Caractérisation des défauts

Introduction

Ce chapitre a pour but, de définir le protocole de caractérisation des deux défauts étudiés dans le projet SIMSCEF : la porosité et les plissements, et de présenter les différents résultats de cette étude. Dans un premier temps, le protocole d'analyse d'images par microscopie optique sera mis en place afin de pouvoir étudier les deux défauts. Dans un second temps, les résultats des essais de caractérisation de la porosité, sur des plaques avec des paramètres de mise en œuvre différents, seront présentés, et seront complétés par une analyse statistique. Enfin, ce rapport développera la caractérisation des différents plissements.

Caractérisation des défauts

La caractérisation des défauts de porosité et de plissement est faite par analyse d'images avec un microscope optique et un logiciel de traitement d'image.

Protocole d'essais d'analyse d'images

I.1.1 Découpe des échantillons

La découpe des échantillons dans la plaque doit se faire à différents endroits afin de pouvoir déterminer si le taux de porosité est homogène sur une plaque. La meilleure solution serait de pouvoir découper une plaque entière qui serait fabriquée avec les mêmes paramètres de mise en œuvre que la structure étudiée en une certaine quantité d'échantillons pour caractériser efficacement le taux de porosité surfacique. Plus le nombre d'échantillons sera important, plus la mesure sera précise.

Dans le cas de composites stratifiés, le sens de la découpe est primordial car il définit l'orientation de la surface étudiée et donc l'analyse qui sera possible d'obtenir sur la porosité, ou le plissement du composite. Pour l'étude de la porosité, les éprouvettes seront découpées dans le sens transversale par rapport aux fibres mais aussi dans le sens longitudinal afin d'étudier la géométrie 3D des pores. Pour l'étude des plissements, la découpe se fera dans le sens des fibres afin de pouvoir observer leur désalignement et les dimensions du plissement.

L'outillage de découpe doit être assez précis et fin afin de ne pas induire trop d'arrachements de fibres ou de dégrader la matrice. Dans cette étude, les échantillons sont découpés avec une scie circulaire munie d'un disque diamanté.

I.1.2 Pré-polissage

Les échantillons sont pré-polis à la main avec une polisseuse à disque et un papier à grains en carbure de silicium de granulométrie 320 afin d'enlever les bavures pouvant résulter du découpage pour avoir une surface propre avant l'enrobage de l'échantillon. Si la découpe est assez fine, comme avec une découpe à jet d'eau, cette étape n'est pas forcément nécessaire.

I.1.3 Enrobage

Une fois les échantillons pré-polis, ils sont enrobés à froid dans des moules cylindriques avec une résine acrylique ou époxy. Un ou plusieurs échantillons sont enrobés par moule. Les enrobages sont laissés 24h sous une hotte afin de polymériser.

I.1.4 Polissage

Plusieurs protocoles de polissage sont possibles et dépendent du matériau étudié. Ces différents protocoles se composent des mêmes étapes. Une première étape consiste à utiliser une granulométrie importante afin d'enlever la résine d'enrobage présente en surface puis les étapes suivantes utilisent une granulométrie de plus en plus fine afin d'enlever les rayures des polissages précédents. Ces polissages se font avec une machine automatique à disque de la marque Struers.

Le protocole présenté ci-après résulte d'une séquence de polissage proposée par Struers puis modifiée spécifique à nos échantillons en verre/époxy :

- Polissage 320, 1min30, sens inverse disque/échantillon, Pression (P)=20 N, eau ;
- Polissage 1200, 2min30, sens inverse disque/échantillon, P=20 N, eau ;
- Polissage 4000, 2min30, sens inverse disque/échantillon, P=25N eau ;
- Polissage MD Dur, 3min30, sens inverse disque/échantillon, suspension AP-A grain 1 μm;
- Polissage MD Chem, 1min30, sens inverse disque/échantillon, OP-U Non dry (grain 0,04 µm);
- Polissage MD Chem, 1min30, sens inverse disque/échantillon, lavage à l'eau distillée.

Chaque étape est suivie du rinçage de l'échantillon à l'eau pour les polissages 320 et 1200, et ensuite à l'eau distillée pour les polissages à 4000, 1µm et 0,04 µm.

La dernière étape de lavage de l'échantillon par eau distillée se fait dans la continuité de l'étape de polissage avec la suspension OP-U non dry car ce polissage est mécanique et chimique, et utilise une suspension qui sèche rapidement et peut former des tâches sur l'échantillon.

Analyse au microscope optique

Une fois l'échantillon préparé, il est analysé au microscope optique. Le microscope mis à disposition dans notre cas est un Zeiss Axio Imager.M2m et le logiciel d'acquisition d'images AxioVisio. Le but de cette étape est d'obtenir une image, la plus précise possible, de l'échantillon afin de calculer par la suite, le taux de porosité surfacique. Du fait que le calcul de ce paramètre se fera par comptage de pixels, il faut que l'image de l'échantillon en contienne le plus possible, mais cela augmente la taille du fichier à analyser et le temps d'acquisition.

Les réglages de la luminosité et du contraste sont affinés afin d'obtenir la meilleure vision possible des pores. Une fois les réglages effectués, l'acquisition de l'image se fait en niveaux de gris pour faciliter l'étape de seuillage lors de son traitement. On passe alors d'une image 24-bit en couleur sur 3 canaux à une image 8-bit sur un canal unique de niveaux de gris. Chaque pixel de l'image varie alors entre 0, représentatif du noir et 255, représentatif du blanc.

I.1.6 Analyse d'images à l'aide d'un logiciel d'édition d'images

I.1.6.1 Protocole pour la caractérisation de la porosité :

L'étude de l'image de l'échantillon se fait avec un logiciel d'édition d'image. Il existe différents logiciels mais ImageJ a été retenu car il est très performant et c'est un freeware.

Un seuillage est d'abord appliqué afin de sélectionner, et séparer du reste de l'image, les formes recherchées c'est-à-dire, les pores. Le but de cette étape est de sélectionner les pixels ayant une valeur entre 0 et une valeur de seuil supérieur choisie, qui vont correspondre aux pores qui ressortent noir sur l'image. Pour choisir la valeur de ce seuil, le protocole se base sur la norme AIRBUS AITM4-0003 [1] qui préconise de choisir entre 100 \pm 20, et la sélection de la valeur s'affine en utilisant l'histogramme représentatif de la distribution des pixels suivant leur valeur de niveau de gris. Une vérification visuelle de la valeur du seuil supérieur avec un fort grandissement est utile afin de vérifier quel type de pixels est pris en compte. Les pixels comptabilisés par le seuillage sont dits « évènements ». Le logiciel permet ensuite de comptabiliser le nombre de pixels évènements. Ce nombre, noté N_p , est défini sans unité, ou en μ si les dimensions d'un pixel ont été définies avec le logiciel. Celui-ci calcule alors le taux de porosité surfacique A_p en faisant le rapport entre le nombre de pixels évènements N_p et le nombre total de pixels de l'image N_i :

$$A_p = \frac{N_p}{N_i} \tag{9}$$

Avant de lancer le calcul, le logiciel propose un filtrage ce qui permet d'éliminer les pixels parasites dus aux arrachements de fibres, à l'éclairage ou à des bruits lors de l'acquisition.

Ce filtrage est basé sur des opérations de morphologie mathématique. Pour notre matériau, on peut faire un filtrage en tailles d'agrégats de pixels évènements, ce qui revient à négliger les groupements de pixels inférieurs (ou supérieurs) à un certain nombre de pixels par exemple 40 pixels. Une fois le calcul lancé, le logiciel va détecter, numéroter et caractériser par différentes mesures de tailles et de formes, les porosités. Il est alors possible de sortir la distribution des agrégats de pixels, c'est-à-dire les pores, en fonction de leur taille.

L'ensemble de ces étapes peut être automatisé sous la forme d'une macro afin de passer moins de temps dans le paramétrage lorsqu'un grand nombre d'images est à analyser. Dans ce cas-là, la prise de chaque image doit être réalisée dans les mêmes conditions expérimentales, avec la même lumière, le même grandissement et la même résolution d'image.

I.1.6.2 Exemple de caractérisation d'un échantillon :

Dans un premier temps l'image est chargée à partir d'ImagesJ comme présenté sur la figure 43.



Figure 43 : Ouverture de l'image

L'échelle est définie en sélectionnant la barre d'échelle avec l'outil « Straight », comme sur la figure 44, puis avec l'outil « Analyse » \rightarrow « Measure », on détermine la longueur en pixel de la barre d'échelle, et enfin on ajuste l'échelle avec l'outil « Analyze » \rightarrow « Set scale ».



Figure 44 : Définition de l'échelle

Une fois l'échelle définie, l'étape de seuillage est effectuée avec l'outil « Image » \rightarrow « Adjust » \rightarrow « threshold ». La valeur de seuillage est à sélectionner sur le graphique « Brigthness » entre 80 et 120 selon la qualité de l'image et la distribution des pixels visible sur le graphique comme sur la figure 45.



