
L'alliage d'aluminium 5182

L'utilisation des alliages d'aluminium est en augmentation dans divers domaines, dans l'industrie automobile pour les pièces de carrosserie, mais également dans l'industrie de l'emballage. En effet, ces alliages permettent d'alléger les véhicules par rapport à l'acier utilisé le plus souvent, tout en présentant de bonnes propriétés mécaniques, comme par exemple la formabilité nécessaire à l'emboutissage des tôles. L'alliage étudié dans ce travail appartient à la famille 5xxx. Il est utilisé comme tôle de renfort des ouvrants (portières et capots) en carrosserie automobile, ou encore pour les couvercles de boîtes de boisson (canettes). Cet alliage peut être produit à partir d'aluminium de première fusion (pauvre en fer et silicium) ou à partir d'aluminium recyclé, qui contient alors un niveau plus élevé d'impuretés en fer et silicium. Lors de la solidification de l'alliage, des particules intermétalliques $Al_x(Fe,Mn)$ et Mg_2Si se forment, ainsi que des cavités (figure 1.1). Ces particules d'autant plus présentes que la part d'aluminium recyclé augmente, sont nuisibles pour les propriétés de formabilité de l'alliage. Elles présentent en effet des points de fragilité dans le matériau pouvant entraîner de nombreux désagréments : rupture de la tôle pendant le procédé de mise en forme, point de corrosion, aspect non satisfaisant de la pièce finale (aspect de peau d'orange).

Dans le matériau brut de coulée, c'est à dire correspondant à l'état initial de l'alliage, les particules intermétalliques présentent des formes complexes, une variabilité de taille importante, ainsi qu'une distribution volumique aléatoire.

Composition chimique de l'alliage

L'alliage d'aluminium étudié dans ce travail est de type 5182. Les composés chimiques présents dans l'alliage sont : l'aluminium, le fer, le cuivre, le magnésium, le manganèse, le chrome, le nickel, le zinc et le titane. La composition chimique de AA5182 est donnée dans le tableau 1.1. Les éléments présents dans l'alliage forment des complexes métalliques appelés particules intermétalliques. Les particules intermétalliques sont constituées de complexes magnésium silicium et de phases au fer (figure 1.1).

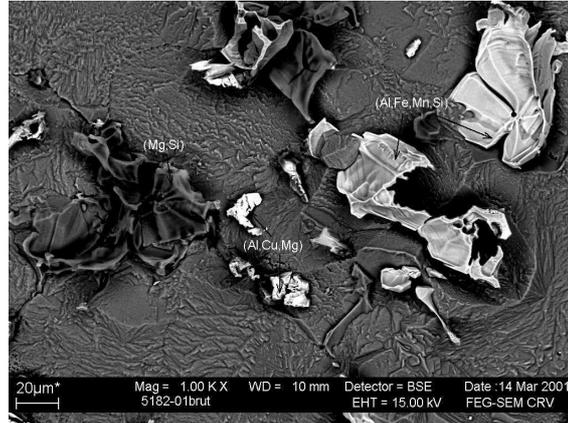


FIG. 1.1: Observations par MEB-FEG de la morphologie des phases intermétalliques en fonction de leur composition chimique à l'état brut de coulée de l'AA5182 (cliché ALCAN). Présence de particules magnésium silicium de couleur sombre, et de phases au fer de couleur claire de composition chimique (Al, Cu, Mg) et (Al, Fe, Mn, Si).

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti
0,11	0,21	0,0215	0,27	4,55	0,0033	0,004	0,005	0,001

TAB. 1.1: Composition chimique de l'alliage d'aluminium 5182 en pourcentage en masse d'aluminium

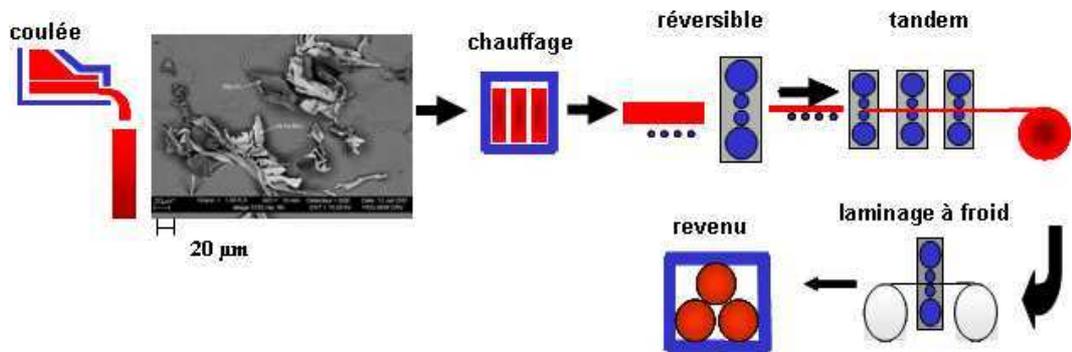


FIG. 1.2: Processus industriel utilisé pour obtenir des tôles d'aluminium.

1.1.2 Procédé industriel et problématique

Le processus industriel utilisé pour obtenir une tôle d'aluminium utilisable par l'industrie, est schématisé sur la figure 1.2. Il est composé de six étapes distinctes : la coulée, le chauffage, le laminage réversible, le laminage tandem, le laminage à froid, et enfin le revenu.

La coulée correspond à la fusion de l'alliage. Le chauffage est une étape qui permet d'homogénéiser le matériau. Le laminage est le processus industriel qui permet de passer d'un lingot de métal de plusieurs centimètres d'épaisseur en une tôle de quelques millimètres (la figure 1.3 représente une photo du laminoir pilote de CRV-ALCAN). Le laminage est divisé en trois étapes distinctes : la sortie réversible, la sortie tandem, qui constituent le laminage contrôlé à chaud, et le laminage à froid.

