



HAL
open science

Développement et application de la tomographie par cohérence optique plein champ pour l'étude du matériau papier

Marie Blavier

► **To cite this version:**

Marie Blavier. Développement et application de la tomographie par cohérence optique plein champ pour l'étude du matériau papier. Optique [physics.optics]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2008. Français. NNT: . tel-00816652

HAL Id: tel-00816652

<https://theses.hal.science/tel-00816652>

Submitted on 22 Apr 2013

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.



THESE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ PARIS 6 - PIERRE ET MARIE CURIE

Spécialité : **Optique**

Présentée par
Marie BLAVIER

Pour obtenir le grade de
DOCTEUR de l'UNIVERSITÉ PARIS 6 - PIERRE ET MARIE CURIE

**DÉVELOPPEMENT ET APPLICATION DE LA
TOMOGRAPHIE PAR COHÉRENCE OPTIQUE PLEIN
CHAMP POUR L'ÉTUDE DU MATÉRIAU PAPIER**

Soutenance prévue le 10 janvier 2008 devant le jury composé de :

M. DUBOIS Arnaud	Institut d'Optique	Directeur de thèse
M. FORGET Benoît	Université Paris 5	Rapporteur
M. RAMAZ François	Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles	Rapporteur
M. FRIGERIO Jean-Marc	Université Paris 6	Examineur
M. EYMIN PETOT TOURTOLETT Guy	Centre Technique du Papier	Examineur
M. ANDRÉ Jean-Pierre	Papeterie de Condat	Membre invité
M. DUHARD Ronald	Papeteries de Clairefontaine	Membre invité

*Thèse réalisée au Centre Technique du Papier
Domaine Universitaire, BP 251, 38 044 Grenoble Cedex 9*

Table des matières

Introduction	8
I. Le papier, matériau tridimensionnel complexe : manque de moyens adaptés pour caractériser sa structure	10
A. Une industrie papetière française développée, aux produits très diversifiés.....	11
B. Une structure, résultat de la composition et de la fabrication du papier, déterminante pour les propriétés finales.....	12
1. Composition du papier	12
2. Fabrication classique d'un papier à usage graphique.....	14
3. Une structure tridimensionnelle liée à la composition et à la fabrication du papier	15
4. Importance en papeterie de la microstructure interne et de sa caractérisation.....	17
C. État de l'art dans l'industrie papetière des méthodes de caractérisation de la structure du papier.....	18
1. Caractérisation de la porosité	18
2. Caractérisation de l'organisation des éléments constitutifs du papier	20
3. Besoin pour l'industrie papetière d'une technique nouvelle d'analyse de la microstructure.....	26
II. Techniques optiques potentielles issues de la biologie pour caractériser la structure du papier.....	28
A. État de l'art des techniques d'imagerie non destructives des milieux diffusants biologiques	29
1. Les interactions entre lumière et matière à la base des techniques optiques.....	29
2. Techniques d'imagerie sélectionnant les photons balistiques.....	30
3. Techniques d'imagerie sélectionnant les photons multidiffusés.....	33
4. Choix d'une technique potentiellement transférable au papier : la tomographie par cohérence optique.....	33
B. Étude des propriétés optiques du papier pour valider le choix de la tomographie par cohérence optique.....	35
1. Propriétés optiques principales du papier.....	35
2. Modèles de diffusion de la lumière dans le papier.....	40
3. Mesure expérimentale des libres parcours moyens d'absorption et de réflexion dans le papier.....	41
C. La tomographie par cohérence optique	43
1. L'interférométrie, base de la tomographie par cohérence optique.....	43
2. Principe de la tomographie par cohérence optique	49
3. Résolutions spatiales théoriques d'un système de tomographie par cohérence optique.....	52
4. Différentes configurations possibles de montages	53
5. Reconstruction d'une coupe tomographique par décalage de phase.....	55
6. Difficultés rencontrées en tomographie par cohérence optique.....	56

III. Développement d'un système de tomographie par cohérence optique appliqué au papier.....	59
A. Conception du système de tomographie par cohérence optique	60
1. Choix de la configuration du montage plein champ	60
2. Critères pour le choix des composants du montage	62
B. Réalisation du montage : alignement et réglages	68
1. Montage de tomographie par cohérence optique développé sur table optique	68
2. Choix mécaniques pour les réglages	70
3. Procédure d'alignement.....	71
4. Réglages de la source et du temps d'exposition de la caméra	74
5. Calibration du tube piézoélectrique de la surface de référence.....	74
6. Montage après alignement	74
C. Acquisition des coupes tomographiques	75
1. Choix de l'algorithme de décalage de phase.....	75
2. Implémentation de l'algorithme sur le montage	82
D. Caractérisation du montage de tomographie par cohérence optique développé	82
1. Résolution axiale expérimentale	82
2. Champ de vue.....	84
3. Temps d'acquisition des coupes tomographiques.....	85
4. Spectre effectif du montage.....	85
5. Stabilité du montage et reproductibilité des coupes tomographiques.....	86
6. Artefacts sur les coupes tomographiques	86
7. Sensibilité de détection et dynamique du montage	88
IV. Application de la tomographie par cohérence optique à l'imagerie de la structure du papier.....	90
A. Coupes tomographiques dans les papiers.....	92
1. Dimensions réelles des coupes tomographiques	92
2. Influence de l'algorithme de décalage de phase pour la reconstruction des coupes tomographiques sur le papier	93
3. Influence expérimentale du coefficient de réflexion de la surface de référence.....	95
4. Speckle dans les coupes tomographiques du papier.....	96
5. L'accumulation d'images, nécessaire mais limitée par la diffusion multiple	98
6. Exemples de coupes tomographiques de différents papiers avec le montage développé	100
7. Profondeur d'imagerie limitée par les propriétés intrinsèques des papiers.....	108
B. Améliorations du montage pour gagner en profondeur d'imagerie	109
1. Moyenner transversalement pour augmenter le rapport signal sur bruit.....	109
2. Compenser la défocalisation des interférences par translation axiale de l'objectif de l'échantillon.....	110
3. Influence de la polarisation dans la sélection des photons balistiques.....	113
4. Adaptation d'indice pour limiter les pertes de lumière par réflexions.....	114
C. Comparaison des résultats avec des images de papier obtenues par d'autres techniques.....	115
1. Scanner à rayons X commercial.....	115
2. Microscopie confocale	116
3. Systèmes commerciaux d'OCT dans le domaine fréquentiel	116
4. Montage en OCT à balayage développé au Upper Austrian Research	117
5. Montage d'OCT à balayage développé pour le papier à l'université de Oulu.....	119

D.	Performances et limites de la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier.....	120
1.	Résultats de la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier et applications potentielles en papeterie.....	120
2.	Réponses apportées par la tomographie par cohérence optique aux attentes des papetiers	123
3.	Conclusions sur la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier...	124
E.	Développement d'un prototype industriel de tomographie par cohérence optique à destination des techniciens papetiers.....	125
1.	Conception du prototype et vérifications préliminaires à sa réalisation	126
2.	Réalisation du prototype : choix par rapport aux contraintes industrielles.....	127
3.	Calibration du système de translation de l'objectif de Mirau	129
4.	Alignement et réglages du prototype	131
5.	Caractéristiques du prototype.....	132
6.	Comparaison de coupes tomographiques entre le montage sur table optique et le prototype.....	133
F.	Perspectives à court et à long termes de l'application de la tomographie par cohérence optique sur le papier	133
1.	Améliorations à apporter sur le montage d'OCT développé et sur le prototype.....	133
2.	Exploitation des coupes tomographiques.....	135
3.	Amélioration des coupes tomographiques par d'autres techniques	136
	Conclusion.....	138
	Bibliographie.....	139
	Annexes	143
A.	Modèles de diffusion de la lumière dans le papier.....	144
1.	Notions sur la diffusion des particules	144
2.	Modèles de diffusion pour le matériau papier.....	145
B.	Théorème de Wiener-Khinchin.....	159
C.	Interférences en lumière polychromatique.....	160
D.	Calcul de la sensibilité théorique du montage.....	163
	Résumé	166
	Abstract.....	166

Introduction

Le papier est un élément commun de notre quotidien. Malgré sa simplicité apparente sous la forme de feuilles, le papier est un matériau à trois dimensions complexe. Il est constitué principalement d'un réseau de fibres dans lequel peuvent être ajoutés des composants variés. Sa structure à l'échelle micrométrique détermine la plupart de ses propriétés physiques finales macroscopiques. De plus, cette structure est fortement influencée par les différents procédés de fabrication. Sa connaissance est donc essentielle pour les papetiers. Face à l'augmentation de la consommation de papier dans un environnement très concurrentiel, l'industrie papetière moderne a un besoin croissant de moyens d'analyse et de caractérisation du produit fini.

Actuellement, plusieurs méthodes conventionnelles sont utilisées de manière complémentaire pour étudier le papier. Les mesures de la structure sont bien souvent lentes, fastidieuses, coûteuses ou destructives. À ce jour, il n'y a pas d'outil pratique, rapide et disponible en laboratoire pour étudier la structure du papier. Ainsi, l'industrie papetière a exprimé son intérêt de disposer d'un appareil innovant d'imagerie de la structure en trois dimensions, non-destructif, facile d'utilisation, peu coûteux et ne nécessitant pas de préparation de l'échantillon. Le développement d'un tel outil serait d'un grand intérêt pour les recherches papetières grâce à l'augmentation des connaissances sur ce matériau. La visualisation de la structure, associée à la mesure de paramètres structuraux, permettrait par exemple de contrôler la qualité du produit ou d'étudier l'influence de la structure sur les propriétés. Les données fournies aideraient les industriels papetiers à rester compétitifs.

Ce besoin d'imagerie non destructive est également très présent dans le domaine médical. La tomographie par cohérence optique est une technique performante capable de fournir des images à haute résolution des tissus biologiques. Développée au début des années 1990, la tomographie par cohérence optique est maintenant utilisée dans de nombreux domaines médicaux, en particulier l'ophtalmologie. Elle présente les avantages d'être non destructive, non invasive, d'avoir une résolution spatiale micrométrique et de pouvoir imager des milieux diffusants. A priori ces atouts font de la tomographie par cohérence optique une technique de choix pour l'imagerie du papier.

L'objectif de la thèse a consisté à développer une nouvelle méthode d'imagerie de la structure interne du papier, basée sur la tomographie par cohérence optique plein champ. Il s'agit dans un premier temps de prouver que cette technique peut être utilisée sur le papier. En effet, ce matériau est très diffusant et son imagerie est un défi à cause de la complexité structurale, qui cause inévitablement une propagation complexe de la lumière dans le papier. De plus, au début de la thèse, il n'y avait pas eu de recherche sur l'application de la tomographie par cohérence optique au matériau papier. Le projet de thèse a consisté ensuite à évaluer les performances et applications potentielles en papeterie de la tomographie par cohérence optique. Dans ce cadre, un montage de tomographie par cohérence optique plein champ a été développé au Centre Technique du Papier et appliqué à l'imagerie de différents types de papier.

Le premier chapitre du mémoire est une présentation générale du matériau papier, concluant sur le manque de techniques de laboratoire simples d'utilisation pour l'imagerie de sa structure. Les principaux éléments constituant le papier sont décrits, ainsi que les étapes de fabrication d'une feuille. L'importance pour les papetiers de connaître la structure est mise en avant, puisque composition et procédé de fabrication sont à l'origine de la structure du produit final. Un état de l'art des techniques de caractérisation de la structure du papier est finalement dressé, montrant le besoin pour les papetiers d'une nouvelle méthode d'imagerie.

En partant du constat que les tissus biologiques et les papiers présentent des caractéristiques similaires, en particulier pour les propriétés optiques, le deuxième chapitre présente un état de l'art des techniques d'imagerie utilisée en biologie. La tomographie par cohérence optique apparaît comme la technique la plus prometteuse pour être transférée au papier. Une étude des propriétés optiques du papier est alors menée afin de valider ce choix. La tomographie par cohérence optique est alors décrite en détail.

Le troisième chapitre présente le montage de tomographie par cohérence optique développé au Centre Technique du Papier. Sa conception et sa réalisation sont exposées puis ses caractéristiques expérimentales décrites.

Le dernier chapitre concerne l'application de la tomographie par cohérence optique à l'imagerie de différents types de papier. Les résultats obtenus sont présentés, ainsi que les performances et limites de cette technique dans le cas du papier. Les modifications apportées au montage pour améliorer l'imagerie du papier sont expliquées. Les coupes tomographiques sont comparées à des images réalisées avec d'autres techniques ou montages. Des applications potentielles de la tomographie par cohérence optique en papeterie ainsi que des améliorations ultérieures sont proposées.

I. Le papier, matériau tridimensionnel complexe : manque de moyens adaptés pour caractériser sa structure

A. Une industrie papetière française développée, aux produits très diversifiés.....	11
B. Une structure, résultat de la composition et de la fabrication du papier, déterminante pour les propriétés finales.....	12
1. Composition du papier	12
2. Fabrication classique d'un papier à usage graphique.....	14
3. Une structure tridimensionnelle liée à la composition et à la fabrication du papier	15
4. Importance en papeterie de la microstructure interne et de sa caractérisation.....	17
C. État de l'art dans l'industrie papetière des méthodes de caractérisation de la structure du papier.....	18
1. Caractérisation de la porosité	18
<i>Porosimétrie par intrusion de mercure</i>	18
<i>Porosimétrie par extrusion d'un liquide</i>	19
<i>Adsorption de gaz</i>	20
2. Caractérisation de l'organisation des éléments constitutifs du papier	20
<i>Méthodes basées sur le clivage de la feuille</i>	20
<i>Résonance magnétique nucléaire</i>	23
<i>Microscopie confocale à balayage laser</i>	24
<i>Microtomographie aux rayons X</i>	25
3. Besoin pour l'industrie papetière d'une technique nouvelle d'analyse de la microstructure.....	26

A. Une industrie papetière française développée, aux produits très diversifiés

Le papier, né en Chine au III^{ème} siècle avant notre ère, est aujourd'hui une composante essentielle dans nos sociétés. Omniprésent dans notre vie quotidienne, le papier est en fait un terme générique pour un matériau composé d'un enchevêtrement de fibres. Il désigne une large gamme de produits dont les usages sont très variés (Figure 1) :

- les papiers à usage graphique, qui servent de support de communication (avec les journaux, livres, cahiers, feuilles, etc.) ;
- les papiers et cartons d'emballage ;
- les papiers d'hygiène, qui concernent les usages sanitaires et domestiques (essuie-tout, lingettes, mouchoirs, etc.) ;
- les papiers industriels et spéciaux, possédant des caractéristiques spécifiques (billet de banque, papier à cigarette, ticket, etc.).



Figure 1. Les papiers sont classés en quatre grandes catégories suivant leur usage : les papiers impression/écriture à usage graphique (a), les emballages (b), les papiers spéciaux (c) et les papiers d'hygiène à usage sanitaire et domestique (d) [CTP].

Avec dix millions de tonnes de papiers et cartons produits annuellement, l'industrie papetière française se situe au neuvième rang mondial et au quatrième rang européen [1]. La consommation de papiers et cartons est constamment en croissance. Ainsi le papier, matériau actuel et futur, et l'industrie papetière tiennent une place importante dans notre société.

Le papier se présente généralement sous la forme d'une feuille, de longueur et largeur très grandes devant son épaisseur. Le papier apparaît donc communément comme un matériau 2D. Cependant, la troisième composante de l'espace revêt un caractère fondamental dans les propriétés du produit et son comportement en usage.

B. Une structure, résultat de la composition et de la fabrication du papier, déterminante pour les propriétés finales

La structure du papier est déterminée par :

- les caractéristiques structurales intrinsèques des matières premières entrant dans la composition du papier ;
- le procédé de fabrication du papier qui organise les composants dans les trois dimensions de l'espace.

1. Composition du papier

Le papier est un support fabriqué à partir de fibres, en général en cellulose. Ces fibres, provenant à 90% du bois, sont extraites de matières brutes ou récupérées à partir de papiers recyclés. Le bois est un matériau composite constitué de fibres cellulosiques et de lignine liant les fibres entre elles. Les 10% restants sont constitués de fibres issues d'autres végétaux ou sont parfois minérales ou artificielles, pour des usages très particuliers de papiers.

Une feuille de papier classique de format A4 contient plusieurs millions de fibres. Les dimensions des fibres dépendent de l'espèce utilisée et du procédé de fabrication. Les fibres de résineux ont une longueur moyenne de 2 à 4 mm contre 1 mm pour celles issues de feuillus [2]. L'épaisseur des fibres de résineux varie entre 35 et 40 μm , celle des fibres de feuillus est en moyenne de 25 μm . Une fibre se présente sous la forme d'un cylindre creux, dont le cœur est appelé lumen (Figure 2). L'épaisseur des parois représente environ un à deux dixièmes du diamètre total de la fibre, variant entre 3 et 7 μm . Toutes ces valeurs sont variables en fonction de l'espèce, de la saison de coupe, de l'âge et de l'environnement de croissance de l'arbre. Les fibres synthétiques peuvent être beaucoup plus longues et pleines (pas de lumen).

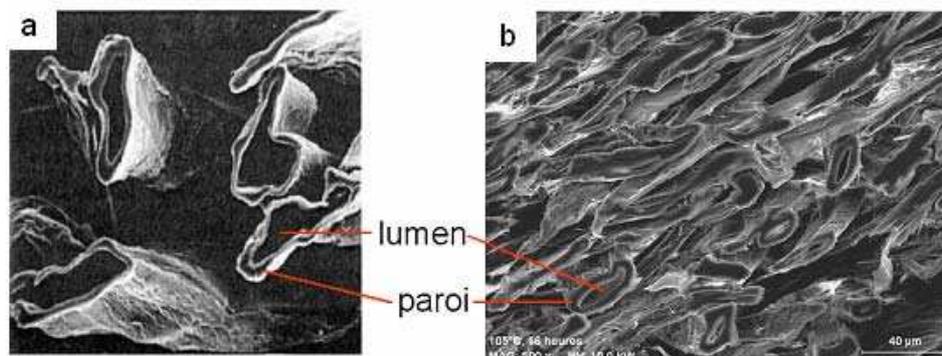


Figure 2. Images au microscope électronique à balayage de fibres seules (a) [3] et dans une feuille de papier (b) [CTP].

À ce matelas fibreux, des matières annexes (charges minérales, pigments et adjuvants) peuvent être ajoutées au cours de la fabrication du papier ou directement sur le produit final. Elles remplissent l'espace entre les fibres ou se déposent à leur surface (Figure 3). Leur ajout permet d'améliorer les caractéristiques du papier, d'obtenir ou de renforcer certaines propriétés de la feuille (propriétés optiques comme le brillant^a ou la blancheur, résistance à l'eau, propriétés barrières à l'eau, aux gaz ou aux graisses, de l'imprimabilité, de l'opacité, de la stabilité dimensionnelle, etc.).

Les quantités de charges introduites en moyenne dans la pâte sont de 0 à 35 % par rapport aux fibres. Les principales sortes utilisées en papeterie sont le kaolin, le talc et le carbonate de calcium [4]. Formant des agrégats de forme généralement arrondie, ces charges minérales ont une taille de l'ordre de 0,2 à 3 μm , sauf pour le talc, présentant des particules plates pouvant aller jusqu'à 10 μm .

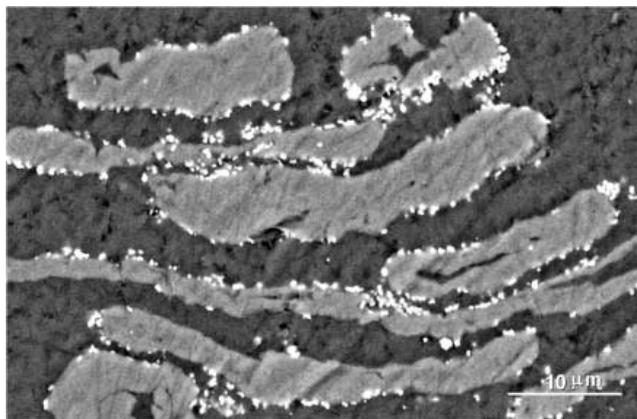


Figure 3. Charges sur la paroi des fibres – image au microscope électronique à balayage [5].

Le papier contient également des fragments de fibres, appelés fines. Les fibres peuvent en effet parfois être coupées lors de la fabrication du papier.

L'épaisseur totale d'une feuille de papier varie généralement entre 50 μm et 250 μm suivant l'application. Ainsi pour un papier standard de photocopie, l'épaisseur est de 100 μm , pour du papier journal de 70 μm . Les non-tissés (papiers fabriqués par voie sèche que l'on trouve dans les lingettes par exemple) sont souvent plus épais.

Le papier est également un matériau très aéré. Sa porosité^b varie entre 20 % (papier cristal) et 70% (papier buvard), voire plus pour les non-tissés (filtres, etc.). Les pores internes d'un papier impression/écriture standard présente une taille comprise entre 0,1 μm et 10 μm , les pores en surface entre 10 μm et 100 μm . La taille des pores d'une couche est de l'ordre de la centaine de nanomètres. A l'opposé, des papiers comme les filtres ou les non-tissés sont très poreux. La notion de grammage, très importante en papeterie, traduisant la masse surfacique du papier (en g.m^{-2}), montre l'importance accordée à la fois aux fibres et à l'air.

Chaque type de papier, suivant l'application à laquelle il est dédié, présente sa propre composition et ses propres caractéristiques. Le procédé de fabrication est également adapté à chaque catégorie de papier.

^a Le brillant (ou *gloss*) est la réflexion spéculaire de la lumière incidente sur le papier.

^b La porosité est le rapport entre le volume d'air présent dans le papier et le volume total du papier.

2. Fabrication classique d'un papier à usage graphique

Dans cette partie est présenté le canevas de la fabrication d'un papier standard à usage graphique.

La fabrication du papier est réalisée en deux étapes :

- élaboration d'une pâte à partir des matières premières afin d'obtenir des fibres individualisées en suspension ;
- transformation de la pâte en feuille de papier.

L'obtention de la pâte, mélange de fibres en suspension (Figure 4), se fait par voie chimique ou mécanique afin de désolidariser les fibres. Les pâtes chimiques sont obtenues en éliminant la lignine par dissolution grâce à des agents chimiques réactifs. Les pâtes mécaniques sont fabriquées en râpant avec des meules les rondins de bois.



Figure 4. Image au microscope d'une pâte. On observe les fibres et les fines en suspension [CTP].

La pâte est ensuite envoyée dans la machine à papier, qui comprend trois parties essentielles (Figure 5).

- Tout d'abord, la caisse de tête pulvérise uniformément la pâte sur la table de fabrication, une toile sans fin qui se déplace à grande vitesse (pouvant aller jusqu'à 2000 m/min). L'eau s'égoutte à travers la toile, laissant ainsi les fibres qui forment le matelas fibreux.
- Ce dernier passe ensuite dans des presses, cylindres recouverts de feutre absorbant, afin d'éliminer une partie de l'eau.
- La dernière étape consiste à éliminer le reste de l'eau par évaporation dans la sécherie, en faisant circuler la feuille entre des cylindres chauffés à la vapeur. La feuille de papier, pleinement constituée, est alors roulée sur une bobine.

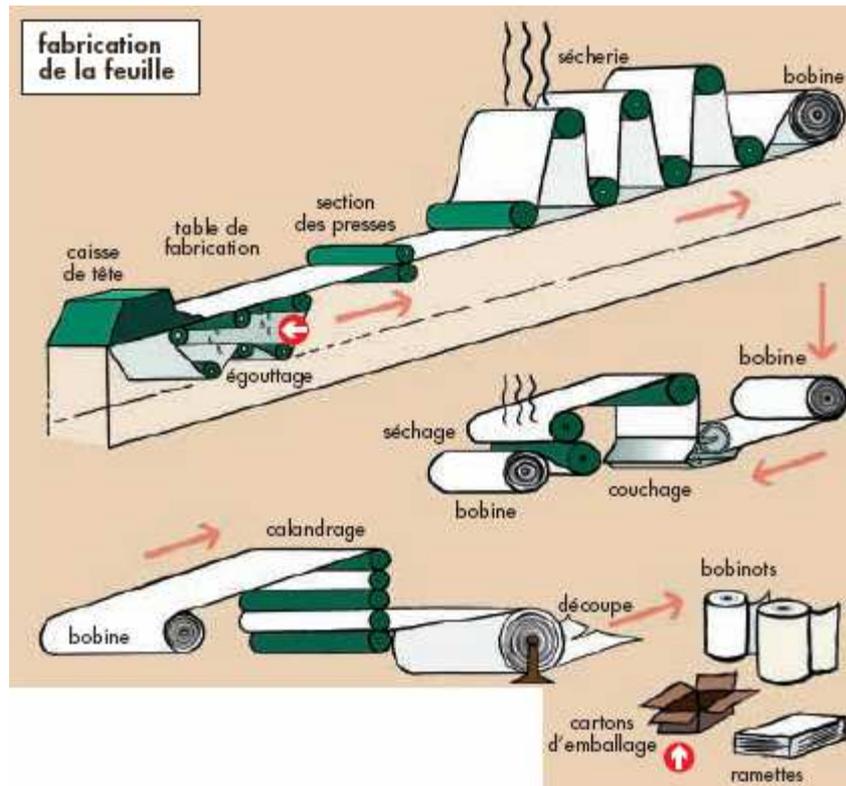


Figure 5. Schéma d'une machine à papier. La pâte est égouttée puis le matelas fibreux séché pour former la feuille de papier. Celle-ci peut ensuite être couchée et calandree, avant d'être stockée en bobines.

Une dernière étape dans la fabrication est la finition de la feuille. La feuille auparavant obtenue contient 50 % d'air en volume et présente des macro-pores à sa surface, ce qui peut être gênant suivant l'usage du papier. Afin d'améliorer les propriétés du papier, on a recours à différents traitements de surface, dont les principaux sont le couchage et le calandrage. Le couchage consiste à déposer à la surface une sauce contenant des pigments, des adjuvants et des liants. Le calandrage est un laminage effectué par des cylindres, ce qui entraîne une compression de la feuille. Ces procédés améliorent le lissé, l'imperméabilité, le brillant ou la blancheur de la feuille. Le papier est finalement enroulé puis recoupé en bobines pour expédition aux clients.

3. Une structure tridimensionnelle liée à la composition et à la fabrication du papier

Le choix des matières premières et le procédé de fabrication vont conditionner la structure du produit final. Ainsi les fibres sont globalement alignées parallèlement au plan de la toile ; la feuille se présente comme un empilement de fibres dans l'épaisseur (Figure 6). Les fibres peuvent être globalement superposées et ordonnées dans l'épaisseur, si elles se sont déposées sur la toile l'une après l'autre, ou s'enchevêtrer. L'orientation des fibres dans les papiers industriels est anisotrope : plus de fibres sont alignées proche de la direction de la toile (appelée « sens marche ») que de la direction perpendiculaire à celle-ci (« sens travers »). En effet, l'avancement à grande vitesse de la toile crée une direction privilégiée. Les caractéristiques mécaniques du papier ne sont pas identiques dans les deux directions (le papier présentant des caractéristiques mécaniques plus élevées lorsqu'il est sollicité dans le sens marche).

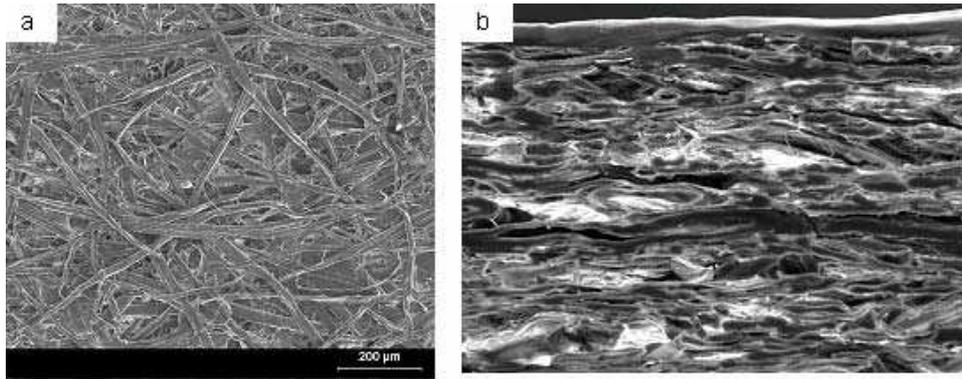


Figure 6. Images au microscope électronique à balayage du réseau fibreux d'une feuille de papier : vue de dessus (a) et coupe dans l'épaisseur (b) de la feuille [CTP].

Lors de la fabrication, les fibres s'affaissent et perdent leur forme originale, en s'apparentant plus à des rubans qu'à des cylindres. L'égouttage au travers de la toile entraîne également une dissymétrie entre les deux faces du papier, appelées côté toile ou côté feutre. Enfin, la rétention et la migration des charges et additifs diffèrent d'un papier à l'autre. Ainsi les distributions spatiales, dans l'épaisseur de la feuille, des fibres et des produits ajoutés ne sont pas homogènes. Le papier est donc un matériau anisotrope de structure complexe, dont la dimension caractéristique est le micron.

Voici des exemples de coupes dans l'épaisseur pour différentes étapes de fabrication d'un papier (Figure 7). Le papier support est obtenu en sortie de sécherie. Il est d'abord pré-couché (premier couchage avec des particules assez grosses) puis une deuxième fois couché (sauce de couchage à particules fines). Il est finalement calandré^a.

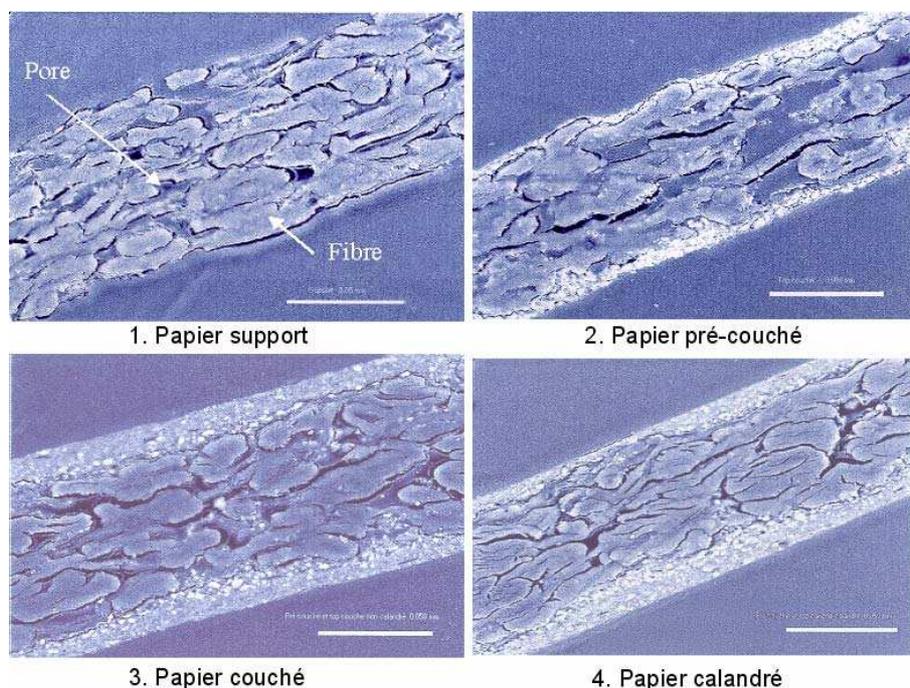


Figure 7. Structure interne d'un papier à différentes étapes de fabrication. Coupes dans l'épaisseur réalisées au microscope électronique à balayage. L'échelle (trait blanc) correspond à 50 microns [CTP].

^a Le calandrage consiste à passer la feuille entre deux rouleaux chauffés afin de lisser la surface du papier, ce qui conduit à une compression de la structure.

Le papier peut ainsi être considéré comme un réseau continu 3D solide, composé de fibres, de fines et d'additifs. Le papier peut être également vu comme un réseau 3D continu de pores. Chacun de ces réseaux joue un rôle dans les propriétés finales du papier.

4. Importance en papeterie de la microstructure interne et de sa caractérisation

Le papier est un matériau fibreux et poreux, dont la structure interne détermine la majorité des propriétés physiques. Les caractéristiques du produit final dépendent à la fois des propriétés physiques intrinsèques des composants du papier et également de leur agencement dans les trois dimensions.

En effet, la distribution spatiale et l'enchevêtrement des fibres et des additifs jouent un rôle dans la stabilité dimensionnelle, l'imprimabilité ou les propriétés mécaniques de la feuille. Quant à la porosité du papier, elle détermine en particulier l'aptitude au filtrage, l'absorption des liquides ou l'opacité. Ainsi, suivant l'usage du papier, les papetiers s'intéressent plus particulièrement au réseau poreux ou au réseau solide. Pour contrôler la qualité du produit, il est donc important de pouvoir caractériser à la fois ces deux réseaux.

En pratique, des variations de distribution dans l'épaisseur de la feuille sont inévitables lors de la fabrication. Cela peut mener à différents défauts du papier, comme le tuilage^a, l'instabilité dimensionnelle ou se traduire par des problèmes à l'impression. Une connaissance globale de la quantité moyenne des constituants de la feuille n'est donc pas suffisante pour prévenir et contrôler ces défauts. Il est également utile de connaître la taille et la forme des éléments, leur distribution dans l'épaisseur de la feuille, s'ils forment des agrégats, etc.

Les intérêts pour l'industrie papetière d'analyser la microstructure sont multiples. Ainsi la distribution spatiale des éléments a un large impact sur les propriétés physiques finales du papier et donc sur sa qualité. Les applications d'une telle mesure sont nombreuses :

- caractérisation fine de la porosité ;
- mesure de l'épaisseur et de la régularité du couchage ;
- mesure de l'envers^b ;
- étude de l'impact du calandrage afin de l'améliorer et de l'adapter au support ;
- contrôle de la migration des éléments dans l'épaisseur de la feuille ;
- mesure de l'efficacité des agents de rétention (destinés à retenir les charges et à les répartir de façon homogène, améliorant ainsi les propriétés physiques) ;
- compréhension de phénomènes liés à la structure (défauts comme le tuilage).

L'analyse de la microstructure permettrait par exemple d'ajuster au mieux la quantité de matières premières à introduire. La structure interne étant influencée par tous les procédés le long de la chaîne de fabrication, une étude de leur impact pourrait mener à l'optimisation du process papetier. L'analyse de la structure pourrait également fournir des informations sur les causes sous-jacentes de défauts d'une feuille. L'objectif final pour l'industrie papetière est ainsi d'optimiser les coûts de fabrication tout en conservant les propriétés finales désirées du papier. Un outil d'analyse de la structure pourrait également être un atout dans le développement de nouveaux produits possédant des propriétés spécifiques liées à une structure originale.

^a Le tuilage est le phénomène de déformation d'une feuille qui, au lieu de rester plane, se courbe.

^b L'envers est le fait que les deux faces d'un papier n'ont pas le même comportement pour une propriété donnée (par exemple une orientation des fibres différente pour chaque face).

La caractérisation de la microstructure interne du papier est donc importante pour le contrôle de la qualité. Un instrument de tomographie, fiable, rapide et à bas coût, représenterait un outil très utile à la fois pour les industriels papetiers, à des fins d'optimisation et d'innovation, et pour les chercheurs, afin de mieux comprendre les liens entre structure et propriétés. Cette technique doit posséder la résolution nécessaire du micron et mesurer aussi bien l'organisation des éléments solides du papier que la porosité de la feuille. Les industriels papetiers ont clairement exprimé leur besoin d'analyse structurale et de nombreuses méthodes ont été développées.

C. État de l'art dans l'industrie papetière des méthodes de caractérisation de la structure du papier

1. Caractérisation de la porosité

Les techniques les plus couramment utilisées, spécifiques à la caractérisation de la porosité du papier, sont la porosimétrie par intrusion de mercure, la perméabilité des liquides et l'adsorption des gaz. Les paramètres déterminés sont la distribution en taille des pores, le volume total qu'ils occupent et la surface spécifique (ou aire massique, superficie réelle de la surface d'un objet dans sa profondeur, par opposition à sa surface apparente). Certaines méthodes de caractérisation du réseau solide, décrites dans la suite (partie I.C.2), donnent également accès à des informations sur la porosité.

Porosimétrie par intrusion de mercure

La porosimétrie au mercure est la technique la plus utilisée en papeterie pour mesurer les distributions de taille des pores. L'échantillon de papier est immergé dans un bain de mercure. On applique ensuite une pression afin de forcer le mercure à pénétrer dans le papier. Cette pression est augmentée graduellement et les pores se remplissent alors au fur et à mesure suivant leur taille, en commençant par les plus larges. Chaque pression correspond à une classe de taille de pores, le diamètre des pores d étant relié à la pression appliquée P par l'équation de Washburn :

$$P = \frac{4\Gamma \cos \theta}{d}$$
 où Γ est la tension de surface du mercure et θ l'angle de contact entre les parois du pore et le mercure.

Lorsque l'on applique la pression P , seuls les pores de diamètre supérieur ou égal à d seront remplis par le mercure. Le volume de mercure qui a pénétré dans le papier, mesuré par la hauteur h dans la colonne (Figure 8), donne le volume total des pores remplis. En augmentant la pression, on obtient ainsi la distribution en taille et en volume des pores [6].

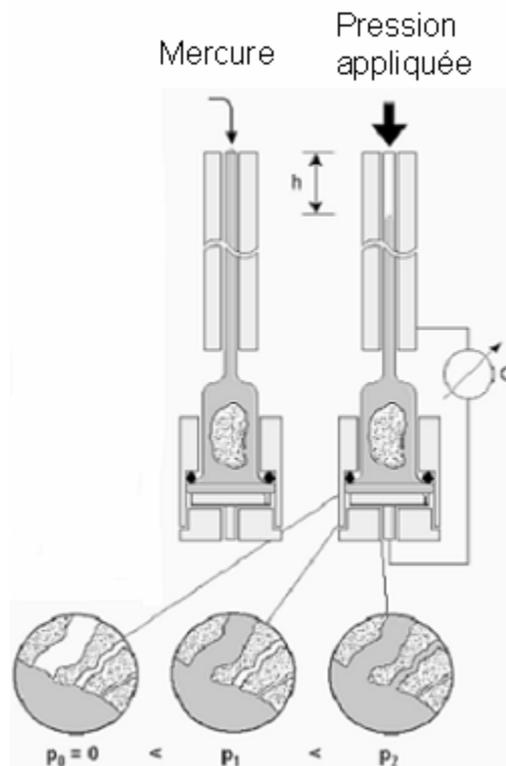


Figure 8. Principe de la porosimétrie par intrusion au mercure. Le volume de mercure introduit en fonction de la pression appliquée donne le volume des pores pour chaque classe de taille.

L'avantage de cette technique réside dans la large gamme mesurée de tailles de pores (de quelques nanomètres à plusieurs centaines de microns). Cependant, elle nécessite d'appliquer des pressions importantes, le mercure est un composé toxique, elle prend du temps et les fibres sont comprimées. De plus, la distribution en taille des pores est faussée vers les pores de plus petite taille. En effet, si de larges pores ne sont accessibles que par des pores plus petits, ils vont être remplis de mercure en même temps que ces derniers. Enfin les informations obtenues sur la porosité sont globales, on obtient les volumes et tailles moyens des pores mais non leur répartition dans la feuille. Cette technique destructive ne permet pas de localiser les pores ni d'étudier leurs connections. Il est pourtant important de savoir si par exemple les pores les plus larges sont surtout situés près de la surface, en profondeur ou uniformément répartis, car la localisation des pores influe sur les propriétés du papier (dépôt d'encre, filtration, etc.).

Porosimétrie par extrusion d'un liquide

La porosité des papiers peut être mesurée en extrayant un liquide des pores de la feuille. L'échantillon est placé dans un liquide qui emplit les pores de façon spontanée et un gaz est employé afin de forcer le liquide à sortir des pores. L'avantage de cette méthode par rapport à la porosimétrie au mercure est de ne pas employer de liquide toxique et de nécessiter des pressions beaucoup plus faibles. Cependant elle conserve le même défaut sur la globalité des résultats donnés et le manque d'information sur la répartition spatiale des pores.

Adsorption de gaz

L'adsorption^a de gaz à la surface de l'échantillon est utilisée pour caractériser la porosité des papiers. L'échantillon est refroidi à des températures cryogéniques (77 K). Un gaz inerte, typiquement l'azote, est introduit en quantité connue et les molécules du gaz sont adsorbées à la surface du papier : une couche de molécules de gaz vient se déposer sur l'échantillon (Figure 9). L'adsorption des molécules de gaz entraîne une diminution de la pression, dont la mesure donne la quantité de gaz adsorbé par la loi des gaz parfaits. En connaissant la taille des molécules de gaz, on obtient la surface spécifique et la distribution en taille des pores.

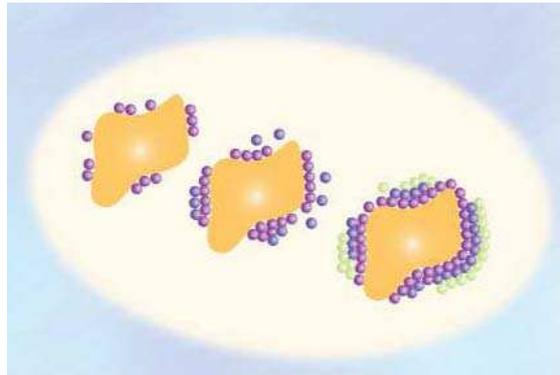


Figure 9. Adsorption des molécules de gaz à la surface de l'échantillon [Beckman Coulter ©].

Cette méthode est complexe ; elle est réalisée pour les industries papetières par des laboratoires sous-traitants et peut difficilement être mise en place dans l'usine de papier. De plus, comme les techniques précédentes, elle ne donne pas d'information sur la localisation des pores et leurs connexions, afin de caractériser entièrement le réseau poreux.

2. Caractérisation de l'organisation des éléments constitutifs du papier

En ce qui concerne la caractérisation de la structure solide d'une feuille de papier, de nombreuses méthodes sont employées. Les paramètres de sortie en fonction des techniques sont la densité du papier, la répartition et l'orientation des fibres, la composition chimique ou encore la distribution dans l'épaisseur et la taille des charges.

Méthodes basées sur le clivage de la feuille

- Les techniques classiques reposent sur le clivage de la feuille en plusieurs coupes, qui sont ensuite analysées séparément. Les méthodes les plus simples et les plus anciennes pour réaliser le clivage utilisent tout simplement du film adhésif ou abrasif pour arracher une fine couche de papier. Plus sophistiqué, l'appareil Beloit (Figure 10) clive la feuille par passages successifs entre deux cylindres refroidis [7].

^a L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des molécules de gaz ou de liquides se fixent sur des surfaces solides.

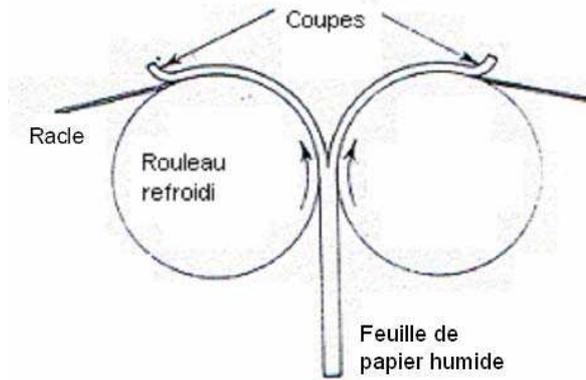


Figure 10. Appareil de clivage Beloit pour réaliser des coupes dans une feuille de papier [7].

En analysant ces coupes, il est possible de mesurer dans l'épaisseur la densité, la composition chimique ou la pénétration de l'encre. Cependant la précision de ces méthodes est faible car peu de coupes sont obtenues (jusqu'à 8 coupes dans la feuille avec l'appareil Beloit) et le clivage est irrégulier (les épaisseurs varient). De plus, elles sont coûteuses en temps.

- Des techniques plus complexes, où l'échantillon est préparé avant clivage, sont utilisées afin d'améliorer la résolution. L'échantillon est enrobé dans de la résine époxy, ce qui permet une bonne qualité de la coupe à l'aide d'un microtome (Figure 11). L'épaisseur des sections (une centaine) est de l'ordre de 2 microns. Chaque coupe est ensuite analysée avec un microscope. Un traitement d'image par binarisation détermine le contour des fibres. Les fibres peuvent être teintées avant la fabrication de la feuille afin d'avoir un meilleur contraste. La distribution de l'amidon dans l'épaisseur peut également être déterminée par coloration à l'iode.

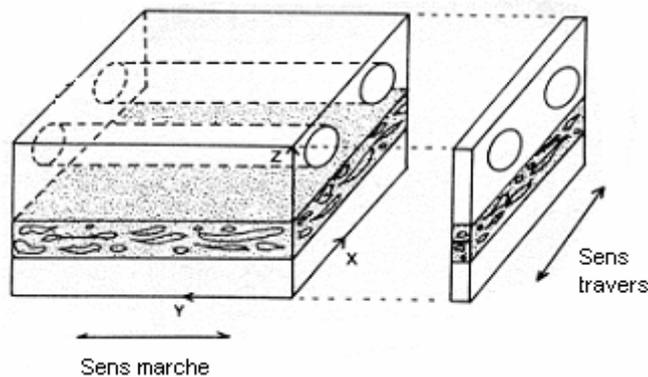


Figure 11. Coupes régulières d'un papier pris dans de la résine réalisées avec un microtome [8].

Cette méthode est répétable et donne des informations sur l'orientation et l'enchevêtrement des fibres (dans les 3 dimensions). A partir de toutes les coupes 2D, la structure 3D du réseau fibreux peut être reconstruite à l'aide d'un logiciel (Figure 12) [8].

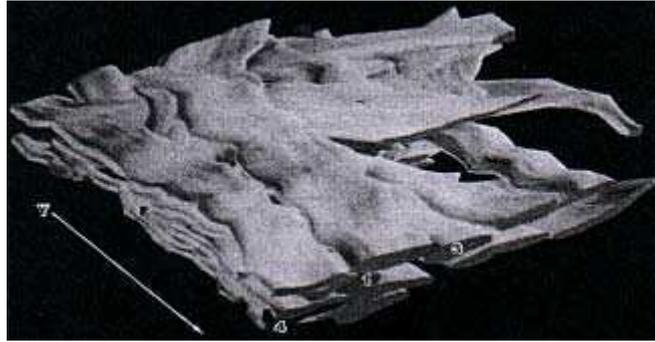


Figure 12. Reconstruction 3D d'une feuille de papier à partir des coupes 2D obtenues avec un microtome [8].

Ces méthodes basées sur le clivage de la feuille et la visualisation au microscope classique des coupes présentent des inconvénients.

- Des distorsions sont inévitables lors du clivage de l'échantillon. Des artefacts peuvent également être induits lors de l'enrobage dans la résine [9].
 - Un temps forcément important est nécessaire pour la découpe au microtome et l'analyse d'un grand nombre d'échantillons.
 - De petits échantillons sont analysés, typiquement de l'ordre de $0,2 \times 0,2 \text{ mm}^2$.
 - La répartition quantitative des charges et pigments n'est pas mesurée par manque de résolution.
- Afin d'avoir accès à la répartition des charges, l'analyse des coupes peut être réalisée au microscope électronique à balayage (MEB) [10]. Le MEB donne en effet, à même grossissement, une résolution (de quelques nanomètres) et une profondeur de champ nettement meilleures que celles de la microscopie optique (Figure 13).

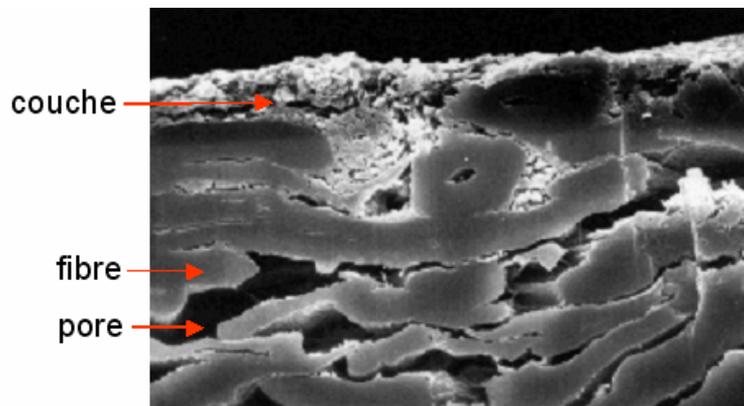


Figure 13. Coupe dans l'épaisseur d'un papier couché obtenue avec un microscope électronique à balayage [IRFIP/EFPG].

Un faisceau d'électrons est focalisé sur l'échantillon dont il balaye la surface. Une partie d'entre eux est rétrodiffusée par les collisions élastiques^a, principalement avec les noyaux de numéro atomique élevé. Les collisions inélastiques^b conduisent, d'une part, à l'éjection d'électrons secondaires près de la surface de l'échantillon, et, d'autre part, à l'émission de

^a Une collision élastique se produit sans changement de la structure électronique des particules.

^b Une collision inélastique se produit avec changement des états internes des particules, et parfois apparition ou disparition de particules.

rayons X. Chaque type d'émission est détecté par un capteur spécifique et donne des informations propres.

- Les électrons rétrodiffusés sont caractéristiques de la structure et de la composition chimique de l'échantillon.
- Les électrons secondaires renseignent sur l'état de surface (rugosité).
- Les rayons X renseignent également sur la composition chimique de l'échantillon.

L'analyse sur des coupes transversales de l'échantillon des électrons rétrodiffusés ou du rayonnement X permet de connaître à une échelle nanométrique la répartition dans l'épaisseur des charges et des pigments. Elle informe également sur la densité, la porosité, la rugosité et l'épaisseur du couchage [11].

Pour les observations au microscope électronique à balayage, sous vide poussé, les échantillons doivent être déshydratés et conducteurs. La déshydratation du papier entraîne souvent une déformation de sa structure. Comme le papier est électriquement isolant, les coupes sont rendues conductrices par dépôt sous vide d'une couche de métal lourd (or ou palladium) ou d'un film de carbone. Afin d'éviter cette préparation très lourde de l'échantillon, le microscope électronique à balayage environnemental (ESEM pour *environmental scanning electron microscope*), développé depuis une dizaine d'années, est plus adapté. L'observation se fait à pression de vide partielle en atmosphère gazeuse et la présence d'une couche conductrice n'est pas nécessaire, ce qui permet l'observation directe d'échantillons hydratés dans leur état naturel. Cette technique est en particulier utilisée pour suivre le comportement du papier à des variations d'humidité [12].

En conclusion, les techniques utilisant le clivage de la feuille permettent de reconstruire la structure 3D du papier. En particulier, l'analyse au MEB (conventionnel ou environnemental) possède une excellente résolution et permet de mesurer la distribution des charges. Ces méthodes peuvent cependant entraîner des déformations à la préparation de l'échantillon ou des coupes, faussant la structure du papier. Elles requièrent de plus un temps très long, pour l'obtention des coupes et leur analyse. Il est donc intéressant d'utiliser des techniques non-destructives.

Résonance magnétique nucléaire

A l'instar de l'imagerie par résonance magnétique (IRM) en médecine, on peut penser à réaliser l'imagerie du papier par la résonance magnétique nucléaire (RMN). Cette technique se base sur l'excitation des noyaux des molécules que l'on aligne dans un champ électromagnétique. On envoie ensuite une radiation spécifique absorbée par les noyaux, qui vont être excités et gagner en énergie. Les noyaux retournent ensuite à leur état d'énergie initial au bout d'un temps caractéristique de l'échantillon et entraînent l'émission d'une onde électromagnétique dépendant de l'environnement de la molécule. On obtient ainsi une information sur la composition et la structure de l'échantillon.

De larges échantillons peuvent être étudiés (de 2 à 25 mm de côté). Cependant, l'application au papier se heurte à une insuffisance de la définition des images obtenues par cette technique. La résolution est en effet actuellement limitée à 20 μm . La RMN est donc pour le moment surtout utilisée en papeterie pour déterminer la diffusion et la localisation de l'eau absorbée (papier hygiène) [13].

Microscopie confocale à balayage laser

La microscopie confocale à balayage laser (CLSM pour *confocal laser scanning microscope*) est une technique optique d'imagerie non destructive. Le principe de la microscopie confocale a été décrit par Marvin-Minsky dès 1953, mais les premiers appareils commerciaux datent de la fin des années 1980. La lumière, émise par une source ponctuelle, en général un laser, est focalisée par un objectif à l'intérieur de la feuille de papier. La lumière réfléchie par les structures internes se trouvant dans le plan focal est détectée par un capteur (en général une photodiode). Des trous confocaux, placés devant la source et le détecteur, conjugués avec le plan focal, sélectionnent spatialement les faisceaux éclairant le plan focal et provenant de celui-ci (Figure 14). Ainsi, la lumière réfléchie par des éléments hors plan focal est majoritairement arrêtée par le trou. Cela permet d'éliminer une grande partie de la lumière diffusée par les plans autres que le plan d'observation. On effectue ainsi des coupes optiques dans l'échantillon, en n'observant que les parties de l'objet situées dans le plan confocal (commun à l'objectif et à l'oculaire). Le balayage dans le plan focal se fait point par point. La reconstruction 3D de l'échantillon est obtenue en déplaçant verticalement l'objet, par l'acquisition d'une série de coupes 2D.

Un avantage essentiel est qu'aucune préparation particulière de l'échantillon n'est requise. Le microscope confocal peut également détecter la fluorescence émise par excitation au laser.

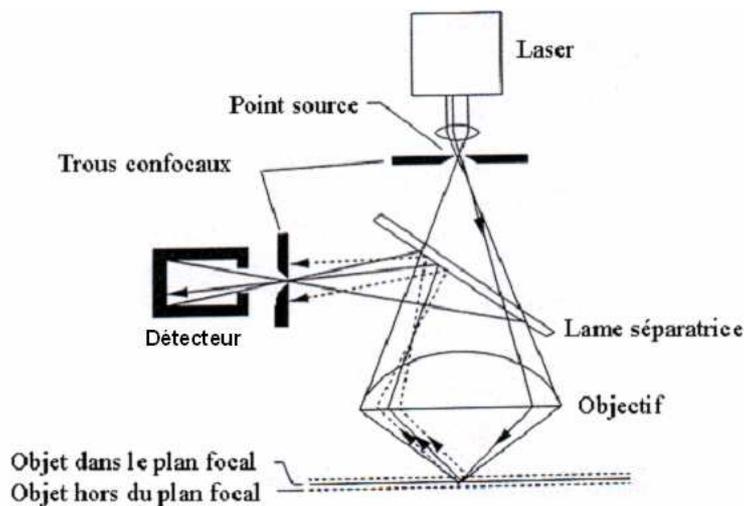


Figure 14. Principe du microscope confocal. Une coupe optique est réalisée par balayage dans l'échantillon en détectant seulement les photons issus du foyer de l'objectif.

Sur le matériau papier, cette technique donne de très bons résultats pour la topographie en 3D de la surface du papier [14]. Son utilisation pour visualiser la structure interne du papier se heurte cependant à un affaiblissement rapide du signal lorsque l'on pénètre dans l'échantillon. L'intensité du signal diminue à cause de la diffusion du faisceau à la traversée des couches supérieures au plan focal. Ceci est particulièrement sensible dans le cas des papiers couchés, fortement diffusants. Des coupes dans l'épaisseur sont ainsi obtenus sur une quinzaine de microns au maximum [14 (page 18)]. Outre la caractérisation détaillée de la surface, l'acquisition de coupes avec un microscope confocal est surtout utilisée pour étudier la morphologie des fibres seules ou pour visualiser grâce à la fluorescence la répartition de composants, comme les fines, dans le réseau fibreux [15]. Les fibres ou fines sont alors teintées avec un fluorochrome directement dans la pâte, avant la formation de la feuille. Cela n'est pas possible à réaliser pour un papier industriel. La microscopie confocale est donc utilisée dans le domaine papetier pour différentes analyses mais ne fournit pas de coupes de la structure en profondeur.

Microtomographie aux rayons X

La technique non destructive la plus performante à l'heure actuelle est la microtomographie aux rayons X. Celle-ci consiste à éclairer l'échantillon avec des rayons X et à enregistrer le faisceau transmis à travers l'échantillon. Celui-ci est modulé suivant les propriétés d'absorption ou les variations de phase que présente l'échantillon. En faisant tourner ce dernier, une pile de projections est enregistrée pour chaque angle de rotation (Figure 15).

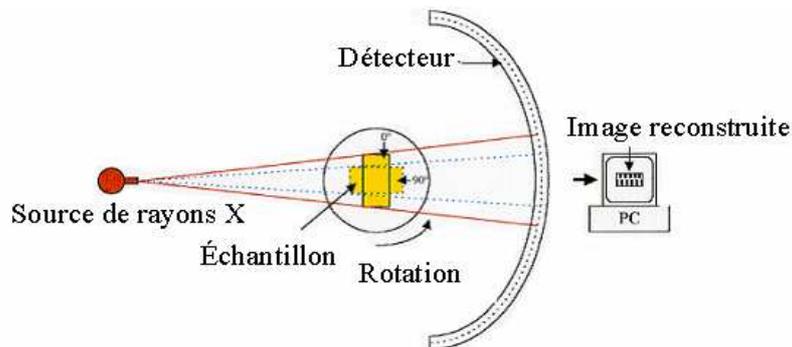


Figure 15. Principe de la tomographie aux rayons X. La structure 3D de l'échantillon est reconstruite à partir de projections.

Chaque projection donne une information sur la structure de l'échantillon vue sous un certain angle (Figure 16).

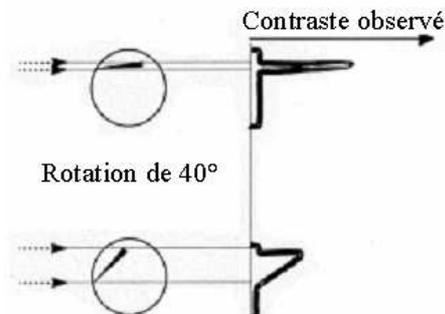


Figure 16. La projection de l'échantillon varie avec l'angle d'observation et donne des informations sur la structure de l'objet [16].

En appliquant une transformée de Radon inverse à l'ensemble de ces projections, il est possible de remonter à la structure en 3D de l'échantillon. La précision de cette reconstruction dépend de la qualité et du nombre de projections enregistrées.

L'imagerie tridimensionnelle du papier peut se faire par contraste de phase [16] ou par absorption [17]. Dans les deux cas, la tomographie aux rayons X appliquée au papier présente l'inconvénient de requérir l'utilisation de faisceaux à fort pouvoir pénétrant. Il faut alors utiliser un rayonnement spatialement cohérent et très puissant, accessible uniquement par les synchrotrons de troisième génération. C'est évidemment un équipement extrêmement lourd et peu disponible.

La microtomographie aux rayons X permet d'obtenir à la fois la structure poreuse et le réseau solide, avec une résolution submicrométrique (Figure 17). Il est ainsi possible de différencier les fibres et les charges, après application d'un filtre. Cependant, seule une petite partie de l'échantillon est analysée : avec une résolution de 0,7 μm , le champ d'analyse est typiquement de $1,4 \times 1,4 \text{ mm}^2$ [17]. Cette méthode est non destructive car aucun traitement de l'échantillon dans la masse n'est appliqué et la structure n'est pas modifiée. Cependant elle nécessite de découper les échantillons au bon diamètre, correspondant au champ de vue.

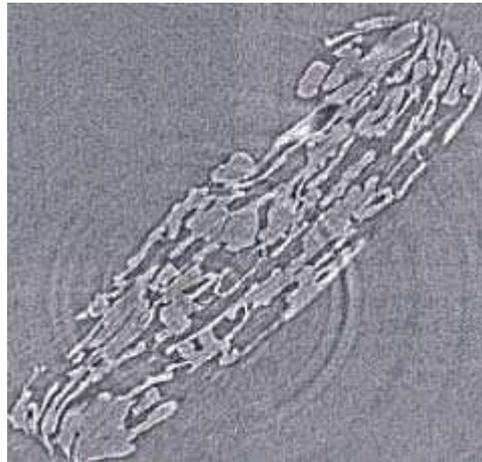


Figure 17. Reconstruction d'une coupe dans l'épaisseur d'un papier avec la microtomographie aux rayons X en utilisant le synchrotron de l'ESRF (*European Synchrotron Radiation Facility* - Grenoble). La section de papier est d'environ $85 \mu\text{m} \times 300 \mu\text{m}$ [16].

3. Besoin pour l'industrie papetière d'une technique nouvelle d'analyse de la microstructure

De cet état de l'art des techniques d'analyse de la structure interne de la feuille en papeterie, il ressort que les méthodes les plus efficaces sont l'analyse de coupes au microscope électronique à balayage et la tomographie aux rayons X. Elles possèdent la résolution et la qualité d'images nécessaires pour caractériser les réseaux fibreux et poreux. Au contraire, la résonance magnétique nucléaire a une résolution insuffisante et la microscopie confocale ne pénètre pas assez profondément dans la feuille (Tableau 1). De plus, les trois techniques spécifiques à la mesure de la porosité ne fournissent pas d'indication sur la répartition spatiale des pores dans la structure de la feuille.

Cependant, l'inconvénient majeur de l'analyse des coupes au MEB réside dans l'importance du temps de préparation et d'analyse des échantillons (enrobage, coupes au microtome). La microtomographie aux rayons X est lourde et onéreuse, et très peu disponible pour l'acquisition des images au synchrotron.

<i>Technique</i>	<i>Qualité</i>	<i>Défaut</i>
Coupes au MEB	Résolution nanométrique	Préparation et analyse très longues
RMN	Champ de vue (jusqu'au cm^2)	Résolution faible
CSLM	Rapide	Profondeur d'imagerie limitée
Rayons X	Pas de préparation de l'échantillon	Indisponible en labo (synchrotron)

Tableau 1. Récapitulatif des principaux avantages et inconvénients des techniques permettant la localisation en 3D des constituants du papier.

Ainsi, il n'existe pas à l'heure actuelle de technique simple et pratique, avec une résolution suffisante, de caractérisation des structures poreuse et solide des papiers. L'industrie papetière souffre d'un manque de technique d'imagerie de la structure interne disponible en laboratoire, rapide, peu onéreuse et efficace. Le développement d'une telle technique apporterait beaucoup à la recherche et aux industriels papetiers, comme outil d'aide à la compréhension des propriétés liées à la structure, à la conception et à l'optimisation des papiers, ainsi qu'à l'innovation. Le cahier des charges d'une technique d'analyse fiable de la microstructure répondant aux besoins papetiers est le suivant :

- obtenir des informations structurales sur toute la profondeur de l'échantillon ;
- être non destructive et non perturbatrice ;
- posséder une résolution micrométrique ;
- présenter un coût peu onéreux ;
- être rapide ;
- être pratique et disponible en laboratoire.

Un tel cahier des charges est rencontré dans le domaine médical, où le besoin de techniques d'imagerie de la structure des tissus à des fins de diagnostic est primordial. Ainsi la résolution doit être élevée, l'analyse doit être non destructive et réalisée de façon pratique et rapide, en particulier pour les analyses *in vivo*. Or le papier et les tissus biologiques sont des matériaux assez similaires au niveau de la diffusion de la lumière. Ils présentent en commun d'être inhomogènes, diffusants, semi-transparents et anisotropes. En partant de ce constat, on peut se demander quelles techniques d'imagerie sont employées en biologie, afin de conclure à la possibilité du transfert d'une méthode dans le domaine du papier.

II. Techniques optiques potentielles issues de la biologie pour caractériser la structure du papier

A. État de l'art des techniques d'imagerie non destructives des milieux diffusants biologiques	29
1. Les interactions entre lumière et matière à la base des techniques optiques.....	29
2. Techniques d'imagerie sélectionnant les photons balistiques.....	30
3. Techniques d'imagerie sélectionnant les photons multidiffusés.....	33
4. Choix d'une technique potentiellement transférable au papier : la tomographie par cohérence optique.....	33
B. Étude des propriétés optiques du papier pour valider le choix de la tomographie par cohérence optique.....	35
1. Propriétés optiques principales du papier.....	35
<i>Indice de réfraction du papier</i>	35
<i>Libre parcours moyen de diffusion et coefficient de diffusion</i>	36
<i>Libre parcours moyen d'absorption et coefficient d'absorption</i>	36
<i>Atténuation d'un faisceau à la traversée d'un milieu</i>	36
<i>Coefficient d'extinction total</i>	36
<i>Fonction de phase et coefficient d'anisotropie</i>	36
<i>Libre parcours de transport</i>	37
<i>Spectre d'absorbance du papier</i>	38
2. Modèles de diffusion de la lumière dans le papier.....	40
3. Mesure expérimentale des libres parcours moyens d'absorption et de réflexion dans le papier.....	41
C. La tomographie par cohérence optique	43
1. L'interférométrie, base de la tomographie par cohérence optique.....	43
<i>Interférométrie en lumière monochromatique</i>	43
<i>Interférométrie en lumière polychromatique</i>	46
2. Principe de la tomographie par cohérence optique	49
3. Résolutions spatiales théoriques d'un système de tomographie par cohérence optique.....	52
<i>Résolution axiale théorique</i>	52
<i>Résolution transverse théorique</i>	52
4. Différentes configurations possibles de montages.....	53
<i>Montage fibré ?</i>	53
<i>Dans le domaine temporel ou fréquentiel ?</i>	53
<i>Montage point par point ou plein champ ?</i>	54
5. Reconstruction d'une coupe tomographique par décalage de phase.....	55
6. Difficultés rencontrées en tomographie par cohérence optique.....	56
<i>Speckle</i>	56
<i>Diffusion multiple</i>	57

Les tissus biologiques et le papier ont en commun d'être des milieux inhomogènes, semi-opaques (sans être transparents, ils transmettent cependant une partie de la lumière incidente), assez diffusants et présentant des variations internes d'indices de réfraction. De plus, la biologie nécessite des techniques d'imagerie microscopique afin de réaliser des diagnostics et de nombreuses méthodes ont été développées, dont certaines non destructives.

A. État de l'art des techniques d'imagerie non destructives des milieux diffusants biologiques

La biologie requiert des méthodes d'imagerie microscopique *in vivo*, devant donc être non destructives. Les techniques non intrusives utilisées classiquement en biologie sont la radiographie aux rayons X (absorption), l'échographie utilisant des ultrasons et l'imagerie par résonance magnétique (IRM). Cependant leur résolution reste limitée au millimètre. De plus, ces équipements sont coûteux et peuvent être dangereux à trop longue exposition. La recherche en imagerie biologique s'est alors tournée vers des méthodes optiques afin de résoudre ces inconvénients. Les tissus biologiques présentent en effet des différences de propriétés optiques qui permettent d'obtenir un contraste optique. Les méthodes optiques permettent ainsi de réaliser des images non invasives, sans contact et avec une très bonne résolution spatiale.

1. Les interactions entre lumière et matière à la base des techniques optiques

Les interactions entre lumière et milieu diffusant, comme les tissus biologiques ou le papier, sont un processus complexe qui dépend de la structure et de la composition du milieu. Lorsqu'ils sont éclairés, les tissus, tout comme les papiers, peuvent absorber, réfléchir, diffuser ou transmettre la lumière (Figure 18).

