

UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE
Faculté de génie
Département de génie mécanique

CONCEPTION D'UN ÉCHANTILLON MODÈLE EN
MATÉRIAUX COMPOSITES ET CARACTÉRISATION
PAR MICROTOMOGRAPHIE À RAYONS-X :
DÉVELOPPEMENT D'UN OUTIL DE MESURE DE
CHAMPS DE DÉPLACEMENTS TRIDIMENSIONNELS

Mémoire de maîtrise
Spécialité: génie mécanique

Nicolas Bombard

Jury: Saïd Elkoun (Directeur)
Raymond Panneton (Codirecteur)
Hachimi Fellouah (Rapporteur)
Ahmed Maslouhi (Examineur)

Sherbrooke (Québec) Canada

Septembre 2011

IV-2171



Library and Archives
Canada

Published Heritage
Branch

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Direction du
Patrimoine de l'édition

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence
ISBN: 978-0-494-83714-6

Our file Notre référence
ISBN: 978-0-494-83714-6

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

Canada

À ma grande sœur, Isabelle.

Résumé

Les nouveaux matériaux qui ont fait leur apparition récemment dans l'industrie, tels que les matériaux composites et les mousses métalliques par exemple, ont trouvé de nombreuses applications. Cependant, en raison de leur complexité grandissante, la modélisation de leurs lois de comportement est de plus en plus difficile. D'où l'idée d'employer des méthodes d'imagerie tridimensionnelle telle que la microtomographie à rayons-X, et d'utiliser la corrélation d'images digitales pour mesurer les champs de déplacements entre des images de l'échantillon au repos et sous compression. Cela permettrait ensuite de remonter aux paramètres de la loi de comportement.

C'est le but du projet développé en collaboration entre l'École Polytechnique de Montréal et l'Université de Sherbrooke. La partie du projet menée à l'Université de Sherbrooke constitue l'objet de ce mémoire, et comprend deux tâches. La première consiste à concevoir un matériau modèle qui servira de base pour développer un algorithme de mesure des champs de déplacements à partir des images microtomographiques. La seconde consiste à obtenir lesdites images.

Le matériau modèle conçu dans le cadre des travaux de recherche est un matériau composite à matrice de polyéthylène basse densité linéaire, texturée par de l'oxyde de titane, et à renfort de billes de verre. Ces matériaux ont été choisis entre autres raisons pour leur bon contraste aux rayons-X et leur facilité de mise en forme. Le composite a été fabriqué par extrusion, pour assurer une bonne dispersion des particules de renforts, et les échantillons ont été réalisés par moulage.

La microtomographie à rayons-X est une technique d'imagerie permettant de reconstruire le volume d'un objet à partir d'une série de projections radiographiques de celui-ci. C'est une méthode qui permet en général une appréciation qualitative de la structure d'un objet (*e.g.* des anomalies). Par contre, la qualité des images peut-être parfois insuffisante pour une analyse quantitative. Des bruits et des artefacts de reconstructions (*e.g.* artefacts d'anneaux, durcissement du faisceau, désalignement...) peuvent dégrader les microtomographies. Le développement d'une procédure de calibration était donc nécessaire avant de pouvoir utiliser la cellule de charge pour imager des échantillons au repos puis compressés *in situ*.

Mots-clefs : microtomographie à rayons-X, cellule de charge, matériau composite, matrice polymère, extrusion, moulage, calibration, corrélation d'image digitale.

Remerciements

En préambule à ce mémoire, je souhaite adresser mes remerciements les plus sincères aux personnes qui m'ont apporté leur aide et qui ont contribué à l'élaboration de ce travail ainsi qu'à la réussite de cette maîtrise.

Je tiens à remercier sincèrement le Professeur Saïd Elkoun, qui, en tant que Directeur de recherche, s'est toujours montré à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation de ce projet, ainsi que pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'il a bien voulu me consacrer et sans qui ce mémoire n'aurait jamais vu le jour.

Mes remerciements s'adressent également au Professeur Raymond Panneton, Codirecteur de recherche, et dont l'insistance et la persuasion ont grandement joué dans ma décision de faire cette maîtrise.

Je remercie aussi tous les membres de l'équipe de l'École Polytechnique de Montréal pour leur participation à ce projet : les Professeurs Isabelle Villemure et Martin Lesvesque, ainsi que les doctorants Farhad Mortazavi et Behzad Rahmani.

J'exprime ma gratitude à toutes les personnes qui m'ont aidé dans mes travaux de recherches. À l'Université Laval, merci au Professeur Frej Mighri et à Yann Giroux, technicien de laboratoire, pour leur accueil et leur aide à l'extrusion du composite. À l'Université de Sherbrooke, merci à Guillaume Veux, coordonnateur du laboratoire de caractérisation des matériaux, pour ses conseils, ainsi qu'à Irène Kelsey et Stéphane Gutierrez, techniciens du Centre de Caractérisation des Matériaux (CCM), pour leur aide.

Je n'oublie pas mes parents pour leur soutien et leur patience, malgré la distance qui nous sépare, de même que ma sœur et mon beau-frère, qui ont rendu la décision m'expatrier au Québec beaucoup plus facile.

Enfin, j'adresse mes plus sincères remerciements à tous mes amis français et québécois qui ont rendu ces deux années mémorables.

Merci à toutes et à tous.

Table des matières

Chapitre 1. Introduction	1
1.1. Contexte	1
1.2. Problématique	2
1.3. Définition du projet de recherche	3
1.4. Objectifs.....	3
1.5. Contributions originales.....	4
1.6. Plan du document	4
Chapitre 2. État de l'art	6
2.1. Introduction	6
2.2. Système d'imagerie par microtomographie à rayons-X	6
2.2.1. Principe général.....	7
2.2.1.1. Architecture d'un microtomographe.....	7
2.2.1.2. Principe de fonctionnement.....	9
2.2.2. Projections : acquisition de radiographies bidimensionnelles	10
2.2.3. Reconstruction de tranches : algorithme de Feldkamp.....	13
2.2.4. Bruit, artefacts et corrections.....	14
2.2.4.1. Bruits d'acquisition	14
2.2.4.2. Artefacts de reconstruction	15
2.2.5. Système utilisé : SkyScan 1172	19
2.2.5.1. Caractéristique de l'appareil	19
2.2.5.2. Logiciel de contrôle.....	19
2.2.5.3. Cellule de charge.....	20
2.2.5.4. Logiciels de reconstruction.....	20
2.3. Conception d'échantillons modèles	21
2.3.1. Matériaux potentiels.....	21
2.3.1.1. Critères de choix.....	21
2.3.1.2. Matrice	22
2.3.1.3. Texture	24
2.3.1.4. Renfort	24

2.3.2. Méthodes de fabrication potentielles.....	25
2.3.2.1. Introduction.....	25
2.3.2.2. Extrusion.....	26
2.3.2.3. Injection.....	28
2.3.2.4. Élaboration par mise en solution.....	29
2.3.2.5. Comparaison des méthodes.....	29
2.4. Bilan.....	30
Chapitre 3. Fabrication d'échantillons modèles.....	31
3.1. Introduction : choix des matériaux et techniques de fabrication.....	31
3.2. Extrusion.....	32
3.2.1. Équipement.....	32
3.2.2. Procédé d'extrusion.....	33
3.2.2.1. Composite LLDPE-TiO ₂	34
3.2.2.2. Composite LLDPE-Verre-TiO ₂	34
3.2.3. Analyse des composites obtenus.....	36
3.2.3.1. Analyse thermogravimétrique.....	36
3.2.3.2. Microscopie électronique à balayage.....	38
3.3. Moulage.....	42
3.3.1. Équipement.....	42
3.3.2. Procédé de moulage.....	44
3.4. Procédé général.....	45
Chapitre 4. Microtomographie.....	46
4.1. Calibration.....	46
4.1.1. Réglage des paramètres.....	46
4.1.1.1. Acquisition.....	46
4.1.1.2. Reconstruction 2D : procédure développée assurant la reproductibilité.....	48
4.1.2. Comparaison Microtomographie/MEB.....	50
4.1.2.1. Préparation de l'échantillon.....	50
4.1.2.2. Observation microtomographique.....	51
4.1.2.3. Observation au microscope électronique à balayage.....	51
4.1.2.4. Comparaisons des images.....	52

4.2. Essais avec la cellule de charge.....	55
4.2.1. Préparation de l'échantillon & conditions expérimentales	55
4.2.2. Acquisition & reconstruction 2D.....	55
4.2.3. Résultats.....	57
4.3. Bilan.....	60
Chapitre 5. Conclusion	61
5.1. Synthèse.....	61
5.2. Contributions originales	62
5.3. Perspectives de recherche.....	63
Annexe A. Moule à plaque.....	64
Annexe B. Couteau circulaire	65
Références	66

Liste des figures

Figure 2.1 - Architecture d'un microtomographe.....	8
Figure 2.2 - Organigramme de fonctionnement du microtomographe	9
Figure 2.3 - Principales étapes du processus de reconstruction par microtomographie calculée à rayons-X sur une mousse d'aluminium.....	10
Figure 2.4 - Relation entre deux objets et leurs projections selon trois angles différents.....	10
Figure 2.5 - Effet photoélectrique	11
Figure 2.6 - Un rayon-X se propageant à travers la section d'un objet.....	12
Figure 2.7 - Imagerie par faisceau conique	13
Figure 2.8 - Artefacts dans une tranche reconstruite.....	16
Figure 2.9 - Désalignement géométrique.....	17
Figure 2.10 - SkyScan 1172	19
Figure 2.11 - Cellule de charge SkyScan MTS.....	20
Figure 2.12 - Schéma d'une extrudeuse monovis	27
Figure 2.13 - Les principales configurations d'extrudeuses bivis.....	27
Figure 2.14 - Système d'injection à vis mobile	28
Figure 3.1 - Photographie de l'extrudeuse Leistritz ZSE-27 et de sa chaîne d'extrusion	32
Figure 3.2 - Chaîne d'extrusion	33
Figure 3.3 - Schéma de l'extrudeuse Leistritz ZSE-27	33
Figure 3.4 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-TiO ₂ 10 %	38
Figure 3.5 - Résultat de l'analyse granulométrique du TiO ₂	39
Figure 3.6 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 3 %.....	39
Figure 3.7 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 3 %.....	40
Figure 3.8 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 %.....	40
Figure 3.9 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 %.....	41
Figure 3.10 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 %	41
Figure 3.11 - Presse thermique Wabash	42
Figure 3.12 - Moule à plaque	43
Figure 3.13 - Couteau circulaire	43
Figure 3.14 - Schéma du procédé de fabrication des échantillons	45
Figure 4.1 - Procédure de réglage des paramètres de la reconstruction bidimensionnelle	49
Figure 4.2 - Reconstruction 3D de la pastille de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 % vue de dessus	53
Figure 4.3 - Mosaïque MEB de la pastille de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 %.....	54
Figure 4.4 - Radiographie d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 % dans la cellule de charge au repos	56
Figure 4.5 - Radiographie d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 % dans la cellule de charge sous compression	57
Figure 4.6 - Reconstruction d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 % au repos (tranche #397).....	58

Figure 4.7 - Reconstruction d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO ₂ 10 % sous compression (tranche #404).....	59
Figure A.1 - Moule à plaque : plaque inférieure.....	64
Figure A.2 - Moule à plaque : plaque supérieure.....	64
Figure A.3 - Plan du couteau circulaire.....	65

Liste des tableaux

Tableau 2.1 - Thermoplastiques potentiels pour la matrice.....	23
Tableau 2.2 - Élastomères potentiels pour la matrice.....	24
Tableau 2.3 - Matériaux pour renforts métalliques	25
Tableau 2.4 - Matériaux pour renforts céramiques	25
Tableau 2.5 - Avantages et inconvénients des différents procédés de fabrication.....	29
Tableau 3.1 - Profil de températures de l'extrudeuse (LLDPE-TiO ₂).....	34
Tableau 3.2 - Débits des alimenteurs (LLDPE-TiO ₂).....	34
Tableau 3.3 - Profil de températures de l'extrudeuse (Matrice chargée en TiO ₂).....	35
Tableau 3.4 - Débits des alimenteurs (Matrice chargée TiO ₂)	35
Tableau 3.5 - Débits des alimenteurs (LLDPE-Verre-TiO ₂).....	36
Tableau 3.6 - Résultat de l'ATG pour le composite LLDPE-TiO ₂	36
Tableau 3.7 - Résultat de l'ATG pour le composite LLDPE-Verre-TiO ₂	37
Tableau 3.8 - Fraction massique réelle pour le composite LLDPE-Verre-TiO ₂	37

Lexique

Algorithme de rétroprojection

Algorithme permettant de reconstruire une image tridimensionnelle d'un objet à partir de projections bidimensionnelles de celui-ci.

Artefact

En imagerie à rayons-X, un artefact est une altération de l'image causée par un signal artificiel dont l'apparition est généralement en relation directe avec le type de technique utilisée.

Caméra CCD

Un détecteur *CCD* (*Charge Coupled Device*) assure la conversion d'un signal lumineux en un signal électrique.

Cellule de charge

Dispositif mécanique s'intégrant à un système d'imagerie et permettant de déformer des échantillons *in situ*.

Coefficient d'absorption aux rayons-X

Aussi appelé coefficient d'atténuation, il caractérise la perte d'énergie que subit une onde électromagnétique en traversant un milieu.

Composite

Assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité d'adhésion) possédant des propriétés que ses composants seuls ne possèdent pas. Un matériau composite est constitué d'une ossature appelée renfort qui assure la tenue mécanique et d'une protection appelée matrice qui assure la cohésion de la structure et la retransmission des efforts vers le renfort.

Corrélation d'images digitales

Méthode optique 2D ou 3D qui permet de mesurer les déplacements entre deux images grâce à la fonction de corrélation croisée. Ces techniques sont de plus en plus employées en sciences des matériaux pour mesurer des champs de déformations.

Élastomère

Qualifie un polymère présentant des propriétés « élastiques », obtenues après légère réticulation.

Extrusion

Procédé continu permettant d'élaborer des produits finis de section constante par le passage et le refroidissement au travers d'une filière d'un polymère à l'état fondu.

Grade

Le grade, ou indice de fluidité, mesure la masse écoulee à travers une filière cylindrique d'une matière thermoplastique à l'état « fondu » (état fluide ou déformable), dans des conditions définies de température et de pression. Ce critère fournit des informations sur les possibilités de transformation de la matière.

Injection

Procédé de fabrication consistant à remplir un moule régulé en température avec un polymère à l'état fondu.

Matériau modèle

Matériau simple dont on peut déterminer facilement les propriétés mécaniques, servant de référence lors de travaux de recherche.

Mélange à sec

Mélange de plusieurs matériaux poudreux ou granulaires sans fusion ou solvant.

Microtomographie à rayons-X

Technique d'imagerie permettant de reconstruire le volume d'un objet à partir d'une série de mesures effectuées par tranche depuis l'extérieur de cet objet.

Monochromatique/Polychromatique

On qualifie de monochromatique un rayonnement qui n'est formé que d'une fréquence ou, par extension de sens, d'une bande très étroite de fréquence au niveau de son spectre. Au contraire, un rayonnement polychromatique possède un spectre large.

Polymère amorphe

Un polymère est amorphe lorsqu'il n'y a pas d'arrangement ordonné de ses molécules.

Polymère cristallin

Un polymère est cristallin lorsque les molécules qui le composent sont organisées.

Rayon X

Onde électromagnétique de haute fréquence dont la longueur d'onde est approximativement comprise entre 1 picomètre et 10 nanomètres. L'énergie de ces photons varie de 10^2 à 10^8 eV.

Relaxation

Phénomène physique par lequel un polymère viscoélastique soumis à une déformation fixe va voir son niveau de contrainte diminué au fil du temps jusqu'à atteindre un palier.

Synchrotron

Instrument électromagnétique destiné à l'accélération à haute énergie de particules élémentaires, et pouvant produire un rayonnement monochromatique, cohérent et parallèle.

Thermodurcissable

Qualifie un polymère ne pouvant être mis en œuvre qu'une seule fois et qui devient infusible et insoluble après polymérisation. Une fois polymérisé, leur forme ne peut plus être modifiée.

Thermoplastique

Qualifie un polymère susceptible d'être mise en forme de manière répétée.

Trémie

Pièce mécanique ressemblant à un grand entonnoir, destinée à stocker puis à verser une matière poudreuse par gravitation.

Voxel

Volume élémentaire dans une structure tridimensionnelle numérisée. Le nom vient de la contraction de *volumetric pixel* : c'est un pixel en 3D.

Liste des symboles

Symboles grecs

μ	m^{-1}	Coefficient d'atténuation linéaire
ρ	$kg.m^{-3}$	Masse volumique
θ	rad	Angle de projection

Symboles latins

E	eV	Énergie photonique
D	pixel	Dimension horizontale maximale d'un objet scanné
I	$photon.m^{-2}.s^{-1}$	Intensité enregistrée par le détecteur
I_o	$photon.m^{-2}.s^{-1}$	Intensité corrigée
I_c	$photon.m^{-2}.s^{-1}$	Intensité initiale du rayonnement
I_d	$photon.m^{-2}.s^{-1}$	Intensité du <i>dark field</i>
I_f	$photon.m^{-2}.s^{-1}$	Intensité du <i>flat field</i>
L	m	Chemin parcouru par le rayon-X
N_a	-	Nombre d'images utilisées lors d'un moyennage
N_p	-	Nombre de projections
P	-	Transformée de Radon
t	m	Position radiale du rayon-X
W	eV	Énergie de liaison
Z	-	Numéro atomique

Liste des acronymes

ATG	Analyse thermogravimétrique
CCD	Caméra à transfert de charge (<i>Charge Coupled Device</i>)
cis-PBD	<i>cis</i> -1,4-Polybutadiène
DIC	Corrélation d'images digitales (<i>Digital Image Correlation</i>)
ELPP	Polypropylène élastomère (<i>Elastomeric polypropylene</i>)
EPDM	Éthylène Propylène Diène Monomère
FDFC	<i>Flat and dark field correction</i>
HDPE	Polyéthylène haute densité (<i>High Density Polyethylene</i>)
IR	<i>trans</i> -1,4-Polyisoprène (<i>Isopren Rubber</i>) (Gutta Percha, Balata)
LDPE	Polyéthylène basse densité (<i>Low Density Polyethylene</i>)
LLDPE	Polyéthylène linéaire basse densité (<i>Linear Low Density Polyethylene</i>)
MEB	Microscope électronique à balayage
NBR	Élastomère acrylonitrile-butadiène (<i>Nitrile-Butadiene Rubber</i>)
NR	<i>cis</i> -1,4-Polyisoprène (<i>Natural Rubber</i>)
PAA	Poly(acide acrylique)
PB	Polybutène
PBD	1,2-Polybutadiène
PC	Polycarbonate
PCL	Poly(ϵ -caprolactone)
PET	Poly(éthylène téréphtalate)
PHE	Poly(hexène-1)
PLA	Poly(acide lactique) (<i>Poly(lactic acid)</i>)
PMMA	Poly(méthyle méthacrylate)

PMP	Poly(4-méthyle pentène-1)
POE	Polyéthylène élastomère (<i>poly(oxyethylene)</i>)
PP	Polypropylène
PS	Polystyrène
PTFE	Poly(tétra fluor éthylène)
SAN	Élastomère styrène-acrylonitrile (<i>Styrene Acrylonitrile</i>)
SBR	Élastomère styrène-butadiène (<i>Styrene-Butadiene Rubber</i>)
<i>trans</i>-PBD	<i>trans</i> -1,4-Polybutadiène
XMCT	Microtomographie à rayons-X

Chapitre 1. Introduction

1.1. Contexte

L'emploi de nouveaux matériaux tels que les composites, les mousses métalliques ou les mousses polymères, a permis d'innover dans plusieurs domaines. Les nouveaux avions de ligne commerciaux de plus en plus légers suite à une incorporation progressive de matériaux composites, l'optimisation de mousses pour l'absorption acoustique, ou l'utilisation de mousses métalliques pour des prothèses osseuses [Gagliardi *et al.*, 2008] en sont quelques exemples. La modélisation de la réponse de ces matériaux à des sollicitations externes et la connaissance de leurs propriétés mécaniques sont donc des enjeux importants.

De par leur complexité, ces nouveaux matériaux sont difficiles à modéliser théoriquement. Des essais macroscopiques (*e.g.* traction, flexion, torsion) peuvent être utilisés pour obtenir une mesure des propriétés macroscopiques moyennes du matériau, mais cela n'est pas suffisant. C'est là qu'interviennent les techniques de mesure de champs et les méthodes d'identification inverse des propriétés mécaniques [Grediac, 2004]. Le principe consiste, à partir d'un test mécanique (généralement traction ou compression), à déterminer le champ de déplacements ou de contraintes auquel il est soumis ; ensuite, un modèle numérique simulant la même expérience est développé, et les paramètres de la loi de comportement simulée du matériau sont ajustés jusqu'à ce que les prédictions théoriques s'approchent le plus possible de l'expérience. Il est alors possible de mesurer les paramètres d'une loi de comportement nécessitant à la base plusieurs essais, même multiaxiaux, en un seul essai et en utilisant une machine de traction conventionnelle [Pierron *et al.*, 2000].

Il existe plusieurs techniques optiques de mesure de champ – comme la corrélation d'images digitales (*Digital Image Correlation*, DIC) ou les techniques d'interférométrie (*e.g.* les interférométries de Speckle, de Moiré, holographique) – permettant de mesurer les déplacements ou les déformations en plusieurs points d'un plan [Grediac, 2004]. Ces méthodes, originellement 2D, ont été adaptées à la 3D avec l'avènement de techniques d'imagerie tridimensionnelle telle que la microtomographie à rayons-X (*X-Ray computed microtomography*, XMCT) ou la microscopie confocale au laser. Ces technologies permettent de générer des images tridimensionnelles de la microstructure de matériaux ou de tissus

vivants, rendant ainsi possible l'observation de l'intérieur de matériaux de manière non destructive. Si la microscopie confocale nécessite un échantillon transparent à la lumière blanche [Roblin, 1999], la XMCT permet de caractériser le volume intérieur des matériaux opaques. Cela explique le développement récent des méthodes de corrélation d'images digitales volumiques (DIC-3D) à partir d'images microtomographiques [Verhulp *et al.*, 2004].

1.2. Problématique

C'est dans le contexte décrit dans le paragraphe précédent qu'est né ce projet entre l'École Polytechnique de Montréal et l'Université de Sherbrooke. L'idée est de développer un outil de mesure de champ de déplacements tridimensionnels par microtomographie à rayons-X ainsi qu'une méthodologie inverse d'identification des propriétés mécaniques. L'objectif est de fournir un nouvel outil de caractérisation non destructif qui trouvera de nombreuses applications dans les domaines des matériaux et de la biomécanique. Cette technique permettra par exemple l'identification et la caractérisation de matériaux composites inconnus, ou encore la modélisation de la réponse de divers matériaux à des sollicitations externes.

Concernant la répartition des rôles dans ce projet, l'équipe de l'École Polytechnique est chargée de développer les algorithmes de DIC-3D et d'identification inverse des propriétés mécaniques. La partie du projet menée ici à l'Université de Sherbrooke doit quant à elle fournir des images microtomographiques exploitables à nos collègues. En effet, le développement d'un outil de DIC-3D nécessite l'obtention d'images de qualité à partir d'observations par XMCT pour des matériaux soumis à un chargement. Ces images devront répondre à certains critères liés à la méthode d'imagerie par microtomographie pour pouvoir être utilisables. Le projet de maîtrise consiste à créer un système modèle (*i.e.* un matériau modèle) permettant l'obtention de telles images.

En d'autres termes, la problématique principale de la maîtrise est de concevoir et caractériser un échantillon modèle en matériaux composites permettant d'obtenir des images exploitables avant et après déformation par un algorithme de corrélation d'image 3D ; il est donc aussi nécessaire de définir une procédure de calibration permettant d'obtenir des microtomographies quantifiables et reproductibles.

1.3. Définition du projet de recherche

Plusieurs recherches ont déjà été menées dans le domaine de la corrélation digitale d'images volumique, e.g. [Forsberg, 2008], [Gates *et al.*, 2011], [Hild *et al.*, 2009], [Lenoir *et al.*, 2007] et [Roux *et al.*, 2008]. Mais à la différence de ces études, qui ont toutes été réalisées sur un type d'échantillon donné, la collaboration entre l'École Polytechnique et l'Université de Sherbrooke vise à développer un outil qui puisse caractériser n'importe quel type de matériau. Au final, ce projet permettra d'élaborer et tester des lois de comportement plus représentatives du comportement réel des matériaux. Une meilleure connaissance des lois de comportement conduira à la conception de nouveaux matériaux, et à une amélioration de la modélisation de ceux existants.

La phase du projet conduite à l'Université de Sherbrooke se déroule donc selon deux champs de recherche distincts. Le premier correspond à la conception d'échantillons modèles, et peut être décomposé en trois parties : choix du ou des matériaux de l'échantillon, fabrication et caractérisation. Le deuxième correspond au développement d'une procédure de calibration du microtomographe pour assurer la qualité des images obtenues. Au final, les résultats attendus sont de trois types : des échantillons modèles adaptés, une procédure de calibration optimisée, et des images microtomographiques fidèles et reproductibles.