La partie du projet régional dans lequel s'inscrit ce travail s'intéresse plus particulièrement aux premières étapes du laminage réversible, entre 0 et 123% de déformation (le pourcentage de déformation est calculé en faisant le rapport entre la taille après laminage rapportée à la taille initiale du lingot).

Pendant le laminage contrôlé à chaud, les particules intermétalliques sont cassées sous l'effet des contraintes appliquées et redistribuées dans le volume du métal de façon non contrôlée. Or la répartition en taille et la distribution volumique des intermétalliques, contrôlent la formabilité de la tôle ainsi que son aspect de surface après transformation à froid.

Le but de la thèse est donc de comprendre le mécanisme de la rupture des particules en étudiant leur forme. Une approche utilisant des notions de morphologie mathématique, d'analyse d'images et d'analyse de données sera adoptée. L'autre point sur lequel ce travail se penche est l'étude de la répartition des intermétalliques dans le volume du métal.



FIG. 1.3: Photographie du laminoir pilote de CRV ALCAN sur lequel les tôles AA5182 sont mises en forme.

1.2 Plan expérimental

Le travail mené au cours de la thèse s'intéresse à la caractérisation de la forme tridimensionnelle des particules intermétalliques de la phase au fer et à leur évolution au cours du laminage à chaud réversible (figure 1.2). Les échantillons étudiés et prélevés au cours du laminage réversible correspondent à des états de déformation de la tôle variant de l'état brut de coulée à une déformation de la tôle de 123,5%.

Dans la thèse nous montrons les résultats obtenus à l'état de déformation 10%, 82% et 123,5%. L'état 10% correspond au tout début du laminage. À cet état nous considérons que le matériau a subi peu de changement de sa microstructure par rapport à l'état initial, et que la distribution obtenue correspond à celle que l'on obtiendrait pour le matériau à l'état brut de coulée. Les déformations 82% et 123,5 % correspondent à des déformations plus avancées du début du laminage de la tôle, à ces déformations la tôle n'a subi qu'un quart de la déformation finale.

Pour des états de déformations plus avancés les observations tridimensionnelles ne sont plus nécessaire. Une étude bidimensionnelle des particules intermétalliques suffit celles-ci ayant tendance à constituer des chapelets (illustré sur la figure 2.2 (b)) contenus dans le plan (\vec{DN}, \vec{DL}) (figure 1.4).



FIG. 1.4: Visualisation des axes DN (axe y de l'image), DL (axe x de l'image) et DT (axe z de l'image) pendant le laminage de la tôle.

1.3 Historique du projet

Cette thèse fait partie du projet thématique prioritaire 2003-2006 "Matériaux" financé par la région Rhône Alpes. Elle s'inscrit à la suite d'études mécaniques réalisées avant le début de cette thèse dans le projet VIRFAB [5]. Dans le cadre du projet regional deux autres thèses ont été entreprises à l'Écoles des Mines de Saint-Étienne [28][69].

1.3.1 Projet VIRFAB

Le projet VIRFAB s'inclutait dans un projet européen nommé VIR(*) regroupant l'ensemble des industriels de l'aluminium (Alcan, Corus, Elkem, Hydro, Pechiney, Sapa, VAW, Calcom et Raytek), ainsi que des universités européennes (École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Foundation Netherlands Institute for Metals Research, Institut National Polytechnique de Grenoble, École des Mines de Saint-Étienne...). Trois politiques de recherches sur le développement de modèles de microstructures des alliages d'aluminium étaient menées de front :

- Leur élaboration étudiée dans le projet VIRCAST (coulée et homogénéisation pendant le traitement à chaud).
- Leur mise en forme à chaud étudiée dans le projet VIRFAB (laminage, extrusion et recuit).
- La mise en forme finale à froid étudiée dans le projet VIRFORM (mise

en forme).

La thèse d'Antoine Baldacci [5] qu'a précédé les études réalisées au cours du projet régional s'inscrit dans le cadre du projet VIRFAB. Elle a étudié la rupture des particules intermétalliques pendant le laminage à chaud. Un modèle a été proposé à partir d'hypothèses sur les observations MEB-FEG (Microscope Electronique à Balayage avec un canon à émission de champ) réalisées conjointement à l'École des Mines de Saint-Étienne et au Centre de Recherche de Voreppe d'ALCAN. Elle a permis une première compréhension de la rupture de particules isolées de forme complexe. Une étude théorique préliminaire sur la redistribution des particules dans le volume du matériau au cours du processus de laminage à chaud a été menée également.

La thèse de Matthieu Feuerstein [28] s'est déroulée à cheval sur le projet européen et sur le projet régional. Elle a été dédiée à l'étude de la ductilité en traction des tôles laminées de l'alliage d'aluminium 5182 ref (alliage 5182 de référence) et 5182 SHF (alliage super haute formabilité). Des observations MEB-FEG sur le matériau AA5182 *référence* ont été réalisées en sortie de laminage réversible, tandem, laminage à froid et après revenu. La répartition spatiale et la distribution des tailles des particules intermétalliques ont également été analysées aux grandes déformations. Cette thèse a permis de mettre en place des lois de comportement du 5182 référence, et de proposer un modèle micromécanique d'endommagement.

1.3.2 Le projet régional thématique prioritaire "Matériaux" 2003-2006

Le projet régional dans lequel s'inscrit ce travail de thèse s'est déroulé entre octobre 2003 et janvier 2007. Il fait partie du programme thématique prioritaire "Matériaux". Ce projet avait pour but d'identifier les paramètres morphologiques qui déterminent l'aptitude des particules intermétalliques à se fragmenter au cours de la déformation par laminage industriel de l'alliage d'aluminium 5182, et également de comprendre la façon dont les fragments sont ensuite redistribués dans le volume de la tôle.

L'objectif de ce travail vis à vis du projet régional est de conduire à la maîtrise de la morphologie et de la fragmentation des intermétalliques dans le but d'améliorer la formabilité de l'alliage.

