'adapter à l'étude de particules déformables telles que des poudres métalliques. Trois grandes classes se distinguent sous le terme DEM :

**Dynamique moléculaire (DM) :** approche développée dans les années 70 par *Cundall* et *Strack* [108] pour simuler le comportement de géomatériaux. Elle porte le nom de dynamique moléculaire en référence aux simulations qui s'intéressent au comportement collectif des atomes ou des molécules par calculs de leurs déplacements à partir d'un potentiel d'interaction. C'est une approche de type *Smooth-DEM* qui autorise l'interpénétration des objets en définissant un modèle d'interaction de contact entre deux grains. Ce modèle introduit généralement une « loi de comportement » reliant la force au contact au déplacement relatif des deux particules. C'est l'approche qui sera utilisée dans ces travaux.

**Dynamique des contacts (DC) :** approche proposée par *Moreau* [109] et *Jean* [110] qui se différencie de la dynamique moléculaire dans la manière de traiter les contacts. C'est une approche de type *Non-Smooth-DEM* qui se base sur l'hypothèse de rigidité parfaite des particules et n'autorise pas l'interpénétration des grains. Elle est donc plus particulièrement adaptée à l'étude de la dynamique d'un ensemble de particules indéformables.

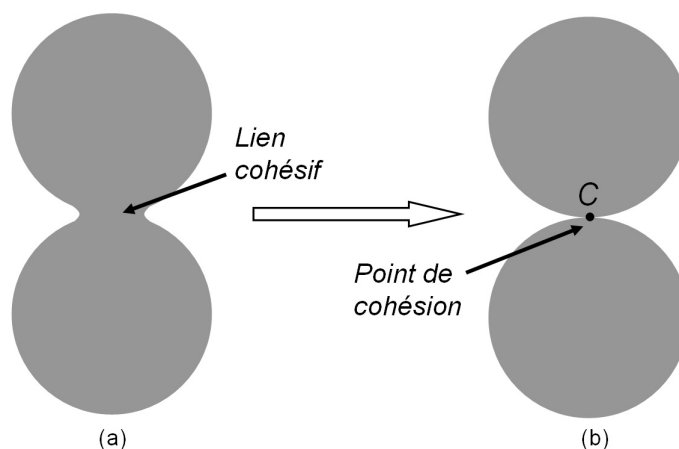
**Méthode quasi-statique :** approche restreinte des deux méthodes précédentes. Les techniques de DM et DC sont des méthodes dynamiques, c'est à dire qu'elles assurent à chaque pas de temps l'équilibre mécanique de l'assemblage granulaire. L'approche quasi-statique consiste à résoudre cet équilibre en négligeant les termes d'inerties. Elle s'applique donc préférentiellement aux cas où les termes d'accélération sont faibles devant les autres contributions.

Dans tout les cas ces méthodes sont de type *newtonienne* ce qui signifie que le mouvement de chaque particule, soumise aux seuls efforts de contact avec les particules voisines, est régi par les lois de *Newton*. Ces équations sont appliquées au centre de gravité de chaque particule et sont intégrées numériquement pour calculer la position d'équilibre de l'ensemble des grains. Les méthodes de type *Smooth-DEM* utilisent généralement des schémas de discrétisation explicites de type *différences finies* qui consistent, après définition d'un pas de temps  $\Delta t$ , à calculer les valeurs au temps  $t + \Delta t$  des positions, vitesses et accélérations des centres des particules à partir de leurs positions, vitesses et accélérations au temps  $t$ .

## 2) Modélisation discrète de milieux granulaires à comportement solide

Toute la pertinence et la fiabilité de la modélisation par éléments discrets de type dynamique moléculaire repose sur la description des interactions entre particules. Dans ce qui suit nous nous concentrerons sur le cas des matériaux granulaires à comportement solide, c'est à dire montrant une cohésion de type ponts solides entre les particules.

Ces joints solides résistent à des sollicitations quelconques dans toutes les directions et transmettent donc efforts et moments entre les deux particules en contact. L'action d'un grain sur un autre par l'intermédiaire du lien cohésif est alors représentée par un *torseur d'interaction*  $\{\vec{F}, \vec{M}\}$  (figure V.7(a)) appliqué au point de cohésion  $C$ , ou point de contact, entre les deux particules illustré sur la figure V.6.



**Fig. V.6 :** Illustration du point de cohésion entre deux particules. (a) Milieu « réel » montrant un lien solide de taille finie. (b) Réduction du lien solide en un point de cohésion équivalent.

De manière générale la force d'interaction  $\vec{F}$  et le moment d'interaction  $\vec{M}$  sont définis comme des fonctions des déplacements et rotations relatives des deux particules. Plaçons nous dans le cas de deux particules en 2 dimensions. On considère le plan  $\pi$  tangent aux deux particules en niveau de leur point de cohésion  $C$  comme représenté sur la figure V.7. On peut alors décomposer la force  $\vec{F}$  et le moment  $\vec{M}$  en une composante normale  $\vec{F}_n = F_n \vec{n}$  et  $\vec{M}_n = M_n \vec{n}$  avec  $\vec{n}$  vecteur unitaire normal au plan  $\pi$  et une composante tangentielle  $\vec{F}_t$  et  $\vec{M}_t$  incluse dans ce plan. Les lois d'interaction, encore appelées lois de contact, sont alors données par la relation (V.1) entre effort et moment et déplacement et rotation relatifs.

$$\begin{Bmatrix} \vec{F} \\ \vec{M} \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} F_n \vec{n} + \vec{F}_t \\ M_n \vec{n} + \vec{M}_t \end{Bmatrix} = \vec{f}(u_n, \vec{u}_t, \gamma) \quad (\text{V.1})$$

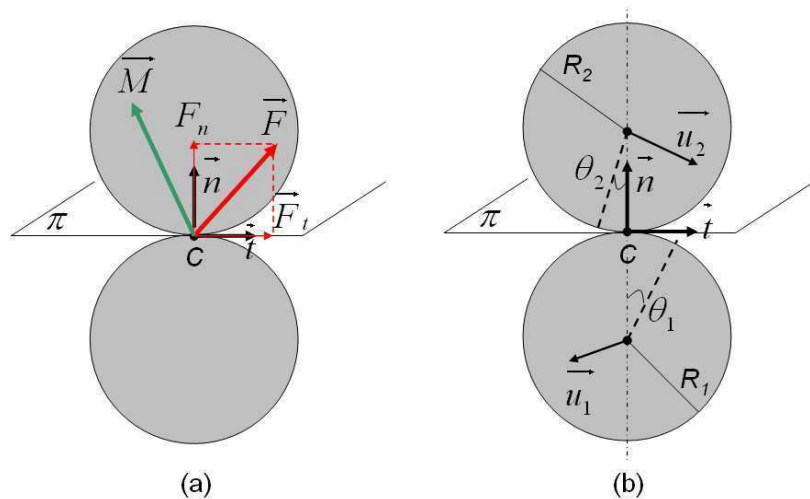
où  $u_n$  est la composante normale du déplacement relatif,  $\vec{u}_t$  la composante tangentielle et  $\gamma$  la rotation relative entre les deux particules.

D'après la figure V.7(b) on a :

$$u_n = (\vec{u}_1 - \vec{u}_2) \cdot \vec{n} \quad (\text{V.2})$$

$$\vec{u}_t = (\vec{u}_1 - \vec{u}_2) - u_n \vec{n} \quad (\text{V.3})$$

$$\gamma = \theta_1 - \theta_2 \quad (\text{V.4})$$



**Fig. V.7 :** Décomposition dans le cas de particules en 2 dimensions (a) du torseur d'interaction (b) des mouvements relatifs entre deux particules. Le principe est identique pour des particules en 3 dimensions.

Il s'agit alors d'explicitier les lois d'interactions  $\vec{f}$  qui décrivent au mieux le comportement du lien des particules étudiées. Ce comportement dépend du type de lien cohésif (viscoélastique, élastoplastique, fragile) et également d'autres paramètres comme par exemple la taille du lien et sa géométrie.

L'implémentation de ces lois dans un code de calcul numérique conduit à privilégier des expressions les plus simples possibles. Ce choix ne doit cependant pas se faire au détriment de la description des phénomènes physiques réels. Plusieurs approches existent pour déterminer ces lois de contact :

- Étude expérimentale pour établir les relations « force, moment – déplacement, rotation » par des essais mécaniques sur deux particules en contact. C'est le type de travaux effectués par *Delenne* dans [111].
- Modélisation analytique du comportement mécanique du lien à partir de la physique du problème. *Parhami* et *McMeeking* ont ainsi proposé dans [112] la modélisation discrète de poudres métalliques frittées.
- Modélisation numérique du lien par éléments finis ou autre méthode. Cette technique consiste à réaliser une simulation numérique du comportement mécanique du lien en effectuant une modélisation de la géométrie réelle des particules et de leur contact. Le post-traitement de ces simulations permet de déterminer les relations d'interactions. C'est la stratégie adoptée dans ces travaux. Elle est détaillée dans la section suivante.

Il faut bien garder à l'esprit que les lois d'interactions constituent le cœur des modélisations par éléments discrets. Leur détermination conditionne les résultats fournis par les simulations, c'est pourquoi une description la plus fidèle possible du comportement du contact dans le problème considéré est recherchée. Cette évaluation n'est pas toujours aisée et constitue encore à l'heure actuelle un domaine de recherche actif et largement ouvert.

## 2.2 Application aux empilements de sphères creuses

### 1) Stratégie mise en place et code de calcul utilisé

Pour ces travaux deux morphologies de contacts entre sphères sont considérées. Des contacts arrondis correspondant aux empilements de *ATECA* et des contacts aplatis pour les empilements de *PLANSEE*. Aucun modèle de lois d'interactions pour ce type de lien entre sphères creuses n'existe dans la littérature. Nous avons donc opté pour une stratégie de modélisation en plusieurs étapes :

1. Calculs des lois d'interactions par des simulations éléments finis sur deux sphères en contact.
2. Proposition d'expressions analytiques « simples » pour décrire ces lois en fonction des paramètres structuraux des sphères et du contact.
3. Intégration de ces lois dans le code de calcul par éléments discrets **dp3D** développé au laboratoire SIMAP/GPM2.
4. Simulations numériques discrètes avec les lois de contact entre sphères creuses. Utilisation du code **dp3D** pour la génération de l'empilement initial, pré-traitement, calculs et post-traitement des résultats.

Ces travaux de modélisation ont pu être réalisés grâce à une collaboration intra-laboratoire avec *Christophe Martin* qui a développé le code de calcul par éléments discrets **dp3D**<sup>1</sup> [113] qui signifie « **d**iscrete **p**owder **3D** ». Ce code de calcul, programmé en Fortran90, est à l'origine dédié à la simulation de procédés de la métallurgie des poudres, comme la compaction et le frittage de poudres métalliques. Le matériau modélisé est un empilement tridimensionnel de sphères élastoplastiques qui s'indentent mutuellement. Deux types de lois d'interactions sont utilisées selon le caractère pulvérulent ou cohésif des poudres. Elles sont décrites ci-dessous. Ces lois, valables pour des sphères pleines, ne sont pas appropriées au cas de sphères creuses. Nous aborderons par la suite la question des lois d'interactions à utiliser pour la simulation du comportement d'empilements de sphères creuses.

#### Force normale :

- Empilements pulvérulents : en élasticité la force normale au contact  $N_e$  est donnée par la loi de *Hertz* avec prise en compte de l'adhésion de type JKR (*Johnson, Kendall, Roberts*) [114]. Lorsque la particule entre en plasticité au niveau du contact la force normale  $N_p$  est donnée par l'expression proposée par *Storakers et al.* dans [115]. La transition entre élasticité et plasticité des particules est simplement modélisée en prenant comme force au contact  $N$  le minimum de  $N_e$  et de  $N_p$  :  $N = \min(N_e, N_p)$
- Empilements cohésifs : seul le comportement élastique d'un lien solide est modélisé. La force normale au contact  $F_n$  est donné par l'expression (V.5) issue des travaux de *Jefferson et al.* [116].

$$F_n = \frac{E R}{1 - \nu^2} f^N \frac{a}{R} u_n \quad (\text{V.5})$$

avec  $E$  et  $\nu$  le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau constituant les particules.  $a$  et  $R$  sont le rayon du contact et de la sphère. Le coefficient  $f^N$  est un facteur prenant en compte l'interaction entre les contacts.

<sup>1</sup>A voir sur [www.gpm2.inpg.fr/axes/frittage/dempoud.html](http://www.gpm2.inpg.fr/axes/frittage/dempoud.html)

**Force tangentielle :**

- Empilements pulvérulents : l'effort tangentiel  $\vec{T}$  au contact a une expression unique quel que soit l'état des particules (élastique, plastique, décharge). La loi proposée correspond à un contact collant ou glissant. L'état collant a été modélisé par *Johnson* [117] à partir du module de cisaillement des particules et l'état glissant est modélisé par une loi de frottement de *Coulomb*. Finalement la force tangentielle au contact est prise égale au minimum de ces deux contributions (V.6).

$$\vec{T} = - \min \left( \frac{2E a}{(2-\nu)(1+\nu)} \vec{u}_t, \mu N \vec{t} \right) \quad (\text{V.6})$$

- Empilements cohésifs : La force élastique tangentielle  $\vec{F}_t$  au contact est donné par l'expression (V.7) issue des travaux de *Jefferson et al.* [116].

$$\vec{F}_t = - \frac{2 E R}{(2-\nu)(1+\nu)} f^T \frac{a}{R} \vec{u}_t \quad (\text{V.7})$$

**Moments :**

- Empilements pulvérulents : les particules ne peuvent transmettre un moment que par l'intermédiaire de l'effort tangentiel. Il n'y a pas de moment résistant au contact :  $\vec{M} = 0$ .
- Empilements cohésifs : le lien solide entre deux particules permet la transmission d'un moment résistant au contact dans les directions normale  $M_n$  et tangentielle  $\vec{M}_t$  donné par les relations (V.8) et (V.9).

$$M_n = - \frac{E R^3}{(2-\nu)(1+\nu)} f^T \left( \frac{a}{R} \right)^3 \theta_n \quad (\text{V.8})$$

$$\vec{M}_t = - \frac{1}{4} \frac{E R^3}{(1-\nu^2)} f^N \left( \frac{a}{R} \right)^3 \vec{\theta}_t \quad (\text{V.9})$$

La méthode numérique utilisée dans **dp3D** est exposée dans [118] et ne sera pas détaillée dans ce manuscrit. Précisons juste que le pas de temps  $\Delta t$  maximal pour la stabilité du calcul est donné par la relation (V.10) issue de [108].

$$\Delta t = 2 f_{stab} \sqrt{\frac{M}{k}} \quad (\text{V.10})$$

où  $M$  est la plus petite des masses des deux particules en contact,  $k$  est la raideur normale du contact et  $f_{stab}$  est une constante, typiquement de l'ordre de  $10^{-2}$ .

Le principe du calcul des déplacements et rotations des particules, représenté figure V.8, est le suivant. Une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_{ij}$  est imposée à l'empilement initial. A chaque incrément de temps  $\Delta t$  toutes les particules sont déplacées d'un incrément  $\Delta x_i$  pour obtenir la déformation macroscopique imposée par les vitesses de déformations appliquées. A l'issue de ce déplacement la liste des contacts entre particules est actualisée et les actions aux contacts sont calculées par les lois d'interactions. La force et le moment total qui agissent au centre de gravité de chaque particule sont alors déterminés et utilisés dans la seconde loi de *Newton* pour calculer les nouvelles positions

d'équilibre de l'ensemble des particules. La résolution numérique des équations est effectuée de manière explicite par un algorithme de *Verlet* en vitesse.

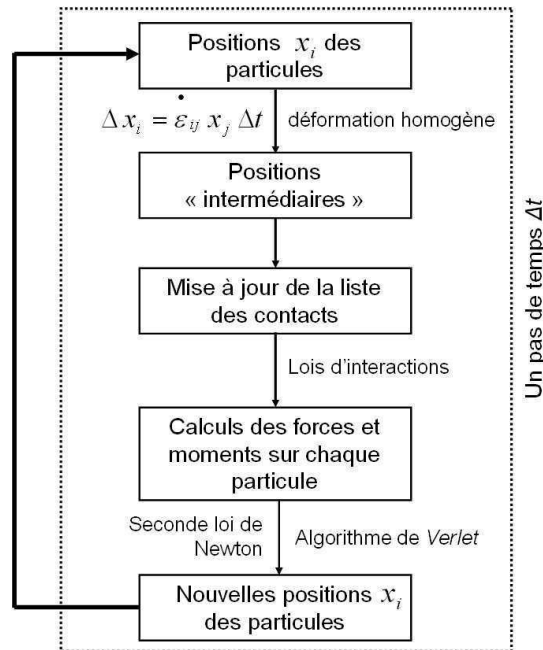


Fig. V.8 : Représentation schématique de l'algorithme de calcul par éléments discrets.

La détermination du mouvement des particules s'effectue donc en deux temps :

- Déplacement d'ensemble de toutes les particules pour obtenir une déformation homogène en accord avec la déformation macroscopique imposée de l'empilement.
- Déplacement et rotation des particules pour tendre vers l'équilibre mécanique.

## 2) Lois d'interactions pour deux sphères creuses en contact

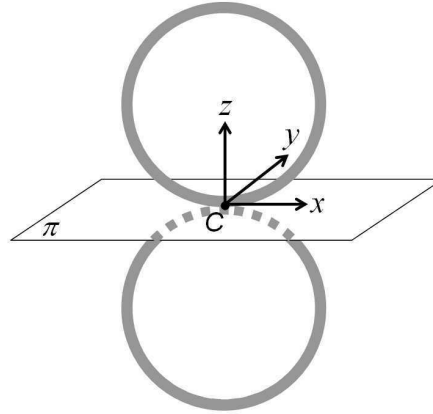
L'utilisation de **dp3D** pour la simulation du comportement mécanique d'empilements de sphères creuses demande l'incorporation des lois d'interactions correspondant au comportement élastoplastique de deux sphères creuses en contact. Un développement du code source est également nécessaire afin de prendre en compte ces nouvelles lois dans les diverses étapes de la simulation.

Il s'agit alors de déterminer les lois  $\vec{f}$ , conformément à la relation (V.1), correspondant aux relations entre les éléments de réduction du torseur d'interaction  $\{\vec{F}, \vec{M}\}$  exprimé au point de contact  $C$  entre les sphères et les mouvements relatifs — déplacement et rotation — des deux particules. Dans le repère local  $(C, x, y, z)$  représenté figure V.9, l'axe  $z$  porte le vecteur unitaire  $\vec{z}$  normal au plan  $\pi$  tangent aux deux particules et les deux axes  $x$  et  $y$  les vecteurs unitaires tangents  $\vec{x}, \vec{y}$  définissant le plan  $\pi$ .

Le mouvement relatif entre les deux sphères se décompose dans ce repère en :

- Déplacement normal selon  $z$  :  $\vec{u}_n = u_z \vec{z}$ . Ceci correspond à une sollicitation en *traction-compression* des deux sphères.
- Déplacement tangentiel selon  $x$  et  $y$  :  $\vec{u}_t = u_x \vec{x} + u_y \vec{y}$ . Ceci correspond à une sollicitation en *cisaillement* des deux sphères.





**Fig. V.9 :** Repère local  $(x, y, z)$  au point de contact  $C$  entre deux sphères creuses.

- Rotation autour de  $z$  :  $\vec{\theta}_n = \theta_z \vec{z}$ . Ceci correspond à une sollicitation en *torsion* des deux sphères.
- Rotation autour de  $x$  et  $y$  :  $\vec{\theta}_t = \theta_x \vec{x} + \theta_y \vec{y}$ . Ceci correspond à une sollicitation en *flexion* des deux sphères.

Il y a donc 6 degrés de liberté, 3 en translation  $u_x, u_y, u_z$  et 3 en rotation  $\theta_x, \theta_y, \theta_z$ .

De la même manière le torseur d'interaction exprimé au point  $C$  se décompose dans ce repère en :

- Effort normal selon  $z$  :  $\vec{F}_n = F_z \vec{z}$ .
- Effort tangentiel selon  $x$  et  $y$  :  $\vec{F}_t = F_x \vec{x} + F_y \vec{y}$ .
- Moment normal selon  $z$  :  $\vec{M}_{Cn} = M_{Cz} \vec{z}$ .
- Moment tangentiel selon  $x$  et  $y$  :  $\vec{M}_{Ct} = M_{Cx} \vec{x} + M_{Cy} \vec{y}$ .

La symétrie sphérique de la structure, c'est à dire l'invariance dans la direction orthogonale au plan  $\pi$ , implique que les axes  $x$  et  $y$  jouent le même rôle. Ainsi une sollicitation tangentielle quelconque dans le plan  $\pi$  est similaire à une sollicitation uniquement selon  $x$  ou  $y$ . On peut donc restreindre le nombre de sollicitations élémentaires de 6 à 4 : deux déplacements  $u_x, u_z$  et deux rotations  $\theta_x, \theta_z$ . Toutefois pour le déplacement normal  $u_z$  il faut différencier l'état positif qui correspond à de la traction et l'état négatif qui correspond à de la compression.

Finalement la détermination des lois d'interactions doit être effectuée pour les *cinq sollicitations élémentaires* suivantes, découplées les unes des autres :

- Traction : déplacement normal  $u_z$  positif.
- Compression : déplacement normal  $u_z$  négatif.
- Cisaillement : déplacement tangentiel  $u_x$ .
- Torsion : rotation  $\theta_z$  autour de la normale.
- Flexion : rotation  $\theta_x$  autour d'un axe du plan tangent.

Ces cinq sollicitations sont simulées par des calculs éléments finis sur deux sphères creuses en contact, comme exposé dans la section suivante. Le post-traitement des résultats obtenus permet d'obtenir pour chaque sollicitation les relations entre déplacement ou rotation imposé et efforts et

moments résultants au point de contact. Ces relations dépendent d'une part de la loi de comportement du matériau utilisée dans les simulations éléments finis et d'autre part de la géométrie des sphères et du contact. Lors de ces travaux nous nous sommes uniquement intéressé à l'effet de la structure et nous n'avons pas fait varier les paramètres matériaux. La géométrie des sphères et du contact est décrite par les deux paramètres épaisseur relative  $t/R$  et taille de contact relative  $a/R$ .

Les lois d'interactions finales sont alors définies en proposant une *expression analytique approchée* fonction des paramètres structuraux et des déplacements et/ou rotations imposés. En pratique l'implémentation dans le code **dp3D** nécessite d'exprimer les efforts divisés par  $R^2$ , les moments divisés par  $R^3$  et les déplacements divisés par  $R$ . Les lois obtenues sont donc de la forme :

$$\frac{F_{x \text{ ou } z}}{R^2} = \Phi \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R}, \frac{u_x}{R}, \frac{u_z}{R}, \theta_x, \theta_z \right) \quad (\text{V.11})$$

$$\frac{M_{C_{x \text{ ou } z}}}{R^3} = \Psi \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R}, \frac{u_x}{R}, \frac{u_z}{R}, \theta_x, \theta_z \right) \quad (\text{V.12})$$

Les expressions explicites de ces lois ne sont pas détaillées dans ce chapitre, elles seront exposées dans le chapitre IX traitant des résultats des simulations.

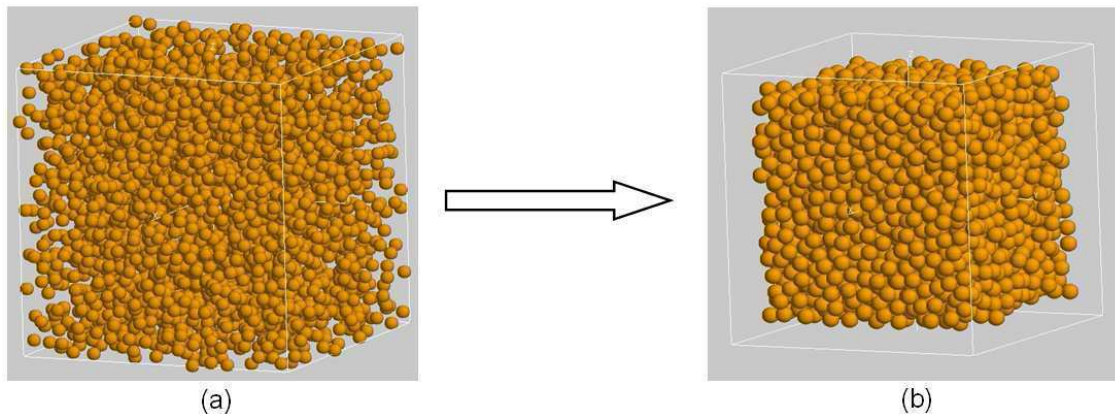
Muni de ces lois d'interactions le code **dp3D** peut être utilisé pour simuler des essais mécaniques afin de déterminer les propriétés mécaniques effectives des empilements de sphères creuses. Les paragraphes suivants exposent les différentes étapes et paramètres des simulations effectuées, depuis le pré-traitement jusqu'à l'exploitation des résultats.

### 2.3 Préparation des échantillons numériques

Afin de s'assurer que les simulations sont bien représentatives du comportement effectif des empilements aléatoires les échantillons doivent comporter un grand nombre de sphères. Pour se préserver des effets de bords, et ainsi garder un nombre raisonnable de particules, des conditions périodiques sont utilisées. Dans ce cas une particule au bord de l'empilement interagit avec les particules de la face opposée. Les échantillons créés sont de forme cubique.

La réalisation des échantillons est effectuée par un tirage aléatoire des positions des sphères dans une boîte cubique de grande taille de manière à n'avoir aucun contact entre particules, comme représenté sur la figure V.10(a). Cet empilement sans contact a une compacité très faible d'environ 0.3. Il est alors densifié par compaction jusqu'à atteindre une densité donnée et telle que tous les contacts créés restent élastiques (figure V.10(b)). Dans le cas de sphères monomodales cette condition de non plasticité des contacts aboutit à une compacité maximale de l'empilement égale à 0.64 pour un nombre de contact moyen égal à 6.2 : c'est l'empilement aléatoire compact. Notons que cette définition n'est pas rigoureusement identique aux concepts d'empilements de sphères dures « *Random Close Packing* » ou « *Maximally Random Jammed* » défini par *Torquato et al.* dans [119] car il y a une indentation élastique entre les particules, qui néanmoins reste faible.

Cette étape permet de générer différentes configurations d'empilements en agissant sur la compacité finale à atteindre, les conditions de compaction et les paramètres matériaux comme le coefficient de frottement ou l'énergie d'adhésion entre les particules. On peut également choisir de créer des empilements multi-modaux présentant ou non une distribution de rayon dans chaque classe.



**Fig. V.10 :** Préparation des empilements numériques pour simulations discrètes. (a) Sphères placées aléatoirement dans une boîte cubique périodique. Aucun contact entre particules. Compacité 0.3. (b) Compaction isotrope de la boîte pour obtenir un empilement aléatoire de densité 0.6 avec contacts quasi-ponctuels.

### 1) Empilements de type *ATECA*

Les empilements de sphères creuses assemblées par brasage sont des empilements aléatoires obtenus par gravité qui ont été vibrés ou non afin d'augmenter leur densité par réarrangement des sphères. Les contacts initiaux entre sphères sont ponctuels et sont ensuite consolidés par un ajout de matière sous forme d'un ménisque de brasage (cf. chapitre III). La taille finale des contacts est indépendante de la réalisation de l'empilement, elle ne dépend que des conditions de brasage et de la thermodynamique du procédé.

Les simulations de ce type d'empilements sont donc effectuées sur des échantillons monodisperses, sans distribution de rayon, préparés comme exposé ci-dessus avec une densité finale inférieure à 0.64. En pratique les empilements réels n'atteignent jamais une telle densité, ils se situent plus généralement entre 0.55 et 0.6. Pour ces travaux nous avons utilisé des empilements initiaux de densité 0.6. Pour ces échantillons les contacts sont quasi-ponctuels mais une taille fictive, représentant le ménisque de brasage et considérée constante dans tout l'empilement, leur est fixée par l'intermédiaire des lois d'interactions utilisées pour la simulation des sphères creuses.

### 2) Empilements de type *PLANSEE*

Les empilements de sphères creuses élaborées et assemblées par métallurgie des poudres sont des empilements aléatoires obtenus par gravité qui ont été compactés afin de créer des contacts aplatis, non ponctuels, entre les sphères (cf. chapitre III). Afin de modéliser au mieux ce type d'empilement, les échantillons monomodaux et sans distribution de rayon préparés comme exposé ci-dessus doivent subir une étape de mise en forme. Nous avons choisi d'imposer une compaction isotrope à l'échantillon en utilisant les lois de contact élastoplastiques de **dp3D** exposées précédemment. On procède ainsi à une *simulation du procédé d'élaboration*. Au cours de cette compaction il y a densification de l'empilement par déformation plastique aux contacts. Au fur et à mesure que les sphères s'indentent mutuellement le nombre moyen de contacts augmente ainsi que le rayon des contacts : des zones de contacts de tailles finies sont créées. Cette opération de compaction conduit à une distribution de taille des contacts dans l'empilement qui dépend de la densité finale de l'échantillon, des paramètres matériaux et du coefficient de frottement interparticulaire utilisé dans les simulations.

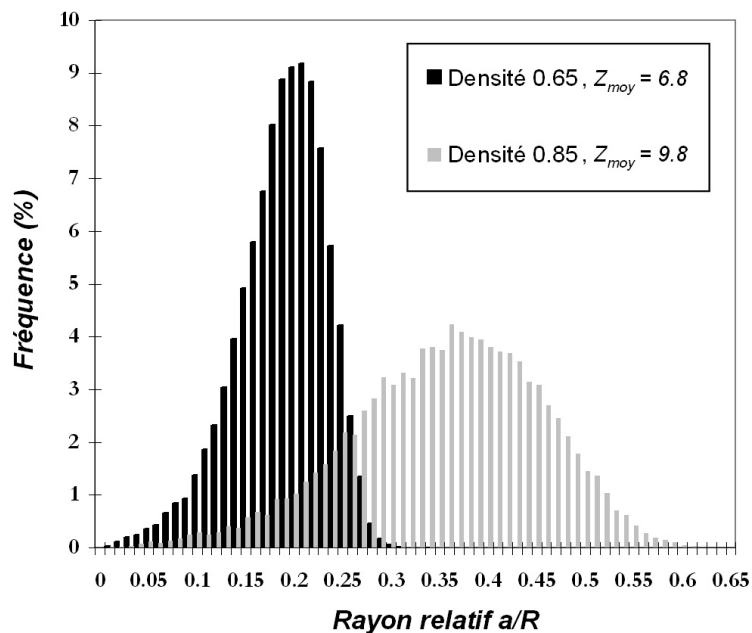
Il faut bien avoir à l'esprit que pour ce type d'empilements **la distribution de taille des contacts dépend fortement de la compaction de l'empilement initial.**

Pour ces travaux nous sommes partis d'empilements initiaux de densité 0.6 qui ont ensuite été compactés jusqu'à une densité donnée, de 0.65 à 0.85 par incrément de 0.01. Les paramètres matériaux utilisés correspondent aux propriétés du polystyrène expansé dont sont constituées les sphères servant de mandrins dans le procédé d'élaboration réel. Ils sont indiqués dans le tableau V.1. Enfin le coefficient de frottement entre sphères est pris nul.

| Masse volumique      | Module d'Young | Coefficient de Poisson | Limité d'élasticité | Coefficient d'écrouissage |
|----------------------|----------------|------------------------|---------------------|---------------------------|
| 19 kg/m <sup>3</sup> | 6 MPa          | 0.1                    | 0.09 MPa            | 0.1                       |

**Tab. V.1 :** Propriétés matériaux correspondant au polystyrène expansé utilisées pour la compaction des empilements initiaux.

Tous les échantillons obtenus présentent une distribution de taille de contact différente et un nombre de coordination croissant, imposés par les conditions de compaction. La figure V.11 représente la distribution de rayon de contact relatif  $a/R$  pour un empilement compacté à une densité de 0.65 et 0.85.



**Fig. V.11 :** Distribution de taille relative des contacts dans un empilement compacté à densité 0.65 et 0.85

Ce sont finalement ces échantillons compactés qui servent de structure initiale pour les simulations discrètes des empilements de sphères creuses de type *PLANSEE*. Pour ces calculs les lois d'interactions entre sphères creuses utilisées prennent la taille de contact initiale comme paramètre d'entrée pour fournir les valeurs des efforts et moments sur chaque particule.

## 2.4 Simulations effectuées

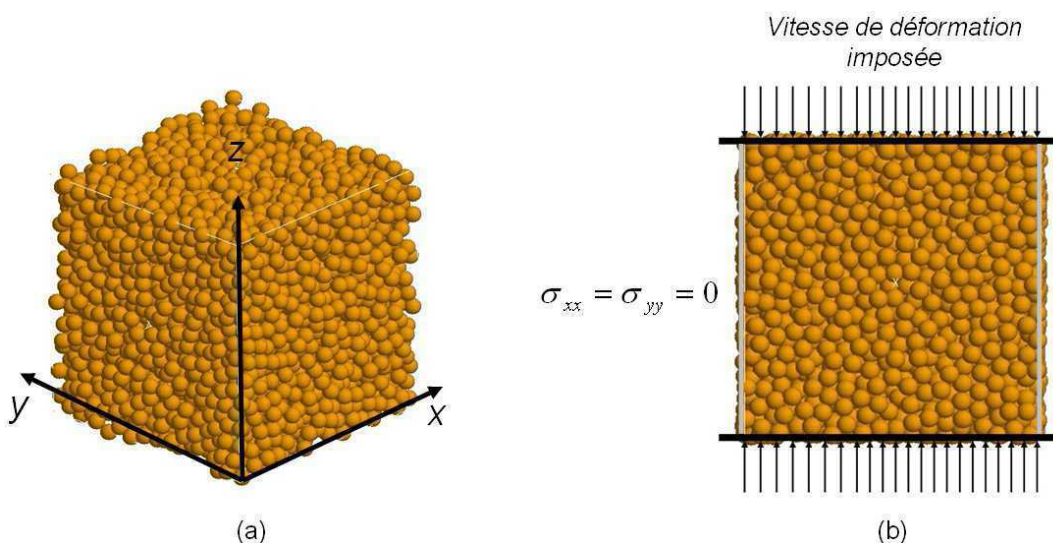
### 1) Paramètres de pré-traitement

Les simulations nécessitent des opérations préalables de pré-traitement pour indiquer les paramètres nécessaires aux calculs. Ces paramètres sont entrés dans un fichier texte qui sert d'interface entre le logiciel et l'utilisateur. Doivent entre autre être spécifiés :

- L'empilement initial utilisé pour la simulation.
- Le type de problème étudié et les lois de contact correspondantes. Dans notre cas il s'agit des lois d'interactions entre sphères creuses.
- Les vitesses de déformations macroscopiques qui pilotent le calcul selon les 3 axes  $x$ ,  $y$ ,  $z$ . Ces vitesses doivent être faibles, généralement inférieures à  $10^{-4} s^{-1}$ , pour assurer des conditions quasi-statiques et ainsi certifier l'équilibre mécanique de l'empilement.
- Le paramètre d'arrêt des simulations. Plusieurs grandeurs peuvent être choisies comme critère d'arrêt des calculs. Dans notre cas nous désignons la déformation macroscopique maximale de l'échantillon à atteindre.
- Les propriétés matériaux des particules. Ce point ne concerne pas les calculs des empilements de sphères creuses car les lois d'interactions utilisées contiennent de manière intrinsèque les informations sur le matériau constitutif. Elles correspondent aux propriétés utilisées lors des simulations éléments finis pour la détermination des lois de contact. Si l'on souhaite adopter d'autres paramètres matériaux il est nécessaire de recalculer toutes les lois d'interactions avec ces nouvelles propriétés dans les calculs éléments finis.

### 2) Essais de compression simple

Les premiers calculs effectués simulent un essai de compression simple. Ils permettent d'extraire le module d'Young et la limite d'élasticité des empilements. Une étude paramétrique sur l'épaisseur relative  $t/R$  et les tailles relatives de contact  $a/R$  est réalisée pour étudier l'effet de la structure des empilements sur les propriétés mécaniques et de proposer des lois d'échelles pour ces propriétés.



**Fig. V.12 :** Simulation d'un essai de compression simple (a) Empilement périodique de 5000 particules utilisées pour les calculs (b) Conditions aux limites imposées à l'empilement.

La sollicitation en compression est imposée en fixant une vitesse de déformation macroscopique de l'échantillon  $\dot{\varepsilon}_{zz}$  négative selon l'axe  $z$  et en spécifiant que les contraintes macroscopiques  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma_{yy}$  sont nulles, comme représenté sur la figure V.12(b). Les calculs sont effectués jusqu'à une déformation macroscopique  $\varepsilon_{zz} = 0.03$  qui correspond à une valeur limite pour la validité des simulations.

### 3) Sollicitations multiaxiales

La formulation complète d'une loi de comportement macroscopique nécessite de connaître le comportement de l'empilement pour une sollicitation quelconque. Il faut pour cela décrire la surface de charge, qui délimite le domaine d'élasticité du matériau dans l'espace des contraintes, et son évolution avec la déformation plastique cumulée. Dans ces travaux nous proposons une première étape à la construction d'une telle loi en établissant une partie de la surface de charge initiale des empilements de sphères creuses par l'intermédiaire de simulations discrètes.

Dix sollicitations multiaxiales différentes sont imposées pour chaque échantillon de la manière suivante :

- La vitesse de déformation macroscopique  $\dot{\varepsilon}_{zz}$  est fixée négative selon l'axe  $z$  et constante dans les 10 cas.
- Les vitesses de déformations sur les deux autres axes  $\dot{\varepsilon}_{xx}$  et  $\dot{\varepsilon}_{yy}$  sont prises identiques et égales à une fraction  $\alpha$  de  $\dot{\varepsilon}_{zz}$  :

$$\dot{\varepsilon}_{xx} = \dot{\varepsilon}_{yy} = \alpha \dot{\varepsilon}_{zz} \quad (\text{V.13})$$

avec  $\alpha = 1, 4/5, 3/5, 2/5, 1/5, 1/10, 0, -1/10, -1/5$  et  $-2/5$ .

Pour ces dix chargements la déformation maximale est toujours selon l'axe  $z$  ( $\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} \leq \varepsilon_{zz}$ ) dans un état compressif. Les sollicitations selon  $x$  et  $y$  varient quant à elles d'un état de compression ( $\alpha > 0$ ) à un état de traction ( $\alpha < 0$ ) de valeur plus ou moins importante selon la valeur de  $\alpha$ . Le critère d'arrêt des calculs est la déformation macroscopique selon l'axe  $z$ . Les simulations sont stoppées quand  $\varepsilon_{zz} = 0.03$ .

## 2.5 Post-traitement et exploitations des résultats

Les résultats des simulations effectuées permettent de déterminer les propriétés mécaniques effectives des empilements de sphères creuses. Pour cela il faut calculer les contraintes macroscopiques dans l'échantillon et traduire les résultats bruts des simulations en relation contrainte–déformation macroscopique.

### 1) Calcul des contraintes macroscopiques

Les contraintes macroscopiques pour un milieu continu équivalent représentant l'empilement sont déterminées à partir des efforts aux contacts par un calcul d'homogénéisation. Ceci revient à effectuer une opération de moyenne sur le volume de l'échantillon. La formulation utilisée dans **dp3D** est celle de *Love* [120] reprise par *Christoffersen et al.* dans [121] qui donne l'expression (V.15) pour le tenseur des contraintes macroscopiques moyennes. Soit  $V$  le volume de l'échantillon,  $\vec{l}^{pq}$  le vecteur reliant le centre des deux particules  $p$  et  $q$  en contact et  $\vec{f}^{pq}$  l'effort au contact entre les particules  $p$  et  $q$ . Le tenseur des contraintes  $\bar{\sigma}$  est donné par la relation (V.14) :

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{V} \sum_{p,q} f_i^{pq} l_j^{pq} \quad (\text{V.14})$$

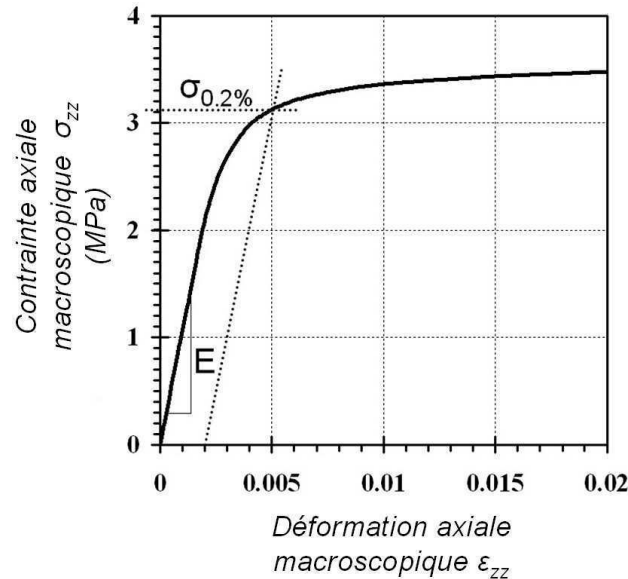
L'effort au contact  $\vec{f}^{pq}$  se décomposant en une force normale  $\vec{F}_n = F_n \vec{n}$  et une force tangentielle  $\vec{F}_t = F_t \vec{t}$ , l'expression (V.14) peut encore s'écrire :

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{V} \left( \sum_{p,q} l^{pq} F_n n_i \cdot n_j + \sum_{p,q} l^{pq} F_t n_i \cdot t_j \right) \quad (\text{V.15})$$

## 2) Détermination des propriétés mécaniques effectives

### Module d'Young et limite d'élasticité

Le module d'Young et la limite d'élasticité des empilements sont extraits de la courbe contrainte-déformation axiale macroscopique obtenue par les simulations de compression simple. La figure V.13 représente une courbe typique obtenue par ces simulations.



**Fig. V.13 :** Courbe typique contrainte-déformation macroscopique obtenue par simulation discrète de la compression simple d'un empilement de sphères creuses et propriétés mécaniques effectives correspondantes.

On observe tout d'abord une partie linéaire qui correspond à l'élasticité des contacts puis au fur et à mesure que les contacts passent en plasticité cette droite s'incurve pour donner la partie plastique du comportement. On définit alors le module d'Young  $E$  comme la pente à l'origine et la limite d'élasticité  $\sigma_{0,2}$  à 0.2% de déformation, comme représenté sur la figure V.13.

### Surface de charge

La surface de charge des empilements est construite à partir des résultats des simulations multiaxiales. Le matériau étant compressible le critère de plasticité adopté doit tenir compte des deux premiers invariants du tenseur des contraintes, la pression hydrostatique  $\sigma_m$ , éq. (V.16), et la contrainte effective de Von Mises  $\sigma_e$ , éq. (V.17).

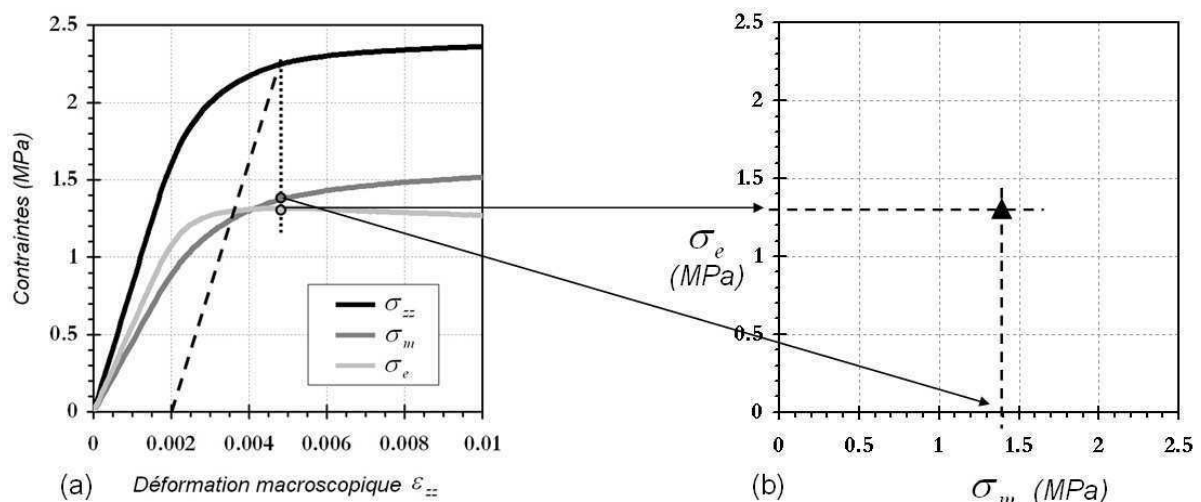
$$\sigma_m = \frac{1}{3} \text{trace}(\bar{\sigma}) \quad (\text{V.16})$$

$$\sigma_e = \sqrt{\frac{3}{2} \bar{\bar{s}} : \bar{\bar{s}}} \quad (\text{V.17})$$

où  $\bar{\bar{s}}$ , défini par la relation (V.18), est le déviateur du tenseur des contraintes  $\bar{\bar{\sigma}}$

$$\bar{\bar{s}} = \bar{\bar{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{tr}(\bar{\bar{\sigma}}) \quad (\text{V.18})$$

Ces deux invariants sont calculés à partir du tenseur des contraintes macroscopiques  $\bar{\bar{\sigma}}$  défini précédemment. La surface de charge est alors tracée dans le plan  $(\sigma_e - \sigma_m)$ . Chacune des 10 sollicitations multiaxiales plus la compression simple fournit un point dans ce plan qui correspond à la limite d'élasticité à 0.2% sur la courbe  $\sigma_{zz} - \varepsilon_{zz}$ , comme illustré sur la figure V.14.



**Fig. V.14 :** Détermination des points de la surface de charge. (a) Courbes contraintes-déformation axiale qui donnent les valeurs de  $\sigma_e$  et  $\sigma_m$  à la limite d'élasticité. (b) Report du point correspondant dans le plan  $\sigma_e - \sigma_m$  pour la construction de la surface de charge.

Une procédure d'extraction automatique des valeurs de  $\sigma_e$  et  $\sigma_m$  pour la détermination de la surface de charge est mise en place pour chaque simulation.

## 2.6 Limitations de la modélisation par éléments discrets

Les simulations discrètes apparaissent comme un outil attractif et puissant pour l'étude du comportement mécanique des empilements de sphères creuses. Cependant quelques limitations importantes subsistent. Il est important d'en avoir conscience afin d'analyser correctement les résultats obtenus et prendre le recul nécessaire sur la pertinence de la modélisation.

Ces limitations reposent principalement sur l'utilisation de lois d'interactions pour décrire le comportement entre deux sphères en contact. Trois points principaux ressortent :

- Le comportement de toute la structure est concentré en une donnée locale au niveau du contact entre les deux sphères. Il y a donc une perte d'information sur l'évolution de la géométrie des sphères au cours de la déformation. Ceci est particulièrement valable pour les sphères creuses qui, à cause de leur faible épaisseur, se déforment beaucoup plus que des particules pleines. Cet aspect limite alors les simulations discrètes à des déformations macroscopiques relativement faible, typiquement inférieures à 5%.



- Les lois d’interactions sont déterminées sur le problème « élémentaire » de deux sphères avec un unique contact. Or dans un empilement les particules possèdent plusieurs contacts, parfois jusqu’à plus de 10 pour une seule sphère. Ces lois restent donc valides lorsque les contacts sont assez éloignés, c’est à dire de taille suffisamment faible, pour ne pas trop subir l’influence des voisins.
- Le principe de superposition des efforts et moments élémentaires n’est pas valable en plasticité. Ainsi dès que les contacts sortent de leur domaine d’élasticité l’addition des lois d’interactions implique une erreur systématique sur le calcul de la résultante des efforts et moments au contact.

### 3 Simulations par éléments finis

La démarche de modélisation discrète nécessite la détermination des lois d’interactions entre deux particules. Ces lois sont calculées par des simulations par éléments finis sur la cellule « élémentaire » composée de deux sphères en contact. Ces simulations permettent également d’étudier le comportement local des empilements, à l’échelle de la sphère, et ainsi d’établir un lien entre les mécanismes de déformation locaux des sphères et leurs paramètres structuraux.

#### 3.1 Principe général et mise en œuvre

Un aperçu très général de la modélisation numérique par éléments finis et son utilisation par le logiciel spécifique *ZéBuLoN* est exposé dans cette section. Nous n’entrerons pas dans la formulation mathématique ni dans les détails de la méthode. De nombreux ouvrages traitent de ce sujet et les lecteurs souhaitant plus de précisions sont invités à consulter la littérature spécifique comme par exemple :

- *Modélisation numérique en mécanique - Introduction et mise en pratique* [122].
- *Analyse des solides déformables par la méthode des éléments finis* [123].
- *Mécanique non linéaire des solides déformables : formulation théorique et résolution par éléments finis* [124].

Un problème de mécanique des solides déformables peut se formuler ainsi : trouver le champ de déplacement  $\vec{u}(x, y, z, t)$  satisfaisant à un ensemble d’équations différentielles aux dérivées partielles sur un domaine  $\Omega$  et respectant des conditions aux limites sur la frontière  $\partial\Omega$  du domaine. En pratique le domaine  $\Omega$  correspond au volume de la pièce ou de la structure étudiée, la frontière  $\partial\Omega$  aux bords de cette pièce et les équations différentielles aux équations de mouvement (par exemple les équations de Navier en élasticité linéaire) et la loi de comportement du matériau dont est constituée la pièce. La solution de ce problème, quand elle existe, s’exprime très rarement de manière analytique. Dans la majorité des cas une résolution numérique s’impose. L’analyse numérique fournit plusieurs méthodes de résolution dont celle des éléments finis très couramment utilisée.

Comme toutes les méthodes numériques, les éléments finis consistent à déterminer une *approximation* de la solution exacte du problème initial. Dans le cas d’un problème de mécanique des solides déformables la solution recherchée est le champ de déplacement  $\vec{u}$ . Cette solution approchée

est définie par morceaux sur des sous-domaines de  $\Omega$ . La méthode des éléments finis se décompose en plusieurs étapes successives.

1. Écriture du problème initial sous forme d'équations différentielles aux dérivées partielles en  $\vec{u}(x, y, z, t)$  sur  $\Omega$  avec des conditions aux limites sur  $\partial\Omega$  : c'est la mise en équation mathématique du problème réel.
2. Construction de la formulation intégrale, encore appelée « forme faible », du système différentiel et des conditions limites : c'est l'expression variationnelle du problème.
3. Division de  $\Omega$  en sous-domaines : c'est l'étape de *maillage*. Les sous-domaines sont appelés mailles. Ils ont classiquement des formes tétraédriques, pentaédriques ou hexaédriques pour des domaines 3D.
4. Choix de la position des nœuds dans les sous-domaines et des fonctions d'interpolations, souvent polynomiales, qui définissent la valeur de  $\vec{u}$  dans le sous-domaine. La maille complétée par ces informations est alors appelée *élément*.
5. Passage de la formulation variationnelle continue sur  $\Omega$  à un système discret exprimé uniquement aux nœuds des éléments : c'est la discrétisation du problème.

Les opérations 1 à 5 constituent l'étape globale de *pré-traitement*.

6. Résolution numérique du système nodal discret. Notons qu'à ce stade le système peut être non linéaire, dans ce cas la résolution passe par une étape de linéarisation du problème. C'est l'étape de *calcul* proprement dite.
7. Construction du champ de déplacement approché dans tout le domaine à partir des valeurs trouvées aux nœuds et des fonctions d'interpolations. Calculs d'autres grandeurs qui dérivent de  $\vec{u}$  telles que le champ de déformation, le champ de contrainte, la contrainte équivalente de *Von Mises*. C'est l'étape de *post-traitement*.
8. Visualisation et exploitation des résultats.

En pratique des logiciels spécifiques existent pour la simulation numérique par éléments finis. Leur fonctionnement intègre toutes les étapes décrites précédemment et l'interface avec l'utilisateur permet une mise en œuvre assistée et simplifiée de la méthode de calcul. Généralement les étapes 1, 2 et 5 sont totalement automatiques. L'utilisateur ne fait que choisir le type de problème (mécanique ou autre) et la dimension du domaine (1D, 2D ou 3D). Il intervient ensuite sur la génération du maillage (forme et nombre de mailles), sur le choix des éléments (nombre de nœuds et fonctions d'interpolations) et sur la définition des conditions aux limites. Il peut également agir sur la méthode de résolution (directe ou itérative) et régler diverses options correspondantes (tolérance, nombre maximum d'itérations, incrémentation). Enfin ces logiciels offrent très souvent de nombreuses possibilités de post-traitement avancé et de visualisation des résultats.

Pour ces travaux nous avons travaillé avec le logiciel de calculs **ZéBuLoN** [125]. Il a été développé conjointement par l'ONERA, le Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris et NW Numerics à Seattle (USA). Comme la majorité des grands codes commerciaux il possède un module

de création de la géométrie du domaine, un mailleur automatique, une librairie d'éléments évolués, différents solveurs performants et un module de post-traitement. Toutes les étapes de la simulation peuvent se faire par une interface graphique ou par fichiers de commande.

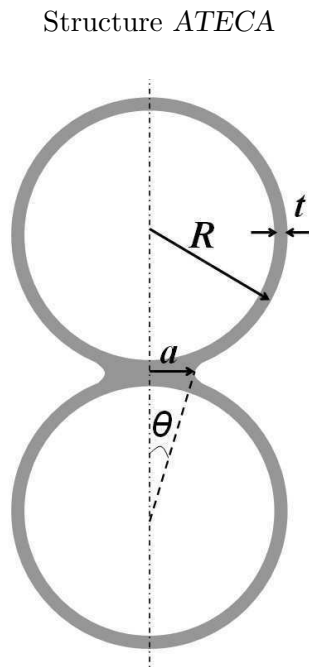
*ZéBuLoN* a été spécialement conçu pour le domaine de la mécanique des matériaux et apparaît particulièrement bien adapté à des problèmes non-linéaires. Ces principaux points forts résident dans sa grande base de donnée de lois de comportement (élastoviscoplasticité, hyperélasticité, hyper-viscoélasticité, poroélastoplasticité, fluage), de critères de plasticité isotropes (Mises, Tresca, K-B, Drucker-Prager) et anisotropes (Hill, Bron), de modèles d'endommagement et également dans la possibilité de définir des modèles personnalisés.

### 3.2 Structures modélisées : géométries et maillages

La modélisation par éléments finis est utilisée pour l'étude du comportement mécanique local à l'échelle de la sphère et le calcul des lois de contact entre sphères creuses. Les structures modélisées sont celles que l'on pourrait qualifier de « cellule élémentaire » de l'empilement, à savoir deux sphères creuses en contact. Comme nous l'avons vu au chapitre III les procédés d'élaboration aboutissent à deux géométries de contact différentes. La première, que l'on retrouve dans les empilements de chez *ATECA*, est une zone de contact arrondie correspondant à un ménisque de brasure. La seconde, dans les empilements *PLANSEE*, est un contact aplati qui correspond à une compaction des deux sphères.

#### 1) Géométries

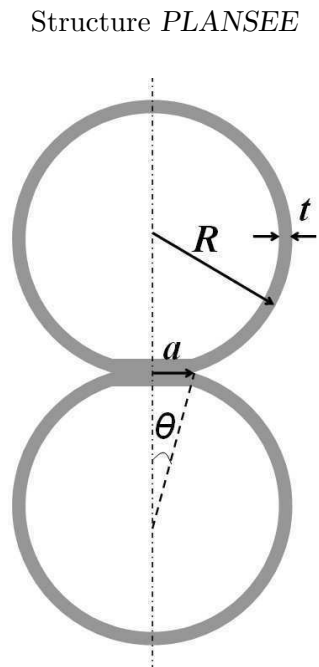
L'axisymétrie de la structure et des conditions aux limites, dans le cas de la traction-compression, permet une modélisation du problème en 2D axisymétrique. Lorsque les conditions aux limites ne sont pas axisymétriques, dans le cas du cisaillement, de la torsion et de la flexion, il est nécessaire d'effectuer une modélisation en 3D. Les deux types d'empilements *ATECA* et *PLANSEE* sont modélisés par l'intermédiaire du module de conception de *ZéBuLoN*. Dans les deux cas les paramètres géométriques décrivant la structure sont l'épaisseur relative  $t/R$  et la taille relative de contact  $a/R$  ou  $\theta$  comme indiqué sur les figures V.15 et V.16.



**Fig. V.15 :** Géométrie de la structure *ATECA*.

- Rayon extérieur  $R$  des sphères.
- Épaisseur  $t$  des sphères.
- Rayon de contact  $a$  ou angle de contact  $\theta$ . Ils sont reliés par la relation (V.19)

$$a = R \left( \tan \theta + \frac{\cos \theta - 1}{\cos \theta} \right) \quad (\text{V.19})$$



**Fig. V.16 :** Géométrie de la structure *PLANSEE*.

- Rayon extérieur  $R$  des sphères.
- Épaisseur  $t$  des sphères.
- Rayon de contact  $a$  ou angle de contact  $\theta$ . Ils sont reliés par la relation (V.20)

$$a = R \sin \theta \quad (\text{V.20})$$

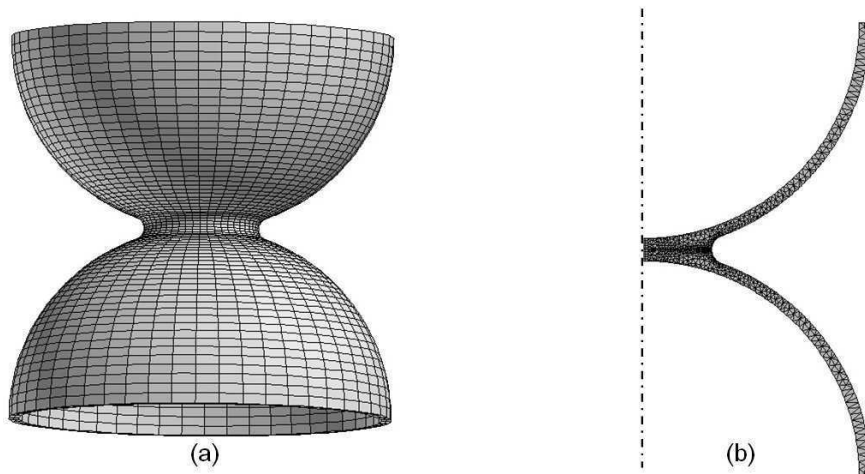
Les modèles sont conçus pour évaluer l'influence de l'épaisseur relative  $t/R$  et de la taille relative de contact  $a/R$  ou  $\theta$  sur le comportement mécanique de la structure. Une étude paramétrique est effectuée en faisant varier ces deux paramètres dans les domaines indiqués dans le tableau V.2, cohérents avec les valeurs expérimentales.

| Structure <i>ATECA</i>          |                           | Structure <i>PLANSEE</i>        |
|---------------------------------|---------------------------|---------------------------------|
| 2D                              | 3D                        | 2D et 3D                        |
| $t/R = 0.03$ à $0.1$            | 3 couples $(t/R, \theta)$ | $t/R = 0.03$ à $0.1$            |
| $\theta = 5^\circ$ à $30^\circ$ | $(0.05, 20^\circ)$        | $\theta = 5^\circ$ à $30^\circ$ |
| ⇕                               | $(0.07, 15^\circ)$        | ⇕                               |
| $a/R = 0.084$ à $0.423$         | $(0.1, 20^\circ)$         | $a/R = 0.087$ à $0.500$         |

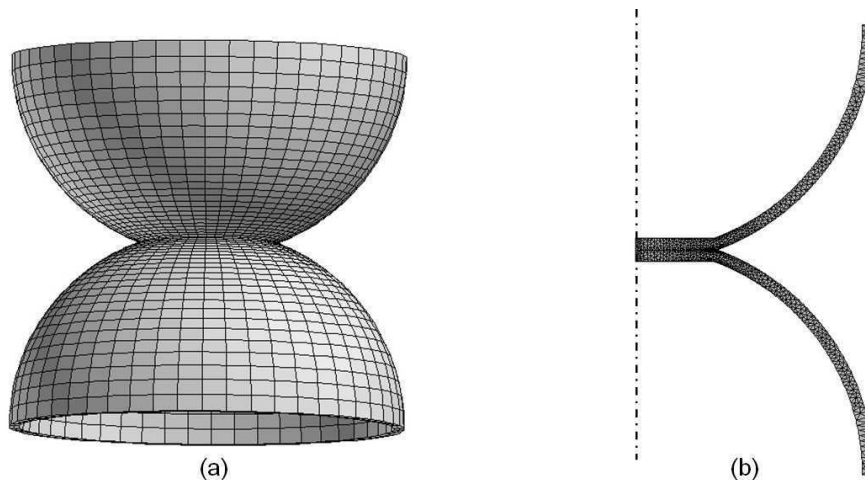
**Tab. V.2 :** Paramètres géométriques des structures modélisées par éléments finis.