1.4. Objectifs

Au vu de la problématique, un objectif principal ainsi que trois sous-objectifs se détachent.

Objectif principal : obtenir des images numériques tridimensionnelles par microtomographie à rayons-X d'un échantillon modèle sous compression utilisables pour le développement d'un algorithme de mesure de champs de déplacements tridimensionnels.

Premier sous-objectif : concevoir et fabriquer un matériau modèle. La réussite du projet repose en grande partie sur le choix des matériaux et des techniques de fabrication de l'échantillon modèle. Ils doivent permettre d'obtenir des images 3D exploitables par l'équipe de l'École polytechnique de Montréal dans le développement de l'algorithme de mesure de champs de déplacements tridimensionnels.

Deuxième sous-objectif : développer une procédure de calibration. Les images microtomographiques obtenues doivent répondre à deux critères pour être exploitables : elles doivent être fidèles à la réalité et reproductibles, ce qui veut dire libres de bruits et d'artefacts. Pour respecter ces critères, il faut donc mettre en place une routine de calibration.

Troisième sous-objectif : obtenir des couples d'images microtomographiques des échantillons déformés/non déformés.

1.5. Contributions originales

Les contributions scientifiques originales des travaux de recherche menés dans le cadre de cette maîtrise sont de deux types :

- Fournir des images microtomographiques exploitables à l'équipe de l'École Polytechnique, et ainsi permettre le développement des algorithmes de mesure des champs de déplacements/contraintes et d'identification inverse des propriétés mécaniques ;
- Développer une méthode de calibration du microtomographe assurant la fidélité et la reproductibilité des acquisitions, et permettant d'utiliser les images obtenues de manière quantitative au lieu de seulement qualitative.

1.6. Plan du document

Dans un premier temps, un bilan des connaissances actuelles et des recherches déjà menées sera effectué. La technique d'imagerie par microtomographie à rayons-X sera étudiée pour comprendre les contraintes qu'elle impose sur la conception de l'échantillon, et les matériaux potentiels ainsi que des procédés de fabrication envisageables seront passés en revue.

Dans un second temps, ce mémoire s'intéressera à la fabrication des échantillons modèles. Le choix des matériaux sera expliqué, puis les différentes étapes de fabrication et de caractérisation seront décrites.

Les travaux menés sur le microtomographe seront abordés dans un troisième temps. Cette partie sera consacrée au développement de la procédure de calibration, ainsi qu'aux tests menés sur les échantillons.

Enfin, dans un dernier temps un bilan sera fait quant à ce projet.

Chapitre 2. État de l'art

2.1. Introduction

Depuis plusieurs années la microtomographie à rayons-X est de plus en plus utilisée dans les études de la mécanique de divers matériaux, *e.g.* [Perrot, 2006]. Cette technique d'imagerie non destructive permettant d'obtenir une modélisation volumique d'un objet a notamment permis le développement récent des méthodes de corrélation d'images digitales volumiques. Parmi l'abondante littérature sur ce sujet, on peut entre autres citer [Forsberg, 2008], [Roux *et al.*, 2008] et [Gates *et al.*, 2011]; il est intéressant de noter que dans le dernier cas, le microtomographe utilisé était un SkyScan 1172, comme dans le présent projet. D'autres recherches ont ajouté une cellule de charge à leur microtomographe dans le but d'effectuer des tests de compression *in situ* [Hild *et al.*, 2009; Lenoir *et al.*, 2007].

Aussi riche la bibliographie sur ce sujet soit-elle, elle se concentre principalement sur le développement et l'optimisation des algorithmes de DIC-3D (qui est la partie du projet de l'équipe de l'École Polytechnique de Montréal). Il y a très peu de données et d'explications concernant le choix, la préparation et la conception des échantillons employés, et à peine plus d'information à propos de la calibration du microtomographe et des acquisitions sur celui-ci (*i.e.* le cœur du projet de maîtrise réalisé ici). En conséquence, la revue de littérature sera originale et s'attachera à expliquer le principe de l'imagerie par microtomographie à rayons-X, avant d'étudier les différents matériaux envisageables pour les échantillons.

2.2. Système d'imagerie par microtomographie à rayons-X

La microtomographie à rayons-X permet d'obtenir une représentation tridimensionnelle de la structure interne d'un échantillon à partir de mesures de l'atténuation d'un faisceau de rayons-X le traversant [Perrot, 2006]. Cette technologie est similaire à la tomographie calculée habituelle largement utilisée en médecine (CT Scanner, pour *Computed Tomography Scanner*), mais avec une plus grande puissance et une meilleure résolution spatiale, pour un encombrement et un coût moindre [Grangeat, 2002; Williams *et al.*, 2007]. Grâce à ces avantages, la XMCT est une technique de plus en plus populaire en sciences des matériaux

pour étudier la structure de matériaux variés avec un niveau de détails inatteignables autrement.

Dans cette partie, nous passerons en revue les fondements qui régissent la tomographie à rayons-X. Une présentation plus complète de cette technologie peut-être trouvée dans l'ouvrage de référence de [Kak et Slaney, 1988]. Après avoir exposé le principe général de la technique, nous montrerons comment à partir de projections bidimensionnelles il est possible de reconstruire un échantillon par tranches. Nous décrirons les artefacts pouvant affecter les résultats, et les corrections correspondantes. Enfin, nous présenterons l'appareil utilisé pendant ce projet.

2.2.1. Principe général

Le terme « tomographie » dérive de la racine grecque *tomos* signifiant « section » ; « tomographie » est donc synonyme d' « imagerie par tranche ». Cette technologie permet donc d'obtenir les images des sections d'un échantillon à partir de projections radiographiques. La microtomographie à rayons-X par transmission fonctionne donc sur le même principe physique que la radiographie à rayons-X (cf. paragraphe 2.2.2).

2.2.1.1. Architecture d'un microtomographe

Un microtomographe à rayons-X peut être décomposé en trois ensembles : un dispositif de génération de rayons-X, une chambre de test et un dispositif de détection (figure 2.1).

La source de rayons-X peut être de deux types [Maire *et al.*, 2001] :

- **Un tube microfoyer à rayons-X.** Les sources microfoyers produisent un faisceau conique, non cohérent et polychromatique. On parle alors d'imagerie par faisceau conique.
- **Une source de rayonnement synchrotron.** Les sources synchrotrons génèrent un faisceau parallèle, cohérent, quasi monochromatique et plus énergétique, ce qui permet d'obtenir des images de meilleure résolution. De plus, la cohérence du faisceau permet d'utiliser le microtomographe dans d'autres modes de fonctionnement que le mode de contraste d'atténuation, tel que les modes de contraste de phase et holotomographique [Maire *et al.*, 2001; Salvo *et al.*, 2003].

Les sources synchrotrons sont peu répandues. Les microtomographes compacts de laboratoire (comme le SkyScan 1172) sont donc équipés de sources microfoyer.

Dans la chambre de test, l'échantillon est monté sur une plateforme rotative, elle-même fixée sur un banc mécanique assurant le contrôle des positions horizontale et verticale de l'échantillon (pour l'imagerie par faisceau conique, le contrôle de la position relative de l'échantillon par rapport à la source et au détecteur permet d'ajuster l'agrandissement). De plus, il est parfois possible de monter une cellule de charge dans la chambre pour effectuer des tests mécaniques *in situ*.

Concernant la détection des rayons-X, plusieurs solutions existent [Grangeat, 2002] : intensificateurs d'images, détecteurs à scintillation, détecteurs à gaz, détecteurs à semi-conducteurs, détecteurs à couches photoconductrices. Cependant, le dispositif le plus courant est le détecteur à scintillation. Il consiste à coupler un photo-scintillateur, qui permet de convertir les photons-X en photons visibles, avec une caméra à transfert de charges (dite CCD, *Charge Coupled Device*). Le couplage est généralement fait par fibre-optique [Grangeat, 2002].

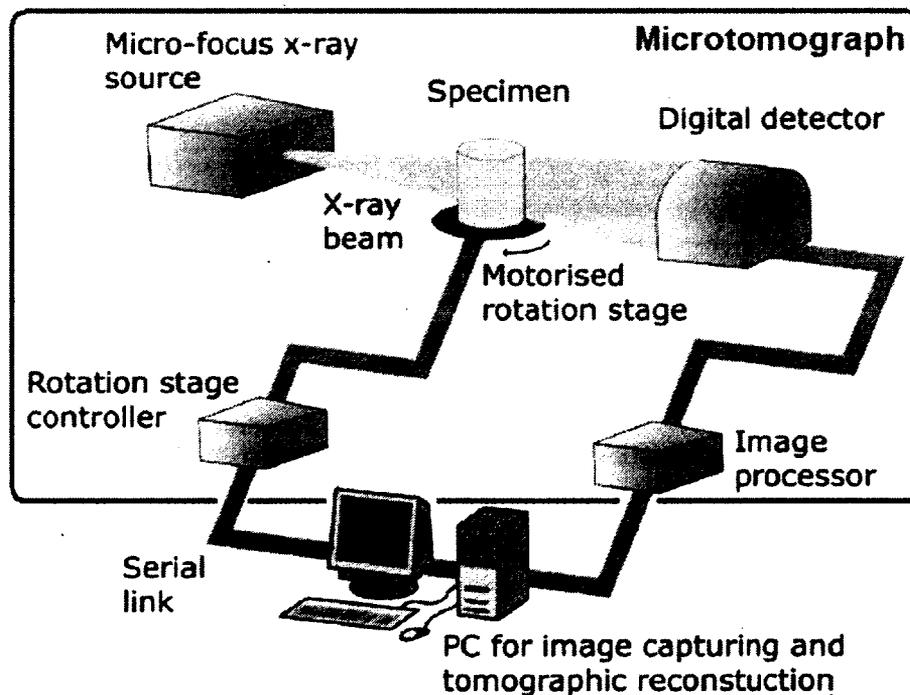


Figure 2.1 - Architecture d'un microtomographe [Forsberg, 2008]

2.2.1.2. Principe de fonctionnement

La XMCT permet la reconstruction d'une image tridimensionnelle à partir de radiographies bidimensionnelles. Concrètement, le principe (figure 2.2) est le suivant : l'échantillon est soumis à une rotation discrète. À chaque pas, la source de rayons-X irradie l'échantillon et le détecteur capte les rayons-X transmis. C'est l'acquisition de plusieurs radiographies qui va permettre de retrouver l'information de profondeur qui est perdue avec une seule radiographie. Par la suite, un algorithme dit de rétroprojection combine toutes ces projections radiographiques afin d'obtenir des coupes bidimensionnelles de l'échantillon. Il est alors possible de reconstruire l'échantillon en trois dimensions en assemblant les coupes bidimensionnelles. L'image finale est alors composée de voxels (*i.e.* un volume élémentaire dans une structure tridimensionnelle numérisée. Son nom vient de la contraction de *volumetric pixel*, c'est un pixel en 3D) ayant différents niveaux de gris correspondant à différentes valeurs d'atténuation et donc à différentes compositions. La figure 2.3 illustre certaines de ces étapes dans le cas d'une mousse métallique.

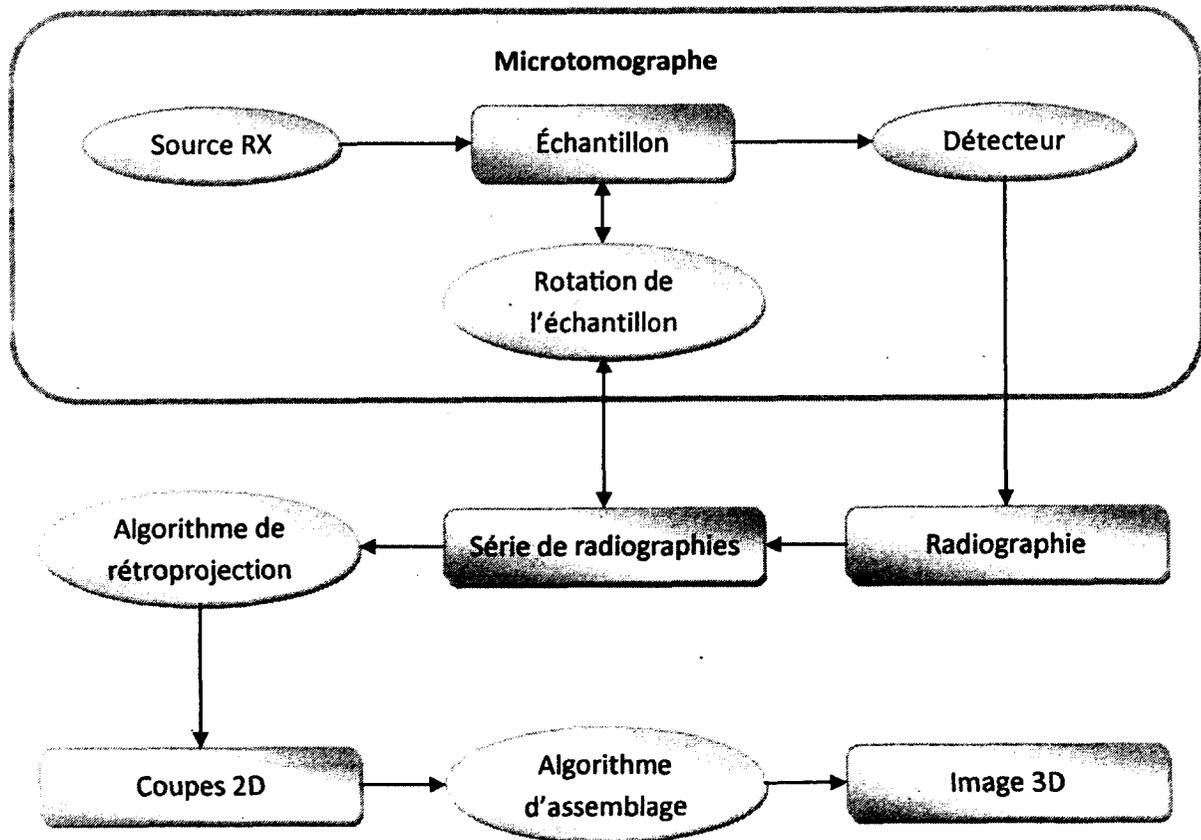


Figure 2.2 - Organigramme de fonctionnement du microtomographe

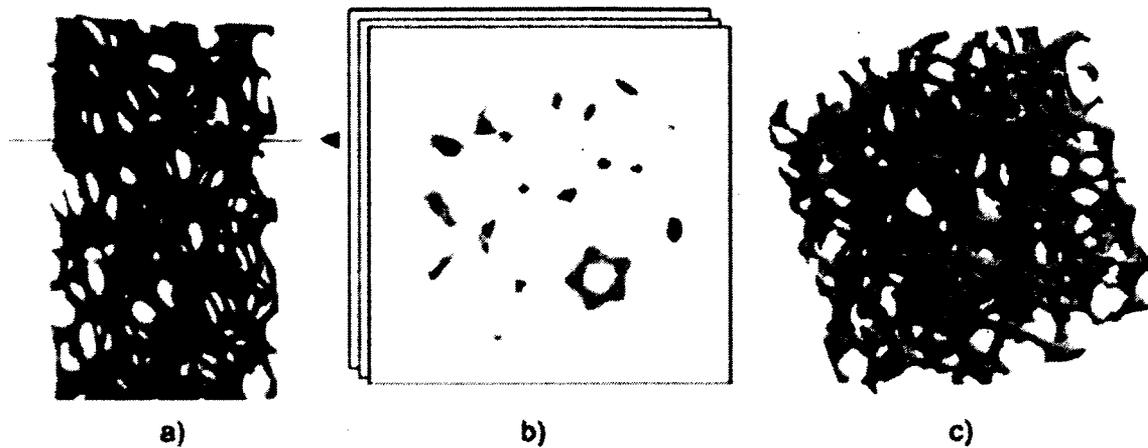


Figure 2.3 - Principales étapes du processus de reconstruction par microtomographie calculée à rayons-X sur une mousse d'aluminium. [Perrot, 2006]
(a) Acquisition de radiographies classiques. (b) Reconstruction de tranches bidimensionnelles de l'échantillon réel. (c) Reconstruction de l'image tridimensionnelle.

2.2.2. Projections : acquisition de radiographies bidimensionnelles

L'idée de base de la microtomographie est, à partir d'un certain nombre de projections effectuées à différents angles, de retrouver la géométrie complète de l'échantillon. Grâce à un algorithme, les projections sont rétro-projetées dans l'espace objet, et on obtient alors pour chaque section une fonction objet bidimensionnelle. La figure 2.4 montre la relation entre deux objets et leurs projections selon trois angles différents ; il est évident que plus le nombre de projections collectées est important, plus l'algorithme de rétroprojection sera performant.

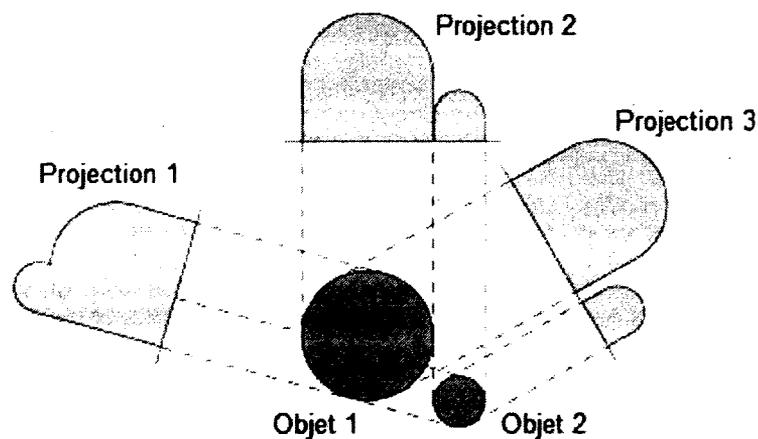


Figure 2.4 - Relation entre deux objets et leurs projections selon trois angles différents

L'acquisition des projections se ramène tout simplement à prendre de multiples radiographies de l'échantillon ; c'est donc le même principe physique qui est mis en jeu [Dumont-Fillon, 1996]. À basse énergie (*i.e.* tension de source RX < 100kV), lorsque des rayons-X rencontrent de la matière, une partie d'entre eux est transmise, et l'autre partie est absorbée par effet photoélectrique. Celui-ci se produit lorsqu'un photon-X entre en collision avec un électron des couches internes de l'atome (figure 2.5). Si l'énergie E du photon est supérieure à l'énergie de liaison W de l'électron, celui-ci est éjecté avec une énergie cinétique égale à $(E-W)$; on parle de « photoélectron ». L'énergie cinétique du photoélectron est finalement transférée au milieu lors d'ionisations ultérieures. Le retour de l'atome à son état fondamental s'accompagne d'une émission d'énergie sous forme d'un photon de fluorescence.

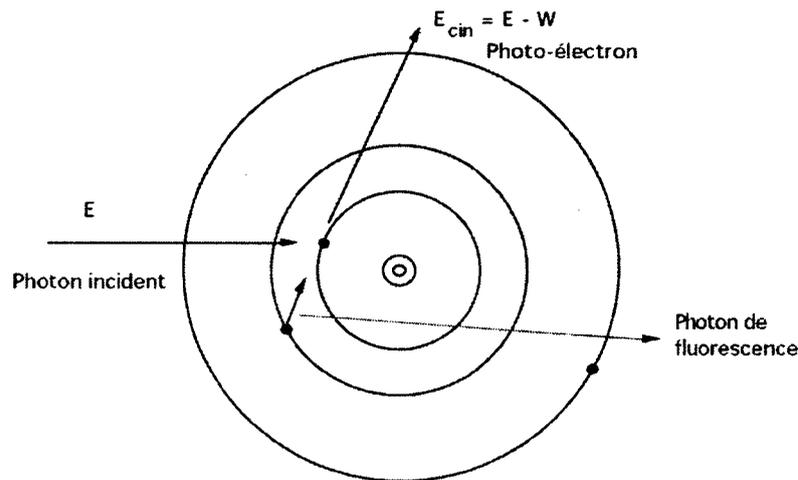


Figure 2.5 - Effet photoélectrique

Une expression de l'intensité I des rayons-X détectés après propagation dans la section d'un objet est donnée par la loi de Beer-Lambert [Grangeat, 2002; Maire *et al.*, 2001] :

$$I = I_0 e^{-\int_L \mu(x,y) dl} \quad (2.1)$$

ou μ est le coefficient d'atténuation de la matière traversée, I_0 est l'intensité de la source, et l'intégration est effectuée le long d'un chemin L allant de la source jusqu'au détecteur. Le coefficient d'atténuation varie le long du trajet parcouru par le rayon-X, et dépend de la composition locale de l'échantillon ainsi que de l'énergie E des photons. Dans le domaine photoélectrique, μ suit la loi de Bragg-Pierce :

$$\mu(x,y) = K\rho(x,y) \frac{[Z(x,y)]^4}{E^3} \quad (2.2)$$

ou K est une constante, et ρ et Z sont respectivement la masse volumique et le numéro atomique (*i.e.* le nombre d'électrons) de la matière présente aux coordonnées (x, y) . De l'équation (2.1) on peut écrire :

$$\int_L \mu(x, y) dl = -\ln \left(\frac{I}{I_0} \right) \quad (2.3)$$

Les intensités mesurées par un détecteur peuvent donc être vues comme l'intégration linéaire des valeurs du coefficient d'atténuation. La partie de droite de l'équation (2.3) est appelée *transformée de Radon* de la fonction μ (figure 2.6) :

$$P(\theta, t) = \int_L \mu(x, y) dl \quad (2.4)$$

Les paramètres θ et t sont l'angle de projection et la position radiale du rayon (figure 2.6), et sont reliés aux coordonnées de l'objet par l'équation :

$$x \cos \theta + y \sin \theta = t \quad (2.5)$$

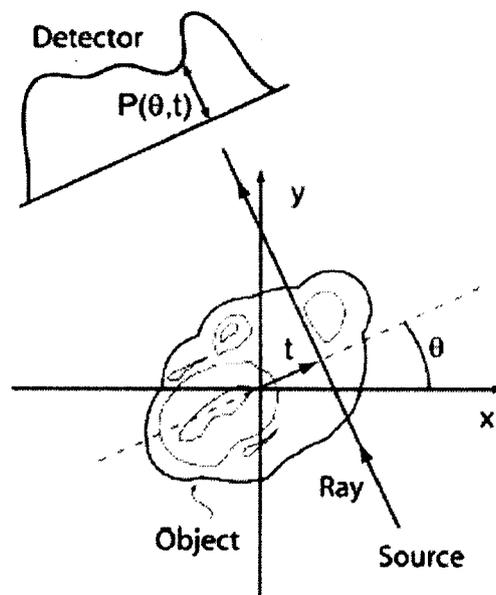


Figure 2.6 - Un rayon-X se propageant à travers la section d'un objet [Forsberg, 2008]

Ainsi, l'image obtenue par radiographie est une projection sur un plan d'une image tridimensionnelle, où les différents niveaux de gris représentent l'atténuation cumulée créée par des variations de composition au sein de l'échantillon.

Les expressions ci-dessus sont valides sous l'hypothèse que les rayons-X utilisés sont monochromatiques. Comme expliqué au paragraphe 2.2.1.2, ce n'est pas le cas avec des sources microfoyer. Le coefficient d'atténuation est donc aussi une fonction de l'énergie des photons incidents, et idéalement l'équation (2.4) devrait contenir une intégration sur le spectre d'énergie du faisceau de rayons-X.

2.2.3. Reconstruction de tranches : algorithme de Feldkamp

Pour pouvoir reconstruire des données tridimensionnelles à partir des projections bidimensionnelles, un algorithme dit de rétroprojection est utilisé [Turbell, 2001]. Un tel algorithme combine les radiographies obtenues à différents angles pour effectuer l'opération inverse de la projection, d'où le nom de rétroprojection.

Dans le cas d'une source microfoyer, le faisceau RX est un faisceau conique. Cela veut dire qu'à l'exception de la tranche médiane de l'échantillon, les rayons-X ne sont pas dans le même plan que les sections. En d'autres termes, à part au niveau de la tranche médiane, les rayons-X qui frappent le détecteur ont traversé plusieurs sections (figure 2.7). Les équations présentées dans le paragraphe précédent ne sont donc valables que pour la tranche médiane ; pour les autres, elles doivent être modifiées.

