

Granulométrie et Morphométrie des matériaux granulaires en laboratoire

Eric PIRARD (eric.pirard@ulg.ac.be)

Université de Liège, Département GeomaC « Géoressources, Géotechnologies et Matériaux de Construction »
Sart Tilman B52/3, 4000 LIEGE (Belgique)
<http://www.ulg.ac.be/geomac>

1 Introduction

L'imagerie numérique en laboratoire offre une très large gamme d'applications et devient de plus en plus une option standard de nombreux équipements scientifiques d'observation (binoculaires, microscopes optiques et électroniques,...) ou de mesure (microduromètres, presses mécaniques, ...). Cet engouement pour l'imagerie est dû avant tout aux perspectives de gestion informatisée des documents visuels. Cependant, de plus en plus d'applications permettent d'aller plus loin et de développer une véritable automatisation de mesures simples et répétitives (taille d'empreintes, hauteur de jauge, déplacement d'un curseur,...).

Contrairement au contexte de la production qui sera un frein au développement de routines d'analyse trop complexes, l'analyse d'images en laboratoire peut, le cas échéant, avoir recours à des techniques d'acquisition ou de traitement de l'ordre de plusieurs dizaines de secondes... voire de minutes !

Seules seront envisagées dans le cadre de ce chapitre les applications de l'analyse d'images pour la mesure granulométrique ou morphométrique de poudres en laboratoire. Les autres techniques, en particulier celles d'imagerie microscopique, nécessiteraient à elles seules un dossier complet. Plutôt que des les passer en revue de manière fort superficielle, nous préférons renvoyer le lecteur vers des ouvrages plus spécialisés.

2 Granulométrie et morphométrie optique.

Le chapitre consacré aux mesures granulométriques en vrac a clairement démontré l'utilité des systèmes de vision pour la caractérisation des matériaux granulaires. Ces systèmes souffrent cependant du fait qu'ils doivent estimer une propriété qui n'est qu'indirectement présente dans l'image. Autrement dit, le mode de présentation du produit en usine, que ce soit en tas, en camion ou sur bande, permet une estimation de la granulométrie, mais ne convient pas pour une mesure précise des caractéristiques des fragments. Sauf exception, l'installateur d'un système de vision aura rarement le loisir de modifier les flux du circuit de production pour permettre une prise d'images des fragments individuels.

Pour exploiter toute la richesse des techniques d'imagerie en laboratoire, il est indispensable de maîtriser le mode de présentation de la matière sous l'œil de la caméra et de parvenir à individualiser autant que possible le profil de chaque grain. Conformément à ce qui se rencontre en matière de granulométrie par diffraction laser, les systèmes d'analyse des matériaux granulaires par l'image (vidéogranulomètres) comportent un système d'alimentation spécifique. Les appareils dont il est question ici s'adressent pour l'essentiel à la gamme des produits « tamisables » (de 10 μ m à 100 mm)

2.1 Modes de présentation du produit

L'objectif principal du système d'alimentation est l'individualisation de chaque particule. Cette séparation requiert une dispersion très intense du produit, puisque deux particules nettement séparées dans l'espace peuvent produire par projection sur le plan de l'image des ombres qui se chevauchent. Selon les constructeurs et selon les gammes granulométriques, les principes mis en œuvre peuvent être fort variables :

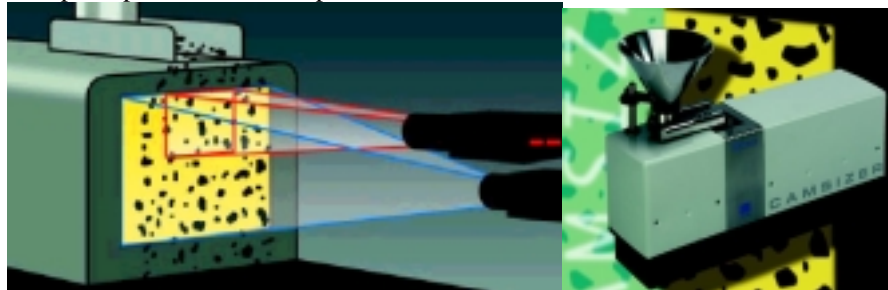


Fig. IV_1. Principe de prise d'images de particules en chute libre devant un panneau lumineux (doc. Retsch).

