

Suivi de la modification des architectures 3D de biopolymères sous sollicitations mécaniques

Christine Delisée¹, Jérôme Malvestio¹, Jérôme Lux²

Résumé : On s'intéresse au comportement sous sollicitations mécaniques de matériaux poreux à base de biopolymères destinés à l'isolation des bâtiments. Ces contraintes, s'exerçant de manière temporaire ou permanente lors de l'élaboration ou au cours de l'utilisation des matériaux, induisent des modifications de structure qui impactent leurs propriétés macroscopiques. Afin de comprendre et de caractériser les mécanismes en jeu, nous avons mis en œuvre un montage expérimental d'essais de compression sous microtomographie X. Les matériaux concernés par les premières expérimentations sont des fibres de bois utilisées industriellement pour la réalisation de panneaux isolants. Afin d'exploiter les images volumiques obtenues, on développe des outils adaptés de caractérisation locale des déformations 3D et de suivi des modifications de structure (contacts inter-fibres, morphologie des phases poreuse et solide, orientations locales).

Mots clés : bois, composite, compression, fibres, microstructure, microtomographie rayons X, morphologie, squelette 3D

Introduction

Le développement pour le bâtiment de nouveaux matériaux à base de biopolymères s'inscrit dans une démarche de qualité environnementale et dans un contexte où l'industrie cherche à diversifier les potentialités d'application. Ainsi, les fibres végétales, dont les fibres de bois, présentent un intérêt croissant. Outre les procédés classiques d'élaboration des panneaux (procédé papetier par voie humide et procédé par voie sèche avec pré-encollage des fibres), des procédés textiles non tissés permettent aujourd'hui de produire des matériaux à base de fibres de bois susceptibles de concurrencer les isolants de type laines de verre ou de roche. Dans tous les cas, il est essentiel, pour prévoir, contrôler et optimiser les architectures des réseaux fibres/pores et des interfaces liées à un type de procédé, de les comprendre et de les caractériser à toutes les étapes de la fabrication et de l'utilisation, depuis la consolidation des mats de fibres jusqu'à l'utilisation en service.

Aux capacités d'observation statique de la tomographie par rayons X, se sont ajoutées des possibilités de suivi non destructif *in situ* de phénomènes ou de processus physiques, tels que des sollicitations mécaniques (Badel *et al*, 2003). A partir d'images tridimensionnelles acquises lors d'une première phase exploratoire d'expérimentation sur la ligne ID19 de l'installation européenne de rayonnement Synchrotron (ESRF, Grenoble) (Badel *et al*, 2008), nous avons pu identifier le processus local de compression en relation avec les modifications de structure d'un panneau d'isolation de forte porosité. Afin de poursuivre et d'étendre cette étude à d'autres matériaux, nous avons développé à l'unité mixte de recherche « Sciences du

¹ UMR927 Sciences du bois et des biopolymères US2B INRA - F- 33405 Talence Cedex

☎ 0557122814 ✉ delisee@lrbb3.pierroton.inra.fr

² EA4226 Laboratoire d'étude des phénomènes de transfert et de l'instantanéité : agro-industrie et bâtiment LEPTIAB - F- 17042 La Rochelle Cedex 1

bois et des biopolymères» (US2B) de l'Inra, un montage expérimental simplifié pour l'acquisition d'images microtomographiques par rayons X de matériaux soumis à des sollicitations mécaniques incrémentées. L'objet d'études est cette fois le matériau dans sa phase non consolidée, se présentant comme un réseau de fibres individuelles enchevêtrées mais dont la cohésion n'est pas encore assurée. L'objectif est de comprendre les phénomènes mis en jeu lors de la compression du matelas afin d'identifier en particulier et d'alimenter des modèles théoriques de consolidation mécanique. Nous nous intéresserons plus particulièrement au suivi des modifications de structure à partir d'une représentation simplifiée du réseau fibreux sous forme d'un squelette 3D, pour mettre en évidence l'évolution du nombre et de la répartition des points de contacts entre les fibres.

1. Matériel et méthodes

L'acquisition des images a été réalisée à l'aide d'un nanotom Phoenix X-ray. L'appareil, équipé d'une source conique X microfocus et d'un détecteur 2D de 2304×2304 capteurs, donne des résolutions spatiales de $0,9$ à $32 \mu\text{m}$ selon la taille des échantillons testés. Dans notre cas, les fibres sont placées dans un cylindre de plexiglas de 10 mm de diamètre intérieur sur lequel on adapte une vis pour ajuster le taux de compression souhaité (**figure 1**). La résolution obtenue est de $8,2 \mu\text{m}$ par pixel. Les scans sont réalisés aux taux successifs 0% , 23% et 49% .