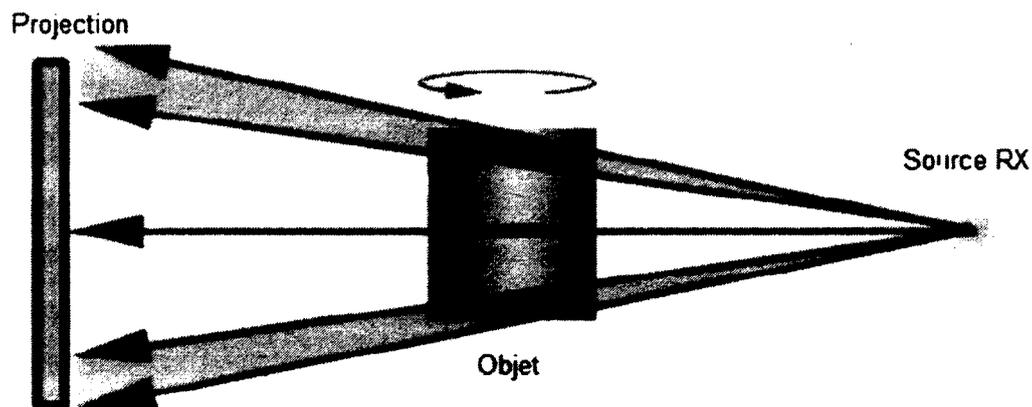


Figure 2.7 - Imagerie par faisceau conique

Il existe plusieurs algorithmes de rétroprojection filtrée pour faisceau divergent. Nous n'entrerons pas dans les détails, mais la plupart sont basés sur les travaux pionniers de Feldkamp, Davis et Kress [Feldkamp *et al.*, 1984]. L'algorithme qu'ils ont développé est le plus souvent appelé algorithme de Feldkamp ou algorithme FDK. Plus de détails concernant cet algorithme, ainsi que les autres techniques pour faisceaux divergents, peuvent être trouvés dans les travaux de [Turbell, 2001].

2.2.4. Bruit, artefacts et corrections

La microtomographie à rayons-X n'est pas une technologie parfaite. En effet, la qualité des images peut-être affectée par du bruit et des artefacts qui, sans correction, rendent le résultat final inexploitable. Dans le cas d'une source microfoyer, la plupart de ces défauts sont directement imputables à la polychromaticité du faisceau et à sa forme conique. Dans les paragraphes suivants, les causes du bruit et des différents artefacts sont expliquées, et les corrections correspondantes sont présentées.

2.2.4.1. Bruits d'acquisition

Les projections radiographiques contiennent une certaine proportion de bruit qui va dégrader les reconstructions. Deux phénomènes contribuent au bruit [Forsberg, 2008]. Le premier est le bruit de la détection, qui est dû aux erreurs stochastiques apparaissant le long de la chaîne de détection, ou pendant la transmission du signal. L'autre source de bruit est due aux rayons-X diffractés par la matière et qui ne traversent donc pas l'échantillon en ligne droite ; l'intensité captée au niveau du détecteur est donc faussée, car elle ne correspond pas à l'intégration linéaire de l'atténuation de l'échantillon.

Il y a deux méthodes courantes pour diminuer les bruits. La première est d'équiper le microtomographe d'un collimateur, ce qui permet de réduire la quantité de rayons-X diffractée. Un collimateur est une ouverture faite dans un matériau dense et qui va réduire le faisceau de manière à ce que seul le champ de vue soit irradié. Il absorbe donc les rayons qui ne participent pas à la formation de l'image, et qui risqueraient d'être diffractés.

La seconde méthode consiste à conduire un moyennage (*averaging*). Deux types de moyennages sont possibles : temporel et spatial. Le moyennage temporel consiste, pour chaque pas angulaire, à faire la moyenne des données enregistrées sur un nombre N_a de prises de vues. Le résultat est une amélioration du rapport signal sur bruit où la distribution

d'intensité statique, représentant l'objet, sera maximisée, tandis que la distribution d'intensité fluctuante due au bruit sera minimisée. Cette méthode augmente évidemment le temps d'exposition d'un facteur N_a , et n'est efficace que si l'échantillon reste statique dans le temps (un matériau viscoélastique se relaxant poserait problème par exemple). Le moyennage spatial, quant à lui, consiste à fixer pour chaque projection l'intensité de chaque pixel comme la moyenne des intensités des pixels voisins. L'inconvénient évident de cette méthode est une réduction de la résolution.

2.2.4.2. Artefacts de reconstruction

Plusieurs artefacts peuvent apparaître dans les reconstructions. On peut les décrire comme des distorsions et mauvaises représentations de la structure réelle qui, sans correction, dégraderont la qualité des images. Les principaux artefacts que l'on puisse rencontrer sont les artefacts d'anneaux, les arêtes doubles, les distorsions, le durcissement de faisceau et les rayures (figure 2.8). Les paragraphes suivants sont basés sur les travaux de [Ketcham et Carlson, 2001], [Grangeat, 2002], [Davis et Elliott, 2006] et [Forsberg, 2008], qui fournissent des descriptions bien plus détaillées de ces artefacts et de leurs corrections.

Artefacts d'anneaux

Les artefacts d'anneau sont causés par des cellules du détecteur ayant un profil de sensibilité différent du profil général. L'intensité enregistrée par ces cellules sera donc fautive et ne correspondra pas à l'intégrale linéaire de l'atténuation. Ces cellules de sensibilité différente affecteront toutes les projections aux mêmes endroits, quel que soit le pas angulaire ; en conséquence, les sections reconstruites seront parasitées par des traces circulaires centrées sur l'axe de rotation (figure 2.8.b), d'où le nom d'artefacts d'anneaux.

La première solution pour corriger cet artefact consiste à faire une calibration appelée *Flat and Dark Field Correction* (FDfC) :

$$I_c(\theta) = \frac{I(\theta) - I_d}{I_f - I_d} \quad (2.6)$$

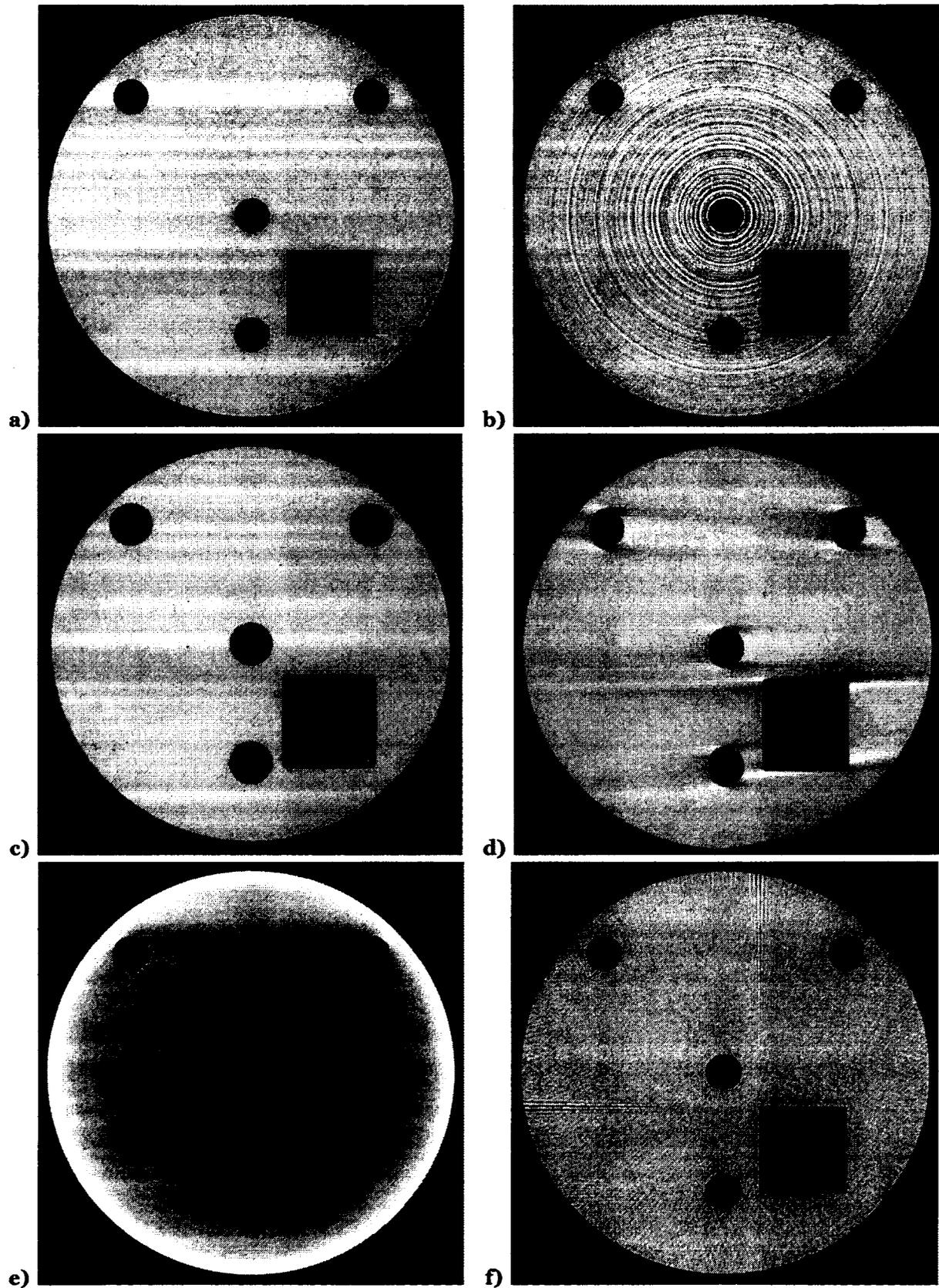


Figure 2.8 - Artefacts dans une tranche reconstruite [Davis et Elliott, 2006]. (a) Référence. (b) Artefacts d'anneaux. (c) Arêtes doubles. (d) Distorsions. (e) Durcissement du faisceau. (f) Rayures

Ici $I(\theta)$ et $I_c(\theta)$ sont les intensités enregistrées et corrigées à l'angle θ , respectivement. I_d est le *dark field*, enregistré avec la source de rayons-X hors tension, et I_f est le *flat field*, enregistré avec les rayons-X mais sans échantillon. Les *dark* et *flat field* correspondent respectivement aux valeurs d'intensité minimum et maximum à chaque cellule du détecteur. La FDFC permet donc de corriger les cellules de sensibilité différentes. De plus, la sensibilité du détecteur varie avec différents paramètres, tel que la tension de la source-RX ou son courant. Il faut donc faire une correction à chaque fois que l'on change les paramètres d'acquisition. Généralement, la FDFC n'est pas suffisante pour supprimer tous les artefacts d'anneaux, et un post-traitement des projections est nécessaire.

Artefacts dus à un désalignement géométrique

Un mauvais alignement géométrique de l'appareil est une cause courante d'artefacts. Plus précisément, ces artefacts sont dus au fait que l'axe de rotation de l'échantillon n'est jamais parfaitement aligné par rapport à l'ensemble source-détecteur, principalement à cause de jeux dans le mécanisme. Il est impossible de s'affranchir totalement de ces artefacts ; tout au plus peut-on les minimiser si le microtomographe est pourvu d'un mécanisme de haute précision.

Il y a six états de désalignement possibles : une translation et une rotation dans chaque direction. La figure 2.9 illustre le cas où l'axe de rotation (AOR) est translaté (*AOR shift*) ou incliné (*AOR skew*). Dans le cas où l'axe de rotation est décalé par rapport à sa position idéale, on obtient des artefacts d'arêtes doubles (figure 2.8.c). Dans le cas où il est incliné, on obtient des artefacts de distorsion (figure 2.8.d).

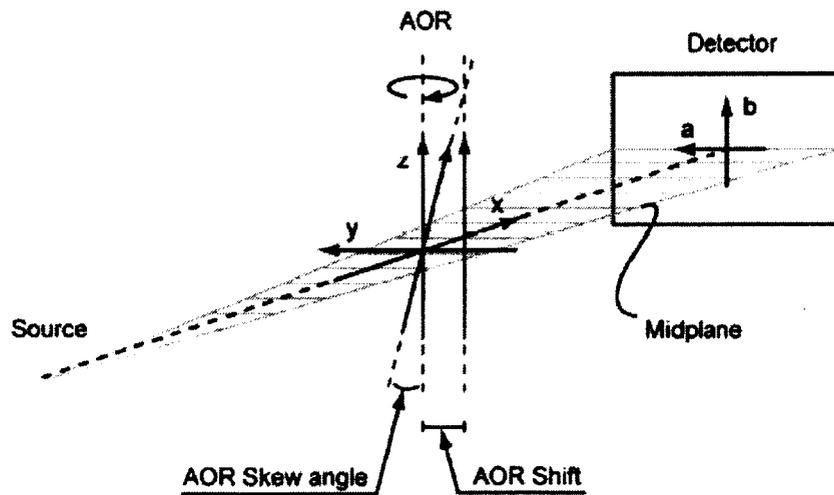


Figure 2.9 - Désalignement géométrique [Forsberg, 2008]

Durcissement du faisceau

Comme son nom l'indique, il s'agit d'une augmentation de l'énergie moyenne du faisceau, ou « durcissement » lors de son parcours à travers l'échantillon. Ces artefacts ont pour origine la polychromaticité du faisceau incident de rayons-X. Les composantes de plus basse énergie sont davantage atténuées que celles de plus haute énergie. Le durcissement du faisceau entraîne deux types d'artefacts. Le premier est le *cupping artifact* : à cause du durcissement du faisceau, les rayons de faible parcours sont proportionnellement plus atténués que ceux de grand parcours ; pour des objets de densité uniforme et de section constante, la périphérie apparaît alors plus claire que l'intérieur (figure 2.8.e). Le second est le *streak artifact*, et implique la formation de stries entre deux ou plusieurs éléments fortement atténuateurs.

Une des solutions les plus courantes est d'utiliser des filtres métalliques pour durcir artificiellement le faisceau. En effet, un filtre absorbe les composantes de plus faibles énergies, ce qui permet de réduire le spectre de la source. Cependant, cela ne suffit pas pour rendre le faisceau monochromatique, donc les artefacts ne sont pas totalement supprimés. Il faut là aussi avoir recours à un post-traitement des projections.

Artefacts de sous-échantillonnage

Si un objet est reconstruit avec trop peu de projections radiographiques, des artefacts de sous-échantillonnage vont apparaître. Ils se manifesteront sous forme de rayures radiales et de rayures émanant des éléments possédants des arêtes vives (figure 2.8.f).

Il est assez simple d'éviter ce genre d'artefact : il suffit d'utiliser un pas angulaire suffisamment petit. Une estimation du nombre minimum de projections N_p nécessaire est donnée dans l'ouvrage de référence de [Kak et Slaney, 1988] :

$$N_p = \frac{\pi}{2} D \quad (2.7)$$

ou D est la dimension horizontale maximale de l'objet scanné, en pixels.

2.2.5. Système utilisé : SkyScan 1172

2.2.5.1. Caractéristiques de l'appareil

L'appareil utilisé dans ce projet est un microtomographe de laboratoire SkyScan 1172 (figure 2.10). Il est équipé d'une source RX microfoyer à filament de tungstène d'une puissance maximale de 10 W, avec une tension comprise entre 20 et 100 kV, et un ampérage compris entre 0 et 250 μ A. Le porte-échantillon peut supporter des échantillons jusqu'à 35 mm de diamètre et 70 mm de haut. Deux filtres sont disponibles (aluminium 0.5 mm et aluminium-cuivre 0.5 mm). Le détecteur est une caméra CCD de 10 méga-pixels (4000 x 2300).

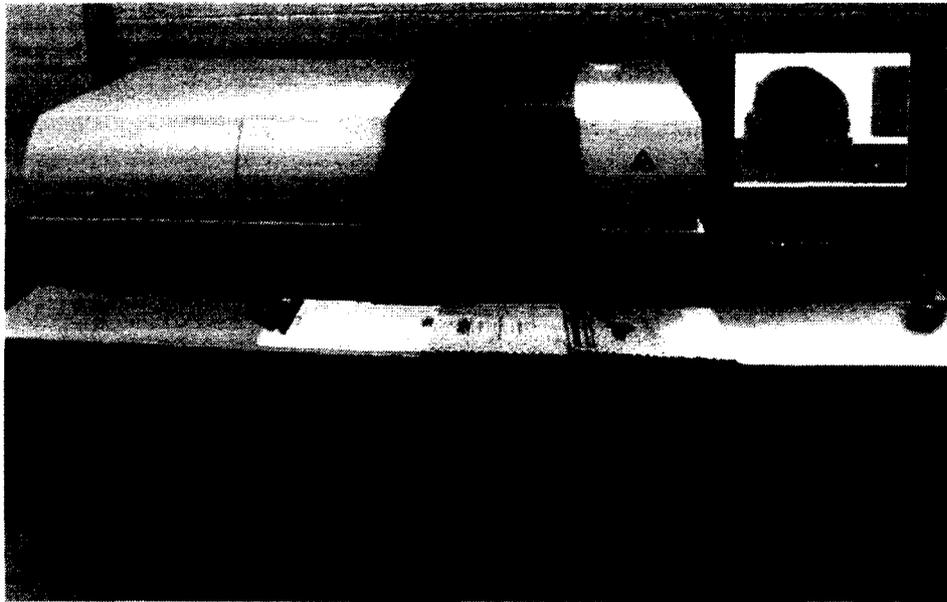


Figure 2.10 - SkyScan 1172

2.2.5.2. Logiciel de contrôle

Le logiciel de contrôle associé (*SkyScan 1172 Micro-CT*) permet d'opérer l'appareil. En premier lieu, il est possible de régler la puissance de la source, de choisir le type de filtre (*i.e.* aucun, aluminium 0.5 mm ou aluminium-cuivre 0.5 mm) et d'ajuster le positionnement de l'objet. Comme expliqué au paragraphe 2.2.1.1, le réglage de la position longitudinale permet d'adapter le grossissement. Il est aussi possible de choisir entre trois résolutions de caméra différentes : en haute définition (4000 x 2300 pixels), tous les pixels sont utilisés ; en moyenne définition (2000 x 1150 pixels), les pixels sont groupés par carré de 2 x 2 ; enfin, en basse définition (1000 x 575 pixels) ils sont groupés par carré de 4 x 4. Le choix de la résolution de la caméra, associée à celui du grossissement, détermine la résolution globale du système, qui est comprise entre 0.9 à 35 μ m.

Parmi les autres paramètres ajustables, le choix du temps d'exposition permet d'obtenir un bon contraste. Le logiciel propose une valeur par défaut en fonction de puissance de la source. Le réglage du pas angulaire permet d'éviter les artefacts de sous-échantillonnage (voir paragraphe 2.2.4.2), tandis que celui du moyennage permet de diminuer le bruit.

2.2.5.3. Cellule de charge

Le microtomographe peut-être équipé d'une cellule de charge (SkyScan MTS) pour effectuer des tests de compression ou de traction *in situ* (figure 2.11). La charge maximale applicable est de 222.4 N (50 lb), avec une précision de ± 0.5 %. La course maximale est de 6 mm, avec une précision de ± 0.01 mm. La longueur maximale de l'échantillon est de 23 mm en compression et 18 mm en traction, pour un diamètre maximum de 20 mm. Un logiciel permet de contrôler la cellule et d'enregistrer les valeurs de charge et de déplacement.



Figure 2.11 - Cellule de charge SkyScan MTS

2.2.5.4. Logiciels de reconstruction

Pour les reconstructions 2D et 3D à partir des projections radiographiques, nous avons décidé d'utiliser les logiciels de SkyScan. Il aurait été préférable de concevoir notre propre logiciel à partir des algorithmes de rétroprojection, de manière à mieux contrôler la correction des artefacts. Cependant, ce n'était pas envisageable dans ce projet en raison des limitations en temps et en moyens (*i.e.* humain et financier).

Le logiciel de SkyScan utilisé pour la reconstruction des sections est le logiciel *NRecon Reconstruction*. Il effectue la rétroprojection des radiographies basée sur l'algorithme de

Feldkamp, et permet la correction de certains artefacts : désalignement, durcissement de faisceau et artefacts d'anneaux. Il autorise aussi le réglage des niveaux de gris de l'image finale par rapport aux valeurs d'atténuation réelle, ainsi que le choix de la zone de reconstruction.

Pour la reconstruction tridimensionnelle, le logiciel de SkyScan utilisé est *CT-Analyser*. Ce logiciel permet d'assembler les sections en un modèle 3D dans un but purement de visualisation. Il permet aussi d'effectuer des mesures et des calculs statistiques sur l'ensemble des sections.

2.3. Conception d'échantillons modèles

2.3.1. Matériaux potentiels

2.3.1.1. Critères de choix

Les recherches menées dans le domaine de la corrélation d'images digitales volumiques traitent avec une grande variété de matériaux différents : mousse de polypropylène [Roux *et al.*, 2008], silicone naturel chargé de particules de silice [Gates *et al.*, 2011], bois [Forsberg, 2008], laine de roche [Hild *et al.*, 2009] ou encore roche argileuse [Lenoir *et al.*, 2007]. Le but étant d'utiliser la DIC-3D pour remonter aux champs de déformations puis aux champs de contraintes, l'utilisation d'échantillons constitués de deux phases bien distinctes s'impose donc ; plus précisément, un composite composé de renforts particuliers bien plus rigide que la matrice.

Plusieurs contraintes s'appliquent sur notre composite :

- **Contraste** : il faut en premier lieu que les reconstructions microtomographiques présentent un bon contraste entre matrice et renfort. Comme expliqué au paragraphe 2.2.2, les différents niveaux de gris de l'image finale sont dus aux différences d'atténuation des rayons-X entre les constituants de l'objet observé. Cette absorption est directement liée à la densité du matériau que traverse le faisceau.
- **Propriétés mécaniques** : si l'on ne cherche pas à faire un composite possédant des propriétés mécaniques particulières, le renfort doit être suffisamment rigide en comparaison de la matrice (*i.e.* celle-ci doit être facilement déformable, d'autant plus que la cellule de test est limitée à de faibles charges, voir paragraphe 2.2.5.3).

- **Renforts particuliers/sphériques** : pour faciliter l'identification des champs de déformations et/ou de contraintes, on utilisera des renforts particuliers, voire sphériques.
- **Texture** : pour pouvoir réaliser une bonne corrélation d'image 2D ou 3D, il faut avoir une image texturée, c'est-à-dire une grande plage de niveaux de gris. Il est donc possible qu'il faille améliorer la texture de la matrice si elle se révèle trop transparente aux rayons-X.
- **Facilité de mise en forme** : les matériaux choisis pour la matrice et les renforts doivent faciliter la fabrication des échantillons.

Un composite à matrice polymère et renforts de céramique ou métal répond aux deux premiers critères. Les autres critères influenceront sur le choix des matériaux pour la matrice et le renfort.

2.3.1.2. Matrice

La matrice devant présenter une faible absorption au rayons-X, le polymère utilisé sera donc de préférence organique (les atomes de carbone et d'hydrogène ont un faible numéro atomique) et amorphe (moins organisé et donc moins dense).

Les polymères sont répartis en trois familles : les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères.

- Les **thermoplastiques** sont des polymères recyclables. Ils peuvent être amorphes ou semi-cristallins. Leur température de transition vitreuse est en général assez faible (*i.e.* < 200 °C), parfois inférieure à la température ambiante ; leur phase amorphe est dans ce cas à l'état caoutchoutique.
- Les **thermodurcissables** ne peuvent être mis en œuvre qu'une seule fois, contrairement aux thermoplastiques. Ils ont une température de transition vitreuse en général assez élevée, ce qui fait qu'ils sont beaucoup plus rigides à température ambiante que les thermoplastiques.
- Les **élastomères** sont des polymères très peu réticulés et donc très élastiques.

La matrice devant être facilement déformable, et pour des raisons de facilité de mise en oeuvre, les thermodurcissables ne sont pas retenus. La matrice idéale est donc un polymère organique amorphe, de type thermoplastique ou élastomère, avec une température de transition vitreuse proche de l'ambiante, voire inférieure. Les tableaux 2.1 et 2.2 présentent respectivement les thermoplastiques et élastomères potentiels, ainsi que leur température de transition vitreuse (T_g) et leur état (*i.e.* amorphe ou cristallin).

Tableau 2.1 - Thermoplastiques potentiels pour la matrice. Les lettres (A), (I) et (S) correspondent aux formes atactique, isotactique et syndiotactique du polymère considéré.

Type	Classe	Polymère	T_g (K)	État	Réf.
Polymères synthétiques	Polymères acryliques	PMMA	379-386 (A)	Amorphe (I) Semi-cristallin (S)	[1]
			318-324 (I)		
	Polymères vinyliques	PAA	376-399	Amorphe	[2]
			PS	373	Amorphe (A) Semi-cristallin (I)
	Poly(α -oléfines)	PMP	303-323	Amorphe	[4]
				Semi-cristallin	[5]
				Amorphe	[6]
				Semi-cristallin	[7]
				Amorphe	[8]
				Semi-cristallin	[9]
				Amorphe	[10]
				Semi-cristallin	[11]
				Amorphe (A) Semi-cristallin (I) Cristallin (S)	[12] [13] [14]
	ELPP	261-265	Semi-cristallin	[15]	
	Polyesters	PC	423	Amorphe	[16]
Amorphe				[17]	
Semi-cristallin				[18]	
Amorphe				[19]	
Polymères Naturels	PET	348-388	Amorphe	[17]	
			Semi-cristallin	[18]	
			Amorphe	[19]	
			Semi-cristallin	[19]	
Polymères Naturels	PCL	201	Amorphe	[18]	
			Semi-cristallin	[19]	
			Amorphe	[19]	
			Semi-cristallin	[19]	
Polymères Naturels	PLA	323-337	Amorphe	[19]	
			Semi-cristallin	[19]	
			Amorphe	[19]	
			Semi-cristallin	[19]	

[1] [Ling Hsu, 1999]
 [2] [Orwoll et Chong, 1999]
 [3] [Pu, 1999a]
 [4] [Panse et Phillips, 1999a]
 [5] [Panse et Phillips, 1999b]
 [6] [Panse et Phillips, 1999c]
 [7] [Kerbow, 1999]
 [8] [Prasad, 1999c]
 [9] [Prasad, 1999b]
 [10] [Mandelkern et Alamo, 1999]

[11] [Prasad, 1999a]
 [12] [Myers, 1999a]
 [13] [Howe, 1999]
 [14] [Myers, 1999c]
 [15] [Myers, 1999b]
 [16] [Madkour, 1999]
 [17] [Iroh, 1999b]
 [18] [Iroh, 1999a]
 [19] [Lu et Mikos, 1999]

Tableau 2.2 - Élastomères potentiels pour la matrice. Les lettres (A), (I) et (S) correspondent aux formes atactique, isotactique et syndiotactique du polymère considéré.