Figure 45 : Seuillage

La figure 46 montre le calcul du taux de porosité après le seuillage en utilisant l'outil « measure » \rightarrow « Anlayse Particles ». Il est possible de sélectionner une taille minimum d'agrégat de pixel à prendre en compte pour par exemple ne pas prendre en compte les micro-pores ou les artefacts.

Les résultats s'affichent sur deux fenêtres qui sont illustrées sur la figure 47 :

- « Results » qui résument tous les pixels et groupes de pixels pris en compte,
- « Summarize » qui donne le taux de porosité « %Area ».

	ImageJ File Edit Image Process Analyze Plugins Window Help ○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○○	Analyze Particles	
₫ 1+3mm.tif (2.1%)		- 0	22
292299 4962343.40 µm (reez 446.556), ROB 1.3GB			

Figure 46 : Calcul du nombre de particules sélectionnées

En plus du taux de porosité, la caractérisation de la porosité prend en compte les paramètres qui caractérisent la porosité à savoir le diamètre des pores D, le rapport R des diamètres D et d, la longueur des pores I, la distance entre les pores L et le nombre de pores par échantillon N.

L C			_	. 0	5%		d Re	sults			1	• ×
E Summa	ary						File	Edit Fo	ont Resul	ts		
File Edit	t Font							Area	Mean	Min	Max	
slice	Count	Total Area	Average Size	%Area	Me +		85239	0.766	136.500	131	140	
+3mm.tif	85247	1581181.635	18.548	2.307	127		85240	0.191	136.000	136	136	
							85241	1.149	135.000	130	142	
							85242	0.191	142.000	142	142	
							85243	1.149	127.000	118	135	
							85244	0.574	133.000	132	135	
						<u>⊈</u> ImageJ	85245	0.383	132.000	130	134	
						File Edit Image Process Analyze Plugins Window Help	85246	0.191	128.000	128	128	
					-	LOCOLL+ AQ 87 Dory St. 1 & 1 >>	85247	0.191	140.000	140	140	-
•				1	•	Freehand selections	4					
1+3mn	n.tif (2.1%	5)				A		_	_	-	-	
9239.88x2	343.60 µm	(66824x5356), R	GB; 1.3GB									
-	-		1. 1. 1.	-	1		1		States -	-		
124			10000									A alto a la
1. S. S. S.												
		Contraction and	-									1. 1. 1.

Figure 47 : Calcul



Figure 48 : Diamètres D et d des pores (à gauche) et distance L entre les pores (à droite)

I.1.6.3 Caractérisation du plissement :

Les paramètres du plissement sont illustrés sur la figure 49 et sont la longueur de plissement λ , la hauteur de plissement δ , la hauteur des plis déformés par rapport à la surface de la plaque *h* et l'angle de désalignement θ_{max} , se font aussi sous le logiciel Image J comme on peut le voir sur les figures 50, 51 et 52. Le plissement a une amplitude de 0,6 mm, pour une période de 14,8 mm et un angle de désalignement de 6,6°.



Figure 49 : Schéma des 3 paramètres d'un plissement



Figure 50 : Mesure de l'angle de désalignement



Figure 51 : Mesure de l'amplitude du plissement (représenté en rouge)



Figure 52 : Mesure de la période (ou longueur) du plissement

II. Etude de la porosité

Pour étudier le défaut de porosité et comprendre son influence sur le comportement mécanique, un protocole de mise en œuvre et de caractérisation est mis en place.

II.1 Plaques étudiées

II.1.1 Matériau utilisé

Le matériau étudié est un stratifié constitué de plis pré-imprégnés (pré-preg) verre/epoxy de référence GUBD 2306 de Krempel Group©. Le pré-preg est un tissu pré-imprégné de résine qui se met en forme en appliquant une température et pression précises. Le tissu a une épaisseur de 0,2 mm.

II.1.2 Objectif concernant la porosité

L'objectif de l'étude est de caractériser l'influence des pores sur le comportement mécanique du matériau. Pour cela, on choisit de mettre en œuvre un matériau dit « sain » avec un taux de porosité le plus proche de 0% et un matériau dit « avec défauts » qui contient plus ou moins 1% de porosité et un autre avec un taux supérieur à 2%. La gamme de porosité est choisie en fonction de la norme de l'aéronautique et de l'aérospatiale qui veut que toutes structures ayant un taux de porosité supérieur à 1% doit être rebutées.

Par ailleurs, lors de cette étude, la porosité prise en compte est seulement la mesoporosité et la macro-porosité avec un diamètre de pores supérieur à 50 µm. En effet, l'influence de la porosité sur les caractéristiques mécaniques est plus importante avec des porosités de grandes dimensions. Ceci peut se justifier en se basant sur le cas d'une plaque composite trouée. En effet, la mécanique de la rupture montre que la contrainte nécessaire pour amorcer une rupture au niveau d'un trou est fonction du diamètre de celui-ci comme dans l'étude de Leguillon et al. [2]. La figure 53 représente le graphique de la contrainte nécessaire à l'amorçage d'une fissure en fonction du diamètre du trou. Il existe un diamètre limite où la contrainte nécessaire augmente exponentiellement pour atteindre un facteur multiplicatif de l'ordre de 3. Par conséquent la micro-porosité avec des pores de diamètre inférieur à 50 µm n'est pas prise en compte dans cette étude car elle impliquerait un niveau de contrainte inatteignable.



Figure 53 : Contrainte à l'amorçage d'une rupture en fonction du diamètre d'un trou dans une plaque avec les valeurs calculées en ligne noir et les valeurs expérimentales [2]

II.1.3 Procédé de mise en forme et paramètres

Les plaques sont mises en œuvre par un sous-traitant. L'entreprise AIC Composite, une filiale d'Europe Technologie, a été choisie du fait de sa proximité avec l'IRT Jules Verne et l'ENSAM Angers. Plusieurs solutions de mise en forme sont disponibles dont une presse chauffante et une étuve avec système de mise sous vide. Ce dernier procédé est choisi car il permet de contrôler au maximum les deux défauts souhaités, à savoir la porosité et le plissement.

Pour obtenir différents taux de porosité sur les plaques finales, le matériau est mis en œuvre avec différents cycles de cuisson, à savoir des températures, des pressions et des temps différents. Ces paramètres sont ajustés en fonction des données matériau fourni par Krempel Group©.

II.1.4 Plaques finales

Le premier type de plaque est celui du matériau sain. Dans cette étude, le matériau est considéré comme sain quand il ne présente aucun macro-pore sur les coupes micrographiques. Il sera alors considéré que le matériau contient 0% de porosité.

70

Ce type de plaque est mise en œuvre sous presse chauffante, afin d'appliquer une forte pression qui permet de chasser le gaz de la plaque et donc d'éviter l'apparition de macropores, avec un cycle de cuisson long ce qui permet de laisser le temps aux macro-pores de se refermer. La figure 54 représente le schéma du procédé de mise en forme sous presse. Les plaques sont maintenues pendant 7h, à une température de 90°C à une pression de 2 bar et un système de dépression sous vide à -300mbar pour éviter l'écoulement de la résine en dehors de la plaque.



Figure 54 : Schéma du procédé pré-imprégné sous presse

Le deuxième type de plaque est celui du matériau avec porosité. La difficulté est de mettre en œuvre les plaques en contrôlant le mieux possible leur taux de porosité afin de les obtenir avec deux types de porosités bien distinctes. Les plaques sont fabriquées en étuve, avec une mise sous vide, afin de laisser les porosités se former, en appliquant une faible pression sur l'empilement. Le schéma du procédé est illustré sur la figure 55. Une étude préliminaire sur l'influence de la pression de mise sous vide, sous étuve, a permis d'exclure un possible effet sur la formation de la porosité.

Dans le but d'obtenir deux types de porosité avec une plaque à un taux de porosité proche de 1% et une autre avec un taux de porosité supérieur à 2%, deux cycles différents de cuisson sont utilisés en faisant varier le temps de cuisson. En effet, en jouant sur le temps de cuisson, les pores auront plus ou moins le temps de se remplir de résine. Pour avoir un taux de polymérisation équivalent pour les 2 cycles de cuisson, on augmente alors la température de cuisson du cycle qui a une durée réduite :

- Cycle de cuisson pour obtenir un taux de porosité proche de 1% :
 - Pression de vide = 300 mbar
 - Temps de cuisson = 7h
 - Température de cuisson = 90°C
- Cycle de cuisson pour obtenir un taux de porosité supérieur à 2% :
 - Pression de vide = 300 mbar
 - Temps de cuisson = 2h
 - Température de cuisson = 120°C



Figure 55 : Schéma du procédé pré-imprégné sous étuve

Il est important de noter qu'en en industrie, l'objectif est de limiter au maximum l'occurrence de porosités dans un matériau. Ainsi, le protocole mis en place dans le cadre du projet SIMSCEF et de cette thèse a présenté un certain « défis technologique » : comment générer volontairement un taux de porosité donné dans une structure, les trois de taux de porosités retenus, 0, 1 et supérieur à 2%, permettant une analyse paramétrique des effets des porosités sur le comportement mécanique du matériau.

