

MODÈLES ALEATOIRES MORPHOLOGIQUES DE MICROSTRUCTURES

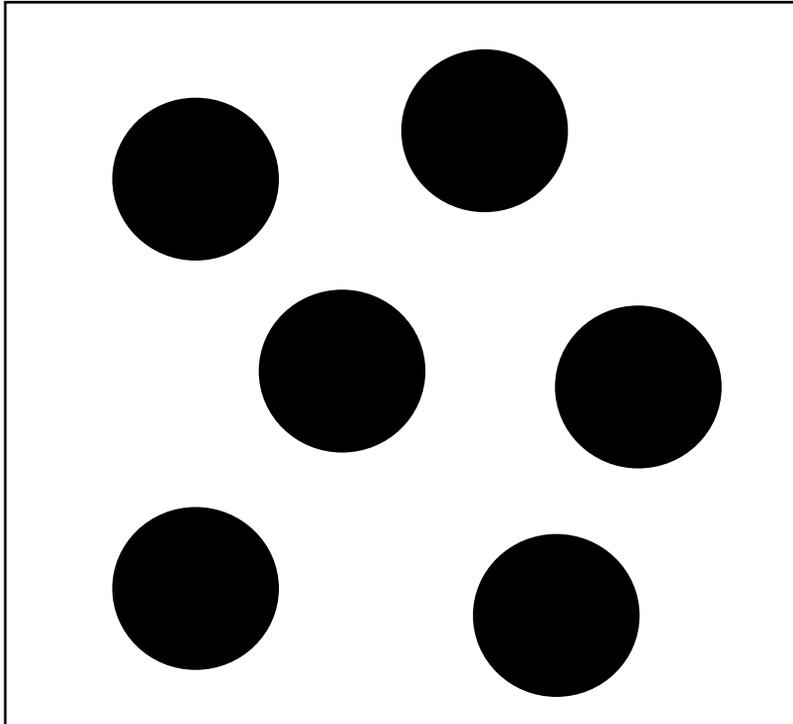
MAXIME MOREAUD, maxime.moreaud@ifpen.fr



SCHEMA BOOLÉEN



Domaine D, n objets



● A' : grains primaires

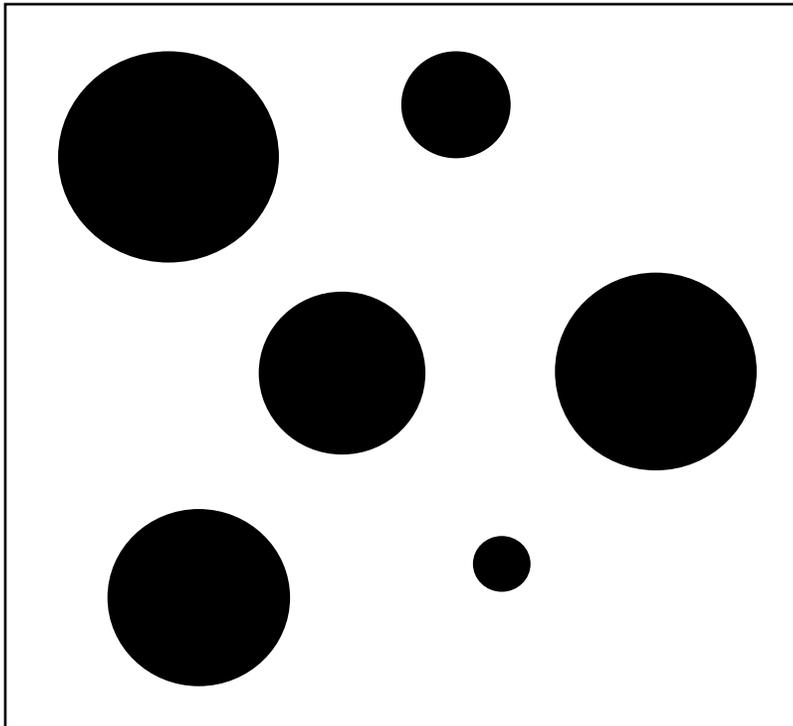
$A=U(A')$

$S(A')= \text{Aire de } A'$

Aa : fraction surfacique de A

Aa ?

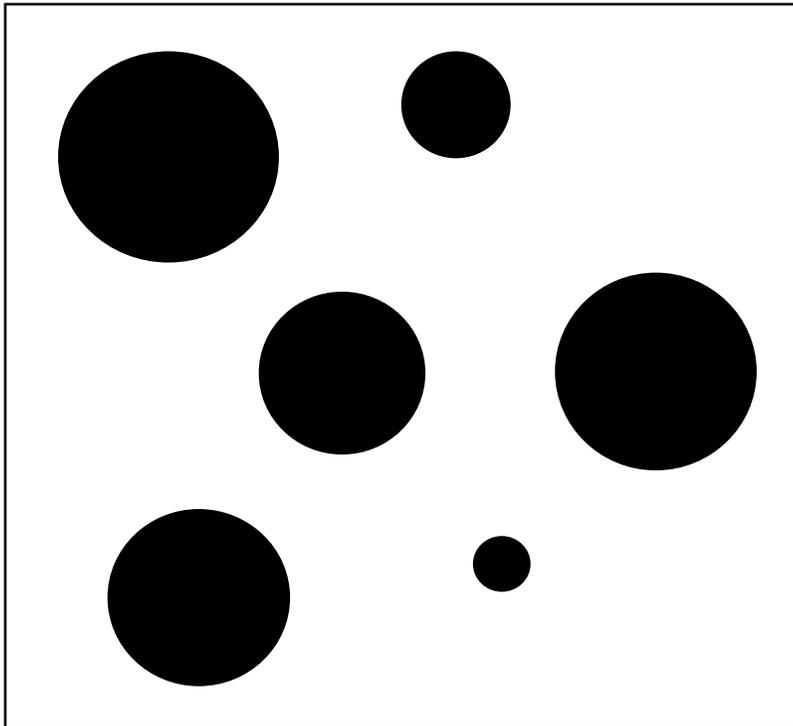
$$Aa = \frac{S(A)}{S(D)} = \frac{\sum_{i=1}^n S(A_i')}{S(D)}$$



● A' : grains primaires aléatoires

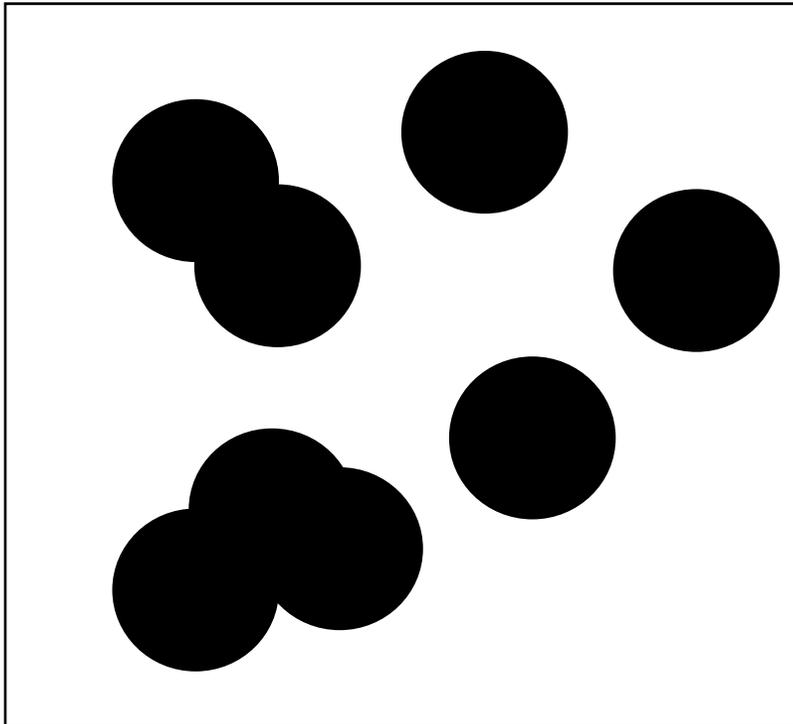
$$Aa = \frac{S(A)}{S(D)} = \frac{n \cdot \bar{S}(A')}{S(D)}$$

Nombre aléatoire d'objets aléatoires



θ : densité de points (nb. points par unité de surface)

$$Aa = \frac{\theta \cdot \bar{S}(A')}{S(D)}$$



Nombre aléatoire d'objets aléatoires et recouvrement

Placement de points dans l'espace avec une certaine densité, points mutuellement indépendants (pas de contraintes)

Processus de points de Poisson

$$1 - A_a = \exp(-\theta \cdot \bar{S}(A'))$$

Schéma booléen :

Union de grains primaires A' placés suivant un processus de points de Poisson de densité θ

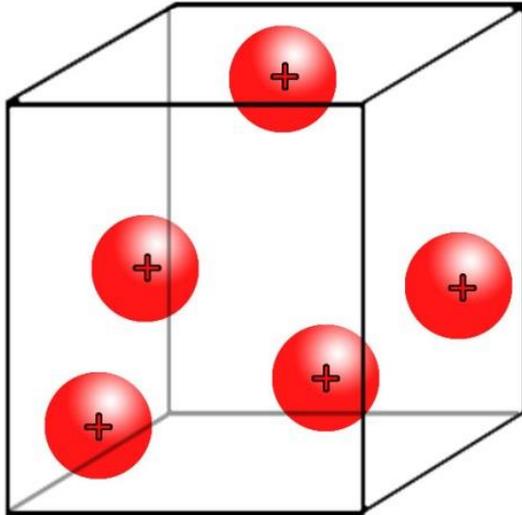
Paramètres : (θ, A')

En général, on souhaite simuler un schéma avec une fraction surfacique visée, on cherche donc à estimer Θ

$$\theta = \frac{-\ln(1 - Aa)}{\bar{S}(A')}$$

Propriété : stationnaire (une caractéristique du modèle ne dépend pas de l'endroit où on la calcule)

Domaine D (3D) , n objets



 A' : grains primaires

$A=U(A')$

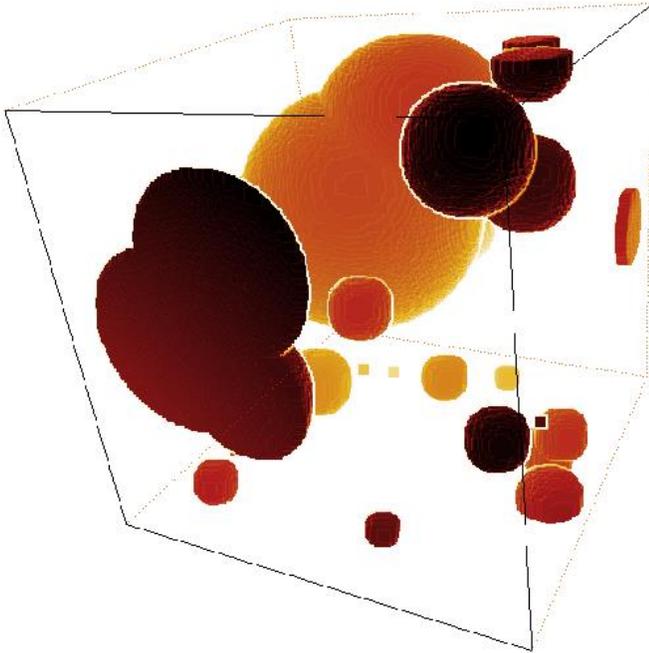
$V(A')=$ Volume de A'

V_v : fraction volumique de A

$V_v ?$

$$V_v = \frac{V(A)}{V(D)} = \frac{\sum_{i=1}^n V(A_i')}{V(D)}$$

Domaine D (3D) , nombre aléatoire d'objets



Nombre aléatoire d'objets aléatoires et recouvrement

Placement de points dans l'espace avec une certaine densité, points mutuellement indépendants (pas de contraintes)

Processus de Point de Poisson

$$1 - V_v = \exp(-\theta \cdot \bar{V}(A'))$$

Schéma booléen :

Union de grains primaires A' placés suivant un processus de point de Poisson de densité θ

Paramètres : (θ, A')

