HAL open science

Tomographie et stéréologie au service de la structure porale de mousses minérales

Gabriel Samson, Annabelle Phelipot-Mardelé, Christophe Lanos

To cite this version:

Gabriel Samson, Annabelle Phelipot-Mardelé, Christophe Lanos. Tomographie et stéréologie au service de la structure porale de mousses minérales. 32ème rencontres universitaires de génie civil, Jun 2014, Orléans, France. pp.10. hal-00994920

HAL Id: hal-00994920

https://hal.science/hal-00994920v1

Submitted on 22 May 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Tomographie et stéréologie au service de la structure porale de mousses minérales

Samson G.[1], Phelipot-Mardelé A.[1], Lanos C.[1]

[1] *UEB – LGCGM, équipe Matériaux Thermo-Rhéologie, INSA - IUT Rennes - 3 rue du Clos Courtel BP 90422 35704 Rennes Cedex 7 - annabelle.phelipot@univ-rennes1.fr*

RÉSUMÉ. *Les études menées au LGCGM sur la formulation des mousses minérales montrent une affinité particulière des performances thermo-mécaniques à la nature et au dosage en tensioactif. La possibilité de créer des mousses de masse volumique égale mais de structure porale différente nous a conduit à étudier la granulométrie des pores obtenue. Une première approche consiste à déterminer la granulométrie surfacique, obtenue par image de coupe 2D [SAM 13]. Des modèles stéréologiques permettent en théorie de relier la granulométrie surfacique et la distribution volumique des pores. Des images 3D réalisées par tomographie nous permettent de valider le lien entre une visualisation 2D (simple et peu coûteuse) et la structure porale réelle de nos mousses. Cette validation est effectuée dans un premier temps sur deux mousses modèles, l'une monodisperse et l'autre bidisperse. La méthode est ensuite appliquée, en illustration, à une mousse minérale.*

ABSTRACT. *Studies realized in LGCGM on mineral foams composition reveal that the thermal and mechanical properties highly depend on foaming agent nature and content. The ability to produce foams with equal density but different porous inner structure leads us to study the porous granulometry. The first approach is to determine the surface granulometry, on 2D cross section [SAM 13]. Stereological models theoretically link surface granulometry to the volumic porous distribution. 3D images performed by tomography validate the link between the 2D visualization (easy and cheap) and the foams real porous structure. The model validation is realized on two model foams, a monodisperse and a bidisperse. The method is then applied on one real mineral foam.*

MOTS-CLÉS : *mousse minérale, structure porale, tomographie, analyse d'image,*

KEY WORDS: *mineral foam, porous structure, tomography, image analysis*

1. Introduction et Objectifs

Le laboratoire LGCGM de Rennes a développé, ces dernières années, une connaissance dans la formulation et la réalisation de mousses minérales en particulier à partir de matériaux issus de déchets industriels. Les produits obtenus sont susceptibles de constituer des éléments semi-porteurs isolants, pour réaliser l'enveloppe de bâtiments. Leur fabrication s'appuie sur la méthode dite dissociée. Le mélange des constituants permet de former une pâte fluide puis l'on procède au moussage et au moulage. Ce procédé permet de s'affranchir de plusieurs contraintes propres aux mousses minérales classiques. Sa mise en place est simple, peu énergivore, sans émission gazeuse. Enfin, une composition unique permet de fabriquer des produits aérés balayant une large gamme de masse volumique [SAM 12].

Les précédentes études révèlent une évolution particulière des propriétés mécaniques en fonction du dosage et de la nature du tensioactif employé. Un dosage caractéristique est ainsi identifié, correspondant à une performance mécanique optimale sans trop impacter le caractère isolant de la mousse. Une première analyse visuelle de la structure porale indique qu'une modification du dosage en tensioactif modifie l'arrangement et la distribution des bulles et ce, pour une même masse volumique de mousse. Il apparaît envisageable que la maîtrise de la structure porale des mousses conduise à une gestion intéressante des performances mécaniques et thermiques du produit fini. Dans un premier temps, l'analyse de la structure porale par tomographie semble tout à fait adaptée à sa caractérisation. Cependant, son coût est souvent dissuasif. Aussi, des modèles stéréologiques permettant de relier la granulométrie obtenue via une analyse d'images 2D à la granulométrie réelle 3D. Les bases d'une telle approche ont précédemment été présentées [SAM 13]. Il convient de valider le concept en vérifiant sa pertinence via des images 3D obtenues par tomographie. Ce travail est réalisé sur des échantillons modèles dont les occlusions présentent des granulométries connues. Le principe est ensuite appliqué à des mousses minérales de gypse obtenues par la méthode dissociée.

