

THESE

# Comportement vibroacoustique des structures élaborées à partir de poudrettes de pneus recyclés

Présentée par  
**Ameur CHETTAH**

Pour obtenir le grade de  
DOCTEUR de l'École Centrale de Lyon / Université de Reims

Spécialité  
Mécanique – Acoustique

Soutenue le 28 Novembre 2008

devant le jury composé de :

---

D. BREMOND	Ingénieur Technique (ADEME Angers)	Examineur
M. COLLET	Chargé de recherches (CNRS)	Rapporteur
M. F. LACRAMPE	Professeur (ENSM Douai)	Rapporteur
B. VERGNES	Maître de Recherches (ENSM Paris)	Examineur
M. ICHCHOU	Professeur (Ecole Centrale de Lyon)	Directeur
J. P. ONTENIENTE	Maître de Conférences (IFTS)	Examineur
L. TIGHZERT	Professeur (Université de Reims)	Co-directrice



## Remerciements

Cette thèse a été menée au Laboratoire d'Etudes des Matériaux Polymères d'Emballage de l'Ecole Supérieure d'Ingénieurs en Emballage et Conditionnement de Reims et au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes de l'Ecole Centrale de Lyon. Sa réalisation a été rendue possible grâce à l'appui de plusieurs personnes et organismes, que je tiens à remercier chaleureusement.

Je remercie d'abord l'ADEME, Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie, et le conseil régional Champagne-Ardenne pour leur contribution financière, le LTDS-ECL et l'IFTS-Charleville-Mézières pour l'utilisation des installations et leurs contributions matérielles.

Je remercie vivement Monsieur M. Ichchou pour avoir assuré la direction de ces recherches avec le plus grand intérêt et un soutien constamment exprimé tout au long de ces années. Je lui sais gré de ses expériences en vibroacoustique et de précieux conseils prodigués quand à l'interprétation des résultats.

Je remercie très chaleureusement Monsieur J. P. Onteniente d'avoir pu suivre l'évolution de ce projet, pour ses conseils avisés et à la participation à ce travail de thèse ; notamment au niveau de l'élaboration des produits à base de pneus recyclés par extrusion et injection.

Je tiens à remercier O. Bareille du Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes de l'Ecole Centrale de Lyon qui a largement contribué à la qualité des résultats de l'amortissement par matériaux granulaires et pour sa grande disponibilité devant les nombreuses questions que j'ai pu me poser. Enfin, merci à M. Salvia pour son aide concernant l'analyse dynamique des matériaux polymères.

Je remercie également B. Jean-Pierre de l'Ecole Centrale de Lyon et S. Buet de l'Institut de Formation Technique Supérieur de Charleville-Mézières pour avoir assuré la possibilité de toujours travailler dans les meilleures conditions.

Je salue ici toutes les personnes qui, d'une façon et d'une autre, ont contribué à ce travail ou participées à la bonne ambiance dans laquelle il s'est déroulé.

Monsieur D. Bremond, ingénieur à l'ADEME, Monsieur M. Collet, chargé de recherches au CNRS, Madame M. F. Lacrampe, professeur de l'ENSM de Douai, Monsieur B. Vergnes, maître de recherches à l'ENSM Paris, Monsieur M. Ichchou, professeur de l'Ecole Centrale de Lyon, Monsieur J. P. Onteniente, maître de conférences à l'IFTS de Charleville-Mézières et Madame L. Tighzert, professeur de l'Université de Reims, me font l'honneur de participer à mon jury de thèse. Je les prie de croire à ma respectueuse reconnaissance.

## Publication des travaux :

- **A. Chettah**, S. Chedly, M. Ichchou, O. Bareille and JP. Onteniente: "Experimental and Numerical Investigation of Flexural Vibration Damping by Recycled Rubber Granulates". Journal of Vehicle Noise and Vibration, vol. 4 – 2008 (accepté).
- **A. Chettah**, S. Chedly, M. Ichchou, O. Bareille and JP. Onteniente: " Dynamic mechanical properties and weight optimization of vibrated ground recycled rubber". Journal of Vibration and Control (accepté).
- S. Chedly, **A. Chettah**, M. Ichchou, O. Bareille and JP. Onteniente: " A robust shock and noise manufacturing methodology of molded LDPE foams". Polymer Engineering Science (accepté).
- **A. Chettah**, M. Ichchou, O. Bareille and S. Chedly: " A wave based approach for porous materials properties characterization: formulation and application to granular recycled rubber and foams". Journal of Sound and Vibration (soumis).

## Communications :

- S. Chedly, **A. Chettah**, JP. Onteniente, H. Bonnefoy and M. Ichchou: "Injection Process Parameter Effects on Foamed Plastic Moulding". 12<sup>th</sup> European Conference on Composite Materials, Biarritz, 29 August – 1 September 2006.
- S. Chedly, **A. Chettah**, JP. Onteniente, H. Bonnefoy and M. Ichchou: "Effects of Parameters Process on Moulding of Plastic Foams". 41<sup>st</sup> International Symposium on Macromolecules, Rio de Janeiro, 16 to 21 July 2006.
- **A. Chettah**, S. Chedly, M. Ichchou, O. Bareille and JP. Onteniente: "Comportement Dynamique de Corps Creux Remplis de Poudrettes de Pneus Recyclés". 2<sup>ème</sup> Congrès International: Conception et Modélisation des Systèmes Mécaniques, Monastir, Tunisie, 19 – 21 Mars 2007.
- S. Chedly, **A. Chettah**, M. Ichchou, H. Bonnefoy and JP. Onteniente: "Crash and Acoustic Absorption Models of Moulded LDPE Foams". 2<sup>ème</sup> Congrès International: Conception et Modélisation des Systèmes Mécaniques, Monastir, Tunisie, 19 – 21 Mars 2007.
- **A. Chettah**, S. Chedly, M. Ichchou, O. Bareille and JP. Onteniente: "Measurement of Dynamic Properties of Recycled Rubber Granulates and their Mixture". 19<sup>th</sup> International Congress on Acoustics, Madrid, Spain, 2 - 7 September 2007.
- **A. Chettah**: "Acoustical properties of granular recycled rubber and foams: a new model for the characterization of porous materials". CIREC, Ecole Centrale de Nantes, France, Juin 2008.



---

## Table des matières

---

1. Introduction .....	14
1.1. Contexte de l'étude .....	15
1.1.1. Composition d'un pneu .....	17
1.1.2. Recyclage des pneus usagés .....	18
1.1.2.1. Poudrettes de pneus recyclés (GTR) .....	20
1.1.2.2. Moulage des mélanges à base de GTR .....	21
1.2. Etat de l'art .....	25
1.2.1. Introduction – Généralités .....	26
1.2.2. Analyse des différents travaux sur l'étude des mélanges GTR / Polymères .....	26
1.2.2.1. Etude des propriétés mécaniques dynamiques .....	27
1.2.2.2. Etude du comportement acoustique .....	43
1.2.2.3. Synthèse et orientation des travaux .....	46
2. Préparation des compounds et élastomères thermoplastiques .....	50
2.1. Introduction .....	51
2.2. Analyse des constituants .....	53
2.2.1. Poudrettes de Pneus recyclés (GTR) – Matière première .....	55
2.2.2. Ethylène vinyle acétate (EVA) .....	56
2.2.3. Polystyrène (PS) .....	58
2.2.4. Agent d'expansion (NaHCO <sub>3</sub> ) .....	58
2.3. Les procédés d'élaboration .....	61
2.3.1. Préparation du compound GTR / EVA .....	64
2.3.2. Préparation du masterbatch EVA / NaHCO <sub>3</sub> .....	67
2.3.3. Injection de composites à base de GTR .....	68
2.3.3.1. Elaboration des pièces en GTR / EVA .....	74
2.3.3.2. Elaboration des pièces en GTR / EVA / NaHCO <sub>3</sub> .....	75
2.3.3.3. Elaboration des pièces en EVA vierge .....	77
2.3.4. Conclusion .....	77
3. Caractéristique viscoélastiques des matériaux polymères .....	82
3.1. Introduction .....	83
3.2. Etat de l'art .....	85
3.2.1. Matériaux polymères et leurs applications .....	86
3.2.2. Comportement dynamique des polymères .....	87

3.2.3.	Module élastique complexe.....	89
3.2.3.1.	Représentation du module.....	89
3.2.3.2.	Equivalence fréquence-température.....	90
3.2.4.	Mesure des propriétés dynamiques .....	91
3.3.	Etude expérimentale .....	101
3.3.1.	Dispositif expérimental .....	102
3.3.2.	Présentation des résultats .....	105
3.3.2.1.	Homogénéité des propriétés des plaques injectées .....	105
3.3.2.2.	Construction des courbes maîtresses .....	107
3.3.3.	Conclusions .....	116
4.	Amortissement passif par matériaux granulaires polymères.....	122
4.1.	Introduction .....	123
4.2.	Contrôle passif par matériau granulaire.....	125
4.3.	Approche numérique .....	129
4.3.1.	Vibration longitudinale d'un matériau granulaire.....	130
4.3.2.	Vibration de flexion d'un tube rempli de matériau granulaire.....	133
4.3.2.1.	Hypothèses générales.....	133
4.3.2.2.	Mise en équations .....	134
4.3.2.3.	Méthode raideur dynamique .....	138
4.3.2.4.	Fonction de transfert .....	140
4.4.	Approche expérimentale.....	141
4.4.1.	Description des essais.....	142
4.4.2.	Caractéristiques des matériaux granulaires .....	145
4.5.	Résultats et discussions .....	147
4.5.1.	Analyse modale du tube vide .....	148
4.5.2.	Tubes remplis de matériaux granulaires polymères.....	151
4.5.2.1.	Amortissement structural de tubes remplis de grains .....	151
4.5.2.2.	Comparaison des calculs raideur dynamique avec les résultats expérimentaux .....	158
4.5.3.	Estimation des propriétés dynamiques des matériaux granulaires.....	162
4.6.	Optimisation du matériau granulaire .....	167
4.6.1.	Fonctions objectives.....	168
4.6.2.	Matériau granulaire optimal .....	170
4.7.	Conclusion.....	173
5.	Identification acoustique des matériaux poreux : mousse et matériau granulaire.....	178
5.1.	Introduction .....	179
5.2.	Etat de l'art .....	181
5.3.	Modèle d'identification des propriétés acoustiques des matériaux poreux.....	185
5.3.1.	Reconstruction du champ de pression acoustique.....	186
5.3.1.1.	Décomposition du champ de pression acoustique expérimentale.....	186
5.3.1.2.	Nouvelle méthode de mesure du coefficient de réflexion acoustique .....	187
5.3.1.3.	Précision de la nouvelle méthode .....	190
5.3.2.	Identification des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux : nouvelle formulation.....	192
5.3.2.1.	Théories fondamentales de l'impédance acoustique.....	192
5.3.2.2.	Modèle analytique pour l'identification des paramètres.....	194
5.3.2.1.	Méthode six – microphone.....	198
5.4.	Résultats et discussions .....	201
5.4.1.	Matériaux .....	202
5.4.2.	Dispositif expérimental .....	203

5.4.3. Estimation des paramètres non-acoustiques.....	204
5.4.4. Multicouches granulaires .....	212
5.5. Conclusion.....	217
6. Conclusion.....	222
Annexes.....	230



# Nomenclature

## Chapitre 3

$\omega, \hat{\omega}$ :	pulsation
$\rho_{mg}, c_{mg}, \eta_{mg}$ :	masse volumique, vitesse d'onde longitudinale, facteur de perte du matériau granulaire
$\hat{w}_{mg}, \hat{F}_{mg}$ :	déplacement d'un point de la barre, effort normal (complexes)
$\hat{M}_{mg}$ :	masse apparente du matériau granulaire par unité de longueur
$a, b$ :	dimensions externes du tube étudié
$h_y, h_z$ :	dimensions internes du tube étudié
$A, m, \ell$ :	aire de la section, masse linéique, longueur de la poutre
$I_y$ :	moment d'inertie de la section par rapport à l'axe $y$
$k_z A$ :	section réduite de la poutre relative à la flexion dans le plan $xz$
$r_y$ :	rayon de giration de la section droite
$\rho$ :	masse volumique du matériau constituant la poutre
$E, G$ :	module d'Young, de cisaillement du matériau
$\eta_E, \eta_G$ :	facteur de perte hystérétique relatif au module d'Young, de cisaillement
$u_z, \varphi_y$ :	déplacement suivant $z$ et rotation suivant $y$
$M_y$ :	moment de flexion suivant $y$ (flexion dans le plan $xz$ )
$T_z$ :	effort tranchant suivant $z$ (flexion dans le plan $xz$ )
$U_z$ :	force répartie suivant $z$
$\Phi_y$ :	moment réparti suivant $y$
$\xi$ :	abscisse adimensionnelle
$\lambda_z, \alpha_z, \beta_z$ :	valeur propre adimensionnelle, variable représentative du cisaillement, variable représentative de l'inertie rotatoire
$\delta_z$ :	variable de prise en compte de l'action du matériau granulaire
$\theta_z, \psi_z, \nu_z, \chi_z$ :	variables intermédiaires relatives à la flexion dans le plan $xz$
$\mathbf{u}, \mathbf{F}$ :	déplacement, effort nodal
$\mathbf{D}$ :	matrice raideur dynamique globale $\mathbf{D} = \mathbf{D}(\omega)$
$H$ :	fonction de transfert réponse en fréquence force-aux-déplacements
$\eta_{hyst}$ :	amortissement structural expérimental du tube rempli
$\eta_{equiv}$ :	amortissement modal équivalent
$W$ :	moyenne spatio-fréquentielle du carré de module de la fonction de transfert
$\mathcal{F}$ :	fonction à minimiser pour l'optimisation du matériau granulaire
$\nu$ :	variables de conception $(\rho_{mg}, c_{mg}, \eta_{mg})$

Remarque : Les quantités avec un chapeau dans le chapitre représente des grandeurs physiques complexes.

---

## Chapitre 5

$c$	vitesse du son ( $\text{m.s}^{-1}$ )
$c_0$	vitesse du son dans l'air ( $\text{m.s}^{-1}$ )
$c_c$	vitesse du son dans le matériau poreux ( $\text{m.s}^{-1}$ )
$\widetilde{coh}$	cohérence du signal mesuré (--)
$d$	espace de l'air entre le piston et l'échantillon (m)
$D$	diamètre du tube de Kundt (m)
$e$	épaisseur du matériau poreux (m)
$f$	fréquence (Hz)
$f_c$	fréquence de coupure (Hz)
$j$	nombre complexe, $\sqrt{j} = -1$
$k$	nombre d'onde ( $\text{m}^{-1}$ )
$k_0$	nombre d'onde de l'air ( $\text{m}^{-1}$ )
$k_c$	nombre d'onde du matériau poreux ( $\text{m}^{-1}$ )
$K_c$	module de compressibilité du matériau poreux (Pa)
$l$	longueur du tube de Kundt (m)
$M$	facteur de perméabilité visqueux (--)
$M'$	facteur de perméabilité thermique (--)
$N$	nombre de microphone (--)
$P$	pression acoustique théorique (Pa)
$P_{I,0}$	composante de pression incidente (Pa)
$P_{R,0}$	composante de pression réfléchie (Pa)
$\tilde{P}$	pression acoustique mesurée (Pa)
$P_0$	pression atmosphérique = $1.013 \times 10^5$ (Pa)
$Pr$	nombre de Prandtl = 0.708 (--)
$r$	coefficient de réflexion (--)
$s$	facteur de forme visqueux (--)
$s'$	facteur de forme thermique (--)
$t$	temps (s)
$V$	vitesse particulaire acoustique ( $\text{m.s}^{-1}$ )
$V_{I,0}$	vitesse particulaire incidente ( $\text{m.s}^{-1}$ )
$V_{R,0}$	vitesse particulaire réfléchie ( $\text{m.s}^{-1}$ )
$\Lambda$	longueur caractéristique visqueuse (m)
$\Lambda'$	longueur caractéristique thermique (m)
$x$	abscisse (m)
$\alpha$	coefficient d'absorption (--)
$\alpha_\infty$	tortuosité (--)
$\gamma$	amortissement sonore (--)
$\varepsilon$	fonction erreur dans la reconstruction des pressions acoustiques
$\varepsilon_G$	fonction erreur globale dans l'identification des paramètres non-acoustiques
$\eta$	viscosité dynamique de l'air = $1.82 \times 10^{-5}$ (Pa s)
$\lambda$	ratio spécifique thermique de l'air = 1.4
$\rho_0$	densité de l'air ( $\text{kg m}^{-3}$ )
$\rho_c$	densité dynamique du matériau poreux ( $\text{kg m}^{-3}$ )

- $\sigma$  : résistivité (Pa s m<sup>-2</sup>)
- $\phi$  : porosité
- $\omega$  : pulsation angulaire (s<sup>-1</sup>)
- $\omega_0$  : pulsation caractéristique visqueuse (s<sup>-1</sup>)
- $\omega'_0$  : pulsation caractéristique thermique (s<sup>-1</sup>)
- $Z$  : impédance acoustique (Pa s m<sup>-2</sup>)
- $Z_0$  : impédance de l'air (Pa s m<sup>-2</sup>)
- $Z_s$  : impédance de surface (Pa s m<sup>-2</sup>)
- $Z_c$  : impédance caractéristique du matériau poreux (Pa s m<sup>-2</sup>)



# 1. Introduction

---

## 1.1. Contexte de l'étude

---

Cette thèse s'inscrit dans un programme « Recyclage des pneumatiques usagés » regroupant un partenariat composé de l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) et deux laboratoires de recherche : le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (Ecole Centrale de Lyon, 69) et le Laboratoire d'Etude des Matières Plastiques en Emballage (Institut de Formation Technique Supérieure, 08).

Les motivations du programme sont de mettre en place une meilleure valorisation des déchets de pneumatique, le développement et l'optimisation, à base de pneus usagés, des produits de hautes performances vibroacoustiques. Les poudrettes de pneus recyclés sont des grains de taille fine obtenue par broyage mécanique après séparation des différents résidus (fils en acier, tringles, textile ...). Le produit fini est un élastomère composite poudrettes de pneus recyclés / matrice polymère obtenu par injection. Le contexte de l'étude est donc de proposer un ensemble de solutions innovantes pour concevoir et réaliser de nouveaux matériaux dans des applications industrielles.

La mise en place d'une filière de valorisation des déchets, principalement les déchets de pneumatique, de production et des produits en fin de vie constitue un des enjeux majeurs de l'industrie du caoutchouc. En effet, la vulcanisation (réaction chimique se produisant à température élevée) est un processus irréversible. Cette opération améliore la tenue thermique des caoutchoucs, mais supprime leur thermoplasticité ; les caoutchoucs ne peuvent plus ainsi s'écouler sous l'effet de la chaleur. Malgré ces difficultés, de nombreuses pistes de valorisation existent. Certaines sont spécifiques aux pneumatiques (rechapage), d'autres communes aux pneus usagés non rechapés, aux déchets de production et aux pièces en caoutchouc en fin de vie (valorisation énergétique, poudrettes, granulés...).

La voie la plus prometteuse est la valorisation matière, par broyage, en vue de l'obtention de poudrette ou de granulé. Son coût d'obtention dépend de sa finesse, de son origine chimique et de l'absence ou non de corps étrangers. Il y a très peu de données sur les caractéristiques mécaniques et physiques des produits issus des pneus usagés. Le recyclage des déchets est un grand défi à nos jours. La recherche s'intéresse à ce thème pour diminuer l'impact des pneus usagés sur l'environnement. Elle vise à incorporer les poudrettes de pneus recyclés dans de différents thermoplastiques et produits

caoutchoutiques. Les propriétés mécaniques finales du matériau résultant du mélange poudrettes / matrice dépendent de la nature du pneu, du type de la matrice et de l'adhésion entre les grains.

Les recherches en cours s'orientent principalement vers la fabrication de produits finis à partir des poudrettes de pneus recyclées dans des applications telles que les revêtements de sols, les isolants phoniques, les membranes anti-vibrations pour le secteur automobile et bâtiment. Lors de l'élaboration d'un produit par injection, par exemple, de nombreux critères viennent influencer les propriétés mécaniques vibroacoustiques du produit fini, appelé paramètres de mise en forme. Dans cette partie, nous nous intéressons à la composition d'un pneu type, aux différentes filières du recyclage et au choix de la matrice polymère (liant) à travers la littérature.



200 millions de pneus terminent leur route chaque année en Europe. Il faudra patienter jusqu'en 2400 pour les voir entamer leur décomposition.

### 1.1.1. Composition d'un pneu

Il est nécessaire d'établir une définition propre à un pneu usagé qui le différencie d'un pneu hors usage. Le pneu usagé est un pneu qui a complété un cycle de vie réorienté ensuite vers l'industrie du rechapage ou de la vente de pneus d'occasions. Quant au pneu hors usage, il est inapte à reprendre la route qui doit être éliminé. Toutefois, dans la littérature, les pneus usagés désignent les pneus usagés réutilisables et les pneus hors usage sont les pneus usagés non réutilisables. Dans notre vocabulaire, les pneus usagés sont les pneus usagés non réutilisables ou encore les pneus hors usage !

La fabrication d'un pneu nécessite un certain nombre de matériaux bruts : pigments, produits chimiques, environ 30 types de caoutchouc, des câblés de carcasse, de tringle de talon, etc. On commence le processus en mélangeant les caoutchoucs de base (naturel et synthétique) avec des huiles de fabrication, le noir de carbone, les pigments, les antioxydants, les accélérateurs et d'autres additifs, chacun donnant des propriétés différentes au compound.

Ces ingrédients sont mélangés dans un mélangeur interne. La friction provoque une élévation de la température qui doit être contrôlée. On obtient alors un mélange chaud noir et gommeux. Ensuite, on fait passer le mélange aux laminoirs où il sera découpé en bandes qui deviendront des flancs, des bandes de roulement ou d'autres parties de pneus. Pour qu'un pneu conserve tout au long de sa vie toutes ses propriétés, il doit après assemblage de tous les éléments nécessaires (tringles, fils en acier ou en textile ...), subir une vulcanisation pour le transformer d'un état plastique à un état élastique irréversible.

Afin d'aborder l'étude du comportement physique des mélanges poudrettes de pneus recyclés/thermoplastiques, nous allons tout d'abord décrire de façon succincte les différentes filières de valorisation des pneus usagés ainsi que les différents éléments les constituant. La coupe d'un pneumatique, La Figure 1-1, montre des profilés de gomme, des nappes de fils en acier ou en textile croisés ou parallèles et des tringles constituées d'assemblage de fils métalliques.

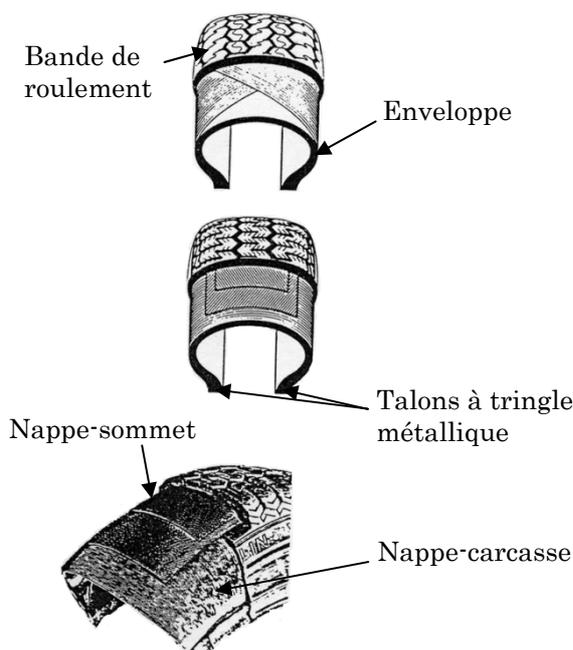


Figure 1-1 : Schéma d'un pneumatique (ADEME, 1999)

Tableau 1-1 : Différentes matières contenues dans le pneu.

Matériaux	Pneu Tourisme	Pneu Poids Lourds
Elastomères	47%	43%
Noir de carbone	21.5%	21%
Acier	16.5%	27%
Textile	5.5%	0%
Oxyde de Zinc	1%	2%
Soufre	1%	1%
Autres	7.5%	6%

Le pneu est généralement composé de caoutchouc naturel ou synthétique, de noir de carbone et de soufre. Sa constitution varie peu entre les pneus tourisme et poids lourds. Le Tableau 1-2 présente en ordre d'importance les différentes matières contenues dans le pneu. Bien que la composition des pneus soit compliquée, ceci représente une difficulté majeure pour que les pneus usagés soient recyclés, fondus et ensuite réutilisés. Les pneus usagés qui sont orientés vers le recyclage emprunteront deux voies différentes : déchiquetage en grands morceaux et broyage sous forme de granulats et poudrettes. Nous nous intéressons spécifiquement à l'exploitation des poudrettes de pneus usagés dans la fabrication de nouveaux produits.

### 1.1.2. Recyclage des pneus usagés

Selon l'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie), la France produit chaque année 400 000 tonnes de pneus usagés. En 2006, près de 300 000 tonnes de pneus ont été collectées. Conséquence de la croissance rapide des produits de consommation et biens d'équipements, la production de déchets a très fortement augmenté induisant des problèmes économiques et environnementaux. Le vrai challenge reste le recyclage de ces pneus une fois collectés. Ainsi, différentes étapes de la filière de valorisation de la pré-collecte jusqu'aux produits recyclés sont organisées. Les pneus entiers destinés vers le recyclage permettent d'obtenir des morceaux de caoutchouc recyclé plus petits que l'on appelle couramment « poudrettes » de pneu. Cette poudrette est ensuite utilisée pour fabriquer des produits finis. Il existe deux voies de valorisation des pneus usagés qui sont pratiquées : la valorisation énergétique et la valorisation matière. La Figure 1-2 résume les différentes filières de valorisation des pneus recyclés.

Les pneus usagés sont utilisés sous différentes formes dans les applications industrielles telles que les infrastructures routières, le remplissage d'aire de jeux, le domaine du génie civil et de nombreux autres produits. La solution économique viable est le broyage et le granulage permettant de recycler 100% du pneu. Plusieurs études se penchent sur la faisabilité de l'utilisation de caoutchouc recyclé de pneus usagés dans la fabrication des amortissant et absorbant phonique (Lang et Jeffrey, 2002 ; Sobral et al., 2003). Les pneus usagés sont valorisés entiers ou sous forme de demi-produits. La Figure 1-3 montre les différentes étapes de transformation des pneus usagés depuis l'état brut jusqu'à la réduction en granulats et poudrettes.

## 1.1. Contexte de l'étude

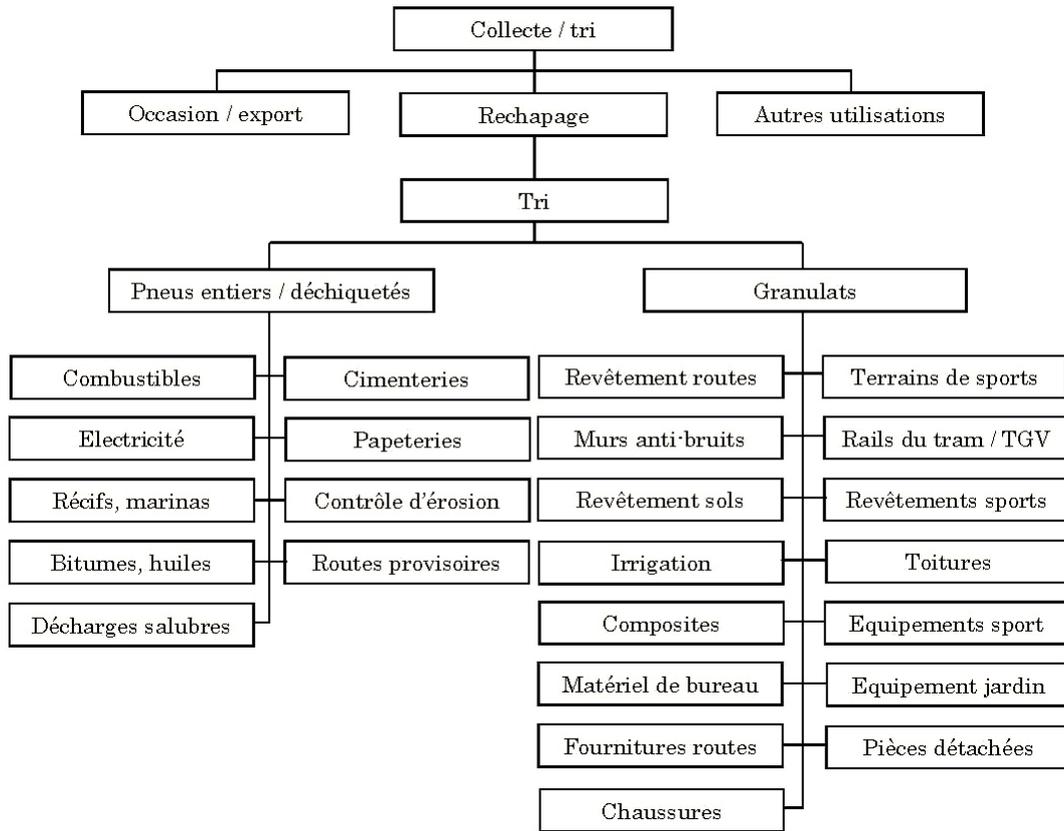


Figure 1-2 : Schéma des différentes filières de valorisation (Sobral et al., 2003).

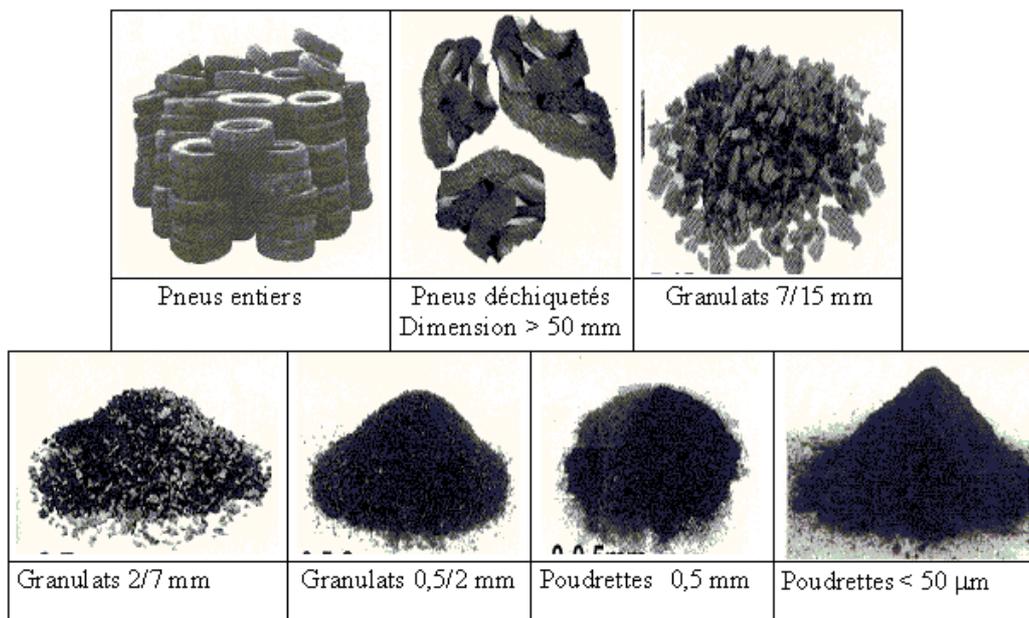


Figure 1-3 : Différents demi-produits issus des pneus usagés (Antoine, 2002)

Dans une première étape, les pneumatiques livrés entiers sont déchiquetés par cisailage. Ces déchiquetas sont ensuite acheminés dans des broyeurs équipés de grilles de diamètres différents permettant d'obtenir des granulats et poudrettes de tailles différentes. Ainsi, les pneus usagés parcourront les étapes suivantes :

- Pneus entiers ;
- Déchiquetas : pneus découpés en morceaux irréguliers de 50 à 300 mm ;
- Granulats : pneus réduits à une granulométrie comprise entre 1 et 10 mm par processus mécanique, cryogénique ou thermique ;
- Poudrettes : particules de granulométrie inférieure à 1 mm, obtenue par réduction mécanique, cryogénique ou thermique.

#### **1.1.2.1. Poudrettes de pneus recyclés (GTR)**

La poudrette est une matière intéressante car son coût de revient est relativement faible et elle présente plusieurs propriétés intéressantes, comme par exemple une bonne résistance à la compression. Le processus de transformation du pneu en poudrette jusqu'au produit fini se divise en quatre étapes (RECYC – QUEBEC, 2001) :

- déchiquetage primaire (grossier) : pneu – morceaux – séparation de l'acier et de la fibre ;
- déchiquetage secondaire (fin) : morceaux – poudrettes – séparation de l'acier et de la fibre ;
- préparation des mélanges ;
- moulage des produits à chaud.

Durant le déchiquetage primaire, les pneus sont broyés en morceaux d'environ 6,5 cm<sup>2</sup>. Le déchiquetage secondaire permet de diminuer davantage la dimension des morceaux de caoutchouc obtenus par le premier déchiquetage afin d'ajuster précisément la granulométrie de la poudrette. Les deux technologies les plus performantes pour effectuer un déchiquetage sont le déchiquetage à température ambiante et le déchiquetage par cryogénie.

##### ***Déchiquetage à température ambiante :***

La poudrette provenant de ce procédé de découpage sera de forme allongée et présentera une surface plus régulière. Cette caractéristique contribue à diminuer ses propriétés d'adhérence car moins de facettes sont disponibles pour l'encrage du liant sur la particule de caoutchouc.

##### ***Déchiquetage par cryogénie :***

Ce procédé consiste à amener le pneu usagé à une température inférieure à -60°C afin qu'il devienne fragile et friable. Cette étape provoque une diminution de l'élasticité du pneu, favorisant ainsi sa fragmentation en petits morceaux. La particule de poudrette

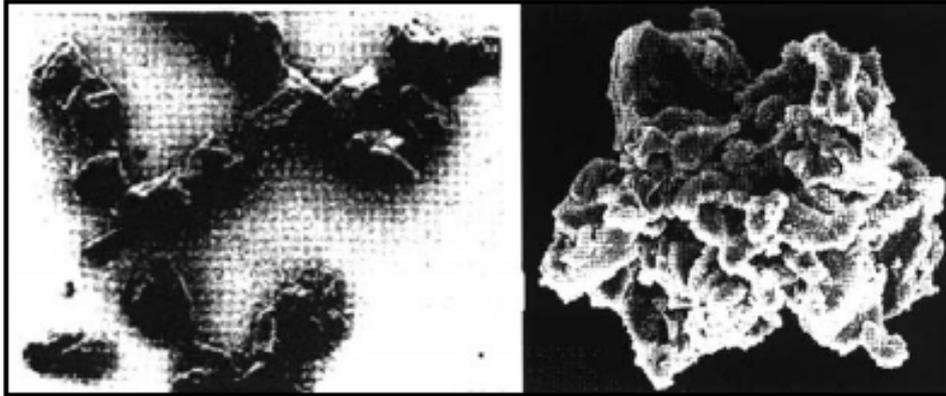


Figure 1-4 : Particule de poudrette granulée (GTR) à basse température (cryogénie) observée au microscope électronique (Liu et al., 2000).

est de forme ronde et présente une surface irrégulière (Figure 1-4). Ce procédé permet d'obtenir des poudrettes d'un diamètre moyen  $<200 \mu\text{m}$ .

#### 1.1.2.2. Moulage des mélanges à base de GTR

Une fois le déchiquetage secondaire effectué, la poudrette doit être mélangée avec le liant afin d'obtenir un compound permettant le moulage. Différentes matières peuvent servir de liant. Il faut assurer une bonne homogénéité des particules de poudrette dans le mélange sinon les propriétés du produit moulé seront affectées.

Compte tenu de la viscosité des composés, le moulage à chaud requiert des températures relativement élevées. Il existe quatre types de procédé : la compression, le transfert, l'injection et l'extrusion. Chacun de ces procédés se différencie par les moyens utilisés pour introduire le mélange dans le moule, par la pression requise pour effectuer le moulage, par le temps de moulage, et par la température idéale pour le mélange.

##### *Moulage par compression :*

Dans l'industrie de la fabrication de produits en poudrette de caoutchouc recyclé, c'est la méthode de moulage qui est la plus utilisée. A noter que la pièce sortant du moule sera beaucoup plus dense que le simple composé initial, il faut donc un volume de poudrette plus important que le volume propre à l'objet qui doit être moulé. En effet, la pression requise durant le moulage est de 14 à 20 MPa et ce, à des températures de 127 à 159°C.

##### *Moulage par transfert :*

Le moulage par transfert consiste à compresser le compound dans un moule vertical (Figure 1-5). Le moule est tenu à température et pression constantes ; la température requise est la même que pour le moulage par compression. La viscosité du mélange doit être contrôlée.

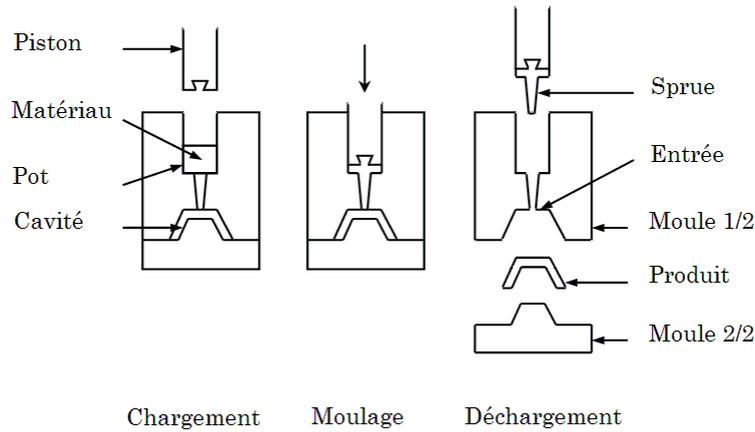


Figure 1-5 : moulage par transfert (Clean W. Center, 1996).

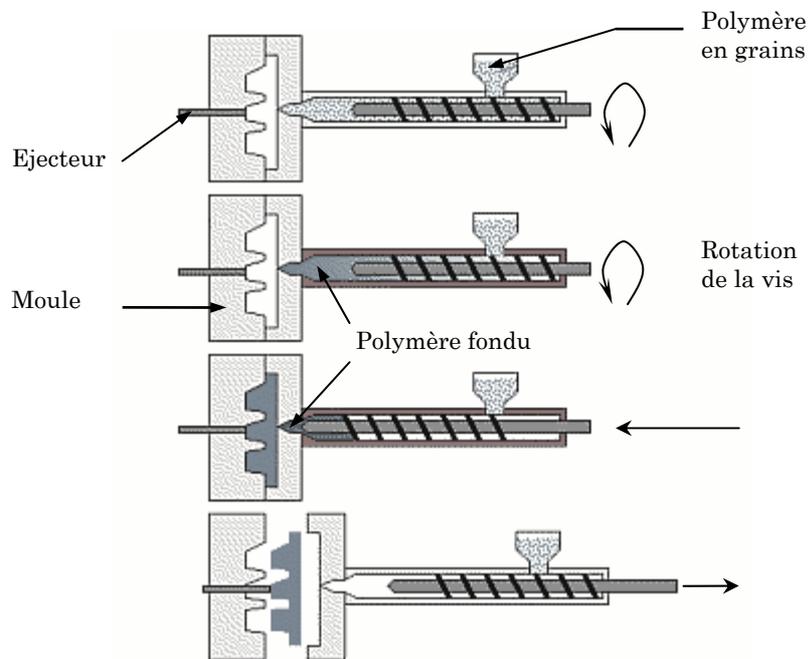


Figure 1-6 : Moulage par injection.

***Moulage par injection :***

C'est le procédé de moulage le plus utilisé dans la fabrication des pièces en thermoplastique. Par conséquent, il est essentiel pour notre étude de connaître cette technique de moulage, de comprendre ses possibilités et ses limites. Les granulés de matières thermoplastiques, s'il s'agit d'un mélange, livrés sous forme de granules sont mélangés, fondus, injectés dans un moule puis refroidis. Le compound chauffé est introduit de force dans le moule (Figure 1-6). Le moule est ensuite ouvert et les pièces sont enlevées.

***Moulage par extrusion :***

L'extrusion, procédé continu, est utilisé pour fabriquer des produits finis ou semi-produits de section constante (films, plaques, tubes, profilés ...) par passage à travers une filière. Le principe de base de l'extrusion, mono-vis à notre disposition, est l'utilisation d'une vis sans fin qui tourne à l'intérieur d'un fourreau cylindrique. Le polymère solide est fondu puis mis sous pression afin d'alimenter dans de bonnes conditions la filière. Ce type de mise en forme sert à des étapes de granulation ou de compoundage (Figure 1-7). Une spécificité qui sera exploitée dans la fabrication des granulés à base de poudrettes de pneus recyclés (voir chapitre 2).

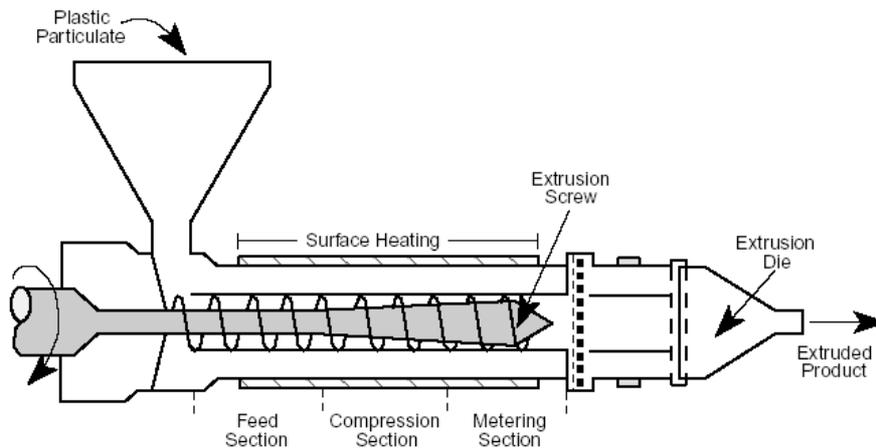


Figure 1-7 : Moulage par extrusion (EPA, 1994).



---

## 1.2. Etat de l'art

---

La littérature au sujet du choix de la matrice polymère (liant) est lacunaire. De par la nature ainsi que la composition de pneus, le problème de l'adhésion entre les GTR et la matrice polymère est majeur. Le choix du liant constitue une décision sérieuse sur les performances mécaniques vibroacoustiques du produit fini. Ainsi la plupart des travaux réalisés ne justifient pas le choix de la matrice. De plus, les paramètres de mise en forme sont extrêmement importants et doivent être optimisés. Par conséquent, le développement de nouveaux matériaux à haut pouvoir de dissipation mécanique et absorption acoustique s'impose.

Cette partie a pour but de présenter un bref état de l'art sur l'élaboration des mélanges GTR / matrice et la caractérisation mécanique acoustique des produits résultants. La description des méthodes et des théories qui ont été avancées dans cette étude bibliographique sera décrite de manière plus détaillée au fur et à mesure que les problématiques seront abordées dans les différents chapitres. Ceci nous permettra, par la suite, de souligner la modalité de notre démarche expérimentale dans la préparation des mélanges ainsi que la confection des produits moulés.

### 1.2.1. Introduction – Généralités

Ce paragraphe est destiné à établir une synthèse de quelques travaux sur l'étude des propriétés dynamiques et acoustiques des matériaux élaborés à partir des mélanges GTR / matrice polymère. Une fois le pneu usagé réduit en poudrettes, il est souvent mélangé avec un caoutchouc vierge. Le mélange est comprimé à des températures élevées pour obtenir un nouveau produit moulé. Le GTR peut être mélangé avec d'autres matières comme l'asphalte. Les performances du mélange asphalte / GTR sont bien supérieures à celles de l'asphalte classique mais son utilisation à grande échelle est limitée à cause de son coût élevé. L'utilisation des composés GTR / polymère dans l'industrie thermoplastique a un fort potentiel de croissance sur le marché, plus particulièrement dans le secteur de l'automobile.

De nombreuses études portent sur les propriétés d'adhésion entre la charge (GTR) et la matrice polymère pour accroître les propriétés mécaniques vibroacoustiques du composite résultant. Les propriétés des GTR remplis de thermoplastique dépendent de la nature du pneu et de la matrice plastique, de la concentration en GTR et de l'étendue de l'adhésion entre GTR et la matrice (Rajalingam et al., 1993 ; Deanin and Hashemiolya, 1987). Plusieurs autres paramètres influencent les caractéristiques du composite moulé comme les paramètres de mise en forme et le pourcentage en agent additif, par exemple agent d'expansion pour créer des microbulles d'air dans le composite visant une application bien définie telle que les matériaux absorbants poroélastiques.

Parmi les matrices polymères thermoplastiques qui existent, le polyéthylène (PE) est le plus utilisé. Autres matrices polymères ont été utilisées comprenant polypropylène (PP), poly(vinyl chloride) (PVC), polystyrène (PS), copolymère d'éthylène vinyle acétate (EVA), et thermoplastiques élastomères (Phadke and De, 1986 ; Tipanna and Kale, 1997 ; Pittolo and Burford, 1986 ; Deanin and Hashemiolya, 1987). Des études antérieures suggèrent que l'ajout des GTR a généralement abouti à une détérioration significative des propriétés mécaniques de ses composites. Il a été montré que le polyéthylène linéaire à basse densité (LLDPE) mélangé avec GTR provoque une diminution de la résistance au choc d'environ 50 – 70 % (Rajalingam et al., 1993). De faibles propriétés mécaniques ont été également observées pour les mélanges GTR / PP (Phadke and De, 1986). Il a été observé que la taille très importante des GTR ainsi que la mauvaise adhésion entre la matrice et le GTR sont les principaux facteurs de détérioration des propriétés mécaniques du composite.

Ces études ont permis de comprendre, d'une part, un certain nombre de facteurs qui influencent les propriétés finales du produit composite et, d'autre part, de choisir la matrice convenable pour obtenir un matériau composite ayant des caractéristiques de résistance au choc et de flexibilité très importantes. Nous allons à présent essayer de décrire les principaux résultats qui se dégagent des travaux trouvés dans la littérature.

### 1.2.2. Analyse des différents travaux sur l'étude des mélanges GTR / Polymères

De façon à préparer la phase de fabrication du produit fini à partir de poudrettes de pneus recyclés, nous avons mené la recherche bibliographique à l'étude des propriétés mécaniques dynamiques et acoustiques des différents mélanges de poudrettes de pneus avec une matrice thermoplastique.

En effet, la connaissance des propriétés mécaniques dynamiques de différents mélanges à base de poudrettes permettra de choisir la nature de la matrice ainsi que les propriétés de mise en forme liées à la fabrication du compound résultant.

### 1.2.2.1. Etude des propriétés mécaniques dynamiques

Les propriétés mécaniques du mélange GTR / polymère peuvent être liées au polymère mais aussi aux conditions de mise en œuvre et aux conditions de sollicitation ou d'environnement (température, pression, milieu environnant). Afin de gérer les polymères et leur comportement, il est primordial de s'informer au mieux sur les résines utilisées à savoir l'architecture et la formulation du polymère, la mise en œuvre du matériau ainsi que les conditions d'utilisation. De telles connaissances permettraient en effet d'adapter la composition du mélange pour répondre à des besoins industriels spécifiques dans le domaine de l'amortissement de structures et d'isolation thermique.

Il faut d'abord examiner la nature des interactions GTR / Polymère ainsi que ses répercussion sur les propriétés mécanique du matériau. Ensuite, il faut s'attarder aux effets de GTR sur le polymère. Le but premier d'incorporer des GTR dans une matrice est de réaliser une parfaite interaction avec une dispersion homogène de GTR. Ces phénomènes dépendent cependant de la méthode de mise en œuvre utilisée. La compatibilité et la performance des mélanges GTR / polymère dépendent bien évidemment des deux composants pris séparément.

Six articles ont été choisis et classés par ordre d'apparition dans cette analyse. Ils sont intéressants car ils présentent des informations importantes concernant le recyclage de pneus usagés. Ceux-ci permettront de mieux choisir le polymère qui servira comme un liant. Enfin, ces articles permettent d'effectuer des comparaisons des mélanges au niveau des performances dynamiques de ceux-ci.

#### *A – Etude de Chang et Isayev (Chang and Isayev, 2001) :*

L'objectif de ces travaux, est d'étudier le compoundage de pneus recyclés (GRT), de pneus recyclés dévulcanisés pas ultrason (DGRT) et de GRT revulcanisés (RGRT) avec le polyéthylène de haute densité (HDPE), et d'évaluer les propriétés mécaniques et rhéologiques de ces compounds. On a pris le cas de préparation du compound par un mixeur interne, qui se divise en deux étapes.

La première étape, consiste à dévulcaniser le GRT par ultrason dans une extrudeuse à une température de 178°C. La densité de réticulation est caractérisée par « swelling method » en utilisant l'équation de Flory-Rehner (Flory and Rehner, 1950). Le Tableau 1-2 reporte les résultats de la densité de réticulation de GRT, DGRT et RGRT.

Tableau 1-2 : Densité de réticulation.

Densité de réticulation (kmol/m <sup>3</sup> * 10 <sup>2</sup> )	
GRT	9,75
DGRT	3,01
RGRT	11,71

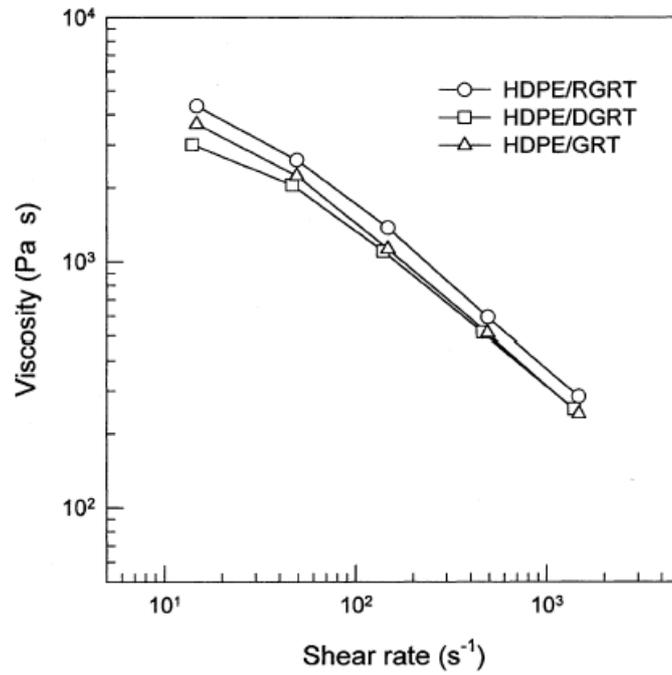


Figure 1-8 : Courbe viscosité – taux de cisaillement pour 40/60 %, de HDPE/RGRT, HDPE/DGRT et HDPE/GRT

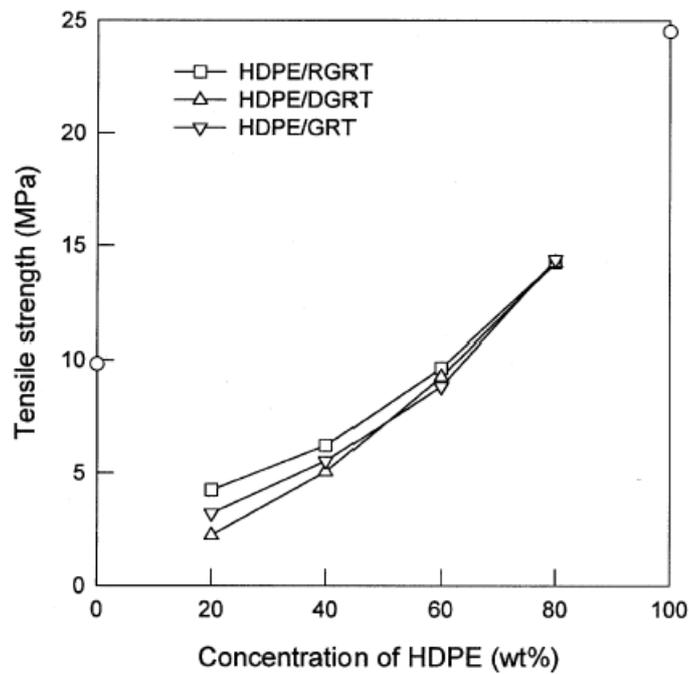


Figure 1-9 : Résistance à la traction en fonction de la concentration de HDPE dans les trois compounds.

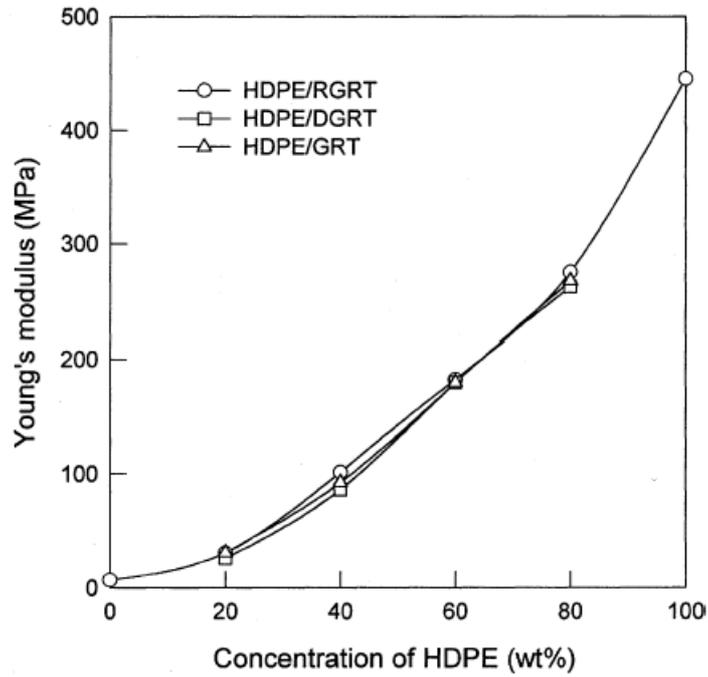


Figure 1-10 : Module d'Young en fonction de la concentration de HDPE dans les trois compounds.

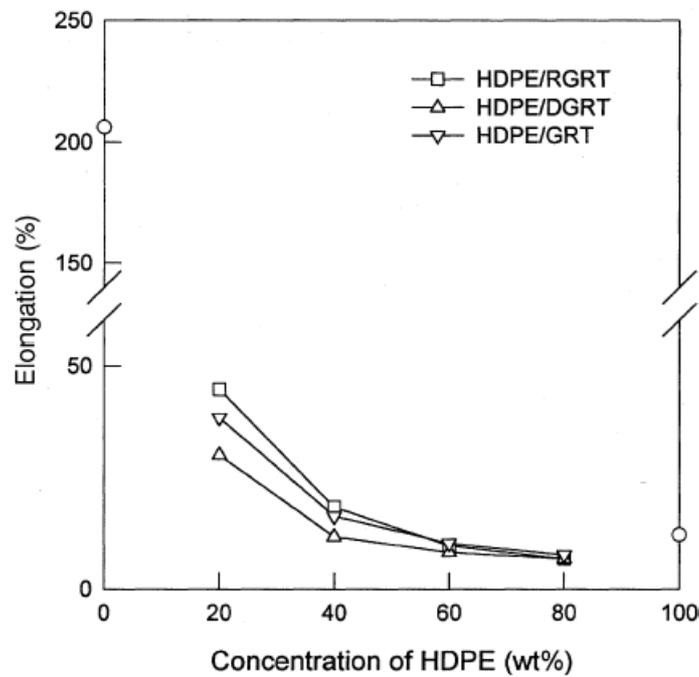


Figure 1-11 : Déformation à la rupture en fonction de la concentration de HDPE dans les trois compounds.

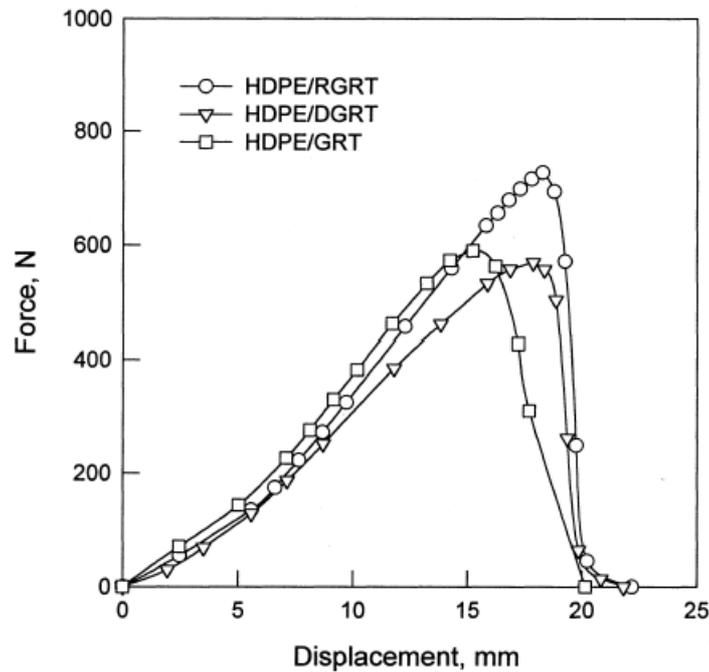


Figure 1-12 : Force d'impact – déplacements pour 20/80 % de HDPE/RGRT, HDPE/DGRT et HDPE/GRT.

Le compound HDPE/RGRT avec différentes concentrations (20/80, 60/40, 80/20) a été mélangé à une température de 150°C et à une vitesse de rotation de 80 tr/min. Afin de préparer le compound, le HDPE est introduit dans un malaxeur pendant 2 min, puis fondu et mélangé avec le DGRT. Le soufre et le TBBS (N-tert-butyl-2-benzothiazole sulfenamide) ont été rajoutés au compound pour une révulcanisation dynamique. Une procédure similaire de mixage est appliquée pour les compounds HDPE/GRT, HDPE/DGRT mais sans soufre et TBBS. La Figure 1-8, présente la courbe viscosité – taux de cisaillement des HDPE/GRT, HDPE/DGRT et HDPE/RGRT (40/60). Cette courbe indique que la révulcanisation dynamique augmente la viscosité du mélange.

Les Figures 1-9 à 1-11 montrent les courbes de la résistance à la traction, le module d'Young et de la déformation à la rupture respectivement, en fonction de la concentration de HDPE. Le comportement à l'impact, Figure 1-12, des compounds contenant 20% d'HDPE, montre que l'adhésion entre les particules du mélange HDPE/RGRT est meilleure.

*B – Etude de Radheshkumar et Karger-Kocsis (Rad and Karger-Kocsis, 2002) :*

Dans ce travail, l'auteur a établi une étude détaillée des mélanges de poudrettes de pneus recyclés dévulcanisées thermo-chimiquement (GTR<sup>DL</sup>) ou non (GTR<sup>R</sup>), avec différents élastomères (SBR, NR, EPDM) et du polyéthylène de basse densité (LDPE).

Durant le mélange, du soufre (S), un dérivé phénolique (Ph) et un peroxyde (DCP) ont été introduits après le mixage de GTR-élastomères et de LDPE. Le thermoplastique résultant a une composition constante en LDPE-élastomères-GTR de 50:25:25. La dévulcanisation thermo-chimique du GTR est réalisée par l'addition d'un mélange

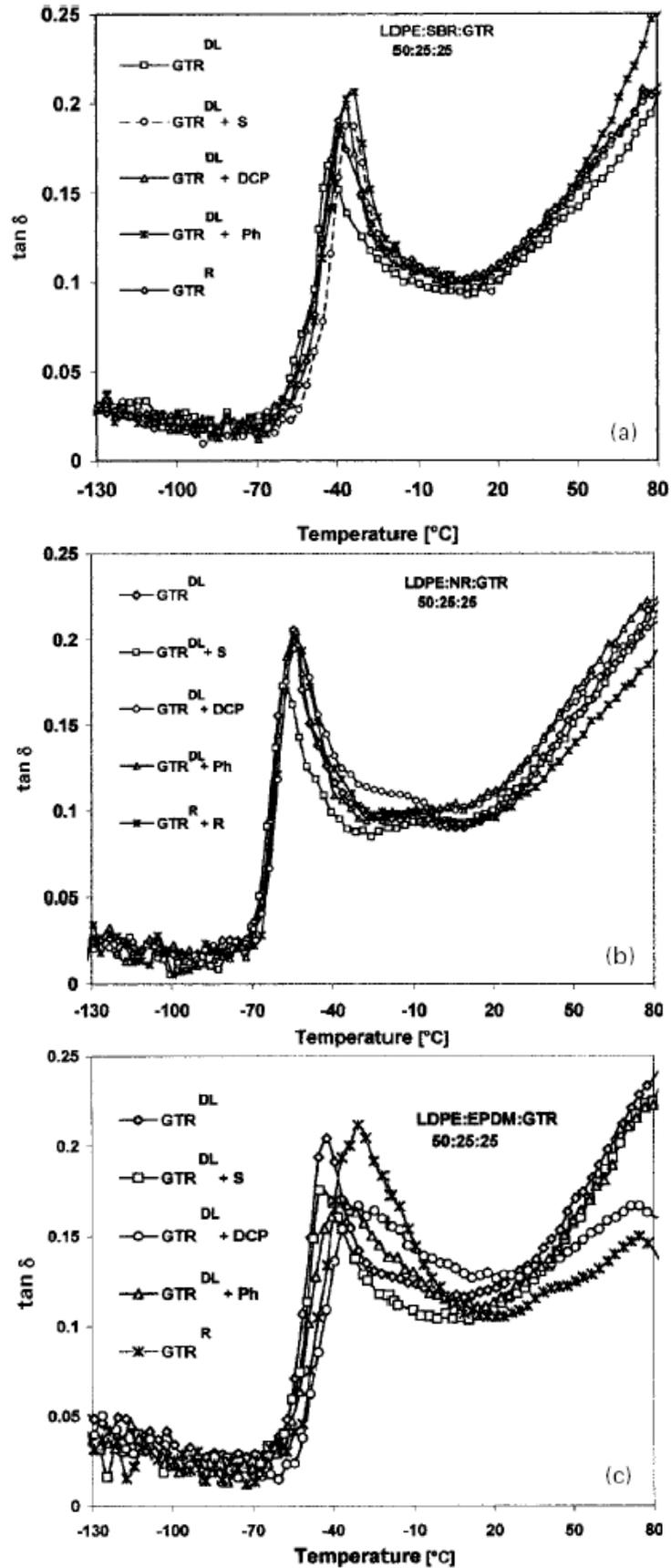


Figure 1-13 : l'angle de perte ( $\tan \delta$  en fonction de la température de :  
 a) LDPE-SBR-GTR ; b) LDPE-NR-GTR ; et c) LDPE-EPDM-GTR.

Tableau 1-3 : Température de transition vitreuse de différents mélanges.

Compound	T <sub>g</sub> , °C
LDPE-SBR-GTR <sup>R</sup>	-39
LDPE-SBR-GTR <sup>DL</sup>	-43
LDPE-SBR-GTR <sup>DL-S</sup>	-34
LDPE-SBR-GTR <sup>DL-DCP</sup>	-36
LDPE-SBR-GTR <sup>DL-Ph</sup>	-33
LDPE-NR-GTR <sup>R</sup>	-54
LDPE-NR-GTR <sup>DL</sup>	-58
LDPE-NR-GTR <sup>DL-S</sup>	-54
LDPE-NR-GTR <sup>DL-DCP</sup>	-53
LDPE-NR-GTR <sup>DL-Ph</sup>	-54
LDPE-EPDM-GTR <sup>R</sup>	-42
LDPE-EPDM-GTR <sup>DL</sup>	-45
LDPE-EPDM-GTR <sup>DL-S</sup>	-30
LDPE-EPDM-GTR <sup>DL-DCP</sup>	-37
LDPE-EPDM-GTR <sup>DL-Ph</sup>	-30

Tableau 1-4 : Propriétés mécaniques de différents mélanges.

Compound	Résistance à la traction (MPa)	Déformation à la rupture (%)	Dureté (Shore A)
LDPE-SBR-GTR <sup>R</sup>	3,1	14	81
LDPE-SBR-GTR <sup>DL</sup>	4,4	23	86
LDPE-SBR-GTR <sup>DL-S</sup>	4,3	18	88
LDPE-SBR-GTR <sup>DL-DCP</sup>	5,0	37	85
LDPE-SBR-GTR <sup>DL-Ph</sup>	4,8	30	83
LDPE-NR-GTR <sup>R</sup>	3,2	14	81
LDPE-NR-GTR <sup>DL</sup>	3,8	13	86
LDPE-NR-GTR <sup>DL-S</sup>	4,4	17	84
LDPE-NR-GTR <sup>DL-DCP</sup>	4,5	25	84
LDPE-NR-GTR <sup>DL-Ph</sup>	4,5	36	86
LDPE-EPDM-GTR <sup>R</sup>	3,5	25	86
LDPE-EPDM-GTR <sup>DL</sup>	4,7	42	83
LDPE-EPDM-GTR <sup>DL-S</sup>	4,5	53	87
LDPE-EPDM-GTR <sup>DL-DCP</sup>	5,0	70	84
LDPE-EPDM-GTR <sup>DL-Ph</sup>	7,2	63	86

d'agents chimiques appelé 'Regen™ Agent-S' (Ishiahu et al., 2000). Dans cette étude, la granulométrie des poudrettes de pneus est environ 0,4-0,7 mm.

Le comportement viscoélastique de chaque compound a été caractérisé par une analyse thermo-mécanique dynamique (DMTA). Une bande rectangulaire de chaque compound de dimensions 6x1x0,25 cm<sup>3</sup> obtenue par un moulage par compression, est soumise à un chargement de traction oscillatoire. Les mesures ont été effectuées dans une plage de températures comprises entre -135 et 100°C, avec une vitesse de chauffe de 1 K/min (Figure 1-13). Le pic de chaque courbe représente la température de transition vitreuse (Tableau 1-3). Les propriétés mécaniques des mélanges sans et avec vulcanisation sont données dans le Tableau 1-4.

L'utilisation de la technique de la dévulcanisation thermo-chimique des poudrettes de pneus augmente les performances mécaniques viscoélastiques du thermoplastique résultant. La compatibilité d'élastomères utilisés est classée comme suit ; EPDM>SBR>NR.

*C – Etudes de Radheshkumar et al. (Radheshkumar et al., 2002) :*

Une étude similaire des mélanges de poudrettes de pneus recyclés dégradées thermo-mécaniquement (GTR<sup>M</sup>) avec différents élastomères (NR, EPDM) et du polyéthylène de basse densité (LDPE). La dégradation thermo-mécanique est assurée par un malaxage de poudrettes de pneus recyclés (GTR) pendant 10 min et à température de 60°C.

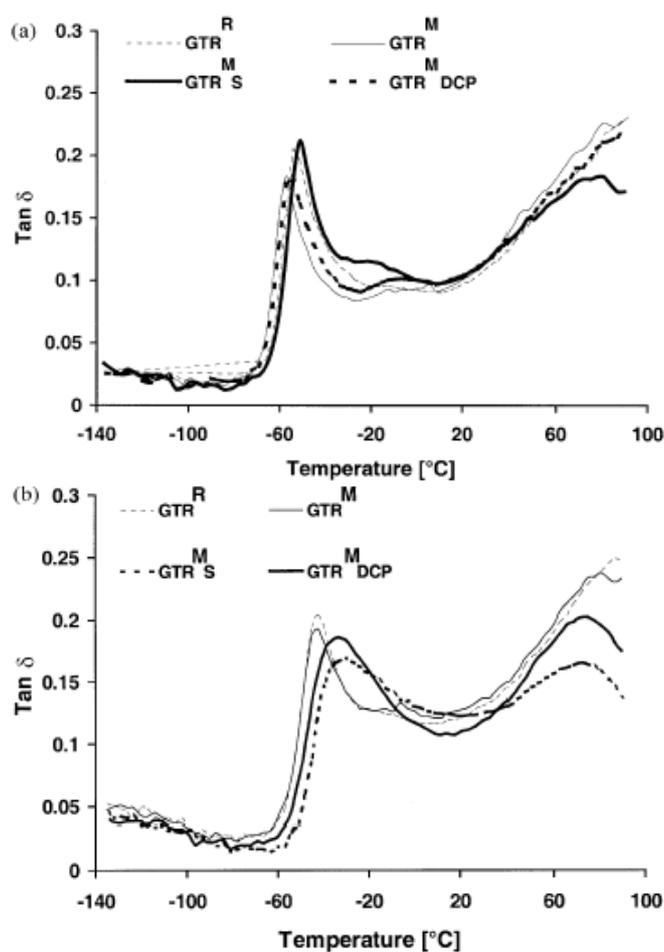
Les Figures 1-14 et 1-15, montrent le comportement viscoélastique des mélanges LDPE-NR-GTR et LDPE-EPDM-GTR, sans ou avec vulcanisation (soufre, peroxyde) et contenant GTR<sup>R</sup> et GTR<sup>M</sup>. La température de transition vitreuse des mélanges LDPE-élastomères-GTR avec du soufre et de peroxyde, est reportée dans le Tableau 1-5.

Tableau 1-5 : Température de transition vitreuse de différents mélanges.

Compound	T <sub>g</sub> , °C
LDPE-SBR-GTR <sup>R</sup>	-39
LDPE-SBR-GTR <sup>M</sup>	-43
LDPE-SBR-GTR <sup>M</sup> -S	-34
LDPE-SBR-GTR <sup>M</sup> -DCP	-36
LDPE-NR-GTR <sup>R</sup>	-54
LDPE-NR-GTR <sup>M</sup>	-58
LDPE-NR-GTR <sup>M</sup> -S	-54
LDPE-NR-GTR <sup>M</sup> -DCP	-53
LDPE-EPDM-GTR <sup>R</sup>	-42
LDPE-EPDM-GTR <sup>M</sup>	-45
LDPE-EPDM-GTR <sup>M</sup> -S	-30
LDPE-EPDM-GTR <sup>M</sup> -DCP	-37

Tableau 1-6 : Propriétés mécaniques de différents mélanges.

Compound	Résistance à la traction (MPa)	Déformation à la rupture (%)	Dureté (Shore A)
LDPE-SBR-GTR <sup>R</sup>	3,1	14	81
LDPE-SBR-GTR <sup>M</sup>	3,4	12	84
LDPE-SBR-GTR <sup>M-S</sup>	4,7	26	83
LDPE-SBR-GTR <sup>M-DCP</sup>	4,1	33	82
LDPE-NR-GTR <sup>R</sup>	3,2	14	81
LDPE-NR-GTR <sup>M</sup>	3,5	15	86
LDPE-NR-GTR <sup>M-S</sup>	5,3	35	79
LDPE-NR-GTR <sup>M-DCP</sup>	5,0	41	82
LDPE-EPDM-GTR <sup>R</sup>	3,5	25	86
LDPE-EPDM-GTR <sup>M</sup>	3,5	33	83
LDPE-EPDM-GTR <sup>M-S</sup>	5,6	52	80
LDPE-EPDM-GTR <sup>M-DCP</sup>	5,1	61	81

Figure 1-14 : L'angle de perte en fonction de la température :  
a) LDPE-NR-GTR et b) LDPE-EPDM-GTR.

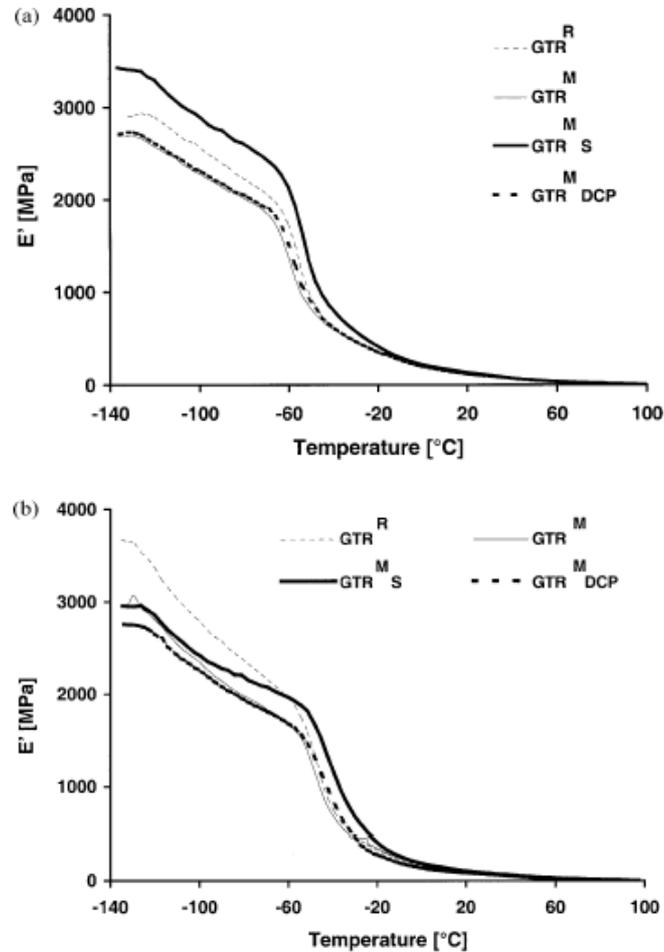


Figure 1-15 : Le module de conservation  $E'$  en fonction de la température de : a) LDPE-NR-GTR et b) LDPE-EPDM-GTR.

Dans tous les mélanges, le GTR<sup>M</sup> réduit la  $T_g$  environ 3°C par rapport au compound de référence contenant GTR<sup>R</sup>. Le Tableau 1-6 présente les propriétés mécaniques de chaque compound.

La dégradation thermomécanique des poudrettes de pneus recyclés améliore les propriétés mécaniques élastiques du mélange. Le soufre est davantage bénéfique à l'augmentation des caractéristiques mécaniques du compound.

*D – Etude de Sombatsompop et Kumnuantip (Somb and Kumnuantip, 2003) :*

Dans cet article, deux mélanges de caoutchoucs naturels (STRVS60 et STR20CV) et de poudrettes de pneu recyclé ont été réalisés. Dans un premier temps, le compound de caoutchouc naturel est mastiqué pendant 10 min puis mélangé avec différentes quantités de poudrettes (0-80%) pendant encore 10 min. Dans un second temps, le mélange caoutchouc naturel et poudrettes de pneu a été vulcanisé à une température de 25°C également pendant une durée de 10 min.

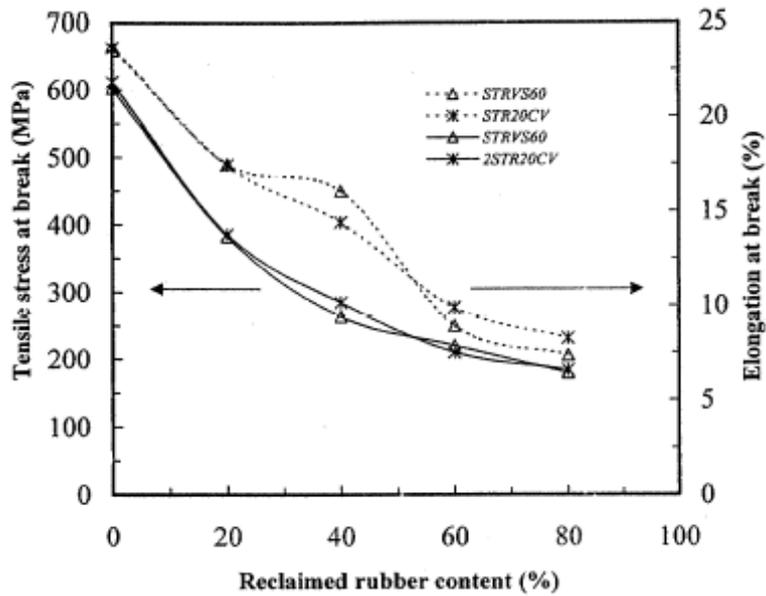


Figure 1-16 : Variation des contraintes de traction et déformation à la rupture pour différentes quantités de poudrettes.

L'effet de la quantité de poudrettes dans les deux compounds vulcanisés, sur les contraintes de traction et la déformation à la rupture, est décrit dans la Figure 1-16.

La Figure 1-17, illustre la résistance à la déchirure des deux compounds vulcanisés. La résistance à déchirure est indépendante de la quantité de poudrettes entre 0-60%. Cependant, elle chute brutalement à 80% en poudrettes.

La Figure 1-18 montre le rapport entre les contraintes de cisaillement et le taux de cisaillement des deux compounds avec différentes quantités de poudrettes de pneu (pendant 10 min de mastication, sans vulcanisation).

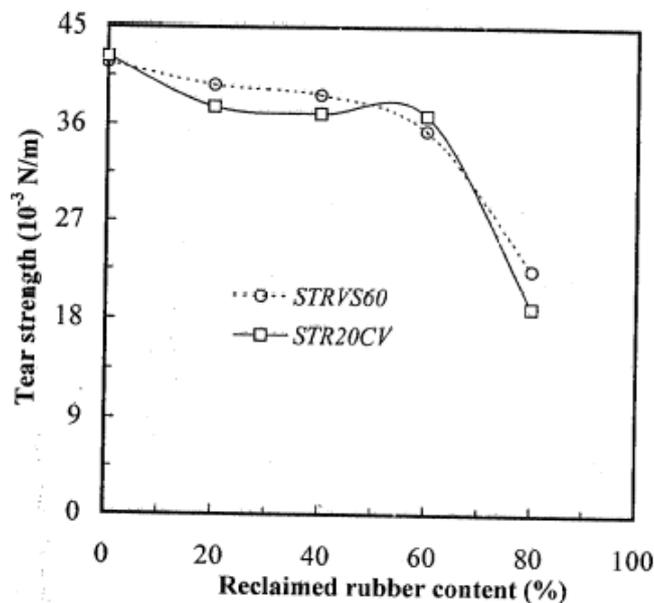
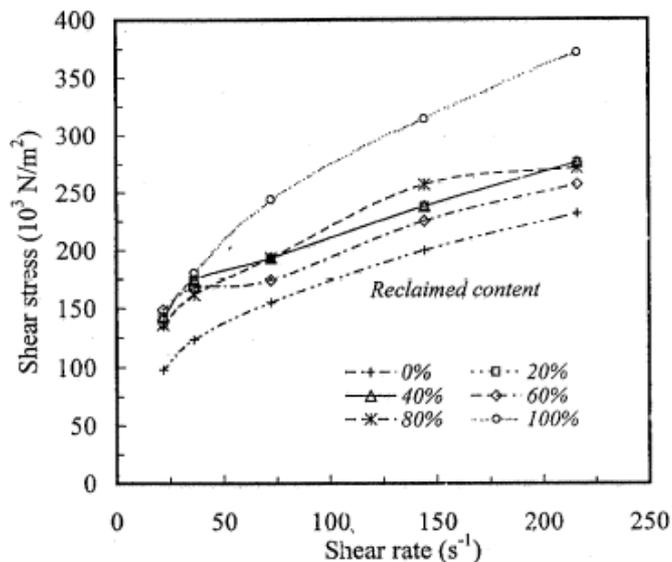
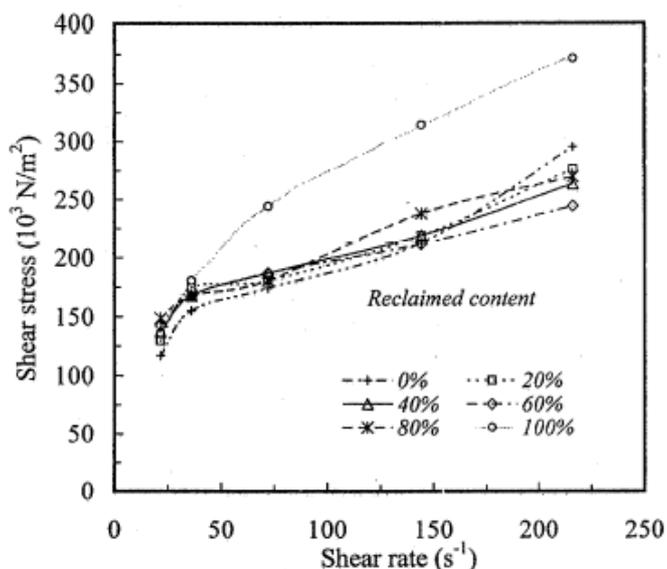


Figure 1-17 : Résistance à la déchirure des deux compounds vulcanisés.



(a)



(b)

Figure 1-18 : Courbe contraintes de cisaillement – taux de cisaillement en fonction de la quantité de poudrettes à 80°C, (a) STRVS60 et (b) STRCV20.

*E – Etude de Kumnuantip et Sombatsompop (Kum and Sombatsompop, 2003)*

Le comportement dynamique des mêmes compounds vulcanisés a été étudié en termes de l'angle de perte ( $\tan(\delta)$ ) et de la température de transition vitreuse. La variation de la densité de réticulation et de la température de transition vitreuse des deux compounds avec la variation de la quantité de poudrettes, est présentée dans la Figure 1-19. Plus la quantité de poudrettes de pneu est importante et plus le pic de la courbe  $\tan(\delta) = F(T^{\circ}\text{C})$  se déplace vers les hautes températures et plus la viscosité diminue, car la poudrette est une charge plus rigide que la matrice (Figure 1-20).

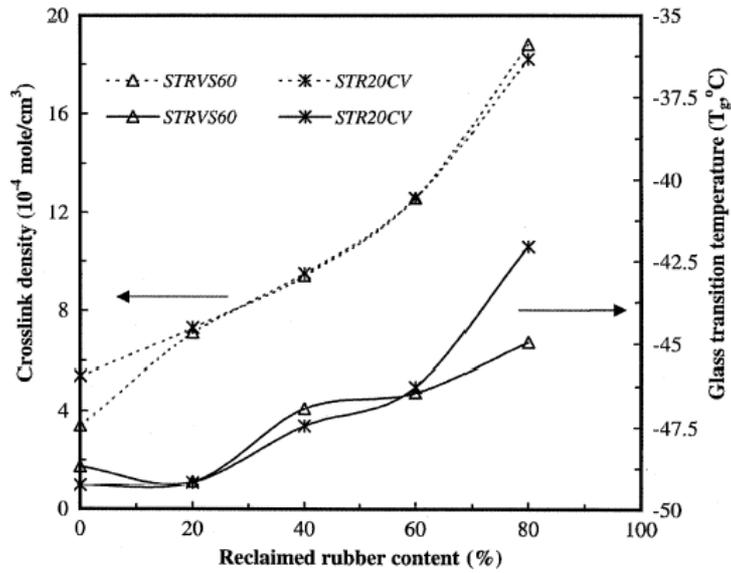


Figure 1-19 : Effet de la quantité de poudrettes de pneu sur la température de transition vitreuse et la densité de réticulation de STRVS60 et STR20CV.

