

TP : Méthodes Expérimentales

Caractérisation microstructurale 3D des matériaux de construction

Présentation

Dans cette séance, nous allons analyser la morphologie et la microstructure 2D/3D de différents types de matériaux de construction. Il s'agit du béton ordinaire, du béton polystyrène, du béton de chanvre et du bois massif épiciéa.

L'étude sera réalisée via deux dispositifs d'imagerie : le microscope Keyence VHX-2000 et le microtomographe au laboratoire LMT-Cachan. Pour des raisons de contrainte de temps, le tomographe sera juste présenté et on analysera une image 3D scannée au préalable.

Partie 1 : Analyse 2D et topologique : Microscope optique numérique Keyence

Description du dispositif

Le microscope Keyence VHX-2000 (Figure 1) est utilisé pour la caractérisation morphologique des matériaux de construction. Ce dernier est un instrument qui permet d'observer des échantillons à l'aide de plusieurs lentilles en fournissant une image virtuelle de l'objet. Le microscope Keyence est largement utilisé dans le domaine de la recherche car il offre une grande profondeur de champ et des capacités de mesure avancées pour l'analyse des images observées.



Figure 1 : Microscope numérique Keyence VHX-20

Ce type de microscope a été développé pour surmonter les limites des microscopes optiques traditionnels en fournissant quasi instantanément des images de haute résolution, avec une composition en profondeur de champ de grande qualité et une fonction de mesure 2D/3D intégrée. En faisant varier la distance entre les lentilles qui le composent, le microscope Keyence a une plage de grossissement comprise entre 0.1x et 5000x (100x - 1000x avec l'objectif actuellement monté). Le VHX permet une large gamme d'observations microscopiques, de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique.

Manipulation

Dans cette partie nous allons analyser la microstructure des échantillons cubiques suivants : du béton polystyrène, du béton de chanvre (2 types) et du bois massif épicéa. Pour ce faire, respecter la procédure (voir **Annexe 1**) dans l'ordre.

Question 1 : Observations

- Préparer les échantillons à observer en sélectionnant des surfaces propres et représentatives sur les faces 1 de chaque éprouvette
- Observer les différents échantillons et commenter leur morphologie en identifiant les différentes phases observées
- Une fois l'image est suffisamment nette (Procédure Annexe 1), cliquer sur Rec, en bas à droite de l'écran pour sauvegarder l'image
- Créer un nouveau répertoire dans Documents/TP_Microscopie/ sous la forme GroupeX

Question 2 : Analyse granulométrique

- Grâce à l'option Mesr/Text=> Measure/Comment, mesurer la taille de la porosité Max et Min ainsi que la taille de granulométrie maximale et minimale pour les bétons étudiés.
- Déterminer le diamètre des billes de polystyrène.
- De la même façon, déterminer le diamètre des fibres min et max pour les matériaux fibreux étudiés ainsi que la taille moyenne des lumens du bois épicéa.

Question 3 : Etude du gonflement

Cette partie sera réalisé sur le béton de chanvre et le bois épicéa qui sont des matériaux hygroscopiques susceptible de présenter des variations dimensionnelles (Gonflement/ retrait) vis-à-vis des sollicitations hygrothermiques.

- Placer d'abord l'échantillon béton de chanvre (ensuite la fibre de chanvre seule non incluse dans une matrice cimentaire) dans la coupelle en verre
- Verser de l'eau distillée jusqu'à ce que la surface de l'échantillon soit entièrement recouverte
- Sélectionner une zone d'observation d'une fibre de taille suffisamment grande afin de pouvoir suivre le gonflement
- Enclencher le chronomètre et ensuite programmer les observations automatique (à l'aide de la commande Rec Setting) chaque minute pendant une durée de 30 min
- Veuillez ne pas bouger la surface d'observation
- Tracer la courbe de l'évolution du gonflement en % en fonction du temps
- Commentez les courbes gonflement et tirez des conclusion sur l'impact de la matrice cimentaire sur la stabilité du béton de chanvre