Type	Classe	Polymère	T _g (K)	État	Réf.
Polymères synthétiques	Copolymères synthétiques	EPDM	213-240	Semi-cristallin	[20]
		SAN	376-382	Amorphe	[21]
		SBR	221-363	Amorphe	[22]
		NBR	213-263	Amorphe	[23]
	Élastomères diéniques	PBD	269 (A) 245 (S)	Amorphe (A) Semi-cristallin (I, S)	[24]
		<i>cis</i> -PBD	167-178	Semi-cristallin	[25]
		<i>trans</i> -PBD	166-171	Semi-cristallin	[26]
Polymères Naturels		NR	199-204	Semi-cristallin	[27]
		IR	205-213	Semi-cristallin	[28]

2.3.1.3. Texture

Si la matrice n'offre pas une texture suffisante pour les algorithmes de la DIC-3D, il est nécessaire de l'améliorer. Une première solution consiste à charger le polymère de particules (noir de carbone, particules métalliques,...) afin de créer artificiellement de la texture [Djukic *et al.*, 2009; Djukic *et al.*,]. Ces particules doivent être plus fines que la résolution du microtomographe (*i.e.* plus petites que la taille du voxel, soit inférieures à 1 µm). En effet, l'objectif n'est pas d'imager ces particules, mais uniquement de créer une texture. Elles ne doivent pas non plus trop modifier le comportement de la matrice et de l'interface matrice-renfort. Une autre possibilité est de jouer sur le taux de cristallinité de la matrice, en choisissant un polymère semi-cristallin et en contrôlant la vitesse de refroidissement lors de la fabrication, et/ou en ajoutant des agents nucléants.

2.3.1.4. Renfort

Les particules de renforts doivent être bien plus denses que la matrice pour donner un bon contraste au microtomographe, d'où le choix d'une céramique ou d'un métal. Ces particules doivent de plus avoir une taille bien supérieure à la résolution du microtomographe pour pouvoir être imagées sans problème, soit au minimum entre 50 et 100 µm selon les réglages de l'appareil.

[20] [Ver Strate et Lohse, 1999]
 [21] [Wang, 1999b]
 [22] [Wang, 1999c]
 [23] [Wang, 1999a]
 [24] [Patil, 1999]

[25] [Sharaf, 1999]
 [26] [Pu, 1999b]
 [27] [Zhang, 1999]
 [28] [Sankar Rajan, 1999]

Les tableaux suivants présentent les matériaux potentiels comme renforts parmi la famille des métaux (tableau 2.3) et la famille des céramiques (tableau 2.4) [Utracki, 2004]. De telles particules sont disponibles chez de nombreux fournisseurs dans de nombreuses gammes de taille (e.g. Aldrich, Goodfellow...).

Tableau 2.3 - Matériaux pour renforts métalliques

Type	Nom	Formule
Métal pur	Fer	Fe
	Cuivre	Cu
	Bore	B
	Nickel	Ni
	Cobalt	Co
	Argent	Ag
	Or	Au
Alliages	Acier	Fe et C
	Nickel-cobalt	NiCo
	Cadmium sélénié	CdSe

Tableau 2.4 - Matériaux pour renforts céramiques

Type	Nom	Formule
Oxydes	Silice	SiO ₂
	Alumine	Al ₂ O ₃
	Oxyde de Zinc	ZnO
	Oxyde de Titane	TiO ₂
	Oxyde de Chrome	Cr ₂ O ₃
	Oxyde de fer III	Fe ₂ O ₃
	Oxyde de nickel II	NiO
	Nickel Ferrite	NiFe ₂ O ₄
Carbures	Carbure de silicium	SiC
	Carbure de tungstène	WC
Autres	Verre	A base de SiO ₂
	Silicate d'alumine	Al ₂ SiO ₅
	Carbonate de Calcium	CaCO ₃
	Sulfure de cadmium	CdS

2.3.2. Méthodes de fabrication potentielles

2.3.2.1. Introduction

La fabrication des échantillons doit respecter un critère important : il faut assurer une bonne dispersion des renforts particuliers dans la matrice de polymère organique. Cela implique donc que le processus de fabrication soit contrôlable.

Étant donné que la matrice sera un polymère et que les particules de renfort seront de taille suffisamment petite, les techniques de fabrication envisageables sont à chercher dans le domaine de la plasturgie : extrusion, injection, ou élaboration par mise en solution.

2.3.2.2. Extrusion

L'extrusion est le procédé de mise en forme des polymères le plus utilisé [Vergnes et Puissant, 2002]. Cette technique continue permet de produire des produits finis de section constante par le passage du polymère au travers d'une filière.

Le procédé de base est l'extrusion monovis [Vergnes et Puissant, 2002]. Une extrudeuse est constituée d'une vis sans fin qui tourne à l'intérieur d'un fourreau régulé en température par des circuits de chauffe et de refroidissement. L'alimentation se fait grâce à une trémie dans laquelle le polymère est introduit sous forme de poudre ou de granulés (dans notre cas ce sera un mélange de polymère en poudre et de renforts sphérique). Les principales fonctions de l'extrudeuse sont de convoier le polymère sous forme solide, le faire fondre, et le mettre en pression pour qu'il puisse passer à travers la filière. Ces fonctions sont assurées par trois zones de géométries différentes (figure 2.12) :

- La zone d'alimentation dans laquelle le polymère est entièrement solide. La profondeur du chenal est constante.
- La zone de fusion, dans laquelle le polymère est chauffé et comprimé par une réduction de la profondeur du chenal. Le polymère y est à la fois sous forme solide et sous forme liquide.
- La zone de pompage, dans laquelle la profondeur du chenal est de nouveau constante, et où le polymère est totalement fondu.

À la sortie de l'extrudeuse, le mélange devrait être homogène. Cependant, ce n'est pas tout le temps le cas et de nombreuses extrudeuses possèdent un dispositif de mélange placé dans la zone de pompage ou en tête de vis pour pallier à ce défaut [Vergnes et Puissant, 2002].

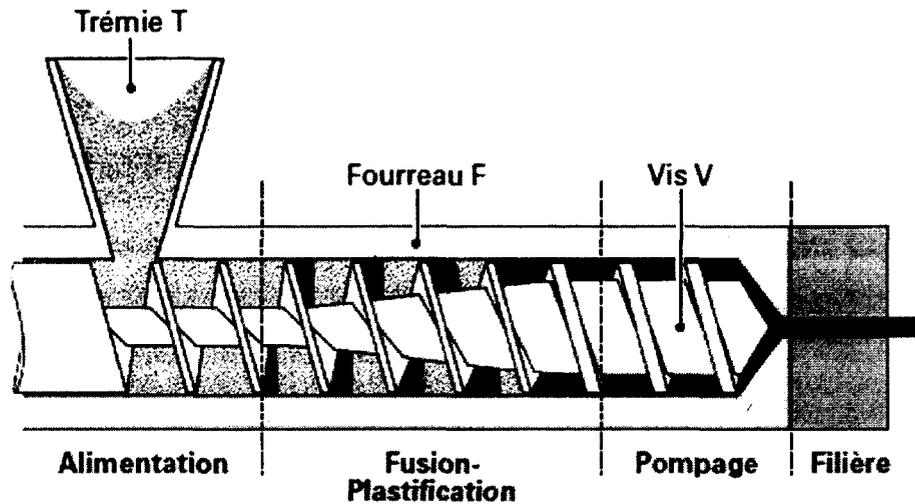


Figure 2.12 - Schéma d'une extrudeuse monovis [Vergnes et Puissant, 2002]

Il existe aussi des extrudeuses bivis [Vergnes et Chapet, 2001]. Par rapport à un procédé monovis, le procédé bivis autorise un meilleur mélange, un meilleur contrôle des taux de cisaillement et des temps de séjour. Il est beaucoup plus polyvalent. Les extrudeuses bivis existent sous différentes configurations (figure 2.13) : à vis corotatives ou contrarotatives, interpénétrées ou non. L'utilisation souhaitée définit le type d'extrudeuse bivis à choisir.

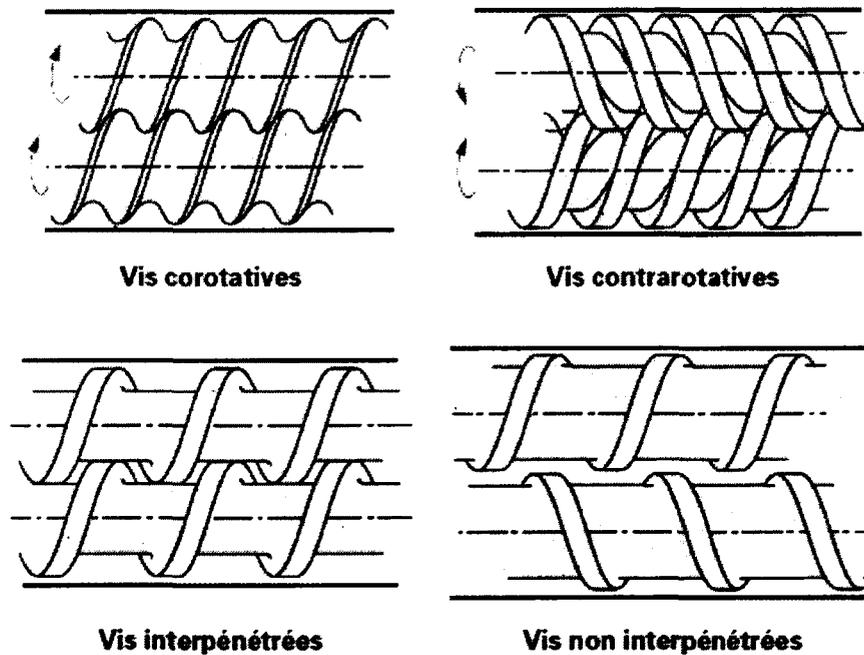


Figure 2.13 - Les principales configurations d'extrudeuses bivis [Vergnes et Chapet, 2001]

Plusieurs paramètres permettent de contrôler le procédé de fabrication par extrusion : le profil de températures le long du fourreau, le débit et la vitesse de refroidissement en sortie. Le débit est lié à la vitesse de rotation de la vis ainsi que la viscosité du polymère utilisé, et il détermine le temps de résidence du polymère dans l'extrudeuse.

L'extrudeuse permet de sortir en continu des profilés de matière, qui sont ensuite généralement broyés pour obtenir des granulés. Une étape de mise en forme est alors nécessaire ; la technique la plus simple est le moulage.

2.3.2.3. Injection

L'injection est un procédé de fabrication qui consiste à remplir un moule réglé en température avec un polymère à l'état fondu, puis à démouler la pièce obtenue après refroidissement et solidification [Munch, 2009]. Une presse à injecter est donc composée d'une part du moule, et d'autre part du groupe d'injection. Le système d'injection le plus répandu est le système d'injection à vis mobile (figure 2.14). Ce dispositif est en réalité une extrudeuse dont la vis est rendue mobile et sert aussi de piston d'injection.

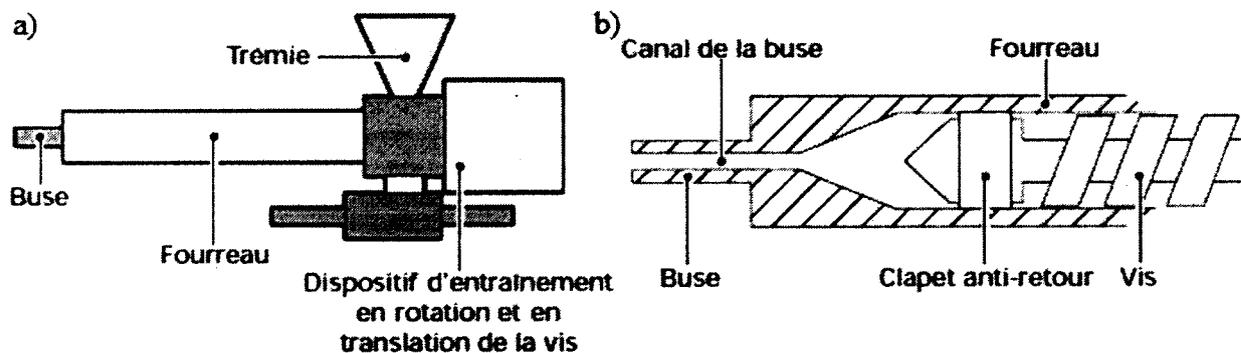


Figure 2.14 - Système d'injection à vis mobile. (a) Vue d'ensemble. (b) Détail. [Munch, 2009]

Les paramètres régissant sur le procédé d'injection sont les mêmes que pour l'extrusion (*i.e.* profil de températures le long du fourreau, débit et vitesse de refroidissement du moule) auxquels il faut rajouter la pression d'injection dans le moule.

L'avantage de l'injection sur l'extrusion est que la mise en forme est incluse dans le processus, puisque le moulage se fait dans la même étape. Cependant, cela peut aussi être un inconvénient, car cela nécessite de concevoir un moule qui s'adapte à la presse à injecter.

2.3.2.4. Élaboration par mise en solution

Cette technique de fabrication consiste à dissoudre le polymère dans un solvant, rajouter le renfort, mélanger la solution, puis de lyophiliser pour ne récupérer que le mélange sous la forme d'un film. Plus la quantité de polymère dissout au départ dans le solvant est grande, plus la production de composite est importante. En contrepartie, la durée de l'étape de lyophilisation augmente aussi.

Dans notre cas, ce procédé aura pour avantage d'assurer une dispersion optimale des renforts sphériques au sein de la matrice polymère (système modèle). Cependant, les solvants utilisés sont souvent toxiques. De plus, le composite est récupéré sous forme de poudre, et une étape supplémentaire de mise en forme est donc nécessaire, tout comme pour l'extrusion.

2.3.2.5. Comparaison des méthodes

Chacun des procédés présentés précédemment possède des avantages et des inconvénients (tableau 2.5). L'extrusion, bien que nécessitant une étape supplémentaire de mise en forme, est un procédé plus simple que l'injection (qui est de toute manière basée sur l'extrusion), et n'utilise pas de solvant contrairement à l'élaboration par mise en solution. L'extrusion bivis permet un meilleur mélange du polymère et des particules de renfort.

Tableau 2.5 - Avantages et inconvénients des différents procédés de fabrication

Procédé	Avantages	Inconvénients
Extrusion monovis	- Production en continu	- Une étape supplémentaire de mise en forme peut être requise
Extrusion bivis	- Production en continu - Meilleur mélange - Meilleur contrôle du débit	- Une étape supplémentaire de mise en forme peut être requise - Coût de fonctionnement plus élevé que l'extrusion monovis (mécanisme plus complexe)
Injection	- Pièce fabriquée en une seule opération - Refroidissement de la pièce contrôlé par la régulation en température du moule	- Nécessite un moule à la forme voulue - Mécanisme complexe à deux étages (extrusion puis injection par piston) - Peut engendrer un système orienté (anisotrope) visible en RX - Coût de fonctionnement plus élevé que l'extrusion (mécanisme plus complexe, présence d'un moule)
Élaboration par mise en solution	- Dispersion optimisée	- Utilisation de solvants toxiques - Moins bonne reproductibilité

2.4. Bilan

Cette partie nous a permis d'étudier la microtomographie à rayons-X. Cette technologie permet, à partir de radiographies de l'échantillon prises sur 360° à un certain pas angulaire, de reconstruire des sections bidimensionnelles grâce à un algorithme de rétroprojection. Cependant, l'acquisition des projections ainsi que la reconstruction des tranches peut-être affectée par du bruit et des artefacts. Il est donc nécessaire d'effectuer une calibration et des corrections pour pouvoir obtenir des résultats exploitables.

La compréhension des principes physiques mis en jeu et responsables du contraste sur les images reconstruites nous a aussi permis de fixer certains critères pour le choix des matériaux pour nos échantillons. Ceux-ci doivent être fabriqués à partir d'un composite à matrice polymère, thermoplastique ou élastomère, et d'un renfort céramique ou métallique sous forme particulaire. Le choix d'une matrice polymère oriente la fabrication sur des techniques de plasturgie : extrusion, injection et élaboration par mise en solution. Il faut cependant noter que certains de ces procédés nécessitent une étape de mise en forme supplémentaire, probablement une phase de moulage.

Chapitre 3. Fabrication d'échantillons modèles

3.1. Introduction : choix des matériaux et techniques de fabrication

Concevoir les échantillons modèles nécessite en premier lieu de choisir les matériaux à utiliser. Il a été déterminé lors de l'étude menée dans le cadre de l'état de l'art (voir paragraphe 2.3.1) que les échantillons devaient être un composite. Cette étude a aussi permis de mettre en évidence cinq contraintes : un bon contraste entre la matrice et le renfort, une matrice peu rigide, un renfort sous forme particulière, une matrice potentiellement à texturer, et une mise en œuvre simple. Pour répondre à ces critères, un composite à matrice polymère thermoplastique ou élastomère, et à renfort particulière métallique ou céramique, a été choisi.

Les thermoplastiques et élastomères envisageables pour la matrice ont été listés dans les tableaux 2.1 et 2.2. Il a été au final décidé de prendre un polyéthylène basse densité linéaire (*Linear Low Density Polyethylen*, LLDPE). C'est un thermoplastique peu rigide, très utilisé dans l'industrie pour sa facilité de mise en œuvre, notamment par extrusion. Il existe dans de nombreux grades (*i.e.* indice de fluidité) différents, et est peu onéreux. Le LLDPE utilisé a été acheté chez Sigma-Aldrich (référence 428078). Sa densité est de 0.918, sa température de transition vitreuse est de -110°C , sa température de fusion est de 125°C , et son indice de fluidité est de 1 g par 10 min. Il se présente sous forme de granules.

Concernant, le renfort, les tableaux 2.3 et 2.4 récapitulent les possibilités en termes de métaux et de céramiques. Le choix s'est tout d'abord porté sur des particules d'oxyde de titane (TiO_2) de type anatase provenant de chez Sigma-Aldrich (référence 248576), de densité 3.9 et de taille annoncée 325 mesh, soit inférieure à $45\ \mu\text{m}$ (une analyse granulométrique a toutefois montré que la distribution de taille réelle est de 90 nm à $2\ \mu\text{m}$). Par la suite, des billes de verres ont été utilisées. Outre l'avantage d'avoir une forme sphérique facilement identifiable sur des radiographies, les billes de verres sont disponibles dans une large gamme de taille, et leur distribution de taille est bien mieux contrôlée comparée à des poudres métalliques. Les billes de verres ont été achetées chez Sigma-Aldrich (référence G9143). Elles ont une densité de 2.5 et une taille de 212-300 μm (50-70 U.S. sieve). L'utilisation de billes de verre comme renfort a de plus permis d'employer l'oxyde de titane pour texturer la matrice.

Une fois les matériaux du composite choisis, il reste à fixer les proportions de chaque composant. Pour les premiers essais, le composite LLDPE-TiO₂ a été fabriqué en trois fractions massiques différentes : environ 2, 5 et 10 % en masse de TiO₂. Les analyses menées par la suite (voir paragraphe 3.2.3.1) ont montré que les fractions massiques 2 et 5 % étaient trop faibles et trop proches, et étaient difficilement atteignables. Pour les seconds essais, le composite LLDPE-Verre-TiO₂ a donc été fabriqué en deux fractions massiques différentes : environ 3 et 10 % en masse de billes de verre (avec environ 5-10 % en masse de texture TiO₂).

Parmi les méthodes de fabrication potentielles (voir paragraphe 2.3.2), l'extrusion suivie de moulages a été choisie. Cette technique permet d'assurer un bon mélange des composants.

3.2. Extrusion

3.2.1. Équipement

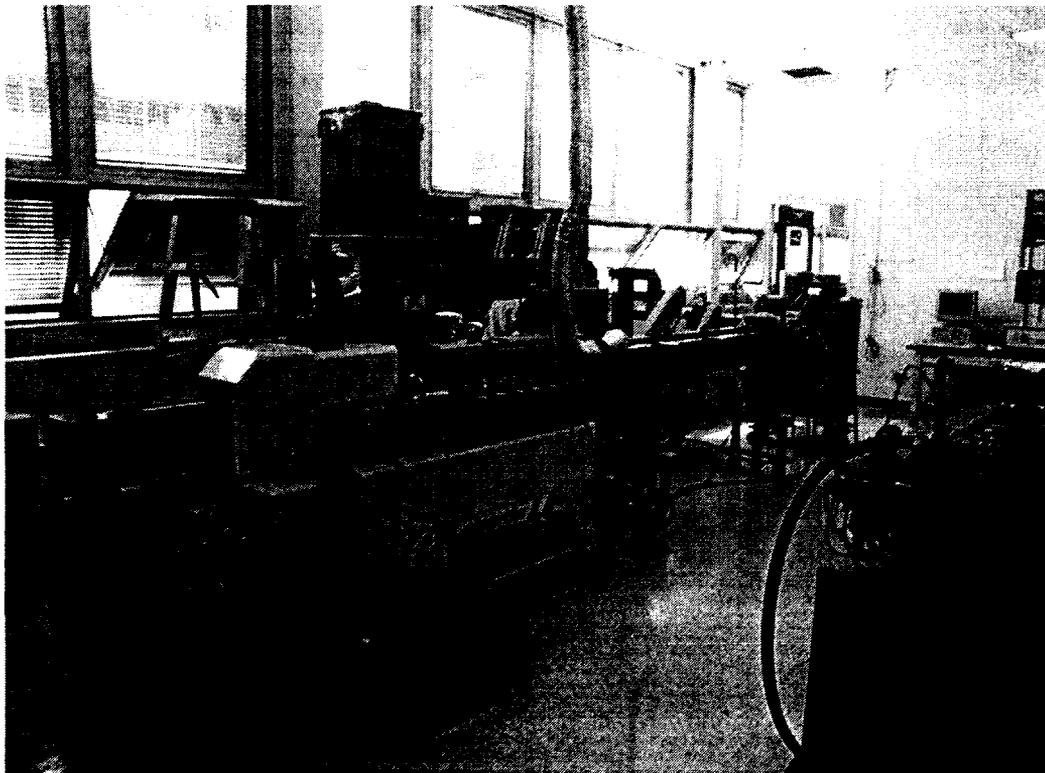


Figure 3.1 - Photographie de l'extrudeuse Leistritz ZSE-27 et de sa chaîne d'extrusion

L'Université de Sherbrooke ne disposant pas d'extrudeuse, les différentes campagnes d'extrusion ont été réalisées à l'Université Laval, sur un modèle Leistritz ZSE-27 (figure 3.1). C'est une extrudeuse bisvis corotative modulaire : le fourreau et la vis sont composés de

plusieurs sections démontables permettant d'adapter le profil des vis selon l'utilisation ; chaque module vis-fourreau est contrôlable en température. L'extrudeuse dispose de deux trémies : une principale assurant l'alimentation en polymère, et une secondaire (aussi appelée *side stuffer*) assurant l'alimentation en charge. Chaque trémie dispose de son propre alimenteur, ce qui permet le contrôle de débits de matières premières. À la sortie de la filière, le jonc passe dans un bain d'eau froide le refroidissant, puis dans une broyeuse. On obtient au final des granulés (figure 3.2).

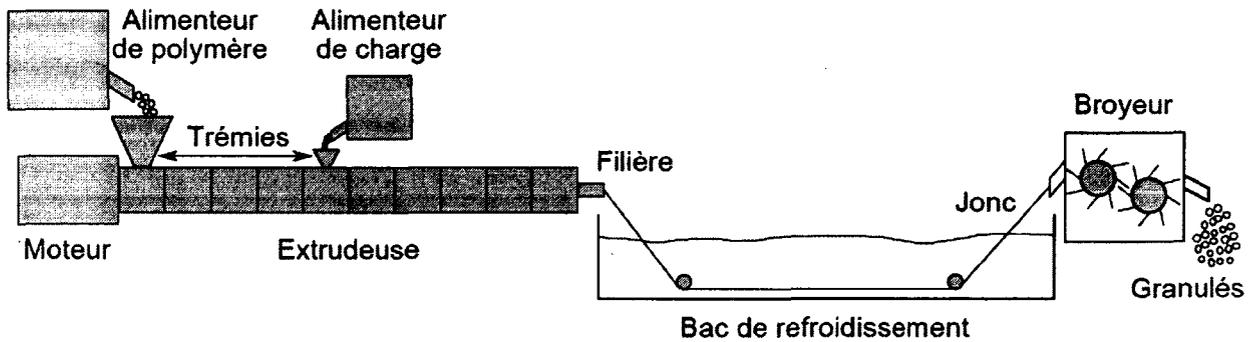


Figure 3.2 - Chaîne d'extrusion

3.2.2. Procédé d'extrusion

La première phase de la fabrication des échantillons est l'extrusion du composite. Cette première phase comporte plusieurs étapes, qui sont un peu différentes selon que le composite a été fabriqué avec du TiO_2 comme renfort, ou avec les billes de verre comme renfort et le TiO_2 comme agent texturant.