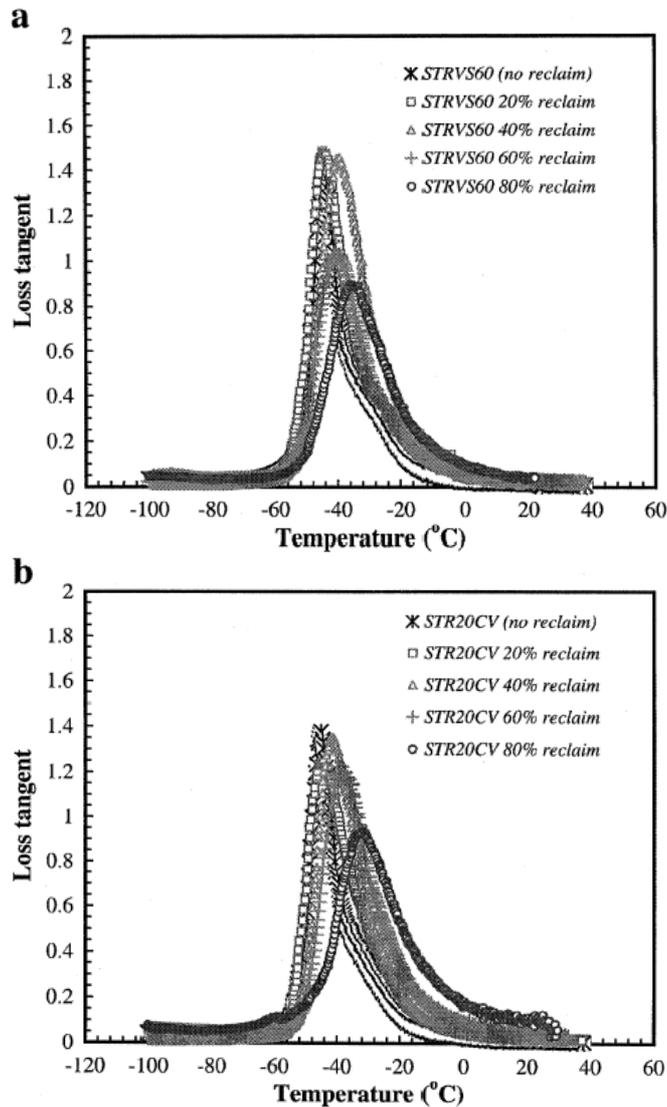


Figure 1-20 : Effet du pourcentage de poudrettes sur l'angle de perte en fonction de la température de : (a) STRVS60 vulcanisé et (b) STR20CV.

*F – Etude de Scaffaro et al. (Scaffaro et al., 2005) :*

Le but de ce travail est de développer une méthode simple de préparation d'un mélange à base de polyéthylène recyclé (RPE) et de poudrettes de pneus recyclés (GTR) sans aucun traitement de ces poudrettes.

Dans cette étude, une optimisation des paramètres de mise en forme du compound tels que la température, la quantité des composés et la vitesse de mixage, sont également analysés. Les poudrettes de pneus recyclés utilisées dans cette étude ont une taille environ de 0,4 à 0,7 mm. Le polyéthylène recyclé est obtenu à partir de polyéthylène de basse densité (LDPE), de polyéthylène linéaire de basse densité (LLDPE) et du copolymère d'éthylène acétate de vinyle (EVA).

Tableau 1-7 : Paramètres de mise en forme et composition des mélanges.

Code	Composés	Composition	Température de mixage (°C)	Vitesse de rotation (tr/min)
1	RPE/GTR	75/25	180	300
2	RPE/GTR	50/50	180	300
3	RPE/GTR	25/75	180	300
4	RPE/GTR	50/50	300	100
5	RPE/GTR	75/25	300	300
6	RPE/GTR	50/50	300	300
7	RPE/GTR	75/25	300	100

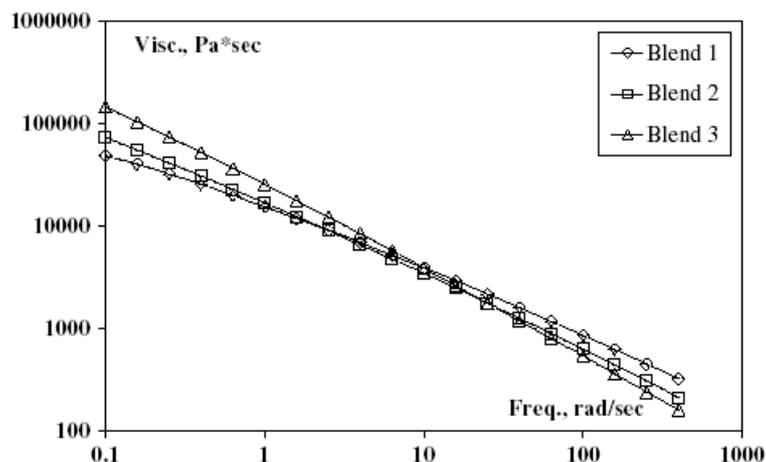


Figure 1-21 : Courbe d'écoulement des mélanges de RPE/GTR avec différents pourcentages en GTR.

Tableau 1-8 : Propriétés mécaniques des mélanges à différentes compositions.

Code	Module d'Young E (MPa)		Résistance à la traction (MPa)		Déformation à la rupture (%)	
	MC	MI	MC	MI	MC	MI
1	82	61	6.2	7.1	70	94
2	48	44	4.3	7.2	53	70
3	18	24	3.2	2.0	77	106
4	53	4.4	50	53	6.8	73
5	68	5.6	56	65	7.4	72
6	42	4.0	52	62	5.8	51
7	92	6.4	49	57	8.2	80

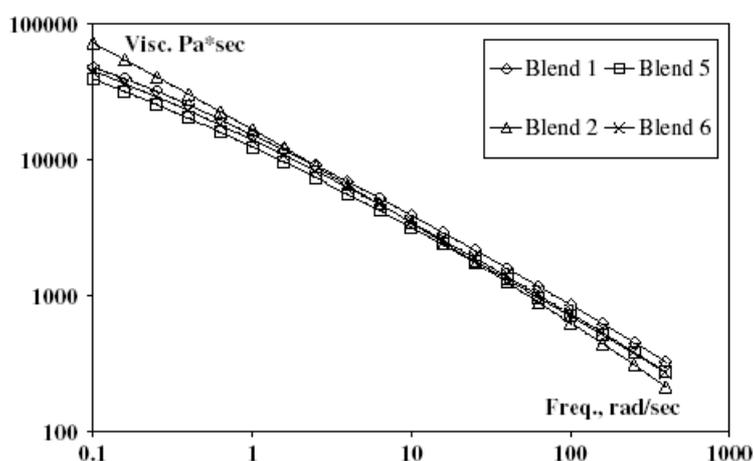


Figure 1-22 : Courbe d'écoulement des mélanges de RPE/GTR à différentes températures de mixage.

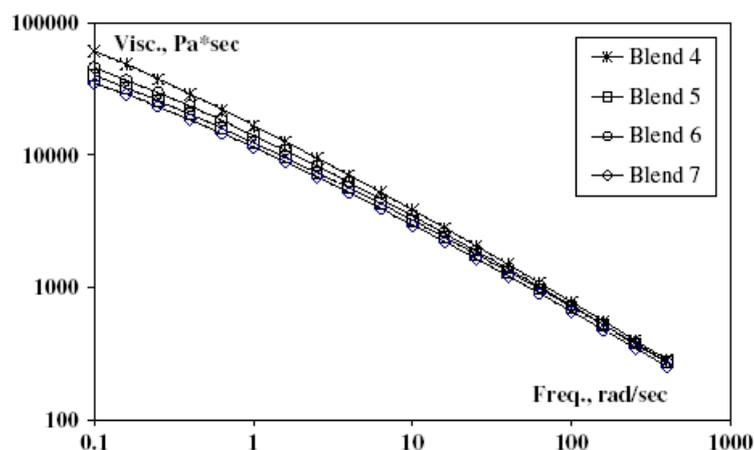


Figure 1-23 : Courbe d'écoulement des mélanges de RPE/GTR à différentes vitesses de mixage.

Plusieurs mélanges de GTR et RPE (Tableau 1-7) ont été préparés en fonction de la quantité des poudrettes dans le compound, la température et la vitesse de mixage, et le produit fini de chaque compound est obtenu par deux procédures de moulage ; moulage par compression à une température de 180°C, et moulage par extrusion. Les poudrettes de pneus recyclés ont été dévulcanisées par des contraintes thermomécaniques sans aucun agent chimique.

Dans une première partie, les mélanges 1–3 ont pour but d'étudier l'effet de la concentration de GTR sur les propriétés du produit fini. Le comportement rhéologique, Figure 1-21, montre qu'à faible taux de cisaillement, la viscosité augmente avec l'augmentation du pourcentage de GTR.

Quant aux propriétés mécaniques, Tableau 1-8, les compounds obtenus par moulage par compression (MC) et par injection (MI) montrent un comportement similaire. En général, à l'exception du module d'Young (E), le mélange obtenu par moulage par injection présente de meilleures propriétés mécaniques que le mélange obtenu par moulage par compression. Ceci, est dû à la pression importante exercée dans le cas du moulage par injection.

La Figure 1-22 reporte la viscosité des mélanges 5 et 6, pour comparaison avec les mélanges 1 et 2. Il est remarqué que la viscosité des mélanges préparés à 300°C, est inférieure à celle des mélanges préparés à 180°C.

On observe que la température de moulage a un effet négatif sur les propriétés mécanique du compound, particulièrement dans le cas de moulage par compression (Tableau 1-8). Une analyse similaire a été faite sur l'effet de la vitesse de mixage sur comportement rhéologique et mécanique des différents mélanges (Figure 1-23).

Les travaux présentés ici permettent de dégager certains aspects importants de l'influence de différents facteurs et l'apport de différentes matrices dans le comportement mécanique dynamique des composites GTR / polymère. Selon les articles, les études expérimentales diffèrent par la nature des thermoplastiques servant de liants et des techniques de mise en forme du mélange utilisées. Le Tableau 1-9 résume les différences qui existent entre ces études. La clé de la réussite dans l'agglomération des grains de caoutchouc est l'utilisation d'un liant organique. Le liant est supposé assurer un meilleur compromis entre la rigidité et la flexibilité. L'agglomérat résultant peut être considéré comme un matériau composite.

On s'intéressera à l'étude mélanges à base de poudrettes obtenues par recyclage mécanique ou thermomécanique avec des élastomères disponibles dans le marché tels que le polyéthylène de basse et de haute densité (LDPE et HDPE) ainsi que le copolymère d'éthylène acétate de vinyle (EVA).

Tableau 1-9 : Synthèse des travaux sur l'étude des propriétés mécaniques dynamiques.

Article	Composition des mélanges	Mélanges	Observations
Chang et Isayev (2001)	HDPE, pneu recyclé (GRT), pneu recyclé dévulcanisé par ultrason (DGRT), pneu recyclé révulcanisé (RGRT).	HDPE/GRT HDPE/DGRT HDPE/RGRT (réticulation dynamique)	- La réticulation dynamique améliore les propriétés mécaniques. - L'adhésion du mélange HDPE/RGRT (20/80%) est meilleure.
Radheshkumar et Karger-Kocsis (2002)	LDPE, élastomères (EPDM, SBR, NR), pneu recyclé (GTR <sup>R</sup> ), pneu recyclé dévulcanisé thermo-chimiquement (GTR <sup>DL</sup> ).	LDPE/élastomère/GTR <sup>R</sup> LDPE/élastomère/GTR <sup>DL</sup> LDPE/élastomère/GTR <sup>DL</sup> +S LDPE/élastomère/GTR <sup>DL</sup> +Ph LDPE/élastomère/GTR <sup>DL</sup> +DCP	- La dévulcanisation thermo-chimique augmente les performances mécaniques du mélange résultant. - Compatibilité d'élastomères : EPDM>SBR>NR.
Radheshkumar et Karger-Kocsis (2002)	Etude similaire de la précédente sauf que GTR <sup>DL</sup> est remplacé par GTR <sup>M</sup> (pneu recyclé révulcanisé thermo-mécaniquement).	/	/
Sombatsompop et Kumnuantip (2003)	Pneu recyclé, caoutchouc naturel (STRVS60 et STR20CV).	Pneu recyclé/caoutchouc nat Pneu recyclé/caoutchouc nat + vulcanisation.	La résistance à la déchirure est indépendante de la quantité de poudrettes de pneu recyclé entre 0-60% et elle chute brutalement à 80 %.
Kumnuantip et Sombatsompop (2003)	Etude similaire de la précédente.	/	Plus la quantité de poudrettes de pneu recyclé augmente plus le pic de la courbe $\tan(\delta)=f(T^{\circ}C)$ se déplace vers les hautes T <sup>°</sup> C et plus la viscosité diminue.
Scaffaro et al (2005)	Pneu recyclé GTR, polyéthylène recyclé RPE.	RPE/GTR à # températures. RPE/GTR à # vitesses de rotati. RPE/GTR obtenu par deux procédés de moulage (compression MC, et injection MD).	- Le produit obtenu par MI présente de meilleures propriétés que celles du produit obtenu par MC. - ↑ T <sup>°</sup> C de moulage ⇒ ↓ de la viscosité et des propriétés mécaniques.

### 1.2.2.2. Etude du comportement acoustique

Il est également important de noter que peu d'études sur les performances d'isolation phonique des matériaux issus du caoutchouc recyclé sont disponibles dans la littérature acoustique. Quelques études ont été effectuées sur des mélanges de caoutchouc recyclé et les propriétés acoustiques du matériau résultant. Ces études se sont généralement focalisées sur la modélisation du comportement acoustique, en particulier l'impédance et l'absorption acoustique de ces matériaux.

Ce paragraphe est une révision bibliographique concernant l'acoustique des matériaux absorbants aussi connus sous le nom matériaux poreux tels que les mousses et les matériaux granulaires. Un matériau poreux est un matériau constitué de deux phases : une phase solide (squelette) et une phase fluide (air). Les détails de la structure des deux matériaux poreux sont montrés dans la Figure 1-24. Un certain nombre de modèles empiriques et théoriques ont été spécialement développés pour des matériaux caoutchoutiques granulaires consolidés ou non.

Des travaux de thèse de Swift (Swift, 2000) suggèrent que les matériaux granulaires poreux peuvent être considérés comme une alternative à de nombreux absorbants fibreux et mousses actuels dans les applications du bâtiment. Dans les matériaux granulaires provenant de la filière de recyclage, une meilleure absorption peut être combinée avec de bonnes propriétés mécaniques et un très faible coût de fabrication. En effet, la poudrette de pneus recyclés est un matériau privilégié pour des applications d'isolation phonique. Avoir un matériau à fort potentiel pour des applications acoustiques conduit au développement d'un modèle empirique ou théorique pour optimiser ses performances d'absorption.

Dans la modélisation des matériaux poreux, le modèle le plus utilisé appelé Modèle de Biot-Allard-Johnson contient 9 paramètres. Ces paramètres se divisent en deux catégories, les paramètres acoustiques (résistivité, porosité, tortuosité, longueurs caractéristiques visqueuse et thermique) et les paramètres mécaniques (masse volumique, module d'Young, coefficient de poisson, facteur de perte).

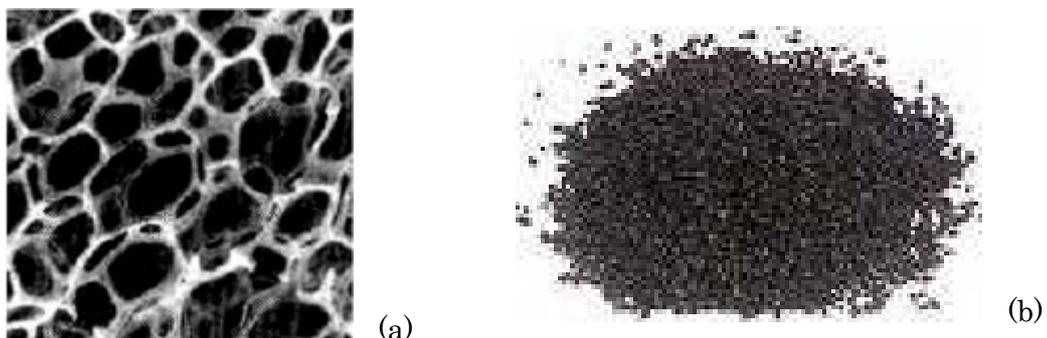


Figure 1-24 : Structure de différents matériaux poreux : (a) mousse réticulée, (b) matériau granulaire.

Tableau 1-10 : Valeurs moyennes du coefficient d'absorption des échantillons testés.

	Echantillon		
	I	II	III
Basses fréquences (100–315 Hz)	0.2	0.11	0.13
Moyennes fréquences (400–1250 Hz)	0.59	0.47	0.46
Hautes fréquences (1600–4000 Hz)	0.53	0.51	0.42

Asdrubali et al. (Asdrubali et al., 2008) propose une approche permettant l'optimisation du processus d'élaboration des grains de pneus recyclés consolidés pour une meilleure performance acoustique. La méthodologie utilisée consiste à évaluer le coefficient d'absorption en variant plusieurs paramètres, la taille des grains, la concentration du liant, l'épaisseur et le niveau de compactage de l'échantillon. Il a été observé que ces matériaux peuvent absorber efficacement le son si la taille des grains et la quantité du liant sont soigneusement choisis ainsi que l'épaisseur de l'échantillon est correctement ajusté en fonction de la gamme de fréquence d'utilisation (Swift et al., 1999). Cette étude a montré que l'absorption acoustique est inversement proportionnelle à la taille des grains. Le changement dans le coefficient d'absorption entre les grains de petite taille et les grains de grande taille est lié au changement de la résistivité à l'écoulement. En conséquence, une réduction de la taille moyenne des pores provoque une augmentation de la résistivité et la tortuosité.

Les pneus usagés ont été également testés comme matériaux de construction (Senadheera, 2000 ; Retterer et al., 2000) et revêtement pour obstacle acoustique (Zhu and Carlson, 2001 ; Pfretzchner et al., 1996). Sobral et al. (Sobral et al., 2003) ont étudié les composites à base de GTR. Les échantillons sont produits par un processus catalytique sous une température de 20 °C. Trois échantillons de mélange granulaire de tailles différentes ont été utilisés ; 0.5–1.5 mm (I), 2.0–3.0 mm (II) et 3.0–4.0 mm (III) avec de densité de 724.7 kg/m<sup>3</sup>, 643.2 kg/m<sup>3</sup> et 580.4 Kg/m<sup>3</sup> respectivement. Plusieurs expériences ont été effectuées, analyse de différentes variables supposées avoir une influence sur le résultat final, en particulier la taille des grains, la nature du liant et le pourcentage caoutchouc / liant. Les essais acoustiques montrent que les grains de taille 0.5–1.5 mm présente de meilleurs résultats que ceux obtenus avec les grains de taille 2.0–3.0 mm (Tableau 1-10).

Voronina et Horoshenkov (Voronina and Horoshenkov, 2004) ont investigué l'effet des propriétés non-acoustiques des matériaux granulaires de caoutchouc recyclé sur leurs caractéristiques en termes de l'impédance acoustique et la vitesse du son. Les propriétés non-acoustiques ici étudiées sont la taille des grains, la porosité, la tortuosité et la densité du grain de base. Ces effets sont importants qui peuvent être reliés à la valeur de la densité du matériau. Parmi les matériaux testés, un mélange de caoutchouc dont les caractéristiques sont : porosité 0.44, dimension des grains 3.2 mm, tortuosité 1.12 et résistivité 3200 Pa s m<sup>-2</sup>. Le modèle proposé a été utilisé pour étudier l'effet de la taille des grains sur le coefficient d'absorption. Le coefficient d'absorption du mélange avec des grains de petite taille est relativement constant dans la gamme de fréquence d'étude et la valeur maximale de l'absorption est typiquement limitée.

Hong et al (Hong et al., 2007) ont élaboré un nouveau matériau composite à base des poudrettes de pneus recyclés avec de bonnes propriétés d'atténuation acoustique. La densité du caoutchouc recyclé est de 1001.5 kg/m<sup>3</sup>. Les grains sont d'une forme

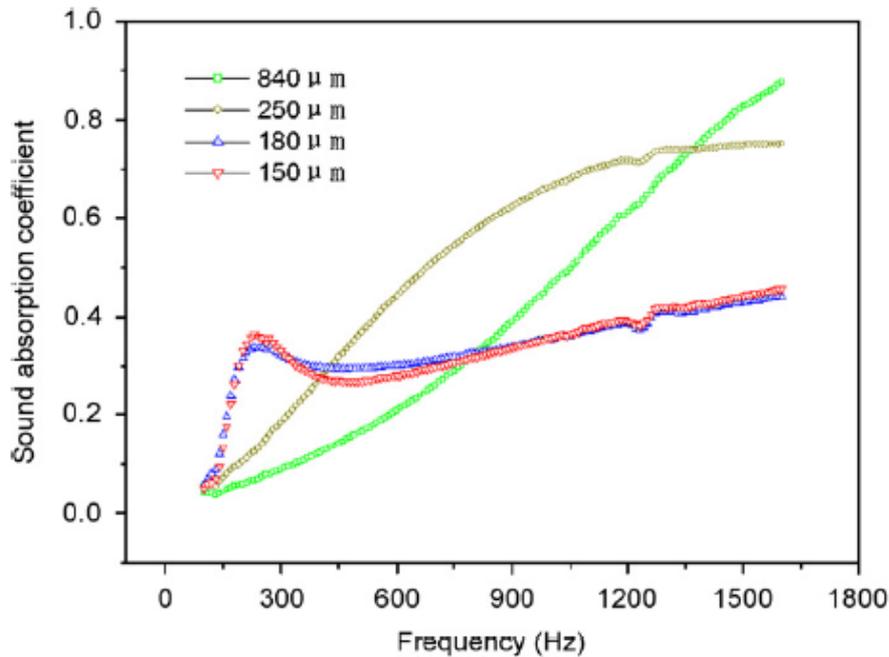


Figure 1-25 : Coefficient d'absorption des couches de poudrettes de caoutchouc recyclé avec différentes tailles de grains.

irrégulière de taille entre 150 et 840  $\mu\text{m}$ . Des essais acoustiques ont été conduits sur des matériaux granulaires et multicouches grains – mousse. La Figure 1-25 montre le coefficient d'absorption des mélanges granulaires de caoutchouc recyclé de différentes tailles de grains (150, 180, 250 et 840  $\mu\text{m}$ ) dans la plage de fréquence de 100 à 1600 Hz. L'épaisseur de la couche granulaire est de 30 mm. Il a été démontré que les matériaux granulaires ont un coefficient d'absorption supérieur à celui d'un matériau poreux absorbant de mêmes épaisseurs dans les basses fréquences (Okudaira et al., 1993). On distingue clairement un pic dans le coefficient d'absorption apparaît aux environs de 200 Hz pour les couches de grains de tailles 150 et 180  $\mu\text{m}$ . Il est avantageux d'utiliser les particules de caoutchouc recyclé comme absorbant acoustique dans les basses fréquences. Cet avantage est dû aux deux mécanismes majeurs liés au frottement entre l'air et les particules, d'une part, et au frottement entre les particules elles-mêmes, d'autre part. Ces résultats ont confirmés que les poudrettes de caoutchouc recyclé contribuent efficacement à l'absorption acoustique dans les basses fréquences. De hautes performances peuvent être obtenues en combinant les couches de grains de petite, moyenne et grande tailles. Cela fera l'objet d'un composite multicouche de granulés ou de multicouches grains – mousse.

Les phénomènes traités dans ces travaux dépendent cependant de la taille des grains. Bien que les efforts d'utiliser des pneus recyclés dans des applications acoustiques considèrent seulement l'aspect granulaire, la discussion tendra nécessairement vers l'étude des effets de la taille, de la densité des grains, ainsi que de l'épaisseur des couches dans le cas de multicouche granulaire. Ceci permettra en effet de mieux utiliser les poudrettes de pneus recyclés dans des applications bien définies. En visualisant indépendamment les performances acoustiques de GTR, il est possible d'élaborer un composite par un choix judicieux de la matrice polymère. Cette étude permet de reconstituer la littérature sur le sujet car aucun article portant sur l'élaboration des mousses GTR / polymère ayant des performances acoustiques d'origine post-consommation n'a été trouvé.

### 1.2.2.3. Synthèse et orientation des travaux

La poudrette recyclée a été mélangée avec un ou plusieurs liants afin de fabriquer de nouveaux matériaux. L'influence du type de thermoplastique (liant) utilisé, du pourcentage de poudrette de pneu recyclé ainsi que les paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques du produit résultant, ont été étudiés. Des agents chimiques sont utilisés pour modifier l'interface charge – matrice et augmenter l'adhérence.

Le but premier d'incorporer des GTR dans une matrice est de transférer la charge du matériau le plus faible au matériau le plus fort. Il faut cependant réaliser que leur interface ne sera pas parfaite. De plus, la théorie au sujet des mousses doit également être étudiée. Il est alors question des phénomènes de nucléation et de croissance cellulaire ainsi que de leur relation avec les propriétés finales de la pièce.

Seules les études faites par Scaffaro (Scaffaro et al., 2005) évoquent un procédé de fabrication des mélanges de type industriel que nous nous proposons d'utiliser qui consisterait à confectionner des compounds poudrettes – matrice par extrusion de jones et granulation.

Ensuite, ces compounds seraient injectés sous formes d'éprouvettes en forme d'haltères normalisées (ISO 527) ou sous forme de carreaux (145 mm x 145 mm x 8K mm). Nous nous proposons de confectionner des compounds hautement chargés en poudrettes de pneus (sup à 50%). La matrice utilisée sera un copolymère d'Ethylène Acétate de Vinyle (EVA). Cette matrice a l'avantage d'être compatible avec tout type de charge car elle est constituée de segments hydrophobes (PE) et hydrophiles (Acétate de Vinyle). Ainsi nous ne pratiquons pas de modifications chimiques. Enfin, des analyses ATG seront effectuées pour déterminer les températures maximales de process de façon à ne pas modifier la nature de la charge et de la matrice.

La première stratégie consistera à évaluer les performances d'amortissement vibratoire et d'atténuation acoustique des poudrettes de pneus recyclés vierges et compound obtenus par extrusion. L'étude dynamique concernera l'amortissement des structures vibrantes par matériaux granulaires issus du recyclage. Ce concept passif permettra de quantifier l'apport en amortissement des GTR et leurs mélanges. La deuxième stratégie consistera en l'étude des capacités d'absorption acoustique de ces matériaux granulaires dans les deux cas mono et multicouches. Enfin, la caractérisation du comportement vibroacoustique des plaques injectées à partir des mélanges GTR / polymère en présence ou non d'un agent gonflant. L'utilisation de l'agent gonflant a pour but la fabrication d'un matériau poreux afin d'optimiser les propriétés vibroacoustiques des plaques injectées.

Les résultats expérimentaux peuvent être un repère de choix de matériaux thermoplastiques et des techniques de mélange avec la poudrette de pneus recyclés en fonction des propriétés du produit final recherchées. Pour la fabrication des produits à base de poudrettes de pneus recyclés, il serait avantageux d'utiliser un pourcentage en poudrettes le plus élevé possible en vue de diminuer l'impact négatif sur l'environnement ainsi que le coût de production.

---

## Références

- ADEME – ETRA (European Tyre Recycling Association), 1999. Pneumatiques usagés – Metz. La gomme sur la valorisation, Journées techniques ADEME – ETRA, recueil des interventions. Paris, 192 p
- ADEME, 2000. Etude de marché des granulats, poudrettes et déchetes de pneus usagés en France, Rapport final.
- J. P. Antoine, 2002. Microphone®, Citychape®, Drainophone®, Epsibel®. Une gamme complète de revêtement silencieux, revue RGRA (revue générale des routes et aérodrome).
- F. Asdrubali, F. D'Alessandro and S. Shiavoni, 2008, "Sound absorbing properties of materials made of rubber crumbs". ACOUSTICS2008, June 29-July 4, Paris.
- K. H. Chang and A. I. Isayev. Plastic/Rubber Blends of Ultrasonically Devulcanized GRT with HDPE. *J. Elastomers and Plastics*. 33, 47 (2001).
- Clean Washington Center, 1996. Best Practices in Scrap Tires and Rubber Recycling. Hot Molding, 112 p.
- R. D. Deanin and S. M. Hashemiolya, *Polym. Mater. Sci. Eng.*, 8, 212 (1987).
- EPA, 1994. Recycling and Reuse of Material Found on Superfund Sites, 92 p.
- ETRA (European Tyre Recycling Association), 1999. La valorisation des pneumatiques usagés. Brochure ETRA/ADEME, 16 p.
- P. J. Flory and J. Rehner. *J. Chem. Phys.* 18, 108 (1950).
- Z. Hong, L. Bo, H. Guangsu, and H. Jia, 2007, "A novel composite sound absorber with recycled rubber particles", *Journal of Sound and vibration* Vol. 304, pp. 400–406.
- U. S. Ishiahu, C. S. Hong and H. Ismail. *Polym. Test.* 18, 621 (2000).
- U. S. Ishiahu, C. S. Hong and H. Ismail. *Polym. Test.* 19, 507 (2000).
- C. Kumnuantip and N. Sombatsompop. Dynamic Mechanical Properties and Swelling Behaviour of NR/Reclaimed Rubber Blends. *Materials Letters*. 57, 3167 (2003).
- Lang, Anna F., Jeffrey D. Sargent., 2002, "The Use of Recycled Tire for Base Isolation for Application in Developing Nations." California Polytechnic State University in San Luis Obispo.
- H. S. Liu, C. P. Richard, J. L. Mead and R. G. Stacer, 2000. Development of Novel Applications for Using Recycled Rubber in Thermoplastics, Technical Report # 18. Chelsea Center for Recycling and Economic Development, University of Massachusetts Lowell, 38 p.
- Y. Okudaira, Y. Kurihara, H. Ando, et al. « Sound absorption measurements for evaluating dynamic physical properties of a powder bed » *Powder Technology* 77 (1993) 39–48.
- J. Pfretzschner, F. Simón, A. Moreno, C. Colina, R. Rodriguez, Absorbing acoustic screens made of crumb rubber, *Revista de Acustica* 27 (1996) 259–262.
- Phadke, A. A.; De, S. K. *Polym Eng Sci* 1986, 26, 1079.

Pittolo, M.; Burford, R. P. *J Mater Sci* 1986, 21, 1769.

C. Radheshkumar and J. Karger – Kocsis. Thermoplastic Dynamic Vulcanisates Containing LDPE, Rubber, and Thermochemically Reclaimed Ground Tyre Rubber. *Plastics, Rubber and Composites*. 31, 99 (2002).

C. Radheshkumar, I. Fuhrmann and J. Karger – Kocsis. LDPE – based Thermoplastic Elastomers Containing Ground Tire Rubber with and without Dynamic Curing. *Polymer Degradation and Stability*. 76, 137 (2002).

P. Rajalingam, J. Sharpe, and W. E. Baker, “GROUND RUBBER TIRE / THERMOPLASTIC COMPOSITES: EFFECT OF DIFFERENT GROUND RUBBER TIRES” *Rubber Chem. Technol*, 66, 664-692 (1993).

RECYC – QUEBEC, 2001. Nouvelles applications au caoutchouc recyclé, phase 1,39 p.

T.A. Retterer, M.S. Hossain, P.W. Jayawickrama, Use of waste tires in the design and construction of earth retaining structures, in: Abstracts of the Fall 2000 Meeting of ASCE, El Paso, TX, 2000.

A. Samagaio, M.J.C. Palma, An experimental and theoretical study of a noise barrier in Leca®, in: Proceedings of the Inter-Noise’99, 1999, pp. 461–466.

R. Scaffaro, N. Tzankova Dintcheva, M. A. Nocilla and F. P. La Mantia. Formulation, Characterization and Optimization of the Processing Condition of Blends of Recycled Polyethylene and Ground Tyre Rubber: Mechanical and Rheological Analysis. *Polymer Degradation and Stability*. 90, 281 (2005).

S.P. Senadheera, Scrap tires as a construction material, in: Abstracts of the Spring 2000 Meeting of ASCE, Austin, TX, 2000.

Sobral, M, Samagaio, A. J. B., Ferreira, J. M. F., and Labrincha, J. A., 2003, “Mechanical and acoustical characteristics of bound rubber granulate.” *Journal of Materials Processing Technology* Vol. 142, pp. 427–433.

N. Sombatsompop and C. Kumnuantip. Rheology, Cure Characteristics, Physical and Mechanical Properties of Tire Tread Reclaimed Rubber/Natural Rubber Compounds. *J. App. Polym. Sci*. 87, 1723 (2003).

M. J. Swift, P. Bris, and K. V. Horoshenkov, “Acoustic absorption in re-cycled rubber granulate” *Applied Acoustics* 57 (1999), pp. 203–212.

M. J. Swift, “The physical properties of porous recycled materials. PhD thesis, University of Bradford, December 2000.

Tipanna, M.; Kale, D. D. *Rubber Chem Technol* 1997, 70, 815.

H. Zhu, D. Carlson, A spray based crumb-rubber technology in highway noise reduction application, *J. SolidWaste Technol. Manage*. 27 (1) (2001) 122.



## 2. Préparation des compounds et élastomères thermoplastiques

---

## 2.1. Introduction

---

La littérature spécialisée a décrit de nombreux composés thermoplastiques chargés de matériaux de caoutchouc recyclé ainsi que leurs procédés d'obtention, qui concernent aussi bien des composés thermoplastiques chargés non expansés qu'expansés, se présentant dans ce deuxième cas sous l'aspect de masses plastiques contenant de fines inclusions gazeuses. L'introduction de charges de GTR (Adhikari et al., 2000) dans les divers composés thermoplastiques du type polyéthylène basse densité (LDPE) poursuit des objectifs divers pour répondre aux demandes des industries telles que par exemple le génie civil. L'élaboration vise à disposer de produits de caractéristiques spécifiques telles que légèreté, rigidité, résistance aux chocs mécanique et thermique, isolation phonique, résistances suffisantes à la flexion, traction, compression ou autres caractéristiques physiques importantes.

Diverses matrices destinées aux composés à base GTR sont évoqués dans plusieurs revues et articles, telles que le caoutchouc naturel (Li, 2005), polymère polyuréthane (Sulkowski, 2004), polychlorure de vinyle (PVC) (Tipanna, 1997) ...

Dans cette partie, sont présentés les différents composés des mélanges, la caractérisation thermogravimétrique effectuée sur la charge et la matrice ainsi que sur l'agent d'expansion, les techniques de mise en œuvre et de mise en forme. Cette section a pour but de définir la démarche expérimentale utilisée afin de mener à bien la fabrication des produits. Pour ce faire, il faut d'abord définir les caractéristiques des matériaux utilisés. Ensuite, les étapes de la mise en œuvre sont expliquées afin d'assurer la reproductibilité des résultats. Enfin, il sera également question des méthodes de caractérisations morphologique et physique.

Le but de notre étude est de développer des produits à base de poudrettes de pneus recyclés et de mettre en place une relation entre les paramètres de mise en forme et les performances acoustiques de ces nouveaux matériaux. Des études numériques et expérimentales seront effectuées qui ont pour but d'optimiser ces nouveaux matériaux et leurs applications dans des domaines tels que le bâtiment, l'automobile et l'aéronautique comme des absorbants acoustiques pour réduire le niveau de bruit par exemple. Afin d'en venir à l'étude des propriétés vibroacoustiques des structures élaborées à partir de poudrettes de pneus recyclés, nous allons, tout d'abord, commencer par la phase d'élaboration des produits en déterminant quelques paramètres liés à la fabrication tels que la température et la vitesse de plastification.

Dans une première partie, les caractéristiques générales des constituants ainsi que celles de l'agent d'expansion utilisé seront abordées en présentant les données expérimentales réalisées dans cette étude relatives notamment à la température de dégradation, ainsi que les propriétés morphologiques des polymères de départ.

La seconde partie sera consacrée aux conditions d'élaboration des mélanges. Après une présentation du matériel, la procédure suivie pour choisir les paramètres d'élaboration des mélanges (profil de température et vitesse de cisaillement) sera détaillée.

L'élaboration de ces matériaux composites est réalisée à l'Institut de Formation Technique Supérieure (IFTS – Laboratoire d'Etude des Matières Plastiques en Emballage « LEMPE ») qui dispose des équipements complets de mise en œuvre et de mise en forme, tandis que la caractérisation du comportement vibroacoustique est réalisée à l'Ecole Centrale de Lyon (ECL – Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes « LTDS »).

---

## 2.2. Analyse des constituants

---

Les poudrettes de pneus recyclés (GTR) sont mélangées avec un copolymère d'éthylène acétate de vinyle (EVA) d'une part et de polystyrène (PS) d'autre part. Plusieurs mélanges ont été effectués avec et sans agent d'expansion ( $\text{NaHCO}_3$ ) qui permet de créer des bulles à l'intérieur du matériau.

Cependant, il est nécessaire de bien connaître l'histoire de leur mélange pour espérer comprendre, maîtriser et optimiser le comportement vibroacoustique du polymère composite. Nous présentons la méthode utilisée pour la préparation des différents mélanges GTR / polymères avec et sans agent d'expansion. Au préalable des données concernant les composants des mélanges et le procédé de mélange seront présentés.

L'étude des caractéristiques des différents constituants s'appuie principalement sur l'analyse thermogravimétrique afin de déterminer la température de mise en œuvre et de mise en forme. Plusieurs techniques thermiques sont utilisées pour l'étude des propriétés des polymères, caoutchouc et composites et déterminer les paramètres cinétiques de leurs processus de stabilité et décomposition telles que l'analyse différentielle thermique (DTA : *differential thermal analysis*) (Manley, 1989). L'analyse thermogravimétrie (TGA: *thermogravimetric analysis*) est l'une de ces techniques. Elle mesure le changement de masse en fonction de la température ou du temps. Selon Industrial Research (2004), ce type d'analyse peut être utilisé pour déterminer la température de décomposition d'une substance, la quantité d'eau liée dans un échantillon ou la fraction organique dans un matériau autrement inorganique. La Figure 2-1 montre le schéma expérimental de l'appareil de mesure TGA généralement utilisé pour étudier le comportement des polymères sous différentes atmosphères telles que l'air, l'oxygène et l'azote.

Des expériences sont couramment effectuées dans des conditions où la température de l'échantillon augmente linéairement avec le temps. La thermogravimétrie est utilisée pour analyser quantitativement la composition des polymères et prédire la durée de vie de ceux-ci (Price et al., 2000). L'appareil utilisé dans le cas présent, le TGA-DTA/NETZSCH STA 409 associé à un système de contrôle TASC 414 (Figure 2-2), a permis de déterminer la température de décomposition des matériaux utilisés par la suite. Le balayage en température a été effectué à un taux de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ , entre  $25$  et  $800^\circ\text{C}$ , sous atmosphère d'air. Cet appareil combine les deux techniques d'analyses souvent utilisées

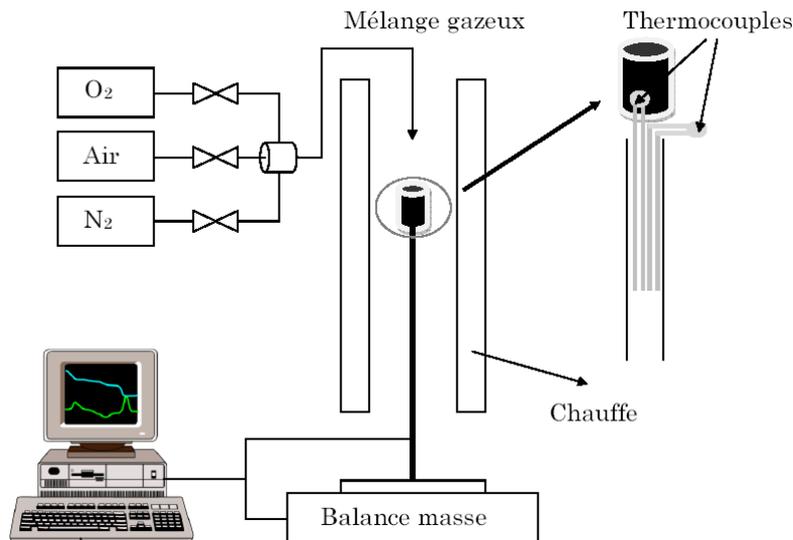


Figure 2-1 : Représentation schématique de l'appareil expérimental

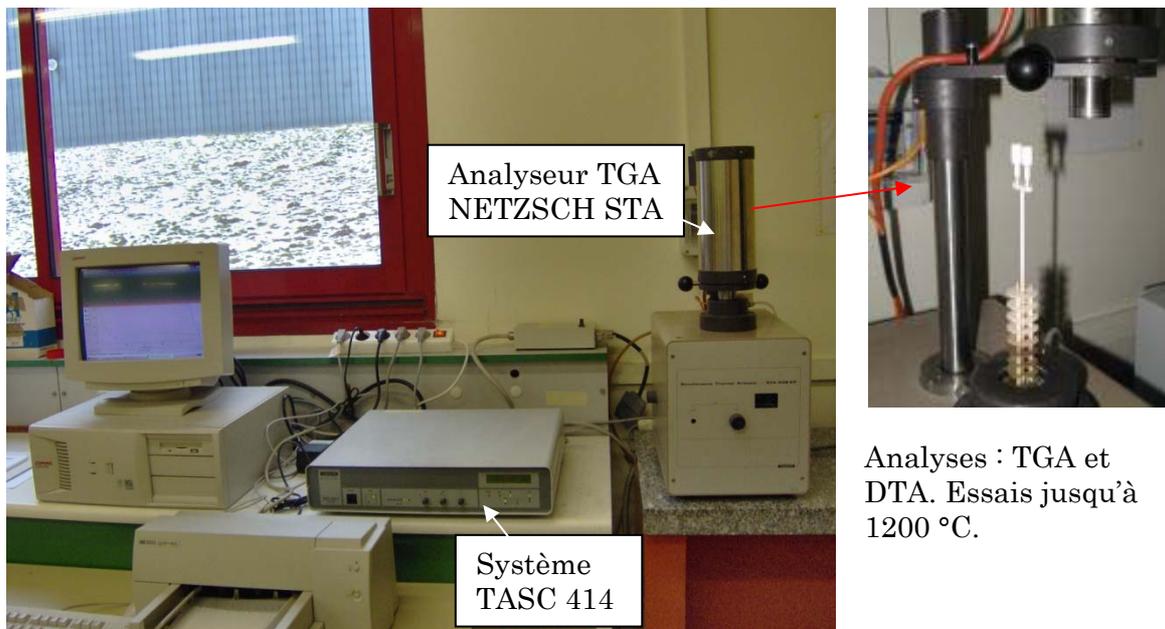


Figure 2-2 : Analyseur de thermogravimétrie NETZSCH STA associé à un système de contrôle TASC 414

TGA / DTA pour fournir les moyens d'étudier les réactions de la composition des polymères. L'analyse thermique différentielle est basée sur les réactions thermiques qui se produisent lorsqu'un élément minéral est chauffé. La courbe enregistre les décompositions (réactions endothermiques généralement en signe -) mais aussi les combustions (réactions exothermiques, en signe +). Les matériaux utilisés dans ce travail sont: GTR (Ground Tire Rubber), EVA (Ethylene Vinyl Acetate), PS (Polystyrene), et l'agent d'expansion NaHCO<sub>3</sub> (Bicarbonate de soude).

### 2.2.1. Poudrettes de Pneus recyclés (GTR) – Matière première

La plupart des fournisseurs de poudrettes de pneus recyclés offrent de nombreux granulométries et types de matières premières. Les facteurs qui influencent les caractéristiques du composite GTR / polymère sont, entre autres, la taille des grains et leurs origines. La taille des poudrettes de pneus recyclés commerciales varie entre 20 et 200 mesh<sup>§</sup>. Le développement des connaissances des particularités des GTR a permis d'en faire un meilleur usage et de tirer profit de leur prix avantageux, de leur poids plus léger et de leur caractéristique mécanique comme la résistance à la compression. Actuellement, la recherche technologique dans le domaine du traitement des pneus usagés tend vers l'utilisation de la technique de cryogénie afin d'obtenir des poudrettes de petite taille (< 300 µm).

Les poudrettes de pneus constituent la charge. Se sont des particules fines de taille moyenne de 300µm, commercialisées par GRANUGOM (Belgique). On ne connaît pas parfaitement la composition des poudrettes de pneus recyclés ni le processus de transformation de ses structures sous l'effet de la température. Durant la phase de mise en œuvre, nous désirons de ne pas modifier la structure de la charge, c'est pourquoi une analyse thermogravimétrique est nécessaire pour déterminer la température à laquelle la structure de GTR commence à se décomposer. Des analyses similaires ont été effectuées sur les pneus recyclés utilisés comme combustible. Il a été constaté que la combustion de 1 mg de pneumatique usagé donne environ 800 kg de vapeur ou 1200 kW d'énergie électrique (Makarucha, 2001). En ce qui concerne le problème de la compatibilité des GTR, l'influence de la matrice polymère sur les propriétés du produit fini composite a été étudiée.

La courbe d'analyse thermogravimétrique de GTR est reportée sur la Figure 2-3. L'analyse a abouti à la détermination d'une température seuil au-delà de laquelle la structure de GTR subit une réelle décomposition, (environ 250°C). La courbe en trait vert, correspond à l'analyse DTA, montre que la dé-vulcanisation (clivage partiel ou total des ponts carbone – soufre) des GTR se produit à 176°C.

Contrairement aux travaux antérieurs (Radheshkumar, 2002 ; Scaffaro, 2005) qui ne justifient pas la valeur de la température d'extrusion (ou d'injection). Cette analyse nous a permis de fixer un paramètre essentiel qui est la température de mise en œuvre de GTR (T<176°C).

En se reportant aux données de la littérature (Sulkowski et al., 2004), la perte de masse au-dessous de 250°C sur la ATG des GTR correspond à leur température de décomposition. Dans le cas présent, la température de décomposition thermique complète est aux environs de 750°C. Il est nécessaire de signaler que les propriétés des GTR dépendent fortement de leurs origines (composition du pneu) ainsi de leur processus de recyclage.

---

§ Ce terme est associé au nombre de mailles par pouce linéaire de la toile d'un tamis fin.

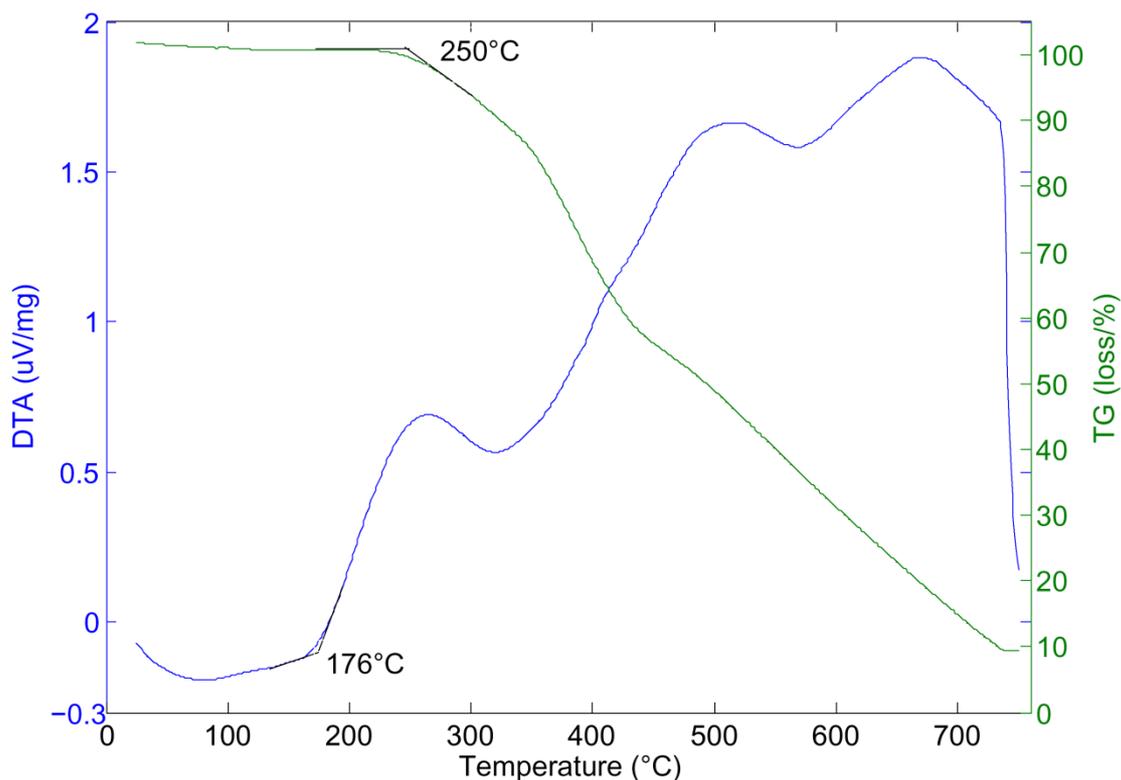


Figure 2-3 : Analyses TGA / DTA des GTR

### 2.2.2. Ethylène vinyle acétate (EVA)

La matrice doit présenter une assez bonne compatibilité avec la charge mais aussi une faible viscosité à une température inférieure à la température de dévulcanisation de la charge pour faciliter la dispersion de celle-ci. Le choix s'est porté sur le copolymère éthylène acétate de vinyle (EVA) qui contient des enchaînements PE (polyéthylène) hydrophobes et des maillons acétate de vinyle VA hydrophiles. L'EVA (Ethylene Vinyl Acetate) avec différents pourcentages en acétate de vinyle (VA) est très utilisée, spécialement dans la production des câbles, tuyauterie, ruban adhésif (European Adhesives, 2004). Le Tableau 2-1 reporte les caractéristiques de l'EVA 28-40.

Tableau 2-2 : Caractéristiques de l'EVA Evatane 28-40 (ATO FINA).

EVA EVATANE 28 – 40 (ATO FINA)	
Indice de fluidité (190°C, 2.16Kg) (gr/10min)	35 – 45
Acétate de vinyle (%)	27 – 29
Température de fusion (°C)	72
Dureté (Shore A)	76
Résistance à la rupture (MPa)	11
Déformation à la rupture (%)	700 – 1000
Densité (kg/m <sup>3</sup> )	950

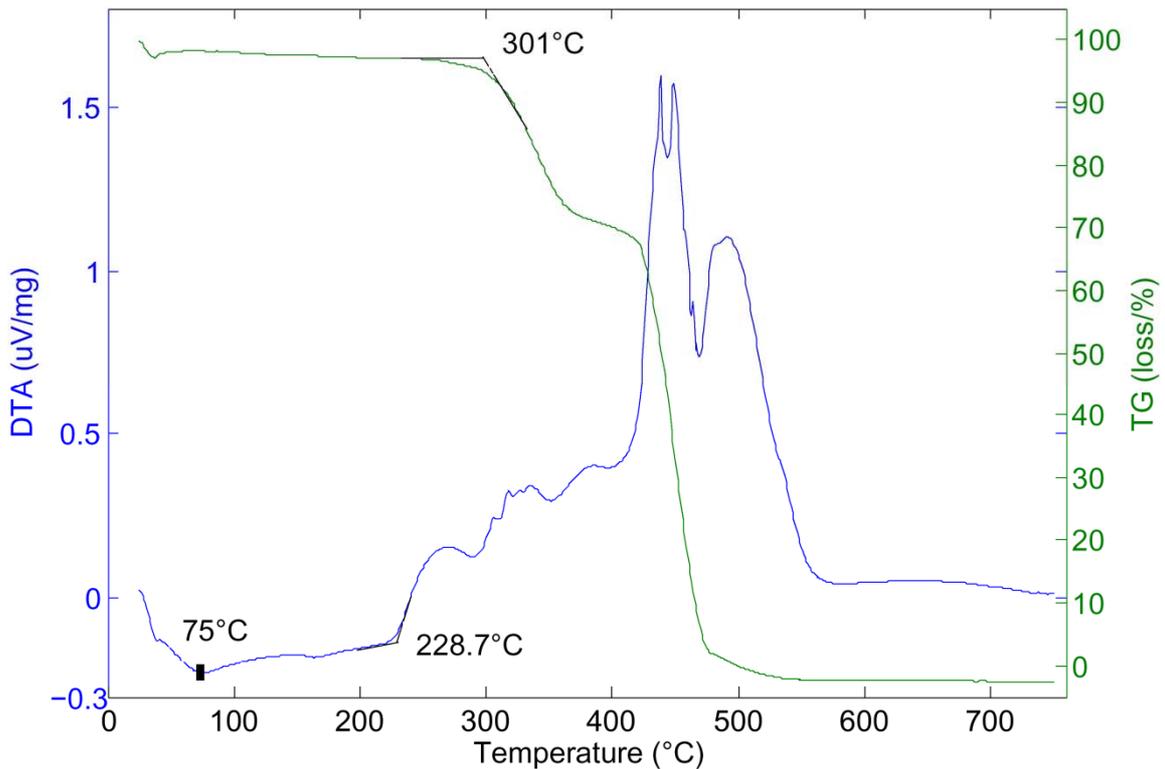
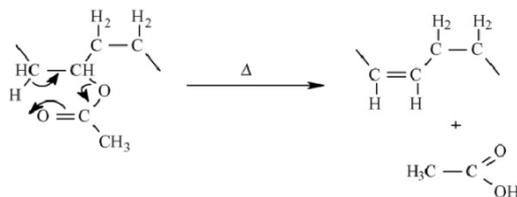


Figure 2-4 : Analyses TGA / DTA de EVA EVATANE 28–40 (ATO FINA)

La courbe TGA (trait bleu) de l'EVA réalisée dans cette étude a une forme similaire avec celle dans la littérature (Soudais et al., 2007). Les courbes de thermogravimétrie de EVA 28–40 montrent un début de dégradation thermique significative à une température supérieure de 310°C suivie d'un deuxième point de descente correspond à la deuxième température de perte en masse aux environs de 410°C. Au-delà de cette température, la perte de poids augmente fortement. Il a été prouvé que, dans la première plage de température (c'est-à-dire entre 310 et 410°C), la décomposition thermique est attribuée à la libération d'acide acétique.



Le point de fusion de ce copolymère est à 75°C, tandis que sa température de début d'oxydation est à 229°C (Figure 2-4, courbe verte). Afin d'éviter toute modification de la structure de la charge ou la matrice, nous nous proposons donc de travailler à une température supérieure à la température de fusion de l'EVA et inférieure à la température de dé-vulcanisation des PR. Par suite, la température de mise en œuvre sera telle que  $75^{\circ}\text{C} < T < 176^{\circ}\text{C}$ .

### 2.2.3. Polystyrène (PS)

Le polystyrène (PS) est la résine thermoplastique la plus communément moussée. Il est utilisé dans la conception de meubles, hauts parleurs, jouets et matériel informatique. C'est un plastique dur et cassant utilisé pour de nombreux types de boîtes, les boîtiers CD notamment. le polystyrène "choc" ou HIPS (high impact polystyrène). Le polystyrène est solide à 20°C, pâteux à 120°C et fondant à 160°C. Dans notre étude, ce plastique est utilisé seulement dans la fabrication de compounds. La température de transition du polystyrène utilisé est à  $T_g = 90^\circ\text{C}$ .

### 2.2.4. Agent d'expansion ( $\text{NaHCO}_3$ )

L'agent d'expansion choisi pour ce projet est l'hydrogénocarbonate de sodium ( $\text{NaHCO}_3$ ) connu également sous le nom de bicarbonate de sodium. Le bicarbonate de sodium est mis sur le marché sous forme de poudre blanche dont la taille moyenne des particules peut varier entre 15 et 300  $\mu\text{m}$ . Le bicarbonate de sodium commence sa décomposition à 110°C en libérant le  $\text{CO}_2$ , avec une décomposition totale à 190°C. Donc, son point de fusion est de 81°C (Lide, 1994 ; McEvoy, 1994). Sous l'effet de la chaleur, on donne ci-dessous deux équations chimiques susceptibles de traduire cette décomposition :

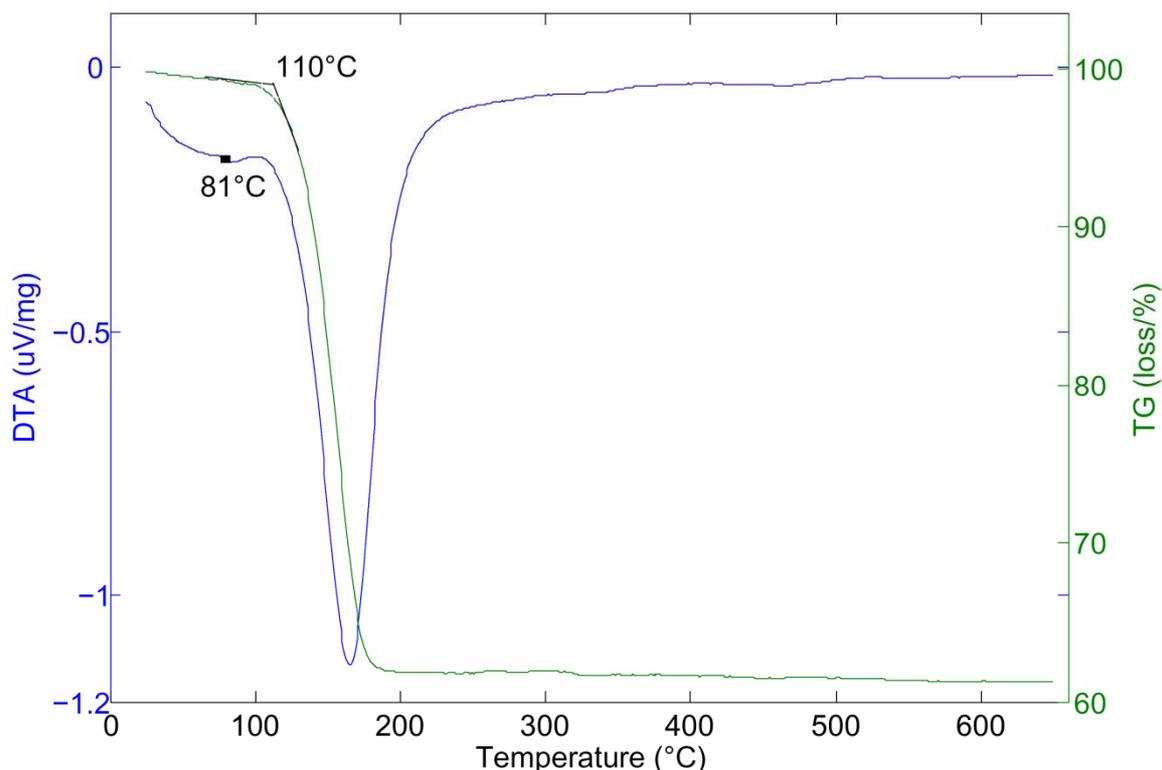
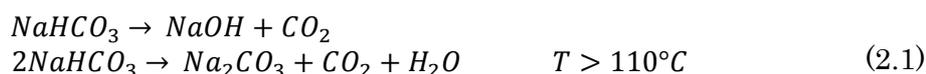


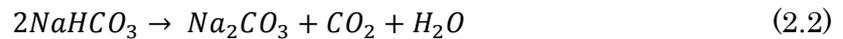
Figure 2-5 : Analyses TGA / DTA de  $\text{NaHCO}_3$

## 2.2. Analyse des constituants

---

A la température de réaction, CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O sont sous forme gazeuse. Cette température de réaction a été déterminée par une analyse thermogravimétrique (Figure 2-5). Nous observons un changement d'état de NaHCO<sub>3</sub> vers 81,7°C. Puis, une perte de masse de l'agent d'expansion qui se manifeste à 110°C. On a mesuré une masse m<sub>0</sub>= 27.30 mg de bicarbonate de sodium en poudre.

Après avoir chauffé l'échantillon à 800°C avec une vitesse de 10 °C/min, on constate que la masse du solide résiduel est quasi-constante pour des températures supérieures à 200°C. Le bicarbonate de sodium se décompose sous l'effet de la chaleur en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), en eau (H<sub>2</sub>O) et en carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> : solide blanc) :



*Remarque* : L'ATG faite jusqu'à 1100°C met en évidence que  $Na_2CO_3 \rightarrow Na_2O + CO_2$  à  $T > 800^\circ C$ .



---

## 2.3. Les procédés d'élaboration

---

Nous présentons dans cette section la méthode utilisée pour la préparation des mélanges (compounds) ainsi que la fabrication des composites GTR / EVA avec et sans agent d'expansion ( $\text{NaHCO}_3$ ) afin d'étudier l'influence de ce dernier sur les performances mécanique vibroacoustique du produit résultant. Des matériaux composites GTR / EVA moussés ont été produits par une méthode de moulage par injection. En particulier, les composites sont constitués de poudrettes de pneus recyclés (GTR) et d'une matrice d'éthylène acétate de vinyle (EVA). La décomposition thermique du bicarbonate de sodium ( $\text{NaHCO}_3$ ), agent gonflant, fournit le gaz nécessaire à la formation de la mousse.

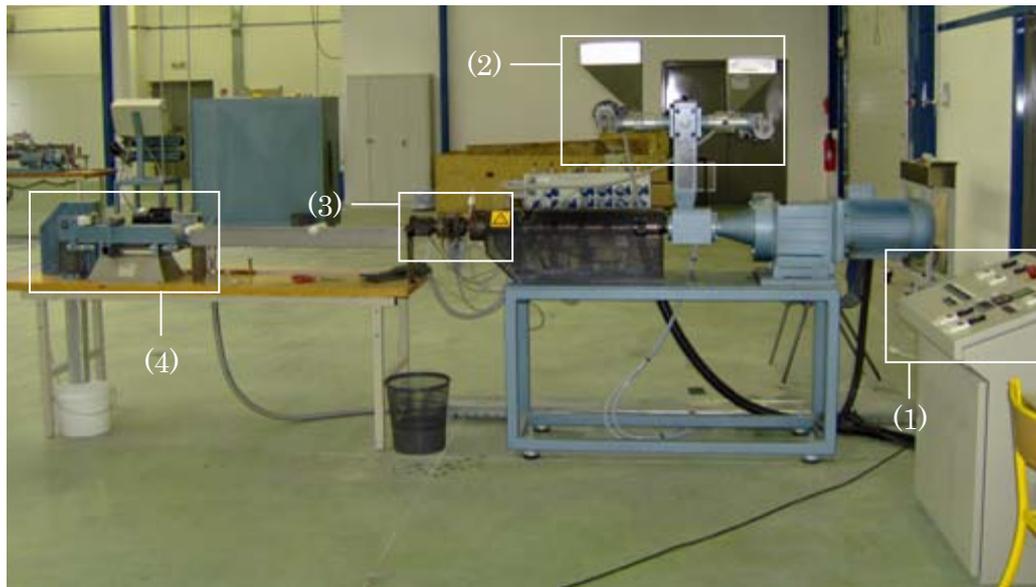
La mise en œuvre de composites à parti de GTR comporte quatre étapes. Il faut d'abord mélanger les poudrettes de pneus recyclés avec la matrice polymère dans une extrudeuse munies de deux trémies d'alimentation. Ensuite, la matrice est extrudée avec l'agent d'expansion. La troisième étape consiste au moulage par injection du composite GTR / polymère avec le mélange matrice /  $\text{NaHCO}_3$  afin de produire un produit moussé. La pièce refroidie est retirée du moule, détachée des canaux d'alimentation et découpée pour permettre l'analyse des propriétés physique vibroacoustique.

Les appareils de mélange développés pour l'industrie des polymères sont nombreux. Certains ont pour seule fonction d'effectuer des mélanges, d'autres sont conçus à la fois pour mettre en œuvre des polymères et pour les mélanger (machine d'extrusion). L'extrusion est le plus important des procédés de mise en forme des produits finis (film, plaque, profilé, tube etc.). Elle peut aussi être utilisée pour des étapes intermédiaires du procédé de fabrication : compoundage et granulation. Ces deux caractéristiques de l'extrusion seront utilisées dans notre travail pour la fabrication des compounds<sup>§</sup>. Le mélange extrudé est broyé afin d'obtenir des granulés qui vont ensuite être conduits pour injection. Cette méthode est adoptée dans notre étude vis-à-vis de la préparation des mélanges qui vise à homogénéiser le produit fini injecté (Scaffaro, 2005).

Dans ce qui suit l'élaboration des compounds et élastomères thermoplastiques depuis le compoundage qui a été réalisée à l'aide d'une extrudeuse mono-vis type Axon BX 25 (Figure 2-6).

---

§ Le mot compound ici correspond à un mélange granulaire de GTR / matrice obtenu par extrusion.



Ligne de Compoundage



(1) : Pupitre de commande



(2): Trémies et doseurs



(3) : Filière à joncs

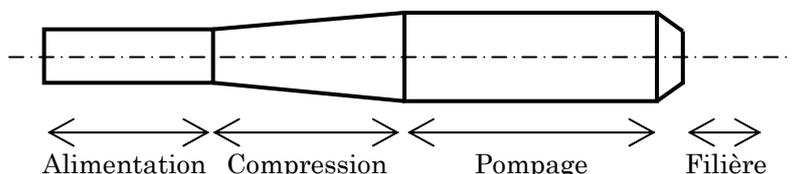


(4) : Granulateur

Figure 2-6 : Extrudeuse Axon BX 25 (Sweden)

L'extrudeuse est constituée principalement d'une vis d'Archimède tournant en continu à l'intérieur d'un fourreau chauffé. La vis est divisée habituellement en trois sections :

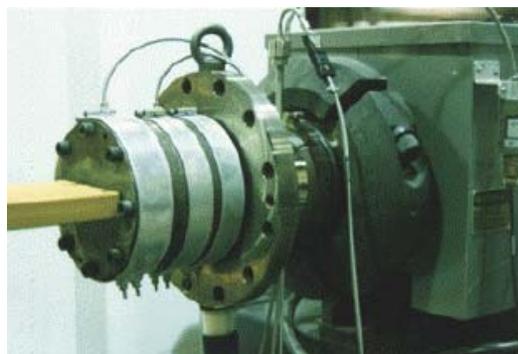
- section d'alimentation : dans cette zone, le polymère reste solide.
- section de compression : cette zone assure la fusion du polymère.
- section de pompage : cette zone permet l'homogénéisation du polymère fondu.



La première fonction que la vis doit assurer, c'est l'alimentation et le transport de la matière solide compactée. Le transport et le compactage s'effectuent le long des premiers filets. Le canal de la vis est rempli de granulés solides qui sont comprimés les uns contre les autres, au fur et à mesure que la pression se développe. Le déplacement de la matière résulte de l'action des filets de la vis sur la matière qui frotte ou adhère à la paroi interne du cylindre.

Dans la section de compression, le mécanisme de fusion de la matière commence par contact avec la paroi chaude. Un film de matière fondue se forme entre le lit solide et la paroi du fourreau. La chaleur nécessaire à la fusion de la matière est fournie par conduction, d'une part, de la paroi chaude vers le lit solide à travers le film de matière fondue. D'autre part, par dissipation visqueuse à l'intérieur du film fondu dont les calories ainsi produites sont conduites vers le lit solide. Ces deux sources de chaleur dépendent des conditions d'extrusion telles que la vitesse de rotation de la vis. Si la vis tourne lentement, la paroi chaude fournit une plus grande quantité de calories tandis qu'une vitesse de rotation de la vis très importante fait que l'énergie dissipée par cisaillement à l'intérieur du film fondu est prépondérante. La zone de pompage doit assurer une meilleure homogénéisation du polymère fondu. Enfin, la sortie de l'extrudeuse (filière) donnera la forme finale de l'extrudé.

L'extrusion de mousses composites est également possible. Il suffit simplement d'ajouter une quantité adéquate d'agent gonflant dans la seconde trémie. Evidemment, le profil de température et la vitesse de rotation doivent être optimisés en fonction de la filière et des caractéristiques du profilé recherché.



### 2.3.1. Préparation du compound GTR / EVA

L'injection de composites nécessite un mélange préliminaire afin d'assurer une homogénéisation adéquate des GTR dans la matrice. Les presses à injection standard ne sont pas conçues pour cette tâche et sont incapables de procurer un mélange à la fois dispersif et distributif. L'extrudeuse que nous disposons, (Figure 2-6), comporte deux trémies d'alimentation situées côte-à-côte permettant la production des joncs de petit diamètre.

La méthode d'alimentation a un impact majeur sur la qualité du composite produit. Les GTR sont introduits dans la trémie unité 1 tandis que la matrice EVA est alimentée par la trémie unité 2. Le système d'alimentation permet, après calibration, de fournir un débit approprié de GTR et de EVA en assurant ainsi la production d'un extrudé de composition constante. La vitesse de rotation de vis des deux trémies est réglée à partir du pupitre de commande. La Figure 2-7 reporte le débit en matière (GTR et EVA) en fonction de la fréquence de rotation de la vis des deux trémies. Nous avons effectué un étalonnage de débits en GTR et en EVA de façon à avoir un mélange de 60% GTR et 40% EVA.

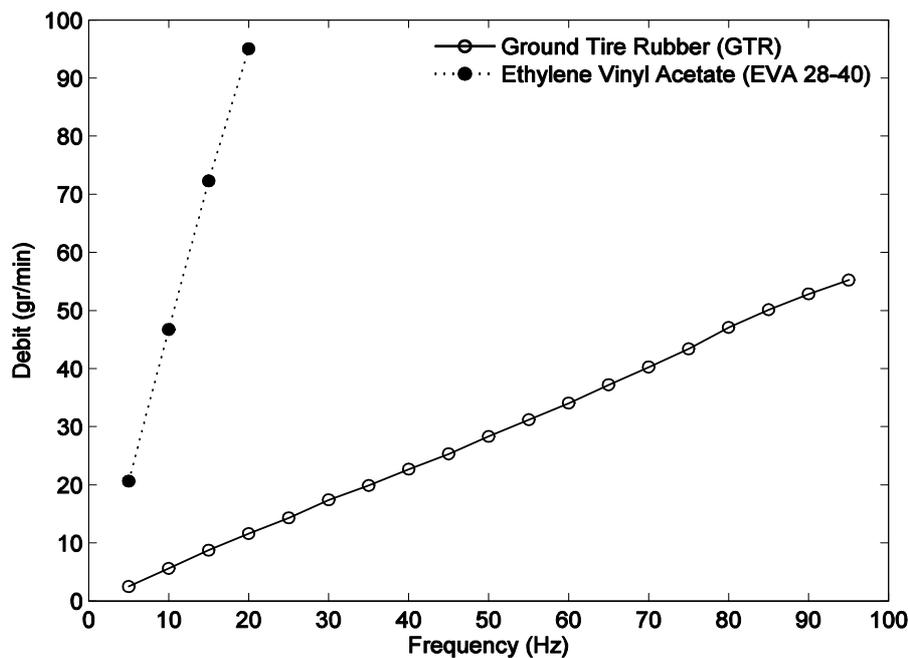


Figure 2-7 : Conditions d'alimentation de l'extrusion du compound GTR / EVA

Le profil de température dans la vis doit être adéquatement choisi pour minimiser la dégradation thermique de GTR tout en assurant une bonne fluidité du composite. La température d'extrusion maximale ne doit pas dépasser la température de décomposition thermique déterminée par l'ATG ( $T < 176^{\circ}\text{C}$ ). Compte tenu de l'ATG / DTA des GTR et de l'EVA, nous avons choisi de réaliser l'élaboration du Compound (C) de façon que le profil de température augmente de  $150^{\circ}\text{C}$  à  $160^{\circ}\text{C}$  pendant la plastification du polymère puis

demeure à 160°C jusqu'à la filière. L'extrudé ainsi produit est trempé et refroidi dans un bac d'eau puis découpé dans un broyeur.

Notons que la vitesse de rotation de la vis « GATE WAY » n'a pas d'incidence sur la fluidité du compound résultant 60:40 GTR / EVA. Pour cela, nous avons réalisé 3 compounds à différentes vitesses de rotation de la vis 150, 200 et 250 tr/min. Le Melt Flow Index (MFI) montre que les 3 compounds présentent en effet la même fluidité environ  $3.6 \pm 0.1$  gr/10min. Par la suite, le choix de la vitesse de rotation de la vis s'est porté sur 150 tr/min. Le Tableau 2-3 résume les paramètres de mise en œuvre ainsi que le pourcentage en GTR et en EVA. Dans ce qui suit, le mélange Ground Tire Rubber / EVA 28-40 (60:40 GTR / EVA) sera noté Compound (C).

Tableau 2-4 : Composition et paramètres de mise en œuvre du Compound (C).

Compound (C)	
GTR (%)	60
EVA (%)	40
Température d'extrusion (°C)	160
Vitesse de rotation de la vis (tr/min)	150

Après granulation des joncs, on a procédé à un séchage des granulés durant 16 heures à une température de 60°C pour extraire l'eau résultant du refroidissement du jonc (Figure 2-8).



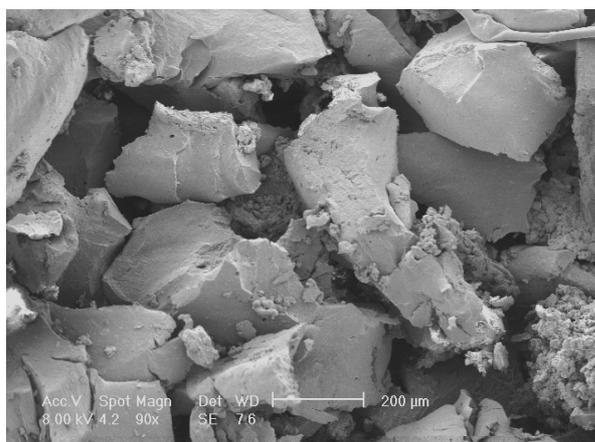
Figure 2-8 : Séchage en étuve des granulés



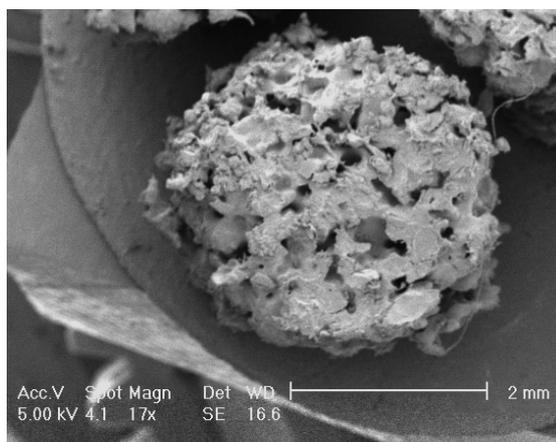
Figure 2-9 : Turbo-mélangeur

Une fois le séchage effectué, les granulés subissent un cycle dans un turbo-mélangeur (Figure 2-9) pendant 5 min à une vitesse de rotation de 300 tr/min ce qui permet la séparation des granulés collés lors du séchage. Après ce mélangeage au turbo mélangeur, on remarque un léger retrait de la matière donnant aux granulés un aspect géométrique relativement comparable à une sphère poreuse.

Nous avons réalisé des clichés de microscopie électronique (Figure 2-10). Les GTR ont une forme irrégulière de taille moyenne de 300  $\mu\text{m}$ . Les grains de Compound (C) présentent une forme sphérique avec un diamètre moyen de 3 mm.



(a)



(b)

Figure 2-10 : Images par microscope électronique : (a) GTR, (b) Compound (C)

### 2.3.2. Préparation du masterbatch EVA / NaHCO<sub>3</sub>

Pour la réalisation des mousses à base de GTR, deux possibilités sont envisageables :

- Soit l'agent d'expansion NaHCO<sub>3</sub> est introduit avec le compound (C) dans les trémies d'alimentation de la machine injection pour mousser le composite GTR / EVA afin de limiter le séjour de l'agent d'expansion sous l'effet de la température.
- Soit l'agent d'expansion NaHCO<sub>3</sub> est ajouté à la matrice EVA dans l'extrudeuse puis introduit avec le compound (C) dans la machine injection afin de maximiser l'activation de l'agent gonflant NaHCO<sub>3</sub>.

Nous avons retenu la deuxième possibilité afin de réaliser un mélange distributif qui homogénéise la matrice EVA. Pour cela, nous avons, tout d'abord réalisé un compound composé de 70% de EVA EVATANE 28-40 et 30% de NaHCO<sub>3</sub>, obtenu par extrusion à une température de 120°C. La température utilisée ici est choisie pour ne pas épuiser l'effet expansif de l'agent NaHCO<sub>3</sub>. Dans ce qui suit, le mélange EVA 28-40/NaHCO<sub>3</sub> (70/30%) sera noté masterbatch.

Après avoir séché le masterbatch dans des conditions similaires à celles du compound, la taille de granulé du masterbatch est pratiquement identique à celle des granulé de compound. Une analyse thermogravimétrique (TGA) a été effectuée sur le masterbatch (Figure 2-11). Il est toutefois intéressant de comparer les résultats de thermogravimétrie de l'EVA vierge, de l'agent d'expansion (NaHCO<sub>3</sub>) et du masterbatch (EVA/NaHCO<sub>3</sub>). On constate que la décomposition du masterbatch se produit à 144°C tandis que l'EVA vierge se décompose à 310°C. En effet, ceci explique qu'une partie de NaHCO<sub>3</sub> est parti sous forme de gaz (CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O).

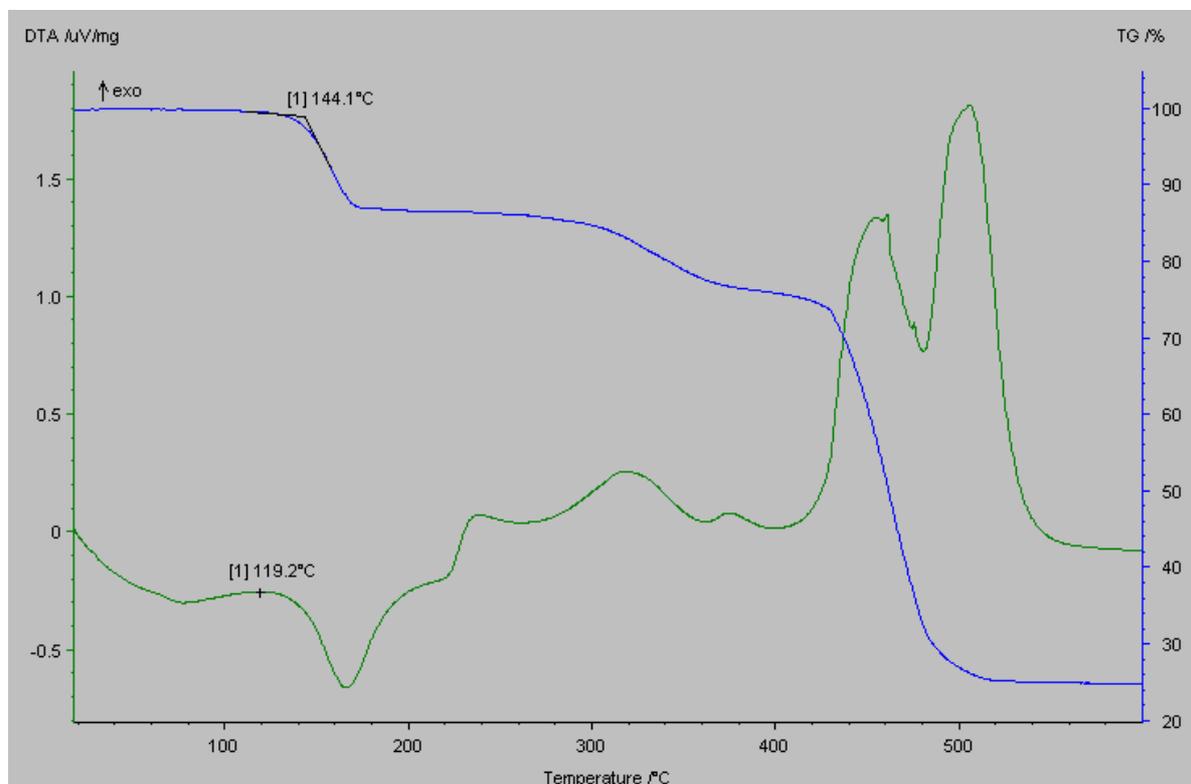


Figure 2-11 : Thermogravimétrie du Master batch

*Remarque* : La Figure 2-11 met en évidence l'effet stabilisant thermique de l'EVA, qui retarde la décomposition de  $\text{NaHCO}_3$  (comparaison avec la Figure 2-5).

### 2.3.3. Injection de composites à base de GTR

L'élaboration de pièces à partir des mélanges à base de GTR suit une série d'étapes. Le procédé employé pour l'élaboration de telles pièces est l'injection. L'injection est un procédé thermomécanique de mise en forme de matières plastiques sous l'action combinée de la chaleur et de la pression. La réalisation d'un produit par moulage par injection est divisée en trois étapes :

- la plastification : passage de l'état solide à l'état liquide.
- le remplissage de l'empreinte dans un moule sous pression.
- le compactage du polymère pendant son refroidissement.

Une machine d'injection est généralement composée de :

- une unité d'injection.
- une unité de fermeture.
- un moule et son empreinte.

L'injection est un procédé semi-continu dans lequel un polymère fondu est injecté dans un moule tempéré, retenu sous pression et retiré lorsqu'il est solidifié. En fait, une presse à injection peut être représentée comme un hybride entre une extrudeuse et une presse à compression (Figure 2-12). Comme l'extrusion, la matière est incorporée dans une trémie et plastifiée par une vis d'accumulation. A la différence de l'extrusion, la vis de la presse recule à mesure que s'effectue la plastification; le polymère fondu et homogénéisé s'entasse à l'avant de la vis dans une zone adéquatement nommée zone d'accumulation. Lorsqu'une quantité prédéterminée de polymère a été plastifiée, la vis agit comme piston et injecte la résine à haute pression vers le moule tempéré.

