

## Mise au point d'un banc d'essais micro mécaniques pour la caractérisation de matériaux à base de biopolymères végétaux

*Laurent Chaunier<sup>1</sup>, Patrice Papineau et Denis Lourdin*

**Résumé :** *Cette étude porte sur le développement d'un banc d'essais micro-mécaniques en traction/compression. De la définition du cahier des charges aux résultats obtenus lors des premiers essais, les étapes successives sont présentées, ainsi que le couplage avec un système d'acquisition d'images couplé à une loupe binoculaire.*

*Les échantillons sont placés dans une cellule de mesure constituée de deux mors à section carrée (2 x 2 cm<sup>2</sup>). Leur déplacement relatif, de 1,25 µm à 2 cm, est contrôlé par deux micro-moteurs pas à pas, afin d'avoir une fenêtre d'observation immobile centrée sur l'échantillon. Plusieurs types de sollicitations mécaniques sont possibles, telles que la traction, la compression, ou des cycles à vitesse constante. La force est mesurée par un capteur à pont de jauges, pour des valeurs jusqu'à 125 N.*

*Les premiers résultats obtenus permettent de valider l'utilisation du banc pour la caractérisation de matériaux biopolymères denses et expansés, tels que les produits céréaliers extrudés ou issus de panifications.*

**Mots clés :** biopolymères, propriétés mécaniques, texture

### Introduction

Les propriétés d'usages de matériaux à base de biopolymères végétaux, comme la texture d'aliments céréaliers, sont gouvernées par leurs propriétés mécaniques. Leur compréhension passe par la détermination des mécanismes aux échelles des éléments constitutifs comme, par exemple, celle des phases d'amidon et de protéines (<100 microns) (chaunier *et al.*, 2005 et 2007). Celles ci peuvent être élucidées par une observation des déformations locales sous une sollicitation macroscopique.

Ces mesures nécessitent le développement de bancs d'essais micro-mécaniques instrumentés, tels que ceux qui ont été développés pour l'étude de matériaux fibreux tel que la cellulose, ou à base de protéines animales (Kompella et Lambros, 2002 – Fudge *et al.*, 2003).

Des travaux ont aussi montré l'intérêt de coupler des mesures en traction-compression, sur une échelle sub-millimétrique, à l'acquisition d'images pendant les sollicitations mécaniques, pour une meilleure compréhension des relations structure-texture de produits végétaux (Vanstreels *et al.*, 2005).

Le comportement de gels fortement hydratés a aussi été évalué par cette méthode, en couplant avec un microscope électronique, permettant ainsi d'obtenir la caractérisation structurale des échantillons pendant leur déformation (Rizzieri *et al.*, 2003 a - b).

Le but de cette étude est la mise au point de mesures micro-mécaniques pour évaluer des propriétés mécaniques locales de matériaux à base de biopolymères végétaux afin de mieux comprendre et de modéliser leur comportement mécanique global.

---

<sup>1</sup> Inra - UR1268 BIA« Biopolymères Interactions et Assemblage » F- 44316 Nantes, Cedex 3

☎ 02 40 67 51 97 ✉ [chaunier@nantes.inra.fr](mailto:chaunier@nantes.inra.fr)

## 1. Matériel / Méthode

### 1.1 Définition du cahier des charges et choix des capteurs

#### - Cahier des charges

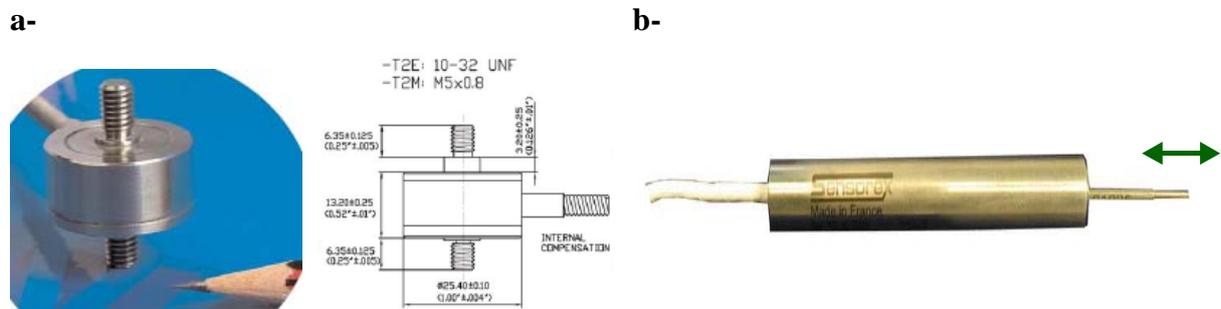
Le banc instrumenté doit permettre la caractérisation de matériaux biopolymères denses ou expansés aux propriétés mécaniques variées. Il doit pouvoir être déplacé et piloté par un ordinateur portable.