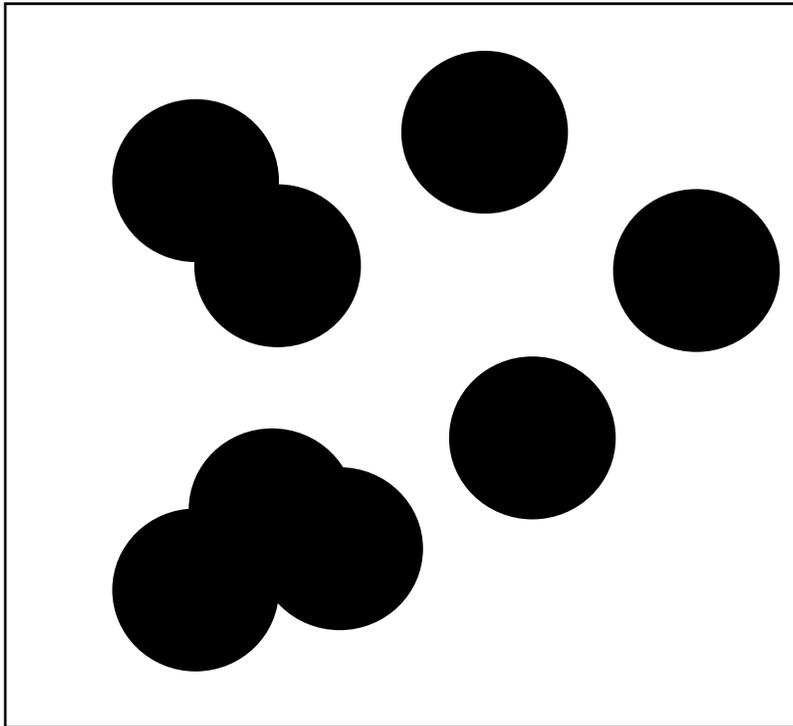
En général, on souhaite simuler un schéma avec une fraction volumique visée, on cherche donc à estimer Θ

$$\theta = \frac{-\ln(1 - V_v)}{\bar{V}(A')}$$

SCHEMA BOOLÉEN

COVARIANCE





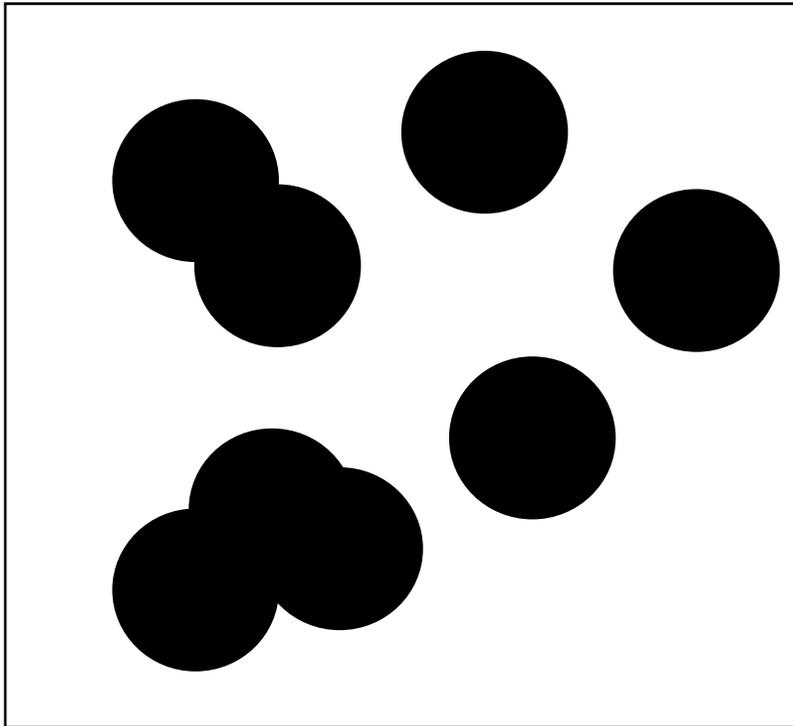
A^c : complémentaire de A (D-A)

Considérons la probabilité qu'un point aléatoire tiré dans D tombe dans A ou à l'extérieur de A

$$P\{x \in A\} = \frac{S(A)}{S(D)} = Aa$$

$$P\{x \in A^c\} = \frac{S(D-A)}{S(D)} = \frac{S(D) - S(A)}{S(D)} = 1 - Aa$$

$$P\{x \in A^c\} = \exp(-\theta \cdot \bar{S}(A'))$$



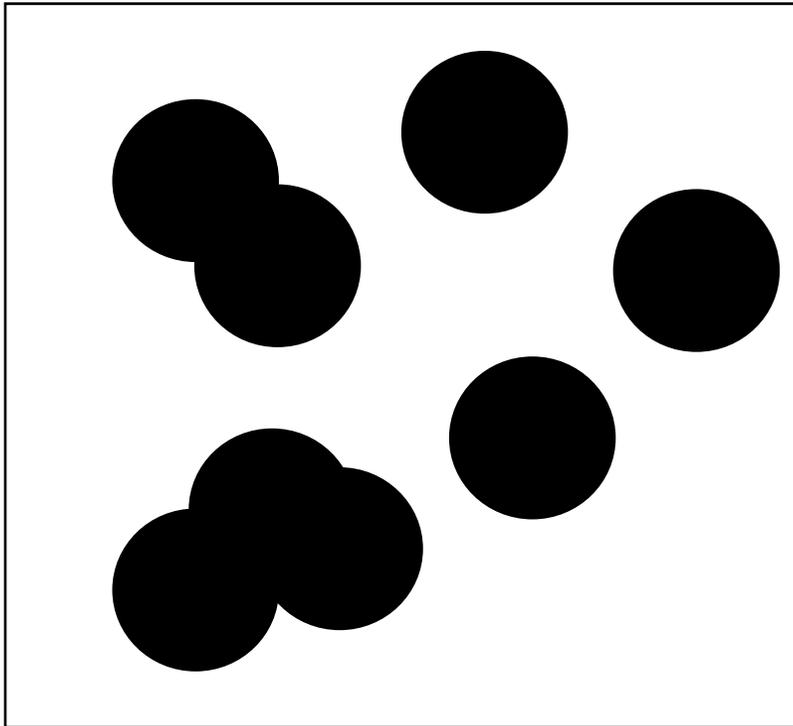
Considérons la probabilité qu'un premier point aléatoire tiré dans D tombe à l'extérieur de A et qu'un deuxième point aléatoire tiré également dans D , à une distance h du premier, tombe aussi à l'extérieur de A

Si h est grand, les probabilités entre les deux points sont indépendantes

$$Q(h) = P\{x \in A^c, x+h \in A^c\}$$

$$Q(h) = (1 - Aa)(1 - Aa)$$

$$Q(h) = q^2$$



Si ce n'est pas le cas (h petit), les probabilités entre les deux points sont liés par :

_la forme des grains A'

_la distance entre les grains A'

$$Q(h) = q^{2-r(h)}$$

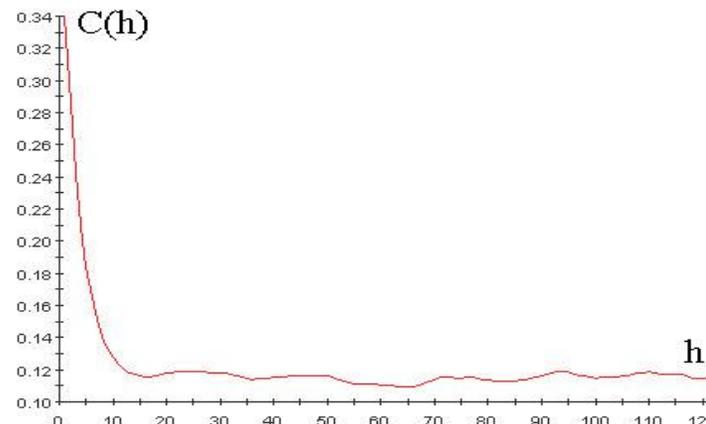
$$K(h) = \bar{S}(A' \cap A'_h), r(h) = \frac{K(h)}{K(0)}$$

COVARIANCE

- Probabilité qu'un premier point aléatoire tiré dans D tombe dans un ensemble et qu'un deuxième point aléatoire tiré également dans D , à une distance h du premier, tombe aussi dans le même ensemble
- Pour un schéma Booléen (Θ, A') , on a :

$$Q(h) = P\{x \in A^c, x+h \in A^c\} = q^{2-r(h)} \quad K(h) = \bar{S}(A' \cap A'_h), r(h) = \frac{K(h)}{K(0)}$$

$$C(h) = P\{x \in A, x+h \in A\} = 1 - 2q + Q(h)$$



Valeurs de $C(0)$ et $C(h$ grand) ?

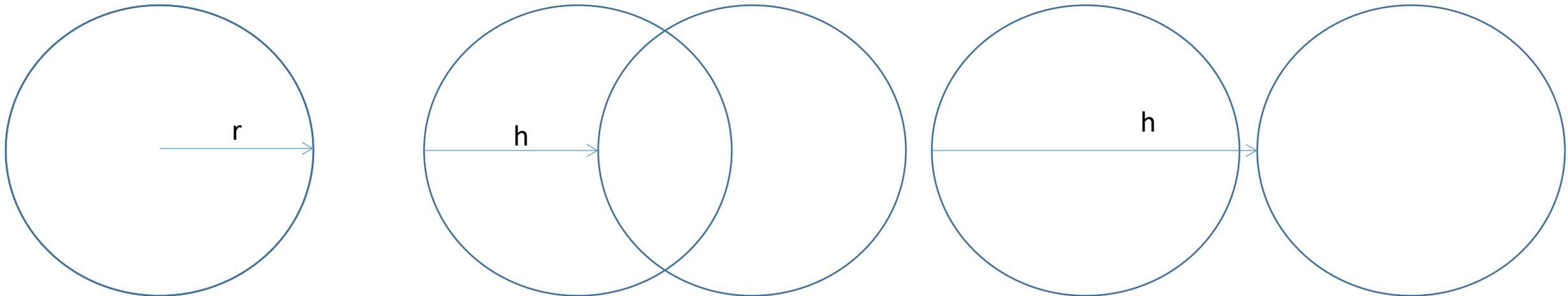
COVARIOGRAMME GÉOMÉTRIQUE

$$K(h) = \bar{S}(A' \cap A'_h)$$

Quelques remarques :

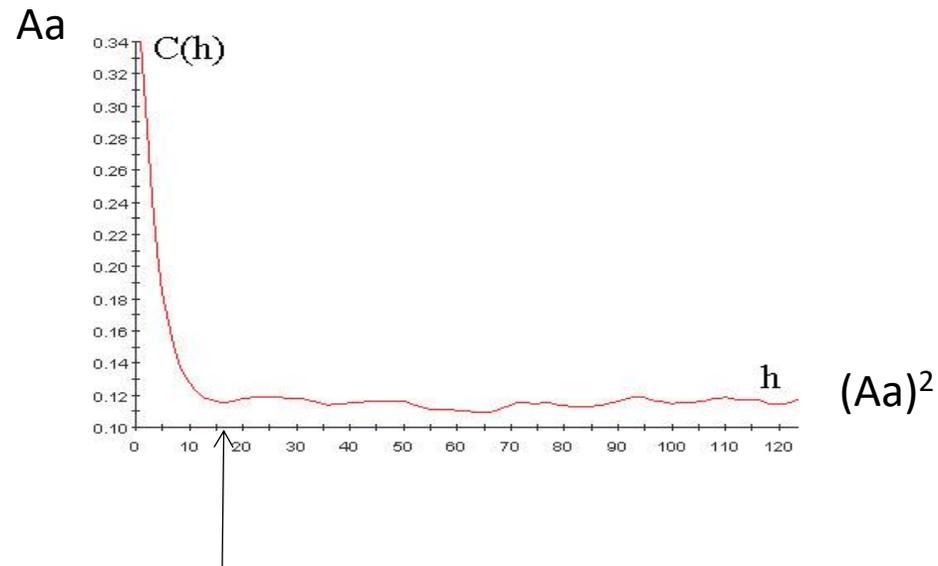
En 0, vaut la surface moyenne de A'

Si h est supérieure au diamètre de A' , l'intersection est nulle, K vaut 0



COVARIANCE

$K(h)$ s'annule lorsque h atteint le diamètre moyen des grains A' . $C(h)$ se stabilise alors à la valeur $(Aa)^2$. Cette valeur pour laquelle la stabilisation est obtenue s'appelle **la portée**



Portée : taille moyenne des grains A'

COVARIOGRAMMES GEOMETRIQUES D'OBJET SIMPLES

Disque de rayon r : $K(h) = 2r^2 \left(\arccos\left(\frac{h}{2r}\right) - \frac{h}{2r} \sqrt{1 - \left(\frac{h}{2r}\right)^2} \right)$ Pour $h \leq 2r$ et $K(h) = 0$ pour $h > 2r$

Sphère de rayon r : $\frac{K(h)}{K(0)} = r(h) = 1 - \frac{3h}{4r} + \frac{1}{16} \frac{h^3}{r^3}$ Pour $h \leq 2r$

Sphère dont le rayon suit une loi exponentielle de moyenne D : $\frac{K(h)}{K(0)} = r(h) = \left(1 + \frac{h}{2D}\right) \exp\left(-\frac{h}{D}\right)$ Pour $h > 0$

DE FAÇON PLUS GÉNÉRALE

Une caractérisation complète de ces modèles est obtenue par la capacité de Choquet *

$$T(K) = P\{K \cap A \neq \emptyset\} = 1 - P\{K \subset A^c\} = 1 - Q(K)$$

Lien avec la dilatation morphologique :

$$T(K_x) = P\{K_x \cap A \neq \emptyset\} = P\{x \in A \oplus K\}$$

Pour un schéma booléen de grains primaire A' :

$$T(K) = 1 - Q(K) = 1 - \exp(-\theta \bar{\mu}_n(A' \oplus \check{K})) = 1 - q^\alpha \text{ avec } \alpha = \frac{\bar{\mu}_n(A' \oplus \check{K})}{\bar{\mu}_n(A')} \text{ et } q = P\{x \in A^c\}$$

Capacité de Choquet $T(K)$: "probabilité que le compact K soit totalement inclus dans un ensemble"

Pour la covariance, K =bi-points est considéré

→ on peut utiliser d'autres compacts (des segments, des disques...) mais l'expression analytique est alors moins simple ...