## 2) Maillages

Le maillage de ces géométries est effectué par le mailleur automatique de *ZéBuLoN* en indiquant la distribution des nœuds sur chaque face de la structure. Les mailles choisies sont de forme triangulaire pour le modèle 2D axisymétrique. Le maillage 3D est généré par rotation du modèle 2D, les mailles correspondantes sont pentaédriques. Les fonctions d'interpolations sont prises sous forme de polynômes d'ordre 2. Ceci correspond à des éléments quadratiques nommés *CAX6* (triangle à 6 nœuds) pour le modèle 2D axisymétrique et *C3D15* (prisme triangulaire à 15 nœuds) pour le modèle 3D. Les maillages obtenus sont représentés sur les figures V.17 pour la structure *ATECA* et V.18 pour la structure *PLANSEE*.



**Fig. V.17 :** Maillage des sphères et contact arrondi (type *ATECA*) avec  $t/R = 0.05$  et  $\theta = 20^\circ$  créé sur *ZéBuLoN*. (a) Modèle 3D (b) Modèle 2D axisymétrique.



**Fig. V.18 :** Maillage des sphères et contact aplati (type *PLANSEE*) avec  $t/R = 0.05$  et  $\theta = 20^\circ$  créé sur *ZéBuLoN*. (a) Modèle 3D (b) Modèle 2D axisymétrique.

Une étude de convergence de maillage a été effectuée. Il en ressort qu'il est nécessaire de mailler assez finement la zone de raccord contact-sphères alors que la densité de mailles dans les coques peut être plus faible. Dans tous les cas les calculs sont effectués avec un maillage suffisamment fin pour assurer des résultats corrects. Pour les modèles 3D les maillages comportent autour de 45000 nœuds et 13000 éléments, et pour les modèles 2D axisymétriques environ 3000 nœuds pour 1400 éléments.

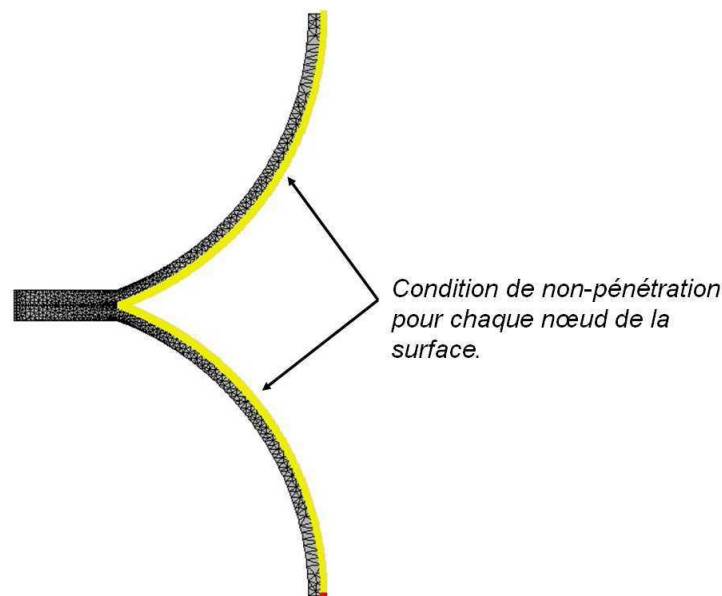
### 3.3 Autres opérations de pré-traitement

D'autres données telles que la loi de comportement du matériau et les conditions aux limites doivent être précisées pour entreprendre les simulations. Ces informations, exposées dans les paragraphes suivants, sont valables pour les deux types de géométrie modélisées.

#### 1) Cinématique et loi de comportement

Lors de sollicitations mécaniques importantes les sphères peuvent subir de grandes déformations. Pour cela le cadre cinématique retenu pour les simulations est celui des *transformations finies*. Dans cette optique une formulation de type lagrangienne actualisée est choisie pour les calculs. Nous ne détaillerons pas ici cette approche basée sur la configuration déformée du domaine  $\Omega$ . Pour plus d'informations nous invitons les lecteurs intéressés à consulter un ouvrage spécialisé de Mécanique des Milieux Continus, par exemple [126].

Afin d'interdire l'interpénétrabilité des éléments lors d'une sollicitation des sphères en compression des zones de contact sont également définies sur les géométries, comme l'illustre la figure V.19. Une méthode de pénalité permet alors de prendre en compte la non-pénétration et de simuler le contact sans frottement entre les deux surfaces externes des sphères.



**Fig. V.19** : Définition des zones de non-pénétration sur les modèles éléments finis.

Enfin il faut préciser la loi de comportement du matériau constituant la structure. Les sphères étant métalliques, en nickel pour les empilements *ATECA* et en acier pour les *PLANSEE*, un comportement élastoplastique avec écrouissage isotrope est retenu.

La partie élastique est caractérisée par deux coefficients : le module d'Young  $E_s$  et le coefficient de Poisson  $\nu$ .

La plasticité est associée au critère de *Von Mises*, c'est à dire que la fonction de charge  $f$  utilise uniquement le second invariant du tenseur des contraintes, la contrainte équivalente de *Von Mises*  $\sigma_e$  (éq. V.17).

L'écoulement plastique a lieu quand  $f = \sigma_e - R = 0$  où  $R$  est la variable d'écrouissage qui correspond à la taille du domaine d'élasticité. Cet écrouissage est décrit par une *loi puissance* ou loi de *Hollomon* donnée par la relation (V.21).

$$R = K \varepsilon_p^n \quad (\text{V.21})$$

où  $\varepsilon_p$  est la déformation plastique cumulée et  $n$  le coefficient d'écrouissage. Le coefficient  $K$  est égal à  $(\sigma_{ys}^{1-n} E_s^n)$  avec  $\sigma_{ys}$  la limite d'élasticité du matériau.

Ces travaux ayant pour objectif d'étudier l'effet de la structure de l'empilement sur son comportement mécanique, les paramètres du matériau constitutif ont été pris constants dans toutes les simulations effectuées. Il faut cependant garder à l'esprit que le comportement du matériau constitutif joue également un rôle sur les propriétés mécaniques des empilements. Les paramètres matériaux utilisés dans les simulations sont les suivants :

- Élasticité :  $E_s = 207 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0.3$
- Plasticité :  $\sigma_{ys} = 185 \text{ MPa}$  et  $n = 0.2$

Les modèles ainsi définis sont donc fortement non-linéaires de par la prise en compte des grandes déformations, du contact entre surfaces et de la plasticité du matériau.

## 2) Chargements appliqués

La dernière étape de pré-traitement consiste à spécifier les conditions aux limites qui correspondent au chargement mécanique imposé à la structure. Les cinq sollicitations élémentaires spécifiées précédemment doivent être appliquées afin de déterminer les lois d'interactions utilisées dans la modélisation par éléments discrets.

Sur le modèle 2D axisymétrique :

- Traction
- Compression

Sur le modèle 3D :

- Cisaillement
- Torsion
- Flexion

Ces sollicitations sont effectuées par l'application de déplacements ou de rotations des sections supérieures et inférieures des deux demi-sphères. Les conditions aux limites sont donc des relations de déplacement imposé aux nœuds de ces surfaces. Elles sont illustrées sur les figures V.20 à V.23.

**Traction et compression :** le déplacement  $u_z$  est imposé, positif pour la traction et négatif pour la compression, à chaque nœud de la section supérieure. Les nœuds de la section inférieure sont bloqués en  $z$ . Les déplacements en  $x$  et  $y$  sont libres. Les simulations sont menées jusqu'à un déplacement relatif  $u_z/R = 0.2$ .

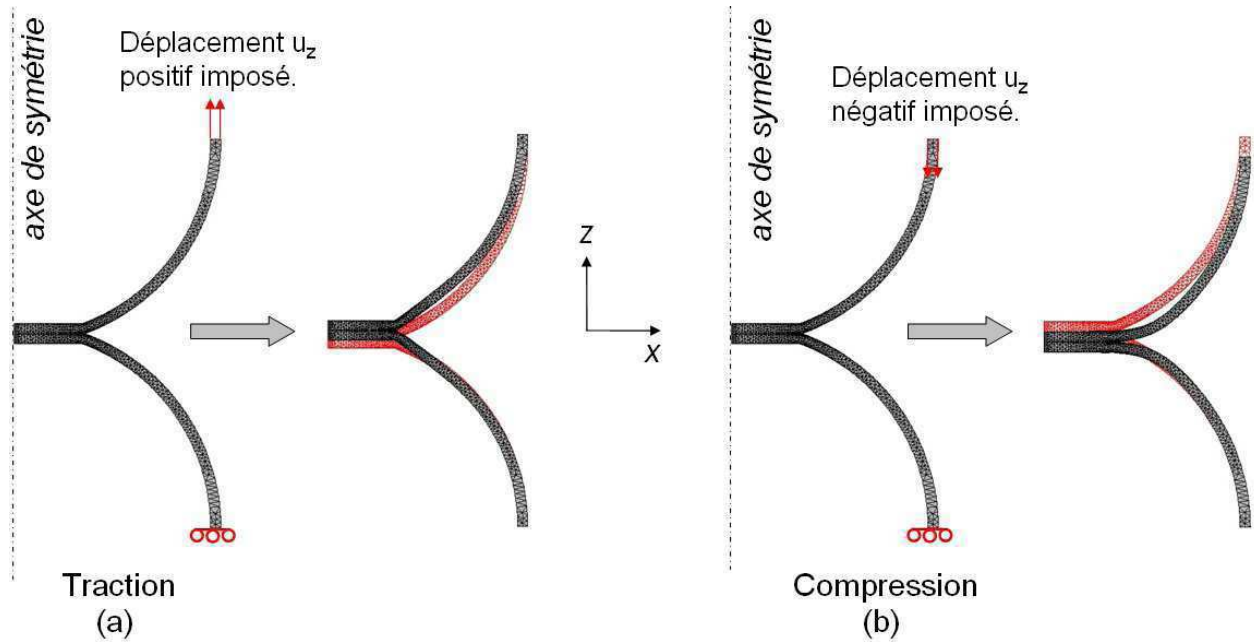


Fig. V.20 : Conditions aux limites pour le modèle 2D axisymétrique. (a) Traction. (b) Compression.

**Cisaillement :** A chaque nœud de la section supérieure le déplacement  $u_x$  est imposé et le déplacement est bloqué en  $z$  pour empêcher la rotation de la structure. Sur la section inférieure les déplacements sont bloqués en  $x$  et  $z$  à chaque nœud. Les déplacements en  $y$  sont libres. Les simulations sont menées jusqu'à un déplacement relatif  $u_x/R = 0.2$ .

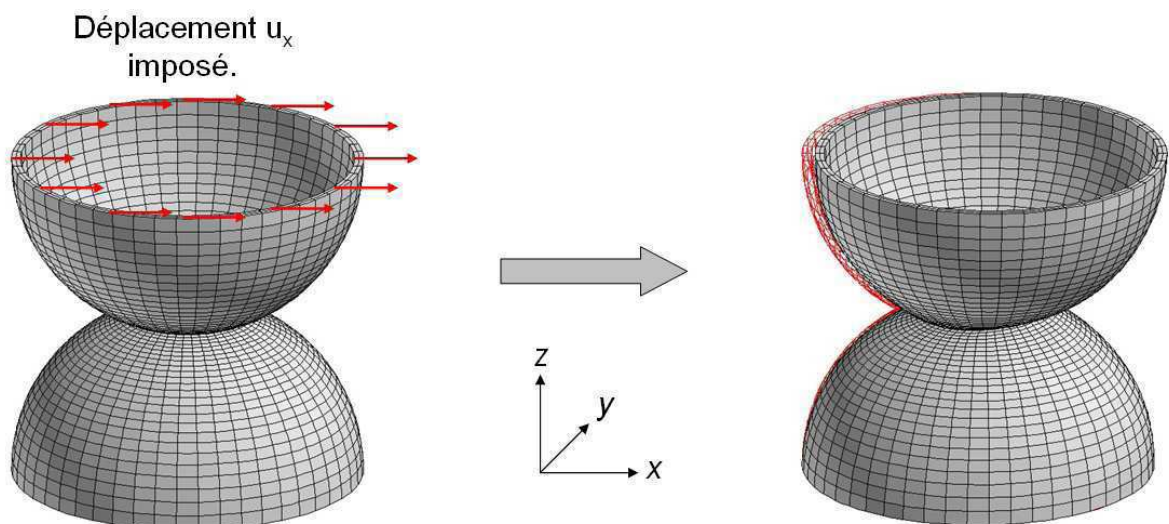


Fig. V.21 : Définition des conditions aux limites pour le cisaillement.



**Torsion :** A chaque nœud de la section supérieure est imposé une combinaison non-indépendante des déplacements  $u_x$  et  $u_y$  qui correspond à une rotation globale de la section autour de  $z$ . Soit  $\theta_z$  l'angle de rotation imposé de la section et  $(x_i, y_i, z_i)$  les coordonnées d'un nœud  $i$  sur cette section alors les déplacements  $u_x^i$  et  $u_y^i$  imposés au nœud  $i$  sont donnés par les relations (V.22) et (V.23).

$$u_x^i = x_i (\cos \theta_z - 1) - y_i \sin \theta_z \quad (\text{V.22})$$

$$u_y^i = x_i \sin \theta_z + y_i (\cos \theta_z - 1) \quad (\text{V.23})$$

Sur la section inférieure les déplacements de tous les nœuds sont bloqués en  $x$  et  $y$ . Sur les deux sections les déplacements en  $z$  sont libres. Les simulations sont menées jusqu'à une rotation globale  $\theta_z = 5^\circ$ .

Rotation  $\theta_z$  imposée aux nœuds  
de la section supérieure

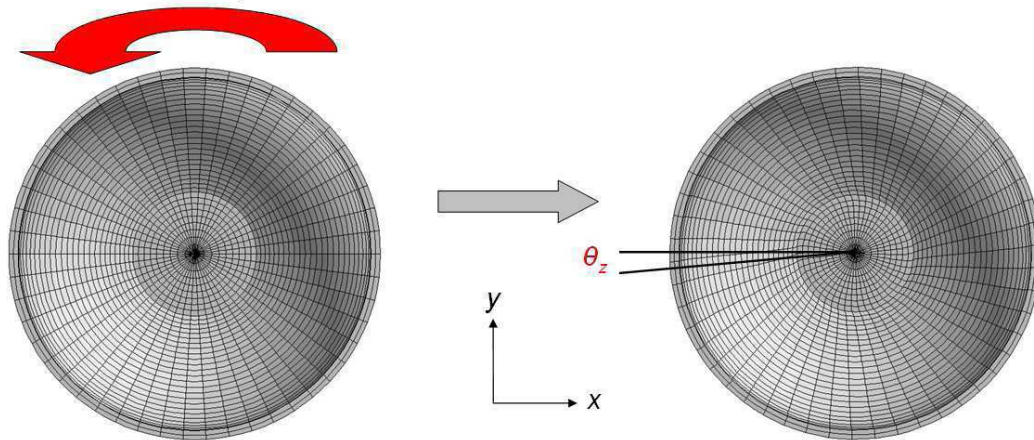


Fig. V.22 : Définition des conditions aux limites pour la torsion.

**Flexion :** Afin de se placer dans une situation de flexion « pure » chaque nœud des sections supérieure et inférieure se voit imposer une combinaison non-indépendante des déplacements  $u_x$  et  $u_z$  qui correspond à une rotation globale opposée des deux sections autour de  $y$ . Soit  $\theta_y$  l'angle de rotation imposé de la section supérieure et  $(x_i, y_i, z_i)$  les coordonnées d'un nœud  $i$  sur cette section alors les déplacements  $u_x^i$  et  $u_z^i$  imposés au nœud  $i$  sont donnés par les relations (V.24) et (V.25).

$$u_x^i = x_i (\cos \theta_y - 1) \quad (\text{V.24})$$

$$u_z^i = x_i \sin \theta_y \quad (\text{V.25})$$

Sur les deux sections les déplacements en  $y$  sont libres. Les simulations sont menées jusqu'à une rotation globale  $\theta_y = 5^\circ$ .

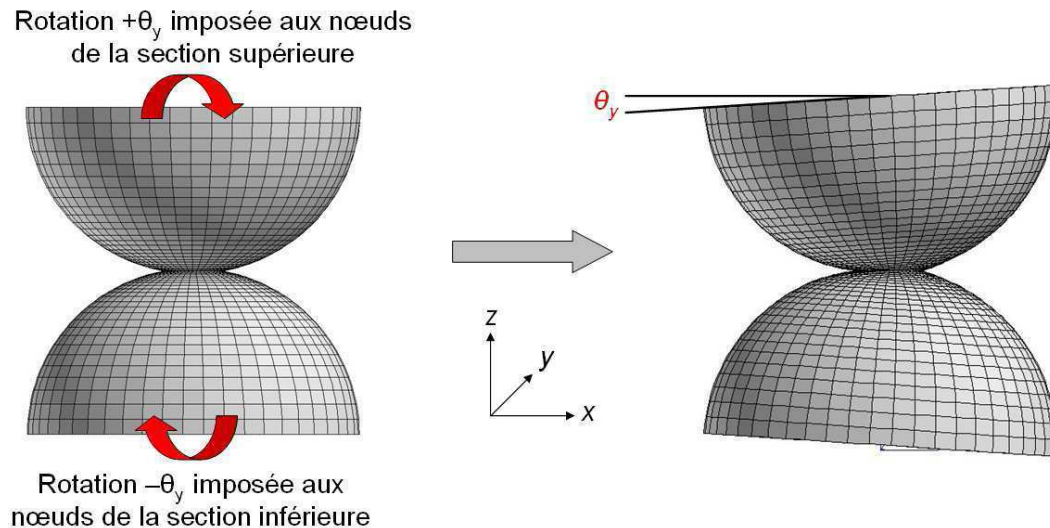


Fig. V.23 : Définition des conditions aux limites pour la flexion.

### 3.4 Post-traitement des résultats et lois d'interactions

Pour l'implémentation des lois d'interactions dans les simulations discrètes les résultats doivent être traduits en terme de courbes « force normalisée  $F/R^2$  – déplacement normalisé  $u/R$  » pour les sollicitations en traction, compression et cisaillement. Pour les cas de la flexion et de la torsion en relations « moment normalisé  $M/R^3$  – rotation  $\theta$  ». Les calculs par éléments finis ne fournissant que les valeurs des déplacements aux nœuds il faut effectuer des opérations de post-traitement adaptées. Le module de post-traitement de *ZéBuLoN* offre la possibilité de calculer et d'exporter sous forme de fichier ASCII, d'une part la force résultante sur un groupe de nœuds et d'autre part le moment en un point quelconque de cette force. Ces deux fonctions sont donc utilisées pour déterminer :

- Les trois composantes  $F_x, F_y, F_z$  de l'effort de réaction  $\vec{F}$  sur la surface où le déplacement est imposé.
- les trois composantes  $M_C(F)_x, M_C(F)_y, M_C(F)_z$  du moment, exprimé au centre  $C$  de la zone de contact, engendré par l'effort  $\vec{F}$ .

Ceci nous permet d'obtenir les relations suivantes, éq. (V.26) à (V.29), qui constituent les lois d'interactions élémentaires entre deux sphères creuses pour les paramètres structuraux  $(t/R, a/R)$  donnés.

Pour la traction et la compression :

$$\frac{F_z}{R^2} = f_n \left( \frac{u_z}{R} \right) \quad (\text{V.26})$$

Pour le cisaillement :

$$\frac{F_x}{R^2} = f_t \left( \frac{u_x}{R} \right) \quad (\text{V.27})$$

Pour la torsion :

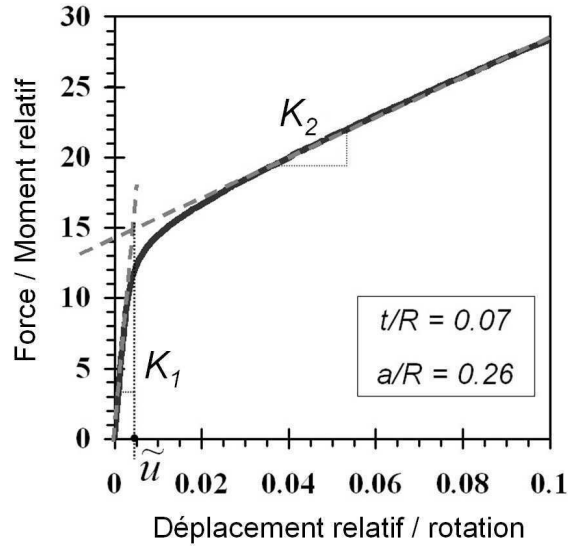
$$\frac{M_C(F)_z}{R^3} = g_n(\theta_z) \quad (\text{V.28})$$

Pour la flexion :

$$\frac{M_C(F)_y}{R^3} = g_t(\theta_y) \quad (\text{V.29})$$

Pour ces cinq sollicitations les structures montrent qualitativement le même type de comportement élastoplastique illustré sur la figure V.24. Dans un souci de simplicité pour l'implémentation numérique dans le modèle discret, ces courbes qui correspondent aux fonctions  $f_n$ ,  $f_t$ ,  $g_n$  et  $g_t$  des équations ci-dessus, sont toutes approximées par une *loi bilinéaire* définie par trois paramètres :

- Une première pente  $K_1$ .
- Une deuxième pente  $K_2$ .
- Le déplacement  $\tilde{u}$  ou rotation  $\tilde{\theta}$  de transition.



**Fig. V.24 :** Loi de contact typique obtenue par éléments finis sur deux sphères creuses reliées et modélisation de la courbe par une loi bilinéaire.

Les lois de contact ainsi obtenues s'écrivent sous la forme (V.30) suivante :

$$\frac{F}{R^2}, \frac{M}{R^3} = \begin{cases} K_1 x & \text{si } x \leq \tilde{x} \\ K_1 \tilde{x} + K_2 (x - \tilde{x}) & \text{si } x \geq \tilde{x} \end{cases} \quad (\text{V.30})$$

où  $x = u_x/R, u_z/R, \theta_y, \theta_z$ .

Les paramètres  $K_1$ ,  $K_2$  et  $\tilde{u}/R$  ou  $\tilde{\theta}$  dépendent de la géométrie de la structure. L'étude paramétrique permet alors d'exprimer les lois d'interactions générales en fonction de l'épaisseur relative des sphères  $t/R$  et de la taille relative de contact  $a/R$ .

Pour la traction et la compression :

$$\frac{F_z}{R^2} = \begin{cases} K_1^n \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \frac{u_z}{R} & \text{si } \frac{u_z}{R} \leq \frac{\tilde{u}_z}{R} \\ K_1^n \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \frac{\tilde{u}_z}{R} + K_2^n \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \left( \frac{u_z}{R} - \frac{\tilde{u}_z}{R} \right) & \text{si } \frac{u_z}{R} \geq \frac{\tilde{u}_z}{R} \end{cases} \quad (\text{V.31})$$

Pour le cisaillement :

$$\frac{F_x}{R^2} = \begin{cases} K_1^t \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \frac{u_x}{R} & \text{si } \frac{u_x}{R} \leq \frac{\tilde{u}_x}{R} \\ K_1^t \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \frac{\tilde{u}_x}{R} + K_2^t \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \left( \frac{u_x}{R} - \frac{\tilde{u}_x}{R} \right) & \text{si } \frac{u_x}{R} \geq \frac{\tilde{u}_x}{R} \end{cases} \quad (\text{V.32})$$

Pour la torsion :

$$\frac{M_{Cz}}{R^3} = \begin{cases} C_1^n \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \theta_z & \text{si } \theta_z \leq \tilde{\theta}_z \\ C_1^n \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \tilde{\theta}_z + C_2^n \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) (\theta_z - \tilde{\theta}_z) & \text{si } \theta_z \geq \tilde{\theta}_z \end{cases} \quad (\text{V.33})$$

Pour la flexion :

$$\frac{M_{Cy}}{R^3} = \begin{cases} C_1^t \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \theta_y & \text{si } \theta_y \leq \tilde{\theta}_y \\ C_1^t \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) \tilde{\theta}_y + C_2^t \left( \frac{t}{R}, \frac{a}{R} \right) (\theta_y - \tilde{\theta}_y) & \text{si } \theta_y \geq \tilde{\theta}_y \end{cases} \quad (\text{V.34})$$

Les expressions des 15 paramètres  $K$ ,  $C$  et  $\tilde{u}/R$ ,  $\tilde{\theta}$  à identifier pour formuler entièrement les lois d'interactions sont données dans le chapitre IX sur les résultats des simulations numériques.

## Conclusion

Une démarche de modélisation mixte par éléments discrets/éléments finis a été mise en place et développée dans le cadre de la thèse pour le calcul des propriétés mécaniques effectives des empilements de sphères creuses. Dans un premier temps les lois d'interactions entre deux sphères en contact sont déterminées par des simulations éléments finis pour cinq sollicitations élémentaires. Elles sont exprimées en fonction de la structure des sphères et du contact par les paramètres épaisseur relative  $t/R$  et taille relative de contact  $a/R$ . Ces lois sont ensuite intégrées dans le code de calcul par éléments discrets **dp3D** qui considère l'empilement comme un assemblage de particules qui se transmettent des forces et des moments par l'intermédiaire de leurs contacts. Les simulations discrètes calculent la position d'équilibre de chaque sphère dans l'empilement en fonction des sollicitations imposées. Elles permettent ainsi de simuler le comportement mécanique d'un échantillon contenant un grand nombre de sphères et calculer ses propriétés effectives.

La modélisation numérique permet d'effectuer des études paramétriques afin de déterminer l'influence de la structure et de l'architecture des empilements sur le comportement mécanique et établir des lois d'échelles pour les propriétés macroscopiques.



---

**Caractérisation structurale et  
relations entre procédé d'élaboration  
et paramètres structuraux**

---



---

---

## Chapitre VI

# *Caractérisation de l'architecture*

---

---

### Sommaire

---

|  |            |
|--|------------|
| <b>Introduction</b> . . . . .                | <b>140</b> |
| <b>1 Paramètres à caractériser</b> . . . . . | <b>140</b> |
| <b>2 Analyses qualitatives</b> . . . . .     | <b>141</b> |
| 2.1 Apparence globale . . . . .              | 141        |
| 2.2 Dimensions des sphères . . . . .         | 142        |
| 2.3 Contacts entre sphères . . . . .         | 142        |
| 2.4 Bilan qualitatif . . . . .               | 144        |
| <b>3 Analyses quantitatives</b> . . . . .    | <b>144</b> |
| 3.1 Densité relative . . . . .               | 144        |
| 3.2 Forme et taille des sphères . . . . .    | 146        |
| 3.3 Contacts entre sphères . . . . .         | 150        |
| 3.4 Bilan quantitatif . . . . .              | 153        |
| <b>Conclusion</b> . . . . .                  | <b>155</b> |

---



## Introduction

Ce chapitre présente les résultats de la caractérisation structurale des empilements mis à notre disposition par *ATECA* et *PLANSEE*. Cette caractérisation est effectuée par analyses des images 3D obtenues par tomographie aux rayons X. La démarche mise en place et les outils utilisés ont été exposés au chapitre IV. Cinq empilements différents sont étudiés, un provenant de chez *ATECA* et les quatre autres de chez *PLANSEE*. Ces derniers sont élaborés dans les mêmes conditions mais possèdent des caractéristiques structurales distinctes, résumées au chapitre III. Ils sont désignés par les lettres capitales *A*, *B*, *C* et *D*.

## 1 Paramètres à caractériser

Le comportement mécanique d'un matériau cellulaire résulte d'une part du matériau constitutif et d'autre part de son architecture interne. Pour un matériau constitutif donné la caractérisation précise de la structure permet d'établir les relations avec les propriétés mécaniques. Grâce à la connaissance de ces relations le matériau peut être élaboré sur mesure pour le cahier de charges qu'il doit remplir dans son application. C'est pourquoi il est important d'effectuer une caractérisation structurale approfondie des matériaux en parallèle de l'étude du comportement mécanique.

De plus la caractérisation structurale permet de donner des indications sur le niveau de qualité du procédé d'élaboration. Un matériau très régulier, avec une distribution étroite de taille et d'épaisseur des sphères, témoigne d'un procédé bien maîtrisé. Au contraire la présence de nombreux défauts dans l'empilement atteste d'un procédé mal contrôlé ou peu performant et qui ne permet pas de fabriquer le matériau avec une structure déterminée.

La structure et l'architecture des empilements de sphères creuses sont décrites par des paramètres portant sur les objets constituant l'empilement : *les sphères et les contacts*. Ils sont caractérisés par leurs tailles et par leur arrangement. Les dimensions des objets sont :

- Rayon  $R$  des sphères,
- Épaisseur  $t$  des sphères,
- Rayon  $a$  des contacts ou angle de contact  $\theta$ .

Quant à l'arrangement spatial entre sphères il est caractérisé par le nombre de coordination  $Z$ , c'est à dire le nombre de contacts pour chaque sphère.

En outre, la densité relative  $\rho_r$  du matériau constitue également une information à déterminer car elle est très souvent utilisée pour fournir des lois d'échelles phénoménologiques.

Les paramètres à étudier et à quantifier pour la caractérisation structurale des différents empilements sont récapitulés dans le tableau VI.1.

| Densité relative | Taille des sphères et des contacts |     |                 | Organisation spatiale |
|------------------|------------------------------------|-----|-----------------|-----------------------|
| $\rho_r$         | $R$                                | $t$ | $a$ ou $\theta$ | $Z$                   |

**Tab. VI.1 :** Paramètres qui caractérisent la structure et l'architecture des empilements de sphères creuses.

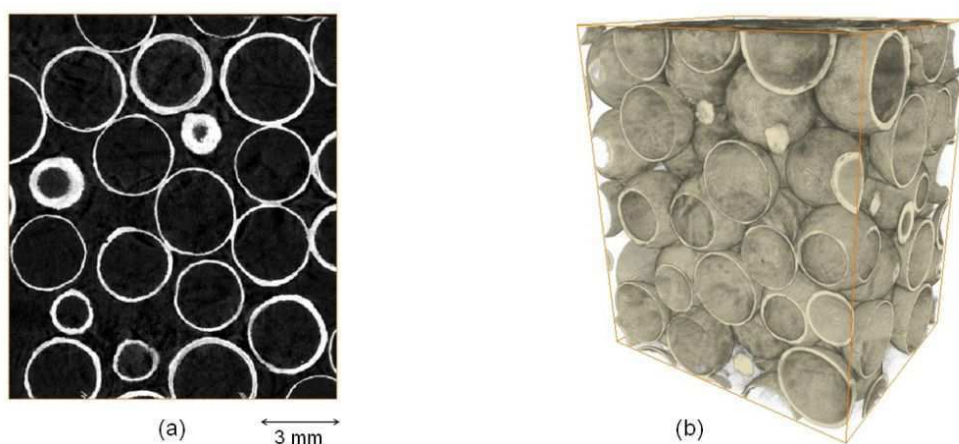
## 2 Analyses qualitatives

Les premières analyses pouvant être menées sont qualitatives. Elles reposent sur une observation visuelle des images issues de la tomographie aux rayons X et fournissent des informations générales sur la structure des empilements. Ces constatations permettent notamment de donner une évaluation de la qualité des procédés d'élaboration des matériaux.

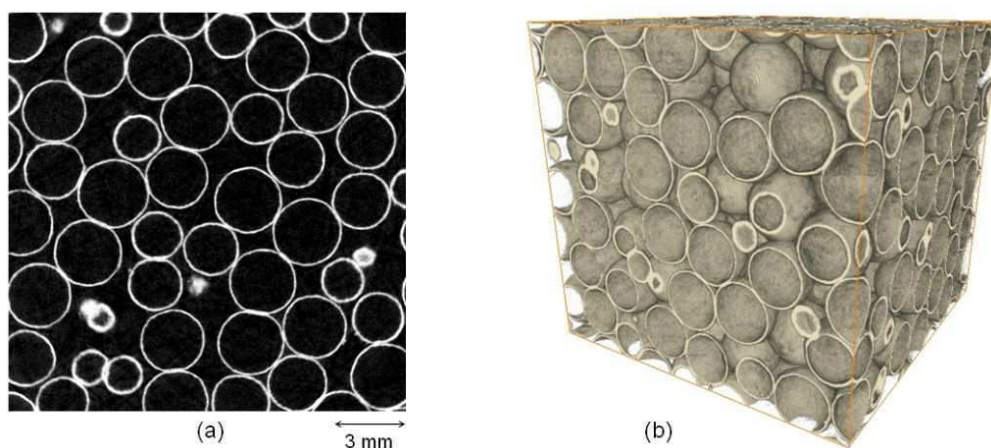
Les figures qui suivent montrent des sections et visualisations 3D typiques des empilements *ATECA* et *PLANSEE*.

### 2.1 Apparence globale

En comparaison avec les nombreuses mousses métalliques existantes les empilements de sphères creuses montrent une très bonne homogénéité de forme et de taille des cellules. On peut observer sur les figures VI.1 pour l'empilement *ATECA* et VI.2 pour les empilements *PLANSEE* que les cellules sont globalement sphériques et qu'elles sont reliées par un contact bien marqué. Dans l'ensemble la structure du matériau semble très régulière.



**Fig. VI.1 :** Images d'un empilement *ATECA* par tomographie aux rayons X. (a) Section au cœur de l'échantillon. (b) Visualisation 3D.



**Fig. VI.2 :** Images d'un empilement *PLANSEE* par tomographie aux rayons X. (a) Section au cœur de l'échantillon. (b) Visualisation 3D.

## 2.2 Dimensions des sphères

Il est difficile d'évaluer la distribution de rayon des sphères sur les images des sections 2D des empilements. Les tailles apparentes diffèrent selon le niveau de coupe de chaque sphère ce qui donne l'impression d'une différence de taille importante. On peut néanmoins affirmer d'après les visualisations 3D que cette distribution semble relativement faible car nous n'observons pas de différence de taille notable.

En ce qui concerne les épaisseurs des sphères elles semblent également être globalement assez régulières pour les empilements *PLANSEE*. Des défauts d'homogénéité sur une même sphère sont cependant plus ou moins marqués, comme illustré sur la figure VI.3. Ils proviennent principalement d'un dépôt non homogène de poudres sur les mandrins de polystyrène lors de la première étape de l'élaboration.

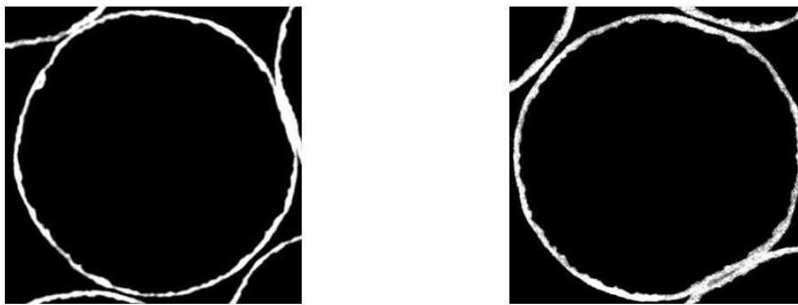


Fig. VI.3 : Irrégularité de l'épaisseur sur une même sphère d'un empilement *PLANSEE*.

Pour les empilements *ATECA* les épaisseurs apparaissent plus distribuées et présentent de nombreux défauts comme le montre la figure VI.4. On relève principalement une non-homogénéité de l'épaisseur sur une même sphère et un « feuilletage » de l'épaisseur. Ces défauts sont issus du mauvais dépôt électrochimique de nickel sur les mandrins de polystyrène lors de l'élaboration des sphères creuses.

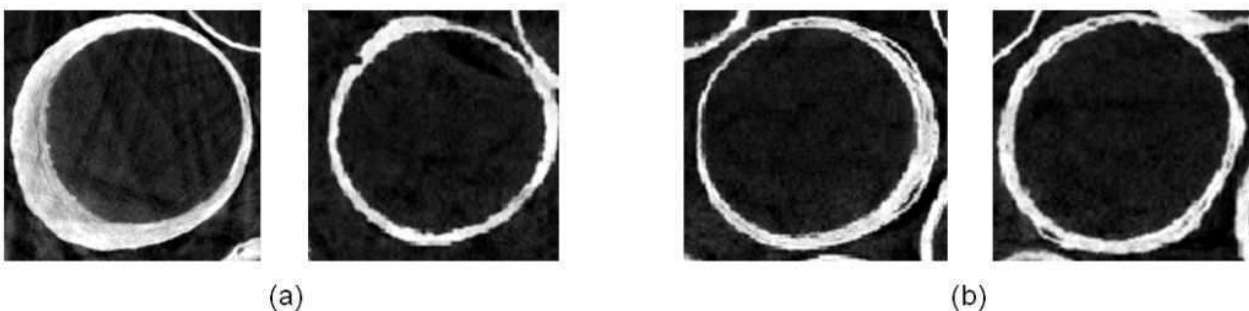


Fig. VI.4 : Défauts d'épaisseur d'un empilement *ATECA* (a) Irrégularité de l'épaisseur sur une même sphère. (b) « Feuilletage » de l'épaisseur.

## 2.3 Contacts entre sphères

Conformément à leur procédé d'élaboration respectif les empilements *ATECA* montrent des contacts de forme arrondie de type ménisque de brasure (figure VI.5), et les empilements *PLANSEE* une zone aplatie entre les deux sphères en contact (figure VI.6).



Fig. VI.5 : Morphologie des contacts arrondis d'un empilement ATECA.

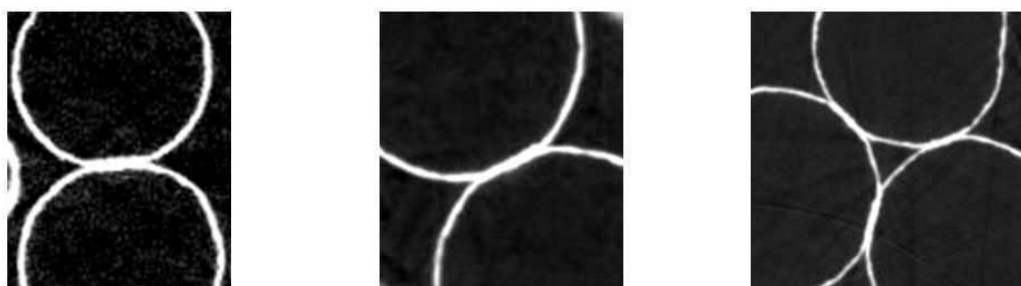


Fig. VI.6 : Morphologie des contacts aplatis d'un empilement PLANSEE.

Dans le cas des empilements *PLANSEE* les contacts sont très réguliers, ils présentent tous la même morphologie qui se traduit par un aplatissement des sphères au niveau du contact et montrent une distribution de taille attendue de par le procédé d'élaboration. On remarque très peu de défauts sur ces contacts.

Pour les empilements *ATECA* on observe globalement beaucoup plus d'irrégularités de forme et de taille des contacts. De nombreux défauts existent, certains pouvant être très sévères comme le montre la figure VI.7(b). Ces défauts indiquent que la consolidation des contacts par brasage n'est pas bonne. Lors de l'étape de brasage-diffusion la brasure ne mouille pas les sphères de manière homogène et implique la formation de contacts de forme et de taille non constante. De plus la quantité de brasure déposée est trop importante et on retrouve à certains endroits un « amas » enveloppant les sphères au lieu de ménisques aux contacts (figure VI.7(b)).

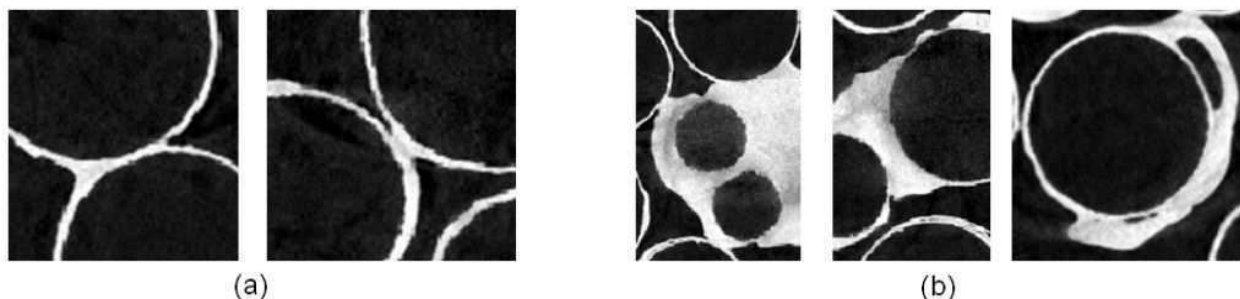


Fig. VI.7 : Défauts des contacts dans un empilement ATECA (a) Dyssymétrie du contact. (b) Défauts sévères.

Enfin pour le nombre de coordination de l'empilement il est très difficile d'en effectuer une évaluation à partir d'observations qualitatives des images. Seule une analyse quantitative permettra de donner des informations sur le nombre de contacts par sphère.

## 2.4 Bilan qualitatif

Les observations qualitatives permettent de dresser un premier bilan sur la structure des empilements. De manière globale, et en comparaison avec les autres mousses métalliques existantes, les empilements de sphères creuses montrent une structure homogène et régulière, monodisperse en taille avec des cellules de forme sphérique reliées par des contacts bien marqués de morphologie constante.

Les empilements *PLANSEE* présentent peu de défauts et leur structure correspond à celle attendue, notamment pour la forme aplatie des contacts et la distribution de taille inhérente au procédé d'élaboration. Ceci témoigne d'une bonne maîtrise du procédé et laisse entrevoir la possibilité de fabriquer de manière fiable des empilements aux paramètres structuraux préalablement déterminés.

En revanche les empilements *ATECA* présentent beaucoup plus de défauts, tant au niveau des épaisseurs des sphères que sur la forme et la taille des contacts. Ces nombreux défauts sont à priori nuisibles pour le comportement mécanique du matériau et rendent difficile la modélisation de ce comportement. Ils indiquent également que le procédé d'élaboration utilisé n'est pas encore bien contrôlé et qu'il reste perfectible. Il apparaît alors difficile de pouvoir fabriquer avec ce procédé des empilements à la structure prédéterminée.

## 3 Analyses quantitatives

Le traitement des images issues de la tomographie et leur analyse numérique permettent d'effectuer une caractérisation quantitative de la structure et de l'architecture des empilements. Les paragraphes suivants exposent les résultats obtenus pour les échantillons *ATECA* et *PLANSEE*.

### 3.1 Densité relative

#### 1) Comparaison avec les valeurs expérimentales

La densité relative  $\rho_r = \rho^*/\rho_s$  peut être déterminée expérimentalement à partir de la mesure des dimensions et de la masse des échantillons et de la masse volumique  $\rho_s$  du matériau constitutif. Ces résultats sont comparés aux valeurs obtenues par analyses d'images sur la figure VI.8.

Les barres d'erreurs sur les données expérimentales proviennent de la dispersion des mesures sur plusieurs échantillons. La masse volumique considérée pour le matériau constitutif est dans le cas des empilements *ATECA* celle du nickel pur, à savoir  $\rho_s = 8900 \text{ kg/m}^3$ . Pour les empilements *PLANSEE* la valeur  $\rho_s = 6900 \text{ kg/m}^3$  donnée par *Andersen et al.* dans [57] a été utilisée.

Quant aux barres d'erreurs sur les analyses numériques elles sont données par les différents niveaux de seuillage acceptables pour les images.

On constate que les mesures expérimentales et numériques coïncident quasiment parfaitement ce qui permet de donner confiance dans la segmentation des images et ainsi valider l'ensemble des résultats qui suivront.

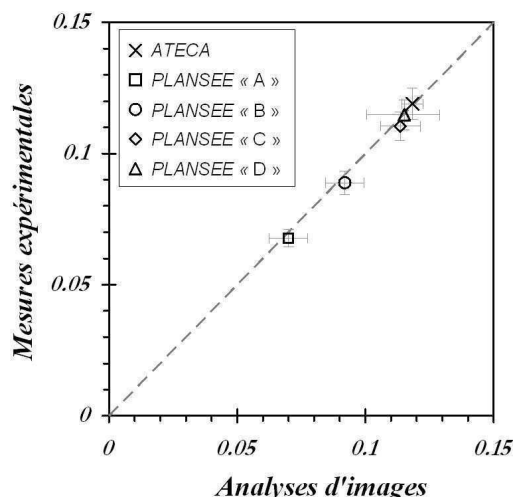


Fig. VI.8 : Densité relative des empilements, comparaison entre mesures expérimentales et résultats numériques d'analyses d'images. La droite en trait interrompu à une pente égale à 1.

**Récapitulatif**

Les valeurs de la densité relative des différents empilements mesurées par analyses d'images sont récapitulées dans le tableau VI.2 suivant :

| ATECA             | PLANSEE A         | PLANSEE B         | PLANSEE C         | PLANSEE D         |
|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| $0.118 \pm 0.004$ | $0.070 \pm 0.007$ | $0.092 \pm 0.007$ | $0.113 \pm 0.007$ | $0.115 \pm 0.014$ |

Tab. VI.2 : Récapitulatif de la densité relative des différents empilements mesurée par analyses d'images.

**2) Volume représentatif**

Les images ont été redimensionnées de manière à réduire progressivement l'arête de l'échantillon. A chaque étape la densité relative est calculée. On peut alors tracer la valeur de la densité relative en fonction de la taille de l'échantillon pour définir un volume élémentaire représentatif au sens de la densité relative. Les résultats sont présentés sur la figure VI.9

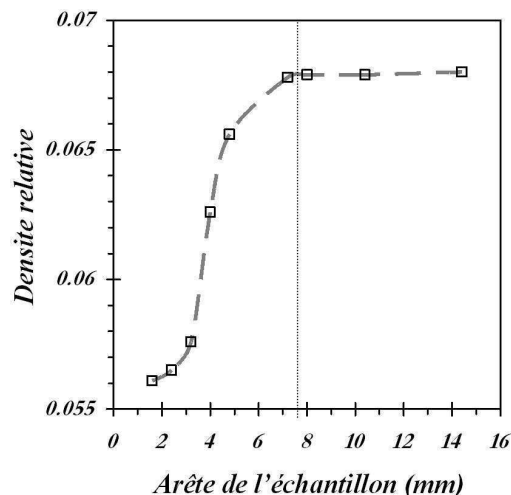


Fig. VI.9 : Densité relative mesurée par analyses d'images en fonction de la taille de l'échantillon.

On constate qu'on atteint rapidement un VER pour un échantillon qui contient approximativement trois sphères par arête, soit environ une trentaine de sphères dans l'empilement. Ceci confirme la grande homogénéité structurale des empilements de sphères creuses.

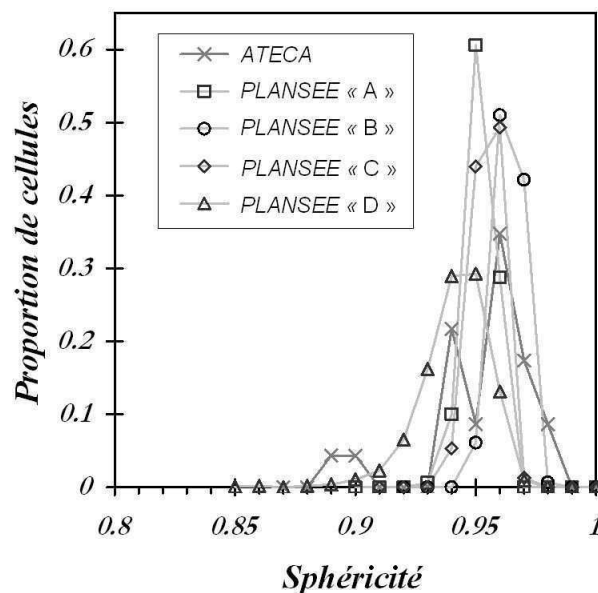
### 3.2 Forme et taille des sphères

#### 1) Forme

Le paramètre de sphéricité  $\Phi$ , éq. (VI.1), est défini pour caractériser la forme des cellules et confirmer l'impression visuelle qualitative générale. Il correspond à un rapport du volume  $V$  sur la surface  $S$  d'un objet de manière à valoir 1 pour une sphère. Ainsi plus  $\Phi$  est proche de 1 plus l'objet est sphérique. Pour un cube  $\Phi = \sqrt{\pi/6} \approx 0.72$ .

$$\Phi = 6V \sqrt{\frac{\pi}{S^3}} \quad (\text{VI.1})$$

Les résultats obtenus sur le calcul de la sphéricité des cellules pour les différents échantillons analysés sont présentés sur la figure VI.10.



**Fig. VI.10 :** Paramètre de sphéricité  $\Phi$  des cellules des différents empilements analysés.

On constate que tous les spécimens ont des cellules de sphéricité comprise entre 0.92 et 0.98 ce qui confirme la régularité de forme des cellules qui sont quasiment parfaitement sphériques. Seul l'empilement *ATECA* montre quelques cellules, moins de 10% en nombre, avec une sphéricité inférieure à 0.9. Ceci correspond aux sphères avec des irrégularités d'épaisseurs marquées, ce qui fait chuter la valeur de  $\Phi$ . Cette analyse confirme notamment que les empilements *PLANSEE* sont plus réguliers avec des cellules plus homogènes que les empilements *ATECA*.

## 2) Diamètres extérieurs

L'analyse granulométrique des sphères permet de déterminer la distribution des diamètres extérieurs pour chaque échantillon. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure VI.11.

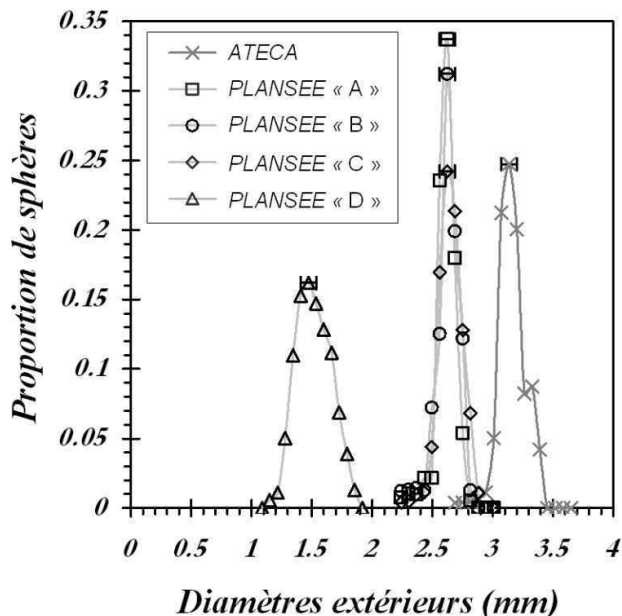


Fig. VI.11 : Distribution des diamètres extérieurs des sphères déterminée par analyses d'images.

On constate que les trois spécimens *PLANSEE* A, B et C ont la même distribution de diamètre très resserrée, avec une largeur d'environ 10 % à mi-hauteur du pic, autour de la valeur  $2.62 \pm 0.064$  mm. Pour ces empilements on peut affirmer que les sphères sont monomodales de rayon  $1.31 \pm 0.032$  mm. Pour l'échantillon D, qui est constitué de sphères plus petites, la distribution est légèrement plus large autour de la valeur  $1.47 \pm 0.064$  mm. L'empilement peut néanmoins être considéré comme monomodal avec des sphères de rayon  $0.735 \pm 0.032$  mm. Enfin pour l'échantillon *ATECA* on observe également une distribution étroite autour de la valeur  $3.13 \pm 0.064$  mm. L'empilement est bien monomodal avec des sphères de rayon  $1.565 \pm 0.032$  mm.

### Récapitulatif

Les valeurs des diamètres extérieurs des sphères mesurées par analyses d'images pour les différents empilements sont récapitulées dans le tableau VI.3 suivant :

| ATECA               | PLANSEE A           | PLANSEE B           | PLANSEE C           | PLANSEE D           |
|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| $3.13 \pm 0.064$ mm | $2.62 \pm 0.064$ mm | $2.62 \pm 0.064$ mm | $2.62 \pm 0.064$ mm | $1.47 \pm 0.064$ mm |

Tab. VI.3 : Récapitulatif des diamètres extérieurs des sphères mesurés par analyses d'images.



### 3) Épaisseurs des sphères

L'analyse granulométrique des parois permet de déterminer la distribution d'épaisseur des sphères pour chaque échantillon. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure VI.12.

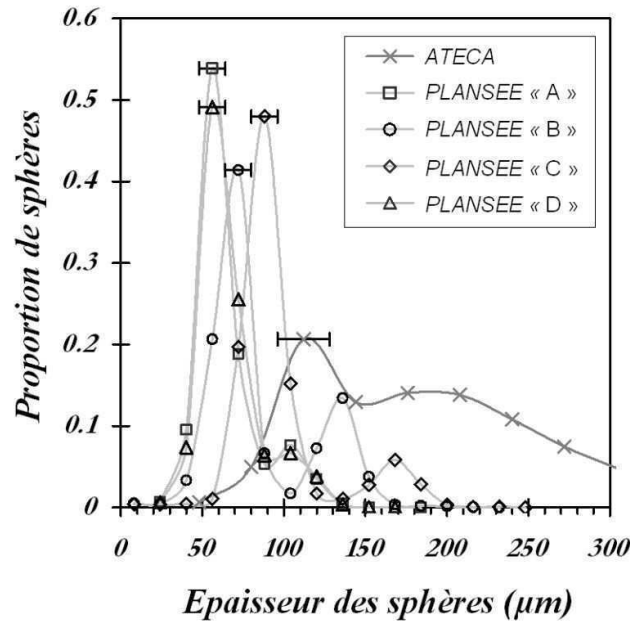


Fig. VI.12 : Distribution de l'épaisseur des sphères déterminée par analyses d'images.

Pour les quatre spécimens *PLANSEE* on observe deux pics principaux, le premier étant nettement plus marqué que le second. Pour une meilleure lisibilité la figure VI.13 représente uniquement l'empilement *PLANSEE C*. On constate que le premier pic correspond à la valeur de l'épaisseur des sphères alors que le deuxième pic, égal à deux fois la valeur du premier, correspond à l'épaisseur du contact entre deux sphères.

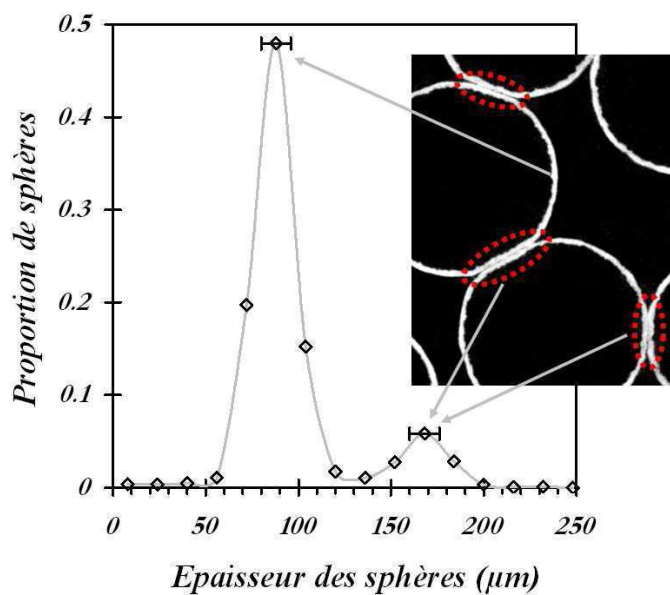
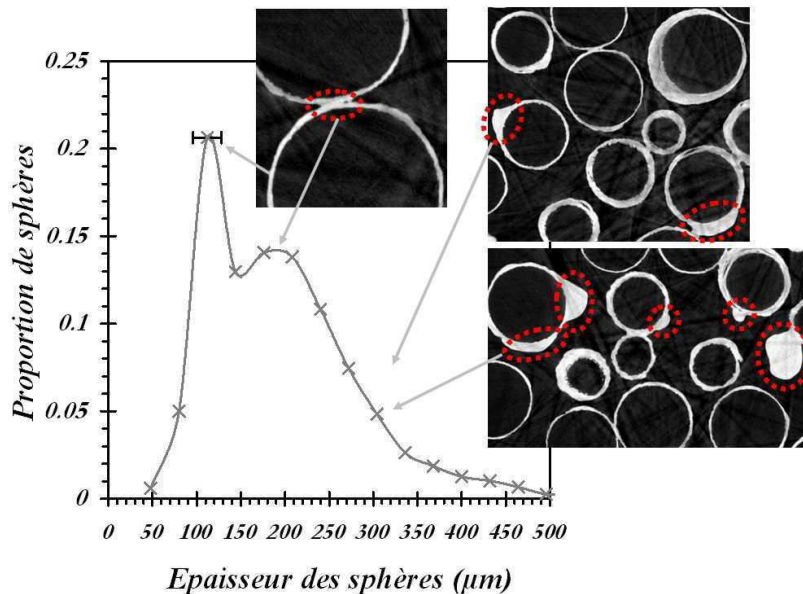


Fig. VI.13 : Distribution de l'épaisseur des sphères du spécimen *PLANSEE C* déterminée par analyses d'images. Le premier pic indique l'épaisseur des sphères alors que le deuxième pic correspond à l'épaisseur du contact entre deux sphères.

Pour l'empilement ATECA on observe également deux pics principaux. Cependant la distribution est beaucoup plus large après le deuxième pic. Ceci provient des défauts des sphères comme l'illustre la figure VI.14.



**Fig. VI.14 :** Distribution de l'épaisseur des sphères de l'empilement ATECA déterminée par analyses d'images. Le premier pic indique l'épaisseur des sphères alors que le deuxième pic correspond à la double épaisseur de la zone de contact entre deux sphères. Les plus grandes tailles sont dues aux défauts et irrégularités.

Comme précédemment le premier pic donne l'épaisseur des sphères et le deuxième la double épaisseur au niveau du contact. Les tailles plus importantes correspondent aux irrégularités et défauts d'épaisseurs et de contacts de l'empilement.

En ne considérant que le premier pic on obtient alors l'épaisseur des sphères. On constate, notamment pour les échantillons *PLANSEE*, que les valeurs sont assez resserrées autour du pic, avec une largeur à mi-hauteur d'environ 25 %, ce qui indique une bonne régularité des épaisseurs dans l'empilement. Les épaisseurs des quatre spécimens *PLANSEE* A, B, C et D sont respectivement de  $56 \pm 8 \mu m$ ,  $72 \pm 8 \mu m$ ,  $88 \pm 8 \mu m$  et  $56 \pm 8 \mu m$ . Pour l'empilement ATECA on mesure une épaisseur de  $112 \pm 16 \mu m$ .

**Récapitulatif**

Les valeurs des épaisseurs des sphères, correspondant au premier pic de la distribution mesurée par analyses d'images, pour les différents empilements sont récapitulées dans le tableau VI.4 suivant :

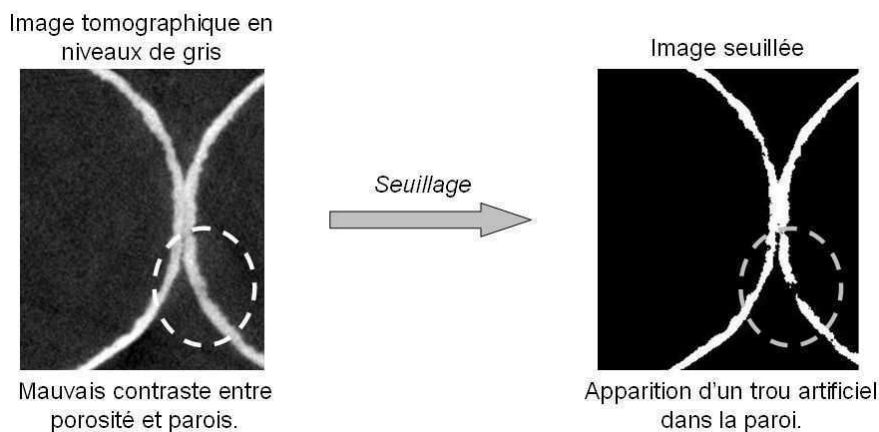
| ATECA              | PLANSEE A        | PLANSEE B        | PLANSEE C        | PLANSEE D        |
|--------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| $112 \pm 16 \mu m$ | $56 \pm 8 \mu m$ | $72 \pm 8 \mu m$ | $88 \pm 8 \mu m$ | $56 \pm 8 \mu m$ |

**Tab. VI.4 :** Récapitulatif des épaisseurs des sphères mesurées par analyses d'images.

### 3.3 Contacts entre sphères

L'étude des contacts par analyses d'images nécessite de « remplir » artificiellement le volume intérieur des sphères creuses afin d'individualiser chaque cellule comme nous l'avons expliqué au chapitre IV. Cette opération n'est réalisable qu'à condition que le volume interne de chaque sphère ne soit pas connecté à la porosité ouverte de l'empilement. Cela signifie que l'étiquetage des sphères, et par conséquent la détermination des contacts, n'est possible que si les parois des sphères n'ont pas de trous à l'issue du seuillage des images. Ce résultat est conditionné par deux aspects :

1. L'état du matériau réel : présence réelle de trous dans les coques.
2. La qualité des images tomographiques : le contraste des images ainsi que la résolution, qui donne le nombre de voxels dans l'épaisseur des sphères, influent sur la création artificielle de trous dans les parois lors de l'étape de seuillage comme l'illustre la figure VI.15.



