

MCours.com

Troisième partie

**Modélisation morphologique 3D à
partir d'images 2D**

Modèles de milieux aléatoires génériques

Dans ce chapitre, nous allons définir l'ensemble des notions nécessaires à la modélisation microstructurale de l'anode et du collecteur de courant. Dans un premier temps, nous définirons le modèle Booléen et donnerons des propriétés liés à ce modèle. Le modèle de Gaussienne seuillée sera présenté dans un second temps.

5.1 Modèle Booléen

Le modèle Booléen introduit par [106, 69] a fait l'objet de nombreuses applications dans la littérature [68, 15, 43, 168, 144, 31].

5.1.1 Définition

Un modèle Booléen A est obtenu par implantation de grains primaires A' de forme quelconque sur un processus de points de Poisson \mathbb{P} [115] d'intensité θ . On notera que le recouvrement partiel/total des grains entre eux est tout à fait possible dans le cadre de ce modèle. L'atout majeur de ce modèle, en plus de l'aspect très flexible qu'il offre de par sa formulation, est de disposer de résultats analytiques sur ses propriétés statistiques. On écrit :

$$A = \bigcup_{x_i \in \mathbb{P}} A'_{x_i}, \quad (5.1)$$

où A'_{x_i} représente le translaté de A' au point x_i (Eq. 1.3) et \mathbb{P} un processus de points Poissonien d'intensité θ . Un exemple 2D de modèle Booléen de disques est présenté Fig. 5.1 ainsi que le processus de points de Poisson associé.

5.1.2 Propriétés

Pour un modèle Booléen A la covariance (Eq. 2.2) s'écrit de façon analytique [106] comme :

$$\overline{C}(h) = q_A^2 e^{-\theta \mu_3(A' \cap A'_h)} = q_A^{2-k_{A'}(h)} \quad (5.2)$$

où q_A représente la fraction volumique du complémentaire de A (Eq. 2.1) et $k_{A'}(h)$ le covariogramme géométrique normalisé qui se définit en 3 dimensions grâce à la

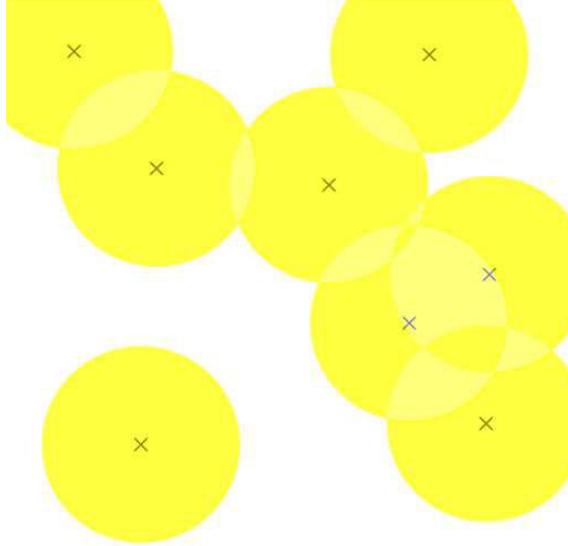


FIGURE 5.1 – Modèle Booléen 2D de disques de rayons constants et processus de point Poissonien associé (croix).

mesure de Lebesgue μ_3 selon :

$$k_{A'}(h) = \frac{K_{A'}(h)}{\mu_3(A')} \quad (5.3)$$

où $K_{A'}(h)$ représente le covariogramme géométrique défini comme :

$$K_{A'}(h) = \mu_3(A' \cap A'_{-h}) \quad (5.4)$$

L'érosion linéaire (Eq. 2.12) d'un modèle Booléen suit une loi exponentielle caractéristique de ce modèle. En effet, nous disposons de la relation suivante [106] pour un modèle Booléen A à grains primaires convexes :

$$Q(\ell) = q_A^{1-\ell k'_{A'}(0)} \quad (5.5)$$

Cette décroissance, proportionnelle à la dérivée en $h = 0$ du covariogramme géométrique normalisé du grain primaire, permet en pratique d'exclure l'utilisation d'un modèle Booléen à grains primaires convexes pour modéliser un ensemble aléatoire, si l'érosion linéaire de l'ensemble aléatoire en question ne présente pas un comportement linéaire en échelle lin-log.

5.1.3 Cas particuliers de grains primaires

La covariance du modèle Booléen s'obtient directement à partir du covariogramme géométrique du grain primaire étudié (voir Eq. 5.2). Dans ce paragraphe, la formulation de ce covariogramme pour un grain primaire sphérique est rappelée dans un premier temps. Dans un second temps, le cas de grains primaires sphériques de rayon R variable, distribué suivant une loi uniforme $R \sim U(0, R_{max})$, est présenté. Dans un troisième temps, le cas de grains cylindriques (à base circulaire) de taille constante est étudié.

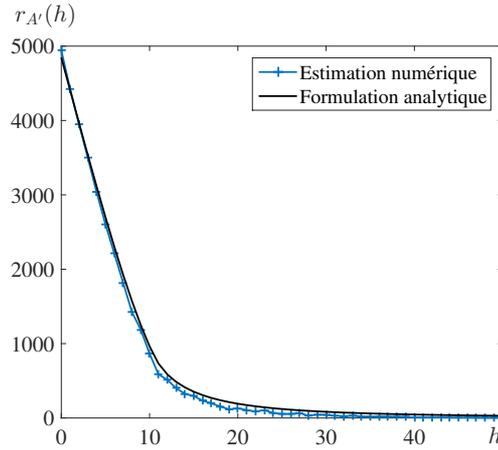


FIGURE 5.2 – Vérification numérique de la formule du covariogramme de cylindre. En traits pleins le covariogramme calculé numériquement (Pour h donné : tirage uniforme de directions sur la sphère unité puis mesure de la valeur moyenne du covariogramme d'un cylindre) pour un cylindre de rayon $R = 5$ voxels et de longueur $L = 51$ voxels. En pointillés le résultat obtenu en utilisant 5.8

Pour des grains primaires A' sphériques de rayon constant R on écrit [106] :

$$k_{A'}(h) = \begin{cases} 1 - \frac{3h}{4R} + \frac{h^3}{16R^3}, & \text{si } h < 2R \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (5.6)$$

Par extension, pour n grains primaires A'_i , ($i \in [1, n]$) sphériques de rayon variables $R_i \sim \mathcal{U}(0, R_{max})$ suivant une loi uniforme on écrit :

$$K_{A'}(h) = \begin{cases} \frac{\pi}{6n} \left(\sum_{h < 2R_i} R_i^3 - \frac{3}{2}h \sum_{h < 2R_i} R_i^2 + \frac{1}{2}h^3 \sum_{h < 2R_i} 1 \right), & \text{si } h < 2R \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (5.7)$$

Dans le cas de grains primaires cylindriques, on montre (Annexe A) que l'expression du covariogramme géométrique d'un cylindre de hauteur L et de rayon R et orienté aléatoirement sur la sphère unité \mathbb{S} s'écrit en coordonnées sphériques (h, θ, ϕ) :

$$k_{A'}(h) = \frac{1}{\pi R^2 L} \int_{\theta \in \mathbb{S}} \int_{\phi \in \mathbb{S}} (L - a(h, \theta, \phi)) 2R^2 \left(\text{acos}(z(h, \theta, \phi)) - z(h, \theta, \phi) \sqrt{1 - z^2(h, \theta, \phi)} \right), \quad (5.8)$$

où $a(h, \theta, \phi) = h \cos(\theta) \sin(\phi)$ et $z(h, \theta, \phi) = \frac{h}{2R} \sqrt{\sin^2(\theta) \sin^2(\phi) + \cos^2(\phi)}$. Le résultat de ce calcul est vérifié numériquement (Fig. 5.2) par comparaison au covariogramme géométrique mesuré sur un cylindre de taille fixée. Une expression analytique de ce covariogramme est donnée en Annexe A. Elle fait intervenir les intégrales elliptiques incomplètes de Jacobi, au premier et au second ordre.

5.2 Modèle de Gaussienne seuillée

Le modèle de Gaussienne seuillée est un modèle utilisé, GPAes en géosciences. Il prend en entrée la fonction de covariance $C_T(h)$ (Eq. 2.2) de l'ensemble aléatoire T que l'on souhaite modéliser et de ce fait est a-paramétrique.

5.2.1 Définition

Soit un ensemble aléatoire T de covariance $C_T(h)$ que l'on souhaite modéliser via le modèle de Gaussienne seuillée. Le modèle de Gaussienne seuillée X associé à T est un modèle défini par [5, 91] comme suivant :

$$X = \{\mathbf{x} \in \Omega; Z_X(\mathbf{x}) \geq \lambda_X\}, \quad Z_X(\mathbf{x}) = (w_X * U_X)(\mathbf{x}), \quad U_X(\mathbf{x}) \sim \mathcal{N}(0, 1), \quad (5.9)$$

où $*$ représente le produit de convolution, λ_X un seuil et $\mathcal{N}(0, 1)$ la distribution normale centrée-normée.

La fonction de poids w_X est normalisée et symétrique, nous écrivons :

$$\int_{\Omega} w_X^2(\mathbf{x}) d\mathbf{x} = 1, \quad (5.10)$$

$$w_X(\mathbf{x}) = w_X(-\mathbf{x}), \quad \mathbf{x} \in \Omega. \quad (5.11)$$

Cette dernière est directement reliée à la covariance $C_T(h)$ de T selon [91] :

$$C_T(h) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\rho_X(h)} \frac{1}{\sqrt{1-t^2}} e^{\frac{-\lambda_X^2}{1+t}} dt, \quad (5.12)$$

où $\rho_X(h) = (w_X * w_X)(h)$ et par conséquent :

$$w_X = FFT^{-1} \left(\sqrt{FFT(\rho_X)} \right), \quad (5.13)$$

où $FFT(\cdot)$ et $FFT^{-1}(\cdot)$ représentent respectivement l'opérateur transformée de Fourier et transformée de Fourier inverse.

5.2.2 Propriétés

L'espérance de l'indicatrice de X s'écrit :

$$f_X = P\{Z_X(x) \geq \lambda_X\} = P\{\mathcal{N}(0, 1) \geq \lambda_X\},$$

on estime donc le seuil λ_X comme :

$$\lambda_X = F^{-1}(1 - f_T), \quad (5.14)$$

où F est la fonction de distribution cumulative de la distribution normale et f_T la fraction volumique associée à l'ensemble aléatoire T que l'on souhaite reproduire. Une fois λ_X connu, la fonction de poids w_X s'obtient en inversant l'expression (5.12) pour obtenir $\rho_X(h)$ et en utilisant (5.13). Ces choix permettent théoriquement de reproduire la covariance mesurée $C_T(h)$.

Modèles d'anode

6.1 État de l'art dans la modélisation de matériaux d'anodes

6.1.1 Reconstructions 3D de microstructures de SOFC

La reconstruction 3D comprend l'acquisition et la segmentation d'images 3D. Les intérêts de la reconstruction sont multiples. Il s'agit premièrement d'extraire des caractéristiques morphologiques propres au matériau (fractions volumiques, lignes triples, covariances, etc). Deuxièmement, cette reconstruction 3D de la microstructure sert évidemment de témoin, permettant de valider le modèle choisi par comparaison indirecte (caractéristiques morphologiques, propriétés effectives) à l'échantillon réel. Dans un dernier temps, dans une démarche d'optimisation, la reconstruction 3D permet de comparer les propriétés de transport (conductivité, perméabilité) des modèles théoriquement améliorés avec celles issues de la reconstruction.