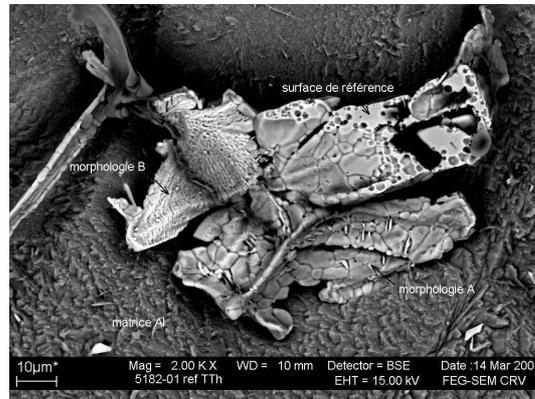


FIG. 1.5: Morphologie de particule intermétallique dans AA5182 (cliché CRV-ALCAN)

1.3.3 Positionnement de la thèse dans le projet régional

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire s'est articulé autour de plusieurs thèmes issus du projet régional :

- Compréhension de la répartition des intermétalliques dans l'espace à partir de l'analyse globale du matériau présentée au chapitre 4
- Outils d'analyse d'images 3D adaptés à la caractérisation morphologique des particules intermétalliques de formes complexes présentées au chapitre 5
- Extraction de tendance de formes typiques de particules intermétalliques en fonction de leur comportement à la rupture déduites à partir d'une analyse factorielle des données mesurées sur les particules présentées au chapitre 6.

1.4 Présentation du sujet

1.4.1 Les images

Les images étudiées au cours de ce travail de thèse sont des images tridimensionnelles à niveaux de gris de haute résolution de type $I(x,y,z)$ obtenues par la méthode de microtomographie aux rayons X réalisées à l'ESRF (la résolution utilisée est de $0,7\mu m$). Ces images dont les dimensions sont typiquement $2048^3 voxels$, correspondent à l'acquisition d'échantillons d'alliage d'aluminium de type 5182 de dimension $1 \times 1 \times 10mm^3$ prélevés à différentes

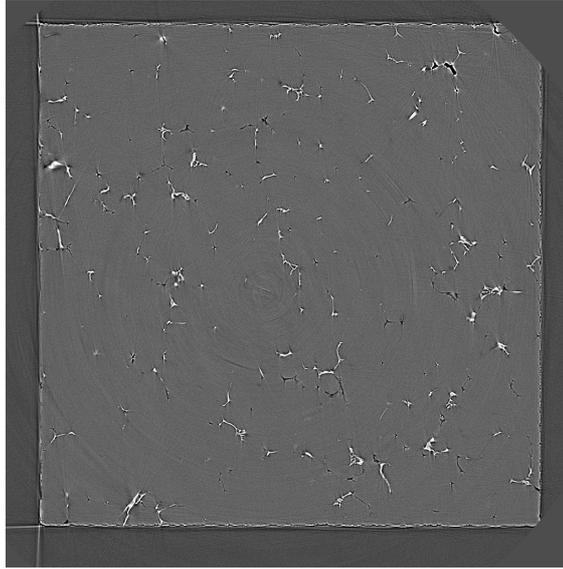


FIG. 1.6: Coupe d'un échantillon AA5182 à l'état brut de coulée obtenue par microtomographie à l'ESRF ($1120 \times 1134 \mu m$)

étapes du laminage à chaud, et correspondant à de faibles taux de déformation (ils sont préparés à l'École des Mines de Saint-Étienne). La figure 1.6 présente une coupe de l'image 3D acquise par microtomographie aux rayons X de AA5182.

La première étape de nos travaux a consisté à segmenter ces images de manière à extraire de façon tridimensionnelle les particules intermétalliques contenues dans l'alliage. L'acquisition et la segmentation sont présentées dans le chapitre 3.

1.4.2 Analyse de la distribution et de la forme des particules

La deuxième étape de nos travaux consiste en l'extraction de données sur les particules intermétalliques. Les mesures globales sur l'ensemble des particules ont d'abord été étudiées (chapitre 4), puis leur forme tridimensionnelle complexe a été analysée par l'étude individuelle de chaque intermétallique (chapitre 5). La difficulté de ce travail liée à la nature tridimensionnelle des données, ainsi qu'aux formes complexes des intermétalliques est présentée au chapitre 2. Les enjeux et les difficultés de l'analyse de la distribution des particules dans le volume de l'échantillon, sont présentés au chapitre 4. Le chapitre 5 expose l'objectif et les problématiques liés à l'analyse de la forme

complexe des particules. Enfin, le chapitre 6 présente l'analyse statistique des données extraites sur chaque particule intermétallique.

1.4.3 Moyens de calculs et outils utilisés

Les images acquises à l'ESRF par la méthode de microtomographie aux rayons X sont de volume important. Aussi de nombreux problèmes de traitements et de stockage liés au volume des données acquises ont du être résolus. Ils sont présentés au chapitre 3.

Les outils d'analyse mis au point ont été réalisés à partir des logiciels suivants :

- Microsoft© visual V6.0 (langage C++) découpage des sous volumes, reconstruction des images binaires.
- Aphelion© (langage VB/C++) segmentation des particules, mesure de paramètres morphologiques, étude de la distribution volumique des particules par covariance, simulation du matériau.
- Morphée© étude du graphe des distances entre les particules (c'est un logiciel mis au point au Centre de Morphologie Mathématique de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- Amira© maillage des particules intermétalliques dans le but d'étudier la courbure locale.
- R© (langage S) analyse statistiques des données.

Chapitre 2

État de l'art sur l'observation et la caractérisation d'objets tridimensionnels

Ces dernières années, de nombreuses techniques d'observation (MEB-FEG, microtomographie X...) et de caractérisation de la matière (analyse EDX, analyse d'image...) ont vu le jour, grâce aux progrès réalisés dans divers domaines tels que l'électronique et l'informatique. Elles ont fourni de nouveaux outils d'investigation aux disciplines telles que la métallurgie, l'analyse de matériaux...