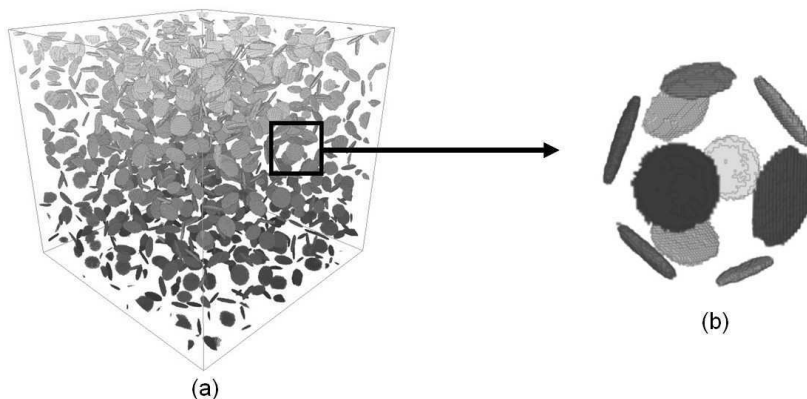
**Fig. VI.15 :** Création d'un trou artificiel dans la paroi lors du seuillage de l'image.

Les empilements *ATECA* possèdent beaucoup de sphères trouées il a donc été difficile d'effectuer les opérations d'analyse des contacts sur ces échantillons. De même pour les spécimens *PLANSEE D* qui donnent, à cause de la petite taille des sphères, de nombreux trous artificiels lors du seuillage des images. Dans les cas possibles un rattrapage manuel de ces défauts a été effectué sur les images. Cependant toutes les sphères n'ont pas pu être étiquetées et en conséquence tous les contacts ne sont pas identifiés. L'analyse de la distribution de taille des contacts ainsi que le nombre de coordination s'en retrouvent alors faussés.

Pour les spécimens *PLANSEE A, B et C* les sphères sont toutes correctement individualisées et l'analyse des contacts a alors pu être effectuée de manière très satisfaisante.

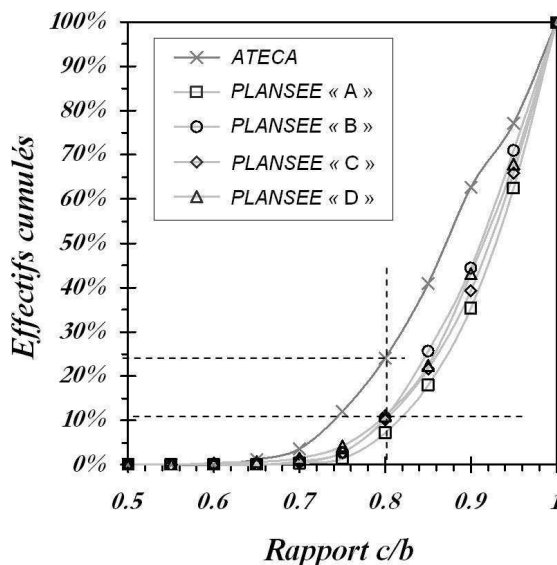
#### 1) Taille des contacts

La figure VI.16 représente une visualisation 3D des contacts isolés par la méthode développée spécifiquement pour ces travaux dans le cas d'un empilement *PLANSEE*. On constate visuellement que ces contacts ont une forme elliptique quasiment circulaire.



**Fig. VI.16 :** Visualisation 3D des contacts isolés dans un empilement PLANSEE (a) Ensemble des contacts de l'échantillon. (b) Contacts autour d'une sphère dans l'empilement.

Les dimensions des objets isolés sont calculées et fournissent les valeurs du demi-grand axe  $b$  et du demi-petit axe  $c$  de l'ellipse du contact. La figure VI.17 trace les effectifs cumulés du rapport de forme  $c/b$  pour les différents échantillons. Ce paramètre, égal à 1 pour un cercle, quantifie le caractère circulaire des contacts.



**Fig. VI.17 :** Effectifs cumulés du rapport de forme  $c/b$  des deux axes des ellipses de contact.

On constate que pour l'empilement ATECA moins de 25% des contacts ont un rapport  $c/b$  inférieur à 0.8 et que pour tous les spécimens PLANSEE il est inférieur à 0.8 pour moins de 10% des contacts. Ceci confirme le fait de pouvoir considérer les contacts entre sphères comme circulaires. On définit alors le rayon équivalent  $a$  de chaque contact par la relation  $a = \sqrt{b \cdot c}$ . La figure VI.18 représente la distribution de rayon équivalent des contacts de chaque empilement.

Pour les empilements PLANSEE on observe comme attendu une distribution de taille des contacts assez étalée. Celle-ci est due à la phase de compaction effectuée lors de l'élaboration, comme nous l'avions déjà expliqué au chapitre III. En revanche l'empilement ATECA montre également une large distribution. Dans ce cas on s'éloigne du cas modèle d'une taille de contact constante dans l'empilement fixée par les conditions de brasage des sphères.

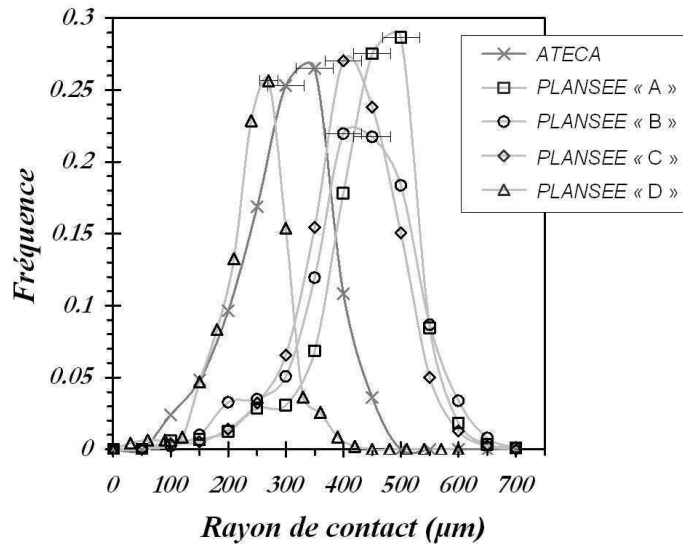


Fig. VI.18 : Distribution de rayon des contacts entre sphères déterminées par analyses d'images.

## Récapitulatif

Les valeurs moyennes des rayons de contact mesurées par analyses d'images pour les différents empilements sont récapitulées dans le tableau VI.5 suivant :

| ATECA              | PLANSEE A          | PLANSEE B          | PLANSEE C          | PLANSEE D          |
|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| $272 \pm 32 \mu m$ | $418 \pm 32 \mu m$ | $400 \pm 32 \mu m$ | $388 \pm 32 \mu m$ | $233 \pm 16 \mu m$ |

Tab. VI.5 : Récapitulatif des rayons de contact moyens mesurés par analyse d'images.

## 2) Nombre de coordination

La distribution du nombre de contacts par sphère dans chaque empilement est représentée sur la figure VI.19.

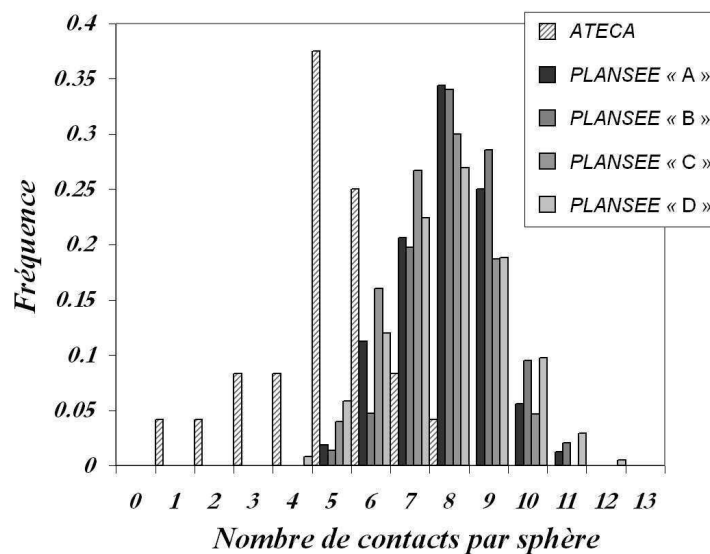


Fig. VI.19 : Distribution du nombre de contacts par sphère dans les empilements.

Pour l'empilement *ATECA* la majorité des sphères possède cinq contacts et le maximum est de huit. Cependant on relève des sphères qui ne possèdent qu'un seul ou deux contacts. Ces sphères ne peuvent pas être en équilibre dans cette situation, il s'agit donc de cas où tous les contacts n'ont pas été isolés par l'analyse d'images, ce que confirme l'observation visuelle des images. La coordination de l'empilement *ATECA* est alors sous-évaluée par la méthode d'analyse d'images mise en place. Le nombre de coordination moyen obtenu est  $Z_m \approx 5$  mais on peut affirmer qu'il est réellement légèrement supérieur.

Pour les empilements *PLANSEE* la méthode de recherche des contacts donne de très bons résultats et ainsi l'analyse d'images permet une détermination correcte de la connectivité des sphères. Pour tous les spécimens la répartition du nombre de contacts est similaire, s'étalant d'un minimum de cinq contacts par sphère pour un maximum de onze avec un pic à huit contacts par sphère. Le nombre de coordination moyen obtenu pour les quatre spécimens *PLANSEE* se situe autour de  $Z_m \approx 8$ .

### Récapitulatif

Les valeurs du nombre de coordination moyen de l'empilement pour les différents échantillons sont récapitulées dans le tableau VI.6 suivant :

| <i>ATECA</i>   | <i>PLANSEE A</i> | <i>PLANSEE B</i> | <i>PLANSEE C</i> | <i>PLANSEE D</i> |
|--|------------------|------------------|------------------|------------------|
| $\approx 5$<br>Probablement<br>légèrement<br>supérieur | 7.9              | 8.2              | 7.6              | 7.8              |

**Tab. VI.6 :** Récapitulatif du nombre de coordination moyen des empilements mesuré par analyses d'images.

### 3.4 Bilan quantitatif

Les paramètres structuraux des empilements de sphères creuses déterminés par analyses d'images quantitatives sont récapitulés dans le tableau VI.7. Par la suite nous considérerons les grandeurs adimensionnelles suivantes, représentées en fonction de la densité relative des empilements sur la figure VI.20 :

- Épaisseur relative  $t/R$
- Rayon de contact relatif moyen  $a/R$
- Angle de contact moyen  $\theta$  d'après les relations (III.1) et (III.2).

|                             | <i>ATECA</i>               | <i>PLANSEE A</i>           | <i>PLANSEE B</i>           | <i>PLANSEE C</i>           | <i>PLANSEE D</i>           |
|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| $\rho^*/\rho_s$             | $0.118 \pm 0.004$          | $0.070 \pm 0.007$          | $0.092 \pm 0.007$          | $0.113 \pm 0.007$          | $0.115 \pm 0.014$          |
| $t$ ( $\mu\text{m}$ )       | $112 \pm 16$               | $56 \pm 8$                 | $72 \pm 8$                 | $88 \pm 8$                 | $56 \pm 8$                 |
| $R$ (mm)                    | $1.565 \pm 0.032$          | $1.31 \pm 0.032$           | $1.31 \pm 0.032$           | $1.31 \pm 0.032$           | $0.735 \pm 0.032$          |
| $a$ moyen ( $\mu\text{m}$ ) | $272 \pm 32$               | $418 \pm 32$               | $400 \pm 32$               | $388 \pm 32$               | $233 \pm 16$               |
| $Z_m$                       | $\approx 5$                | 7.9                        | 8.2                        | 7.6                        | 7.8                        |
| $t/R$                       | $0.071 \pm 0.011$          | $0.043 \pm 0.007$          | $0.054 \pm 0.007$          | $0.067 \pm 0.007$          | $0.076 \pm 0.014$          |
| $a/R$ moyen                 | $0.174 \pm 0.024$          | $0.319 \pm 0.032$          | $0.306 \pm 0.032$          | $0.297 \pm 0.032$          | $0.324 \pm 0.029$          |
| $\theta$ moyen              | $10.9^\circ \pm 1.4^\circ$ | $18.6^\circ \pm 1.8^\circ$ | $17.8^\circ \pm 1.8^\circ$ | $17.3^\circ \pm 1.8^\circ$ | $18.9^\circ \pm 1.7^\circ$ |

Tab. VI.7 : Récapitulatif des paramètres structuraux des empilements mesurés par analyses d'images 3D.

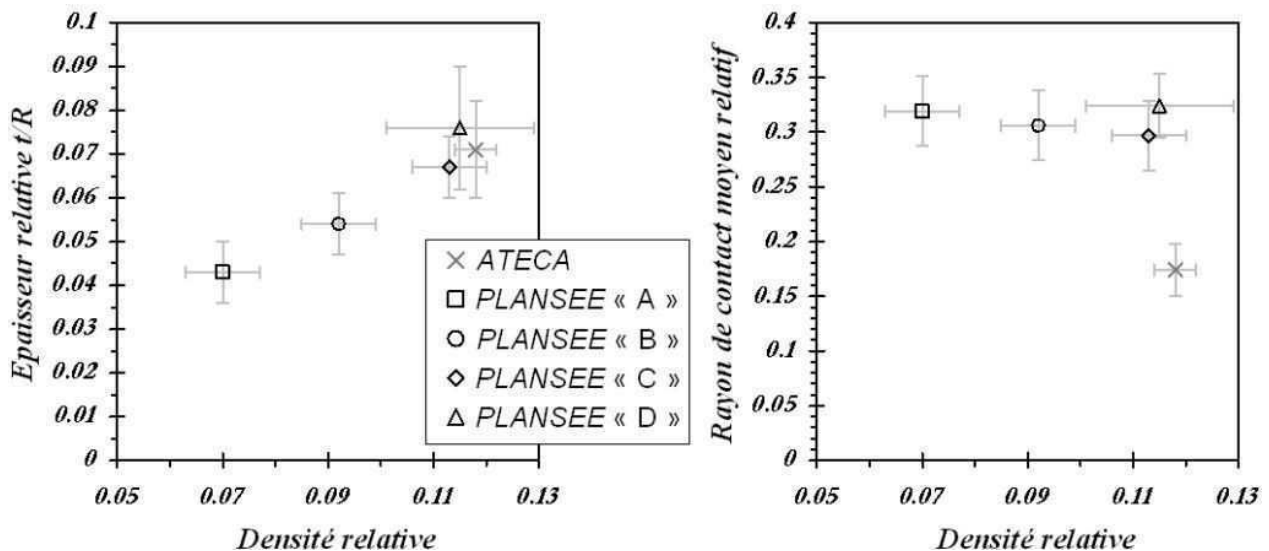


Fig. VI.20 : Épaisseur relative et rayon de contact relatif moyen en fonction de la densité relative des empilements.

Ces résultats apportent également des éléments de comparaison entre les différents empilements étudiés pendant la thèse. Au niveau de la densité relative les empilements *ATECA* et *PLANSEE C* et *D* ont approximativement même valeur  $\approx 0.115$  mais présentent une architecture interne différente en terme de taille et distribution des contacts.

Par ailleurs les spécimens *PLANSEE A*, *B* et *C* possèdent des caractéristiques de contact  $a/R$  et  $Z_m$  quasiment identiques ainsi que des sphères de même rayon. Dans ce cas ils diffèrent en terme de densité relative uniquement par la valeur de l'épaisseur des sphères.

## Conclusion

L'observation qualitative des images tomographiques ainsi que l'analyse numérique quantitative ont permis de caractériser précisément la structure et l'architecture des empilements de sphères creuses fournis par les fabricants *ATECA* et *PLANSEE*. Cette caractérisation permet d'une part de déterminer les paramètres structuraux qui décrivent les empilements mais également d'évaluer la qualité des procédés utilisés pour l'élaboration des différents matériaux.

Il ressort que les empilements fabriqués par *ATECA*, selon le procédé de dépôt électrochimique suivi d'un brasage des sphères, montrent une régularité structurale moindre que ceux fabriqués par *PLANSEE* par métallurgie des poudres. Les empilements *ATECA* présentent beaucoup plus de défauts au niveau de l'épaisseur des coques et des contacts entre sphères. Ceci témoigne d'un procédé encore insuffisamment maîtrisé. Le procédé de métallurgie des poudres de *PLANSEE* semble être beaucoup mieux contrôlé et fournit des empilements plus homogènes, de meilleure qualité structurale.





---

---

## Chapitre VII

# *Relations avec le procédé d'élaboration*

---

---

### Sommaire

---

|  |            |
|--|------------|
| <b>Introduction . . . . .</b>  | <b>158</b> |
| <b>1 De la fabrication à la structure des empilements . . . . .</b>  | <b>158</b> |
| 1.1 Dimensions des sphères . . . . .                                 | 158        |
| 1.2 Taille des contacts et nombre de coordination . . . . .          | 160        |
| <b>2 Bilan : comparaison <i>ATECA</i> / <i>PLANSEE</i> . . . . .</b> | <b>163</b> |
| <b>Conclusion . . . . .</b>  | <b>165</b> |

---

## Introduction

Les procédés de fabrication des sphères creuses et de leur assemblage sont responsables de la structure et de l'architecture finale des empilements. Dans une démarche de « *Materials by Design* » l'objectif est de pouvoir élaborer un matériau à la structure contrôlée pour obtenir les propriétés fixées par le cahier des charges qu'il doit remplir pour son application. Les procédés de fabrication doivent donc être parfaitement maîtrisés et il est indispensable d'établir les relations existantes entre les différentes phases et paramètres des procédés et la structure du matériau obtenu. Ce chapitre expose les relations qui ont pu être mises en évidence grâce à la caractérisation de l'architecture des empilements de sphères creuses.

## 1 De la fabrication à la structure des empilements

Comme spécifié au chapitre précédent la structure des empilements de sphères creuses est caractérisée par les dimensions des sphères (rayon  $R$  et épaisseur  $t$ ), la taille des contacts entre sphères (rayon  $a$  ou angle  $\theta$ ), et le nombre de contacts et leur distribution donnés par le nombre de coordination  $Z$  des sphères. Chacun de ces paramètres est le résultat d'une phase de l'élaboration, ils peuvent ainsi être contrôlés en agissant sur le procédé. Les deux types d'empilements en notre possession proviennent de deux procédés de fabrication différents. Pour rappel les sphères creuses de chez *ATECA* sont élaborées par dépôt électrochimique de nickel sur des mandrins de polystyrène expansé, puis assemblées par brasage-diffusion de nickel-bore. Les empilements *PLANSEE* sont quant à eux entièrement fabriqués par métallurgie des poudres. Ce procédé consiste à déposer des poudres d'acier sur des mandrins de polystyrène expansé qui sont ensuite compactés et assemblés par frittage. Plus de détails sur ces procédés ont été exposés au chapitre III.

### 1.1 Dimensions des sphères

#### 1) Rayon

Dans les deux procédés les sphères creuses sont fabriquées à partir d'un dépôt métallique sur un noyau en polystyrène expansé. Ce noyau est éliminé dans la suite du procédé mais initialement il sert de support pour les sphères creuses et impose le rayon de celles-ci. Comme schématisé sur la figure VII.1 les sphères creuses devraient avoir un rayon intérieur égal au rayon du mandrin de polystyrène utilisé. Ainsi le choix de la granulométrie des noyaux permet de maîtriser et de fixer la distribution de rayon des sphères dans l'empilement.

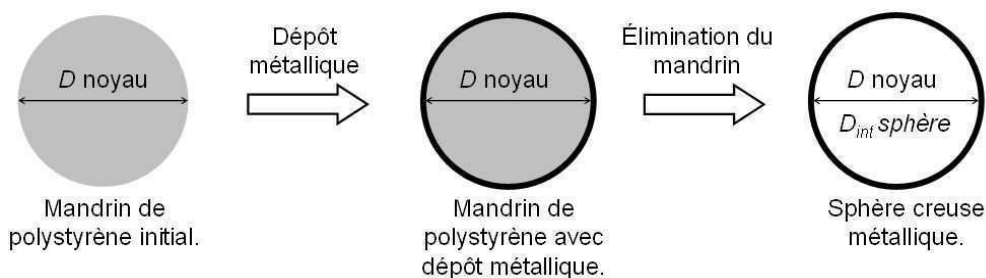


Fig. VII.1 : Schéma illustrant la taille des sphères creuses fixée par le rayon des noyaux de polystyrène.

En pratique dans le cas de la fabrication par métallurgie des poudres la phase de frittage induit une contraction qui a pour conséquence de diminuer le diamètre final des sphères creuses. Ce phénomène n'a pas été étudié lors de ces travaux mais a été mis en évidence par *PLANSEE* lors de la fabrication de leurs empilements. La figure VII.2, extrait d'un rapport technique interne de chez *PLANSEE* [59], illustre ces propos.

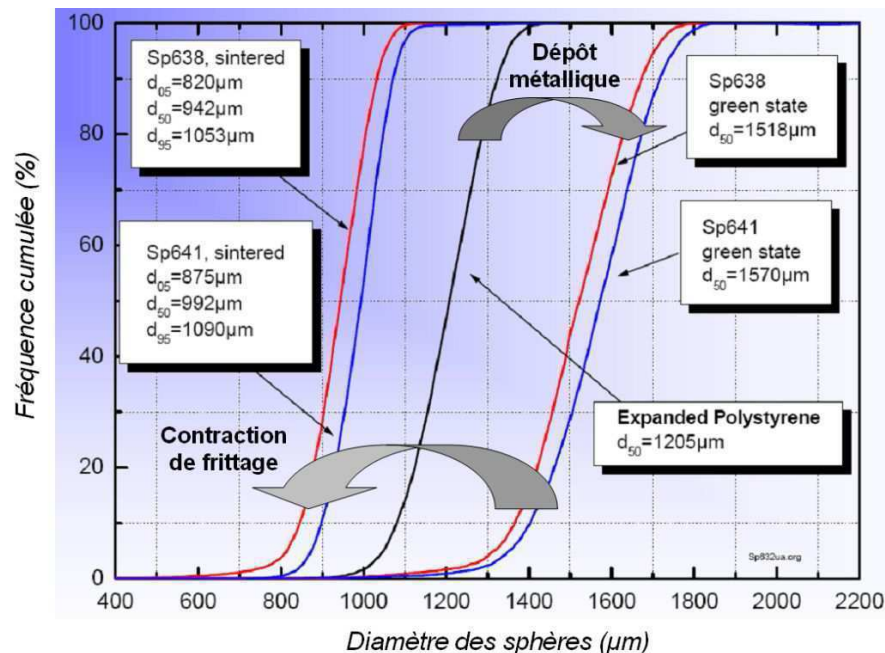


Fig. VII.2 : Réduction du diamètre des sphères suite à la contraction de frittage, extrait de [59].

Sur cet exemple les mandrins de polystyrène utilisés ont un diamètre de  $1.2 \pm 0.2$  mm (courbe centrale noire). Suite au dépôt de poudres les sphères à l'état « vert » (*green state*) montrent une distribution de diamètre autour de  $1.57$  mm (courbes de droite). Enfin à l'issue du frittage les sphères creuses obtenues ont un diamètre de  $0.9 \pm 0.1$  mm (courbes de gauche), soit une diminution d'environ 25% du diamètre des noyaux initiaux.

Il est donc important de garder à l'esprit que, pour la fabrication par métallurgie des poudres, les sphères creuses finales ont une taille inférieure aux mandrins utilisés, de l'ordre de 20% à 30%, à cause du retrait occasionné par l'étape de frittage.

## 2) Épaisseur

L'épaisseur des sphères creuses est déterminée par la quantité de métal, ou de poudres métalliques, déposée sur les mandrins de polystyrène. Cependant aucune étude précise n'a été effectuée, ni lors de ces travaux ni par les fabricants, sur les conditions et les paramètres de dépôt. Nous ne pouvons donc pas proposer de relation générale sur l'épaisseur des sphères obtenues.

L'analyse des images tomographiques a néanmoins permis de révéler que les procédés actuels ne donnent pas une épaisseur parfaitement homogène sur l'ensemble des sphères. Des fluctuations plus ou moins marquées sont observées. Elles apparaissent plus importantes sur les empilements *ATECA* (figure VI.4) mais existent également sur les sphères de chez *PLANSEE* (figure VI.3), comme il a été constaté dans le chapitre VI.

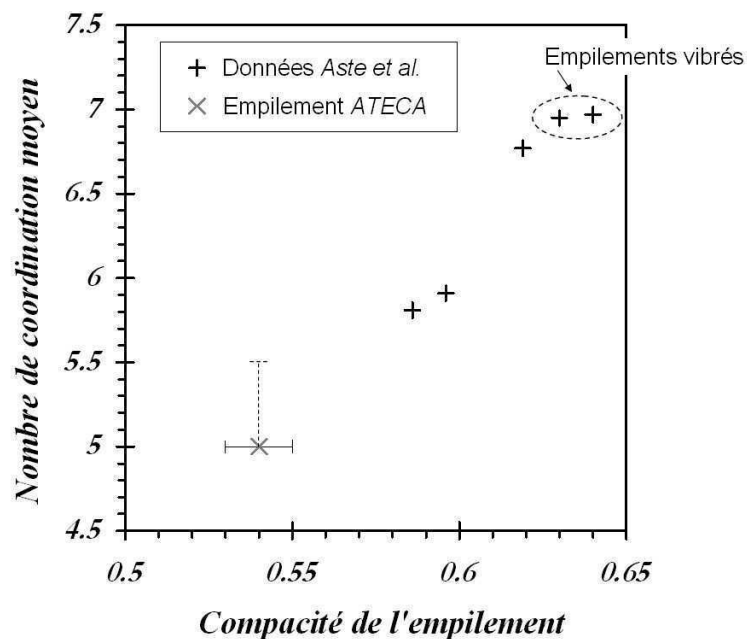
## 1.2 Taille des contacts et nombre de coordination

Comme nous l'avons spécifié au chapitre III la principale différence architecturale entre les deux types d'empilements réside dans la morphologie et la distribution des contacts entre les sphères. Cette différence provient des procédés d'élaboration utilisés et plus précisément de la présence ou non d'une phase de compaction des empilements avant l'assemblage des sphères.

### 1) Procédé ATECA

#### Nombre de coordination

Lors de la fabrication du matériau ATECA les sphères individuelles sont empilées dans un moule, l'arrangement s'effectue sous l'effet de la gravité et une vibration mécanique peut également être imposée afin de densifier l'empilement. Pour étudier la topologie des empilements obtenus il faut s'orienter vers la littérature sur les empilements aléatoires de sphères. Une synthèse bibliographique sur ce sujet est disponible dans la thèse de *Fady Mamoud* [88]. Il ressort principalement que la compacité de l'empilement et le nombre de coordination moyen sont liés et dépendent des conditions de réalisation des empilements. Nous retiendrons notamment les données expérimentales de *Aste et al.* [84], représentées sur la figure VII.3 qui trace le nombre de coordination moyen en fonction de la compacité pour différents empilements gravitaires monomodaux. Ces résultats montrent que la compacité s'étend approximativement de 0.58 à 0.64 pour un nombre de coordination moyen respectif de 5.8 à 7.0. Ces états dépendent de la manière dont sont réalisés les empilements, un réarrangement des sphères par une agitation mécanique permet par exemple une augmentation de la densité et du nombre de coordination. D'autres paramètres physiques entrent également en jeu comme le coefficient de frottement entre les sphères.



**Fig. VII.3 :** Nombre de coordination moyen en fonction de la densité d'empilements gravitaires. Données expérimentales de *Aste et al.* issues de [84] et caractéristiques de l'empilement ATECA déterminées par analyses d'images.

On constate que l'empilement ATECA se situe en-deça des données expérimentales de *Aste et al.* Nous avons néanmoins fait remarquer dans le chapitre précédent que pour cet empilement l'analyse

d'images sous-estime le nombre de coordination. De plus il est possible que le calcul de la compacité soit affecté par les sphères tronquées touchant les bords de l'échantillon. Les caractéristiques de l'empilement *ATECA* sont donc probablement décalées vers les premiers points de *Aste et al.*

Quoiqu'il en soit nous pouvons affirmer que les empilements *ATECA* possèdent une compacité et nombre de coordination moyen relativement faibles. Ces deux paramètres pourraient être sensiblement augmentés en effectuant une agitation mécanique des empilements avant de réaliser le brasage des sphères.

### Taille des contacts

Les contacts entre sphères dans l'empilement gravitaire sont quasiment ponctuels. Leur consolidation est réalisée par un procédé de brasage-diffusion qui introduit un ajout de matière sous forme d'un ménisque de brasure au voisinage du point de contact entre deux sphères. La taille de ce ménisque dépend alors de la quantité de brasure apportée et des conditions physico-chimique du procédé (propriétés de mouillage, cycle thermique imposé).

Aucune information sur ces paramètres du procédé n'a été indiquée et les relations avec les tailles de contact mesurées n'ont donc pas pu être étudiées. L'analyse d'images a néanmoins permis de mettre en évidence la mauvaise régularité de morphologie et de taille des contacts dans l'empilement *ATECA*. De plus d'importants défauts sont observés (figure VI.7) ce qui indique que le procédé d'assemblage des sphères par brasage-diffusion est encore insuffisamment contrôlé.

## 2) Procédé *PLANSEE*

Après l'empilement des sphères individuelles à l'état « vert », les matériaux *PLANSEE* subissent une phase de compaction dans le but d'augmenter l'aire de la zone de contact entre les sphères. Pour étudier l'architecture des empilements obtenus il faut dans ce cas considérer la littérature sur la compaction d'empilements aléatoires. Une synthèse bibliographique sur la densification de poudres sphériques a été effectuée par *Ariane Marmottant* pendant sa thèse [4]. Lors de la compaction les sphères s'indentent mutuellement ce qui implique un aplatissage de la zone de contact corrélé à une augmentation de la densité de l'empilement ainsi que du nombre de coordination. Des modèles décrivant l'évolution de l'aire de contact et du nombre de coordination en fonction de la densité existent dans le cas d'une compaction isotrope. Ils reposent sur des considérations géométriques [86] et micromécaniques [127] mais sont relativement limités car ils ne prennent généralement pas en compte le réarrangement des sphères. Des simulations numériques par éléments discrets permettent d'étudier plus précisément l'évolution de ces paramètres [118] en prenant en compte la physique du problème, comme le coefficient de frottement ou les propriétés élastoplastiques des sphères.

La figure VII.4 représente l'évolution, calculée par simulations numériques discrètes, du nombre de coordination moyen en fonction de la densité de l'empilement pour deux densités initiales 0.6 (gris clair) et 0.64 (gris foncé) et deux valeurs de coefficient de frottement entre sphères  $f = 0$  (trait fort) et  $f = 0.2$  (trait fin). La figure VII.5(a) trace l'évolution du rayon de contact moyen en fonction de la densité de l'empilement dans les mêmes conditions. Pour ces simulations les propriétés élastoplastiques des sphères correspondent à celles du polystyrène expansé dont sont constitués les mandrins dans le procédé d'élaboration *PLANSEE* (cf. tableau V.1). Les valeurs expérimentales mesurées par analyses d'images sur les quatre spécimens *PLANSEE* sont également reportées. Enfin la figure VII.5(b) compare les distributions de rayon des contacts obtenues par simulation numérique sur un empilement aléatoire et par analyses d'images sur le spécimen *PLANSEE B*.

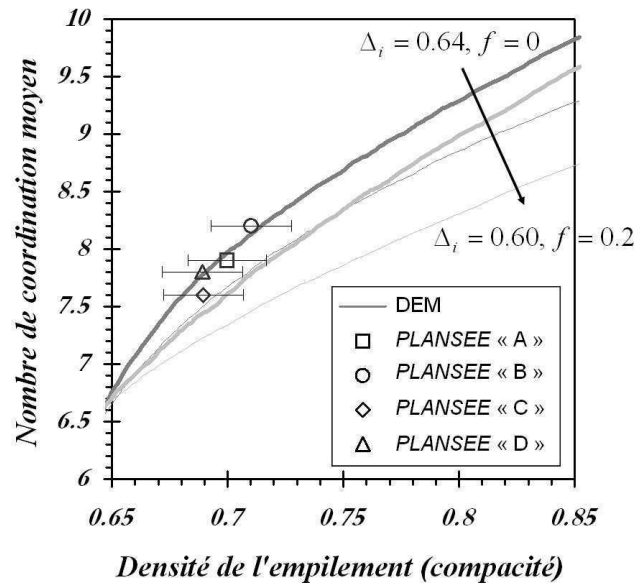


Fig. VII.4 : Évolution calculée par simulation numérique (DEM) du nombre de coordination moyen en fonction de la densité lors de la compaction isotrope d'empilements aléatoires. Caractéristiques des empilements PLANSEE déterminées par analyses d'images.

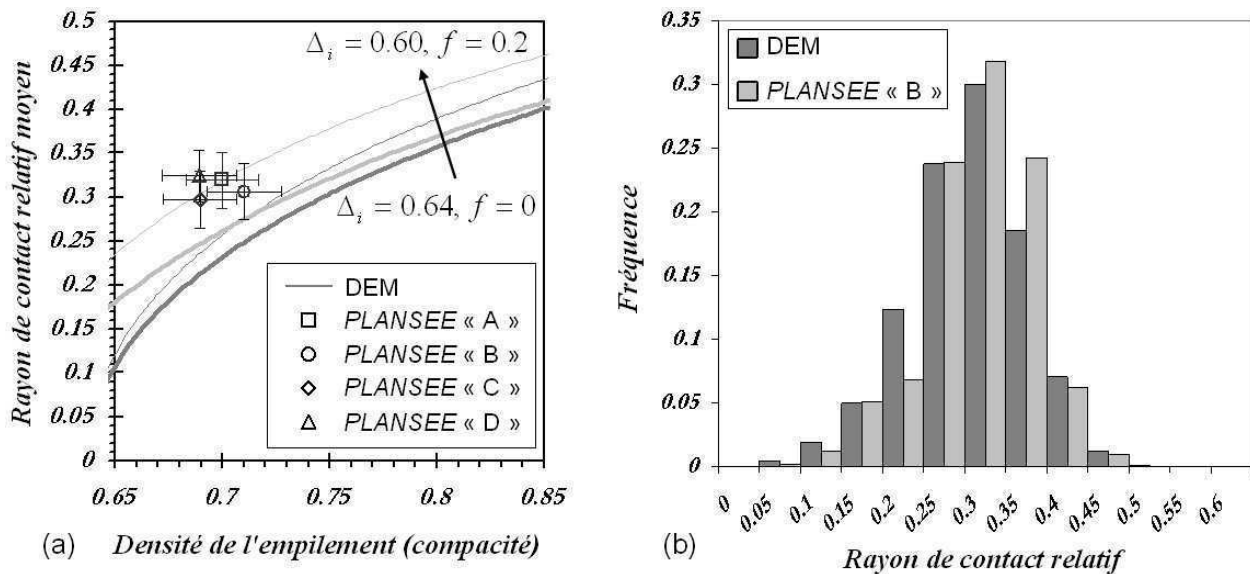


Fig. VII.5 : (a) Évolution calculée par simulation numérique (DEM) du rayon de contact relatif moyen en fonction de la densité lors de la compaction isotrope d'empilements aléatoires. Caractéristiques des empilements PLANSEE déterminées par analyses d'images. (b) Comparaison de la distribution de rayon des contacts relatifs.

On constate que pour le nombre de coordination moyen les mesures expérimentales des empilements PLANSEE se situent sur la frontière supérieure du fuseau calculé par les simulations de compaction. L'analyse d'images semble donc surestimer légèrement le nombre de contacts dans l'empilement ce qui peut être du, entre autre, à un effet de voxelisation et/ou de seuillage. Le bon accord avec les données numériques reste néanmoins tout à fait manifeste.

De même pour le rayon relatif des contacts, les mesures par analyses d'images se positionnent sur le haut du fuseau des résultats numériques. A noter que dans les simulations la taille de contact dépend principalement du coefficient d'écroutissage donné pour le matériau constituant les sphères. Ce facteur ajouté aux effets de voxelisation et de seuillage en analyse d'images peuvent expliquer

les différences observées. Cependant la correspondance entre mesures expérimentales et simulations numériques est encore très acceptable.

Ces résultats mettent en évidence la relation entre la compaction des empilements lors de l'élaboration et les caractéristiques structurales des contacts données par la distribution de taille et le nombre de coordination. On en conclut alors que pour les empilements *PLANSEE* les paramètres structuraux des contacts sont la conséquence directe de la compaction des empilements avant le frittage. Dans ce cas le nombre de coordination et la distribution de taille des contacts ne sont pas indépendants et sont fixés par le degré de compaction imposé. Il est alors possible de maîtriser la distribution de taille et le nombre de coordination des empilements par l'intermédiaire du contrôle de cette étape de compaction dans le procédé d'élaboration. Il est ainsi envisageable de produire les matériaux à la structure préalablement fixée.

## 2 Bilan : comparaison *ATECA* / *PLANSEE*

Suite aux travaux effectués sur la caractérisation structurale des empilements nous pouvons établir une évaluation et une comparaison des deux types de matériaux étudiés et de leur procédé d'élaboration respectif. Les différents paramètres structuraux et architecturaux des sphères et des contacts sont considérés et les constatations et conclusions obtenues sont synthétisées dans les tableaux VII.1 ci-dessous.

| RAYONS DES SPHÈRES |   |
|--------------------|---|
| <i>ATECA</i>       | Distribution étroite. Ils sont contrôlés par la distribution de taille des mandrins de polystyrène utilisés au départ de la fabrication des sphères creuses.  |
| <i>PLANSEE</i>     | Distribution étroite. Ils sont contrôlés par la distribution de taille des mandrins de polystyrène utilisés au départ de la fabrication des sphères creuses.  |
| Conclusion         | Ils sont très homogènes dans les deux matériaux. Pour les deux procédés ils sont imposés par la distribution de taille des mandrins de polystyrène utilisés. Cette étape du procédé est bien maîtrisée. |

| ÉPAISSEUR DES SPHÈRES |   |
|-----------------------|---|
| <i>ATECA</i>          | Distribution assez large. Des défauts d'homogénéité sur une même sphère sont souvent présents. L'épaisseur des sphères est contrôlée par la quantité de nickel déposé sur les mandrins de polystyrène.  |
| <i>PLANSEE</i>        | Distribution étroite. On observe cependant des fluctuations locales sur une même sphère. L'épaisseur des sphères est contrôlée par la quantité de poudres métalliques déposées sur les mandrins de polystyrène.   |
| Conclusion            | Les empilements <i>PLANSEE</i> présentent une distribution d'épaisseur plus étroite que les empilements <i>ATECA</i> . Ils font également preuve de moins de défauts, ce qui indique une meilleure maîtrise du procédé par métallurgie des poudres par rapport au procédé de dépôt électrochimique. |



| NOMBRE DE COORDINATION MOYEN |   |
|------------------------------|---|
| <i>ATECA</i>                 | Il correspond à un empilement aléatoire peu dense. Il est imposé par les conditions de réalisation des empilements. Il est possible de l'augmenter en effectuant une agitation mécanique des empilements avant leur assemblage.   |
| <i>PLANSEE</i>               | Il suit une loi de compaction isotrope. Il peut être augmenté ou diminué en fonction du niveau de compaction imposé lors de la fabrication des empilements.   |
| Conclusion                   | Les empilements <i>PLANSEE</i> possèdent un nombre de coordination moyen supérieur aux empilements <i>ATECA</i> car ils subissent une compaction lors de leur fabrication. Pour les matériaux <i>ATECA</i> un $Z_m$ d'environ 7 peut être atteint en effectuant une vibration des empilements avant leur assemblage. Pour les empilements <i>PLANSEE</i> le $Z_m$ est ajustable sur une large plage, d'environ 7 à plus de 9, en agissant sur le niveau de compaction avant frittage. A noter également que pour les empilements compactés <i>PLANSEE</i> le nombre de coordination moyen est lié à la taille des contacts. |

| MORPHOLOGIE ET TAILLE DES CONTACTS |   |
|------------------------------------|---|
| <i>ATECA</i>                       | Ils montrent globalement une forme arrondie qui correspond à un ménisque de brasure formé lors de l'assemblage de l'empilement. La distribution de taille est importante et de nombreux défauts sont observés, certains pouvant être très sévères. Ceci indique que le procédé d'assemblage des sphères par brasage-diffusion n'est pas encore suffisamment maîtrisé pour assurer une bonne régularité de la structure des contacts.  |
| <i>PLANSEE</i>                     | Ils montrent une forme aplatie due à la compaction de l'empilement. Leur morphologie est très régulière dans tout l'empilement et très peu de défauts sont observés. La distribution de taille suit assez correctement les résultats de compaction isotrope de particules sphériques. Le procédé de métallurgie des poudres assure une bonne homogénéité de la structure des contacts.  |
| Conclusion                         | Les empilements <i>ATECA</i> montrent beaucoup de défauts au niveau des contacts, le procédé d'assemblage par brasage-diffusion n'est pas suffisamment maîtrisé pour envisager de contrôler la taille des contacts lors de l'élaboration. Les empilements <i>PLANSEE</i> ont des contacts très réguliers de morphologie constante et dont la distribution de taille suit une loi de compaction isotrope de particules sphériques. Il est ainsi possible de contrôler la distribution de taille dans l'empilement en agissant sur le niveau de compaction avant frittage. A noter que dans ce cas la taille des contacts est liée au nombre de coordination de l'empilement. |

**Tab. VII.1** : Synthèse de la comparaison de la structure et de l'architecture des empilements *ATECA* et *PLANSEE*.

## Conclusion

L'analyse des images de tomographie aux rayons X a permis d'établir des relations entre l'architecture des empilements et leur procédé d'élaboration. Chaque paramètre structural est lié à une étape de la fabrication et selon la maîtrise des procédés il est possible de contrôler plus ou moins précisément la structure des empilements obtenus. Le procédé de dépôt électrochimique et d'assemblage par brasage-diffusion utilisé par *ATECA* est source de nombreux défauts sur les épaisseurs des coques et sur les contacts entre les sphères. Le contrôle de la taille des contacts n'est pas possible par cette voie de fabrication. L'élaboration par métallurgie des poudres, utilisée par *PLANSEE*, s'avère nettement plus performante. Les empilements sont plus homogènes et montrent beaucoup moins de défauts structuraux. De plus il est possible de contrôler la distribution de taille des contacts et le nombre de coordination moyen par l'intermédiaire de la compaction des empilements avant la phase finale de frittage.

Dans la démarche de développement de matériau sur mesure, où l'on cherche à fabriquer des empilements de sphères creuses aux paramètres structuraux fixés par les propriétés à atteindre, le procédé d'élaboration par métallurgie des poudres apparait le plus adapté.



---

**Caractérisation mécanique : de  
l'architecture du matériau à son  
comportement mécanique**

---



---

---

## Chapitre VIII

# *Mécanismes de déformation à l'échelle de la mésostructure*

---

---

### Sommaire

---

|  |            |
|--|------------|
| <b>Introduction</b> . . . . .  | <b>170</b> |
| <b>1 Résultats expérimentaux par tomographie X</b> . . . . .           | <b>170</b> |
| 1.1 Apparence globale . . . . .  | 170        |
| 1.2 Identification qualitative des mécanismes de déformation . . . . . | 172        |
| 1.3 Bilan sur les mécanismes de déformation . . . . .                  | 177        |
| <b>2 Modélisation de deux sphères creuses en contact</b> . . . . .     | <b>178</b> |
| 2.1 Analyse des mécanismes de déformation . . . . .                    | 178        |
| 2.2 Influence des paramètres structuraux . . . . .                     | 183        |
| 2.3 Interprétations et discussions . . . . .                           | 184        |
| <b>Conclusion</b> . . . . .  | <b>185</b> |

---

## Introduction

Ce chapitre présente les résultats obtenus sur l'étude du comportement mécanique local et des mécanismes qui gouvernent la déformation du matériau à l'échelle des sphères. Tout d'abord une approche expérimentale a été menée par des essais de compression *in-situ* en tomographie aux rayons X. L'analyse qualitative des images obtenues permet une identification des modes de déformation au cœur des échantillons testés. Puis une modélisation numérique du comportement en compression de deux sphères creuses en contact a été réalisée afin d'analyser la déformation des sphères et d'étudier l'influence des paramètres structuraux sur le comportement local.

## 1 Résultats expérimentaux par tomographie X

Les mécanismes de déformation locaux sont étudiés par des essais de compression *in-situ* en tomographie aux rayons X comme exposé au chapitre IV. Les deux types d'empilements *PLANSEE* et *ATECA* sont testés et analysés, ce qui permet d'étudier l'effet de la différence de structure, notamment de la morphologie des contacts, sur les phénomènes qui gouvernent la déformation des empilements. Pour cette étude nous nous limitons aux premiers stades de la plasticité du matériau, c'est à dire à des déformations macroscopiques inférieures à 30%.

### 1.1 Apparence globale

Les figures VIII.1 et VIII.2 montrent respectivement les images obtenues par tomographie aux rayons X de la déformation tridimensionnelle d'un échantillon *PLANSEE* et *ATECA*. Trois niveaux de déformation macroscopique sont représentés, l'empilement initial  $\varepsilon = 0$  suivi des états déformés à  $\varepsilon \approx 6\%$  et  $\varepsilon \approx 20\%$ .

On remarque que la déformation est globalement assez homogène dans l'empilement, il n'apparaît pas de zone ni de bande de localisation très marquée. Il faut cependant noter que sur ces images nous n'observons quasiment que les sphères sur les bords de l'échantillon qui ne reflètent pas le comportement de celles au cœur de l'empilement. La tomographie présente l'avantage d'obtenir des images de la totalité du volume des échantillons et ainsi de pouvoir visualiser l'intérieur des empilements. Les coupes 2D sur les figures VIII.1 et VIII.2 montrent des images de la déformation au cœur de l'échantillon pour les deux matériaux *PLANSEE* et *ATECA*. Sur ces images la coupe des sphères est « virtuelle » pour la visualisation.

L'analyse des images des sphères à l'intérieur de l'empilement pour différentes valeurs de déformation permet de suivre et d'identifier de manière qualitative les mécanismes intervenant dans l'effondrement des cellules.

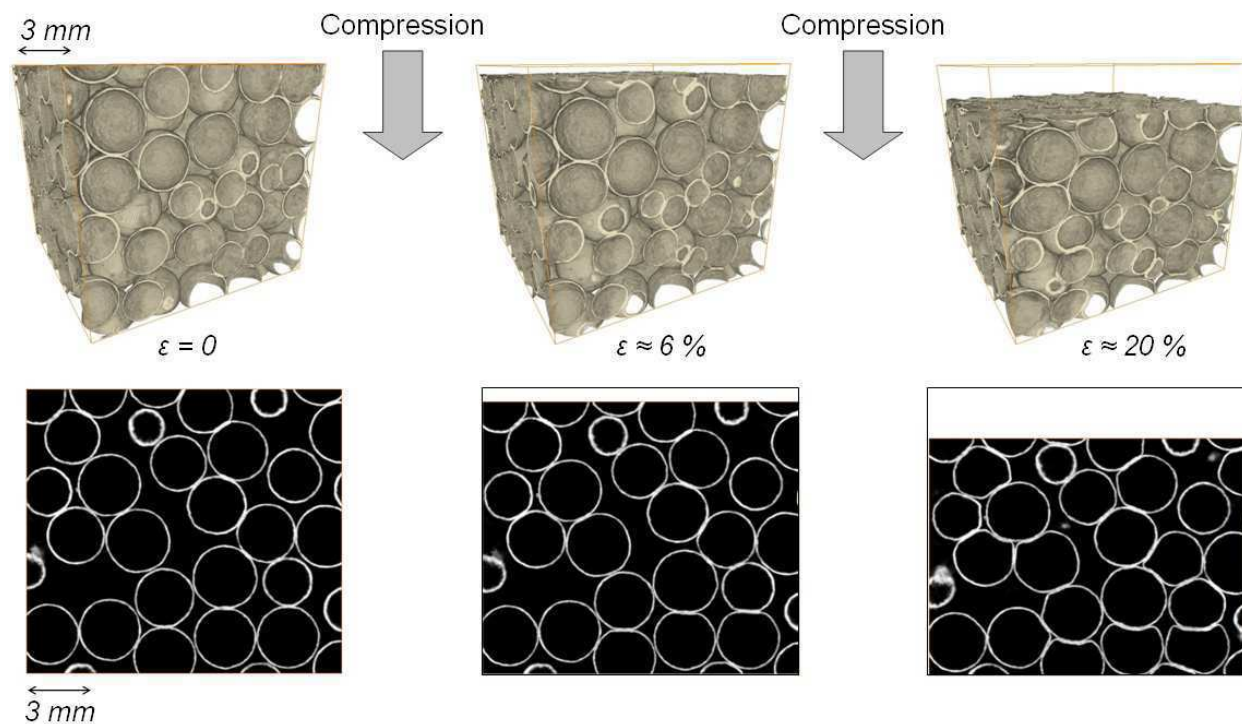


Fig. VIII.1 : Visualisation tomographique de la déformation in-situ d'un empilement PLANSEE. Images 3D de l'échantillon (haut) et coupes 2D au cœur de l'empilement (bas).

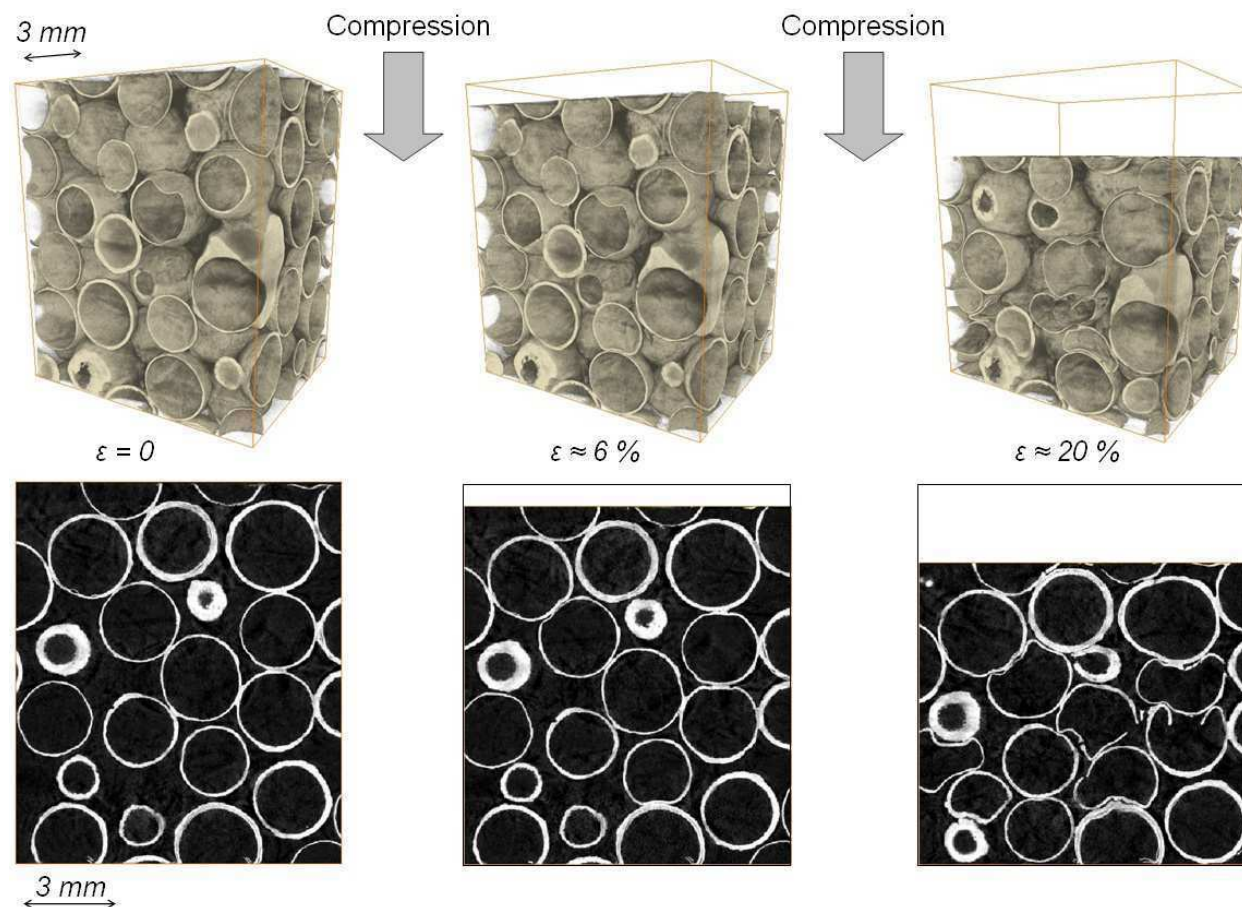


Fig. VIII.2 : Visualisation tomographique de la déformation in-situ d'un empilement ATECA. Images 3D de l'échantillon (haut) et coupes 2D au cœur de l'empilement (bas).



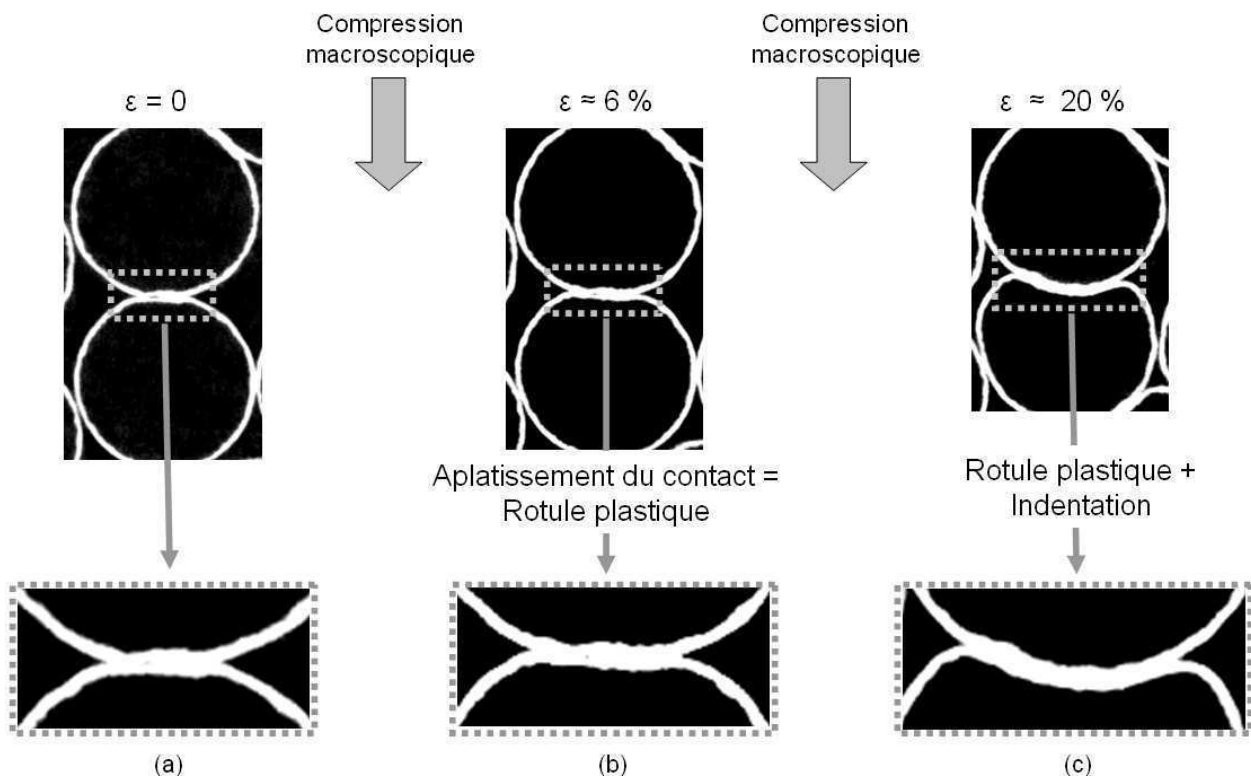
## 1.2 Identification qualitative des mécanismes de déformation

### 1) Déformation des sphères

Pour étudier les mécanismes qui dirigent la déformation dans l'empilement nous nous sommes intéressés aux couples de sphères en contact présentant une morphologie et une structure de bonne qualité. Nous reviendrons par la suite sur le cas des défauts et des irrégularités. De plus nous nous limitons à analyser les sphères dont l'axe « centres-contact » est aligné avec la déformation macroscopique, c'est à dire aux sphères sollicitées en compression au contact. Il faut noter que cette configuration est celle qui engendre le plus souvent l'effondrement des cellules.

L'analyse des images des sphères qui regroupent ces conditions met en évidence deux étapes successives de la déformation : développement d'une **rotule plastique au contact** suivi de **l'indentation d'une sphère** par sa voisine.

Pour les empilements *PLANSEE* on relève tout d'abord une flexion des parois qui implique l'aplatissement de la zone de contact comme le montre la figure VIII.3(b). Cette déformation s'effectue par le développement d'une rotule plastique au niveau du contact. Puis avec l'augmentation de la déformation macroscopique on observe ensuite l'indentation d'une sphère par sa voisine, illustrée sur la figure VIII.3(c).



**Fig. VIII.3 :** Mécanismes de déformation d'un empilement *PLANSEE* (a) État initial. (b) Aplatissement du contact par la formation d'une rotule plastique ( $\varepsilon \approx 6\%$ ). (c) Indentation de la sphère par sa voisine ( $\varepsilon \approx 20\%$ ).

Pour l'empilement *ATECA* on remarque également une flexion des parois au niveau du col de contact résultant de la formation d'une rotule plastique. Cette flexion est plus ou moins marquée selon la taille du contact qui permet ou non le développement de la rotule plastique. Elle est ensuite suivie par l'indentation d'une sphère par sa voisine. La figure VIII.4 montre un contact de

grande taille autour duquel peut se créer une rotule plastique avant l'indentation de la sphère. A l'inverse, sur la figure VIII.5, on observe un petit contact qui lors de la déformation ne permet pas le développement de la rotule plastique et laisse très rapidement la place à l'indentation de la sphère.

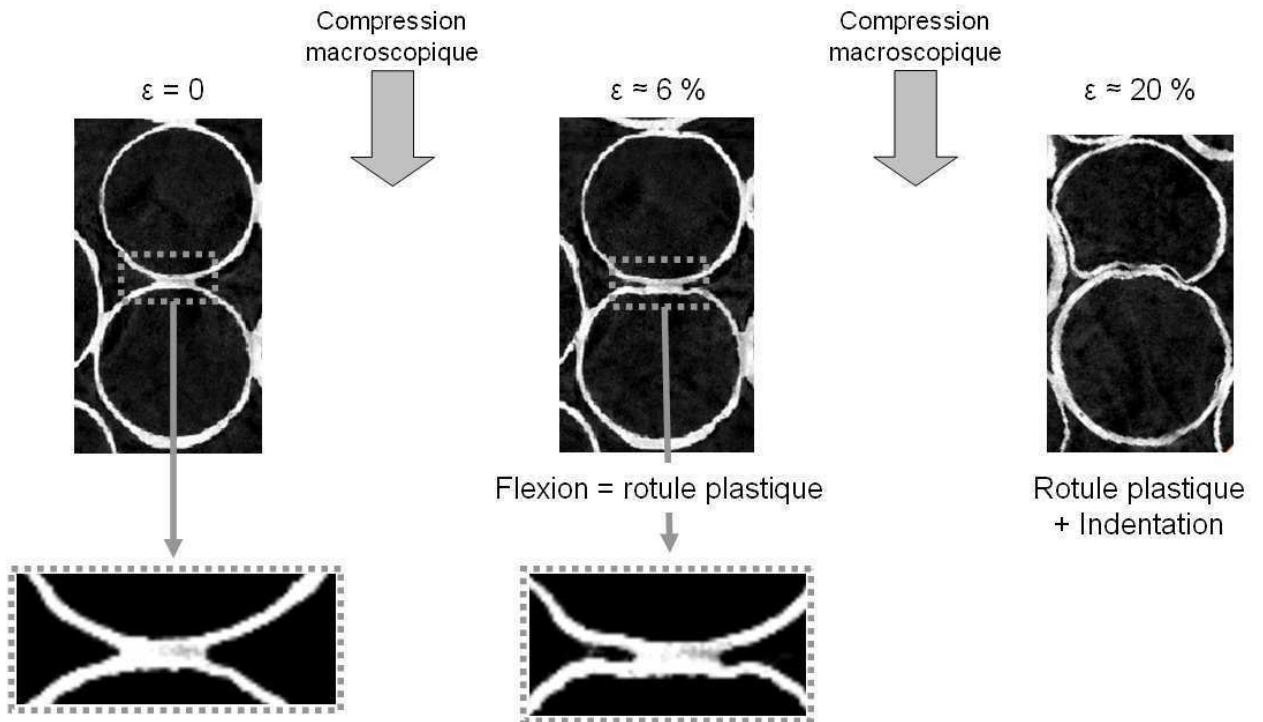


Fig. VIII.4 : Mécanismes de déformation d'un empilement ATECA. La taille du contact permet le développement d'une rotule plastique ( $\epsilon \approx 6\%$ ) avant l'indentation de la sphère ( $\epsilon \approx 20\%$ ).