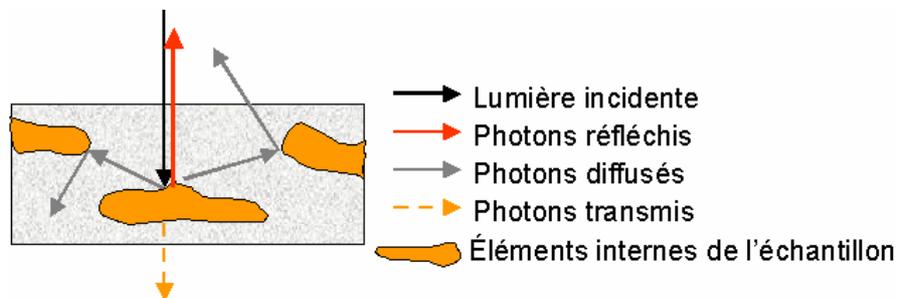


Figure 18. Les interactions entre matière et lumière prennent des formes multiples. Les photons peuvent être absorbés, transmis, réfléchis ou diffusés.

À la sortie d'un milieu diffusant éclairé par un faisceau incident, on distingue trois catégories de photons (Figure 19) :

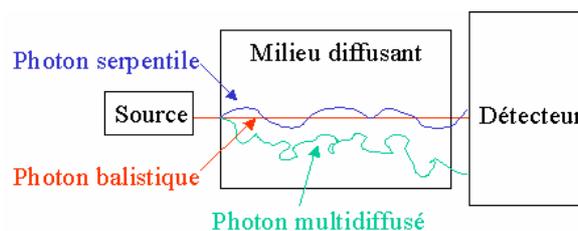


Figure 19. Distinction de trois types de photons suivant le nombre de diffusions subies lors de la traversée du milieu.

- Les photons balistiques ne subissent aucune diffusion ou absorption à la traversée du milieu. Ils obéissent au principe de Fermat : ils se propagent donc en ligne droite lorsque le milieu est homogène. Ils sont porteurs de l'information sur la structure et permettent de faire de l'imagerie classique car ils répondent aux lois de l'optique géométrique (Figure 20). Ce sont les premiers photons à sortir du milieu car ils parcourent le plus court chemin. Ils sont très peu nombreux.

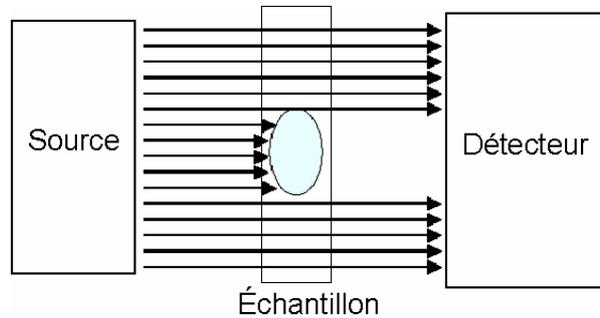


Figure 20. Les photons balistiques, ni déviés ni arrêtés par le milieu, permettent de former une image classique des structures de l'échantillon.

- Les photons serpentiles, plus nombreux, subissent peu de diffusions et suivent un trajet à peu près droit dans le milieu. Ils sont donc peu décalés par rapport aux photons balistiques.
- Les photons multidiffusés, constituant la majorité des photons sortant du milieu, rencontrent de nombreux centres de diffusion et suivent des trajectoires aléatoires et non en ligne droite dans le milieu. Cela empêche de réaliser de l'imagerie au sens classique car on ne distingue plus les structures traversées par les photons. Ils sortent du milieu à un endroit et à un temps aléatoires (Figure 21).

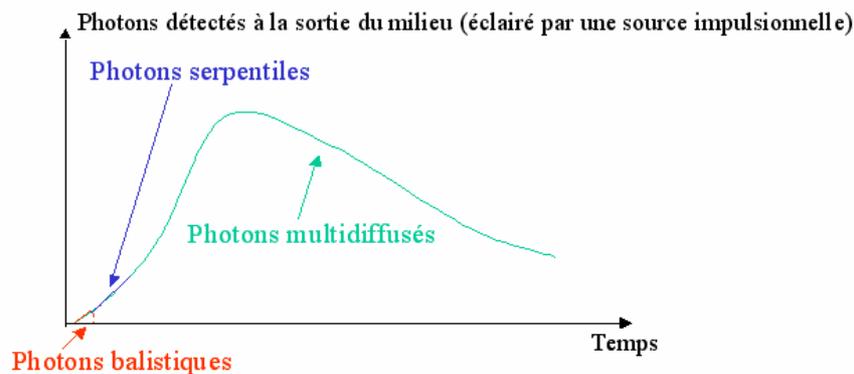


Figure 21. Les trois types de photons, définis en fonction du nombre de diffusions subies, diffèrent par le temps passé dans le milieu.

Deux types d'imagerie optique des milieux diffusants existent suivant les photons utilisés.

2. Techniques d'imagerie sélectionnant les photons balistiques

Pour réaliser une image classique de l'objet, il faut sélectionner les photons balistiques et éliminer totalement les photons multidiffusés. Cependant, les photons balistiques sont très peu nombreux et leur nombre diminue au fur et à mesure de l'épaisseur traversée suivant une loi

exponentielle. Ainsi le nombre de photons balistiques $N(x)$ après une épaisseur de milieu traversé x dépend de la nature de l'échantillon et vaut $N(x) = N_0 \exp(-\mu_{total}x)$ où N_0 est le nombre de photons incidents sur la surface de l'échantillon et μ_{total} est le coefficient d'extinction, qui exprime l'atténuation globale des photons balistiques due à la diffusion et à l'absorption. Dans les milieux assez diffusants comme les tissus ou le papier, le nombre de photons balistiques diminue rapidement. Ainsi l'imagerie en transmission est limitée à des échantillons peu épais, qui présentent de plus une structure simple. En effet les structures ne doivent pas se cacher mutuellement. Pour les milieux complexes, il faut enregistrer plusieurs projections après avoir tourné l'échantillon afin de reconstruire la structure.

L'imagerie des milieux diffusants épais se fait donc de préférence en réflexion. Une image du milieu est obtenue en détectant uniquement les photons balistiques qui sont réfléchis (ou rétrodiffusés) une fois par un élément interne. Ceux-ci se déplacent en ligne droite et ne subissent pas d'absorption ou de diffusion sur leur parcours.

L'objectif est d'obtenir des images en coupe du milieu en détectant les photons rétro réfléchis par une couche précise dans l'échantillon. En réalisant une pile d'images à différentes profondeurs, on peut reconstruire la structure interne de l'échantillon (Figure 22).

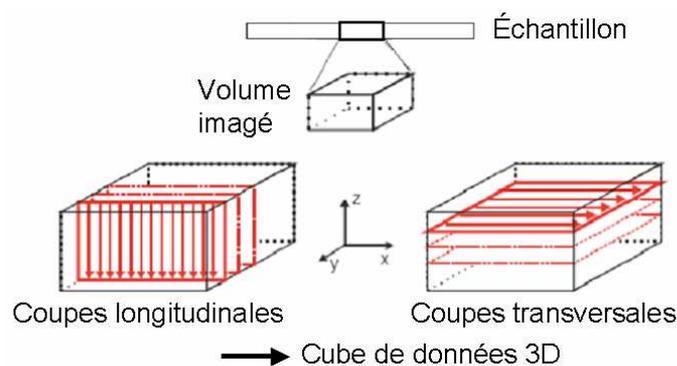


Figure 22. Acquérir une pile de coupes transversales ou dans l'épaisseur permet d'obtenir les informations structurales de l'échantillon en trois dimensions.

La sélection des photons balistiques rétro réfléchis peut se faire soit temporellement, soit spatialement. En effet, ces photons sont les premiers à sortir du milieu (Figure 21) et ils se propagent en suivant le principe de Fermat, en ligne droite dans un milieu homogène. La résolution, donnée par l'optique, est de l'ordre du micron. Afin de renforcer la détection des photons d'intérêt, certaines techniques enregistrent plus ou moins de photons serpenteux, ce qui permet de gagner en amplitude de signal mais entraîne une perte en résolution.

La sélection spatiale est réalisée par la microscopie confocale. Elle utilise deux trous conjugués afin de ne laisser passer que les photons provenant du plan focal dont on souhaite faire l'image. La lumière diffusée, provenant du reste de l'échantillon, est ainsi arrêtée par le diaphragme. Cette technique est très répandue en biologie et donne de bons résultats sur les tissus [18], en particulier avec la fluorescence (résolution submicrométrique des éléments marqués avec des fluorochromes [19]). Cependant, comme mentionné partie I.C.2, cette technique appliquée aux papiers ne permet pas d'obtenir des images en profondeur.

La sélection temporelle peut se faire de deux manières :

- En utilisant une source impulsionnelle très brève (laser femtoseconde) et une porte temporelle, les photons balistiques sont sélectionnés car ce sont les premiers à sortir du milieu (Figure 23). Plus la porte est étroite, meilleure est la résolution spatiale en profondeur mais plus le signal est faible (plus fine est la coupe optique). Cependant cette technique est rapidement limitée en profondeur dans les milieux diffusants et à structure complexe. Les photons diffusés par les couches supérieures de l'échantillon se mêlent aux photons balistiques d'intérêt réfléchis en profondeur. Cette technique est surtout utilisée pour imager une zone à travers un milieu diffusant et non pour réaliser une cartographie 3D du milieu [20].

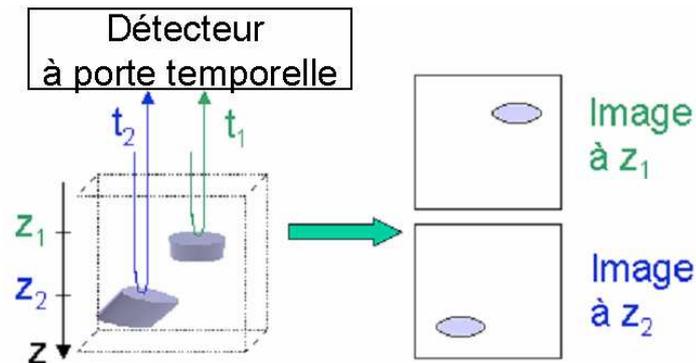


Figure 23. Principe de l'acquisition de coupes optiques à deux profondeurs différentes par sélection temporelle des photons balistiques.

- En utilisant une source de faible cohérence temporelle, les photons balistiques sont sélectionnés par interférométrie en fonction de leur temps de parcours dans le milieu. Les photons rétro réfléchis et diffusés par une même couche interne diffèrent en effet par leur différence de marche, qui est représentative de la longueur parcourue et du temps passé dans le milieu (Figure 24). Ainsi un photon rétro réfléché par un élément va passer moins de temps dans le milieu qu'un élément diffusé. La tomographie par cohérence optique est basée sur ce principe pour sélectionner les photons balistiques et éliminer les photons diffusés. Elle donne d'excellents résultats sur les tissus biologiques (Figure 25), permettant une résolution micrométrique et une profondeur de pénétration pouvant atteindre le millimètre [21].

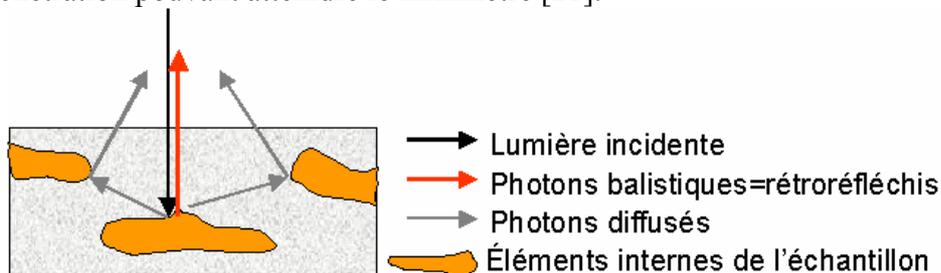


Figure 24. Les photons balistiques (réfléchis une fois) et les photons diffusés par un même élément diffèrent par la longueur parcourue dans le milieu avant de ressortir.

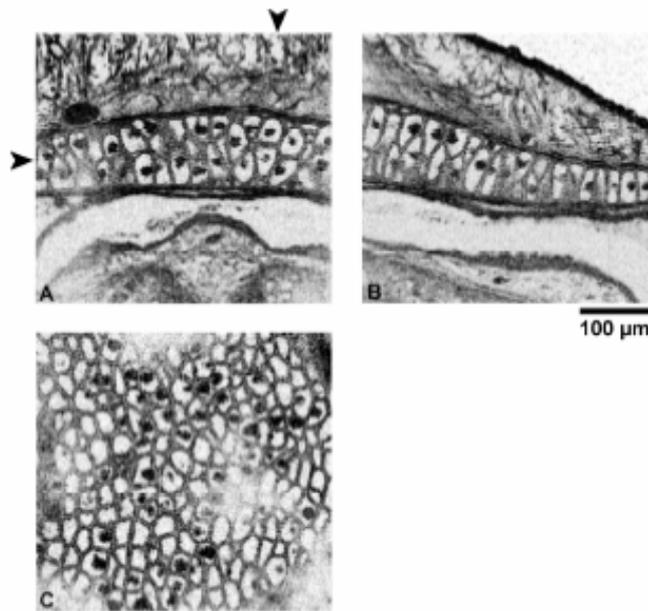


Figure 25. Coupes obtenues par tomographie par cohérence optique sur un têtard de grenouille. Les images A, B et C correspondent respectivement aux orientations XZ, YZ et XY. Les flèches sur l'image A indiquent les positions des coupes XY et YZ [22].

3. Techniques d'imagerie sélectionnant les photons multidiffusés

Si la profondeur de pénétration doit être importante (comme pour l'imagerie du cerveau ou du sein), les photons balistiques deviennent trop peu nombreux, on utilise alors les photons multidiffusés. Ceux-ci ne permettent pas de réaliser directement une image mais peuvent aider à reconstruire l'objet. En effet, les photons multidiffusés dans le milieu suivent des trajectoires complexes prévues par l'équation de diffusion, que l'on cherche alors à inverser pour reconstruire la structure de l'échantillon. La résolution spatiale est seulement de l'ordre du centimètre. Afin d'améliorer celle-ci, on peut marquer les photons par une onde acoustique [23]. La résolution est alors de l'ordre du millimètre.

Les techniques avec photons multidiffusés sont complexes car il faut maîtriser le parcours des photons dans le milieu afin de déterminer des modèles de diffusion et résoudre le problème inverse. Cela devient très difficile dans les milieux de structure complexe où la diffusion est mal maîtrisée. Ainsi ces techniques sont surtout utilisées pour obtenir l'image d'une surface à travers un milieu diffusant homogène (et non pour imager le milieu diffusant lui-même) ou pour localiser des zones précises présentant des propriétés différentes du milieu environnant, comme des tumeurs.

4. Choix d'une technique potentiellement transférable au papier : la tomographie par cohérence optique

La tomographie par cohérence optique (notée OCT, acronyme de *Optical Coherence Tomography*) paraît être la technique la plus prometteuse pour application sur les papiers. En effet, cette technique non destructive présente une résolution micrométrique et une profondeur d'imagerie importante grâce au marquage par interférométrie des photons balistiques. Elle donne ainsi de meilleurs résultats que la microscopie confocale en pénétrant plus loin dans les

tissus biologiques (Figure 26 et Figure 27). Elle pourrait ainsi pallier la limite de profondeur de la microscopie confocale appliquée aux papiers. De plus, la tomographie par cohérence optique peut être mise en œuvre avec des sources continues. Au contraire, la sélection temporelle demande des sources laser de pulsation très courte et cette technique risque de souffrir d'une faible profondeur d'imagerie au vu de la forte diffusion dans les papiers. Enfin, l'imagerie par photons multidiffusés ne présente pas la résolution micrométrique nécessaire et serait difficile à mettre en œuvre du fait de la structure complexe du papier et du manque de modèles précis de diffusion de la lumière (partie II.B.2 et annexe A).

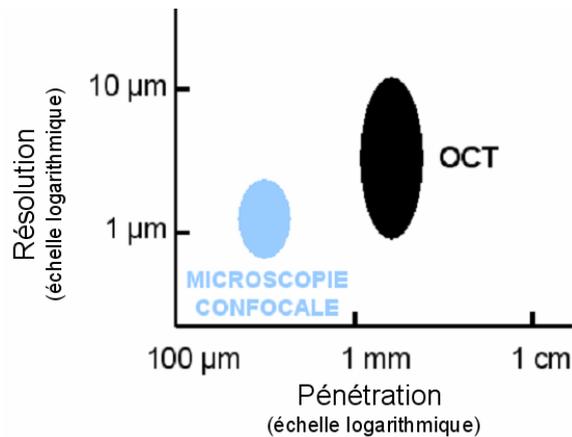


Figure 26. Résolution et profondeur d'imagerie en biologie pour la microscopie confocale et la tomographie par cohérence optique [24].

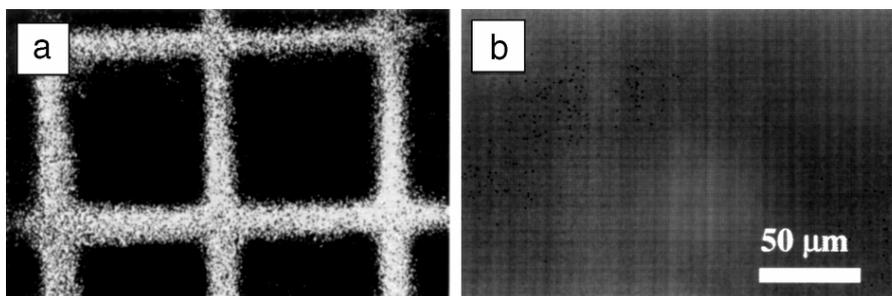


Figure 27. Comparaison dans un milieu diffusant de la tomographie par cohérence optique (a) et de la microscopie confocale (b). Une grille métallique est imagée à travers une suspension de sphères de polystyrène. Seule la tomographie par cohérence optique permet de détecter la grille [25].

Le travail de thèse s'est ainsi porté sur le transfert technologique de la tomographie par cohérence optique, du domaine biologique au secteur papetier. Au début de la thèse, cette technique est totalement nouvelle en papeterie et le défi est d'adapter la tomographie par cohérence optique au papier, qui présente ses propres caractéristiques optiques. La faisabilité de l'OCT appliquée au papier, l'optimisation de cette technique pour les propriétés de ce matériau, ses performances et limitations dans l'optique papetière, sont le cœur du travail de thèse.

Les techniques d'imagerie utilisées en biologie et répondant au cahier des charges pour l'analyse du papier (non destructive, résolution micrométrique) sont optiques. Une étude préliminaire sur les propriétés optiques du papier a été menée afin de conforter le choix de l'OCT.

B. Étude des propriétés optiques du papier pour valider le choix de la tomographie par cohérence optique

1. Propriétés optiques principales du papier

Les caractéristiques les plus importantes pour l'application de l'OCT sont l'interaction avec la lumière et la migration des photons dans le papier. Ces phénomènes sont représentés par des paramètres macroscopiques définis dans la suite.

Indice de réfraction du papier

L'indice complexe n du papier, dépendant de la longueur d'onde du rayonnement, décrit les propriétés optiques du milieu. Il se décompose en deux parties : $n = n' + in''$. La partie réelle n' représente l'indice de réfraction, utilisé notamment dans les lois de Snell-Descartes afin de déterminer la déviation de la lumière aux interfaces. Cet indice joue un grand rôle dans la propagation de la lumière et il caractérise la vitesse c de l'onde électromagnétique dans le papier, avec $c = \frac{c_0}{n'}$, où c_0 est la vitesse de la lumière dans le vide. La partie imaginaire n'' caractérise l'absorption du milieu.

L'indice de réfraction du papier est difficile à définir de façon unique à cause de la complexité de la structure du matériau. Il est composé de nombreux éléments de nature et d'indice différents. Le composant principal, la fibre de cellulose, a un indice de réfraction de 1,55. Les charges et pigments les plus communément rencontrés ont les indices de réfraction suivants [4, 26, 27] :

- kaolin : 1,56-1,57 ;
- talc : 1,57 ;
- gypse (sulfate de calcium) : 1,57 ;
- carbonate de calcium : 1,56 ;
- silice synthétique : 1,45-1,52 ;
- dioxyde de titane : entre 2,52 et 2,76.

Tous ces composants sont dans un réseau poreux d'air, d'indice de réfraction 1, comprenant également de l'eau (5% à 7%). Suivant la composition du papier (nature des constituants, quantité, densité), l'indice de réfraction d'un papier est fortement variable. Comme un papier est poreux, l'indice de réfraction moyen est en général inférieur à 1,55. En considérant un papier poreux à 30% et contenant 20% de charges, son indice de réfraction moyen est de l'ordre de 1,4. Cependant, il est à noter que cet indice varie dans l'épaisseur, les charges étant près de la surface et les pores au centre de la feuille.

On comprend bien l'intérêt d'utiliser en papeterie des charges de dioxyde de titane afin d'augmenter la blancheur et l'opacité du papier. En effet, la grande différence d'indice de réfraction entre les fibres et l'oxyde de titane (à la différence des autres charges) crée des interfaces fibres-charges qui diffusent beaucoup la lumière.

Libre parcours moyen de diffusion et coefficient de diffusion

Le libre parcours moyen de diffusion l_s représente la distance moyenne parcourue par un photon entre deux événements de diffusion^a. La diffusion a lieu aux interfaces des éléments d'indices de réfraction différents. On définit le coefficient de diffusion μ_s comme l'inverse

du libre parcours moyen : $\mu_s = \frac{1}{l_s}$.

Libre parcours moyen d'absorption et coefficient d'absorption

Le libre parcours moyen d'absorption l_a représente la distance moyenne parcourue par un photon avant qu'il ne soit absorbé par le milieu. On définit le coefficient d'absorption

μ_a comme l'inverse du libre parcours moyen : $\mu_a = \frac{1}{l_a}$. Les photons absorbés sont transformés en général en chaleur ou en radiations d'une autre fréquence par les molécules du milieu.

Atténuation d'un faisceau à la traversée d'un milieu

Dans un milieu purement absorbant, la variation d'intensité à la traversée d'une couche d'épaisseur dx d'un faisceau collimaté vaut $dI = -\mu_a I dx$, d'où $\frac{dI}{I} = -\mu_a dx$. Après intégration, on obtient l'intensité du faisceau dans le milieu en fonction de l'intensité incidente I_0 sur le milieu : $I(x) = I_0 \exp(-\mu_a x)$.

Pour un milieu purement diffusant, l'intensité d'un faisceau collimaté transmise sans être diffusée est atténuée suivant la loi exponentielle : $I(x) = I_0 \exp(-\mu_s x)$. Cela correspond à l'amortissement exponentiel des photons balistiques dans un milieu diffusant.

Coefficient d'extinction total

L'atténuation totale des photons balistiques à la traversée d'un milieu absorbant et diffusant est caractérisée par l'intensité $I(x) = I_0 \exp(-\mu_{total} x)$ où $\mu_{total} = \mu_s + \mu_a$. Cette équation traduit la transmission des photons balistiques à la traversée d'un milieu par un faisceau collimaté. Elle n'indique cependant pas l'intensité réelle au point x car elle ne prend pas en compte les photons arrivant au point x qui auraient été diffusés dans d'autres directions.

Fonction de phase et coefficient d'anisotropie

La fonction de phase $p(\vec{u}, \vec{u}')$ indique la probabilité qu'un photon incident selon la direction \vec{u} soit diffusé dans la direction \vec{u}' (Figure 28). La fonction de phase est normalisée sur l'espace : $\int_{\vec{u}'} \frac{p(\vec{u}, \vec{u}')}{4\pi} d\Omega = 1$ avec $d\Omega$ l'élément d'angle solide dans la direction du vecteur \vec{u}' .

^a L'indice s , utilisé couramment pour les variables de diffusion, correspond au terme anglais *scattering*, traduction de diffusion.

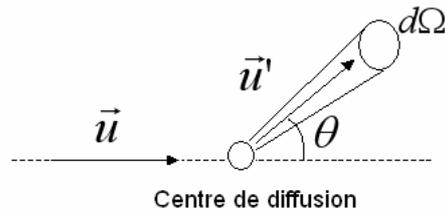


Figure 28. La fonction de phase est la probabilité pour un photon incident suivant la direction \vec{u} d'être diffusé dans la direction \vec{u}' .

Le coefficient d'anisotropie g représente la valeur moyenne du cosinus de l'angle de rétrodiffusion θ du photon (moyenne des projections des directions de diffusion sur la direction incidente) : $g = \langle \cos \theta \rangle$, soit $g = \int \frac{p(\vec{u}, \vec{u}')}{4\pi} (\vec{u} \cdot \vec{u}') d\Omega$ où le produit scalaire $(\vec{u} \cdot \vec{u}')$ est égal à $\cos \theta$.

Pour une diffusion isotrope, la fonction de phase est constante égale à 1, le coefficient d'anisotropie est nul. Ce dernier tend vers 1 pour une diffusion unidirectionnelle (Figure 29).

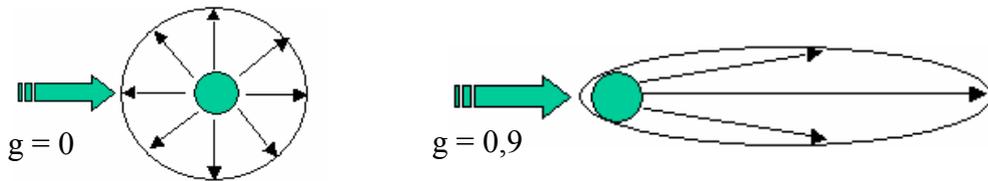


Figure 29. Exemples de figures de diffusion pour deux coefficients d'anisotropie $g = 0$ (diffusion isotrope) et $g = 0,9$ (diffusion vers l'avant).

Libre parcours de transport

Le libre parcours de transport l_{tr} correspond à la distance parcourue par le photon avant de perdre la mémoire de sa direction initiale (Figure 30). Il s'agit donc de la profondeur à laquelle la diffusion et la luminance peuvent être considérées comme isotropes.

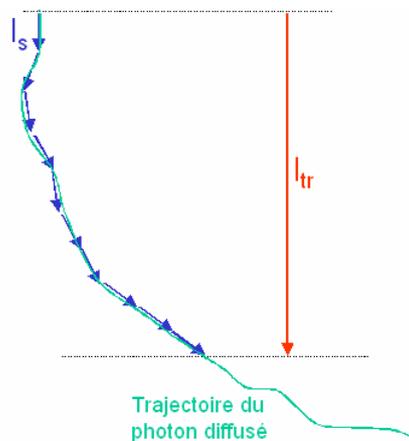


Figure 30. Diffusion anisotrope de libre parcours moyen l_s et diffusion isotrope de libre parcours de transport l_{tr}

Le libre parcours de transport est relié au coefficient d'anisotropie par la relation $l_{tr} = \frac{l_s}{1-g}$.

En effet, le libre parcours de transport se calcule par la moyenne de la somme des projections des parcours dus aux diffusions successives (Figure 31) :

$$l_{tr} = \langle l_s + l_s \cos \theta_1 + l_s \cos \theta_2 + \dots \rangle, \text{ soit } l_{tr} = l_s + l_s \langle \cos \theta_1 \rangle + l_s \langle \cos \theta_2 \rangle + \dots$$

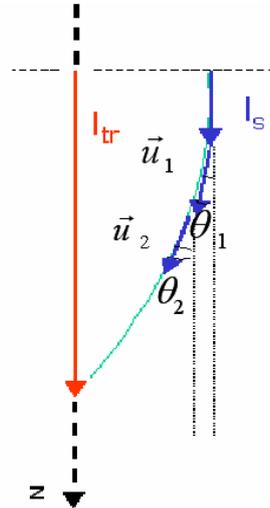


Figure 31. Calcul du libre parcours de transport l_{tr} par projection des diffusions successives de libre parcours l_s .

Or $\langle \cos \theta_1 \rangle = g$ par définition du coefficient d'anisotropie et $\langle \cos \theta_1 \rangle = \langle \vec{u}_1 \cdot \vec{u}_z \rangle = \langle \vec{u}_1 \rangle \cdot \vec{u}_z$.

D'où $\langle \vec{u}_1 \rangle = g \vec{u}_z$. De plus, $\langle \cos \theta_2 \rangle = \langle \vec{u}_2 \cdot \vec{u}_z \rangle = \langle \vec{u}_2 \rangle \cdot \vec{u}_z = g \langle \vec{u}_1 \rangle \cdot \vec{u}_z = g^2$ car $\langle \vec{u}_n \rangle = g \langle \vec{u}_{n-1} \rangle$.

$$\text{Ainsi } l_{tr} = l_s + l_s \langle \cos \theta_1 \rangle + l_s \langle \cos \theta_2 \rangle + \dots = l_s (1 + g + g^2 + g^3 + \dots) = \frac{l_s}{1-g}$$

L'inverse du libre parcours de transport μ'_s est appelé coefficient de diffusion réduit :

$$\mu'_s = \frac{1}{l_{tr}} = \mu_s (1-g).$$

Spectre d'absorbance du papier

Les réponses spectrales de différents papiers ont été mesurées avec deux spectromètres couvrant les bandes de longueurs d'onde de 450 nm à 900 nm et de 1100 nm à 2200 nm (*Ocean Optics USB2000* et *Control Development NIR-256L-2.2T2*).

Afin d'obtenir le spectre d'absorbance^a d'un papier, deux réponses spectrales sont préalablement acquises :

- le signal d'obscurité *Snoir*, correspondant au bruit propre du détecteur ;
- le signal dit de référence *Sréf*, acquis avec un diffuseur étalon de réponse uniforme sur les gammes de longueurs d'onde considérées, correspondant à la réponse spectrale propre aux spectromètres et à la source.

^a L'absorbance, capacité d'un milieu à absorber la lumière, est définie par le rapport logarithmique entre les flux transmis et incident.

L'absorbance du papier est obtenue par :

$$A(\lambda) = -\log\left(\frac{Spap - S_{noir}}{Sréf - S_{noir}}\right), \text{ où } Spap \text{ est la mesure brute effectuée sur l'échantillon.}$$

Des mesures ont été effectuées sur des papiers impression/écriture de différents grammages, avec ou sans charges, couchés ou non, ainsi que sur un filtre (non-tissé). Tous les papiers présentent trois bandes d'absorption, situées dans le domaine du proche infrarouge (Figure 32) :

- Les deux premières bandes, autour de 1490 nm et de 1940 nm, correspondent à l'absorption de l'eau.
- La troisième bande, autour de 2100 nm, correspond à différents composés du papier, comme la cellulose, la lignine et l'amidon.

Entre 0,45 μm et 0,9 μm , le spectre d'absorbance est relativement plat. Les faibles variations sont propres à chaque papier. Une étude plus détaillée pour le visible entre 400 nm et 700 nm est menée partie II.B.3 à l'aide d'un réflectomètre, appareil mesurant le coefficient de réflexion.

Des mesures pour le domaine de longueurs d'onde entre 0,9 μm et 1,1 μm sont actuellement en cours (Figure 33).

Le papier présente ainsi une faible absorbance dans le domaine visible et proche infrarouge jusqu'à 1350 nm. Il ne faut donc pas travailler au-delà de cette valeur.

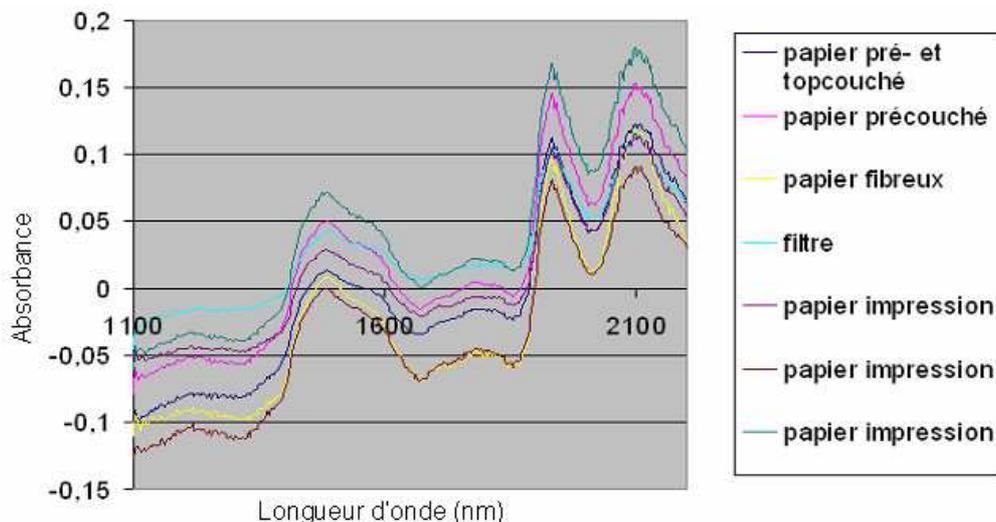


Figure 32. Courbes d'absorbance pour différents papiers entre 1,1 μm et 2,1 μm . Les papiers présentent trois bandes d'absorption, deux pour l'eau et une pour la cellulose.

Expérience en cours

Figure 33. Absorbance d'un papier entre 0,9 μm et 1,1 μm

2. Modèles de diffusion de la lumière dans le papier

La propagation de la lumière dans le papier est très complexe, à cause de l'hétérogénéité du papier et des variations de diffusion et d'absorption des différents composants. Il n'existe pas de modèle exact de la propagation de la lumière dans le papier. Celle-ci est traitée avec des hypothèses simplificatrices, plus ou moins contraignantes suivant les théories. De nombreux modèles ont été développés pour estimer les coefficients d'absorption et de diffusion d'une feuille de papier (Annexe A).

En papeterie, le modèle de diffusion le plus utilisé pour décrire les propriétés optiques est celui de Kubelka-Munk [28]. A l'origine, ce modèle a été construit pour décrire une couche de peinture sur une surface, puis appliqué au domaine papetier. Il part du principe que l'interaction entre le matériau et la lumière diffuse peut être décrite par des coefficients phénoménologiques spécifiques d'absorption K et de rétrodiffusion S . Il permet de déterminer ces coefficients par des mesures expérimentales de coefficients de réflexion, définis par le rapport de l'intensité réfléchie sur l'intensité incidente. Ainsi une feuille de papier est caractérisée par deux paramètres :

- l'albédo^a sur fond noir R_0 , correspondant à la réflexion d'une seule feuille posée sur un fond noir ;
- le facteur de réflexion diffuse R_∞ , correspondant à la réflexion d'une pile de feuilles.

La théorie de Kubelka-Munk est utilisée pour transformer R_0 et R_∞ en coefficients de diffusion S et d'absorption K de la lumière dans le papier. Afin de déterminer les relations entre ces quatre valeurs, la propagation de la lumière est simplifiée à une dimension et modélisée par deux flux contre-propagatifs, l'un transmis et l'autre rétrodiffusé. Un simple bilan sur les flux d'intensité transmis et réfléchi permet d'établir les relations de passage. Ce modèle est basé sur des hypothèses fortes :

- matériau diffusant et absorbant la lumière, homogène et continu, dans lequel sont distribuées aléatoirement des particules ;
- particules beaucoup plus petites que l'épaisseur de l'échantillon considéré ;
- réflexion spéculaire à la surface non prise en compte ;
- lumière monochromatique (le modèle ne tient pas compte de la longueur d'onde).

Les coefficients K et S sont déterminés à partir de R_0 et R_∞ , mesurés expérimentalement grâce à un réflectomètre, par (Annexe A) :

$$S = \frac{1}{z_0} \frac{1}{\frac{1}{R_\infty} - R_\infty} \ln \left(\frac{1 - R_0 R_\infty}{1 - \frac{R_0}{R_\infty}} \right) \text{ et } K = \frac{1}{2z_0} \frac{1 - R_\infty}{1 + R_\infty} \ln \left(\frac{1 - R_0 R_\infty}{1 - \frac{R_0}{R_\infty}} \right) \quad (1)$$

où z_0 est l'épaisseur de la feuille.

Ce modèle ne prend ainsi pas en compte les effets liés à une structure fibreuse, non plus que la diffusion non isotrope des particules. De plus, l'absorption et la diffusion ne sont pas découplées. La théorie de Kubelka-Munk est limitée à des matériaux optiquement épais, dans lequel se produit de la diffusion multiple et où la lumière transmise est faible.

^a L'albédo ou facteur de réflexion est défini comme le rapport de l'intensité réfléchie sur l'intensité incidente.

Malgré ses limites, la théorie de Kubelka-Munk est importante dans le domaine papetier car elle donne des résultats satisfaisants pour les besoins des papetiers, qui s'en servent principalement comme outil de comparaison (moyen de détecter par exemple les changements de structure). De plus, elle a le mérite d'être simple à mettre en œuvre et les résultats obtenus sont faciles à exploiter. Enfin, elle fait l'objet d'une norme internationale (norme ISO 9416:1998 Papier - Détermination des coefficients de diffusion et d'absorption de la lumière) et les valeurs K et S sont délivrées par les appareils commerciaux.

Un second modèle est également admis. Afin de découpler les coefficients phénoménologiques K et S , pour calculer les coefficients indépendants intrinsèques d'absorption μ_a et de diffusion μ_s , J. Silvy a développé une théorie dans le cadre de l'approximation de diffusion, d'un point de vue corpusculaire [29]. Dans le cadre de cette théorie adaptée à un milieu fortement rétrodiffusant ($R_\infty \rightarrow 1$), les relations de passage sont (Annexe A) :

$$\mu_s = \frac{1}{3z_0} \left(\frac{1+R_\infty}{1-R_\infty} \right) \ln \left(\frac{1-R_\infty R_0}{1-\frac{R_0}{R_\infty}} \right) \quad \text{et} \quad \mu_a = \frac{1}{4z_0} \left(\frac{1-R_\infty}{1+R_\infty} \right) \ln \left(\frac{1-R_\infty R_0}{1-\frac{R_0}{R_\infty}} \right) \quad (2)$$

où z_0 est l'épaisseur de la feuille.

Les liens avec les coefficients K et S de la théorie de Kubelka-Munk sont : $S = \frac{3}{4} \mu_s - \mu_a$ et $K = 2\mu_a$. Dans les papiers, l'absorption de la lumière visible et infra-rouge est beaucoup plus faible que la diffusion. On a $\mu_a \ll \mu_s$, d'où $S \approx \frac{3}{4} \mu_s$.

3. Mesure expérimentale des libres parcours moyens d'absorption et de réflexion dans le papier

Les mesures expérimentales des facteurs de réflexion diffuse R_∞ et sur fond noir R_0 s'effectuent grâce à un réflectomètre. Ces mesures sont normalisées suivant des normes internationales (spécifications de la procédure, des caractéristiques spectrales de la lumière incidente, de la géométrie et de l'étalonnage des instruments, en particulier pour l'éclairage et la détection de la lumière). Elles se font avec un éclairage diffus et un angle de détection normal.

Des mesures de facteurs de réflexion pour différents types de papier ont pu être effectuées sur le spectromètre *Color Touch (Technidyne)* du CTP et les libres parcours moyens de diffusion et d'absorption ont été déterminés par la théorie de l'approximation de diffusion (Tableau 2).

Le facteur de réflexion diffuse R_∞ est mesuré en ajoutant des feuilles à une pile de papier jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de changement dans l'intensité de la lumière réfléchie. L'albédo sur fond noir R_0 est déterminé en mesurant la quantité de lumière réfléchie par une seule feuille sur un fond noir qui absorbe toute la lumière transmise.

Remarque 1. La mesure de ces deux coefficients à 500 nm permet de déterminer l'opacité, égale au rapport $\frac{R_0}{R_\infty}$ pour cette longueur d'onde. L'opacité caractérise l'aptitude d'une seule feuille à cacher le fond. Cette notion est importante en papeterie car elle définit l'aptitude du papier à cacher du texte ou des images sur la face arrière d'un imprimé.

Remarque 2. La valeur particulière de R_∞ mesurée à la longueur d'onde de 457 nm est appelée dans le langage papetier la blancheur ISO du papier. Typiquement pour un papier impression/écriture, la blancheur est dans la gamme 70%-95% et l'opacité supérieure à 90%.

Le spectre est balayé de 420 nm à 700 nm, avec une mesure tous les 10 nm. Le tableau suivant (Tableau 2) donne les valeurs des libres parcours de diffusion et d'absorption moyennés sur tout le spectre, ainsi que l'épaisseur de la feuille.

Échantillon	$\bar{l}_s = 1/\mu_s$ (μm)	$\bar{l}_a = 1/\mu_a$ (mm)	Épaisseur (μm)
Papier triple couche	11,5	1,9	135
Papier pré- et topcouché	13,1	5,9	240
Papier précouché	17,6	4,2	240
Filtre non-tissé	84,5	4,7	80
Papier impression 1 (grammage 100g/m ²)	19,0	3,4	130
Papier impression 2 (grammage 80g/m ²)	26,6	0,4	110

Tableau 2. Libres parcours de diffusion \bar{l}_s et d'absorption \bar{l}_a de différents papiers, calculés avec le modèle de J. Silvy à partir de mesures expérimentales sur réflectomètre.

Dans tous les papiers, la diffusion est le phénomène dominant. L'absorption est négligeable pour la gamme de longueurs d'onde considérée. Les papiers poreux, comme le filtre, sont peu diffusants en comparaison des autres papiers et présentent un libre parcours moyen de diffusion de l'ordre de 80 μm . Celui des papiers impression/écriture est de l'ordre de 20 μm . Plus le papier est couché, plus il diffuse, pour atteindre des parcours de l'ordre de la dizaine de microns. En règle générale, les coefficients de diffusion et d'absorption diminuent avec la longueur d'onde entre 0,4 μm et 0,7 μm . Il vaut donc mieux se rapprocher du proche infrarouge afin de minimiser diffusion et absorption (sans toutefois travailler au-delà de 1,3 μm car l'absorption devient alors prépondérante).

En comparaison, le libre parcours moyen de diffusion des tissus biologiques est typiquement de l'ordre de 50 μm (dans le proche infrarouge, entre 0,7 μm et 1 μm , correspondant à la fenêtre thérapeutique où l'absorption est minimale). Le libre parcours d'absorption des tissus biologiques est de l'ordre du millimètre.

En conclusion, le papier présente une structure avec des indices de réfraction différents (pores à 1 et fibres de cellulose à 1,55), il est donc a priori possible d'imager le réseau fibreux avec l'OCT. Cette technique est en effet basée sur le contraste optique, détectant les réflexions aux interfaces des milieux d'indices de réfraction différents. Cependant, les charges seront difficiles à imager car leur taille est à la limite de résolution des systèmes d'OCT (de l'ordre ou inférieure au micron).

Les méthodes optiques représentent cependant un défi car le papier est un matériau très diffusant, plus que les tissus biologiques. Il ne sera pas possible de descendre à la même profondeur qu'en biologie. Cependant les épaisseurs pour le papier sont plus faibles. Après 260 μm , correspondant à une feuille de papier traversée deux fois (imagerie en réflexion), la transmission des photons balistiques dans un papier impression de grammage moyen vaut

$$\frac{I}{I_0} = \exp(-\mu_s x) = \exp(-260/19,0) = 1.10^{-6}. \text{ La sensibilité de détection du montage, définie}$$

par $10 \log\left(\frac{I}{I_0}\right)$, devra donc être au moins égale à 60 dB. Cette valeur est du même ordre de

grandeur que les sensibilités atteintes avec l'OCT (typiquement de 70 dB à 110 dB avec des lasers femtosecondes). Cette technique paraît donc un bon choix pour l'imagerie du papier. Seuls les papiers épais ou fortement diffusants ne pourront a priori pas être imagés en entier.

C. La tomographie par cohérence optique

1. L'interférométrie, base de la tomographie par cohérence optique

Interférométrie en lumière monochromatique

Le champ électrique E d'une onde lumineuse monochromatique en notation complexe est donné par :

$$E = A \exp(j(\Phi - 2\pi\nu_0 t)) \quad (3)$$

où A est l'amplitude, Φ la phase et ν_0 la fréquence de l'onde.

Dans le cas d'ondes lumineuses de même polarisation ou de directions de propagation voisines, le caractère vectoriel des champs peut être ignoré et l'approximation scalaire est valable. Lorsque deux ondes de même fréquence ν_0 se superposent, alors leurs champs s'ajoutent. Le champ total résultant vaut donc :

$$E_{total} = E_1 + E_2 = [A_1 \exp(j\Phi_1) + A_2 \exp(j\Phi_2)] \exp(-j2\pi\nu_0 t) \quad (4)$$

En optique, les détecteurs sont sensibles à la puissance rayonnée de l'onde lumineuse, proportionnelle au module carré du champ électrique. De plus, leur temps d'intégration est bien plus long que la période de l'onde lumineuse. Le signal est donc moyenné sur un grand nombre de périodes. Ainsi le détecteur est sensible à l'intensité I définie par :

$$I = \langle |E_{total}|^2 \rangle \quad (5)$$

où $\langle \rangle$ est la moyenne temporelle sur le temps d'intégration du détecteur.

Le signal détecté vaut ainsi :

$$I = \langle E_{total} \cdot E_{total}^* \rangle = \langle (E_1 + E_2)(E_1 + E_2)^* \rangle = \langle |E_1|^2 \rangle + \langle |E_2|^2 \rangle + \langle 2 \text{Re}(E_1^* \cdot E_2) \rangle \quad (6)$$

où $*$ représente le complexe conjugué et $\text{Re}(\)$ la partie réelle d'un nombre complexe.

L'intensité détectée est donc de la forme suivante :

$$I = |A_1|^2 + |A_2|^2 + 2 \operatorname{Re}(A_1^* \cdot A_2 \exp(j(\Phi_2 - \Phi_1))) \quad (7)$$

En posant $I_1 = |A_1|^2$ et $I_2 = |A_2|^2$, l'intensité détectée I vaut :

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 \cdot I_2} \cos(\Phi_2 - \Phi_1) \quad (8)$$

Les deux premiers termes I_1 et I_2 sont les intensités lumineuses de chacune des deux ondes séparément. L'éclairement résultant de leur superposition n'est donc pas uniquement la somme de leur contribution. Le dernier terme, mixte, mesure la corrélation entre les deux ondes. Il contient la modulation de l'intensité, correspondant à un phénomène d'interférence proportionnel à la corrélation entre les deux champs. Ainsi, lorsque les deux faisceaux sont superposés, ils se combinent et interfèrent pour créer une figure d'interférence, différente de la simple somme des intensités des deux faisceaux.

La figure d'interférence I , obtenue par superposition des deux ondes, est directement reliée à la différence $\Phi_2 - \Phi_1$ entre les phases des deux ondes. Le tracé de I en fonction de $\Phi_2 - \Phi_1$ est appelée interférogramme (Figure 34).

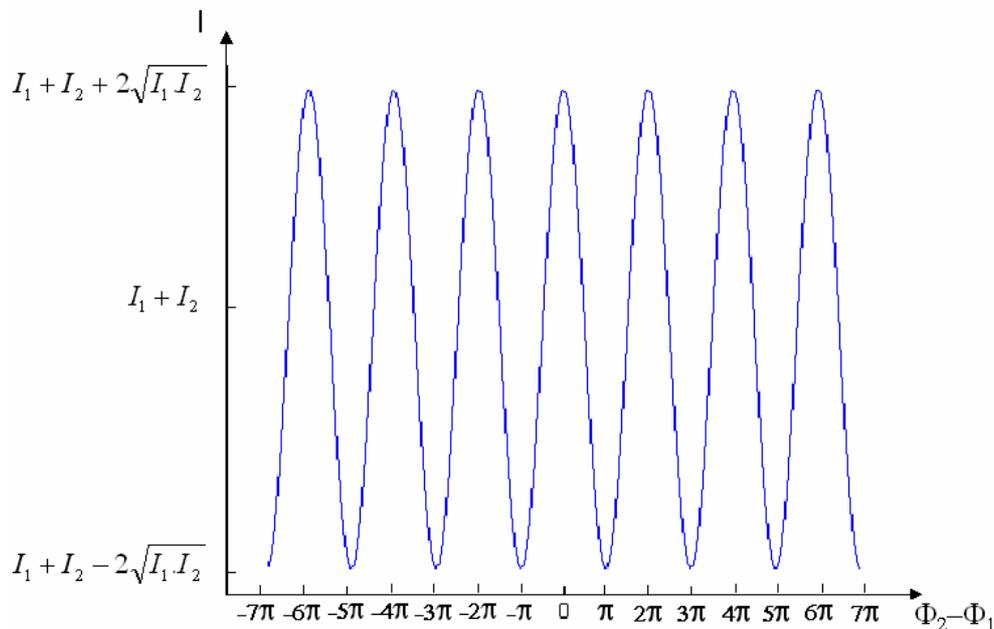


Figure 34. Interférogramme en lumière monochromatique. L'intensité résultant de la superposition de deux ondes est fonction de la différence de leurs phases.

Pour une onde plane se propageant dans la direction suivant z , la phase en un point de l'espace vaut :

$$\Phi = \frac{2\pi}{\lambda_0} z + \varphi_0 \quad (9)$$

où $\lambda_0 = \frac{c}{\nu_0}$ est la longueur d'onde (avec c la vitesse de la lumière et ν_0 la fréquence de l'onde), z la distance qu'a parcourue l'onde pour atteindre ce point et φ_0 la phase à l'origine de l'onde.

Dans un montage interférométrique, les deux ondes planes, se propageant dans la même direction suivant z , sont issues de la même source. Elles ont donc la même phase à l'origine φ_0 . La différence entre les deux phases vaut ainsi :

$$\Phi_2 - \Phi_1 = \frac{2\pi}{\lambda_0} (z_2 - z_1) \quad (10)$$

Le terme $z_2 - z_1$ est appelé différence de marche et se note usuellement δ . L'intensité détectée vaut donc en fonction de la différence de marche δ :

$$I(\delta) = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 \cdot I_2} \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda_0} \delta\right) \quad (11)$$

Les franges d'interférence en lumière monochromatique sont visibles pour n'importe quelle différence de marche (périodicité du cosinus). La période des franges, l'interfrange, est directement liée à la longueur d'onde de la source et vaut $i = \frac{2\pi}{\lambda_0}$ (Figure 35).

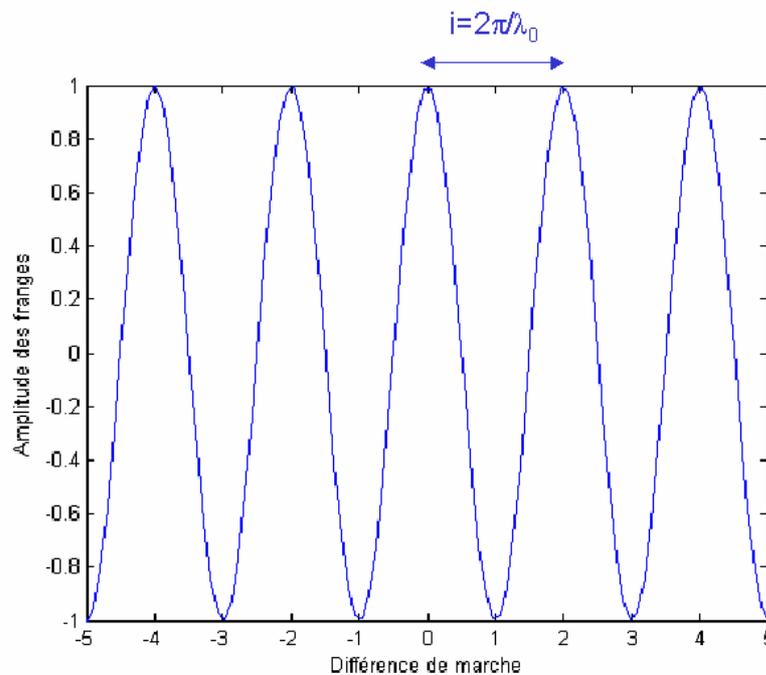


Figure 35. Interférogramme obtenu avec une source monochromatique de longueur d'onde λ_0 .

Interférométrie en lumière polychromatique

L'OCT utilise des sources polychromatiques de bande spectrale large. Lorsque la source n'est pas monochromatique, chaque longueur d'onde du spectre va créer son propre interférogramme avec un interfrange différent (Figure 36).

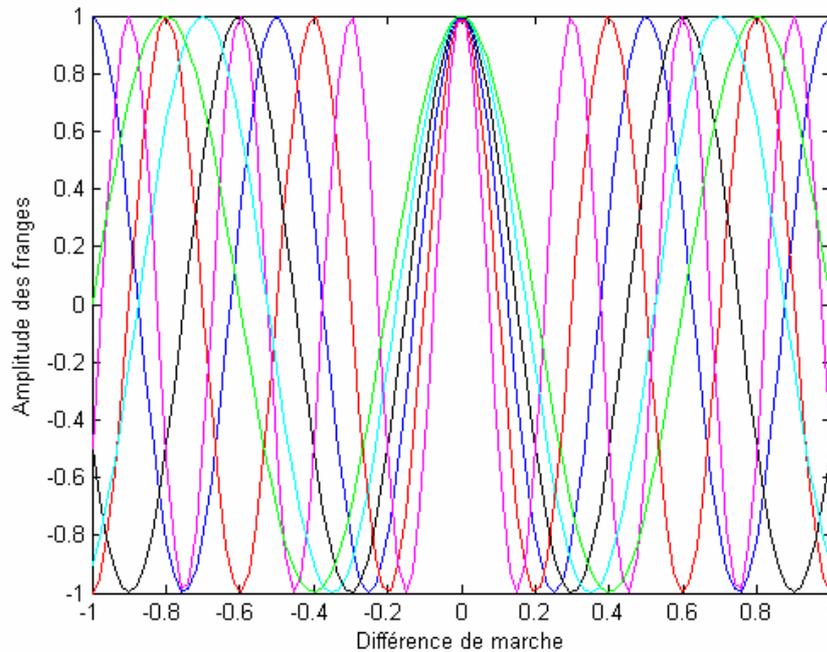


Figure 36. Superposition des interférogrammes pour six longueurs d'onde différentes.

La superposition de ces interférogrammes entraîne un phénomène d'interférence constructif pour une différence de marche nulle, puis un brouillage des franges au fur et à mesure que la différence de marche augmente. Ainsi, plus la source aura une large bande spectrale, plus la différence de marche devra être faible pour visualiser des interférences. En lumière blanche, l'interférogramme présente des couleurs appelées teintes de Newton, résultant de la combinaison des interférences constructives et destructrices de toutes les longueurs d'onde du spectre (Figure 37).

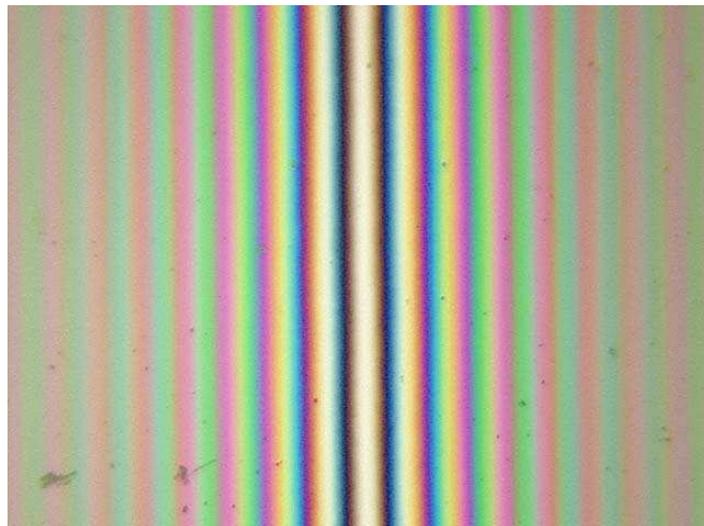


Figure 37. Teintes de Newton obtenues en interférométrie en lumière blanche, résultant de la superposition des interférogrammes pour chaque longueur d'onde.

L'interférogramme en lumière polychromatique est obtenu en intégrant l'intensité en lumière monochromatique (équation 11) sur tout le spectre de la source $S_{source}(\nu)$:

$$I(\delta) = \int_{-\infty}^{+\infty} \left(I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 \cdot I_2} \cos\left(\frac{2\pi\delta}{c}\nu\right) \right) \cdot S_{source}(\nu) d\nu \quad (12)$$

Les deux premiers termes de l'interférogramme en lumière polychromatique sont des constantes proportionnelles à I_1 et I_2 car le spectre est fini (son intégrale est donc constante) :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} I_1 S_{source}(\nu) d\nu \propto I_1 \text{ et } \int_{-\infty}^{+\infty} I_2 S_{source}(\nu) d\nu \propto I_2 \quad (13)$$

Le terme d'interférence vaut :

$$A = \int_{-\infty}^{+\infty} 2\sqrt{I_1 \cdot I_2} \cos\left(\frac{2\pi\delta}{c}\nu\right) \cdot S_{source}(\nu) d\nu \quad (14)$$

En remplaçant le cosinus par sa notation en exponentielles complexes, l'intégration précédente revient mathématiquement à réaliser la transformée de Fourier du spectre :

$$A = \int_{-\infty}^{+\infty} 2\sqrt{I_1 \cdot I_2} \frac{\exp\left(i\frac{2\pi\delta}{c}\nu\right) + \exp\left(-i\frac{2\pi\delta}{c}\nu\right)}{2} \cdot S_{source}(\nu) d\nu \quad (15)$$

$$A = \int_{-\infty}^{+\infty} \sqrt{I_1 \cdot I_2} \exp\left(i2\pi\frac{\delta}{c}\nu\right) \cdot S_{source}(\nu) d\nu + \int_{-\infty}^{+\infty} \sqrt{I_1 \cdot I_2} \exp\left(-i2\pi\frac{\delta}{c}\nu\right) \cdot S_{source}(\nu) d\nu \quad (16)$$

Posons $A = A_1 + A_2$. Par définition, le second terme A_2 est proportionnel à la transformée de Fourier du spectre de la source (au point $\frac{\delta}{c}$) :

$$A_2 = \sqrt{I_1 \cdot I_2} \cdot TF[S_{source}(\nu)] \quad (17)$$

Pour faire apparaître la transformée de Fourier dans le premier terme A_1 , prenons deux fois sa conjugaison, le symbole $*$ représentant le complexe conjugué.

$$A_1 = \left(\left(\int_{-\infty}^{+\infty} \sqrt{I_1 \cdot I_2} \exp\left(i2\pi\frac{\delta}{c}\nu\right) \cdot S_{source}(\nu) d\nu \right)^* \right)^* \quad (18)$$

Comme le spectre de la source $S_{source}(\nu)$ est réel, le premier terme A_1 vaut :

$$A_1 = \sqrt{I_1 \cdot I_2} \left(\int_{-\infty}^{+\infty} \exp\left(-i2\pi\frac{\delta}{c}\nu\right) \cdot S_{source}(\nu) d\nu \right)^* \quad (19)$$

Ainsi le terme A_1 est proportionnel au conjugué de la transformée de Fourier du spectre de la source :

$$A_1 = \sqrt{I_1 \cdot I_2} \left(TF[S_{source}(\nu)] \right)^* \quad (20)$$

Donc le terme d'interférence vaut :

$$A = A_1 + A_2 = \sqrt{I_1 \cdot I_2} \left(TF[S_{source}(\nu)]^* + TF[S_{source}(\nu)] \right) \quad (21)$$

Par propriété des nombres complexes, le terme d'interférence est égal à :

$$A = \sqrt{I_1 \cdot I_2} 2 \operatorname{Re} \left(TF[S_{source}(\nu)] \right) \quad (22)$$

Le terme d'interférence est donc directement relié à la transformée de Fourier du spectre (ce résultat peut également se retrouver en utilisant le théorème de Wiener-Kinchin annexe C). L'intensité détectée dépend donc de la forme et de la largeur du spectre de la source utilisée, qui sont deux paramètres importants en OCT.

Considérons maintenant une source de spectre gaussien. Sa densité spectrale de puissance $S_{source}(\nu)$ est de la forme :

$$S_{source}(\nu) \propto \exp \left(- \left(2\sqrt{\ln 2} \frac{\nu - \nu_0}{\Delta\nu} \right)^2 \right) \quad (23)$$

avec $\Delta\nu$ la largeur spectrale totale à mi-hauteur et ν_0 la fréquence centrale du spectre.

Dans le cas d'une source gaussienne, l'interférogramme I en fonction de la différence de marche δ vaut donc à une constante près :

$$I(\delta) = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} |\gamma| \cos \left(2\pi\nu_0 \frac{\delta}{c} \right) \quad (24)$$

avec $|\gamma| = \exp \left(- \frac{\pi^2 \Delta\nu^2}{4 \ln 2} \frac{\delta^2}{c^2} \right)$.

Les franges d'interférence varient toujours en cosinus de la différence de marche δ comme dans le cas d'une source monochromatique, mais celles-ci sont de plus modulées par une enveloppe $|\gamma|$ qui ne dépend que de la source utilisée et de la différence de marche.

On définit la longueur de cohérence L_c d'une source gaussienne par la largeur totale à mi-hauteur de l'enveloppe $|\gamma|$:

$$L_c = \frac{4 \ln 2 c}{\pi \Delta\nu} = \frac{4 \ln 2}{\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta\lambda} \quad (25)$$

avec $\lambda_0 = \frac{c}{\nu_0}$ la longueur d'onde centrale et $\Delta\lambda = \lambda_0^2 \frac{\Delta\nu}{c}$ la bande spectrale d'émission.

L'interférogramme présente ainsi des franges multipliées à une enveloppe, dont la largeur à mi-hauteur est égale à la longueur de cohérence de la source (Figure 38). Lorsque la source a une grande largeur spectrale $\Delta\nu$, l'enveloppe des franges est étroite. L'amplitude du terme d'interférence diminue très vite avec la différence de marche entre les deux bras de l'interféromètre. Ainsi plus la bande spectrale est large, plus courte est la distance sur laquelle sont visibles les franges autour de la différence de marche nulle. On parle d'interférométrie à faible cohérence temporelle.

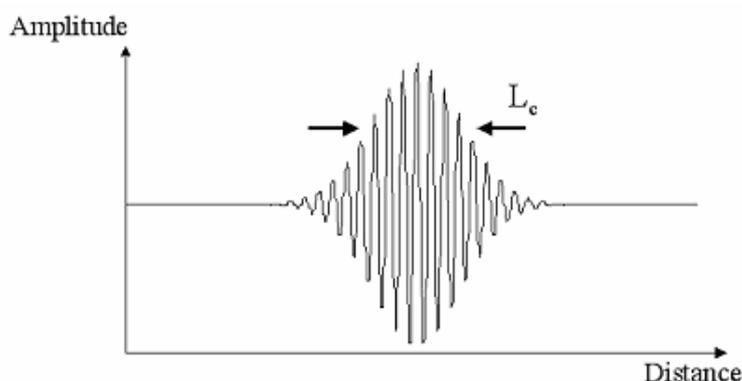


Figure 38. Interférogramme en faible cohérence temporelle. La largeur à mi-hauteur de l'enveloppe des franges est égale à la longueur de cohérence de la source L_c .

2. Principe de la tomographie par cohérence optique

La tomographie par cohérence optique est une technique d'imagerie mise au point en 1991 pour le domaine biologique à l'institut de technologie de Massachusetts (MIT) [30]. Basée sur l'interférométrie à faible cohérence temporelle, elle permet d'acquérir des images en coupes à l'intérieur de milieux diffusants et de reconstruire ainsi leur structure tridimensionnelle. L'imagerie des échantillons se fait sans contact avec le milieu, de façon non intrusive et non destructive. Elle est basée sur le même principe que l'échographie en remplaçant les ultrasons par de la lumière : l'échantillon est illuminé et les échos qui reviennent sont enregistrés. Ces « échos » sont créés par les réflexions ou les rétrodiffusions de la lumière incidente par les structures de l'objet. La tomographie par cohérence optique est ainsi basée sur le contraste optique donné par les inhomogénéités d'indices de réfraction des différents éléments du milieu. Le principe de l'OCT est donc d'éliminer les photons multidiffusés et de détecter les photons balistiques, qui sont rétro réfléchis par les structures et qui ne subissent aucune diffusion dans le milieu. Ces photons permettent de faire une image au sens classique du terme (comme lorsque l'on regarde son image réfléchie dans un miroir).

L'OCT mesure l'amplitude de la lumière rétrodiffusée par les structures internes de l'échantillon à une profondeur donnée. Cependant, la vitesse de la lumière étant bien supérieure à celle du son, le temps de parcours est trop rapide pour être mesuré directement comme pour l'échographie. Pour détecter les photons balistiques, on a alors recours à une mesure par corrélation grâce à un montage interférométrique. L'OCT est basée sur l'interférométrie à faible cohérence temporelle qui permet d'obtenir une grande résolution axiale dans la profondeur de l'échantillon, grâce à l'enveloppe étroite des franges d'interférence.

Le schéma de principe d'un montage d'OCT basé sur un interféromètre de Michelson est présenté Figure 39. Ce montage est composé de deux bras : le premier contient le milieu diffusant à imager et le second contient un miroir de référence. Les longueurs optiques des bras L_{ref} et L_{ech} sont définies respectivement par les distances lame/miroir d'une part et lame/structure d'autre part, multipliées par les indices de réfraction des milieux traversés. La différence de marche, modulant les franges, est égale à la différence optique entre les deux bras de l'interféromètre $L_{ref} - L_{ech}$. Le faisceau issu d'une source à faible cohérence temporelle est divisé par une lame séparatrice vers les deux bras de l'interféromètre. Un détecteur (en général une photodiode) est placé en sortie.

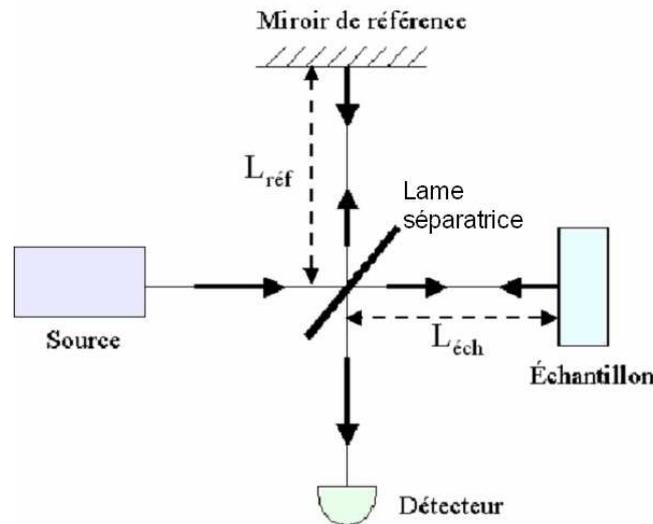


Figure 39. Schéma de principe d'un montage interférométrique d'OCT de type Michelson.

Le faisceau incident est rétro-réfléchi avec différents retards, suivant la profondeur des couches du matériau. Après la lame séparatrice, la lumière réfléchie par le miroir de référence est recombinaisonnée avec les photons balistiques en provenance d'une profondeur donnée. La recombinaison des deux faisceaux se fait de façon constructive et mène à un signal interférentiel lorsque la différence de marche est inférieure à la longueur de cohérence de la source (la structure imagée se trouve à la même distance de la lame séparatrice que le miroir de référence). Ces interférences sont détectées par le capteur en sortie de l'interféromètre.

Dans les montages classiques d'OCT, pour obtenir une coupe dans l'échantillon, le miroir de référence est translaté axialement, c'est-à-dire le long du faisceau, afin de modifier la longueur du bras de l'interféromètre. Il balaye ainsi l'épaisseur de l'échantillon. Le détecteur enregistre les variations d'intensité en fonction du temps et donc en fonction de la distance entre lame séparatrice et miroir. Le signal enregistré par le détecteur va présenter des franges d'interférence à chaque fois que le miroir sera à la même distance qu'une interface entre deux éléments internes de l'échantillon. Le signal est ensuite traité pour extraire l'enveloppe de ces franges et chaque pic correspond à une transition entre deux milieux d'indices de réfraction différents.