* G. Matheron, Random sets and integral geometry, Wiley, New York, 1975

SCHÉMA BOOLÉEN ET STÉRÉOLOGIE

De par sa définition à partir d'un processus de points de Poisson et implantation d'objets, nous avons les propriétés suivantes si observation d'un schéma booléen 3D par une coupe 2D infiniment mince :

$$Aa = Vv$$

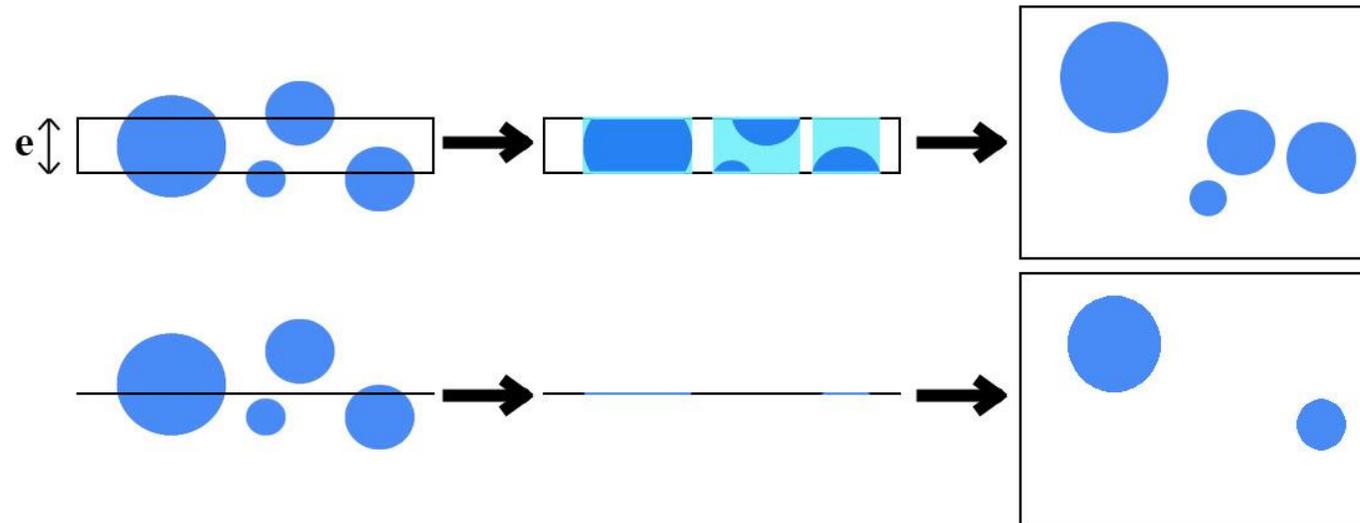
SCHEMA BOOLÉEN

CORRECTION D'ÉPAISSEUR*



* L. Savary, D. Jeulin, A. Thorel, Morphological analysis of carbon-polymer composite materials from thick sections, Acta Stereologica, Vol. 18, 1999.

Observation d'une coupe non infiniment mince d'épaisseur e



Projection des sphères contenues dans l'épaisseur
→ Surestimation de la fraction volumique V_v

Observation d'une coupe non infiniment mince d'épaisseur e

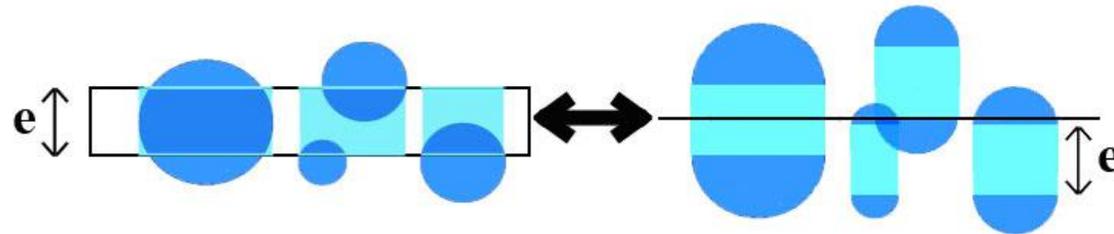


Schéma booléen de
sphéro-cylindres

Correction
d'épaisseur

Schéma booléen de
sphères

Observation

Réalité

Vv apparente q^* , Vv réelle q , épaisseur e

$$q = \exp(-\theta \bar{V}(A'))$$

$$q^* = \exp(-\theta \bar{V}(A' \oplus e))$$

$$q = q^* \frac{\bar{V}(A' \oplus e)}{\bar{V}(A')}$$

SCHEMA BOOLÉEN

MULTI-ECHELLES



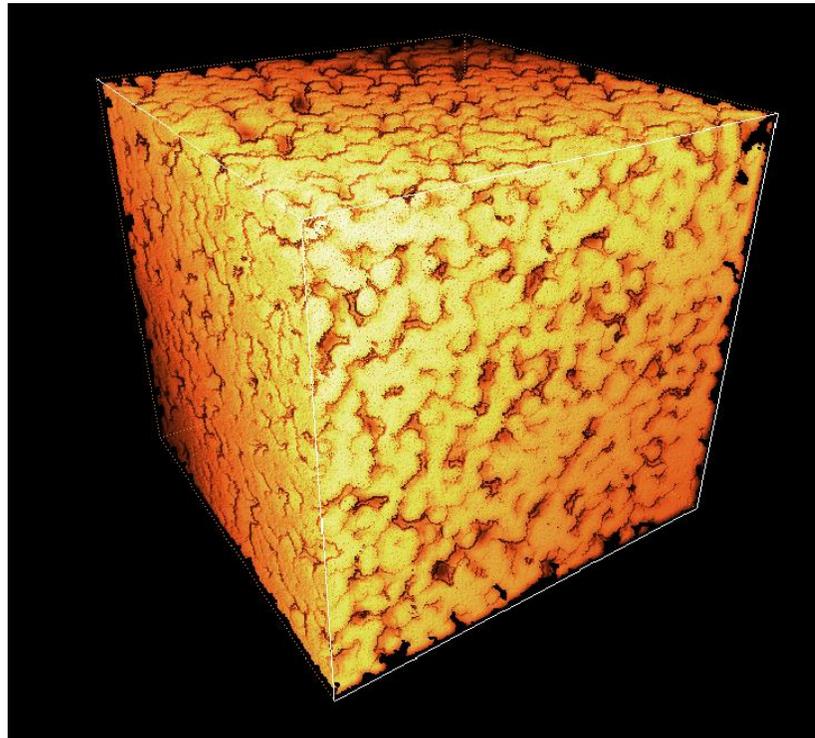
Des structures complexes peuvent être obtenues en combinant différents schémas Booléens avec une opération d'intersection ensembliste. La covariance résultante est obtenue par la multiplication des covariances des modèles.

Des modèles plus réalistes sont obtenus en définissant l'opération d'intersection de la manière suivante. Soient A_1 et A_2 deux schémas Booléens, et x_2 les points d'implantation du processus de points de Poisson des grains primaires A'_2 . On définit :

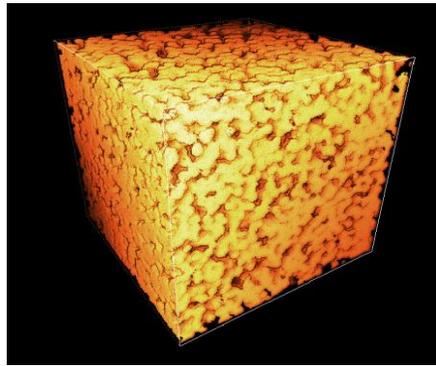
$$A_1 \cap A_2 = \cup A'_{x_2} \mid x_2 \subset A_1$$

Il est possible également d'associer des modèles par union ensembliste.

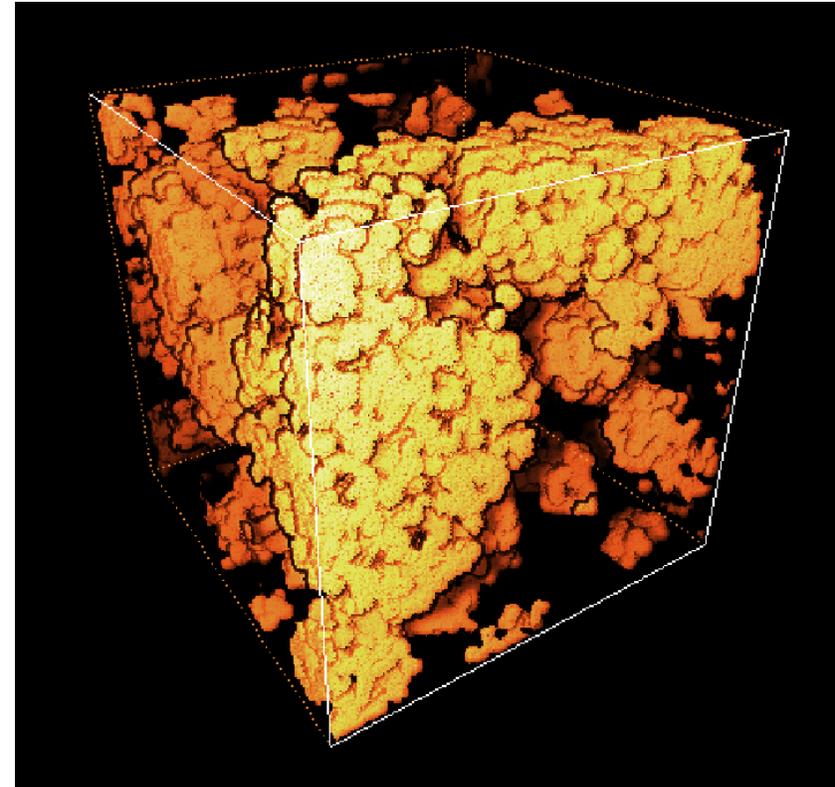
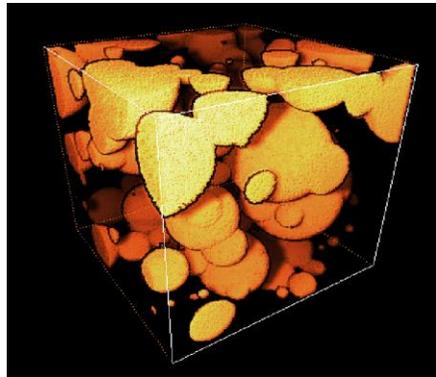
- Arrangement aléatoire uniforme : 1^{ère} échelle

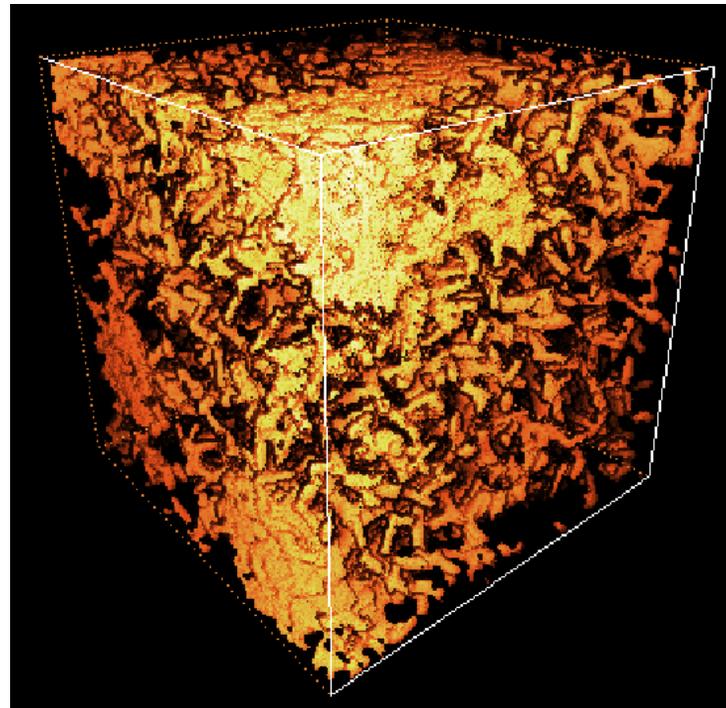
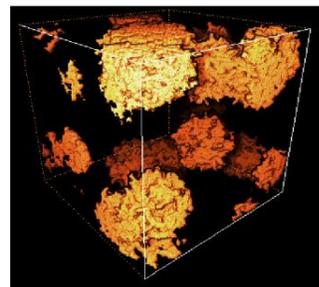
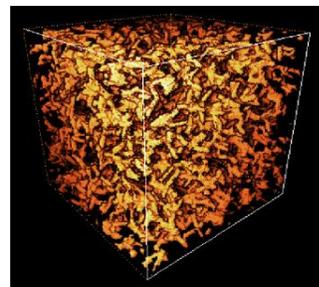
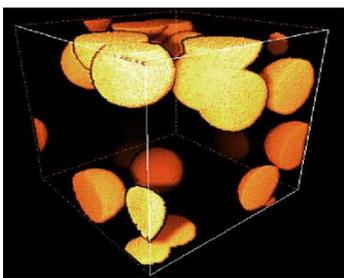
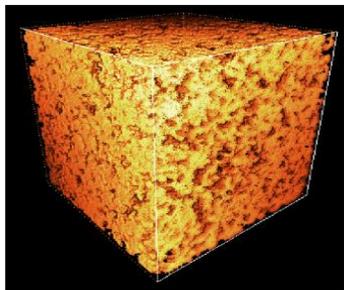
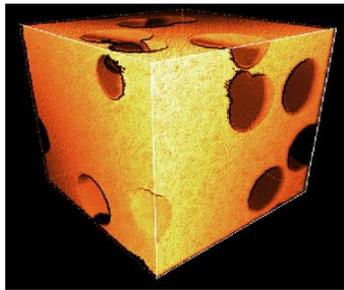
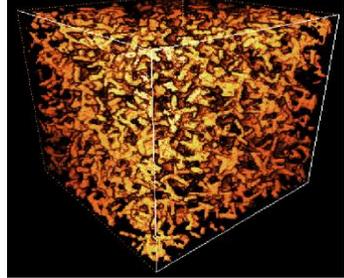