Jung et Zhang [81, 207] effectuent des analyses bidimensionnelles apportant uniquement des mesures simples sur la microstructure (comparaisons entre trois types de composition d'électrodes et estimation des lignes triples à partir d'images de coupes). Cependant, afin d'extraire un maximum d'informations sur le milieu étudié, de nombreux auteurs procèdent à la reconstructions 3D des couches actives de piles à combustible [53, 162, 64, 198, 78, 79, 94, 47, 95]. Ces auteurs utilisent un couplage sonde ionique focalisée (FIB - Focused Ion Beam) - Microscopie Électronique à Balayage (MEB) pour effectuer la reconstruction 3D des électrodes. La méthode est destructive mais cela ne pose pas de problème, l'échantillon ayant un faible coût. De plus, cette technique bénéficie d'une relative précision (jusqu'à $1000 \text{ nm}^3/\text{voxel}$ [47]) tout en permettant l'exploration de larges volumes (plusieurs centaines de μm^3). Joos [79] utilise, pour la segmentation des images 3D, un seuillage via la méthode d'Otsu [133] (minimisation de la variance intra-classe). Pour segmenter les images FIB-MEB d'une anode YSZ-Ni, Shearing [162] analyse le spectre des espèces chimiques en présence afin de les relier à une plage de valeurs sur l'échelle de niveau de gris (Energy-Dispersive Spectroscopy). La qualité généralement bonne des images permet d'effectuer une reconstruction à la fois précise (en terme de résolution) et exhaustive (en terme de taille de volume reconstruit) du milieu. La tomographie X, qui est une méthode non destructive, a récemment atteint la résolution en deçà de 50 nm [65] ce qui permet d'utiliser cette technique pour ce type d'applications.

6.1.2 Modélisation des couches actives de PAC

Plusieurs types de modèles de microstructures ont été développés pour représenter les couches actives de pile à combustible. Politis [140] construit un modèle biphasé basé sur l'évolution d'un modèle Booléen de sphères. Étant donné la connaissance des propriétés statistiques de la microstructure générée, le modèle est obtenu par minimisation (recuit simulé) de la différence entre la covariance estimée sur le matériau et celle du volume reconstruit. La solution est approchée par une méthode itérative qui consiste à modifier l'état des voxels en les faisant passer d'une phase à une autre jusqu'à obtenir un modèle possédant les propriétés statistiques escomptées. Une méthode du même type est utilisée par [170]. Ce type de méthode ne donne cependant qu'un très faible contrôle sur la géométrie des structures générées. De plus, comme on peut s'y attendre, les temps de calculs pour générer ce genre de modèles sont extrêmement grands dès que le volume simulé devient grand [168].

Gaiselmann [47] propose une modélisation stochastique d'une microstructure de LSC. Pour ce faire, les auteurs partent d'un modèle Booléen (avec distance de répulsion) de sphères à rayon variable. Munis d'un modèle de graphe pour déterminer la connectivité du modèle, une modification de la connectivité dans le graphe permet d'obtenir une unique composante connexe, en revenant du graphe au modèle (une transformation des rayons des sphères - correspondant aux nœuds du graphe - permet d'obtenir la composante connexe dans le milieu de sphère simulé). On retrouve d'ailleurs des similitudes avec les outils utilisés dans les travaux [168]. L'approche par les graphes semble donc intéressante en ce sens où elle permet un meilleur contrôle de la géométrie des microstructures générées, réduisant au passage les temps de calculs. De plus, nous mentionnons les travaux de [92] dans lesquels l'analyse d'anodes de type Ni-YSZ (dans une SOFC de type *Anode Supported Cell*) conduit à un modèle de gaussiennes seillées généré grâce à un logiciel commercial. La limitation de ce travail réside dans l'incapacité de modéliser un matériau triphasé.

6.2 Modélisation d'un milieu à trois phases

Dans cette section, la modélisation de la microstructure d'anode à trois phases (présentée au Chapitre 3) est étudiée. La caractérisation de ce matériau va être utilisée ici afin de construire un modèle statistiquement et visuellement proche du matériau réel. L'hypothèse d'isotropie validée en Sec. 3.3.2 à partir de l'étude des covariances est le point de départ des modèles.

6.2.1 Hypothèse d'indépendance

Dans cette section, on suppose en premier lieu que les trois phases B , G et W sont obtenues à partir de deux ensembles aléatoires indépendants X et Y , comme introduit dans [54]. Une combinaison de ces deux ensembles permet d'obtenir les trois ensembles aléatoires $(A_i)_{i \in \{1,2,3\}}$ définis comme suivant :

$$A_1 = X, \quad A_2 = X^c \cap Y, \quad A_3 = X^c \cap Y^c. \quad (6.1)$$

Cette définition est représentée schématiquement Fig. 6.1. Chacun des trois ensembles $(A_i)_{i \in \{1,2,3\}}$ est par la suite associé à l'une des phases B , W ou G . On

notera dans la suite $C_i(h)$ et $C_{ij}(h)$ (i and $j \in \{1, 2, 3\}$) les covariances et covariances croisées, respectivement, de l'ensemble A_i , comme défini Eq. 2.2. Les covariances $C_X(h)$ et $C_Y(h)$ des ensembles aléatoires X et Y ainsi que celles de leurs complémentaires X^c , Y^c , elles même notées $\overline{C}_X(h)$ et $\overline{C}_Y(h)$ sont reliées à celles des A_i par les relations suivantes :

$$C_1(h) = C_X(h) \quad (6.2)$$

$$C_2(h) = \overline{C}_X(h)C_Y(h), \quad (6.3)$$

$$C_3(h) = \overline{C}_X(h)\overline{C}_Y(h) \quad (6.4)$$

De plus, la construction du modèle selon Eq. 6.1 a des implications fortes sur les covariances croisées [71] pour les A_i en effet :

$$C_{12}(h) = \frac{C_2(0)}{1 - C_1(0)} [C_1(0) - C_1(h)] \quad (6.5)$$

$$C_{13}(h) = \frac{C_3(0)}{1 - C_1(0)} [C_1(0) - C_1(h)] \quad (6.6)$$

$$C_{23}(h) = \frac{C_2(0)}{1 - C_1(0)} \overline{C}_1(h) - C_2(h) \quad (6.7)$$

La formule Eq. 6.5 s'obtient grâce à la démonstration suivante :

$$\begin{aligned} C_{12}(h) &= P\{x \in A_1, x + h \in A_2\} \\ &= P\{x \in X, x + h \in X^c \cap Y\} \\ &= P\{x \in X, x + h \in X^c \cap Y\} P\{x + h \in Y\} \\ &= [C_X(0) - C_X(h)]C_Y(0). \end{aligned}$$

Les Eq. 6.6 et Eq. 6.7 sont obtenues de façon similaire. Cette structure particulière résultant de la construction du modèle, est utile pour tester la validité de l'hypothèse d'indépendance faite au début de cette section. En effet, les Eqs. 6.5, 6.6 et 6.7 sont vérifiées seulement si les ensembles aléatoires X et Y sont indépendants. Cette hypothèse peut être vérifiée sur le matériau en testant tous les choix possibles, dans l'assignation des phases B , G ou W aux ensembles A_1 , A_2 ou A_3 . Les six possibilités, notées $(H_k)_{k \in [1, \dots, 6]}$, sont données Tab. 6.1. Pour $1 \leq k \leq 6$, nous notons $\tilde{C}_{ij}^{H_k}(h)$ où $(i, j) \in \{B, G, W\}$ la covariance croisée C_{ij} définie Eqs. 6.5, 6.6 et 6.7 avec $(A_i)_{i \in [1, \dots, 3]}$ choisi au moyen du Tab. 6.1 de correspondance des $(H_k)_{k \in [1, \dots, 6]}$.

Pour chaque couple de valeurs $i \neq j$ et chacun des choix d'assignation d'ensembles H_k ($1 \leq k \leq 6$), la covariance croisée $\tilde{C}_{ij}^{H_k}(h)$ est calculée selon les Eqs. 6.5, 6.6 et 6.7 puis comparée à l'estimation directement faite sur les images MEB. Un exemple de cette comparaison est tracé Fig. 6.2 pour l'échantillon 29-i.

On remarque que pour $k \neq l$ on a en général $\tilde{C}_{ij}^{H_k}(h) \neq \tilde{C}_{ij}^{H_l}(h)$. Cependant, si l'on reprend les Eqs. 6.5, 6.6 et 6.7, on constate par exemple que $\tilde{C}_{GW}^{H_3}(h) = \tilde{C}_{GW}^{H_4}(h)$ et que $\tilde{C}_{WG}^{H_5}(h) = \tilde{C}_{WG}^{H_6}(h)$. Par conséquent, pour les deux phases W et G , la comparaison des covariances expérimentales C_{WG} (resp. C_{GW}) est faite avec les deux fonctions : $\tilde{C}_{GW}^{H_1}(h)$ et $\tilde{C}_{GW}^{H_3}(h)$ (resp. $\tilde{C}_{WG}^{H_2}(h)$ et $\tilde{C}_{WG}^{H_5}(h)$). Le même raisonnement s'applique lorsque l'on s'intéresse aux couples de phases (G, B) et (W, B) .

Afin de quantifier la qualité de chacune des possibilités d'assignation de phases H_k , l'erreur relative $E(k)$ associée est introduite selon :

$$E(k) = \sum_{i \neq j} \frac{1}{n+1} \sum_{h=1}^n \frac{|\hat{C}_{ij}^{H_k}(h) - C_{ij}(h)|}{C_{ij}(h)} \quad (6.8)$$

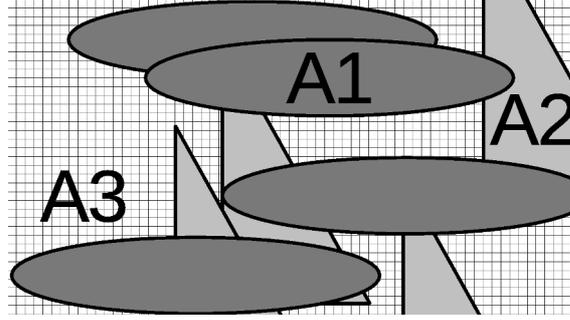


FIGURE 6.1 – Représentation schématique d'un matériau à trois phases A_1 (gris sombre), A_2 (gris clair), A_3 (hachures) modélisé par deux ensembles aléatoires indépendants X (ellipses) et Y (triangles).

Configuration	A_1	A_2	A_3
H_1	\tilde{B}	\tilde{G}	\tilde{W}
H_2	\tilde{B}	\tilde{W}	\tilde{G}
H_3	\tilde{G}	\tilde{B}	\tilde{W}
H_4	\tilde{G}	\tilde{W}	\tilde{B}
H_5	\tilde{W}	\tilde{B}	\tilde{G}
H_6	\tilde{W}	\tilde{G}	\tilde{B}

TABLE 6.1 – Définition des six choix possibles dans l'assignation de chacun des ensembles B , G ou W aux ensembles A_1 , A_2 ou A_3 . Par exemple le cas H_1 spécifie que A_1 sera l'ensemble aléatoire modélisant la phase B (phase poreuse), A_2 la phase G (conducteur électronique LST) et A_3 la phase W (conducteur ionique GCO).

pour chacun des échantillons et chacun des ensembles de choix H_k (Tab. 6.2).

La configuration H_6 minimise les erreurs relatives de 12 échantillons sur les 16 disponibles. De plus, $E(6)$ est proche de la valeur minimale de E pour trois des quatre échantillons pour lesquels elle ne constitue pas le minimum. Dans la suite, l'hypothèse d'indépendance entre X et Y est considérée comme vérifiée sous l'hypothèse H_6 , i.e. les trois phases s'écrivent selon l'Eq. 6.1 avec $W = A_1$, $G = A_2$ et $B = A_3$ comme spécifié au Tab. 6.1. Les relations pour le modèle du matériau se déduisent donc de la façon suivante :

$$\tilde{C}_W(h) = C_X(h) \quad (6.9)$$

$$\tilde{C}_G(h) = \overline{C}_X(h)C_Y(h), \quad (6.10)$$

$$\tilde{C}_B(h) = \overline{C}_X(h)\overline{C}_Y(h) \quad (6.11)$$

où les quantités $\tilde{C}_i(h)$ représentent les covariances associées au modèle de la microstructure sous la configuration H_6 . De fait, nous cherchons maintenant à déterminer la nature des modèles aléatoires X et Y , qui seront générés indépendamment l'un de l'autre afin de construire un modèle pertinent du matériau.