Un exemple de signal est présenté Figure 40 pour un échantillon composé de deux milieux distincts. Lorsque le miroir subit un balayage axial, la photodiode capte trois paquets de franges d'interférence pour chaque interface. Une détection des enveloppes est ensuite réalisée afin de déterminer les maxima de visibilité des franges (pics), qui correspondent aux interfaces.

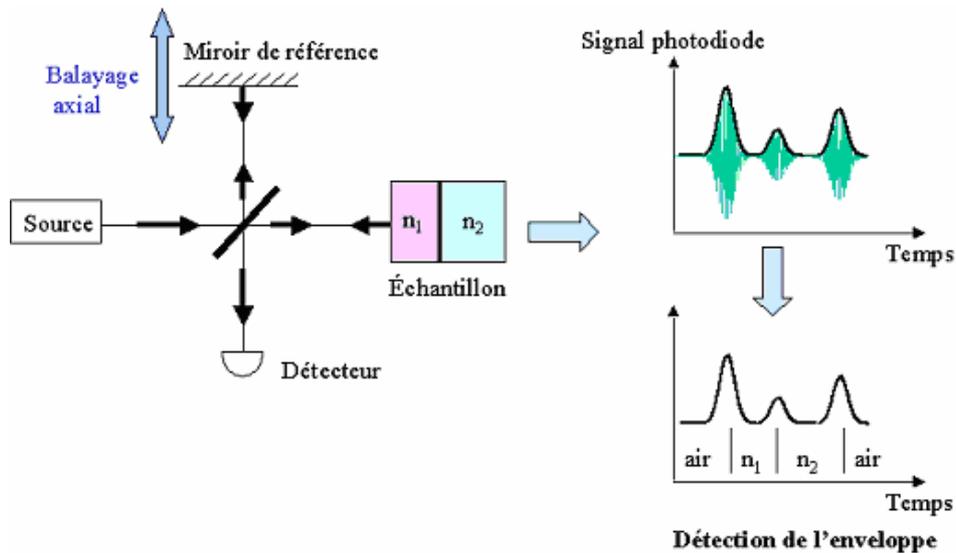


Figure 40. Interférences enregistrées en balayant un échantillon composé de deux milieux d'indices de réfraction distincts. Des franges d'interférence sont obtenues à chaque interface.

Un balayage axial du miroir donne ainsi le profil des facteurs de réflexion en fonction de la profondeur z pour un point (x,y) du milieu. Dans les montages classiques d'OCT, le faisceau est focalisé sur l'échantillon et l'analyse se fait point par point (Figure 41).

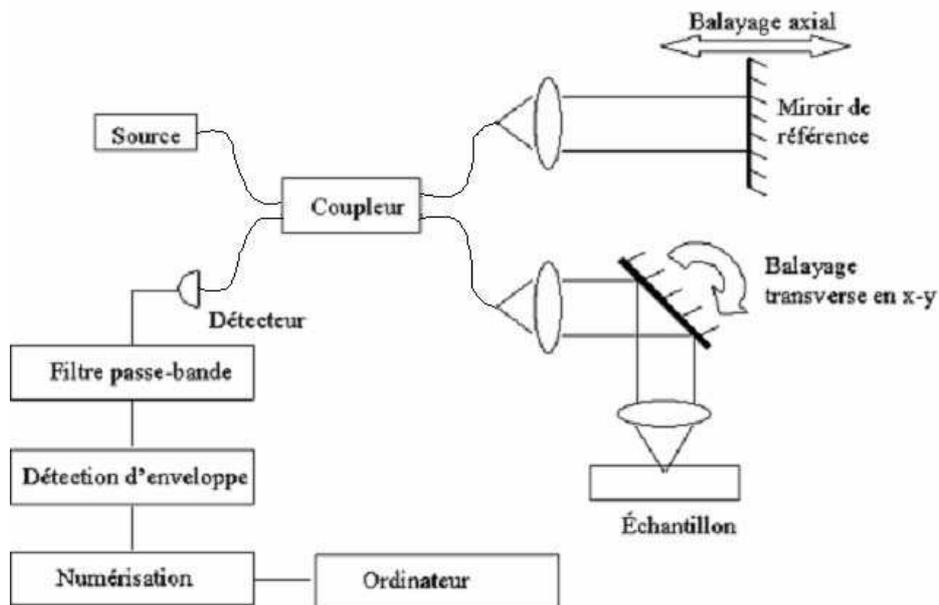


Figure 41. Schéma d'un montage d'OCT classique fibré.

Un balayage transverse en x permet d'obtenir une image en coupe XZ. L'analyse complète de l'échantillon se fait ensuite grâce à un balayage de l'échantillon en y (Figure 42).

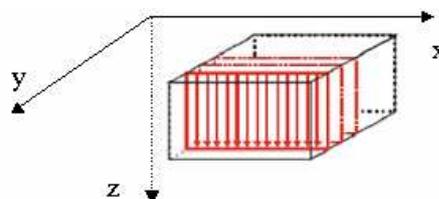


Figure 42. Balayage en z puis en x pour obtenir des coupes XZ.

3. Résolutions spatiales théoriques d'un système de tomographie par cohérence optique

Les systèmes d'imagerie en OCT présentent l'avantage majeur de découpler les résolutions transverse et axiale, indépendantes l'une de l'autre. La résolution axiale en profondeur dépend des caractéristiques de la source alors que la résolution transverse est déterminée par les optiques de focalisation du montage.

Résolution axiale théorique

En OCT, l'information sur le temps de parcours des photons balistiques est contenue dans le signal interférentiel entre la surface de référence et l'échantillon. Le signal interférométrique est donné par l'équation (24). Les interfaces sont détectées avec une résolution dépendant de la largeur de l'enveloppe des franges, ce qui donne la résolution en profondeur des coupes. La résolution axiale est donc liée à la longueur de cohérence de la source L_c , définissant la largeur à mi-hauteur des pics de l'enveloppe. Dans le cas d'une source de spectre gaussien, sa longueur de cohérence est donnée par l'équation (25).

Dans un montage d'OCT, le faisceau issu de l'échantillon est rétrodiffusé, il parcourt deux fois le chemin dans le milieu. La résolution axiale théorique dans l'air Δz est donc définie par la moitié de la longueur de cohérence, soit dans le cas d'une source gaussienne :

$$\Delta z = \frac{L_c}{2} = \frac{2 \ln 2}{\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda} \quad (26)$$

Plus la source présente une large bande spectrale, meilleure est la résolution axiale. Lorsque le miroir de référence effectue un balayage axial, le signal d'interférence apparaît donc quand les longueurs des bras de l'interféromètre sont inférieures ou égales à la demi-longueur de cohérence près.

Dans l'échantillon, la résolution axiale vaut $\frac{\Delta z}{n}$ où n est l'indice du matériau. Cette valeur définit l'épaisseur résolue dans l'échantillon : chaque coupe à une profondeur donnée correspond à une épaisseur de l'échantillon moyennée sur $\frac{L_c}{2n}$.

En pratique, la longueur de cohérence à considérer dépend du spectre total du montage (spectre de la source, transmission des optiques et réponse spectrale du détecteur). La résolution axiale (dans l'air) se mesure expérimentalement en utilisant un miroir comme échantillon et en enregistrant l'interférogramme en fonction du balayage axial.

Résolution transverse théorique

La résolution transverse en x et y est déterminée, comme en microscopie classique, par l'ouverture numérique NA de l'optique de focalisation utilisée et la longueur d'onde moyenne $\bar{\lambda}$. Elle vaut selon le critère de Rayleigh^a :

$$\Delta x = \Delta y = 0,61 \frac{\bar{\lambda}}{NA} \quad (27)$$

^a Le critère de Rayleigh stipule qu'il est possible de séparer deux objets si le sommet de la tache de diffraction de l'une correspond au premier minimum nul de l'autre.

4. Différentes configurations possibles de montages

Montage fibré ?

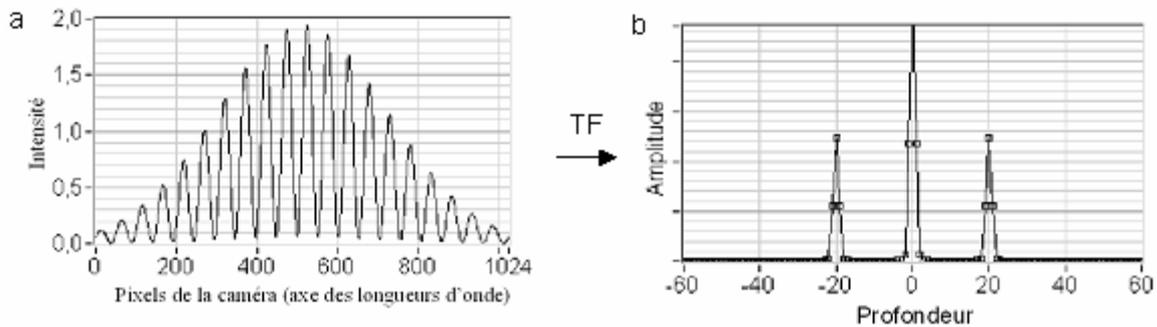
En biologie, les montages d'OCT classiques sont généralement fibrés afin d'être utilisés en endoscopie *in vivo* ou pour amener facilement la sonde sur l'objet. Les sources utilisées doivent alors conserver une bonne cohérence spatiale pour injecter efficacement la lumière dans les fibres, tout en ayant une cohérence temporelle la plus faible possible pour la résolution axiale. Elles doivent également présenter une forte luminance afin de conserver assez de puissance lors d'un balayage rapide. Leur spectre est centré sur l'infrarouge, où les tissus biologiques absorbent le moins. Des sources couramment utilisées sont les diodes superluminescentes, simples d'emploi. La résolution axiale est alors limitée à une quinzaine de microns. Afin d'obtenir une résolution submicrométrique, des lasers femtosecondes sont employés, donnant des sensibilités élevées [31], mais ceux-ci sont chers et demandent des montages complexes afin de créer des supercontinuum à spectre lisse et stable. Les avantages d'un montage fibré sont en terme de dynamique et de profondeur d'imagerie car la lumière parasite est éliminée par la faible ouverture des fibres.

Pour analyser un échantillon de papier, un montage fibré n'est pas obligatoire. Un montage non fibré permet d'utiliser des sources de faibles cohérences temporelle et spatiale. On peut en particulier utiliser des lampes thermiques à spectre très étendu, donnant une résolution submicrométrique [32], qui sont puissantes, bon marché et faciles d'utilisation, à la différence des lasers femtosecondes.

Dans le domaine temporel ou fréquentiel ?

En OCT classique (OCT temporelle), les interférences sont détectées au cours du temps, avec un balayage en z de la surface de référence afin de faire varier la différence de marche. L'enveloppe des interférences est déterminée et chaque pic correspond à une interface, dont la profondeur est directement donnée par le déplacement de la surface de référence. Les éléments diffusants sont ainsi détectés en fonction du temps ou de la distance.

Ces dernières années, une nouvelle technique a émergé. L'OCT dans le domaine fréquentiel est basée sur le principe que l'information en profondeur est également codée dans les fréquences de modulation du spectre du signal d'interférence [33]. L'amplitude spectrale de la lumière rétro-réfléchiée est liée à la transformée de Fourier de la structure longitudinale de l'échantillon. Chaque interface module le spectre à une fréquence dépendant de sa distance. La transformée de Fourier permet de séparer toutes les composantes fréquentielles et donne des pics dont la position est égale à la profondeur de l'interface. Ainsi, pour chaque point (x,y) de l'échantillon, le spectre modulé est enregistré grâce à des détecteurs spectraux. Sa transformée de Fourier permet de reconstruire directement une coupe XZ (Figure 43). L'OCT dans le domaine fréquentiel présente l'avantage de ne pas nécessiter de balayage en z de l'échantillon. Toute l'information en profondeur est contenue dans le spectre. Les mesures sont donc très rapides, ce qui est d'un grand intérêt pour éviter le bougé en biologie, et la sensibilité est meilleure qu'en OCT temporelle (pour un temps de mesure identique) [34].



**Figure 43. Spectre de la lumière rétrodiffusée (a) et sa transformée de Fourier (b) (d'après [35]).
L'information en profondeur est codée dans les fréquences du spectre.**

Les fréquences peuvent être séparées dans l'espace ou dans le temps. Dans le premier cas, un réseau sépare spatialement les composantes spectrales, qui sont détectées par les pixels d'une barrette linéaire. Dans le second cas, une source à balayage spectral est utilisée [36].

L'inconvénient des montages dans le domaine fréquentiel est que la résolution transverse en x et en y est limitée, car les optiques de focalisation doivent présenter une grande profondeur de champ, supérieure ou égale à la profondeur imagée. Le choix a donc été fait de rester dans le domaine temporel, très développé dans le milieu biologique, afin de transférer aux papiers en respectant le cahier des charges pour la résolution du micron. Celle-ci prime en effet sur le temps d'acquisition, qui certes est intéressant pour l'industrialisation, mais qui dans un premier temps n'est pas essentiel puisqu'il n'y a pas de problème de bougé avec le papier.

Montage point par point ou plein champ ?

La grande majorité des montages classiques d'OCT réalisent des images point par point et demandent donc des systèmes de balayages transverses, qui peuvent être sophistiqués pour la rapidité et la précision. De plus, la résolution transverse est limitée. En effet, c'est le miroir qui effectue le balayage pour obtenir une coupe XZ. Afin de gagner en rapidité et en simplicité, l'échantillon est fixe. L'optique de focalisation sur l'échantillon doit donc avoir une grande profondeur de champ, afin qu'une épaisseur maximale d'échantillon soit vue nette. Cela se traduit par une ouverture numérique faible, et donc une résolution transverse réduite. Dans ce cas, la sélection de l'optique de focalisation est un compromis entre la résolution transverse et la profondeur de pénétration.

Récemment des montages en OCT plein champ ont été développés comme alternative afin d'augmenter la résolution transverse [37]. La détection du signal interférométrique se fait alors directement dans tout un plan de l'échantillon à une profondeur donnée : une coupe 2D est directement obtenue. Les balayages en x et y deviennent inutiles et sont remplacés par un unique balayage en profondeur suivant z . Ceci est très intéressant pour des montages destinés à l'industrie car un système de balayage diminue la robustesse et la fiabilité mécanique, tout en augmentant le coût du montage. De plus, avec un montage plein champ, il devient alors possible d'utiliser les optiques de focalisation de son choix car l'échantillon est translaté. La résolution transverse et la profondeur de pénétration souhaitées sont découplées. De grandes ouvertures numériques peuvent ainsi être utilisées afin d'avoir une résolution transverse micrométrique. Enfin, une résolution axiale submicrométrique peut être obtenue avec des sources peu chères [38]. Ces montages présentent ainsi les avantages d'être très haute résolution et à coût abordable.

Les montages d'OCT plein champ sont moins développés en biologie par rapport aux montages fibrés à balayage car, d'une part, ils sont plus récents, et d'autre part, ils ne permettent que des mesures *ex vivo* (pas de fibre pour l'endoscopie et temps de pose long interdisant le bougé). Ces inconvénients ne concernent pas l'imagerie du papier.

5. Reconstruction d'une coupe tomographique par décalage de phase

Le système de détection des franges en OCT plein champ est complètement différent de celui d'un montage classique point par point. Ainsi, le miroir de référence n'effectue plus de balayage axial. Les faisceaux retours sont directement détectés par une caméra CCD qui enregistre une image des franges d'interférence entre le miroir de référence et le plan de l'échantillon situé au plan focal de l'objectif. Pour obtenir une coupe tomographique 2D, on a recours à la technique d'interférométrie par décalage de phase, qui consiste à enregistrer et à combiner des images interférométriques pour différentes positions du miroir de référence. Celui-ci est donc placé sur une cale piézoélectrique permettant des déplacements de la fraction de longueur d'onde. Lorsque la coupe tomographique à la profondeur z_0 a été reconstruite, l'échantillon est ensuite translaté suivant z et une nouvelle image tomographique est obtenue par décalage de phase à cette nouvelle profondeur.

Les images enregistrées par la caméra contiennent indirectement l'information sur la lumière rétrodiffusée par les structures de l'échantillon. En lumière monochromatique, ces images sont de la forme $I = I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \cos(\varphi)$ avec I_{ref} l'intensité réfléchie par le miroir de référence, I_{ech} l'intensité rétrodiffusée par un élément de l'échantillon et φ la différence de phase entre les deux faisceaux. Le terme qui nous intéresse est I_{ech} , qui est modulé par les franges d'interférence et qu'il faut donc découpler du terme de phase.

Les algorithmes de décalage de phase sont généralement utilisés pour extraire la phase du signal d'interférence (en lumière monochromatique). Ils peuvent aussi être employés pour extraire son amplitude. C'est ce que nous proposons comme méthode afin d'isoler l'information sur l'échantillon.

Les algorithmes de décalage de phase sont des combinaisons d'images afin d'extraire le terme I_{ech} . L'algorithme le plus classique repose sur l'enregistrement de quatre images

décalées de $\frac{\pi}{2}$, ce qui correspond à des translations du miroir de référence de $\frac{\pi}{4} = \frac{\bar{\lambda}}{8}$, où $\bar{\lambda}$ est la longueur d'onde moyenne. Les quatre images ont les intensités de la forme suivante :

$$\begin{aligned}
 I_1 &= I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \cos(\varphi) \\
 I_2 &= I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \cos\left(\varphi + \frac{\pi}{2}\right) = I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \sin(\varphi) \\
 I_3 &= I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \cos(\varphi + \pi) = I_{ref} + I_{ech} - 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \cos(\varphi) \\
 I_4 &= I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \cos\left(\varphi + \frac{3\pi}{2}\right) = I_{ref} + I_{ech} - 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \sin(\varphi)
 \end{aligned}$$

Comme $(I_1 - I_3)^2 = (4\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \cos(\varphi))^2 = 16I_{ref}I_{ech} \cos^2(\varphi)$ et $(I_2 - I_4)^2 = 16I_{ref}I_{ech} \sin^2(\varphi)$, alors :

$$(I_1 - I_3)^2 + (I_2 - I_4)^2 = 16I_{ref}I_{ech} \quad (28)$$

En combinant de cette façon pixel à pixel les images interférométriques, on obtient un signal d'intensité proportionnelle à I_{ech} . En lumière polychromatique, le raisonnement est similaire (les formules sont alors approchées) avec les franges modulées par une enveloppe (Figure 44). On obtient ainsi une coupe tomographique qui contient les informations sur la structure interne de l'échantillon.

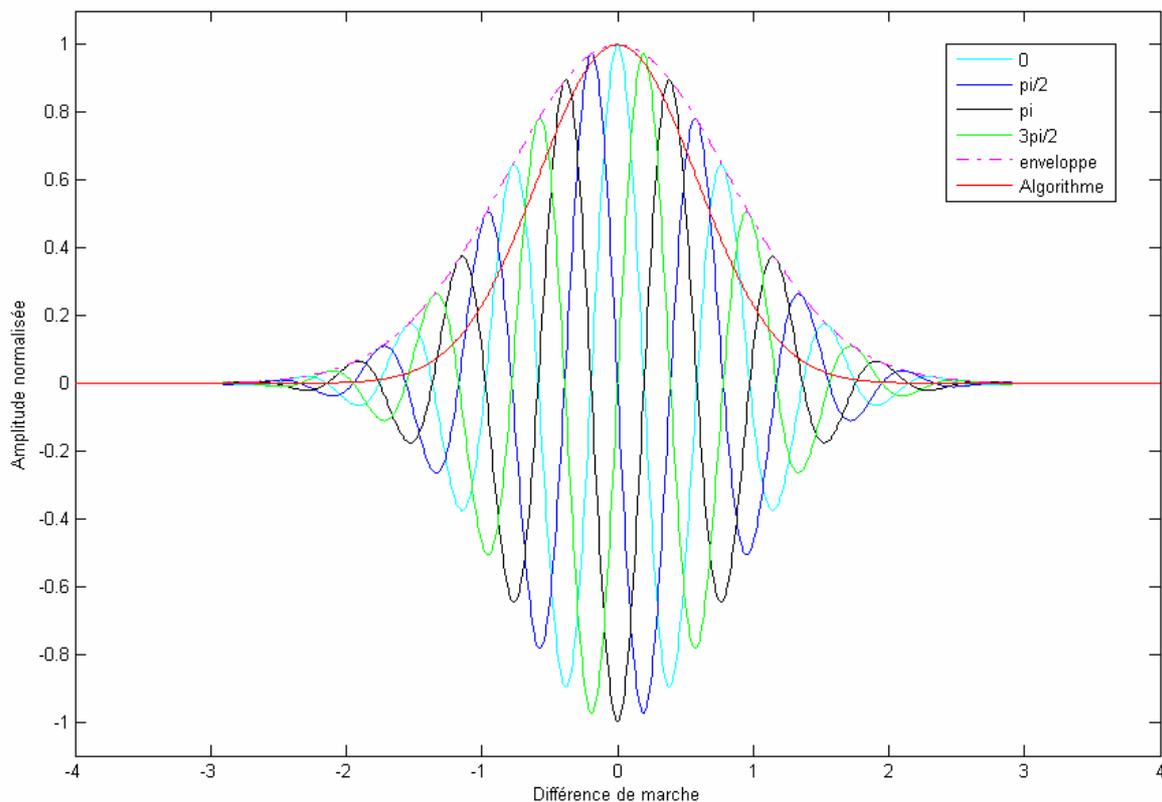


Figure 44. Simulation des franges d'interférence décalées de $\pi/2$ et de la coupe tomographique normalisée reconstruite avec l'algorithme de décalage de phase.

6. Difficultés rencontrées en tomographie par cohérence optique

Des difficultés liées aux interactions entre lumière et matière sont rencontrées en OCT appliquée au domaine biologique. Comme les papiers et les tissus présentent des propriétés optiques semblables, ces phénomènes risquent d'être présents lors de l'imagerie par OCT des papiers.

Speckle

L'OCT est basée sur les cohérences spatiale et temporelle des ondes rétrodiffusées par l'échantillon qui interfèrent avec une onde de référence. Or, les propriétés de cohérences de la lumière sont également à l'origine du phénomène de speckle (ou tavelures). Les longueurs de cohérences temporelle et spatiale définissent un volume cohérent où des interférences peuvent

se produire. Lorsqu'un milieu est éclairé, les ondes diffusées par des structures réparties dans un volume de cohérence interfèrent de façon constructive en certains points de l'espace et destructrice en d'autres. Le speckle est l'aspect granuleux qui résulte de ces interférences donnant aléatoirement des grains lumineux ou sombres. (Figure 45). Le speckle dégrade ainsi la qualité des images d'OCT et rend les frontières entre les structures difficiles à résoudre [39]. Il réduit la correspondance entre la densité locale de diffuseurs et les variations d'intensité en créant des artefacts sur l'image (Figure 46).

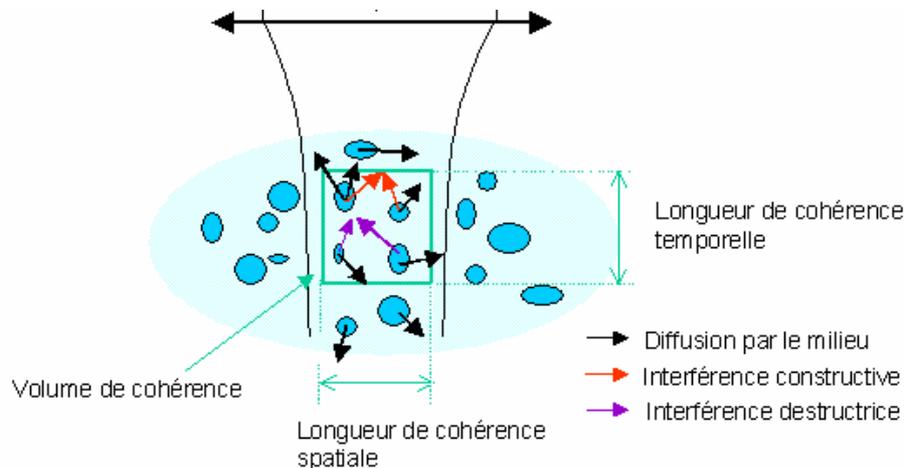


Figure 45. Le speckle résulte des interférences constructives et destructrices entre les ondes diffusées par les structures dans le volume de cohérence.

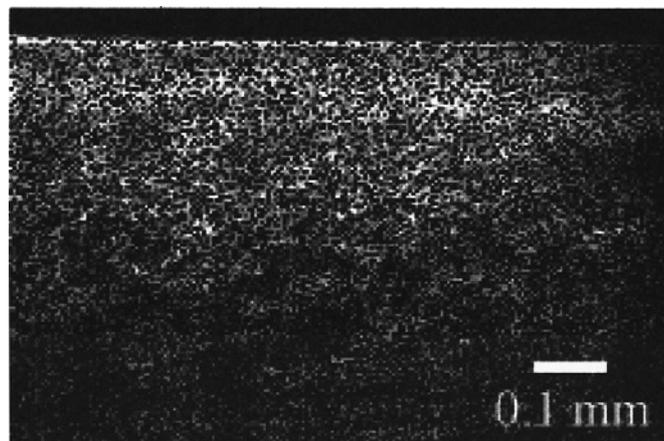


Figure 46. Coupe sur un doigt par OCT contenant un fort speckle qui dégrade la qualité de l'image [39].

Diffusion multiple

La tomographie par cohérence optique détecte les photons interférant avec l'onde de référence. Dans l'idéal, seuls sont cohérents les photons balistiques, issus d'une unique réflexion ou rétrodiffusion dans le milieu. Ces photons sont en effet la source d'information de l'OCT car ils se sont propagés en ligne droite. Pour avoir une rétrodiffusion unique, le faisceau incident doit traverser les couches supérieures de l'échantillon sans être diffusé, être réfléchi par une structure dans le plan d'interférence, puis revenir au détecteur sans être diffusé. Dans les tissus optiquement denses, la grande diffusion de la lumière réduit considérablement le nombre de photons balistiques, ce qui apporte une première difficulté technique. Les montages d'OCT doivent alors être très sensibles et optimisés. De plus, la probabilité que des photons multidiffusés atteignent le détecteur dans l'intervalle de

cohérence augmente. Ces photons interfèrent alors avec l'onde de référence et créent du signal factice. Ils sont en effet perçus comme provenant en ligne droite d'une structure en profondeur alors qu'ils ont été diffusés dans diverses directions par des structures des couches supérieures (Figure 47). Le chemin optique des photons multidiffusés est en effet égal à celui qu'auraient parcouru des photons balistiques rétrodiffusés par un élément plus profond. Si des photons multidiffusés sont cohérents, ils créent alors du signal ne correspondant à aucune structure réelle lors de la reconstruction de la coupe tomographique. La diffusion multiple cohérente est une limite fondamentale de la tomographie par cohérence optique et doit rester bien inférieure à la rétrodiffusion balistique, afin de reconstruire des images valides. C'est généralement le cas dans les tissus biologiques imagés par OCT. Pour les échantillons biologiques très diffusants, le nombre de photons balistiques est trop faible et l'imagerie par sélection des photons multidiffusés avec résolution du problème inverse est alors employée.

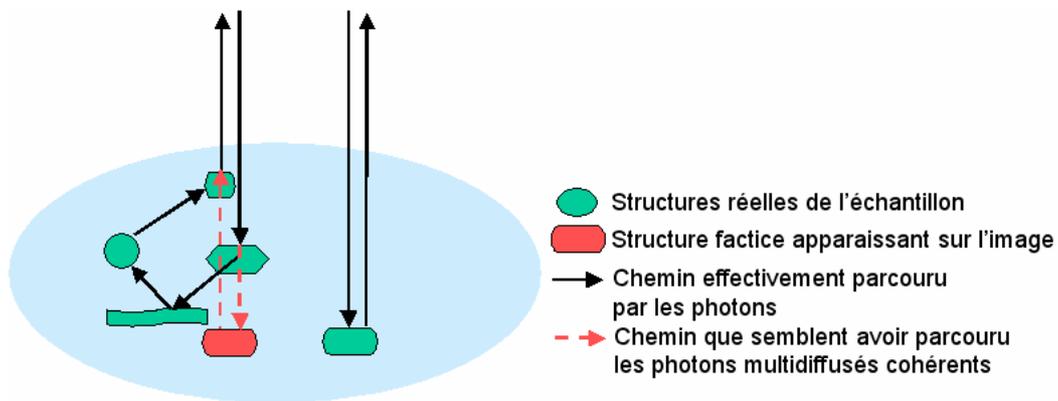


Figure 47. Les photons multidiffusés cohérents semblent provenir d'une structure à une profondeur importante alors qu'ils ont été diffusés par des éléments dans les couches supérieures de l'échantillon. Leur chemin optique correspond en effet à celui de photons balistiques rétrodiffusés par une structure plus profonde. Du signal factice est alors reconstruit sur la coupe tomographique.

III. Développement d'un système de tomographie par cohérence optique appliqué au papier

A.	Conception du système de tomographie par cohérence optique	60
1.	Choix de la configuration du montage plein champ	60
2.	Critères pour le choix des composants du montage	62
	<i>Choix de la source de lumière</i>	62
	<i>Choix des objectifs</i>	64
	<i>Choix de la surface de référence</i>	64
	<i>Choix de la caméra</i>	66
	<i>Choix de l'optique de focalisation sur la caméra</i>	67
	<i>Choix des cales piézoélectriques de translation</i>	68
B.	Réalisation du montage : alignement et réglages	68
1.	Montage de tomographie par cohérence optique développé sur table optique	68
2.	Choix mécaniques pour les réglages	70
3.	Procédure d'alignement.....	71
	<i>Préréglages</i>	71
	<i>Interféromètre de Michelson</i>	72
	<i>Interféromètre de Linnik</i>	72
	<i>Compensation de l'écart de dispersion chromatique entre les deux bras de l'interféromètre</i>	73
4.	Réglages de la source et du temps d'exposition de la caméra	74
5.	Calibration du tube piézoélectrique de la surface de référence.....	74
6.	Montage après alignement	74
C.	Acquisition des coupes tomographiques	75
1.	Choix de l'algorithme de décalage de phase	75
	<i>Présentation d'algorithmes de décalage de phase</i>	75
	<i>Simulations de la reconstruction d'une coupe tomographique XZ</i>	77
	<i>Coupes expérimentales sur miroir et sur papier</i>	79
2.	Implémentation de l'algorithme sur le montage	82
D.	Caractérisation du montage de tomographie par cohérence optique développé	82
1.	Résolution axiale expérimentale	82
2.	Champ de vue.....	84
3.	Temps d'acquisition des coupes tomographiques	85
4.	Spectre effectif du montage.....	85
5.	Stabilité du montage et reproductibilité des coupes tomographiques	86
6.	Artefacts sur les coupes tomographiques	86
7.	Sensibilité de détection et dynamique du montage	88

A. Conception du système de tomographie par cohérence optique

1. Choix de la configuration du montage plein champ

Le cahier des charges concernant un tomographe appliqué au papier comporte les critères suivants :

- résolution micrométrique dans les trois dimensions ;
- facilité d'utilisation (pas de préparation de l'échantillon) ;
- disponible en laboratoire ;
- coût abordable ;
- conception mécanique en vue d'une industrialisation ultérieure facilitée.

Compte tenu de l'état de l'art (parties II.A.4 et II.C.4), un montage d'OCT plein champ en lumière thermique nous a semblé le meilleur choix. L'OCT permet en effet d'imager de façon non destructive la structure d'un échantillon sans préparation de celui-ci. Une source thermique donne une résolution 3D micrométrique, à faible coût y compris pour les optiques associées (classiques dans le visible). Enfin la configuration plein champ, limitant les balayages, permet un montage mécanique stable et simple pour l'industrialisation.

Plusieurs configurations pour l'OCT plein champ peuvent être envisagées (Figure 48).

La configuration la plus simple est le montage de type Michelson, où un objectif (ou lentille), placé avant le cube séparateur, focalise la lumière sur l'échantillon et le miroir de référence. Ce montage est stable mécaniquement car les bras de l'interféromètre sont courts. Le cube permet d'éviter l'emploi d'une lame compensatrice. Cependant, il est traversé par un faisceau convergent et introduit donc des aberrations. De plus, l'objectif doit avoir une grande distance frontale pour focaliser la source à l'extérieur du cube. L'ouverture numérique va donc être assez faible et limiter la résolution transverse. Ce montage est très bien adapté pour des milieux épais comme l'imagerie de l'œil qui nécessite un faisceau peu convergent sur une longue distance. Par contre, le papier est un milieu peu épais et une résolution transverse micrométrique est recherchée.

Une deuxième configuration est celle de type Mirau, où une lame séparatrice est placée dans le faisceau convergent. Celle-ci introduit moins d'aberrations qu'un cube car elle est plus fine, les aberrations sont ainsi en général négligeables. Des aberrations sont cependant possibles avec de grandes ouvertures numériques, utilisées pour avoir une bonne résolution transverse, si la lame est épaisse. La partie centrale de l'objectif est occultée par le miroir de référence, ce qui réduit l'ouverture utile de l'objectif. Ce montage est peu sensible aux vibrations, ce qui est intéressant pour l'industrialisation. Cependant, le miroir de référence ne peut être changé aisément pour prendre n'importe quelle valeur de coefficient de réflexion^a, afin d'étudier par exemple l'adéquation de ce dernier à l'échantillon analysé. De plus, il est difficile d'insérer des composants sur un seul bras si besoin, pour étudier des phénomènes comme la polarisation ou la dispersion. Ainsi, l'accès aux bras étant difficile, ce montage est peu

^a Il existe des objectifs de Mirau commerciaux présentant différentes valeurs de coefficient de réflexion du miroir de référence. Le changement de coefficient est alors aisé. Cependant, le choix des coefficients est restreint, ainsi que l'offre sur les objectifs (grandissement, ouverture numérique, etc.). Ces objectifs ne sont pas assez configurables dans un premier temps pour un montage de recherche.

modulable à des fins de recherche, ce qui est gênant au moins pour la partie test et développement.

Une troisième configuration possible est celle de type Linnik, utilisant deux objectifs de microscope. Chacun est placé dans un bras de l'interféromètre après le cube séparateur. La conjugaison étant à l'infini après les objectifs, il n'y a donc pas d'aberration. Des objectifs de grande ouverture numérique peuvent alors être utilisés pour la résolution transverse. En effet, le faisceau convergent ne traverse pas d'épaisseur de verre et la distance frontale peut être faible. Des composants peuvent être ajoutés indépendamment dans l'un ou l'autre bras de l'interféromètre, entre le cube et les objectifs, sans ajouter d'aberration. Les défauts de ce montage par rapport aux deux autres configurations sont qu'il est moins stable mécaniquement et qu'il requiert deux objectifs identiques, ce qui est rarement le cas en pratique, afin que la dispersion soit identique dans les deux bras. Les optiques de focalisation doivent également présenter le même rayon de courbure du front d'onde, afin d'avoir une superposition parfaite des fronts d'onde pour l'obtention des franges d'interférence. Des optiques non identiques dégradent rapidement le signal d'interférence : l'interférogramme s'élargit, entraînant une perte de résolution, et le contraste chute.

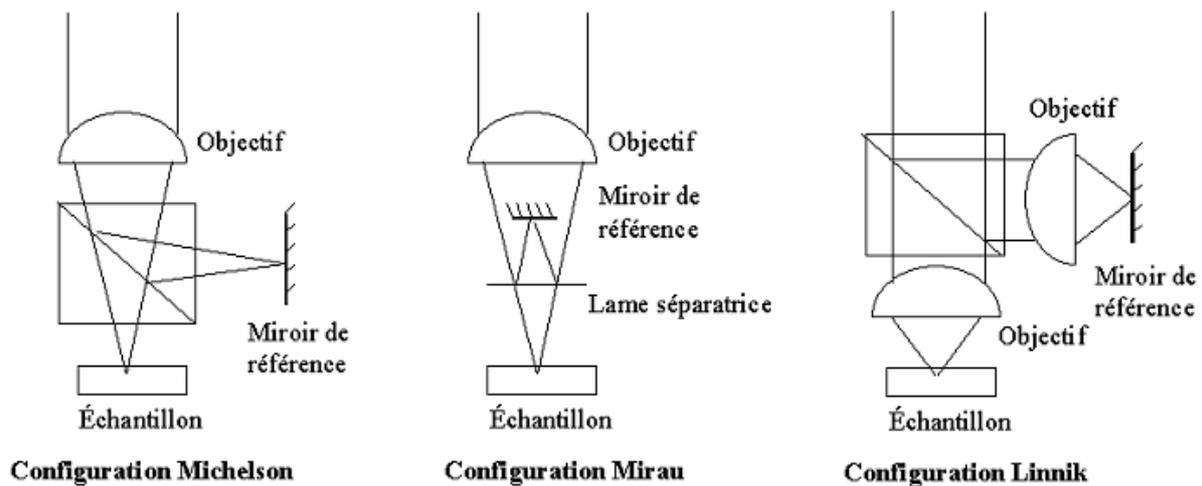


Figure 48. Trois configurations possibles pour un montage d'OCT plein champ.

Notre choix s'est porté sur un montage OCT plein champ de type Linnik, car il est plus modulable que les deux autres configurations, à des fins d'étude et de recherche. La résolution transverse peut être choisie sans contrainte. De plus, la séparation des deux bras de l'interféromètre, avec un faisceau collimaté avant les objectifs, permet d'avoir de la place pour l'ajout de composants. Le miroir de référence est également facilement accessible et peut être changé. Enfin, les longueurs des bras peuvent être ajustées indépendamment.

2. Critères pour le choix des composants du montage

Le schéma classique d'un montage d'OCT plein champ basé sur l'interféromètre de Linnik est présenté Figure 49.

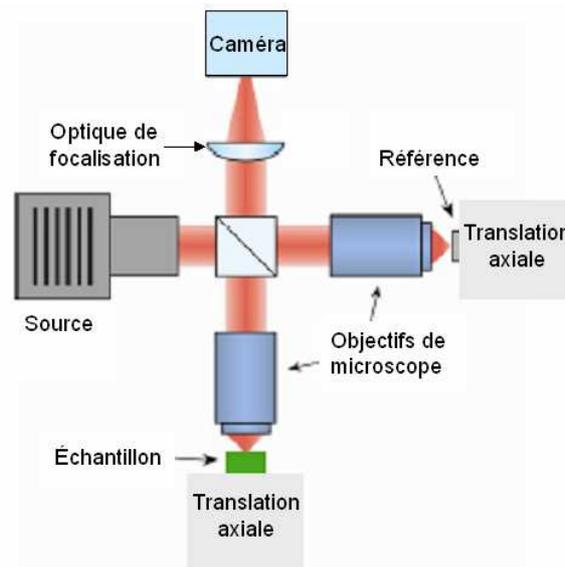


Figure 49. Schéma d'un montage d'OCT plein champ de configuration Linnik. Chaque bras de l'interféromètre contient un objectif.

Les composants principaux, à choisir de façon appropriée, sont :

- la source de lumière ;
- les objectifs ;
- la surface de référence ;
- la caméra ;
- l'optique de focalisation sur la caméra ;
- les platines de translation pour la surface de référence et l'échantillon.

Le signal d'intérêt, composé des photons interférant, est très faible et noyé dans le flux incohérent arrivant sur la caméra (comprenant une partie des photons diffusés ou réfléchis par les structures hors plan focal et les réflexions sur les optiques et montures). Il faut donc minimiser la lumière parasite sur le montage. Les composants sont tous traités anti-reflet.

Choix de la source de lumière

Les critères d'une source en OCT plein champ sont :

- une longueur d'onde centrale optimisée (meilleur compromis entre absorption et diffusion) pour une bonne pénétration dans l'échantillon ;
- une large bande spectrale pour la résolution axiale ;
- une puissance suffisante pour atteindre la saturation du détecteur (un fort flux étant nécessaire à la détection des photons balistiques peu nombreux) ;
- une très bonne stabilité (afin que la reconstruction de la coupe tomographique, basée sur des différences d'images pixel à pixel, ne présente pas d'artefact dû à une forte variation aléatoire des niveaux de gris d'une image à l'autre) ;
- un spectre lisse, idéalement de forme gaussienne (pour éviter des artefacts sur la coupe tomographique ; l'enveloppe des franges est en effet liée à la transformée de Fourier du spectre ; si celui-ci n'est pas lisse, l'enveloppe peut présenter des pics ne correspondant à aucune structure réelle).

Concernant le cahier des charges du tomographe sur papier et de son industrialisation, les critères de compacité, de robustesse, de durée de vie et de coût sont ajoutés.

La source choisie pour le montage est une lampe halogène présentant les avantages suivants :

- une grande bande spectrale, couvrant un large domaine visible et infrarouge ;
- un spectre centré sur le proche infrarouge, pour la pénétration dans le papier ;
- une grande stabilité ;
- un profil lisse ;
- un coût très faible ;
- compacité et robustesse ;
- une durée de vie importante ;
- une facilité d'approvisionnement dans le commerce.

L'inconvénient des lampes halogènes est leur faible luminance (malgré leur forte puissance, le flux utile est réduit par une émission dans toutes les directions de l'espace et comme le spectre est très large, une partie du flux est en pratique inutile). Cela peut être gênant si la caméra est peu sensible, ce qui augmente le temps d'exposition nécessaire et donc celui d'acquisition.

En première approximation, une lampe halogène émet comme un corps noir. Sa longueur de cohérence vaut alors $L_c = \frac{c\hbar}{k_B T}$ où c est la vitesse de la lumière dans le vide, \hbar la constante de

Planck divisée par 2π , k_B la constante de Boltzmann et T la température. La lampe *Olympus* choisie émet entre 2400 K et 3400 K suivant l'intensité du flux (Figure 50). Cela donne une longueur de cohérence entre 0,67 μm et 0,95 μm , soit une résolution axiale entre 0,33 μm et 0,47 μm . Il est donc très intéressant de travailler avec une telle lampe pour obtenir une résolution axiale submicrométrique. Cependant, cette valeur est la meilleure possible car le spectre effectif à considérer est celui de l'ensemble du montage (spectre de la source, réponse spectrale de la caméra et transmission des optiques).

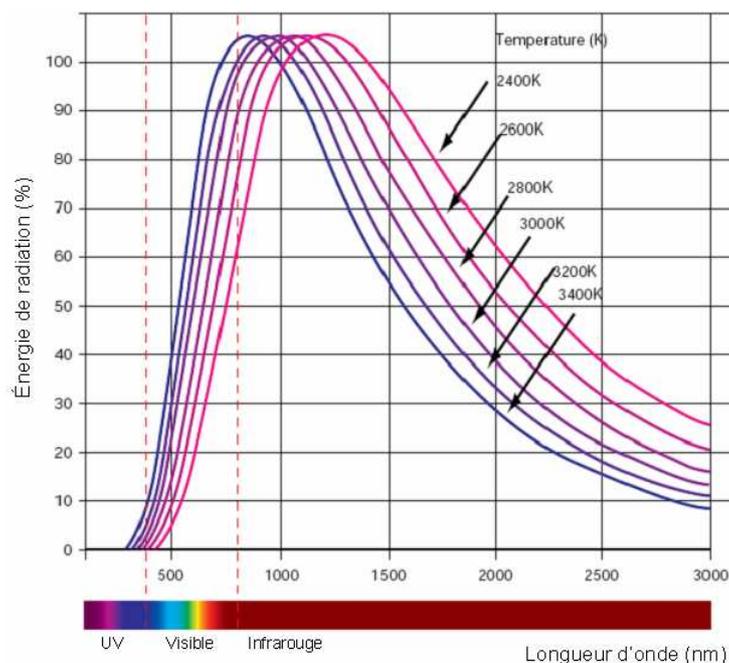


Figure 50. Spectre de la source halogène pour différents flux [données constructeur].

Choix des objectifs

Les deux objectifs doivent être identiques afin de minimiser l'écart de dispersion entre les deux bras de l'interféromètre de Linnik et de permettre un bon recouvrement des fronts d'onde interférant.

En biologie, la plupart des montages sont à immersion à eau ou à huile, afin d'adapter les indices de réfraction dans les deux bras (limitation de la dispersion) et de limiter la réflexion spéculaire. Le papier étant très sensible à l'humidité et se détériorant au contact de l'eau, un montage à immersion changerait la structure des échantillons observés. Le montage est donc un interféromètre dans l'air avec des objectifs travaillant à sec.

Le choix des objectifs influe sur :

- la résolution transverse : inversement proportionnelle à l'ouverture numérique (équation 27), elle est donc meilleure avec de grandes ouvertures ; cependant les aberrations sont alors plus importantes lorsque l'on traverse une épaisseur de l'échantillon ;
- le champ observé : il doit être le plus large possible car les longueurs des fibres sont grandes, de l'ordre du millimètre. Les images doivent être ainsi utiles aux papetiers (lien entre propriétés microscopiques et macroscopiques, orientation des fibres, etc.).

Afin d'atteindre la résolution micrométrique recherchée tout en conservant le plus grand champ de vue possible, des objectifs *Olympus* MPLAN de grandissement et d'ouverture numérique $20\times/0,4$ ont été choisis.

Choix de la surface de référence

Dans les deux bras d'un interféromètre classique, les objets réfléchissants doivent avoir le même coefficient de réflexion afin de maximiser le contraste des franges. En OCT, l'échantillon est un milieu diffusant. De la lumière incohérente se superpose au signal cohérent d'interférence. La sensibilité de détection du montage d'OCT correspond au plus petit coefficient de réflexion détectable. Le calcul de la sensibilité théorique (Annexe D) nous donne le coefficient de réflexion optimal de la surface de référence en présence de lumière incohérente. La surface de référence doit être adaptée à l'objet observé en ayant un coefficient de réflexion égal au flux incohérent renvoyé par l'échantillon ($R_{ref} = R_i$). La sensibilité est alors maximale.

Suivant les types de papier, le coefficient de réflexion incohérente varie entre 11% et 18% pour une ouverture numérique de 0,4. Un filtre de coefficient de réflexion de 15% a été choisi.

Conséquence théorique d'une erreur sur la détermination du coefficient optimal de la surface de référence

Le coefficient de réflexion de la surface de référence doit être adapté à l'échantillon. S'il n'est pas choisi de façon optimale, la sensibilité de détection va être dégradée. Cet effet n'est cependant pas critique autour de la valeur optimale et les performances varient lentement avec le coefficient de réflexion de la surface de référence. Ainsi, si celui-ci est le double ou la moitié de sa valeur optimale, soit $R_{ref} = 2R_i$ ou $R_{ref} = 0,5R_i$, la sensibilité de détection du signal cohérent (photons balistiques) vaut encore $\frac{9}{8}$ de sa valeur optimale ($R_{min} = 1,125R_{min_opt}$ - perte de 0,5 dB) (Annexe D).

Cependant, il faut tenir compte du flux renvoyé par l'échantillon et ne pas utiliser systématiquement un miroir de fort coefficient de réflexion, en particulier si l'échantillon renvoie peu de lumière. Ainsi, avec un échantillon renvoyant 10 % de lumière incohérente et un miroir parfait, la perte serait alors de 5 dB, avec une sensibilité minimale trois fois supérieure à l'optimale ($R_{\min} = 3R_{\min_opt}$).

Contraste des franges d'interférence

L'intensité maximale des franges est proportionnelle à $I_{\max} \propto R_{ref} + R_c + R_i + 2\sqrt{R_{ref}R_c}$ et l'intensité minimale à $I_{\min} \propto R_{ref} + R_c + R_i - 2\sqrt{R_{ref}R_c}$, où R_{ref} est le coefficient de réflexion de la surface de référence, R_c le flux cohérent provenant de l'échantillon et R_i le flux incohérent. Le contraste des franges d'interférence est défini par :

$$C = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} = \frac{4\sqrt{R_{ref}R_c}}{R_{ref} + R_i + R_c}$$

Le contraste est maximal pour $R_{ref} = R_c + R_i$. En pratique le flux incohérent est bien supérieur au flux cohérent ($R_i \gg R_c$), en particulier en profondeur dans l'échantillon. Pour optimiser le contraste des franges et donc la détection des interférences en profondeur, on retrouve qu'il faut choisir le coefficient de réflexion de la surface de référence égal au flux incohérent $R_{ref} = R_i$. Dans ce cas, le contraste vaut $C = 2\sqrt{\frac{R_c}{R_i}}$. Il diminue donc avec la profondeur, car R_c est de plus en plus faible. Le contraste varie lentement autour de la valeur optimale du coefficient de réflexion de la surface de référence. Si le coefficient est double ou de moitié, le contraste est encore à 94% de sa valeur maximale (Figure 51).

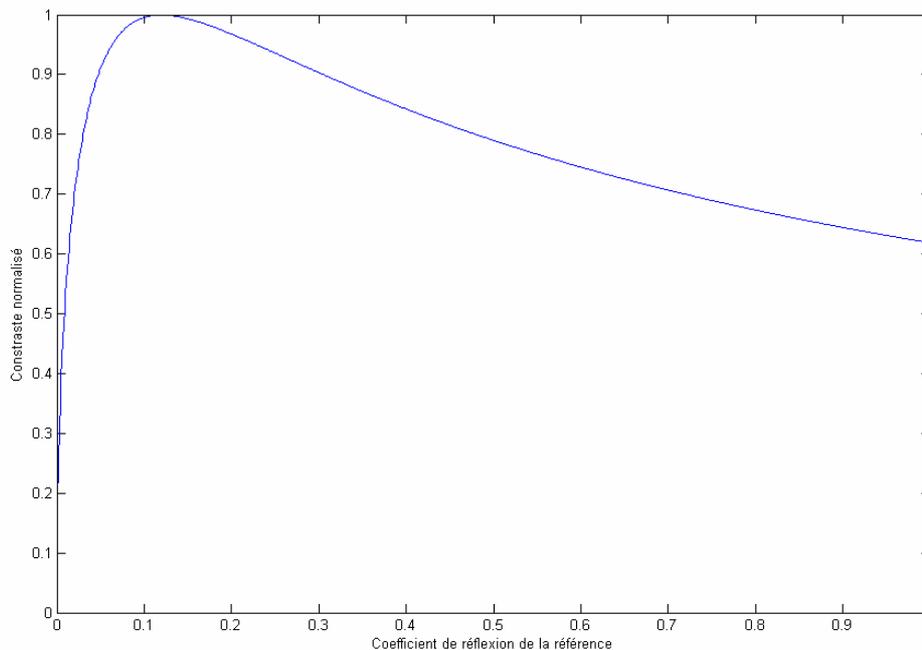


Figure 51. Simulation du contraste des franges d'interférence en fonction du coefficient de réflexion de la surface de référence, pour une réflectivité du papier de 12%. Le contraste varie lentement autour du coefficient de réflexion optimal de la surface de référence.

Choix de la caméra

La caméra est un paramètre important dans les performances d'un montage d'OCT plein champ. Son choix doit répondre aux critères suivants :

- Sa réponse spectrale doit être adaptée à la source, afin de ne pas limiter la résolution axiale qui est fonction du spectre total du montage. Dans l'idéal, la caméra présente une bande spectrale plate, afin de ne pas réduire la bande spectrale effective. En pratique, c'est la caméra qui limite, il faut donc que sa réponse spectrale soit la plus large possible.
- Comme le très faible flux de photons balistiques doit être détecté dans un flux parasite important, le bruit propre de la caméra doit être le plus faible possible et la dynamique la plus grande possible. Les caméras en OCT sont donc des CCD en raison de leur rapport signal sur bruit important.
- La capacité en électrons par pixel doit être la plus grande possible, car la dynamique et la sensibilité (le plus petit signal d'intérêt détectable) théoriques y sont directement proportionnelles (Annexe D). Ce paramètre influe donc sur la profondeur jusqu'à la quelle l'imagerie est possible. Certes l'accumulation d'images moyennées permet de compenser une faible capacité en électrons par pixel de la caméra, cependant le temps d'acquisition d'une coupe s'en trouve augmenté. En pratique, le moyennage est limité dans le temps par les vibrations, il vaut donc mieux bien choisir la caméra. Malheureusement, ce paramètre n'est en général pas donné par les constructeurs.
- La numérisation du signal doit être adaptée. Ainsi les seuils de transition entre deux niveaux de gris seront les plus petits possibles, afin qu'une faible quantité de photons balistiques entraîne une différence de niveau de gris, détectable par soustraction lors du calcul algorithmique de décalage de phase. De plus, le bruit de quantification doit rester inférieur aux autres bruits. Dans le meilleur des cas, la caméra est limitée par le bruit de photons résultant du bruit propre à la lumière elle-même.
- Une cadence élevée pour l'acquisition d'images permet de moyennner au maximum le signal sur un temps court (problème de dérive du système sur le long terme et gain de temps apprécié par les papetiers).
- Afin de conserver un grand champ de vue, intéressant pour l'observation des échantillons papiers, tout en respectant le critère de Shannon (cf. paragraphe suivant), il est intéressant d'avoir une caméra présentant beaucoup de pixels. Cependant, compte tenu de la taille limitée spatialement de l'image renvoyée par l'objectif, cette solution a des limites et il est donc également intéressant de réduire la taille des pixels. L'idéal est donc une caméra de haute résolution en nombre de pixels, avec une taille de pixels petite, afin que le champ maximal corresponde à la matrice de la caméra. Malheureusement, dans la pratique, en général, plus le pixel est petit, plus la capacité en électrons est faible, alors qu'elle doit être grande. Il faut donc trouver un compromis entre taille du pixel et champ de vue.
- Le coût doit rester abordable, dans le budget défini.

Pour réaliser le montage d'OCT développé au début de la thèse, des caméras déjà disponibles au CTP ont été utilisées, pour des questions de temps, de simplicité et de coût. Ces critères de choix ont été utilisés pour rechercher une caméra adaptée pendant la thèse. Des essais de caméras ont été menés pour en acheter une plus performante. Cependant, ces tests n'ont pas abouti à un achat avant la fin de la thèse et doivent être continués.

La caméra utilisée sur le montage d'OCT développé au CTP est une CCD matricielle *Sony XC-75CE*, aux performances limitées (caméra entrelacée analogique, sortie sur 8 bits, 25 images par seconde, 758×576 pixels non carrés de taille $8,6 \times 8,3 \mu\text{m}^2$, bruit d'obscurité

sur 9 niveaux de gris avec dissymétrie linéaire). Le spectre donné par le constructeur est représenté Figure 52. Le filtre infrarouge a été enlevé afin de ne pas limiter le spectre et donc la résolution axiale.

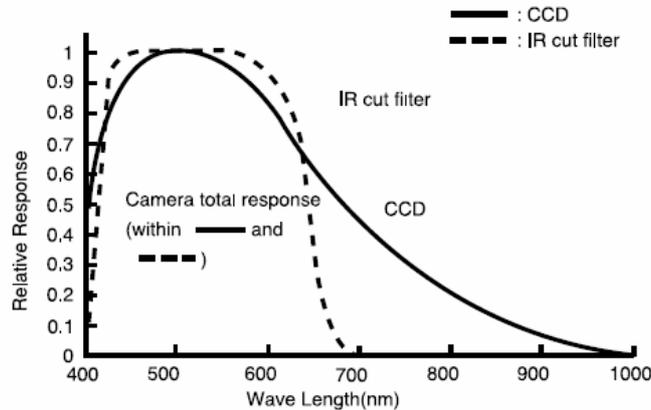


Figure 52. Réponse spectrale de la caméra *Sony XC-75CE* [données constructeur].

Une caméra linéaire *Dalsa Spyder SP14* a également été installée afin d'acquérir des coupes XZ très rapidement (caméra numérique sur 8 bits, 2048 pixels carrés de côté 14 μm , 40 MHz, bruit d'obscurité sur 4 niveaux de gris). Le spectre donné par le constructeur est représenté Figure 53.

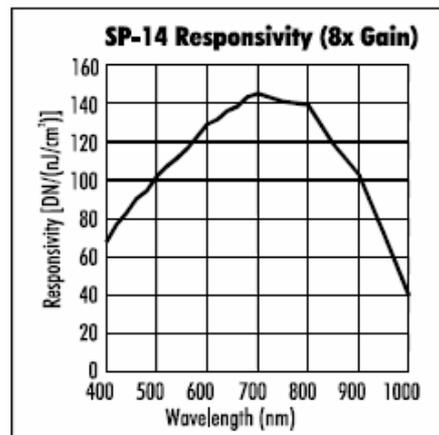


Figure 53. Réponse spectrale de la caméra linéaire *Dalsa Spyder SP14* [données constructeur].

Choix de l'optique de focalisation sur la caméra

La focale de la lentille, placée devant la caméra, doit être choisie afin de ne pas perdre en résolution transverse et en signal. Ainsi, d'après le critère de Shannon-Nyquist, la tache de diffraction d'un objectif doit être imagée sur au moins deux pixels pour respecter la résolution. Si l'échantillonnage de la caméra n'est pas suffisant, deux franges d'interférence, une blanche et une noire, risquent d'être imagées sur un même pixel, conduisant à une moyenne grise et donc à la disparition du signal d'intérêt.

Les objectifs *Olympus*, de grandissement g , sont conçus pour travailler avec une longueur focale de lentille de tube l égale à 180 mm, ce qui signifie que le grandissement effectif total est g avec une telle focale l . Avec une optique de focale f , le grandissement effectif total vaut $g \frac{f}{l}$. Ainsi l'image d'un objet observé de taille y est $y' = y \cdot g \cdot \frac{f}{l}$.

Soit p la taille de pixel de la caméra. D'après le critère de Shannon-Nyquist, la taille y' de l'image de la fonction d'étalement du point (ou PSF pour *Point Spread Function*) doit être égale à deux pixels : $y' = 2p$. La focale de la lentille doit donc répondre à l'égalité

$$2p = PSF \cdot g \cdot \frac{f}{l}, \text{ soit } f = 2 \frac{p \cdot l}{PSF \cdot g}.$$

La fonction d'étalement du point des objectifs choisis vaut $PSF = 0,61 \frac{\bar{\lambda}}{NA} = 1,1 \mu\text{m}$ avec

$NA = 0,4$ et $\bar{\lambda} = 0,75 \mu\text{m}$. Les pixels de la caméra matricielle *Sony* font $8,6 \times 8,3 \mu\text{m}^2$ et ceux de la caméra linéaire *Spyder* ont $14 \mu\text{m}$ de côté. La focale répondant au critère de Shannon-Nyquist pour la caméra linéaire, aux pixels plus gros, est de 220 mm .

Le choix s'est porté sur un doublet achromatique de focale 400 mm , afin de conserver de la marge pour installer si besoin sur le montage d'autres caméras et objectifs, même si le champ de vue s'en trouve alors diminué.

Choix des cales piézoélectriques de translation

Pour la surface de référence, les déplacements sont de l'ordre de la fraction de longueur d'onde. Il faut réaliser des pas de $\frac{\bar{\lambda}}{8}$ (moins de 100 nm), sur une translation totale de $\bar{\lambda}$, où

$\bar{\lambda}$ est la longueur d'onde moyenne. Pour l'échantillon, le pas minimal est le quart de micron et la course doit être au minimum de $100 \mu\text{m}$. La résolution et l'amplitude totale des cales étant différentes entre référence et échantillon, deux types de cales ont été choisis.

Les cales piézoélectriques utilisées étaient disponibles au CTP. Pour la surface de référence, il s'agit d'un tube céramique piézoélectrique. L'échantillon est placé sur une platine de translation normalement conçu pour les objectifs de microscope.

B. Réalisation du montage : alignement et réglages

1. Montage de tomographie par cohérence optique développé sur table optique

Le montage d'OCT (Figure 54 et Figure 55) est éclairé par une lampe halogène (*Olympus HAL-L 12 V 100 W*). Le faisceau traverse un illuminateur de type Köhler (*Olympus BX-RLA2*). Il est ensuite divisé en deux faisceaux de même flux par un cube séparateur non polarisant spectralement plat dans le visible et traité anti-reflet large bande. Il a été choisi d'utiliser un cube séparateur plutôt qu'un ensemble séparatrice/compensatrice afin de faciliter les réglages et de limiter l'encombrement (supports). Il faut en effet faire coïncider l'image du diaphragme d'ouverture avec la pupille des objectifs pour avoir un flux homogène, et cette distance n'est que de 12 cm .

L'interféromètre, de configuration Linnik, est dans l'air. Deux objectifs identiques (*Olympus MPL 20x/0,4*) focalisent les faisceaux dans les deux bras, sur la surface de référence et l'échantillon. Placées devant eux, deux lames de verre orientables, d'épaisseur 4 mm , traitées anti-reflet large-bande visible-infrarouge (*Edmund Optics 45-661*), ont pour rôle de compenser l'écart de dispersion chromatique, nécessairement présent entre les deux bras car les optiques n'ont pas une épaisseur de verre rigoureusement identique.

Le miroir de référence est un filtre réfléchissant spectralement neutre (*Edmund Optics 46-131*), qui réfléchit 15 % de la lumière incidente. Il est placé sur un tube piézoélectrique en céramique (*Quartz&Silice PI 88*), permettant de petits déplacements afin de moduler les franges d'interférence. L'alimentation (*Thorlabs MDT691*), qui délivre une tension de commande au tube piézoélectrique entre 0 V et 150 V, est contrôlée par une tension entre 0 V et 10 V délivrée par l'ordinateur, via une carte PCI-9112.

L'échantillon est bloqué entre deux feuilles d'aimant, fixées sur une cale piézoélectrique de course 100 μm (*Polytech PI*) afin de balayer en profondeur l'échantillon. Le contrôleur de la cale piézoélectrique est commandé par le PC via un port RS232.

Les faisceaux retours sont focalisés par un doublet achromatique traité anti-reflet de focale 400 mm (*Newport PAC090AR.14*) sur une caméra matricielle CCD (*Sony XC-75CE* avec carte de commande *Matrox-Meteor2*) ou sur une barrette linéaire (*Dalsa Spyder* avec carte de commande *Horizon 4LC*).

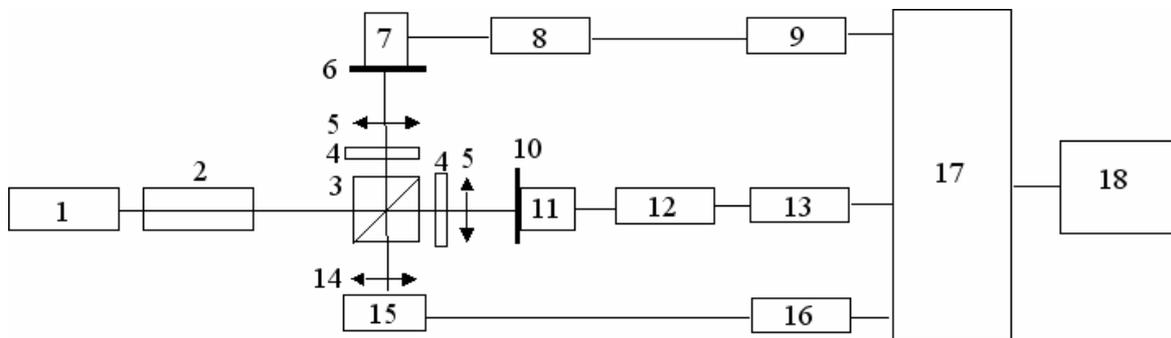


Figure 54. Schéma de principe du montage d'OCT. 1) Source halogène. 2) Illuminateur Köhler. 3) Cube séparateur large bande non polarisant. 4) Lames de verre anti-reflet pour compenser l'écart de dispersion. 5) Objectifs (20x/0,4). 6) Miroir de référence (réflexion de 15%). 7) Tube piézoélectrique. 8) Alimentation en tension. 9) Carte PCI-9112. 10) Échantillon. 11) Cale piézoélectrique. 12) Contrôleur pour la translation axiale. 13) Port RS232. 14) Doublet achromatique. 15) Caméra CCD. 16) Carte de commande de la caméra. 17) PC. 18) Interface.

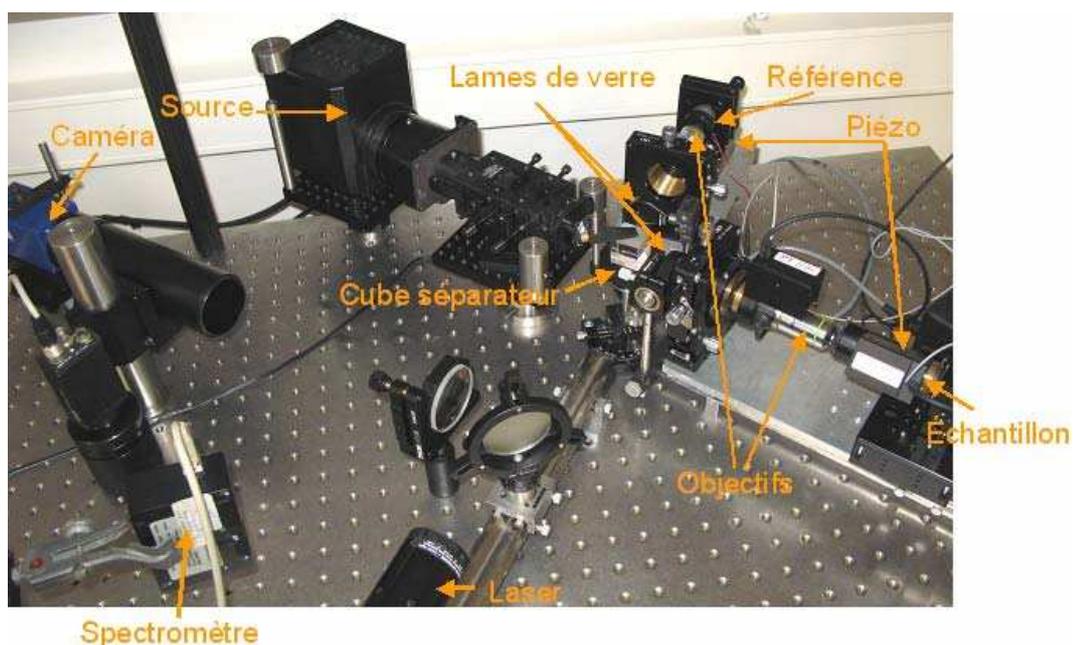


Figure 55. Photo du montage d'OCT plein champ développé pendant la thèse.

Le montage est entièrement contrôlé et synchronisé par l'ordinateur via un programme en langage C, commandant les caméras et les cales piézoélectriques par les ports RS232 et les cartes PCI-9112, Matrox et Horizon.

Un laser Hélium-Néon et un spectromètre ont été installés afin de faciliter l'alignement et le réglage de la différence de marche nulle.

2. Choix mécaniques pour les réglages

Le montage d'OCT est réalisé sur une table optique, installée sur quatre supports pneumatiques afin d'absorber les vibrations. Les composants sont montés sur des rails formant quatre bras, pour la source, la référence, l'échantillon et l'alignement/détection (Figure 55). Les bras donnent les directions d'alignement et une hauteur de faisceau a été définie une fois pour toutes. Alors les choix des supports et des réglages ont été menés afin d'aligner tous les composants dans ces directions et à cette hauteur.

La source est grossièrement réglable en hauteur et en rotation, afin de la rendre parallèle au banc de l'échantillon (faisceau transmis par le cube). C'est ensuite sur son faisceau que tous les composants sont alignés.

Le cube séparateur est placé sur un support à translations et rotations afin de rendre le faisceau réfléchi parallèle au banc de référence .