Dans le cas de produits céréaliers denses secs (*e.g.* extrudés, TE < 15 %, bh, base humide), les modules d'Young sont de l'ordre de 0,1 à 5 GPa. La contrainte à la rupture pour ces matériaux est de l'ordre de 1 à 100 MPa, pour des déformations entre 0.5 % et 10 % (Chanvier *et al.*, 2006).

Si on rapporte ces valeurs à une éprouvette aux dimensions caractéristiques Longueur = 10 mm et Section = 1 mm<sup>2</sup>, les forces mesurées couvriront une gamme de 1 N à 100 N et les déplacements seront relativement faibles, de 50 µm à 1 mm.

Un cas très différent, typique des produits céréaliers expansés, est la mie de pain. Pour un échantillon présentant une densité moyenne de l'ordre de 0,3 kg/l et une teneur en eau de 40 %, bh, le module élastique est de l'ordre de 50 kPa et la contrainte à une déformation de 90 % est de l'ordre de 150 kPa (Scanlon et Zghal, 2001).

Pour ce type de matériaux, une éprouvette aux dimensions caractéristiques L = Ø = 20 mm convient à la réalisation des essais. Les déplacements sont assez grands pour obtenir une déformation suffisante (≤ 90%, d<sub>max</sub>=18mm). Par ailleurs, de faibles forces devront pouvoir être mesurées par le banc instrumenté, au minimum à partir de 0,5 N.



**Figures 1 :** a - capteur de Force (Ø=25 mm), b - capteur de déplacement inductif (Ø<sub>bobine</sub> = 12 mm)

#### - Choix des capteurs

La gamme retenue pour le capteur de Force est [0 ; 125 N]. Ce capteur est de type « pont de jauges » (Measurement Specialties, Hampton, VA 23666, US).

Pour une mise en place rapide des échantillons dans la cellule de mesure, un capteur inductif a été choisi pour la mesure des déplacements (Sensorex, Saint Julien, F74 - **figures 1**). La gamme de mesure de ce capteur est [0 ; 20 mm].

#### - Mesures et incertitudes

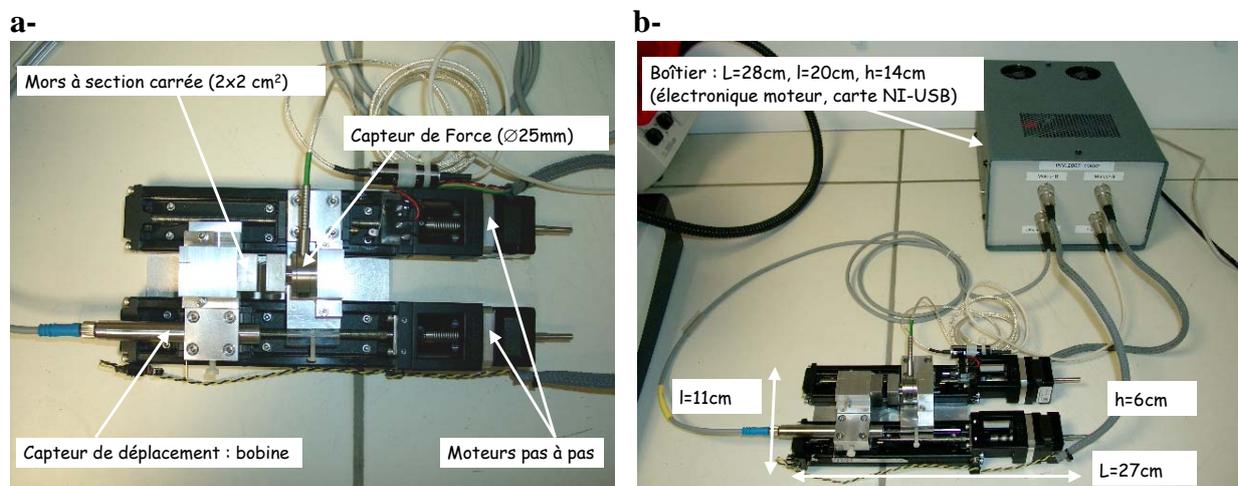
L'incertitude maximale associée aux mesures de Force est de 0,25 N et peut-être améliorée à environ 0,15 N après filtrage du signal brut. La déformation du capteur (0,7 µm/N) est introduite dans la correction de mesure du déplacement réel des mors.

