

Caractérisation des matériaux au moyen d'ondes de l'infrarouge lointain (IRL)

Bernard Drouin, Richard Gagnon

Cégep François-Xavier-Garneau

Prix de l'ARC et d'Hydro-Québec pour contribution à la recherche technologique au collégial

Introduction

Ce dossier concerne un travail de recherche qui a abouti, au cours des dernières années à une réalisation technologique originale dans le domaine de la caractérisation non destructive des matériaux. Ce projet est l'oeuvre d'une équipe de deux chercheurs du collège François-Xavier-Garneau à Québec, MM. Bernard Drouin et Richard Gagnon.

Description de la recherche

Les matériaux industriels doivent satisfaire des critères de qualité de plus en plus exigeants. Parmi ces critères, les propriétés physiques de ces matériaux sont au tout premier plan, mais, plus les matériaux sont complexes, plus il devient difficile d'en évaluer les caractéristiques. Le travail de recherche que nous vous présentons a pour objectif de fournir à l'industrie un équipement capable de mesurer efficacement et avec précision certaines propriétés physiques de leurs produits. Les matériaux ciblés par cette recherche sont les matériaux diélectriques en feuille et principalement le papier. D'une importance économique considérable, le papier est constitué de fibres de bois que d'énormes machines ingurgitent au rythme de quelques tonnes à l'heure pour produire une feuille qui se forme à une vitesse approchant les 100 km/h sur une largeur allant jusqu'à près de dix mètres avec une épaisseur de l'ordre d'un vingtième de millimètre. Et cette feuille doit posséder une structure assez régulière pour assurer l'uniformité de ses propriétés mécaniques et optiques, condition essentielle à son utilisation comme support d'impression par exemple. Notre projet a conduit à la mise au point d'une technique et d'un équipement qui permettent de mesurer trois propriétés fondamentales de la structure de la feuille : la répartition de sa masse par unité d'aire (grammage), son anisotropie causée par l'orientation plus ou moins accentuée des fibres et la direction dominante d'orientation de ces mêmes fibres. Notre procédé opère dans une partie peu exploitée du spectre électromagnétique appelée *infrarouge loin-*

tain, plus particulièrement à des longueurs d'onde comprises entre 50 et 100 micromètres.

Cette technique exploite un comportement observé chez plusieurs matériaux diélectriques soit le dichroïsme. Lorsqu'une onde polarisée traverse ce type de matériau, l'intensité transmise est fonction de l'angle entre le plan de polarisation de l'onde et une direction particulière de l'échantillon (comme la direction de l'orientation dominante des fibres dans une feuille de papier). Plus l'orientation des fibres est accentuée, plus cet effet est marqué. Par ailleurs, l'intensité moyenne transmise, tous angles confondus, est fonction de la masse par unité d'aire. Conséquemment, avec un montage où le plan de polarisation de l'onde est en rotation constante autour de l'axe de propagation du faisceau, la mesure de la transmittance permet de déterminer, simultanément et pour le même point, la masse par unité d'aire, le niveau d'anisotropie en orientation des fibres et leur direction dominante d'orientation. Cette méthode a été utilisée avec succès sur une foule d'échantillons de papier, bien sûr, mais aussi sur des échantillons de tissus ou de feutres fabriqués à partir de fibres naturelles ou synthétiques, de même que sur des films de polymères comme le polyéthylène.

Le système de caractérisation, dans sa forme actuelle, se présente comme un banc d'essai comportant une source thermique pour produire l'infrarouge lointain, un ensemble filtre-polarisateur tournant pour sélectionner la partie du spectre qui est la plus efficace pour ce type de mesure, un système de positionnement de l'échantillon et un détecteur mesurant l'intensité transmise, le tout en lien avec un micro-ordinateur. Ce dernier contient des interfaces spéciales pour contrôler les déplacements de l'échantillon, numériser le signal du détecteur et lire la position angulaire du polarisateur tournant de sorte que les essais soient complètement automatisés. Nous reviendrons sur ses caractéristiques dans la prochaine section.

Le développement de cet équipement s'est effectué en parallèle avec la poursuite de recherches visant deux objectifs complémentaires. D'abord, du côté fondamental, nous travaillons à déterminer les mécanismes d'interaction entre les ondes de l'infrarouge lointain et les molécules des matériaux étudiés. L'infrarouge lointain correspond à une section peu exploitée du spectre

électromagnétique et les connaissances dans ce domaine sont parcellaires. Par ailleurs, nous conduisons deux projets davantage tournés vers l'application, vers une meilleure connaissance de la structure physique du papier pour en améliorer éventuellement les procédés de fabrication. Nous reviendrons également sur ce point dans une section ultérieure où nous présenterons les actions entreprises avec divers partenaires.

Originalité de la recherche

Le système de caractérisation mis au point au collège François-Xavier-Garneau se distingue des autres sous plusieurs aspects : la bande spectrale où il opère, la résolution spatiale possible, la simultanéité des mesures de grammage, anisotropie et orientation dominante et finalement, le fait qu'il n'abîme pas l'échantillon. Décrivons brièvement les autres systèmes actuellement disponibles.