2. Réalisation des "mousses" minérales modèles

Les « mousses » modèles sont constituées d'une matrice minérale de gypse (réalisée avec un hémihydrate commercial) dans laquelle les occlusions correspondent à des billes de polystyrène calibrées. La pâte est réalisée avec un rapport massique Eau/Liant de 0,45. Deux échantillons modèles sont fabriqués. Le premier représente une mousse monodisperse. Il est fabriqué à partir de billes de rayons R, compris entre 1,25 et 1,58 mm. Le second, modélisant une structure bidisperse, est composé de 50 % en masse de billes de rayons compris entre 1 et 1,25 mm et de 50 % entre 1,58 et 2 mm. La proportion massique de billes est identique dans les deux mousses modèles ce qui conduit à des porosités théoriques égales (voisine de 37 %).

3. Tomographie

La tomographie par absorption de rayons X est une technique non destructive qui permet la reconstruction d'images « en coupe » d'un objet à 3 dimensions. Les images sont réalisées à l'aide d'un SkyScan 1174v2 (Oniris Nantes). Un cube de 20 mm de côté est prélevé au sein des mousses modèles, cette dimension correspond à la taille maximale autorisée par l'appareil. Les images sont acquises avec un pas de rotation de 0,25 degrés. A l'aide de ces données, une image numérique est calculée et reconstruite mathématiquement en niveaux de gris, dont chacun traduit point par point le coefficient d'atténuation local du faisceau incident. Celui-ci, après calibration et étalonnage, peut être traduit en échelle de densité. 1024 coupes avec une résolution de 26,04 µm sont ainsi obtenues pour un échantillon.

Les images issues de la tomographie (Figure 1 - gauche) sont ensuite traitées via le freeware Imorph pour obtenir la granulométrie volumique 3D (Figure 2) : la matrice constituée des pleins (Figure 1 - centre) et les pores constituées des vides (Figure 1 - droite).

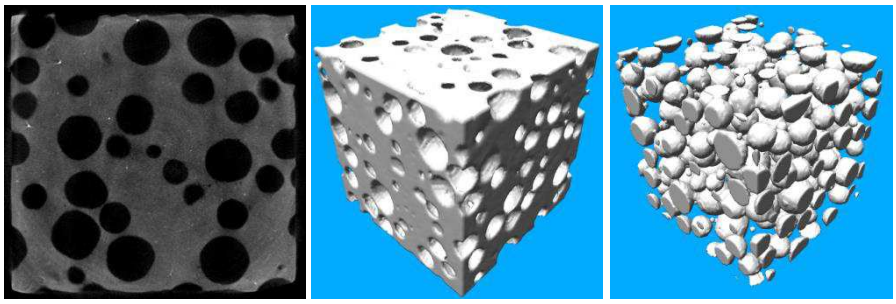

Figure 1. *Bidisperse - tomographie (gauche). Visualisation 3D (centre / droite)*

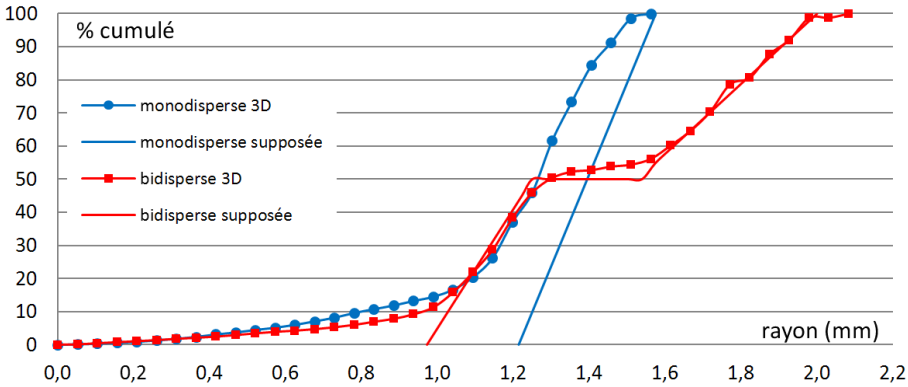

Figure 2. *Comparaison entre granulométries supposées et expérimentales obtenues par tomographie*