2.1.1 Chute non-contrôlée :

Ce mode de présentation est adopté par la majorité des instruments dont : RapidVue de la société Beckman-Coulter, Optosizer de la société Micromeritics, PCA de la société Haver & Boecker ou encore Camsizer de la société Retsch Fig. IV_1. Les particules sont alimentées par une trémie vibrante et chutent librement dans l'espace compris entre la caméra et la source d'éclairage. Le risque de superposition des particules dans la scène est limité par une forte

dispersion du produit. Par principe, l'orientation des particules individuelles n'est pas aléatoire, mais elle n'est pas pour autant contrôlée. La relation entre l'ombre projetée de chaque particule et son volume vrai sera impossible à établir sur une base rigoureuse. La ségrégation introduite par le déversement de la trémie pourra engendrer une variation de la distance entre caméra et particule en fonction de la taille de celle-ci et le cas échéant des imperfections de focalisation.



Fig. IV_2. Le système Sysmex développé par Malvern couvre une gamme granulométrique de 0.7 à 40 μm ou de 4 à 160 μm . Les particules y sont mises en suspension dans un fluide afin de mieux contrôler leur position dans le champ de vision de la caméra (doc. Malvern).

Fig. IV_3. Développé et commercialisé par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées français, le VDG 40 est avant tout destiné au contrôle granulométrique des granulats plurimillimétriques .

2.1.2 Chute contrôlée :

Dans le but de maîtriser le mode de présentation des particules, certains constructeurs ont cherché à contraindre le produit. Le tout récent système Sysmex PCIA 2100 de Malvern (Fig. IV_2) fait appel au comportement hydrodynamique d'une particule dans un fluide (eau ou alcool). Le capillaire au travers duquel s'écoule la solution force la particule à se trouver strictement dans le plan de focalisation de l'objectif tout en présentant sa plus grande face projetée à la caméra. Ce système convient plus particulièrement aux particules les plus fines présentant une étendue granulométrique relativement limitée (0.7 μm à 40 μm ou 4 μm à 160 μm). Le système VDG-40 commercialisé depuis 1992 par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) utilise le principe d'un tambour répartiteur pour accélérer et orienter les particules avant leur chute. Le VDG-40 a été conçu pour le contrôle des agrégats et à ce titre convient préférentiellement pour des particules millimétriques (1mm à 80mm). Fig IV_3.



Fig. IV_4. Le granulo-morphomètre Alpaga commercialisé par la société Occhio exploite la flexibilité d'une courroie de lames de verre pour optimiser la dispersion, la focalisation et la disposition des particules dans le champ de prise d'images.

2.1.3 Repos :

Lorsque la visualisation des particules nécessite de recourir à la microscopie optique, c'est traditionnellement la dispersion du produit sur une lame de verre qui est utilisée. Dans ce cas, les particules se présentent au repos et leur troisième dimension (la plus petite) est nécessairement parallèle à l'axe optique. Cette contrainte évidente pour une appréciation tri-dimensionnelle offre des avantages significatifs pour la corrélation avec les tamis. Le système BeadCheck de Pharma Vision propose le déplacement automatisé d'une seule lame de verre chargée de particules (0.5 μm à 10 μm ou 10 μm à 10mm). Le système Alpaga de la société Occhio (breveté par l'Université de Liège) Fig IV_4. fonctionne en continu avec une chenille de lames sur lesquelles viennent se déverser des particules. Cette technique permet d'assurer une mise au point optique irréprochable. Elle automatise les procédures de microscopie optique et permet d'étendre le principe d'observation à une gamme granulométrique beaucoup plus large.

2.1.4 Dispersion sur filtre :

Les poudres les plus fines (< 20µm) se comportent très mal dans les systèmes de dispersion mécanique et se heurtent au limites de la résolution optique. Dans ce cas, il sera souvent indispensable d'avoir recours à la microscopie électronique. Pour ce faire, une dispersion en milieu liquide dans un bain d'ultrasons suivi d'un microfiltrage (Millipore) devrait donner les meilleures conditions d'observation. La difficulté de préparation et le petit nombre de particules limitera d'autant la représentativité de la méthode, laquelle ne peut être envisagée qu'à titre exceptionnel pour l'examen de propriétés (taille précise, forme, aspect de surface,...) non accessibles par la diffraction laser.