- Arrangement avec agrégats seuls : 2ème échelle



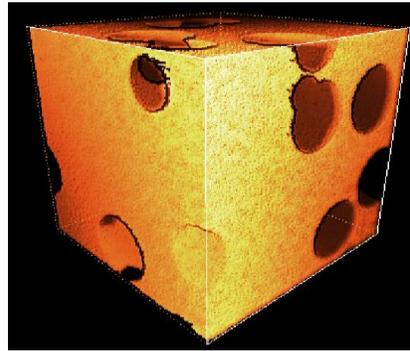
∩



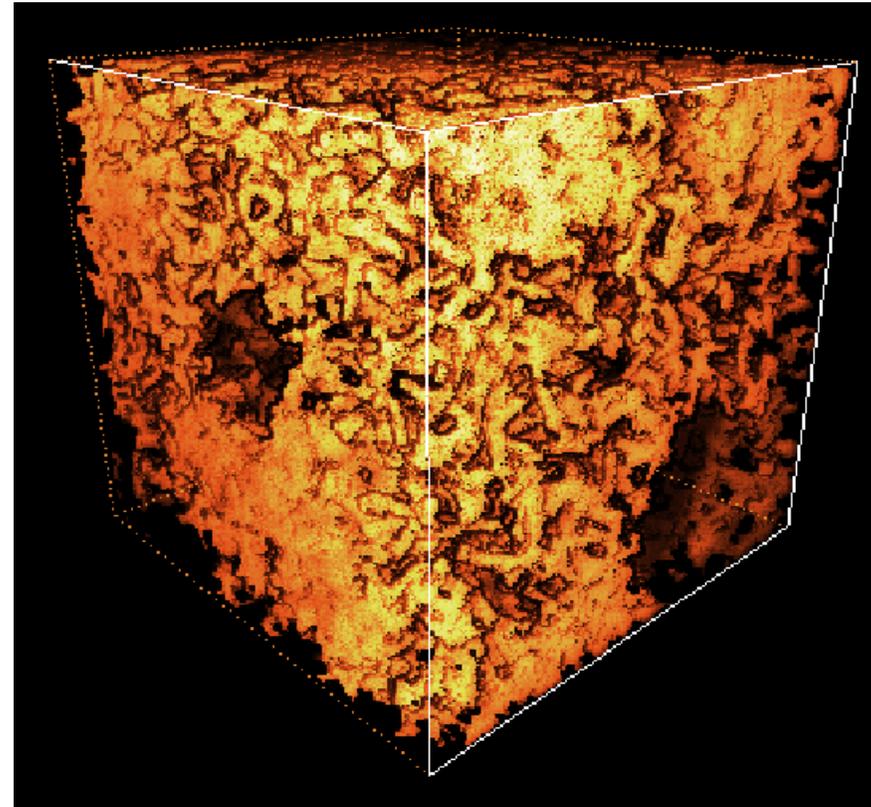
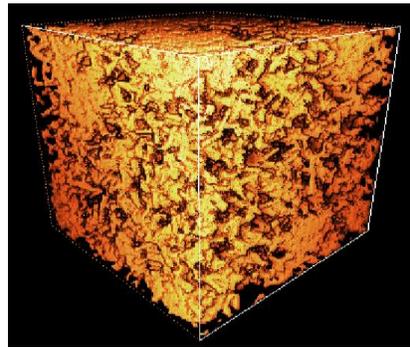


Multi-échelles, les différentes échelles :

- Zone vide de tous grains : 3ème échelle



\cup



SCHEMA BOOLÉEN

EXEMPLES D'APPLICATIONS



Schéma booléen

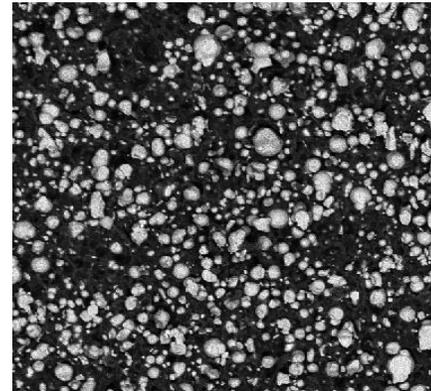
Exemple d'application* (1)

Problématique: amélioration des propriétés d'un matériau composite

Propriétés mécanique, thermique, diélectrique... effectives d'un matériau, sont fonction des propriétés de ses constituants et de sa structure

Améliorations possibles:

- changer les constituants
- changer la structure



Méthode couteuse en argent et en temps:

Fabrication d'un gamme complète de matériaux et mesure des propriétés

*M. Moreaud, Propriétés morphologiques multi-échelles et prévision du comportement diélectrique de nanocomposites, Thèse Ecole des Mines de Paris, 2006.

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Problématique: amélioration des propriétés d'un matériau composite

Méthode rapide et moins couteuse:

Fabrication d'une gamme complète de matériaux virtuels à l'aide de simulations numériques

Pour faire cela, il faut:

- modéliser la structure du matériau
- pouvoir faire varier cette structure de manière réaliste (en lien avec les procédés de fabrication)
- connaissant la structure et les propriétés des constituants, estimer la propriété effective recherchée (utilisation de méthodes d' « homogénéisation »)

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Problématique: amélioration des propriétés d'un matériau composite

Méthode rapide et moins couteuse:

Fabrication d'une gamme complète de matériaux virtuels à l'aide de simulations numériques

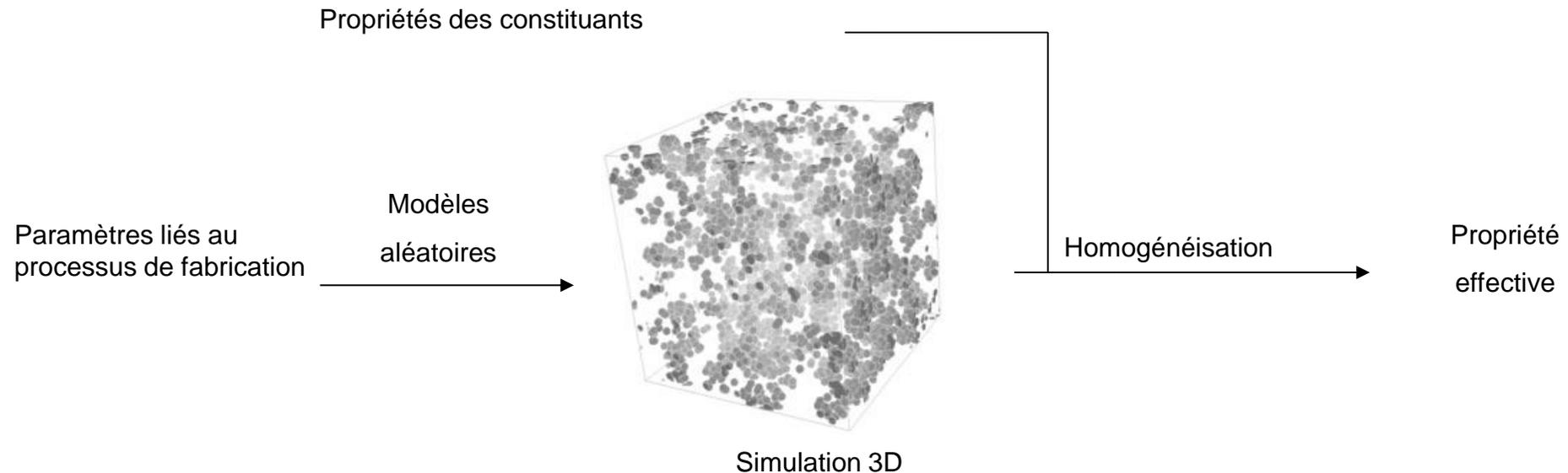


Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Matériaux composites matrice élastomère, poudre de fer carbonyl

But : caractériser la permittivité diélectrique effective (besoin de la structure 3D du matériau) et créer virtuellement de nouvelles structures

Problème: seulement accès à une information 2D (microscopie optique)

0.25 μ m/pixel

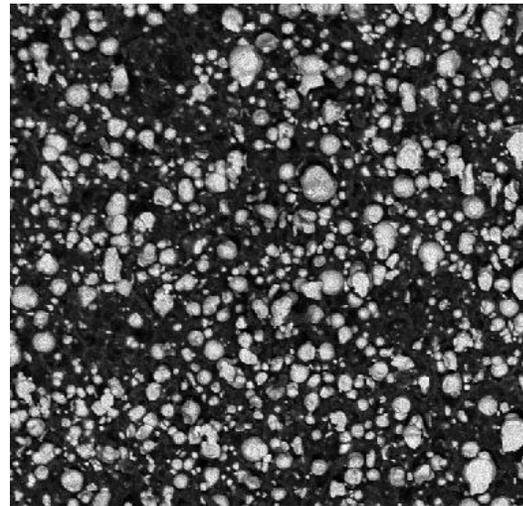
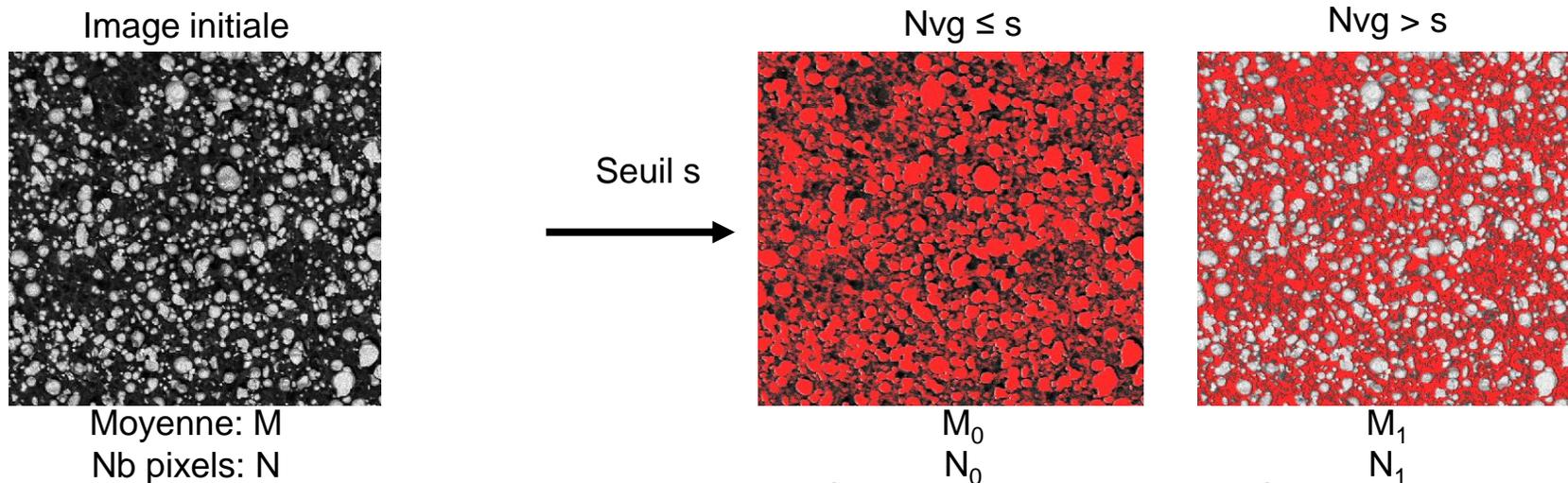


Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Segmentation binaire de l'image (matrice – grains)

Seuillage par maximisation de la variance interclasse



$$V(s) = (M_0^s - M)^2 \frac{N_0^s}{N} + (M_1^s - M)^2 \frac{N_1^s}{N}$$

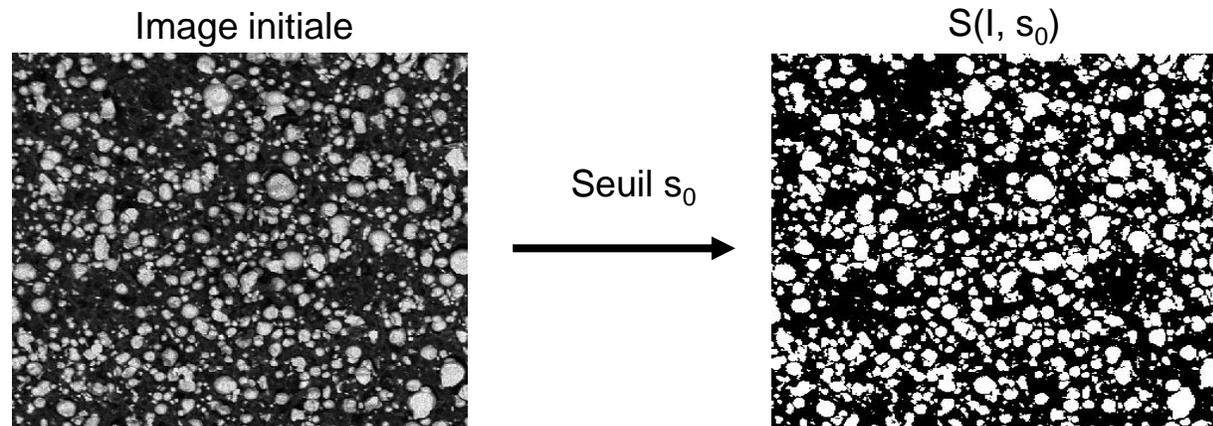
$$V(s_0) = \mathbf{Max}_{s \in [0,255]} V(s)$$

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Segmentation binaire de l'image (matrice – grains)