Avant d'atteindre les cavités, le liquide traverse d'abord la carotte, les canaux d'alimentation et enfin les seuils des cavités. La carotte est essentiellement un canal d'alimentation faisant le lien entre la buse de l'unité d'injection et les canaux proprement dits (Figure 2-13).

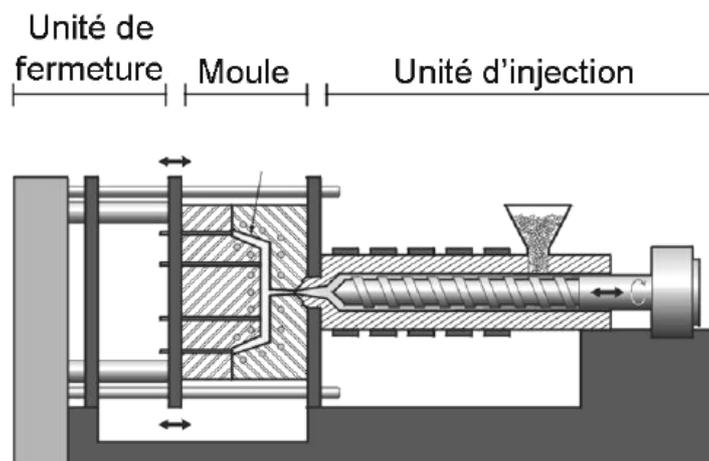


Figure 2-12 : Machine d'injection

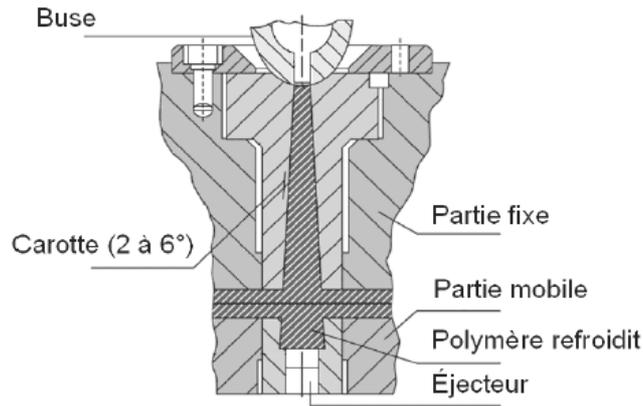


Figure 2-13 : Schéma du canal d'alimentation du moule d'une machine d'injection

Elle est perpendiculaire au plan d'ouverture du moule et est usinée avec un certain angle pour permettre l'éjection. Le prolongement de la carotte dans la partie mobile assure l'emprisonnement de polymère refroidi. L'extrémité étroite du canal le rattachant à la cavité est dite seuil. Il facilite le détachement de la pièce et permet de bâtir un front d'écoulement. Sans une telle précaution, le polymère pourrait plutôt adopter une forme serpentine nommé « *jetting* » qui diminue les propriétés de la pièce. La pression est maintenue pendant un certain temps après l'étape de remplissage pour assurer un compactage adéquat des chaînes moléculaires. L'éjection de la pièce se fait lorsqu'elle est suffisamment refroidie.

Pfannschmidt et Michaeli (Pfannschmidt and Michaeli, 1999) présentent trois méthodes d'incorporation du gaz dans le fondu pour l'injection de mousses polymères, soit :

- mélanger à sec la charge au polymère (matrice) avant l'incorporation dans la trémie.
- pré-charger les granules d'un agent gonflant physique dans un autoclave avant l'incorporation dans la trémie.
- l'injection d'un gaz directement dans le fondu au niveau de la buse.

Cette dernière technique nécessite d'importantes modifications. La présence de fibres aura peu d'effets sur ces méthodes de moussage puisqu'elles sont préalablement incorporées au polymère. En fait, un mélange préliminaire est toujours nécessaire lors de l'injection de composites afin d'assurer une dispersion adéquate. L'expansion précoce d'une matrice thermoplastique saturée en gaz doit être évitée. L'incapacité d'y parvenir mènera à la production d'une mousse aux propriétés diminuées. Indépendamment du type d'agent gonflant choisi, l'injection de mousses nécessite l'installation d'une valve à obstruction sur la buse de la presse. Cette dernière empêchera l'expansion dans le fourreau en permettant l'application d'une contre-pression lors de la plastification sans causer de bavures. Enfin, les phénomènes de nucléation et croissance cellulaire exigent une diminution de pression à l'intérieur du moule. Deux options sont possibles. L'injection de mousses à haute pression s'apparente énormément à l'injection de pièces non-moussées, à la différence que le moule s'ouvrira pendant le refroidissement de la pièce pour permettre la croissance cellulaire à pression atmosphérique. Par opposition, l'injection de mousses à basse pression ne nécessite pas l'utilisation d'un moule articulé; la chute de pression provient plutôt d'un remplissage partiel de la cavité (*short shot*). Le moussage ainsi amorcé comblera la portion de la cavité laissée vacante.



(a)



(b)

Figure 2-14 : Machine d'injection Billon H 260/470 : (a) unité d'injection bi matière (deux vis), (b) unité de fermeture du moule.

La machine d'injection utilisée dans cette étude est une Billon de type H 260/470 (Figure 2-14) possédant les spécifications décrites dans le Tableau 2-5. Elle est composée d'une unité d'injection bi matière (Figure 2-14a) et d'une unité de fermeture du moule (Figure 2-14b). La fermeture et l'ouverture du moule, sont assurées par un système hydraulique. Avec le système d'injection bi matière, le masterbatch est ajouté lorsque le compound (C) est bien fondu afin de limiter le séjour du masterbatch contenant l'agent d'expansion maximisant ainsi l'activation de  $\text{NaHCO}_3$ . Cette méthode est aussi utilisée dans le cas d'injection des pièces sans agent d'expansion, c'est-à-dire le compound (C). L'utilisation de la machine d'injection est alors bien adaptée dans notre cas.

Tableau 2-5 : Spécification de la machine d'injection Billon H260.470.

Paramètres	Valeurs	
	Vis 1	Vis 2
Capacité d'injection (cm <sup>3</sup> /injection)	220	116
Débit d'injection (cm <sup>3</sup> /s)	475	320
Pression d'injection sur la matière (MPa)	210	220
Diamètre de la vis (mm)	40	32
Rapport L/D	23.5	25
Vitesse de rotation de la vis (tr/min)	380	400
Course de la vis (mm)	175	144

Dans notre travail, nous avons utilisé une seule vis (vis inclinée). La matière est acheminée, par l'intermédiaire d'une trémie d'alimentation, vers la zone de plastification composée d'une vis et d'un fourreau muni de colliers chauffants. La tête de la vis est équipée d'un clapet anti-retour constitué essentiellement d'une bague d'étanchéité dont le diamètre extérieur est ajusté au diamètre intérieur du fourreau.

La matière fond sous l'action de la chaleur et se déplace par l'action des filets de la vis en rotation sur les granulés. Au cours de son déplacement, la matière est soumise à une contrainte de cisaillement. L'élévation de la température dans un système vis-fourreau est due à la somme des quantités de chaleur reçues par conduction et par friction.

Pendant la phase de plastification, la matière fondue s'entasse et pousse la bague à l'avant de la vis permettant l'alimentation du matelas et le recul de la vis. Ce recul dépend de la viscosité de la matière. Si la matière est très visqueuse, le recul de la vis est plus important et la vis doit être freinée par une contre pression permettant une meilleure plastification de la matière.

Une fois le dosage<sup>§</sup> de la matière effectué, la vis agit comme un piston et injecte la matière à haute pression vers le moule via une buse moule faisant le lien entre l'unité d'injection et le moule. Avant d'atteindre l'empreinte, la matière traverse d'abord la buse (Figure 2-15). La pression est maintenue pendant un certain temps après le remplissage pour assurer un compactage adéquat des chaînes moléculaires. C'est la phase de maintien. Enfin, l'éjection de la pièce se fait lorsqu'elle est suffisamment refroidie.

Une attention toute particulière doit être apportée au point de commutation situé entre la phase d'injection et la phase de maintien. On doit toutefois vérifier lors des premiers moulages que le temps de maintien choisi permet d'atteindre le poids maximum de la pièce (le poids ne doit pas augmenter significativement si on augmente le temps de maintien). Une pièce incomplète se traduit non seulement par des défauts de surface mais aussi par des pertes des propriétés mécaniques.

§ Dosage : plastification d'une quantité prédéterminée de polymère.

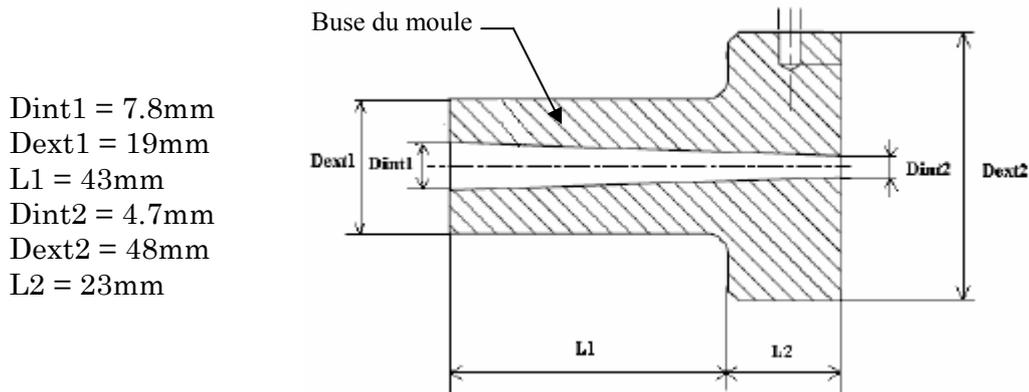


Figure 2-15 : Géométrie de la buse

Le moule que nous disposons possède une seule empreinte qui a la forme d'un carreau de dimensions  $150 \times 150 \times 8K$  mm,  $K=1,2,\dots,5$ . Il est équipé d'un circuit de refroidissement qui permet de refroidir rapidement la pièce injectée (Figure 2-19). La température du groupe de refroidissement du moule égale à  $18^\circ\text{C}$ . Afin d'effectuer les premières réglages lors de l'injection d'une nouvelle pièce, le temps de refroidissement ( $t_r$ ) peut être estimé à partir de l'épaisseur maximale de la pièce ( $e$  en mm) :

$$t_r = 2.5 \times e^2 \quad (2.3)$$

Selon les constituants de la pièce injectée, il peut être nécessaire de diminuer ou d'augmenter cette estimation de temps, notamment dans le cas des composites à base de GTR. Au cours des essais, ce temps sera affiné afin d'optimiser le temps de cycle. Toutefois, le moulage par injection reste un processus complexe et comprend plusieurs facteurs qui peuvent influencer sur la qualité du produit fini tels que les matériaux utilisés, la conception du moule et les paramètres process (He et al., 1998).

Les propriétés mécaniques ainsi que d'autres facteurs importants définissent la qualité des produits moulés par injection. En effet, ces propriétés dépendent des paramètres régissant les processus d'injection. Les paramètres process ont aussi une grande influence sur la géométrie du produit moulé. Chen et al. (Chen et al., 2003), ont investigué l'effet des conditions de fabrication telles que la vitesse et la pression d'injection, la température d'injection et du moule, sur les propriétés mécaniques des parois minces en polycarbonate. Ils ont estimé que les propriétés mécaniques augmentent avec la température et la vitesse d'injection. Par conséquent, un choix adéquat des paramètres process est impératif pour optimiser le processus d'injection.

Il existe diverses méthodes de contrôle de ces paramètres. De nombreux systèmes ont été utilisés pour fournir une assistance dans le choix des paramètres process (Wu et al., 1991 ; Farrell and Dzeskiewicz, 1994 ; Choi et al., 1994 ; He et al., 2001). Néanmoins, ces systèmes ne sont pas suffisants pour des situations exigeant une valeur quantitative des paramètres process. Autres approches consistent à appliquer des techniques d'optimisation (par exemple *Design of Experiment DOE*) afin d'identifier les principaux paramètres et d'offrir des conditions optimales d'injection assurant un meilleur compromis performance / cycle de production. Une technique similaire au DOE est le *Taguchi Parameter Design* (Constant, 1989).

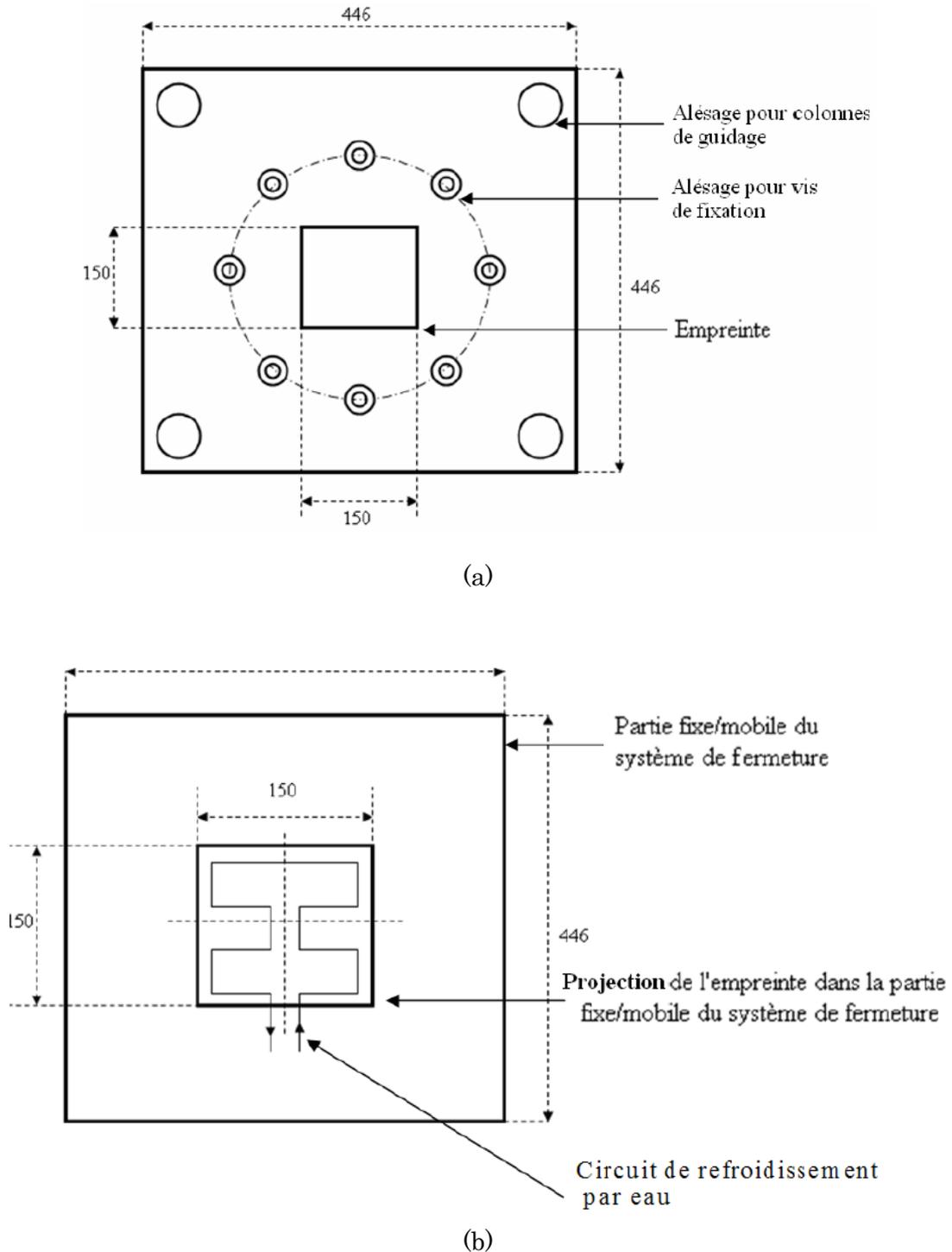


Figure 2-16 : Caractéristiques du moule : (a) Géométrie du moule et (b) Système de refroidissement

Dans notre cas, les paramètres process ont été fixés en effectuant des essais d'injection. Nous avons fabriqué des plaques à partir du mélange de poudrettes de pneus recyclé (GTR) et d'éthylène acétate de vinyle (EVA) avec et sans agent d'expansion ( $\text{NaHCO}_3$ ). Des plaques en EVA vierge ont été aussi injectées.

Tableau 2-5 : Paramètres d'injection utilisés pour l'élaboration des pièces GTR /EVA. (60:40 GTR / EVA).

Paramètres	Valeur
Volume de dosage (cm <sup>3</sup> )	190
Volume injecté (cm <sup>3</sup> )	190
Pression d'injection (MPa)	105
Contre – pression (MPa)	39.5
Température à l'arrière du cylindre (°C)	90 – 100
Température au milieu du cylindre (°C)	110 – 120
Température à l'avant du cylindre (°C)	140 – 160
Temps de refroidissement (s)	100
Vitesse de rotation de la vis (tr/min)	300
Vitesse d'injection (cm <sup>3</sup> /s)	300

### 2.3.3.1. Elaboration des pièces en GTR / EVA

La mise en forme des pièces à partir du mélange de GTR / EVA (60:40) obtenu par extrusion (compound), nécessite une optimisation judicieuse des paramètres machine afin d'obtenir une pièce de qualité constante tout en minimisant la dégradation de GTR (Tableau 2-5). Le profil de température du cylindre de la machine d'injection joue un rôle décisif sur la qualité du produit. Ce profil est régulièrement croissant sur les 6 zones de chauffe que comprend le fourreau. Nous précisons qu'on n'effectue aucune modification de la structure des GTR contenues dans le mélange. Pour cela, la température d'injection ne doit pas dépasser 176°C tout en minimisant le temps de séjour du fondu, et par précaution, la température maximale est de 160°C. En pratique, la zone 3 du cylindre a une température suffisante pour injecter le fondu tandis que les zones 1 et 2 servent en quelque sorte de préchauffage et de malaxage.

La vitesse de rotation de la vis est également un facteur important à considérer lors de la mise en forme. La contre pression dépend de la viscosité permettant une meilleur plastification du fondu est de l'ordre de 38% la pression d'injection. La quantité de matière plastifiée est égale à celle injectée 190 cm<sup>3</sup>. Une vitesse d'injection élevée améliore l'écoulement de la matière fondue et donne un bon aspect au produit résultant.

La croissance des cellules dépend fortement de la chute de pression à l'intérieur du moule. Ainsi, l'utilisation d'une pression d'injection élevée assure la formation d'une structure cellulaire homogène. Dans ce cas, une valeur de 90% de la valeur maximale de la machine a été préférée. Cependant, une pression d'injection de 50% a été utilisée lors de l'injection des échantillons non-moussés parce qu'une valeur plus élevée provoque des bavures à l'intérieur du moule. Les poudrettes de pneus recyclés GTR enrobées au EVA ont été analysées. Les résultats (Figure 2-17) sont venus confirmer l'inclusion totale des GTR dans la matrice EVA. Quoiqu'il en soit, cette investigation s'est avérée bénéfique car nous sommes désormais renseignés de manière formelle sur le type d'interface que nous avons créé.

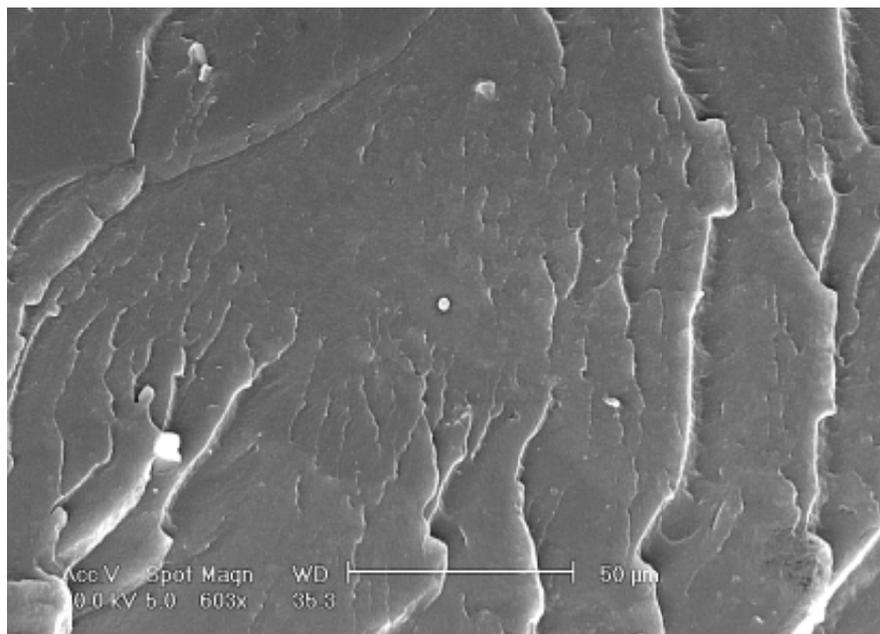


Figure 2-17 : Image microscope électronique du composite GTR / EVA (60:40).

### 2.3.3.2. Elaboration des pièces en GTR / EVA / NaHCO<sub>3</sub>

On a effectué au préalable un mélangeage au turbo-mélangeur de 90% de compound et 10% de masterbatch pendant 5 min à une vitesse de 500 tr/min. Le mélange final est composé environ de 54% en GTR, 43% en EVA et 3% en NaHCO<sub>3</sub>. Le mélange est ensuite injecté en adoptant les paramètres machines figurant dans le Tableau 2-6. Le profil de température choisi permet d'éviter l'expansion précoce de l'agent chimique NaHCO<sub>3</sub> contenu dans le master batch.

Le gaz produit par la décomposition de l'agent d'expansion se dissout et provoque un moussage dans la vis. Ceci explique que le volume plastifié dans ce cas est inférieur à celui du précédent. En revanche, le volume injecté 155 cm<sup>3</sup> est inférieur à celui plastifié 160 cm<sup>3</sup> pour avoir une production continue des pièces complètes sans bavures. Quant à la pression de maintien est nulle ce qui a permis un meilleur moussage des pièces.

Il est toutefois intéressant de comparer les pièces injectées sans et avec agent d'expansion en terme de performances mécaniques vibroacoustiques. Cela permettra d'évaluer la contribution de l'agent d'expansion dans l'amélioration de ces performances. L'échantillon doit être d'abord découpé de façon à évaluer les variations dans la morphologie cellulaire à l'intérieur de l'échantillon. Les images ont été prises à l'aide d'un microscope électronique. A la base, cet échantillon a une structure de type sandwich constitué d'un cœur moussé entouré de peaux non-moussées. Nous avons analysé la structure du composite injecté GTR / EVA / NaHCO<sub>3</sub> au niveau du cœur de l'échantillon. La Figure 2-18 montre une image microscopie du composite moussé.

Les poudrettes de pneus recyclés GTR enrobées à l'EVA. La nature de l'enrobage, sous forme de liant, s'est manifestée par une distribution des GTR en particules dispersées ou agglutinées plutôt qu'une couche.

Tableau 2-6 : Paramètres d'injection utilisés pour l'élaboration des pièces GTR /EVA / NaHCO<sub>3</sub>. (90:10 Compound (C) / Masterbatch)

Paramètres	Valeur
Volume de dosage (cm <sup>3</sup> )	160
Volume injecté (cm <sup>3</sup> )	155
Pression d'injection (MPa)	105
Contre – pression (MPa)	39.5
Température à l'arrière du cylindre (°C)	90 – 100
Température au milieu du cylindre (°C)	110 – 120
Température à l'avant du cylindre (°C)	140 – 160
Temps de refroidissement (s)	100
Vitesse de rotation de la vis (tr/min)	300
Vitesse d'injection (cm <sup>3</sup> /s)	300

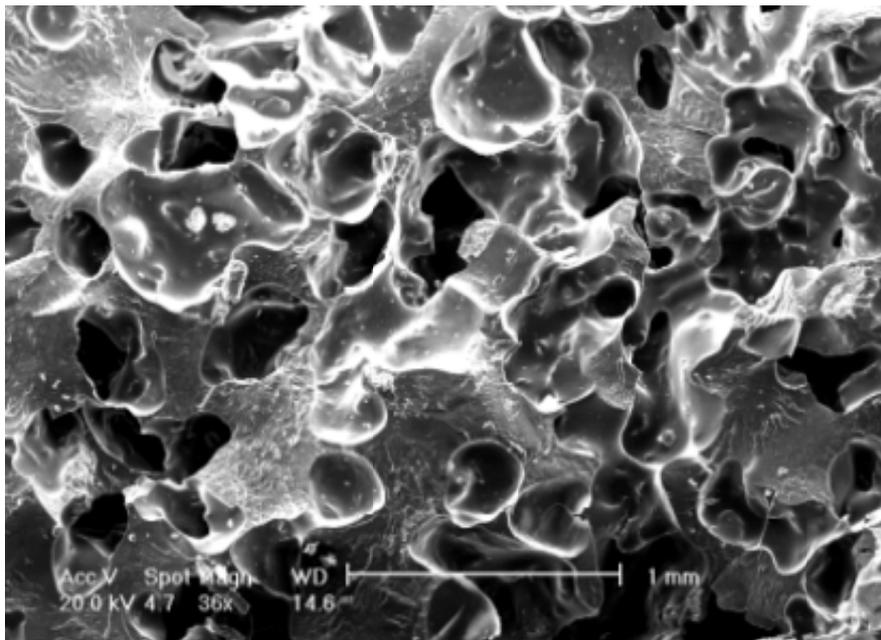


Figure 2-18 : Image microscope électronique du composite GTR / EVA / NaHCO<sub>3</sub> (54:43:3).

La Figure 2-18 *a* rend compte du caractère extrêmement collant de l'EVA. Il faut noter que la quantité de l'agent gonflant NaHCO<sub>3</sub> semble conséquente, et qu'une quantité supérieure à 3% serait vraisemblablement intéressante. Cependant, une quantité

importante en agent gonflant induit des insuffisances dans le remplissage du moule accompagnées par des défauts dans la structure morphologique du composite moulé.

### 2.3.3.3. Elaboration des pièces en EVA vierge

Le Tableau 2-7 résume les paramètres machine d'injection des plaques en EVA vierge. Une pression de maintien est appliquée pour permettre à la pièce injectée d'avoir un aspect continu et lisse de la surface.

Tableau 2-7 : Paramètres d'injection utilisés pour l'élaboration des pièces EVA vierge

Paramètres	Valeur
Volume de dosage (cm <sup>3</sup> )	220
Volume injecté (cm <sup>3</sup> )	182
Pression d'injection (MPa)	105
Contre – pression (MPa)	39.5
Pression de maintien (MPa)	22.2
Température à l'arrière du cylindre (°C)	90 – 100
Température au milieu du cylindre (°C)	110 – 120
Température à l'avant du cylindre (°C)	140 – 160
Temps de refroidissement (s)	50
Temps de maintien (s)	60.49
Vitesse de rotation de la vis (tr/min)	300
Vitesse d'injection (cm <sup>3</sup> /s)	300

### 2.3.4. Conclusion

Les matériaux issus du recyclage des déchets de pneumatiques usagés dans notre étude ont une composition qui leur est propre. Il est apparu clairement qu'une analyse thermique préalable des GTR s'avère nécessaire dans la fabrication des composites contenant ce type de matériaux. La matrice polymère choisie pour l'enrobage de la charge du GTR, possède des compatibilités assez remarquables. Cette observation est capitale en terme d'interaction et de capacité d'adhésion des matériaux (GTR / EVA) les uns avec les autres. Les procédés d'élaboration des composites à base de GTR est une adaptation assez fidèle du procédé trouvé dans la littérature avec cependant l'apparition des difficultés liées à la vulcanisation du pneu lors de la première utilisation.

Les matériaux comme le GTR et l'EVA sont très peu ou pas du tout réactifs ce qui nécessite l'emploi d'un agent d'expansion pour la production de composites moussés. Nous avons opté pour l'utilisation de bicarbonate de sodium NaHCO<sub>3</sub>. Nous avons ainsi procédé à des analyses ATG / DTA de chaque constituant afin d'optimiser l'efficacité de l'enrobage des GTR à l'EVA. La technique d'élaboration proposée est vraisemblablement envisageable au niveau industriel, néanmoins il est possible de remplacer la matrice selon les propriétés désirables. Il est délicat d'attribuer un rôle bien précis aux différents constituants du composite moulé. Il semble néanmoins que l'utilisation de l'EVA soit

bénéfique. Les résultats des prochains chapitres sur les propriétés physiques vibroacoustiques viendront confirmer ces observations.

Le caractère fortement exploratoire de cette étude a conduit à la réalisation des matériaux d'étude. La première piste aura pour but d'examiner les performances d'amortissement vibratoire et d'absorption acoustique des matériaux granulaires (GTR, Compound (C), etc.). Les plaques injectées à base de GTR avec et sans agent d'expansion dont les caractéristiques dynamiques mécaniques seront évaluées.

Les poudrettes de pneus recyclés (GTR), le compound (C) ainsi que les pièces injectées seront orientés vers l'étude vibroacoustique. Dans un premier temps, on s'intéressera à l'étude dynamique de l'aspect discontinu avant transformation (GTR vierge) et après transformation (C). On étudiera l'amortissement des vibrations de structures par matériaux granulaires. La seconde partie concerne l'étude dynamique de l'aspect continu des pièces injectées. Des essais vibroacoustiques seront effectués.

---

## Références :

- B. Adhikari, D. De, and S. Maiti, 2000, « Reclamation and recycling of waste rubber », *Prog. Polym. Sci.* 25, pp. 909–948.
- G.H. Choi, K.D. Lee, N. Chang, and S.G. Kim, “Optimization of Process Parameters of Injection Molding with Neural Network Application in a Process Simulation Environment,” *Annals of the CIRP*, Vol. 43, No. 1, 1994, pp. 449-452.
- C. Constant, 1989, “La méthodologie Taguchi: introduction à la recherche technologique – gestion fonctionnelle de la qualité ou gestion « off-line » ”, *Revue de statistique appliquée*, tome 37, N° 2, pp. 47–77.
- European Adhesives, 2004, “Vinyle Acetate Ehtylene (VAE) Copolymers (50%+Acetate)”, RAW MATERIALS Market. The ChemQuest Group, Inc.
- R.E. Farrell, and L. Dzeskiewicz, “Expert System for Injection Molding,” *Proceedings from the Annual Technological Conference of the Society of Plastic Engineers*, Vol. 52, 1994, pp. 692-695.
- W. He, Y.F. Zhang, K.S. Lee, J.Y.H. Fuh, and A.Y.C. Nee, “Automated Process Parameter Resetting for Injection Molding: A Fuzzy-Neuro Approach,” *Journal of Intelligent Manufacturing*, Vol. 9, 1998, pp. 17-27.
- Industrial Research : [www.irl.cri.nz](http://www.irl.cri.nz) (2004)
- S. Li, J. Lamminmäki, and K. Hanhi, 2005, “Improvement of mechanical properties of rubber compounds using waste rubber / virgin rubber”, *Poly. Eng. Sci.* 45, pp. 1239–1246.
- D. R. Lide, 1994, “CRC Handbook of Chemistry and Physics”, 75 edition CRC Press, Florida, USA
- B. Makarucha, W.W. Sulkowski, M. Klimczyk, M. Moczynski, and J. Ossowski, 2001, *Polym. Recycl.* Vol. 6, pp. 63.
- T. R. Manley, 1989, “Thermal analysis of polymers”, *Pure & Appl. Chem.* 61, pp. 1353–1360.
- G. K. McEvoy, 1994, “American Hospital Formulatory Service – Sodium bicarbonate” *American Society of Hospital Pharmacists, Inc.* pp. 1639–1642.
- Chen, S.-C., Peng, H.-S., Huang, L.-T., and M.-S. Chung, “Investigations of the Tensile Properties on Polycarbonate Thin-Wall Injection Molded Parts,” *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Vol. 22, No. 5, 2003, pp. 479-494.
- O. Pfannschmidt et W. Michaeli, 1999, “*Foam injection molding of thermoplastics loaded with carbon dioxide prior to processing*”, ANTEC Annual Technical Conference, 27 (1999).
- D. M. Price, D. J. Douglas, and F. Dumont, 2000, “Thermogravimetry of polymers”, *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, R.A. Meyers (Ed.), pp. 8094–8105.
- C. Radheshkumar, I. Fuhrmann and J. Karger – Kocsis. LDPE – based Thermoplastic Elastomers Containing Ground Tire Rubber with and without Dynamic Curing. *Polymer Degradation and Stability.* 76, 137 (2002).
- R. Scaffaro, N. Tzankova Dintcheva, M. A. Nocilla and F. P. La Mantia. Formulation, Characterization and Optimization of the Processing Condition of Blends of Recycled

Polyethylene and Ground Tyre Rubber: Mechanical and Rheological Analysis. *Polymer Degradation and Stability*. 90, 281 (2005).

Y. Soudais, L. Moga, J. Blazek, and F. Lemort, 2007, "Coupled DTA-TGA-FT-IR investigation of pyrolytic decomposition of EVA, PVC and cellulose", *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 78, pp. 46–57.

W. W. Sulkowski, A. Danch, M. Moczynski, and A. Radon, 2004, "Thermogravimetric study of rubber waste – polyurethane composites", *J. Term. Analys. Calori.* 78, pp. 905–921.

M. Tipanna, and D. D. Kale, 1997, "Composites of waste, ground rubber particles and poly(vinyl chloride)", *American Chemical Society*, 70, pp. 815–819.

J.L. Wu, S.J. Chen, and R. Malloy, "Development of an on-Line Cavity Pressure-Based Expert System for Injection Molding Process," *Proceedings from the Annual Technological Conference of the Society of Plastic Engineers*, Vol. 49, 1991, pp. 444-449.

He, W., Zhang, Y.F., and K.S. Lee, "Development of a Fuzzy-Neuro System for Parameter Resetting of Injection Molding," *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, Vol. 123, 2001, pp.110-118.



### **3. Caractéristique viscoélastiques des matériaux polymères**

---

## 3.1. Introduction

---

L'identification du comportement mécanique global d'un matériau par des techniques d'analyse dynamique est un enjeu majeur compte tenu du caractère non destructif de ce type d'essais. Généralement, les méthodes expérimentales employées rendent compte à la fois de la rigidité de la structure et du comportement amortissant du matériau, permettant ainsi d'accéder à la connaissance des propriétés viscoélastiques. Ce chapitre a pour but d'étudier le comportement dynamique du caoutchouc granulaire et matériaux polymères. Dans cette étude, nous effectuons des essais dynamiques sur les matériaux réalisés dans le chapitre précédent.

Un grand nombre de mécanismes sont susceptibles de dissiper l'énergie vibratoire d'une structure ou d'un échantillon de matériau soumis à un déplacement ou déformation dynamique. Certains de ces mécanismes sont associés à des reconstructions internes de la structure à l'échelle microscopique ou macroscopique. Ce type d'amortissement est qualifié d'amortissement interne du matériau. D'autres mécanismes dissipent l'énergie au niveau des liaisons ou des interfaces correspondant, par exemple, à des mécanismes de frottement des grains les uns sur les autres dans un matériau granulaire soumis à des sollicitations de vibration.

La majorité des techniques d'estimation de l'amortissement utilisent des modèles particuliers choisis a priori et essayant d'en identifier les paramètres via des expériences spécifiques. Les modèles existants représentent l'amortissement visqueux proportionnel à la vitesse et l'amortissement hystérétique ou structural proportionnel au déplacement. On aborde donc dans ce chapitre les utilisations des matériaux viscoélastiques dans l'amortissement des structures ainsi que les techniques de caractérisation du comportement mécanique dynamique des plaques et matériaux granulaires plastiques.

La synthèse des différentes méthodes existantes présentées dans ce chapitre oriente notre choix de méthodes de caractérisation. Après une présentation des dispositifs expérimentaux utilisés et de quelques résultats de la littérature, le comportement dynamique des matériaux granulaires tels que le GTR et le compound (C) est étudié. En second lieu, l'effet de l'agent gonflant sur les propriétés viscoélastiques du composite injecté est aussi analysé. La caractérisation des propriétés dynamiques à hautes fréquences est réalisée par l'utilisation du principe de superposition fréquence – température.



---

## 3.2. Etat de l'art

---

Il est bien connu que les polymères ont un fort pouvoir amortissant sans perdre les propriétés de rigidité et de résistance à condition qu'ils aient des propriétés visqueuses à la température d'utilisation. Ces matériaux sont de bons réducteurs de bruit ou de vibration, on parle d'amortissement passif, ce qui est beaucoup plus simple que de l'amortissement actif. Ces matériaux amortissants sont utilisés dans plusieurs domaines de l'industrie civile et d'automobile, et on commence à s'y intéresser fortement pour des applications aéronautiques et spatiales (Tenney et al., 2002). Les vibrations structurales sont très indésirables puisqu'elles peuvent causer des problèmes tels que la fatigue structurale, la transmission des vibrations à d'autres systèmes, le bruit interne ou externe lié au rayonnement acoustique, etc. Quelques applications industrielles des matériaux polymères sont évoquées dans la section 3.2.1.

Bien que différents types de matériaux peuvent être employés dans l'amortissement des vibrations, le caoutchouc est le plus utilisé. Ce matériau est plus adapté pour l'isolation vibratoire (systèmes antivibratoires) par ce qu'il peut subir de grandes déformations élastiques. Le matériau polymère a un comportement viscoélastique et combine ainsi des propriétés visqueuses d'un fluide avec des propriétés élastiques d'un matériau solide. Le comportement dynamique est décrit par un module d'Young complexe. Le module dépend de nombreux facteurs tels que la fréquence, la température et l'amplitude des vibrations (Lindley, 1974 ; Sjöberg and 2003). Le module d'Young est mesuré, en pratique, avec des testes DMA ou DMTA « *Dynamic Mechanical (Thermal) Analyser* » (McCrum et al., 1967).

Toutefois, la plage de fréquence du DMA est limitée (la plupart des appareils DMA ont une fréquence limite à 200 Hz). La bande de fréquence de caractérisation peut être élargie en utilisant le principe de superposition fréquence – température « *Frequency – Temperature Superposition (FTS)* ». Dans cette étude, la procédure utilisée est décrite dans la section 3.2.2 pour déterminer les propriétés viscoélastiques des caoutchoucs granulaires ainsi que des plaques par des mesures DMTA. En outre, les mesures dynamiques sont effectuées pour déterminer les caractéristiques d'isolation dynamique dans une direction de l'isolant (direction longitudinale). En fin, certaines conclusions sont tirées sur l'identification des propriétés des matériaux viscoélastiques.

### 3.2.1. Matériaux polymères et leurs applications

La recherche s'intéresse de plus en plus à des matériaux amortissants qui dissipent une grande partie de l'énergie des vibrations. Ces matériaux, particulièrement les matériaux viscoélastiques, sont souvent utilisés en combinaison avec des métaux ou de fibres composites pour renforcer et augmenter les performances vibratoires de la structure. Bien que d'importants progrès aient été réalisés dans le domaine des systèmes actifs au cours des dernières années, un développement technologique a également eu lieu sur les matériaux passifs. Fondamentalement, il existe trois types de techniques de réduction des vibrations. La première est la technique d'annulation (ou suppression), utilisée surtout pour éliminer le bruit engendré par la vibration et non la vibration elle-même. La seconde est l'isolation qui consiste à éviter la transmission des vibrations d'un système à un autre sans pour autant éliminer les vibrations du système émetteur. Finalement, la troisième technique dite d'atténuation est utilisée pour diminuer l'amplitude des vibrations d'un système en cas d'un échec ou d'impossibilité de son isolation.

Les techniques d'atténuation consistent à diminuer l'amplitude des vibrations structurales dont les fréquences sont dans le voisinage des fréquences propres de la structure. Par conséquent, ces techniques permettent d'atténuer, ou même d'éliminer, les résonances de la structure. En générale, elles peuvent être classées en passives ou en actives. Les techniques passives d'amortissement des vibrations structurales utilisent l'intégration ou l'ajout de matériaux, possédant des propriétés amortissantes, couplés à la structure de telle façon que les vibrations de la structure sont amorties passivement. L'utilisation des matériaux polymères viscoélastiques constituent de traitements très efficaces pour réduire les amplitudes de résonance de structures vibrantes. Ces matériaux ont la propriété de passer d'un état peu rigide (caoutchouteux), pour des températures élevées et des fréquences de vibration basses, à un autre rigidifié (vitreux), pour la situation opposée. De plus, dans la région de transition entre ces deux états, où leurs propriétés élastiques varient rapidement, ces matériaux sont capables de transformer l'énergie de déformation en énergie thermique, dissipant ainsi l'énergie vibratoire de la structure sous forme de chaleur.

Les traitements amortissants passifs par revêtement viscoélastique sont déjà largement utilisés pour amortir des vibrations structurales. Pour des applications d'isolation des machines tournantes, le traitement passif consiste à isoler des systèmes ou sous-systèmes par introduction des matériaux viscoélastiques en combinaison avec des métaux facilitant ainsi leurs installations. Dans la Figure 3-1, des exemples d'isolants viscoélastiques sont illustrés.



Figure 3-1 : Exemples d'isolants vibratoires : en noir le polymère, le blanc indique les parties métalliques (Beijers, 2005).

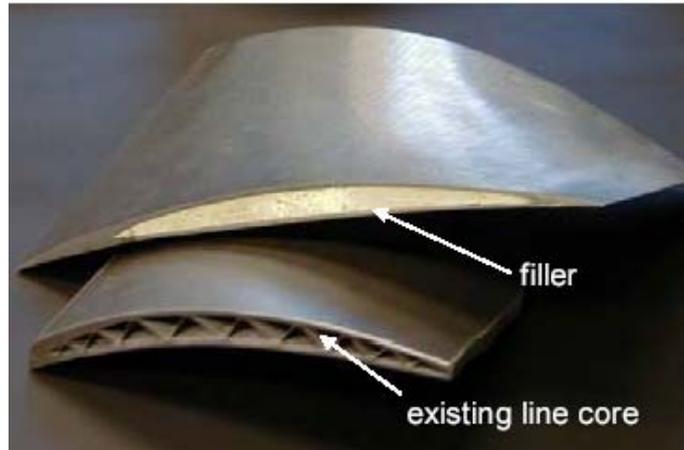


Figure 3-2 : Remplissage d'une cavité de ventilateur à pales par mousse polymère.

Pour certaines applications, visant un amortissement intégré, il est aussi envisageable de remplacer des parties de la structure par d'autre sous forme de mousses ou matériaux granulaires caoutchouteux, ou même d'en concevoir directement des mousses absorbantes intégrées. Le deuxième concept est l'utilisation des mousses polymères comme matériaux de remplissage. La mousse est utilisée pour remplacer une partie du métal de la structure comme indiqué sur la Figure 3-2 (Norris et al., 2001). Les matériaux granulaires sous forme de sphères polymères peuvent, eux aussi, donner des niveaux d'amortissement extrêmement élevés (House, 1989). Le concept d'amortissement des structures par incorporation des matériaux granulaires polymères sera traité intégralement dans le chapitre 4.

### 3.2.2. Comportement dynamique des polymères

Les polymères ont un comportement viscoélastique combinant les propriétés visqueuses d'un liquide avec des propriétés élastiques d'un matériau solide. Le comportement dynamique est décrit, en fonction de la fréquence, par les modules dynamique et de perte ( $E'(\omega), E''(\omega)$ ). Ces modules dépendent de différents facteurs tels que la fréquence, la température et l'amplitude des vibrations (Lindley, 1974 ; Sjöberg and 2003). L'étude du comportement mécanique de ces matériaux a donné lieu de nombreux ouvrages de référence (Ferry, 1961 ; Corsaro, 1990).

Le module dynamique des matériaux polymère présente un comportement fortement dépendant de la fréquence distinguant ainsi trois régions différentes : état caoutchouteux, transition vitreuse et état vitreux. Une caractérisation de ces zones en fonction de la fréquence est schématisée dans la Figure 3-3. En pratique, il est presque impossible de mesurer le module dynamique à hautes fréquences. Toutefois, il est possible de déterminer les caractéristiques dynamiques à hautes fréquences par l'utilisation de l'équivalence fréquence-température, ou température-fréquence. Le principe fréquence-température signifie que l'évolution du module dynamique du polymère en fonction de la fréquence à une certaine température de référence est similaire à une évolution en fonction de la température à une fréquence fixe. La relation entre la fréquence et la température est décrite par une fonction empirique telle que l'équation de Williams-Landel-Ferry (WLF).

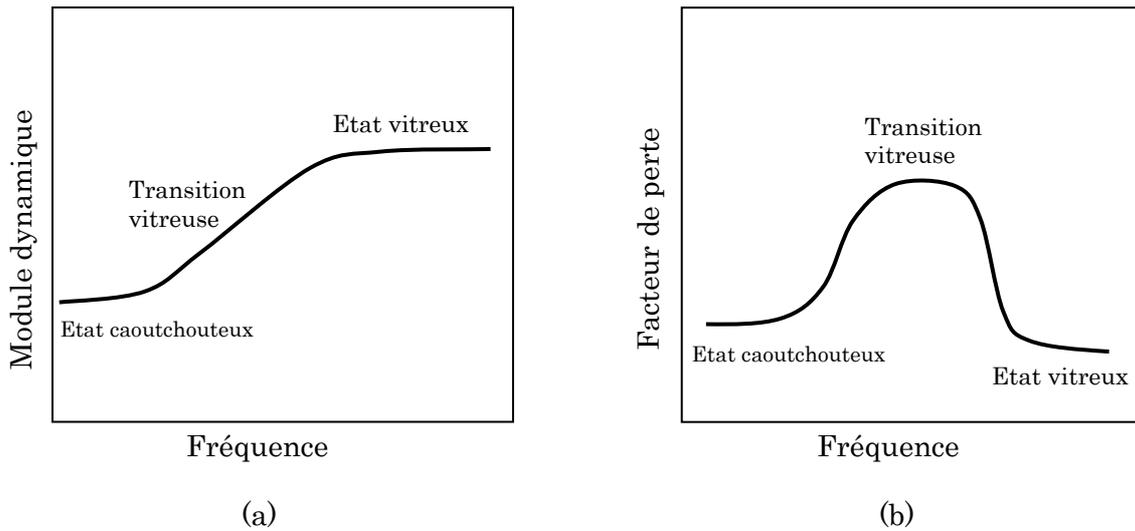


Figure 3-3 : Représentation schématique de l'évolution des propriétés dynamiques pour un matériau polymère en fonction de la fréquence : (a) module dynamique, (b) facteur de perte.

L'effet de la température est similaire à celui de la fréquence sur le changement d'états du matériau polymère (Figure 3-4). Le comportement du matériau peut être divisé à nouveau en trois zones : zone vitreuse à basses températures avec un module dynamique relativement élevé, zone de transition vitreuse dans laquelle le module dynamique diminue, et la zone caoutchouteuse à hautes températures avec un module dynamique faible. Pour le caoutchouc, la transition vitreuse marquée par une augmentation de la rigidité commence aux environs de  $-20^{\circ}\text{C}$  et le polymère devient fragile et cassant à partir de  $-60^{\circ}\text{C}$ .

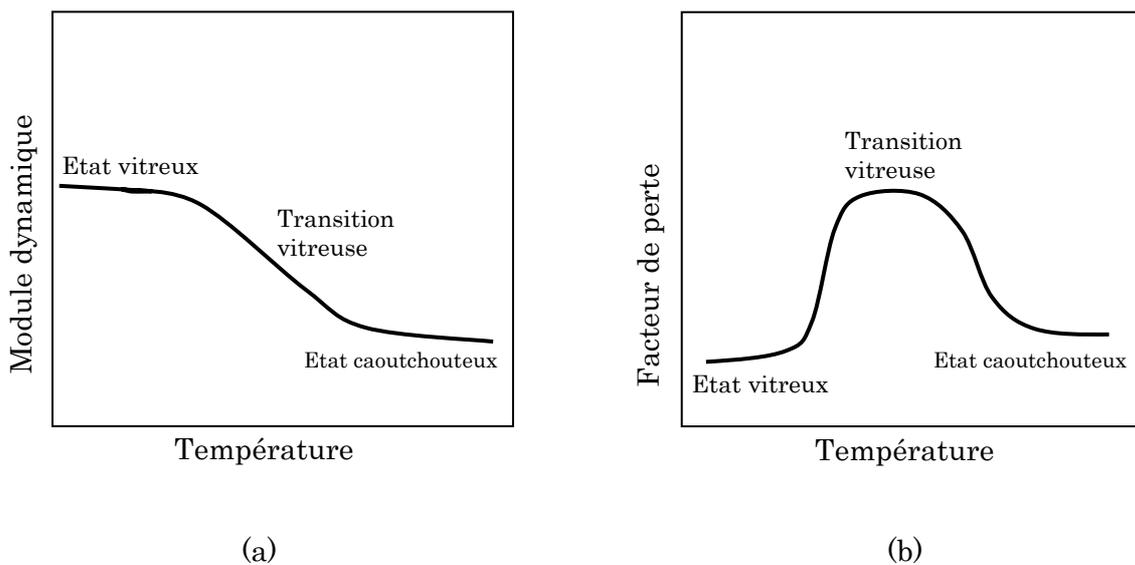


Figure 3-4 : Représentation schématique de l'évolution des propriétés dynamiques pour un matériau polymère en fonction de la température : (a) module dynamique, (b) facteur de perte.

Le comportement dynamique des matériaux polymères dépend de l'amplitude des vibrations (Snowdon, 1979). C'est la raison pour laquelle qu'avant de commencer les mesures des propriétés dynamiques, l'échantillon est soumis à de petites déformations (ou déplacements) afin d'éliminer cet effet. Pour de petites amplitudes, la structure du polymère reste intacte et le module dynamique est relativement grand. Lorsque l'amplitude des vibrations augmente, la structure du polymère se brise entraînant une diminution de l'énergie de dissipation ainsi que le facteur de perte. Selon Payne (Payen and Whittaker, 1971), l'effet de l'amplitude des vibrations est négligeable lorsque l'amplitude de déformations est inférieure à 0.1.

### 3.2.3. Module élastique complexe

#### 3.2.3.1. Représentation du module

En viscoélasticité linéaire (Salen, 1983), la contrainte  $\sigma$  est supposée être une fonction linéaire de l'historique de la déformation  $\varepsilon$  et la loi comportementale du matériau est écrite comme une loi de Hooke appliquée à des grandeurs complexes dépendantes du temps ou de la fréquence. Dans le domaine fréquentiel, la relation entre la contrainte et la déformation dans le cas de traction-compression s'écrit ainsi :

$$\sigma(\omega) = E(\omega)\varepsilon(\omega) \quad (3.1)$$

où  $E(\omega)$  est le module d'Young complexe (ou encore le module élastique complexe). La partie réelle  $E'(\omega)$ , appelé module dynamique  $E_d(\omega)$ , représente la partie élastique tandis que la partie imaginaire  $E''(\omega)$ , appelé module de perte, représente la partie visqueuse :

$$E(\omega) = E'(\omega) + jE''(\omega) = E_d(\omega)[1 + j\eta(\omega)] \quad (3.2)$$

avec

$$\eta(\omega) = E''(\omega)/E'(\omega) \quad (3.3)$$

où  $\eta(\omega)$  est le facteur de perte défini comme le coefficient d'amortissement structural. Il existe plusieurs modèles représentant le module d'Young complexe exprimés par des lois expérimentales ou analytiques. La loi expérimentale dite loi tabulée issue des mesures. On peut également choisir une loi analytique, dite loi paramétrique, dont on identifie les paramètres à l'aide des mesures expérimentales. On s'intéresse dans cette section qu'aux représentations paramétriques.

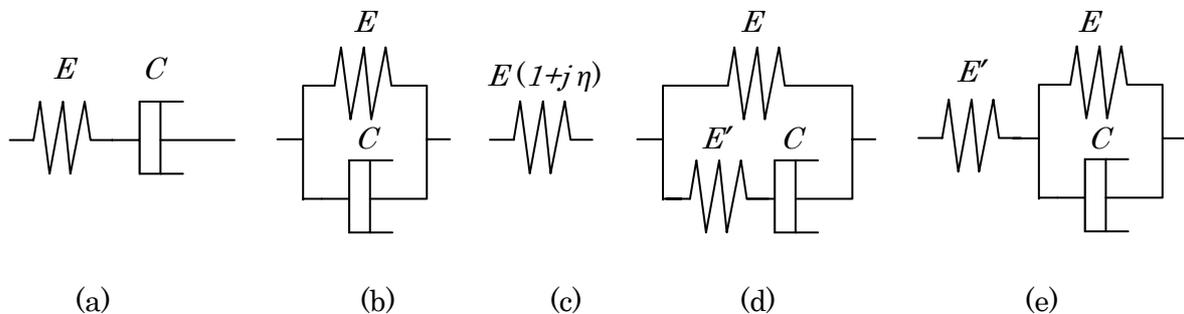


Figure 3-5 : Représentations paramétriques du module d'Young complexe : (a) modèle de Maxwell, (b) modèle de Kelvin-Voigt, (c) modèle hystérétique (structural), (d) modèle de Zener, (e) modèle de Poynting.

Le comportement mécanique d'un matériau viscoélastique peut se construire comme une combinaison linéaire des modèles comportementaux simples. On cherche à approcher le comportement du matériau viscoélastique par un modèle analytique simple (*i.e.* qui possède peu de paramètre). En générale, la loi de comportement d'un matériau viscoélastique linéaire se ramène à l'utilisation d'un modèle rhéologique hystérétique (Figure 3-5c) dont le module élastique est une quantité complexe dépendant de la fréquence. Les propriétés amortissantes de tels matériaux dépendent de différents facteurs tels que détaillés dans la section précédente.

### 3.2.3.2. Equivalence fréquence-température

Il est difficile expérimentalement d'accéder aux propriétés dynamiques des matériaux polymères sur une gamme de fréquence extrêmement large. On utilise donc généralement une autre propriété de ces matériaux polymères, appelée l'équivalence fréquence-température. En effet, le comportement d'un polymère soumis à des sollicitations lentes à basse température sera le même que celui d'un polymère soumis à des sollicitations rapides à haute température. Il en résulte que les effets de la température et de la fréquence ne sont pas indépendants. L'équation de Williams-Landel-Ferry (WLF) a été utilisée pour décrire le changement des propriétés viscoélastiques dans l'état caoutchouteux proche de la température de transition vitreuse. Par conséquent, cette équation est valide dans la gamme de température  $T_g < T < T_g + 100^\circ\text{C}$ , où  $T_g$  est la température de transition vitreuse.

Il en résulte qu'une campagne d'essais correspondant à un balayage en fréquence (typiquement de 0.01 Hz à 100 Hz, Instrument DMA) à plusieurs températures permet d'accéder au spectre complet du matériau. On peut ainsi prévoir le comportement rhéologique d'un polymère sur une gamme de température et de fréquence extrêmement large, à partir d'une série de mesures réalisées dans une zone beaucoup plus restreinte.

Dans ce cas, il est possible de construire une courbe maîtresse pour une température de référence donnée, en superposant les résultats obtenus à différentes températures pour le même matériau par un glissement le long de l'axe des fréquences (Figure 3-6). Une formulation analytique de ce concept est donnée par une équation du type :

$$E'(\omega, T) = \frac{\rho T}{\rho_0 T_0} E' \left( a_{T/T_0} \omega, T_0 \right) \quad (3.4)$$

$$E''(\omega, T) = \frac{\rho T}{\rho_0 T_0} E'' \left( a_{T/T_0} \omega, T_0 \right) \quad (3.5)$$

avec  $\rho$  la masse volumique,  $T$  la température et  $\omega$  la pulsation. L'indice 0 se rapporte à la température à laquelle la courbe maîtresse est construite. La correction de masse volumique permet de tenir compte des effets de dilatations qui peuvent être très importants dans la gamme de température concernée. Généralement, le rapport  $\rho T / \rho_0 T_0$  demeure proche de 1 en raison de la faible variation de la masse volumique dans la gamme de température  $T_g < T < T_g + 100^\circ\text{C}$ . Williams-Landel-Ferry ont montré que le coefficient de glissement  $a_{T/T_0}$  peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\log a_{T/T_0} = \frac{-C_1^0 (T - T_0)}{C_2^0 + T - T_0} \quad (3.6)$$

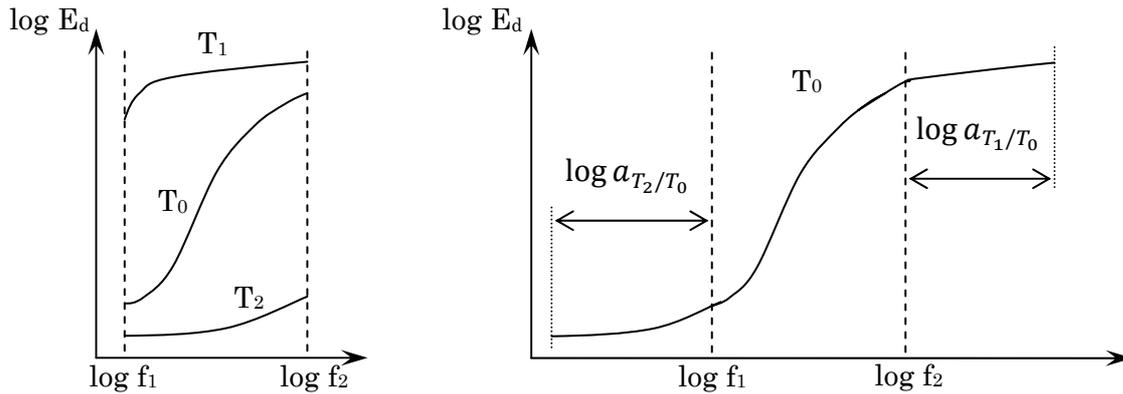


Figure 3-6 : Principe de superposition fréquence-température ( $T_2 > T_0 > T_1$ ).

Cette équation est appelée l'équation WLF, du nom de ses auteurs.  $C_1^0$  et  $C_2^0$  dépendent du matériau et du choix de la température de référence. Ces deux grandeurs viscoélastiques peuvent être déterminées à partir des valeurs mesurées des coefficients de glissement  $a_{T/T_0}$ . Dans la gamme de hautes températures, les coefficients de glissement  $a_{T/T_0}$  en fonction de la température peuvent suivre d'autres types de lois telles que l'équation d'Arrhenius (Etchessahar and Sahraoui, 2005) :

$$\log a_{T/T_0} = \frac{-E_a}{2.3 R T} \quad (3.7)$$

où  $E_a$  est l'énergie d'activation de la réaction,  $T$  est la température absolue en degré Kelvin, et  $R = 8.314 \times 10^{-3} \text{ kJmol}^{-1}\text{K}^{-1}$  est la constante des gaz parfaits.

D'autres fonctions décrivent le coefficient de glissement en température. Pellin et al. (Pellin et al., 2002) ont effectuée une comparaison de cinq fonctions (WLF, Arrhenius, log-linear, expérimental et VTS « *Viscosity Temperature Suceptibility* »). Leurs différences sont essentiellement liées au comportement à basse température (Kergourlay, 2004).

### 3.2.4. Mesure des propriétés dynamiques

Dans cette section, nous portons un grand intérêt à l'étude des différents méthodes de mesure des propriétés dynamiques des matériaux polymères et leurs mousses ainsi que les matériaux granulaires contenant un agglomérat de grains d'origine polymère. De nombreuses méthodes de caractérisation de l'amortissement structural existent. L'analyse mécanique dynamique DMA « *Dynamic Mechanical Analysis* » est une technique expérimentale précise qui met en jeu des essais sous sollicitations harmoniques.

La Figure 3-7 présente des schémas des montages dans le cas d'études de torsion, cisaillement et traction-compression. Chaque montage permet la mesure des propriétés spécifiques. Pour l'étude du module élastique complexe (Figure 3-7 c), un échantillon est sollicité dans la direction longitudinale et on mesure le module élastique dynamique ainsi que le facteur de perte en fonction de la fréquence.

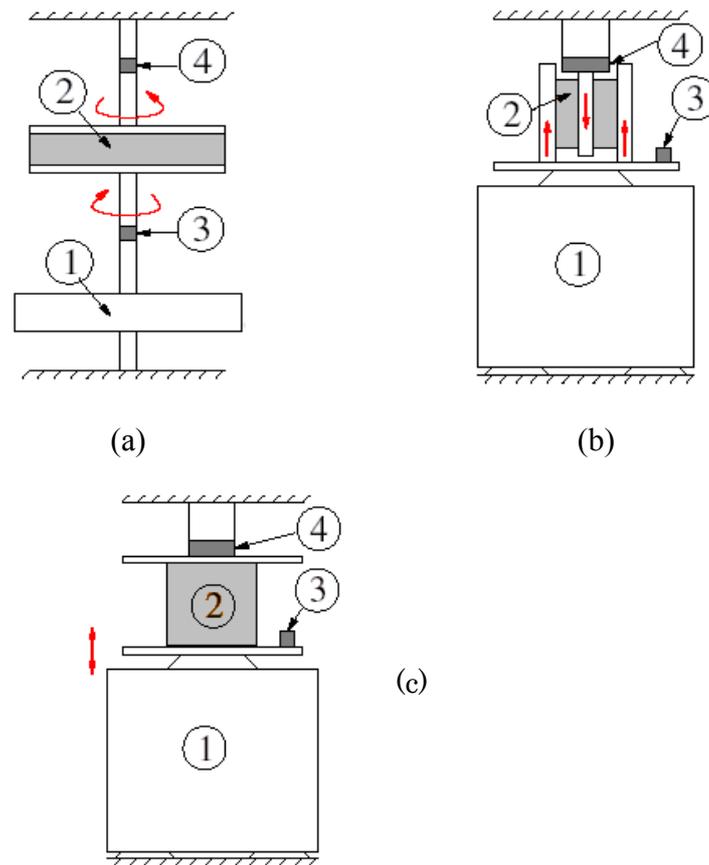


Figure 3-7 : Représentation schématique des montages existants pour la caractérisation viscoélastique des matériaux : (a) essai torsion, (b) essai cisaillement, et (c) essai traction – compression. 1 : pot vibrant, 2 : échantillon matériau, 3 et 4 : capteurs de force / accéléromètres. (Jaouen, 2003).

Plusieurs systèmes de teste dynamique des matériaux sont disponibles sur le marché pour mesurer le module dynamique. Néanmoins, la gamme de fréquence de ces dispositifs est généralement limitée à des fréquences inférieures à 100 Hz. Alors, les propriétés du matériau à hautes fréquences sont obtenues par mesure à différentes températures et par extrapolation des données mesurées à basses fréquences aux données à hautes fréquences utilisant l'équation WLF décrite la section précédente.

Alternativement, plusieurs méthodes ont été proposées pour mesurer directement les propriétés mécaniques dynamiques des matériaux à hautes fréquences. Madigosky et Lee (Madigosky and Lee, 1979) ont utilisé l'approche de propagation d'onde pour mesurer le module d'Young et le facteur de perte pour des fréquences supérieures à 10 kHz. Dans cette méthode, la longueur du spécimen doit être importante afin d'éviter la résonance. Une méthode de mesure basée sur les ondes longitudinales a été aussi proposée par Pritz (Pritz, 1980). Un échantillon sous forme cylindrique ou prismatique est chargé sur la partie supérieure par une masse correspondant à la charge statique désirée «  $M$  ». L'excitation est réalisée, dans la direction longitudinale, sur la partie inférieure de l'échantillon où il est placé au-dessus du pot vibrant (Figure 3-8). Dans ce cas, il est avantageux d'utiliser la méthode de la fonction de transfert pour déterminer les caractéristiques dynamiques du matériau. Cette méthode consiste à mesurer les déplacements de vibration (vitesse ou accélération) des deux extrémités de l'échantillon ainsi que l'angle de phase entre eux. A partir de la fonction de transfert ainsi déterminée, on peut calculer les caractéristiques dynamiques du spécimen.

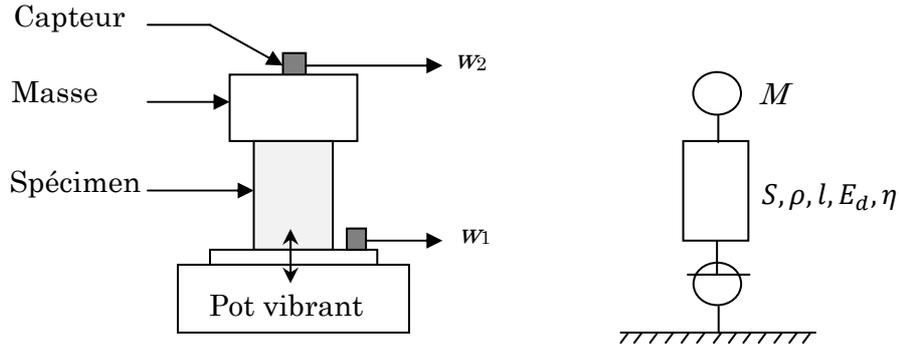


Figure 3-8 : Spécimen excité dans la direction longitudinale par un pot vibrant et statiquement chargé par la masse  $M$ , et son modèle théorique.

La fonction de transfert est le rapport complexe des déplacements de vibration aux deux extrémités du système masse / échantillon :

$$T = |T|e^{j\varphi} = \hat{w}_2/\hat{w}_1 = |\hat{w}_2|e^{j\varphi_2}/|\hat{w}_1|e^{j\varphi_1} \quad (3.8)$$

avec

$$|T| = |\hat{w}_2|/|\hat{w}_1|, \quad \varphi = \varphi_2 - \varphi_1 \quad (3.9)$$

Ici,  $\hat{w}$  est l'amplitude complexe du déplacement. La fonction de transfert d'une barre avec une masse à l'extrémité peut être dérivée par la résolution de l'équation d'onde (Snowdon, 1968 ; Norris and Young, 1970) ou à partir de la théorie de four-pole « *four-pole theory* » (Snowdon, 1971) :

$$T = [\cosh \hat{k}l + (M/m)\hat{k}l \sinh \hat{c}l]^{-1} \quad (3.10)$$

avec  $l$  est la longueur de la barre,  $m$  est la masse de la barre,  $\hat{k} = a + jb$  est la constante de propagation complexe où  $a$  et  $b$  peuvent être exprimés en fonction des caractéristiques dynamiques (Snowdon, 1968) par les équations :

$$b = b_0\sqrt{D+1}/\sqrt{2D}, \quad a = b_0\sqrt{D-1}/\sqrt{2D} \quad (3.11)$$

avec

$$b_0 = \omega\sqrt{\rho/E_d}, \quad D = \sqrt{1+\eta^2} \quad (3.12)$$

Dans lesquelles  $E_d$  est le module d'Young dynamique,  $\eta$  est le facteur de perte et  $\rho$  la densité du matériau. Il peut être considéré qu'après avoir mesuré la fonction de transfert, les valeurs  $a$  et  $b$  peuvent être déterminées par la résolution d'un système d'équations (Pritz, 1980). Le module dynamique ainsi que le facteur de perte peuvent être calculés en utilisant les équations (3.11) et (3.12)

$$E_d = \rho \left(\frac{\omega}{b}\right) \frac{1-d^2}{(1+d^2)^2}, \quad \eta = \frac{2d}{1-d^2}, \quad d = \frac{a}{b} \quad (3.13)$$

Cette méthode a été appliquée sur des matériaux polymères tels que le caoutchouc et le polyuréthane dont les propriétés dynamiques sont mesurées dans une gamme de fréquence allant jusqu'à 4 kHz. La méthode fonction de transfert a été adoptée comme une norme ANSI (ANSI, 1998). Park a utilisé le même principe pour caractériser le comportement viscoélastique des thermoplastiques moussés (Park et al., 2003).

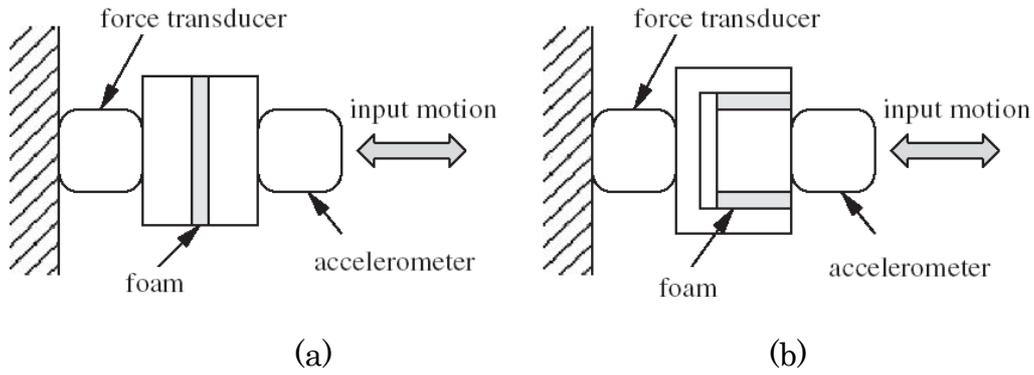


Figure 3-9 : Schéma du montage utilisé pour déterminer : (a) module élastique, (b) module de cisaillement de la mousse.

Récemment, une méthode de mesure du module élastique dynamique ainsi que du module de cisaillement dynamique a été mise en place par Kripa et al. (Kripa et al. 2006). Les modules élastique et de cisaillement sont déterminés en excitant une couche mince de la mousse entre les blocs en aluminium tel que montré dans la Figure 3-9. A partir de la réponse en fréquence accélération / force, dans le cas du montage Figure 3-9 a, le module élastique dynamique peut s'exprimer par l'équation suivante :

$$E_d(\omega)[1 + j\eta(\omega)] = \frac{\omega^2 FRF(\omega)[1 - j \tan \theta(\omega)] e}{\sqrt{1 + [\tan \theta(\omega)]^2}} \frac{e}{A} \quad (3.14)$$

avec  $FRF$  et  $\theta$  sont respectivement l'amplitude et l'angle de la phase de la fonction de transfert accélération / force,  $e$  et  $A$  sont l'épaisseur et la surface de l'échantillon, respectivement. Par un calcul similaire, on peut déterminer le module de cisaillement complexe. Le rapport entre le module élastique et de cisaillement permet la détermination du coefficient de Poisson.

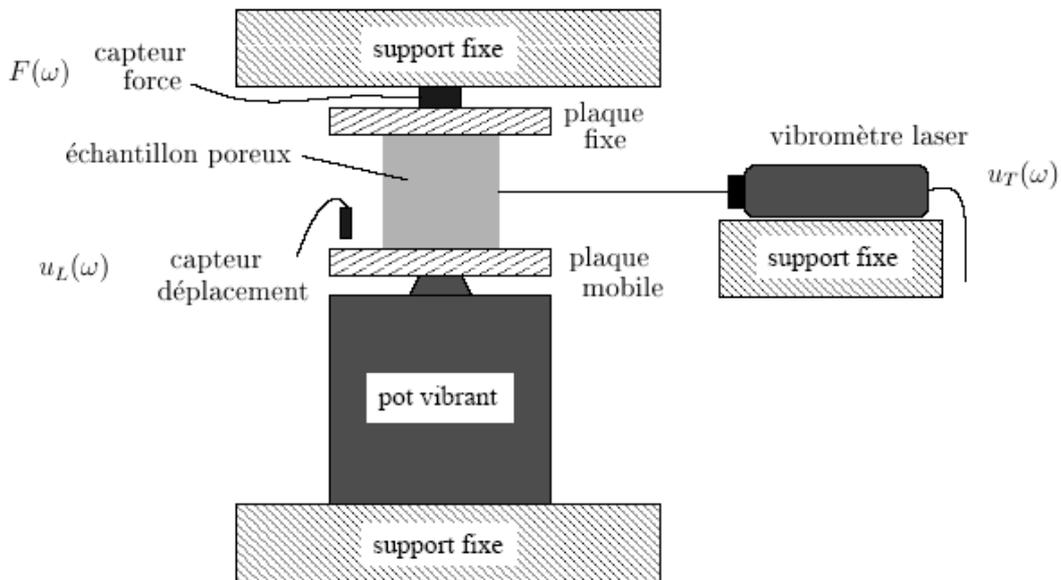


Figure 3-10 : Dispositif de mesure des paramètres mécaniques (Sahraoui et al., 2000)

Mariez et Sahraoui (Mariez et Sahraoui, 1997) ont développé une méthode basée sur la compression quasi-statique d'un échantillon cubique entre deux plans parallèles (Figure 3-10). L'échantillon n'est pas collé mais légèrement précontraint entre deux feuilles de papier de verre et subit une déformation de l'ordre de 1% afin de rester dans la zone d'élasticité linéaire. L'excitation quasi-statique (de 0.1 Hz à 200 Hz typiquement) permet de s'affranchir de l'inertie du squelette et du couplage avec le fluide. La force appliquée par le pot vibrant  $F(\omega)$ , ainsi que les déplacements du squelette, longitudinal  $u_L(\omega)$  et latéraux  $u_T(\omega)$ ,  $u_T'(\omega)$  (2 directions transverses) sont relevés. On peut ainsi définir une impédance mécanique longitudinale

$$K(\omega) = \frac{F(\omega)}{u_L(\omega)} \quad (3.15)$$

Et deux fonctions de transfert homogènes à un coefficient de Poisson,

$$T(\omega) = \frac{u_T(\omega)}{u_L(\omega)} \text{ et } T'(\omega) = \frac{u_T'(\omega)}{u_L(\omega)} \quad (3.16)$$

En positionnant l'échantillon différemment selon ses trois axes, trois triplets de fonctions  $K(\omega)$ ,  $T(\omega)$  et  $T'(\omega)$  sont obtenus. Si les triplets sont identiques et que  $T(\omega) = T'(\omega)$ , quelle que soit la direction, le matériau est isotrope. Si seulement deux triplets sont identiques, le matériau est isotrope transverse : son axe de symétrie, noté  $L$ , est l'un des trois axes du cube. S'ils diffèrent tous, le matériau est orthotrope ; il pourrait aussi être isotrope transverse si l'axe de symétrie ne coïncide pas avec l'un des trois axes du cube.

Deux méthodes d'inversion permettent d'obtenir les valeurs des coefficients d'élasticité. La plus simple, dénommée inversion approche, suppose que les faces latérales de l'échantillon restent planes lors de la déformation : cette hypothèse est vérifiée seulement si le coefficient de Poisson est nul car il n'y a pas de glissement possible entre l'échantillon et les deux plans. La déformation est donnée par la Figure 3-11. L'erreur d'approximation, liée au coefficient de Poisson, reste cependant toujours inférieure à 6% (Tableau 3-1). On peut ainsi calculer un module d'Young approché, pour chacune des trois directions, avec la relation

$$E(\omega) = K(\omega)/l \quad (3.17)$$

Où  $l$  est l'arrête du cube.

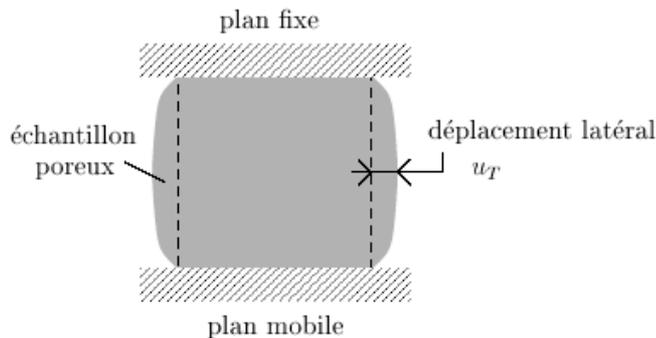


Figure 3-11 : Déformation de l'échantillon poreux en compression

Tableau 3-1 : Surestimation du module d'Young par l'inversion approche en fonction du coefficient de Poisson  $\nu$ 

$\nu$	0.01	0.1	0.2	0.3	0.4	0.45	0.49
$\Delta E$ (%)	0	0.2	1	2	4	5	6

La deuxième méthode s'appuie sur un calcul par éléments finis pour tenir compte de la réelle déformation tridimensionnelle du cube. Comme l'excitation est quasi-statique, l'inversion numérique est faite en statique. Seules les inversions isotrope et anisotrope transverse ont été implantées. Pour une fréquence de mesure donnée, elles permettent d'obtenir soit deux paramètres (module d'Young  $E$  et coefficient de Poisson  $\nu$ ) soit cinq paramètres ( $E_L, E_T, G_{LT}, \nu_{LT}, \nu_{TT}$ ) complexes. Ce dernier type d'anisotropie semble d'ailleurs bien correspondre à des matériaux de type fibreux ou à des mousses polymères dont l'axe de symétrie correspondrait avec la direction de croissance de la mousse lors de sa fabrication (Mariez et Sahraoui, 1997). Cependant la direction de l'axe de symétrie peut être perturbée à cause des flux gazeux orientés vers les coins supérieurs du pain de mousse (Figure 3-12).

L'incertitude sur les paramètres après inversion est de l'ordre de 5%. Elle est supérieure pour le module de cisaillement  $G_{LT}$  car la sollicitation en compression génère peu de contrainte en cisaillement. Cependant plus on s'éloigne du modèle de symétrie utilisé pour l'inversion, plus l'incertitude sera grande. Par exemple, pour une inversion isotrope, si les trois fonctions  $K(\omega)$  diffèrent légèrement, on obtiendra trois modules d'Young différents selon la fonction choisie.

En ce qui concerne la dépendance fréquentielle, les travaux expérimentaux réalisés confirment les conclusions de Sahraoui et Mariez : les coefficients de Poisson sont réels et indépendants de la fréquence, alors que les modules sont complexes et dépendent de la fréquence. Une augmentation de 20 à 30% sur les modules entre 1 Hz et 100 Hz a été observée pour une mousse polymère. Cette tendance pourrait raisonnablement être étendue d'une décade. Actuellement, les différents codes de simulation utilisés dans cette étude n'intègrent pas la dépendance fréquentielle des modules. Les valeurs choisies sont celles obtenues pour des fréquences de quelques Hz, pour minimiser l'influence des effets dynamiques.

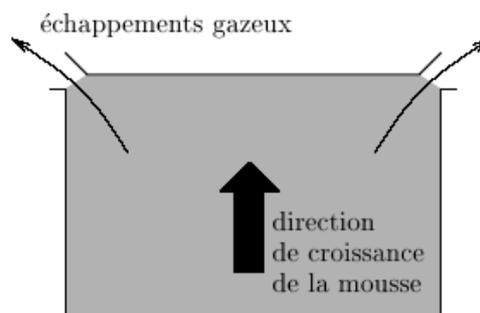


Figure 3-12 : Coupe d'un pain de mousse polymère lors de sa fabrication

Une détermination expérimentale à hautes fréquences nécessiterait une inversion avec le modèle de Biot. Par conséquent, la mise en œuvre expérimentale deviendrait très délicate. Une autre méthode pourrait s'appuyer sur la relation de dépendance en température et en fréquence des propriétés mécaniques des matériaux viscoélastiques. Une extrapolation aux fréquences supérieures serait alors possible à partir des mesures faites à basses températures. C'est ce principe sur lequel nous nous appuyons et qui va nous servir, par la suite, dans la détermination des propriétés dynamiques des plaques et matériaux granulaires thermoplastiques.

Les matériaux granulaires, quant à eux, présentent des caractéristiques viscoélastiques dus à leur ambivalence solide-liquide (Balendran and Nemat-Nasser, 1993). Cette ambivalence est due à l'interconnexion entre une partie de grains agissant ainsi comme un réseau tridimensionnel élastique susceptible d'emmagasiner et de restituer l'énergie mécanique alors que l'autre partie agit comme un fluide de remplissage interstitiel dissipatif. Ainsi, un milieu granulaire est constitué d'une fraction de grains interconnectés en un réseau tridimensionnel élastique alors que l'autre fraction constitue le fluide interstitiel emprisonné dans les mailles du réseau donnant lieu à une dissipation visqueuse de l'énergie mécanique. Cette caractéristique se retrouve dans les situations dynamiques.

Lorsqu'un matériau granulaire est soumis à des sollicitations dynamiques, il en résulte des phénomènes complexes qui mettent en difficulté la caractérisation expérimentale ainsi que la modélisation numérique de ce type de matériau. Dans une phase de modélisation, il semble naturel que cette grande diversité de comportements qu'un matériau granulaire possède soit associée à un nombre suffisant de paramètres de contrôle tels que la contrainte inter-granulaire, l'histoire des contacts, la pression de confinement, etc. Or la multiplication de ces paramètres s'oppose à la simplicité recherchée du modèle numérique. Ainsi, les lois de comportement de ces matériaux dans leurs différents états (solide, fluide et gaz) et leur dépendance avec les paramètres de contrôle restent ambiguës. Par conséquent, la caractérisation mécanique dynamique d'un matériau granulaire s'annonce très difficile.

En effet, il existe plusieurs approches pour mesurer les propriétés dynamiques des matériaux granulaires. Okudaira et al (Okudaira et al., 1993) ont effectué des mesures acoustiques afin d'évaluer les propriétés dynamiques des matériaux granulaires polymères. Ils ont remarqué qu'il est possible de déterminer le module élastique longitudinal d'une couche granulaire à partir du coefficient d'absorption du matériau granulaire contenant des particules de taille relativement petite. Yanagida et al (Yanagida et al., 2001 ; Yanagida et al., 2002) ont mesuré la raideur et le facteur de perte d'un mélange de poudres par mesure, sous excitation harmonique, de la résonance dans la poudre granulaire confinée dans une colonne et chargée par une masse.

Park (Park, 2005 ; Park, 2006) a mesuré la vitesse d'onde et le facteur de perte de matériaux granulaire par une méthode similaire à celle de Yanagida et al. Nous portons un intérêt particulier à la méthode de mesure utilisée par Park. Afin de mesurer ces propriétés dynamiques utilisant la méthode fonction de transfert, une excitation contrôlée et des conditions aux limites précises sont nécessaires. Toutefois, il est difficile de générer une vibration contrôlée d'un matériau granulaire formé dans une colonne à cause du phénomène d'avalanche du matériau. Si un récipient tel qu'un tube est utilisé pour contenir le spécimen, la friction entre le matériau granulaire et le récipient affecte significativement les caractéristiques vibratoires du matériau testé (Kuhl and Kaiser, 1962). Pour minimiser ce problème lié à la friction, la vibration longitudinale du matériau est générée comme la montre la Figure 3-13.