2.1.5 Préparation en coupe :

L'ombroscopie des matériaux a l'avantage de ne pas nécessiter de préparation d'échantillon particulière, mais elle n'est pas le seul mode d'imagerie possible pour des particules. L'examen en coupe permet de coupler une analyse granulométrique avec la détermination de la nature des grains. Ce mode d'examen est possible en microscopie optique réfléchi ou en microscopie électronique à balayage. Il présente de fortes similitudes avec l'estimation macroscopique de la granulométrie des agrégats noyés dans un béton. La stéréologie (science qui permet estimation de la granulométrie 3-D au départ de l'image 2-D) exige nécessairement la réalisation de coupes aléatoires dans le matériau. Mais, cette exigence n'est jamais garantie en pratique en raison de la sédimentation difficilement maîtrisable du produit dans la résine de montage. Le plus grand soin sera apporté au mélange des grains, mais dans tous les cas la plus grande prudence sera de mise face aux résultats granulométriques. Il est bon de préciser que seule l'estimation non-biaisée de la granulométrie de sphères est possible via la stéréologie.

2.2 *Modes de prise d'images*

2.2.1 Caméras :

La diversité des modes de présentation du produit induit une diversité toute aussi grande des modes d'imagerie et d'éclairage. Fondamentalement, il existe des systèmes ayant recours à des caméras linéaires et d'autres utilisant des caméras matricielles. Dans le premier cas, la scène est découpée en lignes successives tandis que dans le second cas l'ensemble de l'image est acquise simultanément.

La différence majeure entre les deux systèmes réside dans la manière de gérer le produit en mouvement. Très clairement les systèmes linéaires doivent veiller à uniformiser autant que possible les vitesses de chute des particules pour garantir une numérisation correcte. En revanche, les systèmes matriciels doivent s'assurer que le mouvement des particules est négligeable vis-à-vis de la fréquence de prise de vues (fréquence vidéo standard de 40ms) et le cas échéant recourir à l'utilisation d'un stroboscope synchronisé. Les caméras linéaires permettent en théorie une plus grande résolution spatiale (ex. 2048 pixels /ligne), mais celle-ci est valable dans la direction horizontale tandis que la fréquence de lecture limite sensiblement la résolution verticale.

La présentation des particules sur un tapis de lames de verre permet de réguler la vitesse de défilement et d'exploiter les avantages des caméras linéaires ou matricielles selon les cas en assurant une parfaite synchronisation et sans devoir recourir à un éclairage stroboscopique.

2.2.2 Eclairage :

Le rétroéclairage est la configuration la plus courante dans les systèmes vidéogranulométriques. L'utilisation de faisceaux collimatés confère une plus grande netteté aux contours des grains. Le mode de présentation du produit au repos permet d'exploiter plusieurs modes d'éclairage et en particulier l'éclairage épiscopique qui permet soit de procéder à la mesure granulométrique de particules transparentes, soit de mesurer les propriétés de couleur ou de réflectance des particules individuelles.

2.2.3 Optique :

Les fabricants ne fournissent pratiquement aucune information sur les caractéristiques de l'optique qui est au cœur de leur système. La distance focale et le caractère télécentrique de l'optique sont des éléments déterminants pour la résolution effective du système. Certains systèmes sont conçus avec deux caméras en parallèle dotées d'optiques de focale complémentaires pour pouvoir aborder une très large gamme granulométrique en une seule passe (30µm à 30mm). Ils posent cependant des problèmes échantillonnage correct du matériau. Signalons que les calculs de résolution sont souvent théoriques et doivent être validés par une expérimentation pratique sur un produit déterminé.

2.3 *Calibrage et résolution*

Les techniques d'imagerie des matériaux granulaires présentées ci-avant sont en majorité basées sur l'ombroscopie des grains. Le grand avantage de cette technique est de fournir une image binaire (noir/blanc) et, de ce fait, une délimitation très nette de chaque particule. Une procédure de seuillage simple suffira toujours à extraire le contour requis pour l'analyse de la taille ou de la forme.