Afin de compenser l'écart de dispersion chromatique, les deux lames de verre sont dans un support permettant une rotation. Ainsi, en inclinant une des lames, cela introduit une épaisseur de verre supplémentaire pouvant compenser l'écart de dispersion chromatique.

Chaque objectif est dans une monture permettant les deux rotations horizontale et verticale, ainsi que les trois translations x , y et z . Cela permet d'aligner en rotation les objectifs sur le faisceau de la source, de centrer la pupille et de focaliser les objectifs.

La surface de référence est collée sur un support qui se visse sur le tube piézoélectrique. Cela permet de changer de miroir de référence facilement, sans tout désaligner. Le tube est fixé sur un support permettant un réglage en rotation, ainsi que sur une platine de translation manuelle en z . Ces deux réglages sont utiles pour obtenir la teinte plate en lumière blanche.

Afin de faciliter les échanges d'échantillons, le papier est maintenu à la verticale entre deux rubans magnétiques, dont celui du dessous est collé sur un support qui se visse sur la cale piézoélectrique. Le ruban supérieur, percé d'un trou, est amovible pour changer l'échantillon rapidement, sans besoin de réalignement. L'utilisation d'un support vissé sur la cale permet de remplacer l'échantillon papier par un miroir, lors de l'alignement du Linnik. La cale est montée sur un support réglable en rotation et sur une platine de translation manuelle en z , afin de régler l'interféromètre en teinte plate. Le support de l'objectif est solidaire de cette platine de translation axiale. La cale de l'échantillon est également sur une deuxième platine manuelle de translation en z (non solidaire cette fois de l'objectif) afin d'enlever et de remettre facilement un échantillon ou un miroir en le reculant, sans toucher à l'interféromètre.

Les deux bancs référence et échantillon sont montés en seul bloc sur des cavaliers se vissant sur les rails. Ils peuvent ainsi être facilement enlevés, afin de régler le faisceau de la source parallèle aux rails, sans composants gênants.

À la sortie de l'interféromètre, un miroir renvoie le faisceau vers la caméra (matricielle ou linéaire), précédée d'un achromat de focalisation. Ce miroir est sur support amovible et peut renvoyer le faisceau sous différents angles. Ainsi le laser est installé au bout du banc et peut être rétro-injecté dans le montage en enlevant le miroir. De plus, le faisceau peut être envoyé par le miroir vers l'entrée du spectromètre.

Les choix mécaniques (collages, éléments vissés, supports, etc.) ont été faits afin d'essayer de limiter au maximum les vibrations de ce montage éclaté. En effet, l'OCT est très sensible aux vibrations qui brouillent les franges et qui dégradent grandement les images. La stabilité du montage est très importante.

Ce montage est une plate-forme de recherche afin d'étudier en détail l'OCT appliquée au papier. L'objectif est d'avoir un montage modulaire, aux composants interchangeables, restant cependant assez stable et pouvant toujours être assez facilement aligné, d'où la difficulté de conception. Le choix des supports et réglages a ainsi été fait pour faciliter l'alignement de l'interféromètre de Linnik, tout en concevant un montage modulaire, afin de laisser une grande liberté de modification sans avoir besoin de réaligner complètement ou de changer de support (changement facilité de l'échantillon, de la surface de référence, place pour l'ajout de composants).

3. Procédure d'alignement

La procédure d'alignement choisie est de régler un interféromètre de Michelson en lumière blanche puis d'insérer les objectifs (préalablement réglés) pour obtenir un interféromètre de Linnik en lumière blanche. L'écart de dispersion chromatique entre les deux bras est ensuite compensé.

Préréglages

1. Vérifier que tous les réglages sont à mi-course, que les optiques sont propres et que les cales piézoélectriques sont allumées et mises à 0.
2. Aligner le faisceau de la source parallèlement au banc grâce à deux trous centrés et à bonne hauteur sur le bras en transmission, avec le cube séparateur et les lames compensatrices à peu près en bonne position (car ils induisent un décalage du faisceau).
3. Orienter finement le cube séparateur afin de rendre le faisceau réfléchi parallèle au bras en réflexion (réglages sur le support du cube) à l'aide de deux trous centrés et à bonne hauteur.
→ Le faisceau de la source est aligné parallèle et centré dans les deux bras.
4. Placer les objectifs de sorte que leur pupille coïncide avec l'image du diaphragme d'ouverture par l'éclairage Köhler.
5. Régler l'alignement en rotation et en translation des objectifs afin de les rendre parallèles au faisceau de la source, et pupilles centrées, grâce à 2 trous à la sortie des objectifs réglés sur le faisceau de la source.
→ Le faisceau en sortie des objectifs est parallèle et centré. Les objectifs sont préréglés sur la source.

6. Régler les diaphragmes de l'éclairage Köhler (diaphragme d'ouverture à 70/80 % de la taille de la pupille des objectifs - diaphragme de champ suivant la taille de l'image).
7. Placer la caméra au foyer du doublet achromatique.

Interféromètre de Michelson

8. Placer la surface de référence et un miroir en tant qu'échantillon dans le plan focal des objectifs et retirer les objectifs de leur support.
9. Régler la rotation des miroirs par autocollimation sur la source.
10. Affiner la rotation des miroirs à l'aide des franges d'interférence obtenues avec un laser He-Ne.
11. Revenir en lumière blanche et déplacer les miroirs pour annuler la différence de marche et obtenir la teinte plate (si besoin avec l'aide d'un spectromètre fournissant le spectre cannelé^a).

→ Obtention de la teinte plate avec le Michelson en lumière blanche.

Interféromètre de Linnik

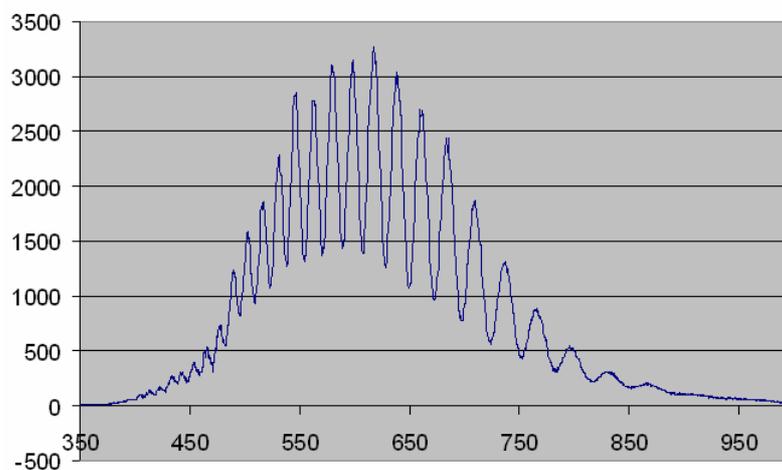
12. Remettre les objectifs dans les deux bras et les translater afin de positionner les miroirs dans leur plan focal.

→ Il n'y a plus de franges en lumière blanche car l'ajout des objectifs, non rigoureusement identiques, a introduit une différence de marche par ajout d'une épaisseur différentielle de verre.

13. Translater le bras de l'échantillon (dont l'objectif et le miroir sont solidaires sur une platine de translation) afin de retrouver les interférences en lumière blanche, à l'aide par exemple du spectre cannelé donné par le spectromètre. Les teintes de Newton ne sont pas symétriques car l'écart de dispersion chromatique n'est pas compensée (Figure 56).

→ Obtention de la teinte plate avec le Linnik en lumière blanche, avec écart de dispersion chromatique.

^a Un spectre cannelé est obtenu en interférométrie en lumière blanche, en raison des interférences constructives et destructrices ne se produisant pas à la même différence de marche pour les différentes longueurs d'onde. En observant le faisceau en sortie de l'interféromètre, les cannelures sont visibles sur une différence de marche beaucoup plus grande que les teintes de Newton à l'œil nu. L'utilisation d'un spectromètre facilite ainsi grandement l'obtention de la différence de marche nulle en interférométrie en lumière blanche.



Spectre cannelé obtenu en sortie d'interféromètre en lumière blanche loin de la différence de marche nulle, dans le blanc d'ordre supérieur.

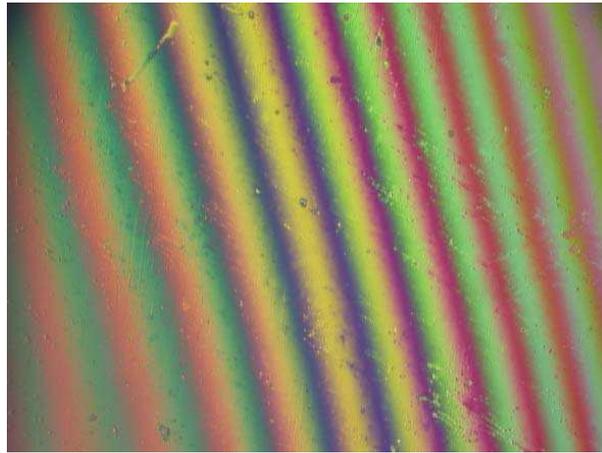


Figure 56. Teintes de Newton obtenues près de la teinte plate avec l'interféromètre de Linnik. L'écart de dispersion chromatique entraîne des couleurs non symétriques de part et d'autre de la différence de marche nulle.

Compensation de l'écart de dispersion chromatique entre les deux bras de l'interféromètre

14. Incliner les lames de verre pour compenser l'écart de dispersion chromatique, tout en translatant le bras de l'échantillon afin de conserver la différence de marche nulle. Le plus simple pour la compensation est d'observer les teintes de Newton : celles-ci doivent être symétriques, de part et d'autre d'une frange centrale blanche (Figure 57). Suivant l'ordre des teintes, on sait par expérience dans quel bras l'épaisseur de verre traversée est la plus grande. L'utilisation d'une caméra couleur peut aider.

→ Obtention de la teinte plate avec le Linnik en lumière blanche, sans écart de dispersion chromatique.

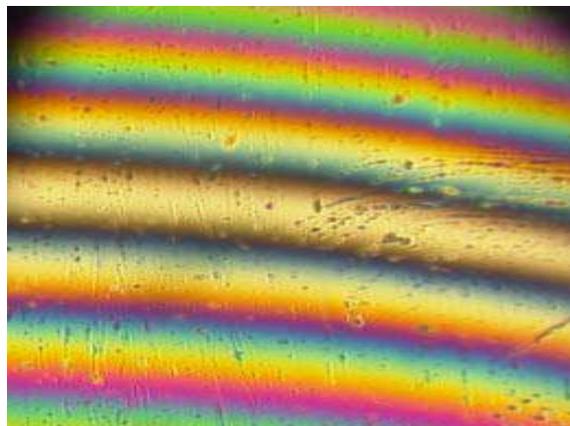


Figure 57. Teintes de Newton obtenues près de la teinte plate avec l'interféromètre de Linnik après compensation de l'écart de dispersion chromatique. Les teintes sont symétriques de part et d'autre de la frange blanche.

15. Remplacer le miroir par un échantillon et placer celui-ci dans le plan focal de l'objectif.

→ Observation des franges sur le papier (Figure 58)



Figure 58. Image des franges d'interférence sur un papier obtenues avec le montage d'OCT aligné. Celles-ci ne sont visibles qu'à la surface.

4. Réglages de la source et du temps d'exposition de la caméra

La caméra est proche de la saturation afin de détecter le maximum de photons qui interfèrent et d'utiliser toute la dynamique, maximisant le rapport signal à bruit. Le flux de la source et/ou le temps de pose de la caméra sont réglés de façon à être proche de la saturation et à avoir un temps d'exposition le plus court possible pour la rapidité d'acquisition.

5. Calibration du tube piézoélectrique de la surface de référence

Le tube piézoélectrique est calibré expérimentalement en déterminant quelle tension donne un pas correspondant à un déphasage de π ou de 2π , inversant une frange blanche en une frange noire ou redonnant une frange blanche. La calibration doit donc se faire sur le montage pour être effectuée sur le bon spectre effectif.

Une rampe de tension est envoyée sur l'alimentation du tube. La valeur de tension à appliquer pour un déplacement de 2π est déterminée grâce aux franges d'interférence sur un miroir. La linéarité du tube est également vérifiée. La tension à envoyer sur le tube piézoélectrique de la surface de référence est de 6,3 V pour un déplacement de 2π .

6. Montage après alignement

Limiter les réflexions parasites est essentiel pour optimiser la sensibilité du montage, afin d'éviter qu'un flux parasite ne se superpose, réduisant la dynamique. De même, obtenir un éclairage uniforme est important pour l'homogénéité des coupes.

Les composants sont tous traités anti-reflet pour minimiser les réflexions parasites. Cependant les traitements large bande ne sont pas efficaces à 100% sur toute la largeur spectrale de la lampe. Ainsi, le cube séparateur réfléchit un fort flux bleu dans la direction où il ne devrait rien laisser passer (vers la caméra). Dans la configuration classique de bras perpendiculaires, cette réflexion parasite se superpose au flux d'intérêt. La solution a été d'introduire un angle entre les deux bras, différent de 90°, permettant de séparer les faisceaux d'intérêt et cette réflexion parasite.

De plus, la face arrière des objectifs renvoie une réflexion parasite qui vient se superposer au signal d'intérêt. Cette réflexion ne peut être enlevée qu'en désalignant les objectifs de leur axe, ce qui n'est pas concevable. Cela entraîne une perte de contraste. A l'achat d'objectifs pour un montage d'OCT, cette caractéristique, dépendant des traitements anti-reflets et de la forme de la face arrière, doit être étudiée afin de ne pas ajouter de flux parasite. De plus, la réflexion spéculaire sur la surface de l'échantillon est présente car l'interféromètre est dans l'air.

Il faut également bien faire attention à la propreté de la surface de référence (rayures, poussières). En effet, ces défauts masquent des zones du champ et peuvent entraîner des artefacts sur les coupes tomographiques. De même, il faut veiller à la propreté de l'optique de focalisation et de la caméra (poussières).

L'alignement préalable des objectifs est essentiel. D'une part, si la pupille est mal centrée, l'image du diaphragme d'ouverture ne pourra pas coïncider. Si le diaphragme est trop ouvert, des réflexions parasites sur les bords de l'objectif risquent de se produire, s'il est trop fermé, la pupille n'est pas entièrement éclairée. Dans tous les cas, celle-ci ne sera pas éclairée de façon homogène. De plus, si les objectifs ne sont pas bien alignés, cela introduit des lames ou coin d'air, avec des franges qui peuvent au final être très serrées (et non plus à la teinte plate), ainsi que des franges déformées par des aberrations dues au mauvais alignement, et des couleurs de teintes de Newton corrompues par un écart de dispersion chromatique pouvant varier spatialement. La procédure d'alignement a été mise au point pour éviter ces mauvais alignements.

C. Acquisition des coupes tomographiques

Une coupe tomographique est obtenue par combinaison d'images de la caméra pour différentes positions de la surface de référence.

1. Choix de l'algorithme de décalage de phase

Présentation d'algorithmes de décalage de phase

En biologie, l'algorithme utilisé repose souvent sur seulement deux images déphasées de π , pour un gain de temps afin de faire de l'imagerie en temps réel [40]. La combinaison des deux images donne la coupe tomographique I (avec les notations de la partie II.C.5) :

$$PS2 \quad I = (I_1 - I_3)^2 = 16I_{ref}I_{ech} \cos^2(\varphi) \quad (29)$$

Cet algorithme est noté PS2.

L'information sur l'échantillon est présente ; par contre les franges d'interférence ne sont pas totalement éliminées. Dans le cas de certaines images biologiques, ce n'est pas gênant en pratique, car les franges, petites, ne masquent alors pas la structure. Dans le cas du papier, ceci est gênant pour la surface, qui est plane et présente de grandes franges d'interférence (Figure 59). Dans la suite, nous ne nous intéresserons qu'aux algorithmes permettant la reconstruction totale de l'enveloppe sans résidus de franges.

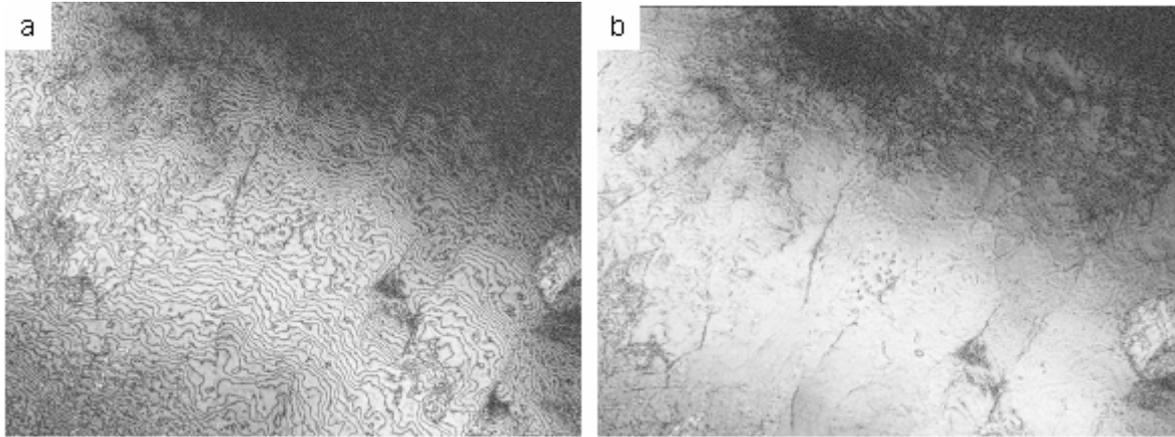


Figure 59. Coupe tomographique XY d'un papier près de la surface, reconstruite avec les algorithmes de décalage de phase PS2 (a) et PS4 (b), à 2 et 4 images. Comme l'algorithme PS2 n'élimine pas la phase, des franges sont visibles sur la coupe, à la différence de PS4.

L'algorithme de décalage de phase classique (partie II.C.5) repose sur quatre images séparées de $\frac{\pi}{2}$. L'image tomographique est reconstruite par :

$$PS4 \quad I = (I_1 - I_3)^2 + (I_2 - I_4)^2 = 16I_{ref}I_{ech} \quad (30)$$

Cet algorithme présente l'inconvénient d'être sensible à la précision sur la position de la référence. Il n'y a ainsi pas de compensation d'erreur intrinsèque à l'algorithme. Celui-ci sera noté dans la suite PS4.

Un algorithme à 8 images décalées de $\frac{\pi}{4}$ a été utilisé par une équipe de recherche en biologie utilisant l'OCT plein champ en lumière blanche, afin d'être moins sensible aux imprécisions de position du miroir de référence [41]. La coupe est reconstruite par :

$$PS8 \quad I = (I_0 - I_{\pi})^2 + \left(I_{\pi/4} - I_{5\pi/4}\right)^2 + \left(I_{\pi/2} - I_{3\pi/2}\right)^2 + \left(I_{3\pi/4} - I_{7\pi/4}\right)^2 = 32I_{ref}I_{ech} \quad (31)$$

Cet algorithme demande beaucoup de temps d'acquisition. Il sera noté PS8 dans la suite.

K.G. Larkin a proposé trois algorithmes de détection d'enveloppe [42]. Le premier repose sur seulement trois images décalées de $\frac{\pi}{2}$ et permet de reconstruire très rapidement une coupe, sans franges résiduelles à la différence de l'algorithme à 2 images décalées de π . La coupe tomographique est obtenue par :

$$L1 \quad I = (I_3 - I_2)^2 + (I_2 - I_1)^2 = 8I_{ref}I_{ech} \quad (32)$$

Cet algorithme n'est cependant valable que pour des pas de $\frac{\pi}{2}$ exactement. Il est noté L1.

Afin de ne pas être trop sensible à la précision sur les positions de la surface de référence, K.G. Larkin a proposé deux autres algorithmes à 5 images décalées de $\frac{\pi}{2}$. Le premier, noté L2, permet une compensation partielle des erreurs, avec :

$$L2 \quad I = 4(I_2 - I_4)^2 + (-I_1 + 2I_3 - I_5)^2 = 64I_{ref}I_{ech} \quad (33)$$

Le second algorithme à 5 images, noté L3, permet une compensation totale des erreurs de calibration sur les positions de la surface de référence. La combinaison d'images est (Figure 60) :

$$L3 \quad I = (I_2 - I_4)^2 - (I_1 - I_3)(I_3 - I_5) = 16I_{ref}I_{ech} \quad (34)$$

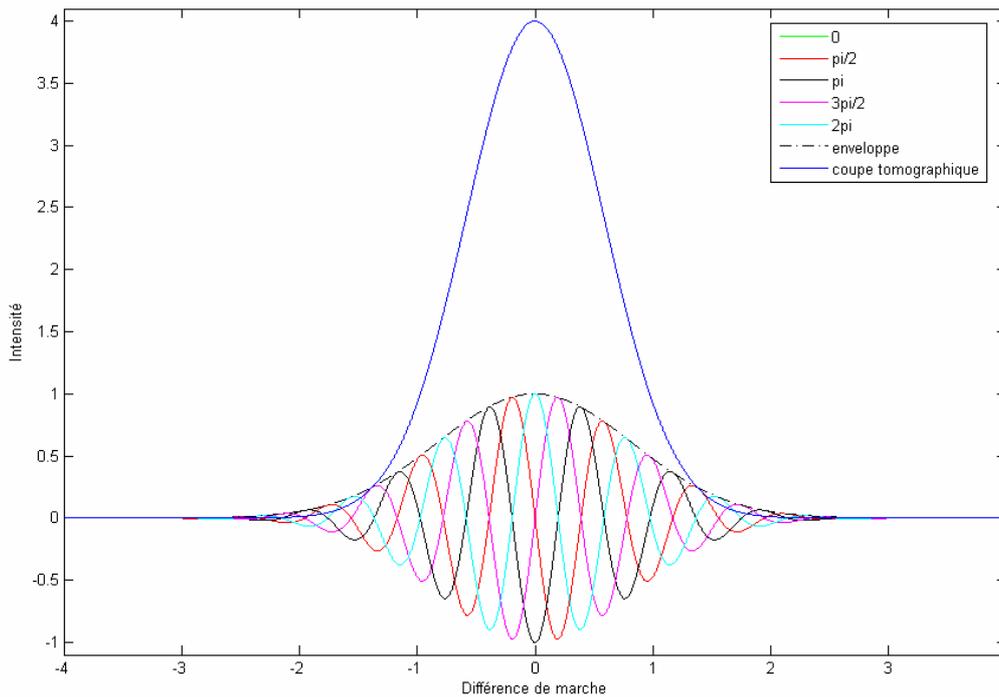


Figure 60. Simulation des franges d'interférence pour cinq images décalées de $\pi/2$, de l'enveloppe des franges et de la reconstruction de la coupe tomographique par l'algorithme de Larkin L3.

Simulations de la reconstruction d'une coupe tomographique XZ

L'algorithme de Larkin L3 est connu pour ses propriétés d'efficacité et de robustesse aux erreurs de déplacements de la surface de référence. Si ceux-ci ne sont pas égaux à $\frac{\bar{\lambda}}{8}$, l'enveloppe de la coupe tomographique est cependant bien retrouvée, avec seulement une baisse du maximum d'intensité (Figure 61).

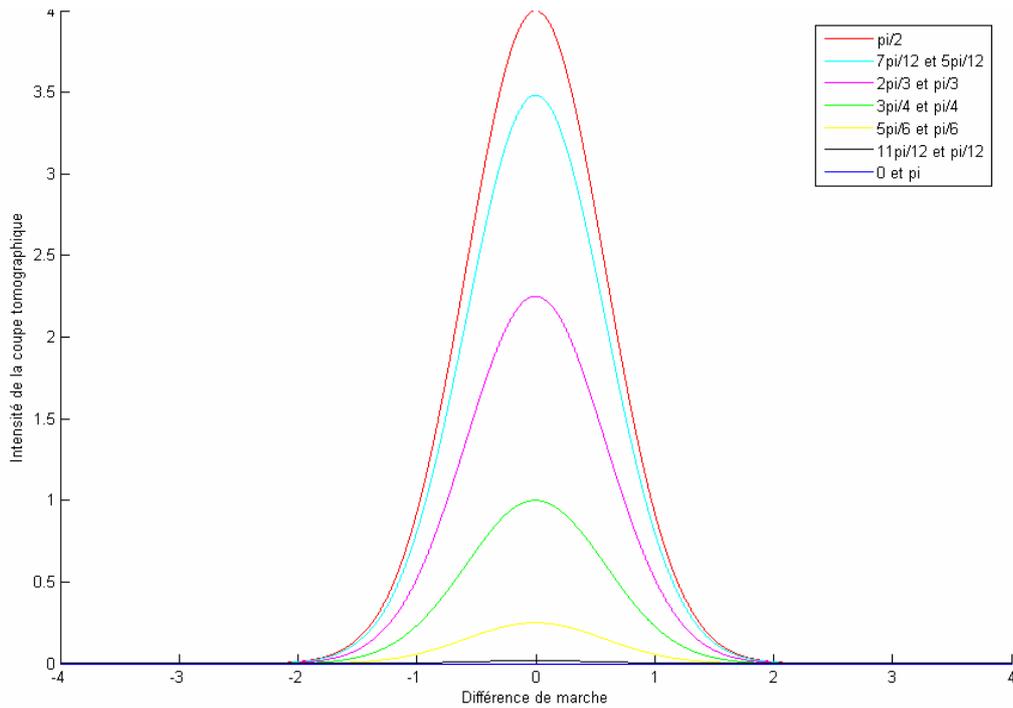


Figure 61. Simulation de la reconstruction d'une coupe tomographique sur un miroir par l'algorithme de Larkin L3, avec des décalages de la surface de référence de $0, \pi/12, \pi/6, \pi/4, \pi/3, 5\pi/12, \pi/2, 7\pi/12, 2\pi/3, 3\pi/4, 5\pi/6, 11\pi/12$ et π . L'algorithme L3 est très robuste aux erreurs de calibration de la surface de référence.

Cet algorithme est ainsi beaucoup plus robuste que les autres algorithmes cités, comme simulé en comparaison de l'algorithme classique à 4 images (Figure 62). Même avec un léger décalage correspondant à une quinzaine de nanomètres, qui pourrait être issu d'une mauvaise calibration, l'algorithme à 4 images présente des artefacts sur l'enveloppe reconstruite.

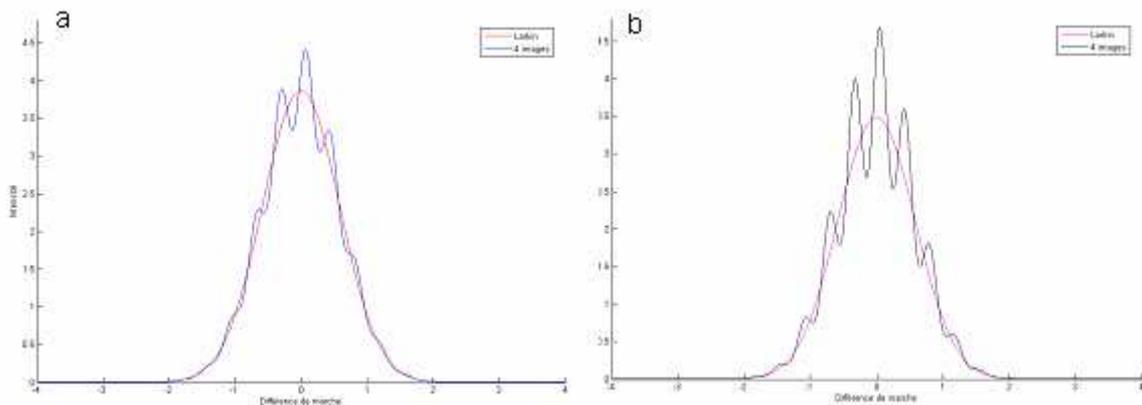


Figure 62. Simulation de la reconstruction d'une coupe tomographique avec les algorithmes de Larkin L3 (en rouge ou rose) et à 4 images PS4 (en bleu ou noir), pour des décalages de la surface de référence de $\pi/2 \pm \pi/24$ (a) et de $\pi/2 \pm \pi/12$ (b). L'algorithme L3 est beaucoup plus robuste que l'algorithme PS4 à des erreurs, même faibles, de calibration pour les déplacements de la surface de référence.

Coupes expérimentales sur miroir et sur papier

Afin de vérifier expérimentalement la robustesse de l'algorithme de Larkin L3 à une mauvaise calibration de la surface de référence, la coupe d'un miroir a été reconstruite pour des pas de $\frac{\pi}{4}$, moitié de la bonne valeur $\frac{\pi}{2}$ (Figure 63 et Figure 64).

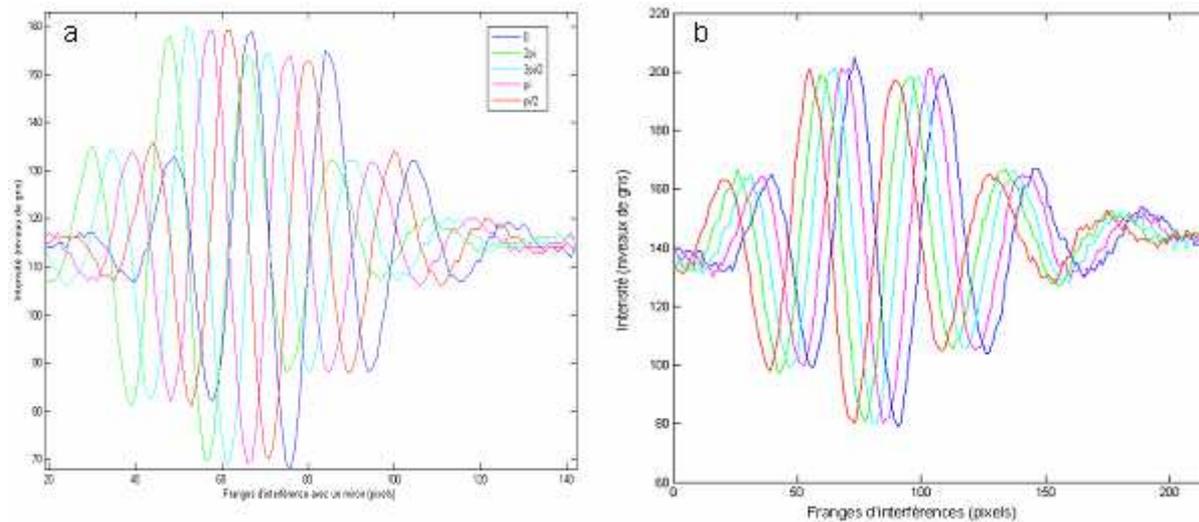


Figure 63. Franges d'interférence expérimentales enregistrées sur un miroir pour cinq positions de la surface de référence, décalées de $\pi/2$ (a) et de $\pi/4$ (b).

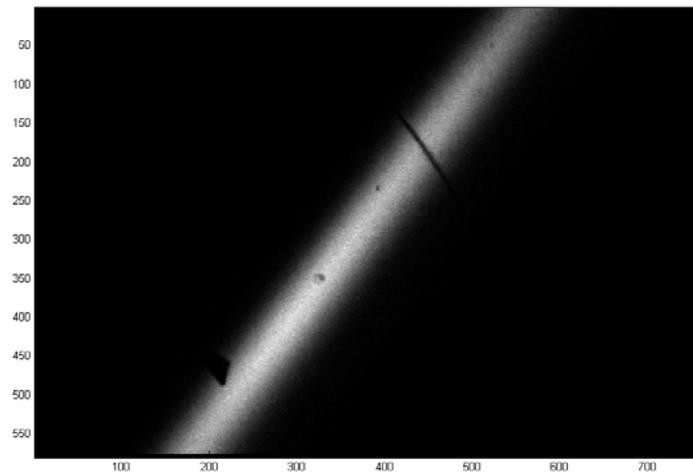


Figure 64. Coupe tomographique XZ d'un miroir avec l'algorithme de Larkin L3 pour des positions de la surface de référence décalées de $\pi/4$. L'algorithme L3 reconstruit expérimentalement la coupe malgré un pas entre les positions de la surface de référence de moitié le pas optimal de $\pi/2$.

Le déplacement de la cale piézoélectrique n'est pas critique pour reconstruire la coupe avec l'algorithme de Larkin. Ainsi un pas deux fois trop petit permet de reconstruire la coupe, bien que d'intensité quatre fois plus faible, comme attendu.

Ainsi l'algorithme de Larkin L3 reconstruit la coupe malgré une très forte erreur sur le positionnement du miroir de référence. Cependant, afin d'imager en profondeur dans le papier, il faut bien sûr adapter au mieux les déplacements de la surface de référence, même si

ceux-ci ne sont pas critiques. En effet, l'intensité de la coupe décroît lorsque l'on s'éloigne du pas optimal.

Des comparaisons expérimentales entre algorithmes ont été réalisées expérimentalement sur un miroir (Figure 65) et un papier (Figure 66). Une coupe tomographique en échelle logarithmique est réalisée avec les algorithmes PS4, PS8, L1, L2 et L3.

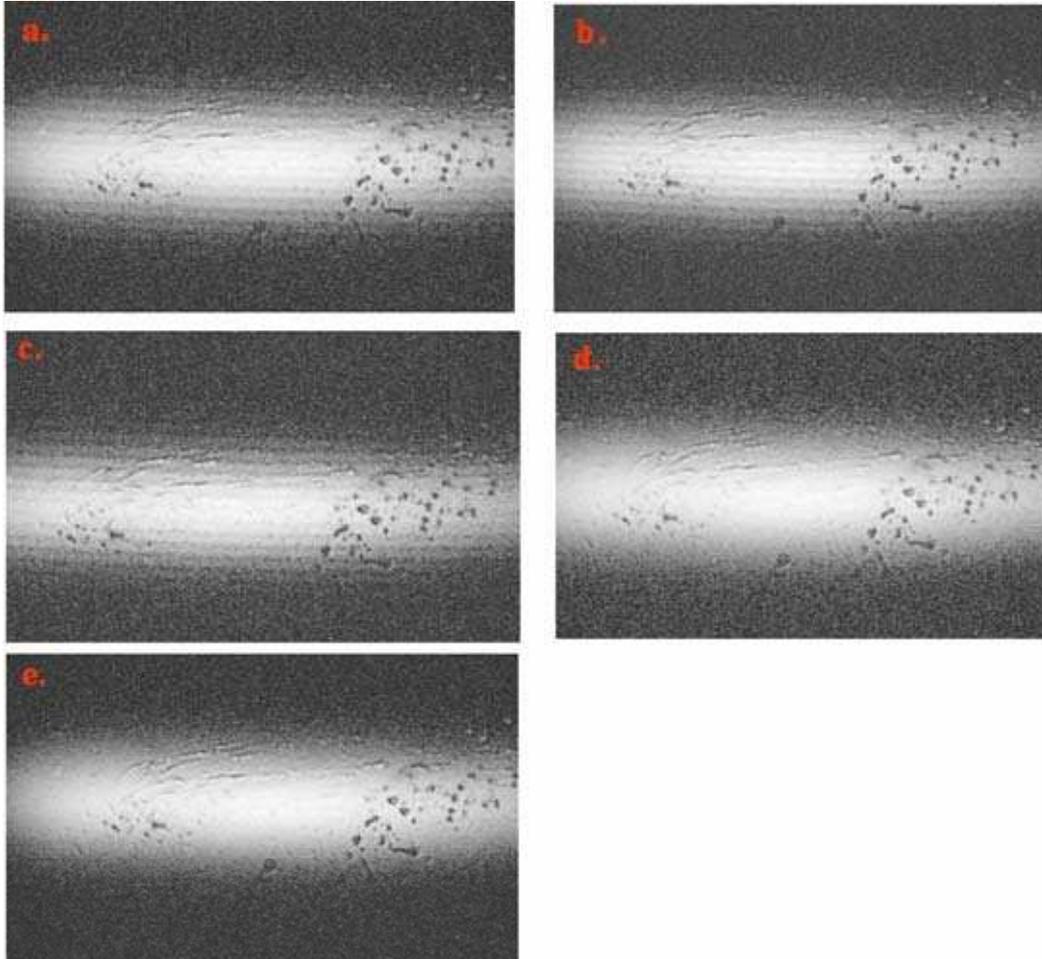


Figure 65. Coupes tomographiques XZ d'un miroir reconstruites avec les algorithmes suivants : PS4 (a), PS8 (b), L1 (c), L2 (d), L3 (e). Les algorithmes les plus robustes sont L1 et L3 et le plus faible bruit de fond est obtenu avec L3 et PS4.

Seuls L2 et L3 reconstruisent la coupe sans artefacts, comme attendu car ce sont les seuls à présenter une compensation intrinsèque des erreurs. Les trois autres algorithmes présentent des franges. Le plus faible bruit de fond est obtenu avec L3 et PS4.

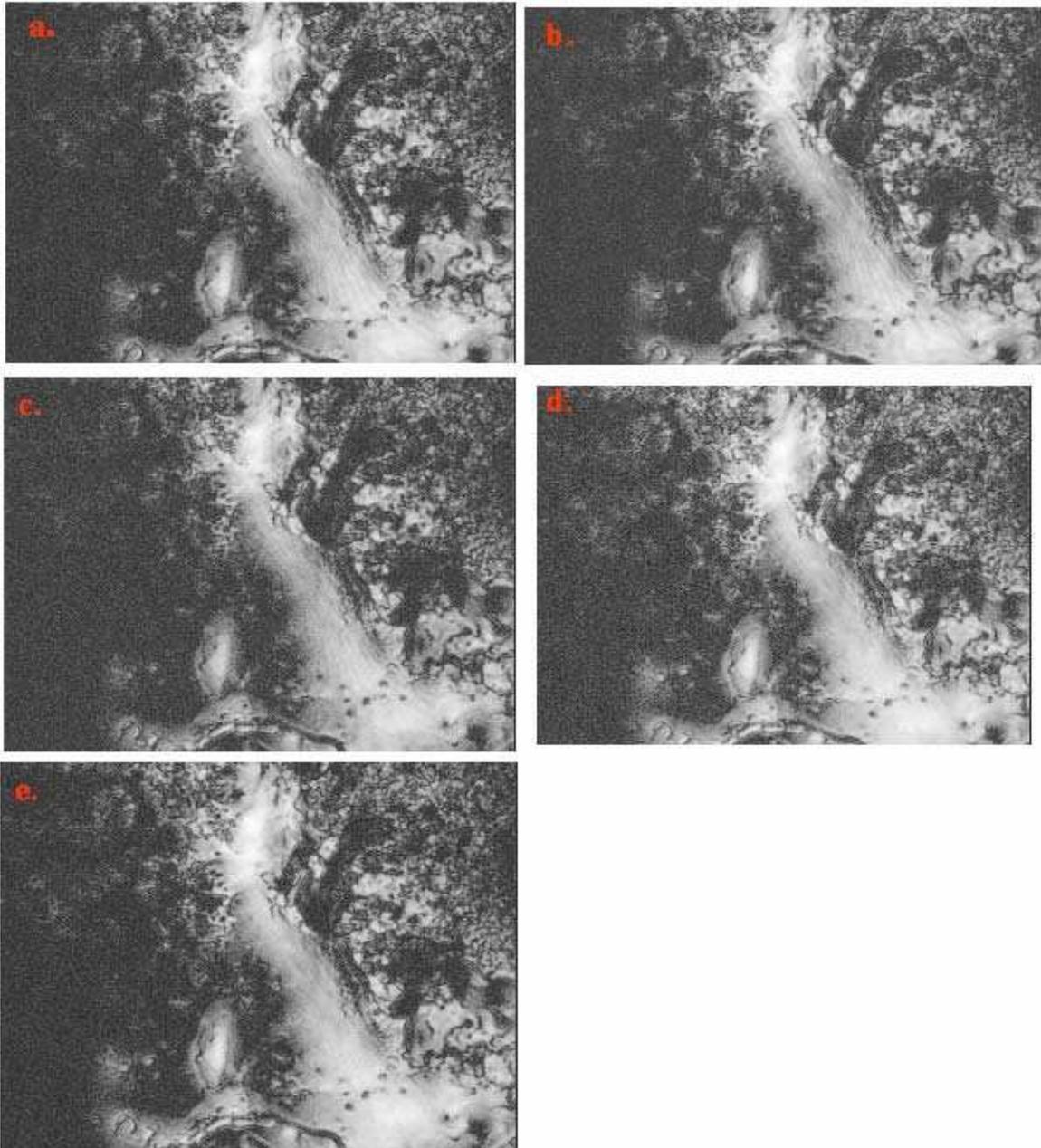


Figure 66. Coupes tomographiques XY près de la surface d'un papier reconstruites avec les algorithmes suivants : PS4 (a), PS8 (b), L1 (c), L2 (d), L3 (e). Les performances des différents algorithmes sont les mêmes que sur un miroir.

Sur les plages uniformes de l'échantillon, les algorithmes de décalage de phase PS4 et PS8, ainsi que l'algorithme de Larkin L1, laissent des franges sur la coupe, comme dans le cas du miroir. Les algorithmes de Larkin L2 et L3 éliminent complètement ces franges et sont donc peu sensibles à un mauvais déplacement de la surface de référence ou aux vibrations. Ainsi L2 et L3 sont moins sensibles à une mauvaise calibration et à une dérive de la cale piézoélectrique.

Dans les zones sans signal, l'algorithme de Larkin L3 donne le plus faible bruit de fond.

L'algorithme L1 à 3 images ne reconstruit parfois pas certains détails du papier. En pratique, un minimum de 4 images est nécessaire pour ne pas perdre d'information.

Pour l'imagerie du papier, la robustesse de l'algorithme prime sur la rapidité. En effet, le temps d'acquisition n'est pas un paramètre majeur car le papier est immobile, bien qu'une mesure rapide soit préférée industriellement. En conclusion des simulations et expériences, l'algorithme de Larkin à 5 images L3 a été implémenté pour la reconstruction des coupes tomographiques. Il est en effet le plus robuste aux erreurs et diminue le bruit de fond.

2. Implémentation de l'algorithme sur le montage

Une coupe tomographique à une profondeur donnée est la combinaison de cinq images acquises par la caméra, pour cinq positions différentes du miroir de référence. Le montage doit donc être contrôlé par ordinateur afin de synchroniser les cales piézoélectriques de la surface de référence et de l'échantillon, ainsi que la caméra. Un programme en langage C permet de contrôler et de temporiser les différents composants, ainsi que de choisir les paramètres d'acquisition (nombre de moyennes par image, nombre de coupes tomographiques souhaitées, pas entre ces coupes et profondeur de départ).

Chaque image de la caméra pour une position donnée de la surface de référence est mise en mémoire. Celle-ci peut être moyennée dans le temps. Une fois les cinq images de l'algorithme acquises, l'intensité de la coupe tomographique est calculée. Comme la dynamique de l'image est très grande, la coupe tomographique est visualisée en échelle logarithmique. Le logarithme est la seule opération appliquée à la coupe tomographique, les coupes 2D présentées dans cette thèse sont brutes.

Dans la suite, les résultats sont présentés sous forme de coupes 2D en XY ou en XZ, sans traitement supplémentaire, ou sous forme d'images de visualisation de toute la structure en utilisant une pile de coupes tomographiques. Les coupes en XY sont obtenues avec la caméra matricielle et celles en XZ sont soit acquises avec la caméra linéaire, soit extraites d'une pile 3D avec la caméra matricielle.

D. Caractérisation du montage de tomographie par cohérence optique développé

1. Résolution axiale expérimentale

Dans un milieu d'indice de réfraction n , la résolution axiale théorique d'un montage d'OCT vaut $\Delta z = \frac{2 \ln 2}{n\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda}$ en supposant le spectre de forme gaussienne. Ainsi, en théorie, la résolution est meilleure dans l'échantillon. En pratique, les milieux traversés par le faisceau (optiques, échantillon) sont dispersifs, leur indice de réfraction dépendant de la longueur d'onde. La résolution axiale peut ainsi être dégradée par l'écart de dispersion chromatique si les deux bras de l'interféromètre ne contiennent pas la même quantité de verre. La résolution axiale effective Δz_{eff} vaut alors [43] :

$$\Delta z_{eff} = \sqrt{\Delta z^2 + \left(z \Delta \lambda \frac{dn}{d\lambda} \right)^2} \quad (35)$$

où z est la différence d'épaisseur de verre et $\frac{dn}{d\lambda}$ la variation de l'indice de réfraction avec la longueur d'onde.

Comme la source utilisée a une large bande spectrale, le phénomène de dispersion chromatique est important. Ainsi, pour une résolution du micron sans écart de dispersion entre les deux bras, une variation d'indice de $3,5 \cdot 10^{-5} \text{ nm}^{-1}$ pour le verre et une bande spectrale de 300 nm, la résolution axiale est doublée avec une épaisseur différentielle de verre de 165 μm . Compte tenu de l'épaisseur des optiques, la différence entre les deux bras devient vite importante, conduisant à un élargissement de l'interférogramme, à une dissymétrie de l'enveloppe des franges (Figure 67) et à une dégradation de la résolution axiale (Figure 68). C'est pourquoi sont ajoutées des lames de verre dans chaque bras pour compenser cet écart de dispersion. Une fois que l'interféromètre de Linnik est aligné, l'inclinaison de ces lames permet de compenser les épaisseurs différentielles des optiques, non rigoureusement identiques.

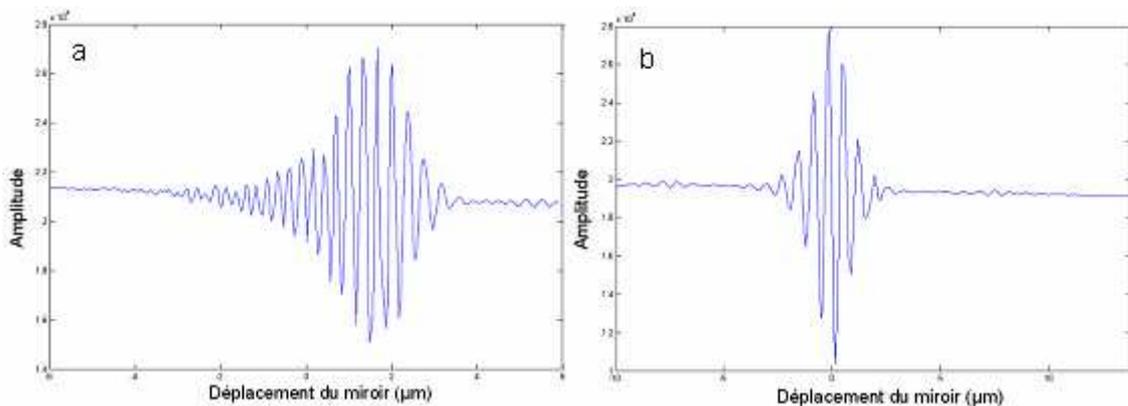


Figure 67. Interférogrammes avec un miroir comme échantillon, avant (a) et après (b) compensation de l'écart de dispersion chromatique du montage. La dispersion élargit l'interférogramme et entraîne une dissymétrie de celui-ci.

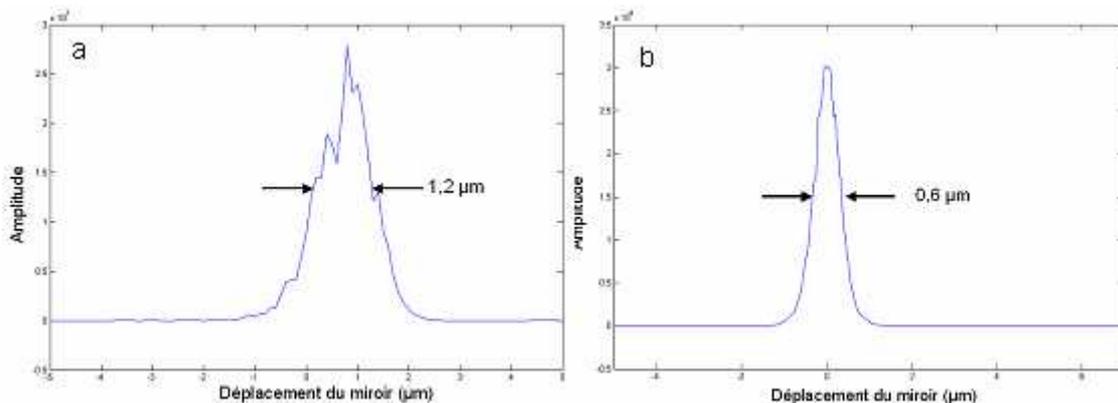


Figure 68. Résolution axiale dans l'air du montage d'OCT avec (a) et sans (b) écart de dispersion chromatique (mesurée sur une coupe tomographique XZ d'un miroir avec la caméra linéaire). La dispersion dégrade la résolution.

Cependant, même si l'écart de dispersion chromatique sans échantillon est compensée entre les deux bras, ce dernier est également un milieu dispersif. La perte en résolution axiale se produit donc inévitablement avec la profondeur de pénétration. C'est pourquoi en biologie les objectifs travaillent en immersion afin d'adapter les indices de réfraction des milieux. Cependant, l'épaisseur des papiers étant faible, la perte n'est pas importante. La résolution axiale est également dégradée en pratique à cause de la diffusion multiple par les microstructures de l'échantillon qui crée du bruit (speckle) déformant l'enveloppe des franges. De plus, les inhomogénéités du papier déforment le front d'onde.

La mesure expérimentale de la résolution axiale est effectuée sur un miroir comme échantillon, après compensation de l'écart de dispersion chromatique. Il s'agit donc de la résolution optimale, à la surface du papier. Une pile de coupes tomographiques est acquise avec un pas de 50 nm. La résolution est la largeur à mi-hauteur de l'enveloppe de la coupe XZ. La résolution axiale est de 0,6 μm avec les deux caméras (Figure 68). Les différences entre les réponses spectrales des caméras ne modifient donc pas significativement le spectre effectif du montage. Il en est de même pour les variations de spectre de la source liées au flux. Ainsi la résolution obtenue est comprise entre 0,6 μm et 0,7 μm suivant les expériences, différence comprise dans les variations expérimentales (poussières, rayures, bruit, etc.).

L'équation 35 a été vérifiée expérimentalement en mesurant la résolution axiale sur un miroir après que le faisceau ait traversé une lamelle de microscope ajoutée dans le bras échantillon de l'interféromètre (Figure 69). La résolution axiale vaut alors 1,6 μm , ce qui est en accord avec la valeur théorique de 1,8 μm calculée avec une épaisseur de lamelle de 170 μm , une largeur spectrale de 300 nm et une variation d'indice de $3,5 \cdot 10^{-5} \text{ nm}^{-1}$.

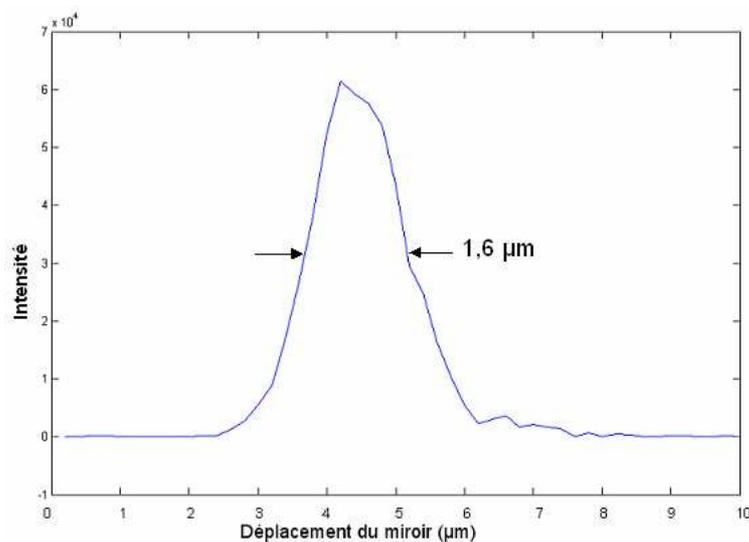


Figure 69. Coupe tomographique XZ d'un miroir après traversée d'une lamelle de verre. L'écart de dispersion chromatique engendré par l'ajout d'une épaisseur différentielle de verre entre les deux bras de l'interféromètre dégrade la résolution axiale.

2. Champ de vue

Le champ observé est fonction du grandissement total du montage d'OCT et de la taille du capteur CCD. Le grandissement effectif est lié aux objectifs et à la focale de la lentille de focalisation sur la caméra. Il vaut $g \frac{f}{l} = 20 \times \frac{400}{180} = 44,4$ avec des objectifs $\times 20$, une focale de 400 mm et une longueur de tube de 180 mm.

La caméra matricielle a une résolution de 758×576 pixels, de taille $8,6 \times 8,3 \mu\text{m}^2$. La taille de l'image 2D obtenue avec la caméra matricielle est donc de l'ordre de $150 \times 110 \mu\text{m}^2$. La caméra linéaire possédant 2048 pixels de 14 μm de côté, le champ total vu est d'environ 650 μm .

Afin d'agrandir le champ, un doublet achromatique de focale 200 mm est également parfois utilisé, donnant un champ d'environ $300 \times 220 \mu\text{m}^2$.

3. Temps d'acquisition des coupes tomographiques

Le temps d'acquisition d'une coupe tomographique dépend :

- du nombre de moyennes nécessaires pour atteindre un rapport signal sur bruit suffisant et donc des propriétés optiques du papier ;
- du pas choisi ;
- de la profondeur imagée.

En général, le pas est fixé à $0,5 \mu\text{m}$ et la profondeur à $75 \mu\text{m}$, soit une pile de 150 images.

Une coupe tomographique XZ avec la caméra linéaire, réalisée avec 200 moyennes et un temps d'exposition de $1500 \mu\text{s}$, prend environ 6 minutes. Une coupe XY avec la caméra Sony demande 2 minutes pour 50 moyennes. Avec une pile de 100 images, l'imagerie de la structure requiert une quarantaine de minutes. Le temps d'acquisition du montage n'est cependant pas optimisé et pourrait être amélioré (gain dans la transmission et la sauvegarde des données).

4. Spectre effectif du montage

L'interférogramme en lumière blanche entre deux miroirs est donné par l'équation $I(\tau) = I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}}TF[S_{source}(\nu)]$ où TF est l'opérateur transformée de Fourier et $S_{source}(\nu)$ le spectre de la source éclairant effectivement le montage (partie II.C.1). Le spectre effectif du montage complet peut ainsi être calculé par transformée de Fourier de l'interférogramme expérimental (Figure 70).

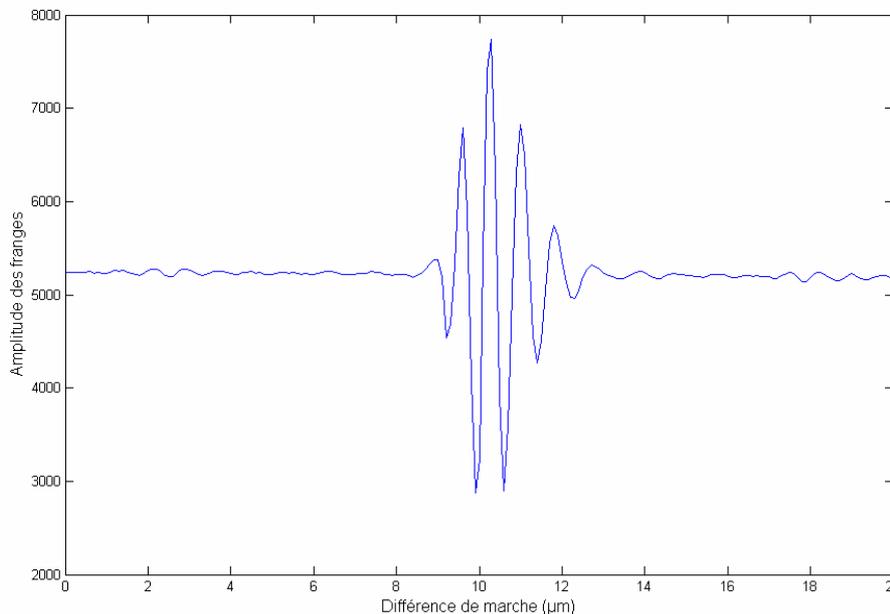


Figure 70. Interférogramme expérimental du montage d'OCT sur un miroir.

Le spectre effectif du montage est assez lisse et proche d'une gaussienne (Figure 71). Il se situe globalement entre 450 nm et 1200 nm , avec son maximum vers 770 nm . Sa largeur à mi-hauteur vaut environ 350 nm , entre 600 nm et 950 nm . Ces caractéristiques spectrales sont globalement les mêmes pour les deux caméras.

Le déplacement de la cale piézoélectrique nécessaire pour décaler les franges de 2π , avec un miroir comme échantillon, est mesuré à $0,3875 \mu\text{m}$, ce qui donne une longueur d'onde centrale de 775 nm . Les deux valeurs trouvées sont cohérentes.

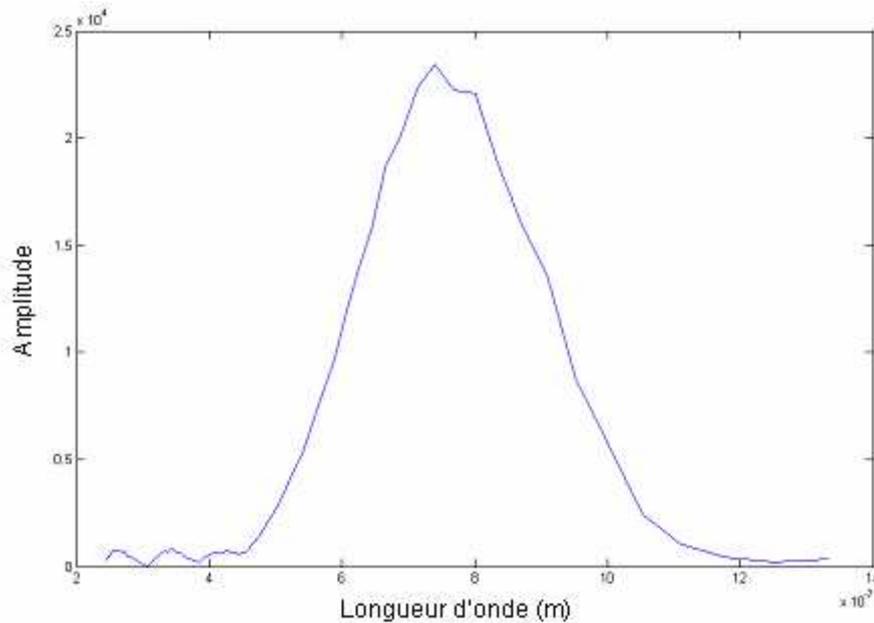


Figure 71. Spectre effectif du montage d'OCT calculé par transformée de Fourier de l'interférogramme expérimental.

5. Stabilité du montage et reproductibilité des coupes tomographiques

En enregistrant des coupes tomographiques pour différents flux et donc avec des temps d'exposition de la caméra plus ou moins longs, aucune dégradation du signal n'est observé : le système est donc stable dans le temps.

De plus, les coupes sont tout à fait reproductibles. Les images acquises plusieurs fois de suite sont identiques, qu'elles aient été enregistrées les unes à la suite des autres, ou en reculant puis en refocalisant l'échantillon, ou également en ayant décalé légèrement l'échantillon transversalement (afin d'imager une partie commune à titre de comparaison).

6. Artefacts sur les coupes tomographiques

Tracer en échelle logarithmique une coupe tomographique sur un miroir met l'accent sur la réponse de la caméra. On s'aperçoit qu'avec la caméra linéaire, la coupe présente des rebonds (Figure 72), qui ne sont pas visibles sur la coupe d'un miroir sans appliquer de logarithme (Figure 73). L'opération logarithme fait en effet ressortir les moindres variations d'intensité. Ces artefacts sont très certainement dus à une réponse spectrale de la caméra non parfaitement gaussienne et qui présente des rebonds. L'enveloppe des franges d'interférence, égale à la transformée de Fourier du spectre du montage, présente alors des pics satellites.

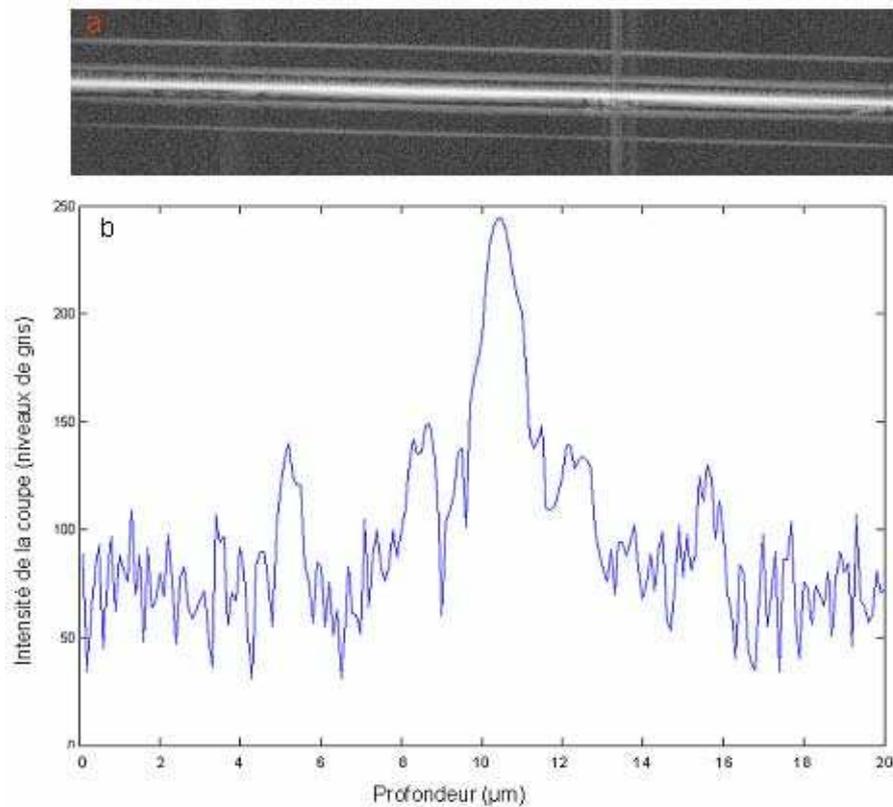


Figure 72. Logarithme d'une coupe tomographique XZ d'un miroir (image 2D (a) et profil (b)) avec la caméra linéaire. Des rebonds sont présents, engendrant des artefacts sur les coupes.



Figure 73. Coupe tomographique XZ d'un miroir avec la caméra linéaire (échelle normale, sans logarithme). Aucun rebond n'est visible.

Cette réponse de caméra est très gênante pour l'acquisition d'images de papier car des artefacts au niveau des rebonds sont créés. Ceux-ci sont visualisés puisque les coupes dans l'échantillon, de grande dynamique, doivent être affichées en échelle logarithmique. Ainsi sur le papier apparaissent des « fantômes », duplication des signaux forts comme la surface (Figure 74).

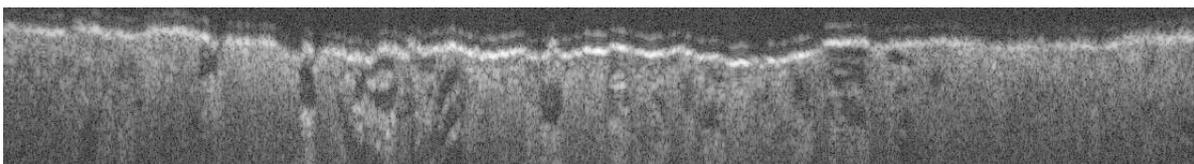


Figure 74. Coupe tomographique XZ d'un papier avec la caméra linéaire. Des artefacts dus à la réponse de la caméra linéaire sont visibles à la surface.

La caméra matricielle présente une réponse sans rebonds, même en échelle logarithmique (Figure 75). Les artefacts ne sont pas présents, ce qui indique que les « fantômes » sont bien créés par la caméra linéaire et non par un composant du montage.

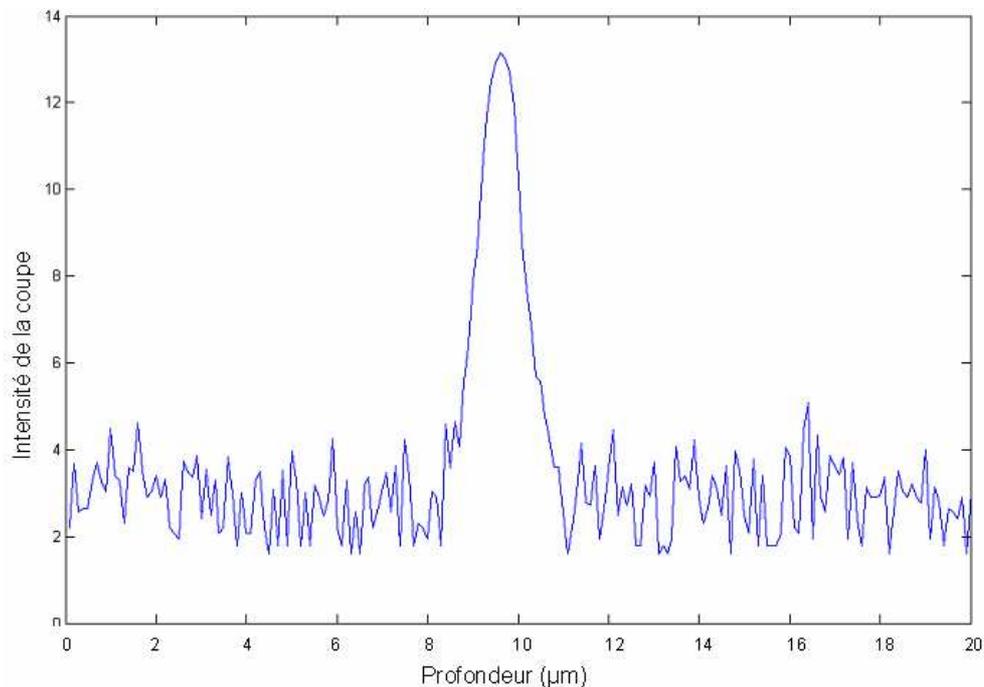


Figure 75. Logarithme d'une coupe tomographique XZ d'un miroir avec la caméra matricielle. Aucun rebond n'est présent.

Lors d'essais pour un montage d'OCT, la réponse de la caméra sur un miroir doit être absolument testée afin d'éviter ce genre d'artefacts sur les coupes.

7. Sensibilité de détection et dynamique du montage

La sensibilité du montage correspond au plus petit coefficient de réflexion détectable. Elle est limitée par la lumière incohérente provenant de l'objet et du montage, flux parasites qui noient le signal utile cohérent. Dans les milieux très diffusants comme le papier, la sensibilité de détection détermine la profondeur maximale de pénétration. Elle dépend du nombre d'accumulations effectuées, qui augmente le rapport signal sur bruit.

Le plus petit coefficient de réflexion détectable $R_{c\min}$ correspond au niveau de bruit du système. Afin de mesurer expérimentalement la sensibilité maximale du montage, un échantillon de coefficient de réflexion connu est utilisé, en l'occurrence du verre réfléchissant à 4%. Pour un nombre de moyennes donné, deux coupes tomographique sont calculées :

- la première en présence de l'échantillon ;
- la seconde sans échantillon.

Pour ce nombre de moyennes, la première image nous donne le signal maximal S_{\max} correspondant à l'imagerie d'un milieu de coefficient de réflexion de 4%. La seconde coupe nous donne le bruit de fond S_{\min} , correspondant au signal minimal de détection et au

coefficient $R_{c\min}$. La sensibilité vaut alors pour la moyenne n : $R_{c\min}(n) = 0,04 \frac{S_{\min}(n)}{S_{\max}(n)}$.

La sensibilité a été mesurée expérimentalement en fonction du nombre d'accumulations. Comme prédit par la théorie (Annexe D), la sensibilité varie linéairement avec le moyennage en échelle logarithmique (Figure 76).