Question 4 : Etude de la topologie

Cette étape sera réalisée sur le béton à polystyrène

- Cliquer sur DEPTH UP/3D sur le tableau de commande
- Déplacer le point focus (sur le tableau de commande position Z) vers le bas (sens inverse des aiguille d'une montre) pour être focalisé en dessous du point le plus bas de l'échantillon (image floue)
- Cliquer une deuxième fois sur DEPTH UP/3D
- Une fois la totalité de l'image nette cliquer une dernière fois sur DEPTH UP/3D pour arrêter l'acquisition
- Cliquer sur Show 3D pour voir l'image en 3D
- Orienter la reconstruction avec le bouton gauche de la souris
- Sauvegarder et analyser les topologies ainsi observées

Consigne fin de manipulation

- Repositionner la platine en position Z minimale
- Revenir à l'origine en position XY via le tableau de commande, bouton ORIGIN
- Nettoyer la surface de la platine et le poste de travail
- Cliquer sur le bouton  pour éteindre l'appareil

- Remettre le cache de protection

Partie 2 : Analyse 3D micro-tomographie aux rayons X

Description du dispositif

La tomographie au Rayon X est une technique non destructive permettant la reconstruction tridimensionnelle de l'objet étudié et par suite obtenir la microstructure réelle de l'échantillon. Après la préparation de l'échantillon, ce dernier est placé entre une source de Rayon X et une caméra.

Cette dernière enregistre le spectre d'atténuation après le passage du rayonnement dans l'objet. Ces enregistrements sont répétés en même temps que la source de rayon X et la caméra tournent autour de l'échantillon afin d'obtenir une série des images 2D qui nous permet de faire la reconstruction 3D de l'échantillon.

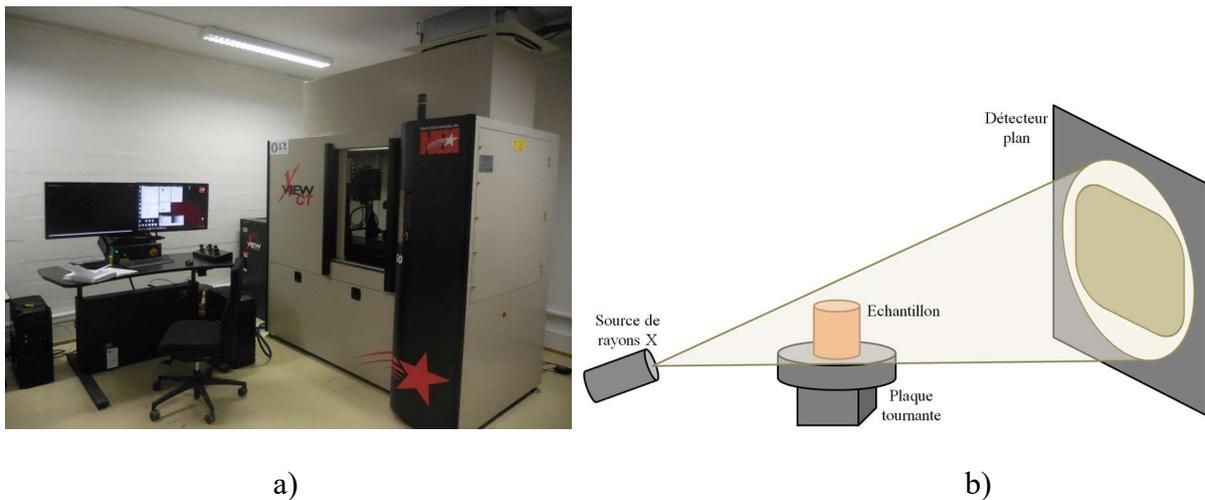


Figure 2 : Micro-tomographe X50 (LMT)

Principe de la micro-topographie au rayon X

Le principe de cette technique est représenté dans la figure 2-b, et repose sur l'équation de Beer-Lambert explicitée par l'équation suivante (Light et al., 1994).