6.2.2 Stratégies de calage et de validation des modèles

Le calage de modèle (quand il a lieu) consiste à déterminer le jeu de paramètre optimal permettant d'obtenir les microstructures modèles les plus proches des microstructures réelles. Notre stratégie de calage est basée sur la minimisation de l'erreur

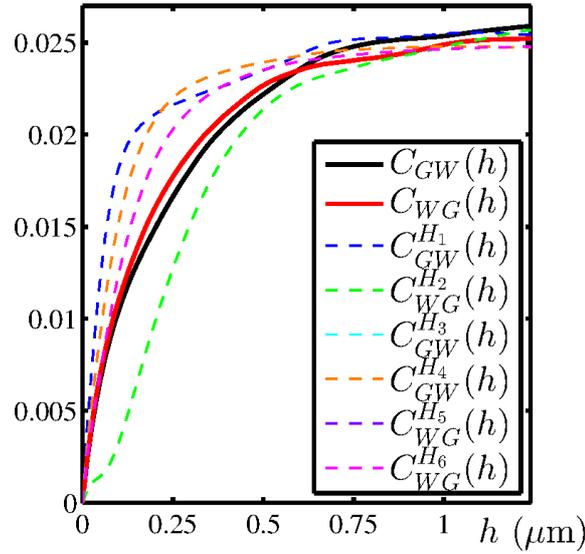


FIGURE 6.2 – Covariance croisée C_{GW} entre les ensembles G et W estimée sur les images MEB de l'échantillon 29-s (traits pleins). Comparaison avec les covariances croisées $\tilde{C}_{GW}^{H_k}$ calculées en utilisant les Eqs. 6.5, 6.6 et 6.7. Ces dernières sont calculées pour chacune des configurations $k = 1, \dots, 6$ du Tab. 6.1 et les covariances C_i estimées sur les images MEB sont utilisées en lieu et place (selon la configuration) au sein de ces expressions.

Image set	H_1	H_2	H_3	H_4	H_5	H_6
14-i	3.15	3.15	2.9	2.9	14.11	1.4
14-s	4.14	3.99	3.84	3.86	6.55	2.07
15-i	3.61	3.42	3.2	3.21	17.06	4.19
15-s	3.94	3.97	2.52	2.52	19.46	1.96
24-i	4.24	4.31	3.27	3.27	3.88	2.76
24-s	3.62	3.84	3.33	3.31	7.64	2.38
25-i	5.9	5.83	3.53	3.53	4.05	1.76
25-s	4.96	4.84	4.34	4.35	7.45	1.87
28-i	3.23	3.26	3.96	3.96	5.18	2.44
28-s	2.18	2.16	3.74	3.74	5.99	2.43
29-i	3.95	3.82	3.48	3.48	4.62	1.85
29-s	3.17	3.16	3.96	3.96	7.16	2.42
32-i	3.21	3.17	2.97	2.98	4.39	1.77
32-s	3.28	3.31	3.64	3.63	7.57	3.43
33-i	2.94	2.88	4.16	4.16	5.86	3.45
33-s	2.75	2.71	2.97	2.97	4.15	2.17

TABLE 6.2 – Erreur relative $E(k)$ (Eq. (6.8)) entre les covariances croisées estimées sur les images MEB $C_{ij}(h)$ et celles ($\tilde{C}_{ij}^{H_k}(h)$) calculées à partir des covariances $C_i(h)$ (voir Fig. 6.2) pour toutes les combinaisons H_1, \dots, H_6 . Pour chaque échantillon, la valeur minimum de $E(k)$, correspondant à la meilleure configuration (du Tab. 6.1) est coloriée en gris.

quadratique entre les fonctions de covariance. Par construction du modèle (Eq. 6.1), il est possible de séparer cette étape de calage en deux étapes quel que soit le type d'ensemble aléatoire considéré pour X et Y . Nous calculons une fonction d'erreur notée v_i (ou bien \bar{v}_i selon la complexité des expressions obtenues pour $\tilde{C}_i(h; \mathcal{P})$ et $\tilde{\bar{C}}_i(h; \mathcal{P})$) avec $i \in \{B, G, W\}$ associée à cette différence. Un problème de minimisation associé à v_W est alors résolu (ou bien \bar{v}_W) puis, dans un second temps, un problème de minimisation associé à v_G (ou bien \bar{v}_G).

$$v_i = \int_h \left(C_i(h) - \tilde{C}_i(h; \mathcal{P}) \right)^2 dh, \quad (6.12)$$

$$\bar{v}_i = \int_h \left(\bar{C}_i(h) - \tilde{\bar{C}}_i(h; \mathcal{P}) \right)^2 dh, \quad (6.13)$$

où $C_i(h)$ (resp. $\bar{C}_i(h)$) représente la covariance de la phase i estimée sur les images MEB et $\tilde{C}_i(h; \mathcal{P})$ (resp. $\tilde{\bar{C}}_i(h; \mathcal{P})$) la covariance associée au modèle. Le terme \mathcal{P} représente l'ensemble des paramètres dont le dit modèle dépend.

Dans certains cas, il est possible d'explicitier les fonctions de covariance $\tilde{C}_i(h; \mathcal{P})$ (ou bien $\tilde{\bar{C}}_i(h; \mathcal{P})$) des différentes phases i du modèle de façon analytique. Par exemple pour des modèles Booléens à grains sphériques (Eq. 5.6 et Eq. 5.2) ou cylindriques (Eq. 5.8 et Eq. 5.2). Dans ce cas le calage des paramètres est effectué de façon totalement analytique.

Pour des grains primaires plus complexes comme les sphéro-cylindres, il est nécessaire de générer un modèle pour un jeu de paramètres donné afin d'en estimer la covariance $\tilde{C}_i(h; \mathcal{P})$ (ou bien $\tilde{\bar{C}}_i(h; \mathcal{P})$). Pour des contraintes évidentes de temps de calcul, des volumes relativement petits devant la taille du VER estimé pour $\epsilon_{f_i} = 5\%$ (Tab.3.4) sont générés à cette étape. Conséquemment, les covariances estimées sur les modèles présentent une grande variabilité, ne permettant pas d'effectuer une optimisation basée sur un calcul de gradient. L'algorithme de minimisation de J.Nelder et R.Mead [131] dans lequel la dérivée de la fonction objectif n'intervient pas explicitement est par conséquent utilisé.

Enfin, nous verrons par la suite que de par leur construction, les modèles Gaussiens ne nécessitent pas d'étape de calage de paramètres à proprement parler. Une fonction de poids est directement calculée à partir de la donnée de la covariance estimée sur un échantillon, ce qui permet d'obtenir un modèle adapté à un échantillon donné. Le calcul de cette fonction de poids ne nécessite pas d'optimisation numérique.

Une fois les paramètres optimaux déterminés afin de reproduire au mieux la fonction de covariance, la validation du modèle passe systématiquement au travers d'au moins quatre comparaisons afin de vérifier la conformité de l'empreinte morphologique du modèle à celle de la microstructure du matériau. Dans un premier temps, c'est tout naturellement un critère de ressemblance visuel qui est observé. Dans un second temps, il s'agit de vérifier que les covariances cibles du calage sont correctement restituées. Dans un troisième temps, la comparaison modèle-matériau est effectuée pour les érosions linéaires $Q_i(\ell)$ (Eq. 2.12) associées à chaque phase ainsi que les courbes de granulométries $G_i(S)$ (Eq. 2.14). Ces mesures n'ont à aucun moment été utilisées lors de la procédure de calage. Ces comparaisons systématiques permettent alors de confirmer ou d'infirmer la pertinence du modèle généré d'un point de vue qualitatif et quantitatif.

6.3 Modèles Booléens

Dans cette section, nous allons nous intéresser aux différentes tentatives de modèles qui ont été employées afin de représenter les microstructures des anodes par l'intermédiaire de modèles Booléens. Ces modèles ont l'avantage de posséder une grande flexibilité au travers du choix des grains primaires d'une part et de leur distribution de taille d'autre part. De plus, un certain nombre de résultats analytiques sont disponibles pour ce type de modèle et permettent d'en faciliter le calage (voir Sec. 6.2.2). Le choix de ce type de modèle a été motivé par la forme des érosions linéaires estimées sur les échantillons d'anodes (Fig. 3.13) qui présentent en échelle lin-log un comportement assez linéaire, parfaitement compatible avec les érosions linéaires théoriquement attendues pour un modèle Booléen (Eq. 5.5). Pour rappel, l'ensemble des modèles présentés dans cette partie sont définis sous hypothèse d'isotropie et dans le cadre de l'hypothèse d'indépendance en configuration H_6 (voir Sec. 6.2.1).

6.3.1 Modèle Booléen de sphères et de cylindres

Définition

Visuellement, on constate (Fig.3.8) que les grains de GCO (en blanc) présentent une assez forte sphéricité alors que les grains de LST (en gris) ont une élongation un peu plus importante. Afin de commencer la recherche d'un modèle permettant de réaliser ces microstructures complexes, un premier modèle, simple et disposant de peu de paramètres est proposé. Ce modèle est défini en prenant X comme étant un modèle Booléen de sphères de rayon constant R_X et d'intensité (Sec. 5.1) θ_X et Y comme un modèle Booléen de cylindres de rayon constant R_Y , de longueur L_Y et d'intensité θ_Y . L'ensemble des cinq paramètres de ce modèle s'écrit $\mathcal{P} = (\theta_X, R_X, \theta_Y, R_Y, L_Y)$.

Calage et validation

Nous explicitons des liens entre les paramètres de \mathcal{P} afin de réduire la dimension de l'espace des paramètres présents lors de la phase de calage. En effet, en utilisant les Eqs. 6.9, 6.10 et 5.2 en $h = 0$ nous écrivons :

$$q_X = q_W = e^{-\theta_X \frac{4}{3} \pi R_X^3} \quad (6.14)$$

$$q_Y = \frac{1 - q_B}{q_W} = e^{-\theta_Y \pi L_Y R_Y^2} \quad (6.15)$$

Les équations Eqs. 5.6, 5.8, 6.9, 6.10 et 5.2 permettent de calculer les covariances des phases \tilde{G} et \tilde{W} du modèle selon :

$$\overline{C}_{\tilde{W}}(h) = q_X^{2-k_X(h;R_X)} \quad (6.16)$$

$$C_{\tilde{G}}(h) = \left(1 - 2q_Y + q_Y^{2-k_Y(h;(R_Y,L_Y))}\right) \overline{C}_W(h) \quad (6.17)$$

L'erreur quadratique entre les covariances analytiquement calculées (Eqs. 6.16 et 6.17) et celles estimées sur les images est numériquement minimisée sur les trois paramètres libres restant en utilisant [131]. Dans un premier temps, \overline{v}_W (Eq. 6.13)

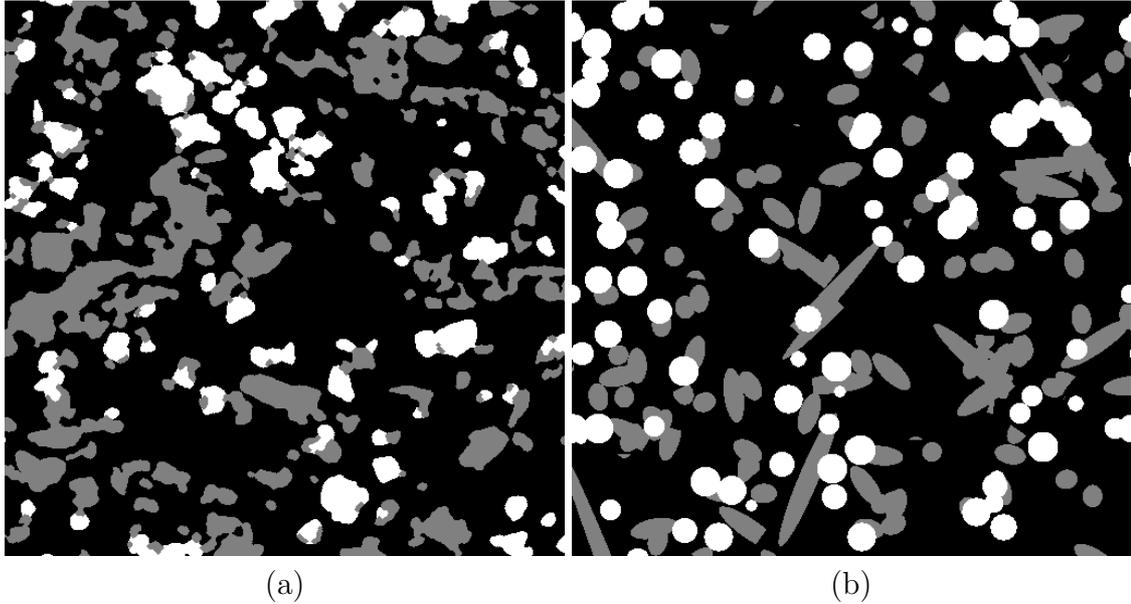


FIGURE 6.3 – (a) Échantillon IST-29-i : Partie d’une image MEB segmentée. (b) Coupe bidimensionnelle du modèle Booléen optimisé de sphères et de cylindres aux tailles constantes.

est minimisé afin de déterminer le paramètre R_X , ensuite, les deux paramètres R_Y et L_Y sont obtenus par minimisation de v_G (Eq. 6.12).