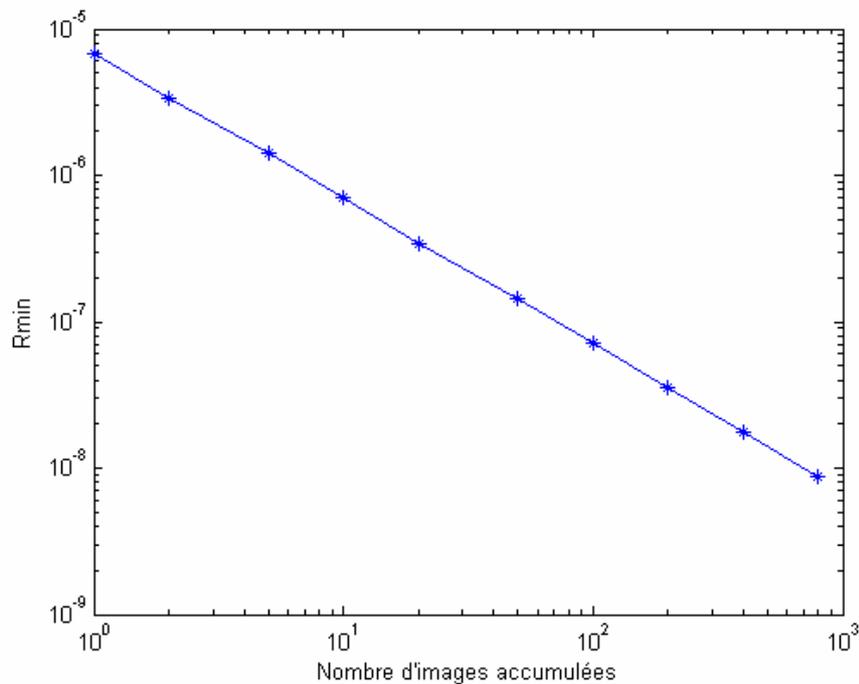


Figure 76. Sensibilité de détection du montage en fonction du nombre d'accumulations sur les positions de la surface de référence en échelle logarithmique.

La meilleure sensibilité atteinte est de 10^{-8} , pour 800 moyennes. Tous les points sont alignés sur la droite, il est donc encore a priori possible de gagner en sensibilité en moyennant davantage. En effet, à partir d'un certain seuil, on s'attend à ce que la saturation soit atteinte et que le gain en sensibilité ne soit plus linéaire car augmenter le nombre de moyennes deviendrait inutile du fait de critères expérimentaux limitants (comme les vibrations). Le nombre d'accumulations optimal n'est donc pas encore atteint. Cependant, l'acquisition devient alors extrêmement longue et l'utilisation du montage d'OCT avec de tels délais n'est pas concevable, en tout cas tant que la caméra n'a pas été changée par une caméra plus rapide. La sensibilité mesurée est celle théorique du montage en l'absence d'échantillon diffusant. Elle est en pratique inférieure lors de l'imagerie sur un papier.

Le coefficient de réflexion maximal de détection correspond à celui de la surface de référence $R_{c\max} = R_{ref} = 0,15$. La dynamique du montage vaut alors :

$$D = 10 \log \left(\frac{R_{c\max}}{R_{c\min}} \right) = 10 \log \left(\frac{15 \cdot 10^{-2}}{1 \cdot 10^{-8}} \right) = 70 \text{ dB.}$$

IV. Application de la tomographie par cohérence optique à l'imagerie de la structure du papier

A.	Coupes tomographiques dans les papiers.....	92
1.	Dimensions réelles des coupes tomographiques	92
	<i>Profondeur réelle d'imagerie : épaisseur de la coupe tomographique</i>	92
	<i>Echelle des images : respecter l'aspect du papier</i>	92
2.	Influence de l'algorithme de décalage de phase pour la reconstruction des coupes tomographiques sur le papier	93
3.	Influence expérimentale du coefficient de réflexion de la surface de référence	95
4.	Speckle dans les coupes tomographiques du papier.....	96
5.	L'accumulation d'images, nécessaire mais limitée par la diffusion multiple	98
6.	Exemples de coupes tomographiques de différents papiers avec le montage développé	100
	<i>Papiers poreux faiblement diffusants</i>	101
	<i>Papiers diffusants</i>	104
7.	Profondeur d'imagerie limitée par les propriétés intrinsèques des papiers.....	108
B.	Améliorations du montage pour gagner en profondeur d'imagerie	109
1.	Moyenner transversalement pour augmenter le rapport signal sur bruit.....	109
2.	Compenser la défocalisation des interférences par translation axiale de l'objectif de l'échantillon.....	110
3.	Influence de la polarisation dans la sélection des photons balistiques.....	113
4.	Adaptation d'indice pour limiter les pertes de lumière par réflexions	114
C.	Comparaison des résultats avec des images de papier obtenues par d'autres techniques.....	115
1.	Scanner à rayons X commercial.....	115
2.	Microscopie confocale	116
3.	Systèmes commerciaux d'OCT dans le domaine fréquentiel	116
4.	Montage en OCT à balayage développé au Upper Austrian Research	117
5.	Montage d'OCT à balayage développé pour le papier à l'université de Oulu.....	119
D.	Performances et limites de la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier.....	120
1.	Résultats de la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier et applications potentielles en papeterie.....	120
	<i>Papiers poreux</i>	120
	<i>Papiers transparents</i>	120
	<i>Papiers opaques</i>	121
	<i>Papiers couchés</i>	122
	<i>Papiers compacts</i>	122

2. Réponses apportées par la tomographie par cohérence optique aux attentes des papetiers	123
<i>La structure fibreuse</i>	123
<i>La porosité du papier dans la masse et celle de la couche</i>	123
<i>La distribution dans l'épaisseur des charges</i>	123
<i>L'orientation des fibres en surface et en profondeur</i>	123
<i>La présence de vaisseaux à la surface</i>	123
<i>Les épaisseurs des fibres et des couches</i>	123
3. Conclusions sur la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier ...	124
E. Développement d'un prototype industriel de tomographie par cohérence optique à destination des techniciens papetiers.....	125
1. Conception du prototype et vérifications préliminaires à sa réalisation	126
2. Réalisation du prototype : choix par rapport aux contraintes industrielles	127
3. Calibration du système de translation de l'objectif de Mirau	129
4. Alignement et réglages du prototype	131
<i>Réglage de l'objectif de Mirau</i>	131
<i>Réglages des diaphragmes</i>	131
5. Caractéristiques du prototype	132
<i>Champ de vue</i>	132
<i>Résolution axiale expérimentale</i>	132
6. Comparaison de coupes tomographiques entre le montage sur table optique et le prototype.....	133
F. Perspectives à court et à long termes de l'application de la tomographie par cohérence optique sur le papier	133
1. Améliorations à apporter sur le montage d'OCT développé et sur le prototype.....	133
<i>Changer de caméra</i>	133
<i>Traitement d'images 2D pour améliorer la qualité des coupes</i>	134
<i>Translation transversale motorisée</i>	134
<i>Finaliser le prototype</i>	134
<i>Etude détaillée de l'emploi d'alcool benzylique</i>	134
<i>Imager les deux faces de la feuille au même endroit</i>	135
2. Exploitation des coupes tomographiques	135
<i>Traitement d'images 3D pour quantifier la structure.</i>	135
<i>Etudes ultérieures suivant les attentes des papetiers</i>	136
3. Amélioration des coupes tomographiques par d'autres techniques	136
<i>Immersion à huile</i>	136
<i>OCT et microscopie confocale</i>	137

A. Coupes tomographiques dans les papiers

1. Dimensions réelles des coupes tomographiques

Profondeur réelle d'imagerie : épaisseur de la coupe tomographique

Dans un milieu d'indice de réfraction n , la lumière se déplace à la vitesse $c = \frac{c_0}{n}$ où c_0 est la célérité dans le vide. La longueur des bras d'un interféromètre se mesure en terme de distance optique, égale à la distance géométrique z divisée par n . Pour avoir une différence de chemin optique nulle et la présence de franges d'interférence, les distances optiques doivent être égales. Ainsi, lorsque l'échantillon est translaté d'une distance z , le plan imagé, qui correspond au plan où ont lieu les interférences, se situe en fait à la profondeur $\frac{z}{n}$.

L'épaisseur réelle d'une coupe s'obtient donc en divisant par l'indice de réfraction du milieu. L'axe vertical des coupes présentées dans la suite est graduée en déplacement mécanique de l'échantillon (distance géométrique). La profondeur réelle de pénétration dans le papier s'obtient en divisant le déplacement axial par l'indice de réfraction.

Echelle des images : respecter l'aspect du papier

Afin de visualiser la structure réelle de l'échantillon sur une coupe XZ, le rapport entre les dimensions transversale et axiale doit être respecté. La dimension transversale est fixe, donnée par la taille des pixels de la caméra et l'optique de focalisation. Ainsi un pixel de la caméra linéaire sur le montage d'OCT correspond à 315 nm sur l'échantillon. La dimension axiale est déterminée par le pas du balayage. Ainsi un pixel de la coupe XZ n'a pas un rapport réel 1:1 entre ses deux côtés, mais un rapport 315:pas (en nm) (Figure 77).

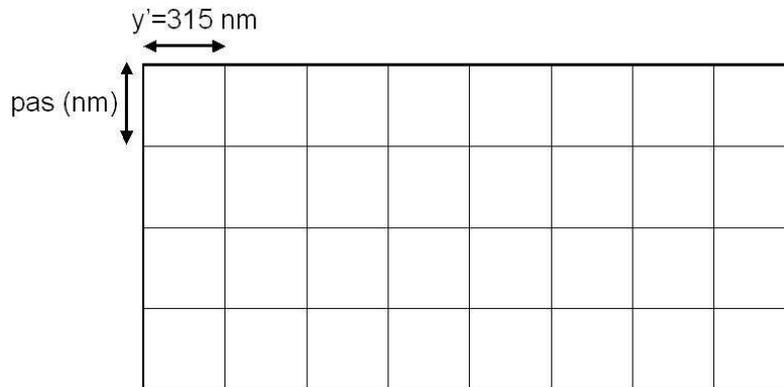


Figure 77. Coupe XZ (matrice 2D) dont le ratio réel entre les côtés des pixels est 315:pas (en nm) pour la caméra linéaire. Ce rapport est à prendre en compte pour visualiser des images tomographiques correspondant à la structure réelle.

Les pas généralement utilisés sont de $0,5\ \mu\text{m}$. Ainsi le rapport entre les deux dimensions d'un pixel vaut 1,6. Pour des coupes XZ acquises avec 150 pas (balayage axial sur $75\ \mu\text{m}$), l'image fait 2048×150 pixels et est donc $\frac{2048}{150} = 13,6$ fois plus longue que large. En réalité, la coupe doit être représentée avec un rapport de $\frac{2048 \times 315}{150 \times 500} = 8,6$ entre longueur et largeur.

La fonction *daspect* sous MatlabTM permet de représenter des matrices avec le bon rapport.

L'échelle doit aussi être correctement déterminée pour réaliser des coupes XZ dans le cube de données 3D composé d'une pile d'images 2D avec la caméra matricielle.

Cependant, pour une question de visualisation des images insérées dans ce rapport, le bon ratio n'est pas toujours respecté, car la dimension transverse des images est parfois très grande devant la largeur et l'affichage au bon ratio rendrait le contenu peu visible. Les dimensions réelles sont ainsi indiquées dans la légende (avec la dimension axiale correspondant à la translation mécanique de l'échantillon).

2. Influence de l'algorithme de décalage de phase pour la reconstruction des coupes tomographiques sur le papier

Une coupe XZ d'un papier a été reconstruite avec cinq algorithmes décrits partie III.C.1 :

$$\text{PS2} : I = (I_1 - I_3)^2 = 16I_{ref}I_{ech} \cos^2(\varphi)$$

$$\text{PS4} : I = (I_1 - I_3)^2 + (I_2 - I_4)^2 = 16I_{ref}I_{ech}$$

$$\text{L1} : I = (I_3 - I_2)^2 + (I_2 - I_1)^2 = 8I_{ref}I_{ech}$$

$$\text{L2} : I = 4(I_2 - I_4)^2 + (-I_1 + 2I_3 - I_5)^2 = 64I_{ref}I_{ech}$$

$$\text{L3} : I = (I_2 - I_4)^2 - (I_1 - I_3)(I_3 - I_5) = 16I_{ref}I_{ech}$$

En pratique sur le papier, les différents algorithmes de décalage de phase donnent les mêmes renseignements sur toute la profondeur (Figure 78). Seul l'algorithme PS2, qui n'élimine pas la phase, donne une qualité d'image inférieure car les résidus de franges d'interférence apparaissent sur les fibres du papier (Figure 79). La compensation des erreurs que présentent les algorithmes de Larkin (L1, L2 et L3) n'est pas nécessaire pour gagner de l'information. Les déplacements de la surface de référence sont donc bien calibrés. Le gain en sensibilité que présente l'algorithme L3 ne permet pas en pratique d'augmenter la profondeur d'imagerie. Le choix de l'algorithme de décalage de phase n'est donc pas un facteur limitant pour l'imagerie du papier.

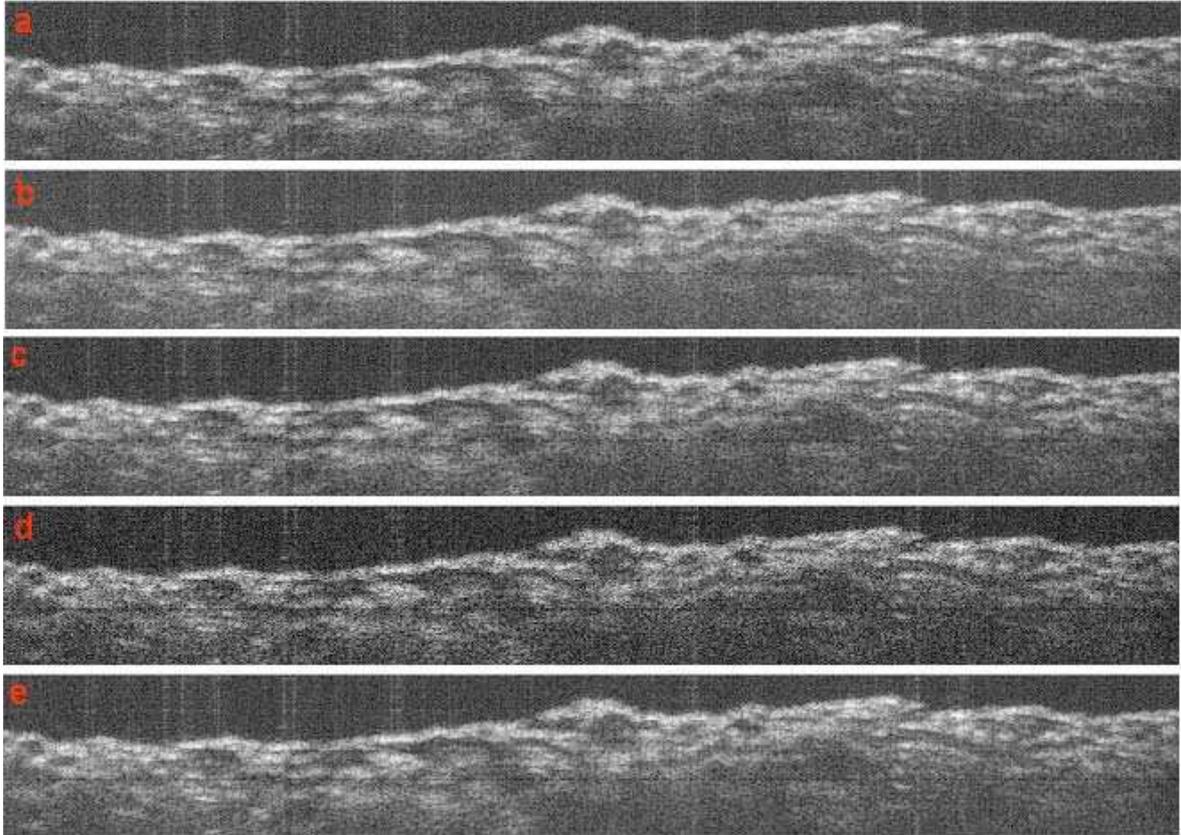


Figure 78. Coupe XZ d'un papier reconstruite avec les algorithmes L1 (a), L2 (b), L3 (c), PS2 (d) et PS4 (e) ($400\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). Les algorithmes utilisant au minimum 3 positions de la surface de référence donnent la même information structurale (a-b-c-e). Les franges d'interférence sont encore visibles avec l'algorithme à 2 positions PS2 (d) qui n'élimine pas la phase.

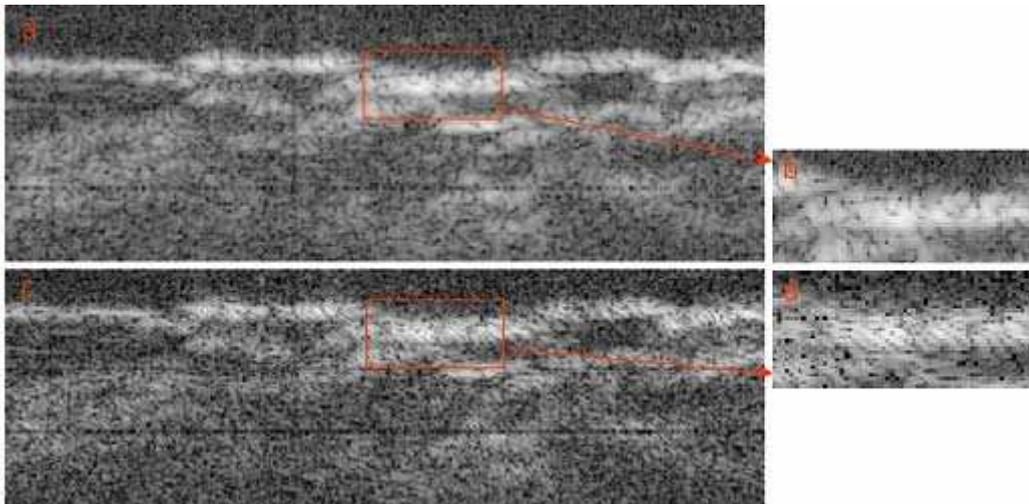


Figure 79. Coupe XZ reconstruite avec les algorithmes L3 (a-b : $75\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$) et PS2 (c-d). À la différence de l'algorithme L3, l'algorithme à 2 images PS2 n'élimine pas la phase, des franges d'interférence sont visibles sur les fibres.

3. Influence expérimentale du coefficient de réflexion de la surface de référence

En pratique, une mauvaise adéquation du coefficient de réflexion de la surface de référence avec l'échantillon se traduit par une perte de contraste des franges (Figure 80). Le contraste des franges par rapport au flux incohérent est défini par $C = \frac{I_{\max}}{I_{\text{fond}}}$ où I_{\max} est l'intensité maximale des franges et I_{fond} est la valeur moyenne du fond incohérent.

Pour les coefficients de réflexion 5% et 25%, le contraste est de l'ordre de 1,2. Avec 50%, il est de 1,15 pour chuter à 1,08 avec 85%. Le contraste diminue en s'éloignant du coefficient de réflexion adapté au papier. Les coefficients 5% et 25% donnent le même contraste, ce qui est cohérent avec un coefficient du papier autour de 13% (pour l'ouverture numérique utilisée).

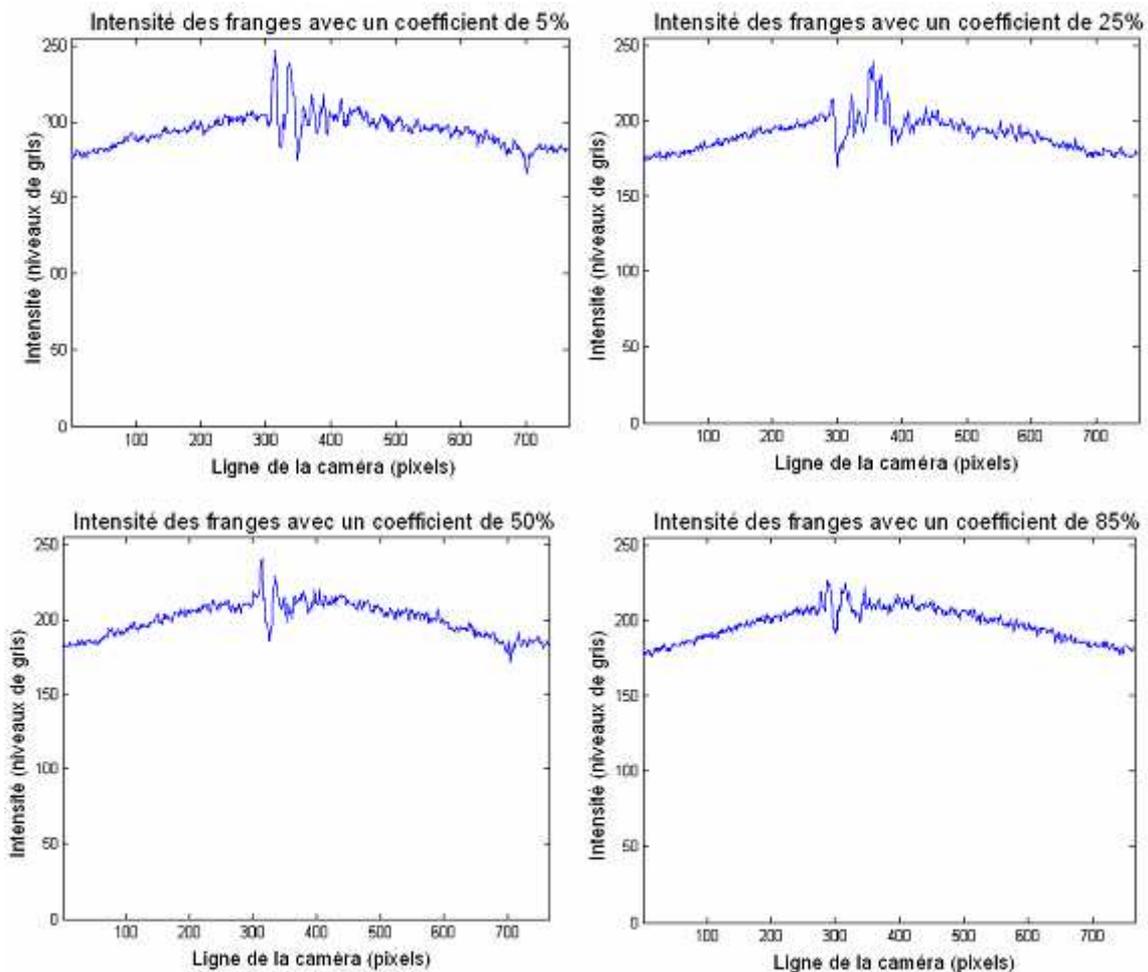


Figure 80. Intensité des franges d'interférence sur un papier pour quatre coefficients de réflexion de la surface de référence. Le meilleur contraste est obtenu avec les coefficients de 5% et de 25% pour une réflectivité du papier de 13%. La surface de référence doit donc être adaptée au papier.

Ainsi une mauvaise adaptation du coefficient entraîne une légère perte de signal en profondeur (Figure 81).

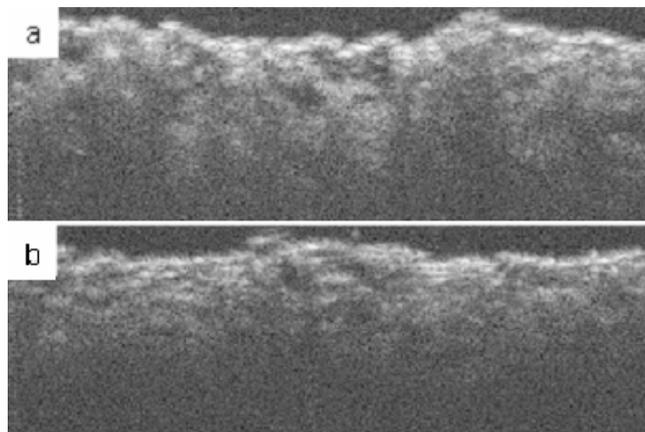


Figure 81. Coupes tomographiques XZ (à deux endroits différents) d'un papier avec un coefficient de réflexion de la surface de référence de 25% (a) et de 85% (b) ($200\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). L'inadéquation du coefficient de réflexion entraîne une légère perte de signal en profondeur.

Comme attendu en théorie, le coefficient de réflexion de la surface de référence doit être adapté au papier afin de maximiser le signal (partie III.A.2). Cependant, les performances varient lentement avec le coefficient de réflexion de la surface de référence. La différence de contraste et de signal est claire entre les extrêmes 5% et 85%, alors que le gain entre 25% et 50% n'est pas flagrant. De plus, l'adéquation du coefficient de réflexion ne permet pas de gagner significativement en profondeur de pénétration. Le léger gain obtenu n'est pas homogène et concerne donc des zones inexploitable, car situées à des profondeurs qui ne sont pas entièrement imagées.

En conclusion, l'adéquation du coefficient de réflexion de la surface de référence est importante à prendre en compte afin de gagner en signal. Utiliser un miroir totalement réfléchissant avec le papier détériore la coupe tomographique. Cependant, cela ne permet pas de gagner significativement en profondeur de pénétration et le choix du coefficient de réflexion n'est pas critique autour de la valeur optimale.

4. Speckle dans les coupes tomographiques du papier

Les coupes XZ dans le papier présentent un aspect granulaire (Figure 82). Des zones sombres délimitent des grains brillants. Ces structures sont dues au phénomène de speckle ou tavelure (partie II.C.6). La diffusion crée des régions locales d'interférences constructives et destructrices donnant cet aspect aux images du papier.

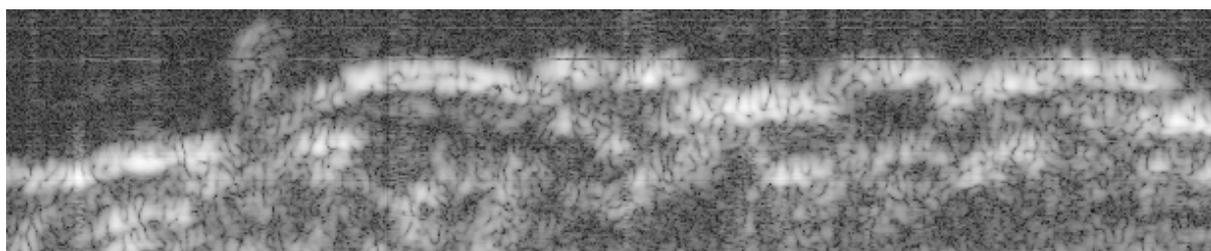


Figure 82. Zoom sur une coupe XZ dans un papier acquise avec un pas en z de $0,25\ \mu\text{m}$ ($160\ \mu\text{m} \times 35\ \mu\text{m}$). Le speckle est bien visible, formant des zones brillantes et sombres.

Afin de vérifier que cet aspect granulaire est bien du speckle et non le reflet de microstructures du papier, l'échantillon a été translaté transversalement (perpendiculairement à l'objectif). La figure de speckle évolue alors (Figure 83), ce qui prouve que les grains ne sont pas des structures réelles mais des artefacts dus au speckle. En effet, la figure de speckle est très sensible à un déplacement de l'échantillon dans une direction perpendiculaire à la direction de propagation de la lumière incidente. Cela est dû au fait que le speckle est fonction de l'angle d'éclairement des centres diffuseurs. Lorsque l'angle change par translation du papier, les chemins optiques sont modifiés et donc les états d'interférence évoluent, modifiant la figure de speckle. Cette propriété est d'ailleurs à la base d'une méthode de réduction du speckle (sommation d'images acquises avec différents angles d'éclairement).

De plus, on constate que l'aspect granulaire des images n'a pas de relation évidente avec la profondeur et apparaît dès la première fibre. Il résulte donc a priori bien du speckle causé par la diffusion des structures dans le volume de cohérence (et non d'une possible distorsion du front d'onde causée par les aberrations lors de la propagation du faisceau).

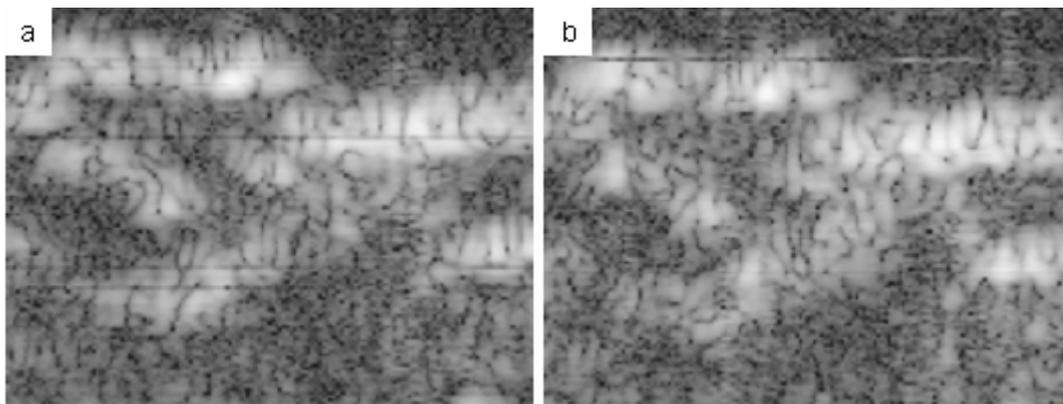


Figure 83. Zoom sur la même zone d'un papier avant (a) et après (b) translation transversale en Y (perpendiculairement à l'objectif) ($30\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$). La figure de speckle évolue avec le déplacement transverse de l'échantillon.

Le speckle est présent dans un volume de cohérence. Ainsi les grains de speckle sont bien résolus avec un pas de balayage axial de $0,25\ \mu\text{m}$ ou de $0,5\ \mu\text{m}$ et n'apparaissent plus pour des pas égaux ou supérieurs au micron, correspondant à la longueur de cohérence temporelle (Figure 84).

Comme l'échantillonnage axial doit être au moins égal à la résolution axiale afin de ne pas perdre en résolution, le speckle est toujours visible. Ainsi, malgré l'utilisation d'une source à faibles cohérences spatiale et temporelle, le speckle dégrade la qualité des images acquises dans le papier.

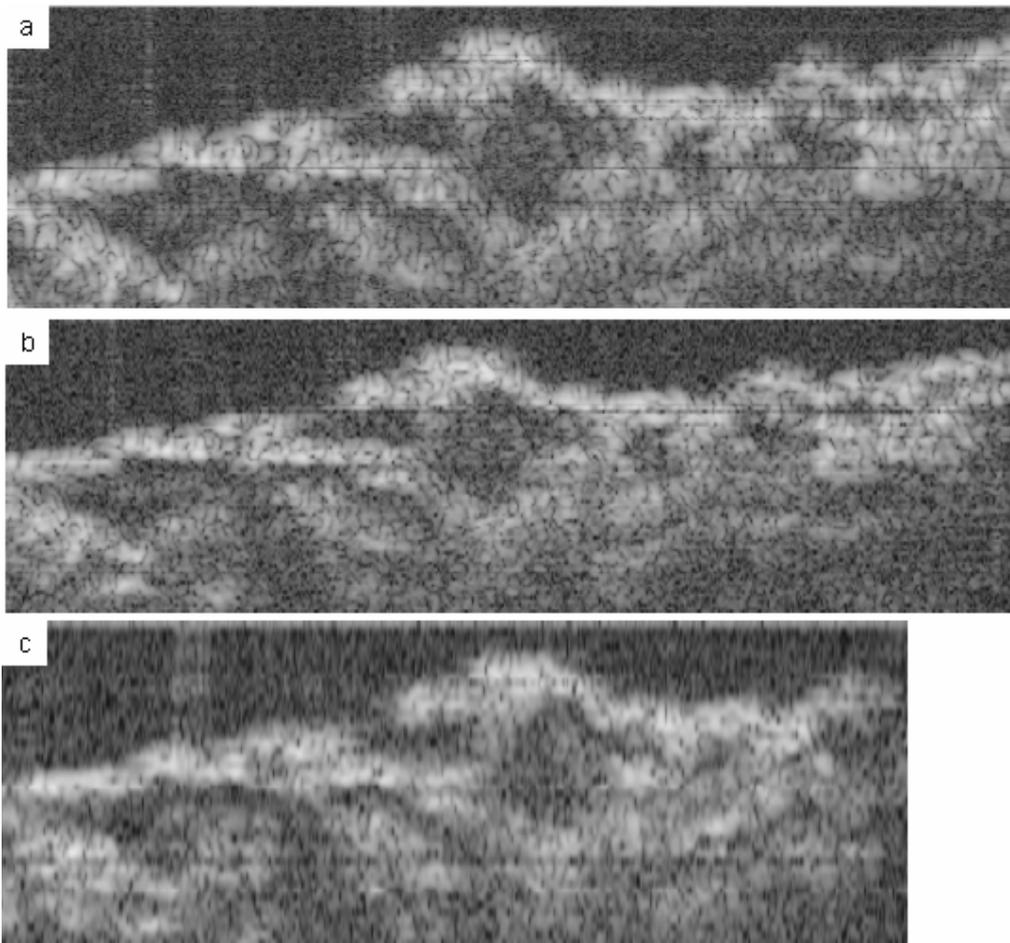


Figure 84. Coupes XZ d'un papier avec des pas de balayage axial de $0,25\ \mu\text{m}$ (a), $0,5\ \mu\text{m}$ (b) et $1\ \mu\text{m}$ (c) (a et b : $100\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$; c : $90\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$). Le speckle est résolu pour des pas inférieurs à la longueur de cohérence axiale.

5. L'accumulation d'images, nécessaire mais limitée par la diffusion multiple

Moyenner en accumulant des images interférométriques, pour chacune des cinq positions de la surface de référence, augmente le rapport signal sur bruit. En pratique, le gain n'est pas infini, en particulier à cause des vibrations, et il est important de définir le nombre d'accumulations optimal donnant le meilleur signal, pour le temps d'acquisition le plus court possible.

Sur le matériau papier, un nombre minimal de moyennes est obligatoire pour obtenir du signal. Il faut en effet assez de photons interférant afin de faire ressortir le signal du bruit sur au moins un niveau de gris. Ainsi le gain en profondeur est très important entre 1, 5 et 50 moyennes (Figure 85).

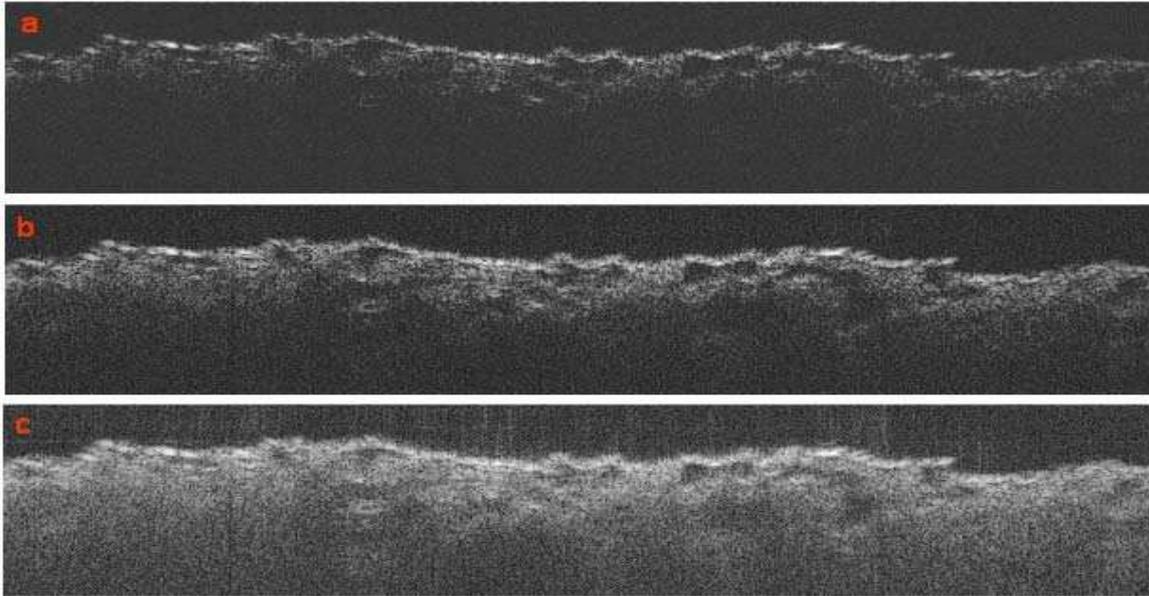


Figure 85. Coupes XZ d'un papier avec des accumulations de 1 (a), 5 (b) et 50 (c) images ($300\ \mu\text{m} \times 75\ \mu\text{m}$). Moyenner est indispensable pour imagier la structure du papier.

À partir d'un certain nombre d'accumulations, il n'y a plus de gain sur la structure en profondeur : les coupes à moyenne plus élevée n'apportent pas de nouvelles informations. Cependant, le signal en profondeur continue à augmenter avec les accumulations, devenant bien supérieur au bruit de fond. Ce signal est homogène quelque soit la profondeur et entraîne uniquement un blanchiment de l'image : aucune information structurale nouvelle n'est apportée (Figure 86). Ce signal est en fait dû non pas à la détection des photons balistiques, comme pour les fibres proches de la surface, mais à celle des photons multidiffusés. En effet, les papiers présentent en général une forte diffusion. En profondeur, les photons multidiffusés sont beaucoup plus nombreux que les photons balistiques. Malgré les faibles cohérences du montage, une partie d'entre eux est cohérente avec l'onde de référence, créant un signal parasite qui ne correspond à aucune structure réelle (partie II.C.6). Beaucoup moins nombreux que les photons balistiques près de la surface, les photons multidiffusés cohérents sont détectés en profondeur et masquent le signal d'intérêt.

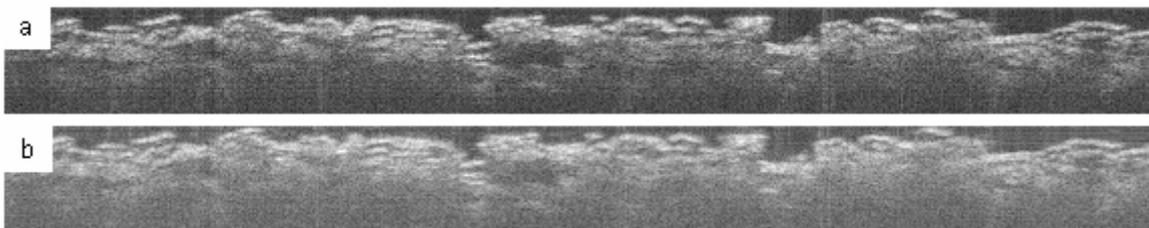


Figure 86. Coupes XZ d'un papier non chargé pour une moyenne de 100 (a) et de 1000 (b) accumulations ($650\ \mu\text{m} \times 75\ \mu\text{m}$). Moyenner beaucoup n'apporte pas d'information supplémentaire. Le signal en profondeur augmente mais reste homogène.

Le nombre d'accumulations à partir duquel la diffusion multiple est détectée varie selon les propriétés de diffusion du papier. Ainsi, cet effet est flagrant dans les papiers couchés, extrêmement diffusants. Une fois la couche traversée, d'épaisseur moyenne $15\ \mu\text{m}$, aucune fibre n'est visualisée, alors que le signal enregistré est fort : seul le flux multidiffusé cohérent est détecté. Comme la couche est très homogène de porosité trop faible pour être détectée, la coupe XZ d'un papier couché est au final complètement homogène (Figure 87). Le speckle, dû à la diffusion multiple, est d'ailleurs très marqué.

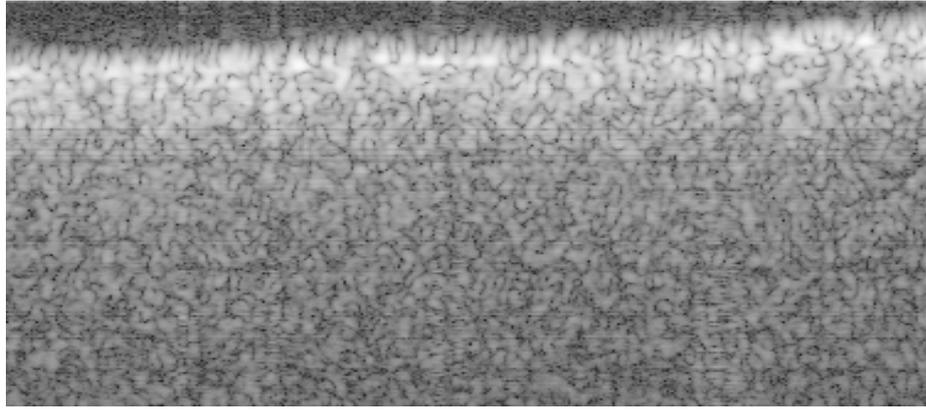


Figure 87. Coupe XZ d'un papier couché (moyenne de 200 images, pas de 0,25 μm , 100 μm \times 50 μm). Le signal n'est composé que de photons multidiffusés cohérents, donnant un speckle très marqué.

Le nombre d'accumulations ne doit donc être ni trop petit, pour détecter tout le signal d'intérêt porteur d'informations sur la structure, ni trop grand, le gain en profondeur étant nul à cause de la diffusion multiple. Ainsi il est inutile d'accumuler davantage à partir d'un certain niveau, cela ne ferait qu'augmenter le temps d'acquisition sans apporter d'information utile. Le nombre d'accumulations optimal dépend des papiers.

Pendant la thèse, une moyenne sur 200 images avec la caméra linéaire a généralement été effectuée pour les coupes sur les papiers. Ce nombre paraît suffisant dans la majorité des cas pour obtenir toute l'information utile, en limitant le temps d'acquisition. Avec la caméra matricielle, beaucoup plus lente, l'accumulation n'était bien souvent que de 50 images pour des raisons de temps. Par rapport aux résultats obtenus pendant la thèse, il est donc encore possible d'améliorer la profondeur d'imagerie obtenue par OCT en moyennant davantage ou en prenant une caméra plus rapide (choisie de façon à ce que le produit entre le nombre d'images par seconde et la capacité en électrons par pixel s'en trouve augmenté par rapport à la situation actuelle). Le matériau papier, fixe et stable dans le temps, présente cet avantage de ne pas limiter le temps d'acquisition.

6. Exemples de coupes tomographiques de différents papiers avec le montage développé

Les coupes tomographiques XY et XZ présentées dans la suite sont brutes, sans traitement d'image et tracées en échelle logarithmique. Afin de visualiser la structure du papier, deux logiciels sont utilisés pour représenter les données volumiques à partir d'une pile de coupes XY :

- Le logiciel *ImageJ* peut être utilisé pour calculer n'importe quelle coupe dans le cube de données 3D (exemple Figure 103). A l'aide de ce logiciel (fonction *Rocking 3D Project*), une image représentative de la structure fibreuse est calculée à partir d'une pile de coupes XY par projection du pixel le plus brillant le long de la direction de projection. Des projections sont calculées pour différents angles et mises les unes à la suite des autres dans un film afin de visualiser la rotation de la structure. Des images pour une projection normale à la surface sont représentées par exemple Figure 88.
- Le logiciel *Amira* permet de manipuler le cube de données 3D afin de reconstruire la structure. La représentation tridimensionnelle des données est effectuée en reconstruisant les contours grâce au calcul des isosurfaces (Figure 93 et Figure 97). Le cube de données est rendu binaire par rapport à un seuil (défini visuellement). Les pixels valent alors 0 ou 1. Ceux à 1 sont reliés entre eux pour former les contours.

Papiers poreux faiblement diffusants

Les papiers comme les filtres (Figure 88), les papiers à usage sanitaire (Figure 90, Figure 91), les non-tissés (Figure 92), sont très poreux. Généralement, ils sont uniquement composés de fibres, végétales ou synthétiques, et sont peu diffusants. Ils sont souvent utilisés à des fins d'absorption ou de filtration. Pour ces papiers, les fibres, bien individualisées, sont visibles sur les coupes 2D. En enregistrant une pile de coupes avec un pas de 1 micron, les positions des fibres en profondeur et les unes par rapport aux autres sont connues. La structure fibreuse en trois dimensions peut ainsi être reconstruite (Figure 93).

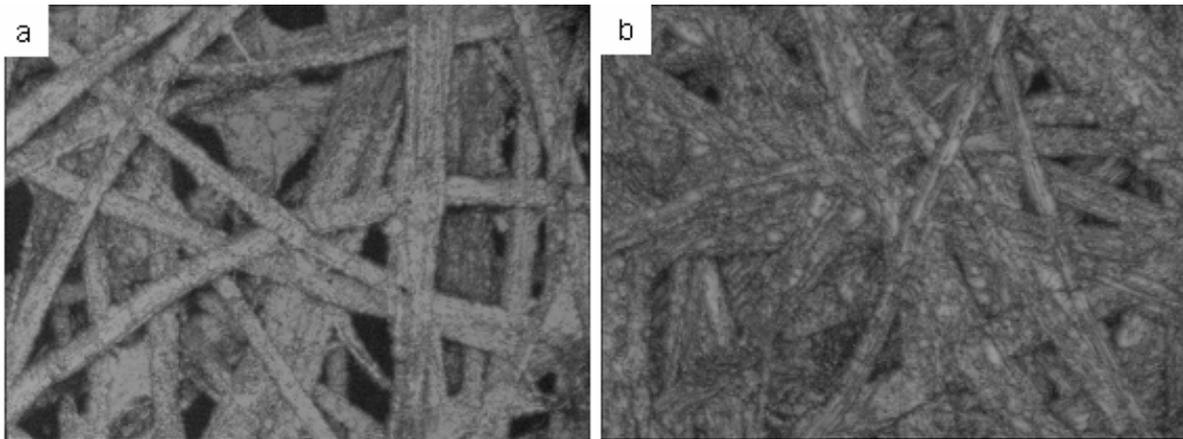


Figure 88. Projections orthogonales de la structure fibreuse de deux filtres de porosités différentes, la porosité du filtre (b) étant inférieure à celle du filtre (a) ($300\ \mu\text{m} \times 220\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). La structure fibreuse 3D est obtenue par OCT.

A la différence d'une image de la surface acquise avec un microscope classique, l'information en profondeur est connue grâce à la pile de coupes tomographiques (Figure 88 et Figure 89). Des paramètres comme l'épaisseur des fibres, leur profondeur, l'écart entre elles, peuvent être déterminés. Ainsi la projection orthogonale présente une importante profondeur de champ, qui peut être aussi grande que souhaitée (de la surface jusqu'à la profondeur d'imagerie maximale), tout en conservant une résolution transverse micrométrique sur tout le champ. Au contraire, la microscopie classique ne permet pas de dissocier profondeur de champ et résolution transverse.

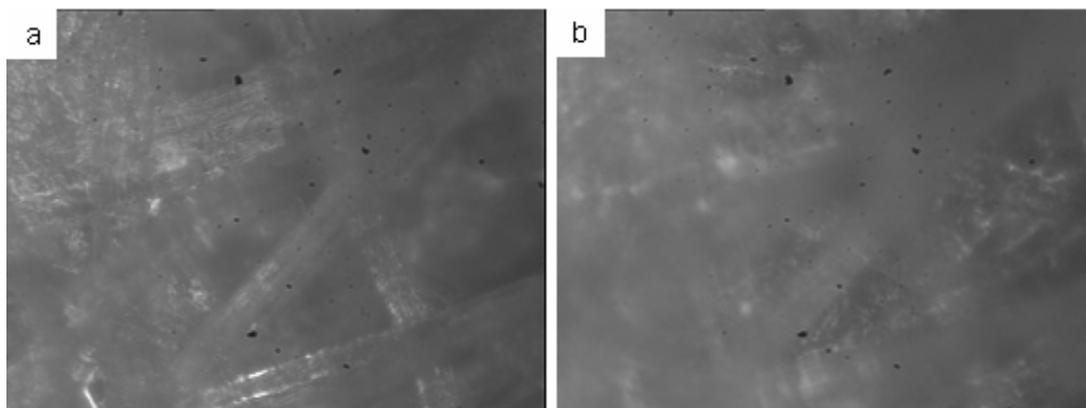


Figure 89. Images au microscope classique d'un filtre (celui de la Figure 88a, sur une autre zone), près de la surface (a) et en profondeur (b) ($150\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). La profondeur de champ en microscopie est limitée lorsque la résolution transverse est élevée. L'OCT permet de visualiser toute la structure avec une grande profondeur de champ par projection des coupes.

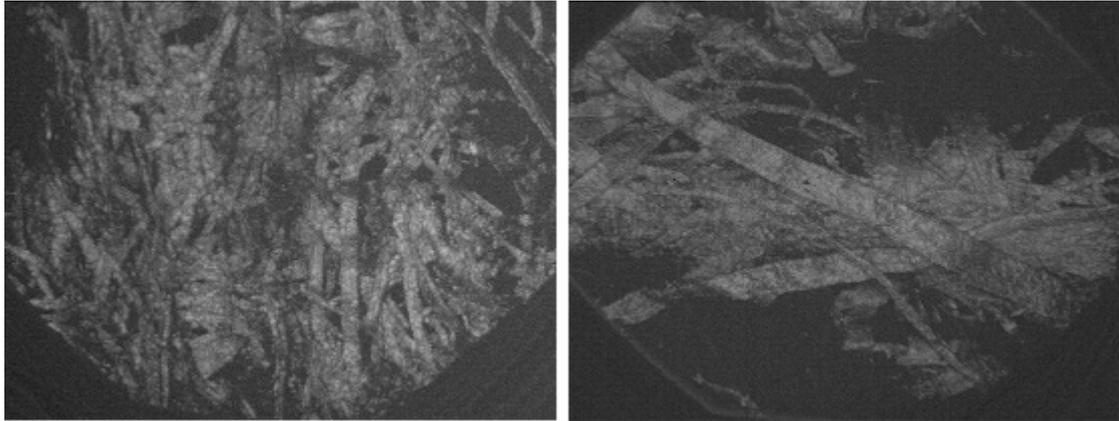


Figure 90. Projections orthogonales de la structure fibreuse de papiers à usage sanitaire et domestique ($530\ \mu\text{m} \times 400\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). La structure fibreuse 3D est visualisée par OCT.

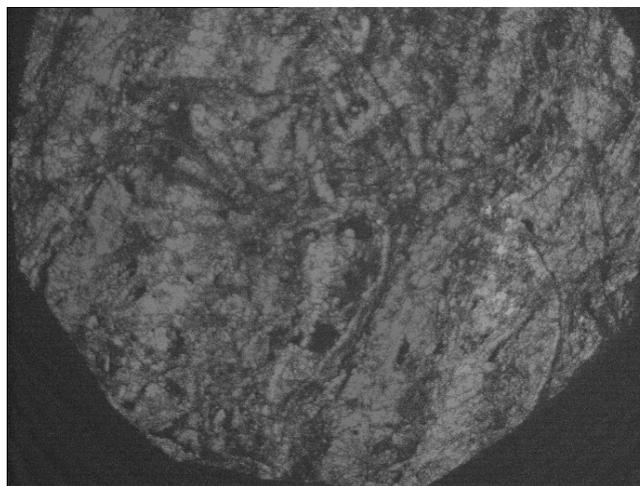


Figure 91. Projection orthogonale de la structure fibreuse d'un papier à usage sanitaire et domestique ($530\ \mu\text{m} \times 400\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). Le micro-crêpage, ondulation à la surface du papier, est visible.

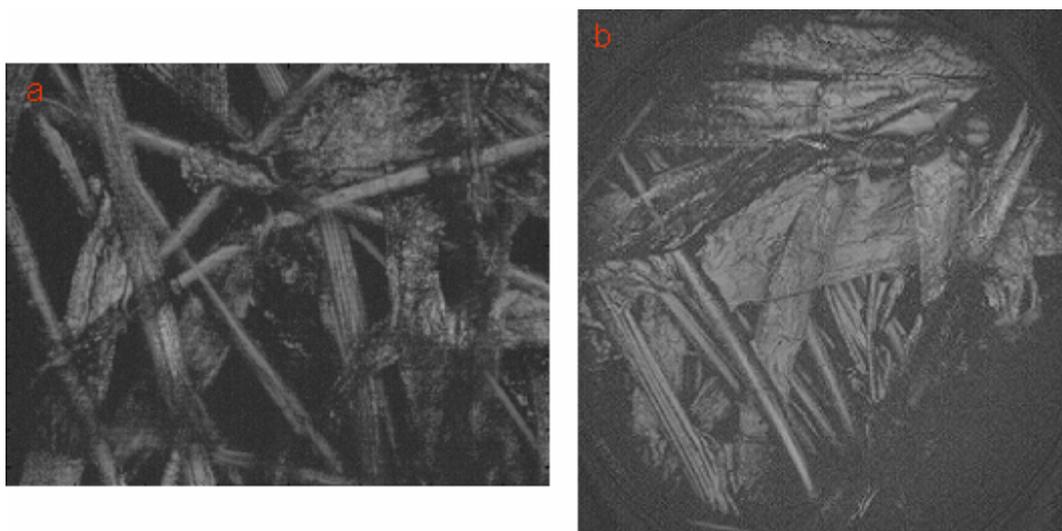


Figure 92. Projection orthogonale de la structure fibreuse de deux non-tissés (a : $300\ \mu\text{m} \times 220\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$; b : $530\ \mu\text{m} \times 400\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). Les composants et l'enchevêtrement des fibres sont visualisés dans la profondeur.

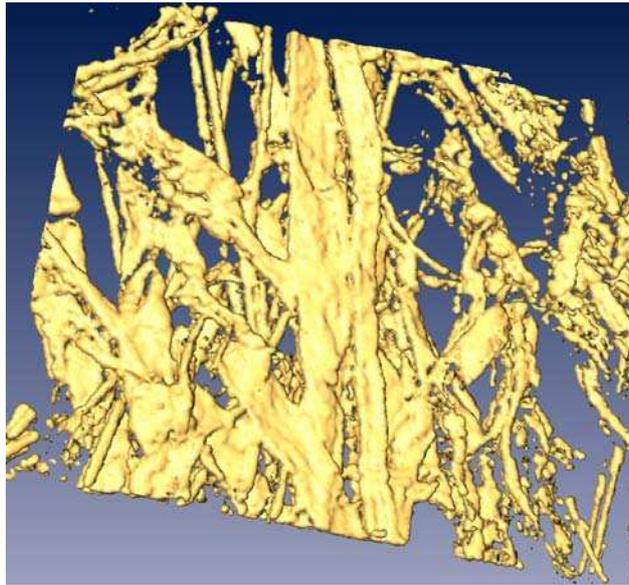


Figure 93. Représentation de la structure d'un non-tissé en trois dimensions par reconstruction des contours ($300\ \mu\text{m} \times 220\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$).

Parfois, les non-tissés sont fabriqués à partir de fibres synthétiques pleines (sans lumen) très homogènes. Comme attendu, seules leurs parois sont visualisées sur les coupes (Figure 94). En effet, leur cœur, d'indice de réfraction homogène, n'engendre pas de rétrodiffusion. À la différence de la microscopie classique, où seule la surface supérieure des fibres est visualisée, les coupes tomographiques permettent de reconstruire toute la paroi des fibres par projection.

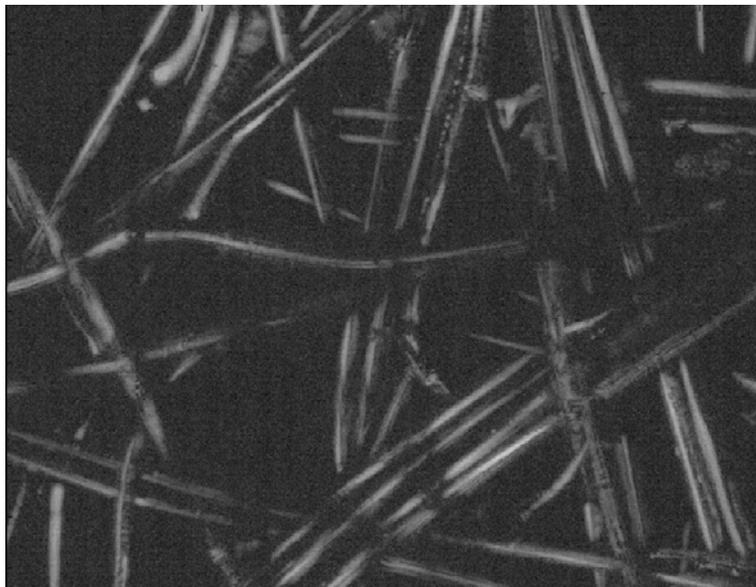


Figure 94. Projection orthogonale de la structure fibreuse d'un non-tissé composé de fibres synthétiques homogènes ($300\ \mu\text{m} \times 220\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). Comme le cœur des fibres n'engendre pas de rétrodiffusion, seules les parois sont visualisées.

Papiers diffusants

Les papiers pour l'impression et l'écriture sont beaucoup plus compacts et diffusants. Leur qualité réside souvent dans leur rendu visuel (opacité, blancheur). C'est pourquoi des charges sont ajoutées et des couches déposées à leur surface, afin qu'ils diffusent la lumière.

Les coupes XZ suivantes (Figure 95) ont été acquises avec la caméra linéaire, 200 accumulations et un pas de 0,5 μm pour une pile de 150 images. La longueur des images est de 650 μm . Les échantillons sont composés de papiers industriels fournis par les partenaires et de papiers obtenus en laboratoire (à l'aide d'un appareil à formette^a).

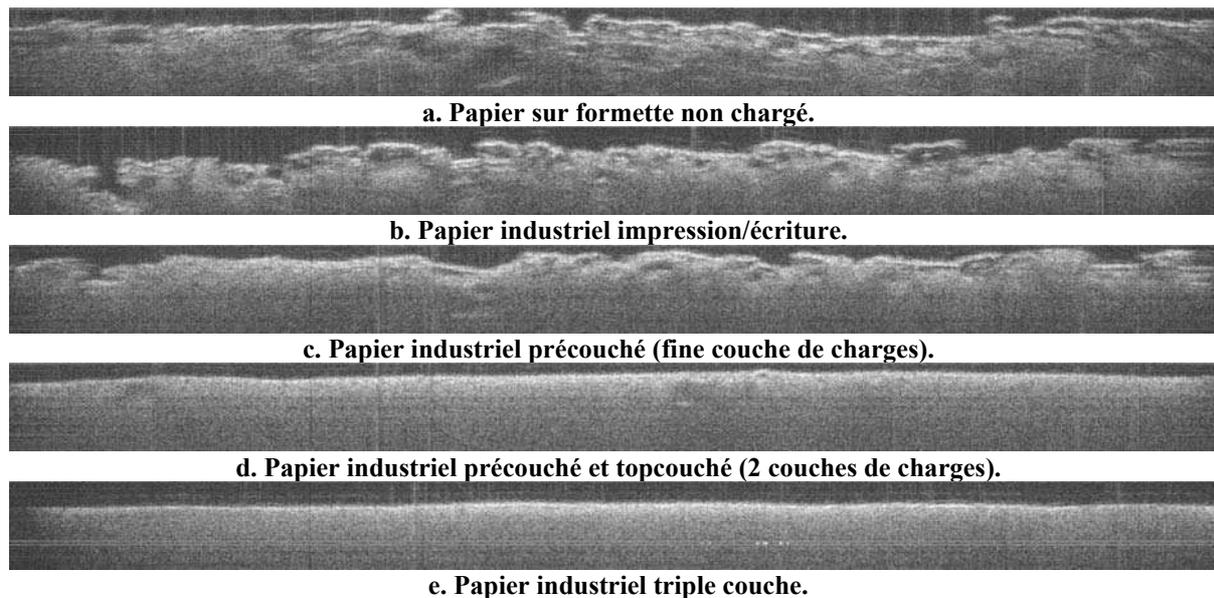


Figure 95. Coupes XZ sur différents types de papiers opaques (650 μm \times 75 μm). La profondeur d'imagerie diminue avec l'augmentation de la diffusion dans le papier.

La structure fibreuse des papiers non chargés, peu diffusants, est visible sur environ 50 μm (Figure 95a), correspondant à au moins deux couches de fibres. Plus le papier diffuse, moins les fibres sont visibles en profondeur. Pour les papiers légèrement chargés, une seule couche de fibres est imagée en entier (Figure 95b et Figure 95c). Pour des densités de charges plus importantes, des fibres sont parfois visibles en profondeur (Figure 95d). Les fibres des papiers très chargés (Figure 95e) ne sont pas visibles, une fois la couche traversée. La porosité de la couche étant de l'ordre de la centaine de nanomètres, celle-ci n'est pas imagée. Seuls sont visibles de gros défauts comme des bulles d'air emprisonnées (Figure 96).

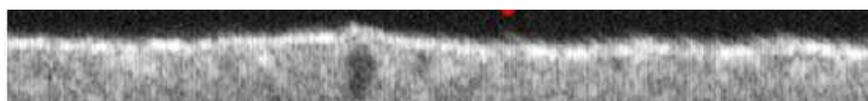


Figure 96. Coupe XZ d'un papier couché, zoom sur la couche (150 μm \times 15 μm). La structure de la couche, composée de fines particules inférieures au micron, n'est pas résolue. Seuls de gros défauts comme des bulles d'air sont visibles.

^a Un appareil à formette permet d'obtenir en laboratoire une feuille de papier à partir de fibres en suspension.

Les fibres sont visibles sous la surface, en particulier grâce à leur lumen. Les images d'OCT obtenues dans le papier différencient les vides (pores) des composants solides, cependant ceux-ci sont difficiles à individualiser (Figure 97).

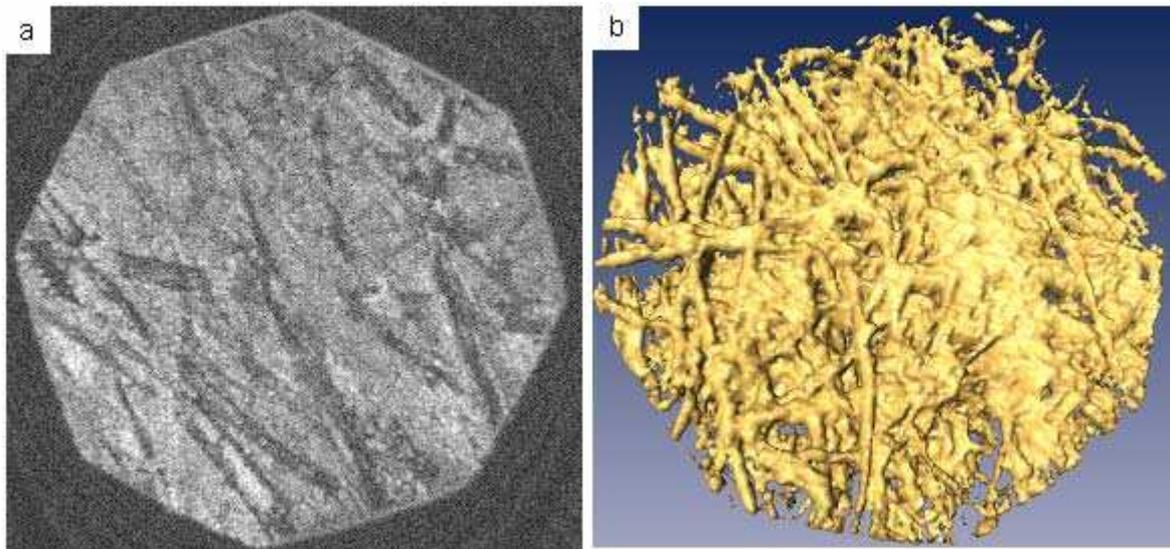


Figure 97. Coupe XY environ 25 μm sous la surface (a) et représentation de la structure tridimensionnelle par reconstruction des contours (b) d'un papier impression/écriture (530 μm \times 400 μm \times 75 μm). La structure est compacte et les composants difficiles à individualiser.

Des projections orthogonales sont calculées à partir de piles d'images XY. Comme le papier n'est pas poreux, elles permettent de visualiser la surface en trois dimensions (Figure 98). Les fibres de surface sont aplaties, car le papier est calandré^a. Des détails de surface comme des fibrilles^b peuvent être observés.

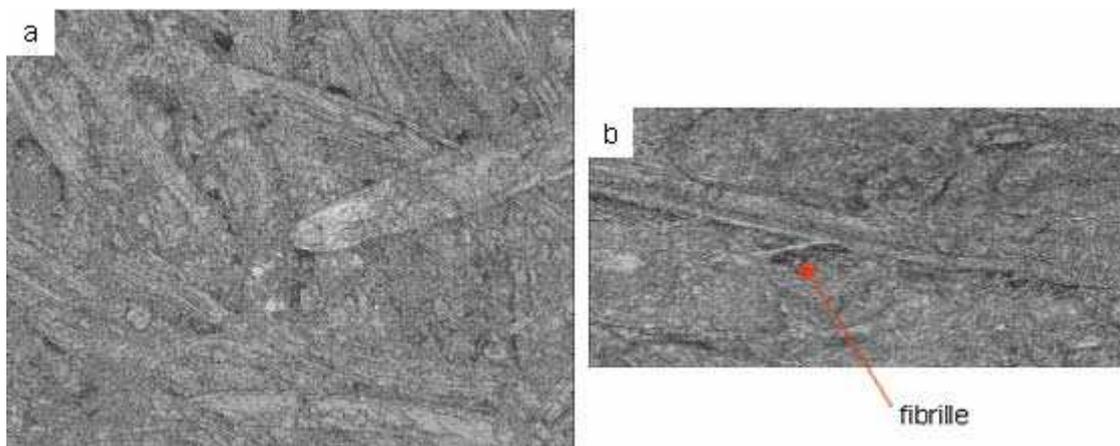


Figure 98. Projections orthogonales d'un papier impression/écriture (a-300 μm \times 220 μm \times 70 μm ; b-70 μm \times 30 μm \times 70 μm). L'aplatissement des fibres de la surface ou des détails comme les fibrilles peuvent être observés en trois dimensions.

^a Afin de lisser la surface, le papier est parfois passé entre deux rouleaux. Cette opération s'appelle le calandrage.

^b Les fibrilles sont des petits filaments rattachant les fibres entre elles.

Des coupes XZ d'un papier impression/écriture peuvent également être calculées à partir d'une pile d'images XY avec le logiciel *ImageJ* (Figure 99). Elles sont alors identiques à celles obtenues avec la caméra linéaire.

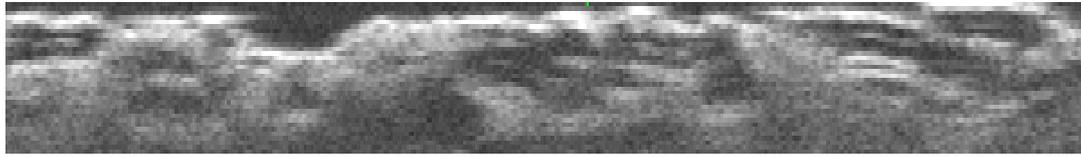


Figure 99. Coupe XZ d'un papier impression/écriture calculée à partir d'une pile d'images XY ($300\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$). Le résultat est identique aux coupes XZ réalisées avec la caméra linéaire.

Des coupes XZ sur papiers imprimés permettent de visualiser le dépôt d'encre (Figure 100 et Figure 101). Les encres foncées absorbant la lumière, le signal sous le dépôt d'encre est beaucoup plus faible, les fibres n'étant plus visibles avec l'encre noire.