$$I = I_0 \exp(-\mu x)$$

La source émet des rayons X, qui traversent l'échantillon et atteignent le détecteur. Lors de chaque scan, l'échantillon fait un tour de 360° autour de son axe, afin de prendre plusieurs images de plusieurs angles, et

aboutir à calculer une image numérique. Dans l'équation, I représente le nombre de photons transmis par une certaine épaisseur de matière traversée par un faisceau de rayons X , et I_0 représente le nombre de photons incidents. Ces deux paramètres sont reliés par le coefficient d'atténuation linéique μ , qui varie en fonction des propriétés de la matière traversée. En effet, μ dépend de l'épaisseur de matière traversée, ainsi que de sa composition. L'image numérique résultante est calculée et reconstruite mathématiquement en niveaux de gris, dont chacun traduit localement le coefficient d'atténuation massique du faisceau incident. On peut donc, à l'aide de la tomographie aux rayons X , accéder au cœur de la matière pour apprécier et localiser très finement toute hétérogénéité, singularité, vide ou inclusion présents.

Ensuite, la reproduction de l'objet 3D se fait à l'aide d'images en coupe. Cette étape est réalisée avec un logiciel approprié, afin d'obtenir un volume formé de plusieurs pixels dans chacune des 3 directions de l'espace. La taille d'un pixel représente la résolution atteinte par le scan considéré.

Manipulation

Dans cette deuxième partie, nous allons analyser un scan obtenu par micro-tomographie aux rayons X (aussi appelé microCT). Pour cela nous allons utiliser le logiciel d'analyse d'image Image J (<http://rsbweb.nih.gov/ij>). Le volume étudié concerne le bois épicea obtenue avec une résolution de 3,35 microns et une durée de scan de 2 heures.

A) Seuillage et segmentation de l'image

- Copier le fichier .raw correspondant au matériau à analyser dans votre dossier de travail
- Pour ouvrir un fichier .raw, utiliser File/Import/Raw...
- Sélectionner la commande 8 bits pour la lecture du fichier
- Si le contraste de vos images est faible utiliser la commande Process/Enhance Contrast.
- Choisir le seuil à l'aide de Image/Adjust/Threshold puis seuiller l'image à l'aide de Process/Binary/Make binary
- Affiner le seuil optimal en utilisant les commande Process/ Binary/Dilate et les commandes Process/Binary Erode
- Visualiser les données à l'aide de Plugins/Image 3D Viewer. Vous pouvez sur la figure 3 visualiser une vue 3D.
- N'oublier pas de faire une sauvegarde de votre fichier binarisé

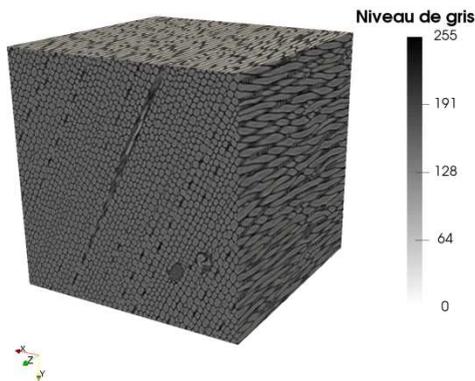


Figure 3 : Reconstruction de scans de dimensions 500x500x500 pixel3 avec une résolution de 3,35 $\mu\text{m}/\text{pixel}$: bois de printemps

B) Analyse de la porosité et du VER

- Calculer le taux de solide (des fibres composés de lumens et de parenchymes) et le taux de porosité à l'aide de Analyze/Measure (il faut préalablement définir ce qui va être mesuré à l'aide de Analyze/Set Measurement).
 - Avec la commande Analyze/Area fraction, donner le % de taux de solide et de porosité (correspondants au volume total du volume analysé)
 - Avec la commande Plugings/Stacks/Stack Fractions donner les courbes des évolutions de porosité dans les trois direction x, y, z. Commentez vos résultats.
 - Comparer ces résultats aux données de la littérature et à vos résultats expérimentaux.
- Pour faire une mesure sur toute la pile ou Stack d'images, il faut utiliser Analyze/Tools/ROI Manager/Add (pour ajouter la slice courante qu'il faut sélectionner à l'aide d'Edit/Selection/Select All) puis Analyze/Tools/ROI Manager/More>> et Multi-Measure. Ensuite pour faire la moyenne des résultats affichés, on peut utiliser : Analyze/Summarize ou directement dans la fenêtre de résultats (Results/Summarize).
- Déterminer le VER en matière de porosité. Pour cela, vous pouvez créer de nouvelles zones d'intérêt de dimensions différentes dans le ROI Manager puis faire une analyse de toutes ces zones grâce à More/Multi Measure. Il faut bien sûr choisir les mesures adaptées dans Analyze/Set Measurement.