Dans ce chapitre, nous passons en revue les différentes techniques existant dans la littérature sur l'observation et la caractérisation d'objets tridimensionnels.

La première partie présente les techniques d'extraction de données tridimensionnelles utilisées en caractérisation des matériaux et plus particulièrement en métallurgie. Ces méthodes sont présentées selon l'intérêt qu'elles présentent vis à vis de l'étude 3D des alliages d'aluminium. Aussi les méthodes invasives sont tout d'abord présentées, le polissage successif, puis la dissolution sélective (utilisée au cours du projet Rhône-Alpes). Enfin, la méthode de microtomographie X utilisée au cours de cette thèse est détaillée.

La seconde partie du chapitre s'attache à la présentation des différentes méthodes de caractérisation d'objets tridimensionnels existantes dans la littérature.

2.1 Les techniques d'imagerie 3D utilisées en sciences des matériaux

2.1.1 Les méthodes d'observation dites "invasives"

En science des matériaux, et plus particulièrement en métallurgie, les techniques d'observation des échantillons sont le plus souvent invasives. On nomme par méthodes invasives toutes les techniques d'observation d'un matériau qui entraîne la destruction de ce dernier. On peut pour exemple citer deux des techniques les plus utilisées pour l'étude tridimensionnelle d'échantillons (elles sont suivies d'une observation au microscope) :

- Le polissage successif [40]
- La dissolution sélective [41].

La méthode de polissage successif

La méthode de polissage successif d'un échantillon, consiste à polir à l'aide d'un élément abrasif la surface du matériau. Au fur et à mesure de l'abrasion des clichés sont réalisés. Ils constituent une pile d'images, qui une fois reconstituée, fournit une image tridimensionnelle du volume étudié.

Cette méthode donne donc accès à une information tridimensionnelle sur le matériau, et permet d'effectuer des mesures morphologiques par analyse d'image. Néanmoins, cette technique est délicate et fastidieuse ; aussi les inconvénients sont nombreux. En effet, elle demande un grand savoir faire : les coupes réalisées doivent être le plus horizontales possible, et avoir un espacement régulier pour qu'aucune distorsion sur les images ne soit introduite. Ainsi, les mesures réalisées sur l'image 3D reconstituée comportent des incertitudes importantes dues aux recalages des images selon l'horizontale, et la verticale. Enfin, l'échantillon est détruit à l'issue de l'analyse.

La méthode de dissolution sélective partielle développée par Alcan

La méthode de dissolution sélective se caractérise par l'extraction sélective totale ou partielle d'un des éléments d'un alliage.

La méthode développée à Alcan dans le but d'étudier les alliages métalliques, permet de laisser émerger les particules intermétalliques *in situ* de la matrice d'aluminium voir figure 2.1. Elle utilise du méthanol saturé de chlorure de potassium à basse température pour dissoudre de façon contrôlée la matrice d'aluminium. Cette méthode développée au CRV est appelée PATCH-PEEL pour *Phase Analysis and Topological Characterization by Partial Dissolution and Extractive Epoxy Layer*. L'observation qualitative

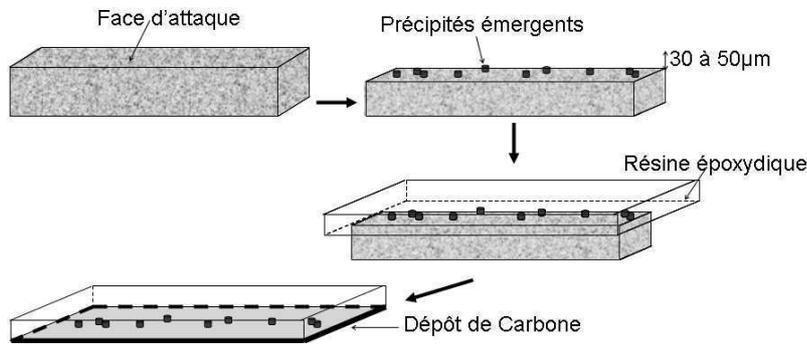


FIG. 2.1: Etapes de la dissolution selective par la méthode de PATCH-PEEL

par MEB-FEG de la morphologie des intermétalliques en trois dimensions est alors possible, ainsi que l'étude de leur agencement et de leur disposition relative dans le volume de l'échantillon étudié. En outre, elle permet l'authentification de la stoechiométrie des phases par une analyse EDX sans perturbation de la matrice d'aluminium qui est remplacée par une résine époxydique. Dans le cadre du projet Rhône-Alpes, les chercheurs du CRV ont ainsi pu mettre en évidence par cette technique, différentes morphologies d'intermétalliques, qu'ils ont pu relier à leur stoechiométrie.

Cette technique d'analyse rend donc possible les études de métallographie 3D, et permet donc la compréhension des mécanismes de germination et de croissance. Néanmoins elles ne peuvent se baser que sur une observation qualitative des objets, et il n'est pas possible d'effectuer des mesures sur leur forme (volume, surface...). De plus, le champ d'investigation en profondeur est restreint ; il dépend essentiellement de la dimension des structures observées, par exemple dans le cas des alliages d'aluminium seulement quelques micromètres de la matrice sont dissous de manière à pouvoir observer les intermétalliques sans perdre les relations d'agencement (figure 2.2).

