# Étude des propriétés de fracture d'un gel mixte de biopolymères

Stage effectué à l'Institut des Nanosciences de Paris BERNARD DOMINIC Edward

Encadrant : Olivier Ronsin Équipe : Mécanique multi-échelle des solides faibles

Mots clés : gel, fracture, mixte

Un gel est un matériau constitué d'un réseau de polymères, le tout dans un solvant, qui sera dans notre cas de l'eau, mais qui peut être autre chose comme du glycérol. Les gels sont des matériaux adéquats ayant de nombreuses applications, notamment au niveau bio-physique et en bio-ingéniérie du fait que le corps humain est composé en grande partie de gel (cartilage, muqueuses...) répondant à des sollicitations mécaniques/chimiques particulières. En effet, les gels possèdent des propriétés similaires aux tissus naturels du corps humain du fait de leur teneur en eau.

Dans le gel, les liaisons entre chaînes de polymères, appelées réticulations, peuvent être thermoreversibles ou non, par le biais de liaisons hydrogène dans le cas thermoréversible, ou covalentes pour celles non réversibles. Le gel est dit *physique* si les réticulations aussi appelées *ponts* sont de faibles énergies <sup>1</sup>, il est dit *chimique* si les réticulations sont d'énergies supérieures à celle de l'agitation thermique. Des travaux antérieurs [1] ont montré qu'un double réseau avait des propriétés de résistances très accrues. C'est pourquoi nous étudions ici les gels mixtes, gels réticulés physiquement *et* chimiquement.

## Objectif du stage

Le but ici est d'étudier le gel mixte, et de regarder sa mécanique de fracture, afin de voir comment optimiser les propriétés mécaniques de celui-ci. La gélatine est une substance provenant de la dénaturation de collagène <sup>2</sup> extrait de la peau comme la peau de boeuf ou de porc. Elle présente une formation en triple hélices, stabilisées par des liaisons hydrogènes en dessous de 30 °C, ce qui en fait naturellement un gel *physique* thermoréversible, qui a été étudié dans l'équipe par David Martina [2].

Le gel étant réticulé physiquement, on peut aussi le réticuler chimiquement, à l'aide d'une enzyme [3] et ainsi contrôler la quantité de ponts chimiques par inactivation de cette enzyme, le gel, inactivé ne fait donc plus de ponts chimiques. La difficulté est l'inactivation d'une grande quantité de gel (plus de 100mL) par chauffage rapide, en effet l'inactivation se fait en portant l'enzyme à 70°C pendant une dizaine de minutes.

### Méthodes utilisées

Préparation des échantillons à fracturer : On prépare une solution à 5% de masse de gélatine, 1 U d'enzyme ³, de l'eau, on place le tout à 40°C pour éviter la formation de ponts physiques. On verse cette solution dans le moule et l'on attend, toujours à 40°C afin d'avoir le module de stockage du réseau chimique voulu, noté  $G'_{\chi}$  avant d'inactiver la solution de gel par chauffage à 70°C pendant 10 minutes. Puis l'on met notre gel à 5°C pendant 17h afin que les ponts physiques se forment.

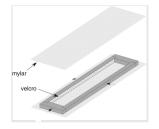




FIGURE 1: À gauche : Vue éclatée du moule utilisé. Les dimensions du moule sont de 300 x 30 x 10 mm<sup>3</sup> image provenant de la thèse de David Martina [2], à droite, un schéma représentant une vue de coté du moule avec chaque composant.

Fracture du gel : La manipulation débute par une charge de l'échantillon à fracturer : On retire les deux mors aux dimensions les plus petites du moule puis on écarte les mors restants à l'aide d'une platine motorisée en mesurant la force nécessaire pour écarter l'échantillon. Cette phase, sert à déterminer l'énergie élastique stockée dans l'échantillon, qui sera le moteur de la propagation de la fracture.

<sup>1.</sup> de l'ordre de  $k_b T$ ,  $k_b$  étant la constante de Boltzmann, avec T la température.

<sup>2.</sup> Le collagène est la protéine la plus abondante chez les mammifères

<sup>3. 1</sup> U (1 Unité) est l'équivalent de 0.1 g dans 10g de gel

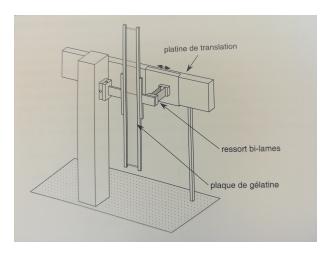


FIGURE 2: Schéma représentant le dispositif de traction utilisé pour l'éxpérience de fracture. Thèse de David Martina [2]

On entaille ensuite à l'un des bords de l'échantillon pour amorcer la fracture, en filmant cette dernière, dont la propagation est lente (quelques mm/s). On obtient directement l'énergie de fracture définie comme la quantité d'energie dissipée par unité d'aire créée par la fracture en fonction de la vitesse de la fracture.

#### Résultats obtenus

Nous portons ici quel ques courbes de l'énergie de fracture en fonction de la vitesse de la tête de fracture pour différents modules  $G'_{\chi}$ .

Energie de fracture en fonction de la vitesse de la tête de fracture

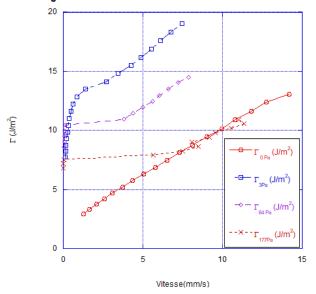


FIGURE 3: Résultats en fonction de différents modules de stockage du réseau chimique  $G'_{\chi}$ 

On constate ici que la valeur de l'énergie de fracture augmente avec  $G'_{\chi}$ , pour une très faible quantité de ponts chimiques, puis que le niveau redécroit avec  $G'_{\chi}$  qui augmente, mais qu'un saut en vitesse apparaît. On remarque aussi que la pente à haute vitesse est la même pour tous les gels, quel que soit  $G'_{\chi}$ , ce qui, d'après la théorie, suggère que le mécanisme de rupture est le même que sur le gel physique.

#### Conclusion

Le travail présenté ici est l'étude de ce qui qualifierait la rigidité (l'énergie de fracture) d'un gel mixte, de concentration 5%. Nous avons, en outre, trouvé qu'il y avait un module  $G'_{\chi}$  optimum tel que pour une même vitesse de fracture l'énergie de fracture sera toujours supérieure à celle des autres modules  $G'_{\chi}$ . Une des réussites a été la fabrication des échantillons de sorte d'avoir une expérience de fracture correcte sans avoir un échantillon avec des défauts. De plus un moyen de chauffer la solution directement dans le moule à été mise au point avec succès, ce qui, d'un point de vue pratique est bénéfique. Ces semaines de stage ont été excellentes, de part le fait de découvrir ce métier concrètement, avec de vrais enjeux et de réelles problèmatiques.

# Références

- [1] Jian Ping Gong, Why are double network hydrogels so tough?, Soft Matter, **6**, 2583-2590, 2010
- [2] David Martina, Thèse: Dynamique de fracture d'un gel thermoréversible de biopolymères, 2008, Université Paris 6
- [3] Hayfa Souguir, Thèse : Propriétés physiques d'hydrogels de gélatine réticulés par voie enzymatique, 2013, Université Paris 6