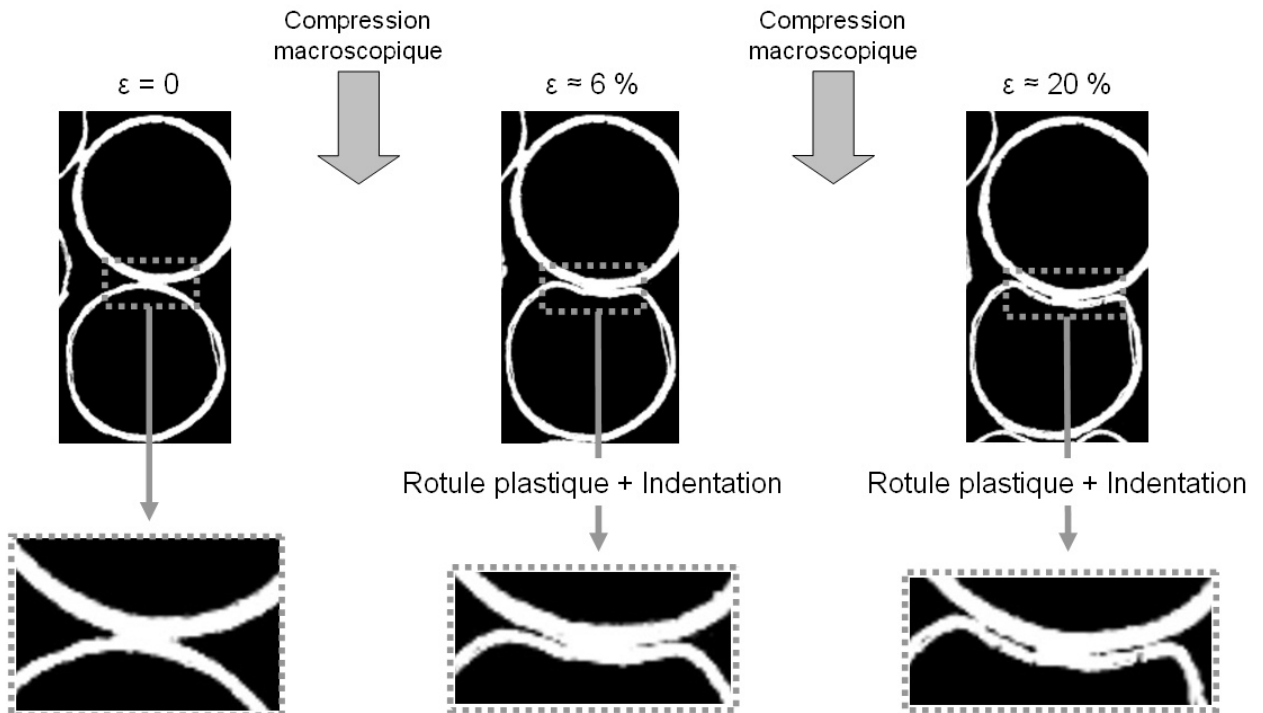


Fig. VIII.5 : Mécanismes de déformation d'un empilement ATECA. La petite taille de contact n'autorise pas le développement d'une rotule plastique au contact et la sphère est rapidement indentée ( $\epsilon \approx 6\%$ ).

Ainsi les mêmes types de mécanismes entrent en jeu en début de déformation, pour  $\varepsilon \leq 30\%$ , pour les deux matériaux *PLANSEE* et *ATECA*. Celle-ci se localise tout d'abord au niveau du contact entre les sphères où le développement d'une rotule plastique induit une flexion des parois (empilement *ATECA*) et un aplatissement du contact (empilement *PLANSEE*). Avec l'augmentation de la déformation macroscopique une des sphères subit ensuite une indentation par sa voisine qui reste quasiment intacte.

Enfin on peut signaler qu'avec la déformation macroscopique croissante on constate de nombreuses zones de rupture des coques et des contacts dans les empilements *ATECA* contrairement aux empilements *PLANSEE* qui, même à très grande déformation ( $\varepsilon > 50\%$ ), montrent une bonne ductilité des sphères. Ceci est illustré sur la figure VIII.6.

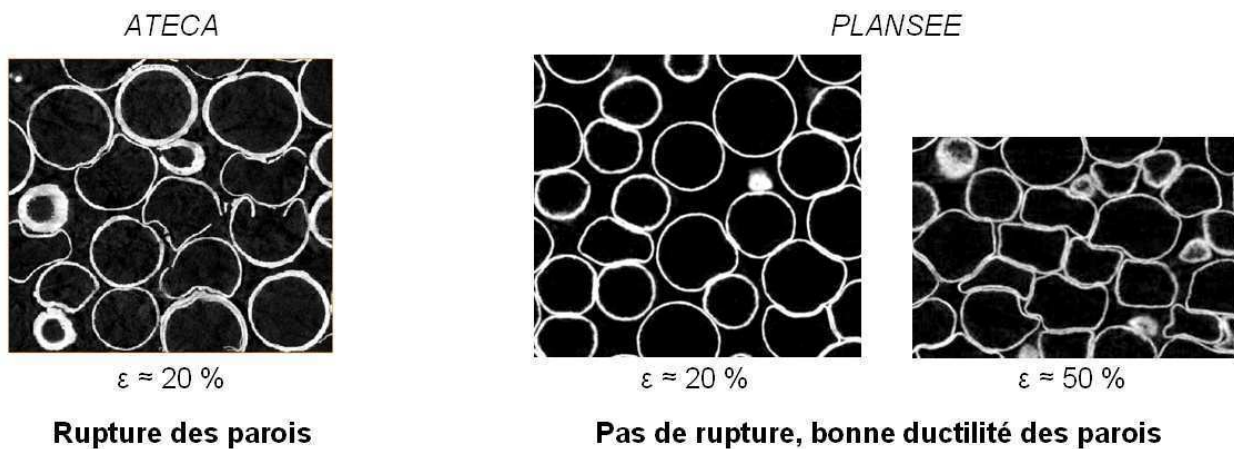


Fig. VIII.6 : Coupes 2D d'un empilement *ATECA* à  $\varepsilon \approx 20\%$  et d'un empilement *PLANSEE* à  $\varepsilon \approx 20\%$  et  $50\%$  mettant en évidence dans un cas la rupture des parois et dans l'autre la bonne ductilité des sphères.

## 2) Déformation de l'empilement

Parallèlement à la déformation individuelle de chaque sphère on observe également une évolution de l'architecture et de l'organisation spatiale de l'empilement. L'analyse de la déformation d'un échantillon dans son ensemble indique que les sphères tendent à **comblent les espaces libres** entre elles. Ceci témoigne d'un réarrangement des sphères qui se traduit tout d'abord par une **diminution de la porosité ouverte** puis, avec la déformation croissante, par la **création de nouveaux contacts** entre sphères.

Ces phénomènes sont illustrés sur les figures VIII.7 et VIII.8 qui représentent le suivi jusqu'à  $30\%$  de déformation macroscopique d'une coupe dans l'empilement et de trois sphères isolées dont celle du centre est initialement en contact avec la sphère du haut.

Ces images mettent en évidence la réduction du volume libre dans l'empilement, illustré par la zone grisée sur les coupes, dès le début de la déformation alors que les sphères sont encore très peu déformées. On observe ensuite sur les images 3D des trois sphères isolées que la sphère centrale entre en contact avec celle bas vers  $30\%$  de déformation macroscopique alors qu'elles étaient initialement distantes. Ceci montre qu'avec l'augmentation de la déformation macroscopique la réorganisation de l'empilement provoque la création de nouveaux contacts entre sphères.

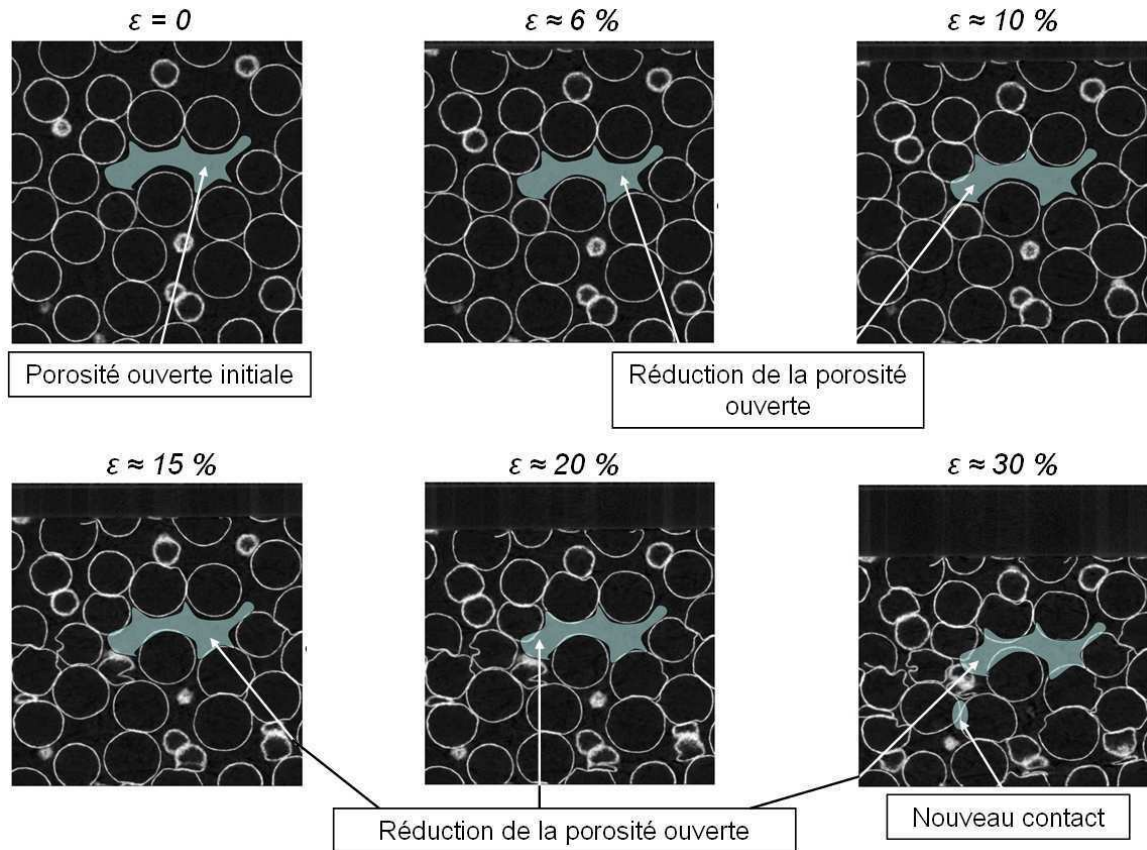


Fig. VIII.7 : Déformation d'un empilement PLANSEE jusqu'à une déformation macroscopique de 30%. Suivi d'une coupe au cœur de l'échantillon.

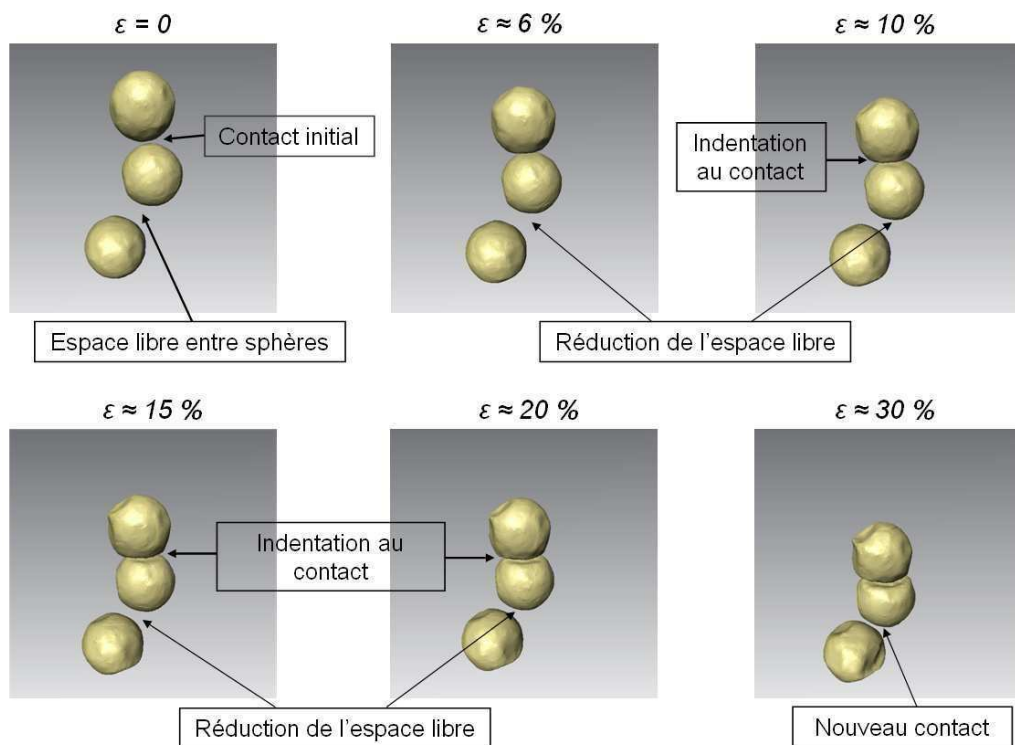


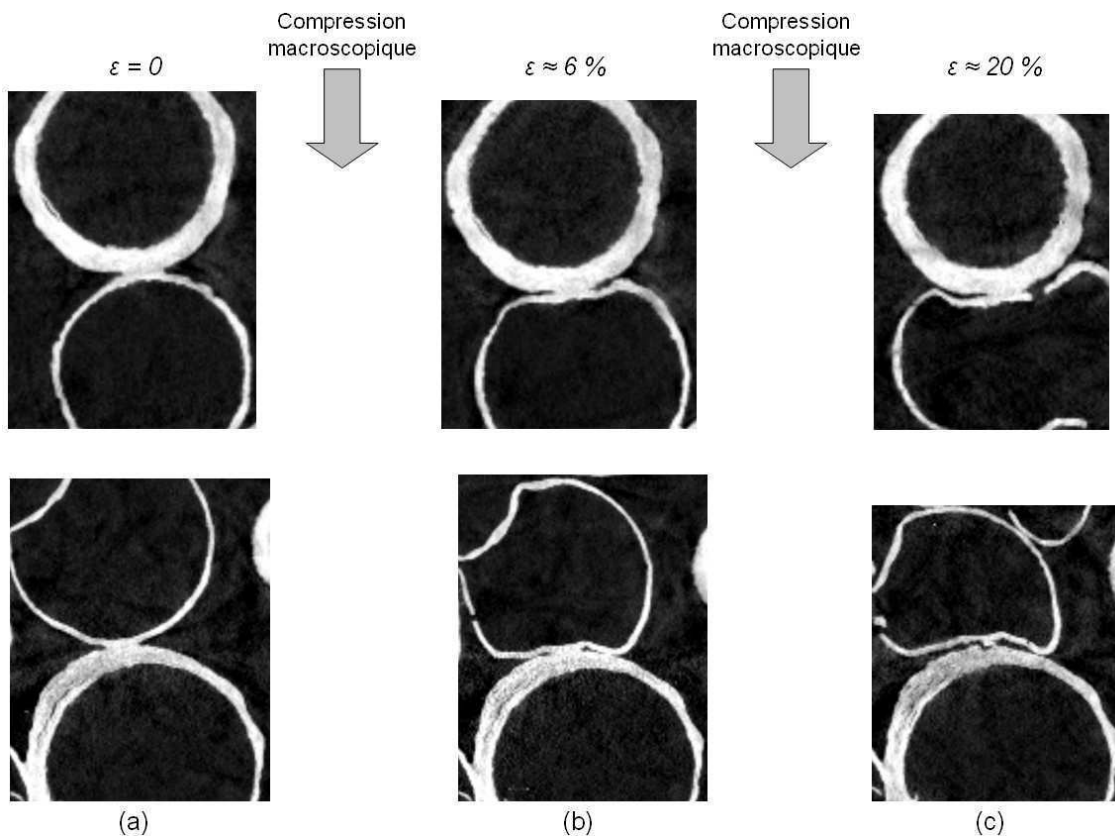
Fig. VIII.8 : Déformation d'un empilement PLANSEE jusqu'à une déformation macroscopique de 30%. Suivi de trois sphères isolées au cœur de l'échantillon. À noter que les sphères sont représentées par leur volume intérieur, c'est pourquoi les zones de contact n'apparaissent pas.

### 3) Cas des irrégularités et des défauts dans les empilements

La caractérisation de l'architecture au chapitre VI a montré que les empilements *PLANSEE* présentent une structure avec peu de défauts. Les sphères sont homogènes en taille et en épaisseur et tous les contacts ont la même morphologie aplatie malgré leur distribution de taille. Ainsi lors de la déformation on retrouve bien dans tout l'empilement les mécanismes observés auparavant.

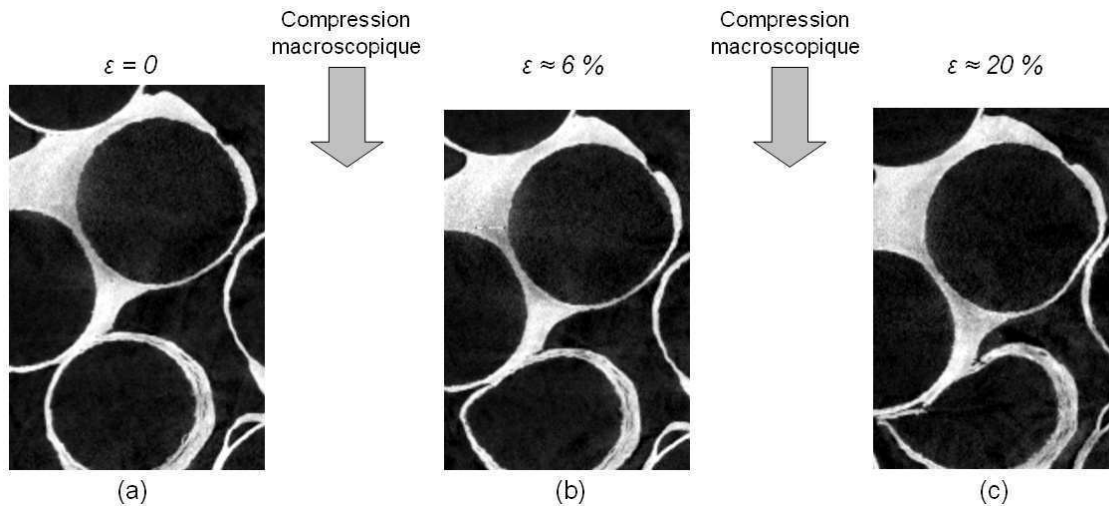
En revanche pour l'empilement *ATECA* les défauts sont plus nombreux et la déformation de ces zones se comporte différemment du cas considéré auparavant.

Les épaisseurs peuvent varier d'une sphère à l'autre et ainsi modifier fortement la rigidité effective de chaque paroi. Ce cas, illustré sur la figure VIII.9, montre que quand la différence d'épaisseur est importante seule la sphère la plus fine subit la rotule plastique autour du contact puis se fait indenter. La sphère plus épaisse reste quant à elle quasiment indéformée. De plus on observe très fréquemment dans ce cas une rupture précoce de la sphère fine au niveau du contact.



**Fig. VIII.9 :** Suivi de déformation de deux sphères d'un empilement *ATECA* présentant une différence d'épaisseur importante. On constate que la sphère épaisse reste quasiment indéformée à  $\varepsilon \approx 20\%$  alors que la sphère fine montre tout d'abord une rotule plastique au contact puis une indentation avec rupture au contact.

Au niveau des contacts on retrouve des irrégularités sur la morphologie et sur les tailles, le cas le plus défavorable présentant un amas massif de brasure au lieu d'un ménisque arrondi. Cette situation est illustrée sur la figure VIII.10. Dans ce cas la rigidité de la zone du défaut est telle qu'elle se déforme très peu en comparaison des sphères qui l'entourent.



**Fig. VIII.10 :** Suivi de déformation d'une zone présentant un important défaut au contact dans un empilement ATECA.

Pour l'empilement ATECA les mécanismes observés auparavant sur les deux sphères en contact ne sont donc valables que dans les cas favorables de structure sans défaut important. Les zones d'irrégularités et d'anomalies structurales viennent perturber le comportement mécanique local des cellules et vont rendre difficile sa modélisation.

### 1.3 Bilan sur les mécanismes de déformation

L'analyse qualitative des images de la déformation des empilements de sphères creuses obtenues par compression *in-situ* en tomographie aux rayons X a permis d'identifier les phénomènes et mécanismes qui gouvernent la déformation du matériau. Les résultats obtenus indiquent que les sphères subissent individuellement une déformation locale (1.) qui a lieu parallèlement à une déformation plus globale correspondant à une évolution de l'architecture de l'empilement (2.).

#### 1. Déformation individuelle des sphères dans l'empilement :

- Initialement la déformation se localise au voisinage des contacts où une rotule plastique se développe entraînant une flexion des parois (empilement ATECA) et un aplatissement de la zone de contact (empilement PLANSEE).
- Avec l'augmentation de la déformation macroscopique la localisation au contact évolue en une indentation d'une sphère par sa voisine. C'est le début de l'effondrement total de la sphère.

#### 2. Réorganisation architecturale de l'ensemble de l'empilement :

- Réduction du volume libre dans l'empilement, c'est à dire de la porosité ouverte, tout au long de la déformation.
- Création de nouveaux contacts entre sphères au fur et à mesure de la diminution des espaces libres dans l'empilement.

Ces résultats sont valables dans l'ensemble des empilements *PLANSEE* car ils présentent une grande homogénéité structurale. En revanche pour le matériau *ATECA* ils ne s'appliquent que dans les cas favorables où les sphères et les contacts ont une structure de bonne qualité. Les nombreuses zones de défauts et d'irrégularités présentes dans ces empilements se comportent différemment et sortent du cadre des analyses effectuées dans ces travaux. De plus le matériau constitutif des empilements *ATECA* possède une faible ductilité et on observe ainsi de nombreuses zones de rupture pour des déformations macroscopiques relativement faibles, de l'ordre de  $\varepsilon \approx 20\%$ .

## 2 Modélisation de deux sphères creuses en contact

Dans cette partie nous nous intéressons à la modélisation du comportement mécanique de deux sphères creuses en contact sollicitées en compression. Cet état correspond aux situations considérées dans les paragraphes précédents. Les deux structures types, à contact arrondi et aplati, respectivement représentatives des empilements *ATECA* et *PLANSEE* sont traitées. Les simulations sont effectuées par des calculs éléments finis 2D axisymétrique comme exposé au chapitre V. Ils permettent d'examiner les mécanismes de déformation à l'échelle des sphères et notamment d'étudier l'influence des paramètres structuraux sur le comportement local.

### 2.1 Analyse des mécanismes de déformation

Le déplacement  $u_z$  est imposé à la sphère du haut et la force de réaction  $F_z$  est calculée par post-traitement des simulations. On définit alors la déformation axiale  $\varepsilon_z$  de la structure et la contrainte appliquée  $\sigma_z$  par les relations (VIII.1) et (VIII.2) suivantes :

$$\varepsilon_z = \frac{u_z}{R} \quad (\text{VIII.1})$$

$$\sigma_z = \frac{F_z}{R^2} \quad (\text{VIII.2})$$

La courbe contrainte-déformation  $\sigma_z - \varepsilon_z$  caractérise le comportement en compression des deux sphères en contact. Les figures VIII.11 et VIII.12 représentent la géométrie déformée, en gris foncé, des sphères lors de la compression des structures de type *ATECA* et *PLANSEE* à différents stades de déformation pour les paramètres structuraux épaisseur relative  $t/R = 0.05$  et taille de contact  $\theta = 10^\circ$ . Le maillage en rouge correspond à la géométrie initiale, non déformée, des deux sphères en contact.

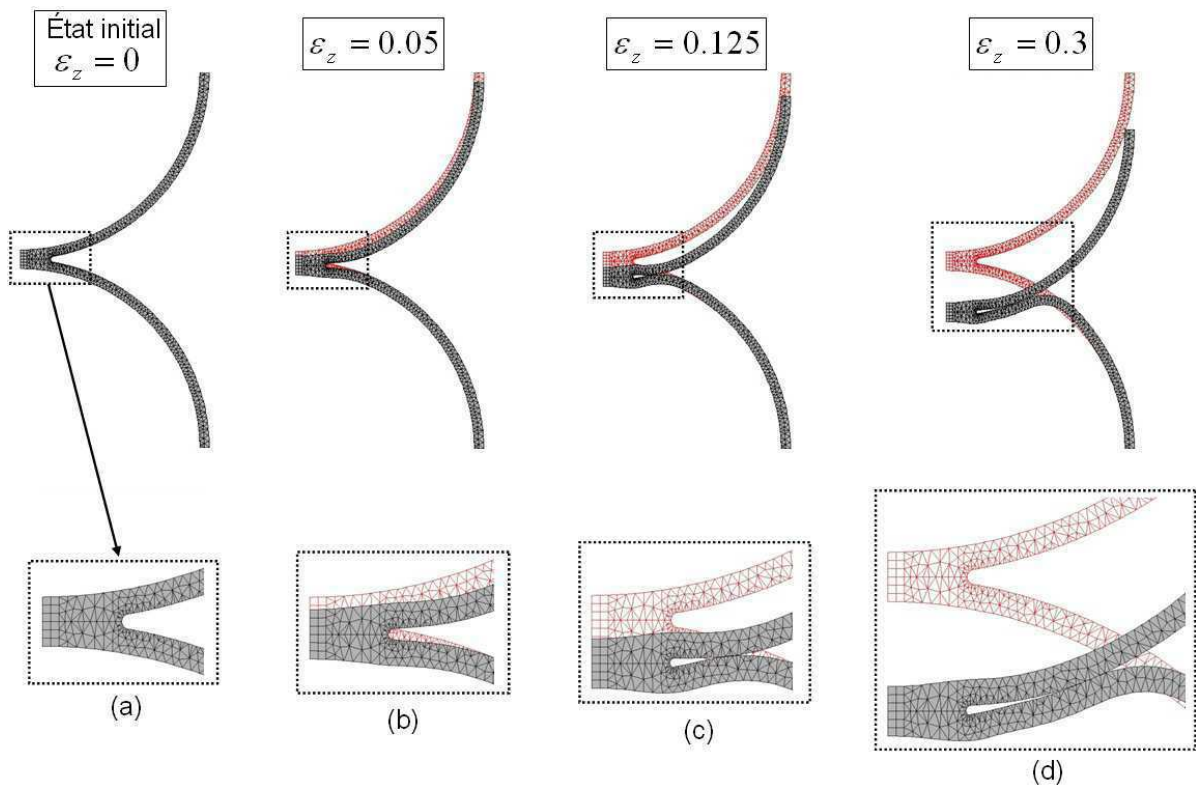


Fig. VIII.11 : Structure déformée obtenue par calculs élément finis sur deux sphères en contact arrondi (type ATECA) de paramètres structuraux  $t/R = 0.05$  et  $\theta = 10^\circ$ .

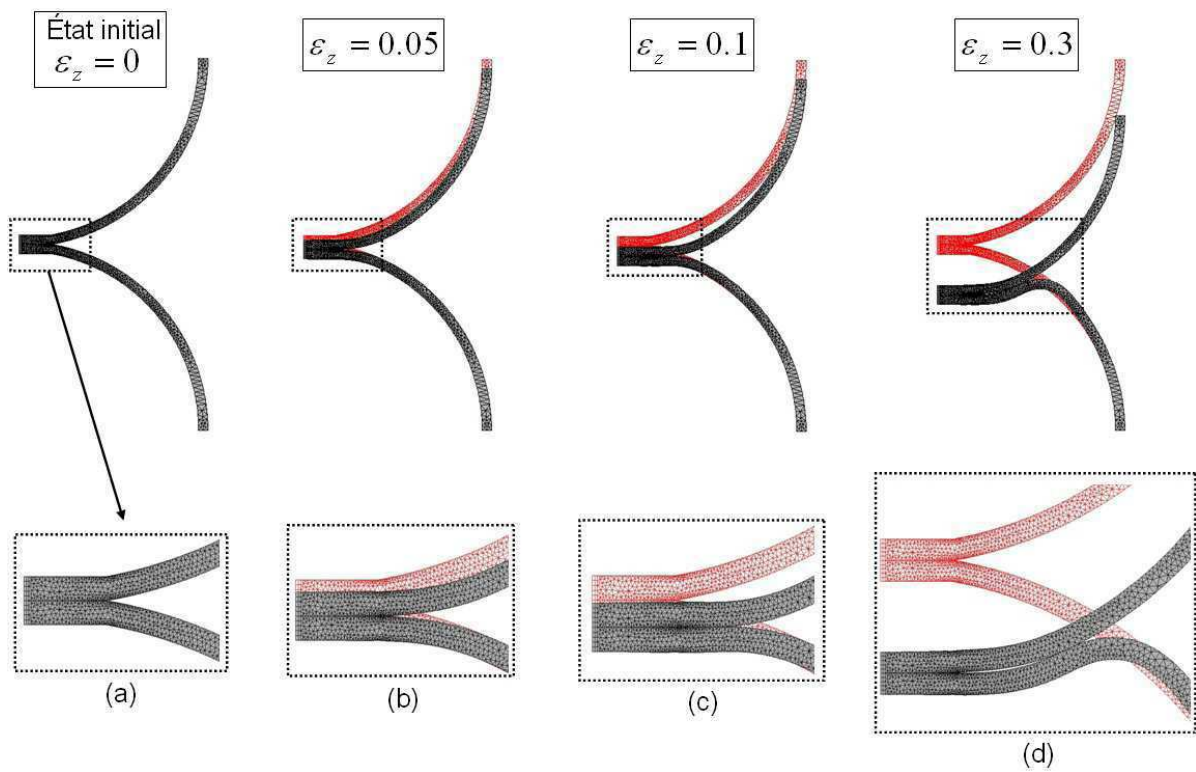
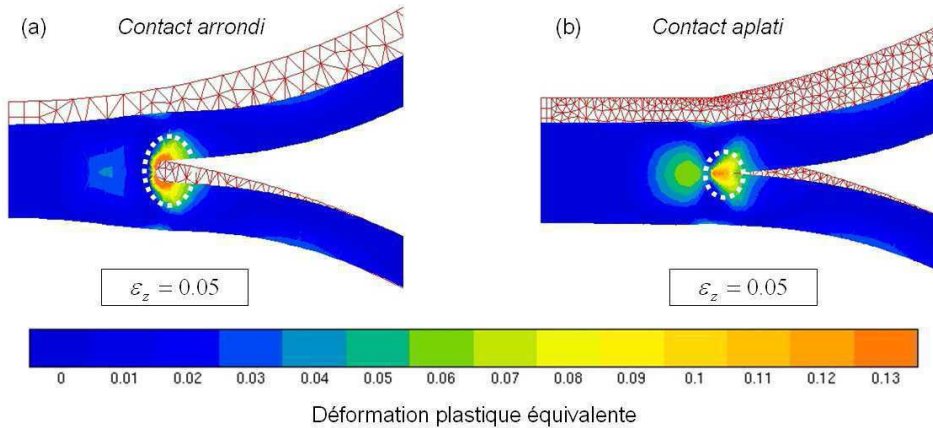


Fig. VIII.12 : Structure déformée obtenue par calculs élément finis sur deux sphères en contact aplati (type PLANSEE) de paramètres structuraux  $t/R = 0.05$  et  $\theta = 10^\circ$ .

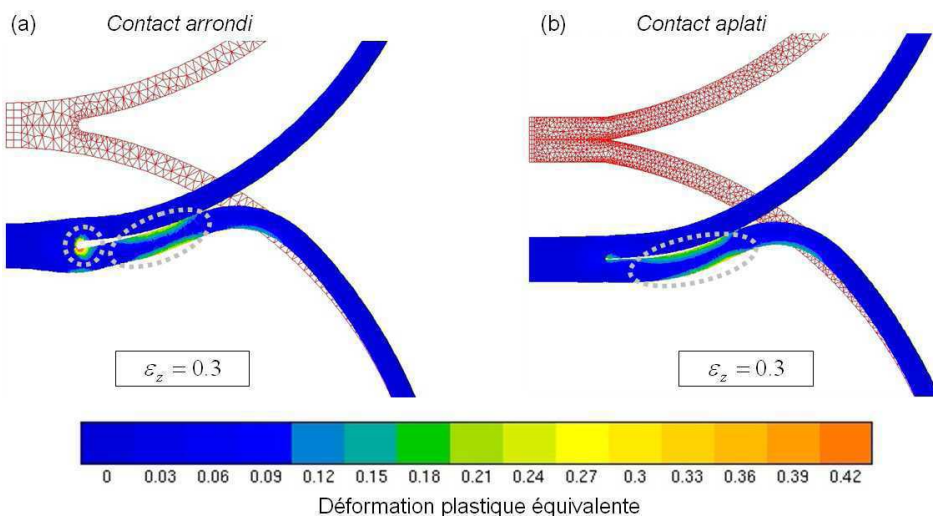


Dans les deux cas, et de manière générale quels que soient les deux paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $\theta$ ), on observe en premier lieu une déformation localisée dans la zone du contact entre les sphères. Elle consiste en une flexion des parois au niveau du contact comme le montrent les figures VIII.11(b) et (c) et VIII.12(b) et (c). La figure VIII.13, qui représente la déformation plastique équivalente au sens de *Von Mises* dans les deux structures pour  $\varepsilon_z = 0.05$ , montre clairement une localisation de la déformation au niveau du raccord du contact avec les sphères. Ceci témoigne du développement d'une **rotule plastique** autour de cette zone.



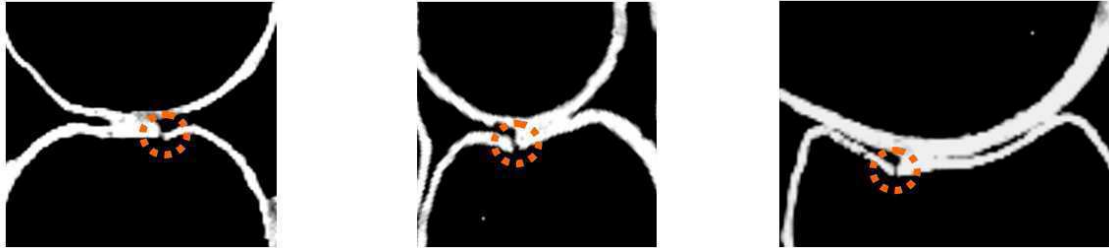
**Fig. VIII.13 :** Déformation plastique équivalente dans les deux structures de paramètres géométriques  $t/R = 0.05$  et  $\theta = 10^\circ$  à  $\varepsilon_z = 0.05$  (a) Type ATECA, contact arrondi. (b) Type PLANSEE, contact aplati.

Avec l'augmentation de la compression les parois entrent en contact et la déformation perd la symétrie. On observe alors l'**indentation** d'une sphère par sa voisine, comme illustrée sur les figures VIII.11(d) et VIII.12(d). La figure VIII.14, qui représente la déformation plastique équivalente dans les deux structures pour  $\varepsilon_z = 0.3$ , montre bien la perte de symétrie de la déformation qui se caractérise par l'indentation d'une sphère par sa voisine.



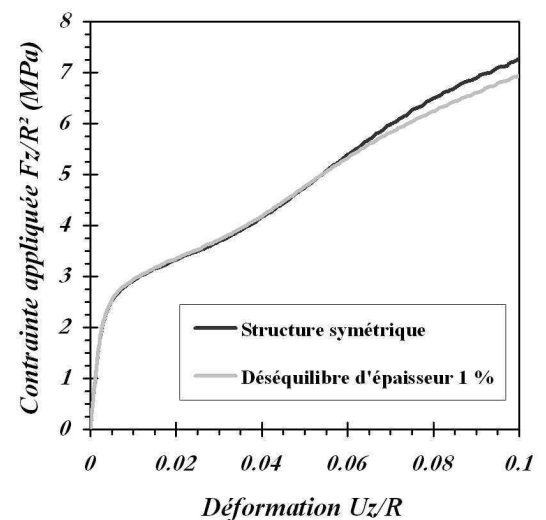
**Fig. VIII.14 :** Déformation plastique équivalente dans les deux structures de paramètres géométriques  $t/R = 0.05$  et  $\theta = 10^\circ$  à  $\varepsilon_z = 0.3$  (a) Type ATECA, contact arrondi. (b) Type PLANSEE, contact aplati.

A ce stade on observe également deux zones de très forte déformation locale situées au niveau du contact et de la paroi dont la courbure a été inversée. La rupture des sphères, si elle a lieu, risque donc de se produire à ces endroits les plus sensibles. Ceci est d'ailleurs confirmé par les images tomographiques de la compression *in-situ* des empilements ATECA qui montrent effectivement une rupture localisée au contact, comme illustré sur la figure VIII.15. Les sphères des empilements PLANSEE ne montrent quant à elles aucune rupture même à très grande déformation.



**Fig. VIII.15 :** Images tomographiques de l'empilement ATECA obtenues lors des essais de compression *in-situ*. On observe une rupture au niveau du contact qui correspond à la zone sensible prédite par les simulations éléments finis.

La perte de symétrie mérite quelques précisions. Les structures modélisées possèdent un axe de symétrie horizontal passant par le centre du contact. La sollicitation étant aussi symétrique, la déformation des deux sphères devrait l'être également. Cependant on observe qu'avec l'augmentation de la compression la symétrie se rompt au profit de l'indentation d'une des deux sphères, ce qui correspond à une bifurcation de la solution. Cet effet est dû la gestion du contact (non pénétration) entre surfaces, de type « maître/esclave », et à l'accumulation d'imprécisions numériques qui permettent l'apparition de cette bifurcation. Les résultats obtenus restent néanmoins valables. On peut le vérifier en simulant la compression de deux sphères non symétriques montrant une différence d'épaisseur de 1% et dont la sphère qui subit l'indentation est la plus fine. Les courbes  $\sigma_z - \varepsilon_z$  des deux structures sont tracées sur la figure VIII.16. On constate qu'elles sont superposées. Une légère différence commence à apparaître pour des grandes déformations. On peut donc affirmer que les résultats sur les structures symétriques sont cohérents et valides.

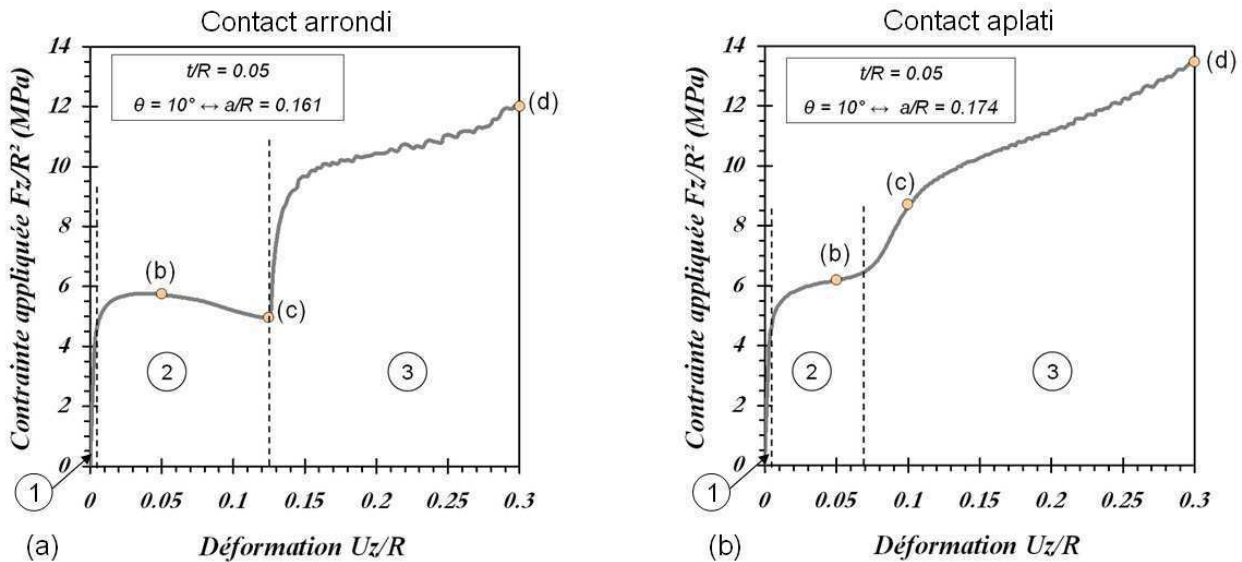


**Fig. VIII.16 :** Courbes  $\sigma_z - \varepsilon_z$  de la compression de deux sphères creuses par éléments finis.

### Bilan sur les mécanismes généraux :

L'étude numérique par simulations éléments finis de la compression de deux sphères creuses en contact confirme les résultats obtenus par les essais *in-situ* en tomographie aux rayons X. Ces deux analyses qualitatives mettent en évidence les mêmes mécanismes de déformation, à savoir une localisation par **rotule plastique** au niveau du contact suivie par l'**indentation** d'une sphère par sa voisine.

Les trois états de déformation  $\varepsilon_z$  représentés sur les figures VIII.11(b),(c),(d) et VIII.12(b),(c),(d) sont reportés sur les courbes contrainte–déformation de la compression des deux structures en figure VIII.17.



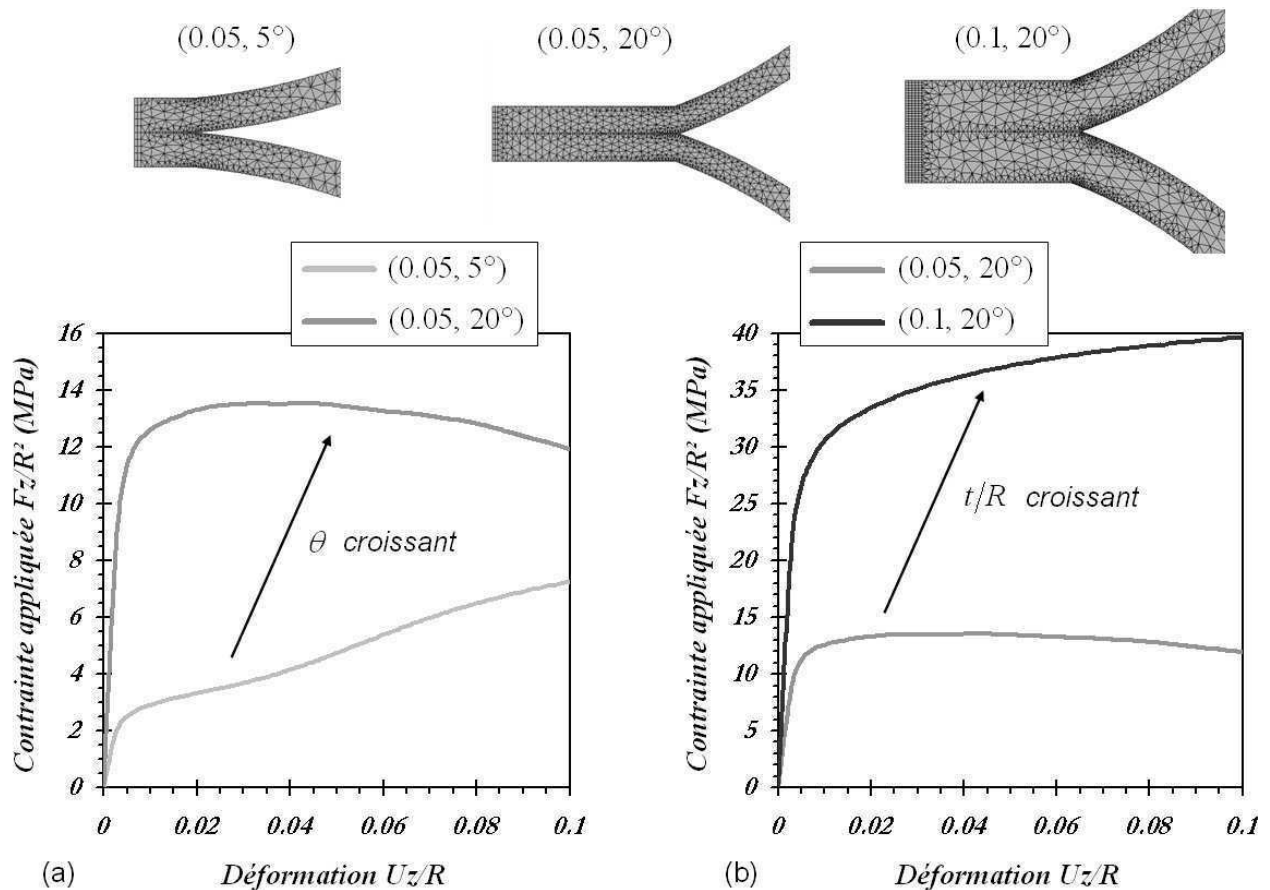
**Fig. VIII.17 :** Courbes  $\sigma_z - \varepsilon_z$  obtenues par calculs éléments finis de la compression de deux sphères en contact de paramètres structuraux  $t/R = 0.05$  et  $\theta = 10^\circ$  (a) Type ATECA, contact arrondi. (b) Type PLANSEE, contact aplati.

Les mécanismes de déformation, déterminés précédemment à partir de la géométrie déformée des sphères, sont identifiables sur la courbe contrainte–déformation globale de la structure. Trois zones peuvent être délimitées, chacune correspondant à un mode de déformation distinct.

1. Augmentation brutale et linéaire de la contrainte appliquée au début de la compression sur une plage de déformation très étroite, typiquement  $\varepsilon < 0.005$ . Cette phase correspond essentiellement à l'élasticité de la structure, malgré l'apparition d'une légère plasticité très localisée au contact entre les sphères.
2. Faible augmentation et/ou diminution de la contrainte appliquée sur un plus large intervalle de déformation. Cette étape correspond à la localisation de la déformation par le développement de la rotule plastique au niveau du contact. Selon les paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $\theta$ ) on voit que cette phase est caractérisée par un faible écrouissage ou un adoucissement de la structure. L'intervalle de déformation sur lequel se déroule cette étape dépend de la distance entre les parois à l'extrémité du contact et donc des paramètres structuraux. En effet plus le contact est de grande taille plus les parois sont libres de fléchir sous l'effet de la rotule plastique et plus cette phase de déformation peut s'étendre.
3. Augmentation plus importante de la contrainte appliquée pour des grandes déformations. Cela représente l'initiation et la progression de l'indentation d'une sphère par sa voisine. Le début de cette phase intervient lorsque la flexion par rotule plastique ne peut plus continuer à cause de la mise en contact des parois. Précisons que les oscillations observées sur les courbes sont dues à la gestion nœud par nœud du contact entre les parois. Plus le maillage est fin plus ces oscillations sont faibles.

## 2.2 Influence des paramètres structuraux

Les paramètres structuraux  $t/R$  et  $\theta$  ont une influence importante sur le comportement des sphères. Ils contrôlent la valeur de la pente initiale et le caractère de la rotule plastique qui se traduit sur la courbe contrainte-déformation par un écroûissage ou un adoucissement de la structure. La figure VIII.18 représente l'effet de ces paramètres sur les structures à contact aplati. Elle montre les courbes contrainte-déformation obtenues pour trois différents couples  $(t/R, \theta) = (0.05, 5^\circ)$ ,  $(0.05, 20^\circ)$  et  $(0.1, 20^\circ)$ . Les sphères reliées par un contact arrondi montrent qualitativement la même évolution de comportement.



**Fig. VIII.18 :** Influence des paramètres structuraux  $(t/R, \theta)$  sur les courbes  $\sigma_z - \varepsilon_z$  obtenues par simulations éléments finis de la compression de deux sphères en contact (a) Effet de la taille du contact à épaisseur relative fixée. (b) Effet de l'épaisseur relative à taille de contact fixée.

On constate sur la figure VIII.18(a) qu'à épaisseur relative constante plus la taille du contact est grande plus la rotule plastique conduit à un adoucissement marqué. A l'inverse, à taille de contact fixe, plus l'épaisseur relative est élevée plus la structure s'écroûit comme l'illustre la figure VIII.18(b).

Les simulations numériques de la compression de deux sphères creuses en contact ont mis en évidence, en plus des mécanismes de déformation déjà observés expérimentalement, deux types de comportement en début de déformation. Selon les paramètres structuraux on observe soit un adoucissement de la structure soit un écroûissage. L'étude paramétrique sur l'épaisseur relative des sphères  $t/R$  et sur la taille de contact  $\theta$  permet alors d'établir une carte du comportement en fonction de ces paramètres. Elles sont représentées pour les deux structures à contact arrondi et aplati sur la figure VIII.19.

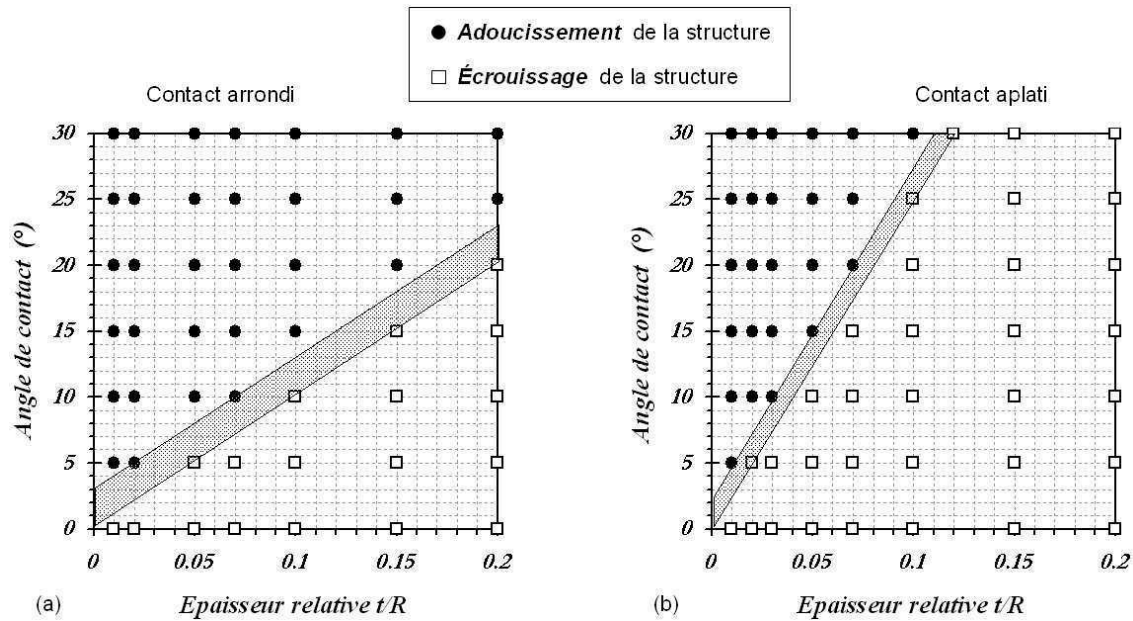


Fig. VIII.19 : Comportement en fonction des paramètres structuraux épaisseur relative et angle de contact (a) Type ATECA, contact arrondi. (b) Type PLANSEE, contact aplati.

Dans les deux cas les modes sont séparés en deux régions par une délimitation linéaire représentée par le trait grisé sur les graphes. On constate que la morphologie du contact a un effet important sur la pente  $K$  de la frontière, qui est plus élevée dans le cas d'un contact aplati. Avec  $\theta$  exprimé en degrés on obtient  $K \approx 100$  pour les structures de type ATECA à contact arrondi, et  $K \approx 250$  pour les structures de type PLANSEE à contact aplati.

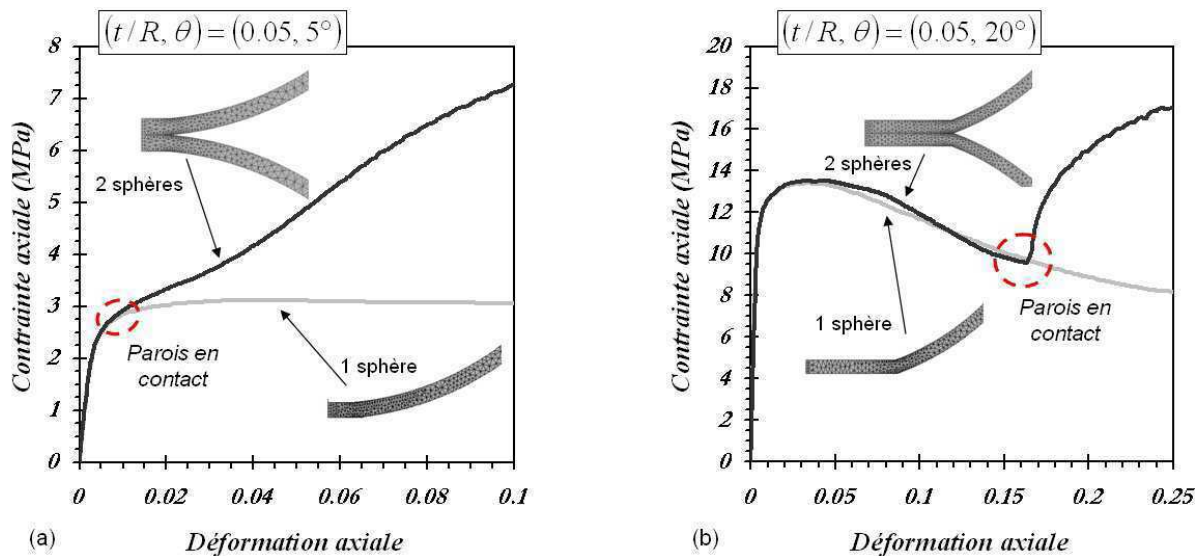
Ainsi les empilements avec des paramètres structuraux  $(t/R, \theta)$  tels que  $\theta \geq 100 (t/R)$  pour des contacts arrondis et  $\theta \geq 250 (t/R)$  pour des contacts aplatis vont exhiber un comportement local avec adoucissement pour les sphères sollicitées en compression.

### 2.3 Interprétations et discussions

L'origine des deux comportements observés, adoucissement ou écoulement, s'explique par la mise en contact des parois des sphères lors de la compression. Celle-ci se produit à un niveau de déformation de la structure qui dépend principalement de la taille du contact. Des simulations effectuées sur une sphère seule montrent que la localisation de la déformation au contact, qui implique la formation d'une rotule plastique, induit *toujours* un adoucissement. C'est un effet géométrique qui s'avère plus ou moins marqué selon le comportement plastique (écoulement) du matériau constitutif. Ce résultat est illustré sur la figure VIII.20, en traits gris clair, pour une sphère creuse avec un contact aplati de deux tailles différentes  $\theta = 5^\circ$  et  $\theta = 20^\circ$ , à épaisseur relative égale à 0.05. Les résultats obtenus pour la compression de deux sphères en contact avec les mêmes paramètres structuraux sont présentés en traits noirs sur cette même figure.

On constate qu'en début de déformation les courbes sont parfaitement superposées, ce qui signifie que les structures se comportent de manière identique. Avec l'augmentation de la compression les parois supérieures et inférieures entrent en contact et la structure composée des deux sphères creuses ne suit alors plus le comportement adoucissant observé sur la sphère seule. Une fois la mise

en contact des coques installée on observe la perte de symétrie et l'indentation d'une des deux sphères.



**Fig. VIII.20 :** Courbes contrainte-déformation de la compression de deux sphères en contact (traits noirs) et d'une seule sphère (traits gris) (a) Paramètres structuraux  $(t/R, \theta) = (0.05, 5^\circ)$  (b) Paramètres structuraux  $(t/R, \theta) = (0.05, 20^\circ)$ .

A épaisseur relative fixée c'est la liberté qu'ont les parois de fléchir avant leur mise en contact qui dirige le comportement, adoucissant ou avec écouissage, et l'indentation de la sphère. Cet espace est d'autant plus important que le contact est grand. Avec un contact de petite taille, par exemple  $\theta = 5^\circ$  sur la figure VIII.20(a), les parois entrent en contact pour une faible déformation  $\varepsilon_z \approx 1\%$  ce qui ne permet pas d'observer l'adoucissement de la structure. En revanche pour un contact de grande taille, par exemple  $\theta = 20^\circ$  sur la figure VIII.20(b), les parois entrent en contact pour une déformation  $\varepsilon_z \approx 17\%$  ce qui permet le développement de la rotule plastique et donc l'adoucissement de la structure.

A l'échelle de l'empilement, un comportement adoucissant au niveau des sphères en contact facilite la localisation de la déformation et donc favorise l'apparition de bandes macroscopiques de déformation. Les empilements possédant des paramètres structuraux qui impliquent un comportement adoucissant lors de la compression de deux sphères en contact (zone des marques noires sur la figure VIII.19) sont donc susceptibles de montrer de telles bandes de localisation. Afin d'éviter ou non ce phénomène il s'agit alors de fabriquer les matériaux avec les paramètres structuraux adéquats.

## Conclusion

Les mécanismes de déformation des empilements à l'échelle mésoscopique, c'est à dire à l'échelle des sphères, ont été étudiés et identifiés par l'intermédiaire de l'analyse des images obtenues par des essais de compression *in-situ* en tomographie aux rayons X. La modélisation numérique par simulations éléments finis de la compression deux sphères creuses en contact a donné confirmation des résultats observés expérimentalement et a permis d'approfondir l'analyse en examinant l'influence des paramètres structuraux des sphères et des contacts sur le comportement local.



---

---

## Chapitre IX

# *Comportement macroscopique et propriétés mécaniques effectives*

---

---

### Sommaire

---

|   |            |
|---|------------|
| <b>Introduction</b> . . . . .   | <b>188</b> |
| <b>1 Résultats expérimentaux en compression</b> . . . . .                             | <b>188</b> |
| 1.1 Généralités sur le comportement . . . . .   | 188        |
| 1.2 Effet de taille des échantillons . . . . .  | 189        |
| 1.3 Effet de taille des sphères . . . . .   | 191        |
| 1.4 Propriétés effectives et lois d'échelles phénoménologiques . . . . .              | 192        |
| 1.5 Synthèse des propriétés effectives expérimentales . . . . .                       | 196        |
| <b>2 Des mécanismes de déformation locaux au comportement macroscopique</b> . . . . . | <b>197</b> |
| 2.1 Déformation des sphères . . . . .   | 197        |
| 2.2 Évolution de l'architecture de l'empilement . . . . .                             | 198        |
| 2.3 Bilan sur le comportement mécanique . . . . .                                     | 200        |
| <b>3 Modélisation d'empilements de sphères creuses</b> . . . . .                      | <b>202</b> |
| 3.1 Domaine des simulations . . . . .   | 202        |
| 3.2 Lois de contact élémentaires . . . . .  | 202        |
| 3.3 Convergence et effet de taille des échantillons . . . . .                         | 206        |
| 3.4 Vers la définition d'une taille de contact équivalente . . . . .                  | 209        |
| 3.5 Influence des paramètres structuraux et lois d'échelles . . . . .                 | 211        |
| 3.6 Surface de charge . . . . .   | 215        |
| <b>4 Analyses et discussions</b> . . . . .  | <b>217</b> |
| 4.1 Module et limite d'élasticité en compression simple . . . . .                     | 217        |
| 4.2 Surface de charge . . . . .   | 224        |
| <b>Conclusion</b> . . . . .   | <b>228</b> |

---



## Introduction

Ce chapitre traite de l'étude du comportement mécanique macroscopique des empilements de sphères creuses et présente les résultats obtenus sur la détermination des propriétés effectives et des lois d'échelles reliant la structure des empilements aux propriétés mécaniques. Les deux premières sections exposent les résultats expérimentaux obtenus par des essais de compression simple. La dernière section est consacrée à la modélisation du comportement des empilements par la méthode mixte éléments finis/éléments discrets développée lors de la thèse.

## 1 Résultats expérimentaux en compression

Cette section expose les résultats expérimentaux de l'étude du comportement mécanique des empilements de sphères creuses en compression. Les essais macroscopiques de compression simple ont pour objectif de déterminer les propriétés effectives des matériaux et de formuler des relations phénoménologiques d'évolution avec la densité initiale des empilements. Rappelons que nous disposons d'une seule densité de 1000 g/L pour les échantillons *ATECA* et de trois densités différentes pour les échantillons *PLANSEE* de 400 g/L (*PLANSEE A*), 600 g/L (*PLANSEE B*) et 800 g/L (*PLANSEE C* et *D*). Les spécimens *PLANSEE A*, *B* et *C* ont des sphères de rayon identique mais des épaisseurs relatives différentes alors que les spécimens *C* et *D* ont même épaisseur relative mais des sphères de rayons différents.

### 1.1 Généralités sur le comportement

Les courbes contrainte-déformation axiale obtenues lors de ces essais sont tracées sur la figure IX.1 qui représente le comportement mécanique en compression de l'empilement *ATECA* et de chacun des spécimens *PLANSEE A*, *B* et *C*.