Une microstructure optimale au sens de la covariance est obtenue pour $R_X = 14$, $\theta_X = 1,31 \cdot 10^{-5}$, $R_Y = 8$, $L_Y = 147$ et $\theta_Y = 6,70 \cdot 10^{-6}$ pour l’échantillon IST-29-i. Les fractions volumiques des modèles générées sont retrouvées avec précision pour les trois phases : $f_B = 0.71 \approx \tilde{f}_B = 0.68$, $f_G = 0.16 \approx \tilde{f}_G = 0.16$ et $f_W = 0.15 \approx \tilde{f}_W = 0.14$. Les covariances et érosions linéaires sont aussi correctement retrouvées (Fig. 6.4a et 6.4b). Cependant, ce modèle est dans l’incapacité de reproduire les courbes de granulométries estimées sur les images MEB (Fig. 6.4c), qui sont beaucoup plus dispersées que la distribution très peu éparse obtenue sur le modèle généré avec le jeu de paramètres optimaux. Une coupe bidimensionnelle de la microstructure optimisée est représentée Fig. 6.3b, pour comparaison avec le matériau acquis par MEB Fig.6.3a et il apparaît également que le modèle n’est pas visuellement satisfaisant.

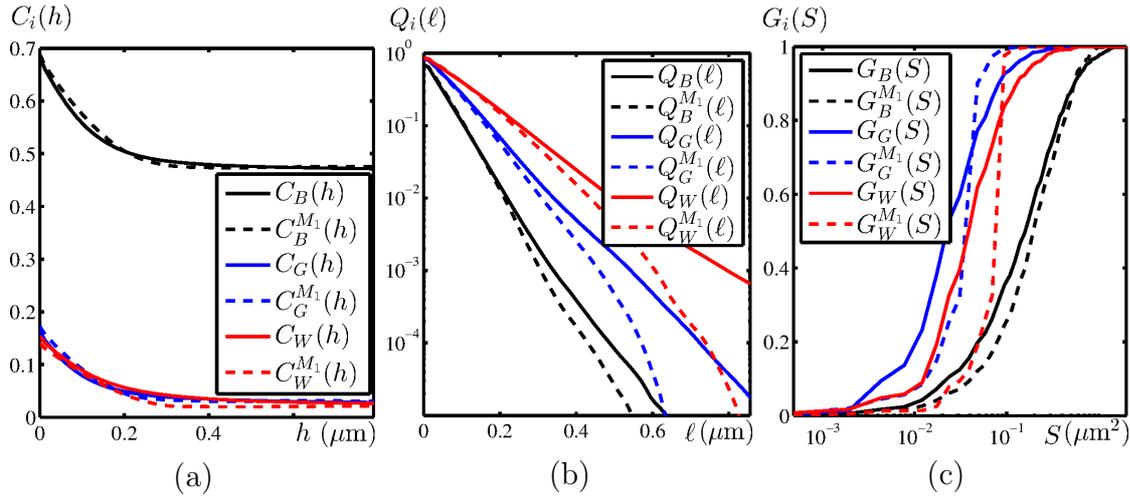


FIGURE 6.4 – Échantillon IST-29-i : (a) Covariances $C_i(h)$, (b) Érosions linéaires $Q_i(\ell)$ et (c) Granulométries $G_i(h)$. Comparaison entre l’empreinte morphologique des images MEB segmentées (traits pleins) et de celle estimée sur des coupes bi-dimensionnelles du modèle 3D Booléen (paramètres \mathcal{P} optimisés) de sphères et de cylindres aux tailles constantes (tirets). La comparaison est effectuée pour chacune des trois phases B (noir), G (bleu) et W (rouge).

6.3.2 Modèle Booléen de sphères à deux échelles et de cylindres

Définition

Nous avons vu en Sec. 6.3.1 que le modèle précédemment proposé permet une reproduction acceptable des fonctions de covariance et des érosions linéaires du matériau acquis au MEB, tout en restant parcimonieux en termes de paramètres (cinq paramètres dont trois libres). Cependant, en raison de la constance de la taille des grains primaires, les granulométries sont mal reproduites avec ce modèle. Nous choisissons de l’enrichir afin d’améliorer l’empreinte associée. Un nouveau modèle est défini en prenant X comme un modèle Booléen de sphères aux rayons distribués sur deux modalités constantes R_{X_1} d’intensité θ_{X_1} et R_{X_2} d’intensité θ_{X_2} . L’ensemble aléatoire Y est pris comme un modèle Booléen de cylindres de rayon constant R_Y , de longueur L_Y et d’intensité θ_Y . L’ensemble des sept paramètres de ce modèle s’écrit $\mathcal{P} = (\theta_{X_1}, R_{X_1}, \theta_{X_2}, R_{X_2}, \theta_Y, R_Y, L_Y)$.

Calage et validation

Nous explicitons des liens entre les paramètres de \mathcal{P} afin de réduire la dimension de l’espace des paramètres présents lors de la phase de calage. En effet, en utilisant les Eqs. 6.9, 6.10 et 5.2 en $h = 0$ nous écrivons :

$$q_X = q_{X_1} q_{X_2} = q_W = e^{-\frac{4}{3}\pi(\theta_{X_1} R_{X_1}^3 + \theta_{X_2} R_{X_2}^3)} \quad (6.18)$$

$$q_Y = \frac{1 - q_B}{q_W} = e^{-\theta_Y \pi L_Y R_Y^2} \quad (6.19)$$

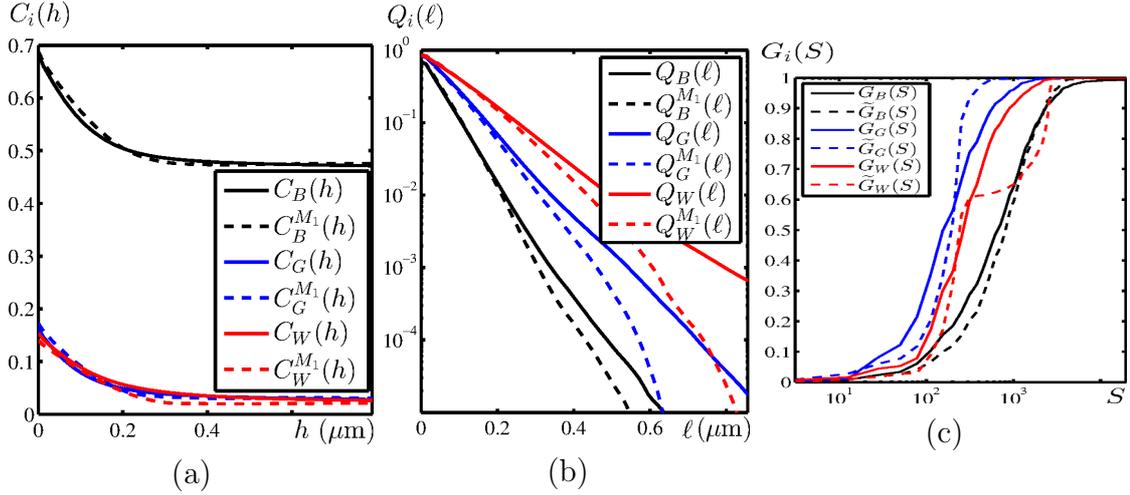


FIGURE 6.5 – Échantillon IST-29-i : (a) Covariances $C_i(h)$, (b) Érosions linéaires $Q_i(\ell)$ et (c) Granulométries $G_i(h)$. Comparaison entre l’empreinte morphologique des images MEB segmentées (traits pleins) et de celle estimée sur des coupes bidimensionnelles du modèle 3D Booléen (paramètres \mathcal{P} optimisés) de sphères à deux échelles et de cylindres aux tailles constantes (tirets). La comparaison est effectuée pour chacune des trois phases B (noir), G (bleu) et W (rouge).

Les équations Eqs. 5.6, 5.2, 6.9, 6.10 et 5.8 permettent de calculer les covariances des phases \tilde{G} et \tilde{W} du modèle selon :

$$\overline{C}_{\tilde{W}}(h) = q_{X_1}^{2-k_{X_1}(h;R_{X_1})} \left(\frac{q_W}{q_{X_1}} \right)^{2-k_{X_2}(h;R_{X_2})} \quad (6.20)$$

$$C_{\tilde{G}}(h) = \left(1 - 2q_Y + q_Y^{2-k_Y(h;(R_Y,L_Y))} \right) \overline{C}_{\tilde{W}}(h) \quad (6.21)$$

L’erreur quadratique entre les covariances analytiquement calculées (Eqs. 6.16 et 6.17) et celles estimées sur les images est numériquement minimisée sur les quatre paramètres libres restant en utilisant [131]. Dans un premier temps \overline{v}_W (Eq. 6.13) est minimisé afin de déterminer les paramètres θ_{X_1} , R_{X_1} et R_{X_2} . Dans un second temps les deux paramètres R_Y et L_Y sont obtenus par minimisation de v_G (Eq. 6.12).

Une microstructure optimale au sens de la covariance est obtenue pour $\theta_{X_1} = 1.84 \cdot 10^{-7}$, $R_{X_1} = 37$, $\theta_{X_2} = 2.42 \cdot 10^{-5}$, $R_{X_2} = 10$, $\theta_Y^{M_2} = 2.04 \cdot 10^{-5}$, $D_Y^{M_2} = 11$, $L_Y^{M_2} = 113$ pour l’échantillon IST-29-i. Les covariances et érosions linéaires sont aussi correctement retrouvées (Fig. 6.5a et 6.5b). Cependant, ce modèle est dans l’incapacité de reproduire correctement les courbes de granulométries obtenues sur les images MEB (Fig. 6.5c), qui sont beaucoup plus dispersées que la distribution très peu épaisse obtenue sur le modèle généré avec le jeu de paramètres optimaux malgré l’ajout d’une échelle dans la génération de la microstructure. Une coupe bidimensionnelle de la microstructure optimisée est représentée Fig. 6.6b, pour comparaison avec le matériau acquis par MEB Fig.6.6a et il apparaît également que le modèle n’est pas visuellement satisfaisant.