II.2 Analyse d'images par microscopie optique

Comme cela a été présenté précédemment, dans un premier temps, les échantillons sont découpés à la scie circulaire puis polis afin d'être analysés.

II.2.1 Plaques « saines »

La figure 14 présente la coupe micrographique d'un échantillon d'une plaque fabriquée sous presse. L'échantillon ne présente aucuns macro-pores et est donc considéré comme sain. L'agrandissement de la figure 56 met en avant la présence de micro-pores. Cette présence de micro-pores, qui présentent des diamètres bien inférieur à 50 µm au sein du stratifié ne compte pas dans l'étude comme expliqué au paragraphe II.1.2.



Figure 56 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous presse

La figure 57 confirme le niveau de la porosité observé sur la coupe longitudinal avec seulement la présence de micro-pores qui ne sont pas pris en compte dans l'étude.



Figure 57 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous presse

II.2.2 Plaques à ±1% de porosité : IN1242/porosité « - »

La micrographie d'un échantillon d'une plaque sous étuve à 90°C pendant 7h est présentée sur la figure 58. La coupe micrographique transversale laisse apparaître la présence de macro-pores de plus ou moins grandes dimensions et avec une dispersion assez homogène au sein de l'échantillon. Les macros-pores semblent avoir une forme circulaire voir ellipsoïdale.



Figure 58 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 7h et à 90°C

Ces macro-pores se forment le long des fibres comme illustré sur la coupe micrographique longitudinale sur la figure 59. La longueur des pores est plus ou moins variable.



Figure 59 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 7h et à 90°C

II.2.3 Plaques à ±3% : IN1250/porosité « +»

La figure 60 présente une coupe micrographique transversale d'un échantillon d'une plaque mise en œuvre sous étuve à 120°C pendant 2h. L'échantillon possède de nombreux macro-pores de plus ou moins grandes dimensions avec une dispersion réparti sur l'ensemble de l'échantillon dont les valeurs de dimensions et la distribution sont présentés par la suite. Tout comme la plaque à cuisson longue, les pores semblent avoir une forme ellipsoïdale plus ou moins prononcée.



Figure 60 : Coupe micrographique transversale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 2h à 120°C

Comme pour la plaque IN1242, les macro-pores se forment le long des fibres et ont une longueur plus ou moins variables comme le montre la coupe micrographique longitudinale en figure 61.



Figure 61 : Coupe micrographique longitudinale de l'échantillon d'une plaque fabriquée sous étuve pendant 2h à 120°C

II.3 Analyse déterministe et probabiliste des résultats de la porosité

Ce paragraphe montre les résultats de caractérisation déterministe et probabiliste sur les différents paramètres caractéristiques de la porosité observée, à savoir : le taux de porosité, les dimensions des pores et la distance entre eux. Pour chaque type de plaque, 8 échantillons de 20 mm x 5 mm sont découpés à des endroits différents.

Chaque surface d'échantillon est analysée une fois, puis l'échantillon est poli une deuxième fois à une profondeur de 3mm afin de déterminer l'évolution de la porosité dans une même zone. La plaque à courte cuisson avec un taux de porosité supposé de 1% est la plaque référencée IN1242 et la plaque à longue cuisson avec un taux de porosité supposé de 3% est la plaque IN1250.

II.3.1 Protocole de caractérisation probabiliste

Afin de modéliser au mieux les données analysées, la caractérisation probabiliste se fait en plusieurs étapes :

- Choix du type d'identification en fonction du nombre de données et du type de données :
 - S'il existe peu de données, la caractérisation se fait avec la fonction de répartition (ou de densité) cumulée empirique. C'est le cas pour les paramètres du taux de porosité et du nombre de pores par échantillon avec 16 valeurs.
 - S'il existe beaucoup de données, la caractérisation se fait avec la fonction de répartition relative. C'est le cas pour les diamètres des pores, le rapport des diamètres des pores et la distance entre les pores.
 - Si les données sont des variables discrètes, c'est-à-dire des données numériques ayant des valeurs dénombrables entre deux valeurs comme le

nombre de pores par échantillon, les données sont modélisées avec des lois discrètes.

- Si les données sont des variables continues, c'est-à-dire des données numériques ayant un nombre infini de valeurs entre deux valeurs comme le taux de porosité, les dimensions des pores, la distance entre les pores, les données sont modélisées avec des lois continues.
- Ajustement d'une loi de probabilité avec les données [2] :
 - Il existe différentes méthodes pour ajuster les paramètres d'une loi à des données comme la méthode des moments, méthode des moindres carrés ou la méthode du maximum d'entropie. Dans cette étude, la méthode utilisée sera la méthode du maximum de vraisemblance qui est déjà programmée dans les logiciels de traitement des données.
- Tests d'adéquation pour valider la loi de probabilité utilisée et comparer différentes lois [2] :
 - Tout comme les méthodes d'ajustement, il existe différents tests d'adéquation dont trois principaux qui seront utilisés dans le protocole de caractérisation probabiliste : le test de Kolmogorov-Smirnov (K-S) [3], le test d'Anderson-Darling (A-D) [4] et le test du Khi-Deux.

La construction de l'histogramme, avec les valeurs des données en fréquence relative et en fréquence cumulée, se fait en calculant le nombre de colonne k qui illustreront les nvaleurs des données, de la façon suivante :

$$k = 1 + \log_2 n \tag{10}$$

La méthode du maximum de vraisemblance a été introduite par R. A. Fischer en 1922 [5] et consiste à prendre comme estimation d'un paramètre θ , la valeur qui rend maximale la vraisemblance. Elle représente, pour une variable aléatoire X à n-échantillons, la fonction notée $L(x_1, x_2, ..., x_n; \theta)$ qui correspond à la densité de probabilité de $(X_1, X_2, ..., X_n)$. L'estimation des paramètres se fait par itérations jusqu'à une valeur de précision choisie. En pratique, l'estimation de θ est une solution de l'équation :

$$\frac{\partial}{\partial \theta} \ln(X;\theta) = 0 \tag{11}$$

Pour chaque test, deux hypothèses sont confrontées : H_0 qui correspond au fait que les données suivent la distribution spécifiée et H_a qui est que les données ne suivent pas cette distribution. L'hypothèse H_0 est rejetée à un certain niveau de confiance $1-\alpha$, choisi auparavant, si la valeur du test calculée est plus grande qu'une valeur critique choisie dans un tableau. Dans le protocole choisi, le niveau de risque est 0.05.

Le test de Kolmogorov-Smirnov [4] est basé sur la plus grande différence verticale *D* entre une fonction de distribution cumulée empirique et théorique :

$$D = \max_{1 \le i \le n} \left(F(x_i) - \frac{i-1}{n}, \frac{i}{n} - F(x_i) \right)$$
(12)

Où F est la fonction de distribution cumulée et est défini par :

$$F_n(x) = \frac{1}{n} \cdot [number \ of \ observations \ \le x]$$
(13)

Le test de Kolmogorov-Smirnov est assez sensible à la médiane et est donc bien adapter pour détecter des écarts entre les distributions cumulées.

Contrairement au test de Kolmogorov-Smirnov, le test d'Anderson-Darling [4] est plus sensible sur toute l'étendue de la distribution notamment sur les queues de distribution. Les différences entre les deux tests sont le calcul de valeur du test statistique, à savoir A^2 pour le test d'Anderson-Darling, et les valeurs critiques qui sont comparées à la valeur du test.

$$A^{2} = -n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} (2i - 1) \cdot \left[\ln F(x_{i}) + \ln \left(1 - F(x_{in-i+1}) \right) \right]$$
(14)

Le test du Khi-Deux a été proposé par le statisticien K. Pearson en 1900 [6]. Il diffère lui aussi des deux autres avec la valeur du test calculée χ^2 et le calcul de valeur critique qui est comparé à la valeur du test.

$$\chi^{2} = \sum_{i=1}^{k} \frac{(O_{i} - E_{i})^{2}}{E_{i}}$$
(15)

Où *k* est le nombre de gammes choisi pour distribuer les n-échantillons, O_i est la fréquence observée à la gamme *i* et E_i est la fréquence prévue pour la gamme *i*.

La fréquence prévue Eiest calculée par :

$$E_i = F(x_2) - F(x_1)$$
(16)

Où *F* est la fonction de distribution cumulée de la loi testée.

Quelques soient les modèles validés par les tests, ils seront comparés à la loi lognormal à 3 paramètres qui est une loi connue, utilisée dans la plupart des études probabilistes et qui a l'avantage d'être bornée entre 0 et +∞. Elle présente un sens physique plus important que la loi normale du fait de ne pouvoir être négative ce qui est le cas des paramètres étudiés dans cette étude.

Ce protocole a été choisi car il est utilisé dans la plupart des études probabilistes et qu'il est intégré dans le logiciel de traitement des données mathwave Easyfit© qui permet de comparer 50 lois de distribution continues usuelles comme la loi Lognormal, la loi Beta, la loi Gamma ou la loi de Weibull, et 8 lois de distribution discrètes, à savoir la loi Bernoulli, la loi Binomiale, la loi Uniforme discrète, la loi géométrique, la loi hypergéométrique, la loi logarithmique, la loi de Poisson et la loi Binomiale négative.