Les courbes granulométriques 3D supposées sont proposées en considérant une distribution linéaire des tailles de particules (Figure 2). L'échantillon monodisperse présente une granulométrie 3D réelle, induite par la tomographie, plus fine que la granulométrie supposée. L'échantillon bidisperse est caractérisé par une granulométrie 3D réelle, mieux ajustée à la granulométrie supposée. La tomographie indique une porosité de 45 % pour l'échantillon monodisperse et 35 % pour le bidisperse (à opposer aux 37 % théoriques). La formation d'une macro porosité dans la matrice de l'échantillon monodisperse peut contribuer à expliquer cet écart et justifier le décalage constaté sur la Figure 2. Une divergence entre la courbe supposée et les résultats de la tomographie apparait pour les petits diamètres sur les deux mousses modèles. La présence de petites bulles d'air occlus dans la matrice lors du malaxage ou la pixellisation de l'image entrainant parfois une confusion entre matrice et occlusions peuvent constituer deux possibilités d'explication.

4. Analyse quantitative 2D de la structure porale

La structure porale d'une mousse peut être étudiée en analysant la répartition des tailles des occlusions dans un plan de coupe. Un traitement d'image, via le freeware ImageJ, est appliqué à une coupe scannée d'un échantillon (taille de l'image 21,5 mm, résolution 5,38 µm). Il permet la détermination de la taille des occlusions, leur dénombrement et la mesure de surfaces ; on peut alors en déduire une granulométrie 2D [SAM 13]. Pour utiliser le logiciel, une image propre avec des alvéoles aux contours bien contrastés avec la matrice est nécessaire pour que la détection des contours soit optimisée. Cette technique est appliquée sur différents plans de coupe issus de la tomographie effectuée sur les deux mousses modèles. La Figure 3 permet de visualiser les courbes granulométriques 2D des deux échantillons modèles, elles sont obtenues à partir de 10 plans de coupe distants de 2,6 mm.

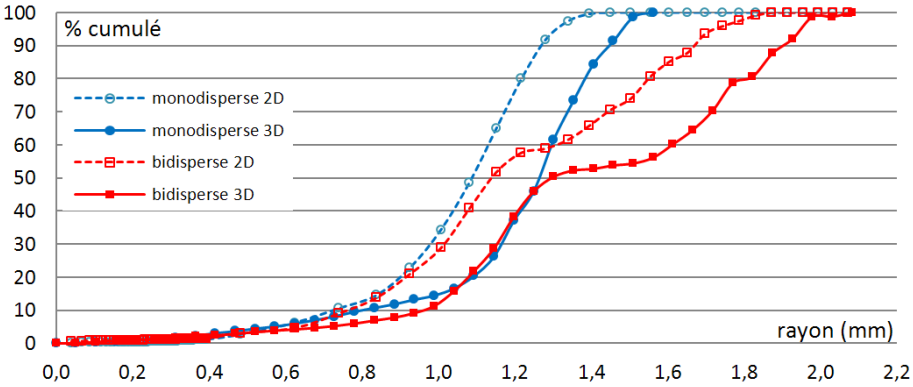

Figure 3. *Comparaison des granulométries 2D (vue en coupe) et 3D (tomographie) obtenues sur les échantillons modèles*

Les granulométries 2D s'avèrent décalées vers les plus petits rayons. Les plans de coupe exploités étant distants d'une grandeur voisine du diamètre des plus

grosses occlusions, la probabilité de voir une section d'occlusion de rayon maximum risque d'être altérée. Les granulométries 2D conduisent donc à des tailles d'occlusions plus fines que les tailles réelles identifiées par tomographie. On constate également une divergence sur les petits rayons du même ordre de grandeur que celle observée sur les analyses 3D issues de la tomographie (Figure 2).

La stéréologie offre un ensemble d'outils d'évaluation quantitative de structure en trois dimensions à partir d'observations faites sur des sections en deux dimensions. Dans le cas d'occlusions identiques et impénétrables de rayon R, les bases bibliographiques [POM 83, UND 70], permettent d'analyser deux configurations de la distribution des rayons r des cercles, induits par la coupe des sphères par un plan de coupe : « hauteur h aléatoire » et « rayon r aléatoire ».