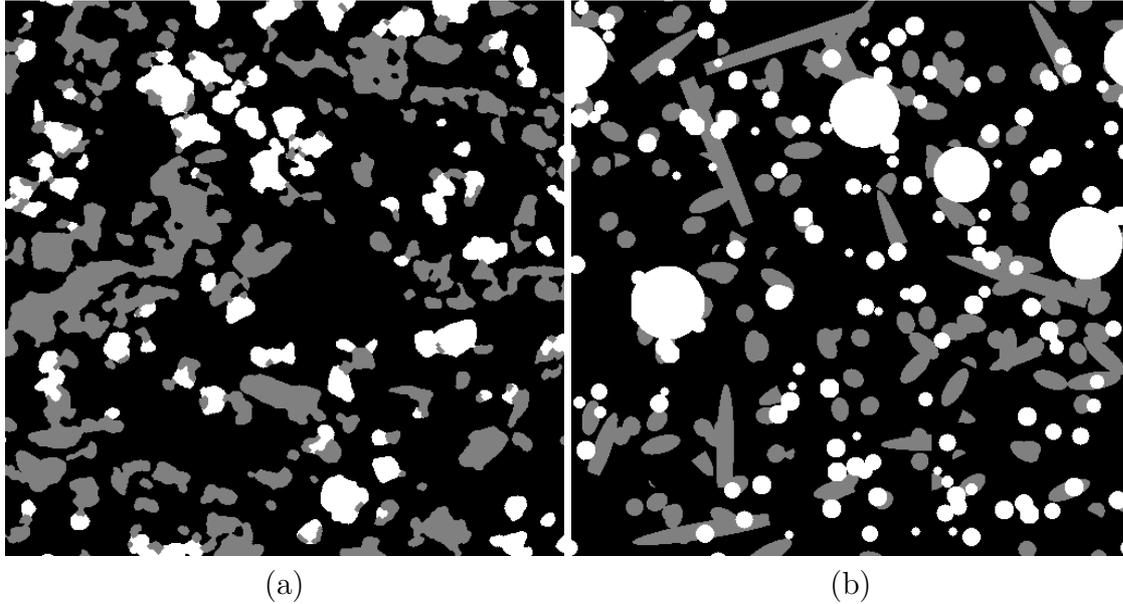


FIGURE 6.6 – (a) Échantillon IST-29-i : Partie d'une image MEB segmentée. (b) Coupe bidimensionnelle du modèle Booléen optimisé de sphères à deux échelles et de cylindres de taille constante.

6.3.3 Modèle Booléen de sphères aux tailles de grains uniformément distribués

Définition

L'ajout d'une échelle (Sec. 6.3.2) au modèle Booléen de sphères et de cylindres présenté Sec. 6.3.1 ne permet toujours pas de reproduire correctement l'empreinte morphologique du matériau. Pour cette raison, nous nous tournons vers une distribution plus variée en termes de tailles de grains. Un nouveau modèle est défini en prenant X comme un modèle Booléen de sphères aux rayons distribués uniformément. Ceci signifie que la fraction volumique des sphères d'un rayon donné dans X est égale à celle des sphères d'un autre rayon. Ces rayons sont choisis entre deux valeurs finies m et M . Numériquement, cette répartition se traduit par un nombre k fini ($k = M - m + 1$) de rayons possibles. L'intensité du processus de points associée à l'ensemble des sphères (pour tous les rayons) est notée θ_X . La fraction volumique générée pour chacun des u rayons est notée q_u . Elle vérifie $\forall u \ q_u = (q_X)^{\frac{1}{k}}$. L'intensité du processus de points associée est notée θ_u , telle que $\sum_{u=m}^M \theta_u = \theta_X$. L'ensemble aléatoire Y est pris comme un modèle Booléen de cylindres de rayon constant R_Y , de longueur L_Y et d'intensité θ_Y . L'ensemble des six paramètres de ce modèle s'écrit $\mathcal{P} = (q_u, m, M, \theta_Y, R_Y, L_Y)$.

Validation

Nous explicitons des liens entre les paramètres de \mathcal{P} afin de réduire la dimension de l'espace des paramètres présents lors de la phase de calage. En effet, en utilisant

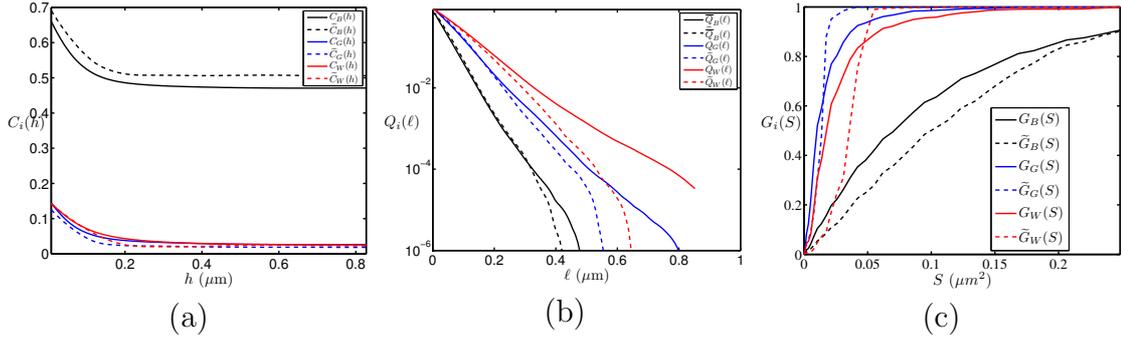


FIGURE 6.7 – Échantillon IST-29-i : (a) Covariances $C_i(h)$, (b) Érosions linéaires $Q_i(\ell)$ et (c) Granulométries $G_i(h)$. Comparaison entre l’empreinte morphologique des images MEB segmentées (traits pleins) et de celle estimée sur des coupes bi-dimensionnelles du modèle 3D Booléen (paramètres \mathcal{P} optimisés) de sphères aux rayons uniformément distribués et de cylindres aux tailles constantes (tirets). La comparaison est effectuée pour chacune des trois phases B (noir), G (bleu) et W (rouge).

les Eqs. 6.9, 6.10 et 5.2 en $h = 0$ nous écrivons :

$$q_X = (q_u)^k = q_W = e^{-\frac{4}{3}\pi \sum_{i=m}^M (\theta_i i^3)} \quad (6.22)$$

$$q_Y = \frac{1 - q_B}{q_W} = e^{-\theta_Y \pi L_Y R_Y^2}, \quad (6.23)$$

où $q_u = q_W^{\frac{1}{k}}$ représente la fraction volumique occupée par les sphères de rayon u donné, et θ_u l’intensité du processus de points Poissonien associée. Les équations Eqs. 5.6, 5.2, 6.9, 6.10 et 5.8 permettent de calculer les covariances des phases \tilde{G} et \tilde{W} du modèle selon :

$$\overline{C}_{\tilde{W}}(h) = q_W^{\frac{1}{k} (2k - \sum_{i=m}^M k_X(h;i))} \quad (6.24)$$

$$C_{\tilde{G}}(h) = \left(1 - 2q_Y + q_Y^{2 - k_Y(h;(R_Y, L_Y))}\right) \overline{C}_{\tilde{W}}(h) \quad (6.25)$$

Une microstructure optimale au sens de la covariance est obtenue pour $q_u = 0.8439$, $m = 13$, $M = 16$, $\theta_Y = 7.4754 \cdot 10^{-6}$, $R_Y = 8$ et $L_Y = 130$ pour l’échantillon IST-29-i. La comparaison des empreintes morphologiques est donnée Fig. 6.7, en dehors du léger décalage observé entre les covariances (uniquement dû à un volume généré trop faible entraînant une plus grande variabilité dans la fraction volumique des phases générées), une différence notable est observée à l’endroit des granulométries qui sont foncièrement différentes de celles estimées sur le matériau. Une coupe bidimensionnelle de la microstructure optimisée est représentée Fig. 6.8b, pour comparaison avec le matériau acquis par MEB Fig.6.8a. Le modèle n’est pas visuellement satisfaisant.

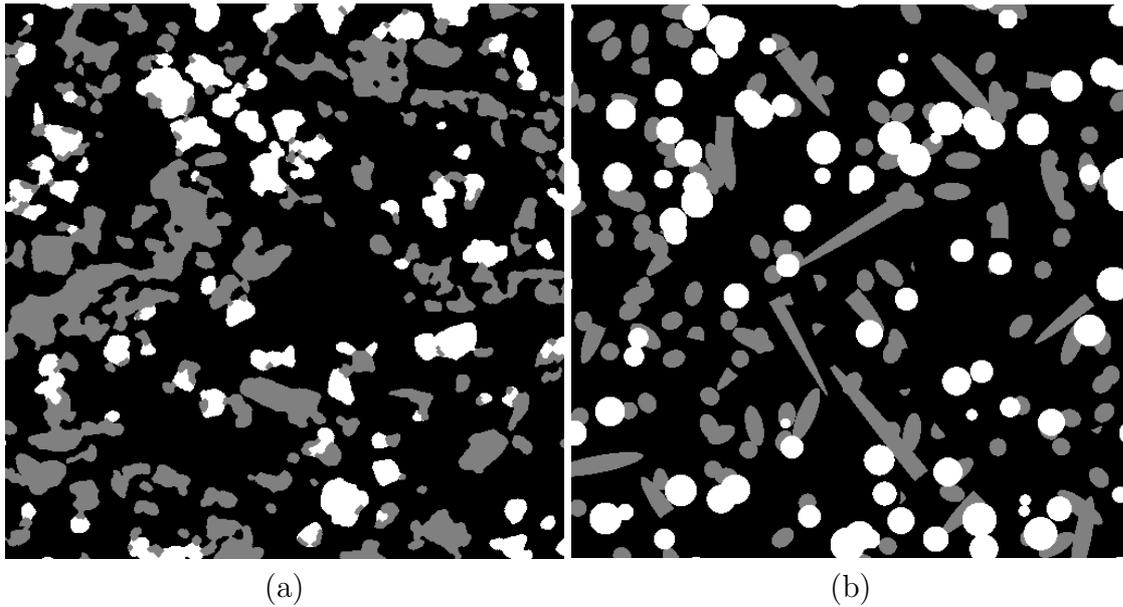


FIGURE 6.8 – (a) Échantillon IST-29-i : Partie d'une image MEB segmentée. (b) Coupe bidimensionnelle du modèle Booléen optimisé de sphères aux rayons uniformément distribués et de cylindres de taille constante.

6.3.4 Modèle Booléen de sphéro-cylindres

Définition

Nous avons constaté que l'ensemble des modèles Booléens proposés sont visuellement assez éloignés du matériau. Deux principales raisons sont identifiées, la première correspond à l'aspect trop artificiel des sphères générées dans le modèle ; la seconde correspond à la présence de cylindres à base circulaire, qui, coupés par des plans aléatoirement choisis (pour la visualisation) laissent apparaître des frontières linéaires non observées dans la microstructure. Pour les raisons citées précédemment, nous testons la capacité d'un modèle Booléen de sphéro-cylindres à répondre aux problématiques exposées. Ce modèle est défini en prenant pour X et Y deux modèles Booléens à grains primaires X' et Y' pris comme des sphéro-cylindres (schéma du sphéro-cylindre Fig. 6.9) de rayons constants (R_X et R_Y) et de longueurs constantes (L_X et L_Y). Les problèmes d'échelle sont temporairement mis de côté, l'objectif étant d'obtenir des frontières régulières entre les phases. L'ensemble des six paramètres de ce modèle s'écrit $\mathcal{P} = (\theta_X, R_X, L_X, \theta_Y, R_Y, L_Y)$.

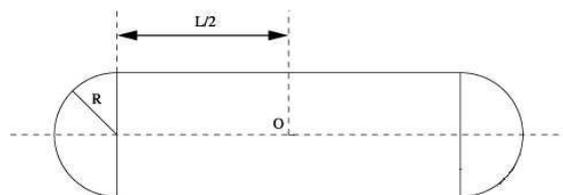


FIGURE 6.9 – Vue en coupe d'un grain primaire sphéro-cylindrique de rayon R et de longueur L .