L'ajustement des paramètres s'effectue par itérations jusqu'à 10.000 itérations avec une précision souhaité de 95%.

Les résultats sont présentés dans deux tableaux :

- Le tableau des résultats présente dans la colonne « Statistique », la valeur du test statistique qui doit être minimisé, et dans la colonne « Rang », le classement de la loi parmi les 50 lois comparées. De plus, un code couleur indiquera si la loi a été rejeté ou non pour le test, à savoir rouge pour oui et vert pour non.
- Le tableau d'ajustement des paramètres des lois utilisées avec la valeur de chaque paramètre ajusté.

II.3.2 Taux de porosité

II.3.2.1 Résultats

Les taux surfaciques de porosité des échantillons sont mesurés et énumérés dans le tableau 5. Les taux de porosité varient entre 1,1% et 5,4% pour la plaque courte cuisson et entre 0,5% et 2,2% pour la plaque longue cuisson. Les données sont analysées avec 3 paramètres : la moyenne μ , l'écart-type σ et coefficient de variation *CV*. Pour une variable *X* à n-échantillons ($x_1, x_2, ..., x_n$), les calculs permettant de trouver ces valeurs sont ci-dessous :

$$\mu = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i \tag{17}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \mu)^2}{n}} \tag{18}$$

$$CV = \frac{\sigma}{\mu} \tag{19}$$

Echantillon	Taux de	Echantillon	Taux de
IN1250	porosité	IN1242	porosité
1	1,642	1	1,508
2	2,269	2	0,566
3	2,307	3	0,467
4	4,345	4	1,292
5	2,473	5	1,093
6	1,852	6	1,022
7	2,404	7	1,069
8	1,057	8	1,382
1+3mm	1,342	1+3mm	1,649
2+3mm	4,748	2+3mm	0,672
3+3mm	4,085	3+3mm	0,811
4+3mm	4,331	4+3mm	2,238
5+3mm	3,213	5+3mm	1,638
6+3mm	3,024	6+3mm	1,324
7+3mm	3,993	7+3mm	1,113
8+3mm	5,426	8+3mm	1,307
μ _p	3,032	μ_{p}	1,197
σ _p	1,318	σ _p	0,452
CV	0,435	CV	0,378

Tableau 5 : Taux de porosité pour les échantillons de la plaque IN1250/porosité « + » et IN1242/porosité « - »

Le taux surfacique moyen de porosité μ_p est de 3% pour la plaque porosité « + », sous courte cuisson, avec un écart-type σ_p de 1,3% et un coefficient de variation *CV* de 40% qui illustre la grande variabilité du taux de porosité sur une même plaque. Cette variabilité se retrouve également dans la plaque porosité « - », sous longue cuisson avec un écart-type σ_p de 0,5% pour un taux de porosité moyen μ_p de 1,2%, soit un coefficient de variation *CV* de 38%.

Il est important de signaler que malgré cette variabilité observée sur les taux de porosité, le protocole de fabrication de plaque avec un taux de porosité donné « contrôlé », respectivement 1% et 3%, a donné, malgré sa complexité, des matériaux avec une moyenne empirique de taux de porosité égale à 1,2% et 3%.

II.3.2.2 Résultats Probabilistes

Le taux de porosité des plaques a été caractérisé avec 16 échantillons soit 16 valeurs. Pour une étude déterministe, un échantillonnage de 16 valeurs est considéré comme grand, mais pour une étude probabiliste, cet échantillonnage est considéré comme faible au vu de la variabilité observée dans l'étude déterministe. Ce paramètre est donc caractérisé avec la fonction de répartition cumulée avec des lois continues car les données sont des variables continues. La figure 62 représente l'histogramme des fréquences cumulées pour la plaque porosité « - » à 1.2% de porosité moyenne. Le tableau 6 énumère les résultats des 3 tests statistiques, à savoir le test de Kolmogorov-Smirnov, le test d'Anderson-Darling et le test du Khi-deux.

Le tableau des résultats présente dans la colonne « Statistique », la valeur du test statistique qui doit être minimisé, et dans la colonne « Rang », le classement de la loi parmi les 50 lois comparées.

Le modèle de Dagum ressort comme le meilleur modèle pour le test A-D et le test χ^2 alors que le test K-S place la loi Normal comme la meilleure loi pour caractériser le taux de porosité de la plaque porosité « - ». Les 3 modèles sont visibles sur l'histogramme de la figure 20.



Figure 62 : Histogramme des fréquences cumulées du taux de porosité pour la plaque porosité « - » à 1,2% de porosité

Distribution	Test K-	-S	Test A-	-D	Test χ ²		
Distribution	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang	
Dagum	0,100	2	0,182	1	0,027	1	
Lognormal	0,167	34	0,413	30	0,440	19	
Normal	0,099	1	0,219	6	0,341	16	

Tableau 6 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le taux de porosité de la plaque porosité -

La loi Lognormal est moins bonne que la loi de Dagum et la loi Normal pour le test K-S et le test A-D mais est meilleure que la loi Normal pour le test χ^2 . Les résultats pour les tests K-S et A-D sont très proches au vu des statistiques des tests.

Les 3 lois n'ont pas été rejetées par les 3 tests et elles prédisent bien graphiquement les données avec un taux de porosité proche de 1.2% pour une fréquence cumulée de 50% qui correspond à la moyenne déterministe sauf pour la loi Lognormal qui prédit un taux de porosité moyen de 1%. Ces 3 lois sont définies ci-dessous :

- Loi de Dagum :
 - Paramètres : Paramètre de forme *k*, paramètre de forme *α*, paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
 - Domaine : $\gamma \le x \le +\infty$
 - o Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\alpha k \left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^{\alpha k-1}}{\beta \left(1 + \left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^{\alpha}\right)^{k+1}}$$
(20)

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \left(1 + \left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^{-\alpha}\right)^{-k}$$
(21)

- Loi Normal :
 - Paramètres : σ écart-type de x, μ moyenne de x
 - Domaine : $-\infty \le x \le +\infty$
 - Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{e^{\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2\right)}}{\sigma\sqrt{2\pi}}$$
(22)

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \Phi\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)$$
(23)

Où Φ est l'intégral de Laplace

- Loi Lognormal :
 - Paramètres : σ écart-type de ln(x), μ moyenne de ln(x)
 - Domaine : $0 \le x \le +\infty$
 - o Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{e^{\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln(x-\gamma)-\mu}{\sigma}\right)^2\right)}}{(x-\gamma)\sigma\sqrt{2\pi}}$$
(24)

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \Phi\left(\frac{\ln(x-\gamma) - \mu}{\sigma}\right)$$
(25)

Les valeurs des paramètres des 3 lois de distribution sont présentées dans le tableau 7. La loi Lognormal donne une bonne représentation de la donnée comparée aux deux lois qui ont les meilleurs résultats des tests statistiques. De plus elle prend en compte les données positives car elle est bornée entre 0 et +∞, tout comme la loi Dagum. La loi Normal n'est pas bornée et donc il y a une faible probabilité d'avoir un taux de porosité négatif.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
	valouro doo paramonoo
Dagum	$k = 0.363 \alpha = 7.60 \beta = 1.497 \gamma = 0$
Lognormal	$\sigma = 0,402 \ \mu = 0,10$
_	-
Normal	$\sigma = 0.452 \ \mu = 1.197$

Tableau 7 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le taux de porosité de la plaque porosité « - »

Il est essentiel d'appliquer une loi de distribution qui prend en compte le même type de valeurs que le type de données à analyser, dans le cas du taux de porosité, on ne peut pas obtenir de valeur négative tout comme pour les autres paramètres de la porosité. Les deux lois sélectionnées pour caractériser le taux de porosité de la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité moyenne, sont la loi de Dagum et la loi Lognormal.

Pour la plaque porosité « + », à 3% de porosité moyenne, les lois de distribution les plus adaptées ne sont pas les mêmes que pour la plaque porosité « - ». Le test K-S et la loi A-D identifie la loi Johnson SB comme meilleur modèle pour prédire les données alors que le test du Khi-deux met la loi Lognormal comme meilleur modèle.

Les résultats des tests sont présentés sur le tableau 8 et l'histogramme cumulé des données sont visibles sur la figure 63. Graphiquement, les modèles sous estiment un peu les données avec des taux de porosité à une fréquence cumulée de 50% plus ou moins proche de la moyenne déterministe de 3%, à savoir 2,9% pour la loi Johnson SB et la loi Lognormal.