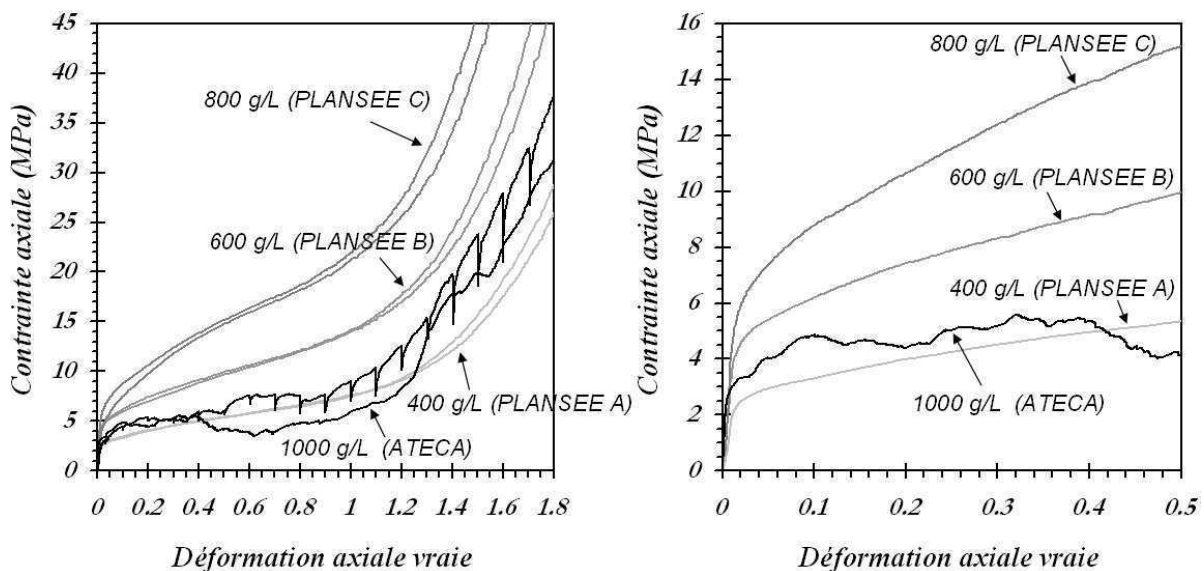


Fig. IX.1 : Courbes contrainte-déformation axiale macroscopique expérimentales des empilements *ATECA* et *PLANSEE*. (a) Déformation à densification. (b) Déformation à 50%.

Les courbes contrainte-déformation pour les empilements *PLANSEE* présentent l'allure typique du comportement en compression de mousses métalliques ductiles. La contrainte croît tout d'abord rapidement de manière approximativement linéaire avec la déformation. Puis la courbe s'incurve

pour donner une longue gamme de déformation plastique pendant laquelle la contrainte évolue peu. Cette phase est représentée par un « plateau » d'écrouissage caractérisé par une pente plus ou moins importante selon l'empilement. Enfin la contrainte réaugmente brutalement lors de la densification finale du matériau.

Les empilements *PLANSEE* présentent un comportement très régulier, les courbes ne montrent pas de fluctuation de la contrainte ni de perturbation marquée. La reproductibilité est excellente, ce qui témoigne de la grande homogénéité structurale des matériaux. Les échantillons gardent leur intégrité pendant toute la déformation, les sphères et les contacts montrent une grande ductilité et conservent leur cohésion comme l'illustre la figure IX.2 (a).

Quant à l'empilement *ATECA* la courbe contrainte-déformation est beaucoup plus perturbée, l'évolution n'est pas bien régulière et on observe des « oscillations » de la contrainte lors du plateau de plasticité. Ceci est dû à la rupture fragile des contacts pendant la compression. Les sphères se détachent et l'échantillon se désagrège alors au fur et à mesure de la compression comme le montre la figure IX.2 (b).



**Fig. IX.2 :** Photographies des échantillons à la fin d'un essai de compression (a) Empilement *PLANSEE*. (b) Empilement *ATECA*. On observe que l'échantillon *PLANSEE* conserve sa cohésion alors que l'empilement *ATECA* se rompt laissant les sphères se détacher.

L'empilement *ATECA* fait preuve d'une relativement mauvaise reproductibilité et la courbe contrainte-déformation est difficile à exploiter car très perturbée. De plus nous disposons d'une seule densité pour ces échantillons, il n'est donc pas possible d'étudier l'évolution des propriétés en fonction de la densité. Pour ces raisons la suite de l'étude expérimentale du comportement macroscopique et des propriétés effectives est uniquement réalisée sur les spécimens *PLANSEE*.

## 1.2 Effet de taille des échantillons

Pour chaque spécimen des empilements *PLANSEE* trois tailles d'échantillons, des cubes de 10, 20 et 30 mm de côté, ont été testés. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure IX.3 qui trace les courbes contrainte-déformation obtenues pour les différents échantillons.

Pour les spécimens A, B et C les courbes issues de la compression des échantillons de 10 mm de côté sont un peu moins régulières et montrent une reproductibilité moins bonne. En revanche pour les échantillons de 20 et 30 mm de côté la dispersion est très faible et la taille de l'échantillon n'influe pas sur le comportement. Pour ces trois spécimens le diamètre des sphères est d'environ 3 mm ce qui donne un rapport  $L/d$  de la taille de l'échantillon sur le diamètre des sphères de respectivement environ 3.3, 6.7 et 10 pour les échantillons de 10, 20 et 30 mm de côté. On semble donc ne plus avoir d'effet de la taille des échantillons pour un rapport  $L/d$  supérieur à  $\approx 7$ .

Pour les empilements *PLANSEE* D la taille de l'échantillon ne semble plus avoir d'influence pour des arêtes de cubes supérieures à 20 mm. Les échantillons de 10 mm de côté montrent un niveau

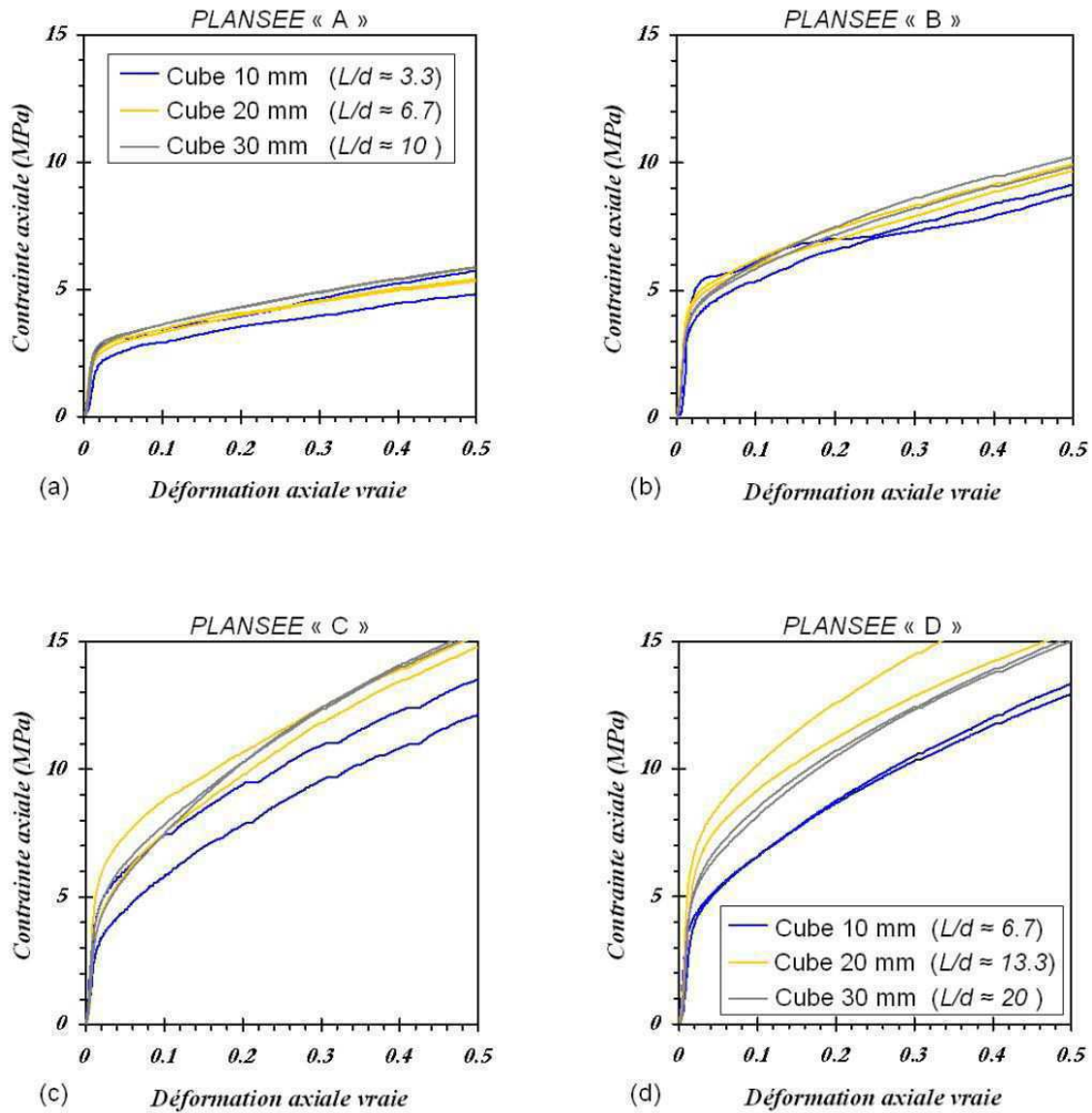


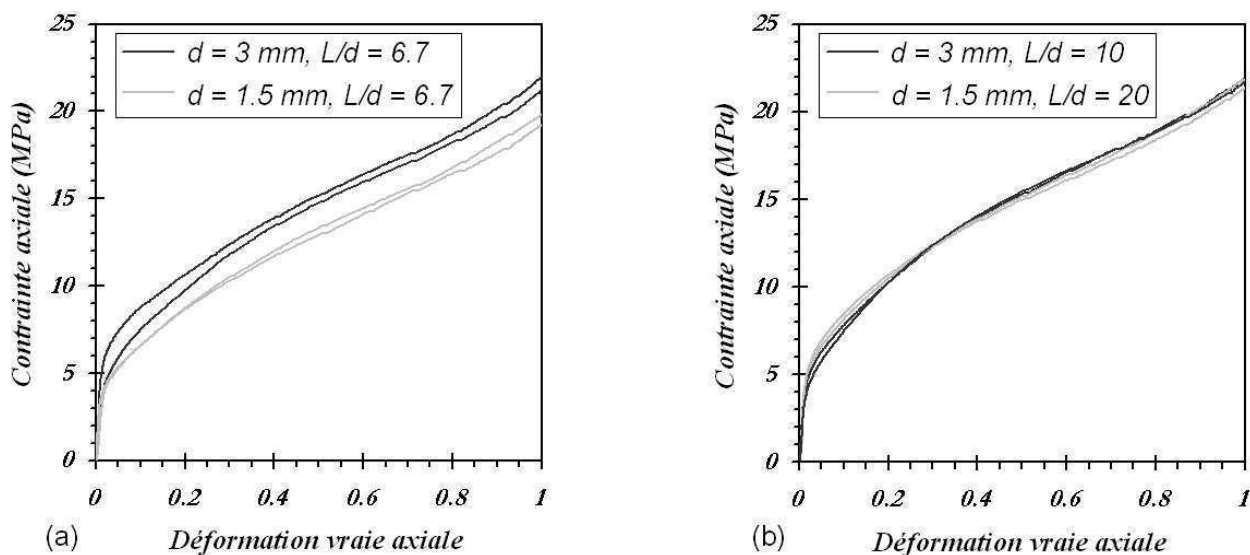
Fig. IX.3 : Courbes contrainte-déformation axiale macroscopique expérimentales pour les trois tailles d'échantillons utilisés 10 mm, 20 mm et 30 mm de côté.

de contrainte légèrement plus faible. Le diamètre des sphères pour ces empilements est d'environ 1.5 mm ce qui donne un rapport  $L/d$  d'approximativement 6.7, 13.3 et 20 pour les échantillons de 10, 20 et 30 mm de côté. On s'assure donc dans ce cas de s'affranchir des effets de la taille de l'échantillon pour un rapport  $L/d$  supérieur à  $\approx 13$ .

Nous pouvons alors en conclure que les échantillons de rapport  $L/d$  proche de 10 assurent la bonne reproductibilité et représentativité du comportement macroscopique des empilements. Ce résultat est parfaitement cohérent avec les travaux de *Lim et al.* [66] qui donnent également un rapport  $L/d$  de l'ordre de 10 pour un volume représentatif d'empilements aléatoires de sphères creuses métalliques ainsi qu'avec les travaux de *Onck et al.* [14,128] sur les effets de taille pour les matériaux cellulaires ductiles.

### 1.3 Effet de taille des sphères

Nous pouvons ensuite nous intéresser à l'effet de la taille des sphères sur le comportement des empilements. Les spécimens *PLANSEE C* et *D* sont composés de sphères de diamètres différents,  $\approx 3 \text{ mm}$  pour le spécimen *C* et  $\approx 1.5 \text{ mm}$  pour le *D*. En revanche ils ont approximativement la même densité  $\rho^* \approx 800 \text{ g/L}$  et des caractéristiques structurales  $t/R$  et  $a/R$  identiques. Les courbes contrainte-déformation obtenues lors de la compression de ces deux empilements sont représentées sur la figure IX.4 pour différents rapports  $L/d$  des échantillons. La figure IX.4(a) correspond à des échantillons de même rapport  $L/d = 6.7$  alors que la figure IX.4(b) représente les courbes obtenues avec les plus grands échantillons testés, soit un rapport  $L/d = 10$  pour les spécimens *PLANSEE C* et  $L/d = 20$  pour les spécimens *D*.



**Fig. IX.4 :** Comparaison des courbes contrainte-déformation macroscopique des spécimens *PLANSEE C* ( $d = 3 \text{ mm}$ ), traits noirs, et *PLANSEE D* ( $d = 1.5 \text{ mm}$ ), traits gris. (a) Échantillons avec le même rapport  $L/d = 6.7$  (b) Échantillons avec le plus grand rapport  $L/d$  soit 10 pour les spécimens *C* et 20 pour les spécimens *D*.

On constate qu'avec les empilements de rapport  $L/d = 6.7$ , quand l'effet de taille des échantillons n'est pas encore effacé, les spécimens *PLANSEE D* composés de sphères plus petites atteignent un moindre niveau de contrainte. Ceci peut laisser supposer l'existence d'un effet de taille des sphères sur le comportement des empilements. En revanche pour des rapports  $L/d$  supérieurs, assurant une meilleure représentativité, cet effet semble inexistant.

Il est alors difficile, avec les seuls essais effectués lors de ces travaux, d'évaluer précisément l'existence ou non d'un effet de taille des sphères sur le comportement mécanique des empilements. Il semblerait néanmoins qu'il soit assez faible voire inexistant pour des échantillons avec un rapport  $L/d$  suffisant. Ce résultat permet d'affirmer que les paramètres relatifs, adimensionnels,  $t/R$  et  $a/R$  sont des paramètres pertinents pour la description du comportement du matériau. De plus, à taille de contact relative constante seule l'épaisseur relative et donc la densité du matériau peut être utilisée pour caractériser le comportement mécanique des empilements.

## 1.4 Propriétés effectives et lois d'échelles phénoménologiques

La courbe contrainte–déformation en compression permet d'extraire les propriétés mécaniques effectives des empilements comme nous l'avons exposé au chapitre IV et rappelé sur la figure IX.5. Les propriétés étudiées dans ce travail sont le module d'élasticité de décharge (ou module d'Young), la limite d'élasticité  $\sigma_y$  et la déformation correspondante  $\varepsilon_y$ , et les propriétés plastiques caractérisées par  $\sigma_{25\%}$  la contrainte à 25% de déformation et le module d'écroûissage  $H$ .

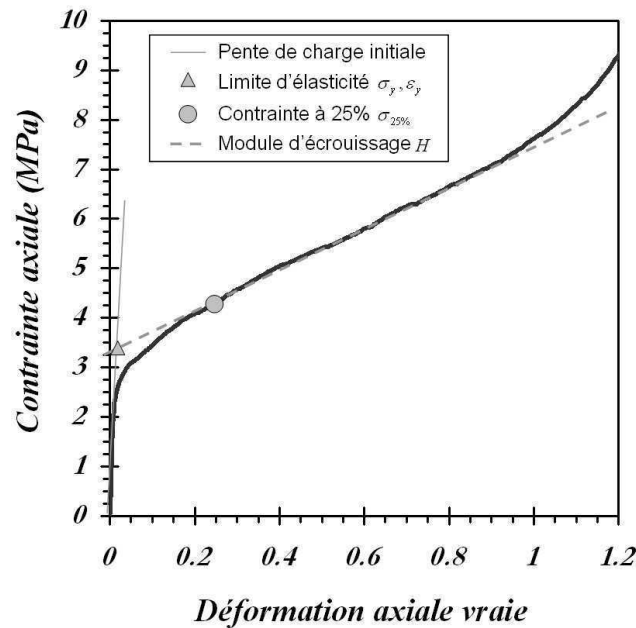


Fig. IX.5 : Propriétés effectives des empilements extraites de la courbe contrainte–déformation axiale macroscopique.

Les données obtenues sur les différents spécimens permettent d'évaluer ces propriétés en fonction de la densité initiale des empilements. Les lois d'évolution phénoménologiques déterminées à partir de ces mesures correspondent à des relations classiques utilisées pour les mousses métalliques sous forme d'une fonction puissance de la densité du matériau, éq. (IX.1), faisant intervenir deux paramètres  $K$  et  $n$ .

$$X = K\rho^n \quad (\text{IX.1})$$

où  $X$  est la propriété considérée (module d'Young, limite d'élasticité,  $\sigma_{25\%}$  ou  $H$ ) et  $\rho$  est la densité du matériau.

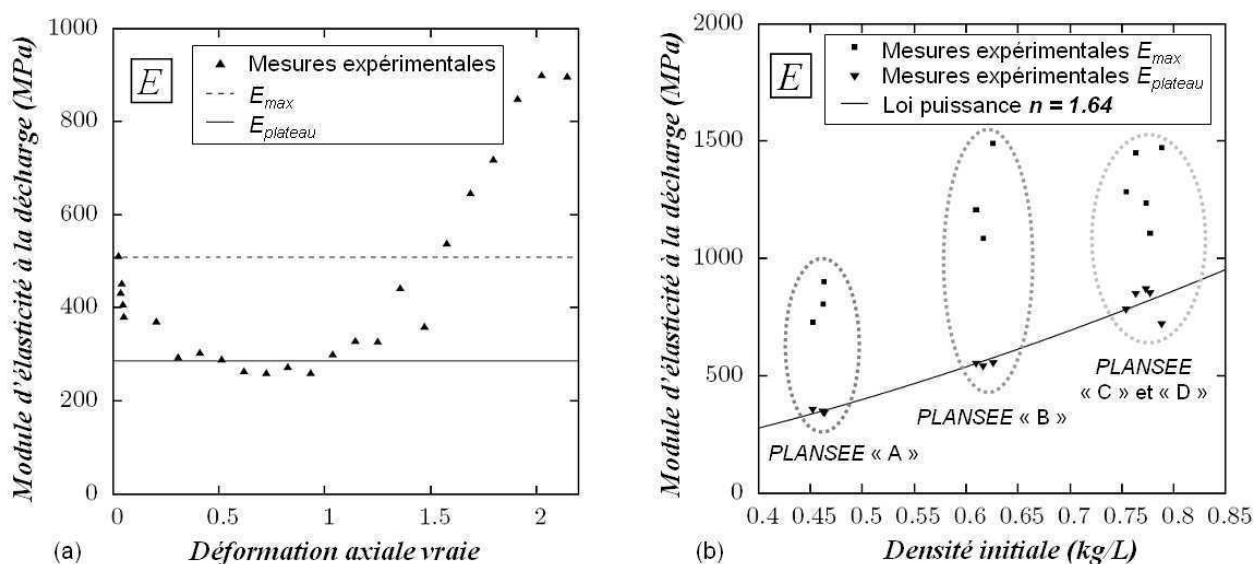
### 1) Module d'élasticité à décharge

Le module d'élasticité à décharge  $E$  et son évolution pendant la compression est mesuré en fonction de la déformation à partir de la pente des décharges effectuées lors des essais. Son évolution avec la déformation est tracée sur la figure IX.6(a) pour un empilement *PLANSEE A*. Les résultats sont qualitativement semblables pour les autres spécimens.

On observe que le module d'élasticité à décharge diminue rapidement dans les premiers stades de la déformation ce qui traduit un endommagement du matériau. Il se stabilise ensuite sur le plateau de plasticité jusqu'à l'initiation de la densification où il réaugmente brutalement. On définit alors

deux valeurs remarquables du module :

- Le *module maximal*  $E_{max}$  qui correspond à la valeur maximale du module d'élasticité en début de déformation.
- Le *module à plateau*  $E_{plateau}$  qui correspond à la valeur moyenne des modules mesurés au long du plateau de plasticité de  $\varepsilon = 0.2$  à  $0.8$ .



**Fig. IX.6 :** Mesures expérimentales des modules d'élasticité effectifs des empilements. (a) Module de décharge en fonction de la déformation axiale pour un empilement PLANSEE A. (b) Modules de décharge maximaux et à plateau en fonction de la densité des matériaux.

La figure IX.6(b) représente les valeurs mesurées des modules  $E_{max}$  et  $E_{plateau}$  en MPa en fonction de la densité en kg/L des quatre spécimens analysés. On constate que le module  $E_{max}$  présente une dispersion assez importante ce qui peut paraître étonnant à l'égard de la très bonne reproductibilité et régularité du comportement d'ensemble des empilements. Il est alors difficile de fournir une loi d'évolution fiable pour ce module.

En revanche le module  $E_{plateau}$  montre des valeurs beaucoup moins dispersées et une loi puissance peut être déterminée. On obtient la relation (IX.2) pour l'évolution du module à plateau des empilements. Le coefficient  $K$  vaut 1350 et  $n = 1.64$ . La courbe correspondante est reportée sur la figure IX.6(b).

$$E_{plateau} = 1350 \rho^{1.64} \quad (\text{IX.2})$$

L'exposant  $n$ , égal à 1.64, est proche des résultats des simulations numériques de Sanders sur des empilements ordonnés avec des contacts arrondis. Les valeurs obtenues sont de 1.36 pour le cubique simple, 1.67 pour le cubique centré et 1.33 pour le cubique à face centré. Gardons cependant à l'esprit qu'il s'agit dans le cas des simulations de Sanders de la pente de charge initiale, qui ne correspond pas rigoureusement au module d'élasticité à décharge mesuré expérimentalement.

## 2) Limite d'élasticité

La limite d'élasticité  $\sigma_y$  en MPa ainsi que la déformation  $\varepsilon_y$  correspondante, comme définies au chapitre IV et sur la figure IX.5, sont représentées sur la figure IX.7 en fonction de la densité en kg/L des différents échantillons testés. Rappelons ici que le terme limite d'élasticité est abusif car ce paramètre ne représente pas l'apparition de déformations irréversibles dans l'empilement. En effet une plasticité localisée au niveau des contacts est présente quasiment dès la mise en charge de l'échantillon. Les paramètres  $\sigma_y$  et  $\varepsilon_y$  sont néanmoins utiles pour caractériser le comportement macroscopique en compression des empilements.

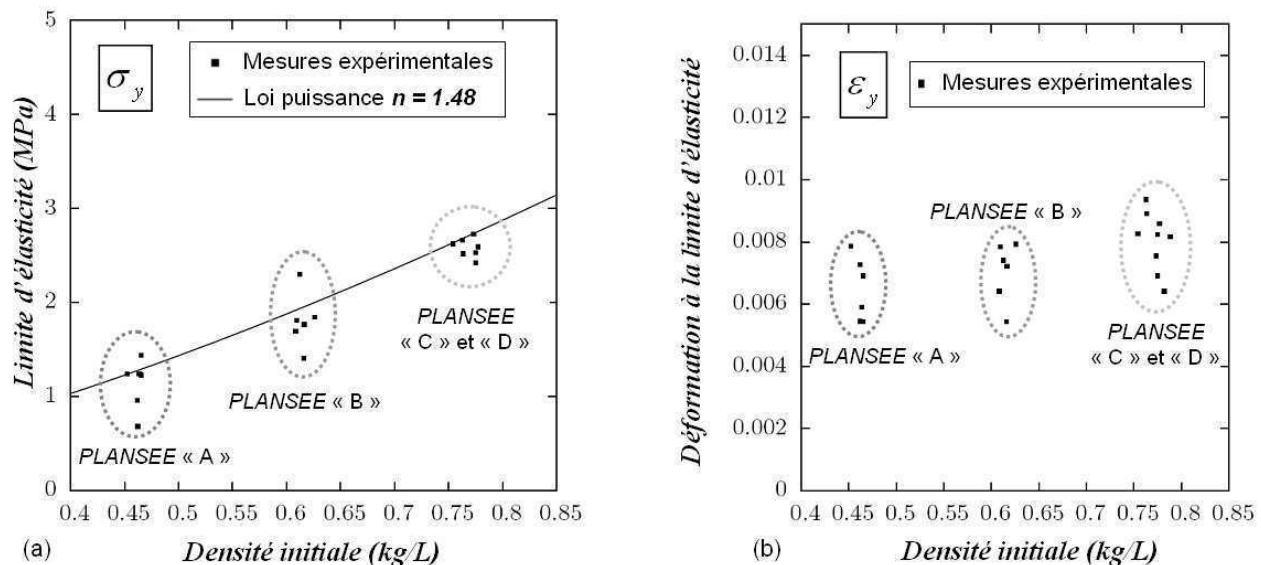


Fig. IX.7 : Mesures expérimentales (a) de la limite d'élasticité  $\sigma_y$  en fonction de la densité des empilements (b) de la déformation  $\varepsilon_y$  en fonction de la densité des empilements.

Les valeurs mesurées pour  $\sigma_y$  sont légèrement dispersées mais peuvent être raisonnablement décrites par une loi d'évolution en puissance. On obtient la relation (IX.3) avec le coefficient  $K = 10.1$  et l'exposant  $n = 1.48$ .

$$\sigma_y = 10.1 \rho^{1.48} \quad (\text{IX.3})$$

Quant à la déformation  $\varepsilon_y$  atteinte à la limite d'élasticité on observe qu'elle dépend peu de la densité de l'empilement et prend des valeurs comprises entre 0.5% et 1% de déformation macroscopique.

$$0.005 \leq \varepsilon_y \leq 0.01 \quad \text{quel que soit } \rho \quad (\text{IX.4})$$

## 3) Plasticité et écrouissage

Les évolutions de la contrainte à 25% de déformation et du module d'écrouissage  $H$  sont représentées sur la figure IX.8 en fonction de la densité des différents spécimens testés.

Les valeurs mesurées sont peu dispersées et on peut décrire correctement les résultats par une loi d'évolution en puissance. Pour  $\sigma_{25\%}$  on obtient la relation (IX.5) avec le coefficient  $K = 19.2$  et

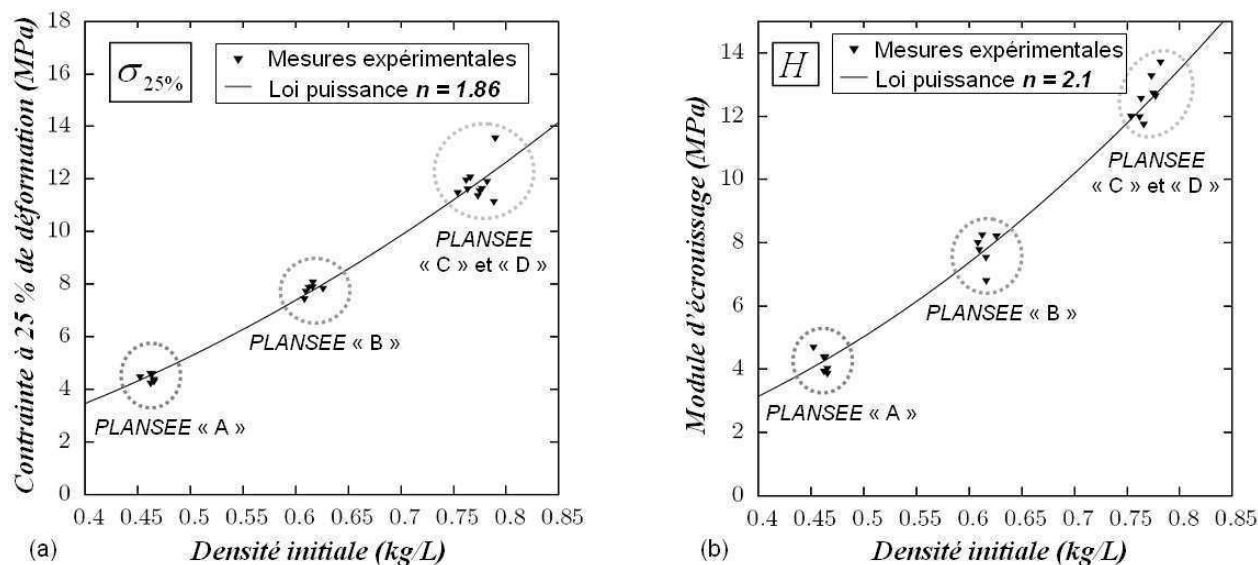


Fig. IX.8 : Mesures expérimentales (a) de la contrainte à 25% de déformation en fonction de la densité des empilements (b) du module d'écroûissage  $H$  en fonction de la densité des empilements.

l'exposant  $n = 1.86$ . Pour le module d'écroûissage  $H$  on obtient la relation (IX.6) avec  $K = 21.2$  et  $n = 2.1$ . La densité est exprimée en kg/L et  $\sigma_{25\%}$  et  $H$  en MPa.

$$\sigma_{25\%} = 19.2 \rho^{1.86} \quad (\text{IX.5})$$

$$H = 21.2 \rho^{2.1} \quad (\text{IX.6})$$

#### 4) Coefficient de Poisson plastique

Le coefficient de Poisson plastique  $\nu_p$ , défini comme le rapport de la déformation latérale sur la déformation axiale de l'empilement, peut être examiné par l'intermédiaire des photographies prises lors des essais de compression. La figure IX.9 montre les images d'un échantillon PLANSEE A de 30 mm de côté dans quatre états de déformation  $\varepsilon = 0, 5\%, 20\%$  et  $40\%$ .

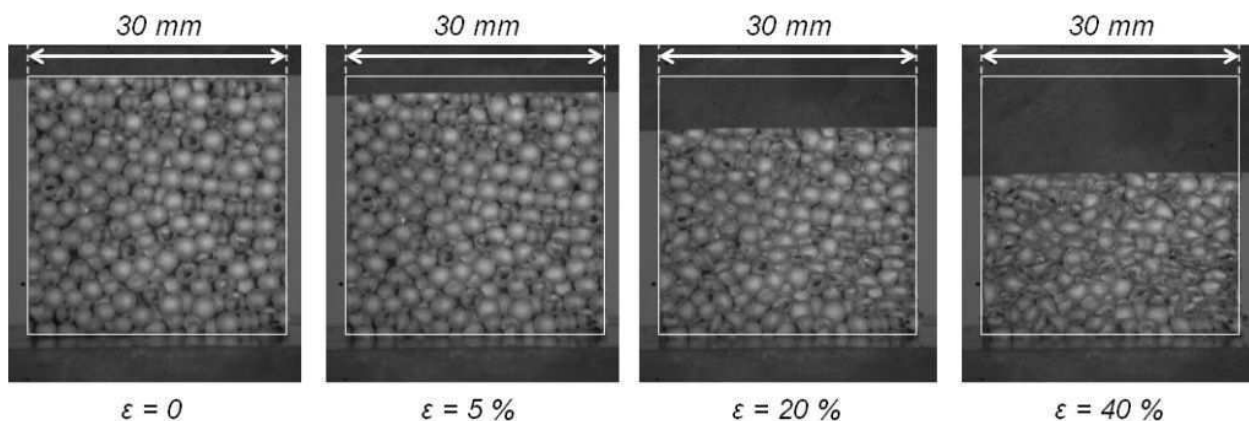


Fig. IX.9 : Photographies de la compression d'un empilement PLANSEE A pour évaluer le coefficient de Poisson plastique.



Pour les quatre spécimens les échantillons ne montrent quasiment aucune expansion latérale tout au long de la déformation. Cette observation est issue de mesures peu précises sur les photographies, la mesure par un système plus rigoureux de type extensomètre ou capteur de déplacement n'a pas été effectuée. La déformation latérale de l'empilement n'est donc pas exactement nulle mais nous pouvons néanmoins affirmer qu'elle reste très faible. Un simple calcul d'erreur avec une expansion latérale de l'échantillon de 1 mm, difficile à détecter précisément sur les photographies, pour 30% de déformation axiale fournit un coefficient de Poisson plastique  $\nu_p \approx 0.12$ . On peut alors présumer que le coefficient de Poisson plastique des empilements se situe aux alentours de 0.1. Cette valeur est cohérente avec les travaux de *Fried et al.* [58] qui trouvent un coefficient de Poisson plastique de 0.09 à 0.2 avec des essais de traction sur des empilements de sphères creuses.

$$\boxed{\nu_p \approx 0.1 \quad \text{quel que soit } \rho} \quad (\text{IX.7})$$

### 1.5 Synthèse des propriétés effectives expérimentales

Les évolutions des propriétés effectives données sous la forme de lois d'échelles en puissance de la densité des empilements obtenues à partir des essais de compression macroscopique sont récapitulées ci-dessous.  $E_{plateau}$ ,  $\sigma_y$ ,  $\sigma_{25\%}$  et  $H$  sont exprimés en MPa et  $\rho$  en kg/L.

$$\begin{aligned} E_{plateau} &= 1350 \rho^{1.64} \\ \sigma_y &= 10.1 \rho^{1.48} \\ 0.005 \leq \varepsilon_y \leq 0.01 &\quad \text{quel que soit } \rho \\ \sigma_{25\%} &= 19.2 \rho^{1.86} \\ H &= 21.2 \rho^{2.1} \\ \nu_p &\approx 0.1 \quad \text{quel que soit } \rho \end{aligned}$$

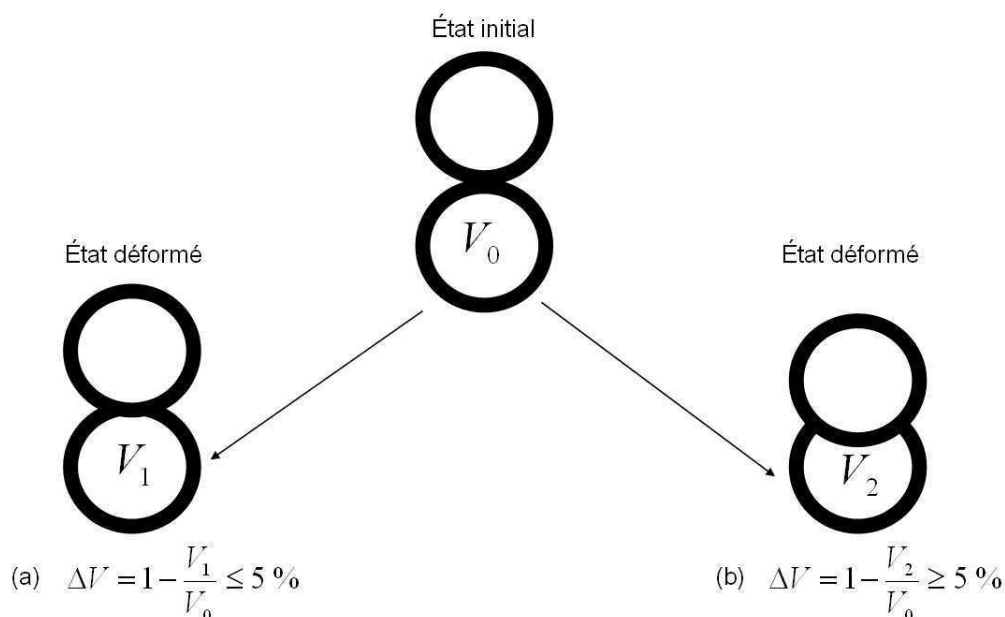
## 2 Des mécanismes de déformation locaux au comportement macroscopique

Le chapitre précédent a mis en exergue les mécanismes qui gouvernent la déformation de l'empilement à l'échelle mésoscopique. Nous avons montré que la déformation globale provient du réarrangement de l'empilement qui diminue le volume libre et de la déformation des sphères qui par leur effondrement fait chuter les porosités fermées. L'analyse numérique des images de tomographie permet alors de quantifier ces phénomènes et ainsi d'examiner le comportement macroscopique du matériau au regard des mécanismes locaux. Suite aux résultats du chapitre précédent les paramètres suivants sont évalués : la déformation individuelle des sphères, l'évolution de la porosité ouverte et fermée dans l'empilement et la croissance du nombre de coordination moyen.

### 2.1 Déformation des sphères

La question qui se pose pour évaluer la déformation d'une sphère est « *quel est le paramètre pertinent à prendre en compte ?* ».

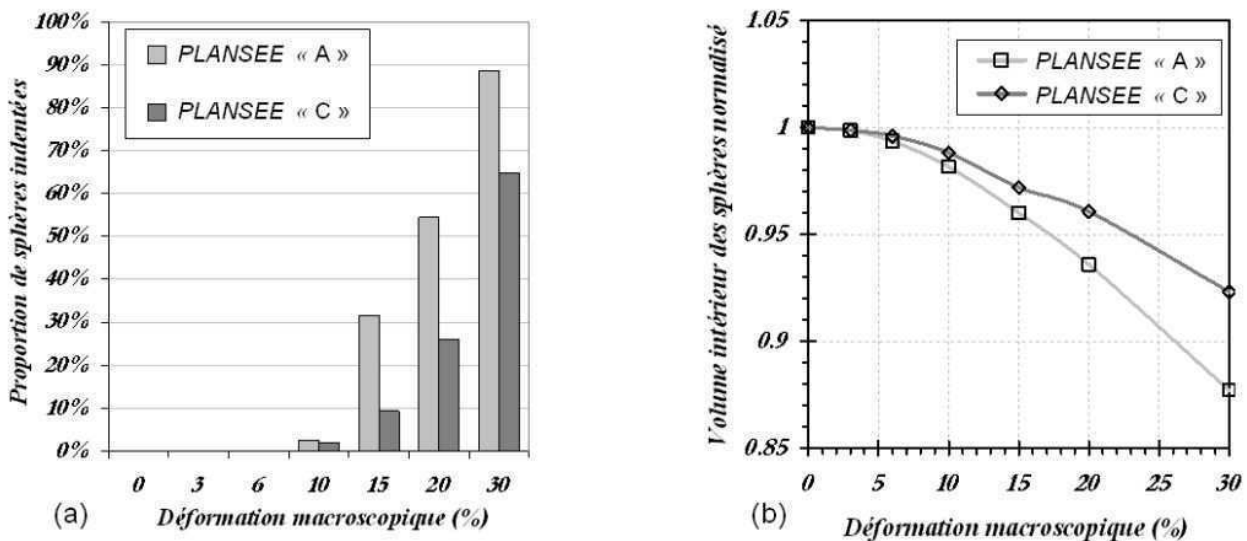
L'observation qualitative a montré que pour les empilements *PLANSEE* la déformation des sphères se divise en deux étapes : un aplatissement du contact suivi d'une indentation par une sphère voisine. Nous avons alors retenu un critère très simple basé sur la variation de volume des sphères schématisé sur la figure IX.10. Ce paramètre, qui peut apparaître assez sommaire au premier abord, permet de distinguer le premier stade de la déformation et l'indentation de la sphère. Il consiste à spécifier qu'une variation de volume de la sphère supérieure à 5% indique l'indentation de celle-ci alors qu'une variation de volume inférieure à 5% désigne une sphère non déformée ou un aplatissement du contact.



**Fig. IX.10 :** Représentation schématique du critère d'analyse de déformation des sphères creuses. (a) Variation de volume inférieure à 5% : sphère intacte ou localisation au contact. (b) Variation de volume supérieure à 5% : sphère indentée.

La déformation des sphères est ainsi analysée à travers la variation du volume intérieur des sphères creuses, c'est à dire de la porosité fermée de l'empilement. La diminution de celle-ci révèle un effondrement des sphères.

Les résultats obtenus sur les empilements *PLANSEE* A et C, avec les sphères les plus fines et les plus épaisses, sont présentés sur la figure IX.11(a) qui trace la proportion de sphères indentées en fonction de la déformation macroscopique de l'échantillon. La figure IX.11(b) illustre l'évolution du volume intérieur total des sphères, c'est à dire la porosité fermée de l'empilement, normalisée par sa valeur initiale (échantillon non déformé).



**Fig. IX.11 :** Déformation des sphères déterminée par analyses d'images 3D de la compression in-situ d'empilements *PLANSEE* A ( $\rho = 400\text{g/L}$ ,  $D = 2.7\text{mm}$ ,  $t = 55\ \mu\text{m}$ ) et *PLANSEE* C ( $\rho = 800\text{g/L}$ ,  $D = 2.7\text{mm}$ ,  $t = 90\ \mu\text{m}$ ) (a) Proportion de sphères indentées en fonction de la déformation macroscopique (b) Évolution de la porosité fermée en fonction de la déformation macroscopique.

On constate que pour les deux échantillons aucune sphère n'est indentée jusqu'à une déformation macroscopique d'environ 10%. La déformation individuelle des sphères est donc faible jusqu'à ce niveau de déformation. On observe ensuite un effondrement des sphères plus rapide pour le spécimen A, composé de sphères plus fines, que pour le spécimen C avec des sphères plus épaisses. A 30% de déformation macroscopique environ 90% des sphères du spécimen A sont indentées alors que le spécimen C n'en a que 65%. A ce niveau de déformation ( $\varepsilon \approx 30\%$ ) la porosité fermée du spécimen A a chuté d'environ 12% et celle du spécimen C de 7%.

Ces résultats indiquent qu'aux premiers stades de la déformation macroscopique, jusqu'à  $\varepsilon \approx 10\%$ , les sphères se déforment peu et de manière très localisée. Ils mettent également en évidence que les sphères fines s'effondrent ensuite plus facilement.

## 2.2 Évolution de l'architecture de l'empilement

Le deuxième aspect de la déformation du matériau est l'évolution de l'architecture de l'empilement. Celle-ci est mesurée par la variation de la porosité ouverte au cours de la déformation et de l'augmentation du nombre de coordination moyen dans l'empilement.

## 1) Porosité ouverte

L'évolution du volume libre entre les sphères, c'est à dire la porosité ouverte de l'empilement, normalisée par sa valeur initiale est tracée sur la figure IX.12. La porosité fermée normalisée est également représentée, en traits interrompus, afin de comparer le réarrangement de l'empilement avec la déformation individuelle des sphères.

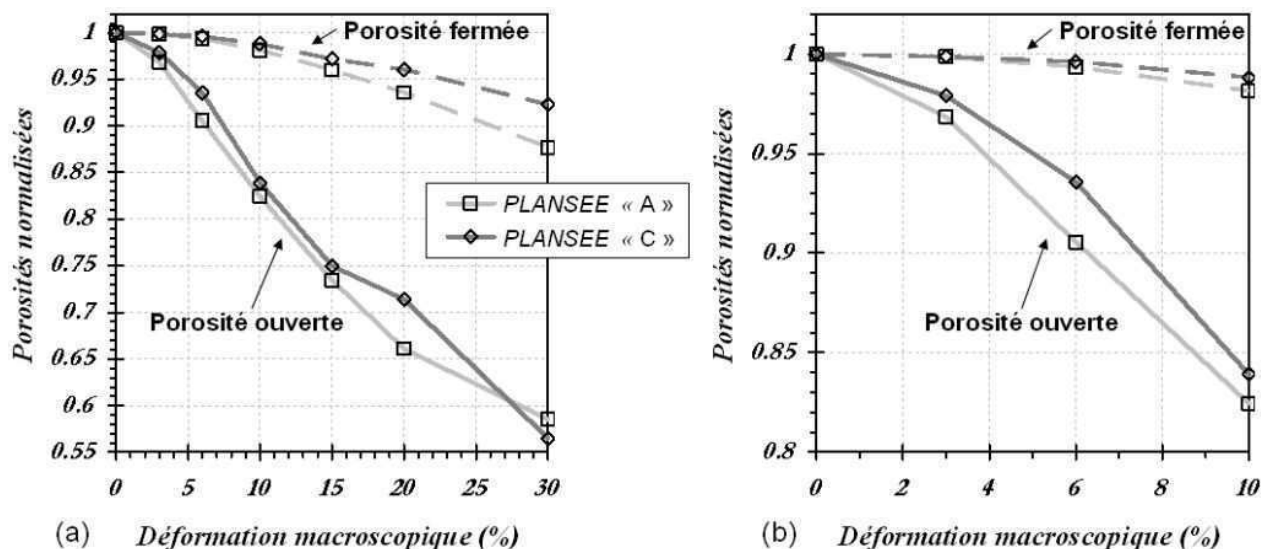


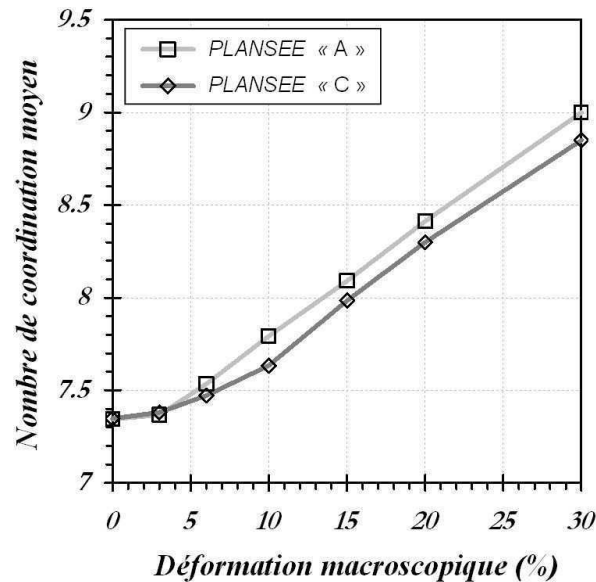
Fig. IX.12 : Évolution de la porosité ouverte (traits continus) et fermée (traits interrompus) des empilements déterminée par analyses d'images de la compression in-situ des spécimens PLANSEE A ( $\rho = 400\text{g/L}$ ,  $D = 2.7\text{mm}$ ,  $t = 55\ \mu\text{m}$ ) et PLANSEE C ( $\rho = 800\text{g/L}$ ,  $D = 2.7\text{mm}$ ,  $t = 90\ \mu\text{m}$ ) (a) jusqu'à  $\varepsilon = 30\%$ . (b) zoom sur les faibles déformations  $\varepsilon = 0 - 10\%$ .

On constate que pour les deux spécimens la porosité ouverte chute brutalement dès le début de la déformation macroscopique. Contrairement à la porosité fermée, qui reste quasiment constante jusqu'à  $\varepsilon \approx 10\%$ , la porosité ouverte perd à ce stade environ 15% pour les deux spécimens. Cette différence se maintient avec l'augmentation de la déformation et pour  $\varepsilon \approx 30\%$  la porosité ouverte a diminué de plus de 40% dans les deux cas. On remarque que la chute de la porosité ouverte est quantitativement similaire pour les deux échantillons, ce qui indique que le réarrangement de l'empilement ne dépend pas de l'épaisseur relative des sphères. Au contraire la porosité fermée diminue plus rapidement pour le spécimen A ce qui signifie que l'effondrement des sphères est fonction de l'épaisseur relative, comme constaté au paragraphe précédent.

Ces résultats confirment le fait que le premier stade de la déformation est principalement marqué par un réarrangement des sphères qui conduit à la diminution du volume libre dans l'empilement. Les sphères étant solidement reliées entre elles leur réorganisation, qui nécessite un déplacement relatif, impose une déformation locale. Ceci correspond à la première phase de déformation individuelle des sphères par la formation d'une rotule plastique au niveau des contacts. Ce résultat est cohérent avec l'analyse faite précédemment qui montre que jusqu'à environ 10% de déformation macroscopique aucune sphère ne subit d'indentation mais uniquement une déformation locale, ou aucune déformation.

## 2) Nombre de coordination

La détection des contacts par analyses d'images à chaque état de déformation permet d'étudier l'évolution du nombre de coordination moyen de l'empilement avec la déformation macroscopique. Les résultats obtenus pour les empilements *PLANSEE A* et *C* sont présentés sur la figure IX.13.



**Fig. IX.13 :** Évolution du nombre de coordination moyen des empilements déterminée par analyses d'images de la compression in-situ des spécimens *PLANSEE A* ( $\rho = 400\text{g/L}$ ,  $D = 2.7\text{mm}$ ,  $t = 55\ \mu\text{m}$ ) et *PLANSEE C* ( $\rho = 800\text{g/L}$ ,  $D = 2.7\text{mm}$ ,  $t = 90\ \mu\text{m}$ ).

On constate qu'au tout début de la déformation, jusqu'à  $\varepsilon \approx 3\%$ , le nombre de coordination reste constant égal à sa valeur initiale. Puis avec la déformation macroscopique croissante il augmente quasiment linéairement pour atteindre environ 9 aux alentours de 30% de déformation. Cette croissance est la conséquence de la réorganisation des sphères dans l'empilement qui, en comblant les espaces libres, viennent créer de nouveaux contacts avec des sphères initialement distantes. Plus le volume libre diminue plus le nombre de contacts augmente comme le montrent les résultats de l'analyse d'images.

### 2.3 Bilan sur le comportement mécanique

Le comportement macroscopique du matériau peut alors être analysé à l'égard des mécanismes locaux. La déformation globale du matériau se divise en trois phases distinctes :

- 1<sup>ère</sup> phase :** Elle correspond à une déformation macroscopique de 0 à  $\approx 3\%$ . La déformation de l'échantillon se fait par une diminution de la porosité ouverte qui traduit un réarrangement des sphères dans l'empilement. Ce réarrangement implique une déformation très localisée des sphères qui gardent globalement leur intégrité.
- 2<sup>ème</sup> phase :** Elle correspond à une déformation macroscopique de  $\approx 3\%$  à  $\approx 10\%$ . Le réarrangement qui se poursuit fait augmenter la déformation locale des sphères au niveau des contacts par la formation et le développement de rotules plastiques. Parallèlement la diminution croissante des espaces libres dans l'empilement induit la création de nouveaux contacts entre sphères.

**3<sup>ème</sup> phase :** Elle correspond à une déformation macroscopique de  $\approx 10\%$  et au-delà. La porosité ouverte poursuit sa baisse impliquant l'augmentation continue du nombre de contacts. Les sphères se déforiment de manière plus importante les unes après les autres en se faisant indenter progressivement par leur(s) voisine(s), ce qui fait diminuer la porosité fermée du matériau. C'est le début de l'effondrement de l'empilement. Cette étape se poursuit alors jusqu'à atteindre le stade de densification de l'échantillon.

Ces trois phases sont reportées sur la courbe contrainte-déformation macroscopique sur la figure IX.14. Elle résume de manière synthétique l'analyse du comportement mécanique macroscopique d'après les mécanismes de déformation locaux des empilements.

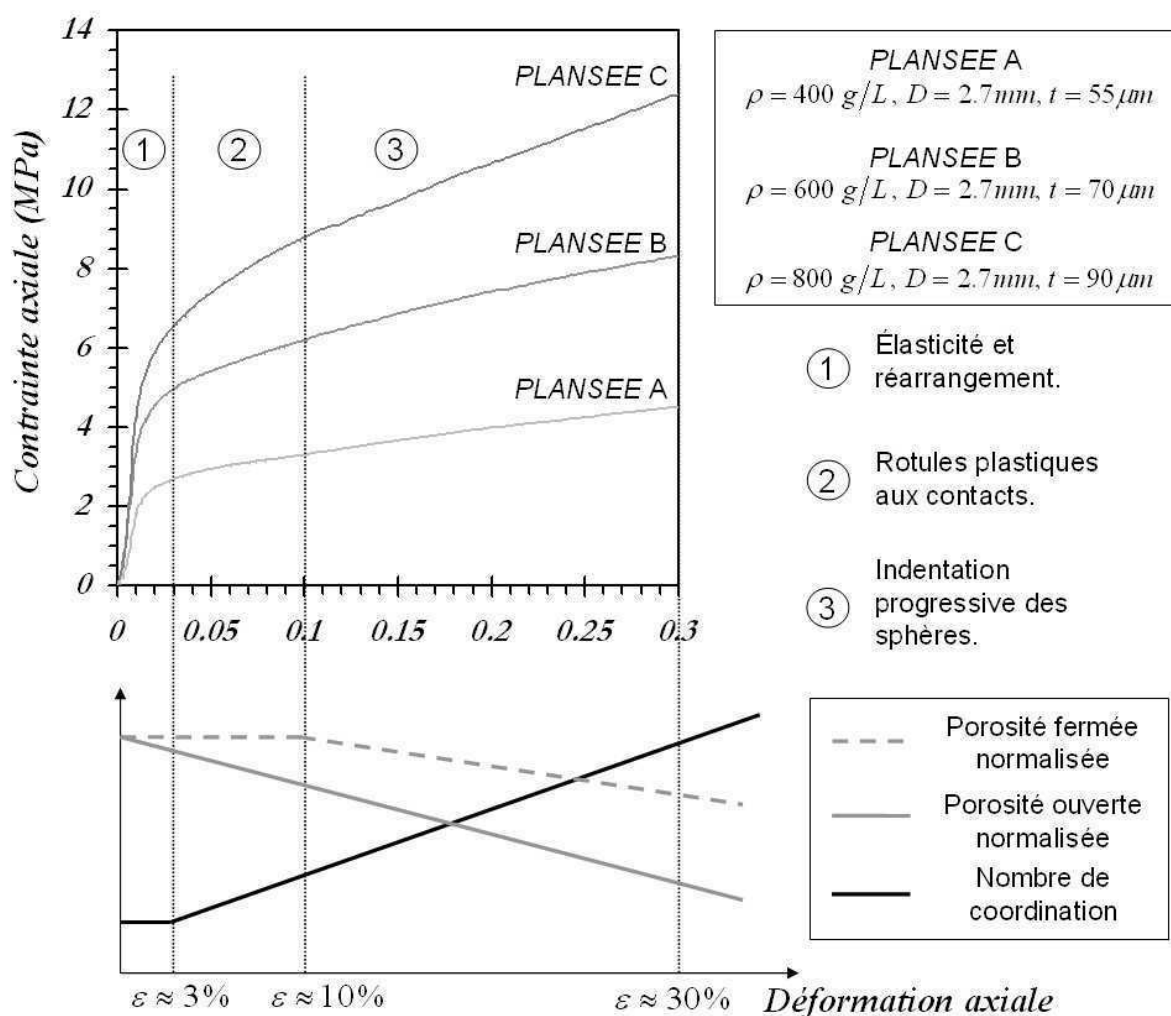


Fig. IX.14 : Relations entre les mécanismes de déformation locaux et le comportement macroscopique des empilements de sphères creuses.

### 3 Modélisation d'empilements de sphères creuses

Un enjeu majeur de ce travail de thèse est de déterminer les relations entre la structure des empilements de sphères creuses et les propriétés mécaniques effectives. Pour cela nous souhaitons établir des lois d'échelles prédisant l'évolution des propriétés avec les paramètres structuraux. De telles relations, faisant uniquement intervenir la densité du matériau, ont été proposées en début de chapitre par des considérations phénoménologiques reposant sur des mesures expérimentales. Cependant pour obtenir des lois fonctions de paramètres structuraux plus spécifiques tels que l'épaisseur relative ou la taille relative des contacts il faut recourir à la simulation numérique. L'approche adoptée, exposée au chapitre V, consiste en une modélisation mixte éléments finis/éléments discrets. Les calculs par éléments finis permettent de déterminer les lois élémentaires de contact entre les sphères qui sont ensuite utilisées dans un modèle discret pour simuler le comportement macroscopique des empilements.

Pour les mêmes raisons que dans l'étude expérimentale précédente seuls les empilements de type *PLANSEE* sont étudiés et modélisés par la suite.

#### 3.1 Domaine des simulations

Comme expliqué au chapitre V les simulations discrètes sont entre autre limitées par le changement de forme important des particules. Dans le cas des sphères creuses il apparait alors difficile de restituer le phénomène d'indentation des sphères dans la DEM. Par ailleurs les lois de contact déterminées sur un couple de sphères changent fortement lorsqu'une sphère a été indentée. Pour cela les simulations discrètes ne peuvent être menées que sur les deux premières phases, c'est à dire pour une déformation macroscopique inférieure à environ 10%.

De surcroit nous avons vu que lors de la deuxième phase il se crée de nouveaux contacts dans l'empilement. Ceux-ci ont un comportement différent des contacts initiaux entre les sphères, ainsi la gestion de ces nouveaux contacts nécessite de définir les lois correspondantes. Cet aspect alourdit considérablement le développement de la méthode et nous avons choisi, dans un premier temps, de ne pas l'intégrer.

***Les simulations discrètes effectuées se limitent alors à la première phase de la déformation des empilements, c'est à dire à une déformation macroscopique maximale d'environ 3%, ce qui va nous permettre d'obtenir le module d'élasticité et la limite d'élasticité du matériau.***

#### 3.2 Lois de contact élémentaires

Les lois de contact entre sphères creuses sont calculées par éléments finis pour les cinq sollicitations élémentaires définies au chapitre V. Pour chacune une formulation analytique approchée est proposée sous la forme d'une *fonction bilinéaire* reliant effort-déplacement et moment-rotation, éq. (IX.8), et qui dépend des paramètres structuraux épaisseur relative  $t/R$  et taille relative des contacts  $a/R$ .

$$\frac{F}{R^2}, \frac{M}{R^3} = \begin{cases} K_1(t/R, a/R) \cdot x & \text{si } x \leq \tilde{x} \\ K_1(t/R, a/R) \cdot \tilde{x} + K_2(t/R, a/R) \cdot (x - \tilde{x}) & \text{si } x \geq \tilde{x} \end{cases} \quad (\text{IX.8})$$

où  $x = u_x/R$ ,  $u_z/R$ ,  $\theta_y$ ,  $\theta_z$  et  $\tilde{x}$  la valeur de transition entre les deux pentes.

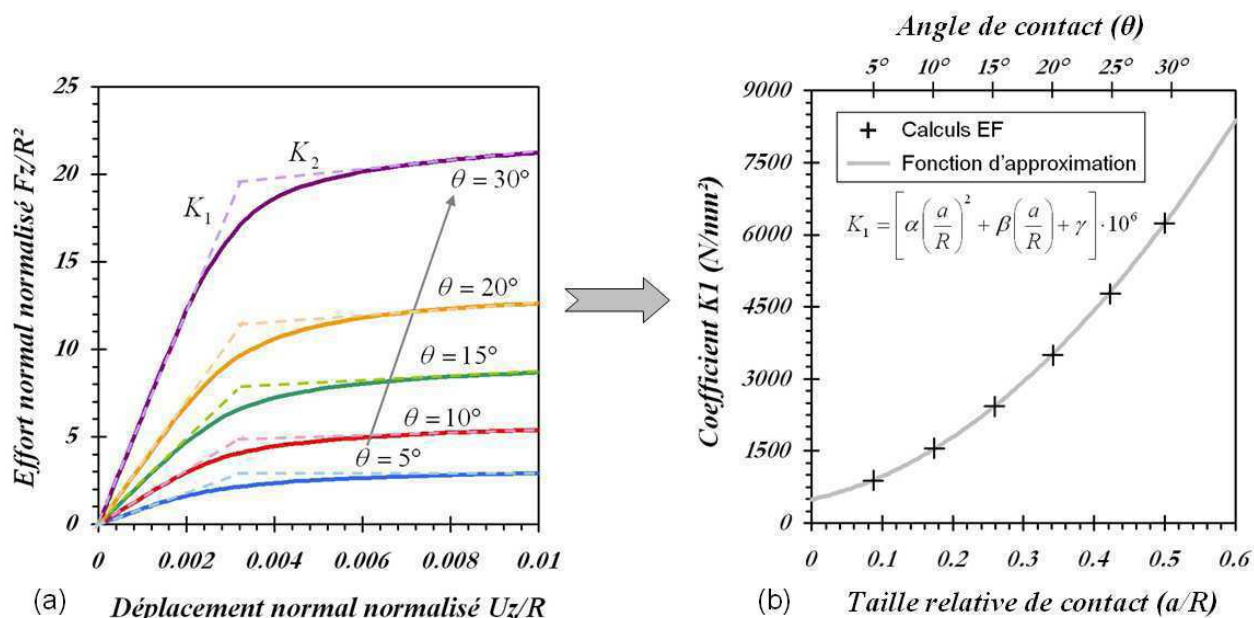
En pratique les simulations par éléments finis sur un couple de sphères en contact ont été effectuées pour six valeurs d'épaisseur relative  $t/R = 0.03, 0.04, 0.05, 0.06, 0.07$  et  $0.1$ . Pour chacun de ces cas six valeurs de taille de contact sont considérées, de  $\theta = 5^\circ$  à  $\theta = 30^\circ$  par pas de  $5^\circ$ . Les coefficients  $K_1$  et  $K_2$  des lois de contact sont alors déterminés pour chaque valeur d'épaisseur relative comme une fonction de la taille relative de contact par **la meilleure approximation au sens des moindres carrés par une fonction donnée** (polynomiale, puissance, exponentielle). La détermination des fonctions d'approximations est effectuée à l'aide du module d'optimisation du logiciel *MATLAB*®. Les résultats numériques des simulations sont synthétisés en annexe B et les fonctions d'approximations obtenues sont détaillées ci-dessous.