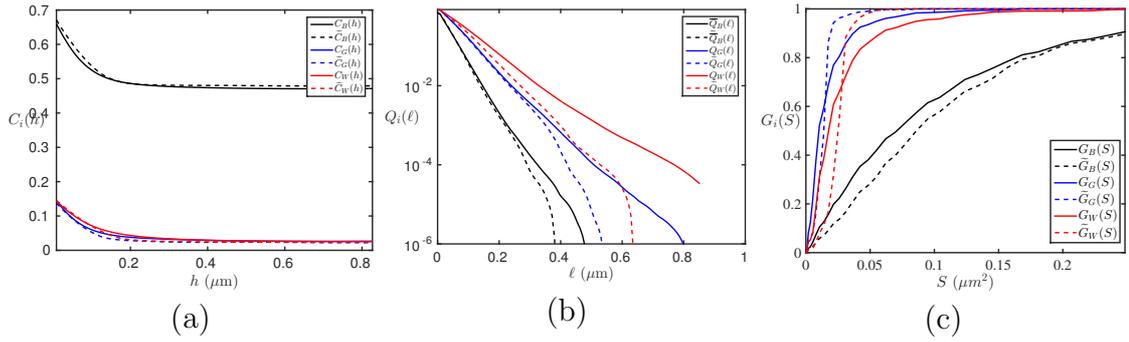


FIGURE 6.10 – Échantillon IST-29-i : (a) Covariances $C_i(h)$, (b) Érosions linéaires $Q_i(\ell)$ et (c) Granulométries $G_i(h)$. Comparaison entre l’empreinte morphologique des images MEB segmentées (traits pleins) et de celle estimée sur des coupes bi-dimensionnelles du modèle 3D Booléen (paramètres \mathcal{P} optimisés) de sphères aux rayons uniformément distribués et de cylindres aux tailles constantes (tirets). La comparaison est effectuée pour chacune des trois phases B (noir), G (bleu) et W (rouge).

Validation

À notre connaissance, aucune expression analytique n’est connue pour calculer analytiquement le covariogramme d’un sphéro-cylindre. Nous sommes donc dans la situation où l’optimisation fait intervenir une génération de modèle (pour un jeu de paramètres \mathcal{P} donné) et où la fonction objectif liée à cette optimisation est calculée selon l’Eq. 6.12 à partir de la covariance $\tilde{C}_i(h)$ directement estimée sur les réalisations. Des volumes de taille 384^3 voxels sont choisis afin d’obtenir une erreur relative $\epsilon_{f_i} \approx 10\%$ selon l’étude du VER Sec. 3.3.6. Le résultat de cette optimisation donne accès à une microstructure optimisée au regard de la covariance pour $\theta_X = 1.2057 \cdot 10^{-5}$, $R_X = 11$, $L_X = 23$, $\theta_Y = 7.0672 \cdot 10^{-6}$, $R_Y = 8$, $L_Y = 143$. La comparaison des empreintes morphologiques est donnée Fig. 6.10. Les granulométries du modèle sont encore une fois assez loin de reproduire celles du matériau. Une coupe bidimensionnelle de la microstructure optimisée est représentée Fig. 6.11b, pour comparaison avec le matériau acquis par MEB Fig. 6.11a. Encore une fois, le modèle n’est pas visuellement satisfaisant.

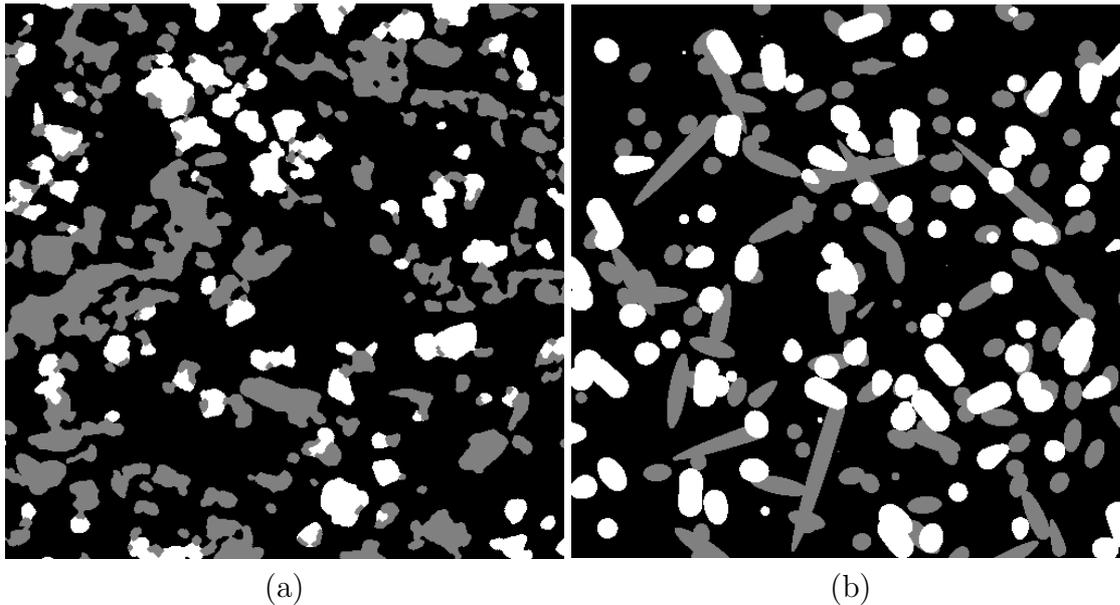


FIGURE 6.11 – (a) Échantillon IST-29-i : Partie d'une image MEB segmentée. (b) Coupe bidimensionnelle du modèle Booléen optimisé de sphéro-cylindres de tailles constantes.

6.4 Modèle de Gaussiennes seuillées

6.4.1 Définition

Nous avons constaté que les modèles Booléens testés sont dans l'incapacité (du point de vue de l'empreinte morphologique) de correctement représenter le matériau étudié. De plus, ils sont visuellement éloignés du matériau segmenté. Des tentatives d'enrichissement du modèle ont été effectuées afin d'améliorer ces deux points, sans succès. L'enrichissement de ces modèles est techniquement assez simple. Cependant, elle complexifie drastiquement la phase de calage des paramètres quand les expressions analytiques viennent à manquer et que le calage nécessite la génération de microstructures. Ces constats nous ont amenés à considérer [1] les modèles de Gaussiennes seuillées définis en Sec. 5.2 pour X et Y . Les fonctions de covariances utilisées afin de calculer les fonctions de poids w_X et w_Y sont définies selon les Eqs. 6.9 et 6.10.

Les contours des phases dans ce modèle (représenté Fig. 6.13b) sont très irréguliers. Ce phénomène a déjà été constaté dans [22]. Il est lié à la décroissance de la covariance en $h = 0$ avec une pente trop forte. Les auteurs arrivent à régulariser les contours en remplaçant les covariances estimées sur le matériau par des covariances modélisées par une covariance analytique et stable définie par [29] et dépendant de deux paramètres n (avec $n \leq 1$) et c selon :

$$C(h) = f^2 + f(1 - f)e^{-ch^n} \quad (6.26)$$

Il faut donc régulariser les covariances disponibles avec cette expression. Le résultat est un échec. En effet, ce modèle ne s'adapte pas aux covariances disponibles (non présenté) et aboutit à une génération de modèles sous-optimaux représentés Fig. 6.13c où l'irrégularité des contours reste présente. Afin de préserver une régularité de contours, nous avons ajouté aux modèles de Gaussiennes seuillées *classiques* une

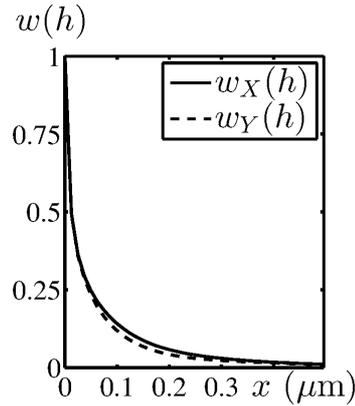


FIGURE 6.12 – Fonctions de poids w_X et w_Y pour l'échantillon IST-29-i. Chaque fonction de poids est définie selon l'Eq 5.13 où $\rho_{X,Y}$ est obtenu numériquement par l'inversion de l'expression intégrale Eq. 5.12.

étape de convolution de la fonction de poids par noyau \mathcal{K} Gaussien centré et normé :

$$w'_{X,Y}(\mathbf{x}) = (w_{X,Y} * \mathcal{K})(\mathbf{x}), \quad (6.27)$$

où $w'_{X,Y}(\mathbf{x})$ représente la fonction de poids régularisée. Afin de ne pas alourdir le texte, l'appellation *modèle de Gaussienne seuillée* est conservée dans la suite pour parler du modèle de Gaussienne seuillée à fonction de poids régularisée. Aucune confusion n'est possible dans la mesure ou la totalité des modèles de type Gaussienne seuillée présentés dans la suite de ce manuscrit bénéficient de cette étape de régularisation.

6.4.2 Validation

Les deux ensembles aléatoires X et Y sont générés à partir de Gaussiennes seuillées et ne nécessitent pas d'optimisation numérique. Les fractions volumiques de chaque phase dans ce modèle sont données au Tab. 6.3 ainsi que les erreurs relatives liées au calcul du VER (sur les modèles). Les fractions volumiques du modèle sont très proches de celles estimées sur les images MEB. D'autres mesures morphologiques concernant le modèle de Gaussiennes seuillées sont présentées Fig. 6.14 et Fig. 6.15. Elles sont comparées avec celles des images segmentées. Comme on pouvait s'y attendre, les fonctions de covariance C_W et C_G directement utilisées dans la modélisation sont correctement retrouvées. Une bonne correspondance est observée entre les covariances C_B (des images MEB) et \tilde{C}_B (du modèle), ainsi que pour les érosions linéaires $Q_i(\ell)$ et les granulométries $G_i(h)$ des trois phases. Ce résultat est remarquable puisque l'information liée aux érosions linéaires et aux granulométries n'a absolument pas été utilisée dans la génération du modèle. Pour certains échantillons (comme celui présenté Fig. 6.14), de légères différences entre les covariances C_B et \tilde{C}_B peuvent être observées. Ces légères différences apparaissent anecdotiquement pour les granulométries de quelques échantillons mais globalement le modèle proposé reproduit de façon assez fine les mesures estimées sur les matériaux. Une comparaison visuelle entre ce modèle et la segmentation obtenue à partir des images MEB (Fig. 6.16) confirme la capacité du modèle à reproduire le matériau dans l'entière complexité de sa microstructure, les deux images étant en effet assez proches l'une de l'autre. Dans un souci de rigueur, les surfaces spécifiques estimées