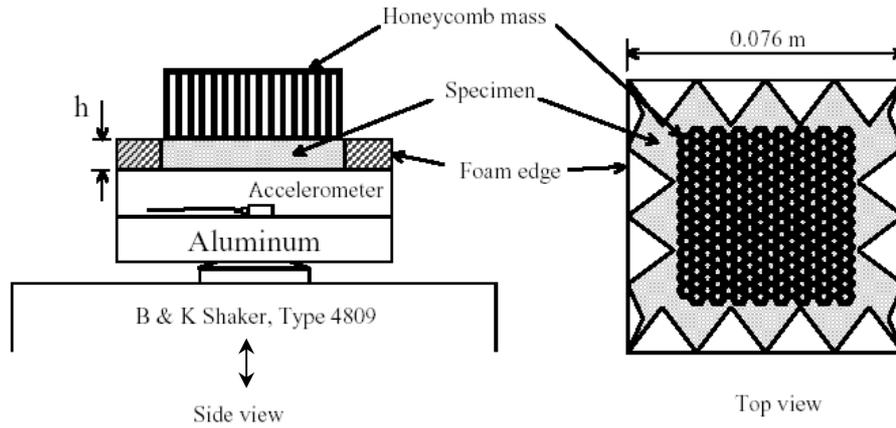


Figure 3-13 : Schéma expérimental pour mesurer les propriétés dynamiques des matériaux granulaires

Les dimensions latérales du spécimen dans les directions  $y$  et  $z$  sont très importantes que son épaisseur  $L$ . De cette façon, l'effet de l'interaction entre les grains et la propagation d'onde aéroportée sur la réponse dynamique dû à la tortuosité et donc le couplage inertiel est très petit pour un échantillon de petite épaisseur. Aussi, les déformations dans les deux directions  $y$  et  $z$  sont négligeables. Sous ces conditions, l'analyse des vibrations du milieu granulaire est réduite en une dimension.

Dans la Figure 3-13, la réponse vibratoire du spécimen est mesurée sur la masse attachée  $m$ . Cette masse attachée empêche les vibrations de flexion ou de cisaillement, ainsi le spécimen vibre seulement suivant la direction longitudinale. Afin de minimiser les effets de déformation structurale, la masse doit être rigide autant que possible dans la gamme de fréquence d'étude. Cependant, la masse doit être petite autant que possible pour minimiser la compression statique du spécimen due au poids de la masse attachée, spécialement quand des spécimens de faible élasticité sont testés tels que les grains de faible densité. En plus, les ondes aéroportées peuvent se propager librement à travers la masse attachée et ainsi la masse répond seulement à la vibration du matériau granulaire. Pour cela, un nid d'abeilles a été utilisé comme une masse attachée. Les cellules du nid d'abeilles permettent la propagation des ondes dans la direction  $x$ . Pour empêcher la propagation d'onde dans les directions  $y$  et  $z$ , le matériau granulaire est bordé par une mousse acoustique ondulée.

Dans le cas de vibrations longitudinales, Figure 3-13, la fonction de transfert mesurée entre les déplacements en bas du spécimen et sur la masse attachée est en fonction du nombre d'onde complexe :

$$\hat{u}_{x=l}/u_0 = [\cos \hat{k}l + (m/m_s)\hat{k}l \sin \hat{k}l]^{-1} \quad (3.18)$$

où  $m_s = \rho Al$  est la masse du spécimen (matériau granulaire). Après substitution de  $\hat{u}_{x=l}/u_0$  dans l'équation (3.18) avec la fonction de transfert mesurée et séparation des parties réelle et imaginaire de  $\hat{k}$ , deux équations sont obtenues. La méthode de Newton-Raphson est utilisée afin d'obtenir le nombre d'onde complexe  $\hat{k} = k_r + jk_i$  à partir de ces deux équations. Toutefois, il existe plusieurs solutions satisfaisant l'équation (3.18). Parmi les solutions possibles, il y a une seule solution physiquement acceptable. Cependant, l'application de la méthode fonction de transfert requiert un minimum

interaction entre les oscillations du solide (grains) et le fluide interstitiel. La validité de cette hypothèse est vérifiée par comparaison de deux méthodes prédictives de la réponse dynamique du spécimen : la théorie de Biot (Park, 2005) et l'analyse de vibration longitudinale équation (3.18).

La méthode de mesure utilisée par Park a été appliquée sur une mousse, des sphères de verre et des microsphères polymères. Les propriétés dynamiques mesurées suivent les caractéristiques des matériaux viscoélastiques typiques : le module dynamique augmente avec la fréquence et le facteur de perte dépend de la fréquence. Pour les matériaux granulaires testés, les propriétés dynamiques dépendent de l'amplitude de vibration et de la taille des grains. Ces résultats viennent confirmer le comportement viscoélastique des matériaux granulaires (Maddalena and Ferrari, 1995).

Un certain nombre de résultats sur le comportement viscoélastique des différents mélanges à base de GTR ont été déjà présentées au cours de la revue bibliographique du premier chapitre. Il reste toutefois à préciser quelques points concernant le thème particulier des propriétés dynamiques à hautes fréquences en utilisant la technique équivalence fréquence – température. Pour cette fin, un montage a été réalisé pour caractériser les matériaux granulaires, section 3.3.



---

## 3.3. Etude expérimentale

---

Lors d'un test dynamique, on observe systématiquement une dépendance en fréquence des propriétés mécaniques des matériaux viscoélastiques. En générale, la méthode à utiliser pour obtenir ces propriétés dynamiques à hautes fréquences provient de l'application du principe de superposition fréquence-température à partir des essais réalisés à différentes températures dans une gamme de fréquence limitée utilisant des appareils de mesure conventionnels (section 3.2.3.2). Toutefois, il est délicat d'appliquer cette technique de superposition lors d'un test dynamique sur des matériaux granulaires où le comportement est fortement non linéaire affecté par les effets thermomécaniques. Pour mieux appliquer ce type de méthode il est nécessaire de caractériser les propriétés dynamiques des matériaux granulaires polymères utilisés dans le domaine de petites vibrations.

Les matériaux de notre étude sont tous obtenus par compoundage et moulage à partir des mélanges à base de poudrettes de pneus recyclés GTR. Il est clair, vue leur origine, que ces matériaux présentent un comportement dit viscoélastique dans un large domaine de fréquence / température. Ceci signifie que leur réponse à une sollicitation dynamique est intermédiaire entre un comportement solide élastique et un comportement liquide. Ces propriétés mécaniques évoluent considérablement en fonction de la température ou de la fréquence de la sollicitation. À faible température, ou pour des fréquences de sollicitations très élevées, la réponse du matériau est essentiellement élastique, alors qu'à haute température ou pour des sollicitations très lentes, la composante visqueuse de la réponse est prédominante. Les caractéristiques de ces comportements solide et liquide, ainsi que la transition d'un domaine à l'autre, vont dépendre de la température (effet de la  $T_g$ ) du polymère composite. Malheureusement, la détermination de la température de transition vitreuse d'un matériau granulaire d'origine polymère reste difficile vue son caractère fortement non linéaire sous les effets de fréquence et température.

Dans cette partie, nous présenterons la technique expérimentale que nous avons utilisée, particulièrement pour la caractérisation des matériaux granulaires. Nous exposerons ensuite les différents résultats que nous avons obtenus et les effets de l'ajout d'agent d'expansion sur les performances dynamiques du polymère composite. Enfin, nous présenterons les valeurs des paramètres d'approximation concernant les matériaux granulaires polymères que nous avons pu estimer en utilisant un modèle décrivant les propriétés dynamiques en fonction de la fréquence.

### 3.3.1. Dispositif expérimental

Du fait du comportement viscoélastique des matériaux polymères, des essais mécaniques reflétant la réponse dépendante de la fréquence et de la température sont complémentaires. Nous allons décrire la procédure de détermination des propriétés des matériaux polymères élaborés au cours du deuxième chapitre. Nous avons réalisé des essais DMTA « Dynamic Mechanical Thermal Analysis » en utilisant un analyseur de type Metravib – DMA50. Cet appareil permet des mesures à déplacements imposés et nous avons utilisé une géométrie parallélépipédique pour les plaques et une géométrie cylindrique pour les matériaux granulaires. Le dispositif expérimental est présenté sur la Figure 3-14.

L'appareil est constitué de deux plateaux entre lesquels l'échantillon est placé. Le plateau inférieur applique une vibration d'amplitude et de fréquence imposée à un échantillon de matériau tandis que le plateau supérieur est fixe. Le plateau inférieur est équipé d'un capteur permettant des mesures respectives du déplacement appliqué et de la force transmise par le matériau conduisant à la détermination précise de ses propriétés viscoélastiques, son module d'Young complexe. Le pilotage du visco-analyseur et l'acquisition des données se font à l'aide du logiciel Dynatest.

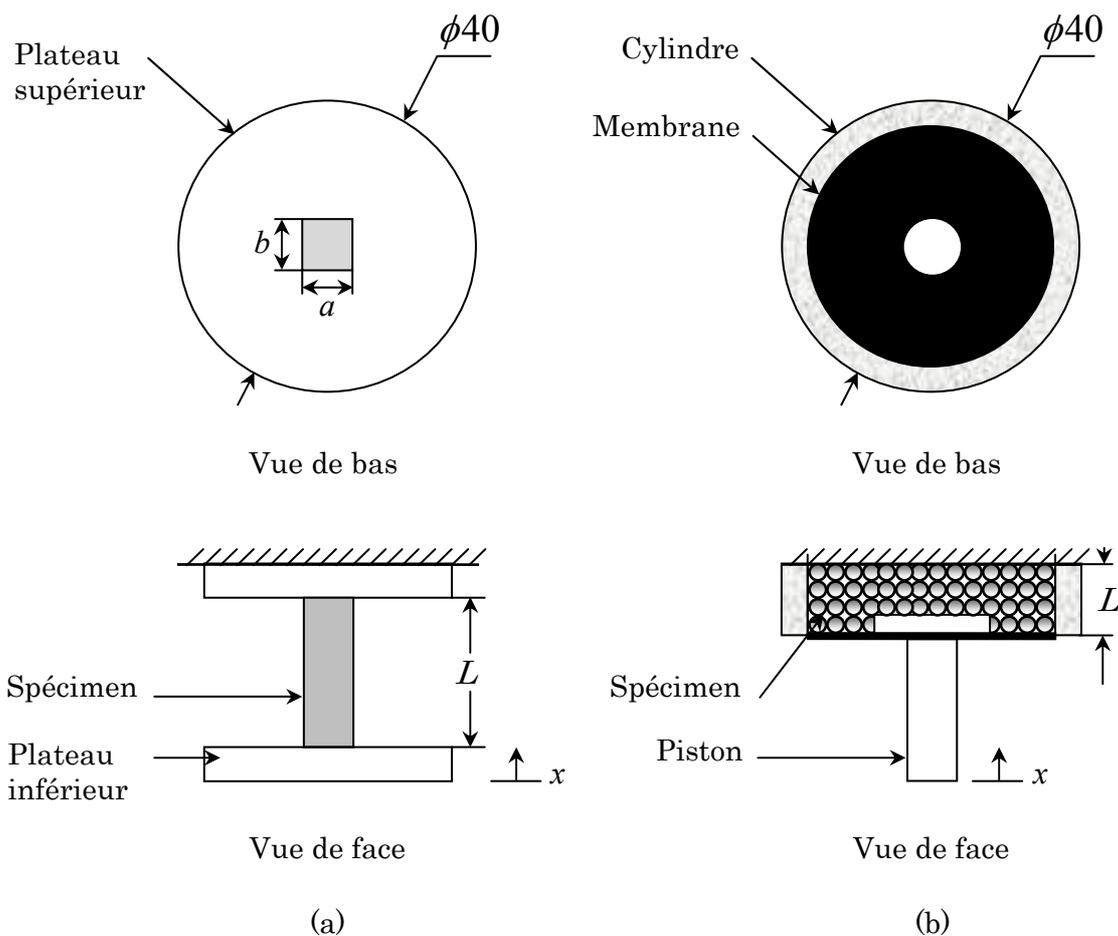


Figure 3-14 : Dispositif de mesure DMA en traction-compression : (a) géométrie parallélépipédique (plaque), (b) géométrie cylindrique (matériau granulaire)

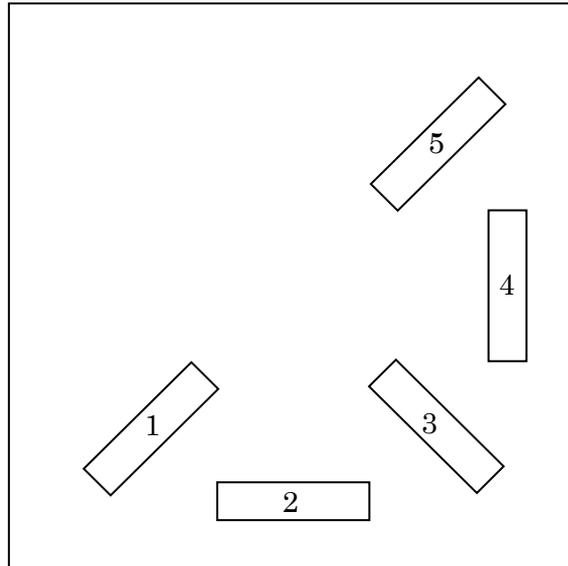


Figure 3-15 : Découpage des éprouvettes pour vérifier l'homogénéité des propriétés mécaniques des plaques injectées (spécimens S1 – S5)

Les plateaux sont dans une chambre contrôlée en température qui permet de travailler de  $-150^{\circ}\text{C}$  à  $600^{\circ}\text{C}$ . La régulation en température se fait à l'aide d'une résistance chauffante et d'azote liquide tout en assurant une distribution uniforme de la température par ventilation. La température est mesurée par un thermocouple placé à l'intérieur de la chambre. La gamme de fréquence accessible avec cet appareillage va de  $10^{-5}$  à 200 Hz.

Les échantillons peuvent être préparés par extrusion des mélanges polymères (GTR / EVA, GTR / PS) obtenant ainsi un matériau granulaire et par injection des mélanges polymères (GTR / EVA, GTR / EVA /  $\text{NaHCO}_3$ ) pour la fabrication des plaques d'épaisseur 8 mm. Des éprouvettes sont ensuite découpés à partir des plaques injectées de dimensions  $8 \times 10 \times 40$  mm correspondant à l'épaisseur  $a$ , la largeur  $b$  et la longueur  $L$  respectivement. Afin de vérifier l'anisotropie des propriétés mécaniques des plaques injectées, nous avons préparé des échantillons 1–5 découpés selon la manière présentée sur la Figure 3-15.

L'échantillon est placé et collé sur les deux plateaux inférieur et supérieur assurer une bonne adhérence du spécimen sur les plateaux et éviter le glissement durant la mesure. La colle utilisée ici est une colle spéciale testée et approuvée par Metravib (Figure 3-14 a). L'essai dynamique doit être réalisé dans le domaine linéaire dans la gamme de fréquence concernée. Cet essai de linéarité consiste à mesurer le module élastique du matériau durant un balayage en déplacement à fréquence et température constante. Pour l'ensemble des échantillons découpés à partir des plaques injectées (GTR / EVA, GTR / EVA /  $\text{NaHCO}_3$ ), nous avons réalisé des tests de balayage en fréquence (de 1 à 70 Hz la fréquence la plus élevée de la gamme d'intérêt) pour diverses températures (de  $-100$  à  $50^{\circ}\text{C}$  pour couvrir toute la gamme de température dans laquelle se trouve la transition vitreuse), le déplacement imposé est de  $10^{-5}$  mm. Ces expériences nous ont permis, en utilisant le principe de superposition fréquence – température, de construire les courbes maîtresses pour le module dynamique, le module de perte et la tangente de l'angle de perte pour l'ensemble de nos plaques injectées.

Quant au matériau granulaire, il est placé dans un cylindre en plexiglas collé au plateau supérieur de diamètre extérieur égal à celui du plateau. Pour réaliser au mieux l'essai dynamique sur un matériau granulaire, l'échantillon est confiné dans un cylindre clos à sa base par une membrane élastomère couplée à un piston. Pour que les résultats de l'essai soient significatifs, la membrane doit avoir une très faible rigidité dans la gamme de fréquence de l'essai afin de minimiser le couplage entre les propriétés mécaniques du matériau granulaire et de la membrane (Figure 3-14 b). L'échantillon est sollicité par l'intermédiaire d'un piston où sa surface supérieure est en contact direct avec le matériau granulaire tandis que sa surface inférieure est collée au plateau inférieur. Ainsi, la surface de mesure est celle du piston en contact avec l'échantillon et non la surface du cylindre dans lequel le matériau granulaire est confiné. Le diamètre intérieur du cylindre étant  $D = 30$  mm avec une longueur  $L = 15$  mm, nous avons réalisé des essais sur une surface de mesure de diamètre  $d = D/2 = 15$  mm.

Le matériau granulaire est placé dans le cylindre à des conditions de température et pression ambiante. Due à la contraction thermique lors de la solidification des grains à basse température, on applique entre les deux plateaux une légère pression pour assurer un bon contact du piston sur le matériau granulaire dans la gamme de fréquence et de température d'intérêt. L'état initial du milieu granulaire, en particulier sa densité initiale, joue un rôle prépondérant dans l'évolution de son comportement mécanique. La précontrainte appliquée est prise en considération dans les mesures. Nous avons réalisé des tests préliminaires afin de déterminer la gamme de fréquence et de température dans lesquelles le matériau granulaire d'étude reste dans le domaine linéaire de ses propriétés mécaniques. Ces tests nous ont permis de fixer la gamme de fréquence et de température à 1 à 60 Hz et -15 à 35 °C, respectivement. Dans le cas des essais sur matériaux granulaires, le déplacement imposé est de l'ordre de  $5 \times 10^{-5}$  mm.

Les propriétés dynamiques des matériaux viscoélastiques exhibent un comportement complexe en fonction de la fréquence (Pritz, 1998). Dans les régions loin de la transition vitreuse, le module d'Young des matériaux polymères est une fonction linéaire du logarithme de la fréquence (Lagakos et al., 1986 ; Park et al., 2003). Cette dépendance des propriétés dynamiques basée sur les résultats expérimentaux de Lagakos et al. est de la forme suivante :

$$E_d(\omega) = C_{1E} \log \omega / 2\pi + C_{2E} \quad (3.19)$$

avec  $\omega = 2\pi f$ ,  $f$  est la fréquence et  $C_{1E}$  et  $C_{2E}$  sont des constantes. L'équation (3.19) est une corrélation entre le logarithme de la fréquence et le module dynamique adapté pour plusieurs matériaux polymères amorphes et semi-cristallins. En utilisation cette équation, la vitesse d'onde ainsi que le facteur de perte en fonction de la fréquence s'écrivent :

$$c(\omega) = C_{1c} \log \omega / 2\pi + C_{2c} \quad (3.20)$$

$$\eta(\omega) = C_{1\eta} \log \omega / 2\pi + C_{2\eta} \quad (3.21)$$

où  $C_{1c}$ ,  $C_{2c}$ ,  $C_{1\eta}$  et  $C_{2\eta}$  sont des constantes. Ces expressions du module d'Young dynamique et du facteur de perte ont été utilisées avec succès pour ajuster les données expérimentales. L'utilisation de cette approche avec deux paramètres d'ajustement permet d'accroître la plage de fréquence des propriétés dynamiques mesurées. Il est à noter que ce modèle d'ajustement est valide seulement loin de la région de transition vitreuse. Le chargement en déplacement dynamique longitudinal et les données expérimentales correspondantes sont sauvegardés et traités sous MATLAB.

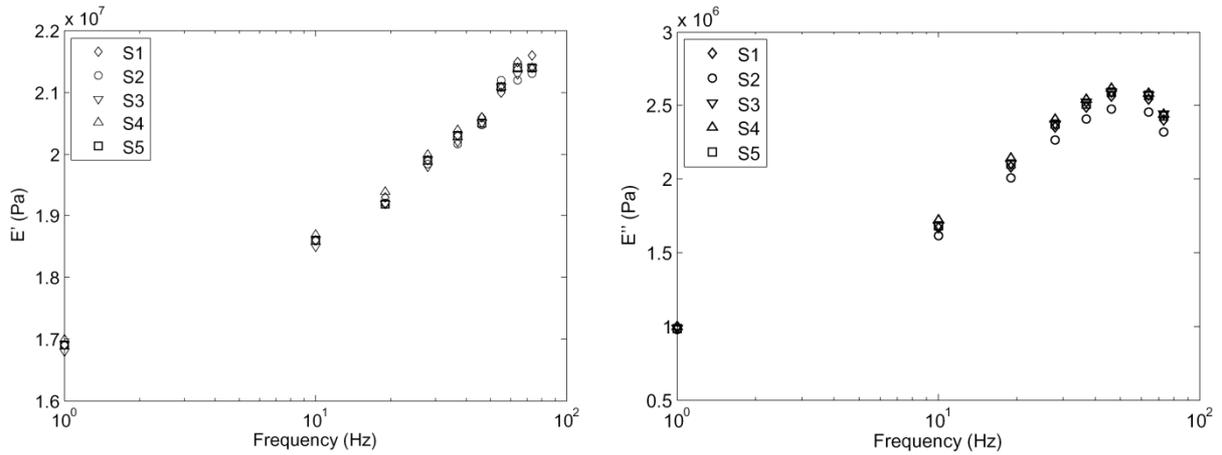
#### 3.3.2. Présentation des résultats

Dans une première expérience, nous avons vérifié l'homogénéité des propriétés mécaniques concernant les plaques injectées en réalisant des essais dynamiques durant un balayage en fréquence à température ambiante. Dans une seconde expérience qui contient deux volets, le comportement viscoélastique des matériaux granulaires et plaques injectées à hautes fréquences est obtenu par la construction des courbes maîtresses à partir des essais en traction – compression durant un balayage en fréquence à différentes températures.

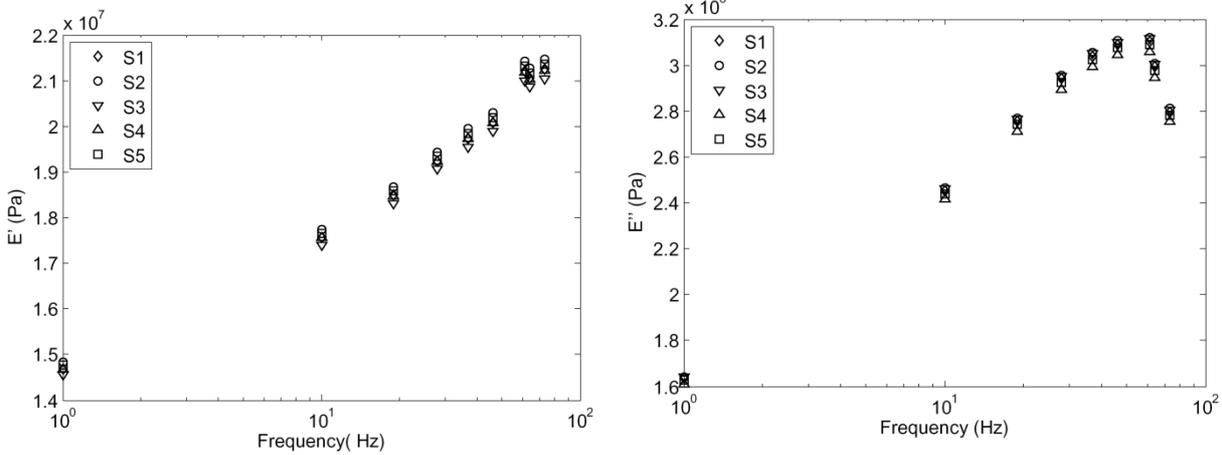
##### 3.3.2.1. Homogénéité des propriétés des plaques injectées

La mise en évidence expérimentale de l'homogénéité des propriétés mécaniques, entre autre l'homogénéité de la distribution du matériau en largeur et en profondeur, des plaques injectées signifie que les éprouvettes découpées à différents endroits d'une plaque ont les mêmes modules d'Young complexes à toute fréquence et température de mesure. Cependant, nous avons choisi de vérifier cette homogénéité seulement en fréquence en partant du principe de l'équivalence fréquence – température. Cette vérification très nécessaire est d'une grande importance pratique car elle permet de vérifier l'adéquation du choix des paramètres de mise en forme dans le procédé d'injection.

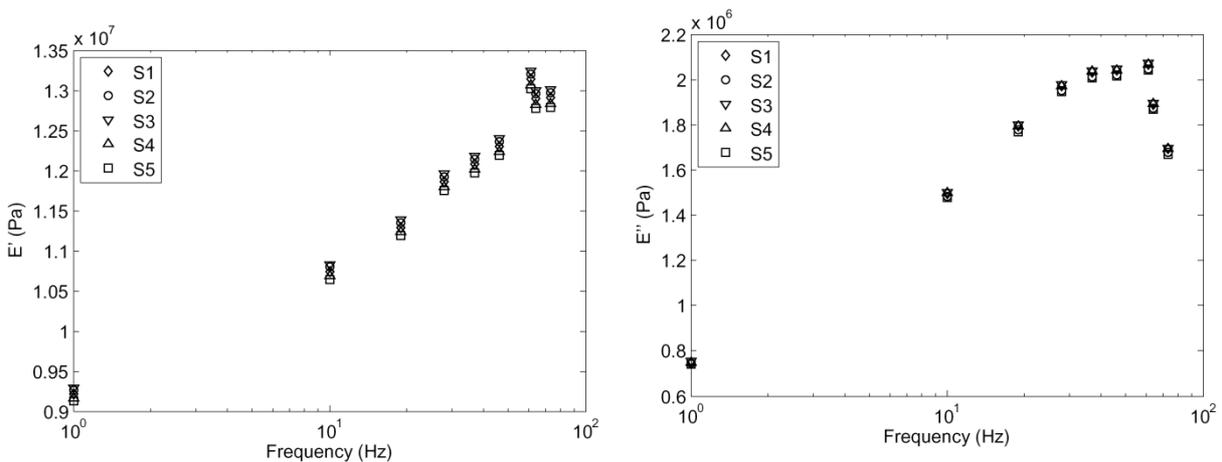
Pour cela, nous avons réalisé des essais DMA sur des éprouvettes découpées, tel que montré dans la Figure 3-15, avec un balayage en fréquence à une température ambiante 25°C.



(a)



(b)



(c)

Figure 3-16 : Homogénéité de la distribution du matériau lors d'injection de plaque : (a) EVA vierge, (b) GTR / EVA (60/40), GTR / EVA / NaHCO<sub>3</sub> (59/39/2).

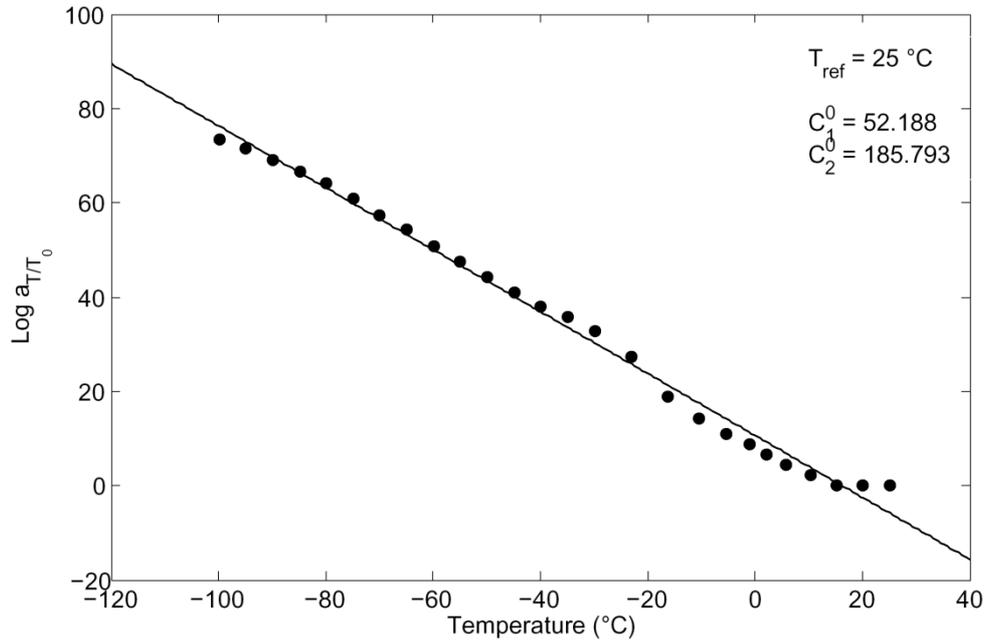
### 3.3.2.2. Construction des courbes maîtresses

Le principe de superposition fréquence – température permet d'accéder aux caractéristiques viscoélastiques du matériau testé en dehors de la gamme de mesure en fréquence de l'instrument DMA. Les modules dynamique  $E'$  et de perte  $E''$  sont proportionnels à l'énergie respectivement stockée ou dissipée à chaque cycle. Il a été montré qu'une augmentation de la température à fréquence fixe aura pour conséquence une augmentation des volumes libres et des chaînes d'origine thermique ce qui se traduira par une diminution du module d'Young. La valeur mesurée est donc directement reliée au volume de l'éprouvette qui n'est pas parfaitement bien connu. La construction d'une courbe maîtresse permettant d'accéder au spectre complet du matériau demande l'application d'un glissement horizontal des courbes  $E'$  et  $E''$  sur l'axe des fréquences par rapport à une température de référence  $T_0$ . Les matériaux dans notre étude sont des polymères dont la loi WLF est applicable dans un domaine de température qui s'étend approximativement de la température de transition vitreuse  $T_g$  jusqu'à  $T_g + 100$  °C (Ferry, 1961). Généralement, la température de référence est la température ambiante (typiquement entre 20 et 25 °C).

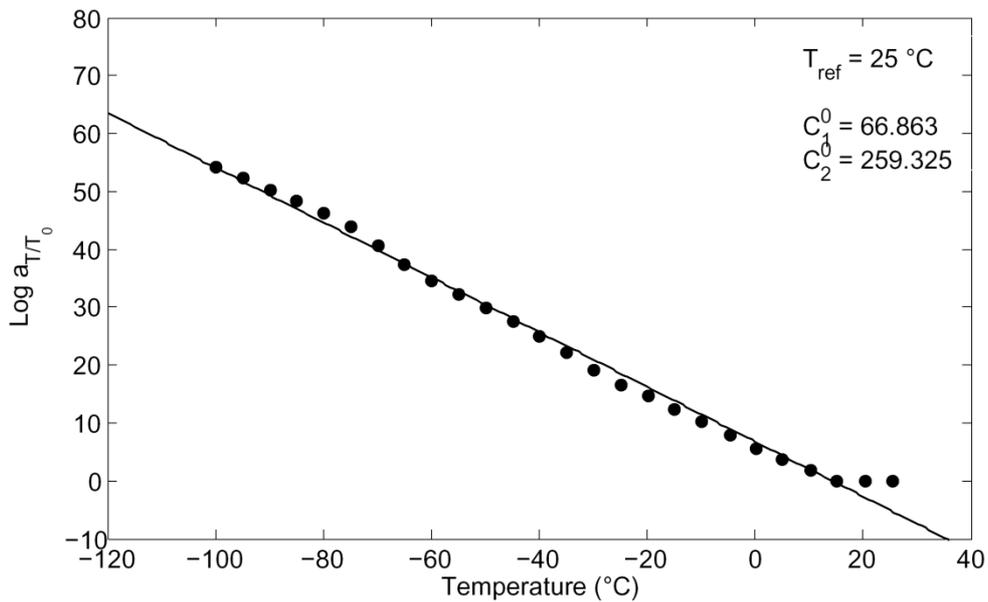
Les courbes maîtresses ont été construites en déterminant les coefficients de glissement horizontaux  $a_{T/T_0}$  pour toutes les courbes mesurées. Ces coefficients de glissement sont ensuite appliqués aux courbes  $E'$ ,  $E''$  et  $\eta$  pour obtenir le spectre complet du matériaux. Finalement, nous avons ajusté les courbes maîtresses à l'aide de la loi WLF. Etant donné que les propriétés dynamiques d'éthylène vinyle acétate (EVA) est bien connu dans la littérature. Nous nous intéressons seulement aux plaques injectées GTR / EVA et GTR / EVA / NaHCO<sub>3</sub>. Les matériaux granulaires consistent aux poudrettes de pneus recyclés (GTR), des particules de compound (C) et des grains de polyuréthane recyclé (RPU). Dans un premier temps, nous présenterons les résultats des essais DMTA pour les plaques injectées et les matériaux granulaires polymères dans un second temps.

La tracée logarithmique en température des coefficients de glissements  $a_{T/T_0}$  et les coefficients WLF,  $C_1^0$  et  $C_2^0$ , à une température de référence ambiante  $T_0 = 25$ °C sont présentés dans la Figure 3-17. Ces courbes permettent de déterminer le coefficient de glissement pour n'importe quelle température. Les ajustements linéaires sont satisfaisants pour les deux plaques injectées en GTR/EVA et GTR/EVA/NaHCO<sub>3</sub> vérifiant ainsi la loi WLF. Avec les deux coefficients d'ajustement, les courbes maîtresses des propriétés viscoélastiques  $E'$ ,  $E''$  et  $\eta$  peuvent à présent être prédites à d'autres températures dans la gamme -100 à 50°C avec un écart de 5°C. Il est toutefois à rappeler que cette loi WLF est valide dans la gamme de température  $T_g < T < T_g + 100$  °C. Donc, le choix de la température de référence doit être judicieux.

Les constants WLF déterminés à 25°C sont 52.188 et 185.793 pour GTR/EVA et 66.863 et 259.325 pour GTR/EVA/NaHCO<sub>3</sub>. Une augmentation des coefficients d'ajustements est liée principalement à l'ajout de l'agent d'expansion NaHCO<sub>3</sub>. Il a été admis à travers la littérature des polymères que la nature de  $C_1^0$  et  $C_2^0$  peuvent être analysée par la théorie du volume libre (Aklonis and MacKnight, 1983).  $C_1^0$  est inversement proportionnel au coefficient de dilatation thermique à  $T$ .  $C_2^0$  est défini par le rapport du volume libre et du coefficient de dilatation thermique à  $T$ . A partir des résultats de la Figure 3-17, la fragilité dynamique (ou index de rigidité)  $m$  (Huang and McKenna, 2001) est déterminée par  $m = T \times C_1^0 / C_2^0$ . Les valeurs de  $m$  sont 7.02 pour GTR/EVA et 6.45 pour GTR/EVA/NaHCO<sub>3</sub>. Cela signifie que l'agent d'expansion NaHCO<sub>3</sub> est un facteur favorisant le caractère visqueux du mélange auquel il est ajouté.



(a)



(b)

Figure 3-17 : Ajustement des valeurs expérimentales de  $a_T/T_0$  en fonction de la température en utilisant la loi WLF : (a) GTR / EVA, (b) GTR / EVA / NaHCO<sub>3</sub>. Valeurs expérimentales (cercle noir), courbe ajustée WLF (ligne continu).

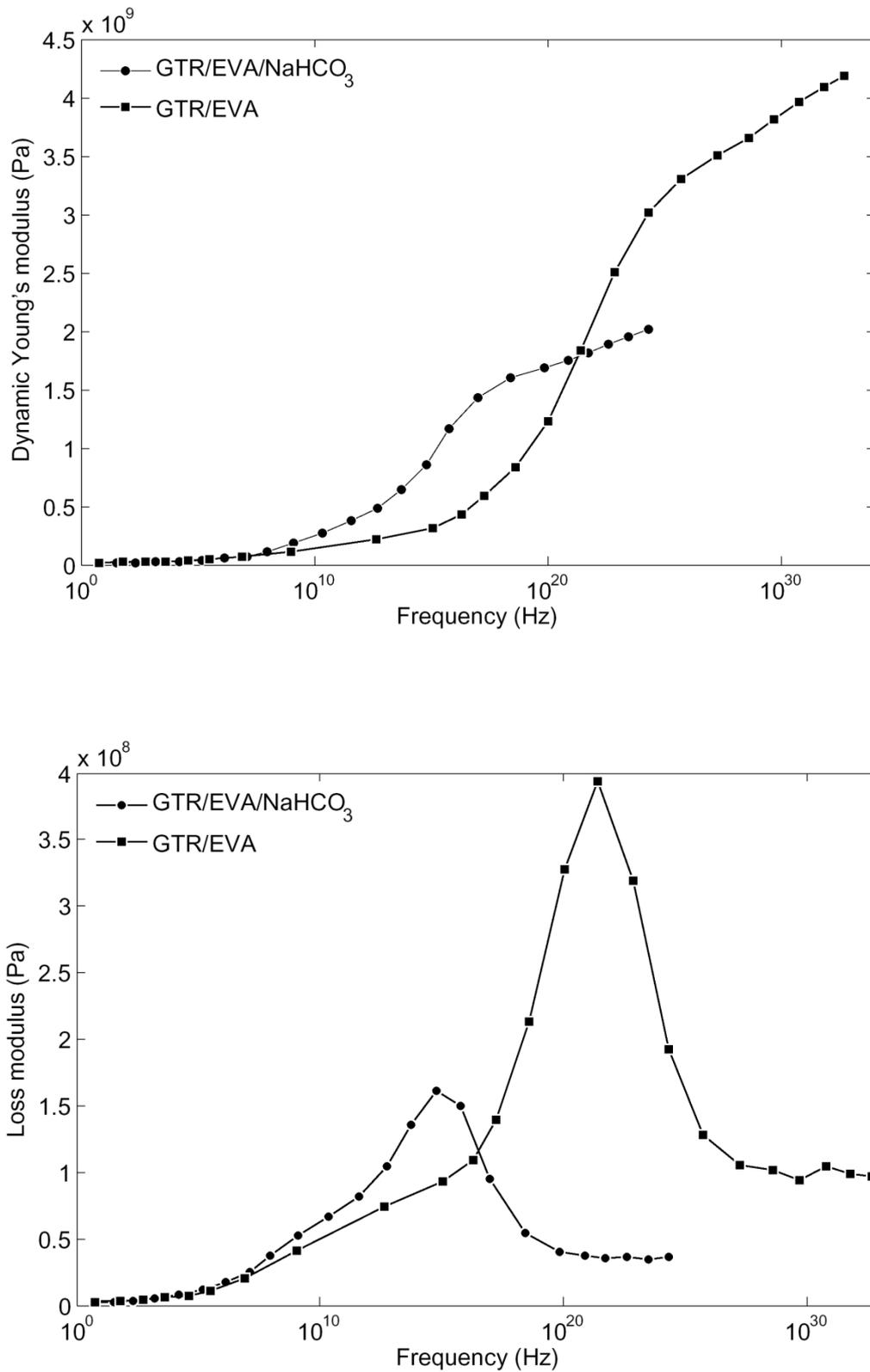


Figure 3-18 : Modules d'Young dynamique et de perte en fonction de la fréquence réduite par construction des courbes maîtresses à une température de référence de 25°C. Comparaison des propriétés dynamiques de GTR/EVA et GTR/EVA/NaHCO<sub>3</sub>.

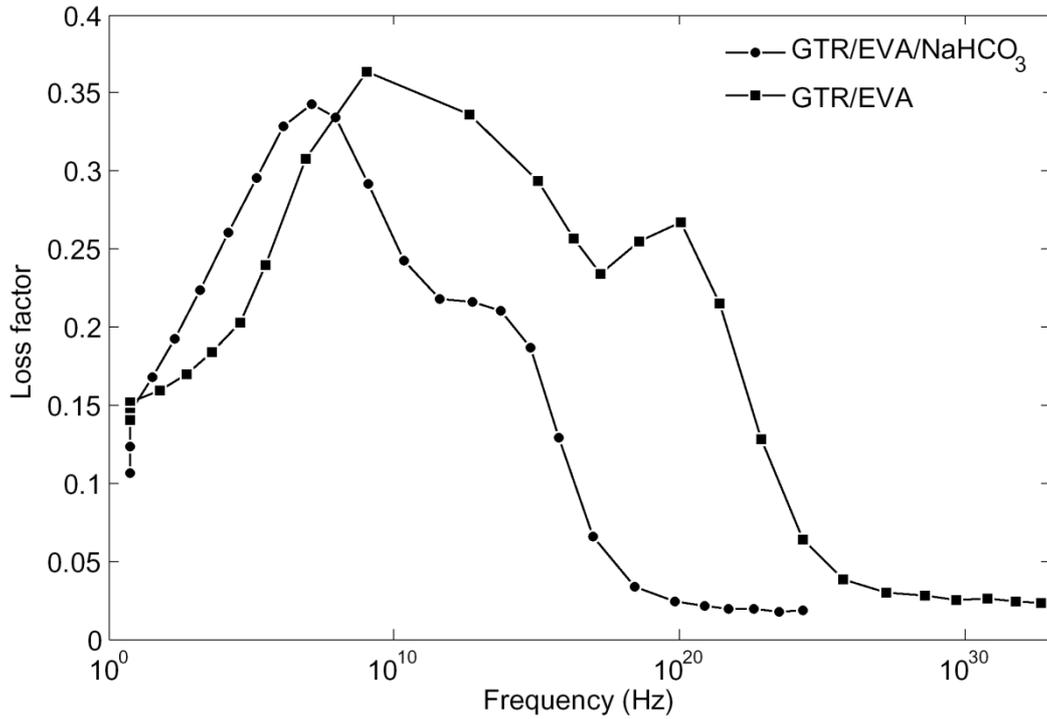


Figure 3-19 : Facteur de perte en fonction de la fréquence réduite par construction des courbes maîtresses à une température de référence de 25°C.

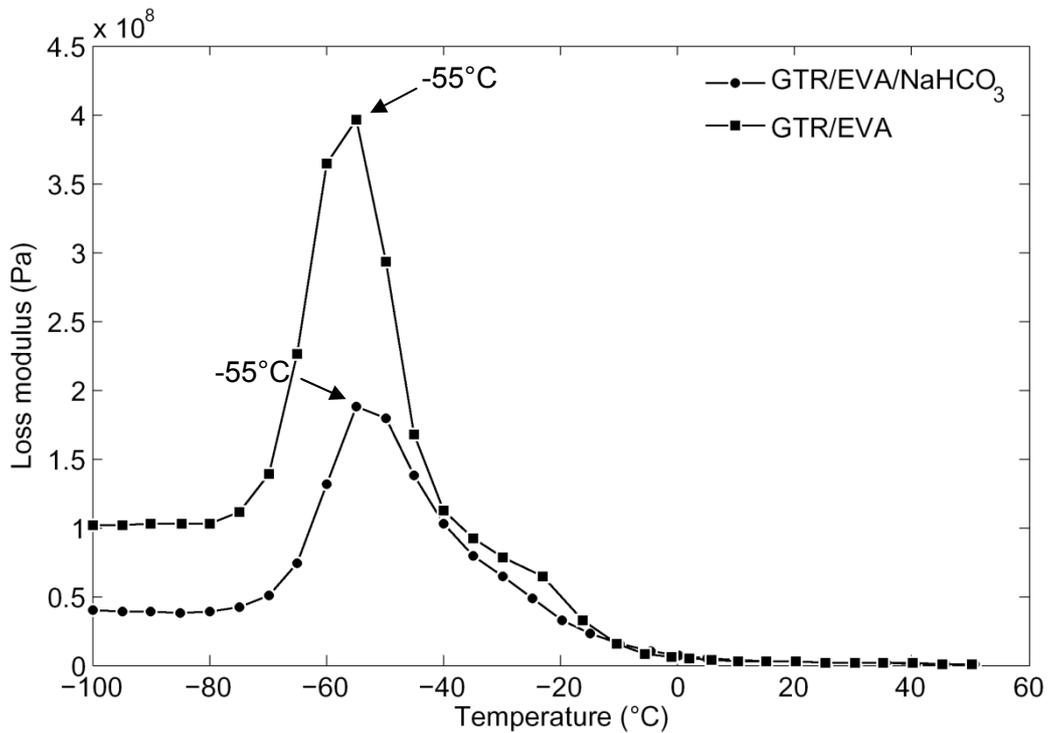


Figure 3-19 : Module de perte en fonction de la température à fréquence constante 30 Hz. Transition vitreuse des plaques injectées GTR/EVA et GTR/EVA/NaHCO<sub>3</sub>. Transition vitreuse au voisinage de - 55°C.

Les essais DMA en traction-compression réalisés à différentes températures comprise entre -100 et 50°C pour des fréquences d'excitation allant environ de 1 à 60 Hz ont permis de balayer le spectre complet du matériau en excitation longitudinale jusqu'à environ  $10^{25}$  Hz. Les courbes maîtresses des modules d'Young dynamique et de perte des deux composites injectés présentent un comportement typiquement viscoélastique (Figure 3-18). Ces courbes montrent que la zone de transition vitreuse du composite GTR/EVA apparaît avant celle du composite GTR/EVA/NaHCO<sub>3</sub>. On peut remarquer que le composite GTR/EVA sans agent d'expansion NaHCO<sub>3</sub> est plus rigide que celui avec agent d'expansion (Figure 3-18a). Cela signifie que l'agent d'expansion contribue pour rendre moins rigide le composite injecté. Il apparaît clairement que les résultats sur la Figure 3-18b confirment cette tendance au moins pour les fréquences  $10^{15}$  Hz.

L'étude de Park et al. (Park et al., 2003) a permis de mettre en évidence l'effet du vide à l'intérieur du matériau, autrement dit les pores, sur leur propriétés mécaniques dynamiques. Une augmentation de la taille des pores a pour conséquence de diminuer la rigidité du matériau. Il est aussi à rappeler qu'un matériau poreux dissipe efficacement l'énergie vibratoire. Cette bonne concordance des résultats permet ainsi de valider la méthode expérimentale utilisée dans notre étude.

Les courbes maîtresses du facteur de perte présentées dans la Figure 3-19, met en évidence les performances d'amortissement structural du composite GTR/EVA avec agent d'expansion NaHCO<sub>3</sub>.

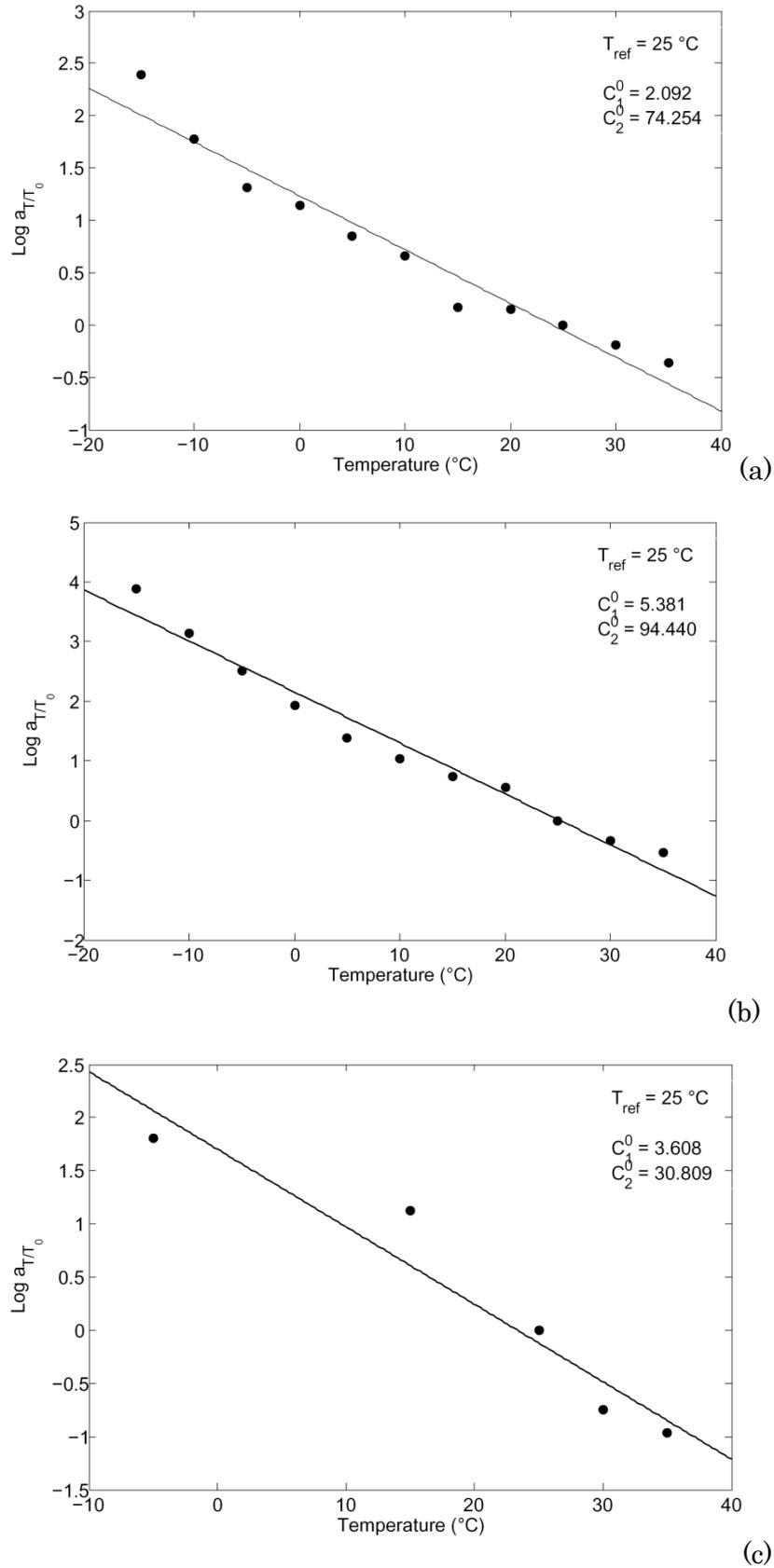


Figure 3-20 : Ajustement des valeurs expérimentales de  $a_T/T_0$  en fonction de la température en utilisant la loi WLF : (a) GTR, (b) Compound, (c) polyuréthane recyclé. Valeurs expérimentales (cercle noir), courbe ajustée WLF (ligne continu).

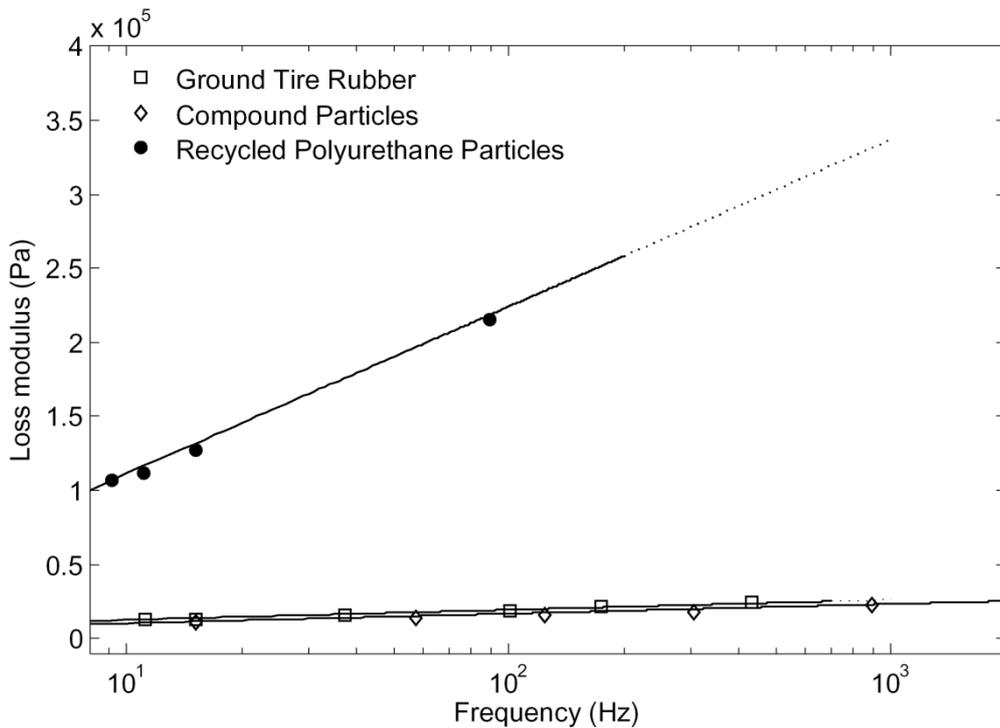
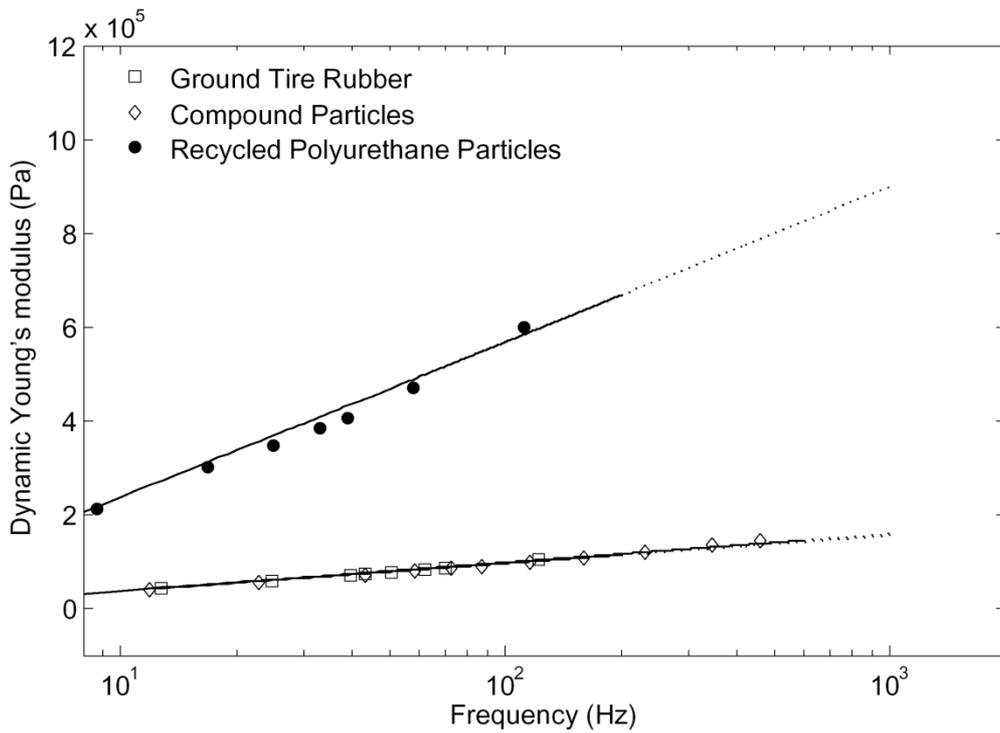


Figure 3-21 : Modules d'Young dynamique et de perte en fonction de la fréquence réduite par construction des courbes maîtresses à une température de référence de 25°C. Comparaison des propriétés dynamiques de GTR, Compound, PUR.

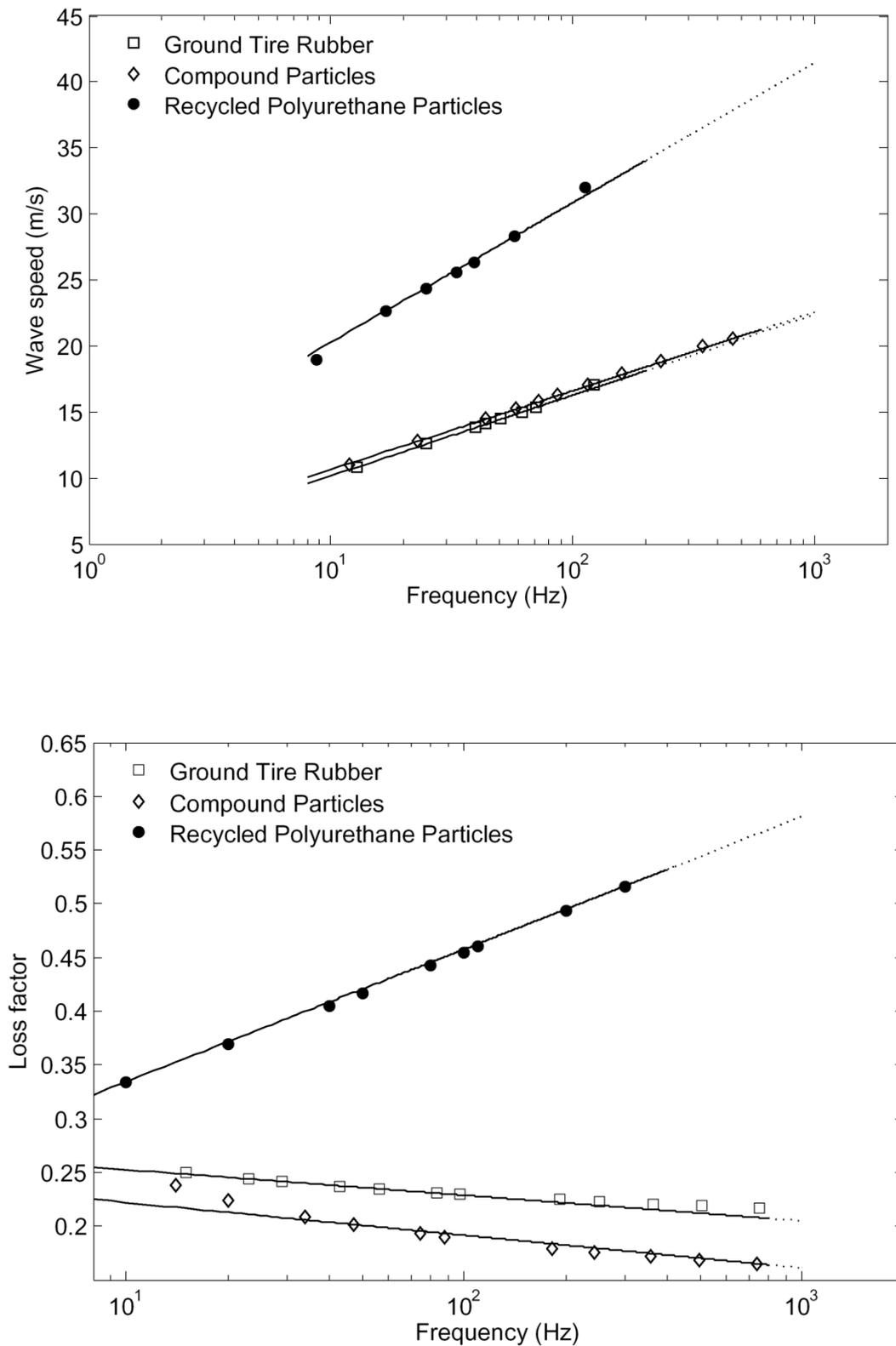


Figure 3-22 : Vitesse d'onde longitudinale et facteur de perte en fonction de la fréquence réduite par construction des courbes maîtresses à une température de référence de 25°C. Comparaison des propriétés dynamiques de GTR, Compound, PUR.

Tableau 3-2 : Diamètre et densité des matériaux granulaires étudiés.

	Diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	Densité ( $\text{kg/m}^3$ )
Ground tire rubber (GTR)	300	364
Compound particles (C)	3000	340
Recycled polyurethane particles (PUR)	---	587

Les matériaux granulaires exhibent un comportement viscoélastique traduit par une dépendance complexe en fréquence et température (Maddalena and Ferrari, 1995). Nos matériaux granulaires étudiés sont des particules polymères dont la densité et la taille des grains sont reportés dans le Tableau 3-2. En accord avec les résultats précédents concernant les plaques injectées, les coefficients de glissement en fonction de la température des matériaux granulaires sont montrés dans la Figure 3-21 à partir des essais DMA à des températures différentes : « -15, -10, -5, 5 25 30 35 » °C pour les grains de GTR et Compound, « -5, 25, 30, 35 » °C pour les grains de polyuréthane recyclé. Les constants WLF ( $C_1^0$ ,  $C_2^0$ ) déterminés à 25°C sont 2.092 et 74.254 pour GTR, 5.381 et 94.440 pour Compound et 3.068 et 30.809 pour le polyuréthane recyclé. Une augmentation des coefficients d'ajustements est liée principalement à la rigidité et la taille des grains.

Dans la région loin de la transition vitreuse, le module d'Young dynamique est une fonction linéaire du logarithme de la fréquence. En utilisant cette technique décrite par l'équation 19, la dépendance en fréquence du module d'Young complexe du GTR, particules de Compound et de polyuréthane recyclé est réalisée pour construire les courbes maîtresses afin d'obtenir les propriétés mécaniques viscoélastiques dans une gamme de fréquence étendue jusqu'à 1000 Hz. A l'échelle logarithmique, ces propriétés dynamiques augmentent linéairement avec la fréquence (Figure 3-22). Le matériau granulaire de particules de polyuréthane recyclé présente une rigidité supérieure que les autres matériaux granulaire (GTR, Compound particles).

Une similaire dépendance en fréquence du module d'Young dynamique mesuré a été observée pour les GTR et grains de Compound. La pente de la courbe du module d'Young dynamique du polyuréthane recyclé est quatre fois plus élevée que celle des autres matériaux granulaire comme indiqué dans la Figure 3-22. Cette augmentation de la pente signifie que le polyuréthane recyclé est un plastique rigide. Pour un matériau avec un grand facteur de perte, la raideur dynamique augmente plus rapidement avec la fréquence que celle avec un petit facteur de perte (Pritz, 1998).

Le facteur de perte est défini par le rapport de la partie imaginaire et la partie réelle du module d'Young. Il est à noter, dans le cas présent, que le module de perte est très sensible à l'excitation dynamique due au comportement fortement non linéaire des grains de caoutchouc. Par conséquent, la vitesse d'onde et le facteur de perte mesurés présentent une variation en fréquence prédite par ajustement des résultats en utilisant les équations (20) et (21). La dépendance en fréquence observée des propriétés dynamiques est obtenue par des lignes continues (loi WLF) et des lignes discontinues dans la gamme de fréquence étendue à 1000 Hz (loi logarithmique). La vitesse d'onde longitudinale du GTR est similaire à celle des particules Compound et inférieure à celle des particules de polyuréthane recyclé. Pour les poudrettes de pneus recyclés (GTR) et les particules Compound, le facteur de perte décroît avec l'augmentation de la fréquence

tandis que les particules de polyuréthane recyclé le facteur de perte accroît quand la fréquence augmente (Figure 3-23). En outre, la vitesse d'onde et le facteur de perte structural du polyuréthane sont plus élevés que ceux des autres matériaux granulaires. Il est clairement remarqué que le facteur de perte de GTR et des grains Compound dans la gamme de fréquence 10 – 1000 Hz est de l'ordre 0.22 et 0.19 respectivement. Les essais DMA réalisés dans une gamme de température entre -15 et 35°C ne font pas apparaître la transition vitreuse de chaque matériau granulaire. En effet, nous avons choisi de conduire ces essais dans cette gamme de température à cause du comportement fortement non linéaire en fonction de fréquence ce qui rend difficile l'application du principe de superposition fréquence – température. En conséquence, la température de transition vitreuse des matériaux granulaires dans notre étude est au-delà de -15°C.

### 3.3.3. Conclusions

Nous avons caractérisé les propriétés dynamiques viscoélastiques de l'ensemble de nos matériaux en traction-compression, autrement dit en vibration longitudinale. Nous avons ainsi pu déterminer les propriétés mécaniques de ces matériaux dans une vaste gamme de fréquences, ainsi que certains paramètres tels que les coefficients de glissement et la température de transition vitreuse. L'ensemble de ces données forme un ensemble très cohérent en très bon accord avec les données existantes dans la littérature et avec les théories prévoyant les comportements en fréquence et en température des matériaux polymères.

Les propriétés mécaniques des plaques injectées suivent parfaitement le comportement de matériau viscoélastique. Le plateau caoutchoutique est très net en fréquence tandis qu'en température il révèle l'effet de la microstructure, plus particulièrement pour les plaques injectées avec agent d'expansion. Une deuxième température de transition vitreuse du composite GTR/EVA/NaHCO<sub>3</sub> se répercute directement sur l'ajout de l'agent d'expansion et le caractère poreux du composite même si cette tendance n'est pas claire sur les courbes du module d'Young complexe en fonction de la fréquence. Cette méthode a été proposée également pour la mesure des propriétés dynamiques des matériaux granulaires polymères en utilisant le principe de superposition fréquence – température. Les ajustements réalisés sur les Figures 3-17 et 3-21 permettent le calcul des coefficients WLF. Les résultats obtenus à température ambiante sont résumés dans le Tableau 3-2. Les valeurs obtenues pour les coefficients WLF sont du même ordre de grandeur que celles tabulées dans la littérature (Ashokan and Kokini, 2005 ; Lagakos et al., 1986). Nous avons ainsi pu vérifier la validité de nos courbes maîtresses sur toutes les gammes de fréquence et de température sondées.

Tableau 3-3 : Valeurs des coefficients WLF pour les différents matériaux polymères caractérisés à 25°C.

Matériau	$C_1^0$ (°C)	$C_2^0$ (°C)
GTR/EVA	52.188	185.793
GTR/EVA/NaHCO <sub>3</sub>	66.863	259.325
GTR	2.092	74.254
Compound	5.381	94.440
Polyuréthane recyclé	3.608	30.809

Nous avons également étudié le comportement viscoélastique de GTR, grains de Compound et polyuréthane recyclé. Les résultats semblent montrer que la taille des pores liée directement à la taille des grains influe sur le comportement dynamique du mélange granulaire, à l'état lâche, en plus de la rigidité propre au grain. Nous sommes conscients que l'ensemble des résultats sur les matériaux granulaires polymères a été obtenu pour une fenêtre expérimentale limitée. Pour de tels matériaux, la gamme de température pouvant être utilisée pour l'application du principe d'équivalence fréquence – température est limitée par le comportement fortement non linéaire du matériau et la sensibilité de l'appareil de mesure. Nous avons donc mis au point au cours de cette étude, une méthode de caractérisation permettant l'étude des propriétés dynamiques en vibration longitudinale à hautes fréquences. Ainsi, les propriétés viscoélastiques ont été déterminées à la fois à partir des mesures à température différentes (de -100 à 50 °C pour les plaques injectées, de -15 à 35 °C pour les matériaux granulaires polymères) en effectuant un balayage en fréquence de 1 à 60 Hz. Nous avons déterminé les paramètres dynamiques (vitesse d'onde longitudinale et facteur de perte) caractéristiques des matériaux granulaires polymères dans une gamme de fréquence étendue permettant l'étude des performances d'amortissement des structures vibrations par matériau granulaire (tube rempli de matériau granulaire). Cette étude, amortissement par matériau granulaire, sera traitée dans le chapitre suivant qui présente une solution de valorisation des poudrettes de pneus recyclés (GTR). Cette solution consiste à remplir des structures par des grains polymères afin d'étudier l'apport en amortissement de la structure en vibration de flexion. Une autre solution envisageable consiste à utiliser les plaques injectées comme planchers antichocs.

**Référence :**

J. J. Aklonis and W. J. MacKnight, 1983, "Introduction to polymer viscoelasticity", Wiley, New York.

B. K. Ashokan and J. L. Kokini, 2005, "Determination of the WLF constants of cooked soy flour and their dependence on the extent of cooking", *Rheol Acta* 45, pp. 192–201.

ANSI 2.22-1998, "Resonance method for measuring the dynamic mechanical properties of viscoelastic materials", American National Standards Institute, published through the Acoustical Society of America, New York.

B. Balendran and S. Nemat-Nasser, 1993, "Viscoplastic flow of planar granular materials", *Mech. Mater.* 16, pp. 1–12.

C. Beijers, 2005, "A modeling approach to hybrid isolation of structure-borne sound", PhD thesis, University of Twente, Ensched, The Netherlands. ISBN 90-365-2189-0.

C.W. Bert. Material damping: An introductory review of mathematical models, measures, and experimental techniques. *Journal of Sound and Vibration*, 29(2) :129–153, 1973.

R. D. Corsaro et L. H. Sperling. Sound and vibration damping with polymers. American Chem. Soc., 1990.

M. Etchessahar and S. Sahraoui, 2005, "Frequency dependence of elastic properties of acoustic foams", *J. Acoust. Soc. Am.* 117 (3), pp. 1114–1121.

J. D. Ferry. Viscoelastic properties of polymers. John Willey and Sons, 1961.

J. R. House, 1989, "Damping hollow tubular structures with lightweight viscoelastic spheres", *Polymeric Science and Materials Engineering*, Vol 60, 734-738.

D. Huang and G. B. McKenna, 2001, "New insights into the fragility dilemma in liquids", *J Chem Phys* 114, pp. 5621–5630.

L. Jaouen, 2003, "Contribution à la caractérisation mécanique de matériaux poro-visco-élastiques en vibroacoustique", PhD Thesis, Université de Sherbrooke.

G. Kergourlay, 2004, "Mesure et prédiction vibroacoustique de structures viscoélastiques", Thèse Ecole Centrale de Paris, n° 2004-05.

W. Kuhl and H. Kaiser, 1962, "Absorption of structure-borne sound in building materials without and with sand-filled cavities", *Acustica* 2, pp. 179–188.

N. Lagakos, J. Jarynski, J. H Cole, and J. A. Bucaro, 1986, "Frequency and temperature dependence of elastic moduli of polymers," *J. Appl. Phys.* 59, pp. 4017–4031.

P.B. Lindley. Engineering Design with Natural Rubber. The Malaysian Rubber Producers' Research Association, 4th edition, 1974.

- 
- F. Maddalena and M. Ferrarai, 1995, "Viscoelasticity of granular materials", *Mechanics of Materials* 20, pp. 241–250.
- W. M. Madigosky and G. F. Lee, 1979, "Automated dynamic Young's modulus and loss factor measurements", *J. Acoust. Soc. Am.* 66, pp. 345–349.
- E. Mariez and S. Sahraoui, 1997, "Measurement of mechanical anisotropic properties of acoustic foams for the Biot model". *Internoise 97*, Budapest-Hungary, August 25-27, 1683-1686.
- N.G. McCrum, B.E. Read, and G. Williams. *Anelastic and Dielectric Effects in Polymeric Solids*. John Wiley & Sons, 1967.
- D. M. Norris, and Wun-Chung Young, 1970, "Complex modulus measurement by longitudinal vibration testing", *Experimental Mechanics* 10, pp. 93–96.
- J. M. Norris, R. M. Hall, D. S. Knott, A. M. Jones and R. D. Middelow, "Patent US2002090302", Filed 21.12.2001, Published 11/07/2002.
- Y. Okudaira, Y. Kurihara, H. Ando, M. Satoh, and K. Miyanami, 1993, "Sound absorption measurements for evaluating dynamic physical properties of a powder bed", *Powder Technol.* 77, pp. 39–48.
- J. Park, T. Siegmund, and L. Mongeau, 2003, "Viscoelastic properties of foamed thermoplastic vulcanizates and their dependence on void fraction", *Cellular Polymers* 22, pp. 137–156.
- J. Park, 2005, "Measurements of the frame acoustic properties of porous and granular materials", *J. Acoust. Soc. Am.* 118, pp. 3483–3490.
- J. Park, 2006, "Transfer function methods to measure dynamic mechanical properties of complex structures", *J. Sound and Vibration* 288, pp. 57–79.
- A.R. Payne and R.E. Whittaker. *Low strain dynamic properties of filled rubber*. *Rubber Chemistry and Technology*, 44:440–478, 1971.
- T. K. Pellinen, M. W. Witzak, and R. F. Bonaquist, "Asphalt mix master curve construction using sigmoidal fitting function with non-linear least squares optimization technique", *15th Engineering Mechanics Conference*, 2002.
- T. Pritz, 1980, "Transfer function method for the investigating the complex modulus of acoustic materials: spring-like specimen" *Journal of Sound and Vibration*, 72, pp. 317–341.
- T. Pritz, 1998, "Frequency dependences of complex moduli and complex poisson's ratio of real solid materials, " *Journal of Sound and Vibration* 214, pp. 83–104.
- D. Tenney and R. Byron Pipes, 2002, "Advanced composites development for aerospace applications", NASA Langley Research Center.
- J. Salen, con. *Viscoélasticité*. Presse des Ponts et Chaussées, Paris, 1983.
- M. Sjöberg and L. Kari. Testing of nonlinear interaction effects of sinusoidal and noise excitation on rubber isolator stiffness. *Polymer Testing*, 22:343–351, 2003.

J.C. Snowdon. Vibration isolation: use and characterization. *Journal of the Acoustical Society of America*, 66(5):1245–1274, 1979.

J. C. Snowdon, 1968, “Vibration and shock in damped mechanical systems” New York: John Wiley & Sons.

J. C. Snowdon, 1971, “Mechanical four-pole parameters and their application”, *Journal of Sound and Vibration* 15, pp. 307–323.

T. Yanagida, A. J. Matchett, and J. M. Coulthard, 2001, “Energy dissipation of binary powder mixtures subject to vibration”, *Advanced Powder Technology* 12, pp. 227–254.

T. Yanagida, A. J. Matchett, J. M. Coulthard, B. N. Asmar, P. A. Langston, and J. K. Walters, 2002, “Dynamic measurements for the stiffness of loosely packed powder beds”, *AIChE Journal* 48, pp. 2510–2517.



## 4. Amortissement passif par matériaux granulaires polymères

---

# 4.1. Introduction

---

Les matériaux granulaires offrent des avantages considérables par rapport aux matériaux classiques dans l'amortissement des structures. L'introduction d'un matériau granulaire dans une structure ou une machine est un moyen d'amortissement passif relativement simple et une approche à faible coût pour atténuer des vibrations. En effet, le pouvoir amortissant ainsi que le faible prix et la résistance à la température que présentent les matériaux granulaires peuvent faire opter pour ce procédé d'amortissement. Malgré son apparence simple, le matériau granulaire se comporte différemment que d'autres formes de matières familières : solide, liquide ou gaz (Jaeger et al., 1996). L'une des propriétés uniques d'un matériau granulaire c'est l'interaction grain-grain d'une part grain-paroi d'autre part dissipant ainsi efficacement l'énergie vibratoire par friction et collision. Alors qu'il existe une variété d'approches pour modifier les caractéristiques d'amortissement, le remplissage de structure creuse de matériau granulaire a été utilisé pour produire un amortissement significatif. Toutefois, il est clair d'après de la littérature existante que le mécanisme responsable qui rend l'amortissement, par matériau granulaire, efficace diffère de celui qu'on trouve dans les autres mécanismes conventionnels.

Plusieurs applications intègrent les matériaux granulaires dans la suppression des vibrations telles que les applications automobiles, aéronautiques ou spatiales. A titre d'exemple, dans le cas des machines qui opèrent à des températures élevées, l'emploi de matériaux viscoélastiques est limité et le remplissage des bâtis à l'aide de matériaux granulaires constitue une solution intéressante pour amortir les vibrations de type de structures travaillant à hautes températures. A l'opposé, quand les avions opèrent à très basses températures, les matériaux amortissant viscoélastiques conventionnels peuvent voir leur comportement modifié lors du passage de l'état caoutchouteux à l'état vitreux entraînant une perte d'efficacité.

En effet, les matériaux granulaires représentent une alternative aux méthodes classiques d'amortissement passif telles que les matériaux viscoélastiques. Cette partie de la thèse s'articule autour de l'étude des vibrations de flexion d'un tube rempli de matériau granulaire polymère, en particulier GTR. Une approche numérique basée sur une méthode de type raideur dynamique et une étude expérimentale permettant de valider ce type d'approche pour ensuite mettre en place un algorithme d'optimisation des propriétés mécaniques dynamiques telles que la densité, la vitesse d'onde et le facteur de perte du matériau granulaire.



---

## 4.2. Contrôle passif par matériau granulaire

---

Les matériaux granulaires sont considérés comme des matériaux poroélastiques à part entière avec deux phases : solide (grains) et fluide interstitiel (généralement l'air) dans les pores formé par le squelette granulaire. Cependant, ils présentent d'autres particularités intéressantes, comme par exemple la faculté de dissiper de l'énergie au niveau des contacts inter-granulaires sous forme de chocs, de frottements ou encore de déformation viscoplastique. L'introduction de matériaux granulaires dans des structures est une conception à développer pour l'atténuation des vibrations. Ce concept de contrôle passif consiste à placer des grains dans une structure pour amortir les vibrations ou dans une partie limitée pour amortir une partie de la structure bien définie favorisant ainsi l'amortissement structural à travers l'interaction entre les grains et entre les grains et la paroi de la structure. L'objectif de tel contrôle passif est d'obtenir un amortissement très important avec un minimum de masse granulaire. C'est pourquoi, l'utilisation de matériaux granulaires d'origine polymère est très attrayante due à leur bonne isolation thermique ainsi que leur masse volumique relativement faible.

Différentes modélisations ont été utilisées pour décrire les mécanismes d'amortissement qui existent dans un matériau granulaire. Par ailleurs, une telle modélisation nécessite une définition rigoureuse des interactions de chaque grain avec ses voisins à travers le contact, le frottement ou encore la cohésion. Des actions extérieures comme l'humidité, la température et la compacité peuvent également agir sur l'évolution de ces interactions. Toutes ces spécificités des matériaux granulaires incitent à développer des approches et des techniques adéquates afin d'appréhender toute leur complexité ainsi que leurs propriétés souvent surprenantes (Radjaï et al. 2005 ; Duran, 2003).

L'intérêt des scientifiques pour les matériaux granulaires est justifié par leur pouvoir amortissant. Par ailleurs, diverses applications industrielles mettent en œuvre des matériaux granulaires dans le contrôle passif des vibrations des structures. En effet, plusieurs modèles ont été mis en place autour de différentes approches concernant les structures remplies de matériaux granulaires (Sun et al., 1986 ; House, 1989 ; Panossian, 1992 ; Rongong and Tomlinson, 2002 ; Xu et al., 2005). Le développement de tels modèles satisfaisant les différents mécanismes d'amortissement ayant un minimum degré de complexité est nécessaire. Ce modèle doit pouvoir caractériser le comportement non-linéaire des particules granulaires prenant en compte l'impact de plusieurs paramètres tels que la fréquence et l'amplitude des vibrations. Dans cette partie, nous avons recensé quelques travaux expérimentaux et numériques sur l'amortissement des structures par matériaux granulaires trouvés dans la littérature.

La poudrette de pneus recyclés (GTR) est destinée principalement vers la fabrication de nouveaux produits comme les revêtements de sols (Liu et al., 2000), les isolants phoniques, les membranes anti-vibrations pour le secteur de l'automobile (Fukumori and Matsushita, 2003). Cela consiste à incorporer la poudrette dans une matrice polymère. Il est intéressant d'exploiter les propriétés mécaniques des GTR dans leur état granulaire. Ce matériau pourrait avoir d'excellentes propriétés d'amortissement vibratoire et d'absorption acoustique. Les poudrettes GTR présentent une bonne résistance à la compression et une bonne isolation thermique, ainsi qu'une masse volumique relativement faible.

Des recherches récentes montrent que des matériaux poreux, obtenus par consolidation des grains de pneus recyclés, présentent des propriétés mécaniques et acoustiques importantes (Miraftab et al., 2004). Les travaux menés par Horoshenkov et Swift (Horoshenkov and Swift, 2001) montrent que les performances vibroacoustiques de ces matériaux constitués de grains de pneus recyclés consolidés, dépendent largement de la taille des grains dans le mélange et des paramètres du processus de consolidation. Ces travaux laissent penser que les grains de pneus recyclés peuvent être utilisés, tels qu'ils sont, dans l'amortissement des structures vibrantes.

L'introduction de matériaux granulaires dans des structures est une conception à développer pour l'atténuation des vibrations. Xu et al. (Xu et al., 2005) ont étudiés le comportement vibratoire des poutres et plaques possédant, sur leur longueur, des trous remplis de particules. Le modèle physique a été développé pour tenir compte des forces de friction entre les couches de particules et de l'impact de ces particules sur la paroi de la structure.

Il a été montré que la conduction de l'énergie dans le matériau granulaire et la dissipation subséquente augmentent significativement l'amortissement des vibrations. A la résonance, un maximum d'amortissement se produit lorsque l'épaisseur de la couche des grains est égale à un nombre impair de fois le quart de longueur d'onde dans le matériau granulaire (Cremer and Keckl, 1973).

Lenzi (Lenzi, 1982) a effectué plusieurs expériences sur des tubes remplis de sable se trouvant en position horizontale et verticale. Il a étudié l'influence de la quantité de sable, la taille des grains, la forme et les dimensions de la cavité, la pression et l'amplitude des vibrations sur l'amortissement des tubes. La quantité du matériau granulaire ainsi que les dimensions de la cavité ont un effet important sur l'amortissement des vibrations des tubes. Bourinet et Le Houédec (Bourinet and Le Houédec, 1999), en se basant sur l'idée de Cremer et Heckl (Cremer and Keckl, 1973), développent un modèle quantitatif pour les vibrations de flexion des poutres remplies de matériaux granulaires. Ils modélisent la compression des ondes dans le matériau granulaire dans la direction transverse aux vibrations pour calculer une masse apparente. Cette masse apparente est injectée dans les équations du mouvement du tube assimilé à une poutre de Timoshenko.

Des expériences menées par Fricke (Fricke, 2000) et Nayfeh et al. (Nayfeh et al., 2002) ont montré l'intérêt de l'utilisation des grains de faible densité dans l'amortissement des vibrations des structures. Une méthode expérimentale a été proposée par Park (Park, 2004 ; Park, 2005) pour mesurer les caractéristiques vibratoires des matériaux granulaires et poreux. Cette méthode utilise le modèle théorique de Biot (Biot, 1956) de propagation d'onde élastique pour établir la fonction de transfert entre les déplacements entrée et sortie.

Dans cette partie, on étudie les caractéristiques d'amortissement des matériaux granulaires issus de la filière de recyclage, spécialement les poudrettes de pneus recyclés (GTR). Ces matériaux granulaires, vu leur masse volumique faible, peuvent être employés dans l'amortissement des vibrations des structures. On présente une série d'expériences de vibrations de flexion des tubes remplis de poudrettes de pneus recyclés (GTR), des grains du compound (C), mélange GTR / éthylène acétate de vinyle, et des grains de polyuréthane recyclé (PUR). Les essais ont été effectués sur des tubes, en position horizontale et verticale, à différents taux de remplissage. Utilisant le modèle développé par Bourinet et Le Houédec (Bourinet and Le Houédec, 1999), les résultats du modèle sont en bon accord avec les réponses expérimentales. Enfin, la vitesse d'onde longitudinale dans le matériau granulaire et son facteur de perte sont déterminés à partir de la fonction de transfert mesurée du tube rempli.