### 1) Illustration sur la loi d'effort normal : sollicitation en compression

Comme nous l'avons vu au chapitre précédent le comportement en compression de deux sphères creuses en contact se décompose en trois parties :

1. Augmentation rapide de l'effort sur un petit intervalle de déplacement,
2. Faible augmentation ou diminution de l'effort sur une plus large plage de déplacement,
3. Réaugmentation importante de l'effort.

La troisième phase correspond à l'indentation de la sphère et n'est donc pas prise en compte pour l'identification de la loi de contact. Seules les deux premières étapes sont modélisées.



**Fig. IX.15 :** Détermination du coefficient  $K_1$  en compression en fonction de la taille relative de contact pour  $t/R = 0.05$ . (a) Courbes effort-déplacement normalisées obtenues par simulations éléments finis (traits pleins) et pentes  $K_1$  et  $K_2$  correspondante (traits interrompus). (b) Valeurs calculées de  $K_1$  à partir des courbes effort-déplacement (croix noires) et fonction d'approximation polynomiale (ligne grise).



**Coefficient  $K_1$** 

La figure IX.15(b) trace les valeurs de  $K_1$  (croix noires) obtenues à partir des courbes effort-déplacement normalisés, figure IX.15(a), calculées par éléments finis pour les six tailles relatives de contact dans le cas de  $t/R = 0.05$ . Son évolution est très bien approximée par une fonction polynomiale de degré 2 de la taille relative de contact  $a/R$ , équation (IX.9), comme le montre la courbe grise sur la figure IX.15(b).

$$K_1 = \left[ \alpha \left( \frac{a}{R} \right)^2 + \beta \left( \frac{a}{R} \right) + \gamma \right] \cdot 10^6 \quad (\text{IX.9})$$

**Coefficient  $K_2$** 

Le coefficient  $K_2$  en compression est le plus délicat à traiter car il représente le comportement de la rotule plastique au contact entre les deux sphères. Selon la valeur des paramètres structuraux  $t/R$  et  $a/R$  nous avons vu qu'elle peut induire un adoucissement ou au contraire un écrouissage de la structure. Dans le cas de l'adoucissement nous considérons, pour des raisons numériques, que l'effort reste simplement constant c'est à dire que le coefficient  $K_2$  est pris nul.

Le coefficient  $K_2$  est alors approximé par morceaux, en fonction de la taille relative de contact  $a/R$  pour les différentes valeurs d'épaisseur relative.

- $K_2$  est approximé par une fonction polynomiale en  $a/R$ , équation (IX.10), pour les valeurs de taille relative de contact inférieures à une certaine limite  $(a/R)_{limite}$ .

$$K_2 = \left[ \alpha \left( \frac{a}{R} \right)^4 + \beta \left( \frac{a}{R} \right)^3 + \gamma \left( \frac{a}{R} \right)^2 + \lambda \left( \frac{a}{R} \right) + \kappa \right] \cdot 10^6 \quad (\text{IX.10})$$

- $K_2$  est considéré nul pour les valeurs de taille relative de contact supérieures à la limite  $(a/R)_{limite}$ .

$$K_2 = 0 \quad (\text{IX.11})$$

**2) Cas des autres sollicitations élémentaires**

Les expressions analytiques approchées des deux droites  $K_1$  et  $K_2$  constituant les lois de contact pour les quatre autres sollicitations élémentaires sont présentées ci-dessous.

**Effort normal : traction****Coefficient  $K_1$** 

Le coefficient  $K_1$  en traction est approximé par une fonction polynomiale de degré 2 de la taille relative de contact  $a/R$ , éq. (IX.12).

$$K_1 = \left[ \alpha \left( \frac{a}{R} \right)^2 + \beta \left( \frac{a}{R} \right) + \gamma \right] \cdot 10^6 \quad (\text{IX.12})$$

**Coefficient  $K_2$** 

Le coefficient  $K_2$  est plus simple à traiter qu'en compression car la structure ne montre qu'un écrouissage pendant la traction. Il est approximé par une fonction polynomiale de degré 2 de la taille relative de contact  $a/R$  sans terme constant, éq. (IX.13).

$$K_2 = \left[ \alpha \left( \frac{a}{R} \right)^2 + \beta \left( \frac{a}{R} \right) \right] \cdot 10^6 \quad (\text{IX.13})$$

**Effort tangent : cisaillement****Coefficient  $K_1$** 

Le coefficient  $K_1$  en cisaillement est approximé par une fonction de type exponentielle à asymptote oblique, éq. (IX.14).

$$K_1 = \left[ \alpha \left( 1 - \exp \left( -\frac{a/R}{0.08715/\beta} \right) \right) + \gamma \left( \frac{a}{R} \right) \right] \cdot 10^6 \quad (\text{IX.14})$$

**Coefficient  $K_2$** 

Pour chaque épaisseur relative le coefficient  $K_2$  en cisaillement atteint une valeur constante pour des tailles relatives de contact supérieures à une taille limite  $(a/R)_{limite}$ .

$$K_2 = K \cdot 10^6 \quad \text{pour } \frac{a}{R} \geq \left( \frac{a}{R} \right)_{limite} \quad (\text{IX.15})$$

En deçà de cette valeur  $K_2$  est approximé par une fonction polynomiale de degré 3 en  $a/R$  sans terme constant, éq. (IX.16).

$$K_2 = \left[ \alpha \left( \frac{a}{R} \right)^3 + \beta \left( \frac{a}{R} \right)^2 + \gamma \left( \frac{a}{R} \right) \right] \cdot 10^6 \quad \text{pour } \frac{a}{R} \leq \left( \frac{a}{R} \right)_{limite} \quad (\text{IX.16})$$

L'approximation de  $K_2$  en cisaillement se fait donc par morceaux avec les deux relations (IX.15) et (IX.16).

**Moment normal : torsion**

Pour chaque valeur d'épaisseur relative les deux coefficients  $K_1$  et  $K_2$  sont approximés par une fonction polynomiale de degré 3 en  $a/R$  de la forme (IX.17).

$$K_{1,2} = \left[ \left( \alpha \frac{a}{R} + \beta \right) \left( \frac{a}{R} \right)^2 \right] \cdot 10^6 \quad (\text{IX.17})$$

**Moment tangent : flexion**

Pour chaque valeur d'épaisseur relative les deux coefficients  $K_1$  et  $K_2$  sont approximés par une fonction polynomiale de degré 3 en  $a/R$  de la forme (IX.18).

$$K_{1,2} = \left[ \left( \alpha \left( \frac{a}{R} \right)^2 + \beta \left( \frac{a}{R} \right) + \gamma \right) \left( \frac{a}{R} \right) \right] \cdot 10^6 \quad (\text{IX.18})$$

## Synthèse des lois de contact

Les cinq lois d'interactions élémentaires qui correspondent aux mouvements relatifs admissibles entre deux sphères creuses en contact ont été calculées par éléments finis et approximées par des fonctions analytiques simples, exposées ci-dessus et récapitulées dans le tableau IX.1.

|              | Fonction d'approximation de $K_1$ | Fonction d'approximation de $K_2$ |
|--------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Compression  | Équation (IX.9)                   | Équation (IX.10) et (IX.11)       |
| Traction     | Équation (IX.12)                  | Équation (IX.13)                  |
| Cisaillement | Équation (IX.14)                  | Équations (IX.15) et (IX.16)      |
| Torsion      | Équation (IX.17)                  |                                   |
| Flexion      | Équation (IX.18)                  |                                   |

**Tab. IX.1 :** Synthèse des fonctions d'approximations des droites  $K_1$  et  $K_2$  selon les paramètres structuraux  $(t/R, a/R)$  pour les cinq lois de contact élémentaires.

Les valeurs numériques des divers coefficients de ces lois sont détaillées en annexe B. Ces relations sont alors intégrées dans le code de calcul **dp3D** afin de simuler par éléments discrets le comportement mécanique macroscopique des empilements pour différentes épaisseurs relatives de sphères. Les conditions de ces simulations ainsi que les résultats obtenus sont exposés ci-dessous.

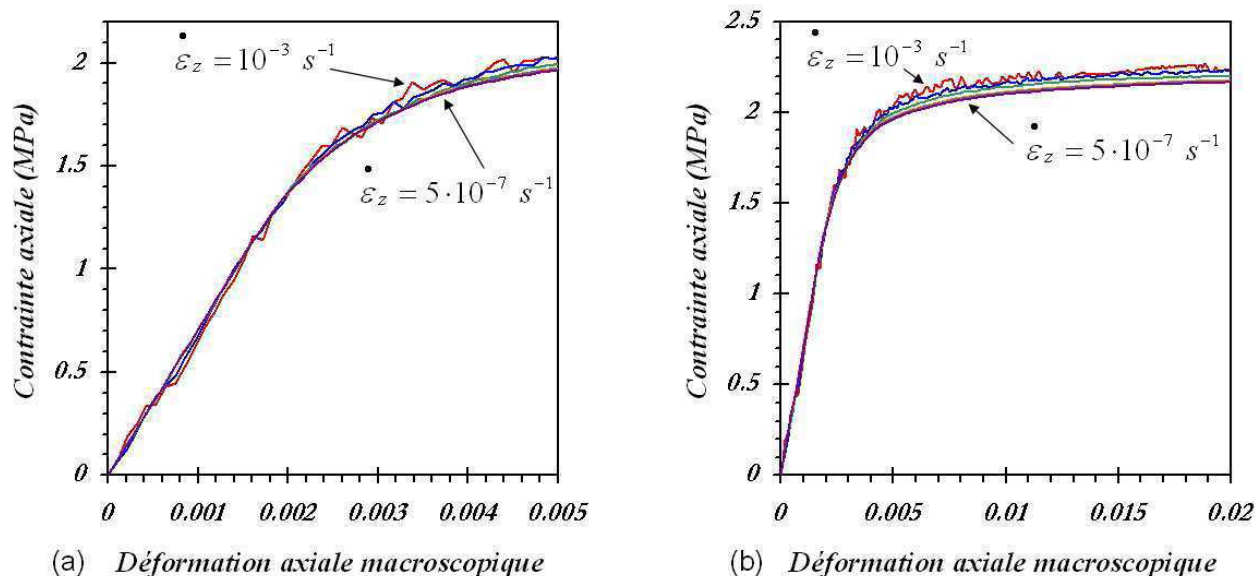
### 3.3 Convergence et effet de taille des échantillons

Dans le pré-traitement des simulations discrètes deux paramètres sont importants à préciser pour s'assurer de la convergence et de la validité des calculs. Il s'agit de :

- La **vitesse de déformation macroscopique** qui pilote le calcul. La vitesse imposée doit être suffisamment faible pour permettre une mise à l'équilibre correcte des efforts et des moments dans l'empilement. Le temps de calcul dépend directement de la valeur de la vitesse imposée, il faut donc choisir un bon compromis entre convergence et temps de calcul.
- La **taille de l'échantillon**, c'est à dire du nombre de particules qui le constitue. L'échantillon modélisé doit contenir suffisamment de sphères pour être représentatif du comportement macroscopique du matériau.

#### 1) Vitesse de déformation imposée

La figure IX.16 représente l'effet de la vitesse de déformation macroscopique imposée  $\dot{\varepsilon}_z$  sur la courbe contrainte-déformation axiale macroscopique obtenue par simulation de la compression simple d'un échantillon contenant 5000 sphères. Six valeurs de  $\dot{\varepsilon}_z$  sont considérées :  $10^{-3}$ ,  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-5}$ ,  $5 \cdot 10^{-6}$  et  $5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .



**Fig. IX.16 :** Courbes contrainte-déformation axiale macroscopique obtenues par simulations discrètes pour différentes valeurs de vitesse de déformation imposée  $\dot{\varepsilon}_z = 10^{-3}$ ,  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-5}$ ,  $5 \cdot 10^{-6}$  et  $5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .

On constate que plus la vitesse de déformation imposée est faible plus la courbe contrainte-déformation axiale macroscopique est perturbée. De plus la figure IX.16(b) montre que le niveau de contrainte atteint pour des faibles vitesses est surestimé. Pour l'ensemble des simulations effectuées par la suite nous avons alors retenu un pilotage des calculs avec une vitesse de déformation imposée égale à  $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , ce qui nous assure une bonne convergence des résultats.

## 2) Taille des échantillons

La figure IX.17 représente l'effet de la taille de l'échantillon, c'est à dire du nombre de sphères dans l'empilement, sur la courbe contrainte-déformation axiale macroscopique obtenue par simulation d'une compression simple effectuée à une vitesse de déformation égale à  $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Pour chaque simulation seul le nombre de sphères change, tous les autres paramètres sont égaux par ailleurs. Huit échantillons différents sont considérés, contenant de 100 à 10000 sphères, soit un rapport  $L/d$  taille d'échantillon sur diamètre des sphères de 4.2 à 19.5. Rappelons que tous les échantillons sont de forme cubique avec des conditions aux limites périodiques.

La figure IX.18 représente (a) la contrainte à 2% de déformation et (b) le module d'élasticité normalisé par celui obtenu pour le plus grand échantillon (10000 sphères,  $L/d = 19.5$ ) en fonction du rapport  $L/d$  des différents échantillons pour deux épaisseurs relatives  $t/R = 0.03$  et 0.1.

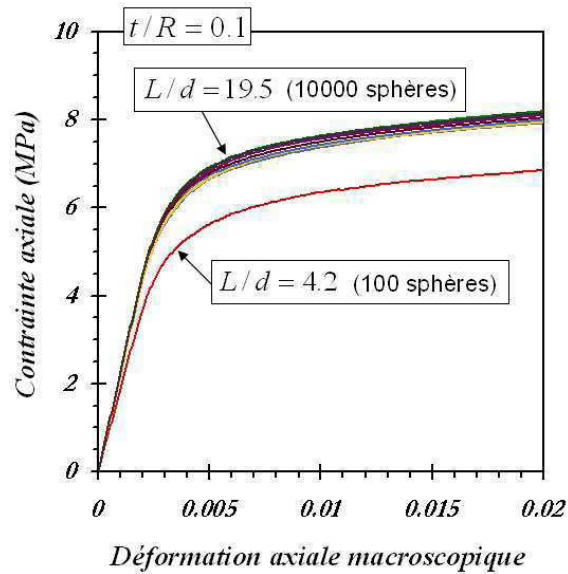


Fig. IX.17 : Courbes contrainte-déformation axiale macroscopique en compression. Résultats obtenus par simulations discrètes pour différents échantillons contenant 100, 500, 1000, 2000, 3000, 4000, 5000 et 10000 sphères d'épaisseur relative égale à 0.1.

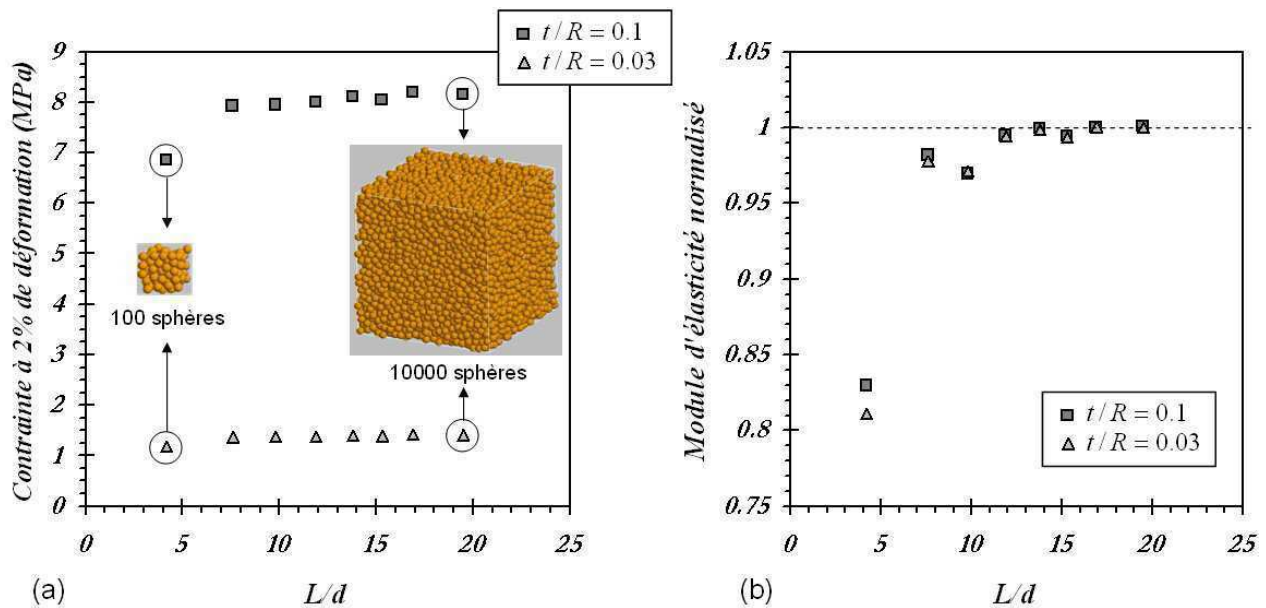


Fig. IX.18 : (a) Contrainte à 2% de déformation (b) Module d'élasticité normalisé en fonction du rapport  $L/d$ . Résultats obtenus par simulations discrètes pour différents échantillons contenant 100, 500, 1000, 2000, 3000, 4000, 5000 et 10000 sphères d'épaisseur relative 0.03 et 0.1.

Sur la figure IX.17 on constate que plus l'échantillon est petit plus la contrainte axiale est sous-estimée. L'empilement contenant 100 sphères,  $L/d = 4.2$ , donne des résultats largement inférieurs à ceux obtenus sur un empilement de 10000 sphères,  $L/d = 19.5$ . En revanche les courbes correspondant aux échantillons de 2000 à 10000 sphères sont quasiment parfaitement superposées ce qui indique que la convergence vers un volume représentatif est atteinte. Ceci est confirmé sur la figure IX.18 où l'on observe que, quelle que soit l'épaisseur relative des sphères, la contrainte à  $\varepsilon = 2\%$  ainsi que le module d'élasticité se stabilisent à moins de 2% d'erreur relative à partir d'un échantillon contenant 2000 sphères, soit pour un rapport  $L/d = 11.4$ .

Remarquons que ces résultats indiquent un rapport  $L/d$  assurant la représentativité de l'échantillon légèrement supérieur mais cohérent avec les valeurs déterminées expérimentalement. En effet expérimentalement nous avons observé que la taille des échantillons n'a pas d'influence sur le comportement mécanique pour des rapports  $L/d$  supérieurs à 10, ce qui correspond à un empilement d'environ 1000 sphères. Cette différence peut s'expliquer par les incertitudes expérimentales qui ne permettent pas d'assurer une aussi grande précision que les simulations numériques.

Afin de garantir une représentativité satisfaisante des simulations, l'ensemble des simulations menées par la suite est effectué sur des empilements de **5000 sphères**, soit un rapport  $L/d$  de 15.5.

### 3.4 Vers la définition d'une taille de contact équivalente

Avant de pouvoir analyser les résultats obtenus par les simulations de compression simple et de proposer des lois d'échelle pour les propriétés mécaniques effectives il faut se poser la question de comment définir un empilement de sphères creuses par ses paramètres structuraux.

Nous avons vu que les paramètres qui décrivent la structure du matériau sont l'épaisseur relative des sphères  $t/R$ , la taille relative des contacts  $a/R$  (ou l'angle  $\theta$ ) et le nombre de coordination  $Z_m$  de l'empilement. Or, de par la nature du procédé d'élaboration, la taille des contacts et le nombre de coordination moyen sont liés, comme il l'a été montré au chapitre VII. Ainsi un empilement peut être défini par la donnée du couple de paramètres structuraux  $(t/R, a/R)$ . De plus, s'il est possible d'avoir une distribution de rayon et d'épaisseur assez faible, le procédé implique une distribution de taille de contact relativement large dans l'empilement. Quelle taille de contact relative  $a/R$  faut-il alors considérer pour caractériser l'empilement ?

***Nous cherchons donc à définir une taille de contact relative équivalente permettant de représenter la distribution de taille dans l'empilement.***

Une première possibilité est d'utiliser la taille relative moyenne des contacts  $\bar{a}/R$  définie par la relation (IX.19) suivante :

$$\frac{\bar{a}}{R} = \frac{1}{R} \frac{\sum_{i=1}^n a_i}{n} \quad (\text{IX.19})$$

où  $a_i$  est le rayon du  $i^{\text{ème}}$  contact et  $n$  le nombre total de contacts dans l'empilement pour des sphères monomodales de rayon  $R$ .

Cependant cette taille moyenne n'a aucune interprétation physique sur le comportement mécanique du matériau. Nous avons alors choisi de définir une taille de contact équivalente basée sur la transmission des efforts au contact. Le principe est le suivant : dans l'empilement la transmission des efforts mécaniques entre deux sphères se fait par la *surface de contact* entre ces deux sphères. Nous introduisons alors la taille de contact équivalente comme celle qui donne la même surface totale des contacts dans tout l'empilement.

Soit  $S_i$  la surface du  $i^{\text{ème}}$  contact et  $S_t$  la surface totale des contacts dans l'empilement. En considérant les zones de contact comme circulaires on a respectivement pour des sphères monomodales :

$$S_i = \pi a_i^2 = \pi R^2 \left(\frac{a_i}{R}\right)^2 \quad (\text{IX.20})$$

$$S_t = \sum_{i=1}^n S_i = \sum_{i=1}^n \pi R^2 \left(\frac{a_i}{R}\right)^2 = \pi R^2 \sum_{i=1}^n \left(\frac{a_i}{R}\right)^2 \quad (\text{IX.21})$$

La taille de contact équivalente  $a_{eq}$  qui donne une surface de contact totale dans l'empilement identique à  $S_t$  vérifie alors la relation (IX.22) suivante :

$$n \cdot \pi a_{eq}^2 = \pi R^2 \sum_{i=1}^n \left(\frac{a_i}{R}\right)^2 \quad (\text{IX.22})$$

ou encore

$$n \cdot \pi R^2 \left(\frac{a_{eq}}{R}\right)^2 = \pi R^2 \sum_{i=1}^n \left(\frac{a_i}{R}\right)^2 \quad (\text{IX.23})$$

Ce qui donne finalement :

$$\frac{a_{eq}}{R} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{a_i}{R}\right)^2} \quad (\text{IX.24})$$

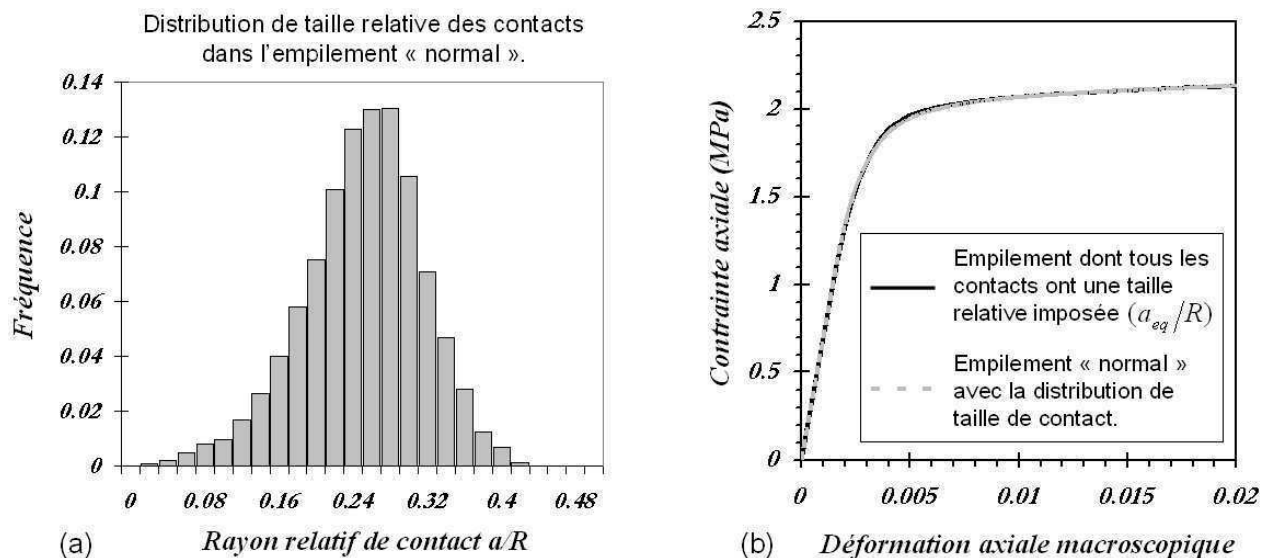
La relation (IX.24) correspond à la définition de la moyenne quadratique des tailles relatives des contacts dans l'empilement. La taille de contact équivalente que l'on a défini est donc la **moyenne quadratique des tailles de contact**.

Il est intéressant de noter que cette moyenne quadratique fait intervenir la taille de contact moyenne  $\bar{a}$ , éq. (IX.19), et l'écart type  $\sigma$  de la distribution par la relation (IX.25) suivante :

$$\frac{a_{eq}}{R} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{a_i}{R}\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{\bar{a}}{R}\right)^2 + \sigma^2} \quad (\text{IX.25})$$

Nous pouvons vérifier sur une simulation de compression simple que cette taille de contact équivalente est bien pertinente pour définir l'empilement.

Le calcul est effectué sur un échantillon contenant 5000 sphères et 19347 contacts dont la distribution de taille relative  $a/R$  est représentée sur la figure IX.19(a). Puis le même calcul est mené sur cet empilement en imposant de manière fictive à tous les contacts une taille relative constante de 0.249 égale à la taille relative équivalente définie précédemment. La figure IX.19(b) représente la courbe contrainte-déformation axiale macroscopique obtenue pour l'empilement « normal » avec la distribution de taille des contacts (trait interrompu) et pour l'empilement avec la taille relative équivalente des contacts fixe (trait continu).



**Fig. IX.19 :** (a) Distribution de taille relative des contacts dans l'empilement. (b) Courbes contrainte-déformation axiale macroscopique pour l'empilement « normal » avec la distribution de taille des contacts (trait interrompu) et pour l'empilement avec la taille de contact relative équivalente (trait plein).

On constate que les deux courbes sont quasiment parfaitement superposées. Cela confirme que la taille de contact équivalente définie de cette manière possède une interprétation physique sur le comportement mécanique du matériau. Le choix de cette taille équivalente paraît donc judicieux pour caractériser les empilements.

## Bilan

La structure des empilements est totalement définie par la donnée du couple de paramètres  $(t/R, a_{eq}/R)$  où  $t/R$  est l'épaisseur relative des sphères et  $a_{eq}/R$  la taille de contact relative équivalente donnée par la relation suivante :

$$\frac{a_{eq}}{R} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{a_i}{R}\right)^2} \quad (\text{IX.26})$$

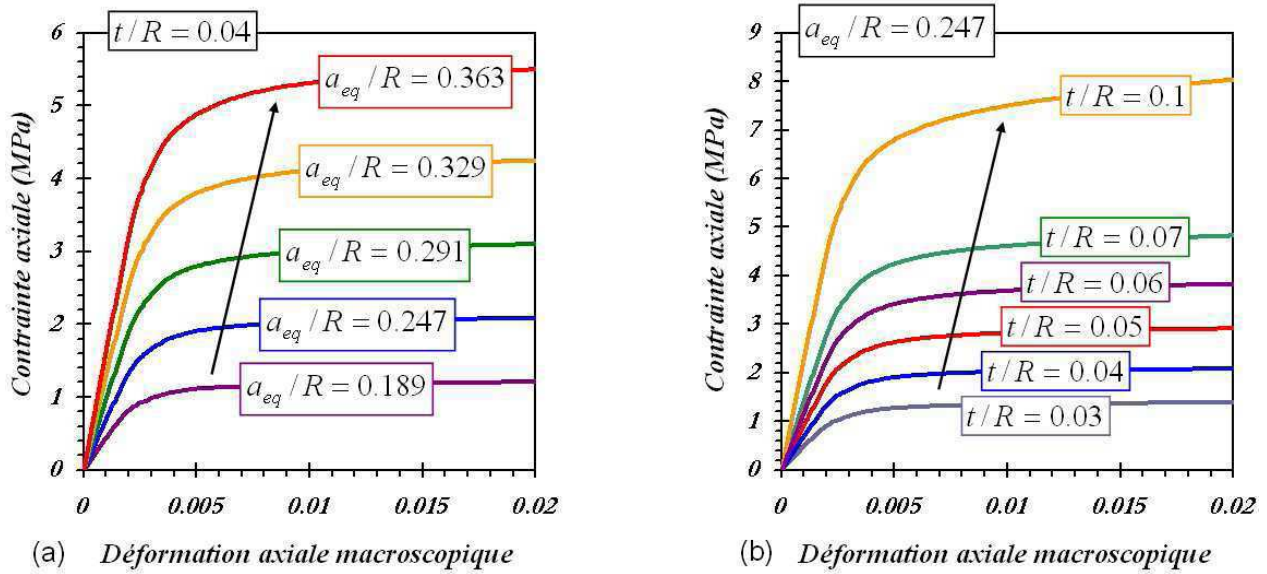
### 3.5 Influence des paramètres structuraux et lois d'échelles

Ce paragraphe expose les résultats obtenus par les simulations de compression simple des empilements de sphères creuses pour différents paramètres structuraux  $(t/R, a_{eq}/R)$ . Ces calculs permettent de déterminer le module et la limite d'élasticité effective comme indiqué au chapitre V et de formuler des lois d'échelles pour l'évolution de ces propriétés avec la structure des empilements.

#### 1) Influence des paramètres structuraux

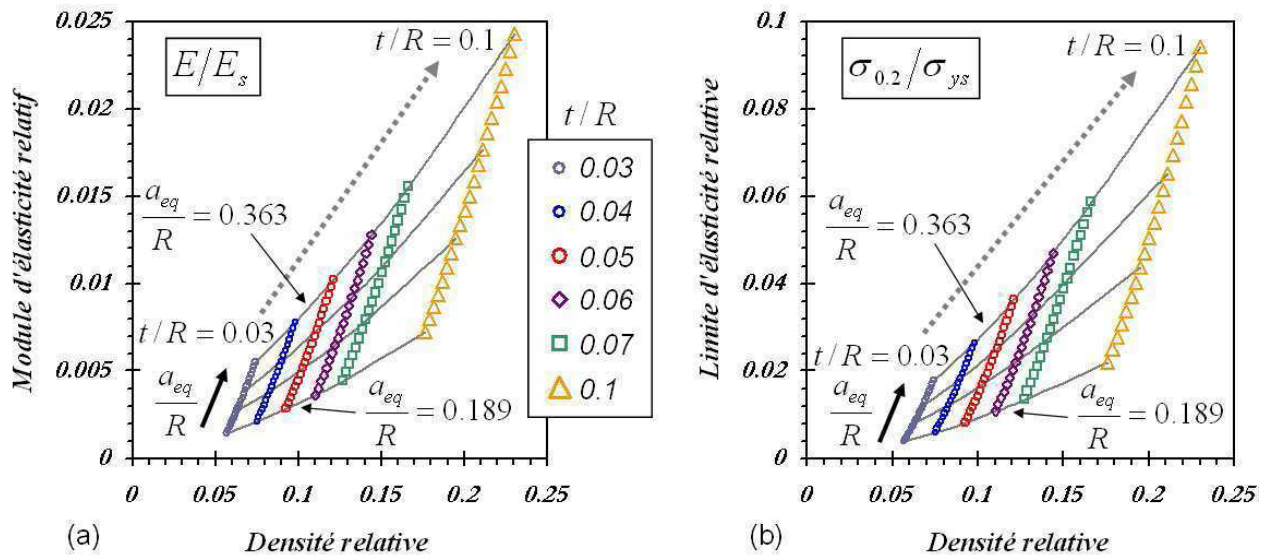
La figure IX.20 représente les courbes contrainte-déformation axiale macroscopique obtenues sur (a) des empilements avec une épaisseur relative des sphères  $t/R = 0.04$  pour différentes valeurs de taille de contact équivalente et sur (b) des empilements avec une taille de contact relative équivalente égale à 0.247 (soit  $\theta_{eq} = 14.3^\circ$ ) pour les six valeurs de  $t/R$ .





**Fig. IX.20 :** Courbes contrainte–déformation axiale macroscopique obtenues par simulations discrètes de la compression d’un empilement de 5000 sphères (a) épaisseur relative  $t/R = 0.04$  (b) taille de contact relative équivalente 0.247 (soit  $\theta_{eq} = 14.3^\circ$ ).

On constate que plus l’épaisseur relative et la taille de contact relative sont élevées plus la pente initiale des courbes est importante ainsi que le niveau de contrainte atteint par la suite. De ces courbes contrainte–déformation en compression simple nous déterminons le module d’élasticité  $E$  et la limite d’élasticité à 0.2%  $\sigma_{0.2}$  des empilements. Les résultats obtenus pour ces deux propriétés normalisées par les propriétés du matériau constitutif  $E_s = 207 \text{ GPa}$  et  $\sigma_{ys} = 185 \text{ MPa}$  utilisées dans les calculs des lois de contact par éléments finis, sont représentés en fonction de la densité relative des empilements sur la figure IX.21.



**Fig. IX.21 :** Propriétés effectives déterminées à partir des courbes contrainte–déformation axiale macroscopique en fonction de la densité relative du matériau (a) Module d’élasticité relatif  $E/E_s$  (b) Limite d’élasticité relative  $\sigma_{0.2}/\sigma_{ys}$ .

Chaque marque représente un empilement de paramètres structuraux  $(t/R, a_{eq}/R)$ . Six valeurs d'épaisseur relative, de  $t/R = 0.03$  à  $t/R = 0.1$ , ont été étudiées et pour chaque épaisseur relative 21 valeurs croissantes de taille de contact équivalente, de  $a_{eq}/R = 0.189$  ( $\theta_{eq} = 10.9^\circ$ ) à  $a_{eq}/R = 0.363$  ( $\theta_{eq} = 21.3^\circ$ ), sont utilisées. L'ensemble des valeurs numériques calculées sont données en annexe B.

Sur la figure IX.21 les courbes en trait plein représentent l'évolution de la propriété considérée avec la densité relative du matériau à une valeur de taille de contact relative équivalente donnée, c'est à dire pour une distribution de taille des contacts et un nombre de coordination moyen donné. Dans ce cas la densité relative est uniquement régie par l'épaisseur des sphères. Inversement les courbes formées par l'ensemble des marques d'une même famille représentent l'évolution de la propriété avec la densité relative du matériau à une valeur d'épaisseur relative donnée. Dans ce cas la densité relative est réglée par la distribution de taille des contacts dans l'empilement.

On constate que le module et la limite d'élasticité croissent avec les deux paramètres. Les valeurs extrêmes, pour cet intervalle de paramètres structuraux, atteignent respectivement de 0.1% à 2.5% du module d'Young du matériau constitutif et de 0.4% à 10% de la limite d'élasticité du matériau constitutif. Dans les deux cas on peut approximer l'évolution de la propriété par une loi en puissance, éq. (IX.27), de la densité relative avec un coefficient  $C$  et un exposant  $n$  qui dépendent des paramètres structuraux  $t/R$  et  $a_{eq}/R$ .

$$C \left( \frac{t}{R}, \frac{a_{eq}}{R} \right) \cdot \left( \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{n \left( \frac{t}{R}, \frac{a_{eq}}{R} \right)} \quad (\text{IX.27})$$

L'exposant  $n$  obtenu sur le module d'élasticité, pour une taille de contact relative équivalente fixée, passe de 1.42 pour  $a_{eq}/R = 0.189$  à 1.28 pour  $a_{eq}/R = 0.363$ . Pour la limite d'élasticité l'évolution est plus faible l'exposant varie de 1.53 pour  $a_{eq}/R = 0.189$  à 1.47 pour  $a_{eq}/R = 0.363$ . Ces résultats sont cohérents avec les valeurs mesurées lors des essais de compression présentés en début de chapitre où l'exposant vaut 1.64 pour le module et 1.48 pour la limite d'élasticité.

Dans les deux cas on constate une diminution de  $n$  lorsque la taille de contact relative équivalente augmente. Il est intéressant de rappeler que cette taille de contact relative équivalente dépend directement de la compaction de l'empilement à l'état « vert » lors de l'élaboration. Dans le cas d'une densification complète on obtiendrait une mousse fermée où les sphères initiales prennent la forme de tétrakaidécaèdres. Le module d'élasticité pour une telle mousse possède un exposant  $n$  égal à 1 [17, 129]. On peut donc s'attendre pour les empilements de sphères creuses à avoir une diminution de l'exposant  $n$  avec la taille de contact relative équivalente jusqu'à la valeur limite  $n = 1$ .

En revanche à épaisseur relative fixée l'exposant  $n$  est largement plus important. Dans le cas du module d'élasticité il passe de 4.87 pour  $t/R = 0.03$  à 4.44 pour  $t/R = 0.1$ . Pour la limite d'élasticité il varie de 5.52 pour  $t/R = 0.03$  à 5.31 pour  $t/R = 0.1$ . Dans les deux cas l'exposant  $n$  diminue également avec l'augmentation de l'épaisseur relative.

## 2) Lois d'échelles pour les propriétés effectives

Les surfaces représentant l'évolution du module et de la limite d'élasticité relatifs en fonction des deux paramètres structuraux  $(t/R, a_{eq}/R)$  sont tracées sur la figure IX.22. Pour plus de lisibilité la figure IX.23 représente l'évolution des deux propriétés en fonction de l'épaisseur relative pour différentes tailles de contact relatives équivalentes.

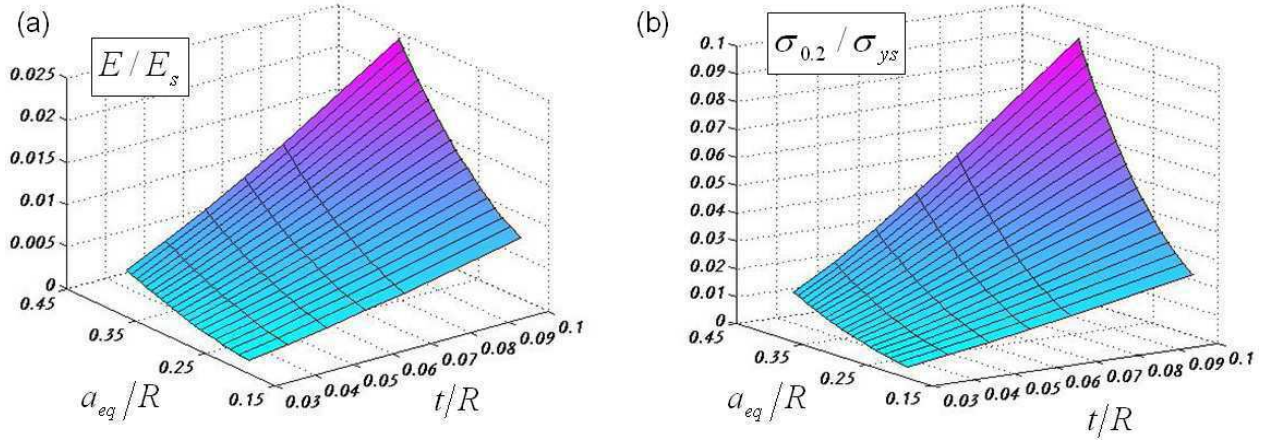


Fig. IX.22 : Surfaces d'évolution des propriétés effectives en fonction des paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ) du matériau (a) Module d'élasticité relatif  $E/E_s$  (b) Limite d'élasticité relative  $\sigma_{0.2}/\sigma_{ys}$ .

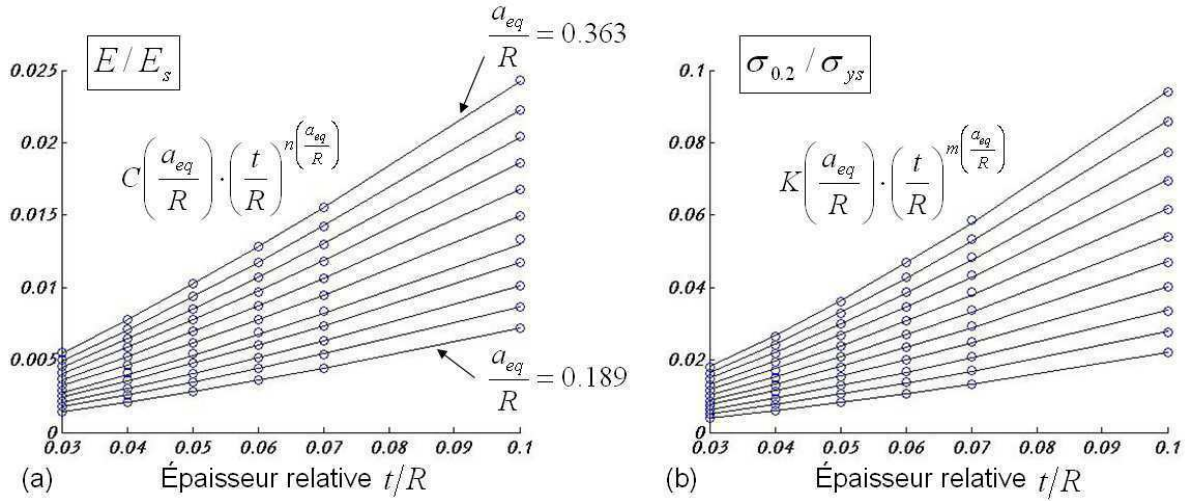


Fig. IX.23 : Évolution des propriétés effectives en fonction de l'épaisseur relative pour différentes tailles de contact relatives équivalentes. Les cercles représentent les valeurs calculées et les courbes en trait plein l'approximation par une loi puissance.

On constate que quelle que soit la taille de contact relative équivalente l'évolution des propriétés est correctement approximée par une loi puissance en  $t/R$ , relations (IX.28) et (IX.29). Les coefficients  $C$  et  $K$  et les exposants  $n$  et  $m$  de ces lois sont fonctions de la taille de contact relative équivalente.

$$\frac{E}{E_s} = C \left( \frac{a_{eq}}{R} \right) \cdot \left( \frac{t}{R} \right)^{n \left( \frac{a_{eq}}{R} \right)} \quad (\text{IX.28})$$

$$\frac{\sigma_{0.2}}{\sigma_{ys}} = K \left( \frac{a_{eq}}{R} \right) \cdot \left( \frac{t}{R} \right)^{m \left( \frac{a_{eq}}{R} \right)} \quad (\text{IX.29})$$

Les évolutions des coefficients  $C$ ,  $K$  et exposants  $n$ ,  $m$  des deux lois en puissance pour le module d'élasticité relatif et la limite d'élasticité relative sont représentées en annexe B. Ces quatre paramètres peuvent être correctement décrits par un polynôme de degré 2 en  $a_{eq}/R$ .

On obtient finalement les lois d'échelles suivantes, éq. (IX.30) et (IX.31), pour décrire l'évolution du module d'élasticité relatif et de la limite d'élasticité relative des empilements de sphères creuses. Ces lois sont valables pour les paramètres structuraux  $(t/R, a_{eq}/R)$  compris dans les intervalles :

$$0.03 \leq t/R \leq 0.1 \text{ et } 0.189 \leq a_{eq}/R \leq 0.363$$

$$\frac{E}{E_s} = \left[ 4.497 \left( \frac{a_{eq}}{R} \right)^2 - 0.967 \left( \frac{a_{eq}}{R} \right) + 0.181 \right] \cdot \left( \frac{t}{R} \right)^{\left[ 1.524 \left( \frac{a_{eq}}{R} \right)^2 - 1.422 \left( \frac{a_{eq}}{R} \right) + 1.559 \right]} \quad (\text{IX.30})$$

$$\frac{\sigma_{0.2}}{\sigma_{ys}} = \left[ 18.763 \left( \frac{a_{eq}}{R} \right)^2 - 0.761 \left( \frac{a_{eq}}{R} \right) - 0.0485 \right] \cdot \left( \frac{t}{R} \right)^{\left[ 2.684 \left( \frac{a_{eq}}{R} \right)^2 - 1.686 \left( \frac{a_{eq}}{R} \right) + 1.634 \right]} \quad (\text{IX.31})$$

### 3.6 Surface de charge

Les simulations multiaxiales effectuées comme indiqué au chapitre V permettent d'établir une partie de la surface de charge initiale des empilements. Elle est représentée dans le plan  $\sigma_e - \sigma_m$  où  $\sigma_e$  est la contrainte macroscopique équivalente au sens de *Von Mises* et  $\sigma_m$  la pression hydrostatique macroscopique. Nous prenons pour convention une pression positive en compression. Les simulations sont réalisées pour des sollicitations compressives ce qui limite l'étude de la surface de charge à la partie positive en  $\sigma_m$ .

#### 1) Apparence générale

Le type de résultat obtenu est représenté sur la figure IX.24 qui trace les points calculés pour la surface de charge d'un empilement de paramètres structuraux  $t/R = 0.06$  et  $a_{eq}/R = 0.291$ . Toutes les courbes obtenues pour d'autres paramètres structuraux ont qualitativement la même allure. On constate que la courbe montre une forme quasiment linéaire et s'incurve légèrement pour les faibles valeurs de  $\sigma_m$ .

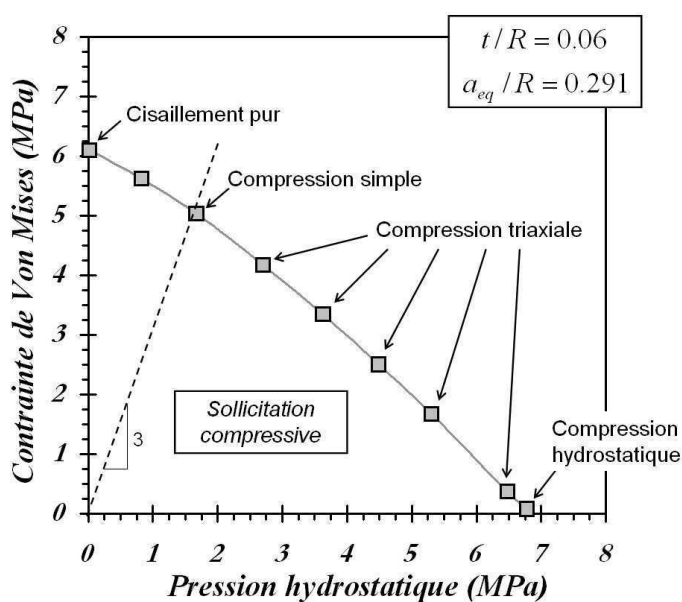


Fig. IX.24 : Allure générale de la surface de charge obtenue par des simulations triaxiales sur un empilement de paramètres structuraux ( $t/R = 0.06$ ,  $a_{eq}/R = 0.291$ ).

## 2) Influence des paramètres structuraux

La figure IX.25 représente l'évolution de la surface de charge avec les paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ). La figure (a) montre l'influence de la taille de contact relative équivalente pour une épaisseur relative fixée égale à 0.04. Inversement la figure (b) illustre l'influence de l'épaisseur relative pour une taille de contact relative équivalente fixée égale à 0.291.

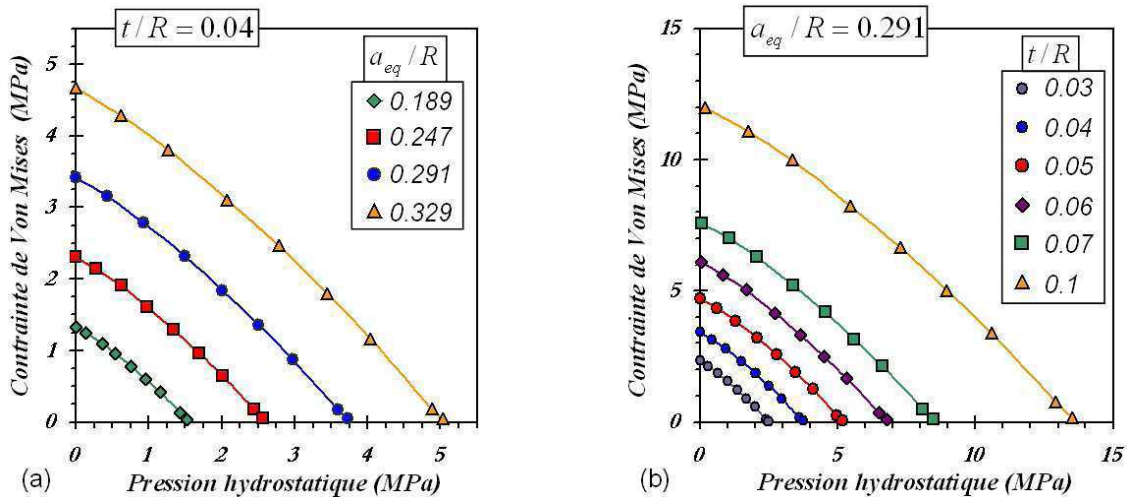


Fig. IX.25 : Influence des paramètres structuraux sur la surface de charge des empilements. (a) Épaisseur relative fixée  $t/R = 0.04$ . (b) Taille de contact relative équivalente fixée  $a_{eq}/R = 0.291$ .

On constate que la forme de la surface de charge reste identique quels que soient les paramètres structuraux. En revanche sa taille augmente lorsque l'épaisseur relative et la taille de contact relative croissent. Néanmoins les différentes courbes semblent montrer une transformation homothétique, ce qui laisse supposer l'existence d'une *courbe maîtresse* décrivant la surface de charge. La figure IX.26 confirme cette hypothèse. Elle représente les surfaces de charge tracées sur la figure IX.25 en normalisant chaque point par la limite d'élasticité en compression simple  $\sigma_{0,2}$  précédemment déterminée.

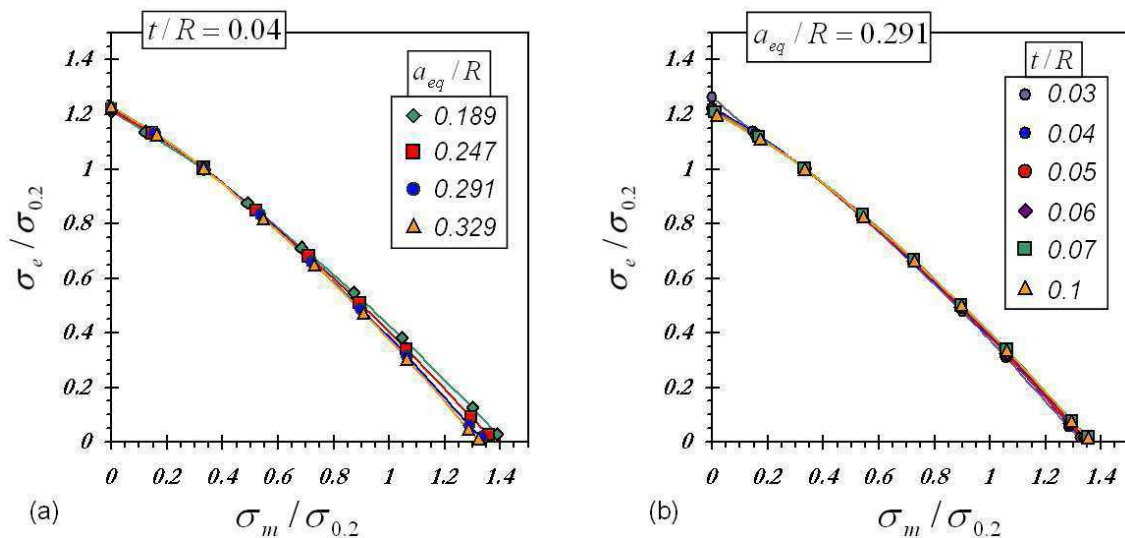


Fig. IX.26 : Influence des paramètres structuraux sur la surface de charge normalisée par la limite d'élasticité en compression  $\sigma_{0,2}$  des empilements. (a) Épaisseur relative fixée  $t/R = 0.04$ . (b) Taille de contact relative équivalente fixée  $a_{eq}/R = 0.291$ .

On constate que les courbes ainsi normalisées se superposent quasiment parfaitement. Il existe donc bien une courbe maîtresse pour la surface de charge des empilements de sphères creuses. Ceci permet également d'affirmer que la surface de charge évolue en fonction des paramètres structuraux  $(t/R, a_{eq}/R)$  de la même manière que la limite d'élasticité en compression simple, c'est à dire avec une loi d'échelle similaire à la relation (IX.31). Ce résultat est particulièrement intéressant en ce qui concerne le dimensionnement de pièces complexes avec ce type de matériau.

## 4 Analyses et discussions

Cette section propose une analyse et une interprétation des résultats obtenus sur le comportement mécanique macroscopique et les propriétés effectives. Une comparaison avec les données et modèles issus de la littérature sur les empilements de sphères creuses et sur les mousses métalliques est également effectuée.

### 4.1 Module et limite d'élasticité en compression simple

#### 1) Comparaison avec les modèles de la littérature

Comme nous l'avons vu dans le chapitre II il n'existe aucun modèle dans la littérature pour les propriétés effectives d'empilements aléatoires de sphères creuses frittées de type *PLANSEE*. Les lois proposées ici sont donc novatrices et originales, elles ouvrent la voie à un large domaine d'étude et de travail sur la caractérisation mécanique de ce matériau.

Nous pouvons néanmoins comparer les résultats obtenus avec les modèles existants pour les empilements gravitaires (*Mamoud* [88]) et ordonnés (*Sanders* [61, 62]) de sphères creuses avec des contacts arrondis de type *ATECA*.

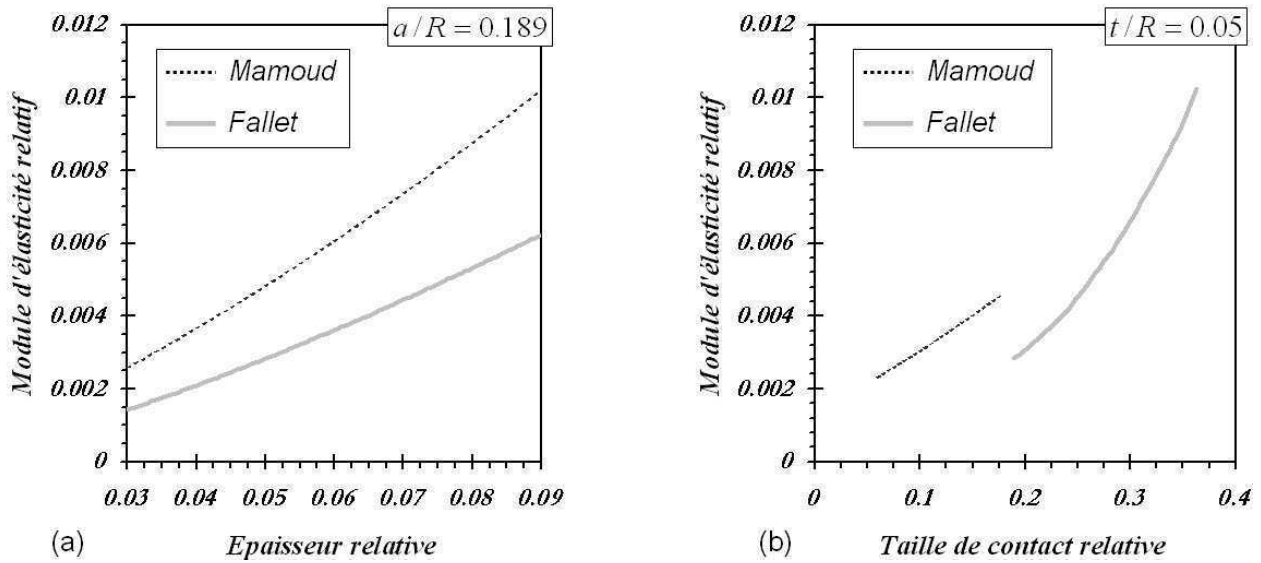
#### Modèle de *Mamoud*

*Mamoud* a établi une loi d'échelle pour le module d'élasticité d'empilements gravitaires de sphères creuses. Ses résultats proviennent de simulations par éléments finis réalisées avec des éléments de type coques minces. Dans son cas les contacts ont une morphologie arrondie et possèdent tous la même taille caractérisée par le rayon relatif des contacts  $a/R$ . La plage de validité des lois proposées par *Mamoud* est la suivante :

$$0.029 \leq t/R \leq 0.088 \text{ et } 0.059 \leq a/R \leq 0.180$$

En terme de taille relative de contact ce domaine ne se superpose pas avec celui des lois établies dans cette étude où  $0.189 \leq a_{eq}/R \leq 0.363$ . Nous allons néanmoins comparer les résultats obtenus pour une taille relative de contact égale à 0.189. La figure IX.27(a) trace l'évolution du module d'élasticité relatif en fonction de l'épaisseur relative des sphères pour les deux modèles. Quant à la figure IX.27(b) elle représente les deux modèles dans leur domaine de validité pour une épaisseur relative égale à 0.05.

On constate que le module d'élasticité calculé par *Mamoud* est quasiment deux fois plus élevé que celui fourni par notre modèle. Un tel écart peut paraître étonnant malgré la différence de morphologie et d'architecture des empilements simulés. Il peut cependant signifier qu'une taille de



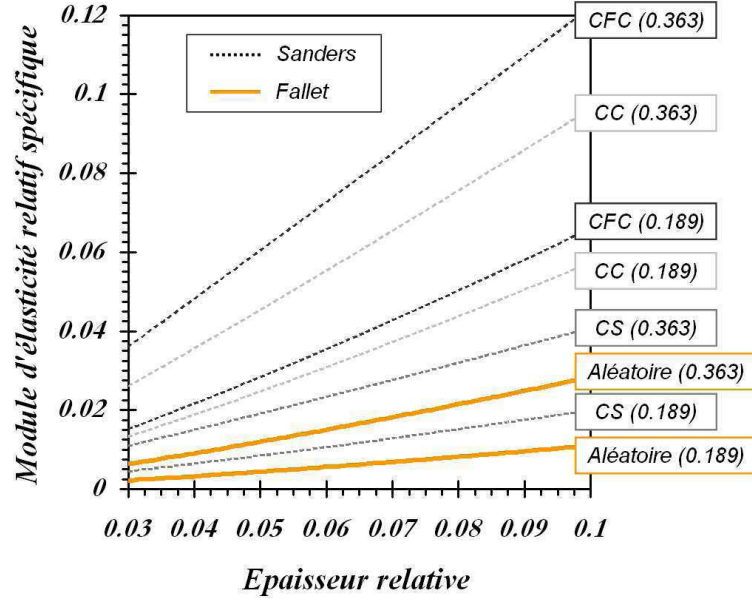
**Fig. IX.27 :** Comparaison des résultats obtenus (trait continu) avec le modèle de Mamoud (trait interrompu) pour le module d'élasticité relatif. (a) Évolution avec l'épaisseur relative pour une taille de contact relative égale à 0.189 (b) Évolution avec la taille de contact relative pour une épaisseur relative égale à 0.05

contact constante permet de rigidifier le matériau en comparaison d'un empilement montrant une distribution de taille de contact. La différence peut également provenir d'un effet de densité. En effet l'empilement avec des contacts arrondis (brasés) est dans ce cas plus dense, à cause de l'ajout de matière aux contacts, que l'empilement aux contacts aplatis (frittés).

### Modèles de Sanders

Sanders a établi des lois d'échelles pour le module d'élasticité d'empilements ordonnés selon les trois configurations cubique simple, cubique centré et cubique à faces centrées. Ses résultats proviennent de simulations par éléments finis réalisées sur une cellule élémentaire périodique du réseau régulier. Les contacts ont une morphologie arrondie et possèdent tous la même taille. Afin de s'affranchir d'un effet de compacité des empilements nous définissons le *module relatif spécifique* comme le rapport entre le module relatif et la compacité de l'empilement. La figure IX.28 trace l'évolution de ce module d'élasticité relatif spécifique en fonction de l'épaisseur relative des sphères pour les différents modèles d'empilements ordonnés de Sanders (traits interrompus) et d'empilements aléatoires issus de notre étude (traits continus). Les deux tailles relatives extrêmes de contact 0.189 et 0.363 sont représentées.

On constate que le module d'élasticité relatif spécifique des empilements aléatoires est plus faible que pour les empilements ordonnés. A paramètres structuraux identiques l'empilement cubique à faces centrées fait preuve de la meilleure rigidité suivi par l'empilement cubique centré puis le cubique simple. Ce résultat met en évidence un effet d'architecture de l'empilement sur les propriétés effectives. Il souligne également qu'en terme de performance structurale il est préférable d'opter pour des empilements ordonnés et plus particulièrement pour une configuration cubique à face centrées. Ce résultat ne parait pas surprenant car l'empilement CFC présente le plus grand nombre de coordination, c'est à dire le plus de contacts entre sphères, ce qui joue fortement dans la rigidité du matériau.