Distribution	Test K-	·S	Test A-	·D	Test χ ²		
Diotribution	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang	
Johnson SB	0,102	1	0,169	1	0,602	26	
Lognormal	0,165	32	0,325	23	0,005	1	

Tableau 8 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le taux de porosité de la plaque porosité « + »



Figure 63 : Histogramme des fréquences cumulées du taux de porosité pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité

La loi Lognormal a de bons résultats pour les 3 tests statistiques, qui sont aussi assez proches des résultats de la loi Johnson SB selon les 3 tests. Les 2 lois sont validées par les 3 tests statistiques. La définition de la loi Lognormal est présentée pour l'analyse du taux de porosité de la plaque porosité « -» et la loi Johnson SB est définie ci-dessous :

- Loi Johnson SB :
 - Paramètres : Paramètre de forme γ, paramètre de forme δ, paramètre d'échelle λ, paramètre de localisation ξ
 - Domaine : $\xi \le x \le \xi + \lambda$

Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\delta}{\lambda\sqrt{2\pi}z(1-z)} e^{\left(-\frac{1}{2}\left(\gamma+\delta\ln\left(\frac{z}{1-z}\right)\right)^2\right)}$$
(26)

Où
$$z \equiv \frac{x-\xi}{\lambda}$$

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \Phi\left(\gamma + \delta \ln\left(\frac{z}{1-z}\right)\right)$$
(27)

Où Φ est l'intégral de Laplace

La valeur des paramètres des 2 lois est énumérée dans le tableau 9. Le modèle Johnson SB n'est pas borné et il ne peut donc pas être utilisé pour modéliser les données du taux de porosité de la plaque porosité +. La loi sélectionnée pour modéliser ce paramètre est donc la loi Lognormal.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Johnson SB	$\gamma = 0,241 \ \delta = 0,681 \ \lambda = 4,982 \ \xi = 0,854$
Lognormal	$\sigma = 0,464 \ \mu = 1,009$

Tableau 9 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le taux de porosité de la plaque porosité « + »

Pour les deux matériaux avec porosités, respectivement avec un taux de 1,2% et de 3,0%, l'hypothèse d'une loi Lognormal ne peut être rejetée, et ceux pour les trois tests d'adéquation retenus. La loi Lognormal, étant positive, semble donc constituer une bonne candidate comme modèle probabiliste du taux de porosité dans un composite. La loi Lognormal est par ailleurs simple à mettre à œuvre car dérivant de la loi normale, facilitant une utilisation industrielle à venir.

II.3.3 Dimensions moyennes des pores

Les pores qui forment la porosité globale possède une variabilité dimensionnelle qui est caractérisée par 3 paramètres, à savoir : i) le diamètre noté *D*, ii) la longueur *I* et iii) le rapport des diamètres *R*.

II.3.3.1 Diamètre des pores

Pour caractériser la variabilité du diamètre, des mesures ont été effectués sur 326 pores pour la plaque porosité « - » et 802 pour la plaque porosité « + ». Ce paramètre est ensuite caractérisé par sa fonction de densité relative.

La figure 64 représente l'histogramme des fréquences relatives du diamètre des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité. Au vu de l'histogramme, le paramètre *D* est très variable avec des valeurs qui varient entre 28.2 µm et 733.0 µm.

Distribution	Test K-	-S	Test A-	·D	Test χ ²	
Distribution	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Fatigue Life (3P)	0,029	1	0,350	1	7,364	1
Lognormal	0,045	15	0,869	13	10,561	20

Tableau 10 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le diamètre des pores de la plaque porosité « - »

Un seul modèle ressort premier des 3 tests statistiques, à savoir le modèle Fatigue Life à 3 paramètres qui est défini tel que :

- ο Paramètres : Paramètre de forme α, paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \leq x \leq +\infty$
- Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\sqrt{\frac{(x-\gamma)}{\beta}} + \sqrt{\frac{\beta}{(x-\gamma)}}}{2\alpha(x-\gamma)} \cdot \phi\left(\frac{1}{\alpha}\left(\sqrt{\frac{(x-\gamma)}{\beta}} - \sqrt{\frac{\beta}{(x-\gamma)}}\right)\right)$$
(28)

Où ϕ est la fonction de densité de probabilité de la loi Normal.

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \Phi\left(\frac{1}{\alpha}\left(\sqrt{\frac{(x-\gamma)}{\beta}} - \sqrt{\frac{\beta}{(x-\gamma)}}\right)\right)$$
(29)

Où Φ est l'intégral de Laplace.



Figure 64 : Histogramme des fréquences relatives du diamètre des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité superposé avec la loi lognormal et fatigue life.

Le tableau 10 présente les résultats des tests statistiques. La loi Lognormal a des résultats proches de ceux du modèle Fatigue Life (3P) sauf pour le test A-D. Les deux lois sont bornées aux données positives ce qui exclut d'obtenir des diamètres négatifs. De plus, elles ne sont rejetées par aucun des tests statistiques.

Cependant, la loi Fatigue Life (3P) borne les valeurs faibles avec le paramètre γ mais sa valeur est de 11 µm ce qui n'est pas aberrant et proche de la limite macro/micros pores. Les deux lois sont donc sélectionnées pour modéliser les données sur le diamètre des pores pour la plaque porosité « - » avec les paramètres du tableau 11. Les 2 lois sont illustrées sur l'histogramme de la figure 22.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Fatigue Life (3P)	$\alpha = 0,730 \ \beta = 120,5 \ \gamma = 11,404$
Lognormal	$\sigma = 0,625 \ \mu = 4,904$

Tableau 11 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le diamètre des pores de la plaque porosité « - »

Les données sur le diamètre D des pores, pour la plaque porosité « + », sont représentées sur l'histogramme de la figure 65. Tout comme pour la porosité de la plaque porosité « - », le diamètre des pores est très variable avec un diamètre minimum de 35,4 µm et un maximum de 1827,7 µm.

Les deux porosités observées sur les plaques porosité « - » et porosité « + » ont donc une différence au niveau du taux de porosité, mais aussi au niveau du diamètre des pores avec des pores plutôt de plus grande dimension pour la porosité à 3% comparée à la porosité à 1,2%.

Pour modéliser la variabilité du diamètre D des pores de la plaque porosité « + », la meilleure loi est celle de Burr à 4 paramètres pour les 3 tests statistiques. Les valeurs des résultats sont visibles sur le tableau 12 et les valeurs des paramètres des lois sur le tableau 13. La loi Lognormal est aussi utilisée pour modéliser et comparer le modèle avec celui de Burr (4P). Les 2 modèles sont présentés sur l'histogramme de la figure 65.



Fonction de densité de probabilité du diamètre D pour la plaque IN1250

Figure 65 : Histogramme des fréquences relatives du diamètre des pores pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité

Distribution	Test K-	-S	Test A	-D	Test χ ²		
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang	
Burr (4P)	0,020	1	0,448	1	3,495	1	
Lognormal	0,030	5	0,997	7	8,512	7	

Tableau 12 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le diamètre des pores de la plaque porosité « + »

Loi de distribution	Valeurs des paramètres				
Burr (4P)	$k = 2,931 \alpha = 1,460 \beta = 334,65 \gamma = 34,7$				
Lognormal	$\sigma = 0,681 \ \mu = 5,140$				

Tableau 13 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le diamètre des pores de la plaque porosité « + »

Le modèle de Burr à 4 paramètres est une variante du modèle de Dagum et est défini tel que :

- Paramètres : Paramètre de forme *k*, paramètre de forme *α*, paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \le x \le +\infty$
- o Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\alpha k \left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^{\alpha-1}}{\beta \left(1 + \left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^{\alpha}\right)^{k+1}}$$
(30)

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = 1 - \left(1 + \left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^{\alpha}\right)^{-k}$$
(31)

Le modèle de Burr (4P) et le modèle Lognormal étant bornés aux données positives, et étant validés par les 3 tests, ils sont sélectionnés pour modéliser le diamètre des pores de la plaque porosité « + » avec 3% de porosité sachant que le modèle de Burr (4P) est borné aux diamètres supérieurs à 37 µm ce qui semble réaliste vis-à-vis des résultats.

Pour les deux matériaux avec porosités, respectivement avec un taux de 1,2% et de 3,0%, l'hypothèse d'une loi Lognormal ne peut être rejetée, et ceux pour les trois tests d'adéquation retenus. La loi Lognormal, étant positive, semble donc constituer une bonne candidate comme modèle probabiliste du diamètre de porosité dans un composite. La loi Lognormal est par ailleurs simple à mettre à œuvre car dérivant de la loi normale, facilitant une utilisation industrielle à venir.

II.3.3.2 Longueur I des pores

La longueur des pores a été mesurée sur les coupes longitudinales de plusieurs échantillons et un total de 65 pores est utilisé pour la plaque porosité « – » et 73 pores pour la plaque porosité « + ». Ce paramètre est donc caractérisé avec sa fonction de densité relative.

La figure 66 présente l'histogramme des fréquences relatives des longueurs des pores pour la plaque porosité -. L'histogramme illustre bien la variabilité de ce paramètre avec des valeurs allant de 51 µm à 5437 µm mais une large partie, soit 93%, des pores ont des diamètres inférieurs à 1600 µm. Les 3 tests statistiques désignent deux modèles comme étant les plus proches des données, les tests K-S et A-D positionnent le modèle Fatigue Life comme meilleur modèle alors que le test Khi-deux met la loi Weibull. Les résultats des tests sont visibles dans le tableau 14 avec les résultats du rang et de la valeur du test pour chaque modèle.