---

## 4.3. Approche numérique

---

Nous nous intéressons dans une cette partie à l'étude numérique des vibrations de flexion d'un tube rempli d'un matériau granulaire. Le modèle est basé sur la méthode de raideur dynamique et les équations du mouvement ainsi que les conditions aux limites relatives aux vibrations de flexion du tube soumis à une force transversale sont établies à partir du principe de Hamilton (voir Annexe A). Le tube seul est assimilé à une poutre de Timoshenko tandis que le matériau granulaire est une barre. La prise en compte du matériau granulaire est traduite par l'effet d'une masse granulaire sur le tube en partant d'une hypothèse de résonance interne dans le matériau granulaire.

Lors des vibrations de flexions d'un tube rempli à section rectangulaire, il se produit au sein du matériau granulaire des ondes longitudinales entre les deux facettes internes normales aux déplacements transverses du tube. La modélisation du matériau granulaire est basée sur l'hypothèse de résonance à un nombre impair de fois le  $\frac{1}{4}$  de la longueur d'onde dans le matériau granulaire (relative aux ondes longitudinales).

L'approche raideur dynamique a été utilisée dans la résolution numérique des équations de mouvements du système tube – matériau granulaire. A partir des expressions analytiques des champs de déplacements et des efforts, la matrice raideur dynamique élémentaire est obtenue en prenant en compte l'action du matériau granulaire sur le tube assimilé à une poutre. La matrice raideur dynamique élémentaire permet la construction de la matrice raideur dynamique globale pour balayer toute la longueur de la structure. La mise en œuvre de cette méthode a été réalisée dans l'environnement MATLAB.

Cette approche numérique permet ensuite de calculer la réponse en fréquence force-déplacement du tube rempli de matériau granulaire relative aux vibrations de flexion sous excitation harmonique en régime permanent. Le modèle développé dans cette étude est utilisé pour confronter les résultats numériques et expérimentaux afin de valider l'hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de longueur dans le matériau granulaire, d'une part, et de mettre en place un algorithme d'optimisation des propriétés mécaniques dynamiques du matériau granulaire telles que la densité, la vitesse d'onde et le facteur de perte, d'autre part. Pour la mise en place de l'approche numérique, la démarche de Bourinet (Bourinet, 1996) a été adoptée pour l'étude numérique des vibrations de flexion de tubes remplis de matériaux granulaires.

Le matériau granulaire est introduit dans un tube à section rectangulaire. Lors des vibrations de flexion du système tube-grains, il s'établit au sein du matériau granulaire des ondes longitudinales entre les deux facettes internes normales aux déplacements transverses du tube (Figure 4-1).

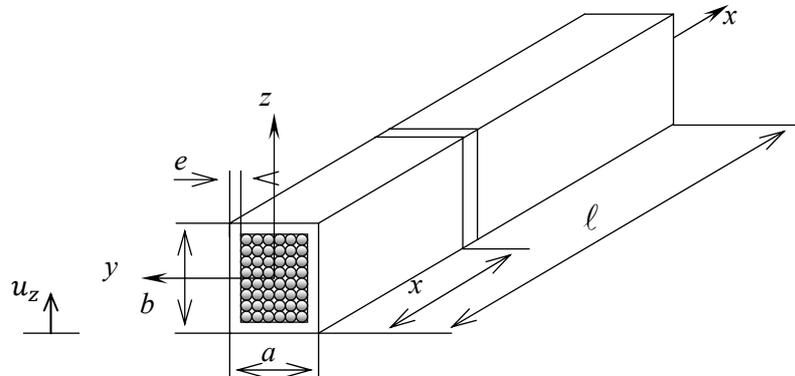


Figure 4-1 : Géométrie du système tube-matériau granulaire

On s'intéresse aux vibrations de flexion dans le plan  $xz$  de la structure tube rempli de matériau granulaire. L'hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de la longueur d'onde est la base du modèle utilisé pour prendre en compte l'action du matériau granulaire sur le tube dans le cas des vibrations de flexion. Pour cela, les conditions aux limites doivent être choisies judicieusement du modèle barre retenu pour le matériau granulaire.

#### 4.3.1. Vibration longitudinale d'un matériau granulaire

La modélisation du matériau granulaire s'appuie sur les résultats expérimentaux de Cremer et Heckl (Cremer and Heckl, 1973). Lenzi (Lenzi, 1982) a mené une étude sur le comportement dynamique de matériaux granulaires en vibrations longitudinales. Ils ont constatés qu'une résonance interne, relative aux ondes longitudinales, dans le matériau granulaire se produit lorsque l'épaisseur de la couche du matériau granulaire, dans le cas présent  $h_z$ , est égale à un nombre impair de fois de  $\frac{1}{4}$  de la longueur d'onde dans le matériau granulaire.

Considérons une section infinitésimale suivant la longueur du tube contenant un matériau granulaire de dimensions  $dx \times h_y \times h_z$ . Ce tronçon sera assimilé à une barre d'axe  $z$ , de longueur  $h_z$  et de section  $h_y dx$ . Cette démarche est relative aux vibrations de flexion dans le plan  $xz$  (voir Figure 4-1).

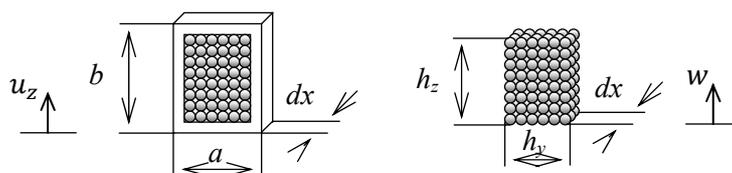


Figure 4-2 : Section infinitésimale du matériau granulaire

Etant modélisé le matériau granulaire comme une barre, l'équation d'ondes longitudinales dans une barre s'écrit alors :

$$\frac{\partial^2 \hat{w}_{mg}}{\partial z^2}(z, t) = \frac{1}{\hat{c}_{mg}^2} \frac{\partial^2 \hat{w}_{mg}}{\partial t^2}(z, t) \quad (4.1)$$

En régime harmonique,  $\hat{w}_{mg}(z, t) = \hat{w}_{mg}(z)e^{-j\omega t}$ , l'équation (4.1) se réduit en fonction de l'abscisse  $z$  :

$$\frac{d^2 \hat{w}_{mg}}{dz^2}(z) + \frac{\omega^2}{\hat{c}_{mg}^2} \hat{w}_{mg}(z) = 0 \quad (4.2)$$

où  $\hat{w}_{mg}$  est la déplacement suivant  $z$  d'une section de la barre (Figure 4-2),  $\hat{c}_{mg}$  la vitesse des ondes longitudinales dans le matériau granulaire et  $\omega = 2\pi f$ ,  $f$  la fréquence. Les quantités sont complexes (avec chapeau) pour tenir compte un amortissement structural de type hystérétique du matériau granulaire dans l'expression de la vitesse d'onde  $\hat{c}_{mg} = \sqrt{\hat{E}_{mg}/\rho_{mg}} = c_{mg}\sqrt{1 + j\eta_{mg}}$ .  $\rho_{mg}$ ,  $c_{mg}$  et  $\eta_{mg}$  sont respectivement la densité, la vitesse d'onde longitudinale et le facteur de perte du matériau granulaire en l'occurrence la barre.

Afin de modéliser une résonance interne du matériau granulaire dans le tube conduisant à une maximalisation de l'amortissement pour une épaisseur de la couche du matériau granulaire  $h_z$  égale à un nombre impair de fois le  $\frac{1}{4}$  de la longueur d'onde. Les conditions aux limites introduites par Lenzi (Lenzi, 1982) respectant ainsi l'hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde sont de type une extrémité excitée et l'autre libre :

- extrémité excitée en  $z = 0$ ,  $\hat{F}_{mg}(0) = -F_0$ .
- Extrémité libre en  $z = h_z$ ,  $\hat{F}_{mg}(h_z) = 0$ .

où  $F_0$  représente la force extérieure exercée par le tube sur le matériau granulaire à l'extrémité excitée. La théorie d'élasticité linéaire permet d'écrire l'effort normal  $\hat{F}_{mg}(z)$  en fonction du déplacement  $\hat{w}_{mg}(z)$  à travers la loi de comportement de Hooke :

$$\hat{F}_{mg}(z) = \hat{E}_{mg} h_y dx \frac{d\hat{w}_{mg}(z)}{dz} \quad (4.3)$$

La solution générale de l'équation d'onde longitudinale (3) s'écrit :

$$\hat{w}_{mg}(z) = \hat{A} e^{-j\hat{k}_{mg}z} + \hat{B} e^{j\hat{k}_{mg}z} \quad (4.4)$$

avec  $\hat{A}$  et  $\hat{B}$  sont des constantes complexes dépendant des conditions aux limites appliquées à la barre,  $\hat{k}_{mg} = \omega/\hat{c}_{mg} = k_{mg}/\sqrt{1 + j\eta_{mg}}$  est le nombre d'onde complexe. Les constantes  $\hat{A}$  et  $\hat{B}$  peuvent à présente être déterminées à partir des conditions aux limites retenues pour respecter l'hypothèse de résonance interne en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde dans le matériau granulaire. Ainsi, les constantes sont obtenues analytiquement sous la forme suivante :

$$\hat{A} = \frac{F_0 e^{j\hat{k}_{mg}h_z}}{j\hat{k}_{mg} \hat{E}_{mg} h_y dx [e^{j\hat{k}_{mg}h_z} - e^{-j\hat{k}_{mg}h_z}]} \text{ et } \hat{B} = \frac{F_0 e^{-j\hat{k}_{mg}h_z}}{j\hat{k}_{mg} \hat{E}_{mg} h_y dx [e^{j\hat{k}_{mg}h_z} - e^{-j\hat{k}_{mg}h_z}]} \quad (4.5)$$

Le déplacement peut se mettre alors sous la forme :

$$\hat{w}_{mg}(z) = \frac{F_0}{j\hat{k}_{mg} \hat{E}_{mg} h_y dx} \left( \frac{e^{j\hat{k}_{mg}(h_z-z)} - e^{-j\hat{k}_{mg}(h_z-z)}}{e^{j\hat{k}_{mg}h_z} - e^{-j\hat{k}_{mg}h_z}} \right) \quad (4.6)$$

La masse apparente du matériau granulaire peut ensuite être dérivée à  $z = 0$  :

$$\hat{M}_{mg}(z = 0) = \frac{1}{dx} \frac{F_0 e^{j\omega t}}{\left[ \frac{\partial^2}{\partial t^2} (\hat{w}_{mg}(z) e^{j\omega t}) \right]_{z=0}} = \frac{1}{dx} \frac{-F_0}{\omega^2 \hat{w}_{mg}(0)} \quad (4.7)$$

Par substitution :

$$\hat{M}_{mg} = \hat{M}_{mg}(z = 0) = \frac{\hat{k}_{mg} \hat{E}_{mg} h_y}{\omega^2} \tan(\hat{k}_{mg} h_z) \quad (4.8)$$

Ou encore sous la forme suivante :

$$\hat{M}_{mg}(\omega) = \frac{\rho_{mg} \hat{c}_{mg} h_y}{\omega} \tan\left(\frac{\omega}{\hat{c}_{mg}} h_z\right) \quad (4.9)$$

La notion de masse ajoutée traduisant l'action du matériau granulaire sur la poutre (tube) est vérifiée lorsque la fréquence tend vers zéro,  $M_{mg} \rightarrow \rho_{mg} h_y h_z$  quand  $\omega \rightarrow 0$ . Le comportement de la masse apparente adimensionnelle  $\hat{M}_{mg} / \rho_{mg} h_y h_z$  pour des valeurs différentes de l'amortissement  $\eta_{mg}$  met en évidence une résonance pour une distance égale à un nombre impair de fois le  $\frac{1}{4}$  de la longueur d'onde  $h_z \omega / 2\pi c_{mg}$  (Figures 4-3 et 4-4).

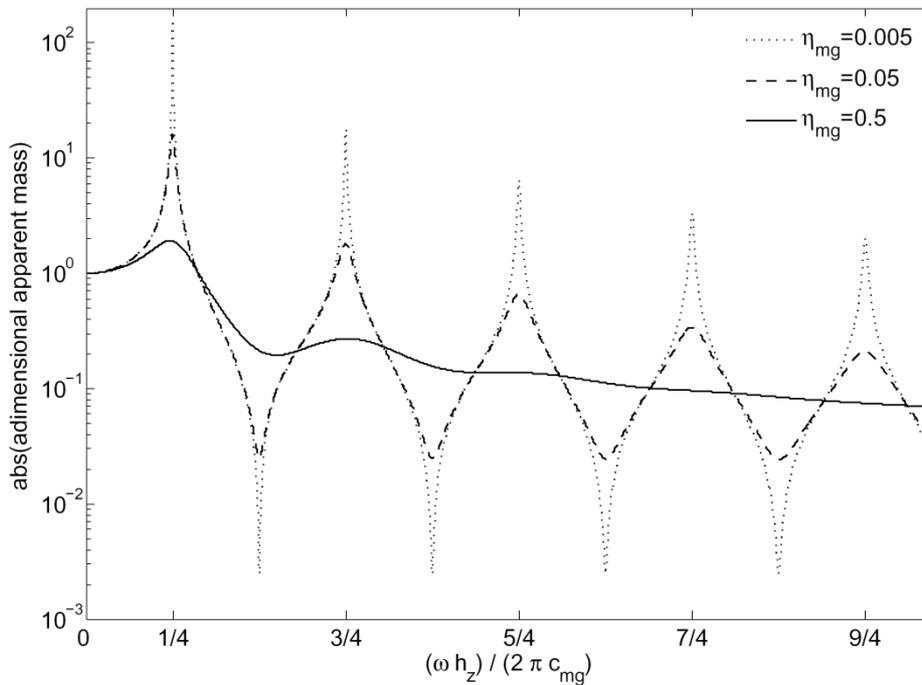


Figure 4-3 : Module de la masse apparente adimensionnelle pour différentes valeurs de  $\eta_{mg}$ .

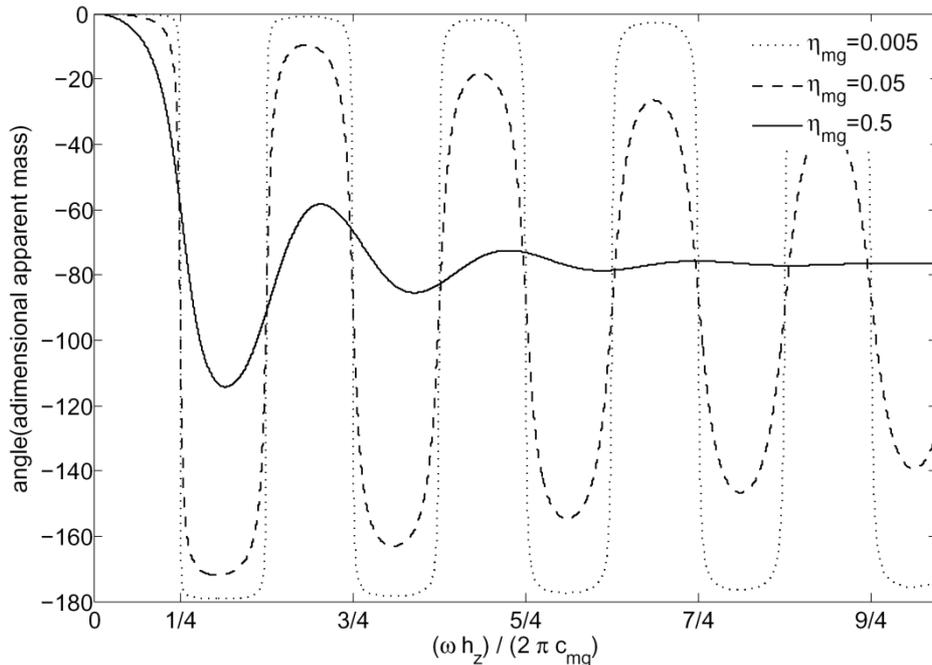


Figure 4-4 : Phase de la masse apparente adimensionnelle pour différentes valeurs de  $\eta_{mg}$ .

### 4.3.2. Vibration de flexion d'un tube rempli de matériau granulaire

Cette section introduit les équations fondamentales de l'étude des vibrations de flexion d'un tube rempli de matériau granulaire. Une attention particulière est donnée aux deux fonctions, masse apparente granulaire et réponse en fonction force-déplacement du tube rempli, dont l'utilisation dans l'optimisation des propriétés mécaniques d'un matériau granulaire optimal sera discutée au cours de ce chapitre.

Tout d'abord, les équations du mouvement relatives aux vibrations de flexion du tube ont été déterminées à partir du principe de Hamilton. Ensuite, l'action du matériau granulaire sur le tube est prise en compte dans les équations du mouvement après un passage aux variables complexes réalisé afin de considérer l'amortissement structural du matériau constituant le tube, d'une part, et aussi celui propre au matériau granulaire d'autre part. Enfin, l'utilisation de la méthode raideur dynamique est utilisée pour déterminer la réponse dynamique du système tube-matériau granulaire.

#### 4.3.2.1. Hypothèses générales

En plus de l'hypothèse résonance interne en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde dans le matériau granulaire, de nouvelles hypothèses concernant la mise en équations du mouvement en flexion du tube assimilé à une poutre sont établies à partir des hypothèses de Timoshenko. La première hypothèse exige que les sections droites de la poutre restent planes (absence de gauchissement des sections). Dans le cas des vibrations de flexion dans le plan  $xz$  (Figure 4-5), le déplacement transversal est uniforme sur une section droite. Les déformations en cisaillement de la poutre sont prisent en compte par l'introduction d'une variable  $\varphi_y$  qui représente la rotation des sections droites.

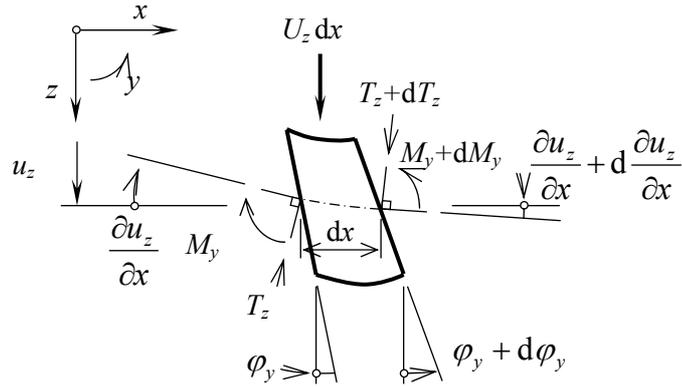


Figure 4-5 : Vibrations de flexion de la poutre dans le plan xz

### 4.3.2.2. Mise en équations

A partir du principe de Hamilton, les équations du mouvement pour la poutre en flexion dans le plan xz s'écrivent (voir Annexe A) :

$$\begin{aligned} -m \frac{\partial^2 u_z}{\partial t^2} + \frac{\partial}{\partial x} \left[ k_z AG \left( \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \right] + U_z &= 0 \\ -mr_y^2 \frac{\partial^2 \varphi_y}{\partial t^2} + \frac{\partial}{\partial x} \left( EI_y \frac{\partial \varphi_y}{\partial x} \right) - k_z AG \left( \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) + \Phi_y &= 0 \end{aligned} \quad (4.10)$$

avec les conditions aux limites en  $x = 0$  et  $x = \ell$ , de type forces imposées :

$$\begin{aligned} -k_z AG \left( \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) + \hat{T}_z &= 0 \\ -EI_y \frac{\partial \varphi_y}{\partial x} + \hat{M}_y &= 0 \end{aligned} \quad (4.11)$$

ou de type déplacements imposés :

$$\begin{aligned} u_z &= \hat{u}_z \\ \varphi_y &= \hat{\varphi}_y \end{aligned} \quad (4.12)$$

Dans le cas d'une poutre de caractéristiques uniformes ne dépendant pas de l'abscisse  $x$ , les équations du mouvement (4.10) deviennent :

$$\begin{aligned} -m \frac{\partial^2 u_z}{\partial t^2} + k_z AG \frac{\partial^2 u_z}{\partial x^2} + k_z AG \frac{\partial \varphi_y}{\partial x} + U_z &= 0 \\ -mr_y^2 \frac{\partial^2 \varphi_y}{\partial t^2} + EI_y \frac{\partial^2 \varphi_y}{\partial x^2} - k_z AG \varphi_y - k_z AG \frac{\partial u_z}{\partial x} + \Phi_y &= 0 \end{aligned} \quad (4.13)$$

Par dérivation de la deuxième équation de (4.13) par rapport à  $x$  et division par  $EI_y$ , on obtient :

$$-\frac{mr_y^2}{EI_y} \frac{\partial^3 \varphi_y}{\partial x \partial t^2} + \frac{\partial^3 \varphi_y}{\partial x^3} - \frac{k_z AG}{EI_y} \frac{\partial \varphi_y}{\partial x} - \frac{k_z AG}{EI_y} \frac{\partial^3 u_z}{\partial x^3} + \frac{1}{EI_y} \frac{\partial \varphi_y}{\partial x} = 0 \quad (4.14)$$

A partir de la première équation de (4.13), on peut écrire :

$$\frac{\partial \varphi_y}{\partial x} = \frac{m}{k_z AG} \frac{\partial^2 u_z}{\partial t^2} - \frac{\partial^2 u_z}{\partial x^2} - \frac{1}{k_z AG} U_z \quad (4.15)$$

ou encore

$$\frac{\partial^3 \varphi_y}{\partial x^3} = \frac{m}{k_z AG} \frac{\partial^4 u_z}{\partial x^2 \partial t^2} - \frac{\partial^4 u_z}{\partial x^4} - \frac{1}{k_z AG} \frac{\partial^2 U_z}{\partial x^2} \quad (4.16)$$

Par substitution des équations (4.15) et (4.16) dans (4.14), l'équation découplée en  $u_z$  devient :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^4 u_z}{\partial x^4} - \left( \frac{m}{k_z AG} + \frac{mr_y^2}{EI_y} \right) \frac{\partial^4 u_z}{\partial x^2 \partial t^2} + \frac{m}{EI_y} \frac{\partial^2 u_z}{\partial t^2} + \frac{m}{k_z AG} \frac{mr_y^2}{EI_y} \frac{\partial^4 u_z}{\partial t^4} \dots \\ - \frac{1}{EI_y} U_z + \frac{1}{k_z AG} \frac{\partial^2 U_z}{\partial x^2} - \frac{mr_y^2}{EI_y} \frac{1}{k_z AG} \frac{\partial^2 U_z}{\partial t^2} - \frac{1}{EI_y} \frac{\partial \Phi_y}{\partial x} = 0 \end{aligned} \quad (4.17)$$

Un passage aux valeurs complexes des modules d'Young et de cisaillement ( $\hat{E}, \hat{G}$ ) est nécessaire pour tenir compte un amortissement de type hystérétique du matériau et aussi des déplacements et charges réparties ( $\hat{u}_z, \hat{\varphi}_y, \hat{U}_z, \hat{\Phi}_y$ ) en régime harmonique :

$$\begin{aligned} \hat{E} &= E(1 + j\eta_E) \\ \hat{G} &= G(1 + j\eta_G) \end{aligned} \quad (4.18)$$

$$\begin{aligned} \hat{u}_z(x, t) &= u_z(x) e^{j\omega t} \\ \hat{\varphi}_y(x, t) &= \varphi_y(x) e^{j\omega t} \\ \hat{U}_z(x, t) &= U_z(x) e^{j\omega t} \\ \hat{\Phi}_y(x, t) &= \Phi_y(x) e^{j\omega t} \end{aligned} \quad (4.19)$$

L'action du matériau granulaire sur le tube est traduite par une force exercée en un point donné d'abscisse  $x$  en considérant le chargement suivant :

$$\begin{aligned} \hat{U}_z(x) &= \omega^2 \hat{M}_{mg}(\omega) u_z(x) \\ \hat{\Phi}_y(x) &= 0 \end{aligned} \quad (4.20)$$

où  $\hat{M}_{mg}(\omega)$ , définie par l'équation (4.9), représente la masse apparente par unité de longueur du matériau granulaire contenu dans le tube. Ainsi, l'équation du mouvement découplée sous la forme complexe est donnée par :

$$\begin{aligned} \frac{d^4 \hat{u}_z}{dx^4} + \frac{\omega^2 m}{\hat{E} I_y} \left[ \left( \frac{\hat{E} I_y}{k_z A \hat{G}} \left[ 1 + \frac{\hat{M}_{mg}}{m} \right] + r_y^2 \right) \frac{d^2 \hat{u}_z}{dx^2} - \left( 1 + \frac{\hat{M}_{mg}}{m} \right) \hat{u}_z \right] \dots \\ + \left( \frac{\omega^2 m}{\hat{E} I_y} \right)^2 \frac{\hat{E} I_y}{k_z A \hat{G}} \left( 1 + \frac{\hat{M}_{mg}}{m} \right) r_y^2 \hat{u}_z = 0 \end{aligned} \quad (4.21)$$

Après résolution de l'équation (4.17), on obtient l'expression de  $\hat{\Phi}_y$  définie par :

$$\hat{\varphi}_y = \frac{-1}{1 - \frac{\omega^2 m}{\hat{E}I_y} \frac{\hat{E}I_y}{k_z A \hat{G}} r_y^2} \left( \frac{\hat{E}I_y}{k_z A \hat{G}} \frac{d^3 \hat{u}_z}{dx^3} + \left[ 1 + \frac{\omega^2 m}{\hat{E}I_y} \left( \frac{\hat{E}I_y}{k_z A \hat{G}} \right)^2 \left( 1 + \frac{\hat{M}_{mg}}{m} \right) \right] \frac{d\hat{u}_z}{dx} \right) \quad (4.22)$$

Pour la résolution de l'équation (4.21) du mouvement découplée en  $u_z$ , on procède à un changement de variables adimensionnelles pour simplifier notre démarche. Pour cela, on définit les quantités adimensionnelles suivantes :

$$\begin{aligned} \xi &= \frac{x}{\ell} \\ \hat{\lambda}_z^4 &= \frac{\omega^2 m \ell^4}{\hat{E}I_y} \\ \hat{\alpha}_z &= \frac{\hat{E}I_y}{k_z A \hat{G} \ell^2} \\ \hat{\beta}_z &= \frac{r_y^2}{\ell^2} \\ \hat{\delta}_z &= 1 + \frac{\hat{M}_{mg}}{m} \end{aligned}$$

où  $\xi$  est une variable d'espace adimensionnelle,  $\hat{\lambda}_z$  est la valeur propre adimensionnelle,  $\hat{\alpha}_z$  et  $\hat{\beta}_z$  sont deux variables représentatives du cisaillement et de l'inertie rotatoire respectivement, et  $\hat{\delta}_z$  est une variable qui tient compte de l'action du matériau granulaire.

L'équation du mouvement s'écrit alors :

$$\frac{d^4 \hat{u}_z}{d\xi^4} + \hat{\lambda}_z^4 (\hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z + \hat{\beta}_z) \frac{d^2 \hat{u}_z}{d\xi^2} + \hat{\lambda}_z^4 \hat{\delta}_z (\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z - 1) \hat{u}_z = 0 \quad (4.23)$$

Ainsi, la rotation  $\hat{\varphi}_y$  est donnée par l'expression :

$$\hat{\varphi}_y = \frac{1}{\ell} \frac{-1}{1 - \hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\beta}_z} \left[ \hat{\alpha}_z \frac{d^3 \hat{u}_z}{d\xi^3} + (1 + \hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z^2 \hat{\delta}_z) \frac{d\hat{u}_z}{d\xi} \right] \quad (4.24)$$

La solution générale de l'équation (4.23) est de la forme  $\hat{u}_z(\xi) = \hat{C} e^{\hat{r}\xi}$ , et on obtient une équation caractéristique de l'équation du mouvement :

$$\hat{r}^4 + \hat{\lambda}_z^4 (\hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z + \hat{\beta}_z) \hat{r}^2 + \hat{\lambda}_z^4 \hat{\delta}_z (\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\beta}_z - 1) = 0 \quad (4.25)$$

L'équation (4.25) admet deux racines complexes en remplaçant  $\hat{r}^2$  par  $\hat{R}$  :

$$\begin{aligned} \hat{R}_{(1)} &= -\frac{1}{2} \left[ \hat{\lambda}_z^4 (\hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z + \hat{\beta}_z) + \sqrt{\hat{\lambda}_z^8 (\hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z + \hat{\beta}_z)^2 + 4 \hat{\lambda}_z^4 \hat{\delta}_z} \right] \\ \hat{R}_{(2)} &= -\frac{1}{2} \left[ \hat{\lambda}_z^4 (\hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z + \hat{\beta}_z) - \sqrt{\hat{\lambda}_z^8 (\hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z + \hat{\beta}_z)^2 + 4 \hat{\lambda}_z^4 \hat{\delta}_z} \right] \end{aligned} \quad (4.26)$$

La solution générale de l'équation du mouvement (4.23) ainsi que l'équation (4.24) deviennent alors sous la forme suivante :

$$\hat{u}_z(\xi) = \hat{P}_z \sin(\hat{\theta}_z \xi) + \hat{Q}_z \cos(\hat{\theta}_z \xi) + \hat{R}_z \sinh(\hat{\psi}_z \xi) + \hat{S}_z \cosh(\hat{\psi}_z \xi) \quad (4.27)$$

$$\hat{\varphi}_y(\xi) = \frac{1}{\ell} \frac{-1}{1 - \hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\beta}_z} [\hat{\theta}_z (\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z^2 \hat{\delta}_z + 1 - \hat{\alpha}_z \hat{\theta}_z^2) (\hat{P}_z \cos(\hat{\theta}_z \xi) - \hat{Q}_z \sin(\hat{\theta}_z \xi)) \cdots + \hat{\psi}_z (\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z^2 \hat{\delta}_z + 1 + \hat{\alpha}_z \hat{\psi}_z^2) (\hat{R}_z \cosh(\hat{\psi}_z \xi) - \hat{S}_z \sinh(\hat{\psi}_z \xi))] \quad (4.28)$$

où  $\hat{\theta}_z = \sqrt{-\hat{R}_{(1)}}$  et  $\hat{\psi}_z = \sqrt{-\hat{R}_{(2)}}$  sont deux variables auxiliaires. Les constantes complexes  $\hat{P}_z$ ,  $\hat{Q}_z$ ,  $\hat{R}_z$  et  $\hat{S}_z$  qui définissent la forme et l'amplitude des vibrations de la poutre sont déterminées à partir des conditions aux limites aux extrémités.

L'expression de  $\hat{\varphi}_y(\xi)$  peut être simplifiée par les considérations suivantes :

$$-\hat{\theta}_z^2 \hat{\psi}_z^2 = \hat{\lambda}_z^4 \hat{\delta}_z (\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\beta}_z - 1) \quad (4.29)$$

d'où

$$\frac{1}{1 - \hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\beta}_z} = \frac{\hat{\lambda}_z^4 \hat{\delta}_z}{\hat{\theta}_z^2 \hat{\psi}_z^2} \quad (4.30)$$

et aussi

$$\hat{\theta}_z (\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z^2 \hat{\delta}_z + 1 - \hat{\alpha}_z \hat{\theta}_z^2) = \hat{\theta}_z \hat{\psi}_z^2 \frac{\hat{\theta}_z^2 - \hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z}{\hat{\lambda}_z^4 \hat{\delta}_z} \quad (4.31)$$

$$\hat{\psi}_z (\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z^2 \hat{\delta}_z + 1 + \hat{\alpha}_z \hat{\psi}_z^2) = \hat{\psi}_z \hat{\theta}_z^2 \frac{\hat{\psi}_z^2 + \hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z}{\hat{\lambda}_z^4 \hat{\delta}_z} \quad (4.32)$$

Ces deux dernières expressions utilisent l'égalité  $\hat{\theta}_z^2 - \hat{\psi}_z^2 = \hat{\lambda}_z^4 (\hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z + \hat{\beta}_z)$ . On introduit les variables suivantes :

$$\hat{\nu}_z = \hat{\theta}_z - \frac{\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z}{\hat{\theta}_z} \quad \text{et} \quad \hat{\chi}_z = \hat{\psi}_z + \frac{\hat{\lambda}_z^4 \hat{\alpha}_z \hat{\delta}_z}{\hat{\psi}_z} \quad (4.33)$$

L'expression de la rotation des sections droites devient alors plus simple :

$$\hat{\varphi}_y(\xi) = \frac{-1}{\ell} [\hat{\nu}_z (\hat{P}_z \cos(\hat{\theta}_z \xi) + \hat{Q}_z \sin(\hat{\theta}_z \xi)) + \hat{\chi}_z (\hat{R}_z \cosh(\hat{\psi}_z \xi) + \hat{S}_z \sinh(\hat{\psi}_z \xi))] \quad (4.34)$$

A partir des expressions simplifiées du déplacement et de rotation, l'effort tranchant  $\hat{T}_z$  et le moment de flexion  $\hat{M}_y$  peuvent être obtenus et leur expressions sont données par :

$$\begin{aligned} \hat{T}_z(\xi) &= k_z A \hat{G} \left( \hat{\varphi}_y(\xi) - \frac{1}{\ell} \frac{d\hat{u}_z(\xi)}{d\xi} \right) \\ &= \frac{\hat{E} I_y \hat{\nu}_z \hat{\chi}_z}{\ell^2} [\hat{\psi}_z (\hat{P}_z \cos(\hat{\theta}_z \xi) - \hat{Q}_z \sin(\hat{\theta}_z \xi)) - \hat{\theta}_z (\hat{R}_z \cosh(\hat{\psi}_z \xi) + \hat{S}_z \sinh(\hat{\psi}_z \xi))] \end{aligned} \quad (4.35)$$

$$\begin{aligned}\widehat{M}_y(\xi) &= \frac{\widehat{E}I_y}{\ell} \frac{\partial \widehat{\phi}_y(\xi)}{\partial \xi} \\ &= \frac{\widehat{E}I_y}{\ell^2} [\widehat{\theta}_z \widehat{v}_z (\widehat{P}_z \sin(\widehat{\theta}_z \xi) + \widehat{Q}_z \cos(\widehat{\theta}_z \xi)) - \widehat{\psi}_z \widehat{\chi}_z (\widehat{R}_z \sinh(\widehat{\psi}_z \xi) + \widehat{S}_z \cosh(\widehat{\psi}_z \xi))]\end{aligned}\quad (4.36)$$

#### 4.3.2.3. Méthode raideur dynamique

Dans ce paragraphe, la matrice raideur dynamique de la poutre soumise à des vibrations de flexion est évaluée. Le calcul de la matrice raideur dynamique est direct d'un point de vue numérique. Les expressions générales du problème à quatre degrés de liberté ( $N_{ddl} = 4$ ) correspondent aux équations différentielles du second ordre ( $O = N_{ddl}/2$ ). A partir de la solution exacte des équations du mouvement, on construit une matrice raideur dynamique dépendante de la fréquence  $\omega$  ce qui conduit à des problèmes aux valeurs propres non-linéaires. La méthode raideur dynamique peut être considérée exacte dans la limite de la théorie adoptée (dans le cas présent, théorie de Timoshenko pour la flexion des poutres) dans le sens où ni fonctions de formes, ni masses discrétisées ne sont employées. Des études paramétriques précises peuvent donc être menées quel que soit le domaine fréquentiel d'intérêt et sans avoir à affiner la discrétisation (pour une poutre, seules les extrémités, appelées nœuds dans la méthode éléments finis, sont nécessaires et le champ de déplacement étant exact).

Les déplacements nodaux ( $\widehat{u}_z, \widehat{\phi}_y$ ) correspondant aux deux extrémités de la poutre ( $\xi = 0$  et  $\xi = 1$ ) sont exprimés en fonction des constantes complexes dépendant des conditions aux limites dont la relation est sous la forme matricielle écrite dans le repère local  $(x, y, z)$  :

$$\begin{Bmatrix} \widehat{u}_z^{(1)} \\ \widehat{\phi}_y^{(1)} \\ \widehat{u}_z^{(2)} \\ \widehat{\phi}_y^{(2)} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 1 \\ -\frac{\widehat{v}_z}{\ell} & 0 & -\frac{\widehat{\chi}_z}{\ell} & 0 \\ \sin \widehat{\theta}_z & \cos \widehat{\theta}_z & \sinh \widehat{\psi}_z & \cosh \widehat{\psi}_z \\ -\frac{\widehat{v}_z}{\ell} \cos \widehat{\theta}_z & -\frac{\widehat{v}_z}{\ell} \sin \widehat{\theta}_z & -\frac{\widehat{\chi}_z}{\ell} \cosh \widehat{\psi}_z & -\frac{\widehat{\chi}_z}{\ell} \sinh \widehat{\psi}_z \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \widehat{P}_z \\ \widehat{Q}_z \\ \widehat{R}_z \\ \widehat{S}_z \end{Bmatrix}\quad (4.37)$$

Ce système matriciel peut s'écrire sous la forme :

$$\widehat{\mathbf{u}} = \widehat{\mathbf{P}} \times \widehat{\mathbf{C}}\quad (4.38)$$

De même pour les déplacements, les efforts nodaux ( $\widehat{T}_z, \widehat{M}_y$ ) sont donnés par :

$$\begin{Bmatrix} \widehat{T}_z^{(1)} \\ \widehat{M}_y^{(1)} \\ \widehat{T}_z^{(2)} \\ \widehat{M}_y^{(2)} \end{Bmatrix} = \frac{\widehat{E}I_y \widehat{v}_z \widehat{\chi}_z}{\ell^2} \begin{bmatrix} -\frac{\widehat{\psi}_z}{\ell} & 0 & \frac{\widehat{\theta}_z}{\ell} & 0 \\ 0 & -\frac{\widehat{\theta}_z}{\widehat{\chi}_z} & 0 & \frac{\widehat{\psi}_z}{\widehat{v}_z} \\ \frac{\widehat{\psi}_z \cos \widehat{\theta}_z}{\ell} & -\frac{\widehat{\psi}_z \sin \widehat{\theta}_z}{\ell} & -\frac{\widehat{\theta}_z \cosh \widehat{\psi}_z}{\ell} & -\frac{\widehat{\theta}_z \sinh \widehat{\psi}_z}{\ell} \\ \frac{\widehat{\theta}_z \sin \widehat{\theta}_z}{\widehat{\chi}_z} & \frac{\widehat{\theta}_z \cos \widehat{\theta}_z}{\widehat{\chi}_z} & -\frac{\widehat{\psi}_z \sinh \widehat{\psi}_z}{\widehat{v}_z} & -\frac{\widehat{\psi}_z \cosh \widehat{\psi}_z}{\widehat{v}_z} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \widehat{P}_z \\ \widehat{Q}_z \\ \widehat{R}_z \\ \widehat{S}_z \end{Bmatrix}\quad (4.39)$$

ou encore

$$\hat{\mathbf{F}} = \hat{\mathbf{L}} \times \hat{\mathbf{C}} \quad (4.40)$$

$$\text{avec } \hat{\mathbf{u}} = \left\{ \hat{u}_z^{(1)} \quad \hat{\phi}_y^{(1)} \quad \hat{u}_z^{(2)} \quad \hat{\phi}_y^{(2)} \right\}^T = \left\{ \hat{u}_z(0) \quad \hat{\phi}_y(0) \quad \hat{u}_z(1) \quad \hat{\phi}_y(1) \right\}^T,$$

$$\text{et } \hat{\mathbf{F}} = \left\{ \hat{T}_z^{(1)} \quad \hat{M}_y^{(1)} \quad \hat{T}_z^{(2)} \quad \hat{M}_y^{(2)} \right\}^T = \left\{ -\hat{T}_z(0) \quad -\hat{M}_y(0) \quad \hat{T}_z(1) \quad \hat{M}_y(1) \right\}^T.$$

La matrice raideur dynamique de la poutre  $\hat{\mathbf{D}}$  liant les efforts nodaux aux déplacements nodaux dans le repère local sera définie par :

$$\hat{\mathbf{F}} = \hat{\mathbf{D}} \times \hat{\mathbf{u}} \quad (4.41)$$

avec  $\hat{\mathbf{D}} = \hat{\mathbf{L}} \times (\hat{\mathbf{P}})^{-1}$  dont les éléments de cette matrice ont pour expressions :

$$\hat{\mathbf{D}} = \begin{bmatrix} \hat{D}_{11} & \hat{D}_{12} & \hat{D}_{13} & \hat{D}_{14} \\ & \hat{D}_{22} & \hat{D}_{23} & \hat{D}_{24} \\ & & \hat{D}_{33} & \hat{D}_{34} \\ [sym & & & \hat{D}_{44} \end{bmatrix} \quad (4.42)$$

où

$$\begin{aligned} \hat{D}_{11} = \hat{D}_{33} &= -\frac{\hat{E}I_y \hat{v}_z \hat{\chi}_z}{\rho^3 \hat{d}_z} (\hat{\theta}_z \hat{v}_z + \hat{\psi}_z \hat{\chi}_z) (\hat{\chi}_z \cos \hat{\theta}_z \sinh \hat{\psi}_z + \hat{v}_z \sin \hat{\theta}_z \cosh \hat{\psi}_z) \\ &= \frac{\hat{E}I_y}{\rho^3} F_6(\hat{v}_z, \hat{\chi}_z) = \Gamma_6(I_y, \hat{d}_z, \hat{\theta}_z, \hat{\psi}_z, \hat{v}_z, \hat{\chi}_z) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \hat{D}_{22} = \hat{D}_{44} &= \frac{\hat{E}I_y}{\rho} \frac{1}{\hat{d}_z} (\hat{\theta}_z \hat{v}_z + \hat{\psi}_z \hat{\chi}_z) (\hat{v}_z \cos \hat{\theta}_z \sinh \hat{\psi}_z - \hat{\chi}_z \sin \hat{\theta}_z \cosh \hat{\psi}_z) \\ &= \frac{\hat{E}I_y}{\rho} F_2(\hat{v}_z, \hat{\chi}_z) = \Gamma_2(I_y, \hat{d}_z, \hat{\theta}_z, \hat{\psi}_z, \hat{v}_z, \hat{\chi}_z) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \hat{D}_{12} = \hat{D}_{21} &= -\hat{D}_{34} = -\hat{D}_{43} \\ &= -\frac{\hat{E}I_y \hat{v}_z \hat{\chi}_z}{\rho^2 \hat{d}_z} [(\hat{\psi}_z \hat{\chi}_z - \hat{\theta}_z \hat{v}_z) (\cos \hat{\theta}_z \cosh \hat{\psi}_z - 1) + (\hat{\theta}_z \hat{v}_z + \hat{\psi}_z \hat{\chi}_z) \sin \hat{\theta}_z \sinh \hat{\psi}_z] \\ &= \frac{\hat{E}I_y}{\rho^2} F_4(\hat{v}_z, \hat{\chi}_z) = \Gamma_4(I_y, \hat{d}_z, \hat{\theta}_z, \hat{\psi}_z, \hat{v}_z, \hat{\chi}_z) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \hat{D}_{23} = \hat{D}_{32} &= -\hat{D}_{14} = -\hat{D}_{41} \\ &= -\frac{\hat{E}I_y \hat{v}_z \hat{\chi}_z}{\rho^2 \hat{d}_z} (\hat{\theta}_z \hat{v}_z + \hat{\psi}_z \hat{\chi}_z) (\cos \hat{\theta}_z - \cosh \hat{\psi}_z) \\ &= \frac{\hat{E}I_y}{\rho^2} F_3(\hat{v}_z, \hat{\chi}_z) = \Gamma_3(I_y, \hat{d}_z, \hat{\theta}_z, \hat{\psi}_z, \hat{v}_z, \hat{\chi}_z) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \hat{D}_{13} = \hat{D}_{31} &= -\frac{\hat{E}I_y \hat{v}_z \hat{\chi}_z}{\rho^3 \hat{d}_z} (\hat{\theta}_z \hat{v}_z + \hat{\psi}_z \hat{\chi}_z) (\hat{v}_z \sin \hat{\theta}_z + \hat{\chi}_z \sinh \hat{\psi}_z) \\ &= \frac{\hat{E}I_y}{\rho^3} F_5(\hat{v}_z, \hat{\chi}_z) = \Gamma_5(I_y, \hat{d}_z, \hat{\theta}_z, \hat{\psi}_z, \hat{v}_z, \hat{\chi}_z) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\widehat{D}_{24} = \widehat{D}_{42} &= \frac{\widehat{E}I_y}{\ell} \frac{1}{\widehat{d}_z} (\widehat{\theta}_z \widehat{v}_z + \widehat{\psi}_z \widehat{\chi}_z) (\widehat{\chi}_z \sin \widehat{\theta}_z - \widehat{v}_z \sinh \widehat{\theta}_z) \\ &= \frac{\widehat{E}I_y}{\ell} F_1(\widehat{v}_z, \widehat{\chi}_z) = \Gamma_1(I_y, \widehat{d}_z, \widehat{\theta}_z, \widehat{\psi}_z, \widehat{v}_z, \widehat{\chi}_z)\end{aligned}$$

avec  $\widehat{d}_z = 2\widehat{v}_z \widehat{\chi}_z (\cos \widehat{\theta}_z \cosh \widehat{\psi}_z - 1) + (\widehat{v}_z^2 - \widehat{\chi}_z^2) \sin \widehat{\theta}_z \sinh \widehat{\psi}_z$ , et  $F_i(\widehat{v}_z, \widehat{\chi}_z), i = 1, \dots, 6$  sont les fonctions de Koloušek généralisées à valeurs complexes (Koloušek, 1973 ; Lundén and Åkesson, 1983).

Nous avons déterminé dans cette partie la matrice raideur dynamique élémentaire de la poutre dans son repère local  $(x, y, z)$ . La formulation de la matrice raideur dynamique globale dans le cas d'un ensemble de poutre, dans le repère global  $(X, Y, Z)$ , utilise une procédure d'assemblage classique telle que réalisée par Leung (Leung, 1979). Dans notre étude, une technique d'assemblage similaire à celle utilisée dans la méthode des éléments finis est mise en place sous MATLAB.

#### 4.3.2.4. Fonction de transfert

La notion de fonction de transfert qui désigne un rapport de la sortie et de l'entrée a été fréquemment utilisée pour déduire les différents paramètres du comportement dynamique des structures vibrantes. Après avoir obtenu la matrice raideur dynamique prenant en compte les conditions aux limites de type forces imposées  $\widehat{\mathbf{F}}$ . On calcule une fonction de transfert réponse en fréquence force-aux-déplacements :

$$\widehat{H} = \widehat{\mathbf{u}} / \widehat{\mathbf{F}} \quad (4.43)$$

où le vecteur déplacement  $\widehat{\mathbf{u}}$  est le produit de l'inverse de la matrice raideur dynamique  $\widehat{\mathbf{D}}^{-1}$  par le vecteur force connu  $\widehat{\mathbf{F}}$ . Les résultats du modèle seront présentés, dans la section 4.5, sous forme de fonction de transfert permettant ainsi de lire les différentes caractéristiques dynamiques de la structure étudiée.

---

## 4.4. Approche expérimentale

---

Dans cette section, nous présentons la procédure expérimentale utilisée pour l'étude des vibrations amorties de tubes remplis de matériaux granulaires. Cette étude concernant les poutres en flexion présente l'avantage de réaliser plusieurs types de configuration pour le traitement de l'amortissement de structures remplies de matériaux granulaires. Elle constitue une première analyse sur l'amortissement par matériaux granulaires polymères présentés dans le chapitre 2, notamment les poudrettes de pneus recyclés (GTR) et le compound (C) réalisé à partir du mélange GTR/EVA. Egalement, on étudie l'amortissement par des grains de polyuréthane recyclé (PUR).

La méthode expérimentale utilisée concerne des essais en flexion dont la mesure de la réponse dynamique est réalisée par vibromètre laser à balayage. Cette technique, qui a fait l'objet de plusieurs études (Stanbridge and Ewins, 1999 ; Castellini et al., 2004), est très répandue en industrie ou en laboratoire pour la caractérisation des vibrations structurales. Le vibromètre laser à balayage mesure la vitesse vibrationnelle à un grand nombre de points sur la surface d'un objet vibrant. Il est utilisé dans de nombreuses applications différentes pour la mesure du comportement vibrationnel des grandes structures comme des petites structures. Les mesures se font entièrement sans contact offrant un net avantage par rapport aux accéléromètres.

Ici, on traite l'étude expérimentale de structures remplies de matériaux granulaires, soumises à une excitation harmonique en flexion, dont les caractéristiques de l'amortissement apporté par le matériau granulaire sont analysées. Il s'agit donc d'observer des phénomènes expérimentaux permettant ainsi de vérifier le modèle numérique mis en place dans la section précédente. Nous étudions également l'évolution de l'amortissement du tube rempli en fonction de la masse ajoutée du matériau granulaire et cela pour deux configurations différentes de la structure (position verticale et position horizontale) pour différents niveaux de remplissage du tube.

Parmi les études expérimentales similaires, on peut citer celles de Papalou et Masri (Papalou and Masri, 1998) et Varanasi et Nayfeh (Varanasi and Nayfeh, 2003) qui étudient les vibrations amorties de tubes fermés et ouverts remplis de grains. L'intérêt d'une étude expérimentale est qu'elle permet soit une validation soit un recalage du modèle ou une amélioration de celui-ci. Notre principal objectif est donc d'exploiter les caractéristiques mécaniques des matériaux granulaires polymères dans l'amortissement de structures vibrantes par remplissage. Cependant, le cas de structures travaillant en flexion est le plus représentatif, c'est pourquoi nous l'avons choisi.

#### 4.4.1. Description des essais

Cette partie est dédiée à la description du dispositif expérimental utilisé pour l'étude d'une poutre libre-libre remplie de matériau granulaire soumise à des vibrations de flexion. L'objectif principal est bien entendu l'étude du comportement vibratoire de la structure mais également la définition du mode opératoire efficace. Il s'agit en fait de mettre à jour tous les éventuels problèmes, de choisir les appareils les plus adaptés et de réaliser dans le cas présent un montage simulant les conditions aux limites d'une poutre libre-libre. On s'attardera donc sur les points déterminants pour le bon déroulement des essais, notamment le choix de l'excitation ou encore la réalisation des conditions aux limites.

La structure utilisée est un tube droit en acier de section rectangulaire et dont les caractéristiques géométriques pour les simulations sont données sur la Figure 4-6. Les caractéristiques mécaniques matériau du tube dont les valeurs références de l'acier données dans la littérature sont reportées dans le Tableau 4-1.

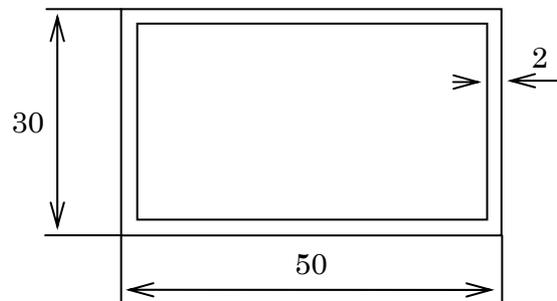


Figure 4-6 : Section droite du tube avec les caractéristiques géométriques :  $\ell = 1625 \text{ mm}$ ,  $a_y = 30 \text{ mm}$ ,  $a_z = 50 \text{ mm}$ ,  $h_y = 26 \text{ mm}$ ,  $h_z = 46 \text{ mm}$ ,  $A = 3.04 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ ,  $I_y = 4.5125 \times 10^{-8} \text{ m}^4$ ,  $k_z = 0.661$ .

Tableau 4-1 : Caractéristiques mécaniques matériau du tube

Module d'Young $E$ (MPa)	$2.1 \times 10^5$
Module de Cisaillement $G$ (MPa)	$8.08 \times 10^4$
Masse volumique $\rho$ ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	7800
Facteur de perte $\eta = \eta_E = \eta_G$	$5 \times 10^{-4}$

Un schéma représentatif du dispositif expérimental pour mener des essais de vibration de flexion sur tube rempli de matériau granulaire est montré dans la Figure 4-7. La structure est excitée perpendiculairement à sa ligne moyenne, selon la direction  $z$  du tube disposé verticalement (Figure 4-8a) ou horizontalement (Figure 4-8b) afin de s'affranchir autant que possible de l'influence du poids propre. Dans la position verticale, le tube est suspendu par un ressort sur son extrémité supérieure tandis que l'extrémité inférieure est fermée à l'aide d'un film adhésif n'ayant aucune influence sur les résultats. Quant à la configuration horizontale, le tube est suspendu par deux ressorts sur ses deux extrémités, les deux sont fermées. Il est à noter que les ressorts utilisés doivent être souples afin d'établir aux mieux les conditions aux limites d'une poutre libre-libre.

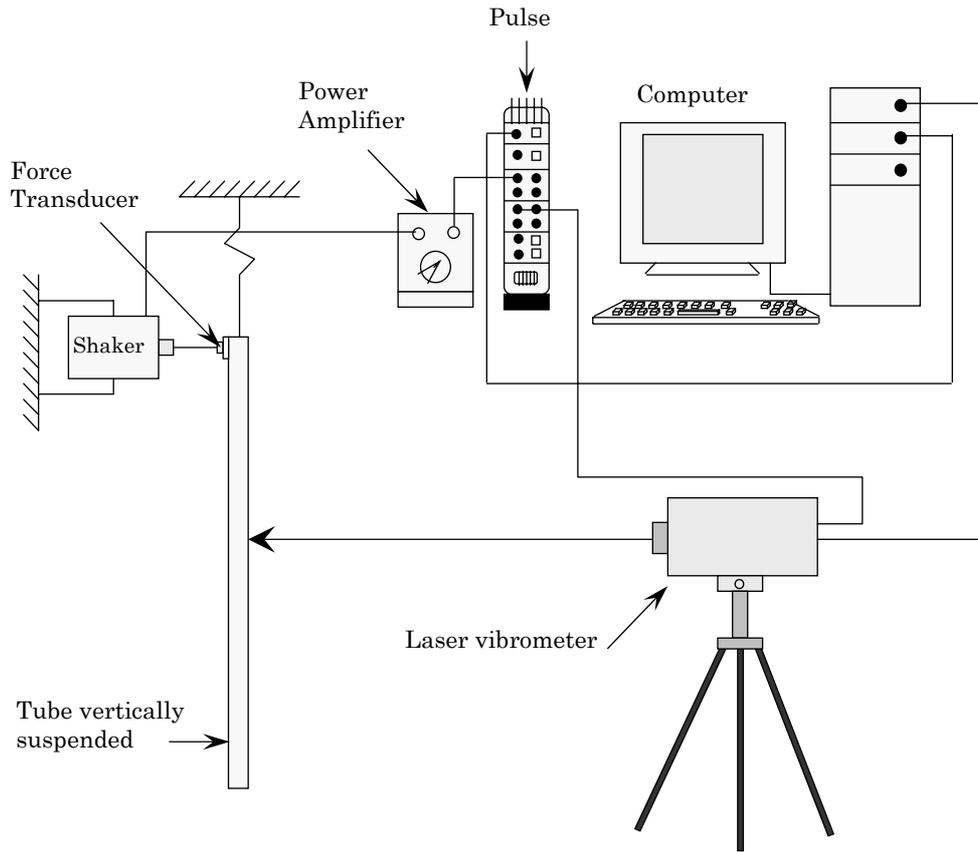


Figure 4-7 : Vibrations de flexion de la poutre dans le plan  $xz$

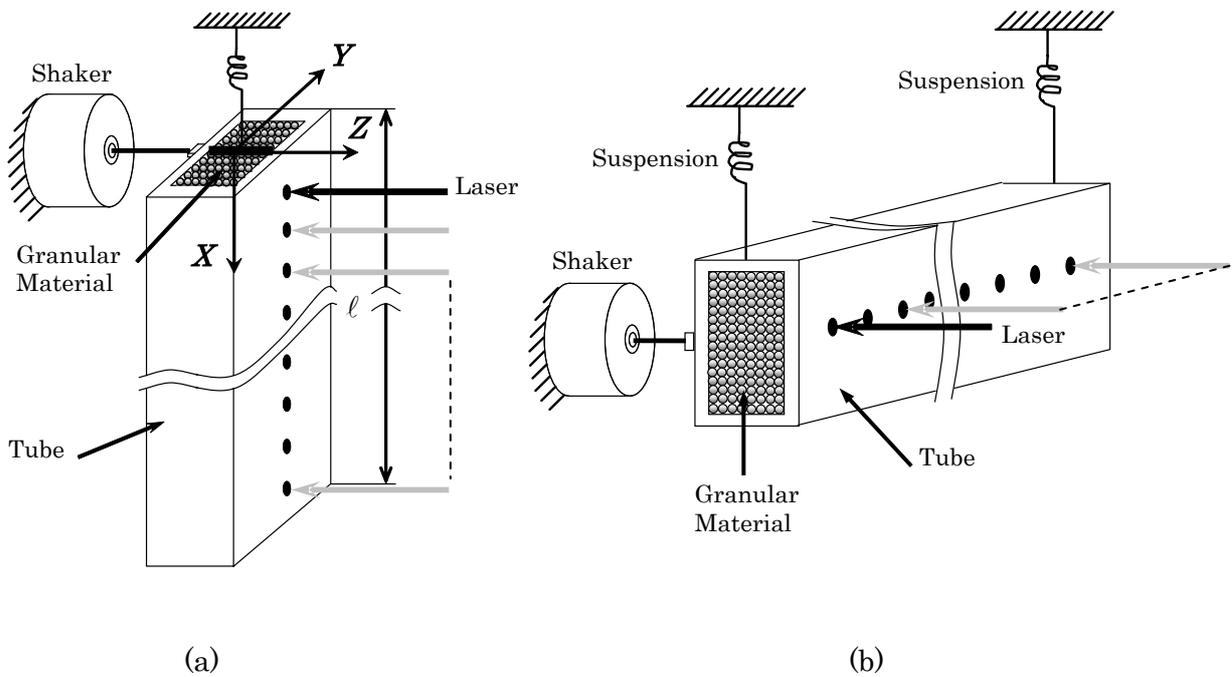


Figure 4-8 : Suspension du tube : (a) configuration verticale, (b) configuration horizontale.

En ce qui concerne la mise en place du matériau granulaire dans le tube, le remplissage se fait manuellement et le tube se trouve en position inclinée d'environ  $45^\circ$  par rapport à l'horizontale. De cette manière, le matériau granulaire se trouve dans un état le plus lâche possible. Il faut être attentif à la distribution uniforme de la masse granulaire dans le tube suivant sa longueur.

Pour chaque essai, on souhaite appliquer à la structure une excitation sinusoïdale harmonique d'amplitude. L'excitation réalisée par un pot électrodynamique se fait via une tige de faible diamètre afin que le pot ne génère qu'une excitation unidirectionnelle suivant son axe. De cette façon, les excitations parasites dues à la réponse de la structure sont évitées. La force transmise à la structure est mesurée via un capteur de force piézoélectrique B&K 8200. Un vibromètre laser à balayage (Ometron VPI+ 8330) est utilisé pour effectuer des mesures de vitesse à des points situés sur la ligne moyenne de la structure (Figure 4-8). Pour cela, on a effectué un maillage de la ligne située entre les deux extrémités du tube avec un espacement des points de 40 mm. Les mesures de la vitesse consistent à réaliser un balayage harmonique pas-à-pas de toute la longueur de la structure en maintenant constante la force transmise à la structure, dans la mesure du possible. On utilisera ainsi une excitation type « bruit blanc », consistant à envoyer un signal aléatoire au contenu fréquentiel constant sur la bande de fréquences considérée.

Les signaux à traiter sont la sortie du vibromètre laser (vitesse) et celle du capteur de force (force). Ces signaux mesurés sont amplifiés et dirigés vers un analyseur de réponse en fréquence (B&K 3560C) commandé par un PC équipé d'un logiciel disposant de tous les outils de traitement de signal. Le montage complet utilisé pour les essais est donné dans la Figure 4-7. On s'intéresse aux premiers modes de la structure et la plage de fréquences utiles est donc située entre 0 et 1600 Hz. La mesure de la réponse en fréquence (en pratique, moyenne sur une vingtaine d'acquisitions) conduit classiquement aux valeurs des fréquences propres de la structure. Le critère d'acceptation de la mesure est basé sur la cohérence entre le signal d'entrée et celui de la sortie.

Le mode opératoire précis est le suivant : pour chaque niveau de remplissage du tube que ce soit en position verticale ou en position horizontale, le tube est installé dans le montage décrit ci-avant et l'acquisition des vitesses fournies par le laser et de la force par le capteur est lancée pour chaque fréquence. Ensuite, on relève l'amplitude de la fonction de transfert vitesse/force ainsi que le déphasage relativement à l'excitation pour tous les points du maillage. Enfin, les mesures sont sauvegardées et traitées par un programme indépendant réalisé sous MATLAB afin de déduire la fonction de transfert déplacement/force et aussi les amortissements modaux expérimentaux.

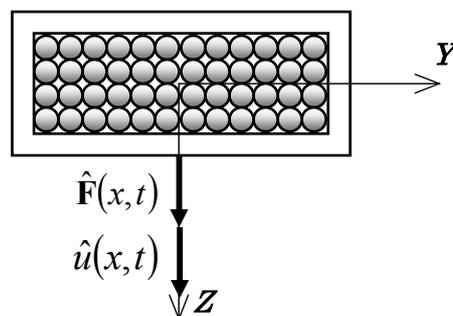


Figure 4-9 : Schéma représentant le déplacement et la force appliquée.

On divise ainsi la vitesse mesurée (régime harmonique) par " $j\omega$ " et on obtient la fonction de transfert mesurée déplacement/force. Nous avons procédé à ce traitement intermédiaire pour que les résultats expérimentaux correspondent avec la simulation numérique dont les la position de la réponse et du chargement sont illustrées dans la Figure 4-9.

Dans ces essais, on étudie également l'influence de la quantité du matériau granulaire introduite dans le tube sur le comportement vibratoire de l'ensemble tube-matériau granulaire. Dans la configuration verticale (Figure 4-8a), une série d'expériences a été réalisée en fonction du taux de remplissage ( $\ell_{mg}/\ell \times 100\%$ ) de la cavité à l'intérieur du tube, [10, 30, 50, 75, 100] %, où  $\ell$  est la longueur du tube et  $\ell_{mg}$  la longueur du matériau granulaire. Des essais ont été également menés sur un tube en position horizontale (Figure 4-8b) à différentes hauteurs de remplissage  $h_z = 20, 32$  et  $46$  mm,  $h_z$  désigne la hauteur du matériau granulaire.

#### 4.4.2. Caractéristiques des matériaux granulaires

Les essais sur tubes remplis ont été effectués pour différents matériaux granulaires. La poudrette de pneus recyclés (GTR) est une particule de forme irrégulière et de taille fine environ  $300 \mu\text{m}$ . La densité des particules GTR à l'état lâche est relativement faible de  $364 \text{ kg/m}^3$ . Par extrusion, le Compound (C), constitué de 60/40% de GTR/EVA, est relativement léger. La densité des grains Compound est de l'ordre de  $340 \text{ kg/m}^3$  avec un diamètre moyen des particules de  $3 \text{ mm}$ . Les particules Compound est comparable à une sphère poreuse (voir chapitre 2). Le polyuréthane recyclé (PUR) est broyé en petites particules ayant une forme prismatique. Par peser, la densité du polyuréthane recyclé est égale à  $587 \text{ kg/m}^3$ .

Les propriétés physiques géométriques des matériaux granulaires d'étude sont résumées dans le Tableau 4-2 et la Figure 4-10. Les propriétés dynamiques ont été caractérisées en par des essais DMTA au cours du troisième chapitre.

Tableau 4-2 : Diamètre et densité des matériaux granulaires

	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	Densité ( $\text{kg/m}^3$ )
Ground Tire Rubber (GTR)	300	364
Compound particules (C)	3000	340
Recycled Polyurethane particles (PUR)	---	587



Figure 4-10 : Images réalisées sur les matériaux granulaires d'étude.



---

## 4.5. Résultats et discussions

---

L'objectif de cette étude était d'explorer le contrôle passif des vibrations de structures vibrantes par matériaux granulaires polymères. Le dispositif expérimental présenté dans la partie précédente nous a permis d'étudier le comportement vibratoire de tube rempli de matériau granulaire soumis à des vibrations de flexion. Nous avons effectué ces essais sur nos polymères granulaires pour quantifier leur performance d'amortissement apporté à la structure.

Dans cette partie, nous présentons les résultats des mesures de la réponse dynamique de tubes remplis de trois échantillons granulaires (GTR, Compound et PUR) dans le but de comparer ces données expérimentales au modèle numérique développé précédemment. Les résultats expérimentaux et numériques nous permettront de discuter de la validité des conditions de mesure établies dans notre dispositif expérimental mais aussi de justifier les hypothèses utilisées dans notre approche numérique.

Les quatre principaux facteurs influençant le comportement dynamique d'une structure remplie de matériau granulaire sont la forme et la taille des particules, la densité et bien évidemment les propriétés mécaniques du matériau granulaire. La forme des particules est un facteur particulièrement intéressant. En effet, si les particules sont rondes le mécanisme d'amortissement est dominé par la rotation des particules ce qui conduit à une faible résistance mécanique. Au contraire, si les particules sont plus anguleuses, des blocages ont lieu, empêchant les rotations et mobilisant pleinement la résistance mécanique par glissement des grains au lieu des rotations. En plus, le contact intergranulaire par friction favorise absolument l'amortissement des vibrations. Ainsi, ces remarques seront abordées dans la discussion des résultats expérimentaux.

Nous étudions également l'évolution de l'amortissement structural du tube-rempli en fonction de la quantité introduite du matériau granulaire. Dans un premier temps, nous nous intéressons à l'étude des performances d'amortissement de poudrettes de pneus recyclés (GTR) remplies dans une structure sous vibrations de flexion. Leurs performances ont été comparées avec celles du Compound (C). Puis, à partir des réponses dynamiques du tube rempli, nous mettons en place une méthode inverse pour prédire les propriétés dynamiques du matériau granulaire en termes de module d'Young dynamique et de facteur de perte. Ce nouvel outil de prédiction a été analysé par comparaison des valeurs prédites et des valeurs mesurées par DMTA. Ces comparaisons ont été effectuées pour les deux configurations verticale et horizontale.

### 4.5.1. Analyse modale du tube vide

Une étude du tube vide en configuration verticale et horizontale a été réalisée. Les fréquences propres et amortissements modaux ont été déterminés à partir de la courbe fonction de transfert déplacement / force à l'aide d'un programme d'identification développé au Laboratoire. Les fréquences propres et amortissement modaux correspondants aux six premiers modes du tube vide sont reportés dans le Tableau 4-3. Un calcul à l'aide de la méthode de type raideur dynamique présentée précédemment a été réalisé et les résultats obtenus sont également donnés dans ce tableau.

Tableau 4-3 : Fréquences propres expérimentales / calculées et amortissements modaux expérimentaux du tube vide

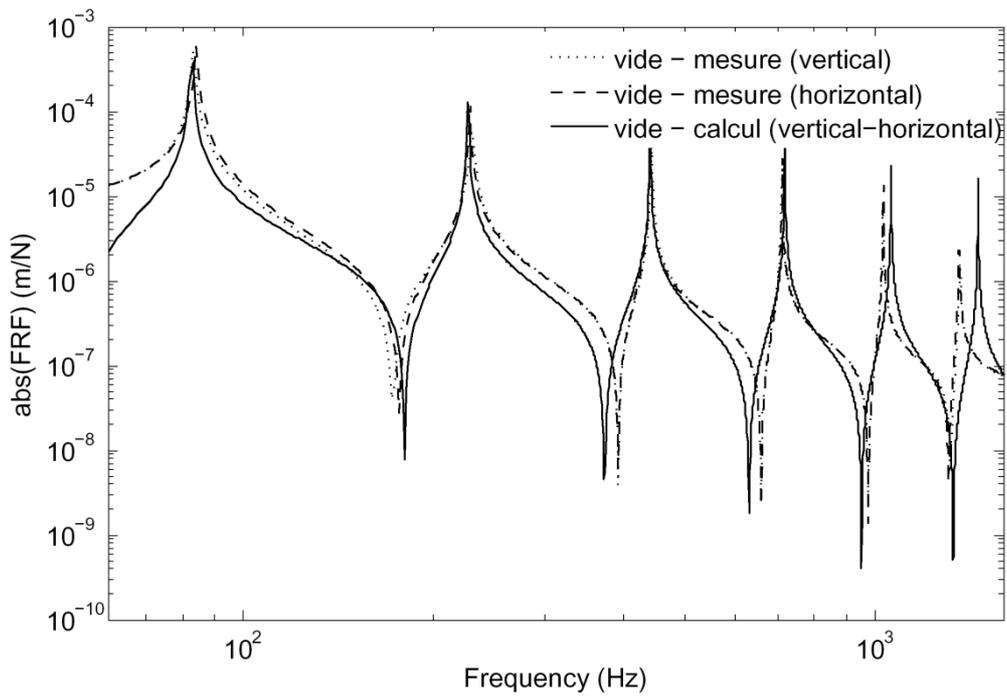
Ordre <i>n</i>	Fréquence propres (Hz)			Amortissement modal expérimental	
	DSM*	Expérimental		Vertical	Horizontal
		Vertical	Horizontal		
1	83	83.66	83.56	3.5 <sup>E-3</sup>	2.1 <sup>E-3</sup>
2	226	231.21	230.85	9.1 <sup>E-4</sup>	1.9 <sup>E-3</sup>
3	440	445.26	441.86	3 <sup>E-4</sup>	2 <sup>E-4</sup>
4	718	710.89	711.95	2 <sup>E-4</sup>	4 <sup>E-4</sup>
5	1057	1026.96	1027.94	4.1 <sup>E-3</sup>	6 <sup>E-3</sup>
6	1452	1359.90	1355.31	3.1 <sup>E-3</sup>	2.5 <sup>E-3</sup>

\* : DSM : méthode raideur dynamique « Dynamic Stiffness Method).

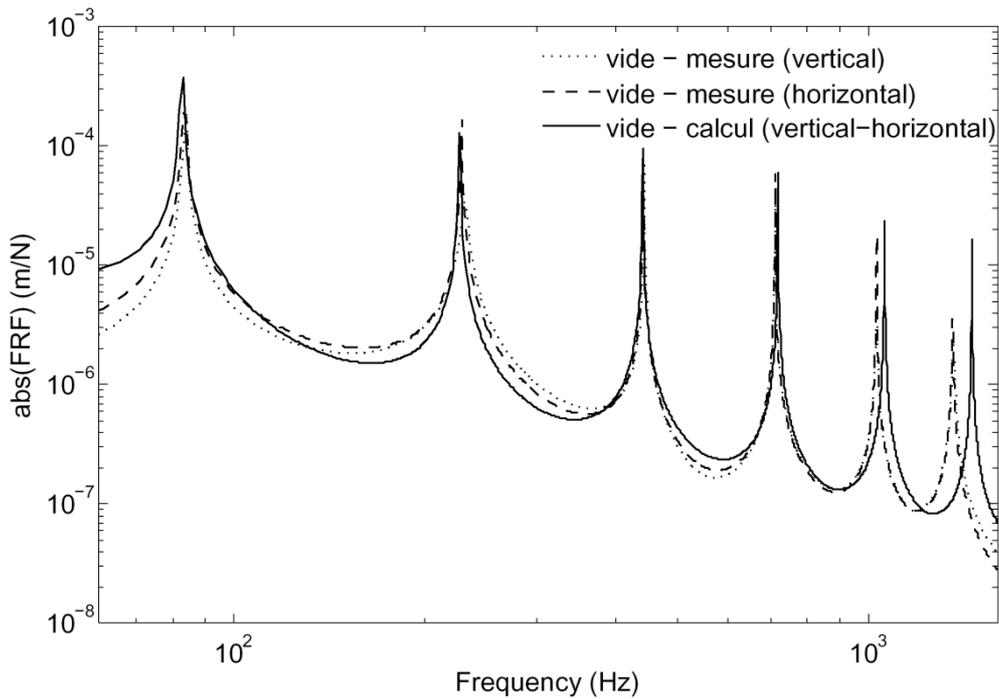
La première observation concerne les résultats des essais sur tube vide pour les deux configurations verticale et horizontale. Pour chaque mode, la fréquence propre et l'amortissement modal mesurés dans les deux configurations sont très proches, ce qui signifie que les conditions de suspension du tube simulant ainsi les conditions aux limites d'une poutre libre-libre sont bien réalisées. On peut également remarquer que les fréquences calculées par la méthode raideur dynamique basée sur la théorie des poutres de Timoshenko sont bien estimées compte tenu du faible nombre de d.l.l. utilisés (4). Pour les six premiers modes, les fréquences propres sont au maximum 2.25% supérieures à leurs homologues expérimentales.

D'autre part, les amortissements modaux identifiés d'après les courbes de fonction de transfert expérimentales sont tous compris entre  $10^{-4}$  et  $10^{-3}$ , confirmant l'excellente qualité de la suspension utilisée dans les deux configurations verticale et horizontale.

L'application de la méthode raideur dynamique sur le tube vide se trouvant en position verticale et horizontale donne les mêmes résultats en raison de l'égalité des conditions aux limites de force et de déplacements (poutre libre-libre). Des essais expérimentaux sur le tube vide dans les deux configurations ont conduit à des réponses dynamiques identiques. C'est une raison de plus de confirmer les conditions de suspension réalisés dans l'installation expérimentale.



(a)



(b)

Figure 4-11 : Fonction de transfert du tube vide pour les deux configurations verticale et horizontale. Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux : (a)  $x = 40$  mm, (b)  $x = 1600$  mm.

Une comparaison des résultats expérimentaux, qui sont en bon accord, avec ceux calculés est montrée dans la Figure 4-11 à deux points de mesure différents. La Figure 4-12 présente les déformées des six premiers modes du tube pour les deux configurations verticale et horizontale. Ces représentations, extraites d'un programme réalisé sous MATLAB, ont été obtenues lors des calculs par la méthode raideur dynamique.

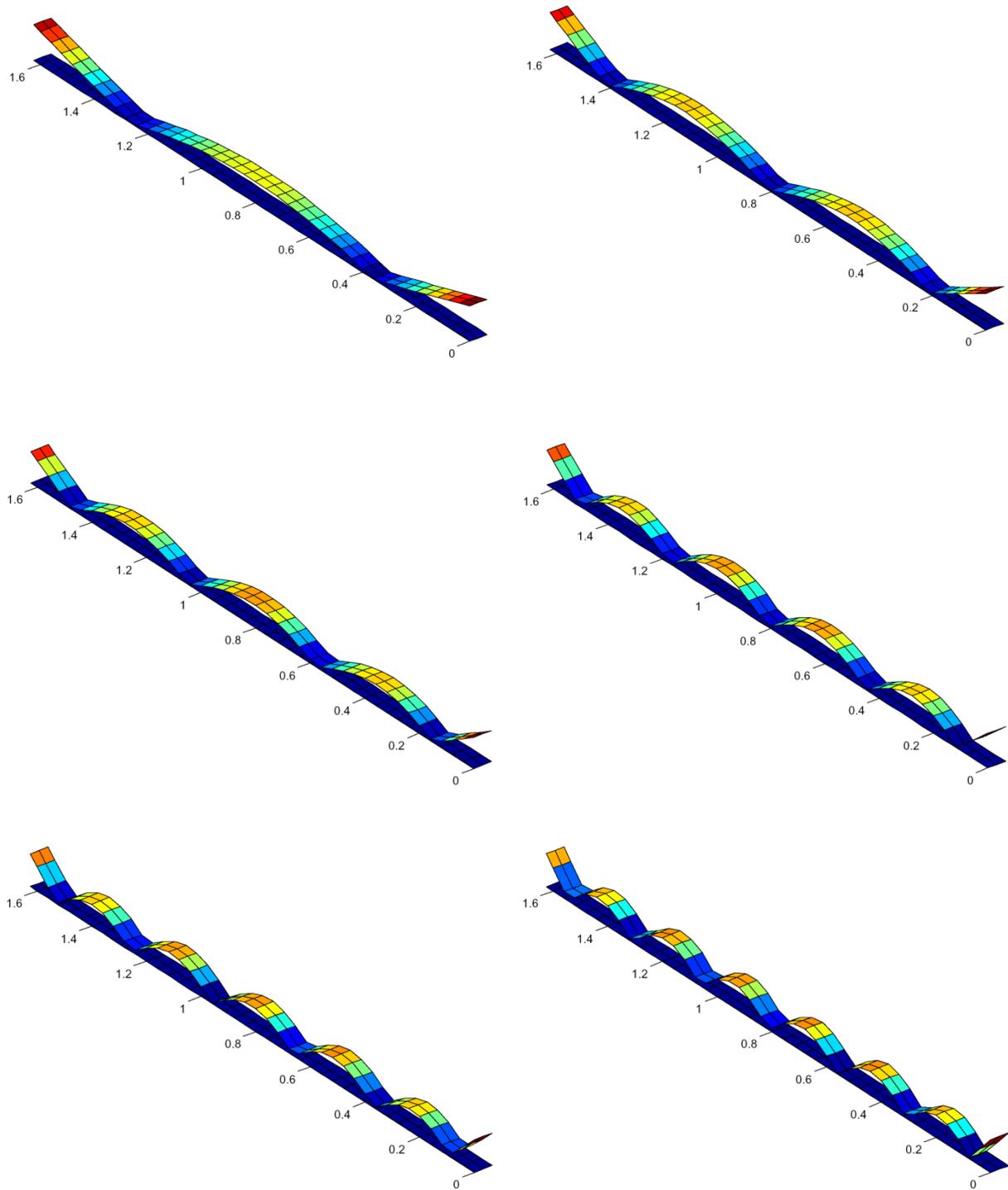


Figure 4-12 : Déformées des six premiers modes du tube vide. Ces déformées sont celles d'une poutre libre-libre en flexion. Représentations extraites de MATLAB.

## 4.5.2. Tubes remplis de matériaux granulaires polymères

Après quelques remarques d'ordre général sur l'observation du comportement dynamique du tube vide en flexion dans deux configurations verticale et horizontale, on présente ainsi les essais réalisés sur tubes remplis de matériaux granulaires, leurs résultats et les confrontations avec les calculs de type raideur dynamique. On expose les résultats des expériences en termes d'amortissements modaux dont leur évolution en fonction du taux de remplissage est analysée. Pour terminer, on propose une méthode inverse, en utilisant le modèle développé dans la section précédente, pour l'estimation des propriétés dynamiques des matériaux granulaires à partir des résultats des essais.

### 4.5.2.1. Amortissement structural de tubes remplis de grains

Les mesures effectuées sur les tubes remplis de matériaux granulaires polymères en flexion dans les deux suspensions vont être présentées. Les amortissements modaux hystériques sont calculés, par identification, à partir des FRFs mesurées en chaque point. Ils sont déterminés à partir des fréquences propres du système conservatif associé conformément à l'expression suivante :

$$\eta_{hyst}^n = \text{Im}[(\hat{\omega}^n)^2] / \text{Re}[(\hat{\omega}^n)^2] \quad (4.44)$$

où  $n$  est le mode propre correspondant, dans le cas présent  $n = 1, \dots, 6$ . On présente les amortissements modaux équivalents de la structure en faisant la moyenne sur tous les points de mesures et on utilise la formule suivante :

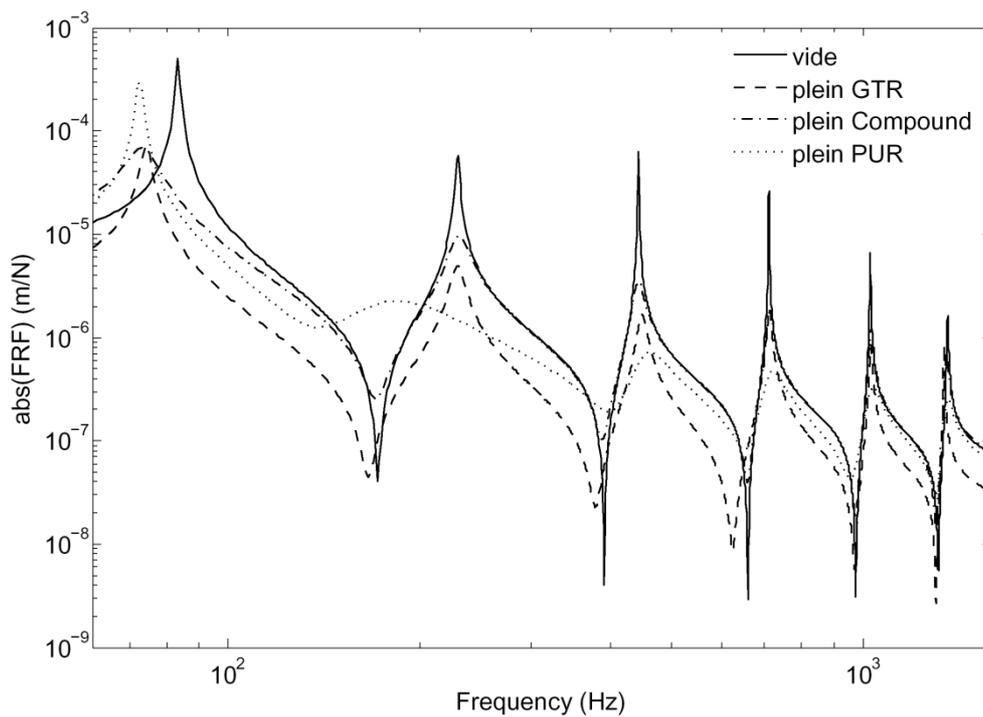
$$\eta_{equiv}^n = \sum_{i=1}^N (\eta_{hyst}^n)_i / N \quad (4.45)$$

avec  $N$  est le nombre de points de mesure. Dans les essais au vibromètre laser à balayage, le tube a été maillé le long de sa longueur en 40 points avec une distance uniforme entre ces points de 40 mm.