**Fig. IX.28 :** Comparaison des résultats obtenus (traits continus) avec les modèles d'empilements ordonnés de Sanders (traits interrompus). Évolution du module d'élasticité relatif spécifique avec l'épaisseur relative pour une taille de contact relative égale à 0.189 et 0.363.

Dans sa thèse [60] Sanders a également proposé un modèle simple pour un empilement aléatoire. Il se base sur une interpolation linéaire entre les structures cubique simple et cubique à face centrées, en fonction du nombre de coordination moyen  $Z_m$  de l'empilement. Cette approche conduit à l'expression (IX.32) pour le module d'élasticité relatif d'un empilement aléatoire.

$$\frac{E}{E_s} = \left(\frac{E}{E_s}\right)_{CFC} \left(\frac{Z_m}{6} - 1\right) + \left(\frac{E}{E_s}\right)_{CS} \left(2 - \frac{Z_m}{6}\right) \quad (\text{IX.32})$$

En considérant alors les paramètres des empilements aléatoires initiaux utilisés dans notre étude, soit une compacité  $\Delta = 0.6$  et de nombre de coordination moyen  $Z_m = 5.5$ , on obtient l'expression suivante pour le module d'élasticité relatif spécifique :

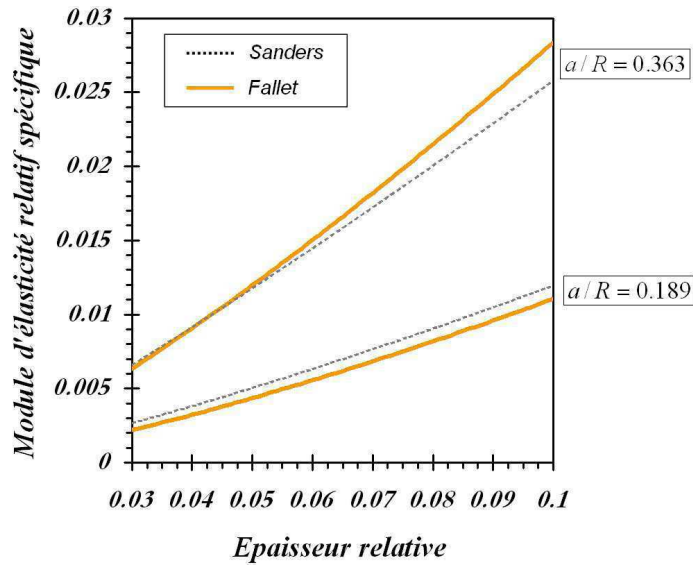
$$\frac{E}{\Delta \cdot E_s} = -0.0833 \left(\frac{E}{\Delta \cdot E_s}\right)_{CFC} + 1.0833 \left(\frac{E}{\Delta \cdot E_s}\right)_{CS} \quad (\text{IX.33})$$

Cette évolution est tracée en traits interrompus sur la figure IX.29 pour les deux tailles relative de contact  $a/R = 0.189$  et  $0.363$ . L'évolution du module d'élasticité relatif spécifique obtenue par notre étude pour les deux tailles de contact relatives équivalentes est représentée en traits continus.

On constate qu'avec ces caractéristiques d'empilement ( $\Delta = 0.6$ ,  $Z_m = 5.5$ ) le modèle de Sanders basé sur l'interpolation linéaire entre les configurations ordonnées CS et CFC donne des résultats similaires à ceux obtenus dans notre étude pour le module d'élasticité relatif spécifique. L'hypothèse de calculer le comportement d'un empilement aléatoire en fonction du nombre de coordination moyen par une interpolation linéaire de structures ordonnées semble donc acceptable.

Ce résultat permet d'affirmer que quel que soit le type d'empilement, à épaisseur relative et taille relative de contact donnée, le module d'élasticité semble être fixé principalement par le nombre de coordination moyen de l'empilement qui caractérise l'effet de l'architecture interne du matériau.





**Fig. IX.29 :** Comparaison des résultats obtenus (traits continus) avec le modèle d'empilement aléatoire de Sanders (traits interrompus). Évolution du module d'élasticité relatif spécifique avec l'épaisseur relative pour une taille relative de contact égale à 0.189 et 0.363.

## 2) Comparaison avec les essais expérimentaux

Les résultats des simulations numériques peuvent être comparés aux mesures expérimentales présentées en début de ce chapitre. Pour cela il faut dans un premier temps déterminer la taille de contact relative équivalente des empilements testés expérimentalement. Ce paramètre est accessible grâce à la caractérisation structurale réalisée par tomographie X et à l'analyse d'images qui permet d'isoler chaque contact dans l'empilement et d'obtenir sa taille relative. Le calcul de la moyenne quadratique des tailles relatives fournit alors la taille relative équivalente. Les paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ) des empilements testés expérimentalement sont synthétisés dans le tableau IX.2.

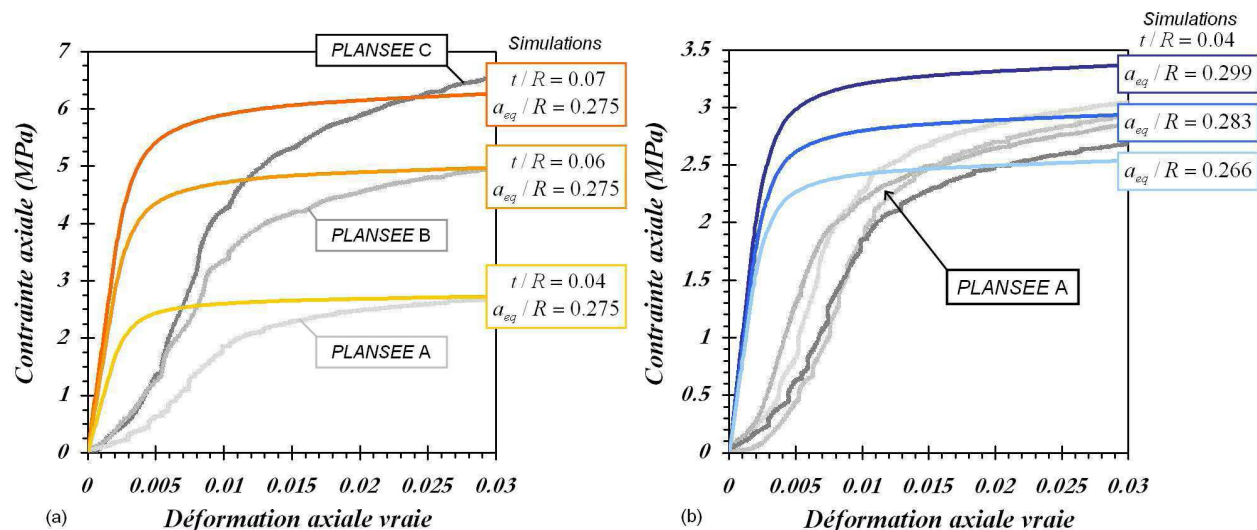
|            | <i>PLANSEE A</i>  | <i>PLANSEE B</i>  | <i>PLANSEE C</i>  |
|------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| $t/R$      | $0.043 \pm 0.007$ | $0.054 \pm 0.007$ | $0.067 \pm 0.007$ |
| $a_{eq}/R$ | $0.284 \pm 0.032$ | $0.274 \pm 0.032$ | $0.265 \pm 0.032$ |

**Tab. IX.2 :** Paramètres structuraux des échantillons testés expérimentalement.

### Courbes contrainte–déformation

La figure IX.30(a) représente les courbes contrainte–déformation macroscopique obtenues lors des essais de compression pour les trois spécimens *PLANSEE A*, *B* et *C*. Les résultats des simulations effectuées avec les paramètres structuraux correspondant aux données expérimentales indiquées dans le tableau IX.2 sont également tracés. Pour ces calculs la taille de contact relative équivalente est prise égale à 0.275 dans les trois cas et les épaisseurs relatives considérées sont 0.04, 0.06 et 0.07.

La figure IX.30(b) trace les résultats des simulations pour trois tailles de contact relatives équivalentes, 0.266, 0.283 et 0.299, à épaisseur relative fixée  $t/R = 0.04$ . Ces paramètres correspondent aux échantillons *PLANSEE A* dont les courbes expérimentales sont également reportées sur le graphe.



**Fig. IX.30 :** (a) Résultats expérimentaux de compression et simulations numériques pour les trois spécimens PLANSEE. (b) Résultats expérimentaux de compression et simulations numériques pour le spécimen PLANSEE A.

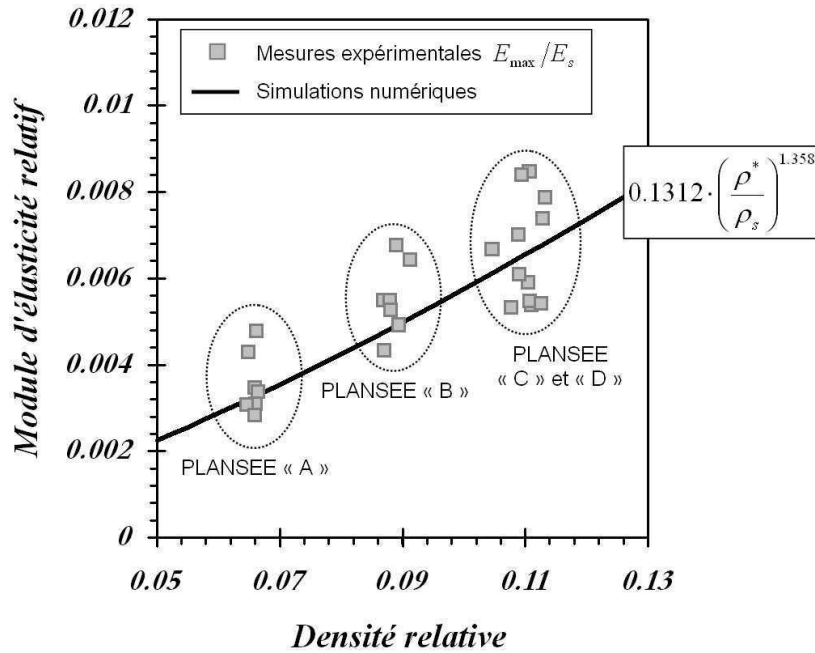
On constate que les simulations fournissent des résultats satisfaisants notamment sur les niveaux de contrainte. Le départ des courbes expérimentales apparaît moins raide ce qui s'explique par la mise en place des plateaux de compression pour l'accommodation des défauts d'alignement et de parallélisme des échantillons. Il semble néanmoins que la pente de charge initiale soit systématiquement plus importante avec les simulations qu'expérimentalement. Cette observation peut s'expliquer par les raisons suivantes :

1. Apparition d'une plasticité locale au niveau des contacts et des zones défectueuses des sphères.
2. Réarrangement des sphères dans l'empilement.
3. Les sphères sont coupées sur les bords des échantillons expérimentaux.
4. Les empilements expérimentaux possèdent une dispersion de taille et d'épaisseur des sphères.

Les points 1. et 2. sont à priori à exclure car les effets de plasticité locale sont pris en compte dans les lois de contact calculées par éléments finis et les phénomènes de réarrangement des sphères sont pris en considération par les calculs discrets. En revanche les points 3. et 4. apparaissent plausibles et méritent d'être étudiés plus attentivement pour valider leur influence.

### Propriétés effectives

Le module d'élasticité calculé par les simulations peut être comparé au module à décharge mesuré lors des essais de compression. On a vu que ce module évolue avec la déformation macroscopique et qu'il est maximum en début de sollicitation. Les mesures de ce module maximum sont cependant relativement dispersées. La figure IX.31 représente les valeurs expérimentales du module maximum normalisé par le module d'Young  $E_s$  du matériau constitutif, ici de l'acier 314, considéré égal à 200 GPa. L'évolution du module d'élasticité relatif calculé par les simulations discrètes pour une taille de contact relative équivalente  $a_{eq}/R = 0.275$  est également tracée sur la figure afin de pouvoir effectuer la comparaison.



**Fig. IX.31 :** Comparaison des modules d'élasticité maximum expérimentaux (carrés gris) avec le résultat des simulations numériques pour une taille de contact relative équivalente  $a_{eq}/R = 0.275$  (trait noir).

On constate que les simulations fournissent des résultats très satisfaisants, en bonne cohérence avec les mesures expérimentales, en ce qui concerne le module d'élasticité maximal des empilements. En revanche dans l'état actuel du développement de la méthode numérique il n'est pas possible de simuler une décharge de l'empilement au cours de la déformation, les simulations ne peuvent alors pas prédire l'évolution du module avec la déformation. En conséquence elles ne fournissent pas les valeurs du module  $E_{plateau}$  comme observé lors des essais expérimentaux.

En ce qui concerne la limite d'élasticité il est très difficile d'effectuer une comparaison des mesures expérimentales et des simulations numériques. En effet la limite d'élasticité du matériau constitutif n'est pas connue et donc la limite d'élasticité relative des empilements est inaccessible. Néanmoins l'évolution de la limite d'élasticité avec la densité relative du matériau est bien reproduite par les simulations comme l'indiquent les lois d'échelle obtenues. Les mesures expérimentales fournissent un exposant  $n$  égal à 1.48 et les simulations à 1.49 pour une taille de contact relative équivalente  $a_{eq}/R = 0.275$ .

### 3) Interprétations des résultats

La différence constatée en figure IX.21 sur la valeur de l'exposant  $n$  dans la loi en puissance de la densité relative entre les cas de taille de contact relative équivalente fixée ( $n \approx 1.5$ ) et d'épaisseur relative fixée ( $n \approx 4.5$ ) peut être exploitée en terme d'optimisation, en particulier sur la masse pour une propriété fixée. En effet pour atteindre un module, ou une limite d'élasticité, donné il faut adapter la structure du matériau en jouant sur l'épaisseur relative ou sur la taille de contact équivalente. Il est alors préférable, en terme de densité relative, d'opter pour la plus faible épaisseur possible et prendre la taille de contact équivalente adéquate qui, rappelons-le, est déterminée pendant l'élaboration par la compaction initiale de l'empilement à l'état « vert ».

Donnons un exemple concret : comme on peut le constater sur la figure IX.21 les deux empilements de paramètres structuraux (0.03, 0.350) et (0.07, 0.203) possèdent le même module d'élasticité relatif égal à 0.005. Cependant la densité relative du premier empilement vaut 0.072 alors que celle du deuxième atteint 0.129. Le premier empilement est ainsi quasiment **1.8 fois plus léger**, ce qui représente un gain de masse de plus de 100%.

Cette observation indique qu'en terme de module spécifique, ou limite d'élasticité spécifique, les meilleures performances sont atteintes pour la plus grande taille de contact équivalente possible, c'est à dire pour un empilement initial totalement densifié avant le frittage. On obtient dans ce cas une structure à cellules tétrakaidécaédriques fermées sans porosité ouverte, en d'autre terme une *mousse fermée*. Notons que l'absence de porosité ouverte peut alors dégrader fortement d'autres propriétés intéressantes, telle que l'absorption acoustique. Il s'agit donc, selon l'application souhaitée, de trouver le meilleur compromis.

Concernant les propriétés mécaniques les empilements aléatoires de sphères creuses frittées se montrent donc plus performants que les mousses ouvertes mais se situent en-deçà des mousses fermées, comme l'illustre la figure IX.32 qui représente les modèles classiques de mousses de Gibson et Ashby [2]. La même constatation a été faite par Mamoud pour les empilements aléatoires [88] et par Sanders pour les empilements ordonnés [61, 62] de sphères creuses à contacts arrondis.

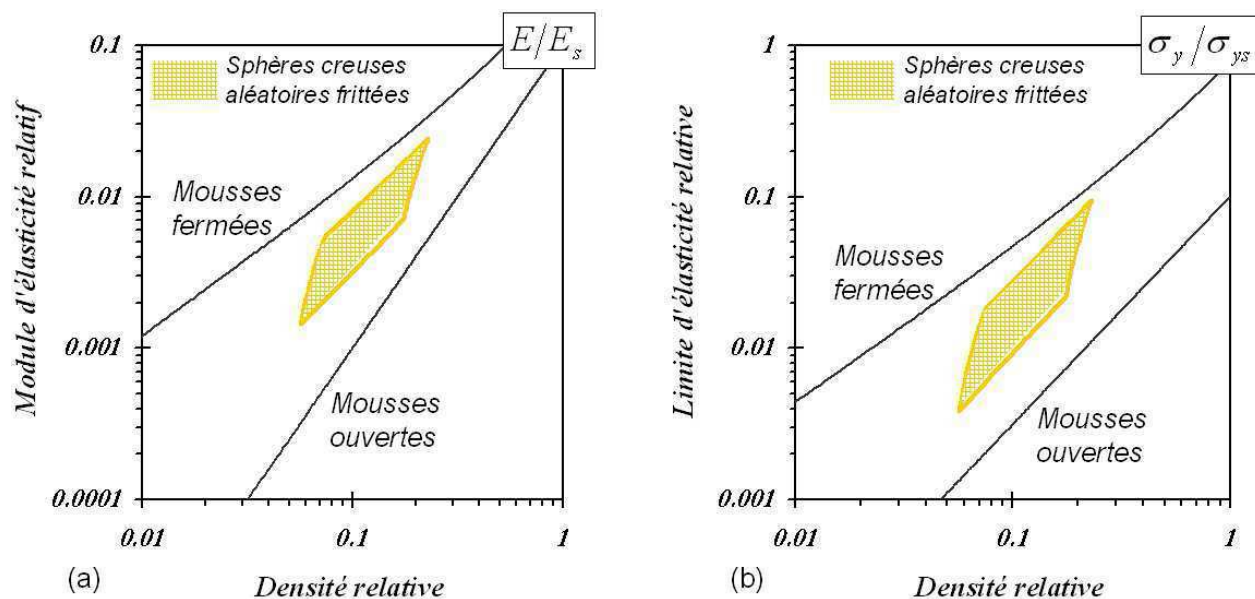


Fig. IX.32 : Comparaison des propriétés effectives des empilements de sphères creuses calculées dans cette étude avec les modèles classiques de mousses ouvertes et fermées de Gibson et Ashby.

En pratique cependant les mousses fermées n'atteignent pas leurs propriétés théoriques, les empilements de sphères creuses ont alors la possibilité de les égaler, voire de les dépasser, tout en gardant une porosité ouverte qui s'avère bénéfique dans certaines applications notamment pour l'atténuation acoustique.

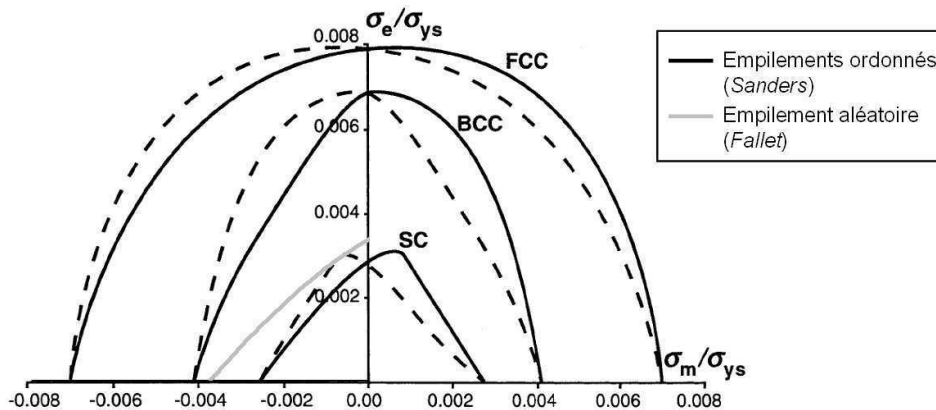
## 4.2 Surface de charge

### 1) Interprétations des résultats

Un résultat majeur de la modélisation numérique portant sur le comportement triaxial est la mise en évidence d'une *surface de charge maitresse*, normalisée par la limite d'élasticité en compression, pour les empilements aléatoires de sphères creuses. Ceci signifie que la détermination de la limite d'élasticité en compression simple suffit à elle seule pour connaître la totalité de la surface de charge dans la partie de pression hydrostatique compressive. Ainsi un unique essai de compression, simple et rapide à réaliser, donne accès à la surface de charge.

### 2) Comparaison avec les données et modèles de la littérature

A notre connaissance aucune donnée expérimentale sur le comportement mécanique multiaxial d'empilements de sphères creuses n'existe dans la littérature. Il est alors difficile de valider les résultats obtenus par les simulations numériques. A l'heure actuelle seul *Sanders* a publié une étude [61, 62] où il a déterminé numériquement, par des calculs éléments finis, les surfaces de charge d'empilements ordonnés de sphères creuses avec un contact de forme arrondie. La figure IX.33 trace les courbes obtenues (traits noirs) pour les trois configurations CS, CC et CFC pour une épaisseur relative  $t/R = 0.054$  et une taille relative de contact  $a/R = 0.422$ . La courbe en gris clair représente le résultat obtenu par les simulations discrètes pour un empilement aléatoire de paramètres structuraux  $t/R = 0.06$  et  $a_{eq}/R = 0.329$ .



**Fig. IX.33 :** Comparaison des résultats obtenus avec les modèles d'empilements ordonnés de Sanders. En noir les surfaces de charge pour les empilements CS, CC et CFC avec les paramètres structuraux (0.054, 0.422) et en gris pour un empilement aléatoire de paramètres (0.06, 0.329).

Il est délicat de comparer quantitativement sur la figure IX.33 l'empilement aléatoire aux empilements ordonnés car ils n'ont pas les mêmes paramètres structuraux. Cependant on observe qualitativement que la forme de la surface de charge de l'empilement aléatoire se rapproche du résultat obtenu pour l'empilement cubique simple. Les empilements CC et CFC montrent une forme plus elliptique et atteignent des niveaux de contrainte plus importants.

Remarquons que les résultats de *Sanders* indiquent que la surface de charge triaxiale n'est pas symétrique par rapport à l'axe hydrostatique  $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$ . Ceci se traduit par deux courbes

différentes dans le plan  $\sigma_m - \sigma_e$  pour chaque empilement. La courbe en trait plein pour laquelle  $\sigma_2 \geq (\sigma_1 = \sigma_3)$  et celle en trait interrompu pour laquelle  $\sigma_2 \leq (\sigma_1 = \sigma_3)$ . Cet aspect n'a pas pu être vérifié sur les empilements aléatoires. Les simulations réalisées pendant ces travaux ont toutes été effectuées dans le cas où  $\sigma_2 \geq (\sigma_1 = \sigma_3)$ .

*Sanders* a utilisé les deux critères phénoménologiques de plasticité des matériaux cellulaires, exposés au chapitre I, de *Miller* [26] et *Deshpande–Fleck* [27] pour décrire les surfaces de charge obtenues sur les empilements ordonnés de sphères creuses. Le modèle elliptique de *Deshpande–Fleck* convient relativement bien pour l'empilement cubique à faces centrées [62] alors que le modèle de *Miller* semble plus adapté aux empilements cubiques simples [61]. Nous pouvons alors appliquer ces deux critères pour essayer de décrire la surface de charge maîtresse des empilements aléatoires de sphères creuses dans le plan  $(\sigma_m/\sigma_{0.2} - \sigma_e/\sigma_{0.2})$  avec  $\sigma_{0.2}$  la limite d'élasticité en compression de l'empilement.

Dans ce cas l'équation de la surface de charge est donnée par la relation (IX.34) pour le modèle de *Miller* et par la relation (IX.35) pour le modèle de *Deshpande–Fleck*.

$$\left(\frac{\sigma_e}{\sigma_{0.2}}\right) - \gamma \left(\frac{\sigma_m}{\sigma_{0.2}}\right) + \frac{\alpha}{d_0} \left(\frac{\sigma_m}{\sigma_{0.2}}\right)^2 - d_0 = 0 \quad (\text{IX.34})$$

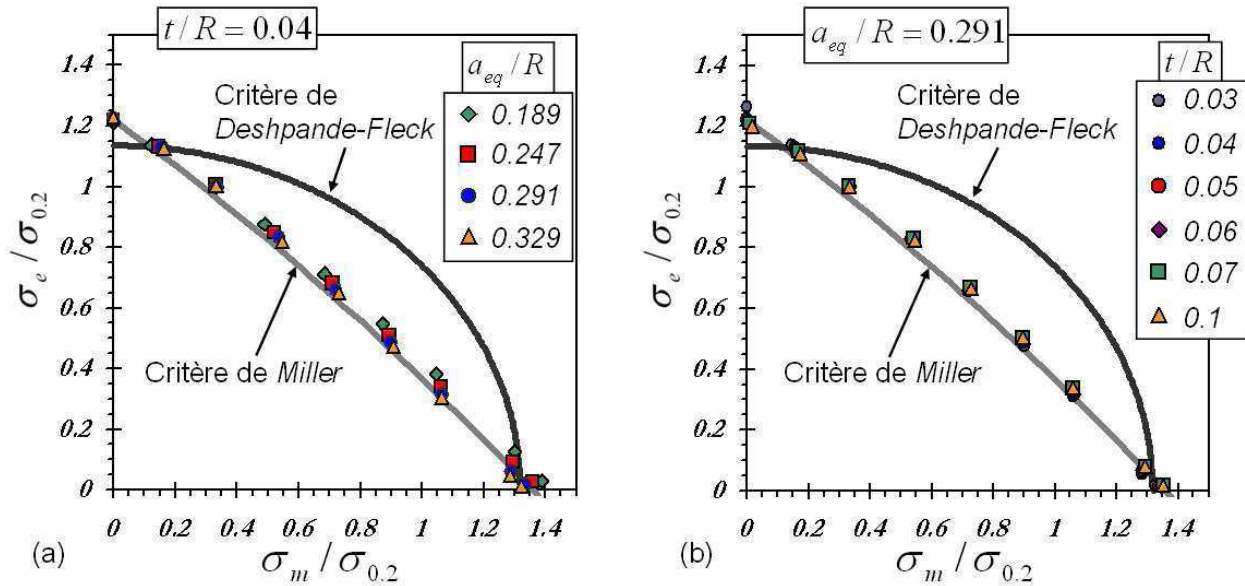
$$\left(\frac{1}{1 + (\alpha/3)^2} \left[ \left(\frac{\sigma_e}{\sigma_{0.2}}\right)^2 + \alpha^2 \left(\frac{\sigma_m}{\sigma_{0.2}}\right)^2 \right]\right)^{1/2} - 1 = 0 \quad (\text{IX.35})$$

Le modèle de *Miller* possède trois paramètres ajustables  $\gamma$ ,  $\alpha$  et  $d_0$  alors que celui de *Deshpande–Fleck* n'en possède qu'un seul,  $\alpha$ .

La figure IX.34 représente dans le plan  $(\sigma_m/\sigma_{0.2} - \sigma_e/\sigma_{0.2})$  les points de la surface de charge calculés numériquement pour des empilements aléatoires de différents paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ). La courbe grise correspond au critère de *Miller* et la courbe noire au critère de *Deshpande–Fleck* avec les paramètres suivants :

| Critère de <i>Miller</i> |          |       |
|--------------------------|----------|-------|
| $\gamma$                 | $\alpha$ | $d_0$ |
| -0.73                    | 0.15     | 1.22  |

| Critère de <i>Deshpande–Fleck</i> |
|-----------------------------------|
| $\alpha$                          |
| 0.86                              |



**Fig. IX.34 :** Surface de charge normalisée par la limite d'élasticité en compression  $\sigma_{0.2}$  des empilements et modèles de Miller (trait gris) et Deshpande–Fleck (trait noir). (a) Épaisseur relative fixée  $t/R = 0.04$ . (b) Taille de contact relative équivalente fixée  $a_{eq}/R = 0.291$ .

On constate que la forme elliptique du critère de *Deshpande–Fleck* n'est pas adapté pour représenter la surface de charge des empilements aléatoires de sphères creuses. En revanche le critère de *Miller*, avec les paramètres adéquats, décrit quasiment parfaitement le comportement calculé.

Les paramètres  $\gamma$  et  $\alpha$  sont fonctions du rapport  $\beta$  entre la limite d'élasticité en compression et en traction et du coefficient de Poisson plastique  $\nu_p$ . Les valeurs,  $\gamma = -0.73$  et  $\alpha = 0.15$ , permettant la bonne description de la surface de charge des empilements aléatoires fournissent les coefficients suivants :

$$\begin{aligned} \beta &= 0.62 \\ \nu_p &= 0.18 \end{aligned}$$

Le coefficient de Poisson plastique  $\nu_p = 0.18$  correspond bien aux valeurs obtenues par les simulations où il varie de 0.1 à 0.17 selon les paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ) des empilements. En revanche les simulations fournissent un coefficient  $\beta$  compris entre 0.95 et 1 selon les paramètres structuraux, ce qui diffère sensiblement de la valeur 0.62 obtenue ci-dessus.

### 3) Proposition d'un modèle descriptif

La forme des courbes obtenues incite à proposer une **relation linéaire**, éq. (IX.36), plus simple que le critère de *Miller* et correctement adaptée pour décrire la surface de charge des empilements de sphères creuses pour des sollicitations à pression hydrostatique compressive. Notons que ce modèle est purement *descriptif* et ne rentre pas dans la complexité et le formalisme de l'écriture d'une loi de comportement rigoureuse tels que les modèles de *Miller* et *Deshpande–Fleck*.

$$\sigma_e + \alpha \sigma_m + \beta \sigma_y = 0 \quad (\text{IX.36})$$

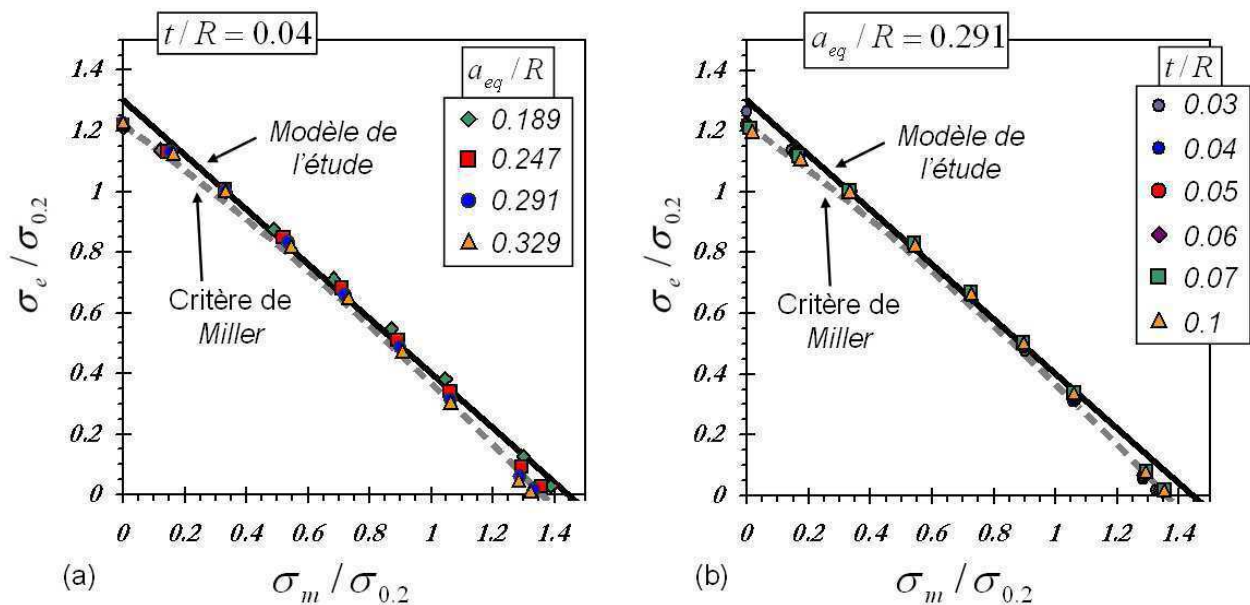
$\sigma_y$  est la limite d'élasticité en compression simple de l'empilement et  $\alpha$  et  $\beta$  deux paramètres particuliers qui ne sont pas indépendants. En effet le point  $\sigma_e = 3\sigma_m$  qui correspond à un état de contrainte de compression simple où  $\sigma_e = \sigma_y$  sur la surface de charge permet d'obtenir la relation  $\alpha = -3(\beta + 1)$ . Le modèle proposé s'écrit alors :

$$\sigma_e - 3(\beta + 1)\sigma_m + \beta\sigma_y = 0 \quad (\text{IX.37})$$

On obtient ainsi un modèle simple à un seul paramètre  $\beta$ , éq. (IX.38), égal à l'opposé du rapport de la limite d'élasticité en cisaillement pur  $\tau_y$  sur la limite d'élasticité en compression simple  $\sigma_y$  de l'empilement.

$$\beta = -\left(\frac{\tau_y}{\sigma_y}\right) \quad (\text{IX.38})$$

La figure IX.35 montre la courbe obtenue (trait noir continu) avec le paramètre  $\beta = -1.29$  ainsi que la courbe correspondant au critère de Miller (trait gris interrompu) avec les paramètres déterminés précédemment. On constate que cette valeur de  $\beta$  permet de décrire correctement les surfaces de charges calculées lors de cette étude.



**Fig. IX.35 :** Surface de charge normalisée par la limite d'élasticité en compression  $\sigma_{0.2}$  des empilements. En trait continu le modèle obtenu avec le paramètre  $\beta = -1.29$  et en trait interrompu le modèle de Miller. (a) Épaisseur relative fixée  $t/R = 0.04$ . (b) Taille de contact relative équivalente fixée  $a_{eq}/R = 0.291$ .

La surface de charge maitresse des empilements de sphères creuses pour les sollicitations à pression hydrostatique compressive est alors décrite par la relation (IX.39).

$$\sigma_e + 0.87\sigma_m - 1.29\sigma_y = 0 \quad (\text{IX.39})$$



## Conclusion

Ce chapitre a présenté l'étude du comportement macroscopique et la détermination des propriétés effectives ainsi que leurs relations avec la structure des empilements de sphères creuses.

Les empilements frittés provenant de chez *PLANSEE* montrent un comportement mécanique expérimental très régulier et reproductible, contrairement aux empilements brasés de chez *ATECA* qui sont beaucoup plus dispersés et perturbés à cause de leurs défauts de structure et d'architecture. Les propriétés effectives ont été mesurées à partir d'essais de compression simple et des lois d'évolution phénoménologiques ont été établies pour les empilements *PLANSEE*. Les lois puissances obtenues, modèle classique pour les mousses métalliques, montrent un exposant d'environ 1.65 pour le module d'élasticité et de 1.5 pour la limite d'élasticité.

Le comportement mécanique macroscopique des empilements a été modélisé numériquement par une méthode originale mixte de calculs par éléments discrets et éléments finis. Une étude paramétrique a permis d'établir des lois d'échelle en puissance pour l'évolution du module d'élasticité et de la limite d'élasticité en fonction des paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ). Ces lois sont cohérentes avec les mesures expérimentales. Les résultats obtenus ont été comparés aux modèles d'empilements ordonnés de *Sanders* et au modèle général de mousses de *Gibson et Ashby*. Les empilements aléatoires exhibent une rigidité spécifique ainsi qu'une limite d'élasticité spécifique inférieures aux empilements ordonnés, le plus performant restant l'empilement cubique à faces centrées. Leurs propriétés se situent entre les propriétés théoriques des mousses ouvertes et fermées. Cependant en pratique les mousses fermées n'atteignant pas leurs propriétés théoriques les empilements de sphères creuses offrent une bonne alternative. Ils permettent d'atteindre de bonnes propriétés mécaniques spécifiques tout en conservant une porosité ouverte utile pour d'autres applications.

Enfin les simulations numériques ont également été utilisées pour examiner le comportement mécanique sous sollicitations triaxiales et établir la surface de charge des empilements. Il a été montré qu'une courbe maîtresse, normalisée par la limite d'élasticité en compression, décrit la surface de charge pour l'ensemble des paramètres structuraux considérés. Cette courbe peut être correctement approximée par le modèle de plasticité de *Miller*. Finalement un modèle descriptif simple a été proposé sous forme d'une relation linéaire.

En conclusion nous pouvons affirmer que la méthode de modélisation numérique développée pendant la thèse s'est avérée originale et efficace. Elle a permis de réaliser une étude paramétrique sur la structure des empilements afin d'établir les relations entre architecture et propriétés mécaniques du matériau.

---

## Conclusions générales et perspectives

---



# Conclusions générales

L'objectif de la thèse consistait en la caractérisation de la structure et de l'architecture d'empilements aléatoires de sphères creuses métalliques afin d'identifier les paramètres gouvernant les mécanismes de déformation du matériau et les propriétés mécaniques effectives. Le but est de comprendre l'influence de ces mécanismes sur le comportement macroscopique et de déterminer explicitement les relations « structure–propriétés mécaniques » des empilements de sphères creuses. Pour cela deux approches, expérimentale et modélisation numérique, ont été mises en œuvre.

La *caractérisation structurale* précise de deux types d'empilements réels a été effectuée par analyses quantitatives d'images tridimensionnelles issues de tomographie aux rayons X. Nous avons pu tout d'abord mesurer les distributions de diamètre et d'épaisseur des sphères. D'autres part des programmes spécialement adaptés ont été développés pour isoler les zones de contact entre les sphères et quantifier leur distribution de taille ainsi que le nombre de coordination des sphères. Ces résultats ont été présentés dans le chapitre VI. Les deux matériaux examinés, fournis par les entreprises *ATECA* et *PLANSEE*, sont élaborés par des procédés distincts et présentent ainsi une structure et une architecture interne différente. L'analyse des résultats de la caractérisation structurale a permis de mettre en exergue, au chapitre VII, les relations existantes entre le procédé d'élaboration et l'architecture résultante des empilements. Il en ressort principalement que le procédé « dépôt électrochimique + brasage » utilisé par *ATECA* n'est pas encore parfaitement maîtrisé. La structure des empilements obtenus est assez irrégulière et il paraît difficile de la contrôler précisément à travers les paramètres du procédé. En revanche le procédé de métallurgie des poudres utilisé par *PLANSEE* donne des empilements beaucoup plus homogènes dont l'architecture, en particulier le nombre de coordination moyen et la distribution de taille des contacts, peut être contrôlée. On remarque notamment que lors de la mise en forme initiale des empilements avant frittage on suit correctement les modèles de compaction de sphères pleines. Ce type de matériau apparaît alors plus prometteur pour la maîtrise des propriétés mécaniques qui sont directement liées à la structure interne.

Le chapitre VIII est consacré à la présentation de l'étude du *comportement mécanique à l'échelle mésoscopique* — l'échelle des sphères — et plus particulièrement à la détermination des mécanismes qui gouvernent la déformation et l'effondrement du matériau. Des essais de compression *in-situ* en tomographie aux rayons X ont permis de mettre en évidence les phénomènes qui entrent en jeu. Deux aspects ont été distingués, tout d'abord une déformation individuelle des sphères avec en premier lieu le développement d'une **rotule plastique au contact** puis l'**indentation d'une sphère** par sa voisine. Parallèlement on assiste à une **réorganisation de l'empilement** avec une diminution des espaces libres (la porosité ouverte) entre sphères et la création de nouveaux contacts au fur et à mesure de l'augmentation de la déformation.

Ces mécanismes ont été examinés plus précisément par des simulations numériques par éléments finis sur un couple de sphères en contact. Cette modélisation a notamment permis de mettre en

évidence un comportement adoucissant ou, au contraire, avec écrouissage lors de la phase de formation de la rotule plastique selon les paramètres structuraux épaisseur relative des sphères et taille du contact. Nous avons en particulier observé que plus la sphère est fine et le contact est grand plus la rotule plastique peut se développer librement entraînant ainsi un adoucissement de la structure propice à une localisation de la déformation sous forme de bandes dans l'empilement.

Enfin le *comportement macroscopique et les propriétés mécaniques effectives* des empilements de sphères creuses ont été étudiés et présentés au chapitre IX. Cette partie s'est focalisée sur les matériaux de *PLANSEE* élaborés par métallurgie des poudres qui présentent une morphologie de contact aplati. Dans un premier temps des essais de compression simple ont été effectués sur trois spécimens de densités relatives différentes. Nous nous sommes intéressés au module d'élasticité à décharge, à la « limite d'élasticité », à la contrainte à 25% de déformation et au module d'écrouissage des empilements. Concernant le module d'élasticité à décharge nous avons notamment observé qu'il est maximum en début de déformation puis décroît jusqu'à atteindre une valeur à peu près constante sur le « plateau » de plasticité. Il réaugmente fortement quand intervient la densification du matériau pour des très grandes déformations. Pour l'ensemble de ces propriétés des lois d'évolution sous la forme classique pour les matériaux cellulaires de *loi puissance* de la densité ont été établies. Elles sont récapitulées au chapitre IX.

Une approche numérique originale, basée sur des simulations mixtes par éléments finis et éléments discrets, a été développée pour la modélisation du comportement mécanique. Dans un premier temps les lois de contact élémentaires entre deux sphères creuses ont été déterminées par des calculs éléments finis. Elles sont ensuite intégrées dans le code de calculs par éléments discrets **dp3D**, développé au laboratoire, qui résout l'équilibre mécanique de chaque sphère sous l'action de ses voisines lors d'une sollicitation imposée. Cette méthode permet de modéliser le comportement des empilements à faibles déformations macroscopiques, de l'ordre de 3%. Il est ainsi possible de calculer par la simulation d'un essai de compression le module d'élasticité effectif et la limite d'élasticité effective du matériau. Une étude paramétrique a été effectuée afin d'établir des *lois d'échelles* reliant ces propriétés aux paramètres structuraux des empilements. Pour cela nous avons définis la moyenne quadratique des contacts comme la taille de contact équivalente de l'empilement. Celle-ci permet de prendre en compte la distribution de taille des contacts en un seul paramètre. La structure des empilements est alors entièrement décrite par les deux paramètres épaisseur relative des sphères et taille relative équivalente des contacts. Nous avons conclu des simulations effectuées que les empilements de sphères creuses approchent les bonnes propriétés mécaniques théoriques des mousses fermées tout en gardant une porosité ouverte intéressante pour d'autres applications fonctionnelles telle que l'absorption acoustique. D'autre part des sollicitations triaxiales ont également permis d'examiner la forme de la surface de charge des empilements. Nous avons montré l'existence d'une courbe maîtresse normalisée par la limite d'élasticité en compression, qui peut être correctement décrite par le modèle de *Miller* ou plus simplement par une évolution linéaire.

En conclusion nous pouvons affirmer que les objectifs initiaux définis pour la thèse ont été atteints. Des outils spécifiques de caractérisation et de modélisation ont été développés et utilisés pour étudier précisément la structure et l'architecture des empilements de sphères creuses et déterminer le lien avec les propriétés mécaniques. Ces outils peuvent maintenant servir pour d'autres travaux complémentaires sur les empilements de sphères creuses. Le développement de la modélisation discrète a également élargi le champ d'application du code de calculs **dp3D** initialement dédié aux empilements pulvérulents de sphères pleines.

# Perspectives

De nombreuses perspectives, immédiates et à plus long terme, peuvent être envisagées à l'issue de ces travaux afin d'approfondir et compléter les résultats obtenus. Nous pouvons mentionner certains aspects qui semblent importants à examiner, depuis l'élaboration des empilements jusqu'à la modélisation numérique de leur comportement mécanique.

## 1. *Élaboration et liens avec la structure du matériau :*

Pour le procédé basé sur la métallurgie des poudres il serait intéressant de vérifier l'*influence de la compaction initiale* des empilements avant frittage sur la distribution de taille des contacts et le nombre de coordination de l'empilement. Ceci peut être réalisé en appliquant différentes pressions de compaction lors de l'étape adéquate du procédé et en effectuant ensuite la caractérisation structurale des empilements obtenus.

D'autre part, dans le cadre de l'optimisation architecturale, nous avons vu qu'une compacité ainsi qu'un nombre de coordination moyen de l'empilement élevés améliorent fortement les propriétés mécaniques du matériau. On peut alors envisager de fabriquer des empilements aléatoires de *sphères creuses bimodales* ou encore des empilements d'*ellipsoïdes* creux. En effet, d'après les travaux de *Donev et al.* [130], ces derniers peuvent atteindre selon leur rapport de forme une compacité d'environ 0.74 pour un nombre de coordination aux alentours de 11. L'élaboration de ces différents types d'empilements peut être réalisée par le même procédé de métallurgie des poudres en utilisant des mandrins en polystyrène de forme et de distribution de taille adaptées. Pour cela nous sommes actuellement en contact avec l'IFAM de Dresde, spécialiste de la fabrication de matériaux cellulaires par métallurgie des poudres, pour envisager une collaboration et bénéficier de leurs compétences et de leurs moyens d'élaboration.

## 2. *Comportement mécanique expérimental :*

Il serait tout d'abord important de revenir sur quelques points qui ont été abordés lors des essais de compression simple et qui méritent d'être approfondis, notamment :

- Analyser plus rigoureusement l'*effet de taille des sphères* sur le comportement en compression. Pour cela il faudrait entreprendre des essais sur un grand nombre d'échantillons à structure constante (densité relative, distribution de taille de contact, nombre de coordination de l'empilement) avec uniquement des diamètres de sphères différents. Ces échantillons doivent également avoir un rapport  $L/d$  suffisant pour s'assurer de leur bonne représentativité macroscopique.
- Mesurer de manière plus précise le *coefficient de Poisson plastique* des empilements. Ceci peut être réalisé en instrumentant les essais avec un extensomètre latéral mécanique ou optique ou encore en effectuant une analyse précise de la déformation par corrélation d'images.

Puis, à plus ou moins long terme, l'étude expérimentale du comportement mécanique peut être complétée par les aspects suivants :

- Examiner le comportement pour *différentes sollicitations macroscopiques*, par exemple en traction et en cisaillement. La réalisation d'essais triaxiaux, peu évidents à mener, paraît également importante pour confirmer les résultats des simulations numériques sur la surface de charge des empilements. Ces essais devraient être effectués à l'EPFL par *Pierre LHUISSIER* qui effectue sa thèse au laboratoire et qui porte, entre autre, sur l'utilisation d'empilements de sphères creuses comme matériau de cœur dans des structures sandwiches. Pour cette application il souhaite déterminer une loi de comportement triaxiale macroscopique adaptée aux empilements de sphères creuses.
- Enfin, en lien avec les perspectives d'élaboration des matériaux et l'optimisation architecturale, il peut être envisagé d'étudier le comportement mécanique de nouvelles structures, comme des empilements bimodaux de sphères creuses ou des empilements d'ellipsoïdes creux. On peut également s'intéresser, pour une architecture donnée à paramètres structuraux fixés, à *l'influence du matériau constitutif* sur les mécanismes de déformation locaux et sur les propriétés mécaniques effectives.

### **3. Modélisation numérique du comportement :**

Concernant la modélisation du comportement mécanique des empilements le code **dp3D** peut être utilisé comme outil de calculs pour d'autres études ultérieures. En entrant les lois de contact et les conditions aux limites adéquates il permet d'analyser différents aspects, comme par exemple :

- La simulation du comportement *d'échantillons de taille finie* pour examiner des effets d'échelle. Ou encore la détermination des *évolutions structurales* dans l'empilement (déplacement relatif des sphères, évolution de la porosité) pour diverses sollicitations. Ce dernier point sera notamment utile pour la thèse de *Pierre LHUISSIER* afin de pouvoir intégrer des données sur la structure du matériau dans un modèle macroscopique de comportement triaxial.
- Pour les matériaux de type *PLANSEE*, modélisation d'empilements bi-modaux de sphères creuses ou présentant une distribution de diamètre et/ou d'épaisseur de sphères.
- Modélisation de *différentes morphologies de contact* entre sphères, par exemple des contacts arrondis pour modéliser les empilements de type *ATECA*. Des empilements de sphères creuses collées, pour des applications d'absorption d'énergie à température ambiante ( $\leq 150^\circ\text{C}$ ), peuvent également être modélisés de cette manière.

Enfin de nouvelles améliorations peuvent encore être apportées dans le modèle discret. Citons en particulier les aspects suivants :

- Possibilité de calculer la *décharge* d'un empilement.
- Intégration d'un critère de *rupture des contacts* pour permettre une modélisation plus fidèle du comportement en traction et ainsi pouvoir simuler des sollicitations quelconques pour calculer la totalité de la surface de charge des empilements.

# Bibliographie

- [1] J. JULLIARD : Problématique des matériaux absorbants sonores pour applications sur turbo-réacteur. Rapport technique, Snecma Moteurs, Janvier 2003.
- [2] L. J. GIBSON et M. F. ASHBY : *Cellular Solids, Structure and Properties*. Cambridge University Press, 2nd edition édition, 1997.
- [3] Stéphane GASSER : *Etude des propriétés acoustiques et mécaniques d'un matériau métallique poreux modèle à base de sphères creuses de nickel*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2003.
- [4] Ariane MARMOTTANT : *Structure et propriétés de mousses d'aluminium élaborées par répliation de préformes de sel*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2006.
- [5] John BANHART : Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Progress in Materials Science*, 46(6):559–632, 2001.
- [6] J.-F. ALLARD et Gilles DAIGLE : Propagation of sound in porous media : Modeling sound absorbing materials. *J. Acoust. Soc. Am.*, 95(5):2785–2785, mai 1994.
- [7] T. J. LU et C. CHEN : Thermal transport and fire retardance properties of cellular aluminium alloys. *Acta Materialia*, 47(5):1469–1485, mars 1999.
- [8] R. COQUARD, M. LORETZ et D. BAILLIS : Conductive heat transfer in metallic/ceramic open-cell foams. *Advanced Engineering Materials*, 10(4):323–337, 2008.
- [9] M.F. ASHBY, A.G. EVANS, N.A. FLECK, L.J. GIBSON, J.W. HUTCHINSON et H.N.G. WADLEY : *Metal Foams : A design guide*. Butterworth–Heinemann, 2000.
- [10] W.E. WARREN et A.M. KRAYNIK : The linear elastic properties of open-cell foams. *Journal of Applied Mechanics*, 55(2):341–346, June 1988.
- [11] A.M. KRAYNIK et W.E. WARREN : *Low Density Cellular Plastics*. Chapman and Hall, 1994.
- [12] A.M. KRAYNIK, M.K. NEILSEN, D.A. REINELT et W.E WARREN : Foam micromechanics. *In Emulsions and Cellular Materials*, Proceedings of the NATO Advanced Study Institute on Foams, 1998.
- [13] Salvatore. TORQUATO : *Random Heterogeneous Materials – Microstructure and Macroscopic Properties*. Springer–Verlag, 2002.
- [14] P. R. ONCK, E. W. ANDREWS et L. J. GIBSON : Size effects in ductile cellular solids. part i : modeling. *International Journal of Mechanical Sciences*, 43(3):681–699, décembre 2001.
- [15] Cihan TEKOGU : *Size effects in cellular solids*. Thèse de doctorat, University of Groningen, 2007.
- [16] A. FAZEKAS, R. DENDIEVEL, L. SALVO et Y. BRÉCHET : Effect of microstructural topology upon the stiffness and strength of 2d cellular structures. *International Journal of Mechanical Sciences*, 44(10):2047–2066, octobre 2002.



- [17] A. P. ROBERTS et E. J. GARBOCZI : Elastic moduli of model random three-dimensional closed-cell cellular solids. *Acta Materialia*, 49(2):189–197, 2001.
- [18] A. P. ROBERTS et E. J. GARBOCZI : Elastic properties of model random three-dimensional open-cell solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(1):33–55, janvier 2002.
- [19] Jens NYGAARD : *Mechanical characterisation of microcellular thermoplastic foams manufactured using gas diffusion technique*. Thèse de doctorat, Institute of Mechanical Engineering of Aalborg University, Denmark, 2002.
- [20] J. ELLIOTT, A. WINDLE, J. HOBDELL, G. EECKHAUT, R. OLDMAN, W. LUDWIG, E. BOLLER, P. CLOETENS et J. BARUCHEL : In-situ deformation of an open-cell flexible polyurethane foam characterised by 3d computed microtomography. *Journal of Materials Science*, 37(8):1547–1555, avril 2002.
- [21] D. ULRICH, B. van RIETBERGEN, H. WEINANS et P. RÜEGSEGGER : Finite element analysis of trabecular bone structure : a comparison of image-based meshing techniques. *Journal of Biomechanics*, 31(12):1187–1192, décembre 1998.
- [22] Eric MAIRE, Arnaud FAZEKAS, Luc SALVO, Remy DENDIEVEL, Souhail YOUSSEF, Peter CLOETENS et Jean Michel LETANG : X-ray tomography applied to the characterization of cellular materials. related finite element modeling problems. *Composites Science and Technology*, 63(16):2431–2443, décembre 2003.
- [23] W. E. LORENSEN et H. E. CLINE : Marching cubes : a high resolution 3d surface construction algorithm. *Computer Graphics*, 21:163–169.
- [24] Souhail YOUSSEF : *Étude par tomographie X et modélisation par éléments finis du comportement mécanique des mousses solides*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2004.
- [25] S. YOUSSEF, E. MAIRE et R. GAERTNER : Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by x-ray tomography. *Acta Materialia*, 53(3):719–730, février 2005.
- [26] Ronald E. MILLER : A continuum plasticity model for the constitutive and indentation behaviour of foamed metals. *International Journal of Mechanical Sciences*, 42(4):729–754, avril 2000.
- [27] V. S. DESHPANDE et N. A. FLECK : Isotropic constitutive models for metallic foams. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(6-7):1253–1283, juin 2000.
- [28] Mulalo DOYOYO et Tomasz WIERZBICKI : Experimental studies on the yield behavior of ductile and brittle aluminum foams. *International Journal of Plasticity*, 19(8):1195–1214, août 2003.
- [29] E. W. ANDREWS, L. J. GIBSON et M. F. ASHBY : The creep of cellular solids. *Acta Materialia*, 47(10):2853–2863, août 1999.
- [30] E. W. ANDREWS, J. S. HUANG et L. J. GIBSON : Creep behavior of a closed-cell aluminum foam. *Acta Materialia*, 47(10):2927–2935, août 1999.
- [31] K. C. GORETTA, R. BREZNY, C. Q. DAM, D. J. GREEN, A. R. DE ARELLANO-LOPÉZ et A. DOMINGUEZ-RODRIGUEZ : High temperature mechanical behavior of porous open-cell al<sub>2</sub>o<sub>3</sub>. *Materials Science and Engineering A*, 124(2):151–158, avril 1990.
- [32] A.M. HODGE et D.C. DUNAND : Measurement and modeling of creep in open-cell nial foams. *Metallurgical and Materials Transactions*, A34:2353–2363, 2003.

- [33] Y SUGIMURA, A RABIEI, A.G EVANS, A.M HARTE et N.A FLECK : Compression fatigue of a cellular al alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 269(1-2):38–48, août 1999.
- [34] MCCULLOUGH et FLECK : The stress-life fatigue behaviour of aluminium alloy foams. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials and Structures*, 23(3):199–208, 2000.
- [35] C. MOTZ, O. FRIEDL et R. PIPPAN : Fatigue crack propagation in cellular metals. *International Journal of Fatigue*, 27(10-12):1571–1581, 2005.
- [36] V. S. DESHPANDE et N. A. FLECK : High strain rate compressive behaviour of aluminium alloy foams. *International Journal of Impact Engineering*, 24(3):277–298, mars 2000.
- [37] H. ZHAO, I. ELNASRI et S. ABDENNADHER : An experimental study on the behaviour under impact loading of metallic cellular materials. *International Journal of Mechanical Sciences*, 47(4-5):757–774, 2005.
- [38] I. ELNASRI, S. PATTOFATTO, H. ZHAO, H. TSITSIRIS, F. HILD et Y. GIRARD : Shock enhancement of cellular structures under impact loading : Part i experiments. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55(12):2652–2671, décembre 2007.
- [39] S. PATTOFATTO, I. ELNASRI, H. ZHAO, H. TSITSIRIS, F. HILD et Y. GIRARD : Shock enhancement of cellular structures under impact loading : Part ii analysis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55(12):2672–2686, décembre 2007.
- [40] Yves. BRÉCHET : Matériaux sur mesure dans les structures. *Bulletin de la S.F.P.*, (150):16–20, Juillet–Aout 2005.
- [41] M. F. ASHBY et Y. J. M. BRÉCHET : Designing hybrid materials. *Acta Materialia*, 51(19):5801–5821, novembre 2003.
- [42] H.H. RUAN, Z.Y. GAO et T.X. YU : Crushing of thin-walled spheres and sphere arrays. *International Journal of Mechanical Sciences*, 48(2):117–133, février 2006.
- [43] Yves BLOTTIÈRE, Philippe CHAPUIS et Mireille VALAUD : Method for the manufacture of hollow spherules of synthetic materials. Rapport technique, U.S Patent 5.205.976, 1993.
- [44] Yasunori WAKASAWA, Masatoshi HASHIMOTO et Etsuo MARUI : The damping capacity improvement of machine tool structures by balls packing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 44(14):1527–1536, novembre 2004.
- [45] G.K. SARGEANT : Holosphere — a novel ceramic material. *British Ceramic Transactions and Journal*, 90:132–135, 1991.
- [46] Joe K COCHRAN : Ceramic hollow spheres and their applications. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 3(5):474–479, octobre 1998.
- [47] S. ALKOY, A. DOGAN, A.-C. HLADKY, P. LANGLET, J.E. COCHRAN et N.E. NEWNHAM : Miniature piezoelectric hollow sphere transducers (bbs). *Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, IEEE Transactions on*, 44(5):1067–1076, 1997.
- [48] J.E. MCENTYRE, J.K. COCHRAN et K.J. LEE : Permeability and porosity of bonded hollow spheres foams for use in radiant burners. In *Spheres and microspheres : Synthesis and Applications.*, volume 372 de *MRS Proceedings*, pages 165–171, 1995.
- [49] Michael SCHEFFLER et Paolo COLOMBO, éditeurs. *Cellular Ceramics*. Wiley InterScience, 2006.
- [50] Myriam DOUIN : Fabrication d’un matériau à base de sphères métalliques creuses pour application à la réduction du bruit des avions. Mémoire de Master, École Nationale Supérieure de Chimie et de Physique de Bordeaux, 2003.

- [51] J. FÄRBER, A. BOJACK, M. STOIBER, A. PLANCKENSTEINER, H. GOEHLER et H. SCHNEIDERREIT : Molybdenum hollow sphere structures for high temperature applications. *In EuroPM2004 – PM Lightweight and Porous Materials*, 2004.
- [52] Ja-Myeong KOO et Seung-Boo JUNG : Mechanical properties of copper hollow sphere manufactured by sintering process. *Materials Science Forum*, 510–511:730–733, 2006.
- [53] Ja-Myeong KOO, Hideki ARAKI et Seung-Boo JUNG : Effect of zn addition on mechanical properties of brass hollow spheres. *Materials Science and Engineering : A*, 483-484:254–257, juin 2008.
- [54] J.P. BONINO, A. ROUSSET, C. ROSSIGNOL et Y. BLOTTIÈRE : Matériaux de structure à modules sphériques creux en alliages de nickel microcristallisés ou amorphes. *Matériaux et Techniques*, 78(1–2):25–28, 1990.
- [55] K.M. HURYSZ, J.L. CLARK, A.R. NAGLE, C.U. HARDWICKE, K.J. LEE et J.K. COCHRAN : Steel and titanium hollow sphere foams. *In Porous and Cellular materials for structural applications*, volume 521 de *MRS Proceedings*, pages 191–203, 1998.
- [56] Y. YAMADA, C.E. WEN, T. ASAHINA, K. KATO, T. SONODA et M. MABUCHI : Compressive properties and energy absorption of hollow sphere aluminum. *Materials Science Forum*, 475–479:333–336, 2005.
- [57] O. ANDERSEN, U. WAAG, L. SCHNEIDER, G. STEPHANI et B. KIEBACK : Novel metallic hollow sphere structures. *Advanced Engineering Materials*, 2(4):192–195, 2000.
- [58] O. FRIEDL, C. MOTZ, H. PETERLIK, S. PUCHEGGER, N. REGER et R. PIPPAN : Experimental investigation of mechanical properties of metallic hollow sphere structures. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 39(1):135–146, février 2008.
- [59] Metal hollow sphere structures – materials, technology, properties, applications. Rapport technique, PLANSEE, IFAM, Glatt.
- [60] Wynn Steven SANDERS : *Mechanical Behavior of Closed Cell and Hollow Sphere Metallic Foams*. Thèse de doctorat, Massachusetts Institute of Technology, 2002.
- [61] W. S. SANDERS et L. J. GIBSON : Mechanics of hollow sphere foams. *Materials Science and Engineering A*, 347(1-2):70–85, avril 2003.
- [62] W. S. SANDERS et L. J. GIBSON : Mechanics of bcc and fcc hollow-sphere foams. *Materials Science and Engineering A*, 352(1-2):150–161, juillet 2003.
- [63] S. GASSER, F. PAUN, A. CAYZEELE et Y. BRÉCHET : Uniaxial tensile elastic properties of a regular stacking of brazed hollow spheres. *Scripta Materialia*, 48(12):1617–1623, juin 2003.
- [64] S. GASSER, F. PAUN, L. RIFFARD et Y. BRÉCHET : Microplastic yield condition for a periodic stacking of hollow spheres. *Scripta Materialia*, 50(4):401–405, février 2004.
- [65] Z. GAO, T. YU et D. KARAGIOZOVA : Finite element simulations on the mechanical properties of mhs materials. *Acta Mechanica Sinica*, 23(1):65–75, février 2007.
- [66] T. J. LIM, B. SMITH et D. L. MCDOWELL : Behavior of a random hollow sphere metal foam. *Acta Materialia*, 50(11):2867–2879, juin 2002.
- [67] F. MAMOUD, R. BOUCHET et Y. BRÉCHET : On the definition of a shell element model for the elasticity hollow spheres stackings. To be published.
- [68] Isao TAGUCHI et Michio KURASHIGE : Macroscopic elastic properties of randomly packed balloons. *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, 2(3):529–555, 2007.