Distribution	Test K-S		Test A-	-D	Test χ ²		
Diotribution	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang	
Fatigue Life (3P)	0,098	1	0,511	1	6,704	13	
Lognormal	0,137	22	1,031	11	4,561	4	
Weibull (3P)	0,112	3	1,686	17	2,669	1	

Tableau 14 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la longueur des pores de la plaque porosité « - »

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Fatigue Life (3P)	$\alpha = 2,136 \ \beta = 327,34 \ \gamma = 87,82$
Lognormal	$\sigma = 1,229 \ \mu = 6,319$
Weibull (3P)	$\alpha = 0,624 \ \beta = 687,45 \ \gamma = 95,114$

Tableau 15 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la longueur des pores de la plaque porosité « – »

Les modèles Fatigue Life (3P) et Lognormal sont définis dans les paragraphes précédents et le modèle de Weibull (3P) est une variante du modèle de Fréchet et est identifié tel que :

- ο Paramètres : Paramètre de forme *α*, paramètre d'échelle *β*, paramètre de localisation *γ*
- Domaine : $\gamma \le x \le +\infty$
- o Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\alpha}{\beta} \left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^{\alpha-1} e^{\left(-\left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^{\alpha}\right)}$$
(32)

o Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = 1 - e^{\left(-\left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^{\alpha}\right)}$$
(33)



Figure 66: Histogramme des fréquences relatives de la longueur des pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité

Les lois de Weibull et Fatigue Life (3P) sont bornées sont bornées aux données positives, tout comme la loi Lognormal, mais elles sont bornées aux valeurs faibles par le paramètre γ , respectivement 87,82 µm pour la loi Fatigue Life (3P) et 95,114 µm pour la loi Weibull (3P) ce qui n'est pas réaliste.

Mais ces valeurs étant faibles, et vu que les 3 lois sont validées par les trois tests statistiques, les 3 modèles sont utilisés pour modéliser la longueur des pores pour la plaque porosité « - ». La valeur des paramètres ajustés de chaque loi sont visibles sur le tableau 15.

La figure 67 représente l'histogramme des valeurs de la longueur des pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité. La variabilité de ce paramètre est plus importante que pour la plaque porosité « - » avec des longueurs de pores bien plus dispersées, même si la valeur maximum est inférieure à celle de la plaque porosité « - ».

Les tests statistiques placent 2 modèles comme le meilleur, à savoir le modèle Fatigue Life (3P) pour le test A-D et le test Khi-deux, et le modèle Johnson SB pour le test K-S. Les résultats des tests ainsi que le classement des lois sont visibles dans le tableau 16, et les 3 modèles sont illustrés sur la figure 67.



Figure 67 : Histogramme des fréquences relatives de la longueur des pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité

Distribution	Test K-	-S	Test A-D		Test χ ²	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Fatigue Life (3P)	0,098	11	0,511	1	6,704	1
Lognormal	0,053	8	0,649	5	4,008	6
Johnson SB	0,112	1	1,686	29	N/A	

Tableau 16 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la longueur des pores de la plaque porosité « + »

Ces 3 modèles sont définis dans les paragraphes précédents. Le modèle Johnson SB n'est pas borné aux données positives ce qui l'exclut pour modéliser la longueur des pores. De plus il est rejeté par le test A-D. Les lois Fatigue Life (3P) et Lognormal sont bornés aux valeurs positives ce qui fait qu'il est possible de les utiliser pour modéliser la longueur des pores. La loi Fatigue Life (3P) est bornée aux faibles données avec le paramètre γ qui a une valeur ajustée de 61,6 µm soit une faible valeur comparée aux grandes valeurs prises par le paramètre étudié. Les 2 lois sont donc sélectionnées pour modéliser la longueur des pores pour la plaque porosité +. La valeur des paramètres ajustés sont visibles sur le tableau 17.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres				
Fatigue Life (3P)	$\alpha = 1,253 \ \beta = 804,44 \ \gamma = 61,605$				
Lognormal	$\sigma = 1,011 \ \mu = 6,851$				
Johnson SB	$\gamma = 1,017 \ \delta = 0,551 \ \lambda = 6004,0 \ \xi = 130,69$				

Tableau 17 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la longueur des pores de la plaque porosité « + »

Pour les deux matériaux avec porosités, respectivement avec un taux de 1,2% et de 3,0%, l'hypothèse d'une loi Lognormal ne peut être rejetée, et ceux pour les trois tests d'adéquation retenus. La loi Lognormal, étant positive, semble donc constituer une bonne candidate comme modèle probabiliste de la longueur de porosité dans un composite. La loi Lognormal est par ailleurs simple à mettre à œuvre car dérivant de la loi normale, facilitant une utilisation industrielle à venir.

II.3.3.3 Forme des pores

La forme 3D des pores correspond à un cylindre dont la longueur est caractérisée dans le sens longitudinal et correspond au paramètre l, et la circonférence est caractérisée dans le sens transversal. Dans le sens longitudinal, des pores sont observés en ellipse tellement étirée que le pore correspond à une sorte de rectangle avec une hauteur qui varie peu sur toute la longueur. Cette hauteur correspond au diamètre d caractérisé dans le sens transversal. La forme des pores est donc à caractériser seulement dans le sens transversal avec le rapport R des diamètres :

$$R = \frac{D}{d} \tag{34}$$

Une forme parfaitement circulaire correspond à un rapport égal à 1, alors qu'un rapport inférieur à 1 correspond à des ellipses avec un diamètre d qui s'allonge et un rapport supérieur à 1 définit les ellipses avec un diamètre D qui s'allonge. Tout comme le diamètre des pores, la quantité de données pour caractériser le rapport des diamètres des pores est grande et les modèles sont identifiés sur la fonction de densité de probabilité relative. La figure 68 illustre l'histogramme des fréquences relatives du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « - », avec un rapport R minimum de 0,7 et maximum de 5,8.

Les tests statistiques, dont les résultats sont visibles dans le tableau 18, mettent en évidence deux modèles, le test du Khi-deux met en premier la loi de Dagum, et le test K-D et A-D place la loi de Fréchet à 3 paramètres ou loi de la valeur maximum extrême type 2. Les valeurs des paramètres des lois sont énumérées dans le tableau 19.

Distribution	Test K-	-S	Test A-D Test χ ²		,2	
Distribution	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Dagum	0,036	15	0,415	15	2,715	1
Fréchet (3P)	0,027	1	0,28	1	5,476	8
Lognormal	0,041	21	0,404	14	5,936	11

Tableau 18 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le rapport des diamètres des pores de la plaque

porosité « - »



Figure 68 : Histogramme des fréquences relatives du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « -», à 1,2% de porosité

La loi de Dagum est définie au paragraphe II.3.2.2 et la loi de Fréchet est identifiée telle que :

- ο Paramètres : Paramètre de forme α , paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \le x \le +\infty$
- o Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{\alpha}{\beta} \left(\frac{\beta}{x - \gamma}\right)^{\alpha + 1} e^{\left(-\left(\frac{\beta}{x - \gamma}\right)^{\alpha}\right)}$$
(35)

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = e^{\left(-\left(\frac{\beta}{x-\gamma}\right)^{\alpha}\right)}$$
(36)

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Dagum	$k = 1,445 \alpha = 4,583 \beta = 1,378$
Fréchet	$\alpha = 18,683 \ \beta = 8,257 \ \gamma = 6,883$
Lognormal	$\sigma = 0,343 \ \mu = 0,441$

 Tableau 19 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « - »

Les 3 modèles sont bornés aux données positives et ont de bons résultats aux tests statistiques en étant validés pour les 3 tests, elles sont donc sélectionnées pour modéliser le rapport des diamètres *R* sachant que la loi de Dagum met plus de poids sur les queues de distribution que les modèles de Fréchet et Lognormal. Les 3 modèles sont visibles sur l'histogramme de la figure 68.

La figure 69 illustre l'histogramme des fréquences relatives pour le rapport R des diamètres des pores de la plaque porosité « + », avec un taux de porosité de 3%. Comme la plaque porosité -, le rapport R varie entre chaque pore avec une majorité des rapports compris entre 0,8 et 3,2%. Le rapport minimum est de 0,55 pour un rapport maximum de 7,25.

Les tests statistiques, dont les résultats sont visibles dans le tableau 20, mettent la loi de Dagum (4P) comme meilleur modèle pour le test K-S et A-D, et la loi de Burr pour le test Khideux. Les 3 lois sont illustrées sur l'histogramme de la figure 69 et les valeurs des paramètres des lois utilisées sont énumérées dans le tableau 21.



Figure 69 : Histogramme des fréquences du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité

La loi Lognormal a des résultats de tests statistiques proches de ceux de la loi de Dagum (4P) et de la loi de Burr. De plus ces 3 lois sont bornées aux données positives ce qui évite d'obtenir des rapports de diamètres négatifs, et ne sont pas rejetées par les tests statistiques.

Les 3 modèles sont donc sélectionnés pour définir les rapports des diamètres des pores de la plaque porosité « + », sachant que le modèle Lognormal met plus de poids sur des petits et grands rapports que le modèle de Dagum (4P) et le modèle de Burr.