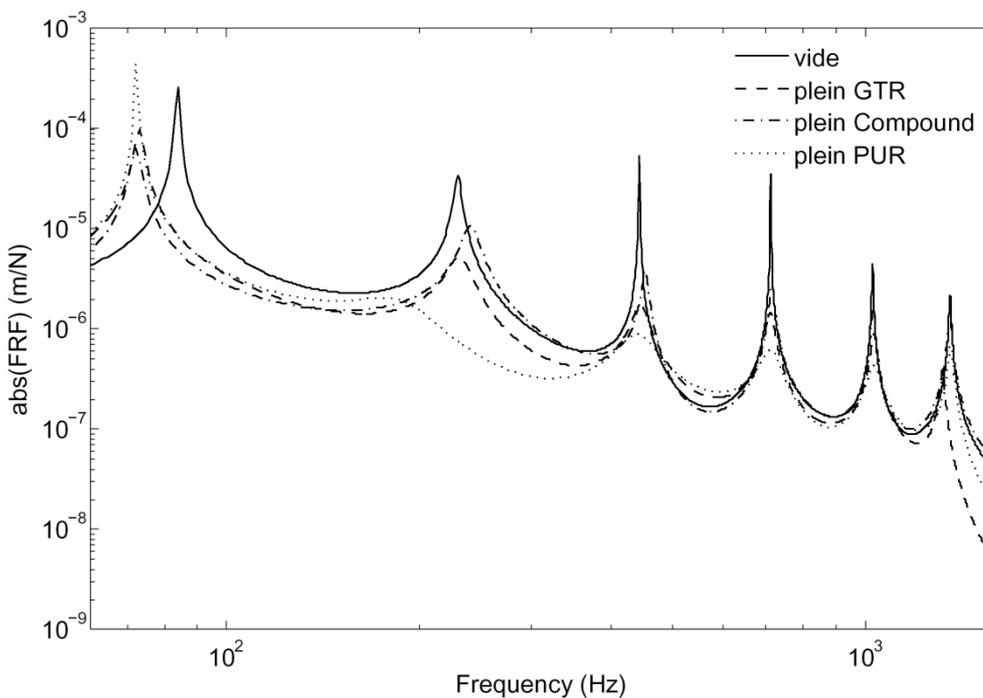
On souhaite observer le comportement vibratoire de tubes remplis de matériaux granulaires, lié aux matériaux et aux niveaux de remplissage. On est donc amené à se poser, entre autres, les questions suivantes : comment se comporte le tube rempli soumis à des vibrations de flexion dans les deux configurations de suspension ? Quels sont les phénomènes observés vis-à-vis de l'amortissement de structures par matériaux granulaires ?

Nous aborderons les réponses dynamiques de tubes remplis de polymères granulaires pour des niveaux de remplissage et de suspension différents. Ensuite, nous présenterons les amortissements modaux mesurés à partir des fonctions de transfert déplacement / force. Ainsi, on déterminera le mécanisme principal responsable, qui fait que, un matériau granulaire est plus performant, en termes d'amortissement, qu'un autre.

Dans la Figure 4-13, on trace les réponses en fréquence force-aux-déplacements situant à 40 mm et 1600 mm du point d'excitation du tube, respectivement. On compare les FRFs du tube suspendu verticalement entièrement rempli de matériau granulaire (GTR, grains de Compound, particules de PUR) avec celles du tube vide. Le rapport de masses matériau granulaire / tube est de l'ordre de 19% pour les GTR, 18.3% pour les particules de compound et 31.7% pour les grains de PUR. Considérons les réponses dynamiques pour les six premiers modes propres, entre 0 et 1600 Hz.

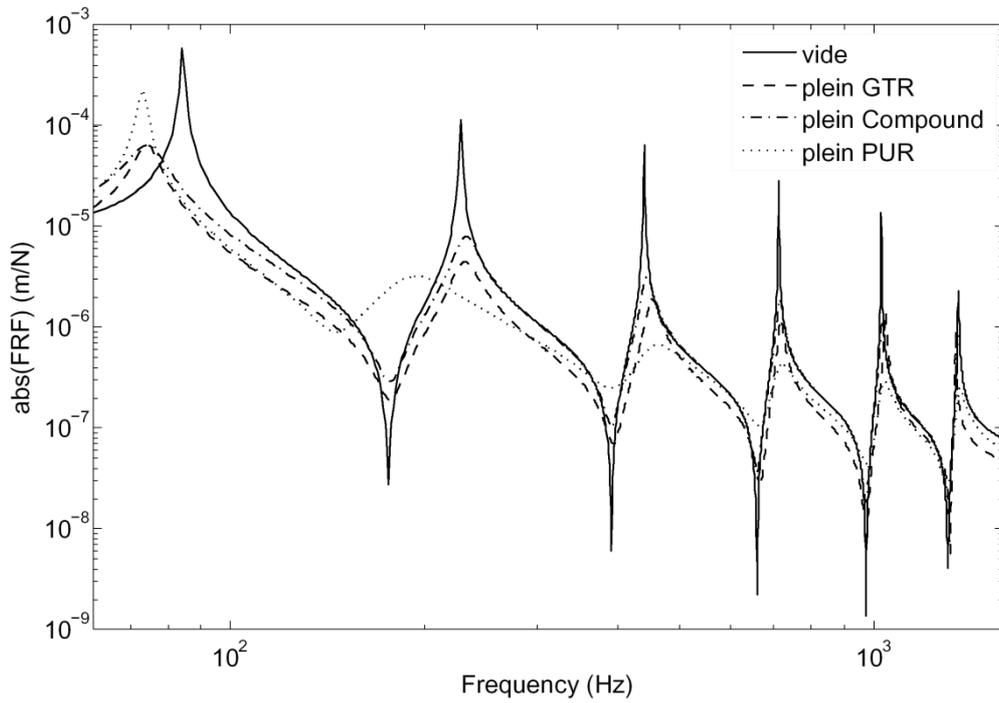


(a)

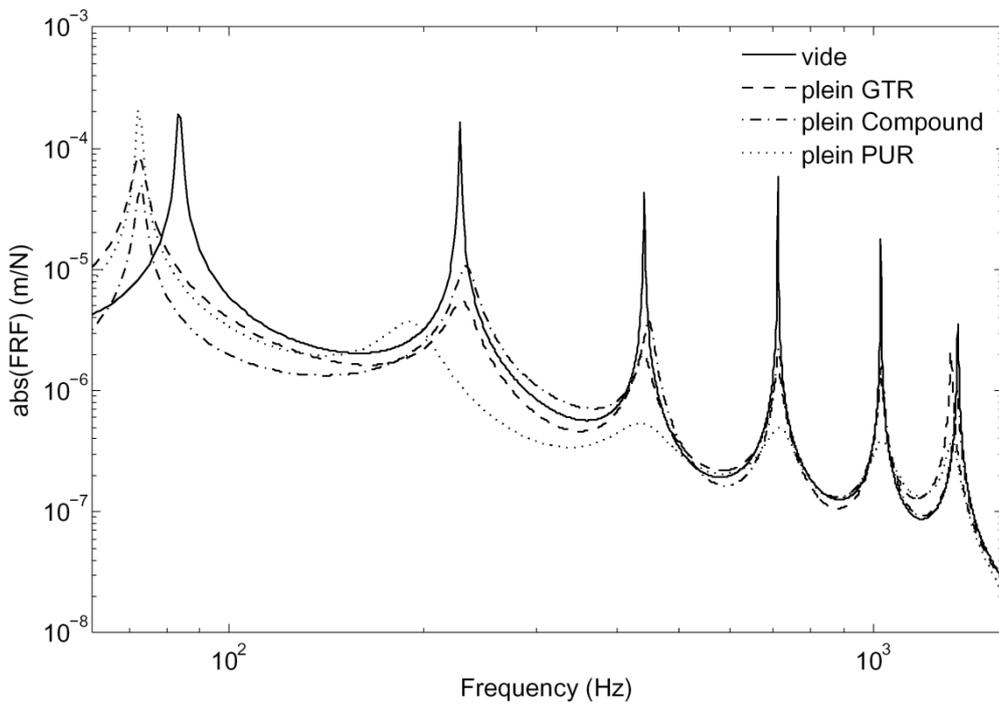


(b)

Figure 4-13 : Réponse en fréquence déplacement / force mesurée du tube suspendu verticalement : (a)  $x = 40$  mm, (b)  $x = 1600$  mm.



(a)



(b)

Figure 4-14 : Réponse en fréquence déplacement / force mesurée du tube suspendu horizontalement : (a)  $x = 40$  mm, (b)  $x = 1600$  mm.

En présence des grains, on remarque une augmentation significative diminution de l'amplitude de la réponse FRF dans les cinq premiers modes (jusqu'à 1010 Hz). Dans le cas de tubes remplis de GTR et des grains de compound, on observe un glissement significatif du premier mode vers les basses fréquences. Tandis que, un glissement des deux premiers modes s'est produit dans le cas du tube rempli de grains PUR. Pour expliquer l'un ou l'autre de ces deux glissements, nous avons attribué ce phénomène à l'effet de la masse ajoutée des grains sur le comportement vibratoire de la structure. Nous reviendrons sur ces effets par la suite.

Il est difficile d'affirmer, à travers les différents essais que nous avons effectués, que les variations des conditions de montage ont un effet sensible sur le comportement dynamique de nos matériaux granulaires polymères telles que la pression de confinement causée par les excitations dynamiques. Quoiqu'il en soit, une manière simple de s'en affranchir est de démonter et remonter la structure (tube / matériau granulaire) avant chaque essai et d'essayer de travailler dans des conditions où le matériau granulaire reste dans son état lâche.

La Figure 4-14 reporte les fonctions de transfert mesurées dans le cas du tube suspendu horizontalement. Le comportement dynamique du tube entièrement rempli est similaire en comparaison avec les résultats obtenus dans les deux cas de suspension vertical et horizontal. Les courbes des FRFs expérimentales du tube rempli viennent de confirmer les conditions aux limites de suspension réalisées lors des essais sur tube vide. Les essais présentés conduisent à des résultats assez satisfaisants, et nous ont permis de mettre en valeur un montage du tube soumis à des vibrations de flexion conforme à nos attentes. Cependant, ces essais sont le fruit d'un mode opératoire précis, décrit précédemment, mis en place après plusieurs essais réussis riches en informations.

Nous avons observé de petites variations des fréquences propres et amortissements modaux du tube rempli entre la suspension verticale et celle horizontale. Les Tableaux 4-4 et 4-5 donnent les valeurs des fréquences propres et amortissement modaux expérimentaux pour les deux cas de configuration verticale et horizontale, respectivement. Ces variations sont dues essentiellement à la surface de contact du matériau granulaire sur le tube dans le sens de la pesanteur. En configuration horizontale, la surface de contact est très importante favorisant ainsi l'amortissement par contact entre les grains et le tube. Toutefois, ce mécanisme d'amortissement par contact dans le sens transverse de l'excitation est très négligeable pour un remplissage complet du tube.

De ce point de vue, il est intéressant d'étudier le comportement dynamique du tube rempli partiellement de matériaux granulaires. Dans le cas du tube rempli de poudrettes de pneus recyclés (GTR), l'amortissement maximal s'est produit au deuxième mode à environ 230 Hz. Cela est confirmé dans les deux suspensions verticale et horizontale (Tableaux 4-4 et 4-5). Il est observé expérimentalement que l'amortissement maximal est obtenu pour le tube complètement rempli. Mis à part les deux premiers modes, il semble que cette tendance s'inverse pour les modes d'ordre supérieur (voir la Figure 4-15, fréquences comprises entre 400 et 1400 Hz). Ces résultats suggèrent que le facteur de perte apporté au tube par les GTR, entre autre le facteur de perte des GTR, devrait avoir la même évolution que celle du tube rempli. En effet, le tube ayant été soumis à des vibrations, à basses fréquences les grains ont eu tout le loisir de se vibrer les uns sur les autres conduisant ainsi à une augmentation de l'amortissement. Comme les vibrations du matériau granulaire à hautes fréquences s'accompagnent d'une augmentation de la fréquence de résonance interne dans le matériau granulaire, il est normal de constater un amortissement moins élevé qu'à basses fréquences (Bourinet, 1996).

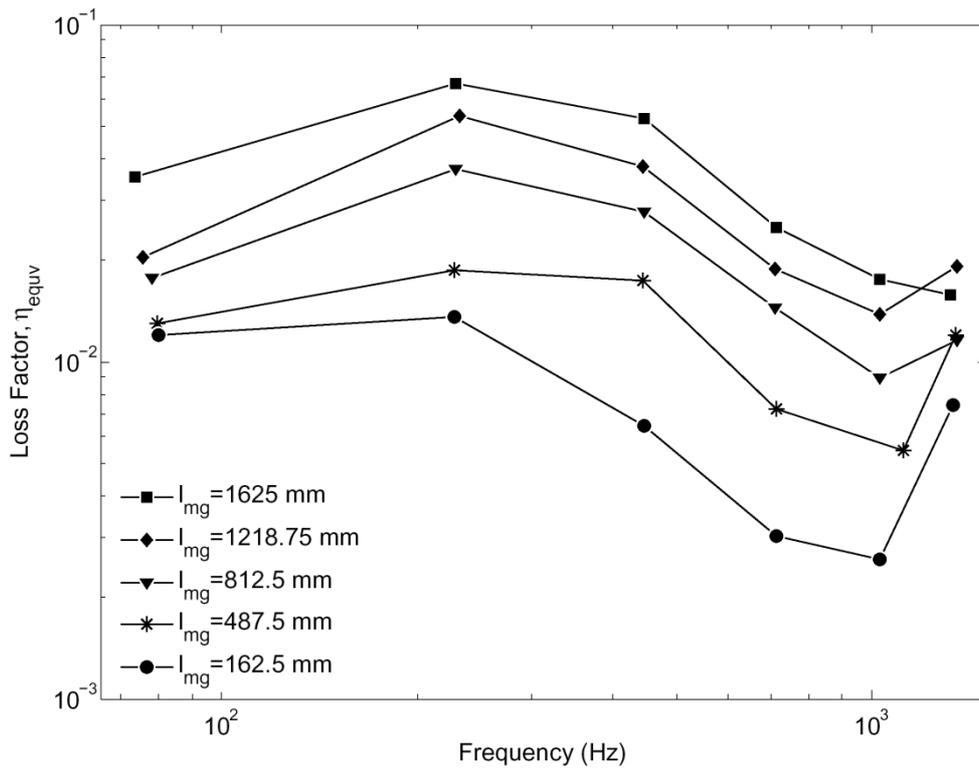
Tableau 4-4 : Fréquences propres expérimentales et amortissements modaux expérimentaux du tube rempli en suspension verticale

Ordre <i>n</i>	Fréquence propres (Hz)			Amortissement modal		
	GTR	Compound	PUR	GTR	Compound	PUR
1	73.34	72.46	72.03	0.035	0.077	0.002
2	229.15	233.16	185.51	0.067	0.039	0.184
3	445.90	441.87	447.43	0.053	0.024	0.085
4	711.25	714.42	715.46	0.025	0.015	0.050
5	1028.03	1030.22	1030.54	0.018	0.010	0.031
6	1319.81	1353.02	1338.06	0.016	0.007	0.017

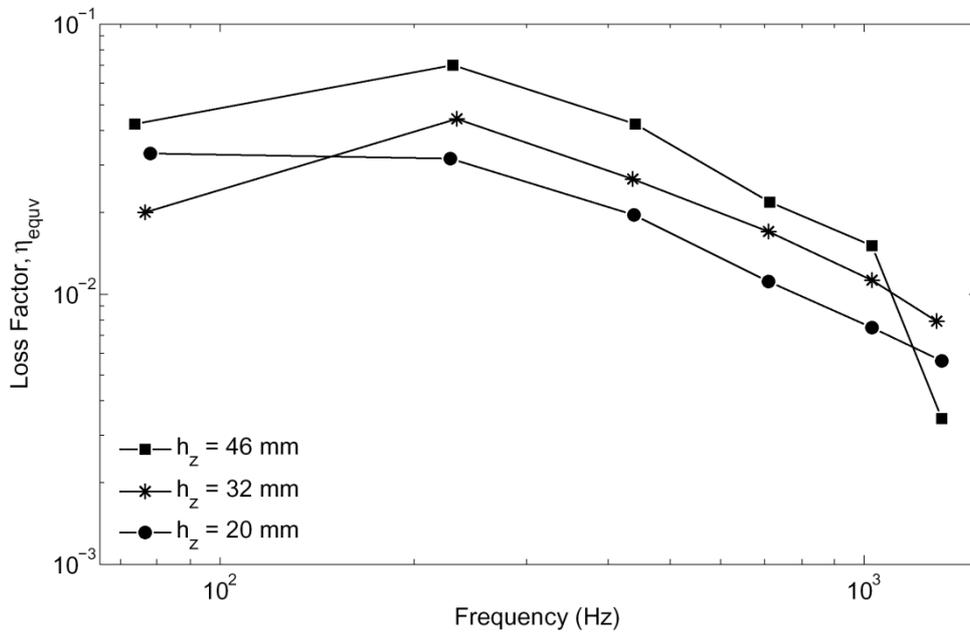
Tableau 4-5 : Fréquences propres expérimentales et amortissements modaux expérimentaux du tube rempli en suspension horizontale

Ordre <i>n</i>	Fréquence propres (Hz)			Amortissement modal		
	GTR	Compound	PUR	GTR	Compound	PUR
1	73.82	73.83	72.74	0.042	0.081	0.003
2	230.60	232.67	191.18	0.071	0.049	0.143
3	441.58	443.46	440.32	0.042	0.024	0.099
4	714.10	714.34	715.36	0.022	0.016	0.054
5	1028.73	1030.44	1030.51	0.015	0.011	0.040
6	1319.65	1350.46	1337.46	0.014	0.007	0.015

Contrairement aux résultats expérimentaux de Park (Park, 2004) dans lesquels le facteur de perte augmente avec la fréquence, cette remarque est similaire à celle de l'essai sur une mousse de polyuréthane effectué par Pritz (Pritz, 1980). Une fine couche de matériau granulaire devrait être considérée comme un milieu visqueux, car la vitesse d'onde et le facteur de perte d'une fine couche de grains ne sont pas effectivement constants avec la fréquence (Sun et al., 1986). Une différence d'allure de l'évolution de l'amortissement du tube rempli suspendu verticalement et celui suspendu horizontalement est observée. La raison physique de cette différence est la surface libre du matériau granulaire dont il possède dans le tube. La surface libre du matériau granulaire dans le tube partiellement rempli suspendu horizontalement, est plus importante que celle du matériau granulaire dans le tube suspendu verticalement.



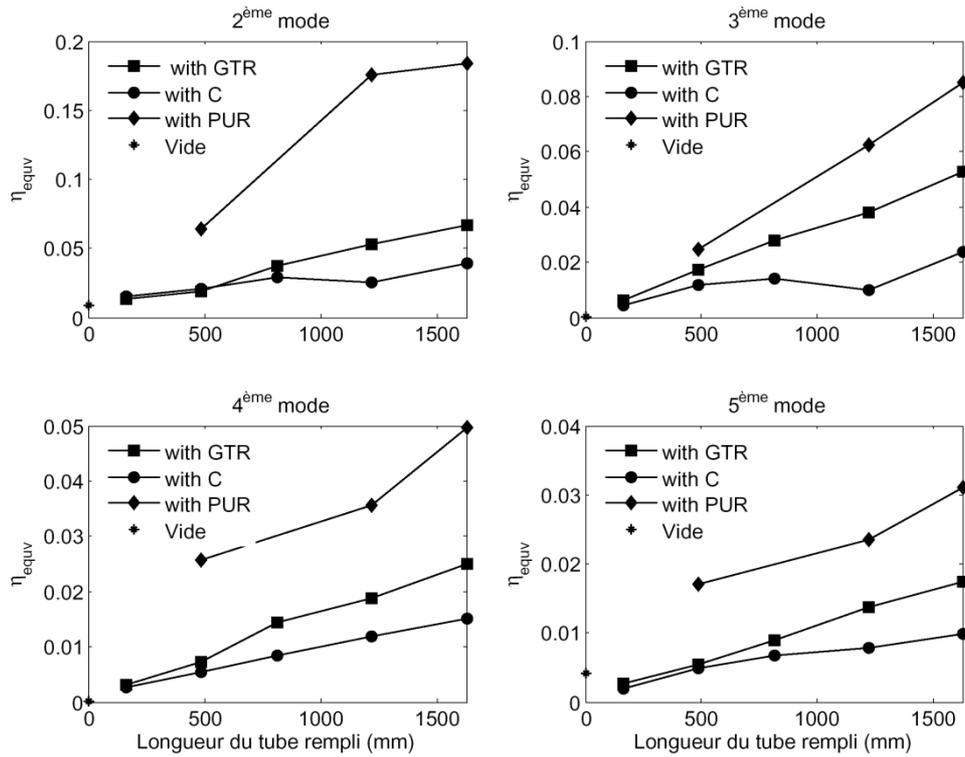
(a)



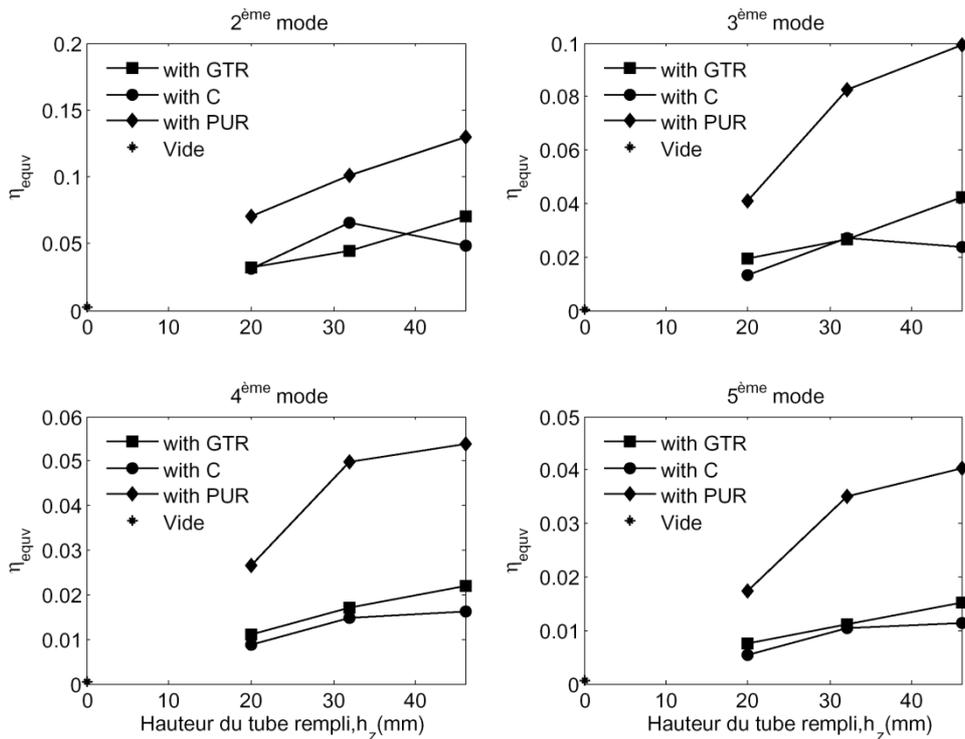
(b)

Figure 4-15 : Evolution de l'amortissement modal du tube rempli de GTR : (a) suspension verticale, (b) suspension horizontale

## 4.5. Résultats et discussions



(a)



(b)

Figure 4-16 : Evolution de l'amortissement modal de tubes remplis en fonction du niveau de remplissage : (a) suspension verticale, (b) suspension horizontale

Dans le présent travail, on étudie aussi l'évolution de l'amortissement du tube avec le taux de remplissage. Dans la configuration verticale, l'évolution de l'amortissement modal est quasi-linéaire avec le taux de remplissage (longueur de la cavité remplie). La Figure 4-16a montre que l'amortissement maximal a eu lieu au deuxième mode pour tous les trois matériaux granulaires. Il se produit également un amortissement important pour le troisième mode. On obtient un amortissement maximal, dans le cas du tube complètement rempli, de 0.18 à environ 186 Hz avec les grains de PUR, de 0.067 à 230 Hz avec GTR et de 0.04 à 232 Hz avec les grains de compound.

Dans la Figure 4-16b, on présente l'évolution de l'amortissement modal du tube rempli en position horizontale. On constate que l'amortissement modal augmente quasi-linéairement avec le taux de remplissage (hauteur de la cavité remplie dans la direction perpendiculaire à la force d'excitation). On remarque un amortissement maximal de l'ordre de 0.14 à 191 Hz avec les grains de PUR, de 0.07 à 231 Hz avec GTR dans le cas du tube entièrement rempli. Dans les deux cas de suspension, il est clair que l'amortissement augmente avec la quantité du matériau granulaire introduite dans la structure.

#### 4.5.2.2. Comparaison des calculs raideur dynamique avec les résultats expérimentaux

On considère à nouveau dans cette partie le modèle décrit dans la section 4.3 afin de comparer les simulations avec les résultats expérimentaux. Une application du calcul de type raideur dynamique basé sur une hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde a été effectuée pour le tube entièrement rempli en flexion se trouvant en position verticale ( $\ell_{mg} = \ell = 1625 \text{ mm}$ ) et horizontale ( $h_z = 46 \text{ mm}$ ). Dans un premier temps, nous calculons la masse apparente de chaque matériau granulaire. Ensuite, cette masse apparente est injectée dans le modèle numérique de tubes remplis de matériaux granulaires afin de calculer les fonctions de transfert déplacement / force. Enfin, la superposition des résultats numériques et expérimentaux permettra de juger la fiabilité de la méthode de mesure DMTA des propriétés dynamiques des matériaux granulaires d'une part, et d'autre part de confirmer l'exactitude du modèle développé de tubes remplis en flexion en adoptant l'hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde dans le matériau granulaire.

L'effet du matériau granulaire sur le tube, pour les deux montages étudiés, traduit par la masse apparente granulaire obtenu dans le cas d'un remplissage complet de la cavité est évalué en utilisant les paramètres du modèle ( $\rho_{mg}, c_{mg}, \eta_{mg}$ ) mesurés à partir des essais DMTA en utilisant la technique de superposition fréquence – température réalisés dans le chapitre 3. La vitesse d'onde longitudinale ainsi que le facteur de perte des GTR, des particules de compound et des grains PUR mesurés par la méthode proposée sont injectés dans l'expression de la masse apparente du matériau granulaire, équation (4.9). Les courbes de masses apparentes obtenues pour la configuration  $h_z = 46 \text{ mm}$  sont similaires pour les deux suspensions verticale et horizontale dans le cas d'un remplissage complet du tube.

Le modèle utilisé pour les résonances internes dans le matériau granulaire suppose une loi de comportement linéaire du matériau soumis à des vibrations longitudinales et un amortissement également linéaire. Ces hypothèses restent toujours valables pour des amplitudes d'excitation petites (Payen and Whittaker, 1971). C'est pourquoi on a choisi de conduire les essais de flexion pour une amplitude d'excitation petite afin de rester dans un domaine linéaire de comportement du milieu granulaire. Toutefois, il faut être

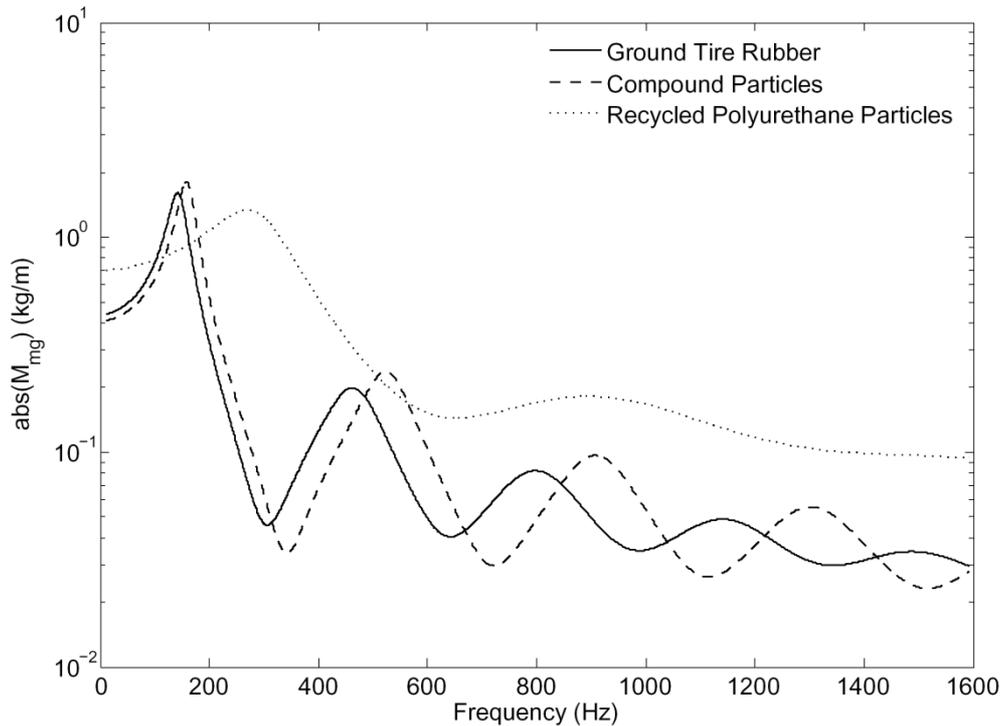


Figure 4-17 : Masses apparentes linéiques calculées du tube entièrement rempli de grains de la configuration  $h_z = 46 \text{ mm}$  pour différents matériaux granulaires polymères.

prudent lors de l'exploitation des résultats obtenus par DMTA dans le calcul de la masse apparente. La Figure 4-17 présente l'évolution de la masse apparente de nos matériaux granulaires polymères avec de la fréquence. Une première résonance se produit à 142 Hz pour les GTR, 158 Hz pour les particules de compound et 272 Hz pour les grains de polyuréthane recyclé. La masse apparente linéique, dans la gamme de fréquences 1 – 1600 Hz, possède deux fréquences de résonances pour les grains de PUR, quatre fréquences de résonance pour les poudrettes de pneus recyclés (GTR) et cinq fréquences de résonance pour les particules de compound. Sur la Figure 4-18 est également représentée la masse apparente adimensionnelle, module et phase, obtenue à l'aide du modèle adopté pour les valeurs de paramètres dynamiques des matériaux granulaires obtenus par la méthode de mesure que nous avons proposé au cours du chapitre 3.

La valeur de  $\rho_{mg}$  correspond à la masse volumique réelle du matériau granulaire contenu dans le tube (déterminée par pesée). Les deux autres paramètres sont obtenus à partir des essais DMTA après utilisation du principe fréquence – température. On peut constater que la masse apparente linéique calculé, et ce pour les trois matériaux granulaire, présente un pic de résonance plus étroit dans les basses fréquences et devient plus en plus large dans les hautes fréquences. A partir des courbes de masses apparentes, on peut observer que l'amplitude, sur l'axe des  $y$ , caractérise l'effet de l'amortissement du matériau granulaire alors que la limite de la masse granulaire, sur l'axe des  $x$ , est influencée par sa vitesse d'onde longitudinale. Il est assez difficile d'affirmer une telle conclusion. Toutefois, nous avons adopté le modèle basé sur une hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde dans le matériau granulaire qui a été validée expérimentalement par Lenzi (Lenzi, 1982).

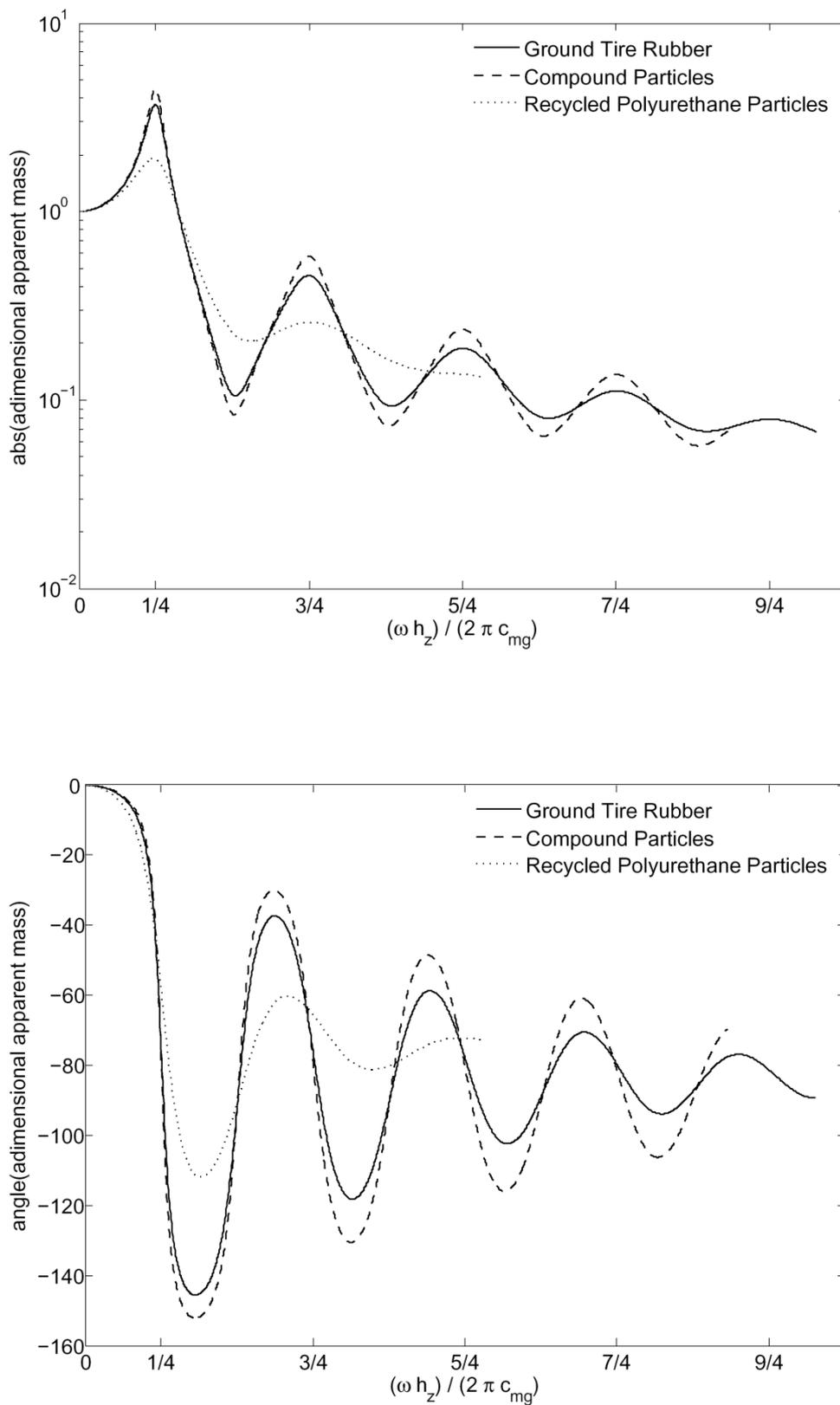


Figure 4-18 : Masses apparentes linéiques calculées dans le cas de tubes entièrement remplis, dimensions de la cavité dans le tube ( $h_y = 26 \text{ mm}$ ,  $h_z = 46 \text{ mm}$ ).

## 4.5. Résultats et discussions

On s'intéresse maintenant à la réponse en fréquence déplacement / force de tubes remplis de matériaux granulaires soumis à des vibrations de flexion. On compare les résultats expérimentaux et numériques en utilisant les propriétés des masses apparentes données sur les Figures 4-17 et 4-18.

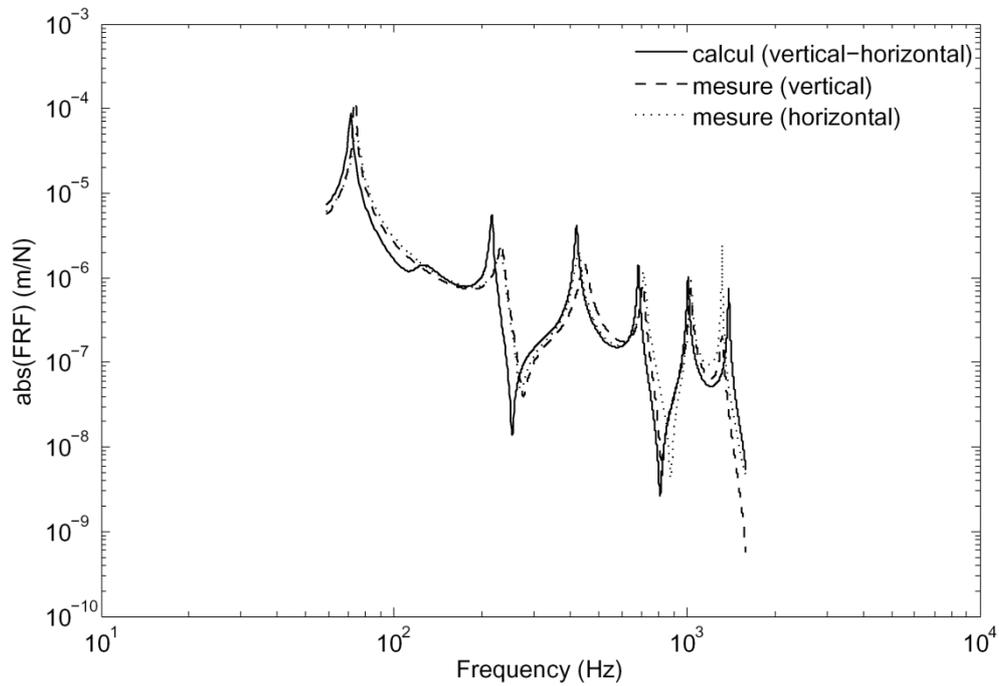


Figure 4-19 : Réponse en fréquence déplacement / force de tubes remplis de GTR.

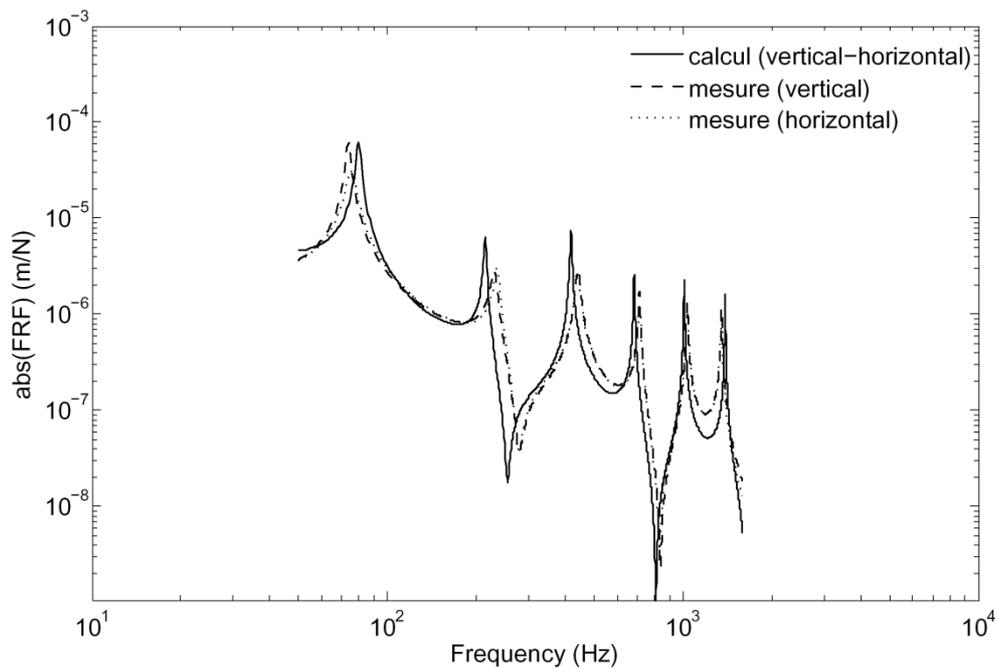


Figure 4-20 : Réponse en fréquence déplacement / force de tubes remplis de compound.

Le module de la fonction de transfert déplacement / force déterminée expérimentalement et celle obtenue par le calcul est reporté dans les Figures 4-19 et 4-20 pour les tubes remplis de poudrettes de pneus recyclés (GTR) et de particules de compound à  $x = 880 \text{ mm}$  de l'extrémité excitée. On peut constater que les fonctions de transfert obtenues numériquement sont plus proches de celles mesurées et cela pour les deux suspensions verticale et horizontale.

### 4.5.3. Estimation des propriétés dynamiques des matériaux granulaires

La section précédente a concernée l'application du modèle numérique dans la prédiction de la réponse pour le tube rempli de matériau granulaire. A partir des résultats expérimentaux pour le tube rempli, on estime la vitesse d'onde complexe du matériau granulaire contenu dans le tube en utilisant le modèle développé. La vitesse d'onde et le facteur de perte sont calculés à partir de l'énergie dissipée du système. Comme on dispose de la réponse en fréquence force-au-déplacement à partir du modèle numérique, on construit une fonction analytique  $W$ , dépendant de la vitesse d'onde  $c_{mg}$  et le facteur de perte  $\eta_{mg}$  du matériau granulaire, dans le sens des moindres carrés donnée par :

$$W(c_{mg}, \eta_{mg}) = \frac{1}{\Delta\omega} \frac{1}{\Delta x} \int_{\omega_1}^{\omega_i} \int_{x_1}^{x_j} |\hat{H}(x, \omega, c_{mg}, \eta_{mg})|^2 d\omega dx \quad (4.46)$$

$$\hat{H} = \hat{\mathbf{u}} / \hat{\mathbf{F}} \quad (4.47)$$

où  $W$  est la moyenne spatio-fréquentielle du carrée de module de la fonction de transfert complexe  $\hat{H}$  déplacement / force,  $\Delta\omega$  est la gamme de fréquence ( $\omega_1, \dots, \omega_i$ ) et  $\Delta x$  la longueur de la poutre avec  $x$  est la coordonnée spatiale des points de mesure. La vitesse d'onde longitudinale et le facteur de perte du matériau granulaire sont estimés par minimisation de la différence de  $W$  théorique et expérimentale.

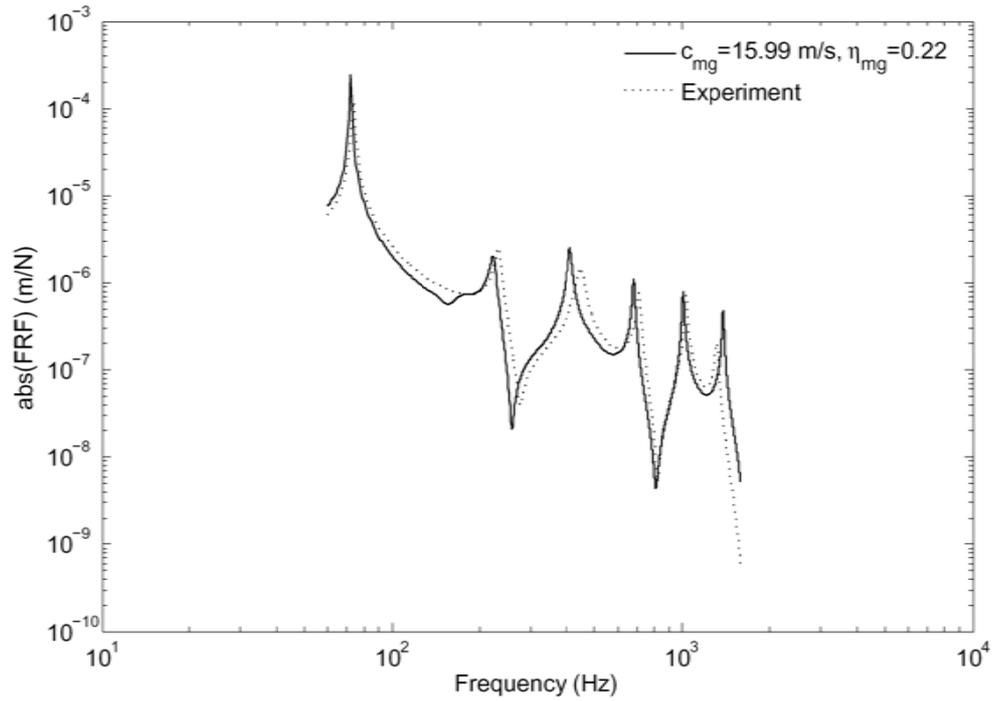
On obtient ainsi un problème d'optimisation (minimisation) à deux variables  $c_{mg}$  et  $\eta_{mg}$  caractéristiques du matériau granulaire. Alors, on écrit la fonction à minimiser sous la forme suivante :

$$\mathcal{F}(c_{mg}, \eta_{mg}) = W_{num}(c_{mg}, \eta_{mg}) - W_{exp}(c_{mg}, \eta_{mg}) \quad (4.48)$$

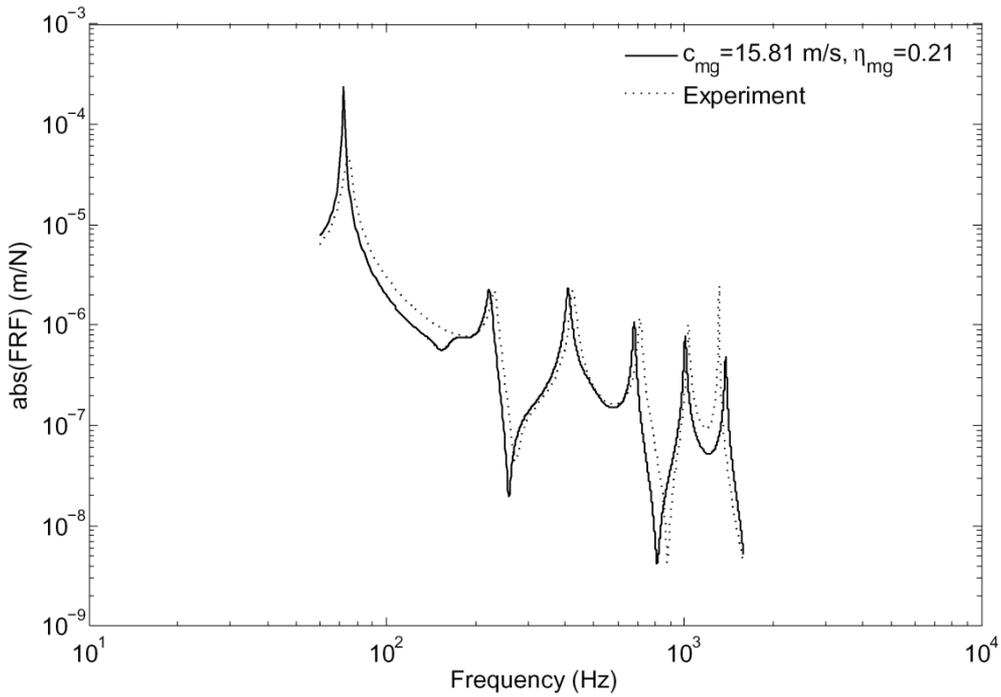
Un algorithme d'optimisation non-linéaire, qui a été utilisé pour obtenir la vitesse d'onde et le facteur de perte, est appliqué à l'équation (4.48). La fonction de transfert calculée utilisant l'équation (4.47) à partir des solutions optimales de  $c_{mg}$  et  $\eta_{mg}$  doit être identique à la fonction de transfert mesurée.

La vitesse d'onde et le facteur de perte estimés des matériaux granulaires (GTR, particules de compound, grains PUR) utilisant l'équation (4.48) à partir des résultats de tubes remplis en flexion sont reportés dans le Tableau 4-6.

Ces estimations sont réalisées pour des caractéristiques géométriques  $x = 40$  à  $1600 \text{ mm}$  dans une bande de fréquence de  $100$  à  $1000 \text{ Hz}$ . Les valeurs de la vitesse d'onde et du facteur de perte sont une moyenne dans la bande de fréquence considérée (une seule valeur).

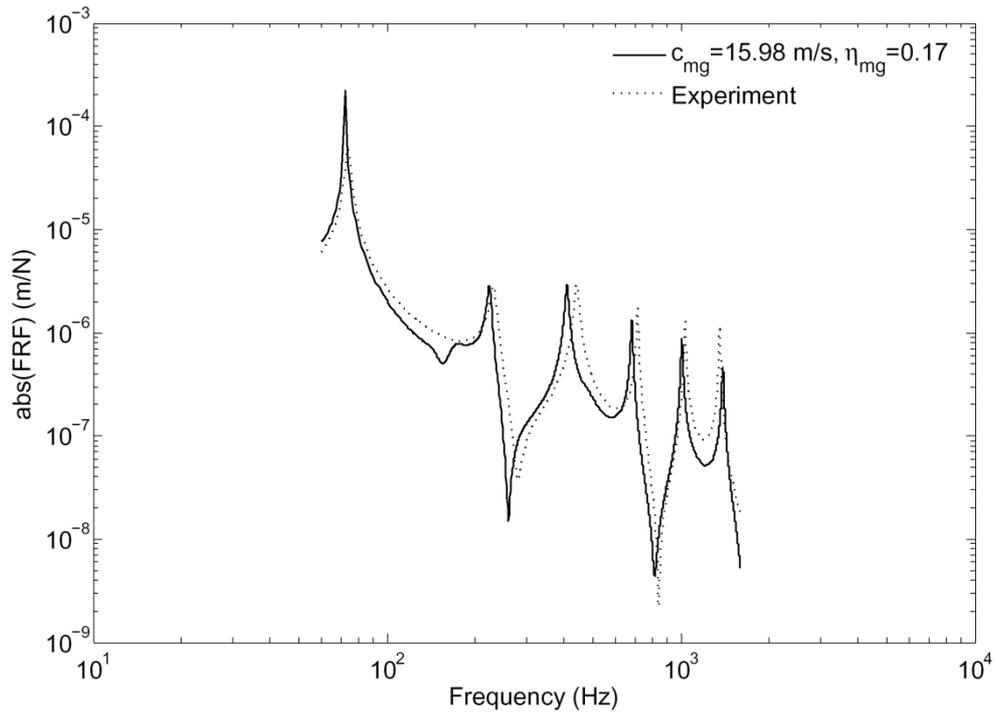


(a)

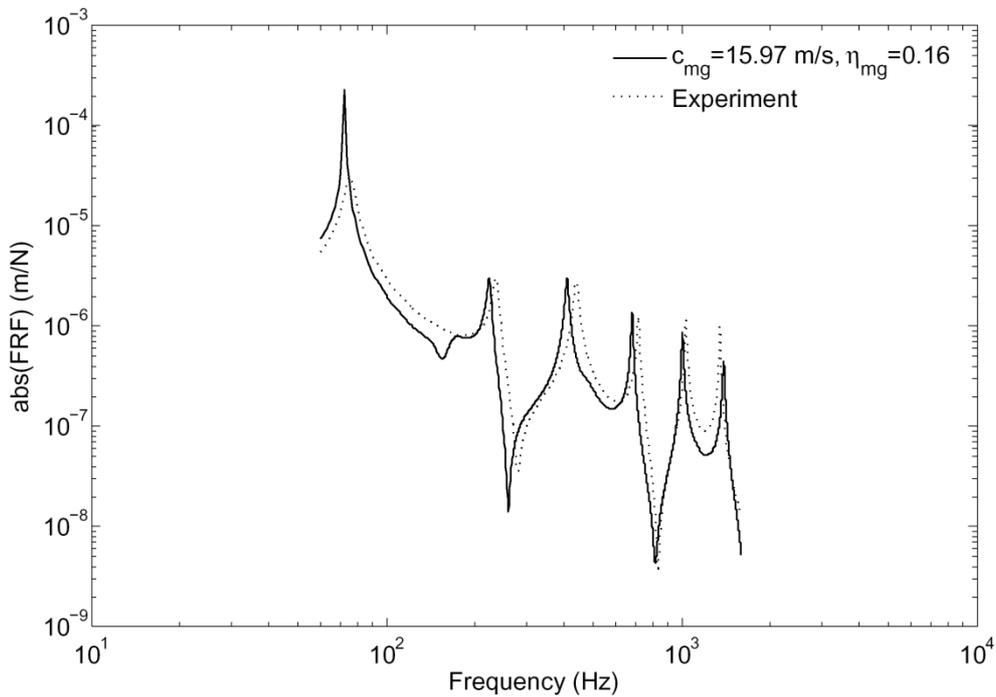


(b)

Figure 4-21 : Réponse en fréquence déplacement / force de tubes remplis de GTR pour mm. Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques : (a) suspension verticale, (b) suspension horizontale.

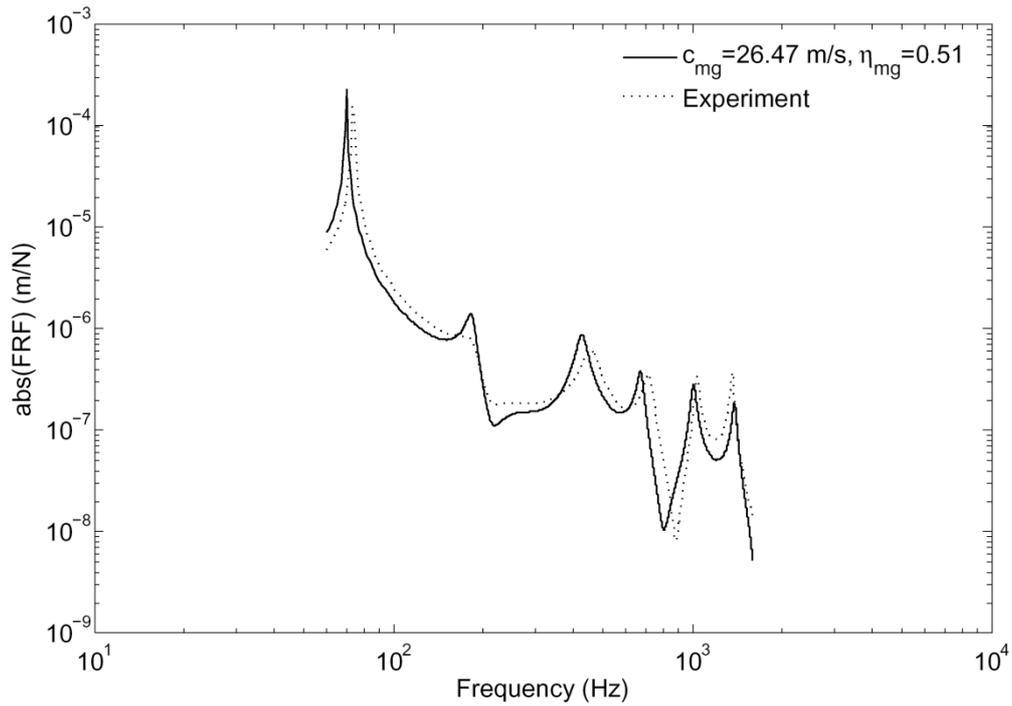


(a)

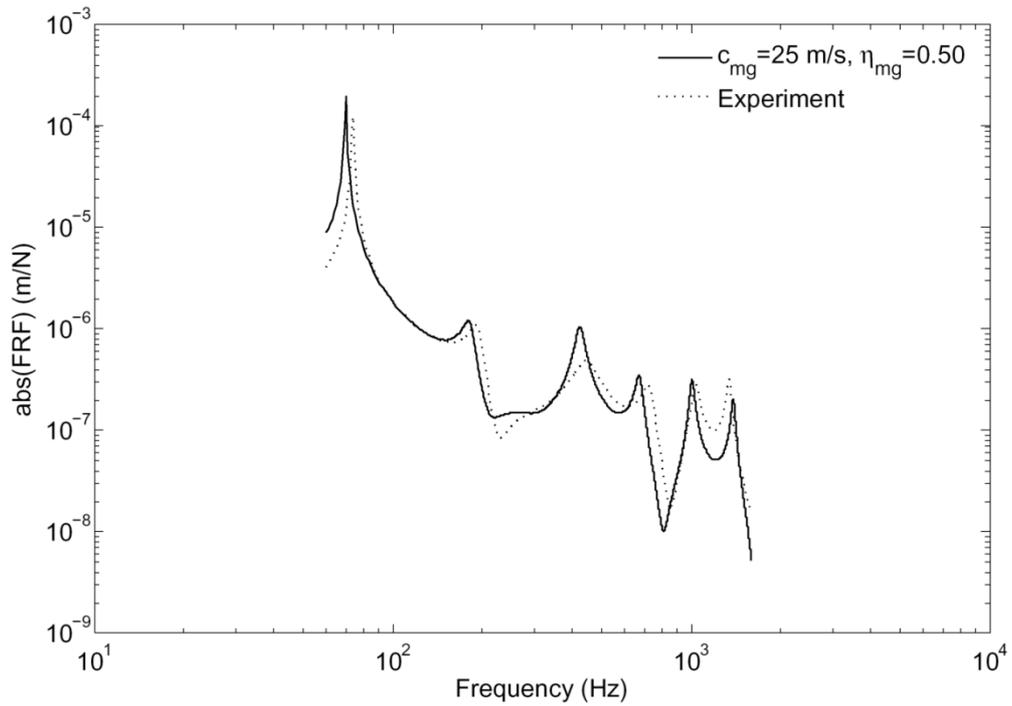


(b)

Figure 4-22 : Réponse en fréquence déplacement / force de tubes remplis de particules de compound pour  $x = 880$  mm. Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques : (a) suspension verticale, (b) suspension horizontale.



(a)



(b)

Figure 4-23 : Réponse en fréquence déplacement / force de tubes remplis de grains de polyuréthane recyclé pour  $x = 880$  mm. Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques : (a) suspension verticale, (b) suspension horizontale.

Tableau 4-6 : Vitesse d'onde et facteur de perte estimés des matériaux granulaires

Matériau granulaire	Vitesse d'onde $c_{mg}$ (m/s)		Facteur de perte $\eta_{mg}$	
	Verticale	Horizontale	Verticale	Horizontale
GTR	15.99	15.81	0.22	0.21
Compound	15.98	15.97	0.17	0.16
PUR	26.47	25	0.51	0.50

Les valeurs de  $c_{mg}$  et  $\eta_{mg}$  estimées dans les deux cas de suspensions, verticale et horizontale, sont très proches. Les poudrettes de pneus recyclés (GTR) présentent une vitesse d'onde proche à celle des particules de compound. Tandis que, le facteur de perte de GTR est supérieur à celui des particules compound. Pour les grains de polyuréthane recyclé, la vitesse d'onde et le facteur de perte sont bien supérieurs à ceux des deux autres matériaux granulaires. Les résultats estimés sont raisonnables en comparaison avec les essais DMTA réalisés au cours du chapitre 3.

Afin de vérifier la précision de méthode proposée d'estimation de ces propriétés dynamiques, on calcule les réponses en fréquence déplacement / force de tubes remplis à partir du modèle numérique. Ensuite, on compare les résultats expérimentaux des fonctions de transfert avec ceux prédits.

Les différentes approximations des propriétés dynamiques des matériaux granulaires (GTR, particules de compound, grains PUR), en termes de vitesse d'onde et facteur de perte, donnent des résultats numériques qui sont remarquablement en accord avec de l'expérience en terme de réponse en fréquence déplacement / force de tubes remplis (Figures 4-21, 4-22 et 4-23). Ces fonctions de transfert sont tracées pour  $x = 880 \text{ mm}$  de l'extrémité excitée.

Le modèle numérique décrit précédemment permet, par une méthode inverse d'estimer les propriétés mécaniques des matériaux granulaires. En effet, connaissant par des mesures expérimentales de la réponse dynamique, le cas présent, de tubes remplis soumis à des vibrations de flexion (fonction de transfert déplacement / force), nous pouvons approximativement déduire la vitesse d'onde longitudinale ainsi que le facteur de perte du matériau granulaire dans la bande de fréquence considérée. Cette technique de méthode inverse a montrée la précision de l'estimation en comparaison avec des mesures directes des propriétés dynamiques réalisées par des essais DMTA. Il est possible d'appliquer cette procédure inverse pour chaque mesure en fréquence afin d'obtenir le spectre complet du matériau granulaire.

---

## 4.6. Optimisation du matériau granulaire

---

Un modèle numérique a été développé pour l'étude des propriétés d'amortissement par matériaux granulaire d'une poutre soumis à des vibrations de flexion. La poutre étant un tube à section rectangulaire se trouvant en position verticale et horizontale. Une étude expérimentale a été également conduite pour comparer les résultats expérimentaux avec ceux obtenus par calcul en utilisant le modèle développé. Un bon accord a été obtenu entre l'expérience et la simulation. Le modèle numérique a été testé sur des tubes remplis de poudrettes de pneus recyclés (GTR), des particules de compound et de grains de polyuréthane recyclé. Il s'avère que l'hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde dans le matériau granulaire est pertinente dans la modélisation des vibrations longitudinales dans le matériau granulaire.

Dans cette partie, nous proposerons une méthode d'optimisation des propriétés mécaniques des matériaux granulaires selon des critères bien définis. L'objectif est de minimiser la masse granulaire contenue dans une structure pour un maximum d'amortissement apporté à cette structure par le matériau granulaire.

Le traitement des vibrations par matériaux granulaires est une technique passive de suppression des vibrations de structures, poutres et plaques, dans le but d'obtenir un maximum d'amortissement avec un minimum de masse granulaire. La procédure d'optimisation vise à maximiser l'énergie dissipative. Pour se faire, on minimise une / ou des fonctions objectives telles que l'équation (46). La nécessité de matériaux de faible densité avec de hautes performances en amortissement devient de plus en plus recherchée dans l'industrie actuelle. Bien que plusieurs travaux aient été publiés pour déterminer le comportement vibratoire de poutres remplies soumises à des chargements de flexion, seulement quelques attentions ont été prêtées pour optimiser leurs performances.

L'optimisation multi-objective a été fréquemment appliquée dans le design des structures (cylindre, tube, ...) pour la suppression des vibrations par voie passive en minimisant la réponse vibratoire (Zheng et al., 2005 ; Zarei and Kröger, 2007). La procédure d'optimisation était utilisée pour maximiser l'absorption d'énergie et l'énergie d'absorption spécifique « Specific Energy Absorption, SEA » de tubes en aluminium remplis de mousses sous chargement de crash. Chen et al. (Chen et al., 2002) ont développé une formulation analytique pour prédire le comportement au crash de poutres en flexion remplies de mousses. Ils ont utilisés cette formulation afin d'obtenir une configuration optimale de poutres remplies de mousses.

### 4.6.1. Fonctions objectives

Dans le but de maximiser l'énergie de dissipation du système tube-grains soumis à des vibrations de flexion, la fonction de transfert déplacement / force doit être minimisé. En outre, avec une densité optimale du matériau granulaire contenu dans le tube, la masse granulaire représente une autre quantité. Dans la procédure d'optimisation, le module de la masse apparente du matériau granulaire définie par l'expression donnée par l'équation (4.9) et la moyenne spatio-fréquentielle du carré du module de la fonction de transfert donnée par l'expression (4.46) sont les deux fonctions objectives à minimiser.

Les propriétés mécaniques du matériau granulaire, la densité, la vitesse d'onde et le facteur de perte constituent les variables de décision. La formule décrivant un problème d'optimisation est donnée par :

$$\text{Minimiser} \begin{cases} F_1(\nu) = \left| \int_{\omega_1}^{\omega_i} \frac{\nu_1 \nu_2 (1 + j\nu_3)^{1/2} h_y}{\omega} \tan\left(\frac{\omega}{\nu_2 (1 + j\nu_3)^{1/2}} h_z\right) d\omega \right| \\ F_2(\nu) = \frac{1}{\Delta\omega} \frac{1}{\Delta x} \int_{\omega_1}^{\omega_i} \int_{x_1}^{x_n} |\hat{H}(x, \omega, \nu)|^2 d\omega dx \end{cases} \quad (4.49)$$

avec

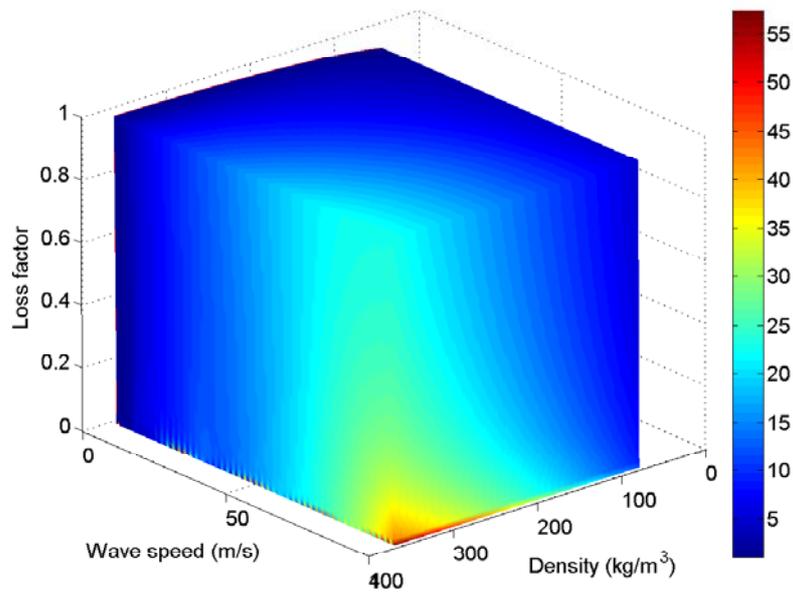
$$\hat{H}(x, \omega, \nu) = \hat{\mathbf{u}}(x, \omega, \nu) / \hat{\mathbf{F}}(x, \omega, \nu) \quad (4.50)$$

où  $\nu_1$ ,  $\nu_2$  et  $\nu_3$  sont respectivement la densité, la vitesse d'onde et le facteur de perte du matériau granulaire.

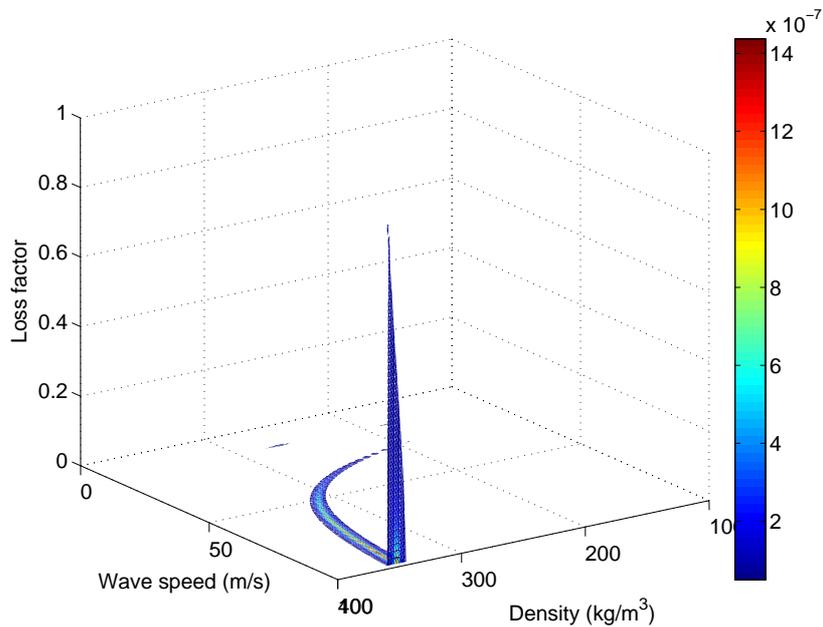
La seconde fonction objective est reliée à la réponse en fréquence déplacement / force, équation (4.50), obtenue à partir du modèle. Elle est définie comme une moyenne fréquentielle, dans la bande de fréquence d'intérêt, et spatiale sur toute la longueur de la structure. Cependant, la minimisation de l'équation (4.49) amène à une réduction significative de l'énergie des vibrations avec un minimum de densité des particules. Les résultats seront un compromis entre deux critères : la faible densité du matériau granulaire et ses performances dans l'amortissement des structures.

Dans le but d'obtenir de meilleures performances d'amortissement avec un minimum de densité des grains, la procédure d'optimisation a été conduite en utilisant un algorithme génétique. L'algorithme génétique NSGA-II est utilisé avec succès pour trouver le front de Pareto constituant les solutions optimales dans le domaine du design des structures (Mohamed Sheriff et al., 2008, Pourzeynali and Zarif, 2008, Greiner et al., 2002). Les caractéristiques du tube dans la procédure d'optimisation sont les mêmes que celles utilisées dans l'expérience. Les solutions de l'optimisation sont obtenues dans une bande de fréquence ( $\omega_1, \omega_i$ ) de 10–1000 Hz.

L'optimum entre la densité et les propriétés dynamiques du matériau granulaire avec un maximum d'amortissement du système tube – grains est recherché en traçant la masse apparente granulaire et l'énergie cinétique du tube rempli en fonction des trois variables de décision. La Figure 4–24 montre la moyenne fréquentielle de la masse apparente granulaire et la moyenne spatio-fréquentielle de la fonction de transfert calculée à partir



(a)



(b)

Figure 4-24 : Distribution des variables de décision de : (a) moyenne fréquentielle de la masse apparente granulaire, (b) moyenne spatio-fréquentielle de l'énergie cinétique du système tube-grains

du modèle numérique dont les variations des variables de décision telles que  $80 < \nu_1 < 370$ ,  $1 < \nu_2 < 100$  et  $0.01 < \nu_3 < 1$ . Sur la Figure 4–24a, on peut remarquer qu’une augmentation de la densité et la vitesse d’onde avec une diminution du facteur de perte se traduit par une augmentation de la masse apparente du matériau granulaire.

La densité et la vitesse d’onde ont montré un effet important sur la masse apparente du matériau granulaire. Le facteur de perte dans ce cas a un effet limité. Dans la Figure 4–24b, les résultats à partir de la deuxième fonction objective montre que, dans l’espace de design, l’énergie cinétique équivalente présente un comportement complexe. Pour une vitesse d’onde maximale 100 m/s, le facteur de perte a une grande influence avec une petite perturbation dans la densité volumique autour de 350 kg/m<sup>3</sup>. Cependant, la seconde fonction objective dépend fortement de la densité et de la vitesse d’onde pour un facteur d’amortissement plus petit, 0.01. Evidemment, la seconde fonction objective est influencée par la première fonction objective et le résultat sera un compromis entre les deux.

Une telle technologie avancée d’amortissement passif pour la réduction des vibrations est basée sur l’utilisation de matériaux granulaires de basse densité. Dans cette partie, l’optimisation de la densité du matériau granulaire polymère est effectuée pour cette fin. La densité optimisée des particules satisfaisant les fonctions objective dans l’équation (49) est réalisée dans l’espace de design tenant en compte les caractéristiques mesurées des matériaux granulaires testés (spécialement pour les GTR et les particules de compound). Pour la densité du matériau granulaire, les valeurs entre 80 et 370 kg/m<sup>3</sup> sont utilisées pour limiter l’espace de design de la variable de décision  $\nu_1$ . L’amortissement avec de matériaux granulaires de basse densité utilisent les effets de vitesse d’onde faible (Frike, 2000). Le maximum de la vitesse d’onde et du facteur de perte des particules correspondant aux variables de décision  $\nu_2$  et  $\nu_3$  sont fixées à 100 m/s et 1, respectivement.

#### 4.6.2. Matériau granulaire optimal

De nombreux algorithmes évolutionnaires sont recommandés pour résoudre les problèmes d’optimisation multi-objective. Dans ce travail, l’algorithme génétique non-dominé « Non-dominated Storing Genetic Algorithm NSGA II » proposé par Deb et al. (Deb et al., 2002) est utilisé pour trouver la densité optimale des particules avec un effet d’amortissement maximal apporté au tube rempli soumis à des vibrations de flexion. La procédure d’optimisation est implémentée et l’approche est exécutée pour 100 générations avec une taille de 100 populations. La Figure 4–25 montre les solutions optimales de front de Pareto après 100 générations à partir de la combinaison de deux fonctions objective. Il est constaté que l’augmentation de la masse apparente du matériau granulaire entraîne une diminution de l’énergie des vibrations du système tube-particules. Tel que mentionné dans le modèle, le matériau granulaire se comporte comme une masse ajoutée. Les résultats pour le matériau granulaire optimal qui combinent un minimum de densité avec un maximum de performance d’amortissement sont présentés dans le Tableau 4-7.

Dans le présent travail, la densité optimale du matériau granulaire optimal est égale à 30% de la densité des GTR et le facteur de perte optimal est deux fois plus grand que celui des GTR. Dans le but de vérifier la précision de l’approche d’optimisation, les réponses en fréquence déplacement / force du tube rempli des deux meilleurs matériaux granulaires obtenus à partir du modèle d’optimisation utilisant l’algorithme NSGA II sont tracées sur la Figure 4–26.

Tableau 4-7 : Caractéristiques du matériau granulaire optimal

	Densité (kg/m <sup>3</sup> )	Vitesse d'onde (m/s)	Facteur de perte
Matériau granulaire optimal	111.5	25.05	0.41

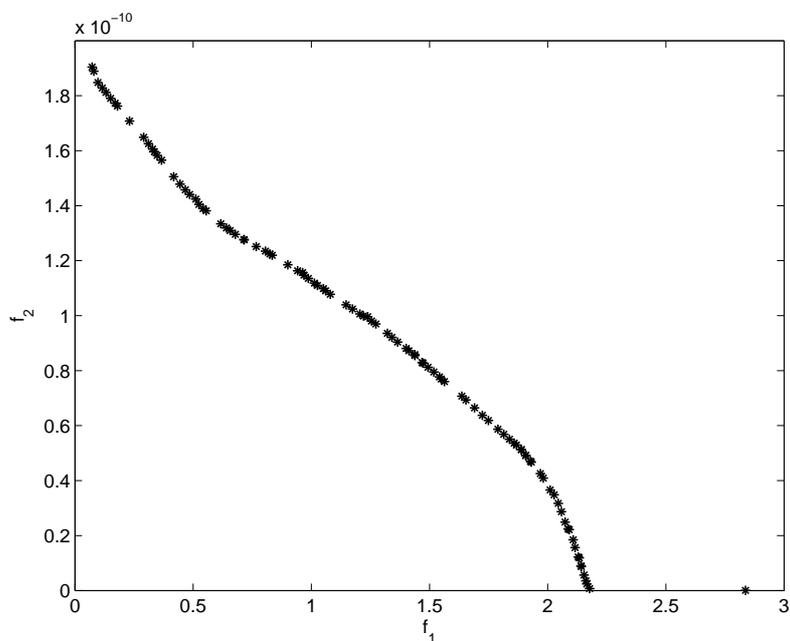


Figure 4-25 : Solutions de front de Pareto avec NSGA II appliqué à l'équation (49).

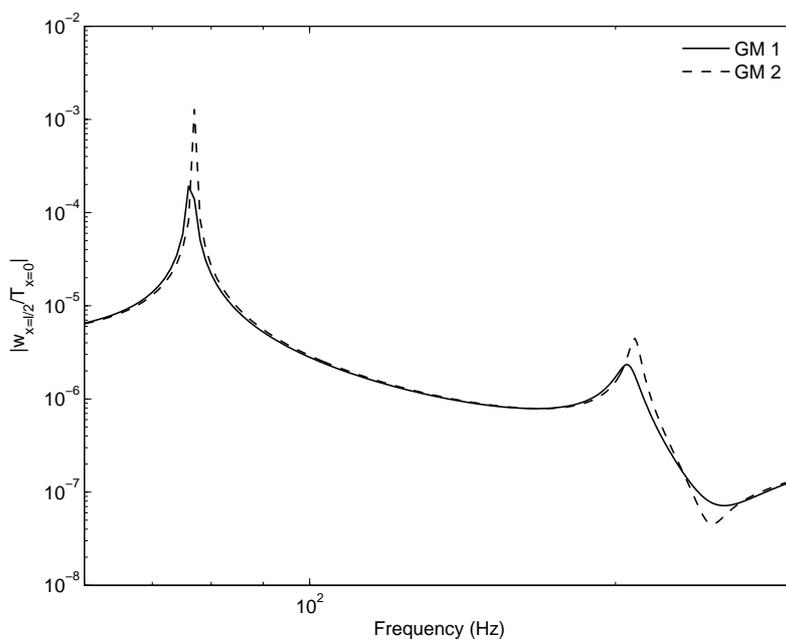


Figure 4-26 : Comparaison de la réponse dynamique de tubes remplis de matériaux granulaires GM1 et GM2.

Le matériau granulaire GM1 est le matériau optimisé avec NSGA II tandis que le matériau granulaire GM2 est le second matériau optimisé avec une densité de  $80 \text{ kg/m}^3$ , une vitesse d'onde de  $27.2 \text{ m/s}$  et un facteur de perte de  $0.396$ . La Figure 4–26 montre la précision de la procédure d'optimisation implémentée spécialement dans les basses fréquences ( $60 - 400 \text{ Hz}$ ). Il apparaît clairement que la technique d'optimisation des matériaux granulaires à travers l'équation (4.49) donne un bon optimum et pourrait être utilisée avec succès dans l'optimisation de la densité structurale du matériau contenu dans une poutre soumise à des différents chargements vibratoires. Il est à noter que la densité optimale est obtenue dans une bande de fréquence de  $100 - 1000 \text{ Hz}$ .

Pour des raisons pratiques, la procédure d'optimisation à exécuter pour chaque valeur de la fréquence. Après chaque exécution, la dépendance en fréquence de la vitesse d'onde ainsi que le facteur de perte avec la densité optimisée du matériau granulaire peuvent être obtenus en utilisant cette technique. Le matériau granulaire optimal en termes des performances d'amortissement est le matériau GM1. Il a une faible densité en comparaison avec les GTR alors que son facteur de perte et sa vitesse d'onde sont supérieurs à ceux des GTR dans la gamme de fréquence de  $100 - 1000 \text{ Hz}$ . Les résultats indiquent que le matériau granulaire optimal est plus rigide que les poudrettes de pneus recyclés (GTR). L'objectif original de cette étude est de trouver un matériau granulaire polymère optimal avec de meilleures performances d'amortissement à partir de l'exploitation des poudrettes de pneus recyclés. De cette manière, les poudrettes de pneus recyclés peuvent être mélangées avec une matrice polymère judicieusement choisie et le mélange est ensuite extrudé pour obtenir des granulés. Les propriétés mécaniques dynamiques de ce matériau granulaire polymère peut être exploité avec différents paramètres physiques tels que la forme et la taille des grains. Une formulation doit tenir en compte les deux performances amortissement des vibrations et absorption acoustique.

---

## 4.7. Conclusion

---

Dans ce chapitre, une méthode d'analyse a été présentée pour prédire la réponse en fréquence force-au-déplacement de tubes remplis de matériau granulaire. La couche granulaire entre deux parois du tube est considérée comme une barre et les équations d'ondes longitudinales permettent d'obtenir l'expression d'une masse apparente du matériau granulaire. Le modèle de cette masse granulaire est basé sur l'hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde dans le matériau granulaire. Une méthode de résolution des équations du mouvement du tube rempli de grains soumis à des vibrations de flexions utilise la méthode raideur dynamique qui s'avère convenable pour l'analyse des vibrations de structures remplis de matériaux granulaires. Les essais expérimentaux ont portés sur l'étude dynamique d'un tube à section rectangulaire rempli de matériau granulaire polymère en flexion se trouvant en positions verticale et horizontale. Les conditions aux limites étaient du type libre – libre et les essais ont été réalisés à différents niveaux de remplissage. La mesure des fréquences propres et amortissements modaux est effectuée à l'aide d'un programme d'identification existant au laboratoire. Seuls les six premiers modes ont été considérés et la gamme de fréquence est de 10 Hz à 1600 Hz.

Les résultats obtenus, dans les deux cas de suspension du tube verticale et horizontale, montrent que l'amortissement modal du système tube-grains augmente quasi-linéairement avec le taux de remplissage. Un amortissement maximal est réalisé au deuxième mode avec les grains de polyuréthane recyclé (PUR), en deuxième avec les poudrettes de pneus recyclés (GTR) et enfin avec les particules de compound. Il est clair que l'amortissement augmente avec la quantité de la masse granulaire introduite dans la structure.

D'après les résultats expérimentaux des vibrations de flexion du tube rempli de matériau granulaire, en particulier les GTR et grains de compound, on peut dire que le facteur de perte de ces matériaux granulaires diminue avec l'augmentation de la fréquence. Cette analogie est plus formelle en considérant les facteurs de perte obtenus par mesure directe des propriétés dynamiques sur matériaux granulaires réalisée par DMTA en utilisant le principe d'équivalence fréquence – température (voir chapitre 3). L'interprétation physique met en évidence l'effet de résonance interne dans le matériau granulaire qui diminue avec l'augmentation de la fréquence. Cette interprétation cache une difficulté, car si on considère les grains de polyuréthane recyclé, la dynamique d'un ensemble de particules rigides de forme prismatique est plus complexe que celle d'un ensemble de particules de forme régulière ; en particulier elle donne lieu à des effets

complexes d'interaction inter-granulaire caractérisée par l'arrangement des grains les uns sur les autres lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations dynamiques ; de tels effets modifient la loi reliant les effets de résonance interne dans le matériau granulaire sur l'amortissement.

Le calcul du type raideur dynamique exposé dans ce chapitre a été appliqué au tube rempli de matériaux granulaires polymères. Les caractéristiques du matériau granulaire utilisées dans le modèle sont celles obtenues par des mesures directes à l'aide du montage décrit dans le chapitre 3. D'excellents accords ont été réalisés entre les résultats expérimentaux et les calculs numériques pour le tube vide et les tubes remplis de matériaux granulaires et ceux pour les deux cas de suspensions verticale et horizontale. Une technique est mise en place basée sur une méthode inverse pour obtenir les propriétés dynamiques en termes de vitesse d'onde et de facteur de perte du matériau granulaire à partir des données expérimentales du tube rempli. La vitesse d'onde complexe de ces matériaux granulaires est calculée à partir de la fonction de transfert  $\hat{H}$  mesurée par minimisation d'une fonction d'évaluation représentée par l'erreur de la réponse expérimentale et numérique. A partir des valeurs estimées de la vitesse d'onde complexe, la réponse prédite valide la technique inverse mise en place.

Une investigation utilisant le modèle numérique couplé avec un algorithme génétique d'optimisation de la densité d'un matériau granulaire polymère avec de hautes performances d'amortissement a été réalisée. Un problème numérique de design visant à minimiser la densité est formulé comme un problème d'optimisation multi-objective, dans lequel la masse apparente du matériau granulaire ainsi que l'énergie des vibrations sont à minimiser. Il est considéré que la densité, la vitesse d'onde le facteur de perte du matériau granulaire sont les variables de design ou de décision. L'algorithme proposé au cours de ce chapitre cherche une densité optimale avec d'effet maximal d'amortissement apporté au tube soumis à des vibrations de flexion. L'applicabilité de la méthode proposée a été établie. L'utilisation de l'algorithme génétique dans l'optimisation de la densité du matériau granulaire pourrait être couplée dans l'optimisation des performances mécaniques et acoustiques. Cela fera l'objet d'un modèle complet couplant les effets mécaniques et acoustiques. Les propriétés d'absorption acoustique des matériaux granulaires mono et multicouche réalisés à base de poudrettes de pneus recyclés (GTR) seront explorées dans le chapitre suivant.