Hauteur h aléatoire : envisager le problème correspondant à l'intersection de n sphères placées aléatoirement dans l'espace avec un plan de coupe est équivalent à l'analyse de n plans en intersection avec une sphère à des altitudes aléatoires. A partir d'un ensemble de plans de sections distribués de façon uniformes sur des altitudes comprises entre 0 et R, il est possible d'évaluer le rayon moyen <r> (moyenne en nombre) des cercles présents dans les différentes sections :

$$\langle r \rangle = \pi R/4 \qquad [1]$$

D'après [POM 83], la répartition statistique des rayons des cercles P(r) dépend de h (hauteur entre le centre de la sphère et le plan de coupe) :

$$\int_0^r P(r)dr = \int_0^r \frac{-1}{R} dh = 1 - \frac{h}{R} \quad \text{et} \quad h = \sqrt{R^2 - r^2} \qquad [2]$$

La proportion des surfaces des cercles de rayon compris entre 0 et r est :

$$A_h = (1 - \frac{\sqrt{R^2 - r^2}}{R})^2 \qquad [3]$$

Rayon r aléatoire : ce cas correspond à des sphères en fortes interactions, ou ordonnées. La probabilité d'intersection des sphères avec le plan de coupe conduit à une répartition uniforme en rayon. Il se trouve que, pour ce problème, le rayon moyen <r> correspond à R/2 et la proportion des surfaces des cercles de rayon compris entre 0 et r est:

$$A_r = r^3/R^3 \qquad [4]$$

Il est possible, dans les deux cas, d'identifier la courbe granulométrique (en surface). Ces modèles peuvent être confrontés à des résultats numériques générés par tirages aléatoires (sur des hauteurs ou des rayons), simulant la coupe aléatoire de sphères par un plan (sur la base de 100 tirages). Les courbes granulométriques ainsi produites par simulation sont présentées sur la Figure 4. Les courbes sont obtenues avec R = 1,41 mm (rayon moyen de l'échantillon monodiperse). Les courbes des modèles stéréologiques associées à la même valeur de R correspondent :

- à l'équation [3] dans le cas d'un tirage de hauteur h aléatoire,
- à l'équation [4] dans le cas d'un tirage de rayon r aléatoire.

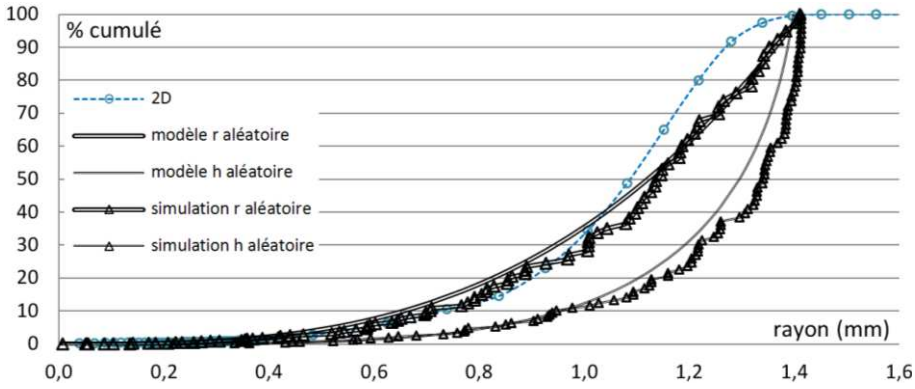

Figure 4. *Courbes granulométriques en surface dans le cas monodisperse avec R = 1,41 mm*

Les courbes produites par simulation présentent une superposition avec les courbes des modèles stéréologiques très satisfaisante. La dispersion de la distribution des points autour des courbes des modèles permet de se faire une idée de la dispersion expérimentale qui peut être tolérée.

La distribution surfacique obtenue avec l'échantillon modèle monodisperse est relativement bien décrite par le modèle en r aléatoire. Ceci traduit donc un certain arrangement des occlusions entre elles.

Le même travail est réalisé dans le cas de l'échantillon bidisperse, en considérant cette fois un mélange théorique de deux classes d'occlusions. Le mélange est réalisé avec un volume identique dans chaque classe, les rayons sont R = 1,13 mm et R' = 1,79 mm. Les courbes granulométriques (en surface) du mélange sont construites sur la base des modèles (équations [3] et [4]) et par simulation numérique sur la base de 200 tirages aléatoires (Figure 5).