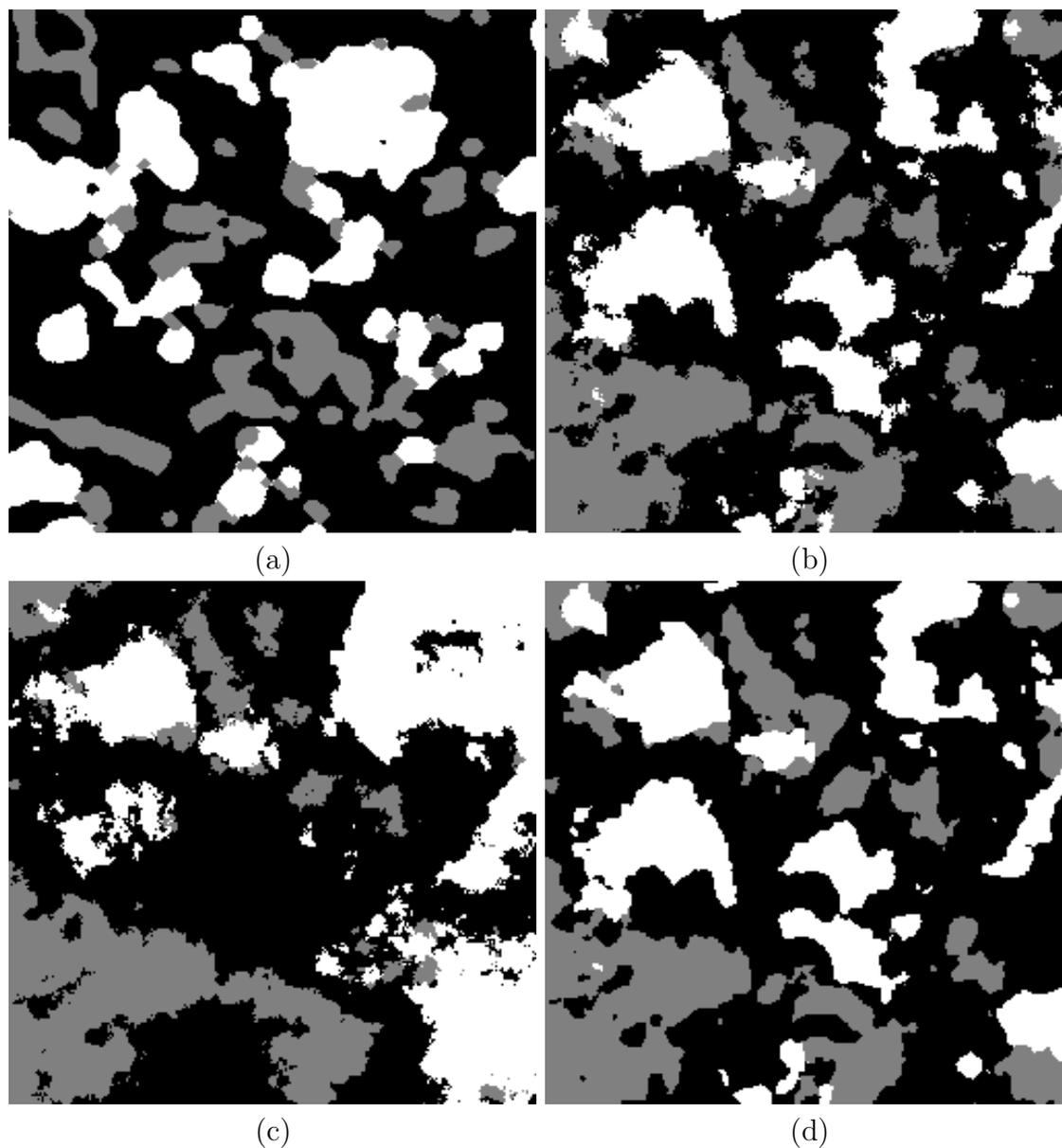


FIGURE 6.13 – Échantillon IST-29-i : (a) Coupe de l'image MEB segmentée, (b) Modèle de Gaussiennes seuillées, (c) Modèle de Gaussiennes seuillées utilisant la fonction de Corson (Eq. 6.26) afin de régulariser les covariances (d) Modèle de Gaussiennes seuillées utilisant les fonctions de poids $w'_{X,Y}(\mathbf{x})$ régularisées (Eq. 6.27). On note que pour faciliter la comparaison visuelle, les trois images sont réalisées à partir des mêmes réalisations de bruit blanc $U_{X,Y}$.

Échantillon	$\tilde{f}_B \approx f_B$	$\tilde{f}_G \approx f_G$	$\tilde{f}_W \approx f_W$
IST-14-i	0.65 \approx 0.65	0.20 \approx 0.20	0.15 \approx 0.15
IST-14-s	0.69 \approx 0.68	0.16 \approx 0.17	0.15 \approx 0.15
IST-15-i	0.71 \approx 0.70	0.17 \approx 0.17	0.12 \approx 0.13
IST-15-s	0.62 \approx 0.62	0.22 \approx 0.22	0.15 \approx 0.16
IST-24-i	0.68 \approx 0.68	0.16 \approx 0.16	0.16 \approx 0.16
IST-24-s	0.62 \approx 0.62	0.20 \approx 0.20	0.18 \approx 0.18
IST-25-i	0.65 \approx 0.65	0.17 \approx 0.17	0.18 \approx 0.18
IST-25-s	0.64 \approx 0.64	0.19 \approx 0.19	0.17 \approx 0.17
IST-28-i	0.62 \approx 0.62	0.19 \approx 0.19	0.18 \approx 0.19
IST-28-s	0.59 \approx 0.59	0.21 \approx 0.21	0.20 \approx 0.20
IST-29-i	0.69 \approx 0.68	0.16 \approx 0.16	0.15 \approx 0.16
IST-29-s	0.61 \approx 0.61	0.20 \approx 0.20	0.19 \approx 0.19
IST-32-i	0.62 \approx 0.61	0.19 \approx 0.20	0.19 \approx 0.19
IST-32-s	0.59 \approx 0.59	0.21 \approx 0.21	0.20 \approx 0.20
IST-33-i	0.67 \approx 0.66	0.17 \approx 0.17	0.16 \approx 0.16
IST-33-s	0.62 \approx 0.62	0.19 \approx 0.19	0.19 \approx 0.19
DLR-11-i	0.76 \approx 0.76	0.13 \approx 0.14	0.10 \approx 0.11
DLR-11-s	0.78 \approx 0.77	0.12 \approx 0.13	0.09 \approx 0.10
DLR-15-i	0.69 \approx 0.68	0.17 \approx 0.17	0.14 \approx 0.15
DLR-15-s	0.62 \approx 0.62	0.20 \approx 0.20	0.18 \approx 0.18
DLR-16-i	0.65 \approx 0.66	0.18 \approx 0.18	0.17 \approx 0.17
DLR-16-s	0.62 \approx 0.62	0.18 \approx 0.18	0.19 \approx 0.19
DLR-34-i	0.72 \approx 0.72	0.14 \approx 0.15	0.13 \approx 0.13
DLR-34-s	0.67 \approx 0.66	0.17 \approx 0.17	0.16 \approx 0.16
ARM-1000-i	0.42 \approx 0.42	0.30 \approx 0.31	0.27 \approx 0.27
ARM-1000-s	0.40 \approx 0.41	0.30 \approx 0.30	0.29 \approx 0.29

TABLE 6.3 – Pour chaque échantillon, fractions volumiques \tilde{f}_i de chacune des phases i estimées à partir de coupes bidimensionnelles du modèle 3D de Gaussiennes seuillées et erreurs relatives ϵ_{f_i} associées au VER de ces microstructures.

sur les images MEB sont aussi comparées à celles obtenues à partir du modèle de Gaussiennes seuillées. Les surfaces spécifiques (Tab. 6.4) sont correctement retrouvées pour la majorité des couples de phases de l'ensemble des échantillons.

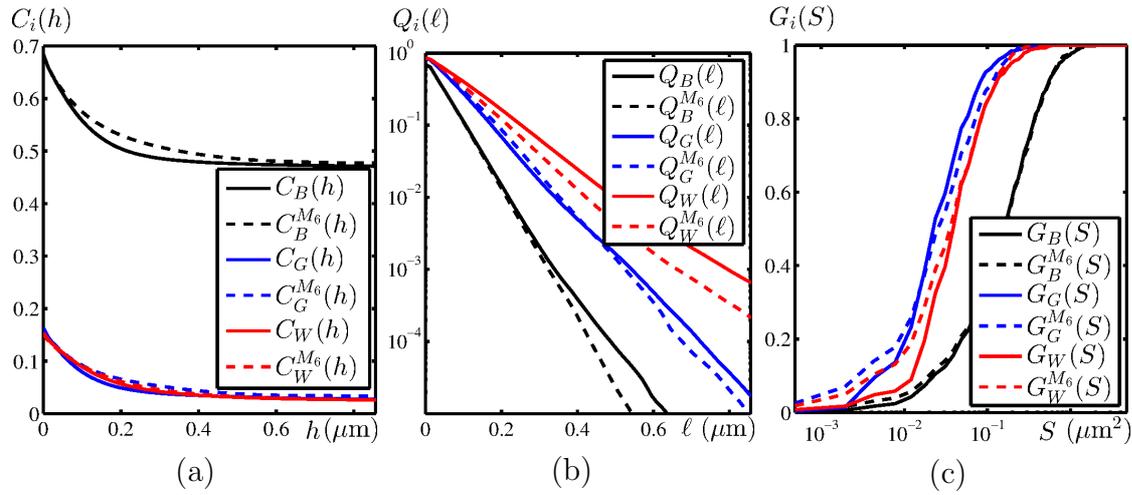


FIGURE 6.14 – Échantillon IST-14-s : (a) Covariances $C_i(h)$, (b) Érosions linéaires $Q_i(\ell)$ et (c) Granulométries $G_i(h)$. Comparaison entre l’empreinte morphologique des images MEB segmentées (traits pleins) et de celle estimée sur des coupes bidimensionnelles du modèle 3D (tirets) de Gaussiennes seuillées aux fonctions de poids régularisées (Eq. 6.27). La comparaison est effectuée pour chacune des trois phases B (noir), G (bleu) et W (rouge).

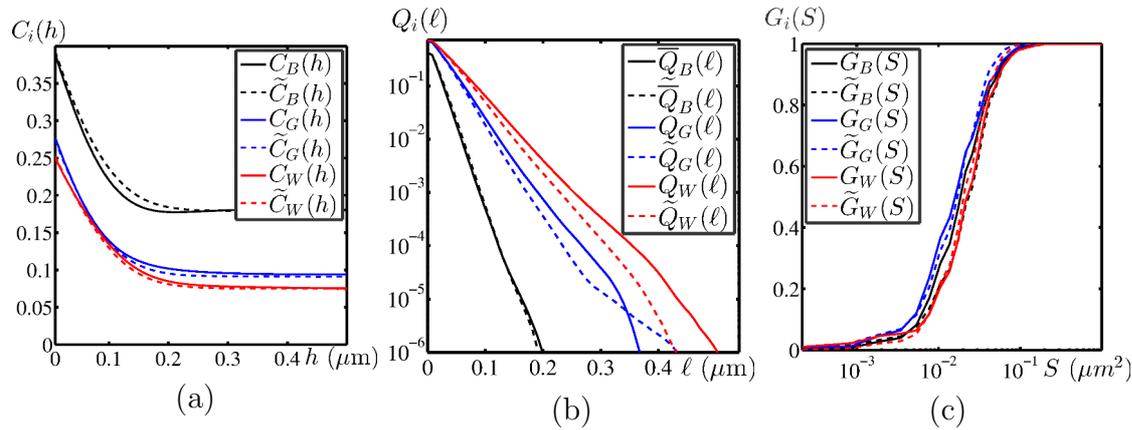
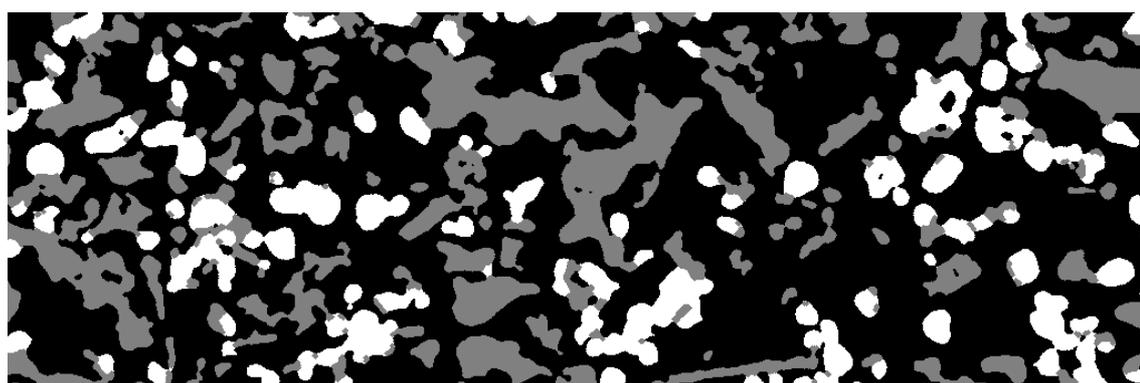
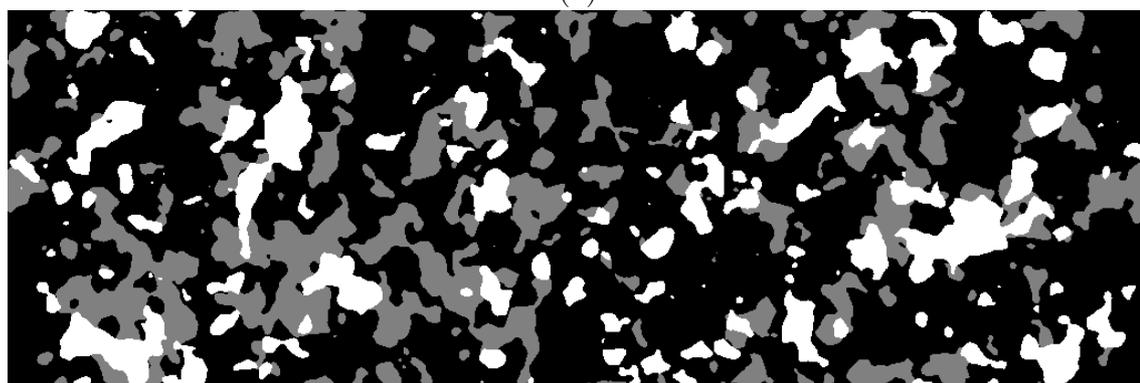


FIGURE 6.15 – Échantillon ARM-1000-i : (a) Covariances $C_i(h)$, (b) Érosions linéaires $Q_i(\ell)$ et (c) Granulométries $G_i(h)$. Comparaison entre l’empreinte morphologique des images MEB segmentées (traits pleins) et de celle estimée sur des coupes bidimensionnelles du modèle 3D (tirets) de Gaussiennes seuillées aux fonctions de poids régularisées (Eq. 6.27). La comparaison est effectuée pour chacune des trois phases B (noir), G (bleu) et W (rouge).