La méthode la plus utilisée pour déterminer l'anisotropie du papier est actuellement le test de rupture à mâchoire jointive (zero span breaking strength test). Il s'agit essentiellement d'exercer une traction sur une bandelette de papier et de mesurer la force maximum que cet échantillon peut soutenir avant de rompre. En découpant des bandelettes selon diverses orientations dans la feuille, il est possible d'évaluer statistiquement son anisotropie et éventuellement, l'orientation dominante des fibres. Nécessairement, ce type d'essai est destructif et ne peut donner qu'une valeur moyenne pour une surface assez grande de papier. Enfin cette méthode ne permet pas d'évaluer le grammage de l'échantillon.

Une autre méthode consiste à mesurer la vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans différentes directions du plan de la feuille. Comme la précédente, cette technique ne fournit pas d'information sur le grammage, mais cette fois, l'échantillon en sort intact. Cependant, à cause des problèmes d'interface entre les sources ou les détecteurs d'ultrasons et le papier, la valeur obtenue est une moyenne pour une surface de feuille de plusieurs dizaines de cm². On peut également faire appel aux rayons-X. L'équipement est très coûteux, la mesure et l'analyse assez longue et les résultats, pour ce qui est de l'anisotropie dominante sont moins précis que ceux obtenus à l'infrarouge lointain. Une dernière approche, développée par la compagnie LIPPKE, est basée sur la dispersion subie par la lumière en traversant une feuille de papier. Cette méthode est rapide, possède une résolution spatiale comparable à la nôtre, mais produit des valeurs de grammage et d'orientation dominante nettement moins exactes. Elle est également plus perturbée par la nature de la surface de la feuille, sa rugosité ou la présence d'enduit (papier couché).

À partir des mêmes échantillons de papier, nous avons soumis notre technique à une comparaison systématique avec toutes ces méthodes et quelques autres encore. C'était une démarche essentielle pour valider notre approche et elle nous a permis de conclure à la fiabilité de notre système surtout pour déterminer les variations locales des propriétés mesurées. L'appareil que nous avons mis au point permet de connaître le grammage, l'anisotropie et l'orientation dominante pour chaque millimètre carré de l'échantillon et d'en dresser une carte quantitative.

Quant aux recherches sur les interactions entre l'infrarouge lointain et la matière, elles sont aussi passablement exclusives en ce sens que très peu de laboratoires s'intéressent à cette partie du spectre électromagnétique, et ceux qui y travaillent le font surtout en relation avec l'astrophysique ou le diagnostic des plasmas.

Finalement, nos recherches sur la physique du papier tirent leur originalité du fait que peu de laboratoires disposent de l'équipement requis pour obtenir le genre de renseignement dont nous disposons. En collaborant avec des partenaires spécialisés, ces données sont utilisées conjointement avec d'autres pour éventuellement aboutir à une meilleure connaissance du papier et de l'influence des procédés de fabrication sur sa structure.

Partenariat

Nous avons le privilège de compter sur la collaboration de plusieurs partenaires, le Centre de Recherche en Science et Ingénierie des Macromolécules (CERSIM) de l'Université Laval, auquel nous appartenons comme chercheurs associés, l'École Française de Papeterie et des industries Graphiques (EFGP) de Grenoble, le Laboratoire de Mécanique Physique de l'Université Bordeaux I, le laboratoire de Spectroscopie Moléculaire et Cristalline (LSMC) de la même université et le Empire State Paper Research Institute (ESPRI). Plusieurs autres entreprises ou institutions ont également contribué à nos travaux en fournissant des échantillons ou en nous donnant accès à des équipements spécialisés : le Centre de recherche en Pâtes et Papier de l'UQTR et la compagnie Kruger des Trois-Rivières, Désencrages Cascades de Breakeyville, le Xerox Research Center de Mississauga et le centre d'essai de SMURFIT à Talence (France).

Le CERSIM nous a accueilli comme chercheurs de collège et il nous ouvre la porte à ses spécialistes, professionnels, chercheurs et techniciens. Nous y avons réalisé quelques travaux notamment sur l'appareil à rayons-X et sur le polyéthylène. Nous participons régulièrement aux activités du Centre, ses réunions, ses conférences et colloques. Certains équipements du CERSIM dont un spectromètre BOMEM sont actuellement au collège pour faciliter nos travaux. Avec nos collègues

du CERSIM, nous avons profité de subventions dans le cadre du programme Actions Concertées du Fonds FCAR, ce qui nous a beaucoup aidé dans nos collaborations avec des partenaires français.