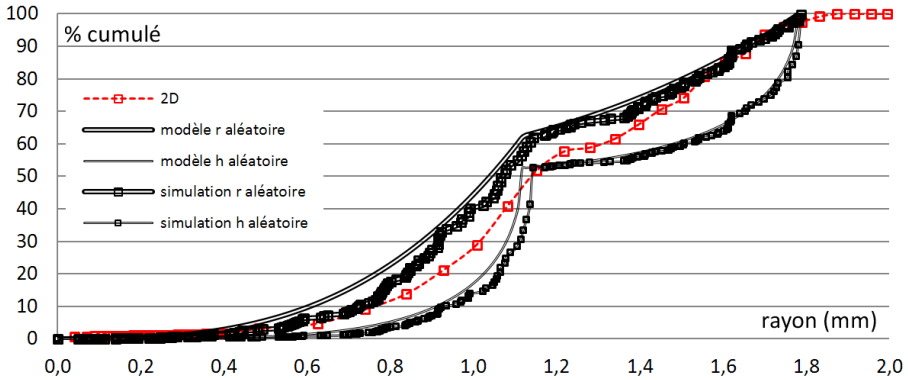

Figure 5. *Courbes granulométriques en surface dans le cas bidisperse (R = 1,13 mm et R' = 1,79 mm)*

Les données simulées s'ajustent bien sur les courbes des modèles. La courbe granulométrique 2D de l'échantillon modèle bidisperse est située entre les courbes des deux modèles constituant deux cas limites. En revanche, son allure se rapproche plus de la courbe caractéristique du modèle en r aléatoire. Ainsi, comme pour le cas monodisperse, une certaine organisation des occlusions semble présente. Il est cohérent de constater que les granulométries 2D des deux échantillons soient proches du même modèle, les volumes des occlusions étant identiques.

5. Passage 2D – 3D

Le passage entre la granulométrie 2D (en surface, induite par l'étude des plans de coupe) la granulométrie en volume 3D (granulométrie réelle des occlusions) est envisagé en exploitant le modèle en r aléatoire. L'idée est de reconstruire la courbe granulométrique caractéristique de l'échantillon étudié en considérant que les occlusions sont distribuées dans différentes classes granulaires. Chaque classe granulaire, caractérisée par un rayon unique d'occlusion produit une courbe granulométrique 2D conforme à l'équation [3]. Il convient d'estimer la proportion d'occlusion de chaque classe qui permette de générer la courbe granulométrique 2D de l'échantillon étudié. Pour identifier ces proportions, il convient d'analyser le problème des grandes tailles vers les petites tailles. La Figure 6 permet de présenter la méthode. La granulométrie 2D de l'échantillon monodisperse précédemment présentée (Figure 4) est rappelée dans l'insert de la figure 7. Les points de cette courbe distinguant chaque classe granulométrique sont notés G_i. Le rayon maximal identifié sur la courbe granulométrique 2D est noté R_1.

Les points notés P_{i+1} sont placés à l'intersection des droites d'équations $x = R_{i+1}$ et des courbes caractéristiques de l'équation [4] $y_i = G_i(\frac{r}{R_i})^3$.