L'incertitude maximale du capteur de déplacement inductif est de  $40\ \mu\text{m}$ , mais la mesure du déplacement pendant les essais micro-mécaniques est réalisée par comptage des micro-pas des moteurs pas à pas installés sur le banc, avec une précision de  $1,25\ \mu\text{m}$  (cf. § 1.2). Grâce à la puissance des moteurs, nous considérerons qu'ils ne perdent pas de pas lors du déplacement (un saut de pas se visualise correctement sur la courbe de force).

### 1.2 Guidages linéaires et moteurs pas à pas

Pour des raisons de résistance mécanique (maximum constructeur donné à 300 N) et de centrage de l'échantillon pendant les essais micro-mécaniques, 2 moteurs reliés chacun à un guidage linéaire THK sont assemblés sur une table métallique (Loudet Industrie, Avignon, F84).

Les cartes électroniques d'acquisition de données et les contrôleurs Microlynx des moteurs sont placés dans un boîtier (**figures 2**).



**Figure 2 :** a- banc instrumenté b- banc et boîtier électronique

La rotation des deux moteurs est synchronisée ( $51\ 400\ \mu\text{pas}/\text{tour}$ , avec  $1\ \text{mm}/\text{tour}$ ). Le pilotage se fait par lot de  $32\ \mu\text{pas}$  pour chacun des moteurs, soit un déplacement relatif des mors de  $1,25\ \mu\text{m}$ . Des capteurs de fin de course, à l'initialisation du système, donnent une référence de positionnement.

Une cellule de mesure, constituée de deux mors à section carrée ( $2 \times 2\ \text{cm}^2$ ), est reliée à chacun des deux guidages linéaires. Avec cette géométrie on effectue des compressions, en plaçant l'échantillon entre les mors et des essais en traction, en collant les éprouvettes sur la surface horizontale supérieure des mors.

Ce système motorisé occasionne un déplacement relatif des deux mors (entrefer) pouvant atteindre un peu plus de 20 mm.

Le programme de pilotage des essais et d'acquisition des données a été réalisé sous LabView 8.2 (National Instruments Corp, Austin-TX, US). Il permet de piloter le banc et d'acquérir les données pour plusieurs types de sollicitation mécaniques, avec une vitesse minimale de  $1,25\ \mu\text{m}/\text{s}$  : traction, compression et cycles à profil triangulaire (vitesse constante).

### 1.3 Couplage avec l'acquisition d'images

Le banc peut être installé sous une loupe macroscopique binoculaire (type MZ125 de LEICA Microsystems Ltd, 9435 Heerbrugg, CH) qui pour un objectif x 1,0 offre un champ observable d'un rayon de 5 à 20 mm et une profondeur > 0,2 mm.

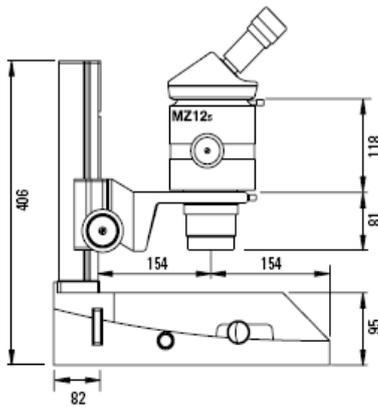
La distance d'observation est de l'ordre de 60 mm entre l'objectif et l'échantillon, ce qui laisse de la place pour la mise en place du banc instrumenté et du système d'éclairage (**figure 3**).