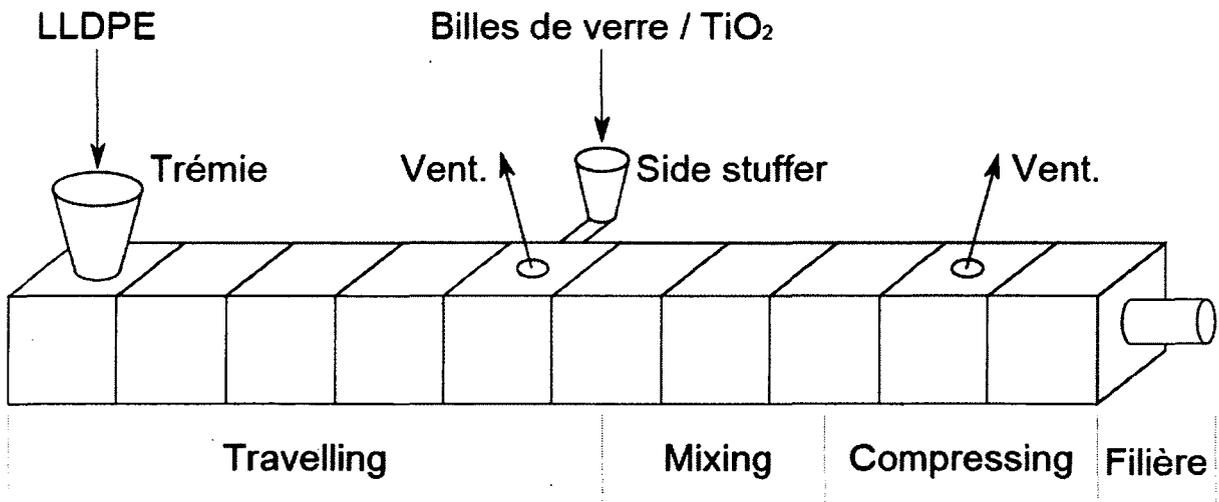


Figure 3.3 - Schéma de l'extrudeuse Leistritz ZSE-27

Cette partie décrit le procédé d'extrusion et les conditions expérimentales. L'extrudeuse est dans une configuration à onze modules (figure 3.3). Le premier correspond à la trémie d'alimentation en polymère, n'est pas régulé en température, au contraire des dix autres, dont le dernier est la filière.

3.2.2.1. Composite LLDPE-TiO₂

Ce composite est fabriqué en trois fractions massiques différentes, soit 2, 5 et 10 %. Chaque composition est extrudée indépendamment. Dans chaque cas, il y a deux passes d'extrusion. La première est une passe dite de mélange : elle vise à intégrer le renfort particulaire de TiO₂ dans la matrice LLDPE. La seconde passe est une passe dite d'homogénéisation : les granulés obtenus après la première passe sont repassés dans l'extrudeuse pour que la fraction massique soit constante.

Le profil de températures de l'extrudeuse est donné dans le tableau 3.1, et les débits des alimenteurs dans le tableau 3.2. L'extrudeuse fonctionne à une pression d'environ 1000 psi.

Tableau 3.1 - Profil de températures de l'extrudeuse (LLDPE-TiO₂)

Module	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Filière
T (°C)	170	180	180	185	185	190	190	190	195	200

Tableau 3.2 - Débits des alimenteurs (LLDPE-TiO₂)

Fraction massique	Première passe		Deuxième passe
	Trémie (LLDPE)	Side stuffer (TiO ₂)	Trémie
2 %	2.9 kg/h	0.06 kg/h	6.5 kg/h
5 %	6.0 kg/h	0.32 kg/h	
10 %	4.7 kg/h	0.51 kg/h	

3.2.2.2. Composite LLDPE-Verre-TiO₂

Ce composite est fabriqué en deux fractions massiques différentes de billes de verre, soit 3 et 10 %, avec environ 10 % en masse de texture (TiO₂). La première étape consiste à produire la matrice polyéthylène chargée à environ 5-10 % en masse d'oxyde de titane. Pour cela, il a été décidé de réutiliser le composite LLDPE-TiO₂ restant. Étant donné qu'il y avait trois fractions massiques différentes, et en fonction des quantités restantes du premier composite et des quantités voulues du second composite, il faut d'abord extruder LLDPE chargé avec 14 % en

masse de TiO₂. Une seule passe est nécessaire, car il y a d'autres étapes d'extrusion ensuite permettant d'homogénéiser. Le tableau 3.3 présente le profil de températures, et le tableau 3.4 les débits des alimenteurs. La pression de l'extrudeuse est d'environ 600 à 700 psi.

Tableau 3.3 - Profil de températures de l'extrudeuse (Matrice chargée en TiO₂)

Module	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Filière
T (°C)	180	180	185	185	190	190	195	195	200	200

Tableau 3.4 - Débits des alimenteurs (Matrice chargée TiO₂)

Fraction massique	Première passe	
	Trémie (LLDPE)	Side stuffer (TiO ₂)
14%	4.5 kg/h	0.63 kg/h

Un mélange à sec a ensuite été effectué entre les granulés obtenus et ceux restant des trois autres compositions (2 %, 5 % et 10 %). Il est évident qu'un tel mélange n'est pas homogène, cependant ce n'est pas un problème, car les extrusions suivantes avec les billes de verres permettent l'homogénéisation de la fraction massique d'oxyde de titane.

Une fois la matrice LLDPE chargée TiO₂ produite, il reste à extruder le composite à 3 et 10 % en billes de verre. Cependant, l'alimenteur auxiliaire (*side stuffer*) de l'extrudeuse a des difficultés à assurer le faible débit que nécessite le mélange à 3 % (voir problèmes rencontrés avec les fractions massiques 2 et 5 % du composite LLDPE-TiO₂, paragraphe 3.2.3.1). La composition à 3 % est réalisée par dilution de celle à 10 %. Deux tiers de la matrice ont donc été extrudés avec 10 % en masse de billes de verre. Ensuite, trois quarts des granulés ainsi obtenus (soit la moitié au total) ont subi une seconde passe d'homogénéisation. Le quart restant (soit un sixième au total) a ensuite été mélangé à sec avec le tiers restant de la matrice chargée en TiO₂ et ré-extruder, ce qui a permis de réaliser une dilution d'un ratio un tiers du mélange à 10 %. Au final, deux mélanges de quantité équivalente sont obtenus, à environ 10 et 3 % (3.33 % théoriquement) en masse de billes de verre.

Pour cette étape, le profil de températures de l'extrudeuse est identique (voir tableau 3.3), de même que la pression de fonctionnement de l'extrudeuse. Les débits des alimenteurs sont donnés dans le tableau 3.5.

Tableau 3.5 - Débits des alimenteurs (LLDPE-Verre-TiO₂)

Fraction massique	Première passe		Deuxième passe
	Trémie (LLDPE)	Side stuffer (TiO ₂)	Trémie
10 %	4.96 kg/h	0.48 kg/h	6.5 kg/h
Dilution à 3 %	6.5 kg/h	-	-

3.2.3. Analyse des composites obtenus

Les granulés obtenus après la phase d'extrusion ont été analysés par analyse thermogravimétrique (ATG) et observés au microscope à balayage électronique (MEB) pour juger de la qualité du composite.

3.2.3.1. Analyse thermogravimétrique

L'ATG, ou analyse thermogravimétrique, est une technique d'analyse thermique. La thermogravimétrie mesure la variation de masse d'un échantillon soumis à une montée en température à vitesse et atmosphère contrôlées. Ici, l'ATG permet d'évaluer exactement la fraction massique de chaque composite ; en effet, lors de l'augmentation de température, le polyéthylène se dégrade aux alentours de 400 à 600°C, ne laissant au final que les billes de verre et/ou l'oxyde de titane. Les conditions expérimentales sont ici les suivantes :

- Atmosphère : diazote (N₂) ;
- Plage de températures : 25°C - 600°C ;
- Vitesse de chauffe : 2°C/min.

Le tableau 3.6 présente les résultats obtenus pour le composite LLDPE-TiO₂. Les fractions massiques obtenues sont différentes des valeurs visées au départ. Cela provient du fait qu'il est difficile de contrôler le débit d'oxyde de titane lors de l'extrusion, car les débits sont faibles, et que la poudre de titane a tendance à adhérer aux surfaces de l'alimenteur.

Tableau 3.6 - Résultat de l'ATG pour le composite LLDPE-TiO₂

Fraction massique visée	2 %	5 %	10 %
Résidu (%)	4.4 ₄	4.0 ₂	6.9 ₁

Le tableau 3.7 présente les résultats obtenus pour le composite LLDPE-Verre-TiO₂. La difficulté est alors de déterminer quelle proportion du résidu correspond à l'oxyde de titane, et quelle proportion correspond aux billes verre. L'idéal aurait été de pouvoir conduire une analyse ATG sur un échantillon de la matrice texturée pour connaître la fraction massique de TiO₂. Cependant, la procédure d'extrusion utilisée est telle que seul un échantillon inhomogène est analysable, puisque l'homogénéisation est réalisée lors de l'ajout des billes de verre (voir paragraphe 3.2.2). Étant donné que l'analyse d'un échantillon inhomogène serait inconcluante, les proportions de chaque constituant (*i.e.* billes de verre et TiO₂) sont estimées à partir des valeurs de résidus d'échantillon à 3 et 10 %. Voici les hypothèses que l'on peut faire :

- La matrice est homogène, donc les deux échantillons contiennent la même proportion de TiO₂ ;
- Étant donné que le mélange à 3 % a été effectué par dilution à un tiers du mélange à 10 %, on peut supposer que le mélange à 3 % doit avoir le tiers de la fraction massique du mélange à 10 %.

Ces deux hypothèses nous permettent d'avoir un système de deux équations à deux inconnues dont la résolution nous donne les valeurs du tableau 3.8. Les fractions massiques de verre sont proches des valeurs visées au départ, et la fraction massique d'oxyde de titane est dans la fourchette souhaitée (5-10 %).

Tableau 3.7 - Résultat de l'ATG pour le composite LLDPE-Verre-TiO₂

Fraction massique visée	3 %	10 %
Résidu (%)	9.8 ₈	16.9 ₅

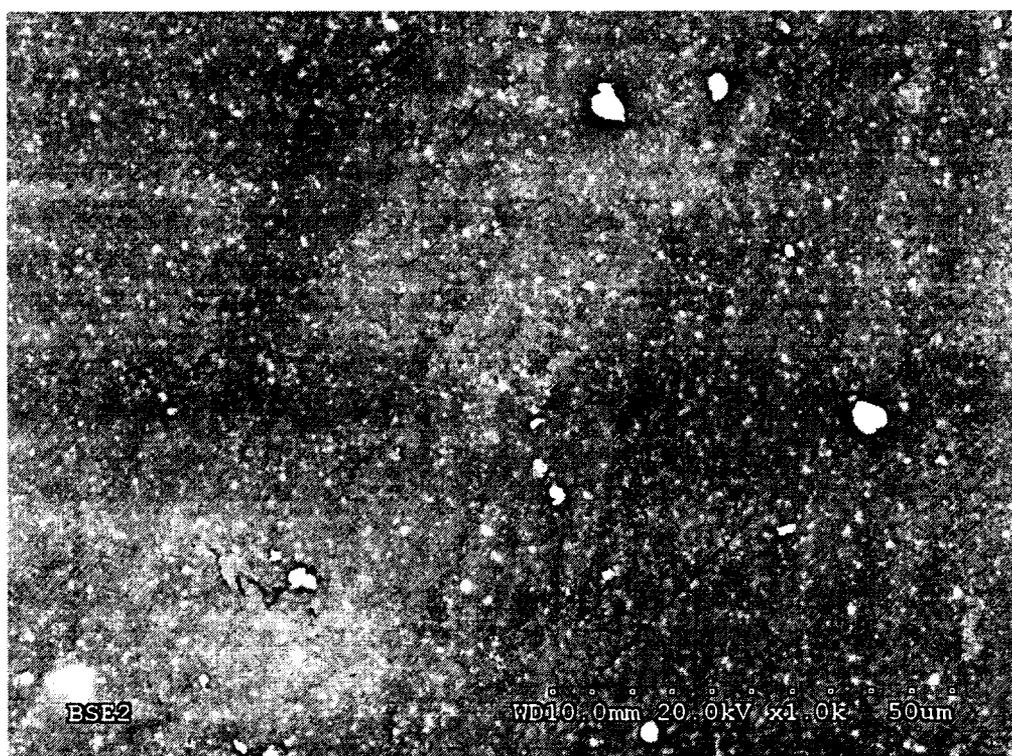
Tableau 3.8 - Fraction massique réelle pour le composite LLDPE-Verre-TiO₂

Fraction massique d'oxyde de titane	Fraction massique de verre	
	Mélange 3 %	Mélange 10 %
6.3 ₄ %	3.5 ₄ %	10.6 ₁ %

3.2.3.2. Microscopie électronique à balayage

L'observation des échantillons au microscope électronique à balayage a été effectuée avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés. Les échantillons ont été métallisés à l'or-palladium.

La figure 3.4 est une observation faite au MEB d'un granulé de composite LLDPE-TiO₂ 10 %. La dispersion des particules semble excellente, mais les particules sont bien plus petites qu'annoncées (mesh 325 μm , soit inférieur à 45 μm) : si quelques-unes atteignent les 5 microns, la majorité semble en dessous du micron. Cela a été confirmé par l'analyse granulométrique de l'oxyde de titane (figure 3.5).



**Figure 3.4 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-TiO₂ 10 %.
Grossissement x1000, échelle 50 microns**

Les figures 3.6 à 3.10 sont des observations faites au MEB de granulés de composite LLDPE-Verre-TiO₂ ; les figures 3.6 et 3.7 montrent un granulé du mélange à 3 %, et les figures 3.8 et 3.9 un granulé du mélange à 10 %. Les deux montrent une dispersion homogène, et la différence de concentration est bien visible. Une observation importante est qu'une partie non négligeable des billes de verres semblent avoir été brisées par le broyeur lors de l'extrusion. Il y aura donc différentes tailles et formes de particules dans le composite. À fort grossissement (figure 3.10), on distingue de plus la texture donnée par la charge d'oxyde de titane.

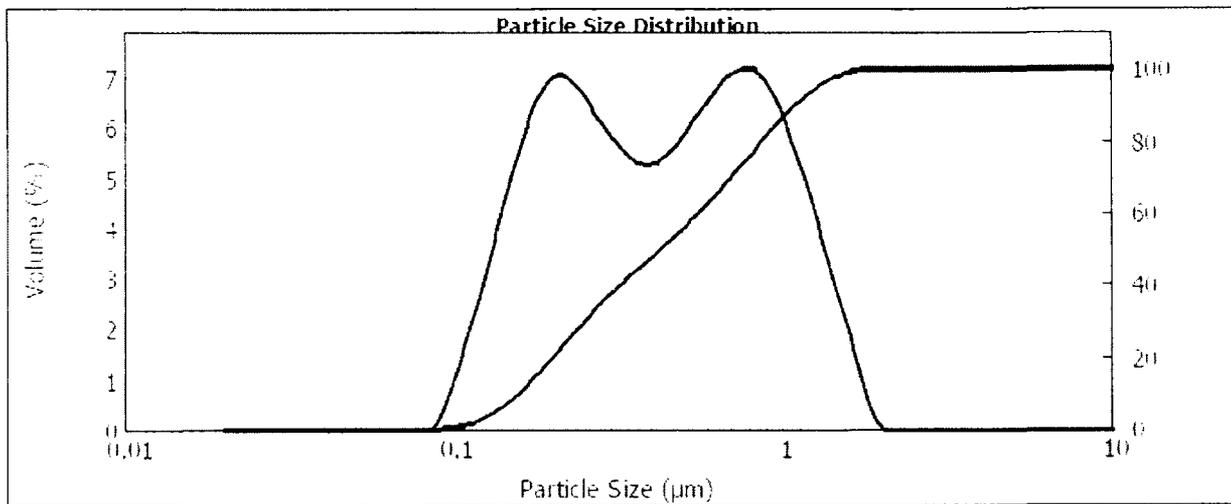


Figure 3.5 - Résultat de l'analyse granulométrique du TiO_2

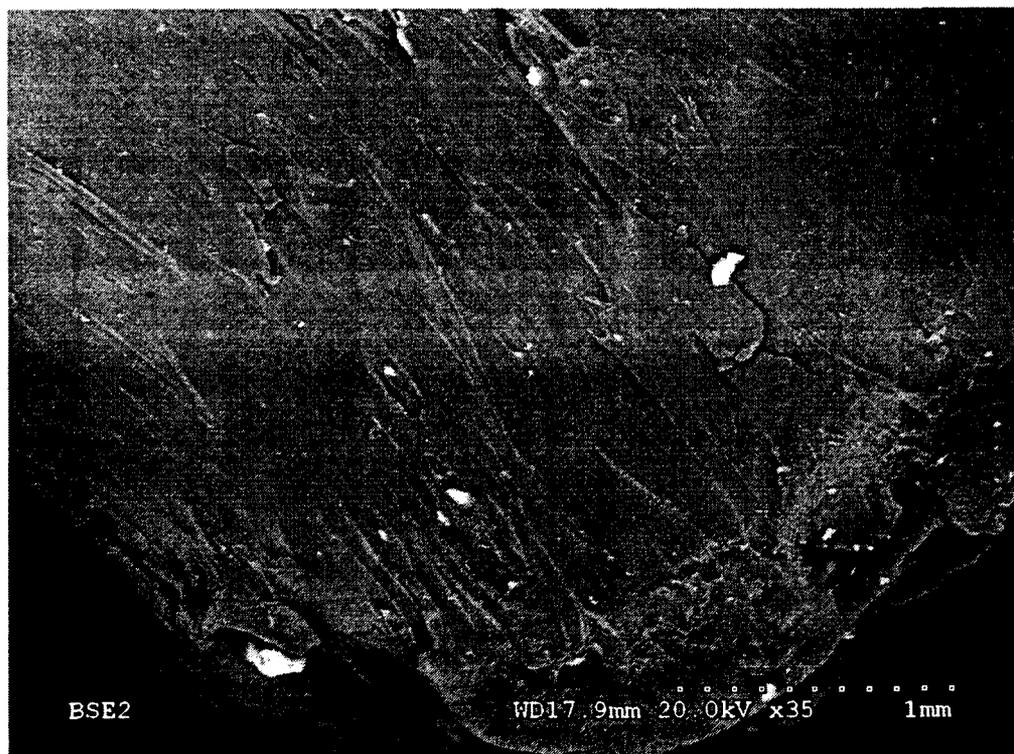


Figure 3.6 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre- TiO_2 3%.
Grossissement x35, échelle 1 mm.

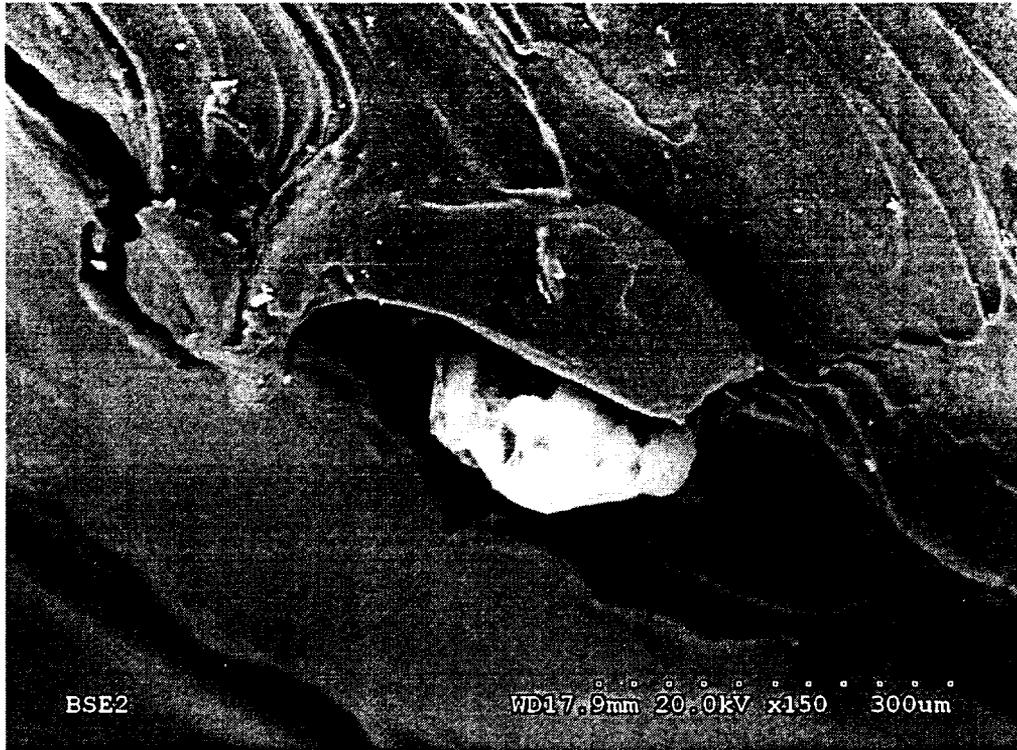


Figure 3.7 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 3 %.
Grossissement x150, échelle 300 microns.