À Grenoble, le professeur Silvy, une sommité mondiale en orientation des fibres, nous a permis d'utiliser des échantillons très bien caractérisés selon toutes sortes de techniques. Grâce au programme de Coopération Technologique France-Québec, nous avons réalisé avec l'équipe du professeur Silvy une recherche sur la structure millimétrique du papier. Ces travaux sont complétés, mais la collaboration continue avec le séjour d'un stagiaire de l'EFGP au collège FXG à l'été 1995 pour amorcer une étude des relations locales entre le grammage et l'orientation à l'intérieur des floes du papier. Informés de nos travaux par le professeur Silvy, les chercheurs du LMP de Bordeaux ont manifesté leur intention d'acquiescer un banc d'essai comme celui que nous avons développé. Depuis, à travers les programmes d'Action Concertées et de Coopération France-Québec, un contrat a été signé entre l'Université Bordeaux I et le collège F.-X.-Garneau. Depuis maintenant plus d'un an, nos collègues français disposent d'un banc d'essai dans l'infrarouge lointain complet et opérationnel. Cette collaboration nous a permis d'apporter plusieurs améliorations au prototype et d'entreprendre quelques recherches sur la physique du papier. D'abord un projet visant à étudier le comportement en orientation des fibres d'un échantillon soumis à des tractions biaxiales, et ensuite, un autre visant à connaître l'effet sur la structure de la feuille de la présence d'un pourcentage variable de fibres recyclées, tous les autres paramètres demeurant inchangés. Ce second projet se réalise de part et d'autre de l'Atlantique et depuis 1995, un stagiaire post-dorale français y travaille à plein temps au Laboratoire de Caractérisation de Matériaux du collège F.-X.-Garneau grâce à des contributions du CERSIM et du ministère des Affaires Internationales du Québec.

Des chercheurs du CERSIM nous ont mis en contact avec ceux du LSMC de Bordeaux parce qu'ils savaient que ce laboratoire possédait des spectromètres très modernes et performants pouvant effectuer des mesures dans l'infrarouge lointain. Deux campagnes de mesures ont déjà été effectuées par notre équipe dans ces laboratoires en 94 et 95. Les résultats nous permettent d'améliorer à la fois nos connaissances sur le dichroïsme du papier et la performance de notre équipement de caractérisation. D'autre part, ces chercheurs bordelais ont profité de notre expertise en polarisation pour réaliser, sur leurs appareils, de nouveaux types d'expériences.

Notre plus récent partenariat, avec ESPRI, résulte de notre participation à l'International Paper Physics Conference en septembre 1995. Suite à la présentation de nos travaux, un chercheur du ESPRI nous a ren-

contré afin d'entreprendre une étude sur la relation entre la structure millimétrique du papier et sa stabilité dimensionnelle à la même échelle, caractéristique très importante pour les imprimeurs. La résolution spatiale élevée de notre banc d'essai et le fait que l'échantillon n'est pas endommagé par la mesure en faisait le candidat idéal pour apporter certaines réponses. Un premier rapport de recherche a été produit à la fin de 1995 et cette collaboration se poursuit actuellement.

Tous ces partenaires nous permettent d'avoir un bon contact, voire certaines entrées, auprès de l'industrie papetière. Déjà d'autres centres, dont le STFI en Suède, se sont informés des caractéristiques de notre appareil.

Diffusion des résultats

Cet aspect de notre travail de recherche n'a pas été négligé. Un premier article décrivant notre système a été publié dans *Optical Engineering* de septembre 1993. Par la suite, en collaboration avec l'équipe de Grenoble, des présentations ont été faites d'abord à la Conférence Technologique Estivale de l'Association Canadienne des Producteurs de Papier à Pointe-au-Pic en juin 1994, puis à la Conférence de l'Association Technique de l'Industrie Papetière à Grenoble en octobre 1994, et enfin, à l'International Paper Physics Conference au Niagara-on-the-Lake en septembre 1995. Un article a également été publié en France dans la revue *ATIP* en mars 1995, un autre paraîtra dans *Les Papières du Québec* en mars 1996 et un troisième vient d'être accepté par le *Journal of Pulp and Paper Science*. À Bordeaux, nos partenaires ont également fait connaître le banc d'essai que nous y avons installé, ce qui leur a mérité le prix VISA VALORIS décerné par un groupe d'institutions en Aquitaine et reconnaissant le potentiel industriel d'appareillages originaux.

Conclusion

Grâce à son pouvoir de pénétration dans les matériaux diélectriques, l'infrarouge lointain constitue un outil privilégié pour leur caractérisation. Cependant, les sources actuellement disponibles à prix raisonnable n'étant pas assez puissantes, ou les détecteurs pas assez sensibles, le temps requis pour chaque mesure peut être assez long surtout à haute résolution. Nous consacrons une partie de nos efforts à ce problème technologique, gardant continuellement à l'esprit les critères de stabilité, de fiabilité et de coûts inhérents à tout équipement à vocation industrielle. Heureusement, on observe actuellement un intérêt grandissant pour l'infrarouge lointain dans divers domaines de recherche. Les retombées prévisibles de cette activité devraient contribuer au développement de notre système de caractérisation.