La résolution d'un système imageur peut être exprimée par la distance en microns séparant deux pixels consécutifs dans l'image ou inversement par le nombre de pixels par unité de longueur (dpi = *dots per inch* = points par pouce). Cette distance sera indispensable pour le calibrage des résultats, c'est-à-dire la conversion des mesures de nombre de pixels en unités métriques équivalentes. Il ne faut pas confondre la résolution optique avec la dimension de la plus petite particule analysable par l'instrument. Autrement dit, des particules de diamètre équivalent à la distance

séparant deux pixels successifs seront matérialisées dans l'image mais ne seront pas mesurables. En pratique, il sera plus prudent de considérer que seules des particules figurées par une vingtaine de pixels en surface peuvent faire l'objet d'une mesure de taille correcte et que seules des particules de plusieurs centaines de pixels peuvent être prise en compte dans les mesures de forme.



Fig. IV_5. Mire de calibration d'un vidéogranulomètre en chute (doc. Retsch)

Pratiquement, les systèmes de vidéo-granulométrie sont construits sur base d'une focale fixe ($x \text{ pixels} = x \mu\text{m}$) ou disposent d'une mire de calibration (Fig. IV_5). Il ne faut pas oublier cependant que les systèmes qui utilisent une prise d'image matricielle ont une résolution en X et en Y qui ne dépend que de l'optique et du capteur, tandis que les systèmes à caméra linéaire auront un calibrage optique en X et une résolution en Y fonction de la vitesse de défilement ou de chute du produit. A titre d'exemple, une caméra de 1024 pixels par ligne fonctionnant à la fréquence de 20 Mpixels/sec permet une résolution horizontale de 5 μm pour une scène de 5mm de large, tandis que la résolution verticale de particules chutant à 1 m/sec ne serait que de 50 μm . Pour une vitesse de chute de 9,8m/sec la résolution serait de 500 μm !). Toute

variation dans les conditions de défilement aura un impact significatif, et non maîtrisable, sur la qualité des résultats. La résolution d'un capteur et la taille du champ imagé ne sont pas des données suffisantes pour calculer la résolution étant donné les limites inhérentes à l'optique. Lorsque la dimension d'une particule atteint la longueur d'onde de la lumière utilisée (400nm à 1000 nm) la diffraction devient significative et l'imagerie est inaccessible.

2.4 Définition des mesures

Le terme « digital » est trop souvent synonyme de précision dans notre vocabulaire courant. L'idée même de remplacer une opération humaine par un processus assisté par ordinateur est souvent perçue comme un progrès significatif en termes de précision. Or, si la machine est effectivement à l'abri des « sautes d'humeurs », elle n'est pas pour autant indépendante des conditions opératoires. Que ce soit en raison de fluctuations dans les conditions de prise d'images ou en fonction des algorithmes utilisés, les résultats seront plus ou moins affectés d'une erreur. Le choix judicieux d'un instrument devra nécessairement passer par une série de validations croisées : corrélations entre la mesure optique et d'autres mesures physiques, reproductibilité des mesures sur un même échantillon, variabilité des mesures en fonction des conditions opérationnelles (débit, fréquence de prise d'images, mode d'éclairage,...). Les fabricants ne mentionnent jamais ce type d'information et rares sont les travaux scientifiques comparatifs. La mise au point de protocoles normalisés, indispensable pour l'essor de ces équipements, devra nécessairement s'appuyer sur des travaux de ce type.

2.4.1 Aire et diamètres

La stéréologie démontre aisément que l'aire d'un objet peut-être estimée sans biais par une série de sondes ponctuelles en multipliant le nombre de points positifs par l'aire d'influence de chaque point. Dans le cas d'une image vidéo binaire, cela revient simplement à dénombrer les pixels connexes (formant une particule unique) et à multiplier celui-ci par le produit des résolutions Δx et Δy (Fig. IV_6). L'ombre projetée étant une mesure rarement explicite, la présentation des résultats se fera en termes de diamètre d'un disque d'aire équivalente

$$(D_o = 2 \cdot \sqrt{\frac{A}{\pi}})$$

Cette mesure est utilisée notamment par le Malvern Sysmex FPIA-2100 comme estimateur de la granulométrie. D'autres définitions de diamètre sont cependant possibles, parmi lesquels le diamètre de Féret ou diamètre de l'enveloppe convexe est le plus fréquemment utilisé. Le diamètre de Féret pour une orientation donnée α est la longueur de la projection de la particule sur une droite orientée dans la direction α . L'estimation correcte du plus petit / plus grand diamètre de Féret nécessite en pratique d'explorer au moins seize directions différentes. Le Feret maximum ne sera autre que le diamètre du disque circonscrit à la particule. Les systèmes les plus anciens ne mesurent le diamètre de Feret que selon la direction de chute.