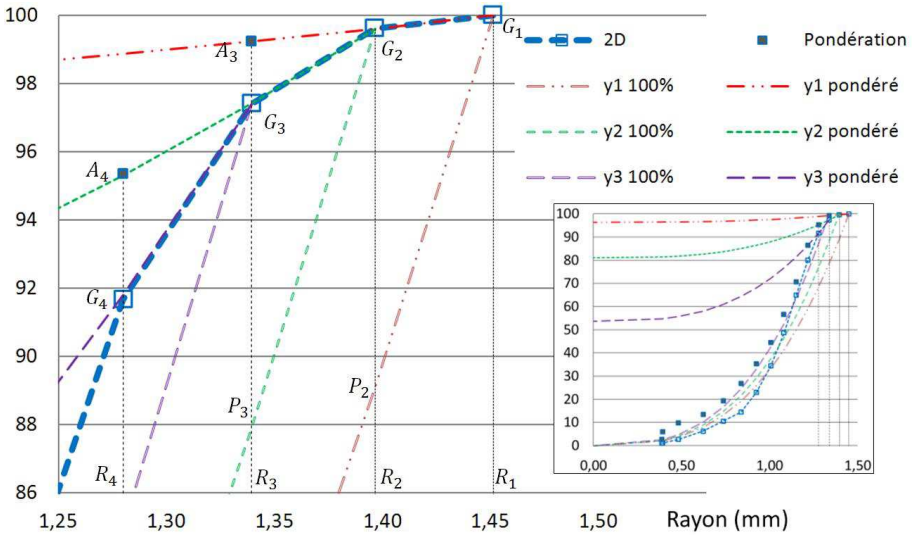

Figure 6. *Echantillon monodisperse – passage 2D/3D*

Sur la première classe ($R_2 < r < R_1$), seules les occlusions de rayon R_1 sont présentes. Dans cet intervalle, si l'échantillon avait été uniquement composé de ces grosses occlusions, la granulométrie 2D aurait évolué selon la courbe passant par P_2. La proportion de ces grosses occlusions réellement présente dans l'échantillon est donnée par le rapport $(100 - G_2)/(100 - P_2)$.

Pour obtenir la proportion des occlusions de la seconde classe ($R_3 < r < R_2$), le principe est identique. Cependant, il faut remarquer que le refus propre à cette classe s'opère seulement entre les points A_3 et G_3 car le refus entre 100 et A_3 est imputable aux occlusions de la classe précédente. Dans l'hypothèse d'un mélange composé uniquement d'occlusions de la première et de la seconde classe, la granulométrie aurait évolué selon la courbe passant par P_3. Ainsi, la proportion des occlusions de la seconde classe est donnée par le rapport $(A_3-G_3)/(A_3-P_3)$.

Afin de généraliser l'expression des proportions de chaque classe, l'équation des courbes pondérées définissant les points A_{i+1} :

$$y_i\ pondérée\ (r) = G_i \frac{G_i - G_{i+1}}{100\left(1-\left(\frac{R_{i+1}}{R_i}\right)^3\right)}\left(\left(\frac{r}{R_i}\right)^3 - 1\right) + G_i \qquad \text{pour } r < R_i \qquad [5]$$

La proportion de chacune des classes d'occlusion est :

$$pv\%_i = \frac{y_{i-1}pondéré(R_{i+1}) - G_{i+1}}{y_{i-1}pondéré(R_{i+1}) - G_i\left(\frac{R_{i+1}}{R_i}\right)^3} \qquad [6]$$

On procède ainsi jusqu'à la dernière classe granulaire. Les résultats permettent ainsi de reconstruire la granulométrie 3D en volume. Les résultats obtenus pour les deux échantillons modèles sont présentés sur la Figure 7. Dans le cas du mélange monodisperse, un bon ajustement est observé entre la granulométrie reconstruite et celle obtenue via tomographie.

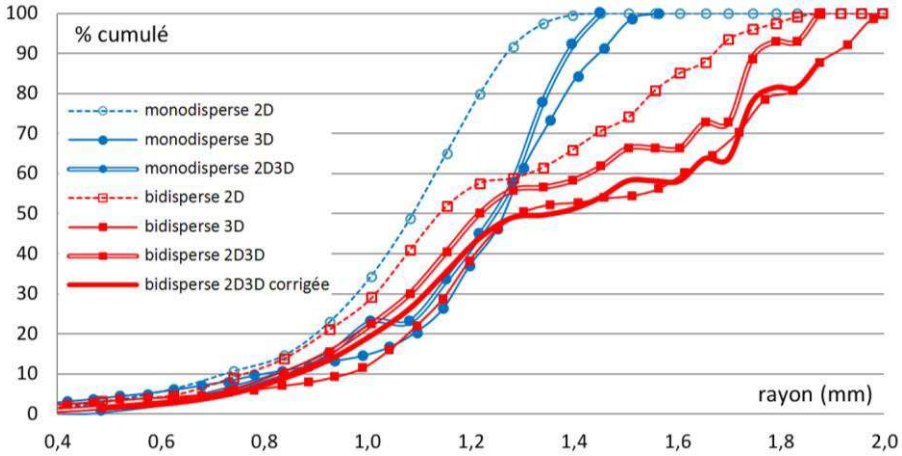

Figure 7. *Monodiperse et bidisperse : Passage de la granulométrie 2D à la 3D*

On constate une différence plus sensible dans le cas bidisperse. En effet, la granulométrie surfacique est réalisée sur 10 plans de coupe de l'analyse tomographique d'un échantillon cubique de 2^3 cm^3. Le rapport entre la taille des plus grosses occlusions et la taille de l'échantillon est seulement de 10. Il est donc peu probable qu'une bulle ai été coupée suivant son rayon maximal par les plans de coupe sélectionnés. La courbe granulométrique 2D est donc décalée vers les petits rayons. Une correction de la courbe granulométrique 3D reconstituée est proposée en ajustant le refus de cette courbe en R_1 au refus associé à la courbe issue de la tomographie. Cette correction permet d'obtenir un ajustement très intéressant, validant complètement le principe de passage 2D-3D.