2.1.2 La microtomographie aux rayons X

La tomographie par absorption de rayons X est une technique d'analyse qui permet une étude non destructive et tridimensionnelle de la matière. Elle permet de déterminer les caractéristiques internes de la microstructure sans endommagement de l'échantillon analysé. Cette technique repose sur la mesure des coefficients d'absorption du matériau traversé par un faisceau. Ceux-ci dépendent de la composition chimique de l'échantillon [6] [15] [89]. Ainsi chaque constituant (phase, intermétalliques, cavités, matrice) possède

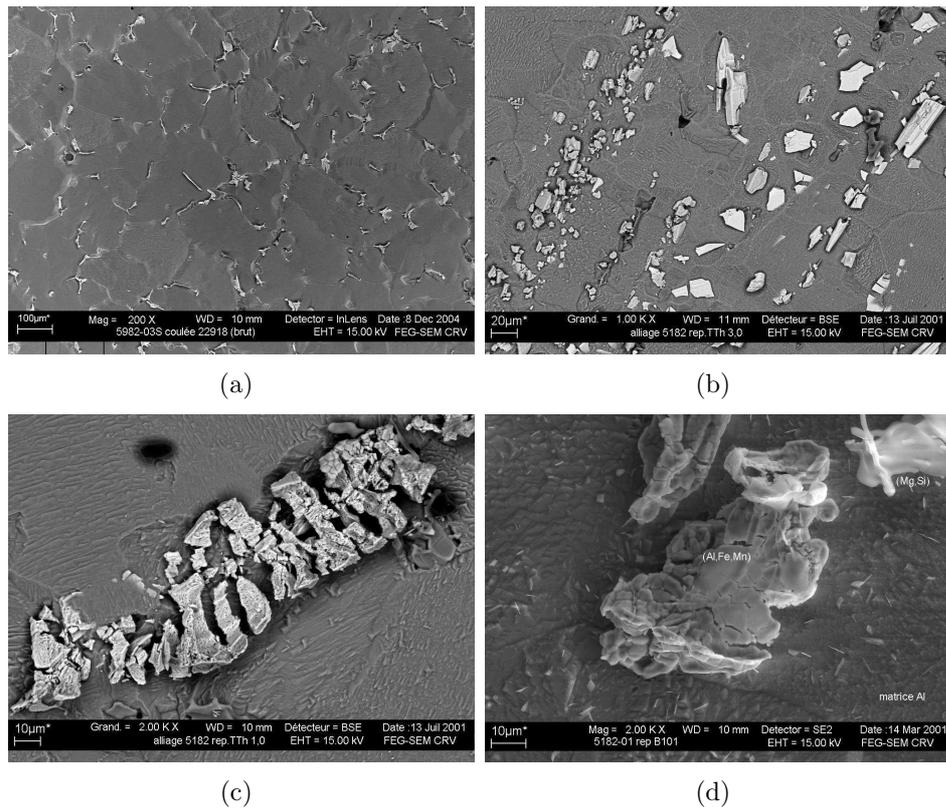


FIG. 2.2: Observations MEB-FEG réalisées à CRV ALCAN (a) Vue d'ensemble de intermétalliques à l'état brut de coulée (b) Vue d'ensemble à une déformation de 3 (c - d) Visualisation de morphologies singulières d'intermétalliques

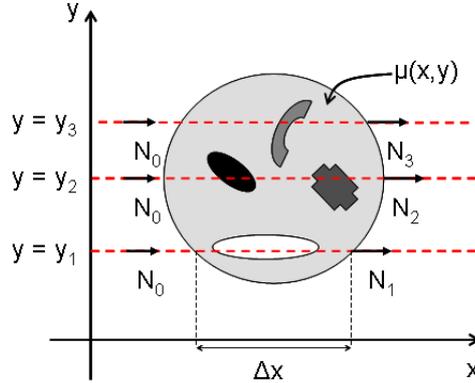


FIG. 2.3: Principe physique de la tomographie par transmission à travers une tranche de matière

un coefficient d'absorption donné qui dépend de sa masse volumique, et de son numéro atomique.

Cette technique couplée à l'utilisation de détecteurs performants, et grâce à des algorithmes de reconstruction d'images spécifiques, permet de reconstruire des images tridimensionnelles d'un volume d'étude important (typiquement de l'ordre de 2400 voxels pour une résolution de $0,7 \mu m$). Ce volume dépend essentiellement de la résolution utilisée et du champ de la caméra, en outre l'information acquise est isotrope et permet de réaliser des mesures par analyse d'images.

Tout d'abord nous rappelons le principe de la tomographie, puis nous présentons la tomographie sur la ligne 19 de l'ESRF.

Principe physique de la tomographie

Il est basé sur le principe de la radiographie aux rayons X, et utilise les propriétés d'interaction entre un faisceau de rayons X et une tranche de matière selon la loi de propagation de Beer Lambert (équation 2.1). Cette loi exprime que le nombre de photons transmis N_1 à travers la tranche de matière le long du chemin Δx parcouru par un faisceau d'énergie E , dépend du nombre de photons incident N_0 et du coefficient d'atténuation μ de la tranche de matière traversée (voir illustration figure 2.3).

$$N_1(E) = N_0(E) \exp \left[\int_{\Delta x} \mu(x, y_1) dx \right] \quad (2.1)$$

Ainsi, le nombre de photons N_0 émis par la source, et celui transmis le

long d'une droite à travers l'échantillon de matière N_1 , permettent d'estimer l'intégrale du coefficient d'atténuation μ le long du chemin considéré équation 2.2.

$$\ln \left(\frac{N_0}{N_1} \right) = \int_{\Delta x} \mu(x, y) dx \quad (2.2)$$

Le coefficient linéaire d'atténuation $\mu(x, y)$ peut varier le long de la trajectoire du faisceau en fonction de la composition locale de la matière au point (x, y) . Ce coefficient dépend de la densité locale ρ de la matière et de son numéro atomique Z . Dans le domaine photoélectrique, c'est à dire où E est inférieure à 200 keV, μ s'écrit dans le repère cartésien :

$$\mu(x, y) = \rho(x, y) K \frac{Z^4}{E} \quad (2.3)$$

Dans l'équation 2.3, K est une constante.

La loi d'atténuation explique le contraste observé dans une radiographie X d'un objet massif. Chaque point du détecteur placé derrière l'échantillon, est situé en face d'une portion de matière traversée par un même faisceau de photons. Si le matériau est hétérogène, la valeur intégrée de μ dépend de l'orientation du faisceau incident. Ainsi le niveau de gris observé sur l'image est proportionnel à $N_1(E)$.