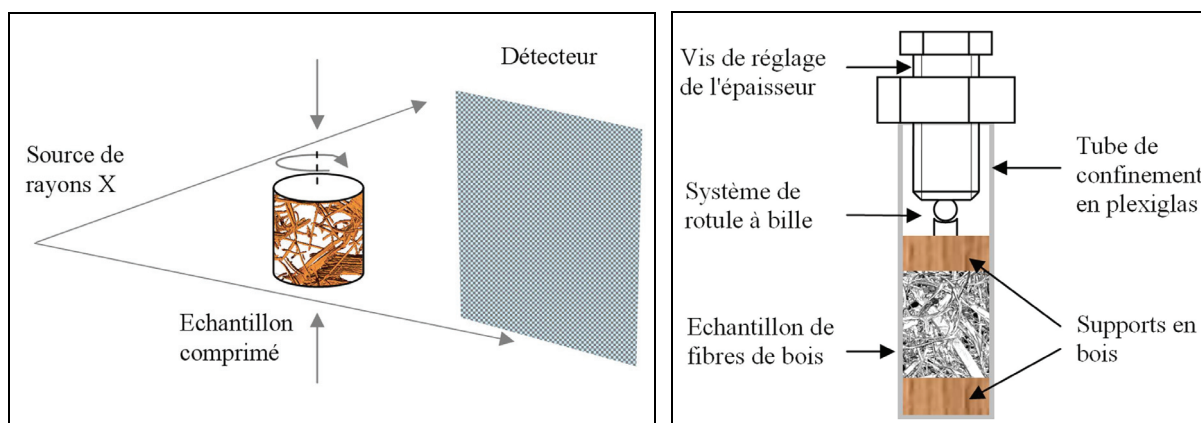


Figure 1 : Dispositif expérimental d'essais de compression développé à l'US2B (à droite) sous microtomographie X (à gauche). Taille de l'échantillon : $\Phi=10 \text{ mm}$, $h_{\text{initiale}}=18 \text{ mm}$

Après reconstruction des images volumiques obtenues aux différents taux de compression, on extrait le volume total des fibres du cylindre de plexiglas en utilisant un masque de section circulaire (**figure 2**). La résolution finale, réduite à 4 fois la résolution initiale afin d'obtenir des tailles de fichiers exploitables, est égale à $32,8 \mu\text{m}$. A cette résolution, la porosité interne des fibres (ou lumens) n'est plus accessible : les mesures sont donc réalisées sur des fibres rebouchées. On notera toutefois que lors de travaux exploratoires menés précédemment (Badel *et al*, 2008) à des taux de compression similaires, il avait été montré que la porosité interne, et donc les dimensions des fibres, n'étaient pas modifiées sous la sollicitation. Après filtrage des images pour en extraire le bruit et segmentation par seuillage des phases solides (fibres) et poreuse (**figure 2**) (Lux *et al*, 2006, Badel *et al*, 2008), les mesures 3D sont réalisées à l'aide d'outils issus de la morphologie mathématique (Matheron, 1967, Serra, 1982).

Les modifications de structure induites par la sollicitation peuvent être suivies à partir d'une représentation simplifiée du réseau fibreux sous forme d'un squelette 3D. L'algorithme de squelettisation développé au laboratoire (Lux *et al*, 2006) est basé sur une approche de type *amincissement homotopique* parallèle avec sous-itérations directionnelles qui garantit la symétrie et la finesse du squelette. Cette approche est particulièrement bien adaptée aux objets 3D étudiés ici (fibres de bois), dont les contours sont très rugueux et qui peuvent présenter des dimensions de très petite taille ; de l'ordre de quelques dizaines de microns. Les fibres individuelles sont ensuite identifiées à partir de la labellisation des branches du squelette puis de leur reconstruction dans l'image initiale. On accède entre autre à la répartition spatiale et aux nombres de contacts entre les fibres.