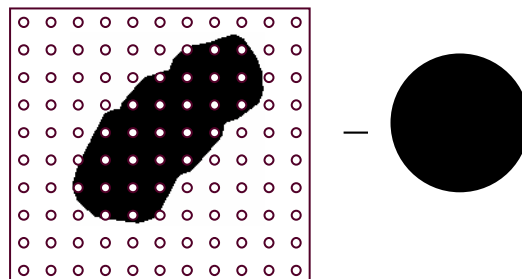


Fig. IV_6. Le calcul de la surface projetée d'un grain revient à dénombrer les pixels inclus ($N=27$). Cette mesure de surface est généralement convertie en diamètre d'un disque équivalent ($D = 5.86$).

Les longueurs de cordes selon une direction (intercepts) sont une autre forme de mesure du diamètre couramment utilisée en analyse d'images pour quantifier des orientations préférentielles de texture. En raison du temps de calcul, certains systèmes se contentent d'analyser les seuls intercepts horizontaux ce qui a peu d'intérêt pratique. La notion de diamètre inscrit qui peut s'avérer fort utile pour caractériser des particules concaves est également celle qui coïncide le mieux avec la définition physique de la maille du tamis passant. En procédant à des érosions répétées sur une image, il est possible de déterminer l'étape correspondant à la disparition de chaque particule. Cette notion correspond à la notion d'érodé ultime et permet en dénombrant le nombre de particules subsistant après chaque opération d'érosion d'établir une granulométrie par disques maxima inscrits. Remarquons que cette technique permet de retrouver avec une excellente précision la granulométrie d'une poudre telle qu'obtenue par tamisage (Fig.IV_8).

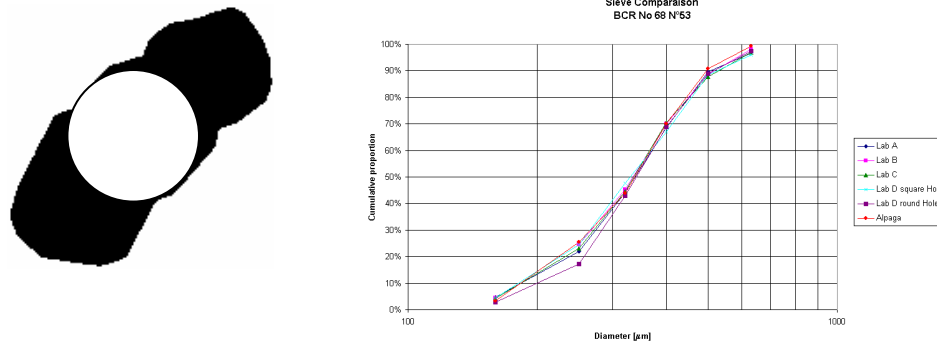


Fig. IV_8. La mesure du diamètre du disque maximum inscriptible est celle qui prédit le mieux l'issue d'un tamisage comme en témoigne la corrélation parfaite avec les courbes de tamisage du sable européen de référence BCR 68 (doc. Occhio).

Présentation des résultats

Il est évident que les méthodes de granulo-morphométrie optique ouvrent des perspectives de caractérisation en laboratoire d'autant plus intéressantes qu'elles sont potentiellement transférables sur une ligne de production sans grandes modifications. En revanche, il est tout aussi manifeste qu'elles introduisent des nouveaux concepts ou de nouvelles mesures qu'il n'est pas toujours facile de réconcilier avec les normes existantes et en particulier celles en vigueur pour le tamisage.