On relie la loupe à une caméra 3-CCD (JVC America Corp., US), et on acquiert 4 img/sec en pleine capacité (1280 x 960 pxl<sup>2</sup>), pour un codage sur 32bits. La résolution des images enregistrées varie de 3 à 15 µm/pxl selon le grossissement optique de la loupe.

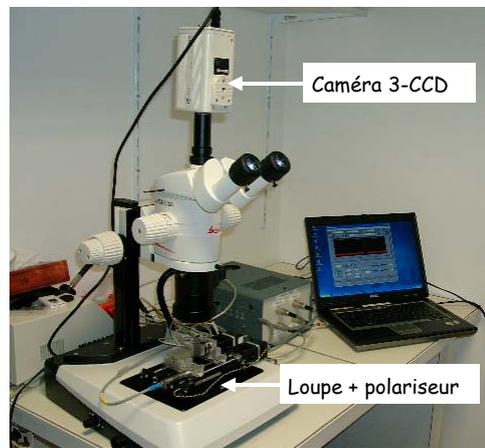
La caméra est équipée d'un port FireWire pour la transmission des données au PC.

L'acquisition des images est pilotée par le même logiciel de contrôle et d'acquisition des données « Force » et « Déplacement » du banc micro-mécanique.

a-



b-



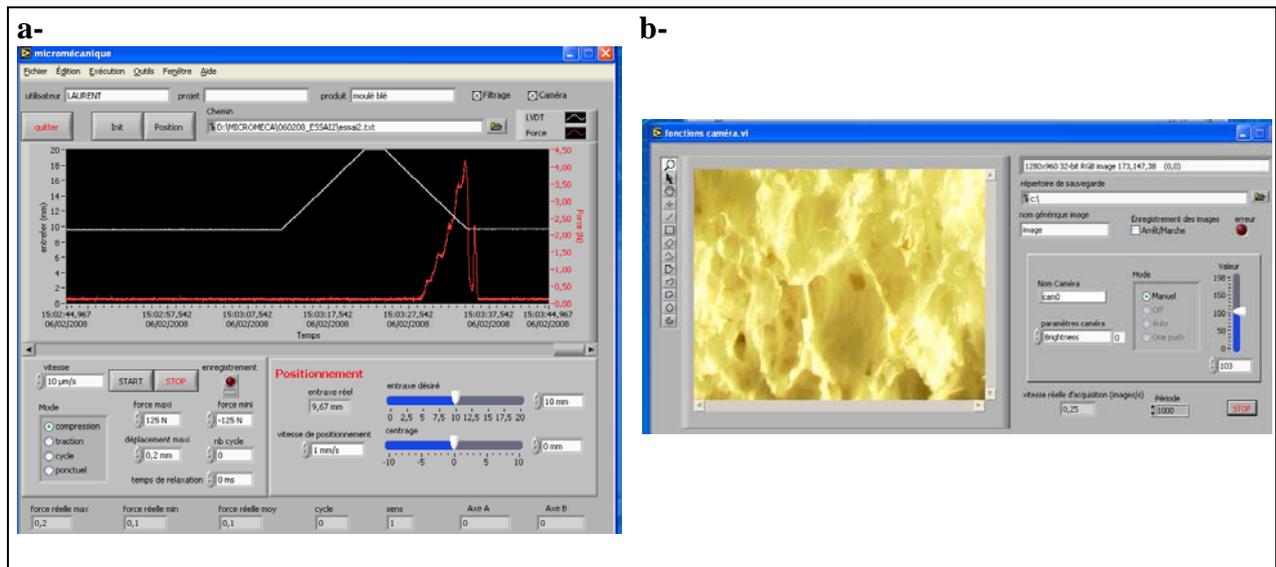
**Figure 3 :** a- loupe macroscopique binoculaire LEICA-MZ125  
b- montage du banc micromécanique sous loupe binoculaire

L'éclairage peut se faire par transmission en lumière normale, ou polarisée.

Une fibre optique pourra éclairer l'essai au travers de l'objectif ou latéralement par rapport au sens d'observation.