Seuillage par maximisation de la variance interclasse



$$V(s) = (M_0^s - M)^2 \frac{N_0^s}{N} + (M_1^s - M)^2 \frac{N_1^s}{N}$$

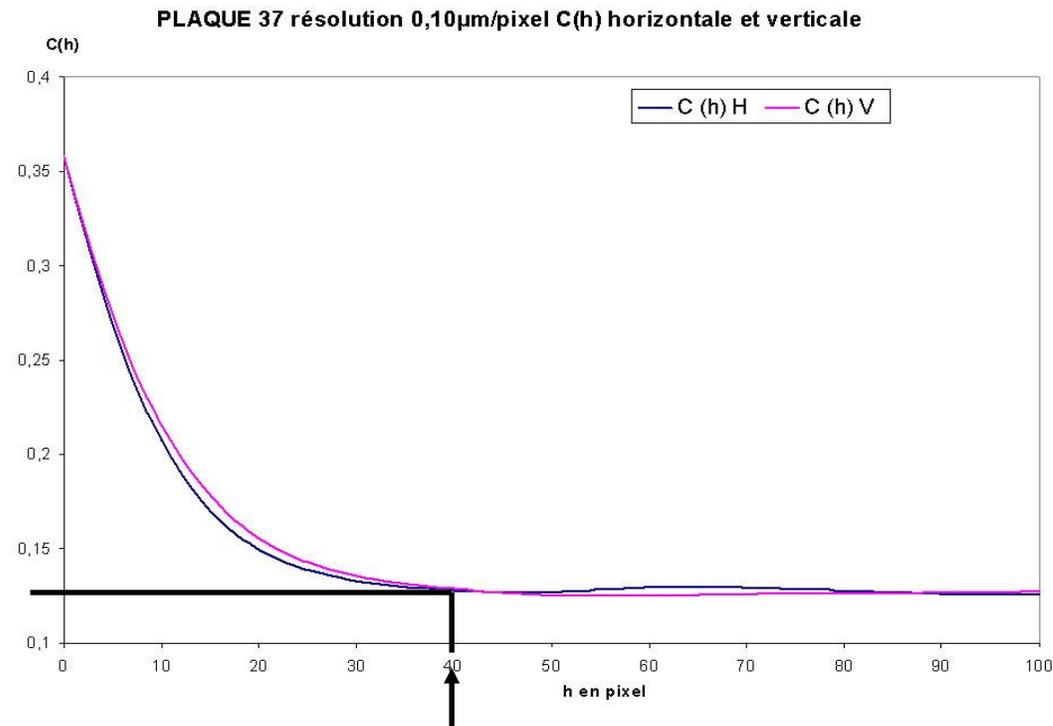
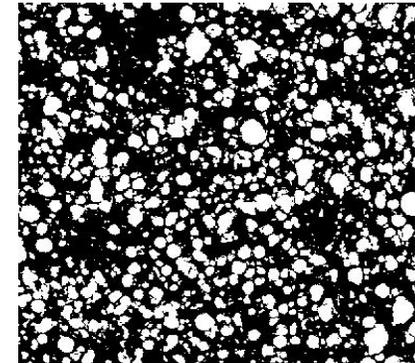
$$V(s_0) = \mathbf{Max}_{s \in [0,255]} V(s)$$

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Mesure de la covariance

Que peut on dire sur la répartition des particules ?



portée: taille moyenne des grains

- l'isotropie de la structure (courbes similaires)
- observation à une échelle convenable
- pas d'agrégats

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Calage d'un modèle

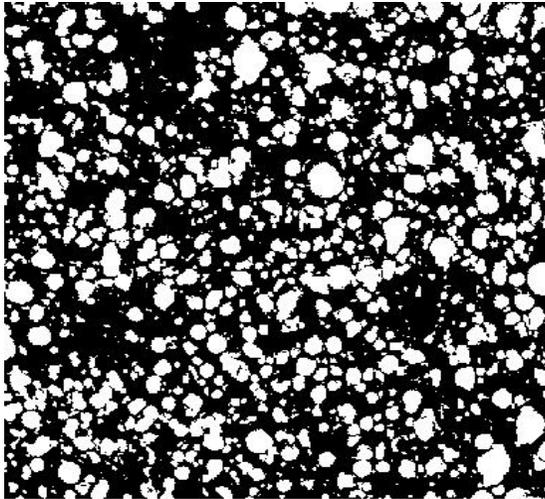


schéma booléen de sphères?

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

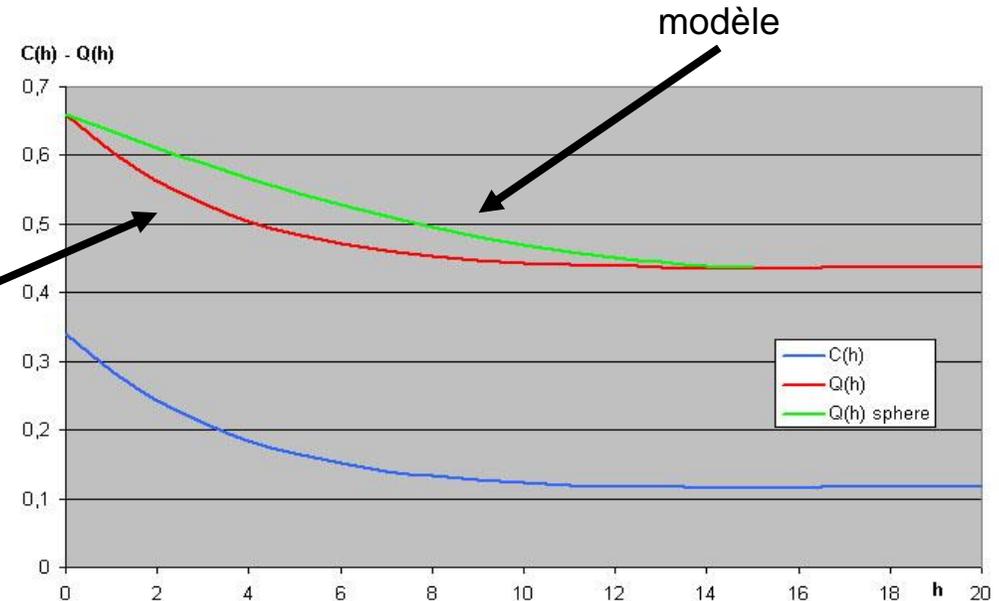
Calage d'un modèle

schéma booléen de sphères

$$Q(h) = 1 - 2p + C(h) = q^{2-r(h)}$$

$$r(h) = 1 - \frac{3h}{4r} + \frac{1}{16} \frac{h^3}{r^3} \quad \text{Pour } h \leq 2r$$

mesurée

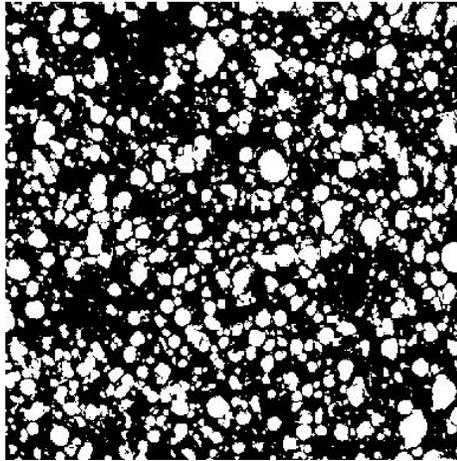


→ pas très concluant...

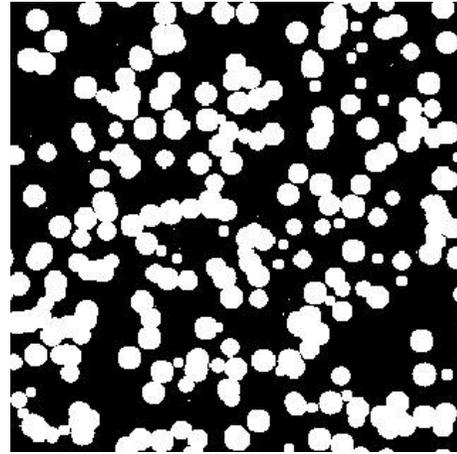
Schéma booléen

Exemple d'application (1)

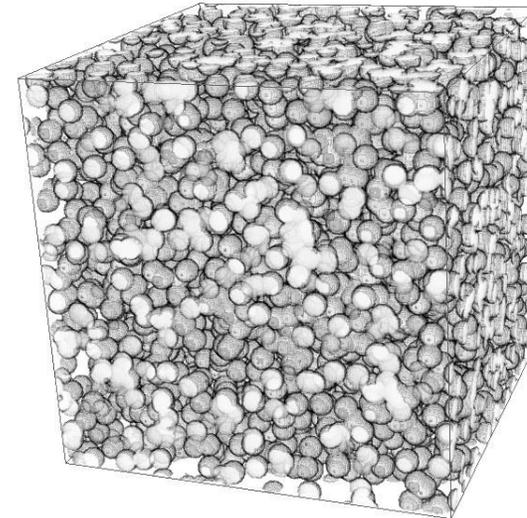
Calage d'un modèle



réel



modèle



En effet...

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Calage d'un modèle

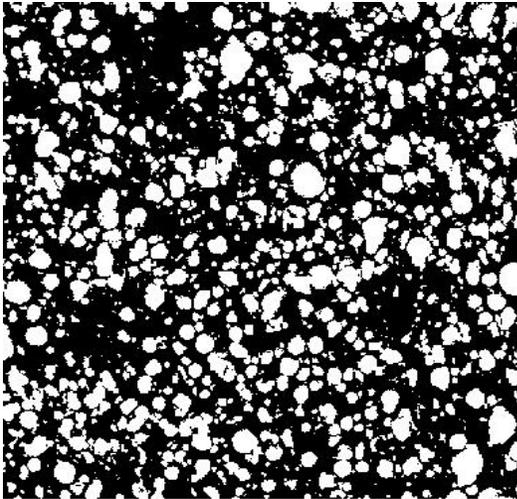


schéma booléen de sphères rayon suivant
une loi exponentielle?

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Calage d'un modèle

schéma booléen de sphères - rayon suivant une loi exponentielle

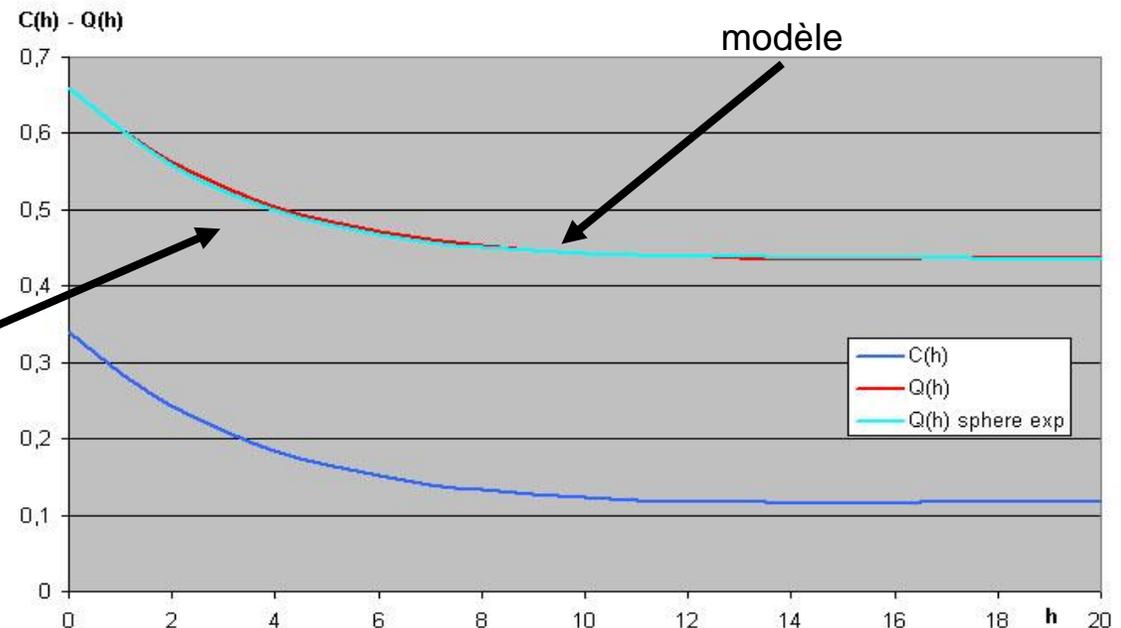
$$Q(h) = 1 - 2p + C(h) = q^{2-r(h)}$$

$$r(h) = \left(1 + \frac{h}{2D}\right) \exp\left(\frac{h}{D}\right)$$

Pour $h > 0$, D paramètre lié au rayon

mesurée

fit bon avec $D=1.5$



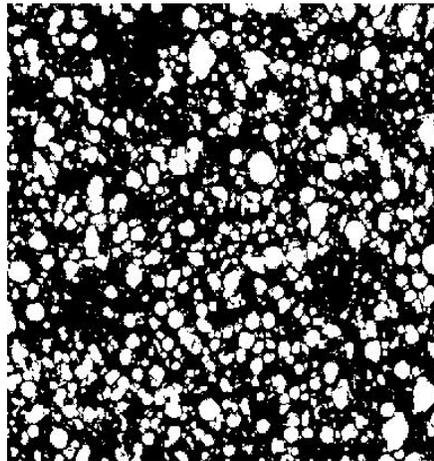
→ covariances mesurée et modèle très proches

Schéma booléen

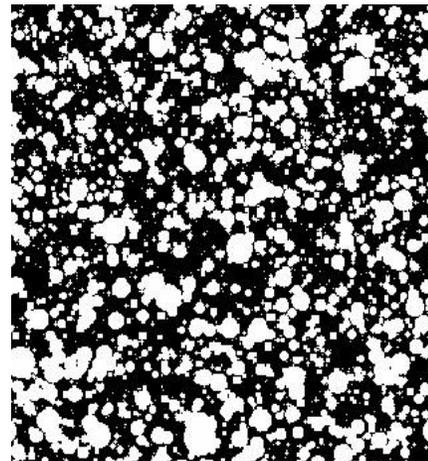
Exemple d'application (1)