Au début du vingtième siècle Radon [80] a montré que toute fonction de deux variables $\mu(x, y)$, peut être reconstruite à partir d'un ensemble d'intégrales mesurées sur des différentes droites du plan de définition de la fonction (voir l'équation 2.2, illustré sur la figure 2.3). La tomographie se base sur ce principe. Ainsi des radiographies sont enregistrées en faisant tourner l'échantillon entre 0 et 180 degrés. L'image tridimensionnelle est ensuite reconstruite par des algorithmes de rétroprojection filtrée [27] (figure 2.4).

Un dispositif de tomographie est composé de quatre parties : une source de rayons X caractérisée par sa plage d'énergie et sa cohérence, un système d'acquisition des données composé d'un détecteur radioscopique à écran fluorescent, une caméra CCD (Charge Couple Device), et enfin d'une plate-forme de rotation sur laquelle est fixé l'échantillon à balayer. Actuellement, on trouve plusieurs types de tomographes selon le champ d'application de l'étude à réaliser. La différence est essentiellement dans le niveau de résolution spatiale et la vitesse d'acquisition du dispositif.

La tomographie par rayonnement synchrotron

La microtomographie aux rayons X par rayonnement synchrotron utilise un faisceau d'électrons relativistes dévié par un champ magnétique. Le rayon-

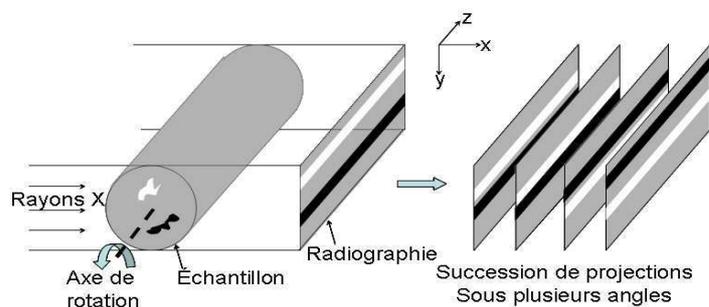


FIG. 2.4: Schéma de principe de l'acquisition des images en tomographie X

nement émis est très intense, directionnel, et couvre une large gamme d'énergie. Ses caractéristiques physiques dépendent à la fois du champ magnétique et du faisceau d'électrons [32]. Lorsque le champ magnétique est uniforme et statique, les électrons décrivent une trajectoire circulaire dans un plan perpendiculaire au champ magnétique. Le rayonnement électromagnétique émis possède alors un spectre en énergie continu et très étendu, caractérisé par l'énergie critique¹. À l'ESRF l'énergie critique est de 19,2 keV pour les aimants de courbure, et l'ouverture angulaire verticale du faisceau émis est de $170\mu rad$. Il s'agit d'un synchrotron de troisième génération.

Le rayonnement synchrotron est produit par un ensemble de machines constitué de trois éléments (voir figure 2.5). Les électrons sont accélérés par un accélérateur linéaire de basse énergie; il sont amenés à leur énergie nominale par un accélérateur circulaire de type synchrotron, puis enfin ils sont injectés dans un anneau de stockage, où a lieu la génération de rayons de longueur d'onde variable.

La microtomographie 3D par rayonnement synchrotron de l'ESRF (ligne ID19)

La ligne ID19 de l'ESRF sur laquelle les images de l'alliage d'aluminium 5182 ont été réalisées, se situe à 145 mètres de la source synchrotron (voir figure 2.5). La source étant légèrement divergente, le faisceau obtenu possède des dimensions macroscopiques (40mm x 15mm). La ligne comporte ensuite une cabine de mise en forme qui délivre un faisceau quasi parallèle, dans une gamme d'énergie comprise entre 8 et 120 keV. Le système d'acquisition est développé sur le principe d'une géométrie 3D parallèle schématisée sur la

¹c'est l'énergie en dessous de laquelle la moitié de la puissance est émise; elle est exprimée en keV, et dépend des électrons et du champ magnétique.

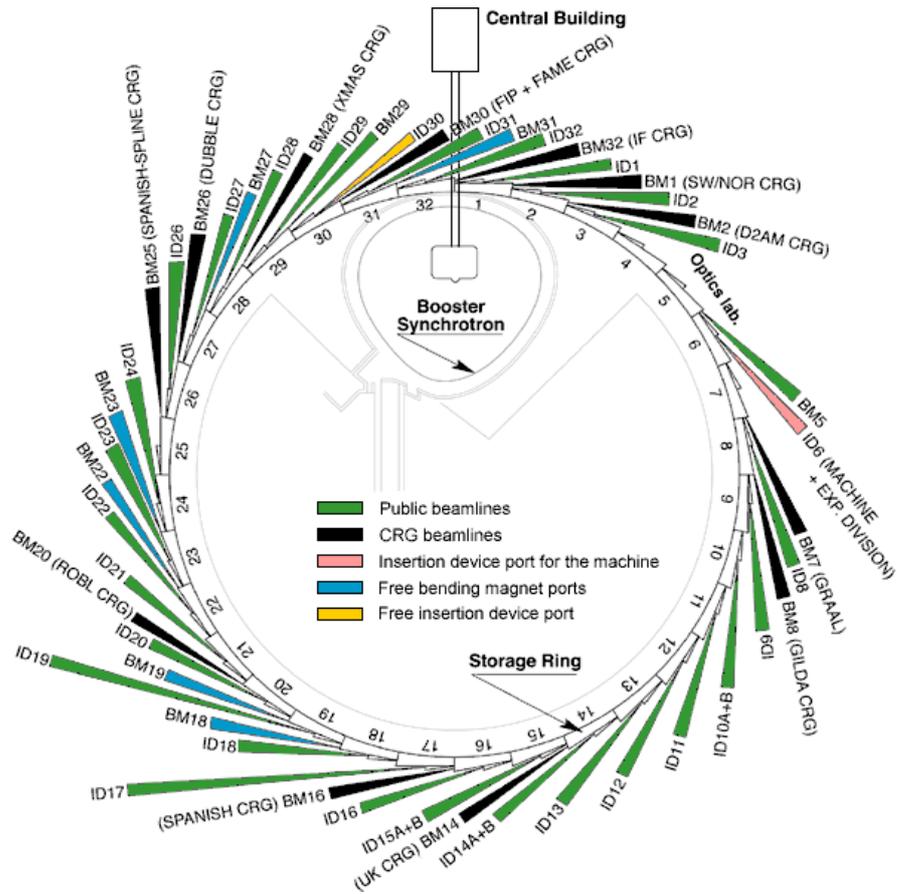


FIG. 2.5: Distribution des lignes de l'European Synchrotron Radiation Facility (source : <http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/Beamlines/>)