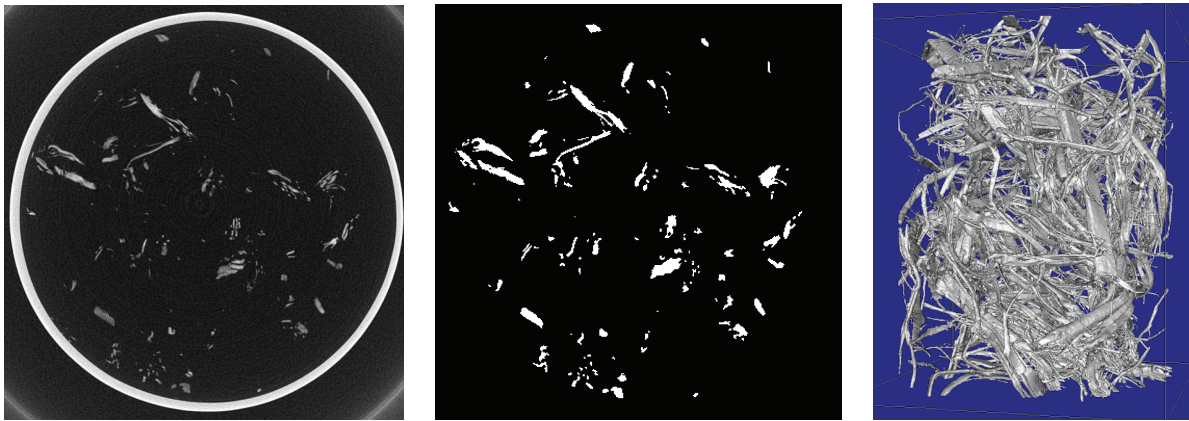


Figure 2 : *Images microtomographiques. A gauche, coupe transverse en niveaux de gris. Au centre, coupe transverse après sous-échantillonnage, recadrage, nettoyage et seuillage (450×450 pixels de $32,8 \times 32,8 \mu\text{m}^2$). A droite, rendu volumique dans l'état comprimé 1.*

2. Résultats

Les mesures sont réalisées sur les images volumiques binaires aux taux de compression 0 %, 23 % et 49 %, de hauteurs successives 18 mm, 13,9 mm et 9,2 mm. La porosité externe varie de 96 % (état initial) à 95 % et 91 % (états comprimés). Cette porosité ne prend pas en compte la porosité interne des fibres puisqu'elle est mesurée sur les fibres rebouchées.

Les squelettes 3D extraits des images ont une longueur totale quasi constante aux 3 taux de compression. On observe, notamment au niveau des bûchettes de plus grandes dimensions, des branches parasites qui doivent être éliminées (**figure 3**). L'algorithme de segmentation du squelette permet d'identifier par un label ses différentes partitions : branches, points terminaux et intersections des branches. Les branches adjacentes à un nœud y sont fusionnées selon des critères d'orientation et forment alors des fibres. Les paramètres qui optimisent le résultat sont :

- une longueur seuil de branche parasite à éliminer ;
- une longueur seuil qui indique à partir de quelle longueur 3 branches qui se croisent sont affectées du même label ou pas ;
- une longueur seuil de branche entre 2 intersections qui seront alors fusionnées.

Si les premières mesures montrent l'importance du calage des 3 paramètres de la segmentation pour obtenir des résultats significatifs, par exemple en rapport avec les dimensions des fibres, on observe une même évolution des résultats avec le taux de compression pour les différents jeux de paramètres. Un autre exemple : si le nombre de contacts est sensible à une augmentation de la valeur du paramètre de longueur des branches entre 2 nœuds, correspondant à une augmentation du nombre de contacts fusionnés, ce nombre d'intersections entre fibres, pour un jeu de paramètres donnés, est constant aux 3 états de compression. Ramené au volume total des fibres (ou à la longueur totale du squelette), on obtient un nombre volumique (ou linéique) d'intersections qui ne dépend pas de l'état de compression. Ainsi, en ramenant au volume total du cylindre défini entre les supports, on obtient une densité de contacts stable vis-à-vis des taux de compression appliqués et du paramétrage de la segmentation. En effet, on observe des variations de 20 % et 51 % de la densité de contacts, comparables aux taux de compression égaux à 23 % et 49 %, et cela quel que soit le jeu de paramètres testé.

Après réglage des paramètres, on obtient un nombre linéique d'intersections respectivement égal aux 3 taux de compression à $0,89 \text{ mm}^{-1}$, $0,92 \text{ mm}^{-1}$ et $0,93 \text{ mm}^{-1}$. Ces valeurs, qui seront à conforter et à valider par d'autres mesures avec une optimisation de la segmentation, sont à comparer au nombre linéique moyen d'intersections dans l'espace ; estimé à 5 mm^{-1} dans le cas de matériaux fibreux décrits par un modèle théorique de droites de Poisson (Delisée *et al*, 2001), de porosité équivalente mais de tailles de fibres sensiblement plus courtes et plus fines.