### 1.4 Interface Homme-Machine

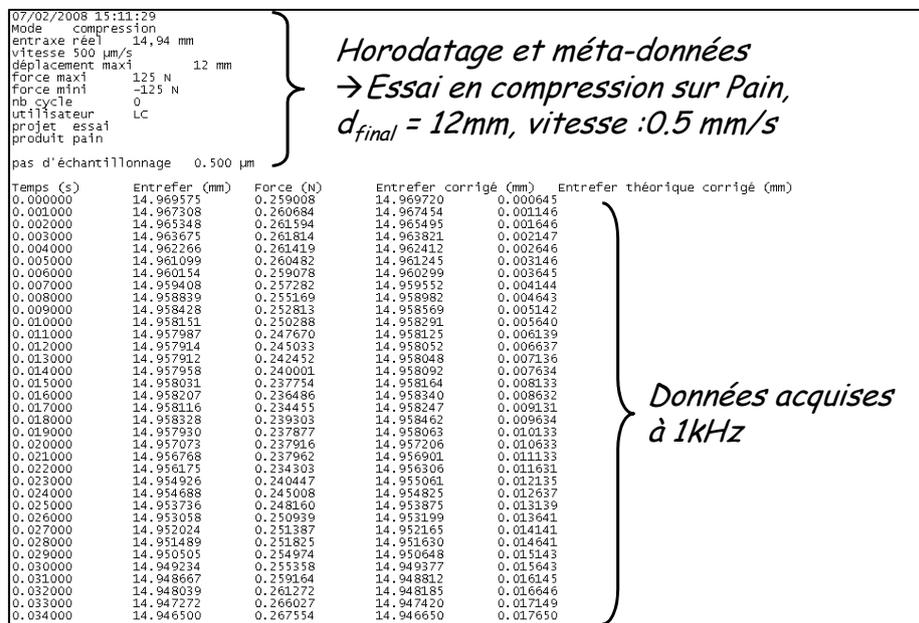
La face-avant du programme de pilotage et d'acquisition des données a été conçue pour avoir les méta-données à saisir sur la même fenêtre que celle du pilotage du banc-micromécanique. L'acquisition des images, si elle est demandée par l'utilisateur, se fait dans une deuxième fenêtre qui s'ouvre en cliquant sur la case « Caméra » (**figure 4**).



**Figure 4** : face-avant du programme de pilotage et acquisition des données.  
*a- banc micro-mécanique, b- acquisition des images (ici dans le cas de la compression d'une mie de pain)*

### 1.5 Fichiers de résultats et méta-données

Les données sont acquises à une fréquence de 1 kHz et elles sont stockées avec les méta-données, notamment l'horodatage, dans un fichier au format texte (**figure 5**). Leur traitement est réalisé par la suite sous Matlab 7.0 (The MathWorks Inc., US).



**Figure 5** : exemple du début d'un fichier de résultats

Les images sont stockées au format TIFF (3,6 Mo/image) dans le répertoire d'enregistrement des valeurs de Force et de déplacement.

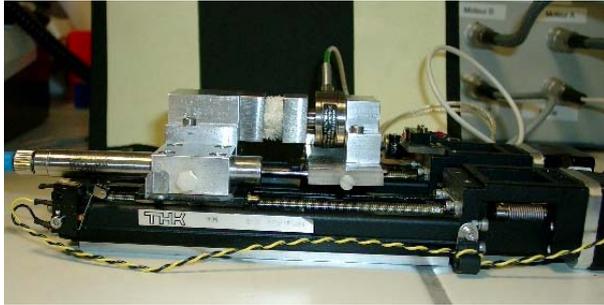
## 2. Résultats & Discussion

### 2.1 Mesures de propriétés mécaniques en compression

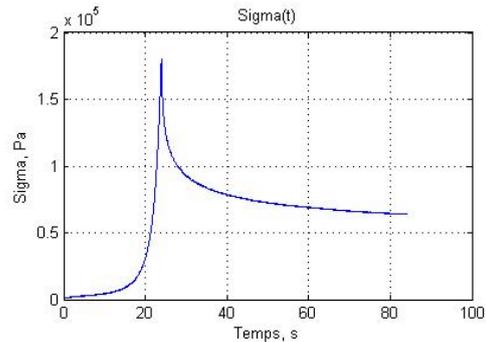
Des essais en compression relaxation ont été réalisés, sur des échantillons de mie de pain de longueur initiale,  $L_0=15\text{mm}$ , et  $\varnothing=18\text{mm}$  ( $\rho_{\text{mie}}=0.31\text{kg/l}$ ).