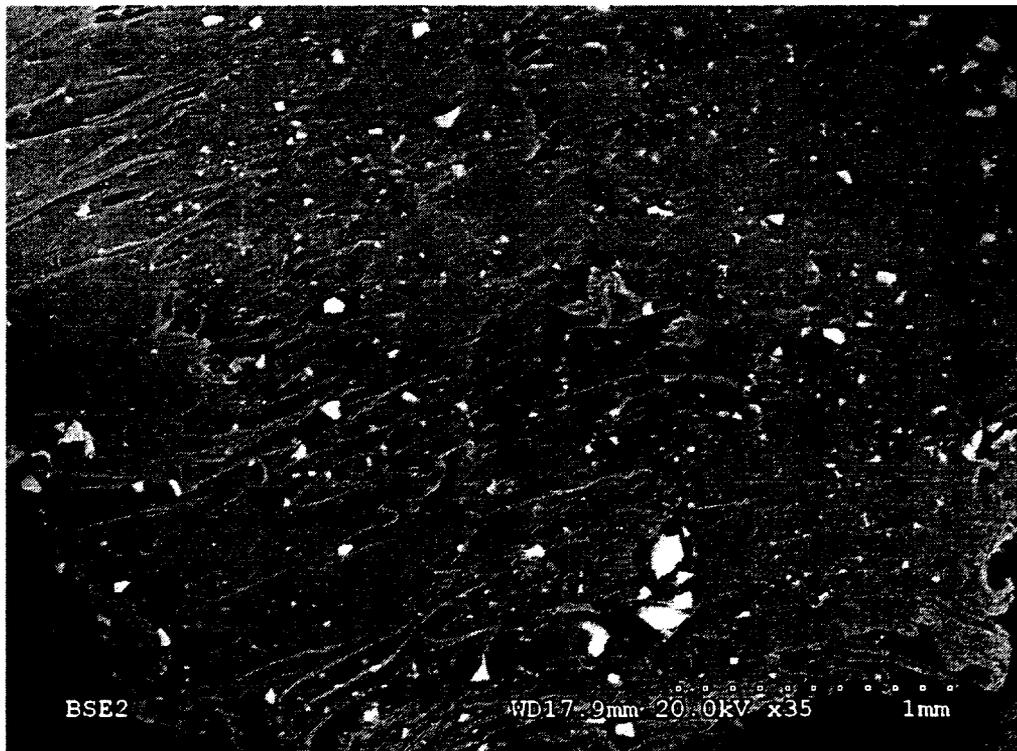


Figure 3.8 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 %.
Grossissement x35, échelle 1 mm

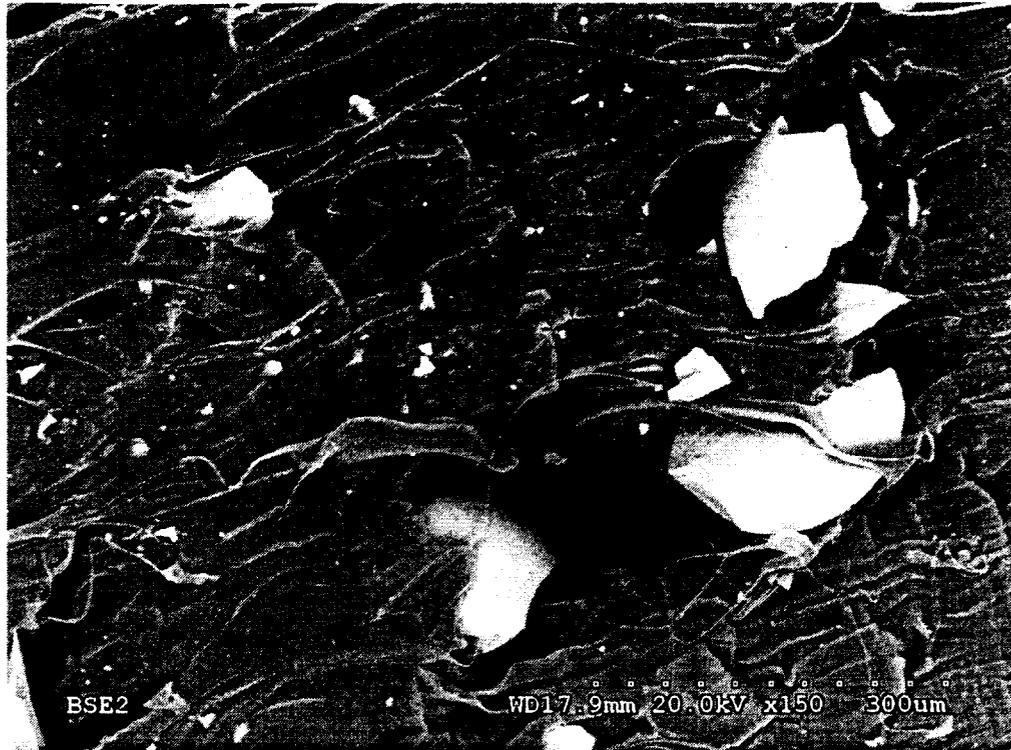


Figure 3.9 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 %.
Grossissement x150, échelle 300 microns

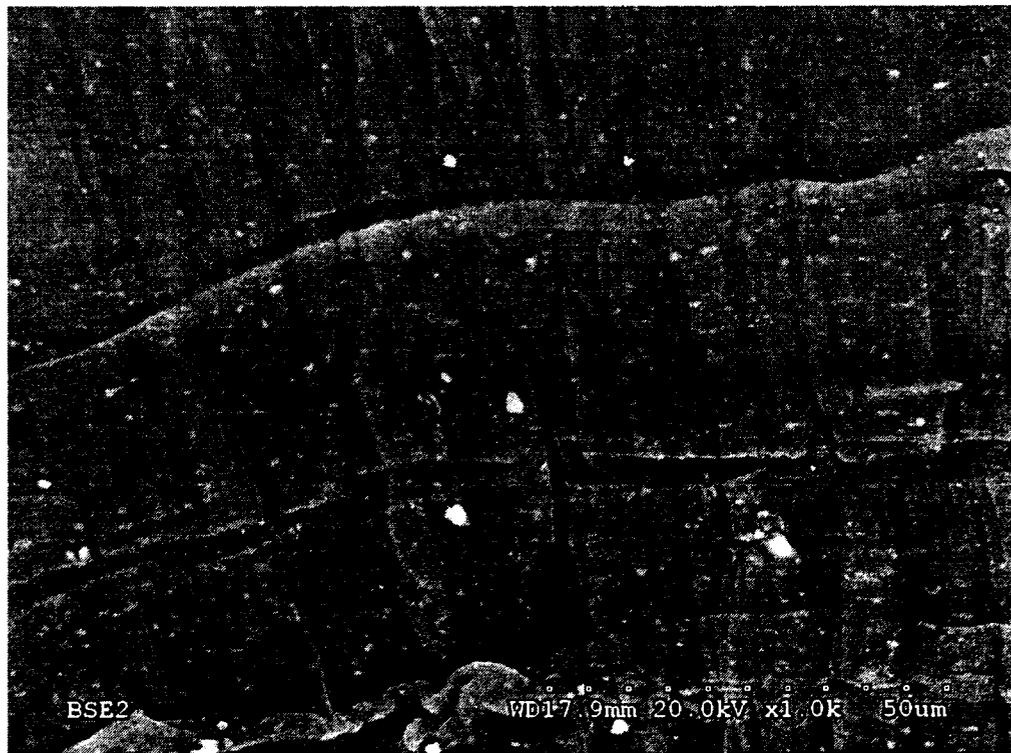


Figure 3.10 - Observation au MEB d'un granulé de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 %.
Grossissement x1000, échelle 50 microns

3.3. Moulage

3.3.1. Équipement

La mise en forme des échantillons a été effectuée à l'Université de Sherbrooke par moulage, sur une presse thermique Wabash (figure 3.11). Cette presse est régulée en température jusqu'à 400°C, et peut imposer jusqu'à 8500 psi (586 bars) de pression.

La cellule de charge du microtomographe peut accepter un échantillon de diamètre maximum 20 mm et de longueur comprise entre 17 et 23 mm (voir paragraphe 2.2.5.3). Étant donné que la matrice du composite est peu rigide, il n'est pas nécessaire d'avoir un échantillon aussi épais. Il a donc été décidé de fabriquer des échantillons en forme de pastilles, de dimensions $\text{Ø } 23/32 \text{ po}$ par $1/8^{\text{e}} \text{ po}$ (soit $\text{Ø } 18.256 \text{ mm}$ par 3.125 mm). Pour compenser le manque de hauteur dans la cellule de charge, une cale a été conçue. C'est un cylindre de dimensions $\text{Ø } 23/32 \text{ po}$ par $3/5^{\text{e}} \text{ po}$ (soit $\text{Ø } 18.256 \text{ mm}$ par 15.24 mm) usiné en acier, pour ne pas se déformer dans la cellule de charge.

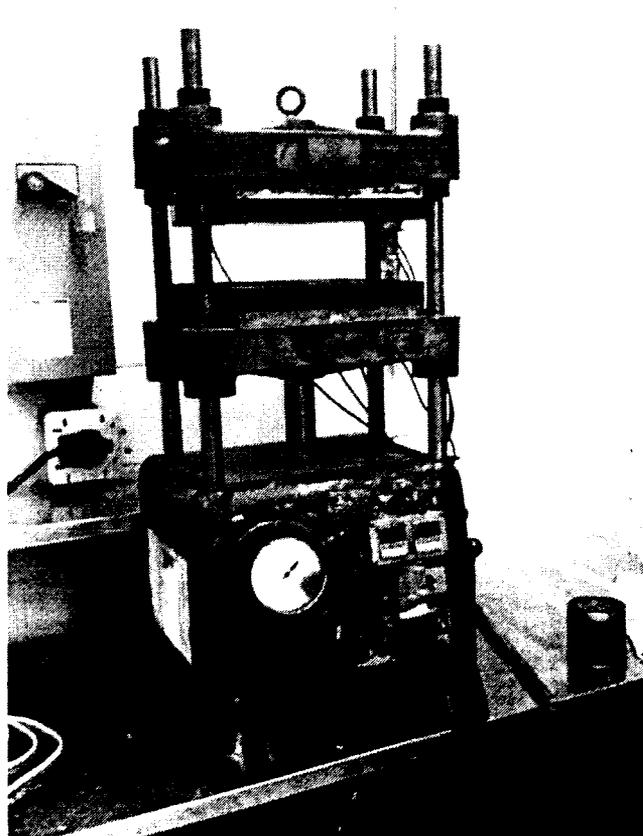


Figure 3.11 - Presse thermique Wabash

Pour fabriquer ces pastilles, deux outils ont été conçus :

- **Moule à plaque** : ce moule en aluminium est constitué d'une plaque inférieure évidée, et d'une plaque supérieure complémentaire, permettant de mouler des plaques carrées de $1/8^{\circ}$ po (3.175 mm) d'épaisseur et de 6.5 po (165.1 mm) de côté (voir figure 3.12 et les plans en annexe A). La faible épaisseur du moule permet à l'air de s'échapper lors de la fonte des granulés, et évite l'apparition de bulle d'air, ce qui arriverait pour le moulage d'un échantillon plus épais ;
- **Couteau circulaire** : c'est un emporte-pièce qui permet de découper des pastilles de diamètre $\text{Ø } 23/32$ po ($\text{Ø } 18.256$ mm) dans les plaques moulées (voir figure 3.13 et les plans en annexe B).

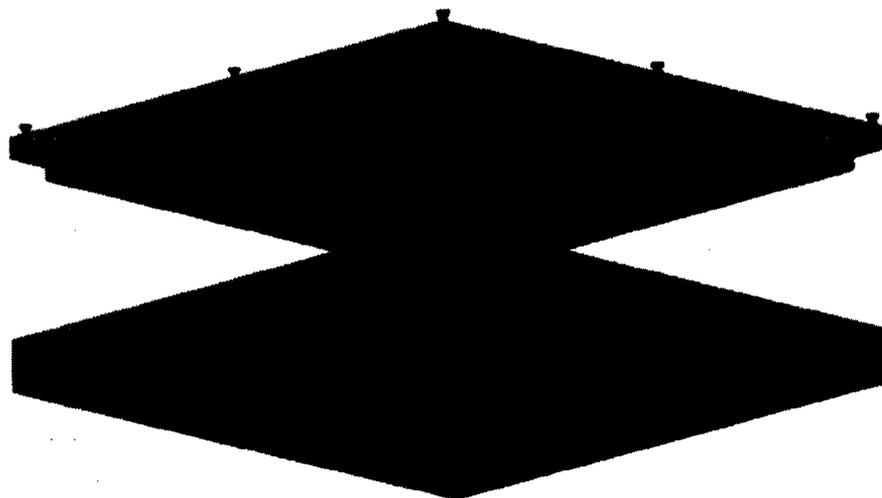


Figure 3.12 - Moule à plaque

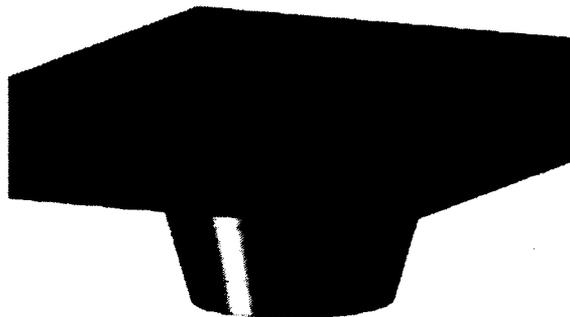


Figure 3.13 - Couteau circulaire

3.3.2. Procédé de moulage

Le moulage comporte deux étapes successives : une phase de moulage et une de découpe.

Phase 1: Moulage de plaque

- Matériel :
 - Presse thermique Wabash ;
 - Moule à plaque (voir figure 3.12 et annexe A) ;
 - 100g de granulés de composite.
- Procédure :
 - Préchauffage de la presse à 210°C ;
 - Insertion du moule, sans pression, et mise en température du moule ;
 - Lorsque la presse revient à 210°C (*i.e.* le moule est à 210°C et les granulés ont fondus), mise sous pression du moule à environ 500 psi pendant 15 minutes ;
 - Retrait du moule de la presse et refroidissement à l'air libre (environ 45 min) ;
 - Démoulage de la plaque.

Phase 2 : Découpe de pastilles

- Matériel :
 - Presse mécanique manuelle ;
 - Couteau circulaire (voir figure 3.13 et annexe B) et bloc de protection en PVC (pour ne pas abimer le tranchant du couteau) ;
- Procédure : on utilise la presse pour découper les plaques à l'aide du couteau.

3.4. Procédé général

La figure 3.14 résume le procédé de fabrication, depuis les matières premières (polyéthylène basse densité linéaire, billes de verre et oxyde de titane) jusqu'aux échantillons.

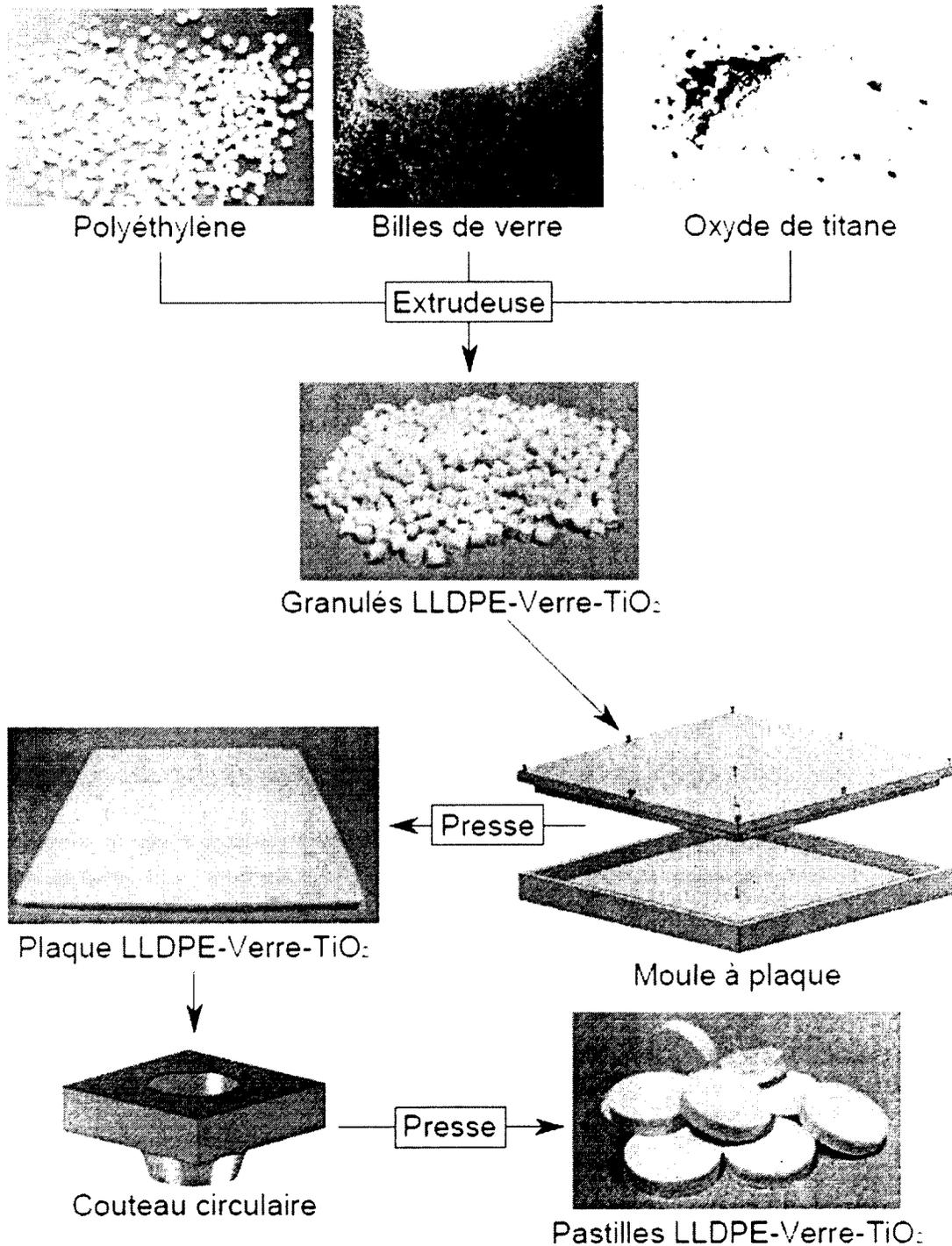


Figure 3.14 - Schéma du procédé de fabrication des échantillons

Chapitre 4. Microtomographie

Ce chapitre traite du travail effectué sur le microtomographe, et qui constitue la deuxième partie du projet de maîtrise. Ce travail comporte lui-même deux phases : une première étape de calibration, puis les acquisitions conduites avec la cellule de charge.

Le développement d'une procédure de calibration est nécessaire pour assurer la validité des recherches. La procédure de calibration doit permettre de remplir deux objectifs : un objectif de fidélité et un objectif de reproductibilité.

- **Fidélité** : il faut s'assurer que les images microtomographiques obtenues sont représentatives de la réalité. Il faut donc notamment s'affranchir du bruit et des artefacts qui pourraient dégrader les images.
- **Reproductibilité** : il faut déterminer les paramètres machines correspondant à notre composite de manière à ce que deux acquisitions différentes du même échantillon donnent le même résultat.

Une fois la procédure de calibration en place, les acquisitions avec la cellule de charge peuvent avoir lieu.

4.1. Calibration

La calibration du microtomographe nécessite d'une part d'établir les paramètres d'acquisition correspondant à notre composite, et d'autre part d'établir une procédure permettant de trouver les paramètres de reconstruction 2D (correction des artefacts...) qui peuvent varier à chaque test.

4.1.1. Réglage des paramètres

4.1.1.1. Acquisition

Sept paramètres sont à déterminer lors de l'acquisition (voir paragraphes 2.2.5.1 & 2.2.5.2) : la puissance de la source, le filtre, la caméra et le grossissement (donnant la résolution), le temps d'exposition, le pas angulaire, et le moyennage.

- **Source :** la matrice du composite est un polymère et absorbe donc peu les rayons-X. En conséquence, le voltage de la source ne doit pas être trop puissant. La source est donc réglée à 50 kV et 200 μ A.
- **Filtre :** le but du filtre est de durcir artificiellement le faisceau de rayons-X pour réduire le spectre de la source et diminuer les artefacts liés à la polychromatocité (voir paragraphe 2.2.4.2). Cependant, cela ne doit pas se faire aux dépens du contraste. Le filtre de cuivre d'aluminium-cuivre 0.5 mm atténuant beaucoup trop le contraste, le filtre d'aluminium 0.5 mm a été choisi.
- **Caméra et grossissement :** trois résolutions de caméra sont disponibles : en haute définition (4000 x 2300 pixels), tous les pixels sont utilisés ; en moyenne définition (2000 x 1150 pixels), les pixels sont groupés par carré de 2 x 2 ; enfin, en basse définition (1000 x 575 pixels) ils sont groupés par carré de 4 x 4. La caméra haute définition permet d'obtenir une résolution globale bien meilleure (jusqu'à 0.9 μ m), mais la durée de reconstruction est très importante. Comme les billes de verre ont une taille de l'ordre de la centaine de microns, il n'est pas nécessaire d'avoir une résolution aussi faible. La caméra moyenne définition a donc été choisie. Le grossissement est ensuite ajusté de manière à ce que l'échantillon occupe quasiment l'image en largeur. En effet : il faut laisser un espace suffisant sur les bords pour tenir compte du désalignement de l'axe (voir paragraphe 2.2.4.2). La résolution globale est alors de 12 μ m.
- **Temps d'exposition :** le temps d'exposition optimal est calculé automatiquement par le logiciel de contrôle (*SkyScan 1172 Micro-CT*) en fonction de la puissance de la source, de la caméra choisie et du grossissement. Il est possible de modifier cette valeur, mais c'est bien souvent inutile, car elle est en général optimum. Ici, sa valeur est de 590 ms.
- **Pas angulaire :** le pas angulaire est déterminé grâce à l'équation (2.7). Avec le grossissement choisi, la plus grande dimension de l'objet se trouve dans la largeur et équivaut à environ 1900 pixels. L'équation (2.7) donne donc un nombre minimal de 2983 projections. En arrondissant à 3000, le pas angulaire doit être de 0.12°.

- **Moyennage** : il est possible de calculer le nombre minimal de moyennes nécessaires en réalisant une étude statistique et en calculant l'écart type moyen du niveau de gris des pixels d'une image « à blanc », i.e. sans échantillon. Cependant, il est plus simple de surestimer cette valeur en choisissant d'effectuer une moyenne sur 10 images.

Les valeurs choisies pour ces paramètres sont celles qui correspondent le mieux aux échantillons de composites étudiés ici. Une fois les paramètres déterminés, on effectue une calibration *Flat and Dark Field Correction* (FDFC, voir paragraphe 2.2.4.2) visant à atténuer les artefacts d'anneaux. L'acquisition peut ensuite être lancée ; dans les conditions ainsi fixées, sa durée est d'environ 7h.

4.1.1.2. Reconstruction 2D : procédure développée assurant la reproductibilité

Le réglage des paramètres de la reconstruction bidimensionnelle est plus complexe ; en effet, les valeurs de ces paramètres sont différentes pour chaque échantillon, même si elles restent similaires. C'est pourquoi une procédure a été développée pour régler ces paramètres et assurer la reproductibilité des tests (voir figure 4.1). Cinq paramètres sont à régler lors de la reconstruction 2D : le niveau de gris, les corrections de désalignement, de durcissement du faisceau et d'artefacts d'anneaux, ainsi que la zone de la reconstruction (taille de la section et nombre de tranches).

D'un point de vue pratique, les réglages sont réalisés en permettant au logiciel de reconstruire la tranche voulue avec différentes valeurs du paramètre que l'on cherche à régler, et en comparant les différentes images obtenues. Les niveaux de gris sont réglés en prenant comme référence les zones hors de l'échantillon ou il n'y a pas de matière. Pour les corrections du durcissement du faisceau et des artefacts d'anneaux, le réglage se fait en deux étapes comme le montre la figure 4.1 :

- un réglage grossier est effectué sur une reconstruction de la tranche médiane, la plus rapide à reconstruire ;
- un réglage fin est effectué sur une reconstruction d'une des tranches supérieures, plus lente à reconstruire, mais présentant des artefacts beaucoup plus marqués (phénomène d'effet de bord dû au fait que le faisceau est conique).

Malgré cela, il est difficile de corriger complètement les artefacts dans les tranches extrêmes.

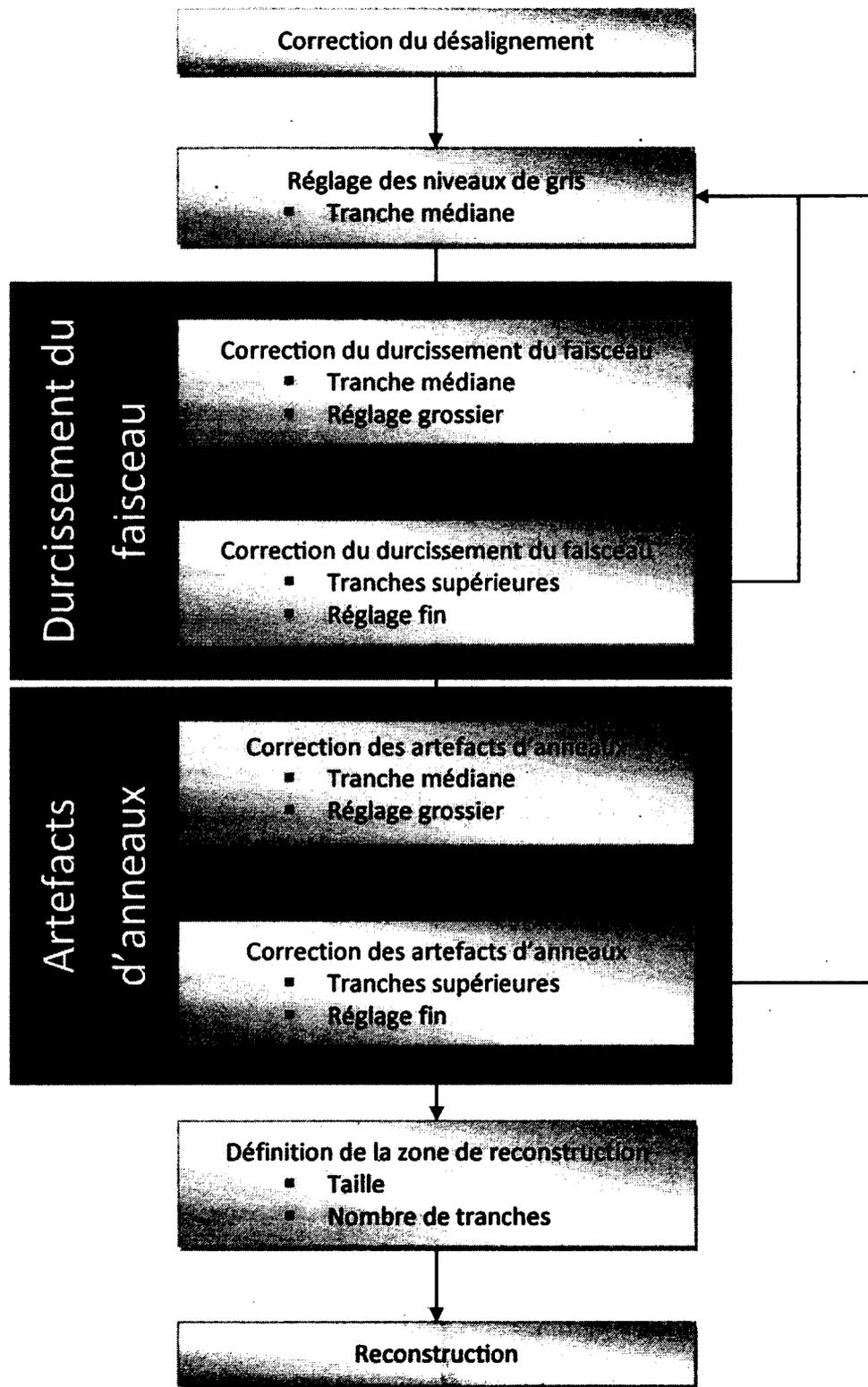


Figure 4.1 - Procédure de réglage des paramètres de la reconstruction bidimensionnelle

En suivant cette procédure, les paramètres de correction oscillent autour des valeurs suivantes :

- **Correction de désalignement** : -0.5 pixel. Cette valeur correspond à la moitié du nombre de pixels de décalage entre deux projections opposées de 180° (ici 1 pixel) ; le signe indique le sens du décalage.
- **Correction du durcissement du faisceau** : environ 30 %. La valeur 0 % correspond à une absence de correction, et 100 % à la correction maximum.
- **Correction des artefacts d'anneaux** : autour de 16. Évaluée sur une échelle de 1 à 20, la valeur 1 correspond à une absence de correction et 20 à la correction maximum.
- **Atténuation** : l'échelle d'atténuation sélectionnée est généralement autour de 0.005-0.065 m⁻¹. Ces deux valeurs fixent la fourchette des valeurs d'atténuation qui est convertie en niveau de gris sur 8 bits (soit 256 niveaux) lors de la reconstruction.