Calage d'un modèle

schéma booléen de sphères - rayon suivant une loi exponentielle

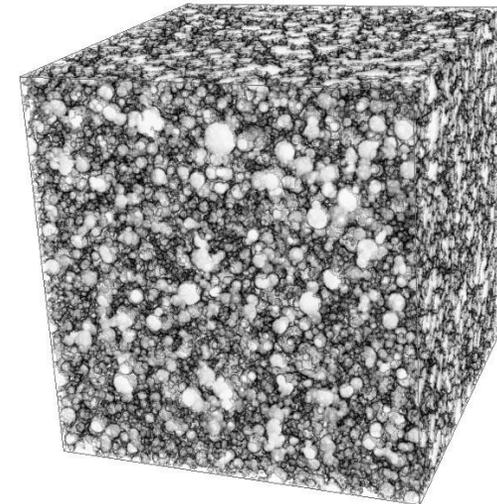


réel



modèle

Visuellement très proche



pour la simulation 3D :

$$\theta = \frac{-\ln(1 - V_v)}{\bar{V}(A')} \quad \bar{V}(A') = 8D^3$$

Schéma booléen

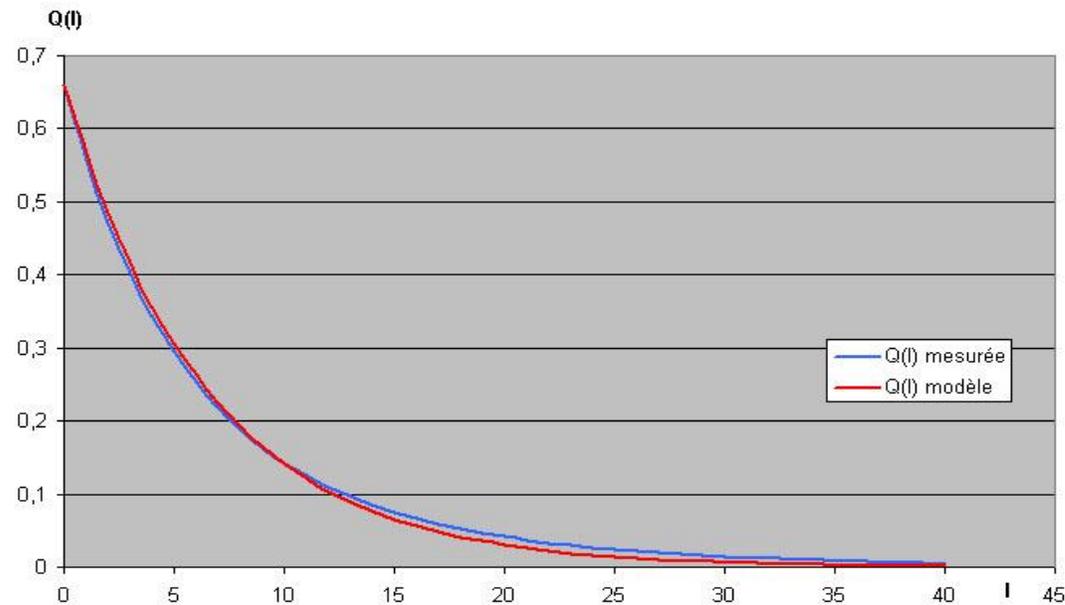
Exemple d'application (1)

Vérification de la validité du modèle

Utilisation de $Q(l)$: comparaison entre $Q(l)$ mesurée sur images réelles et $Q(l)$ mesurées sur images simulées

$$Q(l) = \mu(A^c \ominus l)$$

$$Q(l) = q^{1-lr'(0)} = q^{1+\frac{1}{2D}}$$

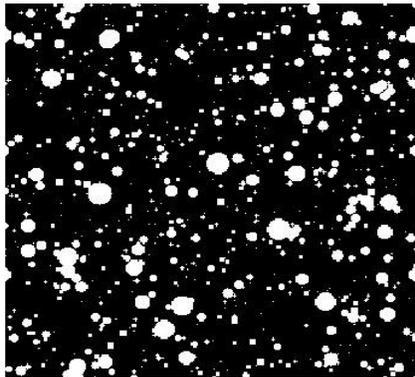
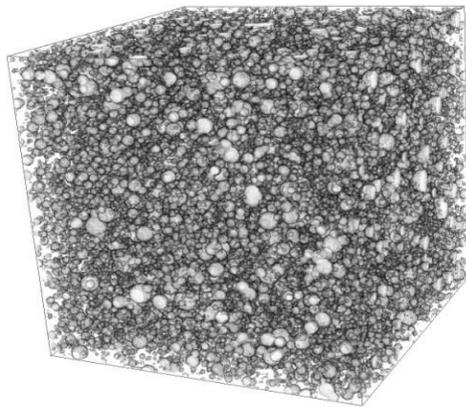


→ OK

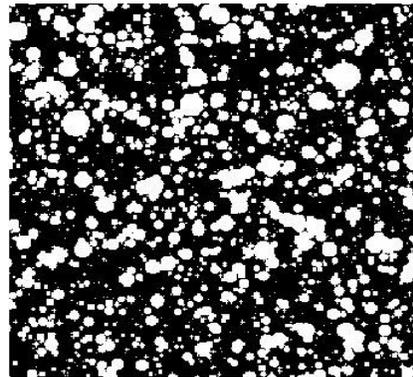
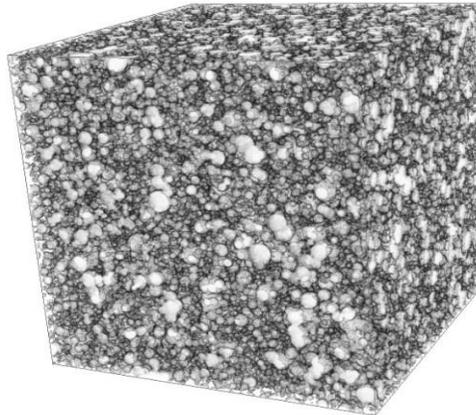
Schéma booléen

Exemple d'application (1)

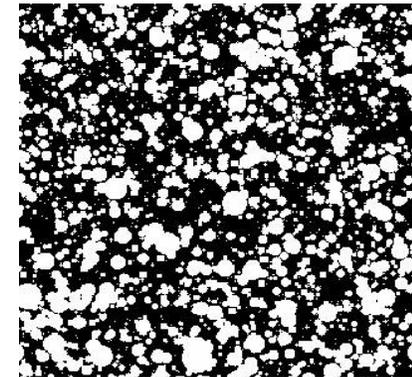
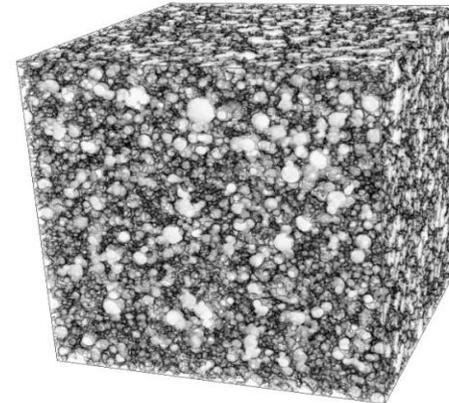
Création de nouveaux matériaux virtuels
Variation de V_v (quantité de poudre de fer carbonyle)



$V_v=0.1$



$V_v=0.25$



$V_v=0.34$

Schéma booléen

Exemple d'application (1)

Création de nouveaux matériaux virtuels
changement de loi pour les rayons -loi Gamma...-
(type de poudre de fer carbonyl)

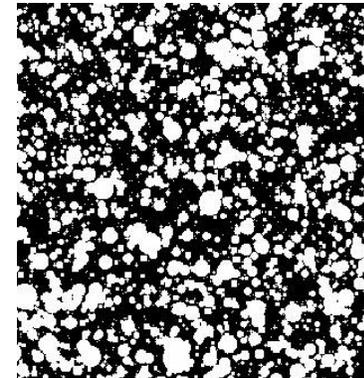
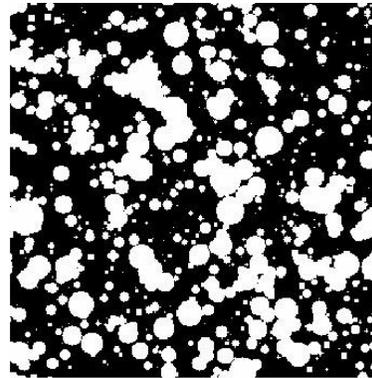
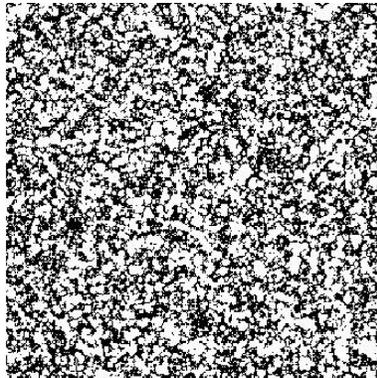
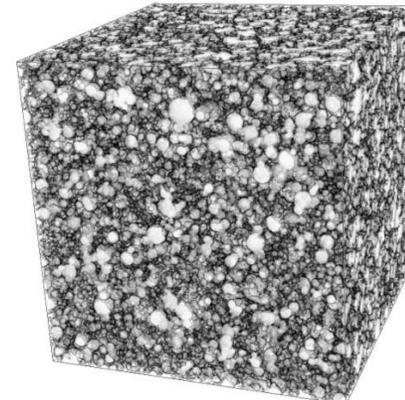
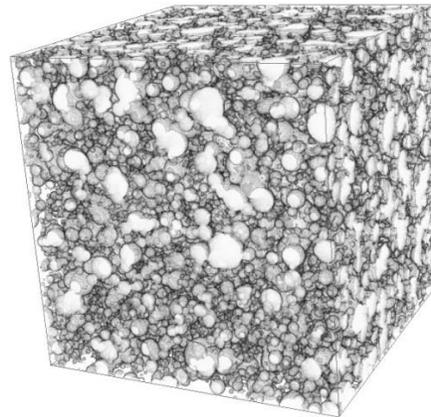
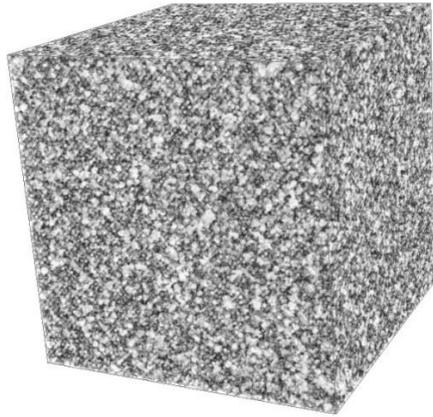


Schéma booléen

Exemple d'application (2)

Création de nouveaux matériaux virtuels

Variation de la distribution spatiale (mélange): utilisation de modèle multi-échelle

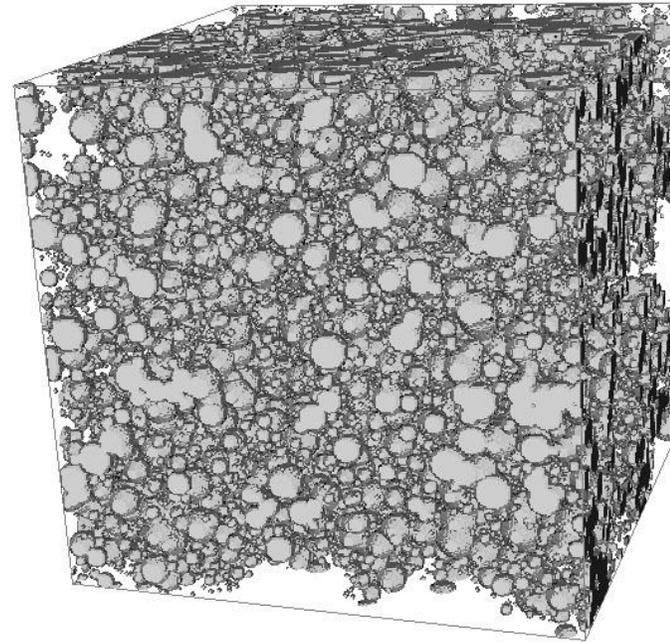
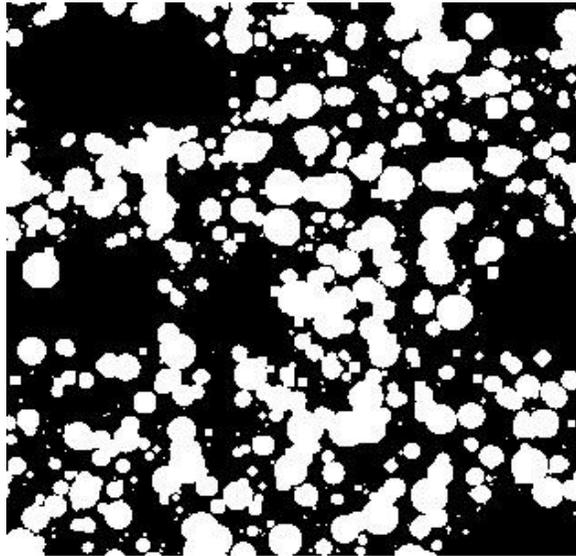


Schéma booléen

Exemple d'application* (2)

Matériaux nanocomposites matrice élastomère, charge noir de carbone

But : caractériser l'arrangement de la structure en fonction du temps de préparation: mélange du noir de carbone dans la matrice 2 et 12 minutes

Problème: accès limité à une information 2D (MET coupe épaisse)