La compression est réalisée à  $0,5\text{mm/s}$ , jusqu'à une déformation  $\varepsilon=L_0 \times 80\%$ .

a-



b-



**Figure 6** : Compression-relaxation d'une mie de pain.

a- montage

b- résultats : contrainte=f(déformation),  $\sigma(t)$

On peut alors obtenir le module de la mie,  $E^* = 17 \text{ kPa}$ , ainsi que le module du matériau densifié,  $E_s = 0,5 \text{ MPa}$  (en fin de compression).

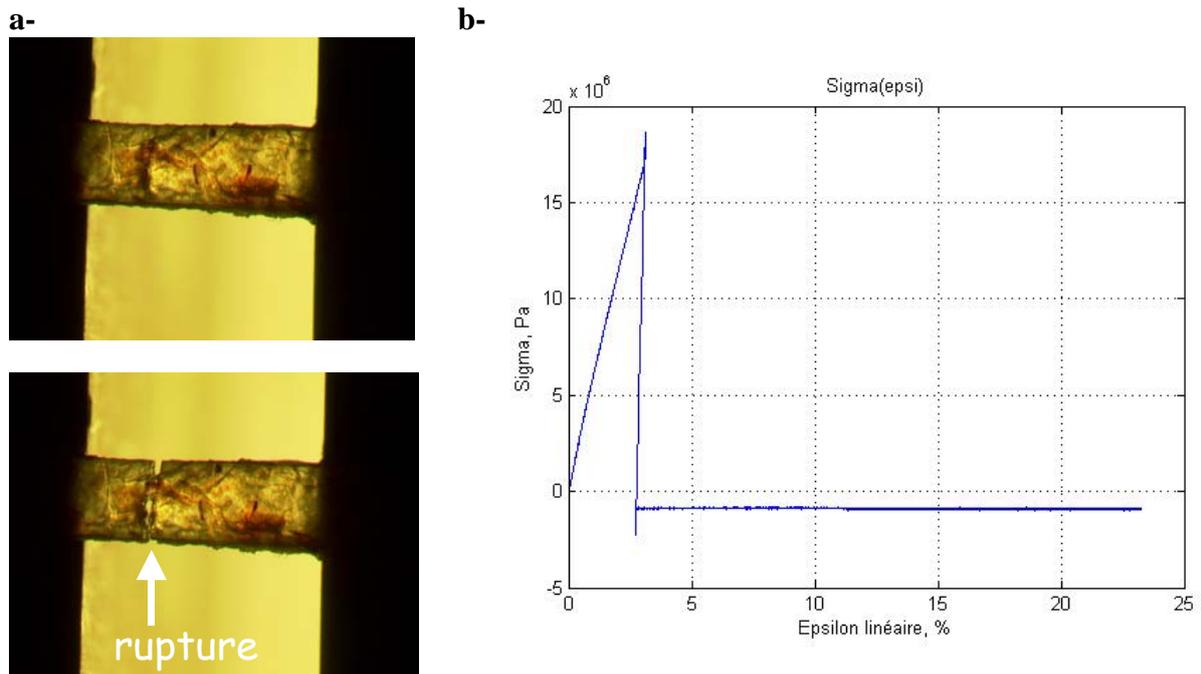
La mesure a été répétée sur 3 échantillons issus du même pain, avec un écart-type de  $4 \text{ kPa}$  concernant la valeur moyenne du module des mies,  $E^*$ . L'essai de compression-relaxation avec le banc micro-mécanique conduit donc à de bons résultats en termes de répétabilité.

Les valeurs obtenues sont très similaires de celles issues de compressions d'éprouvettes des grandes tailles ( $\varnothing = 6 \text{ cm}$ ) découpés dans les mêmes pains, avec une machine d'essais « traditionnelle » de type Instron 1122 (Instron Corp., Canton, MA) (Scalon et Zghal, 2001) [9].