Cette étape peut se faire également via la commande Analyze/measure/crop /Set measurement

C) Analyse du diamètre et de l'orientation des fibres du bois

- A l'aide de l'outil Analyze/Analyze particules, compter le nombre de vaisseaux d'une coupe de bois, calculer leur rayon moyen (sélectionner show « ellipse » au lieu de « nothing » pour visualiser le résultat).
- A l'aide du Plugin « orientation » déterminer l'orientation des lumens. Commenter votre résultat.

Quelques commandes utiles :

- Réduire les dimensions en x et y : Image/Crop (au préalable, sélectionner la zone à garder)
- Réduire la dimension en z (enlever des slices/coupes) : Image/Duplicate (et changer le range)
- Faire des mesures sur différentes zones : utiliser le ROI manager (sélectionner des zones à l'aide de Analyze/Tools/ROI Manager/Add), lancer la mesure (Analyze/Tools/ROI Manager/More>> et Multi Measure) en ayant sélectionné les différentes zones
- Ouvrir un ensemble d'images qui se trouve dans un dossier : faire glisser le dossier dans la zone de dialogue d'ImageJ et répondre oui pour considérer l'ensemble de ces images comme une pile (« stack ») (il est ensuite possible de sauver l'ensemble de cette pile comme un seul fichier .tif en faisant File/Save as/Tif...)

ANNEXE 1 : Protocole d'utilisation du Microscope KEYENCE VHX 2000

Réglages préliminaires

- 1) Enlever le cache de protection
- 2) S'assurer que la surface d'observation est bien propre avant toute manipulation et veuillez à bien la nettoyer à la fin de la séance
- 3) Appuyer sur le bouton  du poste de commande du Keyence VHX
- 4) Initialiser le stage XY :