La nécessité d'une telle correction devrait être moins forte dans le cas des mousses minérales pour lesquelles les rayons de bulle restent généralement inférieurs à 1 mm.

6. Application au cas d'une mousse minérale réelle

Le principe de passage 2D-3D est appliqué à une mousse de gypse (ρ = 560 kg/m³). Les différentes courbes granulométriques associées sont présentées Figure 8. La courbe granulométrique en volume produite par la méthode de passage 2D-3D s'ajuste bien sur la courbe 3D réelle si l'on tient compte d'une correction sur les gros rayons de bulles. Par ailleurs l'ajustement est moins satisfaisant aux petits rayons. Outre, les aléas déjà signalés pour cette zone, il serait également judicieux de développer un modèle de passage construit sur la base de l'équation [3] (h aléatoire) afin de confronter les deux angles d'approche qui constituent deux cas enveloppes.

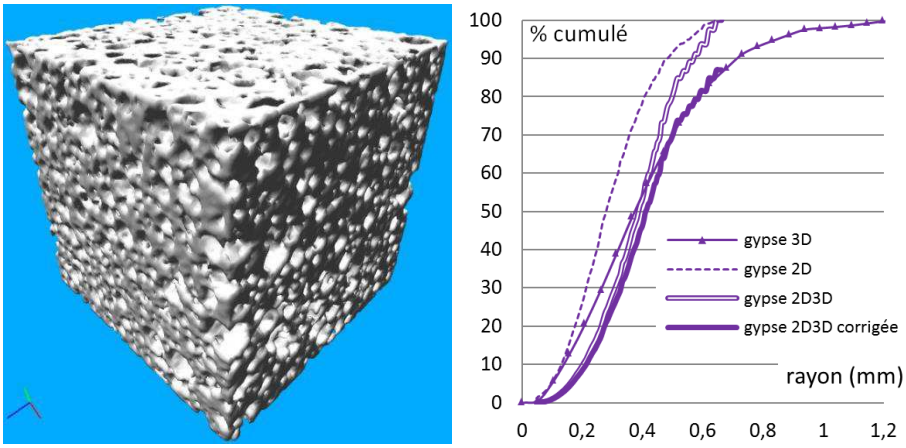

Figure 8. *Mousse minérale de gypse – tomographie (gauche) courbes granulométriques 2D, 3D et obtenue par le passage 2D-3D, sans et avec correction (droite)*

7. Conclusions et Perspectives

La création de deux mousses modèles obtenues en plaçant des occlusions de tailles connues dans une matrice minérale a permis dans un premier temps de valider le protocole d'exploitation des analyses par tomographie à rayons X. Les courbes granulométriques 3D en volume de la porosité des échantillons étudiés est ainsi accessible.

Les données tomographiques permettent de générer des analyses granulométriques surfaciques sur des coupes des échantillons analysés. L'exploitation de ces courbes permet de se faire une idée de la granularité des occlusions. Les courbes apparaissent logiquement décalées vers les plus petits rayons. Leur interprétation permet de supposer une forte interaction entre les occlusions (arrangement), le modèle stéréologique de type « r aléatoire » garantissant le meilleur ajustement.

Construite sur la base du modèle stéréologique, la méthode de passage d'une granulométrie 2D surfacique à une granulométrie 3D volumique est validée. Ce judicieux outil de passage 2D/3D permet de s'affranchir d'onéreux essais de tomographie pour déterminer la structure porale des mousses minérales.

8. Bibliographie

[POM 83] POMEAU Y., « Sur un problème de stéréologie », *Annales de l'IHP*, 1983

[SAM 12] SAMSON, G., PHELIPOT-MARDELE, A., LANOS, C., « Influence du tensioactif sur les propriétés des gypses cellulaires », *AUGC 2012*, Chambery, 2012

[SAM 13] SAMSON, G., PHELIPOT-MARDELE, A., LANOS, C., « Structure porale des mousses minérales », *AUGC 2013*, ENS Cachan, 2013

[UND 70] UNDERWOOD, E., « *Quantitative stereology* », Addison-Wesley Pub, Co., 1970