---

## Références

- M. A. Biot: Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid. I. Low-frequency range. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. **28**, pp. 168–178 (1956).
- J. M. Bourinet, 1996, “approche numérique et expérimentale des vibrations amorties de tubes remplis de matériaux granulaires”, Thèse de doctorat, Université de Nantes – Ecole Centrale de Nantes.
- J. M. Bourinet, and D. Le Houédec, “A dynamic stiffness analysis of damped tubes filled with granular materials,” *Computer and Structures*, vol. **73**, pp. 395–406, 1999.
- P. Castellini, G. M. Revel, and L. Scalise, 2004, “Measurement of vibrational modal parameters using laser pulse excitation techniques”, *Measurements* **35**, pp. 163–179.
- W. Chen, T. Wierzbichi, and S. Santosa, 2002, “Bending collapse of thin-walled beams with ultralight filler: numerical simulation and weight optimization”, *Acta Mech* **153**, pp. 183–206.
- L. Cremer and M. Heckl, 1973, “Structure-brone sound”, Springer-Verlag, Berlin.
- K. Deb, A. Pratap, S. Agarwal, and T. Meyarivan, 2002, "A fast elitist multi-objective genetic algorithm: NSGA-II, " *IEEE Transactions on Evolutionary Computation.* **6**, pp. 182–197.
- J. R. Fricke, 2000, "Lodengraf damping – an advanced vibration damping technology, " *Sound and Vibration*, pp. 22–27.
- K. Fukumori, and M. Matsushita, 2003, “Material recycling technology of crosslinked rubber waste,” *R&D Review of Toyota CRDL*, vol. **38**, No **1**.
- K. V. Horoshenkov, and M. J. Swift, “The effect of consolidation on the acoustic properties of loose rubber granulates,” *Appl. Acoust*, vol. **62**, pp. 665–690, 2001.
- J. R. House, 1989, “Damping hollow tubular structures with lightweight viscoelastic spheres”, In proceedings ACS Division of Polymeric Materials, Science and Engineering Vol. **60**, pp. 734–738.
- H. M. Jaeger, S. R. Nagel, and R. P. Behringer, 1996, “Granular solid, liquids, and gases”, *Review of Modern Physics* **68**, pp. 1259–273.
- V. Koloušek, 1973, “Dynamics in engineering structures”, Academia, Prague.
- A. Lenzi, 1982, “The use of damping material in industrial machines”, PhD Thesis ISVR, University of Southampton.
- A. Y. T. Leung, 1979, “An accurate method of dynamic substructuring with simplified computation”, *International Journal for Numerical Methods in Engineering* **14**, pp. 1241–1715.

- H. S. Liu, C. P. Richard, J. L. Mead, and R. G. Stacer, "Development of novel applications for using recycled rubber in thermoplastics," University of Massachusetts Lowell, 2000.
- R. Lundén and B. Åkesson, 1983, "Damped second-order Rayleigh-Timoshenko beam vibration in space – an exact complex dynamic member stiffness matrix", *International Journal of Numerical Methods in Engineering* 19, pp. 431–449.
- M. Mirafteb, I. Rushforth, K. V. Horoshenkov, and M. J. Swift, "Recycling carpet waste into acoustic underly for commercial production," *Creating Markets for Recycled Ressources*, 2004.
- S. Nayfeh, J. Verdirame, and K. Varanasi, "Damping of flexural vibration by coupling to low – density granular materials," In *smart structures and materials : Damping and Isolation ; G. Agnes, Ed., vol. 4697, SPIE, pp. 158–167, 2002.*
- H. V. Panossian, 1992, "Structural damping enhancement via non-obstructive particle damping technique", *Journal of Sound and Vibration* 114, pp. 101–105.
- A. Papalou and S. Masri, 1998, "An experimental investigation of particle dampers under harmonic excitation", *Journal of Vibration and Control* 4, pp. 361–379.
- J. Park, and D. L. Palumbo, "Measurements of acoustic properties of porous and granular materials and application to vibration control," *NOISE – CON 2004, Baltimore, Maryland July 12–14.*
- J. Park, 2005, "Measurements of the frame acoustic properties of porous and granular materials", *J. Acoust. Soc. Am.* 118, pp. 3483–3490.
- A. R. Payne and R. E. Whittaker, 1971, "Low strain dynamic properties of filled rubber", *Rubber Chemistry and Technology* 44, pp. 440–478.
- T. Pritz: Transfer function method for investigating the complex modulus of acoustic materials: spring-like specimen. *Journal of Sound and Vibration, Vol. 72 (3), pp. 317–341 (1980).*
- J. A. Rongong and G. R. Tomlinson, 2002, "Vibration damping using granular viscoelastic materials", In *proceedings ISMA 27, Noise and Vibration Engineering Conference Vol. 27, pp. 431–440.*
- A. B. Stanbridge and D. J. Ewins, 1999, "Modal testing using a scanning laser Doppler vibrometer", *Mech. Syst. Signal Process.* 13, pp. 255–270.
- J. C. Sun, H. B. Sun, L. C. Chow, and E. J. Richards, 1986, "Predictions of total loss factors of structures, Part II: loss factors of sand-filled structure", *Journal of Sound and Vibration* 104, pp. 243–257.
- K. K. Varanasi and S. A. Nayfeh, 2003, "Damping of flexural vibration using low-density foams and granular materials", In *DETC03. ASME Design Engineering Technical Conferences, September 2003.*
- Z. Xu, M. Y. Wang, and T. Chen, 2005, "Particle damping for passive vibration suppression: numerical modelling and experimental investigation", *Journal of Sound and Vibration* 279, pp. 1097–1120.

---

H. R. Zarei and M. Kröger, 2007, “Bending behavior of empty and foam-filled beams: structural optimization”, *International Journal of Impact Engineering*, in press.

H. Zheng, G. S. H. Pau, and G. R. Liu, 2005, “Minimizing vibration response of cylindrical shells through layout optimization of passive constrained layer damping treatments”, *Journal of Sound and Vibration* 279, pp. 739–756.

## 5. Identification acoustique des matériaux poreux : mousse et matériau granulaire

---

## 5.1. Introduction

---

Les nuisances sonores sont une gêne quotidienne pour la population active dans plusieurs secteurs industriels : fabrication, forage, transport, bâtiment, manufacturier, etc. C'est aussi une préoccupation de santé publique face aux coûts entraînés par le traitement de surdités liées aux environnements. L'utilisation de dispositifs absorbants acoustiques constitue un moyen de réduire ces niveaux sonores. Parmi ces dispositifs, on distingue les systèmes passifs dissipatifs qui consistent à placer un matériau absorbant sur le trajet de l'onde à absorber. Ces dispositifs passifs dissipatifs sont constitués essentiellement de matériaux poreux tels que les mousses et les matériaux granulaires. L'onde acoustique passe à travers les pores et l'interaction de l'onde avec le réseau de pores entraîne une dissipation de l'énergie acoustique sous forme de chaleur.

Plusieurs modèles ont été proposés pour caractériser les performances acoustiques de matériaux poreux en se basant sur la mesure d'un certain nombre de paramètres macroscopiques. Améliorer les performances d'absorption acoustique d'un matériau revient à tisser un lien entre microstructures et propriétés acoustiques. De cette manière, il sera possible de jouer sur la géométrie locale du milieu poreux pour améliorer ses performances acoustiques. Ici, nous nous intéressons qu'à la caractérisation des propriétés acoustiques du matériau poreux à l'échelle globale, c.-à-d. moyennées à l'échelle de l'échantillon.

La propagation des ondes dans des milieux poroélastiques a été étudiée par de nombreux auteurs. Des contributions ont été apportées à la compréhension des mécanismes de propagation dans les matériaux poreux ces dernières années. Un matériau poreux est généralement constitué de deux phases : une phase solide appelé squelette et une phase fluide contenue dans pores. L'étude du comportement acoustique des matériaux poreux peut se faire de deux façons différentes : soit en considérant le squelette comme totalement rigide, soit en considérant le squelette comme un solide viscoélastique. Pour un squelette rigide, l'interaction entre le fluide et le squelette rigide amène à considérer un fluide équivalent caractérisé par une densité équivalente et un nombre d'onde équivalent. Le squelette étant un solide viscoélastique, deux couplages inertiel et élastique entre les deux phases solide et fluide existent. Nous allons dans cette partie développer une méthode d'identification des propriétés acoustiques des matériaux poreux (matériaux granulaires et mousses) en considérant le poreux comme étant un fluide équivalent.

Au niveau acoustique, les matériaux granulaires polymères ne sont pas sans intérêt puisqu'ils possèdent un pouvoir considérable dans l'isolation acoustique. Les matériaux granulaires polymères sont spécialement issus de la filière de recyclage de pneumatique usagé. Les poudrettes de pneus recyclés (GTR) peuvent offrir un fort potentiel d'absorption acoustique avec une masse volumique relativement faible. C'est dans ce contexte que nous avons souhaité étudier les propriétés acoustiques de ce type de matériaux mélangés ou non avec une matrice polymère pour ensuite proposer une technique simple permettant la valorisation des déchets de caoutchouc.

Le principal objectif est de caractériser les paramètres acoustiques des mono et multicouches en polymères granulaires en réalisant plusieurs combinaisons de multicouches granulés. Nous avons également caractérisé ces paramètres pour des mousses relativement rigides. Notre démarche a consisté dans un premier temps à reconstruire le champ de pression acoustique à partir des mesures expérimentales. Cette première étape a nécessité une décomposition en deux étapes pour améliorer la reconstruction de la pression acoustique. Dans un second temps, l'identification des paramètres acoustiques des matériaux granulaires a été menée à partir de modèles utilisés pour les matériaux poreux classiques considérés comme un fluide équivalent. Concernant la mise en œuvre de la méthode d'identification par minimisation de différentes quantités acoustiques entre les valeurs numériques et expérimentales, des méthodes classiques d'optimisation ont été utilisées pour ses fins.

---

## 5.2. Etat de l'art

---

Les matériaux poreux tels que les matériaux fibreux, les mousses réticulées et les matériaux granulaires sont très utilisés dans la réduction des bruits et vibrations. Ils jouent plusieurs rôles importants dans l'ingénierie acoustique comme dans le contrôle de bruit industriel, les chambres acoustiques ou encore l'acoustique d'automobile. Le bruit engendré par les moteurs de camion, par exemple, fait l'objet d'une étude visant à réduire de façon optimale, à l'aide d'une mousse poreuse, le rayonnement du moteur vers l'extérieur pour répondre aux récentes normes de plus en plus exigeantes.

Au cours des dernières années, la fabrication d'isolants acoustiques et de matériaux absorbants à partir des poudrettes de pneus recyclés (GTR) à fait l'objet de plusieurs travaux importants (Rushforth et al., 2005 ; Hong et al., 2007 ; Sobral et al. 2003). Les matériaux isolants, ayant de valeurs élevées du coefficient d'absorption acoustique, peut être fabriqué à partir des déchets de caoutchouc, vulcanisé ou non, mélangés avec une résine ou agents liants et d'autres additifs. Ces matériaux peuvent être utilisés comme garniture intérieure pour les appartements, les automobiles, les avions, ou en tant que pièces intégrées dans des équipements pour l'isolation et la réduction des bruits.

Une bonne absorption acoustique peut être obtenue avec un bon amortissement des vibrations avec des matériaux granulaires. Des travaux récents suggèrent que les matériaux granulaires peuvent considérés comme une alternative à des nombreux matériaux fibreux et mousses absorbantes (Swift, 2000). Différents paramètres influencent les propriétés d'absorption acoustique des matériaux granulaires et des mousses. Pour un matériau granulaire polymère consolidé, les travaux de Horoshenkov et Swift (Horoshenkov and Swift, 2001) ont montrés que les paramètres poreux tels que la porosité, tortuosité et la résistivité sont très sensibles à la taille moyenne des grains dans le mélange granulaire, le taux de compaction et la quantité du liant.

Pour les mousses poreuses, le transport de l'énergie est assuré à travers la propagation des ondes de la pression acoustique dans le fluide contenu dans les pores et à travers les ondes de la contrainte élastique dans le squelette solide du matériau poreux. La dissipation en chaleur de l'énergie mécanique-acoustique est principalement liée au comportement viscoélastique et vibroacoustique (Göransson, 2006) dans le squelette solide et à l'interface entre le squelette et le fluide dans les pores. Ces ondes sont fortement couplées pour les mousses poreuses souples dites flexibles, et ne sont pas couplées pour les mousses poreuses rigides. Il est supposé que le squelette de la mousse rigide est indéformable lorsqu'il est soumis à des ondes acoustiques.

La méthode de mesure des propriétés acoustiques des matériaux poreux, avec deux microphones installés le long de la paroi d'un tube de mesure, a été développé dans plusieurs études (Seyber and Ross, 1977 ; Chung and Blaser, 1980 ; Chung and Blaser, 1980 ; Utsunon et al., 1989) en utilisant la technique fonction de transfert. En se basant sur la théorie du champ de pression unidimensionnelle dans le tube, le processus de mesure est effectué par une décomposition des champs acoustiques en deux spectres d'onde incidente et réfléchi pour la détermination du coefficient de réflexion en incidence normale, l'impédance caractéristique, le nombre de propagation et d'autres propriétés acoustiques du matériau.

Une nouvelle méthode de reconstruire le champ acoustique dans le tube à partir de multiples mesures de la pression a été développé par Cheung et al. (Cheung et al., 1995). Cette approche utilise la méthode des moindres carrés comme une méthode de minimisation des erreurs entre les pressions mesurées et reconstruites permettant d'obtenir une meilleure reconstruction du champ de pression acoustique. Néanmoins, pour une reconstruction plus précise, le nombre de données de pression et leurs positions dans le tube doivent être minutieusement ajustés. En se basant sur la méthode des moindres carrés LSM « Least Square Method », pour estimer un meilleur ajustement des composantes incidente et réfléchi de l'onde acoustique sur la surface de l'échantillon, la constante de propagation d'onde est liée aux dimensions du tube tel que  $k(\omega) = \omega/c + j 5.98 \times 10^{-5} f^{1/2}/D$  ( $c$  la vitesse du son,  $D$  le diamètre du tube, et  $\omega = 2\pi f$  la pulsation angulaire).

Il a été établi que la résistivité  $\sigma$ , la porosité  $\emptyset$ , la tortuosité  $\alpha_\infty$ , la longueur caractéristique visqueuse  $\Lambda$  et la longueur caractéristique thermique  $\Lambda'$  sont des paramètres importants non-acoustique dans la détermination des caractéristiques acoustiques des milieux poreux. En particulier, le travail mené par Ren et Jacobsen (Ren and Jacobsen, 1993) montre que l'impédance caractéristique et la constante de propagation, qui décrivent les propriétés acoustiques des matériaux poreux, sont largement régies par la résistance à l'écoulement du matériau. Il existe plusieurs modèles empiriques et théoriques qui sont utilisés pour la prédiction des propriétés acoustiques des matériaux poreux. Delany et Bazely (Delany and Bazely, 1970) ont proposés un modèle empirique obtenu par la relation entre les données ajustées et les essais pour plusieurs matériaux fibreux. Dans ce modèle, la constante de propagation et l'impédance caractéristique sont en fonction de la résistivité, le nombre d'onde, la densité de l'air et la vitesse du son.

Récemment, Voronina et Horoshenkov (Voronina and Horoshenkov, 2003) ont développé des relations empiriques entre les performances acoustiques des mélanges granulaires lâches et leurs paramètres physiques en termes de dimension caractéristique de particules et la densité spécifique des grains. Plusieurs modèles théoriques ont été développés après 1980, Attenborough (Attenborough, 1983), Allard et al. (Allard et al., 1986), Johnson et al. (Johnson et al., 1987), Stinson (Stinson, 1991), Stinson and Champoux (Stinson and Champoux, 1992), et Lafarge et al. (Lafarge et al., 1997). Le modèle couramment utilisé pour la prédiction de l'impédance caractéristique acoustique  $Z_c(\omega) = \sqrt{\rho_c(\omega) K_c(\omega)}$  et la constante de propagation  $k_c(\omega) = \omega \sqrt{\rho_c(\omega)/K_c(\omega)}$  des matériaux poreux connu sous le nom modèle de Johnson–Allard est dérivé de deux modèles, la densité effective du squelette  $\rho_c(\omega)$  proposé par Johnson et al. (Johnson et al., 1987) et le module de compressibilité  $K_c(\omega)$  proposé par Allard et al. (Allard et al., 1986).

La principale motivation des travaux présentés dans ce qui suit est d'évaluer les performances d'absorption acoustique de granulés de caoutchouc recyclé (GTR) et leurs mélanges. Dans cette partie, une nouvelle formulation pour estimer les paramètres non-acoustiques des matériaux granulaires polymères et des mousses est dérivée du modèle Johnson–Allard dans lequel ont introduit six paramètres non-acoustiques, la résistivité, la porosité, la tortuosité, les longueurs caractéristiques visqueuse et thermique, et le facteur de forme de perméabilité thermique  $M'$ . Tout d'abord, la méthode utilise le modèle des moindres carrés, pour la reconstruction du champ de pression acoustique dans le tube à partir de multiples mesures, est développée pour calculer l'impédance acoustique à la surface de l'échantillon. Dans un second temps, les paramètres non-acoustiques ont été estimés par minimisation d'une erreur globale de chaque modélisation des propriétés acoustiques du matériau absorbant, absorptions acoustiques, impédance–nombre d'onde et densité–module de compressibilité.



---

## 5.3. Modèle d'identification des propriétés acoustiques des matériaux poreux

---

Un des modèles d'identification des paramètres non-acoustiques des matériaux habituellement utilisés en acoustique consiste à recalculer ce modèle sur une mesure d'impédance de surface d'un échantillon de matériau par la méthode des moindres carrés. La mesure s'effectue en tube de Kundt et permet de solliciter le matériau avec des ondes planes en incidence normale. L'identification des paramètres du matériau est réalisée en définissant une fonction d'évaluation permettant de caractériser l'écart entre le modèle et la mesure. Celle-ci peut être définie soit à partir du coefficient d'absorption, soit à partir des parties réelle et imaginaire de l'impédance de surface. Ces deux dernières quantités sont riches en informations. Par ailleurs, l'écart entre le modèle et l'expérience sera mesuré en effectuant la somme des différences quadratiques sur toute la bande de fréquence d'intérêt.

Parmi ces modèles, le modèle de Delany et Bazely (Delany and Bazely, 1970) qui propose deux quantités acoustiques, le nombre d'onde et l'impédance caractéristique, en fonction d'un seul paramètre, la résistivité au passage de l'air  $\sigma$ . Vu que ce modèle empirique qui a été réalisé à partir d'expériences sur divers matériaux fibreux, l'optimisation de la fonction d'évaluation avec ce modèle se limite à ce type de matériaux. Il faut donc utiliser un modèle théorique plus précis permettant de caractériser tous les paramètres non-acoustiques de la plupart des matériaux poreux granulaires, fibreux et mousses. En effet, le modèle de fluide équivalent de Johnson-Allard permet de décrire de façon correcte le comportement acoustique des matériaux poreux relativement rigide.

Différents modèles de fluide équivalent existent : le modèle d'Allard à 5 paramètres, le modèle d'Allard-Lafarge à 6 paramètres, et le modèle complet de Lafarge à 8 paramètres. Nous avons adopté le modèle de Johnson-Allard initialement à 5 paramètres qui va être par la suite utilisé et développé pour être à 6 paramètres. Le coefficient de réflexion en incidence normale est obtenu généralement par la méthode de mesure de deux microphones. Nous avons tout d'abord développé une méthode de mesure des propriétés acoustiques d'un matériau poreux à partir des mesures des pressions acoustiques. Enfin, le coefficient de réflexion et les propriétés acoustiques dérivées telles que l'absorption acoustique, l'impédance de surface et le nombre d'onde ainsi que les paramètres non-acoustiques à partir du modèle de Johnson-Allard sont obtenus avec un algorithme développé et programmé sous MATLAB.

### 5.3.1. Reconstruction du champ de pression acoustique

Dans cette partie, on reconstruit le champ d'onde acoustique à partir des mesures de pression par microphone. La reconstruction du champ de pression acoustique se divise en deux étapes : d'abord, la théorie de décomposition de la pression acoustique dans un tube pour un matériau absorbant est rappelée, ensuite une nouvelle méthode basée sur LSM est utilisée pour estimer les composantes d'onde incidente et réfléchie.

#### 5.3.1.1. Décomposition du champ de pression acoustique expérimentale

Le champ de pression acoustique unidimensionnel dans un tube est décomposé en deux composantes d'onde incidente et réfléchie à une distance  $x$  du piston rigide est donné par l'expression analytique suivante :

$$P(x, \omega, t) = P_I(x, \omega, t) + P_R(x, \omega, t) = (P_I(x, \omega) + P_R(x, \omega)) e^{j\omega t} \quad (5.1)$$

Dans la bande de fréquence d'intérêt, la limite de la fréquence de mesure doit être inférieure à la fréquence de coupure « cut-off frequency » pour assurer une génération de propagation plane de l'onde acoustique dans le tube. Pour une conduite cylindrique, le fréquence de coupure est  $f_c = c/1.71 D$  ( $c$  est la vitesse du son et  $D$  représente le diamètre du tube). Dans l'équation (5.1), avec la convention du temps positif ( $e^{j\omega t}$ ) la partie imaginaire de la constante de propagation d'onde est négative ( $\Im(k) < 0$ ) et doit être positive si la convention du temps négatif ( $e^{-j\omega t}$ ) est choisie. Utilisant l'équation (5.1), la dépendance de la pression acoustique en fréquence est relié aux composantes d'onde incidente et réfléchie à la surface de l'échantillon  $x = 0$  peut être écrite sous la forme :

$$P(x, \omega) = P_{I,0}(\omega) e^{jk(\omega)x} + P_{R,0}(\omega) e^{-jk(\omega)x} \quad (5.2)$$

où  $P(x, \omega)$  dénote le transformé de Fourier de la pression acoustique,  $f$  est la fréquence,  $k(\omega) = \omega/c + j\gamma$  est la constante de propagation ou le nombre d'onde,  $c$  est la vitesse d'onde,  $\gamma$  est l'amortissement sonore,  $j = \sqrt{-1}$ , et  $\omega = 2\pi f$  est la pulsation angulaire. En référence au travail de Cheung et al. (Cheung et al., 1995), il est possible d'estimer les deux composantes d'onde incidente et réfléchie à la surface de l'échantillon  $\{P_{I,0}(\omega), P_{R,0}(\omega)\}$  à partir de multiples mesures de la pression acoustique donnant le coefficient de réflexion défini par le rapport entre l'onde réfléchie et incidente :

$$r(\omega) = P_{R,0}(\omega)/P_{I,0}(\omega) \quad (5.3)$$

A partir de l'équation (5.3), les expressions de toutes les quantités acoustiques peuvent être déduites telles que le coefficient d'absorption acoustique et l'impédance acoustique à la surface de référence :

$$\alpha(\omega) = 1 - |r(\omega)|^2 \quad (5.4)$$

et

$$\mathcal{Z}_s(\omega) = \mathcal{Z}_0 (1 + r(\omega))/(1 - r(\omega)) \quad (5.5)$$

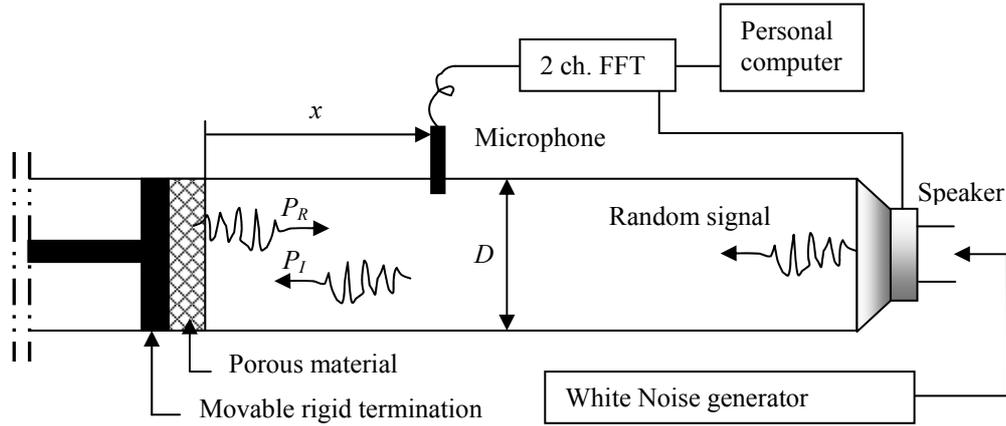


Figure 5-1 : Représentation schématique de l'installation expérimentale du tube de Kundt. Mesure de la pression acoustique d'un échantillon de matériau.

où  $Z_0 = \rho_0 c_0$  est l'impédance acoustique caractéristique du fluide environnant (ici c'est l'air),  $\rho_0 = 1.2 \text{ kg.m}^{-3}$  est la densité, et  $c_0$  la vitesse du son (approximativement  $344 \text{ m.s}^{-1}$ , voir ci-après). Ce principe est utilisé pour la mesure actuelle d'impédance acoustique. La Figure 5-1 montre un schéma de l'installation expérimentale consacrée à ces mesures. Le haut-parleur « loudspeaker » génère des ondes acoustiques aléatoires stationnaires qui est connecté à l'entrée référence de l'analyseur des signaux et les microphones mesurent la pression acoustique à la distance donnée  $x$  sont également connectés à l'analyseur pour obtenir la distribution en fréquence des signaux de la pression mesurée. La limitation de la bande de fréquence d'intérêt est proportionnelle à l'inverse du diamètre de tube,  $f_c = c/1.71 D$ .

### 5.3.1.2. Nouvelle méthode de mesure du coefficient de réflexion acoustique

Par mesure des pressures acoustiques à deux ou plusieurs positions, il est possible de déterminer le coefficient de réflexion complexe et d'autres propriétés acoustiques d'un échantillon de matériau. La méthode présentée ici est basée sur la minimisation dans le sens des moindres carrés de la fonction d'évaluation définie comme une erreur entre la pression acoustique reconstruite donnée par l'équation (5.2) et la pression mesurée  $\tilde{P}_i$  à des positions  $\{x_i\}$  :

$$\varepsilon(k(\omega), P_{I,0}(\omega), P_{R,0}(\omega)) = \sum_{i=1}^N \widetilde{coh}_i(\omega) |P_{I,0}(\omega) e^{jk(\omega)x_i} + P_{R,0}(\omega) e^{-jk(\omega)x_i} - \tilde{P}_i(\omega)|^2 \quad (5.6)$$

avec  $N$  est la taille des points de mesure,  $\{\tilde{P}_i(\omega), \widetilde{coh}_i(\omega)\}$  est la distribution en fréquence des signaux mesurés, la pression complexe et la cohérence des signaux pour prendre en compte la qualité des signaux mesurés. Dans la présente méthode, les composantes d'onde incidente et réfléchie peuvent être évaluées à travers l'équation (5.6) par application des conditions de minimum de  $\partial\varepsilon/\partial P_{I,0} = 0$  et  $\partial\varepsilon/\partial P_{R,0} = 0$  telles que :

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^N \widetilde{c\hat{o}h}_i(\omega) \begin{bmatrix} (e^{jk(\omega)x_i})^* e^{jk(\omega)x_i} & (e^{jk(\omega)x_i})^* e^{-jk(\omega)x_i} \\ (e^{-jk(\omega)x_i})^* e^{jk(\omega)x_i} & (e^{-jk(\omega)x_i})^* e^{-jk(\omega)x_i} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} P_{I,0}(\omega) \\ P_{R,0}(\omega) \end{bmatrix} \\ = \sum_{i=1}^N \widetilde{c\hat{o}h}_i(\omega) \tilde{P}_i(\omega) \begin{bmatrix} (e^{jk(\omega)x_i})^* \\ (e^{-jk(\omega)x_i})^* \end{bmatrix} \end{aligned} \quad (5.7)$$

Ainsi, on peut obtenir les valeurs des amplitudes de  $\{P_{I,0}(\omega), P_{R,0}(\omega)\}$  par une simple inversion d'un problème de matrice  $2 \times 2$ . A noter que  $(e^{jk(\omega)x_i})^* = \text{conjugate}(e^{jk(\omega)x_i})$  n'est pas le même que  $e^{jk(\omega)x_i}$  car  $k(\omega)$  est complexe. Dans le but de créer une erreur qui est seulement fonction du nombre d'onde  $k(\omega)$ , les valeurs prédéterminées des composantes d'onde incidente et réfléchi précédemment évaluées sont réinjectées dans l'équation (5.6). La fonction d'évaluation devient alors :

$$\varepsilon(k(\omega)) = \sum_{i=1}^N \widetilde{c\hat{o}h}_i(\omega) |P_{I,0}(\omega) e^{jk(\omega)x_i} + P_{R,0}(\omega) e^{-jk(\omega)x_i} - \tilde{P}_i(\omega)|^2 \quad (5.8)$$

Le choix consiste dans l'initialisation du nombre d'onde afin d'obtenir une meilleure optimisation minimisant l'équation (5.8). Pour cela, on utilise la valeur théorique du nombre d'onde complexe telles que :

$$k_0(\omega) = \omega/c_0 (1 - j 5.98 \times 10^{-5} f^{1/2}/D) \quad (5.9)$$

Dans le cas présent, la partie imaginaire du nombre d'onde complexe est négative avec la convention du temps positif. La procédure d'optimisation est basée sur la méthode non-linéaire du gradient communément utilisée pour ce type de problème d'optimisation. Cet algorithme non-linéaire est appliqué pour trouver les caractéristiques du son dans le tube en termes de la vitesse et l'amortissement du son pour chaque valeur de la fréquence :

$$c(\omega) = \omega/\Re(k(\omega)) \quad (5.10)$$

$$\gamma(\omega) = \Im(k(\omega))/\Re(k(\omega)) \quad (5.11)$$

La procédure de notre méthode pour l'estimation des composantes d'onde incidente et réfléchi se divise en deux étapes. La première étape consiste à appliquer la nouvelle technique pour avoir la solution optimale du nombre d'onde dans la bande de fréquence inférieure à la fréquence de coupure théorique  $f_c$  utilisant deux variables: les parties réelle et imaginaire. En utilisant l'équation (5.9) comme un point de départ avec  $c_0 = 340 \text{ m.s}^{-1}$  pour rechercher un meilleur optimum de la fonction d'évaluation équation (5.8), la moyenne de la vitesse du son est calculée dans la fréquence d'intérêt nommée vitesse du son actualisée  $c_1 = \text{mean}(c(\omega))$ . La seconde étape consiste à trouver une meilleure solution de la fonction d'évaluation utilisant une seule variable : la partie imaginaire du nombre d'onde. Dans cette étape, le processus d'optimisation s'applique seulement sur la partie imaginaire de  $k(\omega)$  (*i.e.*  $\gamma(\omega)$ ) prenant en compte la vitesse du son actualisée obtenue durant la première étape :  $c_0 = c_1$  est la vitesse du son corrigée dans le tube.

En résumé, le schéma final de l'algorithme pour l'identification du coefficient de réflexion complexe est présenté dans la Figure 5-2. Les composantes d'onde incidente et réfléchi sont estimées durant la deuxième étape après avoir calculé la vitesse d'onde corrigée dans le tube pendant la première étape dans la bande de fréquence d'intérêt.

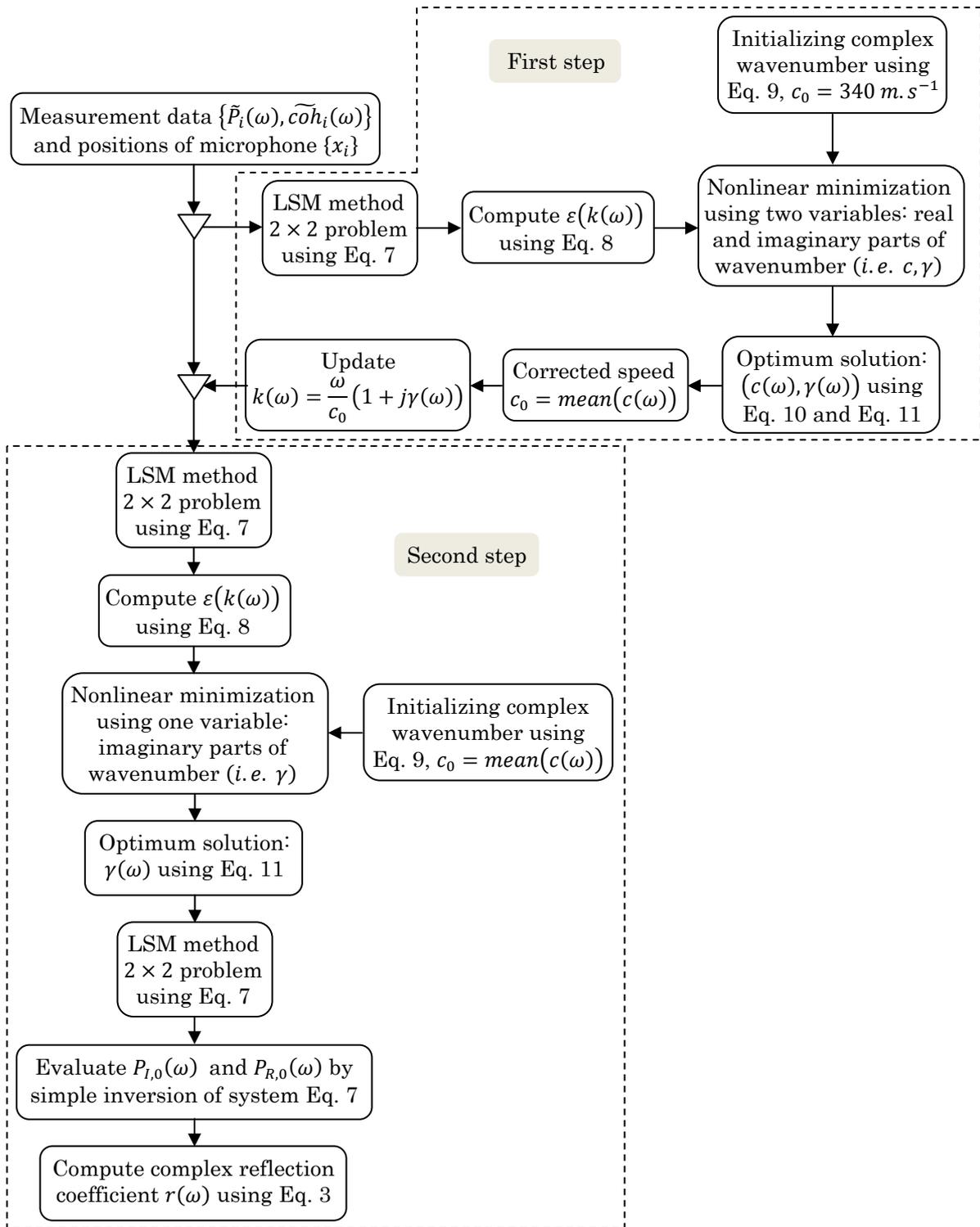


Figure 5-2 : Algorithme de la nouvelle méthode, en deux étapes, pour l'estimation du coefficient de réflexion à partir de multiples mesures de la pression acoustique. Procédure d'estimation basée sur la méthode des moindres carrés.

Finalement, le coefficient de réflexion complexe en incidence normale est calculé utilisant l'équation (5.3).

### 5.3.1.3. Précision de la nouvelle méthode

La mesure de la précision de la nouvelle méthode décrite précédemment est le degré d'exactitude quelle présente par comparaison avec la méthode standard deux-microphone (ISO 10534-2) utilisant la technique fonction de transfert de Cheung et blazer (Cheung and Blazer, 1980). Dans les mesures de l'impédance acoustique, la connaissance de la variance des composantes d'onde incidente et réfléchi dans les modèles analytiques est décisive. En conséquence de cette complexité, la variance de chaque modèle peut être évaluée en examinant la matrice de covariance  $R$  dans l'équation (5.7). Il est important de noter que la variance des composantes d'onde incidente et réfléchi est proportionnelle à l'inverse de la valeur singulière minimale.

La quantité, inverse du minimum des valeurs singulières est appelé *dispersion* =  $1/\min[eigenvalue(R)]$ . Cette dispersion a été calculée pour trois cas : la méthode deux-microphone (norme ISO 10534-2), méthode de Cheung et al. avec 14 microphones, et notre méthode avec 6 microphones. La Figure 5-3 montre les résultats de ces analyses. Dans tous les cas, la fréquence de coupure est choisie égale à 3400 Hz et la vitesse du son est  $c_0 = 340 \text{ m.s}^{-1}$ . La différence entre ces méthodes est le nombre et la position des microphones de mesure. Les meilleurs résultats, en termes du rapport entre la dispersion et le nombre de microphones, sont obtenus avec la nouvelle méthode.

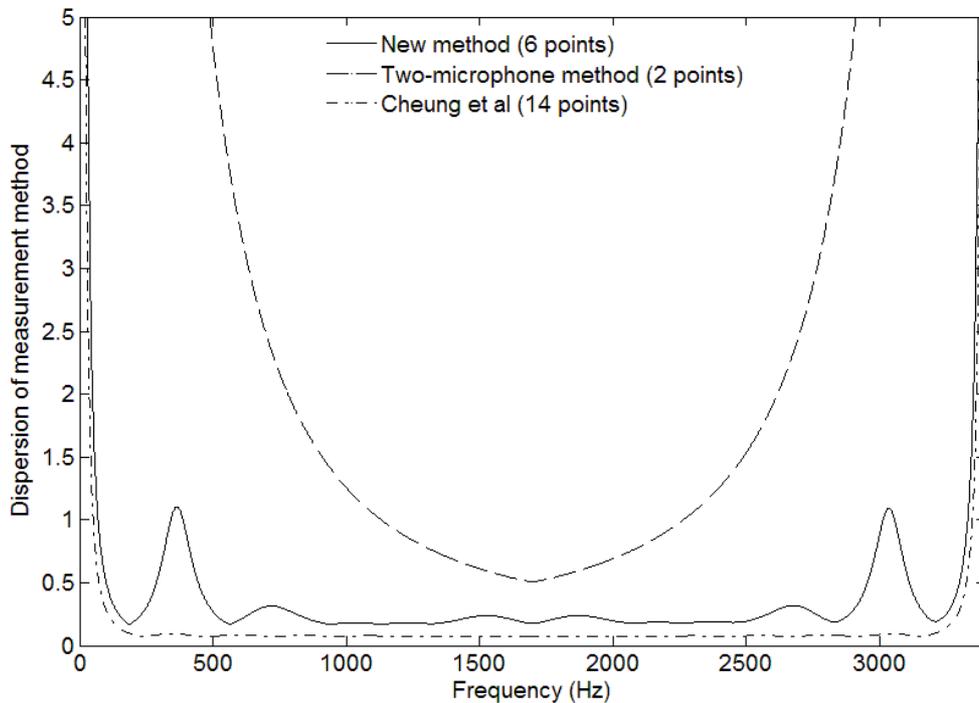


Figure 5-3 : Dispersion de chaque méthode de mesure : comparaison entre la nouvelle méthode  $x = \{100,150,200,550,600,650\}$ , méthode deux-microphone  $x = \{100,150\}$ , et méthode de Cheung et al.  $x = \{50,100,150,200,250,300,350,400,450,500,550,600,650,700\}$ ,  $x(mm)$

Ce rapport est défini comme étant la moyenne de la dispersion dans la bande de fréquence de 0 Hz à 3400 Hz divisé par le nombre de microphones. Cette quantité est environ 0.5 pour notre nouvelle méthode, 1.7 pour la méthode de Cheung et al., et 307 pour la méthode deux-microphone.

La Figure 5-4 présente la distribution en fréquence de la vitesse du son dans le tube. Les données dans cette figure sont obtenues en utilisant la nouvelle méthode (voir Figure 5-2, étape 1) pour déterminer la vitesse du son corrigée.

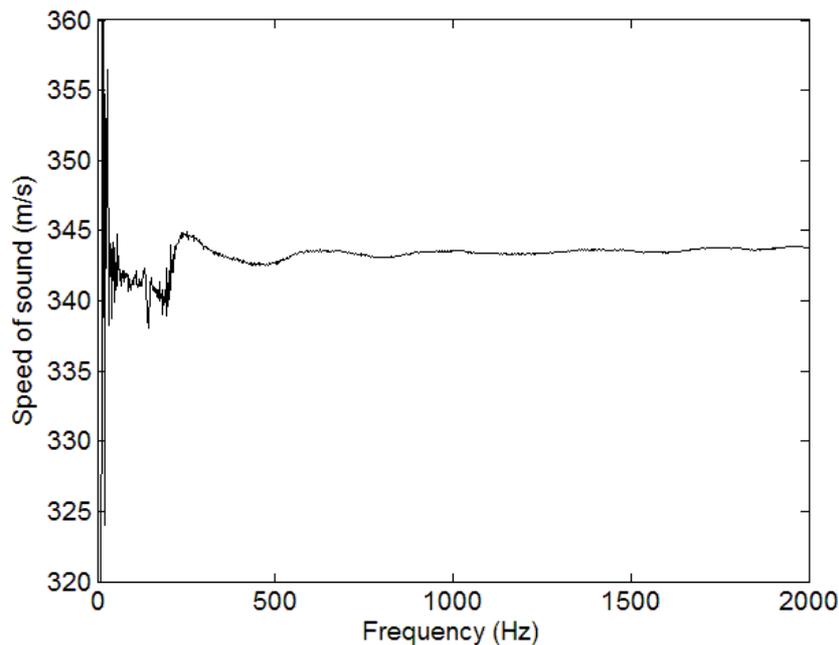


Figure 5-4 : Vitesse du son dans le tube calculé utilisant la nouvelle méthode. Convergence vers  $344 \text{ m.s}^{-1}$  à partir de la fréquence de 250 Hz.

Dans la bande de fréquence, on observe une stabilisation de la vitesse du son autour de  $344 \text{ m.s}^{-1}$ . Ce fait prouve qu'il est utile de mesurer la vitesse du son dans le tube au lieu de prendre sa valeur théorique de  $340 \text{ m.s}^{-1}$ . La limite de la méthode est vers la fréquence de 250 Hz ; cette fréquence est clairement visible sur la Figure 5-4. Cette limite dans les basses fréquences dépend de la taille du tube de Kundt  $f_{low} = c_0/2l$ , où  $l$  représente la longueur du tube. La méthode proposée prend en compte la correction de la vitesse du son comme une moyenne dans la gamme de fréquence de 250 Hz à 2000 Hz. A partir de l'expression théorique du nombre d'onde équation (5.9), l'algorithme développé est purement automatique. La technique de décomposition de l'onde est développée pour mesurer le coefficient de réflexion complexe et sera ensuite utilisée dans l'identification des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux.

### 5.3.2. Identification des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux : nouvelle formulation

Dans la partie précédente, nous avons présenté le principe de décomposition d'onde, dans le tube, en leurs composantes incidente et réfléchi à partir de multiples mesures de la pression acoustique. Cette technique utilise la méthode d'ajustement basée sur un modèle des moindres carrés telle que décrite dans la Figure 5-2. Cette décomposition d'onde permet la détermination du coefficient de réflexion complexe équation (3) à partir duquel les propriétés acoustiques telles que le coefficient d'absorption équation (5.4) et l'impédance acoustique équation (5.5) sont évalués.

A partir de ces quantités, on peut estimer les paramètres non-acoustiques du matériau absorbant. Ils existent plusieurs approches empiriques et théoriques pour modéliser le comportement acoustique des matériaux poreux. Dans cette partie, nous présenterons une nouvelle formulation basée sur le modèle de Johnson–Allard pour estimer ces paramètres non-acoustiques. Avant de présenter l'objectif de la nouvelle méthode considérée ici, ces théories fondamentales sont d'abord mises en place par la suite.

#### 5.3.2.1. Théories fondamentales de l'impédance acoustique

Supposons une propagation unidimensionnelle d'une onde linéaire le long de l'axe  $x$  du tube. Au-dessous de la fréquence de coupure, le champ acoustique à une section quelconque du tube est la somme d'ondes planes. Dans ce cas, la pression acoustique complexe  $P(x, \omega)$  et la vitesse particulaire associée  $V(x, \omega)$  du milieu dépendent seulement de la variable  $x$ . Physiquement, le scalaire de la vitesse  $V(x, \omega)$  en respectant le vecteur position  $\vec{x}$  est défini par  $\vec{V}(x, \omega) = V(x, \omega) \vec{x}$ . A partir de ces quantités, l'impédance acoustique dans une section droite à une position  $x$  du tube est donnée par la formule suivante :

$$Z(x, \omega) = P(x, \omega)/V(x, \omega) \quad (5.12)$$

Les composantes d'onde incidente et réfléchi peuvent être reliées à la vitesse acoustique de ces composantes d'onde et à l'impédance caractéristique du milieu. Comme la vitesse acoustique dépend de la direction de l'onde, l'onde incidente a une impédance caractéristique dans un fluide donnée est  $P_I(x, \omega) = Z_c(\omega) V_I(x, \omega)$ , et l'onde réfléchi a une impédance caractéristique opposée tel que  $P_R(x, \omega) = -Z_c(\omega) V_R(x, \omega)$ .

Tel que indiqué dans le livre de Allard (Allard, 1993), l'impédance acoustique à  $x + d$  peut être calculée à partir de la connaissance de l'impédance à  $x$ . Le transport de l'impédance de  $x$  à  $x + d$  peut être exprimé comme (voir Annexe B) :

$$Z(x + d, \omega) = Z_c(\omega) \frac{Z(x, \omega) \cotg(k_c(\omega)d) + jZ_c(\omega)}{jZ(x, \omega) + Z_c(\omega) \cotg(k_c(\omega)d)} \quad (5.13)$$

où  $k_c(\omega)$  et  $Z_c(\omega)$  sont le nombre d'onde et l'impédance caractéristique du milieu considéré. Les conditions aux limites à l'interface entre le fluide (1) avec une porosité  $\phi^{(1)}$  et le fluide (2) avec une porosité  $\phi^{(2)}$  assument la continuité de la pression acoustique et la conservation du flux total. A l'équilibre, la pression à la face droite et celle à la face gauche sont similaires  $P(x_{int}^-, \omega) = P(x_{int}^+, \omega)$ . Par conservation du flux total, le mouvement du fluide est relié aux vides dans le milieu tel que  $V(x_{int}^-, \omega) \phi^{(1)} = V(x_{int}^+, \omega) \phi^{(2)}$ .

Avec ces hypothèses, l'impédance à l'interface peut être exprimée par :

$$Z(x_{int}^+, \omega) = \frac{\phi^{(2)}}{\phi^{(1)}} Z(x_{int}^-, \omega) \quad (5.14)$$

où  $x_{int}^-$  et  $x_{int}^+$  sont les abscisses de la face gauche et la face droite à l'interface.

A partir des équations (5.13) et (5.14), on peut décrire l'impédance acoustique pour toute terminaison acoustique. Une couche d'un matériau poreux homogène est considéré dans le tube de Kundt de mesure, telle que l montrée dans la Figure 5-5. L'échantillon testé avec une épaisseur  $e$  est placé dans le tube d'impédance dont une face constitue une surface plane de référence  $x = 0$ , et l'autre face est alignée avec une terminaison rigide amovible. La terminaison rigide est déplacée afin de créer un espace arbitraire d'air d'épaisseur  $d$ . La configuration de l'échantillon testé dans le tube d'impédance permet la détermination de l'impédance caractéristique  $Z_c(\omega)$  et le nombre d'onde  $k_c(\omega)$  du matériau.

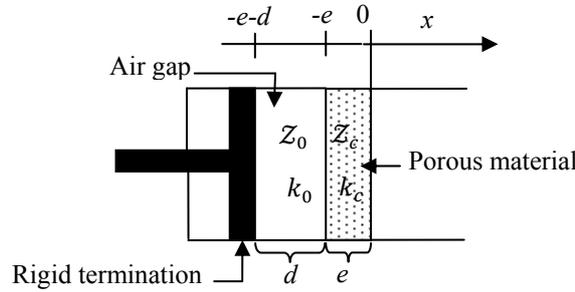


Figure 5-5 : Configuration de l'échantillon testé dans le tube de mesure de Kundt.

Il est assumé que la terminaison amovible est rigide et dense. En conséquence, la vitesse doit être nulle à la surface de la terminaison rigide,  $V(-e-d, \omega) = 0$ . Cette condition fait que l'impédance acoustique à cette surface est égale à l'infinie,  $Z(-e-d, \omega) = +\infty$ . En se basant sur l'équation (5.13), l'expression de l'impédance acoustique de la face derrière peut être dérivée comme :

$$Z(-e^-, \omega) = -jZ_0 \cotg(k(\omega)d) \quad (5.15)$$

Ici, le milieu est l'air ( $Z_0, k(\omega)$ ) où  $k(\omega)$  est connu par la nouvelle méthode (voir section précédente), et  $d$  est l'espace d'air. En utilisant l'équation (15), l'impédance acoustique sur la face droite à l'interface entre la face derrière l'échantillon et le fluide environnant est donnée par :

$$Z(-e^+, \omega) = -j\phi Z_0 \cotg(k(\omega)d) \quad (5.16)$$

avec  $\phi^{(2)} = \phi$  est la porosité du matériau poreux, et  $\phi^{(1)} = 1$  est la porosité de l'air. Ensuite, on transporte cette impédance à la surface du matériau poreux à  $x = 0$  :

$$\begin{aligned} Z(0^-, \omega) &= Z_c(\omega) \frac{Z(-e^+, \omega) \cotg(k_c(\omega)e) + jZ_c(\omega)}{jZ(-e^+, \omega) + Z_c(\omega) \cotg(k_c(\omega)e)} \\ &= Z_c(\omega) \frac{-j\phi Z_0 \cotg(k(\omega)d) \cotg(k_c(\omega)e) + jZ_c(\omega)}{\phi Z_0 \cotg(k(\omega)d) + Z_c(\omega) \cotg(k_c(\omega)e)} \end{aligned} \quad (5.17)$$

L'expression de l'impédance de surface  $Z_s(\omega)$  liée aux caractéristiques acoustiques du matériau poreux peut être écrite sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} Z_s(\omega) &= Z(0^+, \omega) = \frac{Z(0^-, \omega)}{\phi} \\ &= j \frac{Z_c(\omega)}{\phi} \frac{Z_c(\omega) - j\phi Z_0 \cot g(k(\omega)d) \cot g(k_c(\omega)e)}{Z_c(\omega) \cot g(k_c(\omega)e) + \phi Z_0 \cot g(k(\omega)d)} \end{aligned} \quad (5.18)$$

Le nombre d'onde et l'impédance caractéristique du matériau poreux peuvent ensuite être obtenus à partir de l'impédance mesurée, déterminée par l'algorithme développé Figure 5-2, et l'impédance théorique équation (5.18). Ces quantités sont utilisées dans la partie suivante dans l'évaluation des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux.

### 5.3.2.2. Modèle analytique pour l'identification des paramètres

Un matériau poreux rigide caractérisé par la présence d'un squelette rigide et un fluide contenu dans les pores est considéré comme un fluide équivalent. Le comportement acoustique du matériau poreux rigide peut être modélisé par l'introduction de deux fonctions : module de compressibilité dynamique  $K_c(\omega)$  et densité dynamique  $\rho_c(\omega)$ . Les équations de base du modèle fluide équivalent décrites dans le domaine fréquentiel pour une propagation unidimensionnelle de l'onde acoustique (Allard, 1993 ; Fellah et al., 2005) sont données par :

$$j\omega\rho_c(\omega)\langle V \rangle = -\frac{\partial P}{\partial x}, \quad \frac{j\omega P}{K_c(\omega)} = -\langle \nabla V \rangle \quad (5.19)$$

où  $\langle V \rangle$  est la moyenne de la vitesse particulaire sur la section droite du tube, et  $P$  est la pression acoustique. La première équation est l'équation de Newton, et la deuxième relie les effets visqueux et thermiques. Par analogie avec les relations à partir de l'acoustique linéaire, la dépendance en fréquence de l'impédance caractéristique en fonction du module de compressibilité et de la densité dynamique est définie par :

$$Z_c(\omega) = \sqrt{\rho_c(\omega)K_c(\omega)} \quad (5.20)$$

et le nombre d'onde

$$k_c(\omega) = \omega\sqrt{\rho_c(\omega)/K_c(\omega)} \quad (5.21)$$

Le modèle généralement utilisé pour décrire les propriétés acoustiques des matériaux poreux comportant six paramètres non-acoustiques tenant en compte les effets de couplage visqueux et inertiel entre le squelette solide et l'air dans les pores dans la description du module de compressibilité dynamique et de la densité dynamique est le modèle de Johnson–Allard (Allard et al., 1986 ; Johnson et al., 1987) :

$$\rho_c(\omega) = \rho_0\alpha_\infty \left( 1 - j \frac{\omega_0}{\omega} G(\omega) \right) \quad (5.22)$$

avec

$$G(\omega) = \left( 1 + j \frac{\omega}{\omega_0} M \right)^{1/2} \quad (5.23)$$

$$K_c(\omega) = \frac{\lambda P_0}{\lambda - \frac{\lambda - 1}{1 - j \frac{\omega'_0}{\omega} G'(\omega)}} \quad (5.24)$$

avec

$$G'(\omega) = \left(1 + j \frac{\omega}{\omega'_0} M'\right)^{\frac{1}{2}} \quad (5.25)$$

où  $P_0$  est la pression atmosphérique,  $\alpha_\infty$  est la tortuosité géométrique,  $\rho_0$  est la densité de l'air,  $\lambda$  est le ratio de chaleur spécifique, et  $\omega = 2\pi f$  est la pulsation angulaire. L'équation (5.23), la quantité  $G(\omega)$  représente la dépendance en fréquence des effets visqueux est reliée au facteur de forme de perméabilité visqueux  $M$  et la pulsation caractéristique visqueuse  $\omega_0$  donné par :

$$M = \frac{8\alpha_\infty \eta}{\phi \sigma \Lambda^2} \quad (5.26)$$

avec

$$\Lambda = s \left( \frac{8\alpha_\infty \eta}{\phi \sigma} \right)^{1/2} \quad (5.27)$$

$$\omega_0 = \frac{\phi \sigma}{\rho_0 \alpha_\infty} \quad (5.28)$$

où  $\sigma$  est la résistivité,  $\eta$  est le coefficient de viscosité dynamique,  $\phi$  est la porosité,  $\Lambda$  est la longueur caractéristique visqueuse liée au facteur forme de viscosité  $s$ . Tel que indiqué par Allard (Allard, 1993), les échanges thermiques avec le squelette modifient le module de compressibilité  $K_c(\omega)$ . L'équation (5.25), la quantité  $G'(\omega)$  représentant les effets thermiques dans les pores est liée au facteur forme de perméabilité thermique  $M'$  ( $= 1$  dans le modèle Johnson–Allard) et à la pulsation caractéristique thermique  $\omega'_0$  donnée par :

$$\omega'_0 = \frac{8\eta}{\rho_0 P_r \Lambda'^2 M'} \quad (5.29)$$

avec

$$\Lambda' = s' \left( \frac{8\alpha_\infty \eta}{\phi \sigma} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (5.30)$$

où  $P_r$  est le nombre de Prandtl,  $\Lambda'$  est la longueur caractéristique thermique liée au facteur de forme thermique  $s'$ . Les expressions dans les équations (5.22) et (5.24) décrivent les échanges visqueux et thermiques entre le fluide et le squelette qui sont responsable de l'amortissement du son dans le matériau absorbant. Selon ce modèle tenant en compte le facteur forme de perméabilité thermique, il y a six paramètres non-acoustiques ( $\sigma, \phi, \alpha_\infty, s, s', M'$ ) déterminant le module de compressibilité et de la densité dynamique.

Le modèle nécessite la connaissance des six paramètres non-acoustiques. Ces paramètres peuvent être déterminés à partir de la connaissance précise de l'impédance caractéristique et du nombre d'onde. Les quantités  $Z_c(\omega)$  et  $k_c(\omega)$  peuvent être déterminées à partir des l'impédance de surface mesurée en utilisant l'équation (5.18).

Le système de deux équations (5.20) et (5.21) basé sur les équations (5.22) et (5.24) du modèle Johnson–Allard sont fonctions de six paramètres non-acoustiques inconnus. D’où, il est préférable de conduire la mesure pour six espaces d’air différents  $d$  donnant six coefficients de réflexion différents  $r(\omega)$ , et également six impédances de surface différentes  $Z_s(\omega)$ . Cette condition est utilisée pour avoir une meilleure évaluation de l’impédance caractéristique et du nombre d’onde à partir de six impédances de surface mesurées utilisant un modèle d’ajustement basé sur la méthode des moindres carrés.

Pour chaque espace d’air, on obtient le coefficient de réflexion et l’impédance de surface correspondants :

$$(d_i, r_i(\omega)) \rightarrow (d_i, Z_{s,i}(\omega)), \quad i = 1, \dots, 6 \quad (5.31)$$

Dans l’équation (5.18), l’impédance de surface peut être déterminée à partir de la connaissance des caractéristiques du matériau poreux et des conditions géométriques :  $(Z_c(\omega), k_c(\omega), e, d) \rightarrow Z_s(\omega)$ . Inversant ce problème, on obtient :  $(Z_s(\omega), e, d) \rightarrow (Z_c(\omega), k_c(\omega))$ . Notant  $\left(\frac{Z_c(\omega)}{\phi}\right)^2$  par  $A(\omega)$  et  $\frac{Z_c(\omega)}{\phi} \cot(k_c(\omega)e)$  par  $B(\omega)$ :

$$\begin{cases} A(\omega) = \left(\frac{Z_c(\omega)}{\phi}\right)^2 \\ B(\omega) = \frac{Z_c(\omega)}{\phi} \cot(k_c(\omega)e) \end{cases} \quad (5.32)$$

On définit l’impédance de l’air dans les cavités de longueurs  $d_i$

$$C_i(\omega) = -jZ_0 \cot(k(\omega)d_i) \quad (5.33)$$

où  $k(\omega)$  est le nombre d’onde dans le tube calculé par la nouvelle méthode (voir Figure 5–2). L’expression de l’impédance de surface peut être écrite sous la forme suivante :

$$Z_{s,i}(\omega) = \frac{jA(\omega) + B(\omega)C_i(\omega)}{B(\omega) + jC_i(\omega)}, \quad i = 1, \dots, 6 \quad (5.34)$$

Pour chaque valeur de fréquence, les quantités  $A(\omega)$  et  $B(\omega)$  sont données par le vecteur  $\mathbf{x}$  dans le système matriciel de la forme  $\mathbf{A} \mathbf{x} = \mathbf{b}$  :

$$\begin{bmatrix} 1 & j(Z_{s,1}(\omega) - C_1(\omega)) \\ 1 & j(Z_{s,2}(\omega) - C_2(\omega)) \\ 1 & j(Z_{s,3}(\omega) - C_3(\omega)) \\ 1 & j(Z_{s,4}(\omega) - C_4(\omega)) \\ 1 & j(Z_{s,5}(\omega) - C_5(\omega)) \\ 1 & j(Z_{s,6}(\omega) - C_6(\omega)) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A(\omega) \\ B(\omega) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Z_{s,1}(\omega)C_1(\omega) \\ Z_{s,2}(\omega)C_2(\omega) \\ Z_{s,3}(\omega)C_3(\omega) \\ Z_{s,4}(\omega)C_4(\omega) \\ Z_{s,5}(\omega)C_5(\omega) \\ Z_{s,6}(\omega)C_6(\omega) \end{bmatrix} \quad (5.35)$$

où les éléments du vecteur  $\mathbf{b}$  et de la matrice  $\mathbf{A}$  sont, généralement, fonctions de la fréquence. Dans le but de résoudre le système d’équation (5.35), le vecteur solutions  $\{A(\omega) B(\omega)\}^t$  est déterminé utilisant la méthode des moindres carrés.

Une fois  $\{A(\omega)B(\omega)\}^t$  est déterminé, la dépendance en fréquence de l'impédance caractéristique et le nombre d'onde de l'échantillon poreux sont obtenus par les expressions suivantes :

$$\begin{cases} \frac{Z_c(\omega)}{\phi} = (A(\omega))^{1/2} \\ \cot(k_c(\omega)e) = \frac{B(\omega)}{(A(\omega))^{1/2}} \end{cases} \quad (5.36)$$

Les solutions, équation (5.36), liées à l'impédance caractéristique, au nombre d'onde et à la porosité avec les données de mesure de l'impédance de surface du matériau poreux. Pour trouver le nombre d'onde caractéristique à partir de l'équation (5.36), on procède à l'inversion  $k_c(\omega) = \frac{1}{e} \operatorname{acot}\left(\frac{B(\omega)}{(A(\omega))^{1/2}}\right)$ . Déterminant le nombre d'onde caractéristique, une discontinuité peut être apparaître dans le nombre d'onde calculé à la fréquence correspondante. Ce problème est résolu, en premier lieu, par détection des discontinuités, et ensuite par addition de  $\pi/e$  aux fréquences correspondantes, où  $e$  est l'épaisseur de l'échantillon poreux.

La constante de propagation du son et l'amortissement d'onde sonore dans le matériau poreux peuvent être déterminés à partir du nombre d'onde caractéristique tel que :

$$c_c(\omega) = \omega / \Re(k_c(\omega)) \quad (5.37)$$

$$\gamma_c(\omega) = \Im(k_c(\omega)) / \Re(k_c(\omega)) \quad (5.38)$$

Deux fonctions utilisées pour caractériser le matériau poreux sont le module de compressibilité dynamique  $K_c(\omega)$  et la densité dynamique  $\rho_c(\omega)$ . Puisque la mesure directe de  $K_c(\omega)$  et  $\rho_c(\omega)$  est très difficile, une estimation directe de ces fonctions peuvent être réalisée à travers l'estimation de l'impédance caractéristique  $Z_c(\omega)$  et le nombre d'onde caractéristique  $k_c(\omega)$ . Par inversion des équations (5.20) et (5.21) tenant en compte les quantités évaluées dans l'équation (5.36), on peut ainsi calculer les quantités  $\left(\frac{\rho_c(\omega)}{\phi}, \frac{K_c(\omega)}{\phi}\right)$  définient par :

$$\frac{\rho_c(\omega)}{\phi} = \frac{Z_c(\omega) k_c(\omega)}{\phi \omega} \quad (5.39)$$

$$\frac{K_c(\omega)}{\phi} = \frac{Z_c(\omega) \omega}{\phi k_c(\omega)} \quad (5.40)$$

Le nouveau modèle présenté dans cette partie peut être divisé en trois types de modèles : modèle absorption acoustique, modèle impédance – nombre d'onde, et modèle densité – module de compressibilité. A partir des coefficients de réflexion mesurés pour les six espaces d'air, on obtient six coefficients d'absorption acoustique  $\{d_i, \alpha_i(\omega)\}, i = 1, \dots, 6$ . Utilisant l'équation (5.18), l'impédance caractéristique et le nombre d'onde peuvent être dérivés à partir des six impédances de surface  $\left\{\frac{Z_c(\omega)}{\phi}, c_c(\omega), \gamma_c(\omega)\right\}$ . A partir de ces quantités, on peut dériver la densité dynamique et le module de compressibilité du matériau poreux assimilé à un fluide équivalent  $\left\{\frac{\rho_c(\omega)}{\phi}, \frac{K_c(\omega)}{\phi}\right\}$ .

### 5.3.2.1. Méthode six – microphone

Mesurant le coefficient de réflexion par la nouvelle méthode développée précédemment, cela permet la détermination des quantités acoustiques telles que le coefficient d'absorption acoustique, l'impédance caractéristique, le nombre d'onde, la densité dynamique et le module de compressibilité dynamique dans la bande de fréquence d'intérêt. Pour les six espaces d'air « air gap », on a :

$$36 \text{ acoustic pressure measurements} \rightarrow \begin{cases} \tilde{\alpha}_1(\omega), \tilde{\alpha}_2(\omega), \tilde{\alpha}_3(\omega), \tilde{\alpha}_4(\omega), \tilde{\alpha}_5(\omega), \tilde{\alpha}_6(\omega) \\ \frac{\tilde{Z}_c(\omega)}{\phi}, \tilde{c}_c(\omega), \tilde{\gamma}_c(\omega) \\ \frac{\tilde{\rho}_c(\omega)}{\phi}, \frac{\tilde{K}_c(\omega)}{\phi} \end{cases}$$

(6 microphones × 6 air gaps)

D'autre part, modélisant le matériau poreux comme un fluide équivalent utilisant le modèle de Johnson–Allard pour donner les expressions analytiques des quantités expérimentales correspondantes qui sont dépendantes des six paramètres non-acoustiques inconnus :

$$(\sigma, \phi, \alpha_{\infty}, S, S', M') \rightarrow \begin{cases} \alpha_1(\omega), \alpha_2(\omega), \alpha_3(\omega), \alpha_4(\omega), \alpha_5(\omega), \alpha_6(\omega) \\ \frac{Z_c(\omega)}{\phi}, c_c(\omega), \gamma_c(\omega) \\ \frac{\rho_c(\omega)}{\phi}, \frac{K_c(\omega)}{\phi} \end{cases}$$

Le modèle d'absorption acoustique est la minimisation de six erreurs entre les coefficients d'absorption dérivés à partir du modèle de Johnson–Allard et les données expérimentales obtenues par la nouvelle méthode de mesure. Egalement, le modèle impédance – nombre d'onde est dérivé par minimisation de trois erreurs entre les expressions du modèle développé et les résultats expérimentaux. Finalement, le modèle densité – module de compressibilité est la minimisation de deux erreurs dérivées à partir du modèle et les expériences. Alors, la procédure d'identification des six paramètres non-acoustiques a donnée onze fonctions.

La présente étude est réalisée pour prouver que le nouveau modèle pour estimer les six paramètres non-acoustiques en utilisant la méthode de mesure également développée. En réalisant les essais expérimentaux, un problème pour l'estimation de ces paramètres inconnus est simplement défini dans le sens des moindres carrés comme une minimisation des fonctions d'évaluation dont elles décrites par les erreurs entre la théorie et la mesure de chaque quantité. On définit des facteurs appelés, scaling factors pour chaque fonction d'évaluation. Comme les quantités acoustiques sont des valeurs complexes, les facteur d'échelle sont choisis d'être la partie réelle de la quantité mesurée à la limite de la bande de fréquence ( $f_2 = 2000 \text{ Hz}, \omega_2 = 2\pi f_2$ ). Le Tableau 5-1 résume les facteurs d'échelle pour chaque fonction d'évaluation.

Tableau 5-1 : Facteurs d'échelle des fonctions d'évaluation du modèle développé

Quantité	$\alpha$ (-)	$\frac{Z_c}{\phi}$ (Pa s m <sup>-2</sup> )	$c_c$ (m s <sup>-1</sup> )	$\gamma_c$ (-)	$\frac{\rho_c}{\phi}$ (kg m <sup>-3</sup> )	$\frac{K_c}{\phi}$ (Pa)
Scaling factor	1	$\Re\left(\frac{\tilde{Z}_c}{\phi}(\omega_2)\right)$	$\tilde{c}_c(\omega_2)$	1	$\Re\left(\frac{\tilde{\rho}_c}{\phi}(\omega_2)\right)$	$\Re\left(\frac{\tilde{K}_c}{\phi}(\omega_2)\right)$

Les moindres carrés estiment les paramètres non-acoustiques du modèle sont les minima des fonctions d'évaluations suivantes :

$$\varepsilon_i = \frac{1}{\Delta\omega} \int_{\omega_1}^{\omega_2} (\tilde{\alpha}_i(\omega) - \alpha_i(\omega))^2 d\omega \quad i = 1, \dots, 6 \quad (5.41)$$

$$\varepsilon_7 = \frac{1}{\left[ \Re \left( \frac{\tilde{Z}_c}{\phi}(\omega_2) \right) \right]^2} \frac{1}{\Delta\omega} \int_{\omega_1}^{\omega_2} \left| \frac{\tilde{Z}_c}{\phi}(\omega) - \frac{Z_c}{\phi}(\omega) \right|^2 d\omega \quad (5.42)$$

$$\varepsilon_8 = \frac{1}{[\tilde{c}_c(\omega_2)]^2} \frac{1}{\Delta\omega} \int_{\omega_1}^{\omega_2} (\tilde{c}_c(\omega) - c_c(\omega))^2 d\omega \quad (5.43)$$

$$\varepsilon_9 = \frac{1}{\Delta\omega} \int_{\omega_1}^{\omega_2} (\tilde{\gamma}_c(\omega) - \gamma_c(\omega))^2 d\omega \quad (5.44)$$

$$\varepsilon_{10} = \frac{1}{\left[ \Re \left( \frac{\tilde{\rho}_c}{\phi}(\omega_2) \right) \right]^2} \frac{1}{\Delta\omega} \int_{\omega_1}^{\omega_2} \left| \frac{\tilde{\rho}_c}{\phi}(\omega) - \frac{\rho_c}{\phi}(\omega) \right|^2 d\omega \quad (5.45)$$

$$\varepsilon_{11} = \frac{1}{\left[ \Re \left( \frac{\tilde{K}_c}{\phi}(\omega_2) \right) \right]^2} \frac{1}{\Delta\omega} \int_{\omega_1}^{\omega_2} \left| \frac{\tilde{K}_c}{\phi}(\omega) - \frac{K_c}{\phi}(\omega) \right|^2 d\omega \quad (5.46)$$

La bande de fréquence est choisie de  $f_1 = 250 \text{ Hz}$  ( $\omega_1 = 2\pi f_1$ ), au-delà de la fréquence limitée en basses fréquences, à  $f_2 = 2000 \text{ Hz}$ . Trois erreurs partielles sont créées correspondantes à chaque modélisation, modèle absorption acoustique  $\varepsilon_{(I)}$ , modèle impédance – nombre d'onde  $\varepsilon_{(II)}$ , et modèle densité – module de compressibilité  $\varepsilon_{(III)}$  :

$$\varepsilon_{(I)} = \left[ \frac{1}{6} \sum_{i=1}^6 \varepsilon_i \right]^{1/2} \quad (5.47)$$

$$\varepsilon_{(II)} = \left[ \frac{1}{3} (\varepsilon_7 + \varepsilon_8 + \varepsilon_9) \right]^{1/2} \quad (5.48)$$

$$\varepsilon_{(III)} = \left[ \frac{1}{2} (\varepsilon_{10} + \varepsilon_{11}) \right]^{1/2} \quad (5.49)$$

Une fonction d'évaluation combine les erreurs de chaque modélisation qui est une somme de toutes les erreurs partielles. On écrit ainsi :

$$\varepsilon_G = \varepsilon_{(I)} + \varepsilon_{(II)} + \varepsilon_{(III)} \quad (5.50)$$

Ici, la fonction objective à minimiser  $\varepsilon_G$  est fortement non-linéaire qui est une fonction des six paramètres non-acoustiques inconnus représentant les variables de décision à estimer ( $\sigma, \phi, \alpha_\infty, s, s', M'$ ). Le problème d'estimation en considérant le modèle de prédiction de Johnson–Allard devient plus complexe à cause de la non-linéarité de la fonction objective.

Physiquement vérifié, la longueur caractéristique thermique est supérieure à la longueur caractéristique visqueuse,  $\Lambda' \geq \Lambda$ . Le meilleur candidat est la solution minimisant l'erreur globale  $\varepsilon_G$  sans violation des contraintes physiques dans l'espace de recherche  $S$  défini par leurs limites inférieur et supérieur. Le problème inverse pour trouver les six paramètres non-acoustiques avec une contrainte non-linéaire peut être formulé comme :

$$\begin{aligned}
 & \text{Find:} && (\sigma, \phi, \alpha_\infty, s, s', M') \\
 & \text{Minimize:} && \varepsilon_G \\
 & \text{subjected to:} && s' \left( \frac{8\alpha_\infty \eta}{\phi \sigma} \right)^{1/2} \geq s \left( \frac{8\alpha_\infty \eta}{\phi \sigma} \right)^{1/2} \\
 & && (\sigma, \phi, \alpha_\infty, s, s', M') \in S \subset \mathcal{R}
 \end{aligned} \tag{5.51}$$

Utilisant la fonction erreur globale,  $\varepsilon_G$ , comme une fonction objective à minimiser au lieu des erreurs partielles, un problème d'optimisation multi-objective est réduit à un problème optimisation mono-objective par couplage de trois modèles acoustiques (absorption acoustique  $\varepsilon_I$ , impédance – nombre d'onde  $\varepsilon_{II}$ , densité – module de compressibilité,  $\varepsilon_{III}$ ). Pour le problème d'optimisation avec contraintes, la méthode itérative peut être appropriée pour trouver la solution minimale globale satisfaisant les contraintes, en mode itératif, en variant les paramètres inconnus afin de minimiser l'erreur entre la réponse mesurée et celle prédite donnée par le modèle utilisé. La distribution en fréquence des propriétés acoustiques des matériaux poreux est obtenue à partir des mesures de la pression acoustique pour six espaces d'air différents tel que montré dans la méthode développé pour cette fin (voir section précédente). Autres caractéristiques expérimentales telles que l'impédance caractéristique, nombre d'onde, densité dynamique et module de compressibilité dynamique sont données par les équations (5.36), (5.39) et (5.40). Ces données sont utilisées pour estimer les valeurs optimisées du vecteur paramètres non-acoustiques  $(\sigma, \phi, \alpha_\infty, s, s', M')$  par résolution du problème d'optimisation mono-objective.

Dans le cas présent, il y a deux types de contraintes : contrainte physique et contrainte limites inférieure / supérieure. Le domaine de recherche,  $S$ , dans lequel les limites sont appliquées valable pour la plupart des matériaux poreux. Les limites inférieure / supérieure de l'espace de recherche pour les six paramètres non-acoustiques sont listées dans le Tableau 5-2. Une méthode inverse basée sur une stratégie d'optimisation mono-objective est développée et implémentée sous langage MATLAB afin de quantifier les paramètres non-acoustiques des matériaux poreux à l'aide d'une méthode itérative. Dans la présente étude, l'algorithme DIRECT (Bjrkman and Holmstrm, 1999) a été mis en place dans le modèle inverse pour chercher la solution optimale globale basée sur la méthode itérative pour un problème d'optimisation avec contraintes.

Tableau 5-2 : Espace de recherche  $S$  : limites Inf. / Sup. Problème d'optimisation avec contraintes

Paramètre	$\sigma (Pa \cdot s \cdot m^{-2})$	$\phi$	$\alpha_\infty$	$s$	$s'$	$M'$
Limite Inf.	$5 \times 10^2$	0.1	1	0.1	0.1	1
Limite Sup.	$2 \times 10^5$	1	10	10	10	100

---

## 5.4. Résultats et discussions

---

Dans cette partie, un dispositif de tube de Kundt est utilisé de manière à mesurer les pressions acoustiques des matériaux poreux utilisés dans l'acoustique. L'évaluation des propriétés acoustiques en termes de coefficient de réflexion en incidence normale se basera sur la nouvelle méthode développée dans la section précédente. L'identification des paramètres non-acoustiques de matériaux poreux est réalisée par la méthode inverse en utilisant un modèle d'optimisation mono-objective avec contraintes. De plus, il s'agit d'une approche originale basée sur un couplage de trois modèles acoustiques ; absorption acoustique, impédance – nombre d'onde et densité – module de compressibilité.

Les résultats présentés, dans ce qui suit, sont essentiellement obtenus à partir des essais en tube de Kundt et de l'identification à partir du modèle numérique sur des matériaux granulaires d'origines polymères. Egaleme nt, cette technique de quantification des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux sera appliquée sur des mousses relativement rigides et les résultats seront ensuite comparés avec d'autres méthodes d'identification.

### 5.4.1. Matériaux

Les paramètres non-acoustiques sont estimés pour différents matériaux granulaires polymères et mousses. Les échantillons des matériaux poreux utilisés dans l'expérience sont listés dans le Tableau 5-3. L'échantillon S1 est les poudrettes de pneus recyclés (GTR) dont la taille moyenne des grains est d'environ 300  $\mu\text{m}$ . L'échantillon S2 a été préparé par extrusion du mélange (60% GTR + 40% Ethylène Vinyle Acétate) et ensuite découpé en grains de diamètre moyen de 3 mm. Avec une procédure similaire, l'échantillon S3 a été préparé à partir d'un mélange de 60% GTR et 40% de Polystyrène pour ensuite obtenir un granulé avec une taille moyenne des grains est de 2 mm. Le polyuréthane recyclé est réduit en particules moyennes ayant une forme prismatique qui constitue l'échantillon S4. L'échantillon S5 est une mousse en polystyrène et l'échantillon S6 est une mousse fibreuse de faible densité. La Figure 5-6 reporte les images des mousses testées. En général, les matériaux granulaires et les mousses utilisés dans cette analyse sont considérés comme un matériau poreux avec un squelette rigide modélisé comme étant un fluide équivalent est satisfaisant dans la prédiction de son comportement acoustique.

Tableau 5-3 : Propriétés des matériaux testés

Sample	Densité ( $\text{kg.m}^{-3}$ )	Diamètre $D(\text{mm})$	Epaisseur $e(\text{mm})$
S1	340	100	25
S2	364	100	25
S3	406	100	25
S4	587	100	25
S5	46	100	25
S6	47	100	22



a)



b)

Figure 5-6 : Photographie des mousses testées : a) échantillon S5, b) échantillon S6

### 5.4.2. Dispositif expérimental

Les mesures des propriétés acoustiques sont réalisées en utilisant notre méthode développée précédemment, dans une bande de fréquence entre 50 Hz et 2000 Hz. Le tube de Kundt large avec un diamètre intérieur de 100 mm est utilisé. L'amplitude de pression et la phase relative (relative au signal d'entrée) sont mesurées dans un tube d'impédance de type B&K 4206 avec des microphones de pression acoustique de type 4187. Un Analyseur Brüel & Kjaer PULSE type 3560C est utilisé afin de générer un signal aléatoire pour exciter la source et collecter les données pour tous les microphones permettant d'obtenir une information détaillée sur la distribution en fréquence de la pression mesurée ainsi que la cohérence des signaux. La bande de fréquence utile dépend des dimensions du tube de Kundt (le diamètre). Ici, la bande de fréquence valide dont la limite supérieure des essais est déterminée environ 2000 Hz avec un diamètre du tube de  $D = 100$  mm.

Pour les matériaux granulaires, le tube de Kundt est monté dans une position verticale permettant une installation simple des grains sans recourir à un montage spécifique. Les matériaux granulaires sont placés contre une grille acoustiquement transparente pour permettre de bonnes mesures. Pour les mousses poreuses, l'appareil est installé en position horizontale habituelle, Figure 5-7. Dans le but de calculer les propriétés acoustiques de l'échantillon testé par notre méthode, les expériences sont faites pour mesurer les distributions de pressions acoustiques.

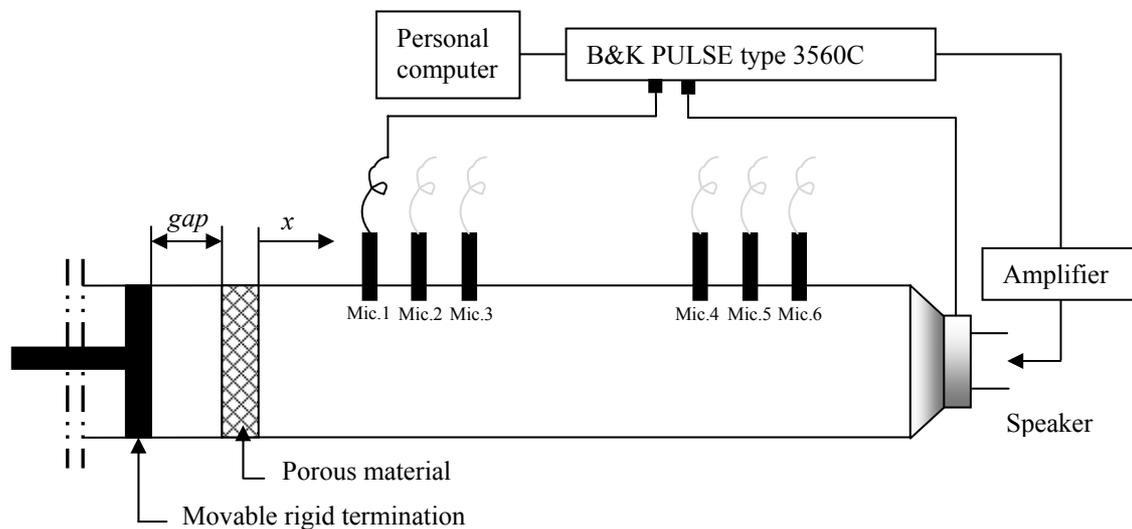


Figure 5-7 : Une coupe de l'appareil expérimental (B & K type 4206) utilisé pour mesurer le champ de pression acoustique. La mesure est effectuée à six positions du microphone : la distance entre la surface de l'échantillon et la position du microphone  $x = \{100,150,200,550,600,650\}$  (mm), et le diamètre du tube  $D = 100$  mm.

### 5.4.3. Estimation des paramètres non-acoustiques

Notre méthode d'estimation procède en quatre étapes. La première étape consiste à mesurer les pressions acoustiques à six positions du microphone pour six espaces d'air différents. A partir de ces données expérimentales, les impédances de surface et les absorptions acoustiques sont calculés utilisant la nouvelle méthode. Dans la seconde étape, l'impédance caractéristique ainsi que le nombre d'onde de l'échantillon poreux sont obtenus utilisant l'équation (5.36). Ensuite, la densité dynamique et le module de compressibilité dynamique sont calculés à partir de l'impédance caractéristique et le nombre d'onde en utilisant les équations (5.39) et (5.40). Finalement, les paramètres non-acoustiques sont déterminés en appliquant la stratégie de modélisation inverse en utilisant un algorithme d'optimisation globale. La solution numérique de l'équation (5.51) donne les valeurs réelles des paramètres : résistivité, porosité, tortuosité, longueurs caractéristiques thermique et visqueuse, et le facteur de forme de perméabilité thermique. Il est à noter que l'optimisation mono-objective est implémentée pour résoudre un problème inverse à l'aide d'une méthode itérative qui nécessite plusieurs itérations.