Image 1 : cliquer sur OK

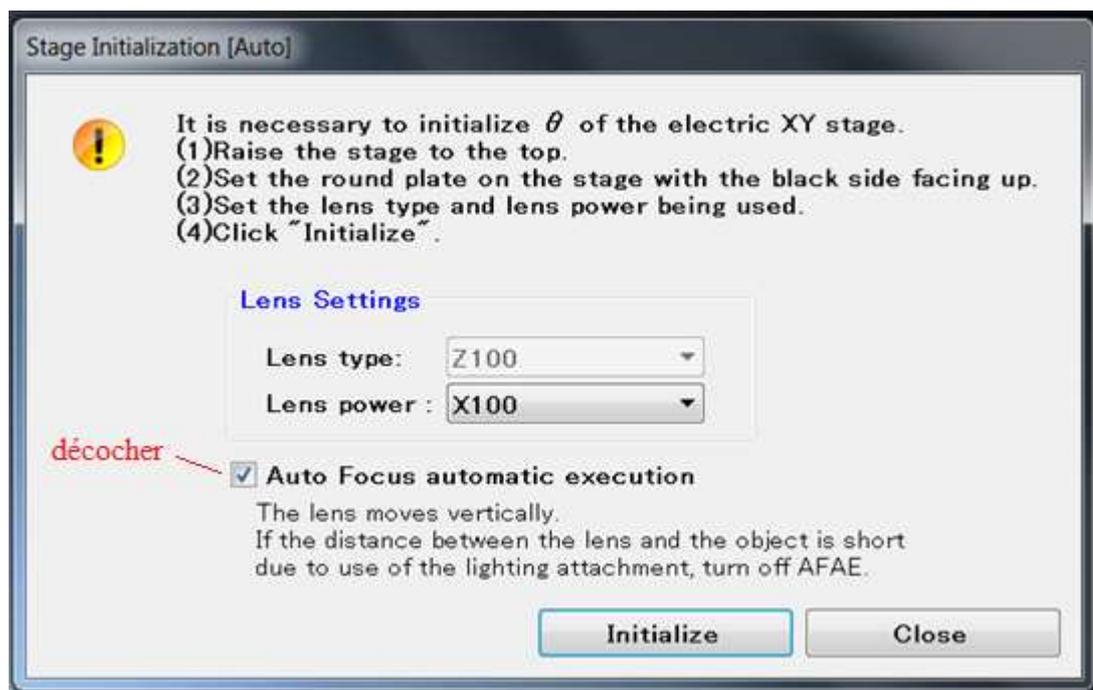


Image 2 : Décocher "Auto Focus automatic execution" puis cliquer sur "Initialize"

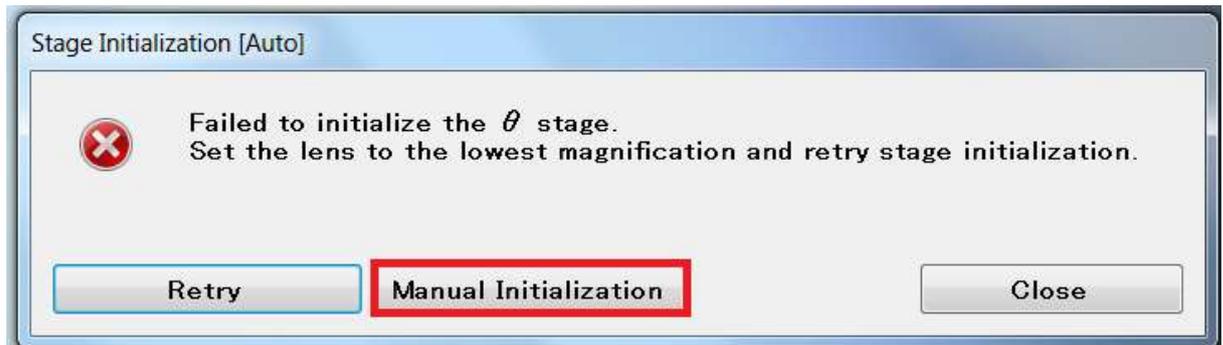


Image 3 : Cliquer sur "Manual Initialization"

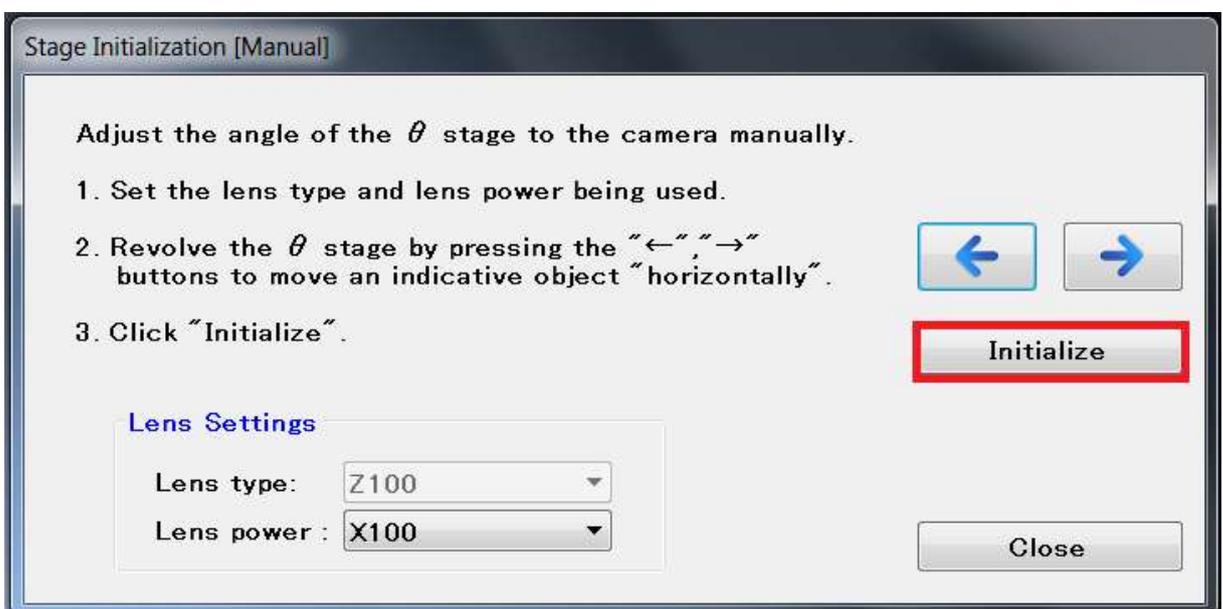


Image 4 : Cliquer sur "Initialize"