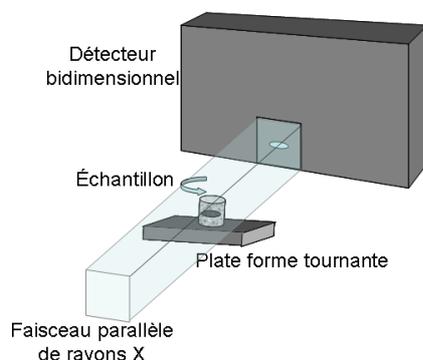


FIG. 2.6: Principe du système d'acquisition ESRF (ligne ID19)

figure 2.6.

L'échantillon est monté sur une plate forme capable d'effectuer des mouvements de translation et de rotation à haute précision. Une séquence d'acquisition d'images est réalisée en faisant tourner l'échantillon autour d'un axe perpendiculaire au faisceau et parallèle au détecteur bidimensionnel. Pour chaque angle de rotation, le détecteur enregistre le faisceau de rayons X transmis par l'échantillon. Le détecteur utilisé est composé d'un scintillateur qui convertit les rayons X en lumière visible, et d'une caméra CCD. Selon la caméra qui est utilisée, la résolution varie de 6 à $0,28\mu m$. La durée d'exposition de l'échantillon aux rayons X est variable et dépend de l'énergie choisie. L'imagerie aux rayons X synchrotron réalisée à l'ESRF sur la ligne 19 permet l'obtention des images de haute qualité nécessaire à l'étude des alliages d'aluminium de type 5182 (les conditions d'acquisition des images sont données au chapitre 3). Elles possèdent une résolution spatiale importante (inférieure au micromètre). Les images obtenues présentent un bon contraste et peu de bruit. En outre le voxel des images est cubique et ne nécessite pas d'interpolation, ce qui permet de réaliser des mesures non biaisées par analyse d'image.

2.2 Les outils de caractérisation d'objets tridimensionnels

Les outils de caractérisation d'objets bidimensionnels en analyse d'images sont très développés, et on peut trouver dans la littérature un grand nombre d'ouvrages traitant de ce sujet : les livres d'analyse d'image traitant l'approche par analyse morphologique de Coster et Chermant [18] aux chapitres

5 et 9 et de Soille [85] au chapitre 11, ou encore celui de da Fontoura Costa et Marcondes entièrement dédié à l'analyse et la classification de formes 2D [22]...

La caractérisation d'objets utilisant l'analyse d'images tridimensionnelles reste encore peu développée, les techniques d'acquisition 3D étant relativement récentes. Aussi, la caractérisation tridimensionnelle des objets est encore étudiée le plus souvent par des analyses stéréologiques qui tirent l'information 3D à partir d'images bidimensionnelles [70].

La démocratisation au cours de ces dernières années des techniques de visualisation permettant une extraction tridimensionnelle de l'information (notamment les techniques de tomographie), les méthodes d'analyse se sont développées, et la caractérisation tridimensionnelle des formes observées est devenue nécessaire. Néanmoins le terme générique de caractérisation rassemble en analyse d'images des méthodes variées qui dépendent des problèmes auxquelles elles doivent répondre : dépeindre les caractères distinctifs des formes, les marquer, les montrer, ou les préciser.

Nous présentons tout d'abord les méthodes de caractérisation basées sur la morphométrie qui permettent de marquer les objets dans le but d'évaluer leur similitude. Ensuite, nous présentons les modèles de milieux aléatoires qui permettent à partir de mesures globales de simuler des matériaux. Enfin nous parlerons de la caractérisation paramétrique, basée sur la mesure de paramètres morphologiques. Ces méthodes permettent de caractériser une forme par des mesures.

2.2.1 La morphométrie

Cette méthode d'analyse a été développée dans les années 70 par deux statisticiens : David G. Kendall et Fred L. Bookstein. Les ouvrages de Bookstein [11] et de Kendall [48] présentent les fondements théoriques de la morphométrie ainsi que de nombreux exemples d'applications.

Il existe principalement deux approches pour définir la morphométrie d'un objet :

- L'approche par contours qui est peu utilisée en pratique. C'est une approche bidimensionnelle.
- L'approche par points d'intérêts qui consiste à marquer des points de référence dans un objet. Ce choix est défini a priori en fonction de l'étude et du but poursuivi. Il s'agit des points remarquables d'un objet tels que les extrémités, une forme géométrique singulière...

La morphométrie permet de décrire quantitativement le concept de formes générales dans un objet. Une forme de référence est définie, par connaissance a priori, ou en moyennant les informations obtenues sur une population test.

Ensuite la distance procustérienne² entre la forme de référence et la forme étudiée, qui présente une variation en générale peu importante, est calculée en utilisant un passage par les coordonnées de Bookstein. Les coordonnées de Bookstein (chapitre 4 de [11]) sont un moyen de décrire la position relative de points d'intérêt dans des objets en s'affranchissant des différences d'échelles entre les objets, des rotations et des translations.

L'une des utilisations les plus connues de la morphométrie est la description au moyen d'une grille déformée par des splines, de la transition entre un crâne d'*Homo sapiens* et un crâne d'Homme de Néandertal. La morphométrie est également utilisée dans des domaines tels que l'anthropologie, la botanique, la zoologie, l'archéologie.