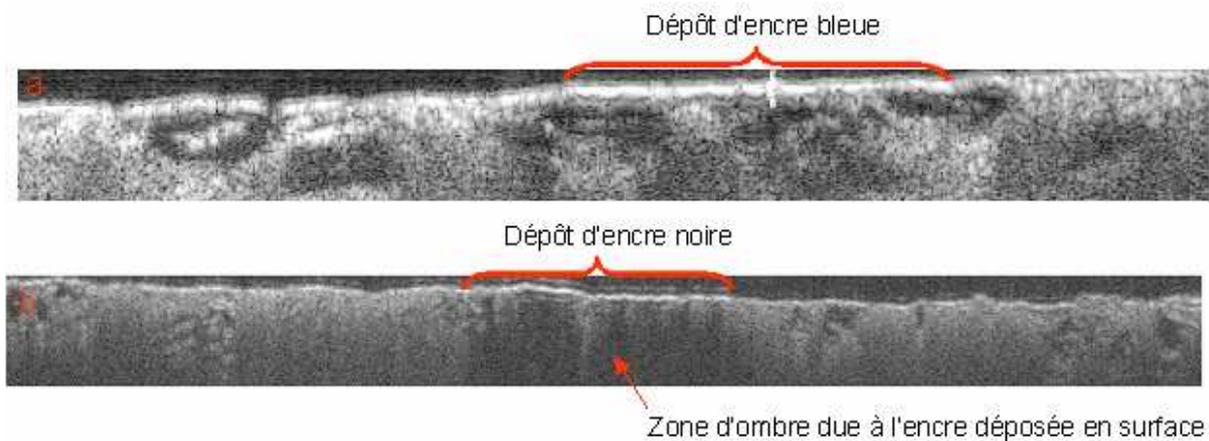


Figure 100. Coupes XZ de magazines avec une lettre imprimée, respectivement bleue (a- $275\ \mu\text{m} \times 30\ \mu\text{m}$) et noire (b- $1300\ \mu\text{m} \times 45\ \mu\text{m}$). Le dépôt d'encre est visible. Les encres foncées, absorbant la lumière, créent une zone d'ombre où le signal est plus faible ou absent.

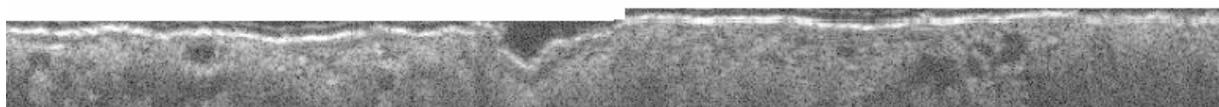


Figure 101. Couche d'encre rouge à la surface d'un magazine ($1200\ \mu\text{m} \times 38\ \mu\text{m}$).

Lorsque le papier est trop diffusant, la structure tridimensionnelle est difficile à obtenir et les fibres ne sont pas visualisées. Cependant, l'OCT peut être utilisée pour visualiser des spécificités dans des papiers spéciaux, comme des micro-trous dans un papier pour filtre de cigarette (Figure 102). Les trous peuvent ainsi être étudiés en détails dans la profondeur (Figure 103).

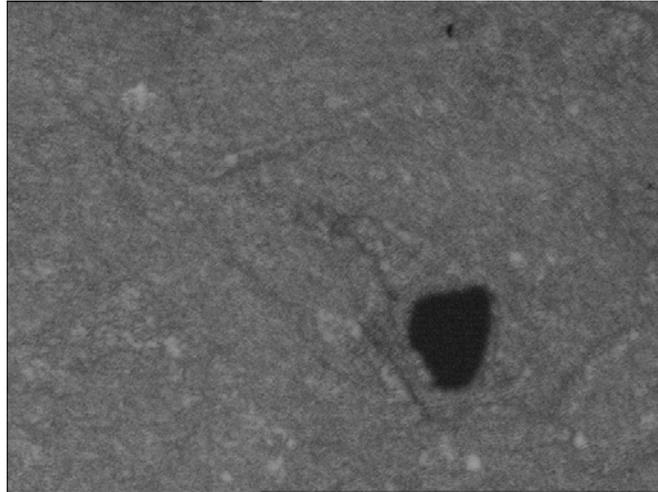


Figure 102. Projection orthogonale d'un papier pour filtre à cigarette contenant des micro-trous (300 μm \times 220 μm \times 100 μm). Même si la structure est trop compacte pour être reconstruite, l'analyse de détails comme les micro-trous peut être réalisée.

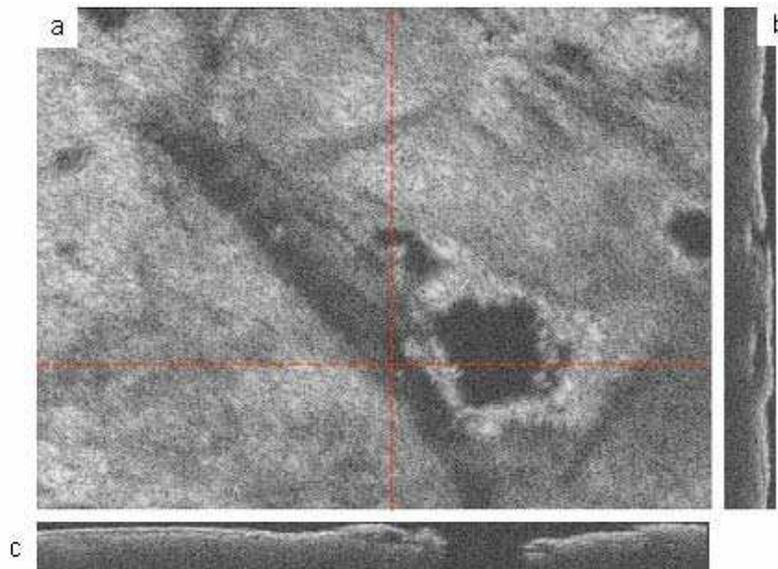


Figure 103. Coupe XY environ 15 μm sous la surface (a) et coupes YZ (b) et XZ (c) dans un papier pour filtre à cigarette contenant des micro-trous (300 μm \times 220 μm \times 100 μm). Toutes les coupes peuvent être calculées à partir de la pile d'images XY.

Dans le cas de papiers compacts et transparents, comme le calque, les deux faces sont visibles (Figure 104). Dans l'épaisseur, du signal est obtenu sur plus de la moitié de la feuille. Il diminue avec la profondeur.

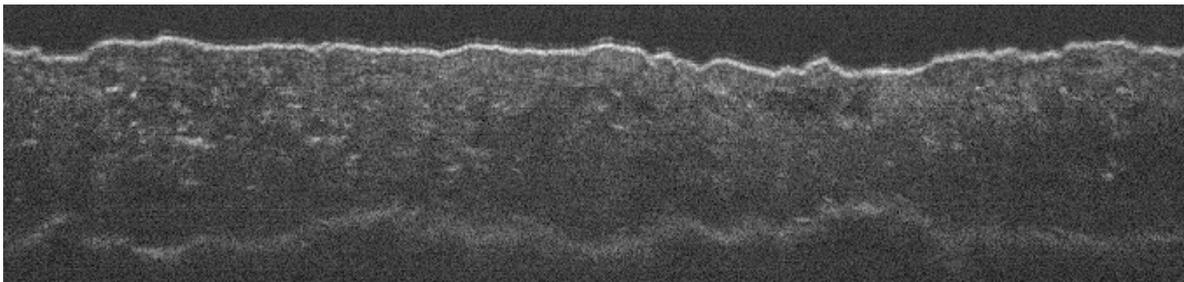


Figure 104. Coupe XZ d'une feuille de calque (650 μm \times 150 μm). Les deux faces sont visibles. Le signal diminue au fur et à mesure dans l'épaisseur.

7. Profondeur d'imagerie limitée par les propriétés intrinsèques des papiers

Sur les coupes XZ, on vérifie bien que du signal en profondeur est obtenu et que plusieurs fibres à la même localisation (x,y) et à des profondeurs différentes sont imagées. L'imagerie ne s'arrête pas à la surface (qui est localisée à différentes profondeurs car le papier n'est pas plan). Des coupes tomographiques de la structure du papier sont donc possibles par OCT.

Cependant, le papier est généralement un matériau complexe très diffusant ce qui limite la profondeur d'imagerie. Ainsi, dès la deuxième fibre, le signal est beaucoup plus faible. Dans les papiers assez diffusants, la face arrière de la feuille n'est pas détectée. Le signal diminue et la structure est perdue au fur et à mesure, de façon inhomogène. Ainsi, à une profondeur donnée, une fibre peut être détectée à un endroit et le reste de la coupe présenter du bruit ailleurs. Cela est dû à la grande hétérogénéité de la structure du papier.

Une limite fondamentale pour imager en profondeur provient du matériau papier en lui-même. En particulier, la diffusion multiple est très forte dans les papiers et caractéristique de ce matériau. En effet, malgré les faibles cohérence spatiale et temporelle de la source, les photons multidiffusés interfèrent avec les photons de référence. Le signal en profondeur dans un papier est composé de photons multidiffusés cohérents qui ne portent pas d'information sur la structure. Ils gênent la détection du signal d'intérêt et créent du signal fictif. Ainsi un moyennage important ne permet pas de gagner en profondeur d'imagerie. Le rapport signal sur bruit pour la détection des photons balistiques n'est donc pas le facteur limitant. D'autres phénomènes empêchent également l'imagerie en profondeur. Une partie du travail de thèse a été consacrée à des modifications du montage afin d'essayer de gagner du signal en profondeur. C'est en effet le premier facteur limitant pour les applications en papeterie. Afin de pouvoir utiliser des images de structure, celle-ci doit être vue sur une grande épaisseur.

Comparaison avec les tissus biologiques

Comme pour les papiers, les tissus biologiques sont très variés. Leurs propriétés de diffusion, et par conséquent la profondeur maximale d'imagerie par OCT, diffèrent grandement selon le tissu. Considérons une longueur de diffusion typique l_s de 50 μm . Les montages d'OCT développés pour la biologie permettent d'imager le tissu sur une profondeur l de 0,5 mm. Cela représente en trajet aller-retour une transmission de

$$\exp\left(-\frac{2l}{l_s}\right) = \exp\left(-\frac{2 \times 500}{50}\right) = 2.10^{-9}.$$

Dans un papier impression/écriture de libre parcours de diffusion de 20 μm , une profondeur d'imagerie maximale de 50 μm obtenue avec le montage développé correspond à une transmission de $\exp\left(-\frac{50 \times 2}{20}\right) = 7.10^{-3}$! La sensibilité de détection du montage est donc très inférieure dans le cas du papier.

Cette différence dans la limite de profondeur d'imagerie pourrait s'expliquer par les phénomènes de diffusion, différents dans les papiers et les tissus biologiques. Ainsi, la diffusion dans les tissus biologiques se fait préférentiellement vers l'avant. Le coefficient d'anisotropie g des tissus est de 0,9, ce qui donne une longueur de transport de

$$l_{tr} = \frac{l_s}{1-g} = \frac{50.10^{-3}}{1-0,9} = 0,5 \text{ mm. La transmission vaut alors } \exp\left(-\frac{2l}{l_{tr}}\right) = \exp\left(-\frac{500 \times 2}{500}\right) = 0,14.$$

Dans les papiers, la diffusion ne se fait pas vers l'avant, elle est plus isotrope que dans les tissus biologiques. La transmission de la lumière est en effet très faible, ce que l'on peut vérifier en regardant la transmission d'un faisceau laser à travers une feuille de papier. De même, la réflexion est très forte. Le papier est justement fabriqué de telle sorte qu'il réémette de la lumière dans tout l'espace afin d'apparaître opaque et blanc.

Les photons diffusés vers l'avant conservent a priori la bonne différence de marche et peuvent interférer pour donner un signal constructif. L'image obtenue est alors correcte car les photons se sont propagés en ligne droite. Lorsque la diffusion se fait préférentiellement vers l'avant comme dans les tissus biologiques, détecter à la fois les photons balistiques (réfléchis et n'ayant subi aucune diffusion ou une fois rétrodiffusé) et serpentiles (diffusés dans la direction de propagation) augmente le signal d'intérêt et contribue à l'imagerie en profondeur. Au contraire, dans le papier, la diffusion d'un photon balistique entraîne généralement un changement de direction de propagation et donc la perte de l'information qu'il portait. Le nombre de photons balistiques et serpentiles diminue très vite avec la profondeur. Le paramètre pertinent dans le calcul de la profondeur de pénétration ne serait donc pas le coefficient de diffusion mais le libre parcours de transport.

B. Améliorations du montage pour gagner en profondeur d'imagerie

1. Moyenner transversalement pour augmenter le rapport signal sur bruit

En biologie, le rapport signal sur bruit est parfois augmenté en sommant des images légèrement décalées transversalement. Sur le papier, le bruit est en effet lissé et le speckle réduit (Figure 105). Cependant, il n'y a pas d'apparition de signal. De plus, les décalages doivent être très faibles car la structure dans un papier varie sur une échelle micrométrique. Dans le cas contraire, il y a perte importante en résolution transverse. Finalement, le gain apporté par un moyennage transverse sur du papier est peu important et demande beaucoup plus de temps d'acquisition. Il n'a donc pas été mis en œuvre.

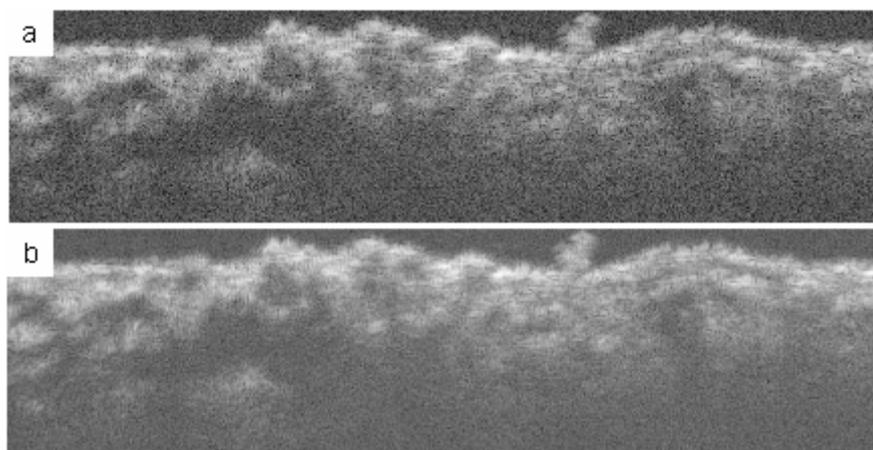


Figure 105. Coupes tomographiques dans un papier (250 μm \times 100 μm). a) Coupe brute. b) Somme de 2 coupes décalées transversalement. Moyenner transversalement filtre le bruit et réduit le speckle.

2. Compenser la défocalisation des interférences par translation axiale de l'objectif de l'échantillon

Lors de l'imagerie dans l'échantillon, il se produit deux phénomènes conduisant à la défocalisation des franges en profondeur. Les interférences ne sont alors plus détectées de façon optimale et sont perdues à partir d'une certaine épaisseur.

- Par réfraction des rayons sur la surface du milieu, le plan de focalisation de l'objectif se décale plus vite que l'échantillon (Figure 106). Lorsque l'échantillon est translaté de z , le plan de focalisation se déplace de nz .

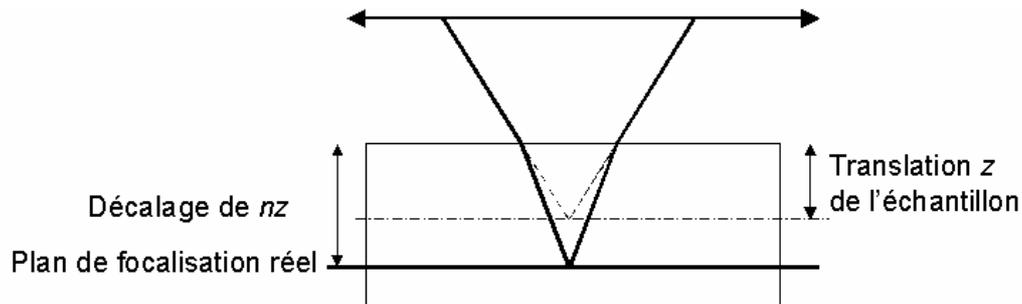


Figure 106. Décalage du plan de focalisation de l'objectif par rapport à la translation de l'échantillon. Le plan de focalisation réel dans l'échantillon ne correspond pas à la profondeur translatée.

- Comme l'interféromètre est dans l'air et que l'on s'enfonce dans un milieu d'indice de réfraction n , le plan des franges d'interférence ne se décale pas de la même distance que la translation mécanique de l'échantillon (Figure 107). Le plan des franges est déterminé par une différence de chemin optique nulle. Lorsque l'échantillon est translaté de z , le plan d'interférence ne se décale que de $\frac{n-1}{n}z$.

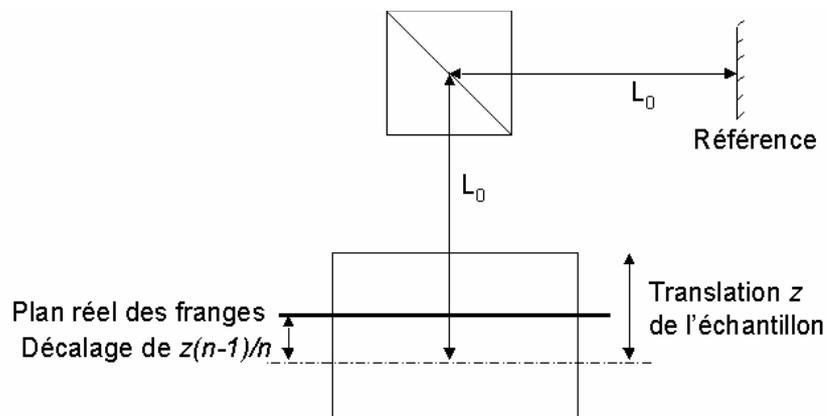


Figure 107. Décalage du plan d'interférence par rapport à la translation de l'échantillon. Le plan détecté réellement par le montage d'OCT ne correspond pas à la profondeur translatée.

Ces deux phénomènes étant opposés, plus le plan imagé est profond, plus les plans de focalisation et d'interférence vont s'éloigner l'un de l'autre. Les franges ne vont donc plus être imagées de façon optimale, avec une perte de contraste due à la défocalisation. Il y aura perte significative du signal interférométrique lorsque le plan d'interférence ne sera plus dans la profondeur de champ de l'objectif. Or l'intérêt de travailler en OCT plein champ est justement de pouvoir utiliser des optiques de forte ouverture numérique, et donc de faible profondeur de champ.

Calculons la profondeur d'imagerie à partir de laquelle le décalage entre plans d'interférence et de focalisation devient supérieur à la profondeur de champ.

- La profondeur de champ d'un objectif est donnée par $\Delta z = n \frac{0,9\lambda}{NA^2}$, soit $\Delta z = 5,9 \mu\text{m}$ avec des valeurs proches du montage (indice de réfraction de 1,4 - ouverture numérique de 0,4 - longueur d'onde centrale de $0,75 \mu\text{m}$).
- Lorsque l'échantillon est décalé de z , le décalage entre plans d'interférence et de focalisation vaut $\Delta z = (nz - z) + \frac{n-1}{n}z = z \frac{n^2-1}{n}$. Cette distance doit rester inférieure ou égale à la profondeur de champ de l'objectif afin de garder un contraste maximal des franges.

La profondeur d'imagerie limite z_{lim} , à partir de laquelle le contraste des franges se détériore, est obtenue lorsque l'égalité est réalisée :

$$n \frac{0,9\lambda}{NA^2} = z_{\text{lim}} \frac{n^2-1}{n}, \text{ soit } z_{\text{lim}} = \frac{n^2}{n^2-1} \frac{0,9\lambda}{NA^2} = 8,6 \mu\text{m} \text{ avec les valeurs précédentes.}$$

Le plan d'interférence est donc très rapidement hors de la profondeur de champ de l'objectif. La perte de contraste du signal interférométrique intervient à une faible profondeur d'imagerie de l'échantillon.

Ainsi il est nécessaire de rattraper le décalage entre plans d'interférence et de focalisation. Sur le montage d'OCT, l'objectif dans le bras de l'échantillon a donc été placé sur un système de translation axiale. L'objectif, étant dans l'air, doit être remonté de $z \frac{n^2-1}{n^2}$ afin de faire coïncider les plans de focalisation et d'interférence (Figure 108). En pratique, il faut être proche de la surface au début de la mesure et s'assurer qu'un éventuel gain en profondeur ne serait pas dû au final au rattrapage d'une mauvaise focalisation au départ.

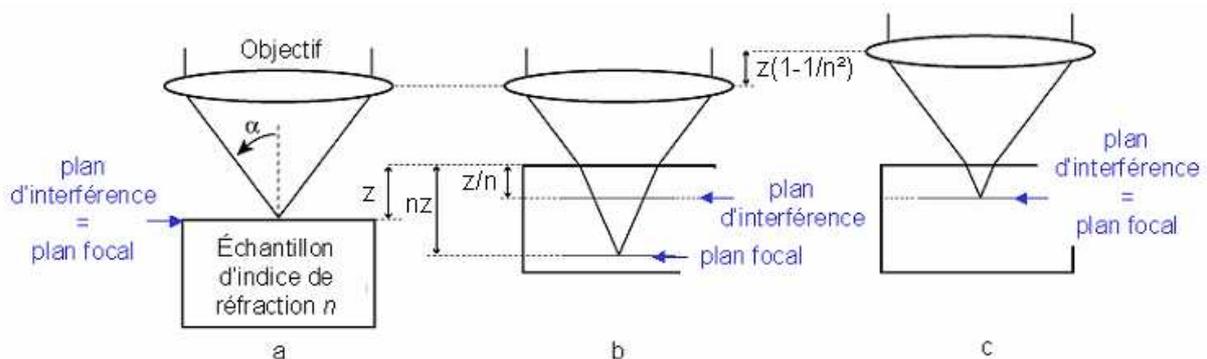


Figure 108. Le montage d'OCT est réglé afin de faire coïncider avec la surface de l'échantillon les plans d'interférence et de focalisation de l'objectif (a). Quand l'échantillon est élevé d'une distance z , le plan d'interférence est alors localisé à la distance z/n sous la surface de l'échantillon, tandis que le plan focal est à la profondeur nz (b). Les plans de focalisation et d'interférence coïncident à nouveau si l'objectif est élevé d'une distance $z(1-1/n^2)$ (c).

La différence d'intensité entre les deux faces due au décalage des plans est très nette pour les papiers transparents, dont toute l'épaisseur est obtenue, comme pour un calque ou un film plastique pour enveloppe. Pour imaginer toute l'épaisseur du film plastique, celui-ci est translaté de $42\ \mu\text{m}$. Une mesure de son épaisseur réelle donne une valeur de $30\ \mu\text{m}$. On en déduit donc l'indice de réfraction du plastique égal à 1,4. De même, le calque est balayé sur $110\ \mu\text{m}$ et mesure réellement $80\ \mu\text{m}$ d'épaisseur. Son indice de réfraction est également d'environ 1,4. L'objectif est translaté avec cette valeur d'indice et la compensation du décalage des plans est visible. Pour les matériaux quasi-transparentes, l'égalité d'intensité entre les deux faces est obtenue (Figure 109). Pour les matériaux plus diffusants, comme le calque, la compensation permet de récupérer du signal en profondeur dans la feuille et la face arrière est plus visible (Figure 110).

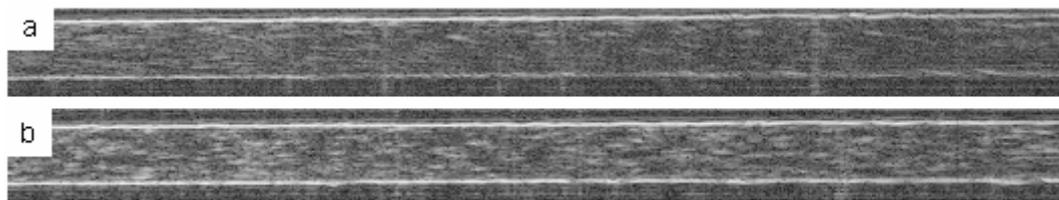


Figure 109. Coupe XZ d'un plastique pour enveloppe sans (a) et avec (b) compensation (pas de $1\ \mu\text{m}$ - indice considéré $n=1,4$ - $650\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$). La translation de l'objectif pour compenser le décalage des plans permet de visualiser les deux faces avec la même intensité et d'avoir du signal dans toute l'épaisseur.

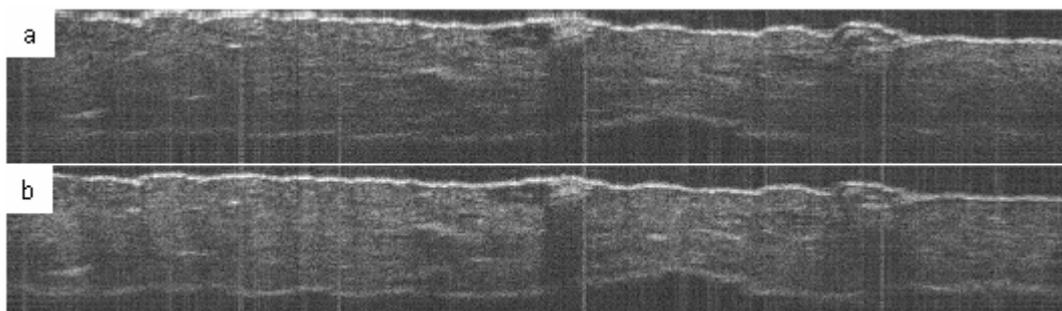


Figure 110. Coupe XZ d'une feuille de calque sans (a) et avec (b) compensation (pas de $0,5\ \mu\text{m}$ - indice considéré $n=1,4$ - $650\ \mu\text{m} \times 130\ \mu\text{m}$). La translation de l'objectif pour compenser le décalage des plans permet de gagner du signal en profondeur et de mieux visualiser la face arrière.

Pour les papiers impression/écriture, la translation de l'objectif permet en général de gagner un peu de signal en profondeur. Ainsi des fibres non visibles auparavant sont détectées à certains endroits. En règle générale, le rattrapage ne permet de visualiser qu'une paroi de fibre supplémentaire (Figure 111).

Cependant, ce gain n'est pas uniforme sur toute la largeur de l'échantillon. Cela est dû à la grande hétérogénéité du matériau papier : le rattrapage de l'objectif n'est pas optimal pour toute la profondeur concernée. Ainsi, selon que le faisceau a majoritairement traversé des fibres ou des pores en un point (x,y) , le rattrapage sera ou non utile. Ce gain est donc difficilement exploitable. De plus, il y a des risques de perte de signal à d'autres endroits, dû à l'inadéquation du déplacement de l'objectif, en particulier pour des papiers de forte rugosité. Cette méthode est ainsi difficile à mettre en œuvre sur des matériaux complexes et hétérogènes dont l'indice de réfraction diffère entre deux points à même profondeur. Le front d'onde est déformé à la traversée du milieu, suite à ces variations d'indice, et le rattrapage s'avère donc plus ou moins efficace.

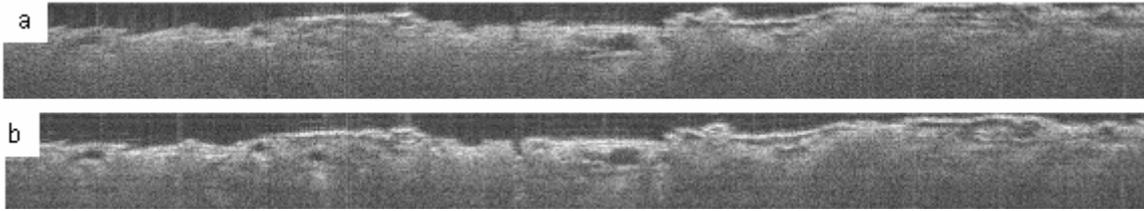


Figure 111. Coupes XZ de papiers peu chargés sans (a) et avec (b) compensation ($650 \mu\text{m} \times 75 \mu\text{m}$). La translation de l'objectif pour compenser le décalage des plans permet de visualiser d'autres fibres mais ce gain n'est pas homogène.

Les meilleurs résultats sont obtenus avec les papiers homogènes, tels le calque. Le gain avec les papiers peu chargés peut être de quelques microns, mais cette technique pose problème dans un matériau inhomogène. Pour les papiers diffusants (chargés, couchés), aucun gain en profondeur n'est obtenu. Ainsi le décalage entre plans de focalisation et d'interférence n'est dans ce cas pas le facteur limitant. La compensation des plans n'est donc pas une méthode efficace avec le papier afin de gagner en profondeur car la diffusion multiple est le facteur limitant.

3. Influence de la polarisation dans la sélection des photons balistiques

En ajoutant une discrimination sur les photons, travailler en lumière polarisée semble permettre de gagner en profondeur de pénétration, en s'affranchissant d'une partie du signal multidiffusé cohérent. Ainsi, les photons multidiffusés, perdant progressivement leur polarisation par les diffusions successives, seraient filtrés, à la différence des photons balistiques, qui conservent a priori leur polarisation à la réflexion.

Deux polariseurs ont été ajoutés au montage d'OCT, à l'entrée et à la sortie de l'interféromètre (Figure 112). Leurs directions de polarisation sont parallèles.

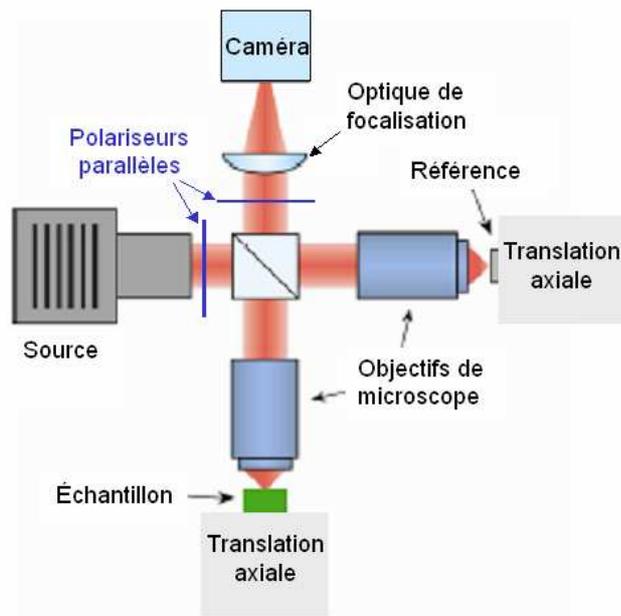


Figure 112. Schéma du montage d'OCT avec l'ajout de deux polariseurs. Les directions de polarisation sont parallèles afin de filtrer les photons multidiffusés ayant perdu leur polarisation.

En pratique, le gain en profondeur permet de gagner quelques microns et augmente la réponse en intensité des dernières fibres imagées (Figure 113). Cependant, il n'y a pas réellement d'information nouvelle et le gain n'est pas homogène en profondeur. Le signal supplémentaire est difficilement exploitable car il concerne des profondeurs non entièrement imagées, qui ne seront donc ensuite pas utilisées pour étudier la structure. Ainsi les diffusions successives ne dépolarisent probablement pas assez rapidement le flux multidiffusé. De plus, les polariseurs utilisés ne sont pas efficaces sur toute la bande spectrale du montage.

Un autre inconvénient est que la réponse à un flux polarisé dépend des papiers. Ainsi, les fibres peuvent dépolariser en partie les photons balistiques réfléchis. Pour tester le comportement à la polarisation d'un matériau, on examine celui-ci au microscope en lumière polarisée, entre polariseur et analyseur croisés, et l'on fait tourner l'échantillon. Si le matériau est amorphe (il ne modifie pas la polarisation incidente), l'image reste sombre pendant la rotation du matériau. Dans le cas du papier, certaines fibres paraissent alternativement brillantes et sombres. Elles modifient donc la direction de polarisation incidente. Cela est dû à la biréfringence des fibres à cause de leur structure anisotrope. L'utilisation de polariseurs pourrait donc entraîner une perte de signal. Il faudrait vérifier pour chaque type de papier son comportement à la polarisation. Comme le gain n'est pas important et que l'utilisation de polariseurs peut entraîner une perte de signal, la polarisation n'a pas été retenue.

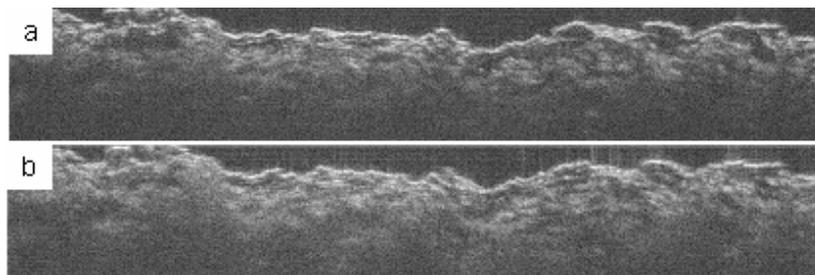


Figure 113. Coupe XZ d'un papier de laboratoire non chargé sans (a) et avec (b) polariseurs ($350 \mu\text{m} \times 75 \mu\text{m}$). La sélection par polarisation permet d'augmenter légèrement la profondeur de pénétration. Cependant, le signal est modifié à cause de la biréfringence de fibres.

4. Adaptation d'indice pour limiter les pertes de lumière par réflexions

Les grandes différences d'indice de réfraction entre les composants du papier (1,55 pour les fibres – 1 pour les pores) entraînent d'importantes réflexions aux interfaces, réduisant fortement le flux transmis en profondeur. Afin de réduire ces disparités d'indice et de limiter la perte de photons en transmission, des tests ont été effectués en déposant sur le papier un produit pour remplir les pores afin de rapprocher leur indice de réfraction de celui des fibres.

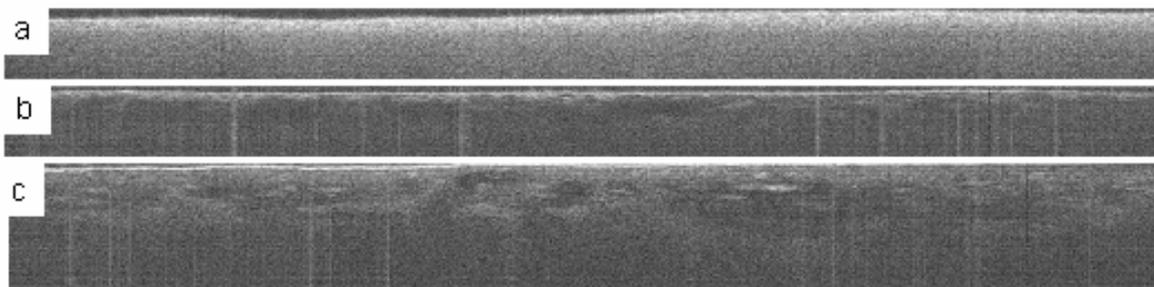


Figure 114. Coupes XZ d'un papier triple couche sans produit (a : $650 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$), avec un dépôt d'éthanol (b : $650 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$) et avec un dépôt de glycérol (c : $650 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$). Le dépôt d'éthanol ou de glycérol diminue très fortement la diffusion multiple et augmente fortement la profondeur d'imagerie dans le cas du glycérol.

Déposer une goutte d'éthanol à la surface du papier permet ainsi de diminuer fortement la diffusion multiple à l'intérieur de la feuille de papier (Figure 114 a et b). Cependant, seuls les premiers microns sont visibles en profondeur. L'emploi de glycérol permet de gagner grandement du signal en profondeur et des fibres sont visibles dans l'épaisseur (Figure 114c).

L'utilisation d'un produit pour adapter l'indice donne donc d'excellents résultats pour gagner en profondeur d'imagerie. Il faut cependant que ce produit ne modifie aucunement la structure fibreuse. Des études ultérieures doivent être menées pour le vérifier.

Une équipe a publié pendant la thèse qu'elle utilisait l'alcool benzylique afin d'adapter les indices [44]. Selon cette équipe, l'alcool benzylique ne modifierait pas la structure. Des tests avec ce produit ont alors également été réalisés. Sur les papiers couchés, l'utilisation de ce produit permet de visualiser des fibres en profondeur sous la couche (Figure 115). Les photons multidiffusés sont ainsi beaucoup moins nombreux et les photons balistiques sont à nouveau détectés.

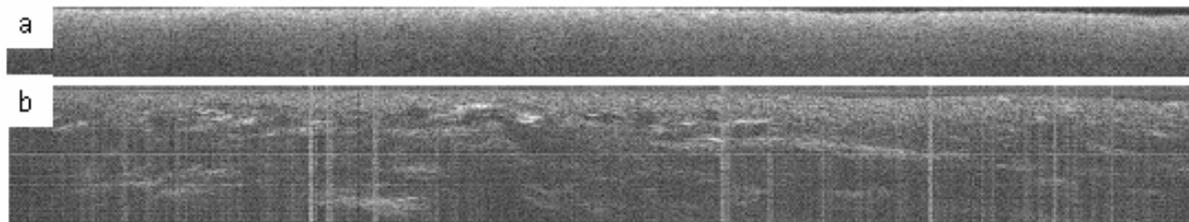


Figure 115. Coupe XZ d'un papier triple couche sans (a) et avec (b) alcool benzylique (a : $650\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$; b : $650\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$). L'utilisation d'alcool benzylique augmente fortement la profondeur d'imagerie dans le papier couché.

L'utilisation d'un produit, et en particulier l'alcool benzylique, paraît donc très prometteuse pour imagier en profondeur des papiers couchés et observer les fibres sous la couche qui ne sont pas visibles sans produit.

C. Comparaison des résultats avec des images de papier obtenues par d'autres techniques

1. Scanner à rayons X commercial

L'avantage des scanners à rayons X réside dans l'imagerie de toute l'épaisseur d'une feuille de papier. Le montage d'OCT ne permet pas de descendre autant en profondeur. Cependant, une excellente résolution et qualité des images nécessitent l'utilisation d'un synchrotron, difficilement accessible. Il existe dans le commerce des scanners sur table à rayons X, pouvant être à disposition des papetiers et de leurs centres de recherche. Des essais sur le papier ont été effectués avec un système de microtomographie 1172 (*SkyScan*) [45]. Malgré une résolution théorique du micron, la qualité des images ne permet pas d'observer correctement la structure, à cause d'un bruit assez élevé et d'un contraste faible (Figure 116). Ces images sont en particulier utilisées pour mesurer l'épaisseur de la couche sur les papiers couchés.



Figure 116. Coupe XZ d'un papier couché avec un scanner à rayons X de table [45]. Toute l'épaisseur est visualisée, cependant la qualité d'images est insuffisante pour obtenir la structure.

Le développement des scanners à rayons X est cependant en plein essor, avec une recherche constante pour gagner en résolution. Ainsi, un nouveau modèle a été récemment commercialisé (*Skyscan 2011*) présentant une résolution submicrométrique. Les résultats sur le papier pourraient s'avérer intéressants, si les propriétés du faisceau permettent également de réduire le bruit et d'augmenter le contraste afin de gagner en qualité d'image. Le coût prohibitif de ces appareils reste néanmoins un frein pour les centres de recherche papetiers.

2. Microscopie confocale

Des essais d'imagerie avec un microscope confocal ont été effectués au laboratoire de photophysique moléculaire, à Orsay. Le microscope est un modèle SP5 inversé (*Leica*) doté d'un laser Helium-Néon et d'un laser accordable Titane-Saphir. Des coupes dans l'épaisseur ont été acquises à 633 nm, 930 nm et de 985 nm. Seule la surface est observée, la structure en profondeur n'est pas imagée (Figure 117). La microscopie confocale dans l'air ne permet donc pas d'obtenir la structure en profondeur. Cette limitation est due à la grande diffusion par le papier de la lumière dans toutes les directions. Les photons détectés sont en effet très peu nombreux car ils doivent être issus du voisinage du foyer de l'objectif et réfléchis dans l'angle d'ouverture. Utiliser une source dans le proche infrarouge ne permet pas de diminuer significativement la diffusion pour obtenir du signal en profondeur.

Cet essai est en accord avec les conclusions de l'état de l'art sur les techniques en papeterie (partie I.C.2). La microscopie confocale est en effet utilisée en papeterie uniquement avec de la fluorescence pour détecter certains composants dans le matelas fibreux, ou avec un montage à immersion à huile pour visualiser la couche. Les fibres en profondeur ne sont pas visibles avec cette technique.

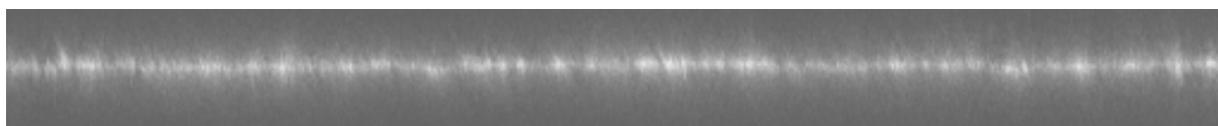


Figure 117. Coupe XZ d'une feuille de papier impression/écriture avec un microscope confocal classique dans l'air à 633 nm. Cette technique ne permet pas d'imager la structure sous la surface.

3. Systèmes commerciaux d'OCT dans le domaine fréquentiel

Des tomographes en OCT destinés à l'étude des matériaux ont été développés et commercialisés très récemment (*Thorlabs* [46]). Ils sont basés sur l'OCT dans le domaine fréquentiel. Leurs sources sont des diodes superluminescentes. Des essais sur un papier photocopie standard (grammage de 80 g/m²) ont été réalisés avec le modèle émettant à 930 nm, pour une résolution axiale de 6,2 μm. La résolution est insuffisante pour la structure

du papier (Figure 118). Le champ de vue est très grand, jusqu'à 6 mm de long, cependant la résolution transverse est de $9,2\ \mu\text{m}$. La sensibilité est très bonne, meilleure que sur le montage d'OCT développé pendant la thèse, car toute la feuille est imagée, mais la résolution est insuffisante pour résoudre la structure. Du signal est détecté à une profondeur beaucoup plus grande qu'avec le montage et la deuxième face de la feuille ne se distingue pas du signal parasite. Cependant, celui-ci n'est dû qu'à la diffusion multiple cohérente, bien mise en évidence ici, puisque du signal est présent sur $500\ \mu\text{m}$ alors que l'épaisseur de la feuille est d'environ $100\ \mu\text{m}$. Le papier diffuse énormément la lumière et la diffusion cohérente crée du signal parasite. Le gain dû à la meilleure sensibilité n'est ainsi pas exploitable à cause de la résolution insuffisante et de la diffusion multiple.

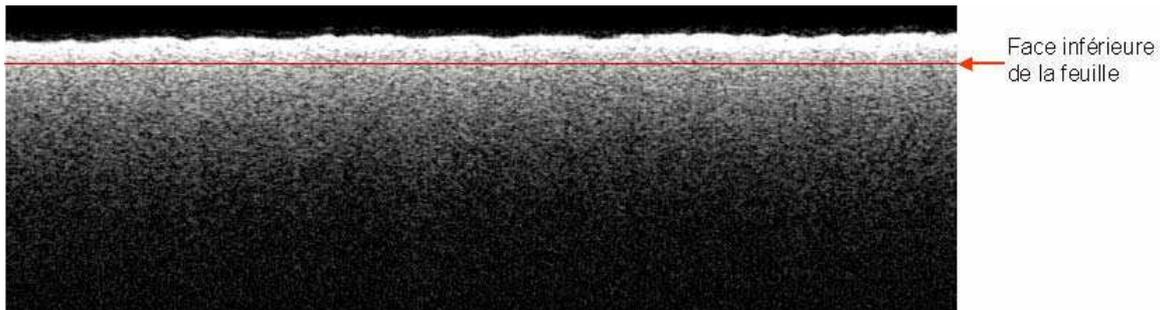


Figure 118. Coupe XZ d'un papier impression standard acquis avec un système d'OCT commercial *Thorlabs* dans le domaine fréquentiel à la longueur d'onde de $930\ \text{nm}$ (balayage axial sur $1\ \text{mm}$). Du signal, dû à la diffusion multiple, est détecté bien après la face arrière de la feuille.

Des essais ont également été réalisés avec le système travaillant à $1325\ \text{nm}$, pour des résolutions axiale et transverse respectivement de $15\ \mu\text{m}$ et de $12\ \mu\text{m}$. Du signal est toujours détecté jusqu'à environ $0,5\ \text{mm}$ de profondeur (Figure 119). Décaler la source dans l'infrarouge ne permet pas de diminuer significativement la diffusion dans le papier.

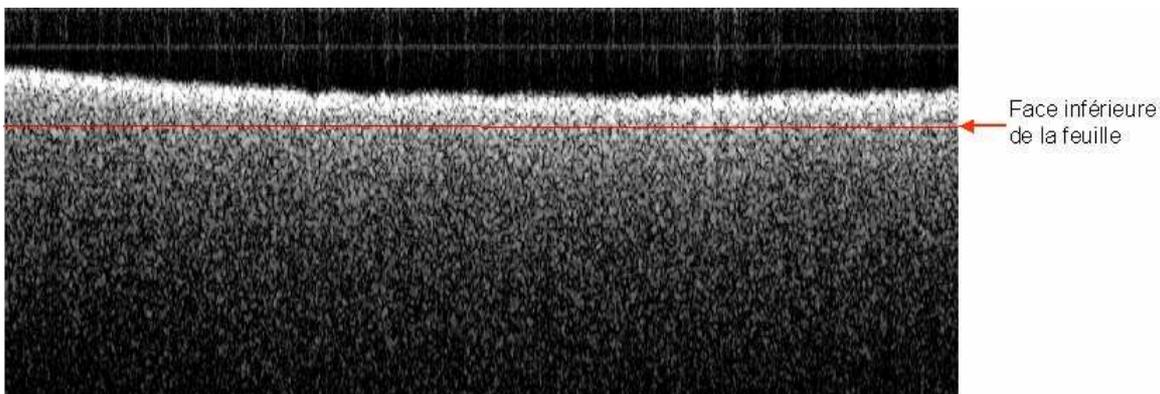


Figure 119. Coupe XZ d'un papier impression standard acquis avec un système d'OCT commercial *Thorlabs* dans le domaine fréquentiel à la longueur d'onde de $1325\ \text{nm}$ (balayage axial sur $1\ \text{mm}$). Travailler en infrarouge ne permet pas d'éliminer la diffusion multiple.

4. Montage en OCT à balayage développé au Upper Austrian Research

Une équipe au Upper Austrian Research, à Linz, en Autriche, a développé un système d'OCT à balayage de grande sensibilité ($100\ \text{dB}$) pour l'étude de matériaux plastiques et polymères, sur un champ de vue important [47]. Un laser femtoseconde Ti:Saphir large spectre stabilisé est utilisé en combinaison avec des modulateurs acousto-optiques. La résolution axiale est de

2,5 μm dans l'air. La résolution transverse est assez faible, due à une petite ouverture numérique (ce n'est pas un microscope). Le champ de vue est de $3 \times 3 \text{ mm}^2$ (pouvant atteindre $5 \times 5 \text{ mm}^2$). D'excellents résultats sont obtenus sur des films plastiques et polymères. Contact a été pris avec cette équipe afin d'imager une feuille de papier sur ce système. Les résultats sur papier sont cependant beaucoup moins convaincants que ceux obtenus avec des polymères. La feuille n'est pas imagée en entier (Figure 120). Des fibres sont visibles et l'épaisseur imagée est d'environ $40 \mu\text{m}$. La profondeur d'imagerie semble meilleure qu'avec le montage d'OCT, de l'ordre de $35\text{-}40 \mu\text{m}$ contre $25\text{-}30 \mu\text{m}$, due à la grande sensibilité du montage. La résolution transverse est cependant insuffisante pour la structure du papier, bien que le champ de vue soit tout à fait approprié. La diffusion cohérente est également visible en donnant un signal homogène en profondeur. La coupe XY est prise quelques microns sous la surface (Figure 121).

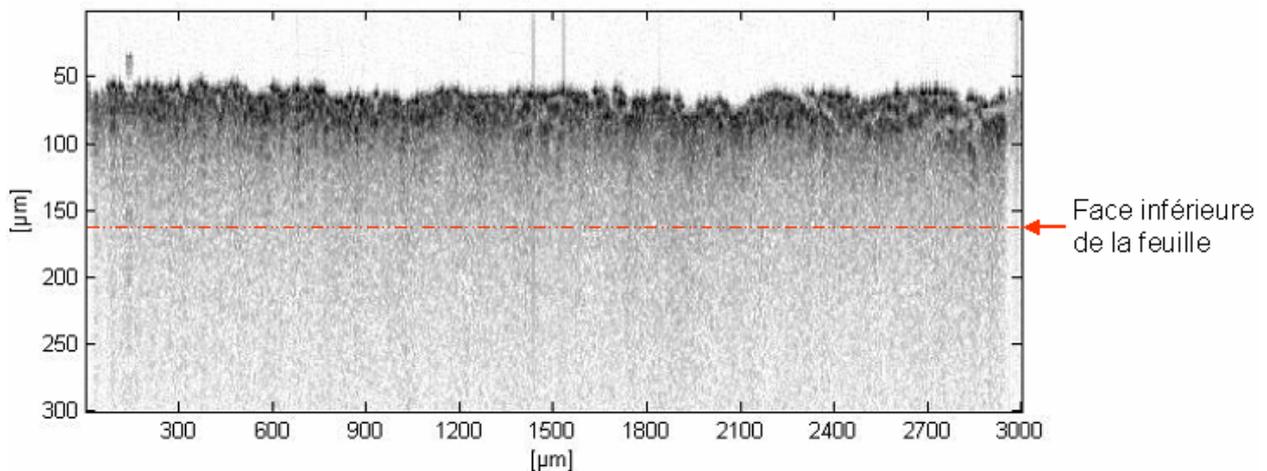


Figure 120. Coupe XZ d'une feuille de papier impression/écriture avec le montage d'OCT à balayage de l'Upper Austrian Research. La profondeur d'imagerie est meilleure que sur le montage de thèse mais la résolution transverse est insuffisante. La diffusion multiple provoque du signal factice en profondeur.

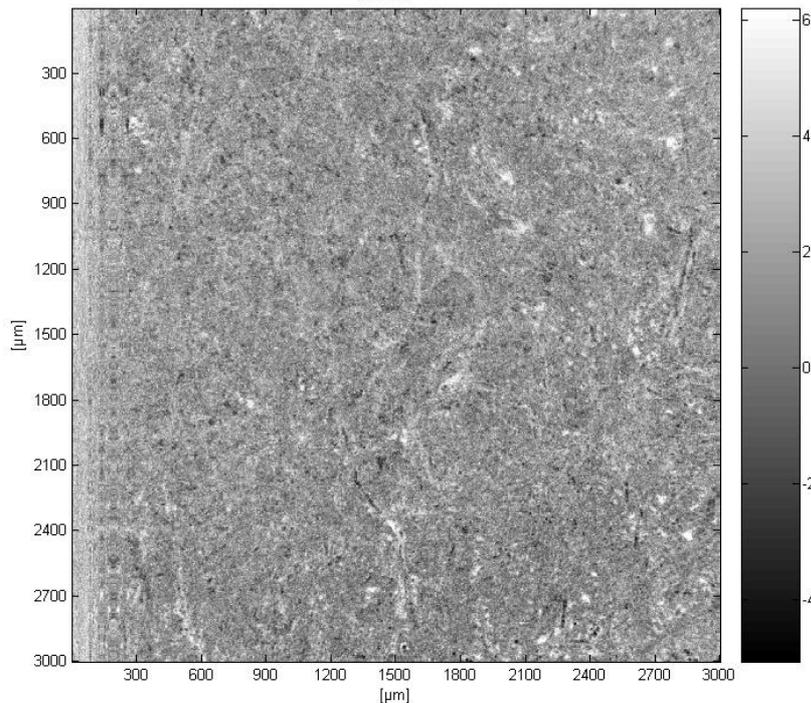


Figure 121. Coupe XY d'un papier impression/écriture près de la surface sur le montage d'OCT à balayage de l'Upper Austrian Research. Le champ de vue est très grand et bien adapté au papier, cependant la résolution transverse est insuffisante.

Cette équipe a également testé l'imagerie du papier en déposant de l'éthanol à sa surface (l'interface air/éthanol est marquée par la ligne noire sur la Figure 122). La profondeur d'imagerie en est améliorée (de l'ordre de 60-70 μm) mais la feuille n'est toujours pas imagée en entier. La diffusion multiple est réduite en profondeur grâce à l'adaptation d'indice entre les fibres et l'éthanol remplissant les pores. Les essais réalisés pendant la thèse avec de l'éthanol montraient également une légère diminution de la diffusion multiple, insuffisante pour imagier toute la feuille (partie IV.B.4).

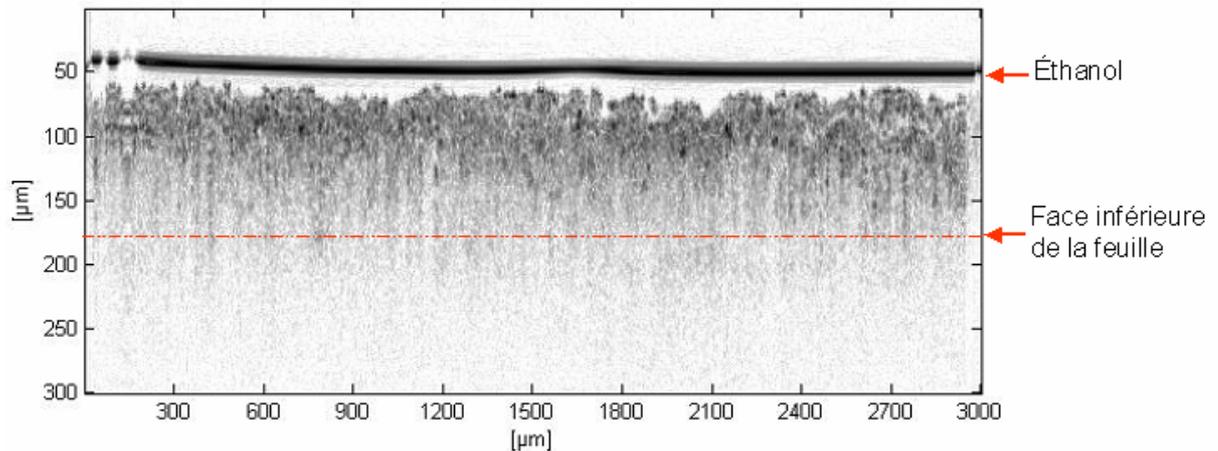


Figure 122. Coupe XZ d'un papier impression/écriture avec dépôt d'éthanol sur le montage d'OCT à balayage de l'Upper Austrian Research. L'éthanol diminue la diffusion multiple et améliore la profondeur d'imagerie.

5. Montage d'OCT à balayage développé pour le papier à l'université de Oulu

Pendant la thèse, des articles sont parus sur un montage d'OCT à balayage développé pour le papier à l'université de Oulu (Finlande) [44]. Le montage à balayage, de configuration Michelson, est éclairé par une diode superluminescente à 822 nm. Les premières couches de fibres d'un papier photocopie standard sont imagées (Figure 123). Les résolutions axiale et transversale sont respectivement de 15 μm et de 8,5 μm . La résolution spatiale est donc inférieure à celle du montage développé pendant la thèse.



Figure 123. Coupe XZ d'un papier photocopie standard sur le montage d'OCT d'Oulu (250 μm \times 90 μm) [48]. Seules les premières fibres sont visibles. La résolution spatiale est insuffisante.

Avec de l'alcool benzylique déposé à la surface, toute l'épaisseur de la feuille est obtenue, les deux faces sont bien visibles (Figure 124). La profondeur d'imagerie est excellente grâce à la réduction de la diffusion. La détection des deux faces devient alors possible. Cependant, la résolution spatiale est insuffisante pour résoudre convenablement la structure du papier.

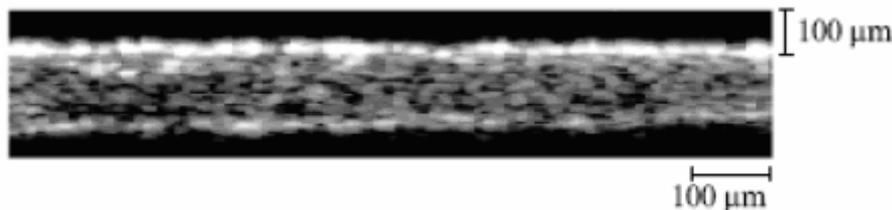


Figure 124. Coupe XZ d'un papier photocopie standard avec de l'alcool benzylique sur le montage d'OCT d'Oulu [44]. L'alcool benzylique permet d'imager toute la feuille de papier. La résolution spatiale est cependant insuffisante pour bien résoudre la structure.

Les tests réalisés pendant la thèse (partie IV.B.4). et les résultats de cette équipe sont en accord. Sans préparation de l'échantillon, seules les premières couches de fibres peuvent être imagées à cause de la diffusion multiple. L'addition d'un produit comme l'alcool benzylique augmente la probabilité de détecter un photon porteur d'information en diminuant la diffusion par adaptation d'indice. La profondeur d'imagerie s'en trouve ainsi grandement améliorée. Selon cette équipe, l'alcool benzylique ne modifierait pas la structure du papier.

D. Performances et limites de la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier

1. Résultats de la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier et applications potentielles en papeterie

Les résultats et applications potentielles dépendent fortement du type de papier.

Papiers poreux

La structure fibreuse des papiers poreux est visible sur toute l'épaisseur ou sur une grande partie de celle-ci, suivant l'épaisseur du papier et le nombre de couches de fibres à traverser. Il est donc possible de visualiser les composants, l'enchevêtrement des fibres et de reconstruire la structure tridimensionnelle pour des papiers comme les non-tissés, les filtres ou les papiers à usage sanitaire et domestique. Des données sur le réseau fibreux pourraient ainsi être déterminées par traitement d'image, en particulier la porosité dans les trois dimensions. Ce facteur est essentiel pour beaucoup de papiers poreux car il définit leur aptitude au filtrage, à l'absorption, etc.

Papiers transparents

Pour les papiers transparents comme le calque, toute l'épaisseur est imagée, en particulier lorsque le décalage entre plans de focalisation et d'interférence est rattrapé par translation de l'objectif. Cependant, le papier calque étant très raffiné^a, la structure d'une feuille de calque est trop petite pour être visualisée. Elle ne contient plus de grandes fibres comme dans les papiers plus classiques, mais que des éléments fins. Sa structure fibreuse et poreuse est donc difficile à imager car ses dimensions caractéristiques sont bien inférieures au micron. Par contre, comme les deux faces sont visibles, une application potentielle pourrait être l'étude détaillée de l'épaisseur de la feuille.

^a Le raffinage d'une pâte de papier consiste à compresser et cisailer les fibres en suspension, afin de les raccourcir et de créer à leur surface des filaments, appelés fibrilles, augmentant les liaisons entre fibres. Un fort raffinage coupe les fibres en petits éléments fins.

Papiers opaques

Les papiers opaques, plus diffusants, ne peuvent être imagés sur toute leur épaisseur. Seules les premières couches de fibres sont visibles, sur une épaisseur optique d'environ 40 à 50 μm . Cela concerne les papiers à usage graphique et les papiers supports^a. Même si toute la structure ne peut être obtenue, la tomographie des premières couches pourrait avoir des applications intéressantes, car les propriétés de surface de ces papiers sont importantes.

Ainsi les premières couches jouent un rôle essentiel dans les propriétés d'impression. L'imprimabilité des papiers pourrait être étudiée, en analysant la porosité de surface ou le dépôt d'encre. La couche d'encre sur les papiers imprimés est en effet parfois visible, suivant l'encre utilisée. L'encre rouge donne un signal distinctif, à la différence de l'encre jaune. L'encre noire est bien visible, mais comme elle absorbe la lumière, le dépôt cache les fibres en profondeur. De plus, dans la pâte, avant fabrication du papier, des vaisseaux^b peuvent être présents et se retrouver ensuite à la surface de la feuille. Ceux-ci s'enchevêtrent mal aux fibres de par leur forme carrée et leur taille (côté de 100 à 200 μm). La présence de vaisseaux est gênante pour l'impression car ceux-ci sont facilement arrachés, emportant le dépôt d'encre et créant un trou à cet endroit. Ce phénomène, très gênant en papeterie, est appelé *picking*^c. L'imagerie des vaisseaux serait donc très utile car ceux-ci nuisent à la qualité de l'impression. Les coupes XZ et la reconstruction 3D des premières fibres permettent de visualiser des éléments mal fixés au matelas fibreux, qui risquent de poser problème (Figure 125).

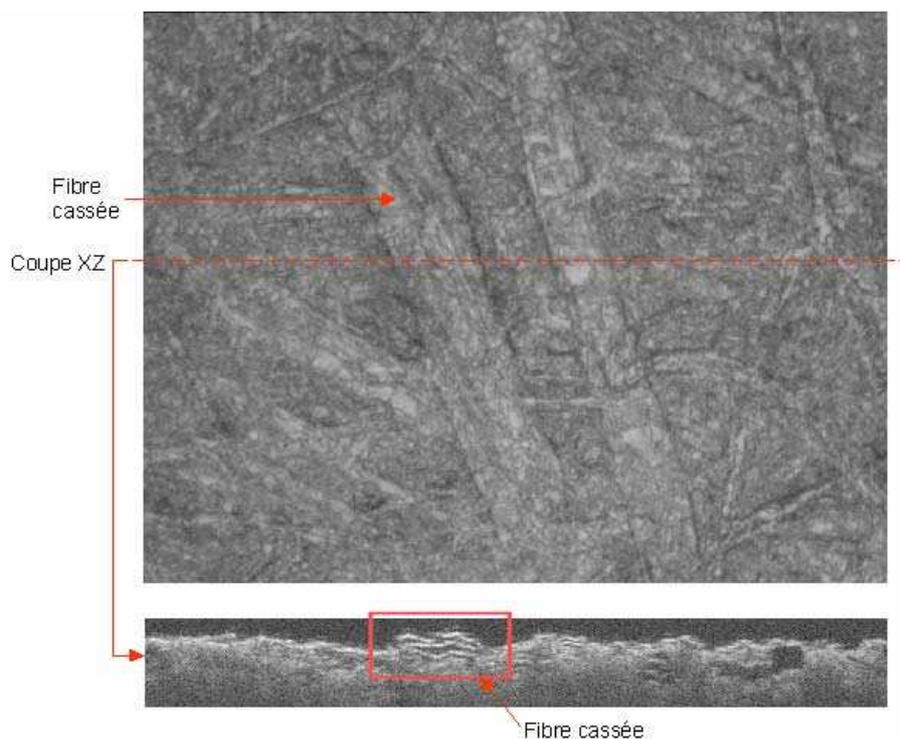


Figure 125. Projection orthogonale et coupe XZ d'un papier présentant une fibre cassée sur la surface (300 μm \times 220 μm \times 75 μm). Alors que la visualisation de la surface au microscope classique ne permettrait pas de détecter les éléments mal fixés, les coupes obtenues avec l'OCT indiquent que la fibre cassée ne fait pas partie intégrante du matelas fibreux.

^a Les papiers supports sont des intermédiaires dans la chaîne de fabrication d'un produit fini différent, en particulier pour être ensuite couchés.

^b Les vaisseaux conduisent la sève dans le bois.

^c Le *picking*, ou arrachage, correspond à une rupture de la couche de surface du papier pendant la fabrication ou l'impression, causé par un effort de traction supérieur à la cohésion du papier.

Le calandrage^a peut également être étudié en déterminant son impact sur les premières couches de fibres (même s'il serait également très intéressant de pouvoir l'étudier sur toute l'épaisseur, afin de comparer la compression des fibres près de la surface et dans la masse).

Enfin, la structure près de la surface d'un papier support, amené à recevoir dans une étape ultérieure des produits en surface, pourrait être étudiée. En particulier, analyser les différences de structure entre papiers supports de bonne et de mauvaise qualité pourrait permettre de mieux comprendre l'impact de la structure sur l'étape ultérieure. Les propriétés barrières d'un papier dépendent également en majorité des produits en surface et imager les premières couches pourraient permettre de contrôler la qualité de la barrière.

Papiers couchés

Le montage d'OCT ne donne pas d'information utile pour les papiers couchés, trop diffusants. Néanmoins des défauts supérieurs au micron, comme des bulles d'air, sont visibles, afin de vérifier la qualité de la couche. De plus, en utilisant un produit comme l'alcool benzylique, la structure apparaît. L'application la plus immédiate est la mesure de l'épaisseur de la couche.

Papiers compacts

Pour les papiers compacts et chargés, les fibres individuelles ne sont pas toujours différenciables. Cependant, des caractéristiques spécifiques sur des papiers spéciaux peuvent être imagées, comme des micro-trous dans un papier pour filtre de cigarette. La structure fibreuse est dans ce cas difficilement exploitable, néanmoins des paramètres comme la taille des micro-trous peuvent être mesurés.

Le montage d'OCT peut également être utilisé pour comparer des structures de papiers, dont on connaît par exemple les propriétés, afin de comprendre le rôle de la structure ou de contrôler la qualité. La comparaison entre les deux faces pourrait également être effectuée en réalisant les coupes tomographiques de chaque côté de la feuille. En réalisant les coupes tomographiques de part et d'autre de la feuille, la profondeur d'imagerie maximale est doublée. Pour certains papiers, mettre ensemble ces deux cubes de données 3D permettrait de reconstruire la structure dans son entier. Cette méthode consistant à retourner l'échantillon pour doubler la profondeur d'imagerie, en général impossible en biologie, peut tout à fait être mise en œuvre pour le matériau papier. Il faudrait mettre en place un système de repérage ou un montage adapté afin de réaliser la tomographie de part et d'autre de la même zone de la feuille. On peut penser à un système comprenant deux objectifs, alignés axialement, installés de chaque côté de la feuille. Des logiciels de traitement d'images 3D puissants sont de nos jours disponibles pour recoller les structures.

^a Le calandrage consiste à comprimer la feuille entre deux rouleaux chauffés afin de lisser la surface.

2. Réponses apportées par la tomographie par cohérence optique aux attentes des papetiers

Les partenaires papetiers sont intéressés par des mesures de paramètres structuraux concernant les points suivants.

La structure fibreuse

La tomographie par cohérence optique permet de visualiser la structure fibreuse des papiers, jusqu'à la profondeur d'imagerie maximale qui dépend du type de papier. La profondeur d'imagerie est généralement faible dans les papiers et constitue la limite principale de l'OCT. La diffusion très importante, la distorsion des fronts d'onde due à un matériau hétérogène et la dispersion non compensée en profondeur expliquent cette faible profondeur en pratique.

La porosité du papier dans la masse et celle de la couche

La porosité du papier peut être obtenue à partir des images d'OCT, jusqu'à la profondeur d'imagerie maximale. La porosité de couche est trop faible (très inférieure au micron) pour être imagée.

La distribution dans l'épaisseur des charges

Les charges ne sont pas distinctes sur les images d'OCT obtenues. Cependant, il ne s'agit a priori pas d'une limite fondamentale de l'OCT (puisque la résolution peut être du même ordre de grandeur que la taille des charges et que les différences d'indice de réfraction détectables par OCT sont suffisantes). Cela provient vraisemblablement de la qualité des images obtenues sur le montage, dégradée par le speckle et par les artefacts de la caméra. L'analyse des composants non fibreux est à approfondir.