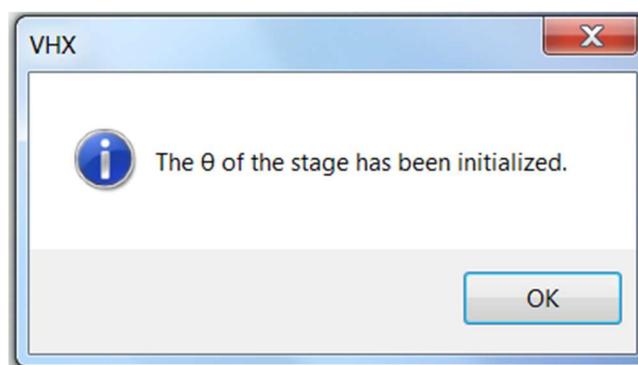


Image 5 : Cliquer sur Ok

Le déplacement de la platine en XY par le tableau de commande est maintenant initialisé.

5) Descendre la platine à la position minimale en Z

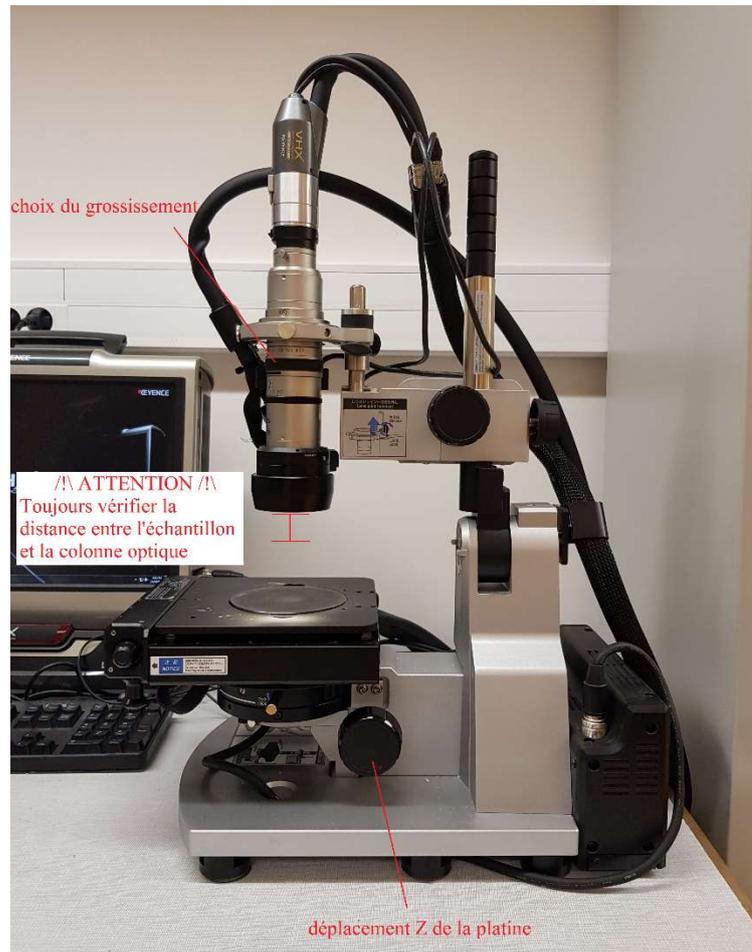


Image 6 : Déplacement Z de la platine et choix du grossissement

6) Revenir à l'origine à la position XY grâce au tableau de commande



Image 7 : Déplacement de la platine porte échantillon avec la manette et retour à l'origine de la platine bouton ORIGIN, voir platine de commande