### 2.2 Mesures en traction

Des essais ont été réalisés en traction sur des échantillons denses thermomoulés ( $L = 10 \text{ mm}$ ,  $l = 1,5\text{mm}$ ,  $e=0,6\text{mm}$ ) à partir de farine de blé de type 110 riche en fibres.

L'entrefer initial est de  $5 \text{ mm}$  et la vitesse de déformation,  $v=10\mu\text{m/s}$ . L'échantillon est collé sur la surface supérieure des mors à sections carrées (**figure 7**).



**Figure 7** : traction sur échantillon thermomoulé  
 a- avant/après rupture, à  $\varepsilon=3\%$       b- courbe contrainte=f(déformation), ou  $\sigma(\varepsilon)$

Le comportement fragile de l'échantillon sec (TE = 11 %, bh) est caractéristique sur la courbe contrainte-déformation. La contrainte à la rupture est de 18 MPa, et le module élastique de 0,52 GPa. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles obtenues pour des matériaux biopolymères secs avec des machines d'essai de matériaux de type Instron (Chanvrier *et al.*, 2006)[8].

L'acquisition d'images à une vitesse réduite (< 10 img/s) ne permet pas de suivre l'initiation et la propagation de la rupture dans de tels matériaux fragiles. Les vitesses de telles ruptures sont supérieures à 100 m/s, d'après les essais préliminaires que nous avons réalisés avec des caméras présentant des vitesses d'acquisition de l'ordre de 50 000 img/s.

## Conclusion et perspectives

Le banc micromécanique permet de mesurer les propriétés mécaniques d'une éprouvette de faible taille dans de bonnes conditions de répétabilité. L'observation simultanée des déformations locales ou de la propagation des fractures fournira des données pour alimenter les modèles numériques de comportement macroscopique des échantillons.

Les principales perspectives sont le couplage avec caméra rapide pour le suivi des ruptures dans les matériaux fragiles et l'extension des essais micro-mécaniques à l'étude du comportement d'autres produits, par exemple les cellules de fruits charnus (péricarpes de tomates, pommes).

**Remerciements** : Les auteurs tiennent à remercier Abdelkrim SADOUDI (UMR-IATE, Montpellier) pour ses précieuses indications concernant le choix du montage micro-mécanique, ainsi que Alain SIRE (BIA-CRAIS, Nantes) pour son aide lors de sa fabrication.

## **Bibliographie**

- Chanvrier H, Della Valle G and Lourdin D. (2006) Mechanical behaviour of corn flour and starch-zein based materials in the glassy state: A matrix–particle interpretation. *Carbohydrate Polymers*, 65(3): 346-356
- Chaunier L, Courcoux P, Della Valle G and Lourdin D (2005) Physical and sensory evaluation of cornflakes crispness. *J Text Stud*, 36 (1): 93-118
- Chaunier L, Della Valle G and Lourdin D (2007) Relationships between texture, mechanical properties and structure of cornflakes. *Food Research International*, Vol. 40: 493-503
- Fudge DS, Gardner KH, Forsyth VT, Riekel C and Gosline JM (2003) The Mechanical Properties of Hydrated Intermediate Filaments: Insights from Hagfish Slime Threads. *Biophysical Journal*, 85: 2015–2027
- Kompella M and Lambros J (2002) Micromechanical characterization of cellulose fibers. *Polymer Testing*, 21: 523–530
- Rizzieri R, Baker FS and Donald AM (2003) A tensometer to study strain deformation and failure behavior of hydrated systems via in situ environmental scanning electron microscopy. *Rev Sci Inst*, 74 (10): 4423-4428
- Rizzieri R, Baker FS and Donald AM (2003) A study of the large strain deformation and failure behaviour of mixed biopolymer gels via in situ ESEM. *Polymer*, 44: 5927–5935,
- Scanlon MG and Zghal MC. (2001) Bread properties and crumb structure. *Food Research International*, 34(10): 841-864
- Vanstreels E, Alamar MC, Verlinden BE, Enninghorst A, Loodts JKA, Tijskens E, Ramon H and Nicolai BM. (2005) Micromechanical behaviour of onion epidermal tissue. *Postharvest Bio Tech*, 37: 163–173