Distribution	Test K-	-S	Test A-D Test χ ²		,2	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Dagum (4P)	0,021	1	0,228	1	6,856	2
Burr	0,035	2	0,352	3	2,898	1
Lognormal	0,0431	8	0,669	12	4,806	6

Tableau 20 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « + »

Loi de distribution	Valeurs des paramètres				
Dagum (4P)	$k = 0,541 \alpha = 3,562 \beta = 1,409 \gamma = 0,546$				
Burr	$k = 0.812 \ \alpha = 4.705 \ \beta = 1.516$				
Lognormal (3P)	$\sigma = 0,413 \ \mu = 0,484$				

 Tableau 21 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « + »

II.3.4 Répartition des pores

Pour caractériser la répartition des pores sur la plaque, deux paramètres sont identifiés : le nombre de pores par échantillon et donc par unité de surface, et la distance *L* entre les pores.

II.3.4.1 Nombre de pores par échantillon

Pour chaque coupe micrographique transversale, le nombre de pores est calculé afin de connaître la répartition des pores dans la plaque. Un échantillon correspond à une surface de 20 mm x 2 mm soit 40 mm². Du fait que l'étude se fait sur 16 échantillons, le nombre de pores par échantillon est caractérisé avec 16 valeurs, ce qui représente une faible quantité de données. Ce paramètre est donc caractérisé avec la fonction de répartition cumulée. De plus, les valeurs des données observées sont des valeurs discrètes car elles représentent un nombre entier de pores par échantillon, et donc ce paramètre doit être caractérisé avec des lois de distributions discrètes.

La figure 70 montre la distribution des fréquences cumulées du nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité. Le nombre de pores, pour la surface de 40 mm², varie beaucoup entre deux échantillons avec un minimum de 24 pores et un maximum de 65 pores.

Du fait que les données soient des valeurs discrètes, le test de Khi-Deux ne s'applique à l'étude et donc seul les tests K-S et A-D sont utilisés par valider les modèles. Le test K-D met la loi Uniforme discrète en première position, alors que le test A-D place en première la loi Binomiale négative.

Ces 2 modèles sont présentés sur la figure 70, les résultats des tests statistiques sont énumérés dans le tableau 22 et les valeurs des paramètres des 2 lois sont visibles au tableau 23.

Distribution	Test K-	-S	Test A-D	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Binomiale négative	0,199	2	0,962	1
Uniforme discrète	0,133	1	4,012	3

Tableau 22 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « - »



Figure 70 : Histogramme des fréquences du nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité

Les lois Uniforme discrète et Binomiale négative sont définies telles que :

- Loi Uniforme discrète :
 - o Paramètres : Paramètre des limites discrètes a et b
 - Domaine : $a \le x \le b$
 - Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{1}{b - a + 1}$$
(37)

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \frac{x - a + 1}{b - a + 1}$$
(38)

- Loi binomiale négative :
 - Paramètres : nombre de succès n et probabilité continue d'un seul succès
 p
 - Domaine : $0 \le x \le +\infty$
 - o Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \binom{n+x-1}{x} p^n (1-p)^x$$
(39)

Où $\binom{a}{b}$ est le coefficient binomial :

$$\binom{a}{b} = \frac{a!}{b! \cdot (a-b)!}$$

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = p^n \sum_{i=0}^{x} {n+i-1 \choose x} (1-p)^i$$
(40)

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Binomiale négative	<i>n</i> = 12 <i>p</i> =0,239
Uniforme discrète	a = 19 b = 63

Tableau 23 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le nombre de pores pour la plaque porosité -

La loi Uniforme normale, contrairement à la loi binomiale négative, est bornée entre a et b, soit selon l'ajustage des paramètres 19 et 63 pores par échantillon. Cette limitation n'est pas réaliste physiquement et vis-à-vis des données. La loi Binomiale négative est bornée seulement pour les données à faibles valeurs, à savoir 12 pores par échantillon mais elle n'est pas bornée pour les données à grandes valeurs. De plus elle n'est rejetée par aucun des tests contrairement à la loi Uniforme qui est rejeté par le test A-D. Elle est donc plus réaliste comparée à la loi Uniforme discrète.

La figure 71 présente l'histogramme des fréquences cumulées du nombre de pores par échantillon de 40 mm² pour la plaque porosité « + ». Le nombre de pores varie beaucoup, pour un échantillon, entre 24 et 123 pores. La grande majorité du nombre de pores par échantillon est compris entre 80 et 100 par échantillon.



Figure 71 : Histogramme des fréquences du nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité

Les 2 tests statistiques placent 2 lois de distribution différentes comme meilleur modèle. Le test A-D met la loi Binomiale négative comme meilleur modèle alors que le test de K-S identifie la loi Uniforme discrète comme meilleur modèle. Les résultats des tests statistiques sont visibles sur le tableau 24 et les valeurs des paramètres des modèles sont énumérées dans le tableau 25.

Distribution	Test K-	-S	Test A-D		
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	
Binomiale négative	0,345	3	2,228	1	
Uniforme discrète	0,258	1	5,247	3	

Tableau 24 : Tableau des résultats des tests statistiques pour le nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « + »

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Binomiale négative	<i>n</i> = 19 <i>p</i> =0,181
Uniforme discrète	a=51 b=127

Tableau 25 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour le nombre de pores pour la plaque porosité « + »

Tout comme pour la plaque IN1242, la loi est Uniforme discrète est rejeté par le test de A-D et donc la loi Binomiale négative ressort comme la meilleure loi de distribution pour caractériser le nombre de pores par échantillon pour la plaque porosité « + ».

II.3.4.2 Distance entre les pores

Pour modéliser la répartition des pores dans un échantillon, et plus généralement dans la plaque, il est utile de caractériser la distance entre les pores. Pour cela, un grand nombre de données sont disponibles et la caractérisation se fait donc avec la fonction de densité de probabilité relative. Les angles entre les directions reliant les pores pourraient aussi être mesurés mais ce travail s'est révélé beaucoup trop chronophage.

La figure 72 illustre l'histogramme des fréquences relatives pour la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité. Une majorité des valeurs de *L* est comprise entre 100 µm et 1600 µm avec une distance minimum de 44 µm et une distance maximum de 6288 µm. Les pores sont assez bien espacés dans l'espace. Les 3 tests statistiques, dont les résultats sont visibles sur le tableau 26, mettent comme meilleur modèle la loi Gamma à trois paramètres. Les lois Gamma (3P) et Lognormal sont illustrées sur l'histogramme de la figure 72 et les valeurs des paramètres sont énumérées dans le tableau 27.



Figure 72 : Histogramme des fréquences relatives la distance entre deux pores pour la plaque porosité « - », à 1,2% de porosité

Distribution	Test K-	-S	Test A-D		Test χ²	
	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Gamma (3P)	0,031	1	0,519	1	3,921	1
Lognormal	0,055	16	1,942	12	13,867	12

Tableau 26 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « - »

La loi Gamma (3P) est définie telle que :

- ο Paramètres : Paramètre de forme α, paramètre d'échelle β , paramètre de localisation γ
- Domaine : $\gamma \le x \le +\infty$
- o Fonction de densité de probabilité :

$$f(x) = \frac{(x-\gamma)^{\alpha-1}}{\beta^{\alpha} \Gamma(\alpha)} e^{\left(-\frac{(x-\gamma)}{\beta}\right)}$$
(41)

Où Γ est la fonction de Gamma d'Euler.

• Fonction de distribution cumulée :

$$F(x) = \frac{\Gamma_{(x-\gamma)/\beta}(\alpha)}{\Gamma(\alpha)}$$
(42)

Loi de distribution	Valeurs des paramètres				
Gamma (3P)	$\alpha = 1,413 \ \beta = 523,9 \ \gamma = 43,021$				
Lognormal	$\sigma = 0,837 \ \mu = 6,343$				

Tableau 27 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la distance entre deux pores pour la plaque porosité « - »

Les deux lois modélisent bien les données de la distance L entre deux pores comme le montre la figure 72 et les deux lois sont bornées aux données positives. Malgré que la loi Lognormal soit rejetée par le test Khi-Deux et que la loi Gamma (3P), qui est validée par les 3 tests, ne prend pas en compte les distances L inférieures à 43 µm, les 2 modèles sont utilisés pour modéliser le paramètre. La figure 73 représente l'histogramme des distances *L* entre deux pores pour la plaque porosité « + », à 3,0% de porosité. La distance *L* minimum est de 17 µm et la distance maximum de 1597 µm. Les pores sont plus proches que pour la plaque porosité « - » car le nombre de pores est bien plus important. Les 3 tests statistiques identifient la loi Fatigue Life comme meilleur modèle pour les données *L*. Les résultats des tests statistiques sont visibles dans le tableau 28. Le modèle Fatigue Life est défini au paragraphe II.3.3.1 et le modèle Lognormal au II.3.2.2. Les valeurs des paramètres des deux modèles sont énumérées dans le tableau 29.