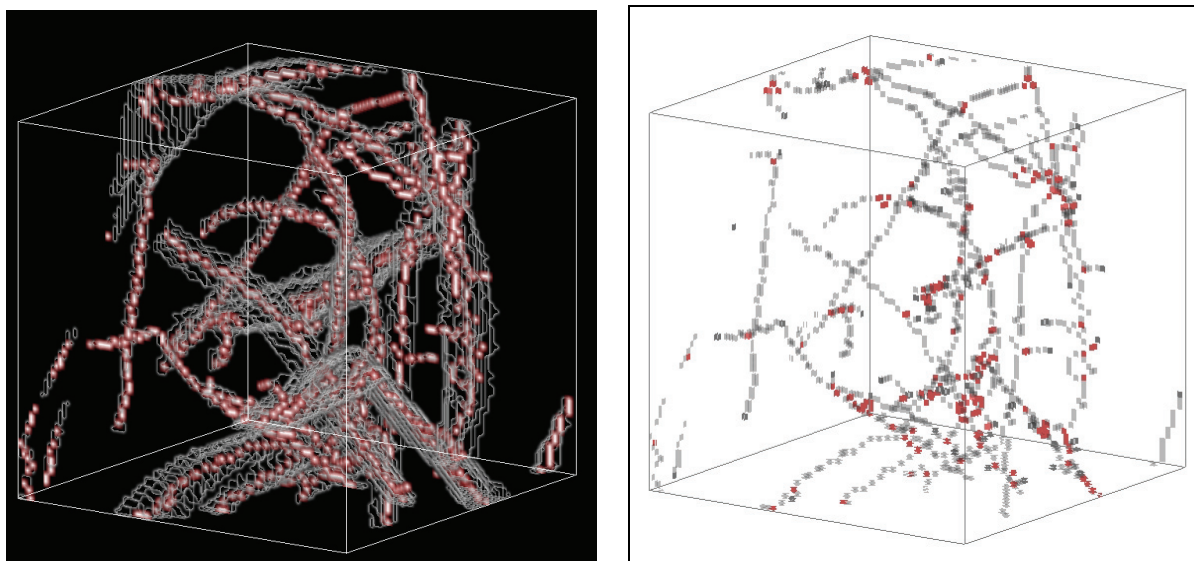


Figure 3 : Extraction du squelette 3D (à gauche) et des points de contact des fibres (à droite)

Conclusion et perspectives

Nous avons mis en œuvre au laboratoire des essais de compression sous microtomographie X afin de suivre l'évolution des microstructures de matériaux à base de biopolymères sous sollicitations mécaniques. Nous avons mené les premiers essais sur un échantillon de fibres de bois enchevêtrées mais non encore liées, utilisées pour l'élaboration de panneaux isolants du

bâtiment. Pour ce type de matériaux, nous avons envisagé une représentation simplifiée du réseau des fibres sous forme d'un squelette 3D pour mettre en évidence des paramètres de structure comme les intersections entre les fibres et leur évolution sous la sollicitation de compression. Un algorithme de segmentation du squelette a permis ensuite d'identifier les fibres individuelles ainsi que leurs intersections. Si les résultats dépendent des paramètres de réglage de la segmentation (élimination des branches parasites, fusion des intersections), on obtient des évolutions comparables pour un choix de paramètres donné. Ainsi, on a montré que le nombre de contacts était constant aux 3 taux de compression. Il s'agira de compléter ces mesures avec des essais à des taux de compression supérieurs afin de voir comment ce nombre de points évolue. Compte tenu des nombreuses applications possibles, nous poursuivons l'exploitation d'une représentation du réseau sous forme d'un squelette et de sa segmentation en fibres individuelles. De plus, des mesures réalisées sur un réseau fibreux théorique dont la population des fibres est bien identifiée, permettront de valider l'ensemble de la démarche.

Bibliographie

- Badel E., Delisée C., Lux J. (2008) 3D structural characterisation, deformation measurements and modelling of low-density wood fibreboards under compression. The use of microtomography. *Composites Science and Technology* 68:1654-166
- Badel E., Letang J.M., Peix G., Babot D. (2003) Quantitative microtomography: measurement of density distribution in glass wool and local evolution during a one-dimensional compressive load. *Measurement Sciences and Technology*, 14, 410-420
- Delisée C., Jeulin D., Michaud F. (2001) Caractérisation morphologique et porosité en 3D de matériaux fibreux cellulosiques. *C. R. Acad. Sci. Paris* 329 (Série II b) : 179-185
- Lux J., Delisée C., Thibault X. (2006) 3D characterization of wood based fibrous materials: an application. *Image Analysis and Stereology* 25:25-35
- Matheron G. (1967) *Eléments pour une théorie des milieux poreux*. Paris, Masson
- Serra J. (1982) *Image analysis and mathematical morphology*. New-York, Academic Press