L'orientation des fibres en surface et en profondeur

L'orientation des fibres peut être déterminée à partir des images d'OCT, jusqu'à la profondeur d'imagerie maximale. En pratique, le champ de vue du montage développé est trop faible pour que la mesure soit significative à l'échelle du papier. La difficulté technique réside dans le compromis entre résolution transverse et champ de vue avec les optiques et caméras disponibles sur le marché. Une solution peut être de procéder au recollement d'images pour agrandir le champ de vue.

La présence de vaisseaux à la surface

La tomographie par cohérence optique permet a priori de détecter les vaisseaux à la surface d'une feuille de papier, grâce à la reconstruction en trois dimensions des premières fibres.

Les épaisseurs des fibres et des couches

Les paramètres de taille des fibres peuvent être déterminés à partir des images d'OCT, jusqu'à la profondeur d'imagerie maximale. L'épaisseur de la couche peut être mesurée en ajoutant un produit sur le papier comme l'alcool benzylique. Des études ultérieures sont à mener pour confirmer que ce dépôt ne modifie pas la couche.

3. Conclusions sur la tomographie par cohérence optique pour l'imagerie du papier

Les résultats obtenus avec le montage d'OCT plein champ en lumière thermique, développé au cours de la thèse, prouvent que l'imagerie de la structure des papiers est possible par cette méthode. Cela est également corroboré par les images obtenues par d'autres montages d'OCT. Cette technique non destructive fournit une résolution micrométrique nécessaire à une bonne visualisation de ce matériau.

Les performances et limitations de la tomographie par cohérence optique dépendent grandement des propriétés optiques des papiers. Ceux-ci font en effet partie d'une famille de produits variés, à la structure et aux propriétés très différentes. Les problèmes rencontrés, les solutions à apporter et le montage d'OCT optimal qui en résulterait sont spécifiques aux différents types de papiers suivant leurs propriétés de diffusion.

Dans les papiers poreux peu diffusants, la structure tridimensionnelle fibreuse est bien visible et seules les réflexions aux interfaces fibres/air limitent la transmission des photons en profondeur. Ces papiers ne requièrent pas une résolution micrométrique et le champ de vue doit être important afin que la structure présente un intérêt. Un montage d'OCT optimisé pour ce type de papier aurait donc une ouverture numérique faible. La profondeur d'imagerie en serait certainement améliorée, grâce à une profondeur de champ plus grande, englobant le décalage des plans d'interférence et de focalisation de l'objectif (ou de la lentille). Et ce d'autant plus que la compensation par translation de l'objectif n'est pas réalisable pour les matériaux très poreux, de structure trop binaire avec de grandes variations locales d'indice de réfraction. Un autre avantage d'un montage d'OCT à faible ouverture numérique serait l'augmentation du rapport signal sur bruit : l'angle solide étant plus faible, moins de lumière diffusée serait captée. De plus, cela réduirait les aberrations, qui détériorent le contraste des interférences et nuisent au signal d'OCT. Le système serait ainsi beaucoup plus tolérant aux déformations du front d'onde. Le rapport signal sur bruit étant a priori dans ce cas le facteur limitant, tout gain en sensibilité de détection du montage permettrait d'augmenter la profondeur d'imagerie (augmentation du temps d'exposition, etc.).

Pour les papiers diffusants, la tomographie par cohérence optique présente une sensibilité de détection permettant a priori d'imager quasiment toute la feuille de papier. Cependant, en pratique, seules les premières couches de fibres sont visibles. Deux sortes de limitations empêchent l'imagerie en profondeur dans les papiers diffusants.

Tout d'abord, les difficultés techniques liées au montage développé dégradent les performances théoriques. Ainsi les caméras utilisées ne sont pas optimisées pour l'OCT. La sensibilité du montage est moins bonne, à temps d'exposition constant, que celle de systèmes d'OCT développés dans d'autres laboratoires. De plus, la stabilité des franges est un facteur essentiel et une grande attention doit être portée pour que rien ne perturbe la mesure. Ce point n'est qu'une difficulté technique et non une limite fondamentale car la stabilité du matériau papier est assurée, à la différence de la biologie *in vivo*.

Cependant, la limite fondamentale de l'imagerie par OCT dans les papiers diffusants provient des propriétés intrinsèques du matériau. Améliorer les performances du montage ne suffirait pas à imager toute la feuille, comme le montrent les images obtenues sur des systèmes de meilleure sensibilité (montage de l'Upper Austrian Research et systèmes Thorlabs).

La diffusion importante est le facteur limitant l'imagerie. Elle entraîne un nombre élevé de photons multidiffusés, ce qui a deux conséquences :

- La détection des photons balistiques, porteurs de l'information sur la structure, est plus difficile, car le rapport signal à bruit est diminué avec l'augmentation du flux parasite composé de photons diffusés.
- La probabilité d'avoir des photons multidiffusés cohérents est augmentée.

Ainsi, même si la sensibilité du montage était assez élevée pour détecter les photons balistiques malgré un rapport signal sur bruit très réduit, les photons multidiffusés cohérents sont également détectés. En profondeur, ceux-ci sont beaucoup plus nombreux que les photons balistiques et masquent le signal d'intérêt, tout en créant de l'information fictive. En effet, les photons multidiffusés cohérents ont parcouru un chemin optique équivalent à celui d'un photon balistique provenant d'une structure à plus grande profondeur. Ainsi, l'origine des photons multidiffusés n'est pas connue : ceux-ci peuvent venir d'une des couches supérieures alors qu'ils sont perçus comme provenant d'une structure plus profonde. L'image reconstruite n'est alors pas valide. L'expérience montre que les faibles longueurs de cohérence n'empêchent pas la diffusion multiple d'être cohérente et détectée. Celle-ci fausse également l'appréciation de profondeur : du signal peut encore être obtenu alors que l'épaisseur de papier a été entièrement traversée. La forte diffusion cause de plus un phénomène de speckle important qui dégrade la qualité des images.

Une autre limite de la profondeur d'imagerie intrinsèque au matériau est l'hétérogénéité du papier, qui empêche de compenser efficacement la dispersion dans l'échantillon.

Une première solution pour gagner en profondeur d'imagerie, qui concerne tous les types de papier, serait d'imager les deux côtés de la feuille. Le matériau papier présente en effet l'avantage d'être réversible, à la différence de la majorité des tissus biologiques. Une deuxième solution pour les papiers diffusants consiste à utiliser un produit remplissant les pores du papier afin de limiter la perte des photons transmis par adaptation d'indice. En particulier, l'alcool benzylique paraît très prometteur, son utilisation permettant de gagner en profondeur d'imagerie. Une troisième solution aurait pu consister, comme proposé pour les papiers poreux, à utiliser un montage d'OCT à faible ouverture numérique pour les papiers diffusants, afin de profiter de ses nombreux avantages. Mais la résolution transverse serait alors insuffisante pour résoudre la structure des papiers diffusants.

Les applications potentielles en papeterie sont cependant nombreuses, aussi bien pour les papiers poreux que pour les papiers diffusants, même si leur structure n'est pas imagée en entier. En effet, un certain nombre de propriétés dépendent des premières couches de fibres.

E. Développement d'un prototype industriel de tomographie par cohérence optique à destination des techniciens papetiers

Compte tenu des résultats obtenus avec le montage d'OCT sur table optique, il a été décidé de construire un prototype à destination des papetiers. Les gains attendus se situent au niveau de :

- la stabilité, en concevant une forme plus compacte et plus robuste ;
- la simplicité d'utilisation, le prototype étant préréglé et restant aligné.

1. Conception du prototype et vérifications préliminaires à sa réalisation

Afin de disposer d'un prototype simple, robuste et peu sensible aux vibrations, adapté aux contraintes industrielles, plusieurs choix ont été faits. Tout d'abord, pour des questions de simplicité, de coût et de disponibilité, la base du prototype est un statif^a de microscope. Pour la partie interférométrique, une pièce support aurait pu être réalisée afin de tenir les deux objectifs et le séparateur de faisceau. Cependant il existe dans le commerce des objectifs de Mirau, beaucoup plus simples d'utilisation, compacts et à moindre coût. Deux points sont à vérifier pour utiliser un objectif de Mirau à la place de la configuration Linnik du montage :

- Il a été prouvé que le coefficient de réflexion de la surface de référence est à adapter au papier. Il faut donc que l'offre commerciale propose des objectifs interférométriques de Mirau avec le choix dans les coefficients de réflexion de la surface de référence. La majorité des fournisseurs vendent des objectifs avec miroir de fort coefficient de réflexion et le sur-mesure n'est pas possible. Seule l'entreprise *Leica* propose des objectifs de Mirau où le coefficient de la surface de référence peut prendre quatre valeurs, qui sont 5%, 25%, 50% et 85%. Le flux incohérent du papier est d'environ 12%, il n'y a donc pas le coefficient optimal. Cependant, en théorie et en pratique, il a été vérifié que les performances variaient lentement avec le coefficient, et qu'un facteur double ou de moitié donnait encore des résultats proches de l'optimal (parties III.A.2 et IV.A.3).
- Avec un objectif de Mirau commercial, la surface de référence devient fixe. Il faut donc vérifier que moduler les franges en bougeant l'échantillon revient au même qu'avec la surface de référence et qu'une cale piézoélectrique adéquate existe dans le commerce. La cale piézoélectrique de l'échantillon doit en effet à la fois traduire le papier pour le scanner en profondeur et réaliser la modulation des franges nécessaire à l'obtention d'une coupe tomographique. Elle doit donc posséder à la fois une grande course (au moins 250 μm , des papiers comme les non-tissés pouvant être très épais) et un petit pas de résolution (de $\frac{\bar{\lambda}}{8}$). Les systèmes de translation dits « *pifoc* », conçus spécialement pour les objectifs de microscope, offrent les performances nécessaires. Cependant, pour le choix de la cale piézoélectrique, il faut également tenir compte du poids de l'objectif *Leica*, beaucoup plus lourd que les objectifs de microscopie classique (300 g), d'autant plus que le système de translation travaille en dynamique (oscillation de l'objectif). Il faut donc faire attention à la charge maximale et aux fréquences de résonance. Le système de positionnement piézoélectrique *Piezojena MIPOS 500 SG* choisi travaille en boucle fermée sur jauge de contrainte et offre une résolution de 1,25 nm sur une course de 400 μm . Sa fréquence de résonance avec une charge de 300 g est de 115 Hz. Il est conseillé de travailler au maximum à 80% de cette valeur. Ceci est compatible avec le prototype, dont la vitesse est limitée par la caméra. Il a été vérifié sur le montage Linnik que, pour moduler les franges, laisser la surface de référence fixe et déplacer l'échantillon avec le système de translation *Piezojena* donne exactement les mêmes résultats que bouger le miroir de référence avec le tube céramique piézoélectrique (Figure 126). Par simplicité de montage, c'est donc l'objectif de Mirau et non l'échantillon qui bouge. L'inconvénient est que dans ce cas, par construction du microscope, la pupille de l'objectif ne correspond plus exactement à l'image du filament de la source par l'éclairage de Köhler. Cependant en pratique aucune différence notable dans l'homogénéité du flux n'apparaît.

^a Le statif est la monture mécanique du microscope, sur laquelle sont installés les composants comme l'objectif, la source, l'oculaire, etc.

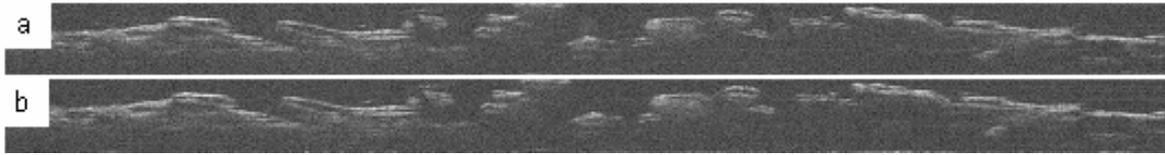


Figure 126. Coupes tomographiques XZ d'un papier avec comme modulation des franges d'interférence le tube céramique translatant la surface de référence (a) ou le système de translation bougeant l'échantillon (b) ($650\ \mu\text{m} \times 75\ \mu\text{m}$). Les deux images sont complètement identiques, la translation de l'échantillon peut donc moduler les franges et la surface de référence être fixe.

Le prototype peut donc être construit sur un statif de microscope avec un objectif de Mirau *Leica* et un système de translation *Piezojena*. Cependant, utiliser un objectif de Mirau interdit de bouger l'objectif du bras de l'échantillon indépendamment du bras de référence, afin de rattraper l'inévitable décalage entre plan de focalisation et plan des franges qui se produit en profondeur. Cependant, il a été constaté avec le montage développé que la compensation des plans n'est pas efficace avec le papier. L'utilisation d'un objectif de Mirau n'est donc pas gênante pour le prototype. Il n'est également pas possible d'accéder aux bras de l'interféromètre pour ajouter des composants, comme des lames de verre (c'est une des raisons pour lesquelles le montage de recherche a été choisi en configuration Linnik, plus modulable). Cependant, avec un objectif commercial de Mirau, il n'y a pas d'écart de dispersion chromatique entre les deux bras, celui-ci étant compensé lors de la fabrication. Pour des raisons de robustesse et de simplicité d'utilisation du prototype, destiné à des techniciens papetiers, le prototype a donc été construit avec un objectif de Mirau.

2. Réalisation du prototype : choix par rapport aux contraintes industrielles

La base du prototype est un statif de microscope (*Olympus BX51RF*). La source et l'illuminateur Köhler sont les mêmes que pour le montage OCT sur table (*Olympus HAL-L* et *BX-RLA2*). Il faut bien penser à démonter la lampe afin d'ôter le filtre anticalorique. Son effet sur la bande spectrale et donc sur la résolution axiale est flagrant (Figure 127). La longueur d'onde centrale est décalée de $0,6\ \mu\text{m}$ à $0,7\ \mu\text{m}$ sans filtre et la résolution axiale est améliorée de $0,9\ \mu\text{m}$ à $0,6\ \mu\text{m}$.

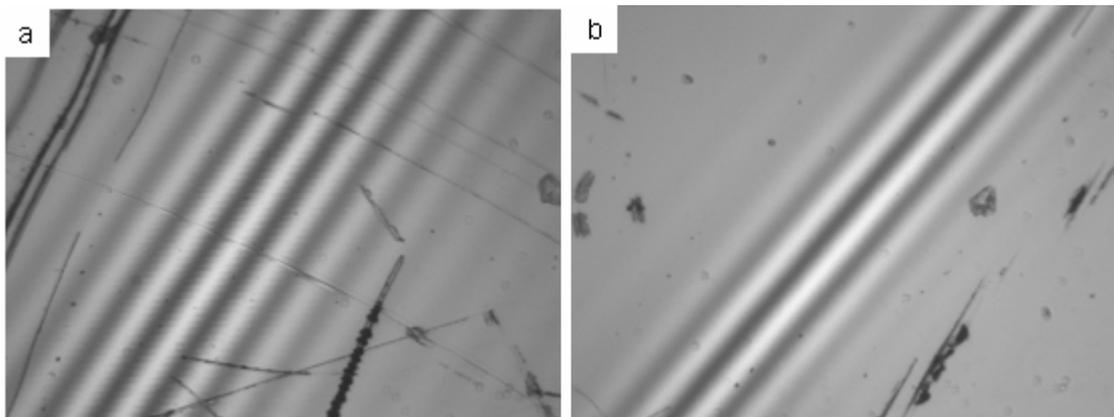


Figure 127. Franges d'interférence sur un miroir avec (a) et sans (b) le filtre anticalorique de la source. L'enveloppe des franges est beaucoup plus étroite sans le filtre. La résolution axiale est donc grandement améliorée sans le filtre.

L'objectif de Mirau *Leica* est apochromatique, de grandissement $\times 10$ et d'ouverture numérique 0,3. A la différence des objectifs de Mirau classiques (Figure 128), l'objectif *Leica* possède à la place de la lame 50/50 une roue contenant quatre lames séparatrices de coefficients de réflexion R et de transmission T différents. Le miroir de référence a un coefficient de réflexion R_{ref} de 85%. Les quatre lames ont un coefficient de réflexion R de 50% classique, ainsi que de 43%, 35% et 20%.

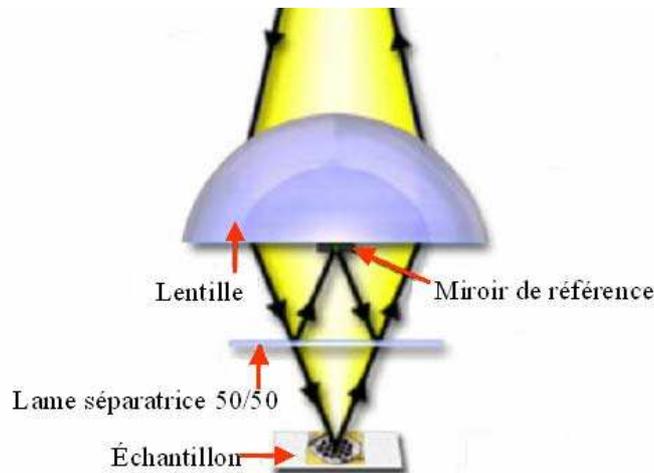


Figure 128. Schéma d'un objectif de Mirau classique.

Le faisceau de référence revient vers la caméra après avoir subi trois réflexions, deux sur la lame séparatrice et une sur le miroir de référence. Ainsi le flux de référence vaut $I_{ref} = I_0 R^2 R_{ref}$, où I_0 est l'intensité incidente sur l'objectif. Le flux provenant de l'objet vaut $I_{ech} = I_0 T^2 R_{ech}$ où R_{ech} est le coefficient de réflexion de l'échantillon. Le contraste maximal des franges d'interférence est donné lorsqu'il y a égalité des flux $I_{ref} = I_{ech}$, soit $R^2 R_{ref} = T^2 R_{ech}$. Le rapport $\frac{R^2}{T^2} R_{ref}$ vaut dans les quatre cas 85%, 48%, 25% et 5%, correspondant à la réflectivité de l'objet donnant un contraste des interférences maximal.

Le prototype (Figure 129) est équipé des mêmes caméras que le montage OCT de recherche. Un adaptateur vidéo (*Olympus U-TVIX-2*) associé à la lentille de tube (*Olympus U-TLU-1-2*) donne un grandissement unitaire entre la sortie de l'objectif et la caméra. Le grandissement total est donc celui de l'objectif. L'échantillon de papier est bloqué entre deux rubans magnétiques : celui du dessus, amovible, est percé d'un trou, tandis que celui du dessous est collé à un aimant. Ce dernier est fixé par aimantation à une platine de translation manuelle XY, qui permet de centrer l'échantillon par rapport à l'objectif.

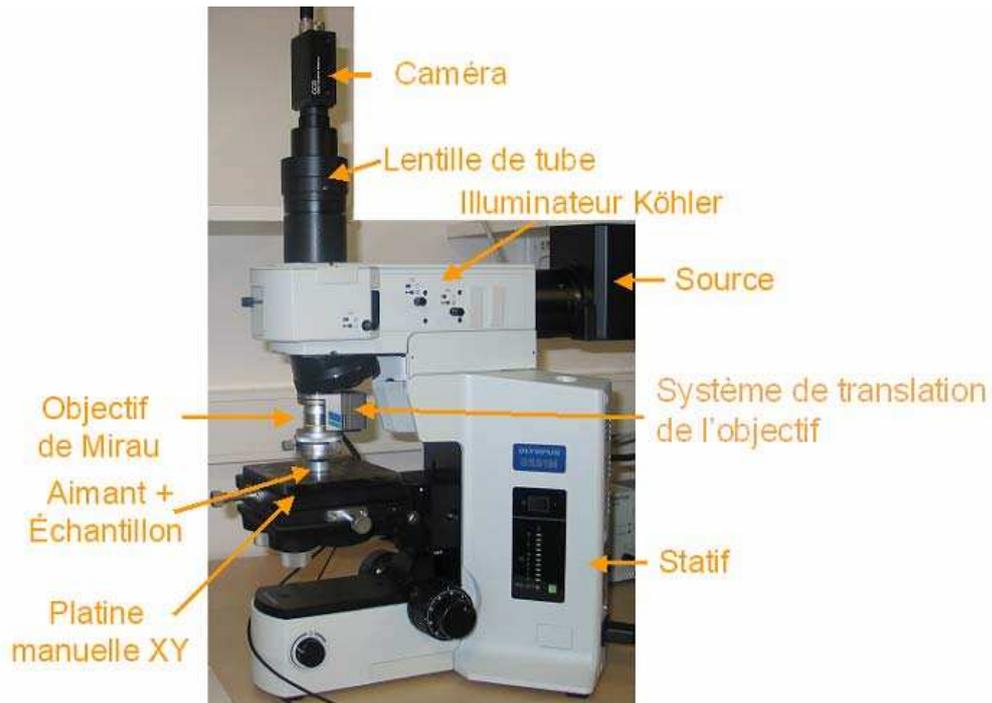


Figure 129. Prototype d'OCT développé au CTP.

Comme sur le montage de recherche, les caméras et le système de translation de l'objectif sont synchronisés par l'ordinateur via un programme en C. L'ordinateur peut communiquer avec le contrôleur du système de translation via un port RS232. Cependant un problème a été rencontré en utilisant ce dernier en mode de contrôle externe : des vibrations très fortes et régulières étaient générées dans ce cas. Le système de translation a alors été commandé en le laissant en mode de contrôle interne et en lui envoyant en entrée une tension générée directement par l'ordinateur via la carte PCI-9112 entre 0V et 10V. Celle-ci représente un offset qui s'ajoute à la tension définie par le potentiomètre manuel. Il faut donc toujours veiller à mettre celui-ci à zéro afin de ne pas saturer le système.

3. Calibration du système de translation de l'objectif de Mirau

Le contrôleur du système de translation est commandé par une tension délivrée par la carte PCI-9112 de l'ordinateur. La calibration consiste à déterminer quelle tension doit être envoyée afin d'entraîner la bonne modulation des franges (déplacement de $\frac{\pi}{4}$). Le système de translation travaillant en boucle fermée, le constructeur l'a déjà calibré en usine : un déplacement de 1 micron correspond à une tension de 25 mV. Cependant, la longueur d'onde moyenne $\bar{\lambda}$ dépend de toutes les contributions des composants du montage (spectre de la source, réponses spectrales des composants optiques et de la caméra). Le plus simple est donc de calibrer expérimentalement la cale piézoélectrique et non de déterminer la longueur d'onde effective du prototype.

La caméra enregistre les franges d'interférence obtenue avec un miroir. Une rampe de tension est envoyée sur le contrôleur du système de translation, afin de déterminer quelle tension décale les franges de 2π (Figure 130). Cela correspond à $\frac{\bar{\lambda}}{2}$ (trajet double de la lumière dans l'interféromètre). La valeur trouvée est de 9,84 mV, soit $\frac{\bar{\lambda}}{2} = 392$ nm. La longueur d'onde moyenne effective du prototype est donc d'environ 784 nm. Cette valeur est cohérente avec le spectre de la source et la réponse spectrale de la caméra. Elle est très voisine de celle mesurée sur le montage (775 nm).

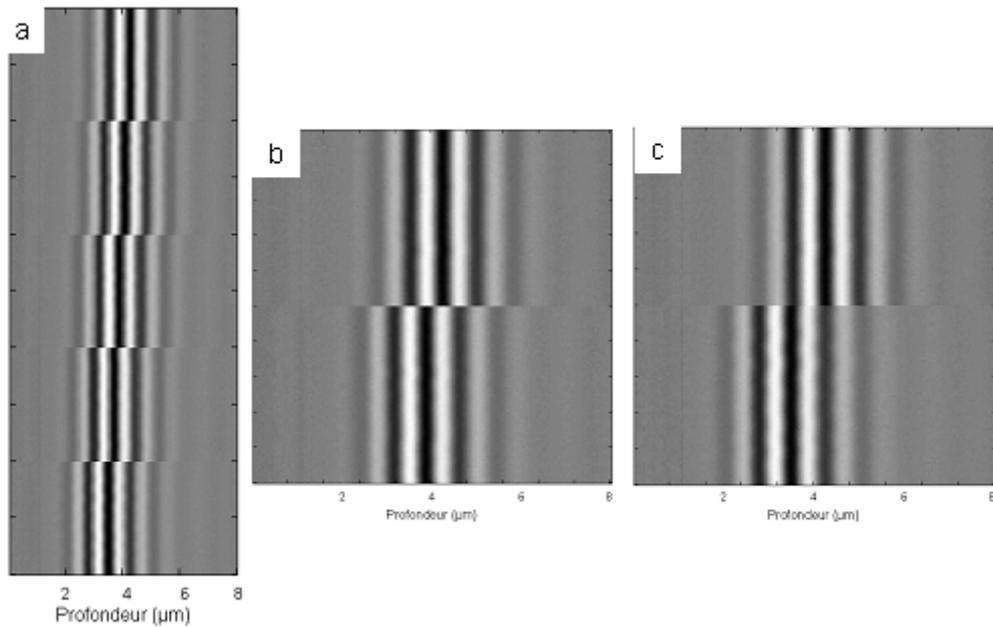


Figure 130. Calibration de la cale piézoélectrique en déterminant les tensions donnant des décalages de $\pi/2$. a) Décalages de $0, \pi/2, \pi, 3\pi/2$ et 2π . b) Décalage de π . c) Décalage de 2π .

Les pas de modulation de la cale sont ainsi calibrés à 2,46 mV, soit $\frac{\bar{\lambda}}{8} = 98$ nm. L'inconvénient est que cette valeur correspond à la limite de résolution de la carte PCI-9112. En effet, celle-ci délivre une tension entre 0V et 10V sur 12 bits, soit 4096 niveaux. La résolution sur 10 V, plus petite tension délivrée et limite de l'échantillonnage numérique, est donc de $\frac{10}{4096} = 2,44mV$. En pratique, des sauts de numérisation sont observés lors de la modulation des franges avec des pas de $\frac{\pi}{4}$. La carte PCI-9112 a donc été limitée à délivrer une tension entre 0 V et 5V, ce qui permet une résolution de 1,22 mV, suffisante pour effectuer des pas de $\frac{\bar{\lambda}}{8}$. Cependant, la course totale disponible n'est alors plus que de 200 μ m. Cette valeur est cependant quand même encore suffisante pour 90% des échantillons de papier. Le prototype est donc resté calibré ainsi. Afin de disposer à nouveau de la course totale sans sacrifier la résolution, il faudrait installer une carte de plus grande dynamique.

4. Alignement et réglages du prototype

Réglage de l'objectif de Mirau

Une bonne focalisation de l'objectif est primordiale pour la qualité des images (Figure 131). L'objectif interférométrique de Mirau *Leica* est muni d'une bague, qui règle la distance entre le miroir de référence et la lame séparatrice. Ce réglage est nécessaire et ne peut être fixé définitivement comme sur les autres Mirau classiques car les lames séparatrices se trouvent sur une roue qui ne peut mécaniquement pas être remise exactement à bonne distance. La bague permet ainsi de rattraper le décalage mécanique dû à la roue. Pour aider à la mise au point sur la surface de référence, des traits sont gravés sur celle-ci. Afin de régler le prototype, la procédure d'alignement suivante doit être respectée :

- régler la caméra à l'infini (au foyer de la lentille de tube) avec la vis de réglage de la lentille de tube ;
- sans échantillon, ajuster la hauteur de la lame séparatrice avec la bague en focalisant sur les traits gravés sur la surface de référence ;
- insérer l'échantillon et le translater en hauteur avec la vis du microscope jusqu'à faire la mise au point.

Ainsi l'échantillon est vu net et les franges d'interférence sont présentes avec un contraste maximal. Si l'objectif est mal focalisé, l'échantillon et les franges ne sont pas vus nets en même temps.

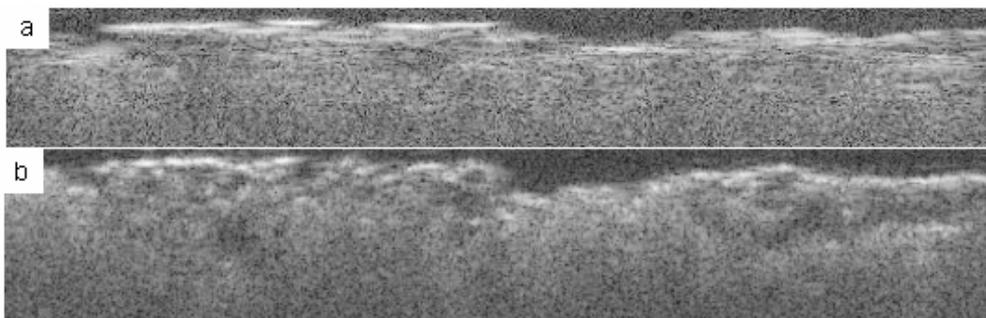


Figure 131. Coupe tomographique XZ d'un papier avec objectif mal focalisé (a) et bien focalisé (b) (250 μm \times 75 μm). Le réglage de la focalisation de l'objectif est très important.

Réglages des diaphragmes

Tout d'abord les positions des diaphragmes d'ouverture et de champ sont réglées par des vis afin de les centrer sur la pupille de l'objectif et sur la source.

À cause du miroir de référence obstruant une partie de l'ouverture de l'objectif, le diaphragme d'ouverture doit être assez ouvert, sinon il n'y a pas de signal. Cependant, s'il est trop ouvert, le contraste des franges diminue. Il doit donc être bien adapté à l'ouverture numérique de l'objectif, en maximisant le contraste des franges. Cette diminution de contraste se traduit sur le papier par une très légère diminution du signal en profondeur.

Le diaphragme de champ doit être adapté à la taille de l'image et donc à la pupille de l'objectif. S'il est trop fermé, le champ de vue est bien sûr limité. Mais il ne doit pas être trop ouvert, car du flux parasite vient se superposer au signal d'intérêt. Cela entraîne une perte de contraste des franges (Figure 132), qui passe de 0,42 à 0,31 à cause de l'augmentation du flux parasite. Cette diminution de contraste se traduit sur le papier par une très légère diminution du signal en profondeur. Si le diaphragme est fermé, le champ de vue est modifié mais le signal est exactement le même dans la zone observée.

Une fois les diaphragmes réglés, on constate que le flux est inhomogène, plus brillant au centre, ce qui est gênant. Ce flux inhomogène n'est observé qu'avec l'objectif de Mirau *Leica*, alors que d'autres objectifs (classiques non interférométriques ou Mirau *Nikon*) donnent un flux homogène. Il ne s'agit donc pas d'un problème de réglage du prototype mais probablement d'un défaut intrinsèque à l'objectif.

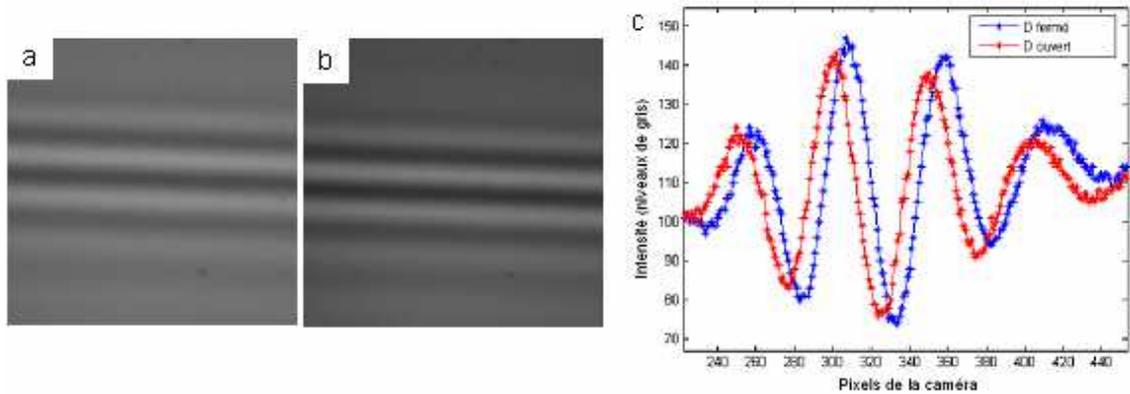


Figure 132. Intensité des franges d'interférence sur un miroir avec le diaphragme de champ du prototype ouvert (a) et un peu plus fermé (b). Contraste des franges pour ces deux réglages (c). Le diaphragme de champ ne doit pas être totalement ouvert car le contraste est plus faible.

5. Caractéristiques du prototype

Champ de vue

Avec la caméra matricielle, toute la matrice de pixels est utilisée. Les images représentent donc une surface de l'échantillon de $660 \mu\text{m} \times 480 \mu\text{m}$. Avec la caméra linéaire, seuls 1450 pixels sont effectivement éclairés. Le champ utile est donc de 2 mm.

Résolution axiale expérimentale

Une fois que la cale piézoélectrique de l'objectif est calibrée, une coupe tomographique sur un miroir est réalisée. La coupe a une épaisseur correspondant à la largeur de l'enveloppe des franges d'interférence. Celle-ci est fonction du spectre effectif du montage et donne la résolution axiale du système (équation 26). La résolution expérimentale est de $0,6 \mu\text{m}$ avec les deux caméras (Figure 133).

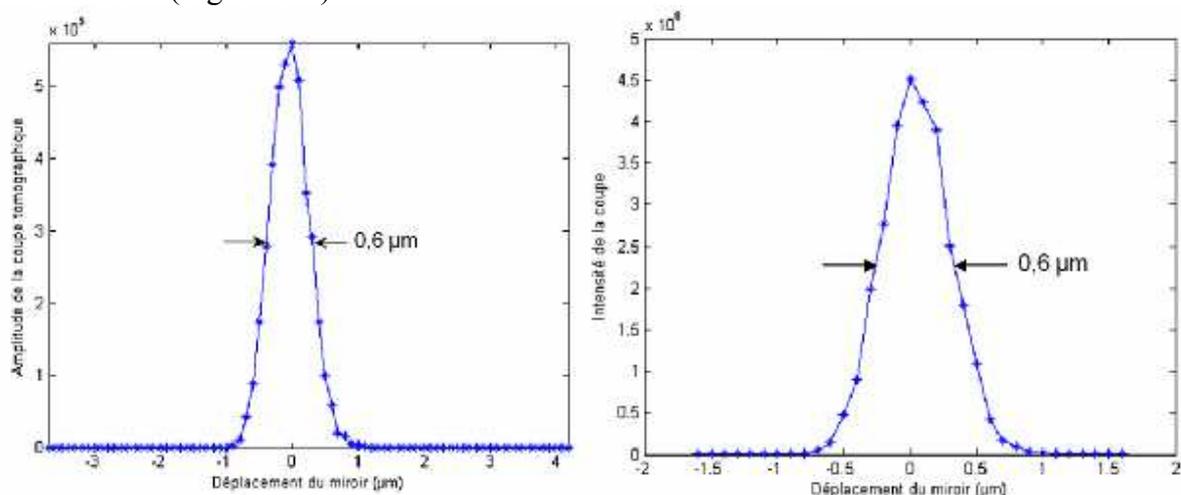


Figure 133. Résolution axiale du prototype avec les caméras matricielle (a) et linéaire (b). La valeur mesurée est la même que pour le montage d'OCT sur table optique.

6. Comparaison de coupes tomographiques entre le montage sur table optique et le prototype

Le prototype donne les mêmes images que le montage de recherche sur les différents types de papier (Figure 134). Cependant, le montage d'OCT possède une meilleure résolution transverse, pour un champ de vue plus petit (Figure 135). Cela est dû à l'ouverture numérique de l'objectif et à la lentille de focalisation sur la caméra, de focale 400 mm contre 180 mm sur le prototype. Ainsi, la fonction d'étalement du point (ou PSF pour *Point Spread Function*) de l'objectif est égale à $PSF = 0,61 \frac{\bar{\lambda}}{NA} = 1,6 \mu\text{m}$. Avec un grandissement effectif de 10, le critère de Shannon-Nyquist pour l'échantillonnage des franges est respecté pour la caméra matricielle (la PSF est imagée sur 2 pixels). Cependant, avec la caméra linéaire, la PSF ne correspond qu'à un peu plus d'un pixel.

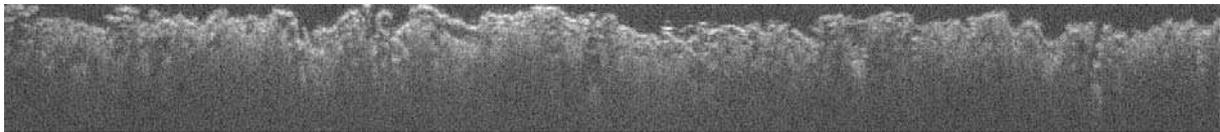


Figure 134. Coupe XZ sur le prototype d'un papier industriel impression/écriture (2 mm × 75 μm).

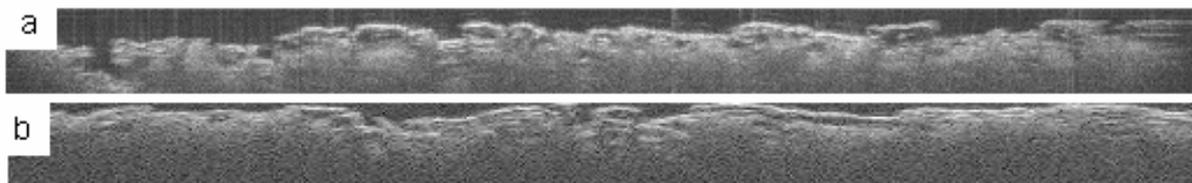


Figure 135. Coupes XZ d'un papier industriel impression/écriture imagé avec le montage de recherche (a) et le prototype (b) (650 μm × 75 μm). Ce n'est pas la même zone qui est imagée. Le prototype présente une résolution transverse inférieure au montage d'OCT.

F. Perspectives à court et à long termes de l'application de la tomographie par cohérence optique sur le papier

1. Améliorations à apporter sur le montage d'OCT développé et sur le prototype

Changer de caméra

Les caméras utilisées ne sont pas optimisées pour un montage d'OCT. Elles présentent un bruit assez important et une capacité en électrons par pixel faible. Mieux choisir les caractéristiques des caméras pourrait permettre d'améliorer les images et la profondeur d'imagerie. De plus, la caméra linéaire est peu sensible : avec le flux de la source au maximum, le temps d'acquisition doit être de 1500 μs, alors qu'au minimum il peut être fixé à 52 μs. Une caméra plus sensible permettrait de gagner en vitesse d'acquisition. Le temps d'acquisition pourrait également être diminué avec des caméras plus rapides, en particulier pour la reconstruction 3D avec la caméra matricielle. En outre, les artefacts dus à la caméra linéaire seraient éliminés.

Traitement d'images 2D pour améliorer la qualité des coupes

Aucun traitement d'image n'est appliqué pour le moment aux coupes tomographiques (en dehors de la fonction logarithmique). Un traitement d'images spécifique aux coupes obtenues dans le papier pourrait être développé afin d'améliorer la qualité des images. Ainsi, un filtre optimisé diminuerait le bruit et un traitement pourrait être conçu afin de réduire l'effet de speckle sur les images. Le speckle ne peut être filtré classiquement en moyennant le signal car le motif de speckle est stationnaire pour des matériaux fixes. Translater l'échantillon et moyenner sur les déplacements entraîne une perte de résolution. Le speckle est considéré comme un bruit car il réduit la correspondance entre la densité locale de diffuseurs et les variations d'intensité. Si d'une manière quelconque toutes les ondes rétrodiffusées par l'échantillon étaient forcées à interférer de manière constructive, le bruit disparaîtrait et le contraste des structures dans l'image d'OCT serait grandement amélioré. Plusieurs techniques de réduction de speckle ont été développées en OCT [49].

Translation transversale motorisée

Il pourrait être intéressant de placer l'échantillon sur une platine de translation transverse motorisée. Deux améliorations en découleraient.

D'une part, un cube de données 3D pourrait être acquis avec la caméra linéaire, plus rapidement qu'avec la caméra matricielle. Ainsi, un ensemble de coupes XZ pourrait être acquis à différents endroits de la feuille avec des pas quelconques, supérieurs au pixel de la caméra matricielle. Une reconstruction 3D serait ainsi réalisée plus rapidement ou sur un plus grand champ de vue qu'avec la caméra matricielle. Cette reconstruction aurait un intérêt par exemple pour les papiers poreux, dont la structure fibreuse ne nécessite pas une résolution transverse micrométrique, et qu'il est intéressant d'imager sur un grand champ de vue.

D'autre part, afin d'agrandir le champ de vue en conservant la résolution transverse micrométrique, il serait également envisageable d'enregistrer des piles d'images XY à différents endroits de la feuille, avec une zone de recouvrement. Le recollement des piles adjacentes par traitement d'images 3D permettrait d'obtenir la structure tridimensionnelle sur un champ de vue beaucoup plus grand, ce qui est d'un grand intérêt pour les papetiers. L'acquisition de plusieurs piles demanderait certes un temps d'acquisition très long mais la stabilité du papier le permet.

Finaliser le prototype

Pour que le prototype puisse être utilisé par des techniciens papetiers, une interface va être créée pour faciliter son utilisation. Les images pourraient être sauvegardées directement dans un format image, ce qui permettrait un gain en temps pour l'acquisition. La lentille de tube, disponible commercialement, pourrait également être remplacée par un montage sur mesure afin que la résolution transverse soit correctement échantillonnée.

Etude détaillée de l'emploi d'alcool benzylique

L'utilisation d'alcool benzylique est à étudier plus en détail. La stabilité de la structure doit être validée et la liste exhaustive des papiers pour lesquels l'alcool benzylique peut être employé sans modification de structure serait intéressante à dresser.

Imager les deux faces de la feuille au même endroit

Afin d'obtenir la structure sur une épaisseur deux fois plus importante que la profondeur d'imagerie maximale, il serait intéressant de pouvoir réaliser des images tomographiques au même endroit sur chaque face. Une première solution consisterait à retourner la feuille en repérant la zone d'imagerie (repère visuel en bord de champ comme un trou fin traversant la feuille, papier serré entre deux supports symétriques délimitant la zone, etc.). Une autre solution serait d'utiliser un montage à deux objectifs alignés de part et d'autre de la feuille. Si le papier est peu épais ou que la profondeur d'imagerie est suffisante, les coupes des deux côtés pourraient être recollées pour reconstruire toute la structure dans l'épaisseur.

2. Exploitation des coupes tomographiques

L'objectif de la thèse était de développer un système d'OCT appliquée au papier à travers un montage plein champ haute résolution. La thèse était une première étape consistant à conclure sur la faisabilité d'un montage d'OCT appliqué au papier, à obtenir des images de la structure et à déterminer les performances et limites de la technique et les difficultés rencontrées. L'étape suivante après la thèse sera d'exploiter les images obtenues par le montage d'OCT développé afin d'aider les papetiers.

Traitement d'images 3D pour quantifier la structure.

L'intérêt est maintenant d'exploiter les images afin de mesurer des paramètres structuraux intéressant les papetiers.

L'application potentielle immédiate est la mesure de ces données sur les structures fibreuses des papiers poreux. Une routine de seuillage doit être mise en place afin d'obtenir des images binaires, à partir desquelles un traitement de quantification 3D permettrait d'extraire les paramètres structuraux (comme l'épaisseur des fibres, leur profondeur, etc.) et pouvoir à terme déterminer par exemple un facteur de porosité. Un traitement d'images en 3D adapté pourrait également augmenter la profondeur d'imagerie. En effet, si une partie de la fibre n'est pas imagée (le faisceau est atténué par la traversée de plusieurs fibres à cet endroit), la reconstruction de cette fibre serait parfois possible car les fibres sont longues et droites.

La mesure de paramètres structuraux sur des structures de papiers plus diffusants peut également être mise en place, sur les premières couches de fibres. Cependant, la métrologie dans un papier diffusant est rendue difficile par l'inhomogénéité de ce matériau. Elle demande un développement bien plus important que l'observation et la comparaison des images à des fins d'analyses et de diagnostics visuels. Il faut dans un premier temps déterminer l'indice de réfraction du matériau afin de ramener toutes les longueurs à leur valeur réelle. Mais le papier présente spatialement de fortes inhomogénéités d'indice de réfraction. La complexité de la structure entraîne une hétérogénéité des informations structurales car le front d'onde est déformé suivant ce que le faisceau a traversé. On peut parler d'indice de réfraction local. Une distorsion à une profondeur donnée pourrait donc avoir lieu : le signal peut se retrouver déformé d'une colonne à l'autre, le point (x_0, y_0, z_0) étant imagé à côté du point (x_1, y_1, z_0) , alors qu'il devrait se retrouver à une profondeur z_1 légèrement différente. Ce phénomène doit être vérifié avec la comparaison de coupes physiques du papier. Une idée pour la métrologie peut être de compenser le cube 3D coupe par coupe, en partant de la surface, afin de tenir compte de ce que le faisceau a traversé localement. Un moyen pour vérifier que l'image est bien redressée (ou n'a pas besoin de compensation) est de vérifier que la face arrière de la feuille est à peu près plane et parallèle à la face supérieure. Cependant celle-ci est rarement visible.

Certains papiers transmettent assez de lumière pour visualiser un miroir placé sous la feuille, qui pourrait alors servir de référence pour la planéité (Figure 136). Une éventuelle distorsion de l'image pourrait ainsi être corrigée sur le papier, ce qui n'est pas possible en biologie. On peut constater que la déformation peut être non négligeable (Figure 137).

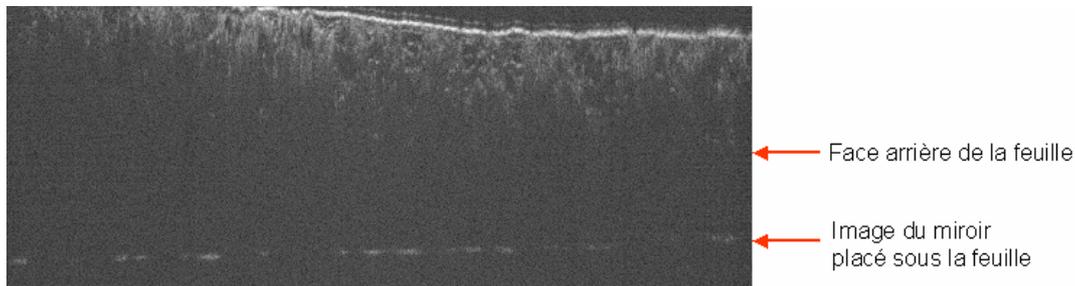


Figure 136. Coupe XZ d'un papier peu épais placé sur un miroir (650 μm \times 100 μm). Celui-ci est visible par endroit et pourrait aider à vérifier l'existence d'une distorsion de l'image.



Figure 137. Coupe tomographique XZ d'un miroir placé derrière un papier. Les distorsions dues à l'hétérogénéité de la structure se répercutent sur la planéité du miroir (250 μm \times 25 μm).

Etudes ultérieures suivant les attentes des papetiers

Un outil d'imagerie de la structure du papier est maintenant disponible. Des études peuvent être menées sur des points précis d'intérêt pour les papetiers. Ainsi l'imprimabilité des papiers impression/écriture pourrait être étudiée en imageant les premières couches de fibres et en analysant le dépôt d'encre et la porosité de surface. L'analyse des composants non fibreux, en particulier les charges, serait également intéressante à approfondir. La structure des filtres pourrait être modélisée à partir des mesures de la structure réelle afin de calculer la porosité, de simuler des écoulements et d'étudier leur aptitude à la filtration. L'imagerie de la structure des papiers par OCT pourrait ainsi aider l'étude de leurs propriétés macroscopiques.

3. Amélioration des coupes tomographiques par d'autres techniques

Immersion à huile

L'huile présente un indice de réfraction proche de celui de la cellulose. Afin de diminuer la lumière parasite, une première solution consisterait à réduire la réflexion spéculaire, en travaillant en immersion. Afin de ne pas modifier la structure du papier, une couche protectrice pourrait être déposée à la surface du papier, sans laisser d'air entre les deux (utiliser une lame de microscope n'est pas efficace car de l'air est encore présent). Des études seraient nécessaires pour trouver un produit adéquat. Une autre solution, combinant la réduction de la réflexion spéculaire et la diminution des réflexions internes, consisterait à imprégner complètement le papier, comme avec une résine transparente (de même indice de réfraction que l'huile), pour travailler en immersion. Cela permettrait également de minimiser les problèmes liés à l'écart de dispersion entre les deux bras de l'interféromètre et de gagner ainsi en profondeur d'imagerie. De plus, la diffusion multiple s'en trouverait fortement diminuée. Une étude approfondie serait nécessaire afin de trouver le bon solvant (transparence, bon indice de réfraction, pas de déformation de la structure, etc.). Cependant, l'avantage d'une méthode optique non invasive, sans préparation de l'échantillon, est perdu, alors qu'il s'agissait d'un des critères de choix du montage plein champ dans l'air. Cette technique serait malgré tout plus rapide et plus automatisée que l'étude des coupes au microscope, préalablement sectionnées avec un microtome.

OCT et microscopie confocale

La diffusion multiple représente une grande difficulté pour l'imagerie dans les papiers diffusants. Afin de réduire ce phénomène, une idée serait d'allier les avantages de l'OCT et de la microscopie confocale. Grâce à l'interférométrie, l'OCT possède une grande sensibilité et une profondeur d'imagerie plus importante que la microscopie confocale. Cependant, la sélectivité de l'OCT n'opère que sur les différences de marche et cette technique détecte donc les photons multidiffusés cohérents, quelle que soit leur provenance. La microscopie confocale est certes moins sensible, mais elle opère une sélection spatiale des photons provenant uniquement du voisinage du foyer de l'objectif. Les photons multidiffusés ne sont ainsi pas sélectionnés. Combiner les deux techniques permettrait de tirer profit de leurs avantages respectifs. Ainsi on pourrait a priori gagner en profondeur d'imagerie, en éliminant du flux incohérent et donc en augmentant le rapport signal sur bruit, ainsi qu'en diminuant la diffusion multiple cohérente. Les avantages d'un montage plein champ seraient cependant perdus puisqu'un balayage en x et en y serait nécessaire.

Des essais ont été réalisés au laboratoire de photophysique moléculaire, à Orsay. Le microscope confocal (modèle SP5 de *Leica*) a été équipé d'un objectif de Mirau *Leica* et utilisé avec un laser titane-saphir à 730 nm de grande longueur de cohérence. La résolution est alors donnée par la microscopie confocale et la sensibilité par l'OCT. Le faisceau étant focalisé, la reconstruction de la structure du papier se fait point par point. L'échantillon est placé sur une platine de translation en z pour obtenir des coupes XZ dans l'épaisseur. Le balayage en x - y du microscope confocal est ensuite utilisé pour imager tout l'échantillon. Comme la surface de référence, située dans l'objectif de Mirau, est fixe, les coupes tomographiques ont été reconstruites avec un algorithme de décalage de phase en translatant l'échantillon, comme pour le montage d'OCT développé. Les images ont donc été reconstruites point par point avec une technique destinée à l'OCT plein champ. L'objectif était de pouvoir réaliser des essais simplement et rapidement, afin de limiter la durée de l'emprunt du microscope confocal et sans avoir à installer sur celui-ci de nouveaux outils.

Les résultats n'ont pas été concluants à cause de l'instabilité de la source. En effet, la coupe tomographique était reconstruite par un algorithme de décalage de phase. Elle résultait donc de la combinaison d'images interférométriques déphasées. Lors des soustractions entre les images, il faut que le flux reste constant d'une image à l'autre pour isoler le signal d'interférence. Les images enregistrées montrent clairement des dérives d'éclairement, ne permettant pas la reconstruction de la coupe tomographique.

Pour les essais, la reconstruction par un algorithme de déphasage de phase (méthode pour le plein champ) a été utilisée avec un système ponctuel et n'était donc pas adaptée. Il serait bien sûr plus adéquat de reconstruire la coupe tomographique en balayant l'échantillon avec la surface de référence, comme en OCT classique. Il serait intéressant de développer un montage d'OCT à balayage, avec une forte ouverture numérique pour réaliser le filtrage spatial de la microscopie confocale. Il s'agit alors de la technique appelée microscopie par cohérence optique (OCM pour l'acronyme *Optical Coherence Microscopy*). Très lente, cette technique est peu utilisée en biologie; elle nécessite en effet un balayage supplémentaire à cause de la grande ouverture numérique, et donc de la très faible profondeur de champ. La vitesse d'acquisition n'étant pas une limite pour le matériau papier, l'association OCT-confocal semble être prometteuse et mérite d'être étudiée.

Conclusion

Les industriels papetiers sont fortement intéressés par disposer d'un moyen simple d'analyse de la structure du papier. Lors de la thèse, il a été étudié la possibilité d'appliquer la tomographie par cohérence optique plein champ pour l'imagerie du papier. Pour cela, un montage d'OCT plein champ en lumière thermique a été développé et optimisé au Centre Technique du Papier. L'obtention de coupes tomographiques dans le papier a validé la faisabilité de cette technique en papeterie. Le système développé présente les avantages d'être adapté au papier, d'être non destructif, de ne pas nécessiter de préparation de l'échantillon et d'avoir une résolution spatiale dans les trois dimensions de l'ordre du micron.

Les performances de l'OCT dépendent fortement du type de papier et tout particulièrement de son caractère diffusant. Alors que la structure des papiers poreux est visualisée sur une grande épaisseur, la profondeur d'imagerie est limitée dans les papiers diffusants. Des améliorations sur le montage ont été réalisées afin d'améliorer la profondeur d'imagerie et des comparaisons avec d'autres systèmes optiques ont été effectuées. Il en ressort que le facteur limitant pour l'imagerie des papiers est la diffusion multiple, en générale très importante dans ce matériau. Ce phénomène empêche l'imagerie à grande profondeur en masquant le signal d'intérêt et en créant une image factice. Ainsi, l'amélioration des performances du système ne suffit pas à gagner en profondeur d'imagerie, la diffusion étant une limite propre au papier.

L'imagerie de papiers diffusants est fortement améliorée par l'utilisation d'un produit remplissant les pores de la feuille, tel le benzylalcool. La diffusion multiple est ainsi grandement réduite. Il faudra cependant vérifier que l'utilisation d'un tel produit ne modifie pas la structure du papier.

L'OCT plein champ présente de nombreuses applications potentielles en papeterie, en fonction du type de papier. Bien que la feuille de papier diffusant ne soit pas imagée en entier, de nombreuses propriétés dépendent de la structure des premières couches de fibres. La tomographie par cohérence optique apparaît ainsi comme une nouvelle méthode d'analyse de la structure pour la recherche papetière, pouvant être utilisée en complément des autres techniques conventionnelles. Il a donc été construit un prototype simple et pratique, à destination des techniciens papetiers.

Le développement d'un montage d'OCT plein champ constituait la première étape dans la réalisation d'un outil de caractérisation de la structure. La prochaine étape sera d'exploiter les images obtenues et de déterminer, à partir des données, des paramètres structuraux pertinents pour les papetiers.

Il pourrait être également envisagé par la suite le développement d'une technique davantage optimisée pour l'imagerie du papier, présentant la résolution spatiale actuelle du micron et permettant de s'affranchir du problème de diffusion multiple. Ainsi, une méthode basée sur l'association de l'OCT et de la microscopie confocale semble être prometteuse. Elle permettrait en théorie de gagner en rapport signal sur bruit et d'imager à plus grande profondeur.

Bibliographie

- [1] Confédération de l'industrie des papiers, cartons et celluloses. Disponible sur : <http://www.copacel.fr/>
- [2] AITKEN Y., CADEL F., VOILLOT C. **Constituants fibreux des pâtes, papiers et cartons - Pratique de l'analyse**. Éd. par le Centre technique du papier, 1988, p. 60-64
- [3] AFOCEL (Association Forêt Cellulose). Disponible sur : <http://www.afocel.fr/ProcessEtProduitsQualitepapetiereIntraEspeceArbre.htm>
- [4] VALLETTE P., de CHOUDENS C. **Le bois, la pâte, le papier**. 3^e éd. Grenoble : Centre technique du papier, 1992, p. 141-143
- [5] MIDDLETON S.R., DESMEULES J., SCALLAN A.M. **Lumen loading with calcium carbonate fillers**. Journal of Pulp and Paper Science, juillet 2003, vol. 29, n°7, p. 241-246
- [6] ABRAMS L., FAVORITE C. W., CAPANO P.J., JOHNSON R.W. **Using mercury porosimetry to characterize coating pore structure and its relation to coating optical performance**. Coating Conference, Nashville, TN, USA, 19-22 mai 1996, p. 185-192
- [7] PARKER J., MIH W.C. **A new method for sectioning and analysing paper in the transverse direction**. Tappi Journal, mai 1964, vol. 47, n°5, p. 254-263
- [8] HASUIKE M., KAWASAKI T., MURAKAMI K **Evaluation method of 3-D geometric structure of paper sheet**. Journal of pulp and paper science, mai 1992, vol. 18, n°3, p. J114-J120
- [9] DICKSON A.R. **The quantitative microscopic analysis of paper cross-sections: sample preparation effects**. TAPPI International Paper Physics Conference, 1999, p. 11-419
- [10] VOILLOT C., GRAVIER M., RAMAZ A., CHAIX J.M. **A modern method for the investigation of the distribution of fillers and pigments in paper**. EUCEPA Int. Symp., Preprints, 22-24 oct. 1990, Barcelone, p. 201-209
- [11] ALLEM R., UESAKA T. **Characterization of paper microstructure: a new tool for assessing the effects of base sheet structure on paper properties**. Microscopy as a tool in pulp and paper research and development, Stockholm, 21-22 juin 1999, p. 43-51.
- [12] HORNATOWSKA J., LIDBRANDT O., SUNNERBERG G. **ESEM studies of microstructure changes in newsprint under different climate conditions**. Proceedings of 2nd Workshop on Microscopy as a tool in pulp and paper research and development, Grenoble, 6-7 avril 2000, p. 35-51

- [13] RAGAUSKAS A.J. **NMR Imaging Applications at IPST**. Tappi Journal, 1996, vol. 79, n°3, p. 16
- [14] BELAND M.C., MANGIN P.J. **Three-dimensional evaluation of paper surfaces using confocal microscopy**. Surface analysis of paper, CRC Press, 1995, p. 1-40
- [15] MOSS P.A., RETULAINEN E., PAULAPURO H., *et al.* **Taking a new look at pulp and paper: Applications of confocal laser scanning microscopy (CLSM) to pulp and paper research**. Paperi ja Puu, 1993, vol. 75, n°1-2
- [16] SAMUELSEN E.J., GREGERSEN O.W., HOUEN P.J., *et al.* **Three-dimensional imaging of paper by use of synchrotron X-ray microtomography**. Journal of Pulp and Paper Science, février 2001, vol. 27, n° 2, p. 50-53
- [17] ROLLAND DU ROSCOAT S., BLOCH J.F., THIBAUT X. **Characterisation of the 3D paper structure with X-ray synchrotron radiation microtomography**. Advances in Paper Science and Technology, 13th fundamental research symposium, Cambridge, éd. par SJ l'Anson, 11-16 sept. 2005, vol. 2, p. 901-920
- [18] MASTERS B.M. **Three-dimensional confocal microscopy of the human optic nerve in vivo**. Optics Express, novembre 1998, vol. 3, n°10, p. 356-359
- [19] CHASSEROT-GOLAZ S. **Introduction à la microscopie confocale**. 2003. Disponible sur : http://neurochem.u-strasbg.fr/5plateformes/la_microscopie_confocale.pdf
- [20] DOULÉ C. , LÉPINE T., GEORGES P., *et al.* **Voir au travers des milieux troubles**. Images de la physique, éd. CNRS, 1999, p. 72-78
- [21] DREXLER W., MORGNER U., PITRIS C., *et al.* **In vivo ultrahigh-resolution optical coherence tomography**. Optics Letters, sept. 1999, vol. 24, n°17, p. 1221-1223
- [22] GUIOT E., MONERON G., GRIEVE K., *et al.* **Non-invasive histology using full-field optical coherence tomography**. GIT Imaging and Microscopy, nov. 2004, vol. 6, p. 26-27
- [23] SELB J., FORGET B., RAMAZ F., *et al.* **Imager dans la profondeur des tissus : lorsque l'acoustique se marie avec l'optique**. Images de la physique, éd. CNRS, 2005, p. 152-158
- [24] FUJIMOTO J.G. **Optical coherence tomography: introduction**. Handbook of Optical Coherence Tomography, eds. B. E. Bouma and G. J. Tearney, Marcel Dekker, New York, 2002, chap. 1, p. 1-40
- [25] BEAUREPAIRE E., MOREAUX L. **Combined scanning optical coherence and two-photon-excited fluorescence microscopy**. Optics Letters, juil. 1999, vol. 24, n° 14, p. 969-971
- [26] LESKELÄ M. **A model for the optical properties of paper. Part 2. The simulation model**. Paperi Ja Puu – Paper and Timber, 1994, vol. 76, n°1-2, p. 67-73

- [27] KROGERUS B. **Fillers and pigments**. Papermaking Science and Technology 4 - Papermaking chemistry, 1999, vol. 4, n°6, p. 115-149
- [28] KIMURA M., IWASAKI Y. **Applicability of the Kubelka-Munk theory to paper**. J. Japan Wood Res. Soc., vol. 29, n°1, p. 68-73
- [29] SILVY J. **Contribution à l'étude de la diffusion multiple de la lumière dans le cadre de l'approximation de diffusion**. Revue d' Optique Théorique et Instrumentale, oct. 1961, vol. 40, n°10, p. 495-517
- [30] HUANG D., SWANSON E.A., LIN C.P., *et al.* **Optical coherence tomography**. Science, nov. 1991, n°254, p. 1178-1181
- [31] POVAZAY B., BIZHEVA K., UNTERHUBER A., *et al.* **Submicrometer axial resolution optical coherence tomography**. Optics Letters, oct. 2002, vol. 27, n°20, p. 1800-1802
- [32] FERCHER A.F., HITZENBERGER C. K., STICKER M., *et al.* **A thermal light source technique for optical coherence tomography**. Optics Communications, nov. 2000, n°185, p. 57-64
- [33] LEITGEB R.A., DREXLER W., UNTERHUBER A., *et al.* **Ultrahigh resolution Fourier domain optical coherence tomography**. Optics Express, mai 2004, vol. 12, n°10, p. 2156-2165
- [34] CHOMA M.A., SARUNIC M.V., YANG C. *et al.* **Sensitivity advantage of swept source and Fourier domain optical coherence tomography**. Optics Express, sept. 2003, vol. 11, n°18, p. 2183-2189
- [35] LEITGEB R.A. 2004. Disponible sur : <http://lob.epfl.ch/webdav/site/lob/shared/Research/Overview%20on%20OCT%20and%20FD%20OCT.pdf>
- [36] YASUNO Y., MADJAROVA D.V., MAKITA S., *et al.* **Three-dimensional and high-speed swept-source optical coherence tomography for *in vivo* investigation of human anterior eye segments**. Optics Express, dec. 2005, vol. 13, n°26, p. 10652-10664
- [37] BEAUREPAIRE A., BOCCARA A.C., LEBEC M., *et al.* **Full-field optical coherence microscopy**. Optics Letters, fev. 1998, vol. 23, n°4, p. 244-246
- [38] DUBOIS A., GRIEVE K., MONERON G., *et al.* **Ultrahigh resolution full-field optical coherence tomography**. Applied Optics, mai 2004, vol. 43 n°14, p. 2874-2883
- [39] SCHMITT J.M., XIANG S.H., YUNG K.M. **Speckle in optical coherence tomography**. Journal of Biomedical Optics, janv. 1999, vol. 4, n°1, p. 95-105

- [40] DUBOIS A., MONERON G., GRIEVE K., *et al.* **Three-dimensional cellular-level imaging using full-field optical coherence tomography.** Phys. Med. Biol., mars 2004, vol. 49, p. 1227-1234
- [41] LAUDE B., DE MARTINO A., DREVILLON B., *et al.* **Full-field optical coherence tomography with thermal light.** Applied Optics, nov. 2002, vol. 41, n°31, p. 6637-6645
- [42] LARKIN K.G. **Efficient nonlinear algorithm for envelope detection in white light interferometry.** JOSA A, avr. 1996, vol. 13, n°4, p. 832-843
- [43] HITZENBERGER C.K., BAUMGARTNER A., DREXLER W., *et al.* **Dispersion effects in partial coherence interferometry: implications for intraocular ranging.** Journal of Biomedical Optics, janv. 1999, vol. 4, n°1, p. 144-151
- [44] ALAROUSU E. **Low coherence interferometry and optical coherence tomography in paper measurements.** Acta Universitatis Ouluensis, nov. 2006, Technica, C256.
- [45] T. TURPEINEN. **Computerized tomographic imaging of paper coating layers.** Proceedings of 22nd PTS coating symposium, 2005, p. 36/1-36/16
- [46] Spécifications des systèmes d'imagerie en OCT de *Thorlabs* disponibles sur :
http://www.thorlabs.com/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=2005&pn=OCP930SR
http://www.thorlabs.com/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=2098&pn=OCM1300SS
- [47] WIESAUER K., PIRCHER M., GÖTZINGER E., *et al.* **En-face scanning optical coherence tomography with ultra-high resolution for material investigation.** Optics Express, fev. 2005, vol. 13, n°3, p. 1015-1024
- [48] ALAROUSU E., KREHUT L., MYLLYLÄ R., *et al.* **Optical coherence tomography device for paper characterization.** Saratov Fall Meeting 2003: Coherent Optics of Ordered and Random Media VI, Proc. of SPIE, vol. 5475, p. 48-55
- [49] SCHMITT J.M., XIANG S.H., YUNG K.M. **Speckle reduction techniques.** Handbook of Optical Coherence Tomography, eds. B. E. Bouma and G. J. Tearney, Marcel Dekker, New York, 2002, chap. 7, p. 175-201

Annexes

A.	Modèles de diffusion de la lumière dans le papier	144
1.	Notions sur la diffusion des particules	144
2.	Modèles de diffusion pour le matériau papier.....	145
	<i>Théorie de Kubelka-Munk</i>	145
	<i>Théorie de la diffusion des photons dans le cadre de l'approximation de diffusion</i>	149
	<i>Modèles incluant la structure du papier</i>	158
	<i>Bibliographie</i>	158
B.	Théorème de Wiener-Khinchin	159
C.	Interférences en lumière polychromatique	160
D.	Calcul de la sensibilité théorique du montage.....	163

A. Modèles de diffusion de la lumière dans le papier

1. Notions sur la diffusion des particules

La diffusion est le phénomène par lequel une particule éclairée par une onde électromagnétique lui retire de l'énergie, qu'elle redistribue dans des directions particulières, pouvant être différentes de la direction initiale de l'onde incidente. Toute onde électromagnétique diffuse quand elle se propage dans un milieu inhomogène, c'est-à-dire dans lequel l'indice de réfraction varie. Une onde est donc diffusée par une particule d'indice de réfraction différent de son milieu environnant.

Le phénomène de diffusion s'explique par la théorie classique de l'électromagnétisme et par la structure électronique de la matière. Le champ électrique de l'onde incidente sur la particule introduit une force et induit un dipôle oscillant, en provoquant l'oscillation des charges électriques de la particule. Ces charges oscillantes constituent alors un ou plusieurs dipôles électriques qui rayonnent des ondes secondaires sphériques à la même fréquence que l'onde incidente. La diffusion est donc un rayonnement par des courants induits. La particule diffusante devient une source quasi-ponctuelle secondaire et le rayonnement diffusé a une indicatrice d'intensité caractéristique de la particule.

Le rayonnement a la même fréquence que l'onde électromagnétique incidente. La diffusion est dite élastique et les charges oscillent de façon synchrone avec l'onde primaire. Le phénomène de diffusion est donc spectralement continu. Si le champ électrique rayonné a une fréquence différente de celle du champ incident; le phénomène, dit inélastique, est assimilé à une disparition du photon de fréquence initiale et donc à une absorption, et non à une diffusion. Dans notre cas, la diffusion par le papier, on ne s'intéressera qu'à la diffusion élastique.