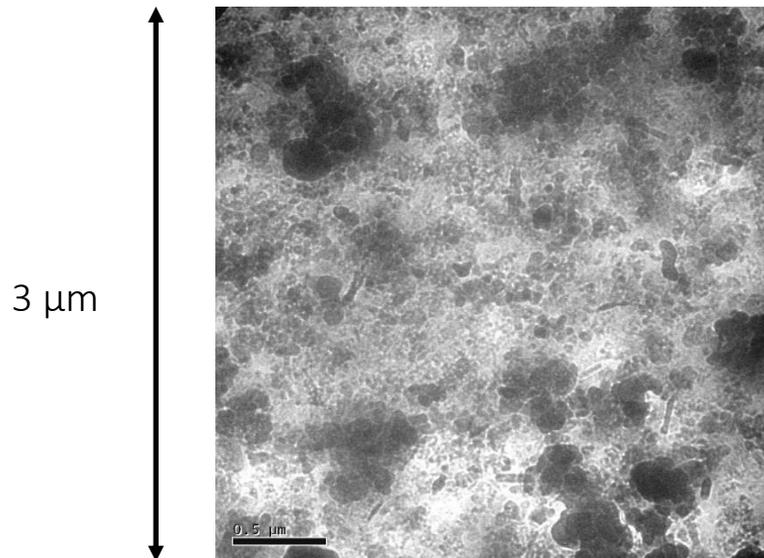


Schéma booléen

Exemple d'application (2)

Segmentation binaire charge - matrice

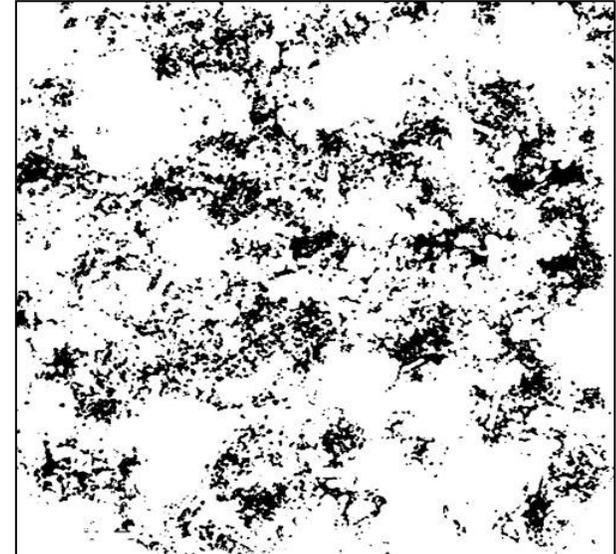
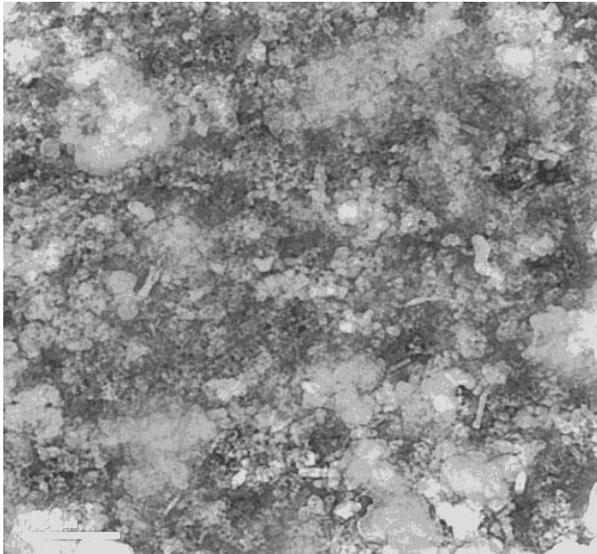


Schéma booléen

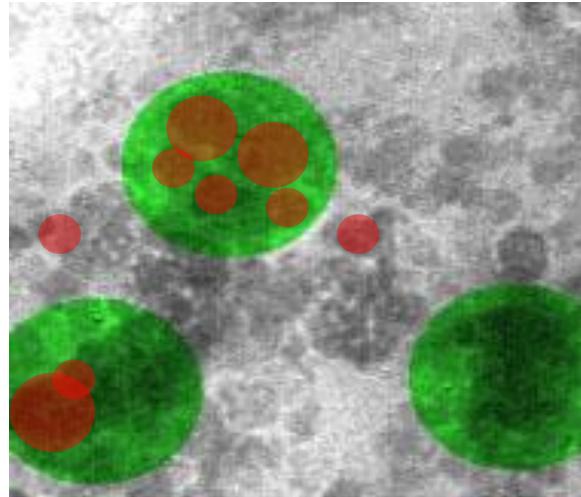
Exemple d'application (2)

Les grains de la charge : tailles variées avec une forte proportion de grains de petites tailles et globalement sphérique.

→ schéma Booléen de sphères dont les rayons suivent une loi exponentielle

Regroupement en agrégats : simulation multi-échelle

→ schéma Booléen de sphères de rayon constant pour les agrégats

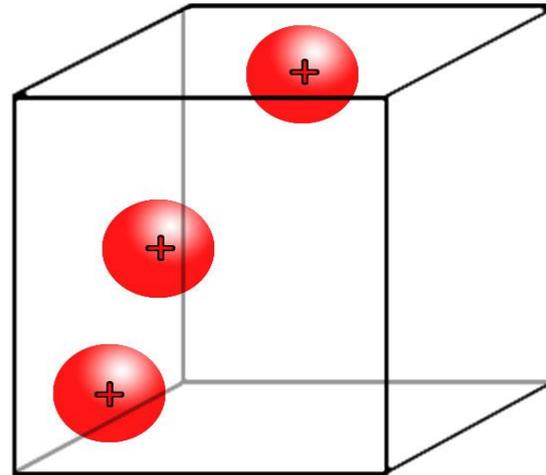


Prise en compte du travail sur lame épaisse

Schéma booléen

Exemple d'application (2)

Regroupement en agrégats



Simulation par modèle de Cox 2 échelles:
Conservation des sphères dont le centre est à l'intérieur des sphères modélisant les agrégats

Schéma booléen

Exemple d'application (2)

Modèle multi-échelle

$$C^*(h) = (1 - 2q_1^* + q_1^{*2-r_1(h)}) (1 - 2q_2 + q_2^{2-r_2(h)})$$

5 paramètres :

e : épaisseur de l'échantillon

D : paramètre de la loi exponentielle du rayon des sphères modélisant les grains

R : rayon des sphères modélisant les agrégats

q_2 : V_v du complémentaire des agrégats,

q_1^* : V_v apparente du complémentaire de l'échelle des grains permettant de remonter à l'estimation p_1

V_v réelle en utilisant une formule de correction d'épaisseur

$$p_1 = 1 - q_1 = 1 - q_1^* \frac{1}{1 + \frac{e}{4D}}$$

Schéma booléen

Exemple d'application (2)

Ajustement du modèle

Paramètres du modèle aléatoire multi-échelles avec correction d'épaisseur:

	Prélèvement 2 minutes	Prélèvement 12 minutes
épaisseur	73 nm	85 nm
Diamètre moyen charge (loi exp.)	15 nm	15 nm
Diamètre agrégats	240 nm	180 nm
Vv charge	0.42	0.42
Vv agrégats	0.85	0.85
Vv du matériau	0.36 (0.73*)	0.36 (0.77*)

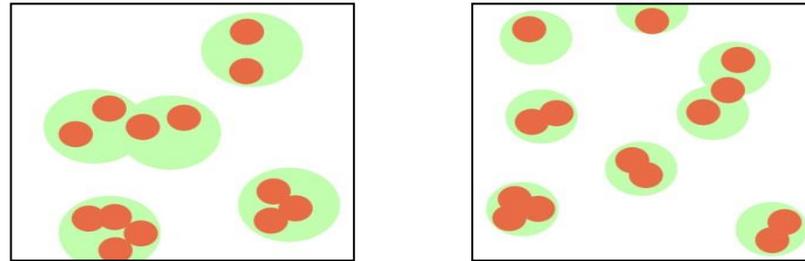
*: Vv apparente sur coupe mince

Schéma booléen

Exemple d'application (2)

Résultat

Entre les 2 prélèvements :  des agrégats → meilleure dispersion de la charge pour un temps de mélange + élevé

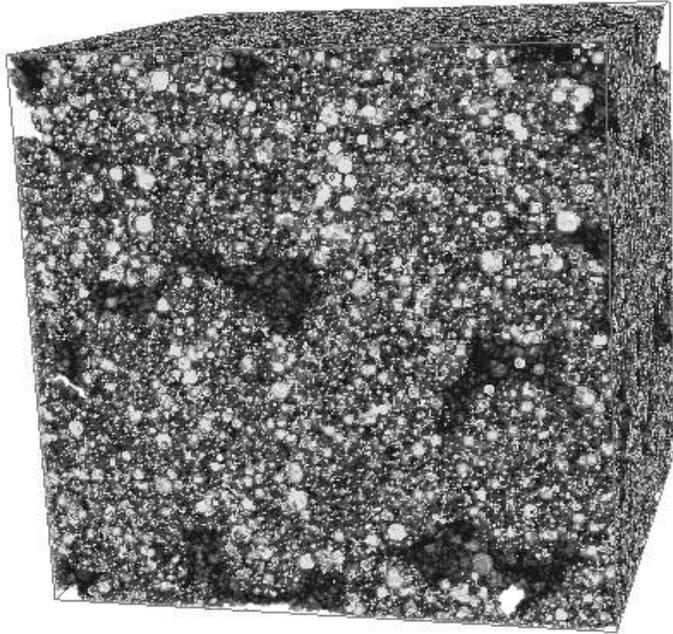


	2 minutes	12 minutes
épaisseur	73 nm	85 nm
Diamètre moyen charge (loi exp.)	15 nm	15 nm
Diamètre agrégats	240 nm	180 nm
Vv charge	0.42	0.42
Vv agrégats	0.85	0.85
Vv du matériau	0.36 (0.73*)	0.36 (0.77*)

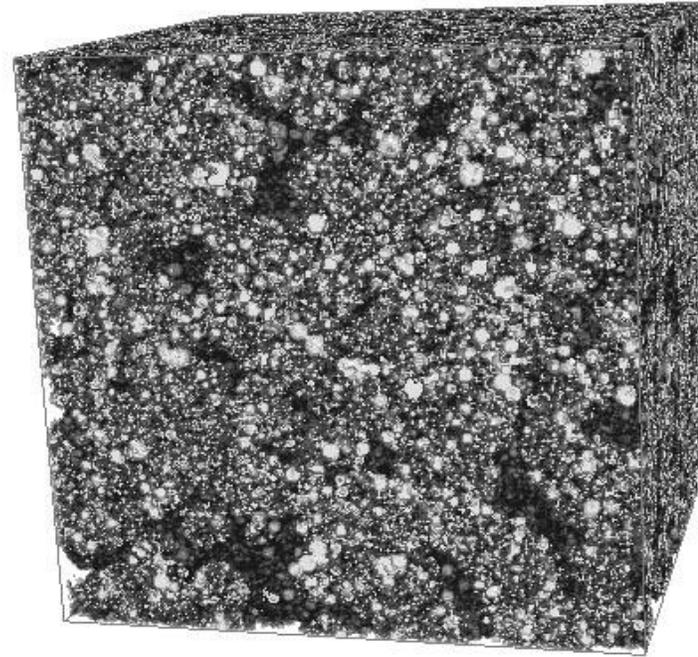
Schéma booléen

Exemple d'application (2)

Simulation 3D



Prélèvement 2 minutes



Prélèvement 12 minutes

MODÈLE DE DILUTION



Ce modèle permet de simuler des phénomènes avec accumulation suivant une épaisseur (exemple : MET, scanner X...)

Remplacement de l'opération union du schéma booléen par l'opérateur '+'

Les objets ne sont pas forcément "binaire"

→ les objets sont représentés par des fonctions $Z'(x)$

→ les objets sont implantés suivant un processus de point de Poisson aux points x_k

→ le modèle est obtenu en prenant la somme de tous les objets implantés

$$Z(x) = \sum_{k=1}^n z'_k(x - x_k)$$

COVARIANCE

La covariance centrée est directement proportionnelle au covariogramme transitif des grains primaires

$$g(h) = \int_{\mathbb{R}^n} E\{Z'(x-y)Z'(x+h-y)\} dy$$

$$\bar{C}(h) = E\{(Z(x) - E\{Z\})(Z(x+h) - E\{Z\})\}$$

$$\bar{C}(h) = \theta g(h)$$

MODELE DE DILUTION

EXEMPLE D'APPLICATION



Modèle de dilution

Application*

Raffinage : amélioration des supports de catalyseur pour augmenter la sélectivité et l'activité

→ lié à la morphologie du support

→ lié à la morphologie des grains constituant le support

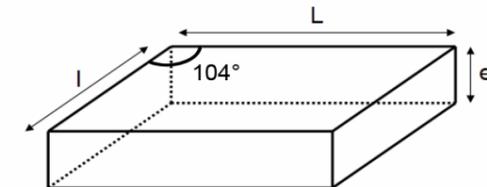
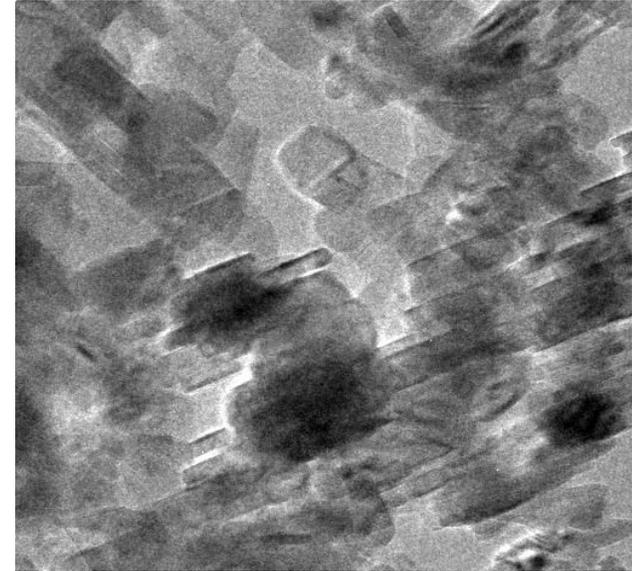
Catalyseurs avec support à base de nanoparticules de boehmites