- [69] G. STEPHANI, O. ANDERSEN, H. GÖHLER, C. KOSTMANN, K. KÜMMEL, P. QUADBECK, M. REINFRIED, T. STUDNITZKY et U. WAAG : Iron based cellular structures – status and prospects. *Advanced Engineering Materials*, 8(9):847–852, 2006.
- [70] M. VESENJAK, T. FIEDLER, Z. REN et A. ÖCHSNER : Behaviour of syntactic and partial hollow sphere structures under dynamic loading. *Advanced Engineering Materials*, 10(3):185–191, 2008.
- [71] Enboa WU et Wu-Shung JIANG : Axial crush of metallic honeycombs. *International Journal of Impact Engineering*, 19(5-6):439–456, 1997.
- [72] Han ZHAO et Grrard GARY : Crushing behaviour of aluminium honeycombs under impact loading. *International Journal of Impact Engineering*, 21(10):827–836, novembre 1998.
- [73] S. GASSER, F. PAUN et Y. BRECHET : Absorptive properties of rigid porous media : Application to face centered cubic sphere packing. *J. Acoust. Soc. Am.*, 117(4):2090–2099, avril 2005.
- [74] S. GASSER, Y. BRECHET et F. PAUN : Materials design for acoustic liners : an example of tailored multifunctional materials. *Advanced Engineering Materials*, 6(1-2):97–102, 2004.
- [75] H. GÖHLER, P. LÖTHMAN et U. WAAG : Manufacture and properties of hollow sphere structures in sound absorption applications. In J. BANHART, M.F. ASHBY et N.A. FLECK, éditeurs : *Cellular Metals and Metal Foaming Technology*, 2001.
- [76] B.H. RABIN, G.R. SMOLIK et G.E. KORTH : Characterization of entrapped gases in rapidly solidified powders. *Materials Science and Engineering : A*, 124(1):1–7, avril 1990.
- [77] D.J. SYPECK, P.A. PARRISH et H.N.G. WADLEY : Novel hollow powder porous structures. In *Porous and Cellular materials for structural applications*, volume 521 de *MRS Proceedings*, pages 205–210, 1998.
- [78] Fabrication rapide de pièces à partir de poudres métalliques. *Mag'Mat*, (19):11, Juillet–Septembre 2006.
- [79] Yves BLOTTIÈRE, Bonino JEAN-PIERRE, Abel ROUSSET, Claude ROSSIGNOL et Isabelle GOSART : Procédé de fabrication de corps creux, fermes et continus, corps creux obtenus et installation de mise en oeuvre dans le cas de billes creuses. Rapport technique, Brevet Français 2.585.373, 1985.
- [80] Manfred JAECKEL : Verfahren zur herstellung metallischer, insbesondere kugelformiger leichtkorper und zu herstellung von formkorpen mit einschluss solder leichtkorper sowie nach solchen verfahren hergestellte leichtkorper und formkorper. Rapport technique, Deutsches Patentamt 3.210.770, 1982.
- [81] U. WAAG, L. SCHNEIDER, P. LÖTHMAN et G. STEPHANI : Metallic hollow spheres – materials for the future. *Metal Powder Report*, 55:29–33, 2000.
- [82] G.D. SCOTT : Packing of equal spheres. *Nature*, 188:908–909, 1960.
- [83] G.D. SCOTT et D.M. KILGOUR : The density of random close packing of spheres. *British Journal of Applied Physics*, 2:863–866, 1969.
- [84] T. ASTE, M. SAADATFAR et T.J. SENDEN : Geometrical structure of disordered sphere packings. *Physical Review E*, 71, 2005.
- [85] George Y. ONODA et Eric G. LINIGER : Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset. *Phys. Rev. Lett.*, 64(22), mai 1990.

- [86] E. ARZT : The influence of an increasing particle coordination on the densification of spherical powders. *Acta Metallurgica*, 30:1883–1890, 1982.
- [87] T. FIEDLER, A. OCHSNER et J. GRACIO : Uniaxial elasto-plastic behaviour of adhesively bonded hollow sphere structures (hss) : Numerical simulations and experiments. *Materials Science Forum*, 539–543:1874–1879, 2007.
- [88] Fady MAMOUD : *Modélisation de l'élasticité et du fluage des empilements gravitaires de sphères creuses métalliques brasées*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2007.
- [89] P. JOSSO, P. LEPETIT, P. MAZARS et M.J. MASSARD : Nickel and/or cobalt chemical plating bath using a reducing agent based on boron or phosphorous. Rapport technique, U.S Patent 4.486.233, 1984.
- [90] J.H. PETROPOULOS, K. TSIMILLIS, C. SAVVAKIS et V. HAVREDAKI : Simple sensitive techniques for absolute and differential helium pycnometry. *Journal of Physics. E. Scientific Instruments*, 16(11):1112–1115, 1983.
- [91] R.L. PORTSMOUTH et L.F. GLADDEN : Mercury porosimetry as a probe of pore connectivity. *Chemical Engineering Research and Design*, 70(A1):63–70, 1992.
- [92] René PIRARD, Christelle ALIÉ et Jean-Paul PIRARD : Characterization of porous texture of hyperporous materials by mercury porosimetry using densification equation. *Powder Technology*, 128(2-3):242–247, décembre 2002.
- [93] L. SALVO, P. CLOETENS, E. MAIRE, S. ZABLER, J. J. BLANDIN, J. Y. BUFFIÈRE, W. LUDWIG, E. BOLLER, D. BELLET et C. JOSSEROND : 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, janvier 2003.
- [94] A. ELMOUTAOUAKKIL, L. SALVO, E. MAIRE et G. PEIX : 2d and 3d characterization of metal foams using x-ray tomography. *Advanced Engineering Materials*, 4(10):803–807, 2002.
- [95] Thierry DILLARD : *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, 2004.
- [96] Eric MAIRE, Paolo COLOMBO, Jerome ADRIEN, Laurent BABOUT et Lisa BIASETTO : Characterization of the morphology of cellular ceramics by 3d image processing of x-ray tomography. *Journal of the European Ceramic Society*, 27(4):1973–1981, 2007.
- [97] E. de SOUSA, C.R. RAMBO, D. HOTZA, A.P. Novaes de OLIVEIRA, T. FEY et P. GREIL : Microstructure and properties of lzs glass-ceramic foams. *Materials Science and Engineering : A*, 476(1-2):89–97, mars 2008.
- [98] Jérôme ADRIEN, Eric MAIRE, Nelly GIMENEZ et Valérie SAUVANT-MOYNOT : Experimental study of the compression behaviour of syntactic foams by in situ x-ray tomography. *Acta Materialia*, 55(5):1667–1679, mars 2007.
- [99] M. FAESSEL, C. DELISÉE, F. BOS et P. CASTÉRA : 3d modelling of random cellulosic fibrous networks based on x-ray tomography and image analysis. *Composites Science and Technology*, 65(13):1931–1940, octobre 2005.
- [100] K.S. LIM et M. BARIGOU : X-ray micro-computed tomography of cellular food products. *Food Research International*, 37(10):1001–1012, 2004.

- [101] P. BABIN, G. DELLA VALLE, H. CHIRON, P. CLOETENS, J. HOSZOWSKA, P. PERNOT, A.L. RÉGUERRE, L. SALVO et R. DENDIEVEL : Fast x-ray tomography analysis of bubble growth and foam setting during breadmaking. *Journal of Cereal Science*, 43(3):393–397, mai 2006.
- [102] Nels A. HANSON et Cedo M. BAGI : Alternative approach to assessment of bone quality using micro-computed tomography. *Bone*, 35(1):326–333, juillet 2004.
- [103] I. LIMA, M.S. ROCHA et R.T. LOPES : Ethanol bone evaluation using 3d microtomography. *Micron*, 39(5):617–622, juillet 2008.
- [104] José BARUCHEL, Jean-Yves BUFFIÈRE, Eric MAIRE, Paul MERLE et Gilles PEIX : *X-ray Tomography in Material Science*. Hermes Science Publications, 2000.
- [105] J. Y. BUFFIÈRE, E. MAIRE, P. CLOETENS, G. LORMAND et R. FOUGÈRES : Characterization of internal damage in a mmcp using x-ray synchrotron phase contrast microtomography. *Acta Materialia*, 47(5):1613–1625, mars 1999.
- [106] Edward J. GARBOCZI : Finite element and finite difference programs for computing the linear electric and elastic properties of digital images of random materials. Rapport technique, National Institute of Standards and Technology, 1998.
- [107] Mesut KIRCA, Aysenur GÜL, Ekrem EKINCI, Ferhat YARDIM et Ata MUGAN : Computational modeling of micro-cellular carbon foams. *Finite Elements in Analysis and Design*, 44(1-2):45–52, décembre 2007.
- [108] P.A. CUNDALL et O.D.L. STRACK : A discrete numerical model for granular assemblies. *Géotechniques*, 29:47–65, 1979.
- [109] J.J. MOREAU : Some numerical methods in multibody dynamics : application to granular materials. *European Journal of Mechanics – A/Solids*, 13:93–114, 1994.
- [110] M. JEAN : The non-smooth contact dynamics method. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 177(3-4):235–257, juillet 1999.
- [111] Jean-Yves DELENNE, Moulay Saïd El YOUSOUFI, Fabien CHERBLANC et Jean-Claude BÉNET : Mechanical behaviour and failure of cohesive granular materials. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 28(15):1577–1594, 2004.
- [112] F. PARHAMI et R. M. MCMEEKING : A network model for initial stage sintering. *Mechanics of Materials*, 27(2):111–124, février 1998.
- [113] Christophe L. MARTIN : *Modélisation du comportement mécanique des alliages en cours de solidification et des matériaux particuliers*. Habilitation à Diriger des Recherches, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2005.
- [114] K.L. JOHNSON, K. KENDALL et A.D. ROBERTS : Surface energy and the contact of elastic solids. *Proceedings of the Royal Society of London*, A324:301–313, 1971.
- [115] Bertil STORÅKERS, Shiro BIWA et Per-Lennart LARSSON : Similarity analysis of inelastic contact. *International Journal of Solids and Structures*, 34(24):3061–3083, août 1997.
- [116] George JEFFERSON, George K. HARITOS et Robert M. MCMEEKING : The elastic response of a cohesive aggregate—a discrete element model with coupled particle interaction. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(12):2539–2575, décembre 2002.
- [117] K.L. JOHNSON : *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, 1987.
- [118] C. L. MARTIN, D. BOUVARD et S. SHIMA : Study of particle rearrangement during powder compaction by the discrete element method. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51(4):667–693, avril 2003.

- [119] S. TORQUATO, T. M. TRUSKETT et P. G. DEBENEDETTI : Is random close packing of spheres well defined? *Physical Review Letters*, 84(10):2064–2067, mars 2000.
- [120] A.E.H. LOVE : *A Treatise on the Mathematical Theory of Elasticity*. Cambridge University Press, 1906.
- [121] J. CHRISTOFFERSEN, M.M. MEHRABADI et S. NEMAT-NASSER : A micromechanical description of granular material behavior. *Journal of Applied Mechanics*, 48:339–344, 1981.
- [122] C. VANHILLE, A. LAVIE et C. CAMPOS-POZUELO : *Modélisation numérique en mécanique - Introduction et mise en pratique*. Hermès – Lavoisier, 2007.
- [123] M. BONNET et A. FRANGI : *Analyse des solides déformables par la méthode des éléments finis*. Les éditions de l'École Polytechnique, 2007.
- [124] Adnan IBRAHIMBEGOVIC : *Mécanique non linéaire des solides déformables : formulation théorique et résolution par éléments finis*. Hermes Science Publications, 2006.
- [125] *ZéBuLoN*, [www.nwnumerics.com](http://www.nwnumerics.com)
- [126] Jacques BESSON, Georges CAILLETAUD, Jean-Louis CHABOCHE et Samuel FOREST : *Mécanique non linéaire des matériaux*. Hermes Science Publications, 2001.
- [127] N. A. FLECK : On the cold compaction of powders. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 43(9):1409–1431, septembre 1995.
- [128] E. W. ANDREWS, G. GIOUX, P. ONCK et L. J. GIBSON : Size effects in ductile cellular solids. part ii : experimental results. *International Journal of Mechanical Sciences*, 43(3):701–713, décembre 2001.
- [129] Joachim L. GRENESTEDT : Effective elastic behavior of some models for perfect cellular solids. *International Journal of Solids and Structures*, 36(10):1471–1501, avril 1999.
- [130] Aleksandar DONEV, Ibrahim CISSE, David SACHS, Evan A. VARIANO, Frank H. STILLINGER, Robert CONNELLY, Salvatore TORQUATO et P. M. CHAIKIN : Improving the density of jammed disordered packings using ellipsoids. *Science*, 303(5660):990–993, 2004.

---

# Annexes

---





---

---

# *Annexe A : Analyses d'images 3D*

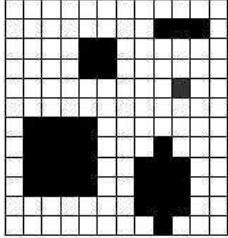
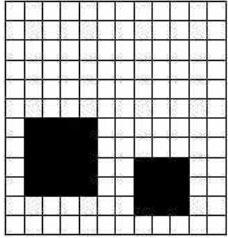
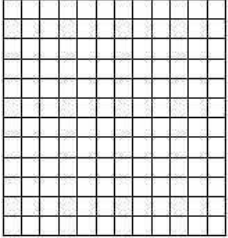

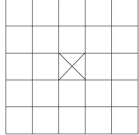
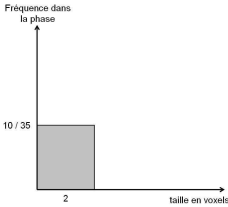
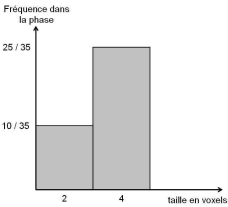
---

---

## **Compléments sur la granulométrie par ouverture**

La méthode de granulométrie par ouverture est illustrée sur la figure A.1 pour une image en 2D avec un élément structurant carré. L'analyse est effectuée sur la phase noire qui compte initialement 5 objets totalisant 35 pixels (figure A.1(a)). Après une ouverture de taille 1, par un élément structurant carré  $3 \times 3$ , il reste 2 objets comptant 25 pixels noirs (figure A.1(b)). Les 10 pixels qui ont été supprimés sont répertoriés comme appartenant à des objets de taille 2 voxels. La fraction d'objets de taille 2 dans la phase noire est donc égale à  $10/35$ . Une ouverture de taille 2, par un élément structurant carré  $5 \times 5$ , est ensuite effectuée sur les 25 pixels noirs restant. Après cette opération il ne reste plus de pixels noirs, ils ont tous été éliminés (figure A.1(c)). Les 25 pixels qui ont été supprimés correspondent à des objets de taille 4 voxels. La fraction d'objets de taille 4 dans la phase noire est donc égale à  $25/35$ . L'image ne contenant plus d'objets noirs, la granulométrie est terminée et les résultats sont exprimés par l'histogramme des tailles.

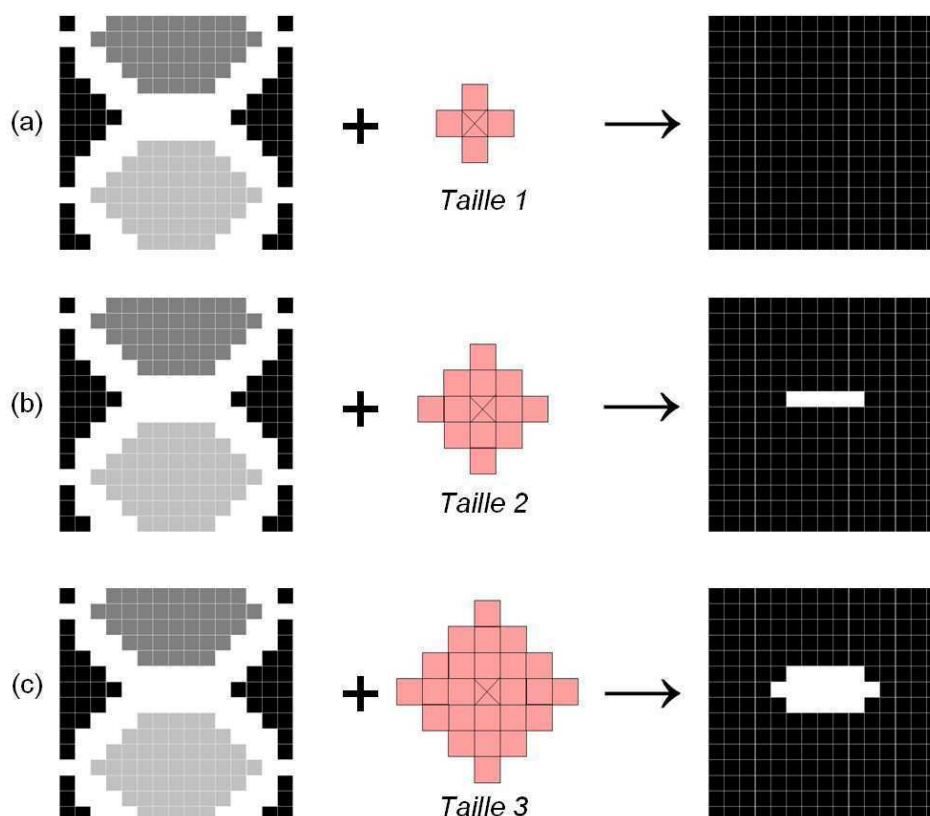
Remarquons qu'il faut faire attention à ce que l'on appelle la « taille de l'objet ». La granulométrie utilisant des érosions pour la déterminer, elle correspond à la plus petite dimension de l'objet. Ainsi la granulométrie donne pour des objets très allongés une taille égale à l'épaisseur de l'objet et non à sa longueur. Pour des objets sphériques elle donne une taille égale au diamètre.

|                     |   |  |  |
|---------------------|---|--|--|
| Image               |  |                         |                         |
| Ouverture           | 0   | 1  | 2  |
| Élément structurant |   | <br>carré $3 \times 3$ | <br>carré $5 \times 5$ |
| Nombre de voxels    | 35 noirs  | 25 noirs<br>10 supprimés   | 0 noir<br>25 supprimés   |
| Histogramme         |   |                       |                       |
|                     | (a)   | (b)  | (c)  |

**Fig. A.1 :** Illustration schématique du principe de la granulométrie par ouverture sur une image en deux dimensions.

## Compléments sur la séparation des contacts

Dans la méthode développée pour isoler les zones de contacts entre sphères à partir des images 3D issues de tomographie aux rayons X, le choix de la taille de l'élément structurant est primordial. Sur l'exemple schématique représenté sur la figure A.2 ci-dessous un élément de taille 1 ne donne aucun contact (figure A.2(a)) alors qu'un élément de taille 3 surestime la zone de contact (figure A.2(c)). Une taille 2 donne un résultat correct (figure A.2(b)).

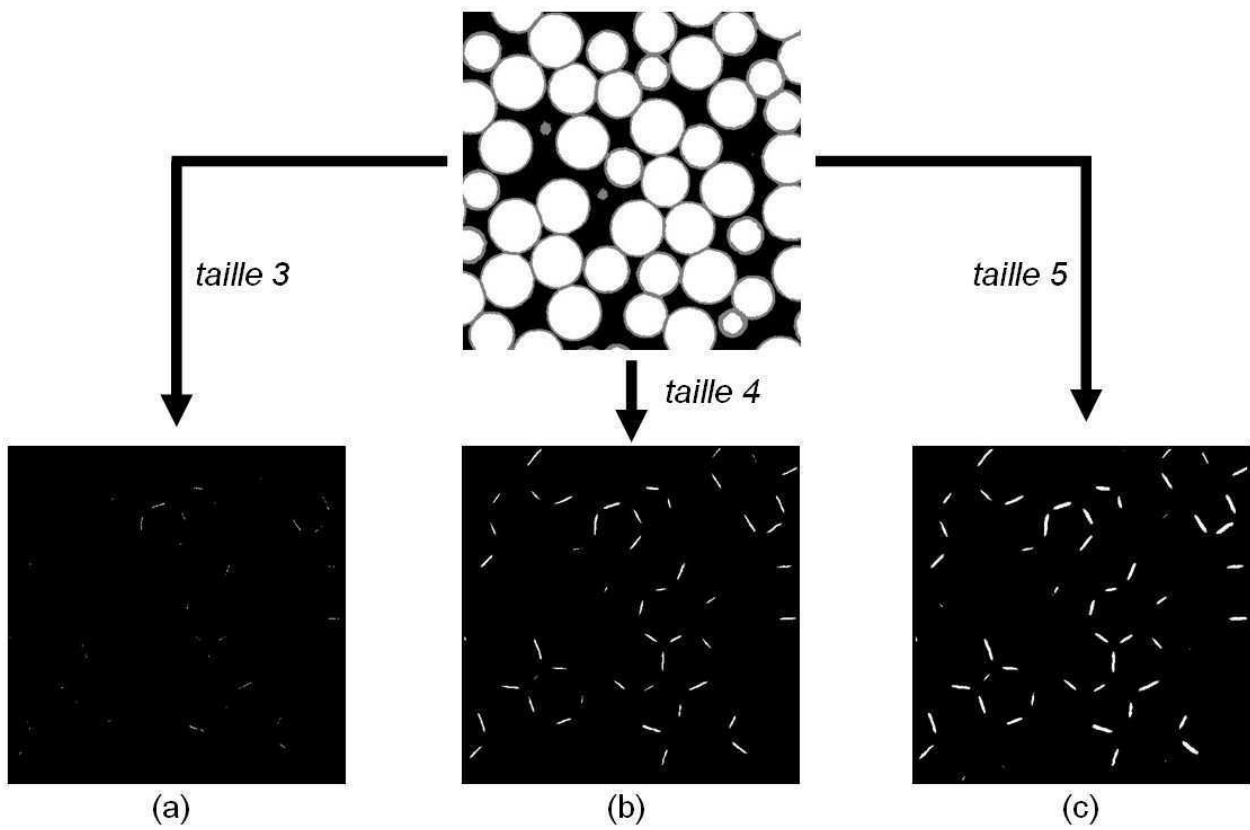


**Fig. A.2 :** Effet de la taille de l'élément structurant utilisé pour la détection des contacts (a) Élément de taille 1, aucun contact délécé. (b) Élément de taille 2, zone de contact correcte. (c) Élément de taille 3, zone de contact surestimée.

La figure A.3 montre les résultats obtenus sur les images de tomographie d'empilements de sphères creuses pour différentes tailles d'éléments structurants.

De manière générale la taille de l'élément structurant donnant les meilleurs résultats se déduit de l'analyse granulométrique des épaisseurs des sphères. En effet les contacts entre sphères correspondent approximativement à deux fois l'épaisseur des sphères. Ainsi en utilisant un élément structurant de taille égale à deux fois le pic sur l'histogramme de la granulométrie on obtient un résultat très satisfaisant, comme l'illustre la figure A.3(b).

La méthode est sensible à la taille de l'élément structurant. Pour une taille de  $\pm 1$  on obtient des résultats qui sous-estiment ou sur-estiment largement les zones de contacts comme l'illustrent les figures A.3(a) et (c).



**Fig. A.3 :** *Contacts entre sphères déterminés à partir des images tomographiques (a) Élément structurant de taille 3, zones de contacts sous-estimées. (b) Élément de taille 4, zones de contacts correctes. (c) Élément de taille 5, zones de contacts sur-estimées.*

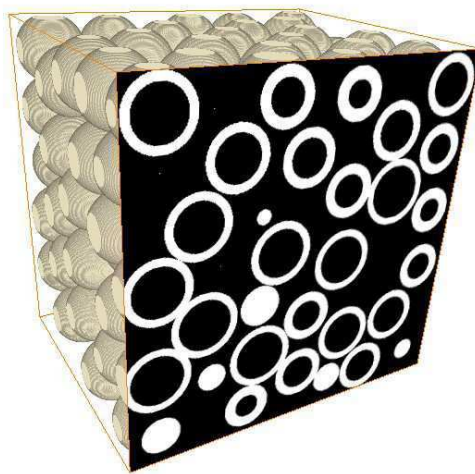
## Validation des méthodes et des outils

Afin de valider les méthodes développées et les résultats obtenus par analyse d'images la caractérisation structurale d'un échantillon numérique modèle de sphères creuses est réalisée. Cet empilement est généré par une simulation discrète avec **dp3D**. Il contient 200 sphères de rayon 2 mm pour 669 contacts. La densité de l'empilement vaut 0.70 et la distribution de taille des contacts ainsi que le nombre de coordination sont calculés par la simulation. L'épaisseur relative des sphères est fixée à  $t/R = 0.2$ . Tous ces paramètres structuraux sont récapitulés dans le tableau A.1.

| Densité de l'empilement | Rayon des sphères | Épaisseur des sphères | Rayon moyen des contacts | Nombre de coordination moyen |
|-------------------------|-------------------|-----------------------|--------------------------|------------------------------|
| 0.70                    | 2 mm              | 0.4 mm                | 0.540 mm                 | 7.42                         |

**Tab. A.1 :** Paramètres structuraux de l'empilement modèle donnés par la DEM.

L'empilement est « voxelisé » pour obtenir une image 3D de l'échantillon numérique représenté sur la figure A.4. On peut ainsi appliquer les outils d'analyse structurale utilisés et développés pendant la thèse.



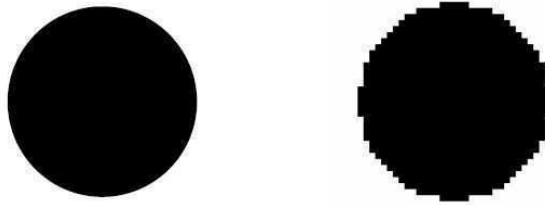
**Fig. A.4 :** Échantillon numérique modèle « voxelisé » utilisé pour valider les méthodes d'analyses d'images.

Les résultats obtenus par l'analyse d'images 3D sur cet empilement modèle sont comparés aux grandeurs calculées par la simulation. Sont concernés la densité de l'empilement, l'épaisseur et le rayon des sphères, la taille des contacts et le nombre de coordination des sphères.

### Densité de l'empilement

Il s'agit de la densité de l'échantillon avec des sphères pleines. Pour la calculer une étape préalable de « remplissage » des cellules a été effectuée. L'analyse d'images donne alors la valeur de 0.702, comparée à la densité exacte de l'empilement modèle égale à 0.7.

Cette très faible différence de 2% provient de la voxélisation des sphères qui engendre un phénomène de « marches d'escalier », illustré sur la figure A.5, responsable d'une imprécision sur la forme des sphères et sur la quantité de matière qu'elles contiennent.

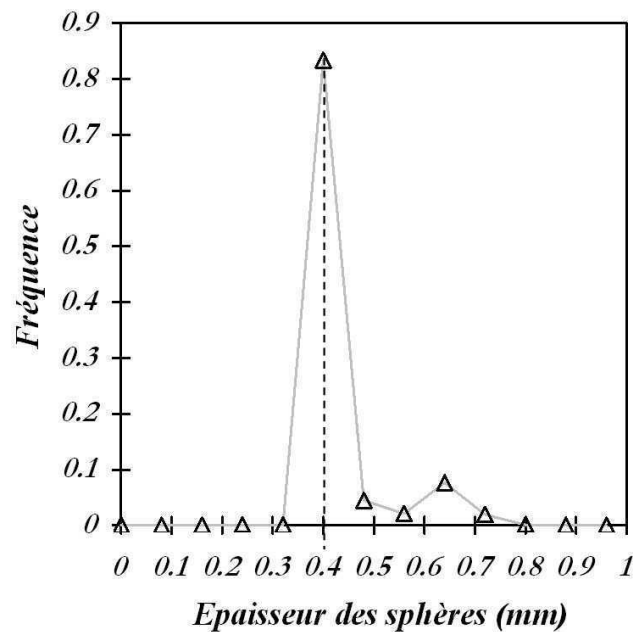


**Fig. A.5 :** Phénomène de « marches d'escalier » lié à la voxélisation des empilements et induisant une imprécision sur la forme des sphères.

## Taille des sphères

### Épaisseur

Une granulométrie 3D effectuée sur les parois fournit la distribution d'épaisseur des sphères dans l'empilement. Le résultat obtenu est représenté sur la figure A.6.

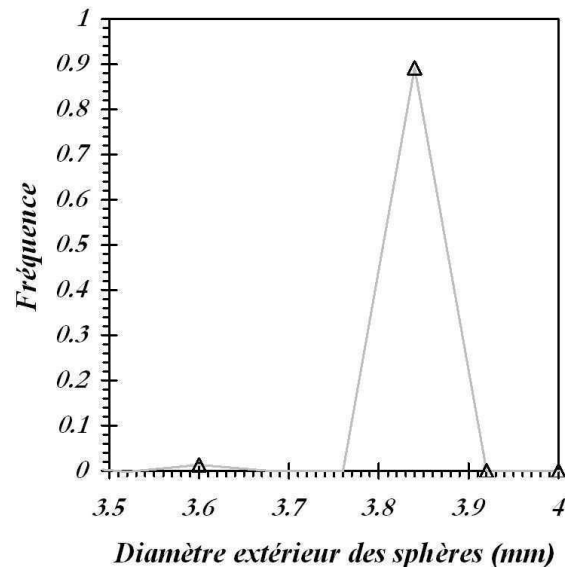


**Fig. A.6 :** Distribution d'épaisseur de l'empilement modèle « voxélisé » obtenue par analyse d'images.

Comme indiqué au chapitre VI le premier pic correspond à l'épaisseur des sphères et le deuxième à l'épaisseur des contacts. On constate donc que l'analyse d'images donne une épaisseur égale à 0.4 mm soit exactement la valeur de l'épaisseur de l'empilement modèle.

### Diamètre

Une granulométrie 3D effectuée sur les cellules fournit la distribution de diamètre extérieur des sphères dans l'empilement. Le résultat obtenu est représenté sur la figure A.7.



**Fig. A.7 :** Distribution de diamètre extérieur des sphères de l'empilement modèle « voxélisé » obtenue par analyse d'image.

On constate que l'analyse d'images donne une distribution monomodale de diamètre extérieur égal à 3.84 mm soit un rayon des sphères égal à 1.92 mm. Cette valeur diffère légèrement du rayon exact de 2.0 mm des sphères de l'empilement modèle. Cette faible erreur de 4% est due, comme pour la densité relative, à la voxélisation en « marches d'escalier » responsable d'une imprécision sur le rayon des sphères.

### Contacts entre sphères

La méthode de détection des contacts sur l'image a été effectuée avec un élément structurant de taille égale à deux fois l'épaisseur des sphères. Le résultat obtenu donne 691 contacts dans l'empilement. La différence avec le nombre réel de 669 contacts provient de l'imprécision résultant de la voxélisation de l'échantillon. En effet deux sphères très proche numériquement mais sans contact, de distance centre à centre égale à  $(2R + \varepsilon)$ , peuvent montrer une petite zone de contact sur l'image voxélisée. Cette erreur est éliminée en choisissant de ne pas tenir compte des contacts de taille inférieure ou égale à 2 voxels. Dans ce cas l'analyse d'images donne le bon nombre de 669 contacts dans l'empilement. La distribution de taille de ces contacts calculée par DEM et déterminée par analyse d'images est représentée sur la figure A.8.

On constate alors que l'analyse d'images a tendance à légèrement surestimer la taille des contacts. Si l'on considère la taille de contact relative moyenne dans tout l'empilement l'analyse d'images donne une valeur de 0.286 alors que le résultat obtenu par la simulation est de 0.270, soit une erreur relative d'environ 6%. Cet écart reste faible et acceptable pour l'étude d'empilements réels.

Quant au nombre de coordination moyen de l'empilement l'analyse d'images fournit le bon nombre total de contacts et donne donc la même valeur de  $Z_m$  que les simulations, à savoir  $Z_m = 7.42$ .



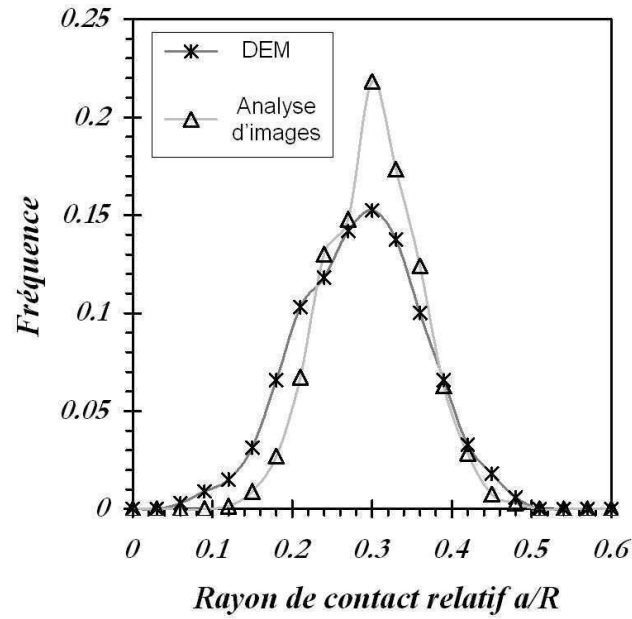


Fig. A.8 : Distribution de rayon relatif des contacts dans l'empilement modèle « voxélisé » obtenue par analyse d'images.

## Conclusion

Cette étude sur un empilement de sphères creuses numérique modèle montre que les méthodes d'analyse d'images développées et utilisées pendant la thèse fournissent des résultats sur les paramètres structuraux en très bon accord avec les données de la simulation. Les analyses par granulométrie permettent de déterminer la distribution d'épaisseur et de rayon des sphères et la méthode de caractérisation des contacts fournit la distribution de taille des contacts ainsi que la coordination des sphères dans l'empilement.

*Ces méthodes et outils d'analyse d'images sont validés pour la caractérisation structurale d'empilements réels à partir d'images obtenues par tomographie aux rayons X.*

---

---

# *Annexe B : Synthèse des données numériques*

---

---

## **Lois de contact**

Cette partie synthétise les valeurs numériques des deux droites  $K_1$  et  $K_2$  définissant les lois de contact entre sphères creuses obtenues par simulations éléments finis.

Les tableaux comportent en colonne les tailles relatives de contact et en ligne les épaisseurs relatives.

Les valeurs de  $K_1$  et  $K_2$  sont homogènes à des  $N/mm^2$ , c'est à dire à des  $MPa$ , pour les efforts normaux et tangentiels et à des  $N/mm^2/rad$ , c'est à dire à des  $MPa/rad$  pour les moments.

**Effort normal : compression**

| $K_1$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 404    | 777    | 1268   | 1870   | 3434   |
| 0.04  | 628    | 1145   | 1827   | 2653   | 4802   |
| 0.05  | 889    | 1560   | 2432   | 3497   | 6244   |
| 0.06  | 1181   | 2009   | 3080   | 4382   | 7754   |
| 0.07  | 1510   | 2490   | 3771   | 5320   | 9329   |
| 0.1   | 2702   | 4128   | 6044   | 8361   | 14370  |

**Tab. B.1 :** Valeurs de  $K_1$  en compression.

| $K_2$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 9.0    | 0      | 0      | 0      | 0      |
| 0.04  | 21.4   | 0.6    | 0      | 0      | 0      |
| 0.05  | 43.5   | 9.1    | 0      | 0      | 0      |
| 0.06  | 56.7   | 25.4   | 1.1    | 0      | 0      |
| 0.07  | 84.4   | 40.5   | 12.3   | 0      | 0      |
| 0.1   | 151.4  | 106.7  | 60.9   | 40.1   | 5.0    |

**Tab. B.2 :** Valeurs de  $K_2$  en compression.

Coefficients de la fonction d'approximation de  $K_1$  en compression :

| $t/R$ | $\alpha$ | $\beta$ | $\gamma$ |
|-------|----------|---------|----------|
| 0.03  | 9605     | 1685    | 185      |
| 0.04  | 13108    | 2390    | 323      |
| 0.05  | 16605    | 3182    | 493      |
| 0.06  | 20517    | 3823    | 704      |
| 0.07  | 24375    | 4573    | 939      |
| 0.1   | 36134    | 7062    | 1783     |

**Tab. B.3 :** Valeurs numériques des coefficients de la loi polynomiale d'approximation de  $K_1$  en compression pour les différentes épaisseurs relatives.

Coefficients de la fonction d'approximation de  $K_2$  en compression :

| $t/R$ | $\alpha$ | $\beta$ | $\gamma$ | $\lambda$ | $\kappa$ | $(a/R)_{limite}$ |
|-------|----------|---------|----------|-----------|----------|------------------|
| 0.03  | -215364  | 88029   | -10499   | 96        | 38       | 0.1218           |
| 0.04  | 0        | 16716   | -3992    | -114      | 53       | 0.1736           |
| 0.05  | 0        | 16905   | -5491    | 140       | 61       | 0.2080           |
| 0.06  | 0        | 4550    | -1500    | -245      | 87       | 0.2588           |
| 0.07  | 0        | 9523    | -4086    | 83        | 99       | 0.2800           |
| 0.1   | 0        | 2367    | -1508    | -172      | 173      | 0.5000           |

**Tab. B.4 :** Valeurs numériques des coefficients de la loi polynomiale d'approximation de  $K_2$  en compression pour les différentes épaisseurs relatives.

**Effort normal : traction**

| $K_1$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 404    | 777    | 1268   | 1870   | 3434   |
| 0.04  | 628    | 1145   | 1827   | 2653   | 4802   |
| 0.05  | 889    | 1560   | 2432   | 3497   | 6244   |
| 0.06  | 1181   | 2009   | 3080   | 4382   | 7754   |
| 0.07  | 1510   | 2490   | 3771   | 5320   | 9329   |
| 0.1   | 2702   | 4128   | 6044   | 8361   | 14370  |

**Tab. B.5 :** Valeurs de  $K_1$  en traction.

| $K_2$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 33.9   | 54.5   | 71.8   | 85.3   | 98.0   |
| 0.04  | 41.4   | 72.6   | 104.7  | 133.9  | 172.0  |
| 0.05  | 51.2   | 83.7   | 108.3  | 136.7  | 154.7  |
| 0.06  | 56.7   | 94.3   | 127.5  | 154.9  | 169.0  |
| 0.07  | 63.2   | 105.8  | 146.3  | 178.3  | 202.3  |
| 0.1   | 71.5   | 140.4  | 192.7  | 242.7  | 264.4  |

**Tab. B.6 :** Valeurs de  $K_2$  en traction.

Coefficients de la fonction d'approximation de  $K_1$  en traction :

| $t/R$ | $\alpha$ | $\beta$ | $\gamma$ |
|-------|----------|---------|----------|
| 0.03  | 9605     | 1685    | 185      |
| 0.04  | 13108    | 2390    | 323      |
| 0.05  | 16605    | 3182    | 493      |
| 0.06  | 20517    | 3823    | 704      |
| 0.07  | 24375    | 4573    | 939      |
| 0.1   | 36134    | 7062    | 1783     |

**Tab. B.7 :** Valeurs numériques des coefficients de la loi polynomiale d'approximation de  $K_1$  en traction pour les différentes épaisseurs relatives.

Coefficients de la fonction d'approximation de  $K_2$  en traction :

| $t/R$ | $\alpha$ | $\beta$ |
|-------|----------|---------|
| 0.03  | -385     | 386     |
| 0.04  | -269     | 479     |
| 0.05  | -536     | 577     |
| 0.06  | -680     | 678     |
| 0.07  | -707     | 758     |
| 0.1   | -915     | 993     |

**Tab. B.8 :** Valeurs numériques des coefficients de la loi polynomiale d'approximation de  $K_2$  en traction pour les différentes épaisseurs relatives.

**Effort tangentiel : cisaillement**

| $K_1$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 1756   | 2018   | 2222   | 2432   | 2907   |
| 0.04  | 2372   | 2768   | 3050   | 3343   | 4006   |
| 0.05  | 2993   | 3550   | 3924   | 4295   | 5154   |
| 0.06  | 3560   | 4309   | 4782   | 5251   | 6310   |
| 0.07  | 4160   | 5089   | 5683   | 6249   | 7515   |
| 0.1   | 5790   | 7407   | 8403   | 9267   | 11240  |

**Tab. B.9 :** Valeurs de  $K_1$  en cisaillement.

| $K_2$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 43.7   | 53.6   | 59.8   | 62.3   | 63.1   |
| 0.04  | 62.3   | 76.3   | 81.8   | 83.6   | 84.0   |
| 0.05  | 76.1   | 98.5   | 103.4  | 103.6  | 103.8  |
| 0.06  | 96.7   | 119.2  | 122.3  | 122.5  | 122.7  |
| 0.07  | 112.7  | 136.9  | 143.0  | 143.2  | 143.3  |
| 0.1   | 146.7  | 209.4  | 210.1  | 210.3  | 210.4  |

**Tab. B.10 :** Valeurs de  $K_2$  en cisaillement.

Coefficients de la fonction d'approximation de  $K_1$  en cisaillement :

| $t/R$ | $\alpha$ | $\beta$ | $\gamma$ |
|-------|----------|---------|----------|
| 0.03  | 1536     | 5.23    | 2702     |
| 0.04  | 2087     | 4.22    | 3787     |
| 0.05  | 2633     | 4.58    | 5002     |
| 0.06  | 3177     | 3.35    | 6222     |
| 0.07  | 3717     | 3.22    | 7562     |
| 0.1   | 5267     | 2.56    | 11922    |

**Tab. B.11 :** Valeurs numériques des coefficients de la loi d'approximation de  $K_1$  en cisaillement pour les différentes épaisseurs relatives.

Coefficients de la fonction d'approximation de  $K_2$  en cisaillement :

| $t/R$ | $\alpha$ | $\beta$ | $\gamma$ | $(a/R)_{limite}$ | $K$ |
|-------|----------|---------|----------|------------------|-----|
| 0.03  | 7496     | -4120   | 795      | 0.2590           | 60  |
| 0.04  | 31466    | -11515  | 1491     | 0.1737           | 80  |
| 0.05  | 12329    | -7134   | 1421     | 0.2500           | 104 |
| 0.06  | 10972    | -7467   | 1668     | 0.2588           | 122 |
| 0.07  | 20419    | -11596  | 2186     | 0.2588           | 143 |
| 0.1   | -10983   | -3007   | 2061     | 0.1737           | 210 |

**Tab. B.12 :** Valeurs numériques des coefficients de la loi d'approximation de  $K_2$  en cisaillement pour les différentes épaisseurs relatives.

**Moment normal : torsion**

| $K_1$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 82     | 368    | 821    | 1412   | 2944   |
| 0.04  | 98     | 461    | 1049   | 1827   | 3845   |
| 0.05  | 112    | 556    | 1279   | 2231   | 4722   |
| 0.06  | 119    | 632    | 1471   | 2607   | 5558   |
| 0.07  | 128    | 685    | 1643   | 2946   | 6337   |
| 0.1   | 146    | 839    | 2107   | 3833   | 8516   |

**Tab. B.13** : Valeurs de  $K_1$  en torsion.

| $K_2$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 1.1    | 5.0    | 11.4   | 20.0   | 41.6   |
| 0.04  | 1.3    | 6.2    | 14.5   | 25.9   | 54.4   |
| 0.05  | 1.4    | 7.5    | 17.8   | 31.7   | 66.9   |
| 0.06  | 1.5    | 8.5    | 20.3   | 37.0   | 78.9   |
| 0.07  | 1.6    | 8.9    | 22.5   | 41.6   | 90.0   |
| 0.1   | 1.7    | 11.4   | 28.6   | 53.6   | 121.9  |

**Tab. B.14** : Valeurs de  $K_2$  en torsion.

Coefficients de la fonction d'approximation de  $K_1$  et  $K_2$  en torsion :

| Coefficients de $K_1$ en torsion |          |         |
|----------------------------------|----------|---------|
| $t/R$                            | $\alpha$ | $\beta$ |
| 0.03                             | -1670    | 12617   |
| 0.04                             | -811     | 15797   |
| 0.05                             | -172     | 18997   |
| 0.06                             | 1532     | 21500   |
| 0.07                             | 3833     | 23482   |
| 0.1                              | 12138    | 28066   |

**Tab. B.15** : Valeurs numériques des coefficients de la loi d'approximation de  $K_1$  en torsion pour les différentes épaisseurs relatives.

| Coefficients de $K_2$ en torsion |          |         |
|----------------------------------|----------|---------|
| $t/R$                            | $\alpha$ | $\beta$ |
| 0.03                             | -16.5    | 175     |
| 0.04                             | 1.4      | 217     |
| 0.05                             | 12.6     | 262     |
| 0.06                             | 45.3     | 293     |
| 0.07                             | 93.4     | 314     |
| 0.1                              | 252.8    | 362     |

**Tab. B.16** : Valeurs numériques des coefficients de la loi d'approximation de  $K_2$  en torsion pour les différentes épaisseurs relatives.

**Moment tangentiel : flexion**

| $K_1$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 5      | 20     | 56     | 124    | 440    |
| 0.04  | 10     | 34     | 87     | 190    | 648    |
| 0.05  | 16     | 52     | 130    | 272    | 897    |
| 0.06  | 23     | 73     | 175    | 362    | 1167   |
| 0.07  | 31     | 96     | 223    | 461    | 1438   |
| 0.1   | 57     | 190    | 418    | 799    | 2438   |

**Tab. B.17** : Valeurs de  $K_1$  en flexion.

| $K_2$ | 0.0871 | 0.1736 | 0.2588 | 0.3420 | 0.5000 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.03  | 0.7    | 1.8    | 3.6    | 6.5    | 16.3   |
| 0.04  | 1.0    | 2.6    | 5.0    | 8.8    | 21.6   |
| 0.05  | 1.4    | 3.3    | 6.3    | 10.9   | 26.3   |
| 0.06  | 1.7    | 4.2    | 7.9    | 13.6   | 32.1   |
| 0.07  | 2.1    | 5.2    | 9.5    | 16.5   | 37.8   |
| 0.1   | 3.4    | 8.9    | 15.6   | 26.2   | 58.8   |

**Tab. B.18** : Valeurs de  $K_2$  en flexion.

Coefficients de la fonction d'approximation de  $K_1$  et  $K_2$  en flexion :

| Coefficients de $K_1$ en flexion |          |         |          |
|----------------------------------|----------|---------|----------|
| $t/R$                            | $\alpha$ | $\beta$ | $\gamma$ |
| 0.03                             | 5099     | -1077   | 142      |
| 0.04                             | 7237     | -1468   | 220      |
| 0.05                             | 9584     | -1838   | 316      |
| 0.06                             | 12101    | -2222   | 419      |
| 0.07                             | 14250    | -2410   | 517      |
| 0.1                              | 23347    | -3939   | 1003     |

**Tab. B.19** : Valeurs numériques des coefficients de la loi d'approximation de  $K_1$  en flexion pour les différentes épaisseurs relatives.

| Coefficients de $K_2$ en flexion |          |         |          |
|----------------------------------|----------|---------|----------|
| $t/R$                            | $\alpha$ | $\beta$ | $\gamma$ |
| 0.03                             | 108      | -4.5    | 7.8      |
| 0.04                             | 137      | -5.5    | 11.6     |
| 0.05                             | 160      | -4.6    | 14.8     |
| 0.06                             | 185      | -2.1    | 18.8     |
| 0.07                             | 204      | 4.2     | 22.6     |
| 0.1                              | 282      | 21.0    | 36.5     |

**Tab. B.20** : Valeurs numériques des coefficients de la loi d'approximation de  $K_2$  en flexion pour les différentes épaisseurs relatives.

## Propriétés effectives des empilements

Cette section synthétise les valeurs numériques de la densité relative et des propriétés effectives, module d'élasticité et limite d'élasticité, calculées par simulations discrètes. Les évolutions des coefficients  $C$ ,  $K$  et exposants  $n$ ,  $m$  des lois d'échelles sont également tracées.

Les colonnes contiennent les épaisseurs relatives utilisées et les lignes les tailles de contact relatives équivalentes.

### Densité relative

Le tableau ci-dessous contient la densité relative calculée des empilements en fonction des paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ).

| $\rho^*/\rho_s$ | 0.03  | 0.04  | 0.05  | 0.06  | 0.07  | 0.1   |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0.189           | 0.057 | 0.075 | 0.092 | 0.110 | 0.127 | 0.176 |
| 0.203           | 0.058 | 0.076 | 0.094 | 0.112 | 0.129 | 0.179 |
| 0.216           | 0.058 | 0.077 | 0.095 | 0.113 | 0.131 | 0.181 |
| 0.227           | 0.059 | 0.078 | 0.097 | 0.115 | 0.133 | 0.184 |
| 0.237           | 0.060 | 0.079 | 0.098 | 0.117 | 0.135 | 0.187 |
| 0.247           | 0.061 | 0.081 | 0.100 | 0.118 | 0.137 | 0.190 |
| 0.257           | 0.062 | 0.082 | 0.101 | 0.120 | 0.140 | 0.192 |
| 0.266           | 0.063 | 0.083 | 0.103 | 0.122 | 0.141 | 0.195 |
| 0.274           | 0.064 | 0.084 | 0.104 | 0.124 | 0.143 | 0.198 |
| 0.283           | 0.065 | 0.085 | 0.105 | 0.125 | 0.145 | 0.200 |
| 0.291           | 0.065 | 0.086 | 0.107 | 0.127 | 0.147 | 0.203 |
| 0.299           | 0.066 | 0.088 | 0.108 | 0.129 | 0.149 | 0.206 |
| 0.307           | 0.067 | 0.089 | 0.110 | 0.130 | 0.151 | 0.209 |
| 0.314           | 0.068 | 0.090 | 0.111 | 0.132 | 0.153 | 0.211 |
| 0.322           | 0.069 | 0.091 | 0.113 | 0.134 | 0.155 | 0.214 |
| 0.329           | 0.070 | 0.092 | 0.114 | 0.136 | 0.157 | 0.217 |
| 0.337           | 0.071 | 0.093 | 0.116 | 0.137 | 0.158 | 0.219 |
| 0.344           | 0.072 | 0.095 | 0.117 | 0.139 | 0.160 | 0.222 |
| 0.350           | 0.072 | 0.096 | 0.118 | 0.141 | 0.162 | 0.225 |
| 0.357           | 0.073 | 0.097 | 0.120 | 0.142 | 0.164 | 0.227 |
| 0.363           | 0.074 | 0.098 | 0.121 | 0.144 | 0.166 | 0.230 |

**Tab. B.21** : Valeurs de la densité relative des empilements en fonction des paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ).



## Module d'élasticité

| Module d'élasticité $E$ |        |        |        |        |        |        |
|-------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                         | 0.03   | 0.04   | 0.05   | 0.06   | 0.07   | 0.1    |
| 0.189                   | 298.5  | 435.1  | 586.5  | 746.2  | 919.1  | 1493.7 |
| 0.203                   | 334.7  | 485.5  | 652.5  | 828.0  | 1017.6 | 1646.4 |
| 0.216                   | 369.8  | 534.9  | 717.0  | 908.2  | 1114.5 | 1795.9 |
| 0.227                   | 403.4  | 582.3  | 778.6  | 985.0  | 1206.7 | 1940.5 |
| 0.237                   | 439.9  | 633.2  | 845.1  | 1067.9 | 1306.7 | 2095.6 |
| 0.247                   | 477.9  | 686.8  | 915.6  | 1155.6 | 1412.7 | 2259.7 |
| 0.257                   | 517.3  | 742.2  | 987.7  | 1245.1 | 1521.2 | 2428.4 |
| 0.266                   | 559.5  | 801.7  | 1065.2 | 1342.4 | 1638.0 | 2609.6 |
| 0.274                   | 596.2  | 852.7  | 1132.5 | 1424.5 | 1737.6 | 2763.9 |
| 0.283                   | 636.0  | 908.6  | 1204.4 | 1514.5 | 1845.8 | 2930.8 |
| 0.291                   | 675.9  | 964.5  | 1277.3 | 1604.8 | 1954.6 | 3097.0 |
| 0.299                   | 718.3  | 1023.7 | 1355.0 | 1700.9 | 2069.7 | 3275.6 |
| 0.307                   | 764.5  | 1088.5 | 1439.5 | 1806.4 | 2197.3 | 3472.6 |
| 0.314                   | 809.3  | 1151.7 | 1521.2 | 1907.3 | 2319.0 | 3660.4 |
| 0.322                   | 855.7  | 1215.5 | 1604.2 | 2011.9 | 2442.7 | 3851.1 |
| 0.329                   | 900.0  | 1277.2 | 1684.8 | 2110.2 | 2562.4 | 4034.1 |
| 0.337                   | 945.9  | 1341.2 | 1767.8 | 2213.1 | 2686.2 | 4223.0 |
| 0.344                   | 991.5  | 1405.2 | 1850.9 | 2315.5 | 2808.7 | 4411.5 |
| 0.350                   | 1040.3 | 1471.9 | 1938.1 | 2424.4 | 2939.5 | 4614.7 |
| 0.357                   | 1089.9 | 1541.4 | 2028.2 | 2535.8 | 3072.7 | 4819.2 |
| 0.363                   | 1139.3 | 1612.6 | 2118.9 | 2650.0 | 3210.3 | 5028.7 |

Tab. B.22 : Valeurs du module d'élasticité des empilements (en MPa) en fonction des paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ).

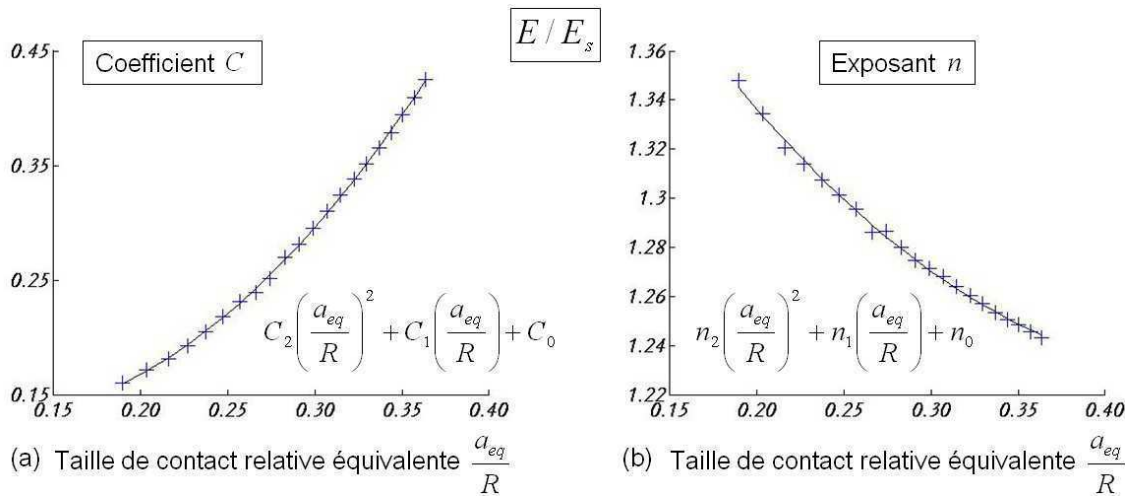


Fig. B.1 : Évolution des paramètres de la loi puissance avec la taille de contact relative équivalente pour le module d'élasticité relatif. (a) Coefficient  $C$ . (b) Exposant  $n$ .

## Limite d'élasticité

| Limite d'élasticité $\sigma_{0.2}$ |      |      |      |      |       |       |
|------------------------------------|------|------|------|------|-------|-------|
|                                    | 0.03 | 0.04 | 0.05 | 0.06 | 0.07  | 0.1   |
| 0.189                              | 0.72 | 1.10 | 1.52 | 1.99 | 2.47  | 4.06  |
| 0.203                              | 0.82 | 1.25 | 1.74 | 2.28 | 2.82  | 4.59  |
| 0.216                              | 0.93 | 1.41 | 1.96 | 2.56 | 3.17  | 5.12  |
| 0.227                              | 1.03 | 1.56 | 2.16 | 2.82 | 3.52  | 5.66  |
| 0.237                              | 1.14 | 1.72 | 2.39 | 3.12 | 3.87  | 6.21  |
| 0.247                              | 1.26 | 1.89 | 2.62 | 3.42 | 4.26  | 6.82  |
| 0.257                              | 1.37 | 2.06 | 2.86 | 3.72 | 4.65  | 7.42  |
| 0.266                              | 1.50 | 2.26 | 3.12 | 4.07 | 5.06  | 8.07  |
| 0.274                              | 1.62 | 2.42 | 3.35 | 4.37 | 5.45  | 8.69  |
| 0.283                              | 1.74 | 2.60 | 3.60 | 4.68 | 5.85  | 9.31  |
| 0.291                              | 1.87 | 2.79 | 3.86 | 5.02 | 6.25  | 9.99  |
| 0.299                              | 1.99 | 2.98 | 4.11 | 5.35 | 6.69  | 10.65 |
| 0.307                              | 2.13 | 3.19 | 4.40 | 5.72 | 7.15  | 11.38 |
| 0.314                              | 2.27 | 3.38 | 4.66 | 6.06 | 7.58  | 12.07 |
| 0.322                              | 2.42 | 3.59 | 4.95 | 6.43 | 8.04  | 12.85 |
| 0.329                              | 2.56 | 3.80 | 5.23 | 6.81 | 8.52  | 13.56 |
| 0.337                              | 2.70 | 4.01 | 5.53 | 7.18 | 8.97  | 14.29 |
| 0.344                              | 2.85 | 4.23 | 5.81 | 7.55 | 9.43  | 15.09 |
| 0.350                              | 3.00 | 4.45 | 6.11 | 7.92 | 9.89  | 15.85 |
| 0.357                              | 3.15 | 4.68 | 6.41 | 8.30 | 10.37 | 16.62 |
| 0.363                              | 3.30 | 4.87 | 6.71 | 8.68 | 10.84 | 17.40 |

Tab. B.23 : Valeurs de la limite d'élasticité des empilements (en MPa) en fonction des paramètres structuraux ( $t/R$ ,  $a_{eq}/R$ ).

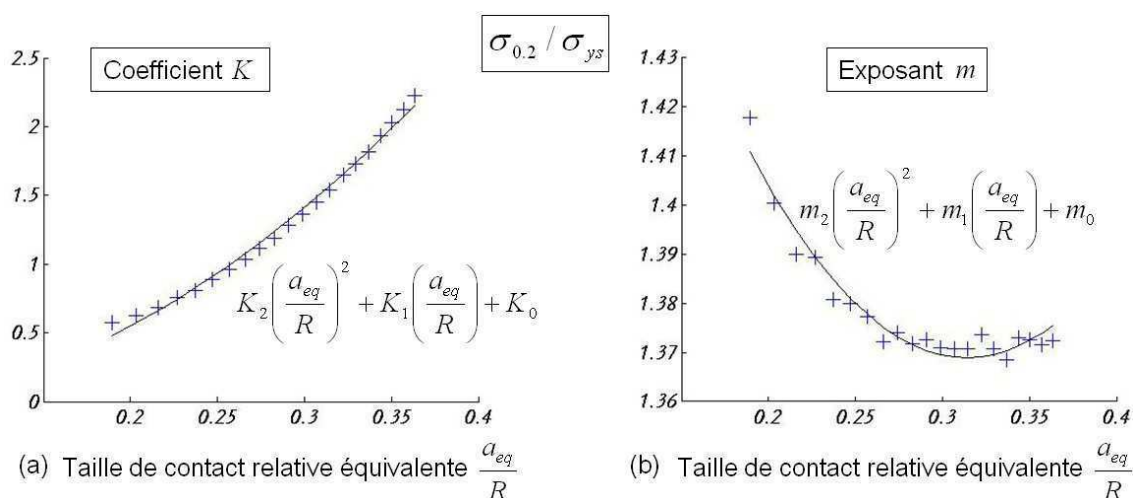


Fig. B.2 : Évolution des paramètres de la loi puissance avec la taille de contact relative équivalente pour la limite d'élasticité relative. (a) Coefficient  $K$ . (b) Exposant  $m$ .