- 7) Positionner son échantillon sur la platine
- 8) Monter l'échantillon en Z jusqu'à l'apparition de la toute première observation microscopique sur l'écran (voir Image 6)

Attention : à ne pas taper la surface basse de la colonne optique avec la surface de l'échantillon pour éviter tout risque d'endommagement de l'appareil et de l'écran

- 9) Les réglages étant effectués, vous pouvez :
 - Déplacer la platine en position XY grâce à la manette du tableau de commande (Image 7)
 - Changer le focus, position Z, directement sur le microscope (Image 6) ou de manière plus douce en utilisant le bouton centrale du tableau de commande (Image 7)
 - Modifier la luminosité avec le bouton Brightness (Image 7)
 - Modifiez le grossissement (x100 à x1000) directement sur la colonne optique (Image 6)

Sauvegarde et Post-traitement des images

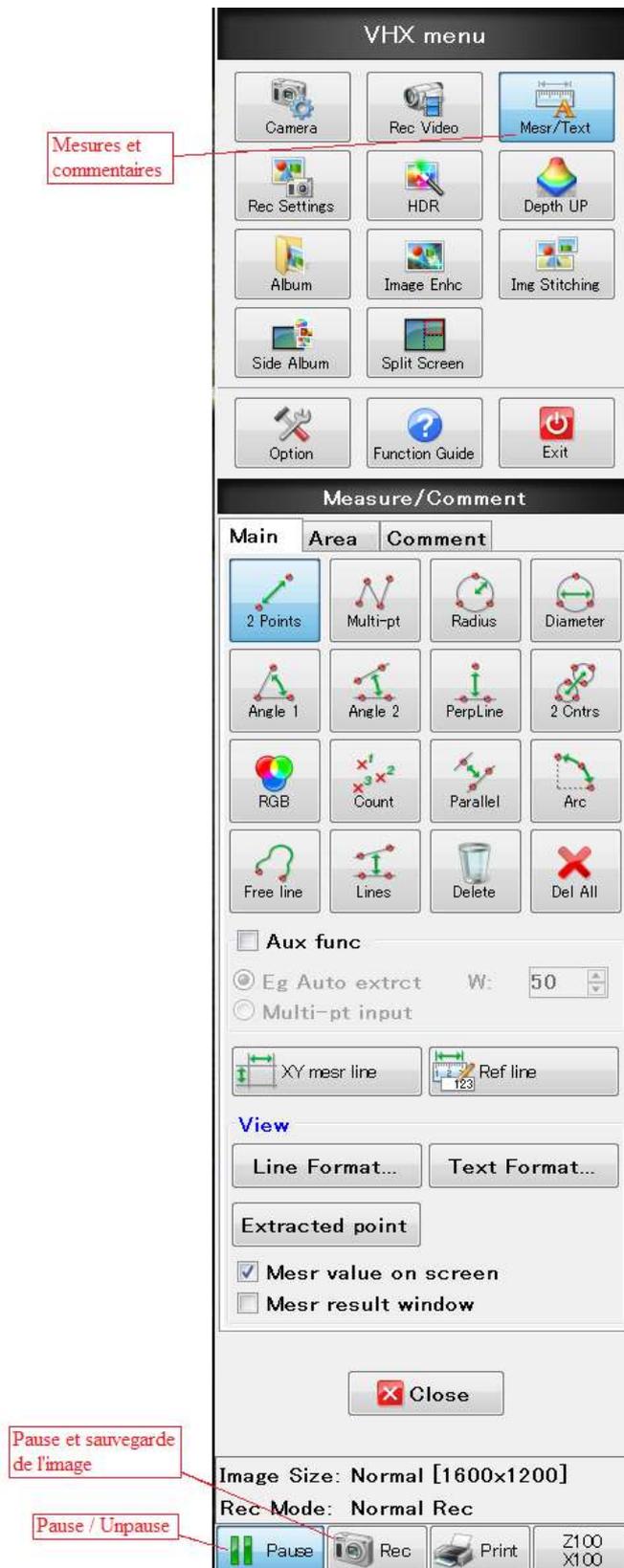


Image 8 : Sauvegarde et post-traitement de l'image