→ caractérisation des nanoparticules de boehmites

→ utilisation d'images MET

Segmentation individuelle des particules impossible

→ approche modèle aléatoire, utilisation d'un modèle a priori



Modèle de dilution

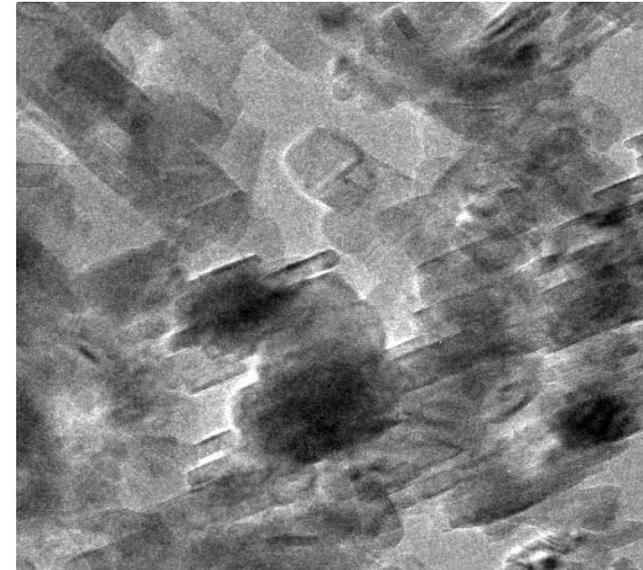
Application

Procédure:

- débruiter les images et supprimer les artéfacts blanc de diffraction
- mesurer la covariance centrée
- calculer numériquement des covariogrammes transitifs pour différentes morphologie (L,l,e)
 - _modèle 3D
 - _rotation 3D uniforme
 - _projection sur un plan
 - _mesure de la covariance

A réaliser pour x particules

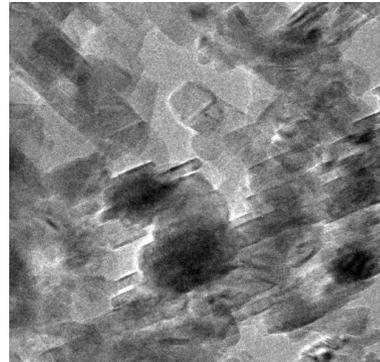
- ajuster covariance et covariogramme pour estimer L, l et e moyen



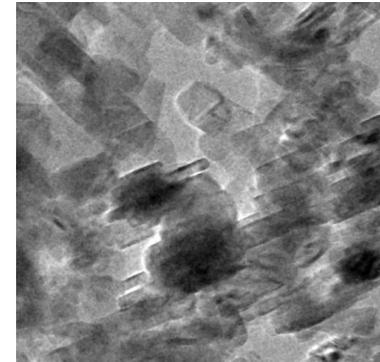
Modèle de dilution

Application

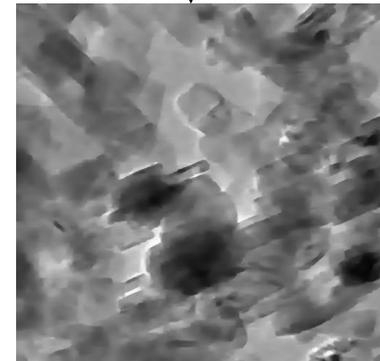
Débruiter



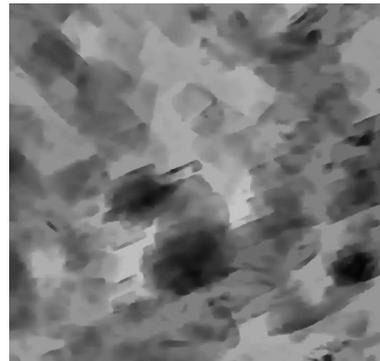
filtre médian
3x3
→



filtre bilatéral* (20; 5)



ouverture
morphologique par
reconstruction **
(disque diamètre 7)
←



*Tomasi C, Manduchi R (1998). Bilateral filtering for gray and color images. Proc. of International Conference on Computer Vision, IEEE : 839-846

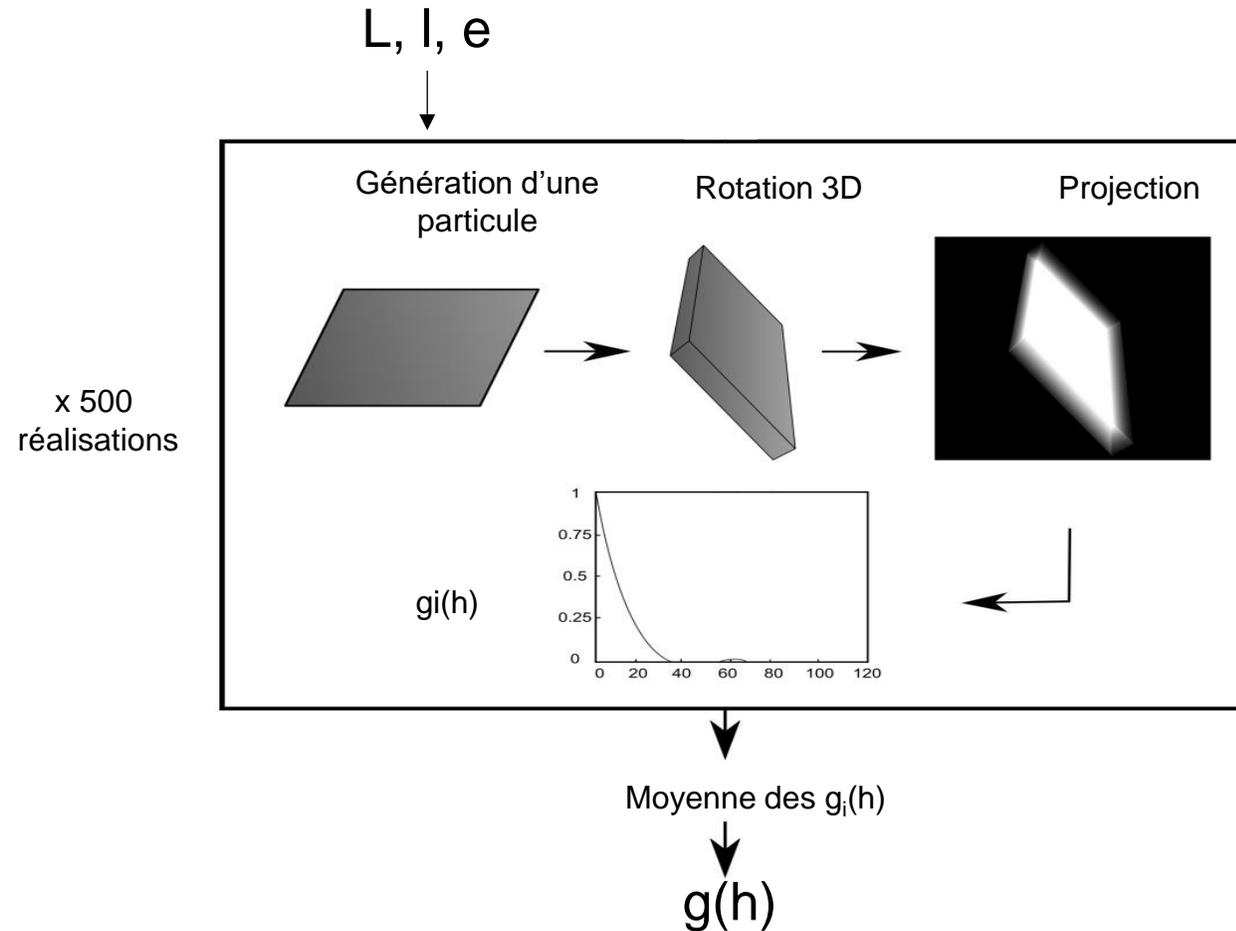
**Serra J (1982). Image analysis and mathematical morphology. Ac. Press, London.

**Vincent L (1993). Morphological Grayscale Reconstruction in Image Analysis : Applications and Efficient Algorithms. IEEE Transactions on Image Processing 2(2): 176-201

Modèle de dilution

Application

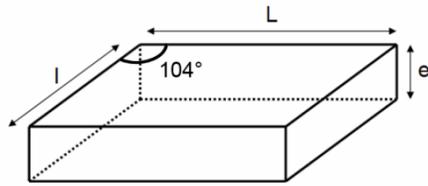
Création des covariogrammes transitifs numériques



Modèle de dilution

Application

Calage d'un modèle → obtention de L , l et e , taille moyenne des nanoparticules de boehmite

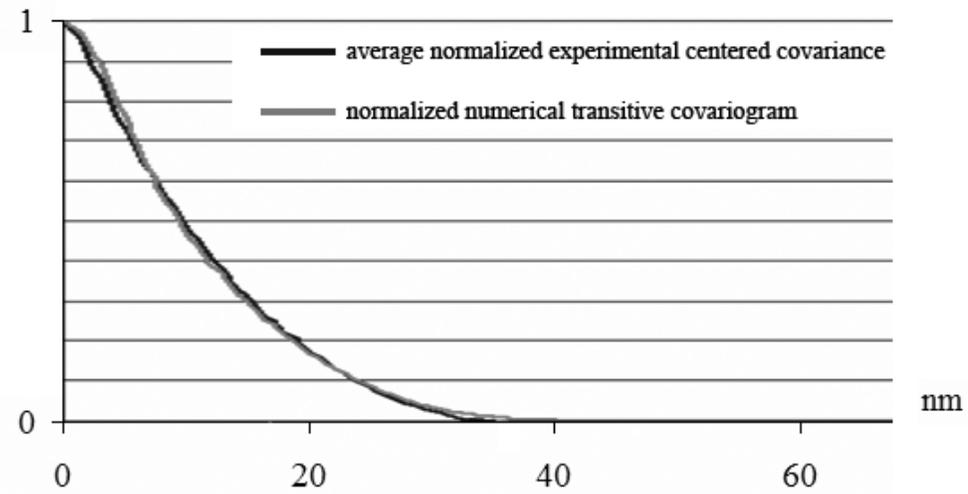


Meilleur fit pour:

$$L = 35.5 \text{ nm}$$

$$l = 36 \text{ nm}$$

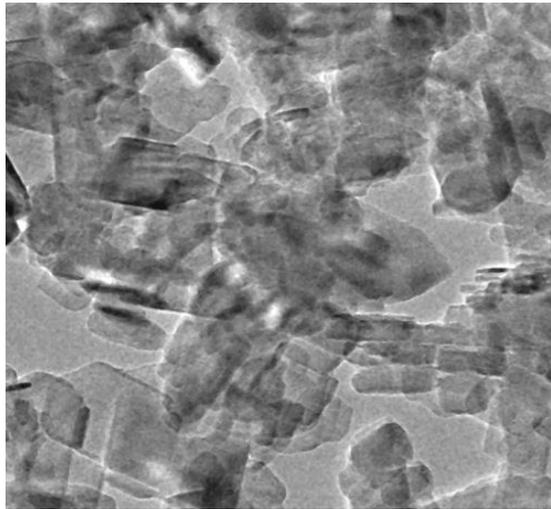
$$e = 5.5 \text{ nm}$$



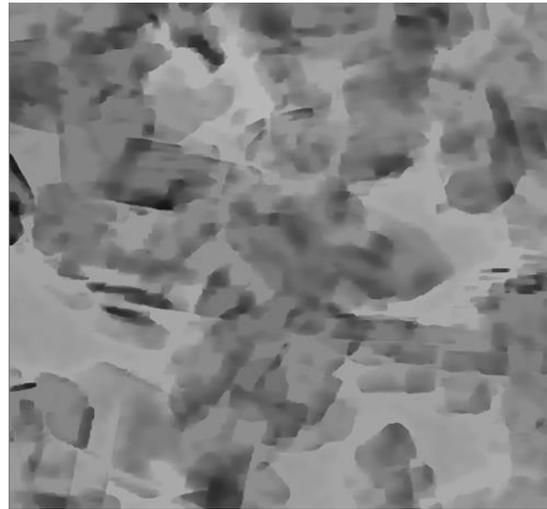
Modèle de dilution

Application

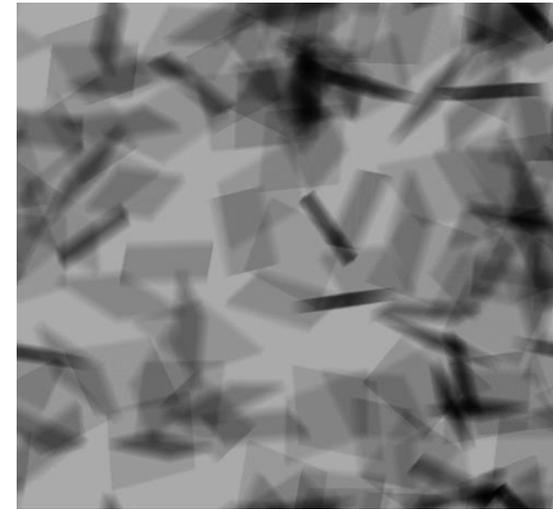
Simulation



réel



réel débruité



simulation

Innovater les énergies

Retrouvez-nous sur :

 www.ifpenergiesnouvelles.fr

 @IFPENinnovation