La précision de cette technique est vérifiée en comparaison des résultats prédits avec les expériences. Les Figures 5-8 à 5-13 présentent la validation du modèle en termes des coefficients d'absorption, nombre d'onde, impédance caractéristique, densité dynamique et module de compressibilité pour les matériaux testés.

Les résultats indiquent que les prédictions montrent un excellent agrément avec les mesures, donc les prédictions des paramètres non-acoustiques sont jugées suffisamment précises. Les paramètres non-acoustiques prédits des échantillons testés utilisés dans cette étude sont listés dans le Tableau 5-4. Les deux longueurs caractéristiques sont calculées utilisant les équations (5.27) et (5.30).

Tableau 5-4 : Paramètres non-acoustiques prédits des échantillons testés en utilisant notre méthode

Echantillon	S1	S2	S3	S4	S5	S6
$\sigma (Pa s m^{-2})$	122,417	13,225	14,867	19,520	9,394	17,422
$\phi$	0.95	0.73	0.73	0.63	0.97	0.99
$\alpha_{\infty}$	2.44	1.14	1.00	1.00	1.92	1.09
$s$	3.28	0.53	0.35	0.41	0.65	0.47
$s'$	4.91	4.99	4.99	4.99	1.02	0.64
$M'$	29.46	29.94	29.98	29.94	3.17	1.14
Longueurs caractéristiques						
$\Lambda (\mu m)$	181.29	69.49	40.54	44.61	113.85	45.08
$\Lambda' (\mu m)$	271.38	654.3	577.97	542.96	178.66	61.39

## 5.4. Résultats et discussions

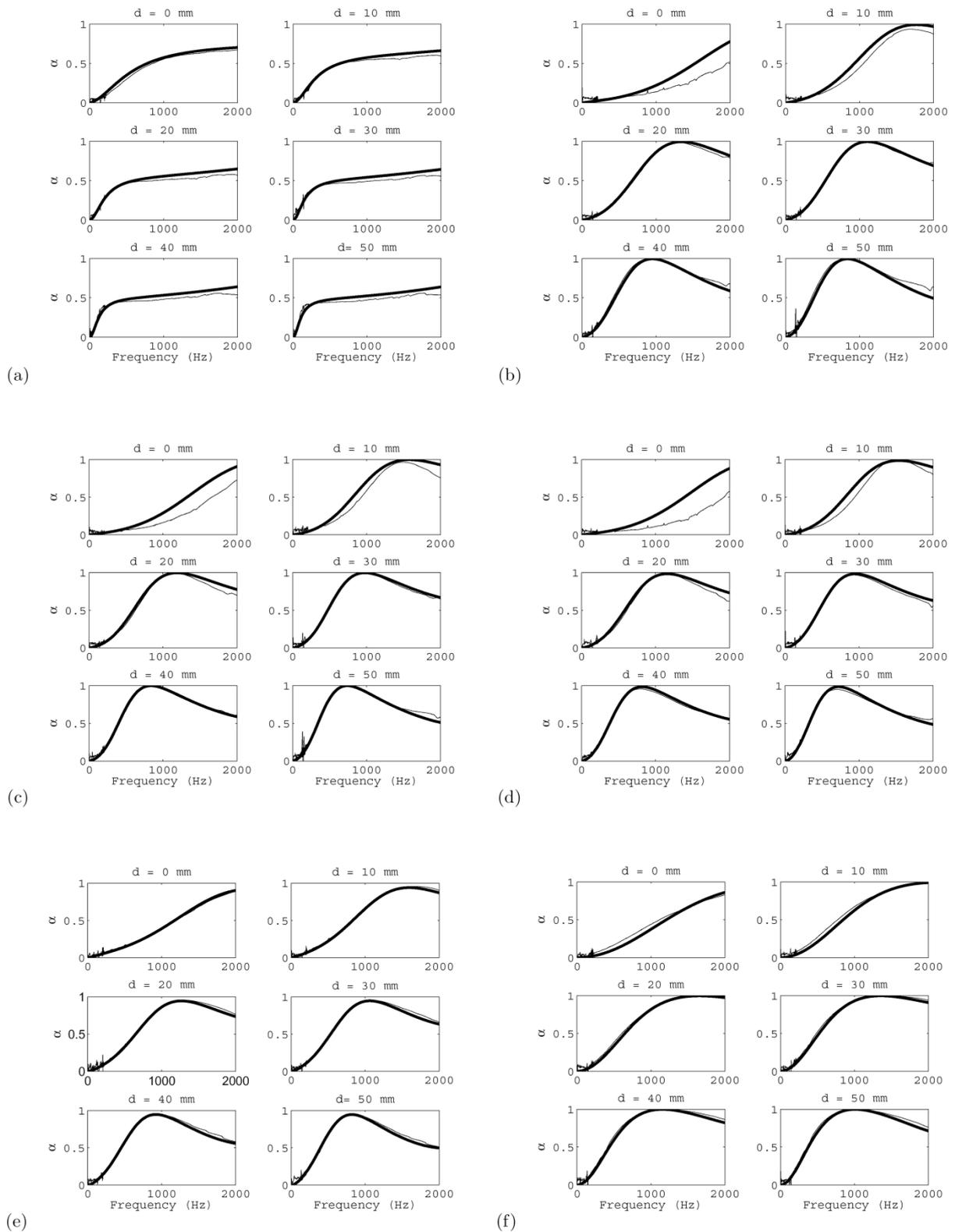


Figure 5-8 : Comparaison entre l'absorption acoustique mesurée (—) avec celle prédite (---) dans une bande de fréquence jusqu'à 2000 Hz : (a) GTR S1, (b) particules de compound S2, (c) particules de compound rigide S3, (d) grains de polyuréthane recyclé S4, (e) mousse poreuse S5, et (f) mousse fibreuse S6.

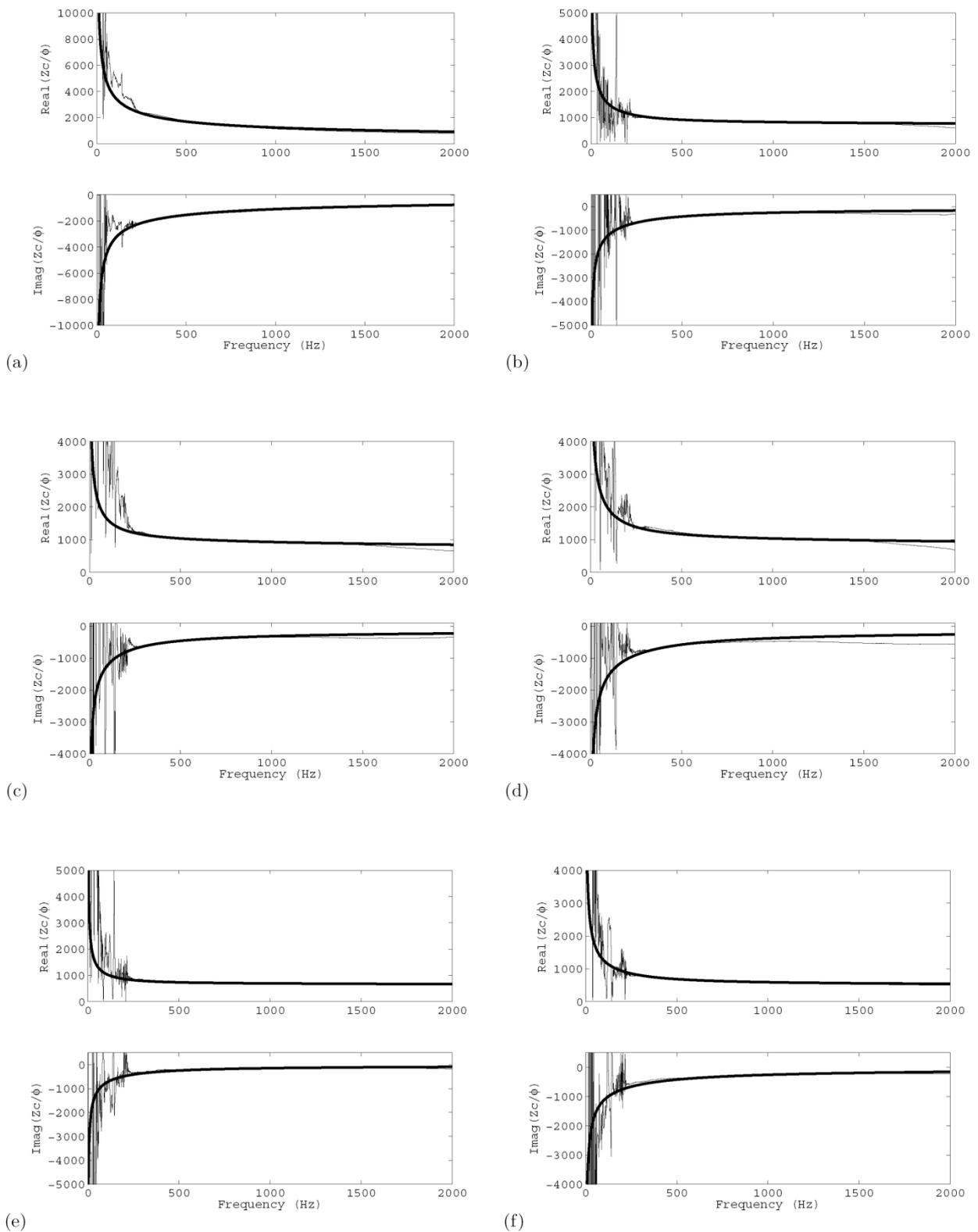


Figure 5-9 : Comparaison entre l'impédance caractéristique mesurée ( — ) avec celle prédite ( — ) dans une bande de fréquence jusqu'à 2000 Hz : (a) GTR S1, (b) particules de compound S2, (c) particules de compound rigide S3, (d) grains de polyuréthane recyclé S4, (e) mousse poreuse S5, et (f) mousse fibreuse S6.

## 5.4. Résultats et discussions

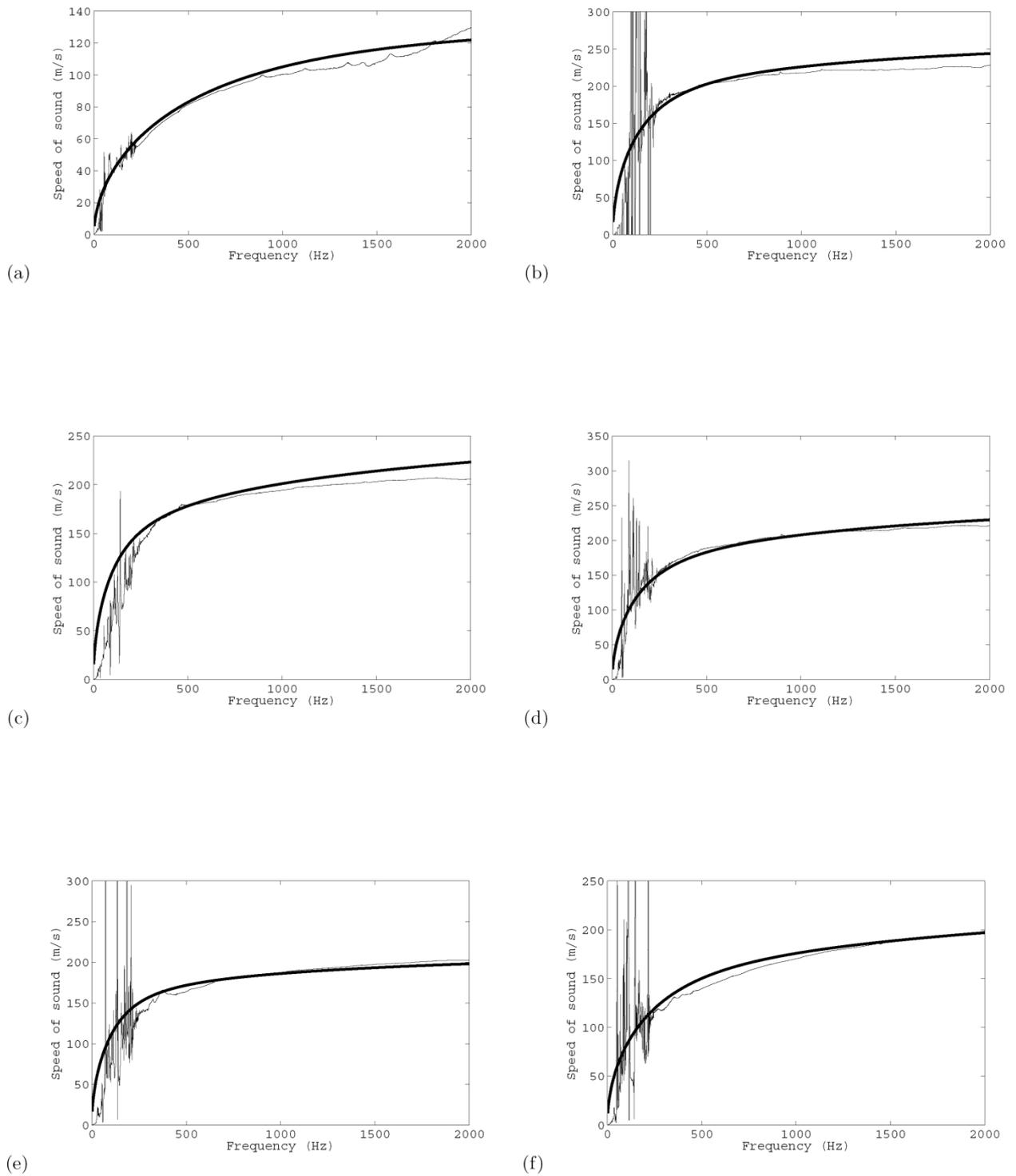


Figure 5-10 : Comparaison entre la vitesse du son mesurée ( — ) avec celle prédite ( — ) dans une bande de fréquence jusqu'à 2000 Hz : (a) GTR S1, (b) particules de compound S2, (c) particules de compound rigide S3, (d) grains de polyuréthane recyclé S4, (e) mousse poreuse S5, et (f) mousse fibreuse S6.

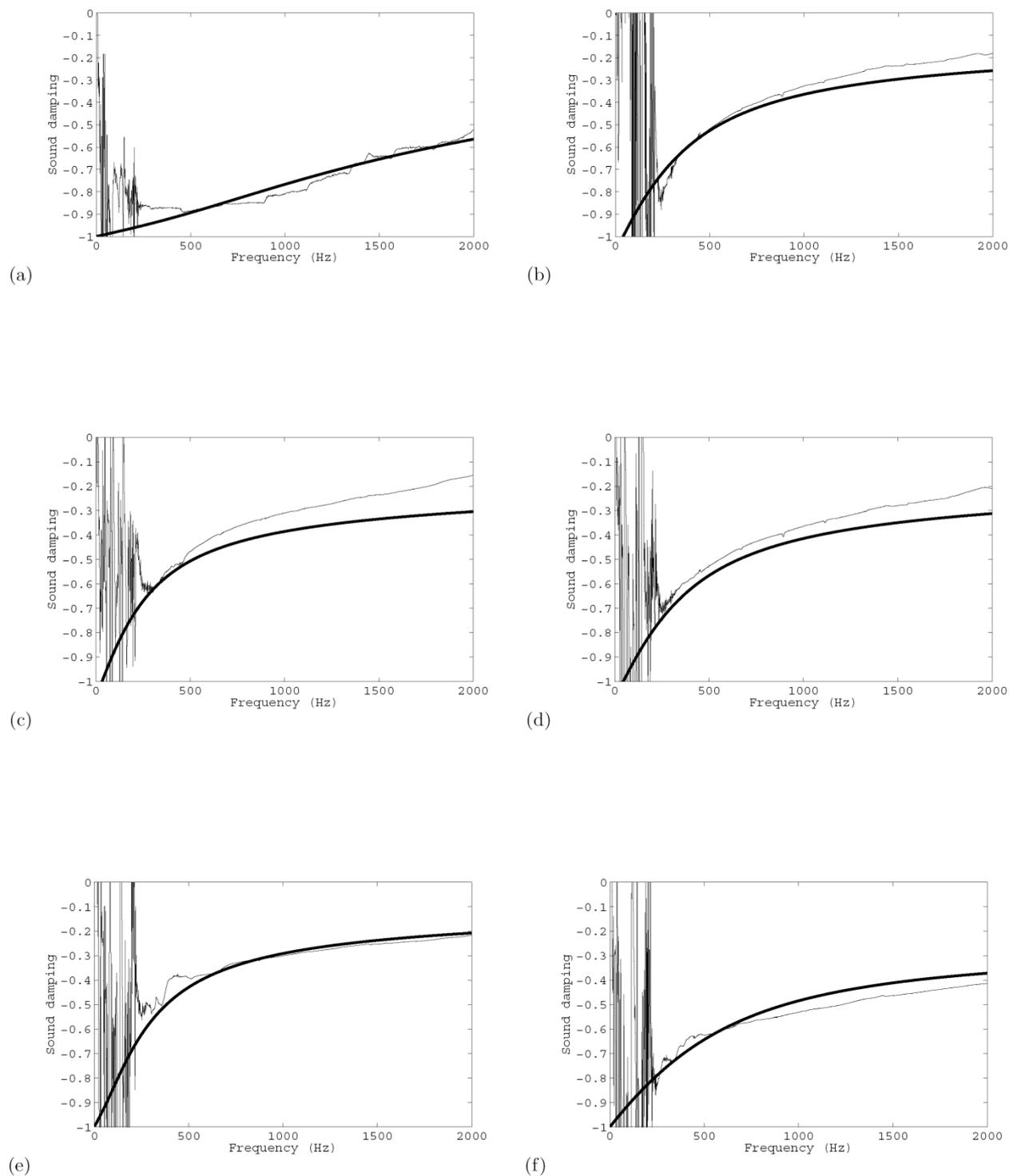


Figure 5-11 : Comparaison entre l'amortissement du son mesuré (—) avec celui prédit (—) dans une bande de fréquence jusqu'à 2000 Hz : (a) GTR S1, (b) particules de compound S2, (c) particules de compound rigide S3, (d) grains de polyuréthane recyclé S4, (e) mousse poreuse S5, et (f) mousse fibreuse S6.

## 5.4. Résultats et discussions

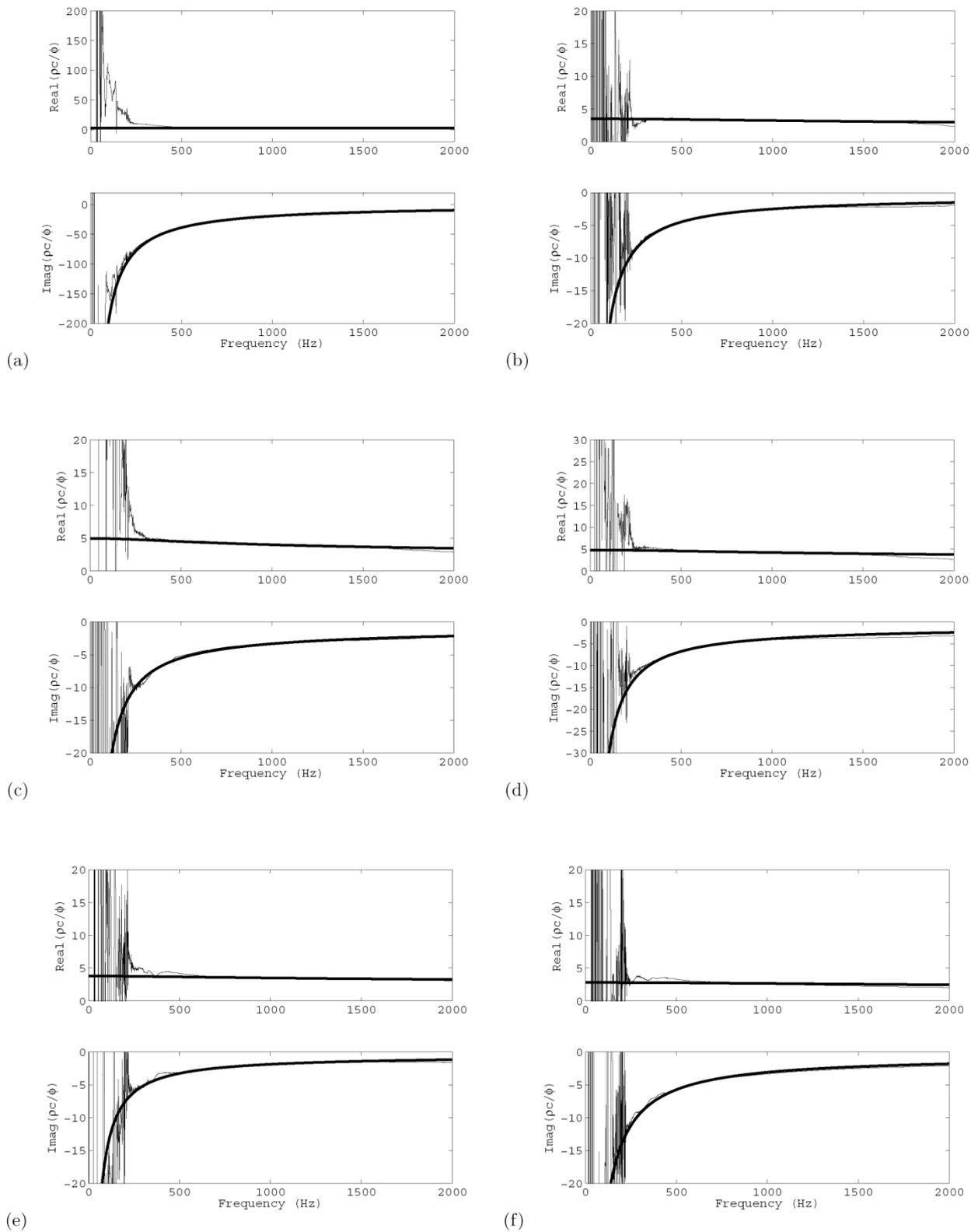


Figure 5-12 : Comparaison entre la densité dynamique mesurée (—) avec celle prédite (---) dans une bande de fréquence jusqu'à 2000 Hz : (a) GTR S1, (b) particules de compound S2, (c) particules de compound rigide S3, (d) grains de polyuréthane recyclé S4, (e) mousse poreuse S5, et (f) mousse fibreuse S6.

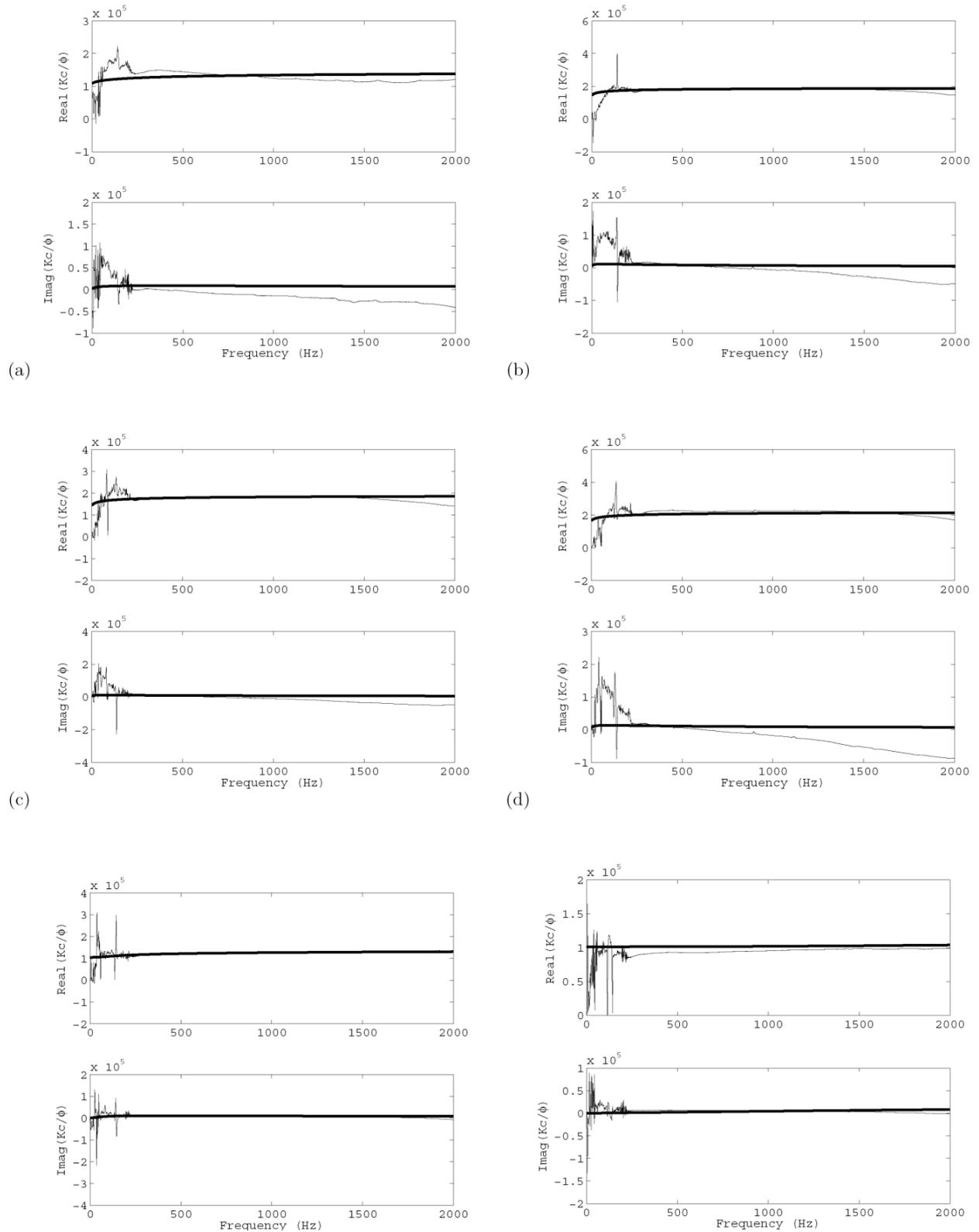


Figure 5-13 : Comparaison entre le module de compressibilité dynamique mesuré ( — ) avec celui prédit ( ——— ) dans une bande de fréquence jusqu'à 2000 Hz : (a) GTR S1, (b) particules de compound S2, (c) particules de compound rigide S3, (d) grains de polyuréthane recyclé S4, (e) mousse poreuse S5, et (f) mousse fibreuse S6.

Comme le montre la Figure 5–8a, les coefficients d'absorption acoustique des poudrettes de pneus recyclés (GTR) pour les espaces d'air  $d = \{10,20,30,40,50\}$  (mm) sont similaires. Il est constaté que ces coefficients d'absorption sont progressivement constants autour de 0.5 dans la gamme de fréquence de 400 – 2000 Hz. L'indépendance observée en fréquence du coefficient d'absorption et la similitude en comportement acoustique peuvent être attribuées à la résistivité très élevée, 122 417 Pa.s.m<sup>-2</sup>. L'interprétation de la propagation des ondes acoustiques dans le matériau granulaire est déterminée par la géométrie du contact entre les grains. Une valeur élevée de la résistivité résulte une valeur élevée de l'impédance caractéristique et de l'amortissement acoustique entraînant ainsi de faibles performances acoustiques (Horoshenkov et al., 2003).

Il a été montré que l'absorption acoustique dépend de la taille des grains. Les résultats dans la Figure 5–8b montrent que de meilleures performances acoustiques dans la bande de fréquence considérée sont obtenues dans le cas de l'échantillon granulaire S2 avec des caractéristiques dimensions des particules de 3 mm. Pour ce matériau, la résistivité relativement élevée 13 225 Pa.s.m<sup>-2</sup> est responsable pour obtenir de meilleures performances acoustiques. En conséquence, le coefficient d'absorption augmente avec la diminution de la résistivité résultant de l'augmentation dans la taille des grains (Horoshenkov and Swift, 2001). Par comparaison avec l'échantillon S2, le comportement des propriétés acoustiques de l'échantillon S3 est quasi similaire. En exception, le maximum du coefficient d'absorption pour le spécimen S3 apparaît à une fréquence qui est relativement basse que celle du spécimen S2. Cet effet peut être attribué à la taille des particules.

Les résultats dans ce travail montrent que les particules de compound (spécimens S2 et S3) exhibent un meilleur compromis que les poudrettes de pneus recyclés (spécimen S1). Ainsi, on peut prendre l'avantage de ces propriétés afin de réaliser un bon compromis que les particules de compound étudiées dans le présent travail. L'échantillon S1 est un matériau granulaire de faible densité avec une résistivité très élevée. L'échantillon S5 est une mousse de très faible densité avec une très faible résistivité et le spécimen S6 est une mousse fibreuse de très faible densité avec une très grande porosité, 0.99. Les deux spécimens S5 et S6 sont utilisés dans des applications du génie civil, pour le traitement des toits et murs.

Selon les résultats pour les spécimens S2 et S3, l'habileté en absorption acoustique des matériaux granulaires en caoutchouc recyclé est considérablement améliorée grâce à la matrice polymère utilisée dans le mélange extrudée et à la taille des grains obtenus. Par comparaison des résultats pour l'échantillon S1 avec ceux de l'échantillon S2 et S3, il est clairement montré que l'absorption acoustique des poudrettes de pneus recyclés (GTR) à basses fréquences est supérieure à celle des compounds S2 et S3. Cependant, il est intéressant de combiner les performances à basses et hautes fréquences en utilisant des multicouches granulés. Le matériau granulaire obtenu à partir du polyuréthane recyclé S4 possède une densité relativement faible donnant une bonne absorption acoustique. Il est à noter que dans le modèle utilisé, le matériau poreux est modélisé comme étant un fluide équivalent dans lequel le squelette est assimilé à un solide rigide qui ne se déforme pas sous ondes acoustiques. En général, il est suggéré à considérer les deux phases solide et fluide prenant en compte le couplage élastique et inertiel entre les phases solide et fluide.

#### 5.4.4. Multicouches granulaires

Cette partie est consacrée à l'absorption acoustique des multicouches granulaires. Des mesures de propriétés acoustiques sont tout d'abord effectuées. Ensuite, une étude comparative est réalisée sur les mono et multicouches granulaires et permet de mettre en évidence la particularité des matériaux granulaires sur l'absorption acoustique. Enfin, le modèle de fluide équivalent de Johnson-Allard est appliqué à l'identification des paramètres non-acoustiques, et les résultats obtenus des multicouches granulaires sont alors comparés avec ceux des monocouches.

L'absorption acoustique d'une couche de matériau granulaire a fait l'objet de l'étude précédente, nous nous sommes intéressés aux multicouches granulaires, en nous limitant néanmoins aux trois matériaux granulaires que nous disposons ; GTR et grains de compound extrudé avec deux matrices polymères différentes (éthylène vinyle acétate et polystyrène).

Notre approche a été dans un premier temps expérimentale. Ainsi, plusieurs types de multicouches granulaires ont été réalisés dans le tube de Kundt, puis des mesures des pressions acoustiques identiques à celles présentées pour le cas des monocouches granulaires ont permis l'identification des paramètres non-acoustiques de ces matériaux en utilisant le modèle de fluide équivalent de Johnson-Allard. Les multicouches granulaires de particules polymères ont été réalisées et l'absorption acoustique en incidence normale est mesuré pour les composites : MC1 (GTR épaisseur 10 mm et particules de compound épaisseur 10 mm), MC2 (GTR épaisseur 10 mm et particules de compound rigide épaisseur 10 mm), MC3 (particules de compound épaisseur 10 mm et particules de compound rigide épaisseur 10 mm), et MC4 (GTR épaisseur 10 mm, MC3 épaisseur 20 mm).

Notons par ailleurs que la mise en place des multicouches granulaires est réalisée en évitant le phénomène de ségrégation des matériaux granulaires. En effet, dans le cas de multicouches MC4, les poudrettes de pneus recyclés (GTR) dont le diamètre moyen des grains est de 300  $\mu\text{m}$  sont placées en premier, ensuite viennent les particules de compound rigide de diamètre moyen de 2 mm et enfin les particules de compound dont la taille moyenne des grains est de l'ordre de 3 mm. Il faut s'assurer que les deux surfaces libres du multicouche granulaire soient parfaitement planes.

Les Figures 5-14 à 5-17 présentent les résultats de l'absorption acoustique en incidence normale obtenu par la méthode développée (Figure 5-2). Ces figures indiquent donc que le gain en absorption acoustique n'est pas considérable dans les quatre multicouches granulaires, mais il se produit tout de même dans le cas de multicouche de GTR / Compound / Compound rigide pour un espace d'air de 10 mm (Figure 5-17), puisqu'il recouvre quasiment le maximum possible d'absorption acoustique pour les trois matériaux granulaires constituant le multicouche granulaire. Il est à noter aussi que dans les autres espaces d'air,  $d = \{0,20,30,40,50\}$  (mm), le gain obtenu dans la gamme de fréquence 1500 Hz à 2000 Hz est toutefois accompagné d'une perte de gain pour les fréquences inférieures à 1500 Hz. Il faudrait idéalement pouvoir contrôler cette perte. Cette perte est liée principalement à la résistivité très importante du multicouche granulaire.

Dans le souci de confirmer cette thèse, une identification des paramètres non-acoustiques des multicouches testés a été réalisée en utilisant le modèle fluide équivalent de Johnson-Allard développé dans cette étude. Une étude comparative s'avère nécessaire afin de connaître le mécanisme d'absorption de ce type de matériaux.

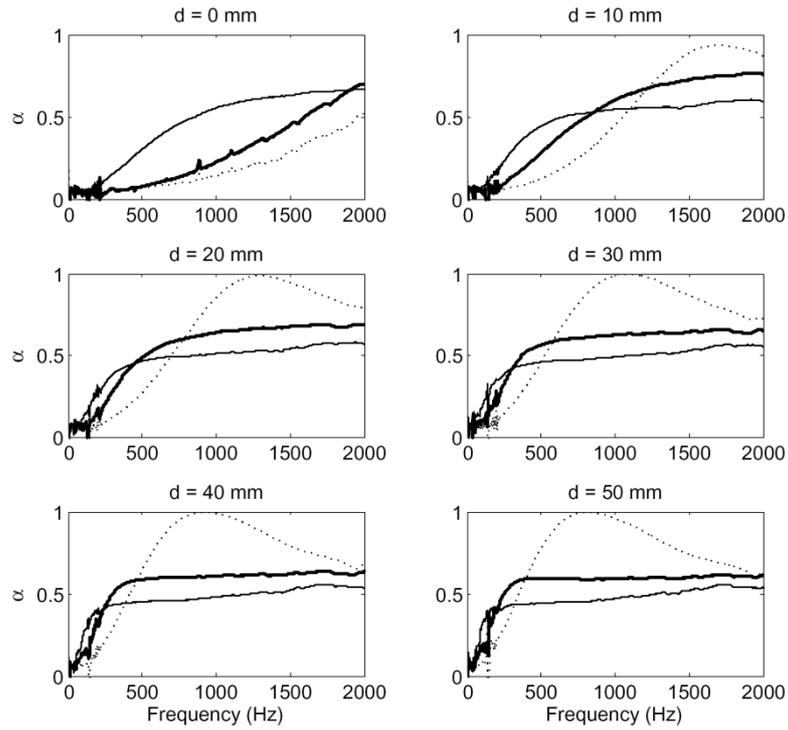


Figure 5-14 : Comparaison de l'absorption acoustique : GTR (—), particules de compound (· · · ·), et composite GTR/compound (—).

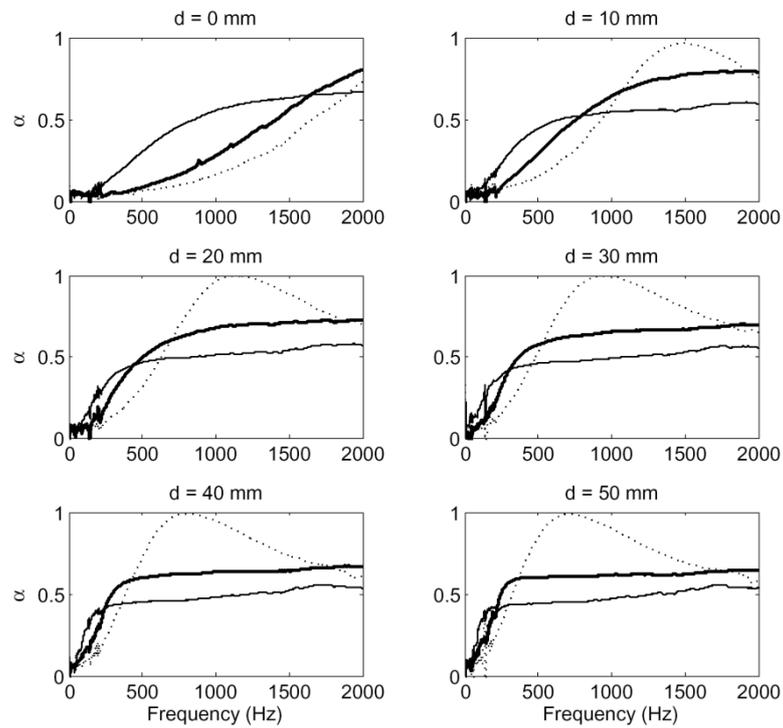


Figure 5-15 : Comparaison de l'absorption acoustique : GTR (—), particules de compound rigide (· · · ·), et composite GTR/compound rigide (—).

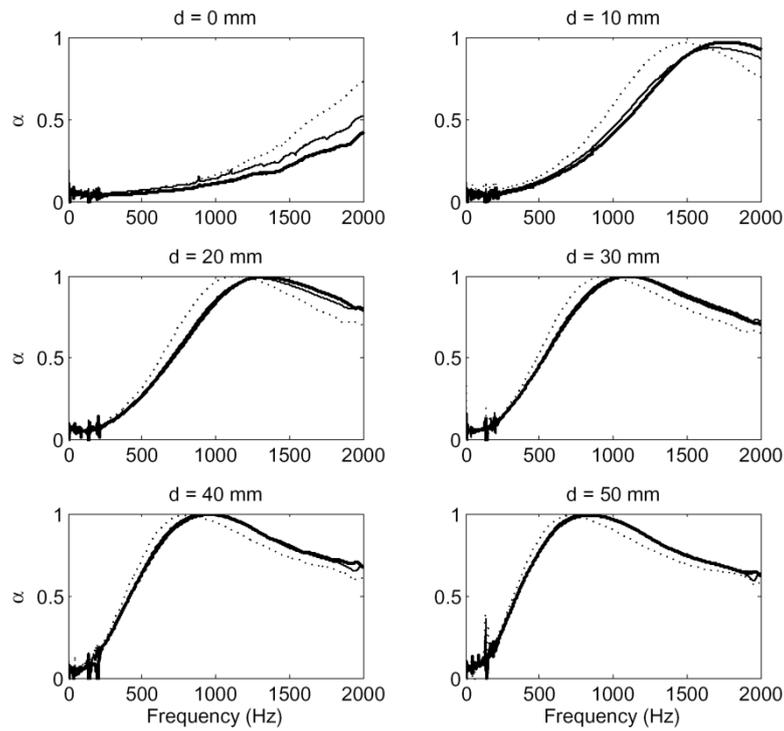


Figure 5-16 : Comparaison de l'absorption acoustique : compound ( $\text{—}$ ), compound rigide ( $\text{---}$ ), et composite compound /compound rigide ( $\text{—}$ ).

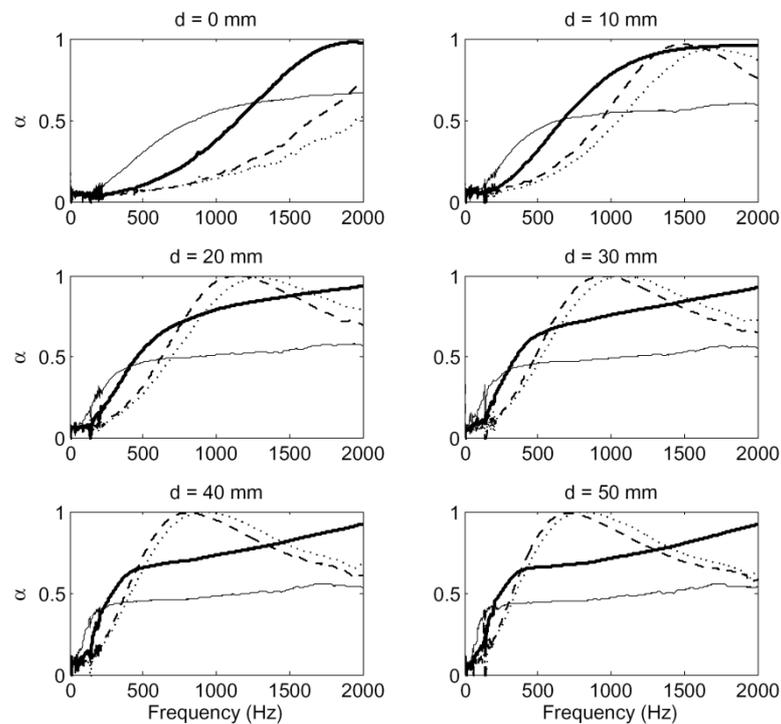


Figure 5-17 : GTR, Comparaison de l'absorption acoustique : GTR ( $\text{—}$ ), compound ( $\text{---}$ ), compound rigide ( $\text{.....}$ ) et composite GTR/compound/compound rigide ( $\text{—}$ ).

L'identification des paramètres non-acoustiques des multicouches granulaires (MC1, MC2, MC3 et MC4) aboutit aux paramètres présentés dans le Tableau 5-5. Les propriétés acoustiques obtenues avec les paramètres identifiés sont comparées avec la mesure. Le modèle fluide équivalent se recale parfaitement avec la mesure : les courbes théoriques et expérimentales des propriétés acoustiques présentent les mêmes allures et amplitudes. En effet, les valeurs des paramètres obtenues après identification ont toutes un sens physiques et sont cohérentes avec les caractéristiques géométriques de grains constituant le multicouche granulaire.

Tableau 5-5 : Paramètres non-acoustiques prédits des multicouches granulaires

Echantillon	MC1	MC2	MC3	MC4
$\sigma$ (Pa s m <sup>-2</sup> )	70,694	100,250	18,151	33,750
$\phi$	0.99	0.85	0.80	0.85
$\alpha_\infty$	1.04	2.00	1.04	2.00
$s$	4.97	2.55	0.37	2.55
$s'$	4.97	2.55	4.99	2.55
$M'$	29.46	15.5	29.94	15.5
Longueurs caractéristiques				
$\Lambda$ (μm)	230.32	149.07	37.91	256.92
$\Lambda'$ (μm)	230.32	149.07	508.25	256.92

La résistivité de 70 694 Pa.s.m<sup>-2</sup> de MC1 (10 mm GTR / 10 mm particules de compound) est cohérente en considérant les résistivités des GTR, 122 417 Pa.s.m<sup>-2</sup>, et des particules de compound, 13 225 Pa.s.m<sup>-2</sup>. La résistivité du multicouche MC2 est aussi du bon ordre de grandeur en cohérence avec les tailles des grains du multicouche. Il a été montré que la résistivité est inversement proportionnelle à la taille des grains. Ce fait semble être confirmé avec la réalité du matériau qui n'offre pas de forte résistance au passage de l'air dans le cas du multicouche MC3 contenant des grains de tailles 2 mm et 3 mm pour les particules de compound et compound rigide, respectivement. Le modèle fluide équivalent de Johnson-Allard présenté au cours de ce chapitre permet de caractériser non seulement les matériaux granulaires monocouches mais également les matériaux granulaires multicouches.



---

## 5.5. Conclusion

---

L'objectif principal de ce chapitre était d'explorer les performances d'absorption des matériaux granulaires polymères notamment les poudrettes de pneus recyclés par une méthode que nous avons développée appelée méthode de six-microphone. Cet objectif impliquait la conception des matériaux granulaires mono et multicouches pour l'absorption, des testes par des mesures expérimentales et l'identification des paramètres non-acoustiques de matériaux poreux (mousses et matériaux granulaires) pour mieux comprendre les mécanismes d'absorption dans ce type de matériaux.

Pour répondre à cet objectif, une méthode de mesure des propriétés acoustiques des matériaux poreux à partir de la mesure des champs de pressions acoustiques. Dans cette première partie, la méthode de mesure est basée sur une minimisation d'une fonction erreur entre la pression mesurée et celle analytique dans le sens des moindres carrés. La reconstruction de la pression acoustique en deux composantes d'onde incidente et réfléchie a permis d'obtenir le coefficient de réflexion et d'autres propriétés acoustiques telles que le coefficient d'absorption et l'impédance de surface. Dans une seconde partie, l'évaluation des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux est réalisée à l'aide du modèle de Johnson-Allard à six paramètres inconnus. Le matériau poreux est considéré comme un fluide équivalent et le modèle permet une caractérisation correcte des matériaux poreux. La technique d'identification présentée au cours de ce chapitre prend en compte trois types de modélisations acoustiques : modèle absorption acoustique, modèle impédance-nombre d'onde, modèle densité-module de compressibilité. Ainsi, la formulation du problème d'identification des paramètres non-acoustiques est complète ce qui la différencie des autres méthodes d'identification trouvées dans la littérature.

Cette technique inverse est basée sur une minimisation d'une fonction d'évaluation qui représente 11 erreurs partielles entre des quantités acoustiques mesurées et leurs expressions analytiques en fonction des paramètres non-acoustiques. Le modèle d'identification est développé à partir du modèle de Johnson-Allard couplé avec un algorithme itératif pour rechercher une solution globale de la fonction d'évaluation. Les quantités acoustiques prédites sont en bon accord avec leurs homologues expérimentales. Cet agrément montre que la présente technique inverse est appliquée avec succès dans l'estimation des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux notamment les mousses et matériaux granulaires.

Néanmoins, le modèle de fluide équivalent est limité et permet seulement la caractérisation des poreux avec un squelette rigide. Pour une mousse flexible soumise à des ondes acoustiques, l'énergie dissipée par des vibrations de la phase solide peut se convertir en pression acoustique donnant à un couplage inertiel entre les deux phases solide et fluide du milieu poreux. Toutefois, la modélisation du matériau poreux comme un fluide équivalent donne de résultats raisonnables pour les matériaux granulaires polymères et les mousses testés dans ce travail.

Les résultats de la mesure indiquent que les poudrettes de pneus recyclés (GTR) présentent un coefficient d'absorption acoustique progressivement constant autour de 0.5 à cause de leur résistivité très élevée,  $122\,417\text{ Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{m}^{-2}$ . Les mélanges 60/40 % de GTR/EVA et 60/40 % de GTR/PS montrent de meilleures performances acoustiques que celles de GTR. Les travaux numérique et expérimental effectués ont indiqué qu'une résistivité moyenne et une taille importante des grains constituaient les paramètres clés pour favoriser l'obtention de meilleures performances d'absorption acoustique des matériaux granulaires. Une étude de gain en absorption acoustique est réalisée sur des multicouches granulaires. Elle a permis de constater que le multicouche GTR/compound/compound rigide présente des tendances intéressantes permettant une maximalisation de l'absorption acoustique dans le cas d'un espace d'air  $d = 10\text{ mm}$ . Des investigations numériques ont été ensuite effectuées. Elles ont indiqué qu'une résistivité moyenne peut contribuer à augmenter l'absorption acoustique. Un fait intéressant est que les composite mousses / matériaux granulaires donnent de bons résultats en termes de grains en absorption acoustique. Des perspectives à explorer consistent à valider ces observations par des mesures directes.

---

## Références

- I. M. Rushforth, K. V. Horoshenkov, M. Mirafteb, and M. J. Swift: Impact sound insulation and viscoelastic properties of underlay manufactured from recycled carpet waste. *Applied Acoustics* Vol. 66, pp. 731–749 (2005).
- Z. Hong, L. Bo, H. Guangsu, and H. Jia. A novel composite sound absorber with recycled rubber particles. *Journal of Sound and Vibration*. Vol. 304, pp. 400–406 (2007).
- M. Sobral, A. J. B. Samagaio, J. M. F. Ferreira, and J. A. Labrincha. Mechanical and acoustical characteristics of bound rubber granulate. *Journal of Materials Processing Technology*. Vol. 142, pp. 427–433 (2003).
- M. J. Swift: The physical properties of porous recycled materials. PhD thesis, University of Bradford, December (2000).
- K. V. Horoshenkov, and M. J. Swift: The effect of consolidation on the acoustic properties of loose rubber granulates. *Applied Acoustics* Vol. 62, pp. 665–690 (2001).
- P. Göransson. Acoustic and vibrational damping in porous solids. *Phil. Trans. R. Soc.* Vol. 364, pp. 89–108 (2006).
- M. A. Biot: Theory of propagation of elastic waves in a fluid saturated porous solid. I. Low frequency range. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 28, pp. 168–178 (1956).
- M. A. Biot: Theory of propagation of elastic waves in a fluid saturated porous solid. II. Higher frequency range. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 28, pp. 168–178 (1956).
- A. F. Seyber, and D. F. Ross. Experimental determination of acoustic properties using a two microphone random excitation technique. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 61, pp. 1362–1370 (1977).
- J. Y. Chung, and D. A. Blaser. Transfer function method of measuring in-duct acoustic properties. I. Theory. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 68 (3), pp. 907–913 (1980).
- J. Y. Chung, and D. A. Blaser. Transfer function method of measuring in-duct acoustic properties. II. Experiment. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 68 (3), pp. 914–921 (1980).
- H. Utsuno, T. Tanaka, and T. Fujikawa. Transfer function method for measuring characteristic impedance and propagation constant of porous materials. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 86 (2), pp. 637–643 (1989).
- W. S. Cheung, M. J. Jho, and Y. H. Kim. Improved method for the measurement of acoustic properties of a sound absorbent sample in the standing wave tube. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 97 (5), pp. 2733–2739 (1995).
- M. Ren, and F. Jacobsen: A method of measuring the dynamic flow resistance and reactance of porous materials. *Applied Acoustics*, Vol. 39 (4), pp. 265–276 (1993).
- M. E. Delany and E. N. Bazely. Acoustical properties of fibrous absorbent materials. *Appl. Acoust.* Vol. 3, pp. 105–116 (1970).

- N. N. Voronina and K. V. Horoshenkov. A new empirical model for the acoustic properties of loose granular media. *Appl. Acoust.* Vol. 64, pp. 415–432 (2003).
- K. Attenborough. Acoustical characteristics of rigid fibrous absorbents and granular media. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 73, pp. 785–799 (1983).
- J. F. Allard, A. Aknine, and C. Depollier. Acoustic properties of partially reticulated foams with high and medium flow resistance. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 79, pp. 1734–1740 (1986).
- D. L. Johnson, J. Koplik, and R. Dashen. Theory of dynamic permeability and tortuosity in fluid-saturated porous media. *J. Fluid Mech.* Vol. 176, pp. 379–402 (1987).
- M. R. Stinson. The propagation of plane sound waves in narrow and wide circular tubes, and generalization to uniform tubes of arbitrary cross-section shape. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 89, pp. 550–558 (1991).
- M. R. Stinson and Y. Champoux. Propagation of sound and the assignment of shape factors in model porous materials having simple pore geometries. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 91, pp. 685–695 (1992).
- D. Lafarge, P. Lemanier, J. F. Allard, and V. Tarnow. Dynamic compressibility of air in porous structures at audible frequencies. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 102, pp. 1995–2006 (1997).
- J. F. Allard. *Propagation of sound in porous media: Modeling sound absorbing materials.* Chapman and Hall, London (1993).
- Z. E. A. Fellah et al. Influence of dynamic tortuosity and compressibility on the propagation of transient waves in porous media. *Wave Motion.* Vol. 41, pp. 145–161 (2005).
- M. Björkman and K. Holmström. Global optimization using the DIRECT algorithm in Matlab. *Advanced Modeling and Optimization.* Vol. 1, Number 2 (1999).
- K. V. Horoshenkov, D. C. Hughes, and A. Cwirzen. The sound speed and attenuation in loose consolidated granular formulations of high alumina cements. *Applied Acoustics.* Vol. 64, pp. 197–212 (2003).



## 6. Conclusion



Cette thèse s'inscrit dans un programme « Recyclage des pneumatiques usagés » regroupant un partenariat composé de l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) et deux laboratoires de recherche : le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (Ecole Centrale de Lyon, 69) et le Laboratoire d'Etude des Matières Plastiques en Emballage (Institut de Formation Technique Supérieure, 08). Les motivations du programme sont de mettre en place une meilleure valorisation des déchets de pneumatique, le développement et l'optimisation, à base de pneus usagés, des produits de hautes performances vibroacoustiques. Les poudrettes de pneus recyclés sont des grains de taille fine obtenue par broyage mécanique après séparation des différents résidus (fils en acier, tringles, textile ...). Le produit fini est un élastomère composite poudrettes de pneus recyclés / matrice polymère obtenu par injection. Le contexte de l'étude est donc de proposer un ensemble de solutions innovantes pour concevoir et réaliser de nouveaux matériaux dans des applications industrielles.

La mise en place d'une filière de valorisation des déchets, principalement les déchets de pneumatiques, de production et des produits en fin de vie constitue un des enjeux majeurs de l'industrie du caoutchouc. En effet, la vulcanisation (réaction chimique se produisant à température élevée) est un processus irréversible. Cette opération améliore la tenue thermique des caoutchoucs, mais supprime leur thermoplasticité ; les caoutchoucs ne peuvent plus ainsi s'écouler sous l'effet de la chaleur. Malgré ces difficultés, de nombreuses pistes de valorisation existent. Certaines sont spécifiques aux pneumatiques (rechapage), d'autres communes aux pneus usagés non rechapés, aux déchets de production et aux pièces en caoutchouc en fin de vie (valorisation énergétique, poudrettes, granulés...). La voie la plus prometteuse est la valorisation matière, par broyage, en vue de l'obtention des poudrettes ou de granulés.

Les travaux expérimentaux qui ont été consacrés jusqu'à présent à la compréhension des phénomènes d'adhérence entre les poudrettes de pneus recyclés et le liant ont mis en évidence les nombreux paramètres qui impactent directement les propriétés finales du produit fini. Ces paramètres, liés soit aux propriétés du matériau, soit aux conditions dans lesquelles le mélange est fabriqué. Le choix de la matrice polymère (liant) doit être judicieux pour espérer trouver une meilleure adhérence entre les poudrettes de pneus recyclés et la matrice. Le choix s'est porté sur la matrice d'éthylène vinyle acétate (EVA). Les paramètres process sont à eux décisifs sur la qualité du produit moulé et un contrôle fin, voir une optimisation, de ces paramètres s'avère nécessaire.

C'est dans cet esprit que nous avons analysé les différents constituants au cours du deuxième chapitre du manuscrit. Les matériaux issus du recyclage des déchets de pneumatique usagé dans notre étude ont une composition qui est leur propre. Il est apparu clairement qu'une analyse thermique préalable des GTR s'avère nécessaire dans la fabrication des composites contenant ce type de matériaux. La matrice polymère choisie pour l'enrobage de la charge du GTR, possède des compatibilités assez remarquables. Cette observation est capitale en terme d'interaction et de capacité d'adhésion des matériaux (GTR / EVA) les uns avec les autres. Les procédés d'élaboration des composites à base de GTR est une adaptation assez fidèle du procédé trouvé dans la littérature avec cependant l'apparition des difficultés liées à la vulcanisation du pneu lors de la première utilisation.

Les élastomères thermoplastiques comme le GTR et l'EVA sont très peu ou pas du tout réactifs ce qui nécessite l'emploi d'un agent d'expansion pour la production de composites moussés. Nous avons opté pour l'utilisation des bicarbonates de sodium  $\text{NaHCO}_3$ . Nous avons ainsi procédé à des analyses ATG / DTA de chaque constituant afin d'optimiser l'efficacité de l'enrobage des GTR à l'EVA. La technique d'élaboration proposée est

vraisemblablement envisageable au niveau industriel, néanmoins il est possible de remplacer la matrice selon les propriétés désirables. Il est délicat d'attribuer un rôle bien précis aux différents constituants du composite moulé. Il semble néanmoins que pour l'utilisation de l'EVA soit bénéfique. Les résultats des prochains chapitres sur les propriétés physiques vibroacoustiques viendront confirmer ces observations. Le caractère fortement exploratoire de cette étude a conduit à la réalisation des matériaux d'étude.

Nous avons caractérisé les propriétés dynamiques viscoélastiques de l'ensemble de nos matériaux en traction-compression, autrement dit en vibration longitudinale. Nous avons ainsi pu déterminer les propriétés mécaniques de ces matériaux dans une vaste gamme de fréquences, ainsi que certains paramètres tels que les coefficients de glissement et la température de transition vitreuse. L'ensemble de ces données forme un ensemble très cohérent en très bon accord avec les données existantes dans la littérature et avec les théories prévoyant les comportements en fréquence et en température des matériaux polymères.

Les propriétés mécaniques des plaques injectées suivent parfaitement le comportement de matériau viscoélastique. Le plateau caoutchoutique est très net en fréquence tandis qu'en température révèle l'effet de la microstructure, plus particulièrement pour les plaques injectées avec agent d'expansion. Une deuxième température de transition vitreuse du composite GTR/EVA/NaHCO<sub>3</sub> se répercute directement sur l'ajout de l'agent d'expansion et le caractère poreux du composite même si cette tendance n'est pas claire sur les courbes du module d'Young complexe en fonction de la fréquence. Cette méthode a été proposée également pour la mesure des propriétés dynamiques des matériaux granulaires polymères en utilisant le principe de superposition fréquence – température.

Nous avons également étudié le comportement viscoélastique de GTR, grains de Compound et polyuréthane recyclé. Les résultats semblent montrer que la taille des pores liée directement à la taille des grains influe sur le comportement dynamique du mélange granulaire, à l'état lâche, en plus de la rigidité propre au grain. Nous sommes conscients que l'ensemble des résultats sur les matériaux granulaires polymères a été obtenu pour une fenêtre expérimentale limitée. Pour de tels matériaux, la gamme de température pouvant être utilisée pour l'application du principe d'équivalence fréquence – température est limitée par le comportement fortement non linéaire du matériau et la sensibilité de l'appareil de mesure. Nous avons donc mis au point au cours de cette étude, une méthode de caractérisation permettant l'étude des propriétés dynamiques en vibration longitudinale à hautes fréquences. Ainsi, les propriétés viscoélastiques ont été déterminées à la fois à partir des mesures à température différentes (de -100 à 50 °C pour les plaques injectées, de -15 à 35 °C pour les matériaux granulaires polymères) en effectuant un balayage en fréquence de 1 à 60 Hz. Nous avons déterminé les paramètres dynamiques (vitesse d'onde longitudinale et facteur de perte) caractéristiques des matériaux granulaires polymères dans une gamme de fréquence étendue permettant l'étude des performances d'amortissement des structures vibrations par matériau granulaire (tube rempli de matériau granulaire).

Dans le quatrième chapitre, une méthode d'analyse a été présentée pour prédire la réponse en fréquence force-au-déplacement de tubes remplis de matériau granulaire. La couche granulaire entre deux parois du tube est considérée comme une barre et les équations d'ondes longitudinales permettent d'obtenir l'expression d'une masse apparente du matériau granulaire. Le modèle de cette masse granulaire est basé sur l'hypothèse de résonance en  $\frac{1}{4}$  de longueur d'onde dans le matériau granulaire. Une méthode de résolution des équations du mouvement du tube rempli de grains soumis à

des vibrations de flexions utilise la méthode raideur dynamique qui s'avère convenable pour l'analyse des vibrations de structures remplies de matériaux granulaires. Les essais expérimentaux ont portés sur l'étude dynamique d'un tube à section rectangulaire rempli de matériau granulaire polymère en flexion se trouvant en positions verticale et horizontale. Les conditions aux limites étaient du type libre – libre et les essais ont été réalisés à différents niveaux de remplissage. La mesure des fréquences propres et amortissements modaux est effectuée à l'aide d'un programme d'identification existant au laboratoire. Seuls les six premiers modes ont été considérés et la gamme de fréquence est de 10 Hz à 1600 Hz.

Les résultats obtenus, dans les deux cas de suspension du tube verticale et horizontale, montrent que l'amortissement modal du système tube-grains augmente quasi-linéairement avec le taux de remplissage. Un amortissement maximal est réalisé au deuxième mode avec les grains de polyuréthane recyclé (PUR), en deuxième avec les poudrettes de pneus recyclés (GTR) et enfin avec les particules de compound. Il est clair que l'amortissement augmente avec la quantité de la masse granulaire introduite dans la structure.

D'après les résultats expérimentaux des vibrations de flexion du tube rempli de matériau granulaire, en particulier les GTR et grains de compound, on peut dire que le facteur de perte de ces matériaux granulaires diminue avec l'augmentation de la fréquence. Cette analogie est plus formelle en considérant les facteurs de perte obtenus par mesure directe des propriétés dynamiques sur matériaux granulaires réalisée par DMTA en utilisant le principe d'équivalence fréquence – température (voir chapitre 3). L'interprétation physique met en évidence l'effet de résonance interne dans le matériau granulaire qui diminue avec l'augmentation de la fréquence. Cette interprétation cache une difficulté, car si on considère les grains de polyuréthane recyclé, la dynamique d'un ensemble de particules rigides de forme prismatique est plus complexe que celle d'un ensemble de particules de forme régulière ; en particulier elle donne lieu à des effets complexes d'interaction inter-granulaire caractérisée par l'arrangement des grains les uns sur les autres lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations dynamiques ; de tels effets modifient la loi reliant les effets de résonance interne dans le matériau granulaire sur l'amortissement.

Le calcul du type raideur dynamique exposé dans ce chapitre a été appliqué au tube rempli de matériaux granulaires polymères. Les caractéristiques du matériau granulaire utilisées dans le modèle sont celles obtenues par des mesures directes à l'aide du montage décrit dans le chapitre 3. D'excellents accords ont été réalisés entre les résultats expérimentaux et les calculs numériques pour le tube vide et les tubes remplis de matériaux granulaires et ceux pour les deux cas de suspensions verticale et horizontale. Une technique est mise en place basée sur une méthode inverse pour obtenir les propriétés dynamiques en termes de vitesse d'onde et de facteur de perte du matériau granulaire à partir des données expérimentales du tube rempli. La vitesse d'onde complexe de ces matériaux granulaires est calculée à partir de la fonction de transfert  $\hat{H}$  mesurée par minimisation d'une fonction d'évaluation représentée par l'erreur de la réponse expérimentale et numérique. A partir des valeurs estimées de la vitesse d'onde complexe, la réponse prédite valide la technique inverse mise en place.

Une investigation utilisant le modèle numérique couplé avec un algorithme génétique d'optimisation de la densité d'un matériau granulaire polymère avec de hautes performances d'amortissement a été réalisée. Un problème numérique de design visant à minimiser la densité est formulé comme un problème d'optimisation multi-objective, dans lequel la masse apparente du matériau granulaire ainsi que l'énergie des vibrations

sont à minimiser. Il est considéré que la densité, la vitesse d'onde le facteur de perte du matériau granulaire sont les variables de design ou de décision. L'algorithme proposé au cours de ce chapitre cherche une densité optimale avec d'effet maximal d'amortissement apporté au tube soumis à des vibrations de flexion. L'applicabilité de la méthode proposée a été établie. L'utilisation de l'algorithme génétique dans l'optimisation de la densité du matériau granulaire pourrait être couplée dans l'optimisation des performances mécaniques et acoustiques.

L'objectif principal du dernier chapitre était d'explorer les performances d'absorption acoustiques des matériaux granulaires polymères notamment les poudrettes de pneus recyclés par une méthode que nous avons développée appelée méthode de six-microphone. Cet objectif impliquait la conception des matériaux granulaires mono et multicouches pour l'absorption, des tests par des mesures expérimentales et l'identification des paramètres non-acoustiques de matériaux poreux (mousses et matériaux granulaires) pour mieux comprendre les mécanismes d'absorption dans ce type de matériaux.

Pour répondre à cet objectif, une méthode de mesure des propriétés acoustiques des matériaux poreux à partir de la mesure des champs de pressions acoustiques. Dans cette première partie, la méthode de mesure est basée sur une minimisation d'une fonction erreur entre la pression mesurée et celle analytique dans le sens des moindres carrés. La reconstruction de la pression acoustique en deux composantes d'onde incidente et réfléchi a permis d'obtenir le coefficient de réflexion et d'autres propriétés acoustiques telles que le coefficient d'absorption et l'impédance de surface. Dans une seconde partie, l'évaluation des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux est réalisée à l'aide du modèle de Johnson-Allard à six paramètres inconnus. Le matériau poreux est considéré comme un fluide équivalent et le modèle permet une caractérisation correcte des matériaux poreux. La technique d'identification présentée au cours de ce chapitre prend en compte trois types de modélisations acoustiques : modèle absorption acoustique, modèle impédance-nombre d'onde, modèle densité-module de compressibilité. Ainsi, la formulation du problème d'identification des paramètres non-acoustiques est complète ce qui la différencie des autres méthodes d'identification trouvées dans la littérature.

Cette technique inverse est basée sur une minimisation d'une fonction d'évaluation qui représente 11 erreurs partielles entre des quantités acoustiques mesurées et leurs expressions analytiques en fonction des paramètres non-acoustiques. Le modèle d'identification est développé à partir du modèle de Johnson-Allard couplé avec un algorithme itératif pour rechercher une solution globale de la fonction d'évaluation. Les quantités acoustiques prédites sont en bon accord avec leurs homologues expérimentales. Cet agrément montre que la présente technique inverse est appliquée avec succès dans l'estimation des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux notamment les mousses et matériaux granulaires.

Néanmoins, le modèle de fluide équivalent est limité et permet seulement la caractérisation des poreux avec un squelette rigide. Pour une mousse flexible soumise à des ondes acoustiques, l'énergie dissipée par des vibrations de la phase solide peut se convertir en pression acoustique donnant à un couplage inertiel entre les deux phases solide et fluide du milieu poreux. Toutefois, la modélisation du matériau poreux comme un fluide équivalent donne de résultats raisonnables pour les matériaux granulaires polymères et les mousses testés dans ce travail.

Les travaux numériques et expérimentaux effectués ont indiqué qu'une résistivité moyenne et une taille importante des grains constituaient les paramètres clés pour favoriser l'obtention de meilleures performances d'absorption acoustique des matériaux granulaires. Une étude de gain en absorption acoustique est réalisée sur des multicouches granulaires. Des investigations numériques ont été ensuite effectuées. Elles ont indiqué qu'une résistivité moyenne peut contribuer à augmenter l'absorption acoustique. Un fait intéressant est que les composite mousses / matériaux granulaires donnent de bons résultats en termes de grains en absorption acoustique. Ces observations n'ont pas pu être validées par des mesures directes.



# Annexes

## Annexe A : Equations du mouvement à partir du principe de Hamilton d'une poutre en flexion

L'énergie de déformation de la poutre en flexion dans le plan  $xz$  a pour expression :

$$V_{int} = \frac{1}{2} \int_0^\ell \left[ \int_{A(x)} (\sigma_x \varepsilon_x + \sigma_{xz} \gamma_{xz}) dA \right] dx \quad (A.1)$$

Par décomposition, en un terme de flexion :

$$\int_{A(x)} \sigma_x \varepsilon_x dA = \int_{A(x)} E \varepsilon_{xx}^2 dA = E \frac{\partial \varphi_y^2}{\partial x} \int_{A(x)} z^2 dA \quad (A.2)$$

et un de cisaillement :

$$\int_{A(x)} \sigma_{xz} \gamma_{xz} dA = \int_{A(x)} \sigma_{xz} \left( \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) dA = \left( \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \int_{A(x)} \sigma_{xz} dA \quad (A.2)$$

Le moment d'inertie est égal à  $I_y = I_y(x) = \int_{A(x)} z^2 dA$  et le produit  $E I_y(x)$  est la rigidité flexionnelle de la poutre dans le plan  $xz$ . On définit également  $\int_{A(x)} \sigma_{xz} dA = k_z A G \gamma_{xz}$  où  $k_z A$  est la section réduite de la poutre relative à la flexion dans le plan  $xz$ .

L'équation (A.1) devient ainsi :

$$V_{int} = \frac{1}{2} \int_0^\ell \left( E I_y \frac{\partial \varphi_y^2}{\partial x} + k_z A G \left[ \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right]^2 \right) dx \quad (A.3)$$

L'énergie cinétique de la poutre est donnée par :

$$\begin{aligned} T &= \frac{1}{2} \int_0^\ell \left[ \int_{A(x)} \rho \left( \frac{\partial u_x^2}{\partial t} + \frac{\partial u_z^2}{\partial t} \right) dA \right] dx = \frac{1}{2} \int_0^\ell \left[ \int_{A(x)} \rho \left( z^2 \frac{\partial \varphi_y^2}{\partial t} + \frac{\partial u_z^2}{\partial t} \right) dA \right] dx \\ &= \frac{1}{2} \int_0^\ell \left( \rho \frac{\partial \varphi_y^2}{\partial t} \int_{A(x)} z^2 dA + \rho \frac{\partial u_z^2}{\partial t} \int_{A(x)} dA \right) dx \end{aligned} \quad (A.4)$$

On définit la masse linéique de la poutre  $m = m(x) = \rho A(x) = \rho \int_{A(x)} dA$  et le rayon de giration,  $r_y$ , de la section droite relatif à la flexion dans le plan  $xz$  où  $r_y^2 = r_y^2(x) = \frac{I_y(x)}{A(x)}$ . L'expression de l'énergie cinétique se simplifie alors :

$$T = \frac{1}{2} \int_0^\ell \left( mr_y^2 \frac{\partial \varphi_y^2}{\partial t} + m \frac{\partial u_z^2}{\partial t} \right) dx \quad (A.5)$$

L'énergie potentielle des forces extérieures s'écrit sous la forme suivante :

- Cas de chargement de type forces imposées

$$V_{ext} = - \int_0^\ell U_z u_z dx + \hat{T}_z(0) u_z(0) - \hat{T}_z(\ell) u_z(\ell) - \int_0^\ell \Phi_y \varphi_y dx + \hat{M}_y(0) \varphi_y(0) - \hat{M}_y(\ell) \varphi_y(\ell) \quad (A.6)$$

- Cas de chargement de type déplacements imposés

$$V_{ext} = - \int_0^\ell U_z u_z dx + T_z(0) \hat{u}_z(0) - T_z(\ell) \hat{u}_z(\ell) - \int_0^\ell \Phi_y \varphi_y dx + M_y(0) \hat{\varphi}_y(0) - M_y(\ell) \hat{\varphi}_y(\ell) \quad (A.7)$$

Les équations du mouvement à partir du principe de Hamilton s'obtiennent ainsi :

$$\begin{aligned} \int_{t_1}^{t_2} (T - V_{int} - V_{ext}) dt &= \frac{1}{2} \int_{t_1}^{t_2} \left[ \int_0^\ell \left( mr_y^2 \frac{\partial \varphi_y^2}{\partial t} + m \frac{\partial u_z^2}{\partial t} \right) dx \right] dt \dots \\ &- \frac{1}{2} \int_{t_1}^{t_2} \left[ \int_0^\ell \left( EI_y \frac{\partial \varphi_y^2}{\partial x} + k_z AG \left[ \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right]^2 \right) dx \right] dt \dots \\ &+ \int_{t_1}^{t_2} \left[ \int_0^\ell (U_z u_z + \Phi_y \varphi_y) dx \right] dt + \int_{t_1}^{t_2} \left( [\hat{T}_z u_z]_0^\ell \right) dt + \int_{t_1}^{t_2} \left( [\hat{M}_y \varphi_y]_0^\ell \right) dt \end{aligned} \quad (A.8)$$

En écrivant la forme variationnelle de l'équation (A.8) et en réalisant une intégration par parties par rapport à la variable temporelle. En utilisant le fait que la variation de l'équation (A.8) est nulle quelque soient  $\delta u_z$  et  $\delta \varphi_y$  ( $\delta u_z(t_1) = \delta u_z(t_2) = 0$ ,  $\delta \varphi_y(t_1) = \delta \varphi_y(t_2) = 0$ ), on obtient :

$$\begin{aligned} -m \frac{\partial^2 u_z}{\partial t^2} + \frac{\partial}{\partial x} \left[ k_z AG \left( \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \right] + U_z &= 0 \\ -mr_y^2 \frac{\partial^2 \varphi_y}{\partial t^2} + \frac{\partial}{\partial x} \left( EI_y \frac{\partial \varphi_y}{\partial x} \right) - k_z AG \left( \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) + \Phi_y &= 0 \end{aligned} \quad (A.9)$$

avec les conditions aux limites en  $x = 0$  et  $x = \ell$ , de type forces imposées :

$$\begin{aligned} -k_z AG \left( \varphi_y + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) + \hat{T}_z &= 0 \\ -EI_y \frac{\partial \varphi_y}{\partial x} + \hat{M}_y &= 0 \end{aligned} \quad (A.10)$$

ou de type déplacements imposés :

$$\begin{aligned} u_z &= \hat{u}_z \\ \varphi_y &= \hat{\varphi}_y \end{aligned} \quad (A.11)$$



## Annexe B : Transport de l'impédance

On veut trouver une relation entre l'impédance acoustique locale à deux positions différentes  $x$  et  $x + d$  dans un fluide donné. L'impédance de surface à  $x + d$  est donnée par

$$Z(x + d, \omega) = \frac{P(x + d, \omega)}{V(x + d, \omega)} \quad (B.1)$$

Dans un premier temps, on calcule  $P(x + d, \omega)$  et ensuite  $V(x + d, \omega)$ . À partir de l'équation (B. 1), la pression acoustique à  $x + d$  est donnée par :

$$P(x + d, \omega) = P_{I,0}(\omega) e^{jk(x+d)} + P_{R,0}(\omega) e^{-jk(x+d)}$$

Par multiplication de cette équation par 2, on a :

$$\begin{aligned} 2P(x + d, \omega) &= 2P_{I,0}(\omega) e^{jk(x+d)} + 0 + 0 + 2P_{R,0}(\omega) e^{-jk(x+d)} \\ &= \overbrace{P_{I,0}(\omega) e^{jk(x+d)}} + \overbrace{P_{I,0}(\omega) e^{jk(x-d)}} + \overbrace{P_{R,0}(\omega) e^{-jk(x-d)}} + \overbrace{P_{R,0}(\omega) e^{-jk(x+d)}} \\ &\quad + P_{I,0}(\omega) e^{jk(x+d)} - P_{I,0}(\omega) e^{jk(x-d)} - P_{R,0}(\omega) e^{-jk(x-d)} + P_{R,0}(\omega) e^{-jk(x+d)} \end{aligned}$$

Groupant l'équation en deux termes, on obtient :

$$\begin{aligned} 2P(x + d, \omega) &= P_{I,0}(\omega) e^{jkx} (e^{jkd} + e^{-jkd}) + P_{R,0}(\omega) e^{-jkx} (e^{jkd} + e^{-jkd}) \\ &\quad + P_{I,0}(\omega) e^{jkx} (e^{jkd} - e^{-jkd}) - P_{R,0}(\omega) e^{-jkx} (e^{jkd} - e^{-jkd}) \end{aligned}$$

Ou encore,

$$\begin{aligned} 2P(x + d, \omega) &= (P_{I,0}(\omega) e^{jkx} + P_{R,0}(\omega) e^{-jkx})(e^{jkd} + e^{-jkd}) \\ &\quad + (P_{I,0}(\omega) e^{jkx} - P_{R,0}(\omega) e^{-jkx})(e^{jkd} - e^{-jkd}) \end{aligned}$$

Puisque la vitesse acoustique dépend de la direction de l'onde acoustique dans le fluide avec les caractéristiques acoustiques  $(Z_c(\omega), k_c(\omega))$ ,  $P_I(x, \omega) = Z_c(\omega) V_I(x, \omega)$  et  $P_R(x, \omega) = -Z_c(\omega) V_R(x, \omega)$ , l'expression de  $2P(x + d, \omega)$  devient alors :

$$\begin{aligned} 2P(x + d, \omega) &= (P_{I,0}(\omega) e^{jk_c(\omega)x} + P_{R,0}(\omega) e^{-jk_c(\omega)x})(e^{jk_c(\omega)d} + e^{-jk_c(\omega)d}) \\ &\quad + Z_c(\omega)(V_{I,0}(\omega) e^{jk_c(\omega)x} + V_{R,0}(\omega) e^{-jk_c(\omega)x})(e^{jk_c(\omega)d} - e^{-jk_c(\omega)d}) \end{aligned}$$

On réorganise les expressions des champs de pression et de vitesse,  $P(x, \omega)$  et  $V(x, \omega)$

$$2P(x + d, \omega) = P(x, \omega)(e^{jk_c(\omega)d} + e^{-jk_c(\omega)d}) + Z_c(\omega)V(x, \omega)(e^{jk_c(\omega)d} - e^{-jk_c(\omega)d})$$

Remplaçant les exponentiels par des fonctions sinusoïdales,  $P(x + d, \omega)$  est donnée par :

$$\begin{aligned} P(x + d, \omega) &= P(x, \omega) \cos(k_c(\omega)d) + jZ_c(\omega)V(x, \omega) \sin(k_c(\omega)d) \\ &= V(x, \omega) \sin(k_c(\omega)d)[Z(x, \omega) \cot(k_c(\omega)d) + jZ_c(\omega)] \end{aligned} \quad (B.2)$$

Un calculé similaire est réalisé pour la vitesse acoustique  $V(x + d, \omega)$ , on écrit :

$$\begin{aligned} V(x + d, \omega) &= V(x, \omega) \cos(k_c(\omega)d) + j \frac{1}{Z_c(\omega)} P(x, \omega) \sin(k_c(\omega)d) \\ &= \frac{1}{Z_c(\omega)} V(x, \omega) \sin(k_c(\omega)d) [Z_c(\omega) \cotg(k_c(\omega)d) + jZ(x, \omega)] \end{aligned} \quad (B.3)$$

Enfin, le transport de l'impédance acoustique de  $x$  à  $x + d$  est obtenu en utilisant les équations (B. 1), (B. 2) et (B. 3) :

$$Z(x + d, \omega) = \frac{V(x, \omega) \sin(k_c(\omega)d) [Z(x, \omega) \cotg(k_c(\omega)d) + jZ_c(\omega)]}{\frac{1}{Z_c(\omega)} V(x, \omega) \sin(k_c(\omega)d) [Z_c(\omega) \cotg(k_c(\omega)d) + jZ(x, \omega)]}$$

Par simplification, on obtient :

$$Z(x + d, \omega) = Z_c(\omega) \frac{Z(x, \omega) \cotg(k_c(\omega)d) + jZ_c(\omega)}{jZ(x, \omega) + Z_c(\omega) \cotg(k_c(\omega)d)} \quad (B.4)$$



---

## Résumé

Pour des raisons évidentes, le recyclage des pneus usagés constitue un enjeu important pour l'industrie du caoutchouc. La connaissance des propriétés physiques des poudrettes de pneus recyclés (GTR) permet la fabrication de nouveaux produits ayant des performances considérables en amortissement des vibrations et absorption acoustique. Le travail présenté traite de la réduction des niveaux acoustiques et vibratoires des structures par des matériaux issus de la filière de recyclage, en particulier les pneus usagés. L'objectif principal de cette thèse était de proposer de nouveaux systèmes d'absorption acousto-mécaniques en exploitant les caractéristiques des poudrettes de pneus recyclés. Souvent, ces systèmes font appel à des matériaux spécifiques, tels que les matériaux viscoélastiques, les matériaux poreux de type mousses et matériaux granulaires. Au préalable, nous avons procédé à des analyses thermiques de chaque constituant afin d'optimiser l'efficacité de l'enrobage des GTR par la matrice. Les produits élaborés sont essentiellement des matériaux granulaires, obtenus par extrusion, et des plaques injectées. Nous avons ensuite caractérisé les propriétés dynamiques viscoélastiques de l'ensemble de nos matériaux en vibration longitudinale dans une bande de fréquence très large en utilisant le principe de superposition fréquence – température. Les matériaux granulaires polymères, de leur faible densité, constituent une solution avantageuse dans l'amortissement des structures vibrantes. Un modèle, basé sur la méthode de raideur dynamique, de tubes remplis de matériaux granulaires en flexion est mis en place pour analyser l'amortissement structural de la structure. Le modèle est expérimentalement validé et employé pour optimiser les performances mécaniques du matériau granulaire. Enfin, une méthode d'identification des paramètres non-acoustiques des matériaux poreux est développée et appliquée sur des mousses, des monocouches et multicouches granulaires.

**Mots-clés :** Pneus recyclés, loi WLF, amortissement, méthode raideur dynamique, matériaux poreux, paramètres non-acoustiques, identification.

## Abstract

For obvious reasons, the recycling of scrap tires is an important issue for the rubber industry. Knowledge of physical properties of ground tire rubber (GTR) allows the manufacture of new products with considerable performance vibration damping and sound absorption. The work presented here deals the reduction of noise and vibration levels using materials from the recycling sector, in particular tires. The main motivation of this thesis was to propose new acousto-mechanical absorption systems exploiting the characteristics of ground tire rubber. Often, these systems rely on specific materials, such as viscoelastic material, porous materials foam and granular material. Beforehand, we conducted thermal analysis of each component for optimizing the effectiveness of the coating of GTR by the matrix. The elaborate products consists in granular materials obtained by extrusion and injected plates. Then, we characterized the dynamic viscoelastic properties of our materials under longitudinal vibration in a large frequency bandwidth using the frequency – temperature superposition principle. Granular polymeric materials with low density are an advantageous solution in damping of vibrating structures. A model based on dynamic stiffness method of tubes filled with granular materials under bending vibration is setup to analyze the structural damping of the tube filled. The model is experimentally validated and used to optimize the mechanical performance of granular material in damping of structures. Finally, a method for identifying non-acoustical parameters of porous materials is developed and applied on foams, monolayer and multilayer granular materials.

**Keywords:** Tire rubber, WLF law, damping, dynamic stiffness method, porous materials, non-acoustical parameters, identification.