Les éléments qui distinguent le plus la mesure par tamisage de la mesure par l'image sont :

TAMIS	IMAGE
Pesée	Estimation d'un diamètre ou d'une aire projetée
Mesure partiellement tri-dimensionnelle	Mesure strictement bi-dimensionnelle
Mesure par tranches granulométriques	Mesure individuelle de chaque particule
Granulométrie en poids relatif des tranches	Granulométrie en nombre ou en mesure (diamètre) de particules par classe
Nombre de classes très limité	Nombre de classes très élevé.
Mesure fonction du temps d'opération et de la fréquence de vibration	Mesure fonction du mode de présentation et de et de la vitesse de défilement des particules.
Quantité de matière requise fonction de la précision de pesée (10^2 à 10^3 g)	Nombre de particules requis fonction de la dispersion et de la précision. Typiquement 10^2 à 10^3 particules !
Manutention des tamis	Pas de manutention
Nettoyage et contrôle de l'usure des tamis	Pas de maintenance / nettoyage après chaque mesure
Mesure totale et encodage des résultats (dizaines de min.)	Mesure totale et encodage des résultats (de 1 à 5 min.)
Affichage du résultat après encodage manuel	Visualisation des mesures en temps réel
Récupération de l'échantillon en fractions séparées	Récupération de l'échantillon sans séparation
Pas de mesures complémentaires.	Possibilités de mesures forme, couleur, réflectance
Analogie avec le procédé de criblage.	Possibilité d'insertion en ligne et dans un dispositif d'automatisation.

Fondamentalement, pour pouvoir réconcilier exactement le tamisage et les méthodes vidéogranulométriques, il faut pouvoir contrôler le mode de présentation des particules en s'assurant que la mesure du diamètre moyen ou inscrit est accessible et il convient de trouver un estimateur non-biaisé du poids relatif de chaque tranche granulométrique. Ce dernier point n'est bien entendu possible que pour des produits de densité homogène!

2.4.2 Courbes granulométriques en nombre et en mesure

Une courbe granulométrique en nombre représente, pour chaque classe dimensionnelle prédéfinie, la quantité de particules dénombrées dans cette classe. Ce mode de présentation, utile dans certains cas, est fort peu intuitif dans l'industrie minérale. Pour passer d'une granulométrie en nombre à une granulométrie en mesure, il faut nécessairement pondérer chaque particule par une mesure dimensionnelle. Ceci peut se faire en sommant pour

chaque classe dimensionnelle les diamètres mesurés, mais plus couramment les algorithmes essayeront d'estimer le volume de chaque particule au départ des informations de diamètre ou d'aire projetée (Fig. IV_9).



Fig.IV-9. Granulométrie par analyse d'images obtenues sur un sable selon que la pondération se fait en nombre, en aire projetée ou en volume apparent.

Le mode de calcul incorporé dans les instruments commerciaux n'est pas précisé. Certains fabricants proposent d'améliorer la corrélation entre tamis et vidéogranulomètres par une procédure de calibrage se basant sur l'analyse optique d'un produit de granulométrie connue par tamisage. Il faut être très prudent vis-à-vis de ce genre de technique en n'oubliant pas qu'il est toujours possible de transformer une courbe en une autre. Seule l'absolue garantie de constance des propriétés morphologiques et densitométriques d'un matériau devraient permettre de procéder ainsi. Un dernier point qui est source d'erreur et est trop souvent ignoré est lié à la probabilité d'inclusion d'une particule dans l'image. Plus une particule est grosse, plus elle risque d'intercepter les bords de l'image et par conséquent d'être éliminée de la mesure. Pratiquement il existe une possibilité de correction mathématique de cette probabilité, mais elle est rarement implémentée. Une autre solution consiste à contraindre mécaniquement l'écoulement du produit vers le centre du champs et à utiliser une image de caméra linéaire (image sans limite inférieure ni supérieure).

Références internet :

Vidéogranulomètre VDG 40 du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées :

<http://www.lcpc.fr/LCPC/materiels/index.htm>

Système de granulométrie CPA-3 et CPA-4 de Haver & Boecker :

<http://www.wstyler.com>

Système Optisizer PSDA :

<http://www.micromeritics.com>

Système Sysmex FPIA-2100

<http://www.malvern.co.uk>

Système PartAn

<http://sci-tec-inc.com>

Système Beadcheck et Microcheck

<http://www.pharmavision-systems.com>

Systèmes Camsizer et Crystalsizer

<http://www.retsch.de>

Système ALPAGA

<http://www.occhio.be>