4.1.2. Comparaison Microtomographie/MEB

Pour s'assurer de la fidélité des acquisitions (*i.e.* que les microtomographies représentent bien la réalité), un échantillon a été imagé sur le microtomographe, et la reconstruction a été comparée avec une observation au microscope électronique à balayage (MEB).

Ce test ne nécessite pas l'application de charge sur l'échantillon. Cependant, comme le but est à terme d'utiliser la cellule de charge, celle-ci a quand même été installée dans le microtomographe pour prendre en compte son influence (plus particulièrement celle de son tube en plexiglas).

4.1.2.1. Préparation de l'échantillon

L'échantillon étudié est une pastille de composite à 10 % en billes de verre. Le choix de la fraction massique la plus élevée permet une comparaison plus facile des images du fait de la plus grande concentration de renfort. L'échantillon a été sablé (successivement avec des papiers de grain 600, 400, 320 et 240 microns) pour éliminer les impuretés présentes à sa surface, et pour mettre en évidence les billes de verres. Un méplat a été réalisé pour permettre d'orienter les images lors de la comparaison.

La microtomographie doit être réalisée avant la microscopie électronique à balayage, car l'échantillon doit être métallisé pour l'observation au MEB, étant donné qu'il n'est pas conducteur de par sa matrice polymère. Après l'acquisition sur le microtomographe, l'échantillon est donc métallisé à l'or-palladium.

4.1.2.2. Observation microtomographique

L'acquisition et la reconstruction bidimensionnelle sont conduites en accord avec les paramètres déterminés au paragraphe 4.1.1. Idéalement, il suffit alors de prendre la reconstruction de la tranche supérieure et de la comparer avec l'image obtenue au MEB. Malheureusement, il est impossible d'avoir la surface de l'échantillon parfaitement à l'horizontale à cause des jeux dans le mécanisme du microtomographe, ainsi que des défauts géométriques de l'échantillon (*i.e.* planéité, parallélisme de ses faces...). En conséquence, les premières tranches ne sont jamais complètes. Il est donc nécessaire d'effectuer une reconstruction tridimensionnelle des tranches supérieures pour avoir une vue de dessus complète. De plus, comme indiqué précédemment, les tranches extrêmes présentent de nombreux artefacts et bruits. Les toutes premières tranches ne sont donc pas prises en compte lors de la reconstruction 3D.

La reconstruction tridimensionnelle nécessite de binariser les données, c'est-à-dire de choisir de seuiller les niveaux de gris des images (entre 0 et 255, puisque ce sont des images 8 bits) pour déterminer ce qui correspond à de la matière et ce qui correspond à du vide. Étant donné que le composite comporte deux matériaux (matrice LLDPE et renfort de billes de verre), il faut donc faire deux reconstructions : une pour la matrice et une pour le verre. La binarisation est faite en utilisant l'image obtenue au MEB comme référence : de 5 à 100 pour la matrice, et de 100 à 255 pour les billes. 15 tranches ont été reconstruites.

4.1.2.3. Observation au microscope électronique à balayage

L'échantillon est observé avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés, à faible grossissement (x30). Cependant, même à faible grossissement, il est impossible d'observer la totalité de l'échantillon. Il est donc nécessaire de prendre une mosaïque d'images et de les réassembler numériquement.

Il existe plusieurs logiciels de réassemblage d'images. Ils proposent en général deux types de reconstruction :

- **Reconstruction plane** : les images à réassembler ont été prises par une caméra translatée dans un plan parallèle au sujet ; c'est exactement le cas du microscope.
- **Reconstruction panoramique** : les images ont été prises par une caméra pivotant autour d'un point fixe pour capturer l'ensemble du sujet ; ce n'est pas le cas du microscope, mais en ajustant certains paramètres (*i.e.* type de projection (perspective, cylindrique, sphérique), distance focale,...), il est possible de limiter la distorsion.

Plusieurs logiciels ont été testés, car ils utilisent des algorithmes de reconstruction différents :

- **Microsoft ICE** : logiciel gratuit proposant les deux types de reconstruction.
- **AutoPano Giga** : logiciel ne proposant que la reconstruction panoramique, mais capable de prendre en charge des images de très haute résolution.
- **Photoshop** : logiciel proposant l'assemblage automatique d'images dans les deux types de projection, et permettant de plus l'assemblage manuel.

Microsoft ICE a été utilisé ici pour reconstruire la mosaïque d'images prises au MEB. C'est ce logiciel qui a donné le meilleur résultat.

4.1.2.4. Comparaison des images

La figure 4.2 présente la reconstruction tridimensionnelle, tandis que la figure 4.3 présente l'image recomposée obtenue au MEB, et qui est notre image de référence. La comparaison de ces deux images montre de nombreux points communs. On arrive facilement à trouver 16 billes qui sont présentes dans les deux cas. Il est à noter que la taille des particules peut sembler différentes, car l'image MEB montre la surface de l'échantillon, tandis l'image microtomographique représente une tranche juste en dessous de la surface. La comparaison est donc concluante.

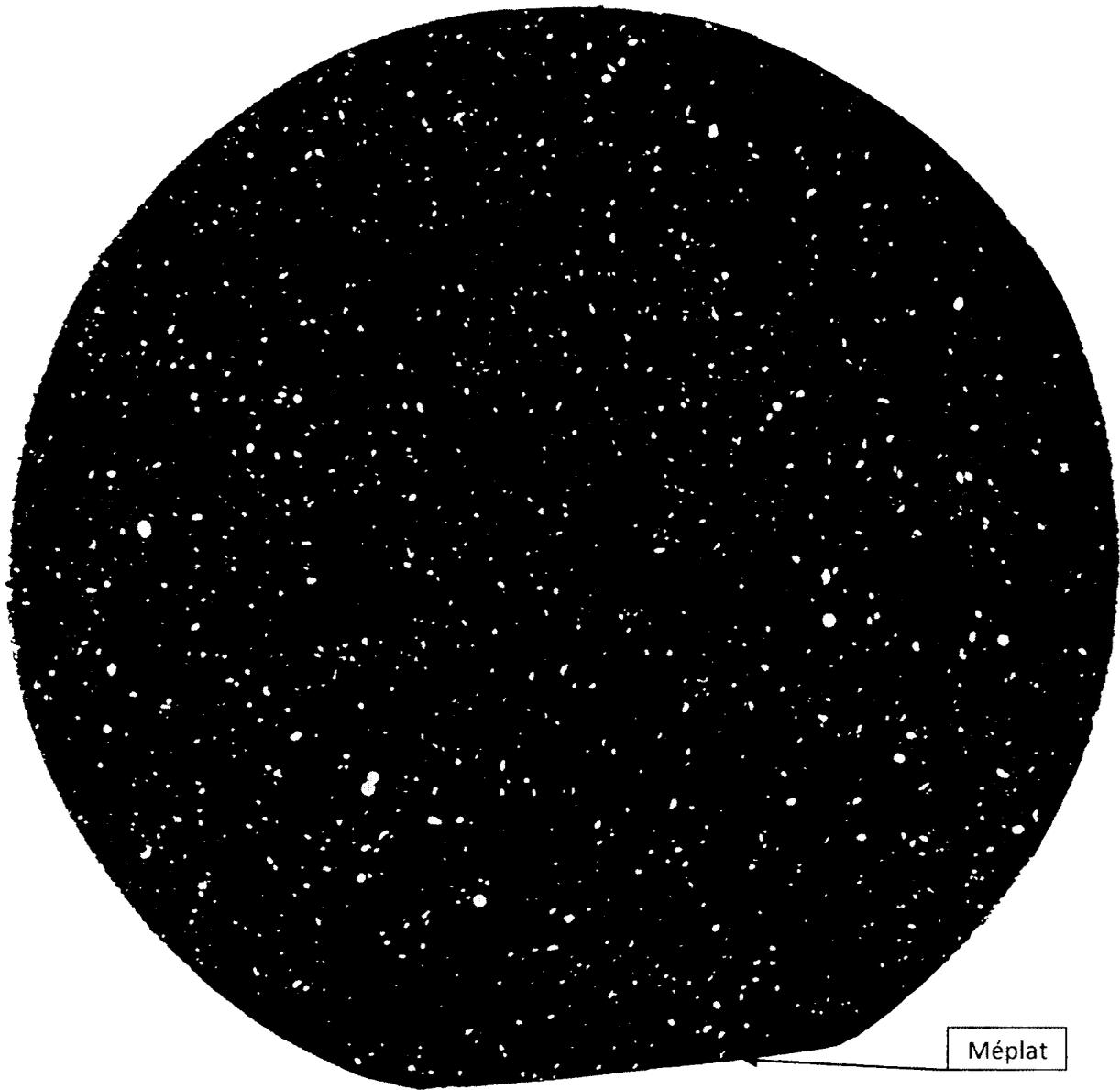


Figure 4.2 - Reconstruction 3D de la pastille de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 % vue de dessus.
La matrice LLDPE est en noir, les billes de verre en blanc

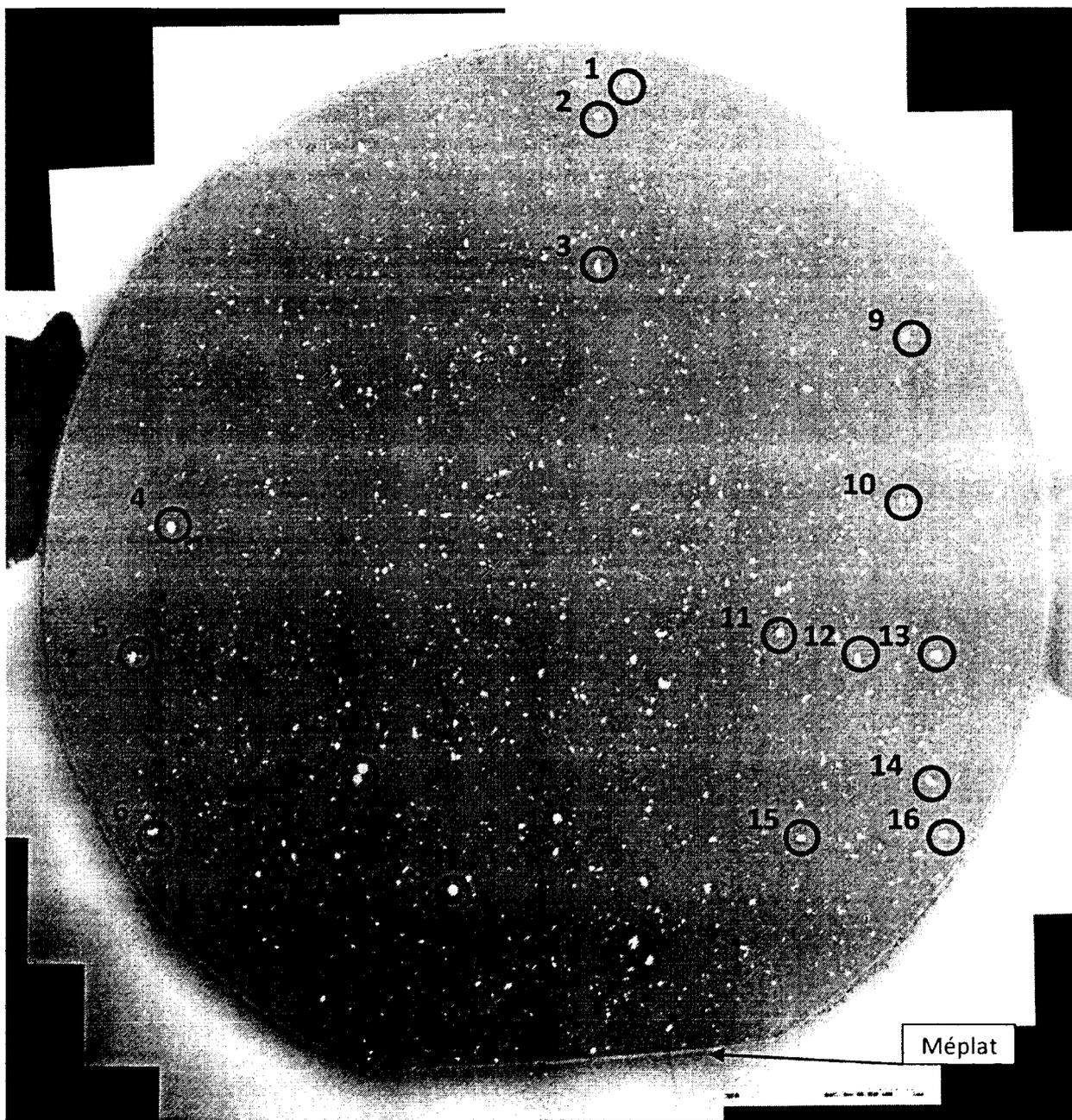


Figure 4.3 - Mosaïque MEB de la pastille de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 %.
Grossissement x30, échelle 1 mm.

4.2. Essais avec la cellule de charge

4.2.1. Préparation de l'échantillon et conditions expérimentales

Les essais avec la cellule de charge ont été menés sur des échantillons à 3 % en masse de billes de verre et sur des échantillons à 10 % en masses de billes de verre. De même que les essais précédents, les échantillons ont été sablés (successivement avec des papiers de grain 600, 400, 320 et 240 microns) pour éliminer les impuretés présentes en surface.

Ces essais demandent deux acquisitions : une avec l'échantillon au repos (*i.e.* la cellule de charge n'applique pas de charge), et une avec l'échantillon comprimé (*i.e.* la cellule de charge applique une charge de compression sur l'échantillon). Entre les deux, l'échantillon reste monté dans l'appareil pour que les acquisitions sans et avec charge soient exploitables.

Un dernier paramètre est à prendre en compte pour ces essais. En effet, le LLDPE est un polymère viscoélastique. Cela veut dire que lorsqu'il est soumis à une déformation, il est sujet à une relaxation des contraintes. En d'autres termes, le niveau de contrainte baisse au fil du temps alors que la déformation reste inchangée. Cela est dû au réarrangement des macromolécules dans le polymère. En conséquence, il est nécessaire d'observer un temps de repos entre le moment où l'échantillon est comprimé, et le moment où la seconde acquisition a lieu. Étant donné que la durée d'une acquisition est d'environ 7h, les essais ont donc été organisés sur deux jours, avec une acquisition chaque jour et la relaxation ayant lieu pendant la nuit. Les essais ont montré qu'une nuit est suffisante pour que la relaxation atteigne un palier : en d'autres termes, après une nuit, la cellule de charge n'enregistre plus de variation de la charge.

4.2.2. Acquisition et reconstruction 2D

Comme expliqué précédemment, un essai avec la cellule de charge se déroule sur deux jours :

- 1^{er} jour : réglages des paramètres d'acquisition ; acquisition sur un échantillon au repos ; application de la charge en prévision de la seconde acquisition.
- Nuit : relaxation de l'échantillon.
- 2^{ème} jour : acquisition sur un échantillon comprimé.

Les conditions expérimentales d'un essai sont les suivantes :

- **Acquisitions** : les paramètres d'acquisition sont réglés conformément au paragraphe 4.1.1.1, et sont les même pour les deux acquisitions.
- **Charge** : étant donné que la matrice se relaxe, il est difficile de fixer une valeur de charge. Il est donc décidé d'imposer la déformation. Pour rester dans le domaine élastique, la déformation imposée reste faible : 6 % de l'épaisseur originale de l'échantillon (environ 3 mm), soit 0.18 mm. Cette déformation induit une charge de 71.2 N au départ, mais après relaxation la charge s'établit à 62.6 N.
- **Reconstructions** : les reconstructions sont menées ultérieurement, et le réglage des paramètres est effectué comme expliqué au paragraphe 4.1.1.2.

Les figures 4.4 et 4.5 illustrent le processus d'acquisition. La figure 4.4 est une radiographie d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 % dans la cellule de charge, au repos. La pastille est posée sur le plateau inférieur de la cellule de charge, et le plateau supérieur affleure à la surface de l'échantillon, sans toutefois appliquer de pression ; il est possible d'observer un léger vide entre les deux. Dans la figure 4.5, le même échantillon est maintenant comprimé ; il n'y a plus d'espace entre la pastille et le plateau supérieur.



Figure 4.4 - Radiographie d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 % dans la cellule de charge au repos

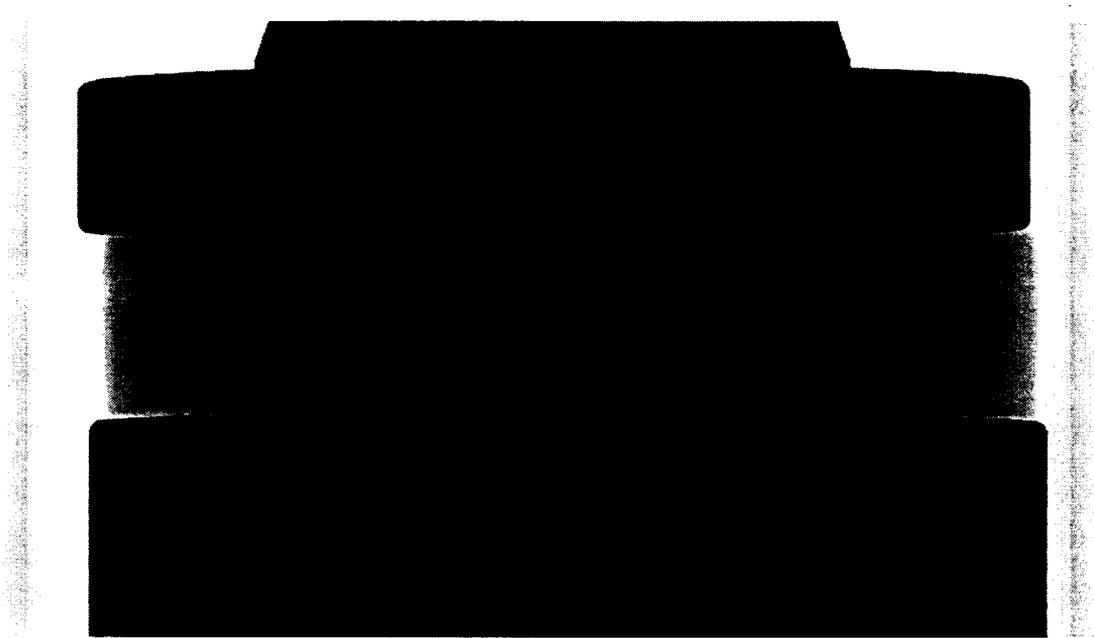


Figure 4.5 - Radiographie d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 % dans la cellule de charge sous compression

4.2.3. Résultats

Les figures 4.6 et 4.7 montrent des tranches reconstruites du composite LLDPE-Verre-TiO₂ à 10 % respectivement au repos et comprimé. Elles représentent la même section de la pastille, mais se retrouvent à deux niveaux différents dans chaque reconstruction du fait de la compression : elles sont décalées de sept tranches. On peut d'ailleurs observer les effets de la compression : certaines billes sont visibles dans les deux tranches (en rouge, numérotation en chiffre arabe), tandis que d'autres n'apparaissent que dans une seule (en bleu, numérotation alphabétique).

Ces images seront par la suite utilisées par l'équipe de l'École Polytechnique de Montréal. Les tranches bidimensionnelles seront regroupées ensemble dans chaque cas, formant ainsi deux images sous forme de matrices à trois dimensions. Ces deux matrices seront ensuite analysées par corrélation grâce aux algorithmes de DIC-3D, permettant ainsi de déterminer comment s'est déplacé chacun des pixels entre l'image de l'échantillon au repos, et l'image de l'échantillon comprimé. Ainsi, il sera possible de déduire le champ de déplacement tridimensionnel.

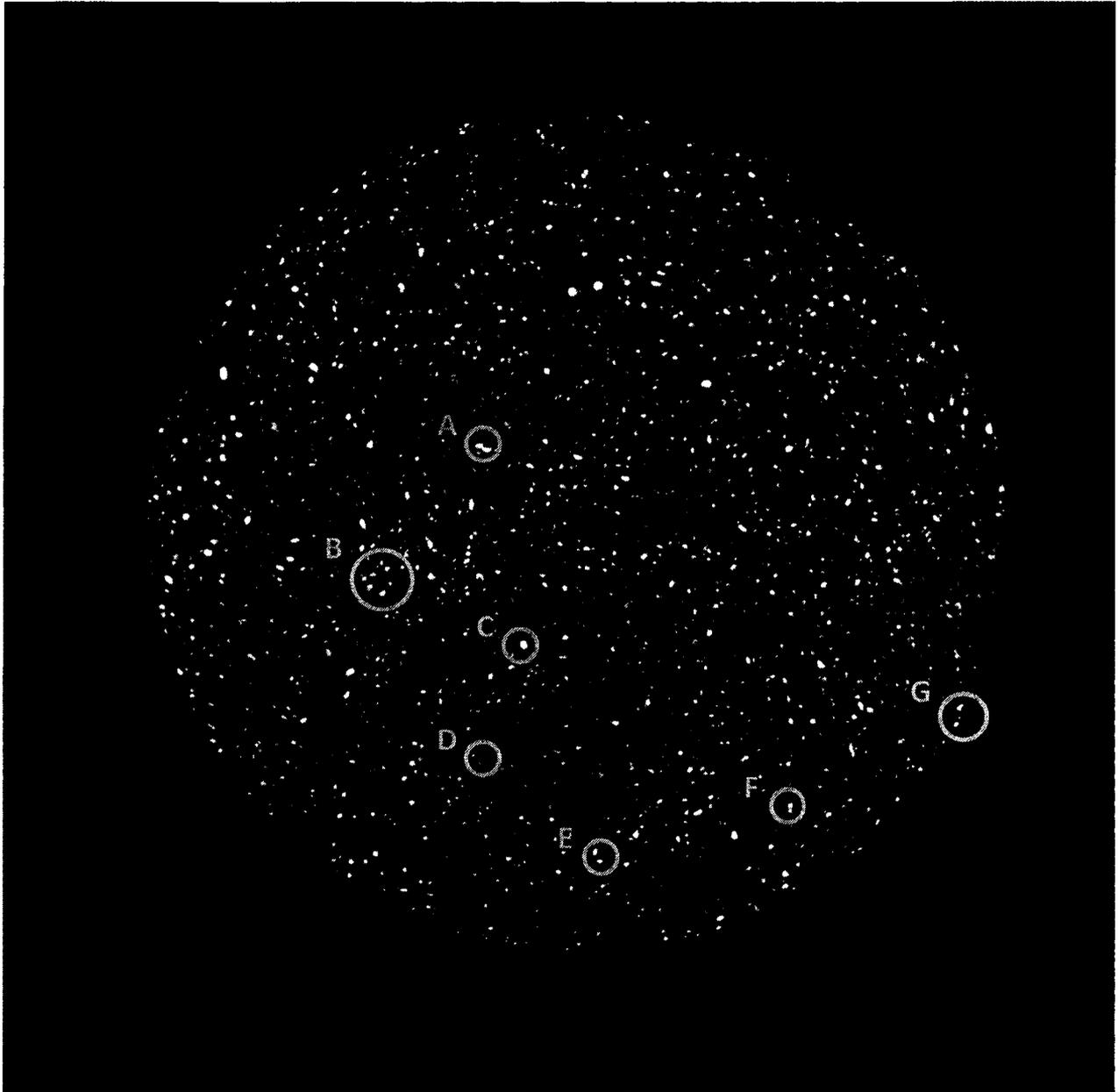


Figure 4.6 - Reconstruction d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 % au repos (tranche #397)

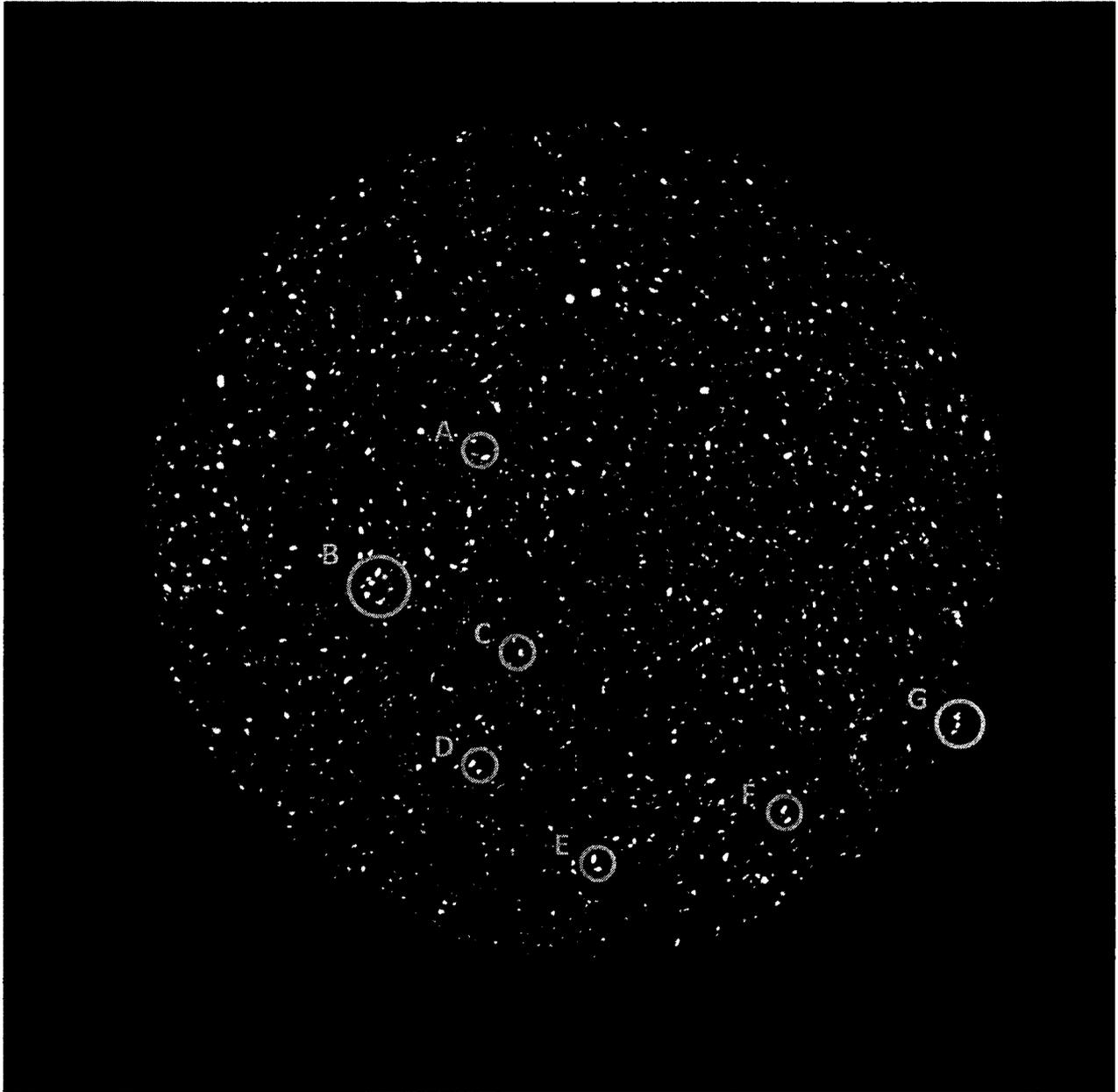


Figure 4.7 - Reconstruction d'une pastille de composite LLDPE-Verre-TiO₂ 10 % sous compression (tranche #404)

4.3. Bilan

Les travaux menés sur le microtomographe ont permis de développer un processus de calibration permettant d'assurer la fidélité et la reproductibilité des acquisitions. Ainsi, il est possible d'utiliser les images microtomographiques obtenues de manière quantitative – ou tout du moins semi-quantitative – et non plus seulement qualitative.