Une autre application est également faite par l'analyse statistique des points d'intérêts [8]. Une projection dans des espaces réduits obtenus par exemple par analyse en composantes principale est effectuée. Cette méthode est notamment utilisée en paléontologie, et en analyse de structures moléculaires [54] [24].

La morphométrie permet de caractériser des formes présentant des variations plus ou moins importantes autour d'une forme moyenne connues à partir d'un ensemble de points d'intérêt. Dans le cas de l'étude des particules intermétalliques contenues dans les alliages d'aluminium 5182, une grande variabilité de formes peut être observée (figure 2.2), l'extraction d'un nombre de points d'intérêt définis a priori, et d'une forme moyenne pour toutes les particules n'est pas envisageable.

2.2.2 Les modèles de forme adaptatifs

Ils sont utilisés pour la description quantitative de formes simples. Ils permettent également de mesurer les différences entre des formes définies en utilisant des notions de distance par exemple à une forme de référence, ou par comparaison de mesures globales entre les objets de référence et les objets modélisés.

Cette méthode d'analyse permet de créer un modèle de forme qui est invariant par rotation à partir de trois paramètres mesurés sur les objets : la rugosité de la frontière, la forme locale, et la forme globale de l'enveloppe.

On peut citer deux types de modèles différents : les modèles sphériques [35] (basés sur des modèles réalisés à partir d'harmoniques sphériques) ,et les modèles elliptiques [31] [36] [3] (basés sur un modèle de forme elliptique).

Dans les deux cas, les hypothèses suivantes sont posées :

²La distance procrustéenne est un moyen de mesure de distance entre deux images représentées par un ensemble de points d'intérêts décrits en coordonnées de Bookstein voir chapitre 6 de l'ouvrage de Bookstein [11].

- chaque objet doit être fermé et de forme étoilée³,
- chaque objet peut être représenté par la fonction vecteur radial normalisée (pour s'affranchir de l'effet de taille).

La fonction vecteur radial fournit pour chaque direction de l'espace θ (θ varie entre 0 et 2π par rapport à un axe fixe) la distance du point de référence à sa frontière. Cette fonction est basée sur un développement en séries de Fourier- Legendre.

Le modèle dépend donc de paramètres qui sont ajustés pour coller au mieux la forme de l'objet observé à la forme de référence. Ces paramètres permettent ensuite d'estimer la ressemblance de l'objet à la forme de référence, en utilisant les notions de distances.

2.2.3 Les modèles de structures aléatoires

Les modèles de structures aléatoires sont utilisés pour simuler la microstructure de matériaux hétérogènes [43] [45], comme par exemple de petites particules dispersées dans une matrice (modélisées par des réalisations de processus stochastiques), des structures granulaires, ou encore des structures biphasées. Ils sont basés sur des modèles probabilistes de type : schéma booléen, modèle des feuilles mortes, dilution...

Les modèles de type schéma booléen permettent de caractériser la rugosité des matériaux, mais également leurs propriétés physiques [43] [67]. Les modèles des feuilles mortes sont quant à eux utilisés pour simuler des vues en perspective par l'application des feuilles mortes numériques [43] [46].

Ils sont calés à partir de mesures globales sur le matériau, comme la covariance et les érosions linéaires.

2.2.4 La caractérisation par des paramètres morphologiques

C'est une méthode d'analyse classique utilisée aussi bien en analyse d'images bidimensionnelles qu'en analyse d'images tridimensionnelles, lorsque aucune connaissance sur la forme des objets analysés n'est connue a priori [84] [18] [85] [22].

Elle consiste à analyser la forme des objets à partir de mesures effectuées sur des images [58] [60] [84]. On peut diviser cette méthode en deux catégories :

³Soit X une forme étoilée, pour x_i appartient à X , il existe x_j appartient à X tel que quelque soit x_i , le segment $[x_i x_j]$ appartient à X . x_j est appelé le point de référence de la forme.

- Analyse paramétrique [84] [18] qui consiste à la mesure de paramètres tels que :
 - Le volume, la surface.
 - Les indices de forme.
 - Paramètres morphologiques.
 - Paramètres d’inertie...
- Analyse spectrale [84] [18] : l’objet est caractérisé par un ensemble de mesures qui forment une distribution (les approches de modèles déformables basées sur l’analyse de Fourier de la fonction radiale utilisent également cette approche d’analyse spectrale de la forme) :
 - Granulométries par ouverture et fermeture tridimensionnelles
 - Graphe des distances...

Cette méthode permet de décrire les objets par une batterie de mesures. Ces mesures sont choisies de manière à décrire au mieux les formes des objets à analyser.

2.3 Conclusion

L’analyse des matériaux et plus particulièrement celle des alliages d’aluminium nécessite des techniques d’imagerie spécifiques. Dans le cadre de cette thèse consacrée à l’étude des particules intermétalliques dans les alliages légers d’aluminium de type 5182, la méthode utilisée est la microtomographie aux rayons X réalisée à l’ESRF sur la ligne ID19. L’étude du matériau est réalisée de manière non destructrice ce qui permet de réutiliser les échantillons pour des essais mécaniques de traction *in situ*, ou pour acquérir des images du même échantillon avec des résolutions différentes.

Pour la caractérisation de la forme des particules intermétalliques, en vue de la compréhension du mécanisme de rupture au cours du processus de laminage nous allons utiliser une analyse paramétrique. En effet cette approche nous permet de sélectionner des paramètres permettant de caractériser les formes tridimensionnelles variées et complexes des intermétalliques. Elle permet également de choisir des paramètres possédant un sens physique (allongement, épaisseur...).

La caractérisation globale du matériau sera également effectuée en utilisant l’approche de modélisation par des modèles de structures aléatoires, de manière à modéliser la distribution volumique des intermétalliques dans le volume de l’alliage.