(a)



(b)

FIGURE 6.16 – Échantillon IST-14-s : (a) Coupe de l'image MEB segmentée, (b) Coupe bidimensionnelle du modèle 3D de Gaussiennes seuillées correspondant. Le modèle est généré à partir des fonctions de poids régularisées (Eq. 6.27).

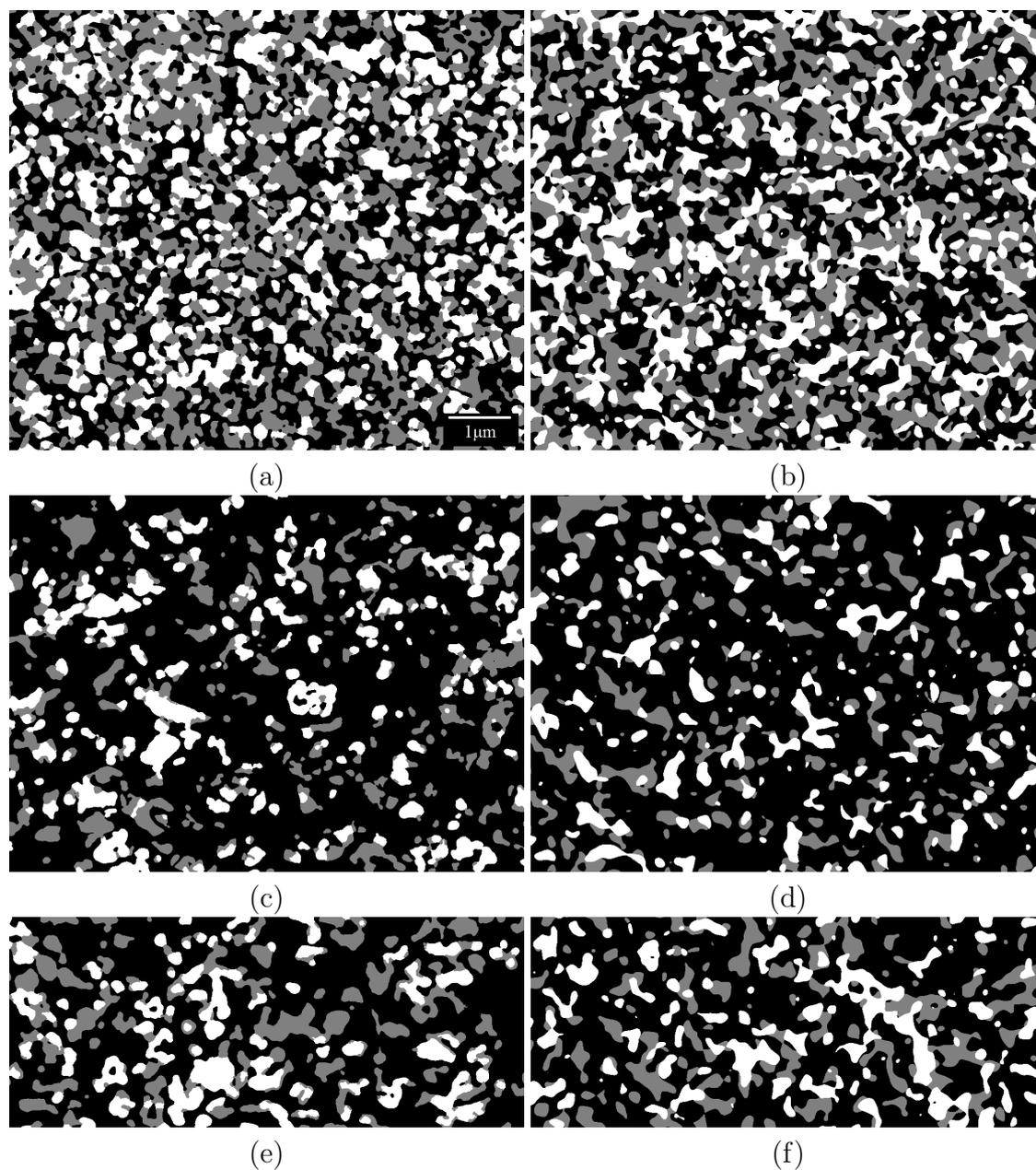


FIGURE 6.17 – Coupe de l'image MEB segmentée : (a)Échantillon ARM-1000-i, (c)Échantillon DLR-34-i, (e)Échantillon IST-32-s. Coupe bidimensionnelle du modèle 3D de Gaussiennes seuillées correspondant (généralisé à partir des fonctions de poids régularisées) : (b)Échantillon ARM-1000-i, (d)Échantillon DLR-34-i, (f)Échantillon IST-32-s.

Échantillon	$\tilde{S}_{V_{GW}} \approx S_{V_{GW}}$	$\tilde{S}_{V_{WB}} \approx S_{V_{WB}}$	$\tilde{S}_{V_{GB}} \approx S_{V_{GB}}$
IST-14-i	1.356 \approx 1.227	4.203 \approx 4.681	7.905 \approx 7.965
IST-14-s	1.021 \approx 1.056	4.433 \approx 4.876	6.990 \approx 6.925
IST-15-i	0.960 \approx 1.040	3.735 \approx 4.223	5.463 \approx 7.344
IST-15-s	1.422 \approx 1.469	3.909 \approx 4.804	6.342 \approx 8.425
IST-24-i	1.101 \approx 1.087	4.564 \approx 4.322	5.806 \approx 6.102
IST-24-s	1.414 \approx 1.416	4.469 \approx 4.737	6.750 \approx 6.989
IST-25-i	1.360 \approx 1.179	4.986 \approx 5.239	6.574 \approx 7.149
IST-25-s	1.457 \approx 1.227	4.829 \approx 5.314	7.102 \approx 7.776
IST-28-i	1.590 \approx 1.197	4.954 \approx 5.454	6.891 \approx 7.408
IST-28-s	1.835 \approx 1.417	5.049 \approx 8.195	7.298 \approx 10.551
IST-29-i	1.129 \approx 0.901	4.725 \approx 5.105	6.260 \approx 6.802
IST-29-s	1.704 \approx 1.328	4.992 \approx 5.609	7.270 \approx 7.894
IST-32-i	1.432 \approx 1.466	4.377 \approx 4.082	5.315 \approx 5.372
IST-32-s	1.593 \approx 1.775	4.316 \approx 4.139	5.644 \approx 5.886
IST-33-i	0.991 \approx 1.141	3.935 \approx 3.881	5.361 \approx 5.106
IST-33-s	1.311 \approx 1.378	4.331 \approx 4.142	5.623 \approx 5.218
DLR-11-i	0.564 \approx 1.418	3.001 \approx 2.254	4.992 \approx 4.689
DLR-11-s	0.539 \approx 1.212	2.807 \approx 2.318	4.686 \approx 4.556
DLR-15-i	0.934 \approx 1.794	3.772 \approx 3.471	5.568 \approx 4.839
DLR-15-s	1.262 \approx 2.223	4.127 \approx 3.735	5.902 \approx 4.758
DLR-16-i	0.977 \approx 1.736	3.882 \approx 3.595	5.187 \approx 4.918
DLR-16-s	1.225 \approx 2.052	4.201 \approx 4.179	5.266 \approx 4.773
DLR-34-i	0.709 \approx 1.069	3.638 \approx 3.551	5.047 \approx 4.695
DLR-34-s	1.049 \approx 1.155	4.017 \approx 4.223	5.400 \approx 5.202
ARM-1000-i	3.849 \approx 3.964	5.280 \approx 5.784	7.898 \approx 8.002
ARM-1000-s	4.061 \approx 4.590	5.458 \approx 5.774	7.670 \approx 7.185

TABLE 6.4 – Surfaces spécifiques $\tilde{S}_{V_{ij}}$ entre deux phases $i \neq j$ estimées selon l'Eq. 2.8 sur des coupes bidimensionnelles du modèle 3D de Gaussiennes seuillées pour chaque échantillon. Ces surfaces spécifiques sont comparées à celles ($S_{V_{ij}}$) estimées sur la segmentation obtenue des images MEB du matériau. Cases grisées : Surestimation de la surface spécifique par le modèle en gris clair. Sous-estimation de la surface spécifique par le modèle en gris sombre.

6.5 Conclusions

Nous repartons de la caractérisation des microstructures d'anodes qui fait l'objet du Chapitre 3. Cette caractérisation sert de fil conducteur au développement de modèles aléatoires ayant pour objet de reproduire la microstructure du matériau autant d'un point de vue visuel que d'un point de vue quantitatif.

Dans ce chapitre, l'étude de la structure statistique de ce matériau à trois phases fait l'objet d'un premier temps. Les covariances croisées permettent de déterminer quantitativement que le matériau est structuré d'une façon particulière. En effet, il est possible de considérer ce matériau comme le résultat d'une combinaison ensembliste de deux ensembles aléatoires indépendants. Il s'agit alors de déterminer la meilleure des six configurations permettant de modéliser ce matériau, en partant de deux modèles aléatoires indépendants. Cette configuration a été déterminée et validée sur l'ensemble des 26 échantillons disponibles.

Nous recherchons dans un second temps les deux ensembles aléatoires susceptibles de représenter ce matériau. Tout d'abord, nous étudions les érosions linéaires estimées sur le matériau. Leur décroissance exponentielle indique l'existence possible de modèles Booléens à grains primaires convexes susceptibles de représenter chacun des deux ensembles aléatoires nécessaires à la modélisation du matériau. La distribution en taille et la forme du grain restant inconnues, un certain nombre de modèles Booléens est examiné. Cette piste est finalement abandonnée pour deux raisons : (i) Les modèles Booléens examinés sont incapables de reproduire l'empreinte morphologique estimée sur le matériau et sont visuellement (qualitativement) éloignés de ce dernier. (ii) L'enrichissement des modèles Booléens, certes simple, complexifie considérablement l'étape de calage des paramètres étant donné la disparition (ou complexification selon les cas) des expressions analytiques liées aux propriétés des modèles enrichis. Ces modèles pourraient néanmoins servir de témoins lors de l'étude des propriétés de transport.

Suite à cet échec, nous décidons de nous tourner vers le modèle *a-paramétrique* de Gaussiennes seuillées. Une légère modification, par rapport à sa version originale, permet de régulariser les surfaces des ensembles obtenus. Ce modèle est utilisé pour générer les deux ensembles aléatoires précédemment définis. Avec l'unique donnée des covariances de deux phases du matériau, on obtient un modèle optimal au regard de la covariance. Ce modèle est visuellement satisfaisant d'un point de vue qualitatif. L'empreinte morphologique (telle que nous l'avons définie) associée au modèle est en accord avec celle estimée sur les matériaux (pour plus de la moitié des 26 échantillons étudiés). Ceci est un fait remarquable puisque seules les fonctions de covariance sont utilisées pour générer ce modèle. Nous conservons donc ce modèle pour représenter en 3D les microstructures d'anodes et étudions leurs propriétés de transport (électronique, ionique, fluide) au Chapitre 11 grâce aux outils numériques développés au Chapitre 9. Enfin, dans le Chapitre 12, une paramétrisation de ce modèle permettra d'engager une optimisation de la microstructure au regard des propriétés de transport.

MCours.com