La forme de l'indicatrice d'intensité diffusée dépend de l'indice de réfraction relatif, c'est-à-dire du rapport entre les indices de réfraction de la particule et du milieu. Elle dépend également du rapport entre la taille de la particule et la longueur d'onde de l'éclairement incident. On distingue trois régimes de diffusion en fonction de la taille des particules.

- Lorsque la taille S de la particule est très inférieure à la longueur d'onde incidente (typiquement $S < \lambda/10$), l'intensité est autant diffusée vers l'avant que vers l'arrière de la particule (par rapport à la direction de l'onde incidente). On est dans le cadre de la diffusion Rayleigh, du nom du physicien qui développa le premier la théorie de la diffusion de la lumière par de très petites particules isotropes. La diffusion Rayleigh, isotrope et très dépendante de la longueur d'onde, est proportionnelle à $\frac{V^2}{\lambda^4}$ où V est le volume de la particule et λ la longueur d'onde incidente. Cette diffusion rend compte de la couleur du ciel, bleue pour une observation dans la direction perpendiculaire aux rayons du soleil et rouge à l'horizontale. Elle est associée au libre parcours moyen de diffusion, qui est souvent de l'ordre de 50 μm en biologie.
- Pour des tailles S de particules de l'ordre de la longueur d'onde ($\lambda/10 < S < 10\lambda$), l'indicatrice d'intensité diffusée est beaucoup plus complexe. Plus la particule est grosse, plus le flux diffusé est important et dirigé vers l'avant, avec des lobes

d'intensité dans les autres directions de répartition angulaire complexe. On est alors dans le cadre de la théorie de Mie, développée par le physicien allemand Gustav Mie au début du XX^e siècle. Elle s'applique strictement à des sphères homogènes, cependant il est courant d'employer le terme de diffusion de Mie même si les particules ont des formes irrégulières. La dépendance avec la longueur d'onde est faible. Cette diffusion se rencontre par exemple avec les nuages, qui apparaissent blancs. Elle est associée au libre parcours moyen de transport, dont un ordre de grandeur en biologie est le millimètre.

- Lorsque les particules sont très grandes devant la longueur d'onde, les lois de l'optique géométrique et de la diffraction suffisent pour décrire l'intensité diffusée. On ne parle alors plus de diffusion mais de réflexion, bien que le phénomène de rayonnement reste le même.

Dans le cas du papier, la structure est hétérogène, avec des particules qui peuvent être très petites et des fibres anisotropes, très longues dans une direction. Aucune des théories ne s'applique à ce cas. La modélisation de la diffusion de la lumière dans le papier est ainsi rendue très difficile par sa structure et sa composition complexes. Cela cause inévitablement des interférences dues à la diffusion multiple, qui peuvent être en théorie déterminées en résolvant les équations de Maxwell. Cependant, la résolution des équations de Maxwell n'est en pratique pas réalisable à cause de la structure aléatoire complexe du papier.

Pour les besoins de la papeterie, des modèles de diffusion de la lumière dans le papier ont été développés en utilisant une structure très simplifiée. L'objectif est en général de décrire et de prédire des propriétés macroscopiques de la feuille de papier, sans chercher à modéliser et à connaître le parcours exact de la lumière.

2. Modèles de diffusion pour le matériau papier

La diffusion de la lumière dans les milieux très diffusants comme le papier a été beaucoup étudiée et de nombreuses théories ont été émises. La propagation de la lumière dans le papier est très complexe, à cause de son hétérogénéité et des variations de diffusion et d'absorption des différents composants. Il n'existe pas de modèle exact de la propagation de la lumière dans le papier. Afin d'étudier l'influence de la structure sur les propriétés du papier, celle-ci doit être simplifiée et approchée par un modèle. De nombreux modèles ont été développés pour estimer les coefficients d'absorption et de diffusion d'une feuille de papier. La théorie la plus répandue dans le domaine papetier est celle proposée par Kubelka-Munk en 1931, où la propagation tridimensionnelle de la lumière dans le milieu diffusant est simplifiée à une dimension et schématisée par deux flux d'intensité qui se propagent en sens inverse.

Théorie de Kubelka-Munk

En papeterie, le modèle de diffusion le plus utilisé pour décrire les propriétés optiques est celui de Kubelka-Munk [28]. A l'origine, ce modèle a été construit pour décrire une couche de peinture sur une surface, puis appliqué au domaine papetier. Ce modèle est basé sur des hypothèses fortes :

- la propagation de la lumière est simplifiée à une dimension et modélisée par deux flux contre-propagatifs, un transmis et l'autre rétrodiffusé ;
- matériau homogène continu dans lequel sont distribuées aléatoirement des particules, diffusant et absorbant la lumière ;
- particules beaucoup plus petites que l'épaisseur de l'échantillon considéré ;

- réflexion spéculaire à la surface non prise en compte ;
- la longueur d'onde n'est pas prise en compte.

Basé sur les hypothèses d'homogénéité et d'isotropie de la couche absorbante et diffusante, ce modèle ne prend pas en compte les effets liés à une structure fibreuse, non plus que la diffusion non isotrope des particules.

La théorie de Kubelka-Munk part du principe que l'interaction entre le matériau et la lumière diffuse peut être décrite par des coefficients phénoménologiques spécifiques d'absorption K et de rétrodiffusion S . Elle permet de déterminer ces coefficients par des mesures expérimentales de coefficients de réflexion, définis par le rapport de l'intensité réfléchie sur l'intensité incidente. Ainsi une feuille de papier est caractérisée par deux paramètres :

- l'albédo sur fond noir R_0 , correspondant à la réflexion d'une seule feuille posée sur un fond noir ;
- le facteur de réflexion diffuse R_∞ , correspondant à la réflexion d'une pile de feuilles.

La théorie de Kubelka-Munk est utilisée pour transformer R_0 et R_∞ , mesurables expérimentalement, en coefficients de diffusion S et d'absorption K de la lumière dans le papier. Afin de déterminer les relations entre ces quatre valeurs, un simple bilan sur les flux d'intensité transmis et réfléchi permet d'établir les relations de passage.

Cette théorie définit toutes les diffusions comme des rétrodiffusions et ne permet pas de diffusion vers l'avant. A cause de cela, les coefficients phénoménologiques de diffusion S et d'absorption K sont couplés.

Malgré ses limites, la théorie de Kubelka-Munk est importante dans le domaine papetier car elle donne des résultats satisfaisants pour les besoins des papetiers, qui s'en servent principalement comme outil de comparaison (moyen de détecter par exemple les changements de structure). De plus, elle a le mérite d'être simple à mettre en œuvre et les résultats obtenus sont faciles à exploiter. Enfin, elle fait l'objet d'une norme internationale (norme ISO 9416:1998 Papier - Détermination des coefficients de diffusion et d'absorption de la lumière) et les valeurs K et S sont délivrées par les appareils commerciaux.

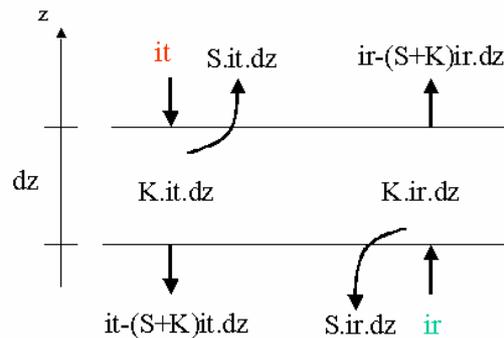


Figure 138. Théorie mono-dimensionnelle de Kubelka-Munk basée sur la détermination des courants d'intensité transmis i_t et réfléchi i_r .

Pour chaque couche différentielle d'épaisseur dz du matériau, on détermine les flux d'intensité transmis i_t et réfléchis i_r , subissant des absorptions (de coefficient K) et des rétrodiffusions (représentées par S) et apportant chacun leur contribution au flux opposé. On obtient ainsi un système d'équations différentielles (Figure 138) :

$$di_r = -(S + K)i_r.dz + S.i_t.dz \quad \text{et} \quad -di_t = -(S + K)i_t.dz + S.i_r.dz$$

En divisant ces équations respectivement par i_r et i_t puis en les soustrayant, on trouve :

$$\frac{di_r}{i_r} - \frac{di_t}{i_t} = d \ln \frac{i_r}{i_t} = -2(S + K)dz + S\left(\frac{i_r}{i_t} + \frac{i_t}{i_r}\right)dz$$

En posant $r = \frac{i_r}{i_t}$, on a $d \ln r = \frac{dr}{r} = -2(S + K)dz + S\left(r + \frac{1}{r}\right)dz$, soit :

$$\frac{dr}{r^2 - 2\frac{S+K}{S}r + 1} = Sdz \quad (36)$$

La réflectance de l'incrément d'épaisseur dz est ainsi notée r et la réflectance de la feuille, égale au rapport du flux réfléchi sur le flux incident, est notée R .

Afin de déterminer les coefficients K et S en fonction des paramètres R_∞ et R_0 , l'équation 38 sert de base.

Calcul des coefficients de diffusion S et d'absorption K en fonction de R_∞

Le facteur de réflexion diffuse R_∞ est défini comme le facteur de réflexion maximal que l'on peut atteindre : l'intensité diffusée réfléchie reste constante bien que l'épaisseur du matériau augmente. Ce facteur s'obtient donc en posant $\frac{dr}{dz} = 0$.

$$\text{Ainsi } S\left(r^2 - 2\frac{S+K}{S}r + 1\right) = 0.$$

Les solutions de cette équation du second degré sont :

$$R_+ = \left(1 + \frac{K}{S}\right) + \sqrt{\left(1 + \frac{K}{S}\right)^2 - 1} \quad \text{et} \quad R_- = \left(1 + \frac{K}{S}\right) - \sqrt{\left(1 + \frac{K}{S}\right)^2 - 1}.$$

Le facteur de réflexion diffuse est compris entre 0 et 1, donc :

$$R_\infty = \left(1 + \frac{K}{S}\right) - \sqrt{\left(1 + \frac{K}{S}\right)^2 - 1} = \left(1 + \frac{K}{S}\right) - \sqrt{\left(2\frac{K}{S} + \frac{K^2}{S^2}\right)} \quad (37)$$

En exprimant le rapport des coefficients de diffusion S et d'absorption K , caractéristiques du matériau, en fonction du facteur de réflexion diffuse R_∞ , mesurable expérimentalement, on obtient :

$$\frac{K}{S} = \frac{R_\infty^2 + 1}{2R_\infty} - 1 = \frac{(1 - R_\infty)^2}{2R_\infty} \quad (38)$$

Dans le papier, la diffusion est beaucoup plus importante que l'absorption : $K \ll S$ donc $\frac{K}{S} \ll 1$. En négligeant $\frac{K}{S}$ devant 1 ainsi que le second ordre en $\frac{K}{S}$, l'équation 37 donne

l'approximation suivante : $R_\infty \approx 1 - \sqrt{2\frac{K}{S}}$.

Calcul de R_0 en fonction du facteur de réflexion diffuse R_∞

L'albédo sur fond noir R_0 est défini comme le facteur de réflexion d'une seule feuille de papier posé sur un fond absorbant. Deux conditions aux limites peuvent donc être définies :

- $r(z = b) = R_0$ où b est l'épaisseur de la feuille. En papeterie, le paramètre important étant le grammage du papier (sa masse au mètre carré), b peut aussi représenter le grammage de la feuille et les coefficients K et S sont alors exprimés en $\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$.
- Une seconde condition aux limites est fixée en posant qu'aucune lumière n'est réfléchiée par le fond, soit pour $z = 0$, $i_r = 0$ d'où $r(z = 0) = 0$.

R_0 est défini par :

$$\int_0^{R_0} \frac{dr}{r^2 - 2 \frac{S+K}{S} r + 1} = Sb \quad (39)$$

Pour intégrer l'équation 39, faisons une décomposition et exprimons les coefficients A et B en fonction de R_∞ :

$$\frac{1}{r^2 - 2 \frac{S+K}{S} r + 1} = \frac{1}{(r - R_+)(r - R_-)} = \frac{A}{(r - R_+)} + \frac{B}{(r - R_-)} \quad (\text{avec } R_\infty = R_-)$$

En mettant au même dénominateur :

$$A(r - R_\infty) + B(r - R_+) = 1.$$

Lorsque $r = R_+$, $A(R_+ - R_\infty) = 1$, soit $A = \frac{1}{\left(\frac{1}{R_\infty} - R_+\right)}$

Lorsque $r = R_\infty$, $B(R_\infty - R_+) = 1$, soit $B = \frac{1}{-2 \sqrt{\left(1 + \frac{K}{S}\right)^2 - 1}} = -\frac{1}{2 \left(\left(1 + \frac{K}{S}\right) - R_\infty\right)}$.

Avec l'équation 38, $B = -\frac{1}{\left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty\right)} = -A$

Ainsi $\frac{1}{r^2 - 2 \frac{S+K}{S} r + 1} = \frac{1}{\left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty\right)} \left(\frac{1}{r - R_+} - \frac{1}{r - R_\infty} \right)$.

L'équation 39 est alors égale à :

$$\int_0^{R_0} \frac{dr}{r^2 - 2 \frac{S+K}{S} r + 1} = \frac{1}{\left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty\right)} \left(\ln \frac{R_0 - R_+}{-R_+} - \ln \frac{R_0 - R_\infty}{-R_\infty} \right) = \frac{1}{\left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty\right)} \ln \left(\frac{R_\infty}{R_+} \frac{R_0 - R_+}{R_0 - R_\infty} \right) = Sb$$

Ainsi on obtient :

$$\ln \left(\frac{R_\infty}{R_+} \frac{R_0 - R_+}{R_0 - R_\infty} \right) = Sb \left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty \right) \quad (40)$$

Exprimons R_+ en fonction de R_∞ :

$$R_+ = R_\infty + 2 * 2 \sqrt{\left(1 + \frac{K}{S}\right)^2 - 1} = R_\infty + \frac{1}{R_\infty} - R_\infty = \frac{1}{R_\infty}.$$

L'équation 40 donne :

$$R_\infty^2 \frac{R_0 - \frac{1}{R_\infty}}{R_0 - R_\infty} = \exp\left(Sb\left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty\right)\right),$$

Le coefficient R_0 vaut finalement en fonction de R_∞ :

$$R_0 = \frac{\exp\left(Sb\left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty\right)\right) - 1}{\frac{1}{R_\infty} \exp\left(Sb\left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty\right)\right) - R_\infty} \quad (41)$$

Calcul de K et S en fonction de R_0 et de R_∞

On peut maintenant exprimer les coefficients de diffusion et d'absorption S et K du matériau en fonction des facteurs de réflexion mesurés R_∞ et R_0 .

Les équations 40 et 41 donnent $\ln\left(R_\infty^2 \frac{R_0 - \frac{1}{R_\infty}}{R_0 - R_\infty}\right) = Sb\left(\frac{1}{R_\infty} - R_\infty\right)$, d'où :

$$S = \frac{1}{b} \frac{1}{\frac{1}{R_\infty} - R_\infty} \ln\left(\frac{1 - R_0 R_\infty}{1 - \frac{R_0}{R_\infty}}\right).$$

$$\text{Ainsi } K = S \cdot \frac{(1 - R_\infty)^2}{2R_\infty} = \frac{1}{2b} \frac{(1 - R_\infty)^2}{1 - R_\infty^2} \ln\left(\frac{1 - R_0 R_\infty}{1 - \frac{R_0}{R_\infty}}\right) = \frac{1}{2b} \frac{1 - R_\infty}{1 + R_\infty} \ln\left(\frac{1 - R_0 R_\infty}{1 - \frac{R_0}{R_\infty}}\right).$$

La théorie de Kubelka-Munk permet de caractériser les propriétés d'absorption et de diffusion du papier à partir de l'intensité globale diffusée, que l'on peut mesurer expérimentalement. Cependant, comme pour les autres théories basées sur une description mono-dimensionnel du flux, elle ne donne pas d'indication sur la propagation de la lumière dans le milieu. A la différence du modèle de Kubelka-Munk, la théorie développée par J. Silvy se base sur l'interaction des photons avec le milieu diffusant, régie par les chocs successifs. Il s'agit d'une simplification des équations de transfert radiatif développées plus généralement dans d'autres domaines.

Théorie de la diffusion des photons dans le cadre de l'approximation de diffusion

Un second modèle est également admis en papeterie. Afin de découpler les coefficients phénoménologiques K et S , pour calculer les coefficients indépendants intrinsèques d'absorption μ_a et de diffusion μ_s , J. Silvy a développé une théorie dans le cadre de l'approximation de diffusion [29]. La diffusion multiple de la lumière dans des milieux denses

comme le papier est étudiée sous sa forme corpusculaire, en réalisant un bilan sur les photons diffusés.

Cette théorie repose sur les hypothèses suivantes :

- la source est monochromatique ;
- la diffusion est isotrope ;
- le milieu est peu absorbant, l'absorption étant beaucoup plus faible que la diffusion ;
- le régime est stationnaire ;
- le milieu est diffusant et homogène ;
- il n'y a pas de création de charges

Avec ces hypothèses, l'équation de diffusion peut être simplifiée dans le cadre de l'approximation de diffusion.

Posons n la densité de photons et \vec{v} le vecteur vitesse des photons. Le flux d'intensité vaut alors $\vec{i} = n\vec{v}$.

Comme la diffusion est supposée isotrope, le coefficient de diffusion à considérer est le coefficient de diffusion réduit $\mu'_s = \frac{1}{l_{tr}}$. Le coefficient d'absorption est noté μ_a .

Le nombre de diffusions par unité de volume et par unité de temps est donc égal à $C_s = vn\mu'_s = i\mu'_s$ et le nombre d'absorptions par unité de volume et de temps vaut $C_a = vn\mu_a = i\mu_a$.

Bilan d'énergie

Ecrivons le principe de conservation de l'énergie sur un élément de volume dV pendant le temps dt , avec n_{dV} la densité de photons dans ce volume. La variation de la densité de photons est due à la création de charges par des sources, aux gains par diffusion et aux pertes par diffusion et par absorption. Les contributions de la diffusion sont regroupées sous un terme de pertes, qui peut être négatif pour indiquer un gain.

$$\frac{\partial n_{dV}}{\partial t} dt \cdot dV = Sources(dV, dt) - pertes_par_absorption(dV, dt) - pertes_par_diffusion(dV, dt)$$

Les pertes par absorption dans l'élément de volume dV s'écrivent simplement :

$$pertes_par_absorption(dV, dt) = C_a dV dt = vn_{dV} \mu_a dV dt \quad (42)$$

où C_a est le nombre d'absorptions par unité de volume et par unité de temps.

Pour les contributions par la diffusion, l'élément de volume dV perd des photons par diffusion vers l'extérieur, mais il gagne également des photons diffusés par l'extérieur.

Calculons le nombre de photons sortant du volume dV placé dans un repère cartésien (Figure 139).

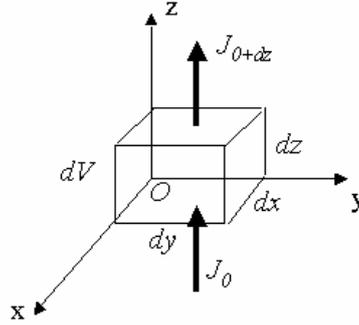


Figure 139. Bilan de photons sur le volume dV suivant l'axe z .

Commençons par le bilan de photons suivant l'axe z .

Soit J_0 la densité de courant au point O qui arrive sur la surface $dx.dy$ (en $m^2.s^{-1}$). Le nombre de photons entrant dans l'élément de volume dV en $z=0$ pendant dt vaut $J_0 dx.dy.dt$ et le nombre de photons sortant de dV en $z=dz$ pendant dt vaut $J_{0+dz} dx.dy.dt$. Le nombre de photons sortant de dV pendant dt est donc égal à la différence

$$J_{0+dz} dx.dy.dt - J_0 dx.dy.dt = \left(\frac{\partial J}{\partial z} \right)_0 dz dx.dy.dt = \left(\frac{\partial J}{\partial z} \right)_0 dV dt.$$

Le même raisonnement sur les autres axes donnent des pertes suivant x et y égales à $\left(\frac{\partial J}{\partial x} \right)_0 dV dt$ et $\left(\frac{\partial J}{\partial y} \right)_0 dV dt$. Les pertes par diffusion valent donc :

$$pertes_par_diffusion(dV, dt) = \left(\frac{\partial J}{\partial x} \right)_0 dV dt + \left(\frac{\partial J}{\partial y} \right)_0 dV dt + \left(\frac{\partial J}{\partial z} \right)_0 dV dt \quad (43)$$

Pour calculer ces pertes, il faut connaître la densité de courant J_0 qui traverse une surface élémentaire par unité de temps.

Calcul de J_0 par un bilan sur les photons selon l'axe z

Considérons une surface $\Delta S = dx.dy$ du milieu dans le plan $z=0$. Sa normale est donc parallèle à l'axe z . Calculons la densité de courant J_0 qui représente la différence orientée selon z entre le nombre de photons traversant par seconde la surface ΔS dans le sens positif J_{0+} et ceux venant dans le sens négatif J_{0-} , soit $J_0 = J_{0+} - J_{0-}$.

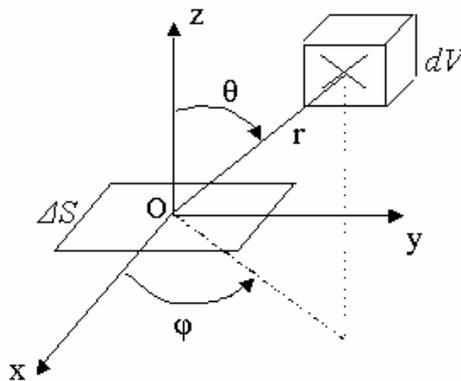


Figure 140. Définition dans un repère $Oxyz$ d'une surface ΔS et d'un élément de volume dV .

Dans un premier temps, considérons la contribution à la densité de photons d'un élément de volume dV qui diffuse des photons vers la surface ΔS (Figure 140). On intégrera ensuite sur tout l'espace.

Prenons un volume élémentaire du milieu diffusant $dV = r \sin \theta \cdot r d\theta \cdot dr \cdot d\varphi$

Le nombre de diffusions par unité de temps dans ce volume dV est :

$$C_s dV = i(r, \theta, \varphi, t) \mu'_s dV = i(\vec{r}, t) \mu'_s r^2 \sin \theta dr d\theta d\varphi$$

Comme la diffusion des photons contenus dans dV est isotrope dans tout l'espace par hypothèse, seule une fraction de ces particules issues de dV atteindra la surface ΔS . La probabilité p pour qu'un photon diffusé par le volume dV aille vers la surface ΔS est le rapport entre l'angle solide sous lequel est vue la surface ΔS et l'angle solide sur tout l'espace égal à 4π :

$$p = \frac{\Omega_{\Delta S}}{\Omega_{total}} = \frac{\Delta S \cos \theta / r^2}{4\pi}.$$

Par unité de temps, le nombre de photons diffusés dans la direction de la surface ΔS vaut donc :

$$dN = p C_s dV = \frac{\Delta S \cos \theta}{4\pi r^2} i(\vec{r}, t) \mu'_s r^2 \sin \theta \cdot d\theta \cdot dr \cdot d\varphi$$

Cependant, sur le parcours entre le volume dV et la surface ΔS , les photons sont diffusés et absorbés. Les photons diffusés dans la bonne direction et qui atteignent la surface ΔS sont transmis par le milieu traversé. Leur nombre suit donc la loi exponentielle d'atténuation des photons en $\exp(-\mu_{total} r)$ avec $\mu_{total} = \mu'_s + \mu_a$. Ainsi le nombre de photons à atteindre la surface ΔS vaut :

$$dN = \frac{\Delta S \cos \theta}{4\pi r^2} i(\vec{r}, t) \mu'_s r^2 \sin \theta \cdot d\theta \cdot dr \cdot d\varphi \exp(-\mu_{total} r).$$

Comme $\mu_a \ll \mu'_s$, finalement le nombre de photons issus du volume dV et traversant la surface ΔS est approché à :

$$dN = \frac{\Delta S}{4\pi} i(\vec{r}, t) \mu'_s \sin \theta \cos \theta \cdot d\theta \cdot dr \cdot d\varphi \exp(-\mu'_s r)$$

avec $i(\vec{r}, t) = n_{dV} v$ où n_{dV} est la densité de photons dans le volume dV et v la vitesse des photons dans le milieu.

Le nombre de photons traversant la surface ΔS se déplaçant dans le sens z négatif vient du demi-espace se trouvant au-dessus de la surface ΔS . Pour obtenir la densité de courant de photons dans le sens négatif J_{0-} , on intègre sur le demi-plan des z positifs :

$$J_{0-} = \frac{N}{\Delta S} = \frac{1}{\Delta S} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{r=0}^{\infty} \int_{\varphi=0}^{2\pi} dN$$

$$J_{0-} = \frac{v \mu'_s}{4\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{r=0}^{\infty} \int_{\varphi=0}^{2\pi} n_{dV} \exp(-\mu'_s r) \sin \theta \cos \theta \cdot d\theta \cdot dr \cdot d\varphi \quad (44)$$

On suppose que la densité de photons varie lentement autour du point O . On peut alors faire un développement limité de la densité de photons en fonction de la densité au point O :

$$n_{dV} = n_0 + x \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial x} \right)_0 + y \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial y} \right)_0 + z \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial z} \right)_0 \quad (45)$$

En posant $x = r \sin \theta \cos \varphi$, $y = r \sin \theta \sin \varphi$ et $z = r \cos \theta$, intégrons les quatre termes de la somme composant J_{0-} (équations 44 et 45).

Le premier terme vaut
$$\int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{r=0}^{\infty} \int_{\varphi=0}^{2\pi} n_0 \exp(-\mu'_s r) dr \cdot \sin \theta \cos \theta \cdot d\theta \cdot d\varphi = n_0 \frac{1}{\mu'_s} \frac{1}{2} 2\pi = \frac{n_0 \pi}{\mu'_s}$$

avec
$$\int_0^{\infty} \exp(-\mu'_s r) dr = \frac{1}{\mu'_s} \text{ et } \int_0^{\pi/2} \sin \theta \cos \theta \cdot d\theta = \left[\frac{\sin^2 \theta}{2} \right]_0^{\pi/2} = \frac{1}{2}.$$

Le deuxième terme est nul. En effet :

$$\int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{r=0}^{\infty} \int_{\varphi=0}^{2\pi} x \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial x} \right)_0 \exp(-\mu'_s r) \sin \theta \cos \theta \cdot d\theta \cdot dr \cdot d\varphi = \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial x} \right)_0 \int_0^{\infty} r \exp(-\mu'_s r) dr \int_0^{\pi/2} \sin^2 \theta \cos \theta \cdot d\theta \int_0^{2\pi} \cos \varphi \cdot d\varphi$$

et ce terme est nul par l'intégration de $\cos \varphi$ sur 2π .

Le troisième terme est également nul :

$$\int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{r=0}^{\infty} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial y} \right)_0 r \exp(-\mu'_s r) \sin^2 \theta \cos \theta \cdot d\theta \cdot dr \cdot \sin \varphi \cdot d\varphi = 0 \text{ par l'intégration de } \sin \varphi \text{ sur } 2\pi.$$

Le quatrième terme est égal à :

$$\int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{r=0}^{\infty} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial z} \right)_0 r \exp(-\mu'_s r) dr \cdot \sin \theta \cos^2 \theta \cdot d\theta \cdot d\varphi = \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial z} \right)_0 \frac{1}{\mu'_s} \frac{1}{3} 2\pi$$

avec
$$\int_0^{\infty} r \exp(-\mu'_s r) dr = \left[\frac{r \exp(-\mu'_s r)}{-\mu'_s} \right]_0^{\infty} - \int_0^{\infty} \frac{\exp(-\mu'_s r)}{-\mu'_s} dr = 0 - \left[\frac{\exp(-\mu'_s r)}{\mu'_s{}^2} \right]_0^{\infty} = \frac{1}{\mu'_s{}^2} \text{ en}$$

intégrant par parties et
$$\int_0^{\pi/2} \sin \theta \cos^2 \theta \cdot d\theta = \left[-\frac{\cos^3 \theta}{3} \right]_0^{\pi/2} = \frac{1}{3}.$$

Ainsi on trouve que la densité de courant provenant des z positifs se déplaçant dans le sens des z négatifs vaut :

$$J_{0-} = \frac{v \mu'_s}{4\pi} \left(\frac{n_0 \pi}{\mu'_s} + \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial z} \right)_0 \frac{1}{\mu'_s} \frac{1}{3} 2\pi \right) = v \left(\frac{n_0}{4} + \frac{1}{6\mu'_s} \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial z} \right)_0 \right) \quad (46)$$

Pour obtenir la densité de courant provenant des z négatifs allant dans le sens des z positifs J_{0+} , on change le signe du gradient d'où :

$$J_{0+} = v \left(\frac{n_0}{4} - \frac{1}{6\mu'_s} \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial z} \right)_0 \right) \quad (47)$$

La densité de courant orientée selon z vaut donc :

$$J_0 = J_{0+} - J_{0-} = -\frac{v}{3\mu'_s} \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial z} \right)_0 \quad (48)$$

Bilan dans toutes les directions de l'espace

On ne s'intéresse plus seulement à la direction z mais également aux composantes suivant x et

y . Suivant x , $J_{0x} = -\frac{v}{3\mu'_s} \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial x} \right)_0$ avec une surface ΔS dans le plan (yOz) et suivant y ,

$J_{0y} = -\frac{v}{3\mu'_s} \left(\frac{\partial n_{dV}}{\partial y} \right)_0$ avec une surface ΔS dans le plan (xOz) .

On a alors $\vec{J}_0 = -\frac{v}{3\mu'_s} \overrightarrow{\text{grad}}(n_{dV})$ qui s'apparente à une loi de Fick.

Passage à l'équation de diffusion

On peut maintenant calculer les pertes par diffusion de l'équation de conservation de l'énergie :

$$\begin{aligned} \text{pertes}_{\text{par diffusion}}(dV, dt) &= \left(\frac{\partial J}{\partial x} \right)_0 dVdt + \left(\frac{\partial J}{\partial y} \right)_0 dVdt + \left(\frac{\partial J}{\partial z} \right)_0 dVdt \\ \text{pertes}_{\text{par diffusion}}(dV, dt) &= -\frac{v}{3\mu'_s} \left(\frac{\partial^2 n_{dV}}{\partial x^2} \right)_0 dVdt - \frac{v}{3\mu'_s} \left(\frac{\partial^2 n_{dV}}{\partial y^2} \right)_0 dVdt - \frac{v}{3\mu'_s} \left(\frac{\partial^2 n_{dV}}{\partial z^2} \right)_0 dVdt \end{aligned}$$

Le nombre de photons perdus par diffusion vaut donc :

$$\text{pertes}_{\text{par diffusion}}(dV, dt) = -\frac{v}{3\mu'_s} \Delta n_{dV0} dVdt \quad (49)$$

où Δn_{dV0} est l'opérateur Laplacien de n_{dV} en O .

On obtient ainsi l'équation de diffusion :

$$\frac{\partial n_{dV}}{\partial t} dt.dV = \text{Sources}(dV, dt) - v\mu_a n_{dV} dV.dt + \frac{v}{3\mu'_s} \Delta n_{dV0} dVdt \quad (50)$$

Partant de l'hypothèse que l'on est en régime stationnaire, le premier terme est nul. On suppose également que le milieu est non émissif, il n'y a pas de création de charges, donc le terme de sources est également nul. On obtient alors l'équation de diffusion suivante :

$$-\mu_a n_{dV} + \frac{1}{3\mu'_s} \Delta n_{dV0} = 0 \quad (51)$$

$$\Delta n_{dV0} - B^2 n_{dV} = 0 \text{ avec } B^2 = 3\mu_a \mu'_s \quad (52)$$

Calcul des facteurs de réflexion diffuse R_∞ et sur fond noir R_0

Supposons un milieu infini dans les directions x et y , dont les interfaces (avec le vide ou avec d'autres milieux d'indices de réfraction différents) se trouvent dans des plans $z = cte$. Le facteur de réflexion R_z aux interfaces (où il y a discontinuité de l'indice de réfraction) est défini par le rapport entre la densité du courant rétrodiffusé et la densité du courant incident

au point z : $R_z = \frac{J_{z-}}{J_{z+}}$. Pour calculer les facteurs R_∞ et R_0 , il faut résoudre l'équation 52 en définissant les conditions aux limites.

Calcul du facteur de réflexion diffuse R_∞

Le facteur de réflexion diffuse R_∞ est mesuré lorsque l'épaisseur de l'échantillon est assez grande pour qu'il n'y ait plus de variation de R_∞ avec l'épaisseur. Pour le papier, l'intensité diffusée par une pile de feuilles ne doit pas varier si l'on ajoute une autre feuille. R_∞ s'obtient donc en considérant un milieu qui commence à $z = 0$ (interface avec la source) et qui est infini dans le demi-espace des z positifs (Figure 141).

On considère que le milieu est éclairé uniformément par une source plane infinie isotrope. La densité de courant J_{0+} est donc constante sur tout le matériau. Le facteur de réflexion diffuse

vaut $R_\infty = \frac{J_{0-}}{J_{0+}}$.

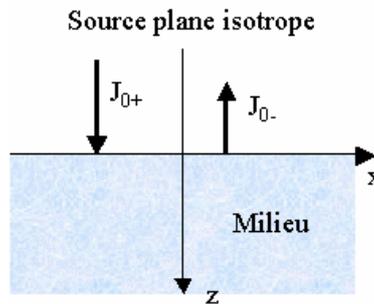


Figure 141. Cas d'un milieu semi-infini.

Déterminons les densités de courant J_{0-} et J_{0+} .

L'équation de diffusion 52 s'écrit $\frac{d^2n}{dz^2} - B^2n = 0$ et a pour solution générale :

$$n_z = A_1 \exp(-Bz) + A_2 \exp(Bz)$$

Donnons les conditions aux limites de cette équation. Comme n_z ne peut physiquement être infini quand z tend vers l'infini, $A_2 = 0$. Ainsi $n_z = A_1 \exp(-Bz) = n_0 \exp(-Bz)$.

On peut alors calculer les densités de courant à partir des équations 46 et 47 :

$$J_{0+} = v \left(\frac{n_0}{4} - \frac{1}{6\mu'_s} \left(\frac{dn}{dz} \right)_0 \right) = \frac{v}{4} \left(n_0 - d \left(\frac{dn}{dz} \right)_0 \right) = \frac{v}{4} (A_1 + A_1 B d) \text{ avec } d = \frac{2}{3\mu'_s}$$

$$J_{0-} = v \left(\frac{n_0}{4} + \frac{1}{6\mu'_s} \left(\frac{dn}{dz} \right)_0 \right) = \frac{v}{4} \left(n_0 + d \left(\frac{dn}{dz} \right)_0 \right) = \frac{v A_1}{4} (1 - B d)$$

D'où

$$R_\infty = \frac{J_{0-}}{J_{0+}} = \frac{n_0 + d \left(\frac{dn}{dz} \right)_0}{n_0 - d \left(\frac{dn}{dz} \right)_0} = \frac{1 - B d}{1 + B d} = \frac{1 - \frac{2}{\sqrt{3}} \sqrt{\frac{\mu_a}{\mu'_s}}}{1 + \frac{2}{\sqrt{3}} \sqrt{\frac{\mu_a}{\mu'_s}}} = \frac{1 - \sqrt{\frac{4\mu_a}{3\mu'_s}}}{1 + \sqrt{\frac{4\mu_a}{3\mu'_s}}} \quad (53)$$

Exprimons le rapport $\frac{\mu_a}{\mu_s}$ en fonction du facteur de réflexion diffuse R_∞ .

$$\sqrt{\frac{4\mu_a}{3\mu_s}}(1 + R_\infty) = R_\infty - 1, \text{ soit}$$

$$\frac{\mu_a}{\mu_s} = \frac{3}{4} \left(\frac{R_\infty - 1}{R_\infty + 1} \right)^2 = \frac{3}{4} \left(\frac{1 - R_\infty}{1 + R_\infty} \right)^2 \quad (54)$$

La mesure expérimentale du facteur de réflexion diffuse R_∞ donne le rapport des coefficients d'absorption et de diffusion.

Calcul de l'albédo sur fond noir R_0

L'albédo sur fond noir R_0 est le rapport entre l'intensité diffusée par une feuille de papier posée sur un fond noir et l'intensité incidente. Pour déterminer R_0 , on considère donc un milieu diffusant illimité suivant x et y , avec une interface en $z = 0$ avec la source, et borné par une surface libre (fond noir) en $z = z_0$ (Figure 142). L'albédo sur fond noir est défini par

$$R_0 = \frac{J_{0-}}{J_{0+}}.$$

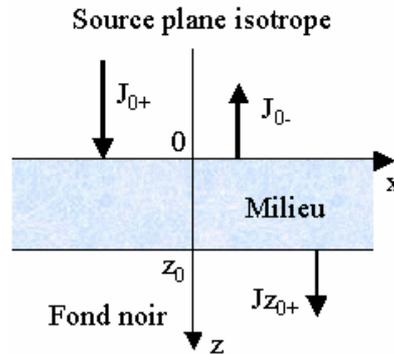


Figure 142. Cas d'un milieu borné par un fond noir.

La solution de l'équation de diffusion 52 est :

$$n_z = A_1 \exp(-Bz) + A_2 \exp(Bz) \quad (55)$$

Exprimons la constante A_2 en fonction de A_1 grâce aux conditions aux limites. Pour $z = z_0$, la densité de courant venant du fond est nulle car le fond n'émet pas et il absorbe les photons diffusés par le milieu (pas de rétrodiffusion de ces photons) : $J_{z_0-} = 0$.

$$\text{Comme } J_{z_0-} = \frac{v}{4} \left(n_{z_0} + d \left(\frac{dn}{dz} \right)_{z_0} \right),$$

$$n_{z_0} = -d \left(\frac{dn}{dz} \right)_{z_0} \quad (56)$$

En combinant les équations 56 et 55, on obtient :

$$n_{z_0} = -d(-A_1 B \exp(-Bz_0) + A_2 B \exp(Bz_0)) = A_1 \exp(-Bz_0) + A_2 \exp(Bz_0).$$

D'où $A_2(dB \exp(-Bz_0) + \exp(-Bz_0)) = -A_1 \exp(-Bz_0)(1 - Bd)$

$$\text{Soit } A_2 = -A_1 \exp(-2Bz_0) \frac{1 - Bd}{1 + Bd}$$

En remplaçant les valeurs de A_1 et de A_2 dans l'équation 55, la densité de photons vaut :

$$n_z = A_1 \exp(-Bz) - A_1 \exp(-2Bz_0) \frac{1 - Bd}{1 + Bd} \exp(Bz)$$

et sa dérivée par rapport à z vaut $\frac{dn}{dz} = -BA_1 \exp(-Bz) - A_1 \exp(-2Bz_0) \frac{1 - Bd}{1 + Bd} B \exp(Bz)$.

On peut ainsi calculer l'albédo sur fond noir :

$$R_0 = \frac{J_{0-}}{J_{0+}} = \frac{n_0 + d \left(\frac{dn}{dz} \right)_0}{n_0 - d \left(\frac{dn}{dz} \right)_0} = \frac{1 - \exp(-2Bz_0) \frac{1 - Bd}{1 + Bd} - dB \left(1 + \exp(-2Bz_0) \frac{1 - Bd}{1 + Bd} \right)}{1 - \exp(-2Bz_0) \frac{1 - Bd}{1 + Bd} + dB \left(1 + \exp(-2Bz_0) \frac{1 - Bd}{1 + Bd} \right)}$$

Comme $\frac{1 - Bd}{1 + Bd} = R_\infty$, on a :

$$R_0 = \frac{1 - \exp(-2Bz_0)R_\infty - Bd(1 + R_\infty \exp(-2Bz_0))}{1 - \exp(-2Bz_0)R_\infty + Bd(1 + R_\infty \exp(-2Bz_0))} = \frac{1 - Bd - R_\infty \exp(-2Bz_0)(1 + Bd)}{1 + Bd - R_\infty \exp(-2Bz_0)(1 - Bd)}$$

En divisant numérateur et dénominateur par $1 + Bd$, on obtient :

$$R_0 = \frac{\frac{1 - Bd}{1 + Bd} - R_\infty \exp(-2Bz_0)}{1 - R_\infty \exp(-2Bz_0) \frac{1 - Bd}{1 + Bd}} = \frac{R_\infty - R_\infty \exp(-2Bz_0)}{1 - R_\infty^2 \exp(-2Bz_0)} \quad (57)$$

Calcul des coefficients de diffusion μ'_s et d'absorption μ_a

Exprimons maintenant les coefficients de diffusion μ'_s et d'absorption μ_a en fonction du facteur de réflexion diffuse R_∞ et de l'albédo R_0 sur fond noir, mesurables expérimentalement.

D'après l'équation 57, $\exp(-2Bz_0) = \frac{1}{R_\infty} \frac{R_\infty - R_0}{1 - R_\infty R_0}$.

D'où $B = -\frac{1}{2z_0} \ln \left(\frac{1}{R_\infty} \frac{R_\infty - R_0}{1 - R_\infty R_0} \right)$, c'est-à-dire :

$$\sqrt{3\mu_a \mu'_s} = \frac{1}{2z_0} \ln \left(R_\infty \frac{1 - R_\infty R_0}{R_\infty - R_0} \right) \quad (58)$$

La mesure du facteur de réflexion diffuse et de l'albédo sur fond noir, ainsi que la connaissance de l'épaisseur de l'échantillon, permettent de déterminer le produit des coefficients de réflexion et d'absorption.

Avec les équations 58 et 54, on peut ainsi déterminer les libres parcours moyens de diffusion et d'absorption par des mesures expérimentales de facteurs de réflexion sur des échantillons de papier. Les coefficients de diffusion et d'absorption s'expriment en fonction du facteur de réflexion diffuse R_∞ , de l'albédo sur fond noir R_0 et de l'épaisseur de l'échantillon z_0 :

$$\mu'_s = \frac{1}{3z_0} \left(\frac{1+R_\infty}{1-R_\infty} \right) \ln \left(\frac{1-R_\infty R_0}{1-\frac{R_0}{R_\infty}} \right) \text{ et } \mu_a = \frac{1}{4z_0} \left(\frac{1-R_\infty}{1+R_\infty} \right) \ln \left(\frac{1-R_\infty R_0}{1-\frac{R_0}{R_\infty}} \right)$$

Ces coefficients sont bien positifs. En effet par définition $R_\infty^2 < 1$, soit $R_\infty^2 R_0 < R_0$, $-R_\infty^2 R_0 > -R_0$, $R_\infty - R_\infty^2 R_0 > R_\infty - R_0$, $R_\infty(1-R_\infty R_0) > R_\infty - R_0$, d'où $R_\infty \frac{1-R_\infty R_0}{R_\infty - R_0} > 1$ car $R_0 < R_\infty$.

L'approximation de diffusion et la théorie de Kubelka-Munk donnent dans de nombreux cas des résultats identiques, bien que les coefficients d'absorption et de diffusion diffèrent. Les liens entre les coefficients K et S de la théorie de Kubelka-Munk et μ'_s et μ_a obtenus dans le cadre de l'approximation de diffusion sont :

$$S = \frac{3}{4} \mu'_s - \mu_a \text{ et } K = 2\mu_a$$

Modèles incluant la structure du papier

Plusieurs modèles ont ensuite été proposés afin de prendre en compte la structure en couches du papier. Une approche à partir de la théorie de Stokes permet d'obtenir des équations sur la diffusion de la lumière plus générales que celles de Kubelka-Munk, qui représentent alors un cas particulier [50]. La structure est décrite à une dimension comme une pile de couches planes et parallèles, qui peuvent avoir des propriétés différentes (alternance de strates d'air et de cellulose par exemple). Un bilan est effectué sur les flux transmis et réfléchis par chaque couche. Un autre modèle propose de partir d'une structure en couches et d'utiliser la théorie de Mie [51].

Des descriptions en trois dimensions ont également été développées pour réaliser des simulations numériques. La structure du papier est modélisée et la propagation de la lumière est calculée avec des simulations de Monte Carlo [52, 53].

Bibliographie

[50] SCALLAN A.M. **An alternative approach to the Kubelka-Munk theory**. Journal of pulp and paper science, mai 1985, vol. 11, n°3, p. J80-J84

[51] LESKELÄ M. **A model for the optical properties of paper. Part 1. The theory**. Paperi ja puu, 1993, vol. 75, n°9, p. 683-688

[52] CARLSSON J., MALMQVIST L., PERSSON W. **Three-dimensional modelling of paper structure: optical properties of paper and print**. TAGA proceedings, 49th annual technical conference, Quebec City, Canada, 1997, p. 185-199

[53] LU W., CARLSSON L.A. **Micro-model of paper. Part 2: Statistical analysis of the paper structure**. Tappi journal, janv. 1996, vol. 79, n°1, p. 203-210

B. Théorème de Wiener-Khinchin

Posons comme définition de la transformée de Fourier :

$$E(t) = \int_{\nu=-\infty}^{\infty} E(\nu) \exp(-2i\pi\nu t) d\nu$$

Son complexe conjugué s'exprime par :

$$E^*(t) = \int_{\nu=-\infty}^{\infty} E^*(\nu) \exp(2i\pi\nu t) d\nu$$

Calculons $\Gamma(\tau)$ l'autocorrélation du champ électrique $E(\tau)$.

$$\Gamma(\tau) = \langle E(t)^* \cdot E(t + \tau) \rangle = \int_{t=-\infty}^{\infty} E(t)^* \cdot E(t + \tau) dt$$

Remplaçons l'expression des champs par leur transformée de Fourier.

$$\Gamma(\tau) = \int_{t=-\infty}^{\infty} \left[\int_{\nu=-\infty}^{\infty} E^*(\nu) \exp(2i\pi\nu t) d\nu \right] \left[\int_{\nu'=-\infty}^{\infty} E(\nu') \exp(2i\pi\nu'(t + \tau)) d\nu' \right] dt$$

$$\Gamma(\tau) = \int_{t=-\infty}^{\infty} \int_{\nu'=-\infty}^{\infty} \int_{\nu=-\infty}^{\infty} E^*(\nu) E(\nu') \exp(2i\pi\nu t) \exp(-2i\pi\nu'(t + \tau)) d\nu \cdot d\nu' dt$$

$$\Gamma(\tau) = \int_{t=-\infty}^{\infty} \int_{\nu'=-\infty}^{\infty} \int_{\nu=-\infty}^{\infty} E^*(\nu) E(\nu') \exp(2i\pi\nu t) \exp(-2i\pi\nu'(t + \tau)) d\nu \cdot d\nu' dt$$

$$\Gamma(\tau) = \int_{t=-\infty}^{\infty} \int_{\nu'=-\infty}^{\infty} \int_{\nu=-\infty}^{\infty} E^*(\nu) E(\nu') \exp(2i\pi(\nu - \nu')t) \exp(-2i\pi\nu'\tau) d\nu \cdot d\nu' dt$$

Intégrons sur le temps t .

$\int_{t=-\infty}^{\infty} \exp(2i\pi(\nu - \nu')t) dt = \int_{t=-\infty}^{\infty} \exp(-2i\pi(\nu' - \nu)t) dt$ est la transformée de Fourier de la fonction constante unité au point $\nu' - \nu$. Notons $\delta(\nu)$ la fonction Dirac au point ν . Alors

$$\Gamma(\tau) = \int_{\nu=-\infty}^{\infty} \int_{\nu'=-\infty}^{\infty} E^*(\nu) E(\nu') \delta(\nu - \nu') \exp(-2i\pi\nu'\tau) d\nu \cdot d\nu'$$

La fonction d'autocorrélation est donc non nulle uniquement lorsque $\nu' = \nu$:

$$\Gamma(\tau) = \int_{\nu=-\infty}^{\infty} E^*(\nu) E(\nu) \exp(-2i\pi\nu\tau) d\nu$$

Donc $\Gamma(\tau) = \int_{\nu=-\infty}^{\infty} |E(\nu)|^2 \exp(-2i\pi\nu\tau) d\nu$ où $E(\nu)$ est la transformée de Fourier du champ électrique $E(\tau)$.

L'autocorrélation du champ électrique est égale à la transformée de Fourier du module au carré de la transformée de Fourier du champ.

Par définition, la densité spectrale de puissance $S_{source}(\nu)$ de la source est le carré du module de la transformée de Fourier du champ électrique : $S_{source}(\nu) = |TF(E(\tau))|^2 = |E(\nu)|^2$.

Donc l'autocorrélation du champ est égale à la transformée de Fourier de la densité spectrale de la source : $\Gamma(\tau) = TF(S_{source}(\nu))$.

C. Interférences en lumière polychromatique

Les champs issus des deux bras de l'interféromètre, d'une part \vec{E}_{ref} réfléchi par le miroir de référence et d'autre part \vec{E}_{ech} rétrodiffusé par l'échantillon, interfèrent sur le détecteur. Le temps de retard τ entre les deux ondes vaut $\tau = \frac{\delta}{c}$ où δ est la différence de chemin optique entre les deux bras de l'interféromètre et c la vitesse de la lumière. On suppose que la source éclairant l'interféromètre a une cohérence spatiale parfaite, que l'interféromètre est compensé en dispersion et que les polarisations sont alignées.

En supposant que le détecteur capte toute la lumière des deux bras de l'interféromètre, l'intensité détectée $I(\tau)$ vaut :

$$I(\tau) = \left\langle \left(\vec{E}_{ech}(t) + \vec{E}_{ref}(t + \tau) \right) \left(\vec{E}_{ech}(t) + \vec{E}_{ref}(t + \tau) \right)^* \right\rangle$$

soit $I(\tau) = \left\langle \left| \vec{E}_{ech}(t) \right|^2 \right\rangle + \left\langle \left| \vec{E}_{ref}(t + \tau) \right|^2 \right\rangle + 2 \operatorname{Re} \left\langle \vec{E}_{ech}(t) \vec{E}_{ref}(t + \tau)^* \right\rangle$,

où la moyenne $\langle \rangle$ est effectuée sur le temps d'intégration du détecteur, beaucoup plus long que la période d'oscillation des champs électriques des ondes lumineuses. Le symbole $*$ indique le complexe conjugué et $\operatorname{Re}(\)$ la partie réelle d'un complexe.

Comme les champs sont stationnaires, $\left\langle \left| \vec{E}_{ref}(t + \tau) \right|^2 \right\rangle = \left\langle \left| \vec{E}_{ref}(t) \right|^2 \right\rangle$.

En posant $I_{ref} = \left\langle \left| \vec{E}_{ref} \right|^2 \right\rangle$ et $I_{ech} = \left\langle \left| \vec{E}_{ech} \right|^2 \right\rangle$ les intensités lumineuses arrivant sur le détecteur et venant respectivement des bras de la référence et de l'échantillon, l'intensité détectée est égale à :

$$I(\tau) = I_{ref} + I_{ech} + 2 \operatorname{Re}(\Gamma_{ech/ref}(\tau))$$

où $\Gamma_{ref/ech}(\tau) = \left\langle \vec{E}_{ech}(t) \vec{E}_{ref}(t + \tau)^* \right\rangle$ est la fonction de cohérence mutuelle des deux champs, égale à l'intercorrélation des signaux provenant des deux bras de l'interféromètre.

Introduisons le degré complexe de cohérence mutuelle $\gamma_{ech/ref}(\tau)$ qui est la fonction de cohérence mutuelle $\Gamma_{ech/ref}(\tau)$ normalisée :

$$\gamma_{ech/ref}(\tau) = \frac{\left\langle \vec{E}_{ech}(t) \vec{E}_{ref}(t + \tau)^* \right\rangle}{\sqrt{\left\langle \vec{E}_{ech}(t) \vec{E}_{ech}(t)^* \right\rangle \left\langle \vec{E}_{ref}(t + \tau) \vec{E}_{ref}(t + \tau)^* \right\rangle}} = \frac{\left\langle \vec{E}_{ech}(t) \vec{E}_{ref}(t + \tau)^* \right\rangle}{\sqrt{\left\langle \left| \vec{E}_{ech}(t) \right|^2 \right\rangle \left\langle \left| \vec{E}_{ref}(t + \tau) \right|^2 \right\rangle}}$$

$$\text{Soit } \gamma_{ech/ref}(\tau) = \frac{\left\langle \vec{E}_{ech}(t) \vec{E}_{ref}(t + \tau)^* \right\rangle}{\sqrt{I_{ref} I_{ech}}}$$

$\gamma_{ech/ref}(\tau)$ indique le niveau de corrélation des caractéristiques spatiales et temporelles des deux champs référence et échantillon.

L'intensité détectée peut se réécrire sous la forme :

$$I(\tau) = I_{ref} + I_{ech} + 2 \sqrt{I_{ref} I_{ech}} \operatorname{Re}(\gamma_{ech/ref}(\tau)).$$

Dans un montage interférométrique, les champs dans les deux bras ont été émis par la même source à deux instants différents. L'intensité détectée vaut donc :

$$I(\tau) = I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}} \operatorname{Re}(\gamma(\tau))$$

où $\gamma(\tau)$ est le degré complexe de cohérence de la source. $\Gamma(\tau) = \langle \vec{E}(t)\vec{E}(t+\tau)^* \rangle$ est la fonction de cohérence de la source, égale à l'autocorrélation du champ électrique.

On définit la densité spectrale de puissance $S_{source}(\nu)$ de la source par le carré du module de la transformée de Fourier du champ électrique :

$$S_{source}(\nu) = |TF(E(\tau))|^2$$

Le théorème de Wiener-Khinchin (annexe B) nous dit que l'autocorrélation temporelle du champ électrique de l'onde émise par la source $\Gamma(\tau)$ est égale à la transformée de Fourier de sa densité spectrale de puissance $S_{source}(\nu)$:

$$\Gamma(\tau) = TF(S_{source}(\nu)) = \int_{-\infty}^{\infty} S_{source}(\nu) \exp(-2i\pi\nu\tau) d\nu$$

On déduit de ce résultat que l'intensité détectée dépend de la forme et de la largeur du spectre de la source utilisée, qui sont donc deux paramètres importants en OCT.

Le théorème peut aussi s'appliquer au degré complexe de cohérence de la source $\gamma(\tau)$, à une constante multiplicative près :

$$\gamma(\tau) \propto \int_{-\infty}^{\infty} S_{source}(\nu) \exp(-2i\pi\nu\tau) d\nu$$

$$\text{soit } \gamma(\tau) = \int_{-\infty}^{\infty} S_{source_norm}(\nu) \exp(-2i\pi\nu\tau) d\nu \text{ en normalisant le spectre de la source.}$$

Considérons un profil spectral que l'on peut approcher par une fonction gaussienne.

$$S_{source}(\nu) \propto \exp\left(-\left(2\sqrt{\ln 2} \frac{\nu - \nu_0}{\Delta\nu}\right)^2\right) \text{ pour une source de largeur spectrale totale à mi-hauteur}$$

$\Delta\nu$ et de fréquence centrale ν_0 .

Pour des raisons de simplification des calculs, posons que la densité spectrale de puissance

$$\text{normalisée vaut } S_{source_norm}(\nu) = \frac{2}{\Delta\nu} \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} \exp\left(-\left(2\sqrt{\ln 2} \frac{\nu - \nu_0}{\Delta\nu}\right)^2\right).$$

D'après le théorème de Wiener-Khinchin, le degré complexe de cohérence de la source est égal à $\gamma(\tau) = TF(S_{source_norm}(\nu))$, soit :

$$\gamma(\tau) = \frac{2}{\Delta\nu} \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} \cdot TF\left(\exp\left(-\frac{4\ln 2}{\Delta\nu^2} \nu^2\right)\right) \cdot \exp(-2i\pi\nu_0\tau)$$

avec la propriété de translation de la transformée de Fourier.

Comme $TF(\exp(-ax^2)) = \sqrt{\frac{\pi}{a}} \exp\left(-\frac{\pi^2\tau^2}{a}\right)$, le degré complexe de cohérence vaut

$$\gamma(\tau) = \exp\left(-\left(\frac{\pi\Delta\nu\tau}{2\sqrt{\ln 2}}\right)^2\right) \cdot \exp(-2i\pi\nu_0\tau)$$

L'intensité détectée vaut donc :

$$I(\tau) = I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}}|\gamma(\tau)|\cos(2\pi\nu_0\tau)$$

$$I(\tau) = I_{ref} + I_{ech} + 2\sqrt{I_{ref}I_{ech}}\exp\left(-\frac{\pi^2\tau^2\Delta\nu^2}{4\ln 2}\right)\cos(2\pi\nu_0\tau)$$

L'enveloppe de l'interférogramme est $|\gamma(\tau)| = \exp\left(-\frac{\pi^2\tau^2\Delta\nu^2}{4\ln 2}\right)$. Ainsi, lorsque la source a une grande largeur spectrale $\Delta\nu$, l'enveloppe franges est étroite. L'amplitude du terme d'interférence diminue très vite avec la différence de marche entre les deux bras de l'interféromètre. Les interférences sont donc présentes autour de la différence de chemin optique nulle ou inférieure à une valeur, appelée longueur de cohérence de la source.

La longueur de cohérence d'une source est définie comme la largeur totale à mi-hauteur de l'enveloppe de la fonction de cohérence de la source en fonction de la différence de chemin optique $|\Gamma(\delta)|$. Lorsque la source a un profil spectral gaussien, alors

$$|\Gamma(\delta)| \propto \exp\left(-\frac{\pi^2\Delta\nu^2\delta^2}{4\ln 2c^2}\right) \text{ avec } \tau = \frac{\delta}{c} \cdot |\Gamma(\delta_0)| = \frac{1}{2} \text{ pour } \delta_0 = \frac{2\ln 2c}{\pi\Delta\nu}.$$

La longueur de cohérence d'une source gaussienne est donc égale à $L_c = 2\delta_0 = \frac{4\ln 2c}{\pi\Delta\nu} = \frac{4\ln 2}{\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta\lambda}$ avec $\lambda_0 = \frac{c}{\nu_0}$ la

longueur d'onde centrale d'émission et $\Delta\lambda = \lambda_0^2 \frac{\Delta\nu}{c}$ la bande spectrale d'émission.

La résolution en profondeur Δz est la plus petite distance entre deux éléments de l'échantillon qui pourront être séparés. Comme le montage interférométrique est en réflexion, le faisceau parcourt deux fois le chemin dans le milieu. La résolution axiale Δz est donc donnée par la moitié de la longueur de cohérence, soit $\Delta z = \frac{L_c}{2}$.

Dans le cas d'une source de profil spectral gaussien, la résolution en profondeur dans un milieu d'indice de réfraction n vaut donc $\Delta z = \frac{2\ln 2}{n\pi} \frac{c}{\Delta\nu} = \frac{2\ln 2}{n\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta\lambda}$ où λ_0 est la longueur

d'onde centrale du spectre gaussien et $\Delta\lambda$ la largeur spectrale effective du montage d'OCT (en tenant compte à la fois du spectre d'émission de la source et des réponses spectrales du détecteur et des optiques).

D. Calcul de la sensibilité théorique du montage

L'image tomographique est reconstruite par un algorithme de Larkin à partir de cinq images interférométriques décalées de $\frac{\pi}{2}$. Soit N_i le nombre de photo-électrons de l'image i fournie par la caméra pour une position de la surface de référence. Les cinq images de l'algorithme sont de la forme :

$$\begin{aligned} N_0 &= \Gamma I_0 (R_{ref} + R_c + R_i + 2\sqrt{R_{ref}R_c} \cos(\phi)) \\ N_{\pi/2} &= \Gamma I_0 (R_{ref} + R_c + R_i + 2\sqrt{R_{ref}R_c} \sin(\phi)) \\ N_{\pi} &= \Gamma I_0 (R_{ref} + R_c + R_i - 2\sqrt{R_{ref}R_c} \cos(\phi)) \\ N_{3\pi/2} &= \Gamma I_0 (R_{ref} + R_c + R_i - 2\sqrt{R_{ref}R_c} \sin(\phi)) \\ N_{2\pi} &= \Gamma I_0 (R_{ref} + R_c + R_i + 2\sqrt{R_{ref}R_c} \cos(\phi)) \end{aligned}$$

où Γ est le rendement quantique de la caméra, I_0 l'intensité incidente, ϕ la différence de phase entre les ondes interférant, R_{ref} le coefficient de réflexion de la surface de référence, R_c le flux cohérent provenant du bras de l'échantillon (qui interfère avec la référence) et R_i le flux incohérent arrivant sur le détecteur (flux renvoyé par les structures de l'échantillon hors plan d'interférence et réflexions parasites du montage).

On suppose que la détection est limitée par le bruit de photons, bruit additif à moyenne nulle, et que l'arrivée des photons suit une statistique de Poisson. Les cinq images de la caméra sont alors des variables indépendantes de variance égale à leur moyenne. Lorsque l'on accumule n images sur chaque position de la référence, les images interférométriques obtenues ont alors une moyenne et une variance égale à n fois la moyenne d'une image sans accumulation.

Afin de déterminer les performances théoriques du montage d'OCT, calculons le rapport entre les images tomographiques de plus grandes et de plus petites valeurs :

$$Q = \frac{\text{image max}}{\text{image min}}$$

La caméra est réglée proche de la saturation. L'image tomographique de plus grande intensité obtenue sur un échantillon vaut :

$$I_{\max} = \left(N_{3\pi/2} - N_{\pi/2} \right)^2 - (N_0 - N_{\pi}) (N_{\pi} - N_{2\pi}) = 16\Gamma^2 I_0^2 R_{ref} R_c$$
, avec des images interférométriques de moyenne quasiment égale à $N_{sat} = n\xi_{sat}$, où n est le nombre d'accumulations et ξ_{sat} la capacité de charges en électrons par pixel de la caméra (en pratique, afin d'éviter que des pixels saturent à cause du bruit de photons, la moyenne des images vaut $N_{sat} - \sqrt{N_{sat}}$, qui est quasiment égale à N_{sat} compte tenu de la grande valeur de la capacité de charges). Sur un échantillon diffusant comme le papier, le coefficient de réflexion cohérent et l'amplitude des franges sont très faibles par rapport au flux provenant de

la surface de référence et au flux incohérent. Ainsi en pratique $N_{sat} \approx \Gamma I_0 (R_{ref} + R_i)$. On a

$$\text{donc } I_{\max} \approx \frac{16N_{sat}^2 R_{ref} R_c}{(R_{ref} + R_i)^2}$$

L'image tomographique de plus faible intensité détectée correspond au bruit de fond du montage. Elle est obtenue expérimentalement en l'absence d'interférence (le coefficient de réflexion cohérent est nul). Sa valeur est déterminée par une moyenne sur tous les pixels. Décomposons les images interférométriques N_i par la somme d'une valeur déterministe constante égale à leur moyenne et d'un bruit de photons b_i à moyenne nulle. Comme les images interférométriques ont même moyenne, on trouve :

$$I_{\min} = \langle I \rangle_{R_c=0} = \langle b_{3\pi/2}^2 \rangle + \langle b_{\pi/2}^2 \rangle - 2\langle b_{3\pi/2} b_{\pi/2} \rangle - \langle b_0 b_{\pi} \rangle + \langle b_0 b_{2\pi} \rangle + \langle b_{\pi}^2 \rangle - \langle b_{\pi} b_{2\pi} \rangle$$

Les images interférométriques sont des variables indépendantes, donc $\langle b_i b_j \rangle = \langle b_i \rangle \langle b_j \rangle = 0$.

De plus, leur variance $\langle b_i^2 \rangle$ est égale à leur moyenne : $\langle b_i^2 \rangle = N_{sat} = n \xi_{sat}$. Ainsi $I_{\min} = 3N_{sat}$.

$$\text{Le rapport } Q \text{ vaut donc } Q = \frac{I_{\max}}{I_{\min}} = \frac{16N_{sat}^2 R_{ref} R_c}{(R_{ref} + R_i)^2 3N_{sat}} = \frac{16n \xi_{sat} R_{ref} R_c}{3(R_{ref} + R_i)^2}$$

La sensibilité correspond au plus petit coefficient de réflexion de l'échantillon détectable par le montage. Il s'agit donc de la valeur de R_c lorsque l'image tomographique est au niveau du bruit de fond, soit $Q=1$. Donc la sensibilité de détection du montage vaut

$$R_{c\min} = \frac{3(R_{ref} + R_i)^2}{16n \xi_{sat} R_{ref}}$$

Elle dépend de la lumière incohérente détectée par la caméra. La lumière parasite doit ainsi être minimisée. Tous les composants optiques sont traités anti-reflets. Elle dépend également du moyennage, de la capacité de charges de la caméra et du coefficient de réflexion de la surface de référence.

La sensibilité du montage est directement proportionnelle au nombre d'accumulations d'images et à la capacité en électrons par pixel de la caméra. Il faut donc choisir la caméra présentant la plus grande capacité en électrons possible, ainsi qu'une cadence élevée afin de moyenner les images rapidement (gain de temps et risque de dérive du système sur le long terme).

Afin d'avoir la meilleure sensibilité possible, le facteur de réflexion de la surface de référence doit être choisi de façon adaptée. Le coefficient de réflexion optimal R_{ref_opt} est déterminé par un calcul de dérivé afin de minimiser le coefficient de réflexion de l'échantillon R_c . On trouve que R_c est minimal lorsque $R_{ref} = R_i = R_{ref_opt}$ (cette relation est vraie pour n'importe quelle valeur du rapport Q). Il faut donc choisir et adapter le coefficient de réflexion de la surface de référence en fonction de la lumière incohérente réfléchi par l'échantillon afin d'avoir la sensibilité optimale.

Résumé

La structure interne du papier détermine la majorité des propriétés de ce matériau. Sa connaissance est donc très utile pour les papetiers. Cependant, il n'existe pas de méthode simple et rapide pour obtenir cette structure. Lors de la thèse, un montage de tomographie par cohérence optique (OCT) plein champ avec une source thermique a été développé afin d'appliquer à l'étude du papier cette technique non destructive issue de la biologie. La résolution spatiale est de l'ordre du micron dans les trois dimensions. Des images de la structure de feuilles de papier ont été obtenues. Les résultats et la profondeur d'imagerie dépendent fortement du type de papier et de ses propriétés optiques. La limite fondamentale de cette méthode est la forte diffusion multiple dans ce matériau. L'OCT présente cependant de nombreuses applications potentielles en papeterie et les essais expérimentaux montrent que des améliorations pourront être apportées afin d'augmenter la profondeur d'imagerie.

Mots clés

Tomographie, optique, OCT, papier, structure, diffusion

Abstract

Title

Development and application of full-field optical coherence tomography for the study of paper

Abstract

Paper internal structure defines many of its final properties. Thus structure characterisation is a useful tool for papermakers. However, there are no user-friendly, fast and cost-effective methods that provide paper structure. During this PhD, a system based on full-field optical coherence tomography (OCT) with a thermal light source was developed to study paper. This non-destructive method comes from biomedical field. Spatial resolution of the setup is about one micrometer in the three directions. Images of inside structure of paper sheets were acquired. Results and penetration depth depend strongly on the kind of paper and on its optical properties. The fundamental limitation of this technique is multiple scattering in paper. OCT offers yet many potential applications in paper industry and experiments prove that improvements would be possible to increase penetration depth.

Key words

Tomography, optics, OCT, paper, structure, scattering