La procédure de calibration développée a permis d'utiliser la cellule de charge pour obtenir deux séries de reconstructions d'un même échantillon, l'une où celui-ci est au repos, et l'autre où il est comprimé. Ces images devraient permettre à l'École polytechnique de développer leurs algorithmes de DIC-3D.

Chapitre 5. Conclusion

5.1. Synthèse

Les travaux de recherches accomplis au cours de ce projet de maîtrise ont permis d'obtenir les résultats qui sont présentés dans ce mémoire. À l'origine, l'objectif principal était d'obtenir des images microtomographiques d'un échantillon modèle sous compression qui soient utilisables pour le développement d'un algorithme de mesure de champs de déplacements tridimensionnels. Cet objectif principal se décomposait de trois sous-objectifs. Le premier était de concevoir et fabriquer un matériau modèle, le second de développer une procédure de calibration pour le microtomographe, et le troisième d'obtenir des images microtomographiques d'échantillons déformés à l'aide de la cellule de charge. Ces objectifs ont-ils été remplis ?

Conception et fabrication : cette étape était cruciale pour la réussite du projet. En effet, le choix des matériaux et des techniques de fabrication de l'échantillon modèle influait directement sur la capacité à obtenir des images 3D exploitables. Ainsi, pour faciliter le développement des algorithmes de DIC-3D, il a été décidé d'utiliser un composite à renfort particulaire : la présence de deux phases distinctes facilite la corrélation d'image. À partir de là, plusieurs contraintes s'imposaient : un bon contraste aux RX entre la matrice et le renfort, une matrice texturée facilement déformable, un renfort de particules sphériques rigides, et une facilité de mise en forme. Tous ces critères ont amené à la conception d'un composite à matrice de polyéthylène basse densité linéaire texturée par des particules d'oxyde de titane ($< 45 \mu\text{m}$) et à renfort de billes de verre ($212\text{-}300 \mu\text{m}$). Pour assurer une bonne dispersion du renfort et de la texture, le composite a été produit par extrusion, puis moulé sous forme de pastilles. Les observations au microscope électronique à balayage ont montré que le procédé d'extrusion a brisé une partie des billes de verre, résultant en une distribution de forme et de taille du renfort.

Procédure de calibration : les images microtomographiques doivent être fidèles à la réalité et reproductibles, ce qui veut dire libre de bruits et d'artefacts. Une calibration des paramètres d'acquisition et de reconstruction doit donc être effectuée pour assurer la qualité des images. Si les paramètres d'acquisition ne dépendent que du type d'échantillon observé,

et sont donc assez facilement réglables, les paramètres de reconstruction corrigeant les artefacts doivent être déterminés à chaque fois, car les artefacts varient d'une acquisition à l'autre. Différents essais, ainsi que la comparaison d'images microtomographiques et d'observations réalisées au microscope électronique à balayage, ont permis de déterminer les paramètres d'acquisition optimaux, et de développer une routine de réglage des paramètres de reconstruction. Cette calibration permet d'utiliser les images microtomographiques de manière (semi-)quantitative, et non plus seulement qualitative.

Images d'échantillons déformés : pour la procédure de calibration mise en place, il a été possible d'utiliser la cellule de charge pour réaliser des acquisitions sur des échantillons au repos puis comprimés. Ce sont ces images qui doivent servir aux travaux de l'équipe de l'École Polytechnique de Montréal. Les objectifs de ce projet ont donc été atteints. La phase suivante, qui sera conduite par de l'équipe de l'École Polytechnique de Montréal, sera d'utiliser les algorithmes de DIC-3D qu'ils auront développés pour valider le résultat.

5.2. Contributions originales

Les recherches exposées dans ce mémoire ont permis d'apporter de nouvelles connaissances à la communauté scientifique. Celles-ci sont de deux types.

Tout d'abord, la première contribution est à relier à l'objectif principal du projet : obtenir des images microtomographiques d'un échantillon sous compression que l'on puisse utiliser pour le développement d'algorithmes de mesure de champs de déplacements/contraintes tridimensionnels. Ce n'est pas le fait d'utiliser un microtomographe à rayons-X pour imager un échantillon au repos puis comprimé qui est original, mais plutôt la finalité de ces images. Celles-ci doivent servir au développement des algorithmes de mesure de champs 3D par l'équipe de l'École Polytechnique de Montréal. En d'autres termes, si l'obtention des couples d'images microtomographiques déformées/non déformées ne constitue pas un apport scientifique nouveau en tant que tel, leur utilisation le sera.

La deuxième contribution concerne la procédure de calibration du microtomographe développée, le but de celle-ci étant d'assurer la fidélité et la reproductibilité des acquisitions. La revue de littérature sur le sujet a montrée que les méthodes de calibration décrites dans les articles sont fortement dépendantes du microtomographe utilisé et de l'échantillon : il n'y a donc pas en l'état actuel des connaissances de méthode générale. Il fallait donc développer

une routine de calibration adaptée à notre composite et au SkyScan 1172. C'est ce qui a été fait, et cela a permis l'obtention d'images utilisables de manière (semi-) quantitative.

5.3. Perspectives de recherche

Au cours de ce projet, certains aspects n'ont pas été couverts par les travaux, ou du moins pas suffisamment, et mériteraient d'être abordés lors de travaux futurs. Trois points précis devraient être approfondis.

Le premier point est à rattacher au but même du projet : il fallait fournir à l'équipe de l'École Polytechnique de Montréal des images microtomographiques pour qu'ils puissent développer leurs algorithmes de mesure de champs. L'objectif a été rempli, cependant, il reste à développer les algorithmes de DIC-3D pour valider le résultat. Il est probable qu'il faille faire de nouvelles acquisitions sur le microtomographe par la suite, voir peut-être modifier ou changer le composite. Il est aussi possible que les résultats qu'ils obtiendront permettront d'améliorer le processus de calibration.

Ce qui nous amène au second point : la calibration. Il serait intéressant d'essayer de développer des indicateurs pour mesurer les niveaux de bruits et d'artefacts présents dans chaque image. Cela permettrait de juger objectivement de leur qualité, et donc d'optimiser la calibration. Mais la solution idéale serait de programmer nos propres algorithmes de corrections et de reconstruction. Cette étape serait alors mieux contrôlée, et en utilisant des indicateurs il serait même envisageable d'automatiser le processus pour supprimer le facteur humain. Cependant, de tels travaux nécessiteraient un investissement important en temps et en moyens, et pourraient constituer un projet à part entière.

Enfin, le troisième point concerne le composite. Une étude mécanique de celui-ci apporterait des renseignements utiles. Des tests de traction et de flexion permettraient de déterminer les propriétés mécaniques du composite, telles que le module d'Young, le coefficient de Poisson, ou le temps de relaxation. L'équipe de l'École Polytechnique en aura certainement besoin pour valider leurs résultats une fois les algorithmes de mesure de champ de déplacements tridimensionnels et d'identification inverse des propriétés mécaniques développés.

Un approfondissement sur ces trois points permettrait d'éclaircir certains aspects de ces travaux, et de compléter le projet.

Annexe A. Moule à plaque

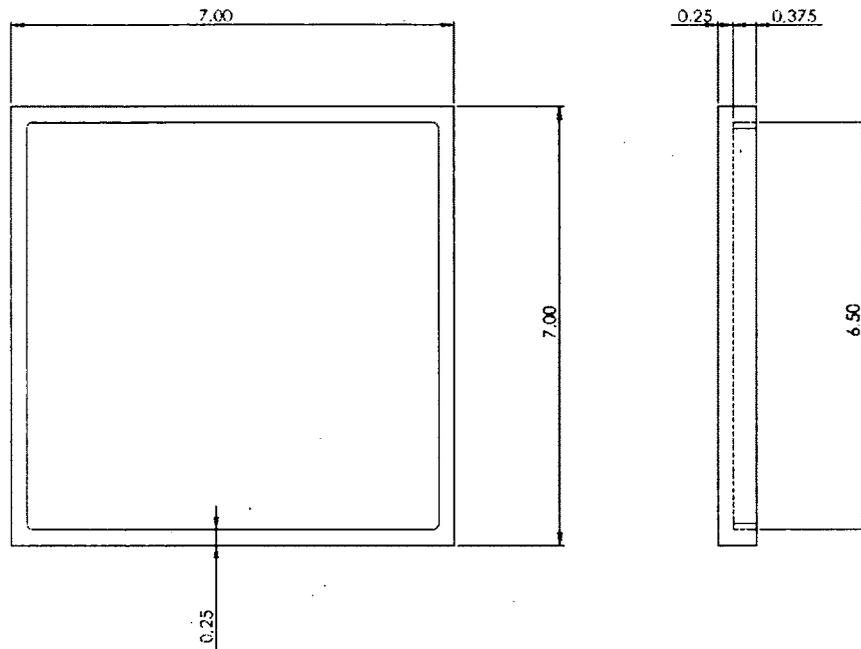


Figure A.1 - Moule à plaque : plaque inférieure

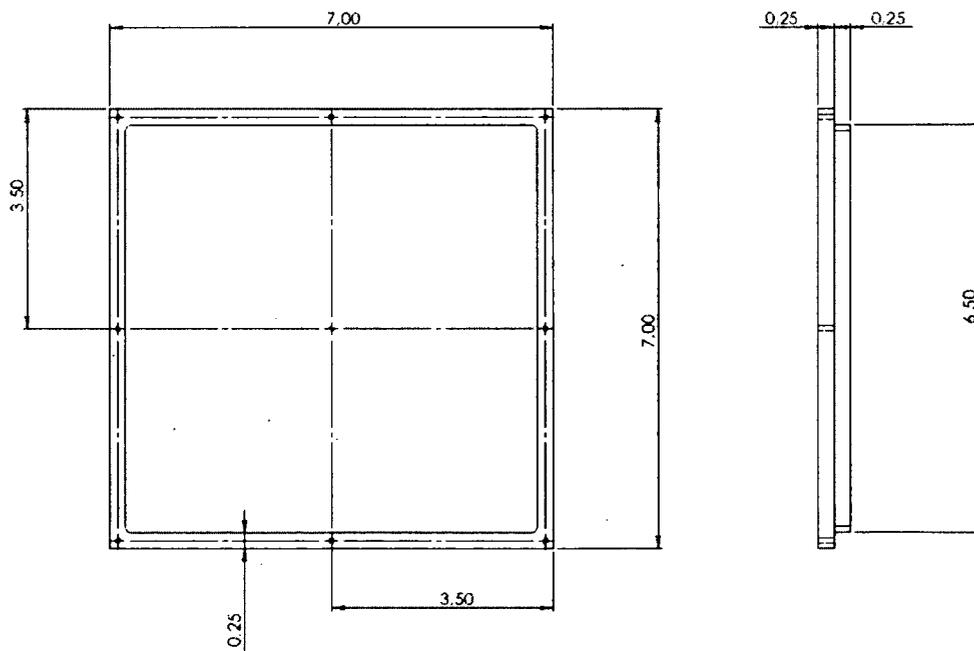


Figure A.2 - Moule à plaque : plaque supérieure

Annexe B. Couteau circulaire

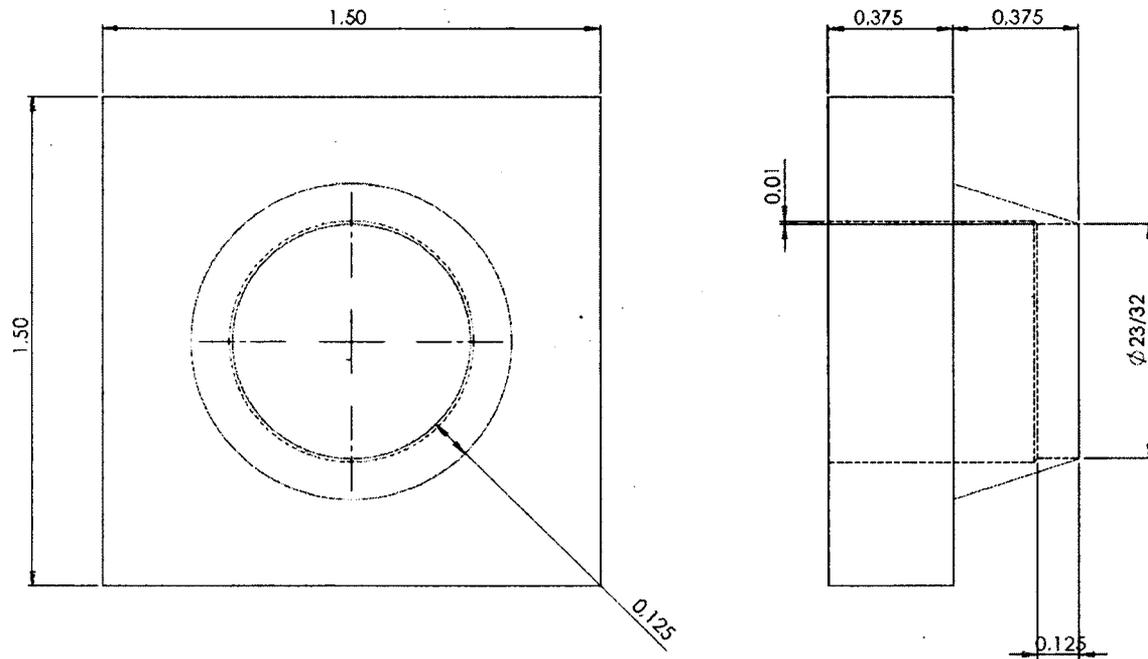


Figure A.3 - Plan du couteau circulaire

Références

- Davis, G. R. et Elliott, J. C. (2006). Artefacts in X-ray microtomography of materials. *Materials Science and Technology*, volume 22, numéro 9, p. 1011-1018.
- Djukic, L. P., Herszberg, I., Walsh, W. R., Schoeppner, G. A., Gangadhara Prusty, B. et Kelly, D. W. (2009). Contrast enhancement in visualisation of woven composite tow architecture using a MicroCT Scanner. Part 1: Fabric coating and resin additives. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, volume 40, numéro 5, p. 553-565.
- Djukic, L. P., Herszberg, I., Walsh, W. R., Schoeppner, G. A. et Gangadhara Prusty, B. Contrast enhancement in visualisation of woven composite architecture using a MicroCT Scanner. Part 2: Tow and preform coatings. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, volume In Press, Corrected Proof,
- Dumont-Fillon, J. (1996). Contrôle non destructif (CND). Dans Meyzonnette, J. L., Pascal, J. C. et Priel, M., *Techniques de l'Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, Mesures mécaniques et dimensionnelles Normal*. Éditions Techniques de l'ingénieur, Paris, p. 1-45.
- Feldkamp, L. A., Davis, L. C. et Kress, J. W. (1984). Practical cone-beam algorithm. *Journal of the Optical Society of America A (Optics and Image Science)*, volume 1, numéro 6, p. 612-19.
- Forsberg, F. (2008). *X-ray Microtomography and Digital Volume Correlation for Internal Deformation and Strain Analysis*. PhD, Luleå University of Technology, Luleå, 194 p.
- Gagliardi, F., Filice, L., Umbrello, D. et Shivpuri, R. (2008). Forging of metallic foams to reproduce biomechanical components. *Materials Science and Engineering A*, volume 480, numéro 1-2, p. 510-516.
- Gates, M., Lambros, J. et Heath, M. T. (2011). Towards High Performance Digital Volume Correlation. *Experimental Mechanics*, volume 51, numéro 4, p. 491-507.
- Grangeat, P. (2002). *La tomographie : fondements mathématiques, imagerie microscopique et imagerie industrielle*. Hermès science publications, Paris, 287 p.
- Grediac, M. (2004). The use of full-field measurement methods in composite material characterization: interest and limitations. *Composites Part A (Applied Science and Manufacturing)*, volume 35A, numéro 7-8, p. 751-61.
- Hild, F., Maire, E., Roux, S. et Witz, J. -. (2009). Three-dimensional analysis of a compression test on stone wool. *Acta Materialia*, volume 57, numéro 11, p. 3310-3320.
- Howe, D. V. (1999). Polypropylene, isotactic. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 780-786.

- Iroh, J. O. (1999a). Poly(e-caprolactone). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 361-362.
- Iroh, J. O. (1999b). Poly(ethylene terephthalate). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 558-560.
- Kak, A. C. et Slaney, M. (1988). *Principles of computerized tomographic imaging*. IEEE Press, New York, NY, USA, x+329 p.
- Kerbow, D. L. (1999). Poly(tetrafluoroethylene). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 842-847.
- Ketcham, R. A. et Carlson, W. D. (2001). Acquisition, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic imagery: applications to the geosciences. *Computers & Geosciences*, volume 27, numéro 4, p. 381-400.
- Lenoir, N., Bornert, M., Desrues, J., Besuelle, P. et Viggiani, G. (2007). Volumetric digital image correlation applied to x-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock. Dans , volume 43. Blackwell Publishing Ltd, 9600 Garsington Road, Oxford, OX4 2XG, United Kingdom, p. 193-205.
- Ling Hsu, S. (1999). Poly(methyl methacrylate). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 655-657.
- Lu, L., Mikos, A. G. (1999). Poly(lactic acid). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 627-633.
- Madkour, T. M. (1999). Polycarbonate. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 363-367.
- Maire, E., Buffiere, J. Y., Salvo, L., Blandin, J. J., Ludwig, W. et Letang, J. M. (2001). On the application of X-ray microtomography in the field of materials science. *Advanced Engineering Materials*, volume 3, numéro 8, p. 539-546.
- Mandelkern, L., Alamo, R. G. (1999). Polyethylene, linear high-density. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 493-507.
- Munch, T. (2009). Presses à injecter - Fonctions et solutions constructives. Dans Agassant, J. F., Binetruy, C., Krawczak, P. et Villoutreix, G., *Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites, Plasturgie*. Éditions Techniques de l'ingénieur, Paris, p. 1-16.
- Myers, C. L. (1999a). Polypropylene, atactic. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 772-775.
- Myers, C. L. (1999b). Polypropylene, elastomeric (stereoblock). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 776-779.

- Myers, C. L. (1999c). Polypropylene, syndiotactic. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 798-801.
- Orwoll, R. A., Chong, Y. S. (1999). Poly(acrylic acid). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 252-253.
- Panse, D. R., Phillips, P. J. (1999a). Poly(4-methyl pentene-1). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 658-663.
- Panse, D. R., Phillips, P. J. (1999b). Poly(butene-1). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 341-347.
- Panse, D. R., Phillips, P. J. (1999c). Poly(hexene-1). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 570-572.
- Patil, R. D. (1999). 1,2-Polybutadiene. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 318-322.
- Perrot, C. (2006). *Microstructure et Macro-comportement Acoustique : Approche par Reconstruction d'une Cellule Élémentaire Représentative*. PhD, Université de Sherbrooke, S.I., 224 p.
- Pierron, F., Zhavoronok, S. et Grediac, M. (2000). Identification of the through-thickness properties of thick laminated tubes using the virtual fields method. *International Journal of Solids and Structures*, volume 37, numéro 32, p. 4437-53.
- Prasad, A. (1999a). Polyethylene, elastomeric (very highly branched). Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 487-489.
- Prasad, A. (1999b). Polyethylene, linear low-density. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 508-517.
- Prasad, A. (1999c). Polyethylene, low-density. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 518-528.
- Pu, Z. (1999a). Polystyrene. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 829-836.
- Pu, Z. (1999b). trans-1,4-Polybutadiene. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 336-340.
- Roblin, G. (1999). Microscopies optiques à balayage. Dans Meyzonnette, J. L., Pascal, J. C. et Priel, M., *Techniques de l'Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, Mesures Mécaniques et Dimensionnelles*. Éditions Techniques de l'ingénieur, Paris, p. 1-14.
- Roux, S., Hild, F., Viot, P. et Bernard, D. (2008). Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, volume 39, numéro 8, p. 1253-1265.

- Salvo, L., Cloetens, P., Maire, E., Zabler, S., Blandin, J. J., Buffiere, J. Y., Ludwig, W., Boller, E., Bellet, D. et Josserond, C. (2003). X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, volume 200, p. 273-286.
- Sankar Rajan, G. (1999). trans-1,4-Polyisoprene. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 620-624.
- Sharaf, M. A. (1999). cis-1,4-Polybutadiene. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 323-335.
- Turbell, H. (2001). *Cone-beam reconstruction using filtered backprojection*. PhD, Linkopings Universitet (Sweden), Sweden, 177 p.
- Utracki, L. A. (2004). *Clay-containing polymeric nanocomposites*, Première édition. Rapra Technology Limited, Shawbury (UK), 434 p.
- Ver Strate, G. W., Lohse, D. J. (1999). Ethylene-propylene-diene monomer elastomers. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 103-109.
- Vergnes, B., Chapet, M. (2001). Extrusion - Procédés d'extrusion bavis. Dans Agassant, J. F., Binetruy, C., Krawczak, P. et Villoutreix, G., *Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites, Plasturgie*. Éditions Techniques de l'ingénieur, Paris, p. 1-23.
- Vergnes, B., Puissant, S. (2002). Extrusion - Extrusion monovis (partie 1). Dans Agassant, J. F., Binetruy, C., Krawczak, P. et Villoutreix, G., *Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites, Plasturgie*. Éditions Techniques de l'ingénieur, Paris, p. 1-16.
- Verhulp, E., Rietbergen, B. V. et Huiskes, R. (2004). A three-dimensional digital image correlation technique for strain measurements in microstructures. *Journal of Biomechanics*, volume 37, numéro 9, p. 1313-1320.
- Wang, S. (1999a). Acrylonitrile-butadiene elastomers. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 1-4.
- Wang, S. (1999b). Styrene-acrylonitrile. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 980-982.
- Wang, S. (1999c). Styrene-butadiene elastomers. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 983-986.
- Williams, R. A., Jia, X. et Selomulya, C. (2007). Micro X-ray tomographic imaging of porous media. *AIP Conference Proceedings*, volume 914, numéro 1, p. 3-11.
- Zhang, R. (1999). cis-1,4-Polyisoprene. Dans Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, New York, p. 607-617.