Distribution	Test K-S		Test A-D		Test χ²	
Diotribution	Statistique	Rang	Statistique	Rang	Statistique	Rang
Fatigue Life	0,044	1	0,885	1	14,723	1
Lognormal	0,053	6	0,987	3	16,787	8

Tableau 28 : Tableau des résultats des tests statistiques pour la distance L entre deux pores pour la plaque porosité « + »



Figure 73 : Histogramme des fréquences relatives la distance entre deux pores pour la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité

Les deux lois ont de bons résultats pour les tests statistiques et sont bornées aux données positives. Cependant les deux lois sont rejetées par le test de Khi-Deux. Sachant qu'aucune des 50, lois analysées est validées par le test de Khi-Deux, les lois Fatigue Life et Lognormal sont donc sélectionnées pour modéliser la distance *L* entre deux pores pour la plaque porosité « + », à 3,0 % de porosité.

Loi de distribution	Valeurs des paramètres
Fatigue Life	$\alpha = 0,683 \ \beta = 294,83 \ \gamma = 0$
Lognormal	$\sigma = 0,647 \ \mu = 5,692$

Tableau 29 : Valeurs des paramètres des lois de distribution pour la distance entre deux pores pour la plaque porosité « + »

II.4 Comparaison des deux porosités observées

Pour comparer les données caractéristiques des deux porosités observées sur les plaques porosité « - » et porosité « + », deux calœls statistiques sont utilisés en plus de la moyenne, à savoir le 3^{ème} quantile et la valeur du paramètre à p=0,99 qui sont des mesures utiles car peu sensibles aux distributions allongées comme c'est le cas pour certains paramètres. Le 3^{ème} quantile correspond à la valeur du paramètre à 75%, c'est-à-dire qu'il y a 75% de probabilité d'obtenir une valeur inférieure au 3^{ème} quantile, ou 25% d'avoir une valeur supérieure. Ces différentes quantités permettent aussi de caractériser la qualité des modèles en comparant les quantiles du modèle et des données. De plus, un tirage aléatoire de 5000 valeurs est mis en place pour chaque paramètre et pour chaque modèle étudié afin d'observer la dispersion des résultats produit par les modèles.

II.4.1 Taux de porosité

Le tableau 30 présente les résultats des valeurs caractéristiques du taux de porosité de la plaque porosité « - » et porosité « + », pour les connées et les lois qui les modélisent.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
Taux de porosité (%)		Données	1,20	1,40	2,20
	porosité « - »	Loi Dagum	1,20	1,46	2,40
		Loi LN	1,19	1,46	2,83
	norosité « + »	Données	3,00	4,20	5,40
		Loi LN	3,05	3,76	8,10

Tableau 30 : Valeurs des quantités caractéristiques du taux de porosité de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.1.1 Comparaison des deux types de porosités

Les plaques porosité « - » et porosité « + » préæntent deux types de porosité présentant un taux différent :

- La plaque porosité « » a un taux de porosité moyen de 1,2%, un tiers des échantillons ont un taux de porosité supérieur à 1,4% et 99% des échantillons ont un taux de porosité inférieur à 2,2%.
- La plaque porosité « + » a un taux de porosité moyen de 3,0%, avec un tiers des échantillons qui ont un taux de porosité supérieur à 4,2% et 99% des échantillons qui ont un taux de porosité inférieur à 5,4%.

La porosité observée sur la plaque porosité « + » est plus importante que pour la plaque porosité - en proportion, mais elle est aussi beaucoup plus dispersée avec une différence de 1,2% entre la valeur moyenne et la valeur du 3^{ème} quantile, contre 0,2% pour la plaque porosité « - »

II.4.1.2 Comparaison des modèles

Pour la plaque porosité « - », les deux modèles donnent des résultats proches des données. Le modèle de Dagum prédit la valeur moyenne identique à celle des données, le 3^{ème} quantile avec une différence de +4,2% et la valeur p=0,99 avec +8,4%. Le modèle Lognormal a des résultats légèrement moins précis avec une différence de -0,9% pour la valeur moyenne, +4,2% pour le 3^{ème} quantile et +22,3% pour la valeur p=0,99. La valeur du taux de porosité à p=0,99 signifie qu'il y a 1% de probabilité que le taux de porosité soit supérieur à cette valeur. La comparaison de cette valeur entre les données et le modèle n'est pas forcément identifiable car les données représentent une quantité finie alors que les lois de probabilité utilisées représentent une quantité infinie en données positives.

Il est donc normal d'obtenir de grandes différences entre la valeur p=0,99 des données et des modèles. Par contre cette valeur permet de savoir si un modèle met plus ou moins de poids sur les queues de distribution. Pour le taux de porosité, le modèle Lognormal met plus de poids sur les queues de distribution car sa valeur de p=0,99 est supérieur à celle de la loi de Dagum.

Le modèle Lognormal utilisé pour modéliser le taux de porosité de la plaque porosité « + » a des valeurs proches des données avec une différence de +1,7% pour la valeur moyenne, - 10,5% pour la valeur du 3^{ème} quantile et +33% pour la valeur à p=0,99. L'écart entre le modèle et les données est plus important pour la plaque porosité « + » car les données sont bien plus dispersées. Le modèle représente bien les données malgré ces différences dans les valeurs, il prend bien en compte le côté plus dispersif des données pour la plaque porosité « + ». Il modélise 1% des taux de porosité supérieur à 8,1% ce qui représente bien la dispersion des données.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
Taux de porosité (%)		Données	0,46	1,20	2,24
	porosité « - »	Loi Dagum	0,06	1,20	4,11
		Loi LN	0,29	1,19	4,51
	porosité « + »	Données	1,06	3,00	5,43
		Loi LN	0,49	3,08	14,24

Tableau 31 : Valeurs prédites de taux de porosité par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Pour les deux types de porosités, les modèles ont tendance à sous-estimer les faibles taux de porosité et à surestimer les grands taux de porosités.

Cette tendance se retrouve dans les valeurs prédites par les lois sur un tirage aléatoire de 5000 valeurs, qui sont présentées dans le tableau 31, avec des valeurs taux de porosité minimum de 0,06% et 0,29% pour la plaque porosité « - », et 0,49% pour la plaque porosité « + ». Les valeurs maximums prédites sont de 4,11% et 4,51% pour la plaque porosité « - », et 14,23% pour la plaque porosité « + ». Ces lois peuvent donc modéliser des taux de porosité locaux très différents pour un même taux de porosité global.

II.4.2 Diamètres D des pores

Le tableau 32 présente les résultats des valeurs caractéristiques du diamètre *D* des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + », pour les données et les modèles.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
	porosité « - »	Données	164	212	475
		Loi Fatigue Life	164	208	574
D (um)		Loi LN	164	206	578
D (µm)		Données	217	268	782
	porosité « + »	Loi Burr 4P	217	272	875
		Loi LN	215	271	833

 Tableau 32 : Valeurs des quantités caractéristiques du diamètre des pores de la plaque porosité « - » et porosité

 « + » pour les données et les modèles

II.4.2.1 Comparaison des deux types de porosités

La différence de porosité entre les deux plaques s'observe au niveau du taux de porosité mais aussi au niveau du diamètre des pores. La plaque porosité « - » présente des pores avec des diamètres moyens de 164 µm contre 217 µm pour la plaque porosité « + ». Cette différence s'observe également sur la valeur du 3^{ème} quantile avec 212 µm pour la plaque porosité « - » et 268 µm pour la plaque porosité « + », et la valeur à p=0,99 avec 475 µm pour la plaque porosité « - » et 782 µm pour la plaque porosité « + ».

L'augmentation du taux de porosité passe donc par l'augmentation du diamètre des pores. La différence entre les valeurs des diamètres des pores des deux plaques est faible pour les petits diamètres mais grande pour les grands diamètres avec un écart de 40% pour la valeur p=0,99.

II.4.2.2 Comparaison des modèles

Les valeurs des données moyennes du diamètre des pores, au 3^{ème} quantile et à p=0,99 pour les deux modèles de plaque porosité « - » sont assez proches des valeurs des échantillons. Pour le diamètre moyen, le modèle Fatigue Life a la même valeur que les données et le modèle Lognormal sous-estime légèrement la valeur de -0,8%. Pour la valeur du 3^{ème} quantile, le modèle Fatigue Life a une différence de 2,3% et le modèle Lognormal 3,2% avec la valeur de la moyenne des données. La différence de valeur pour p=0,99 est de 17,3% pour le modèle Fatigue Life et 17,8% pour la loi LN. Ces différences montrent que les deux modèles mettent plus de poids sur les queues de distribution que sur les valeurs moyennes.

Pour la plaque porosité « + », les modèles sont assez proches des données avec une tendance à minimiser les valeurs pour les données moyennes et à surestimer les valeurs

pour les données aux extrêmes. Pour le diamètre moyen, le modèle Burr 4P a une différence de 21,7% et le modèle Lognormal 21,2% avec la valeur de la moyenne des données.

Pour la valeur du 3^{ème} quantile, le modèle Burr 4P a une différence de 2,4% et le modèle Lognormal 1,0% avec la valeur de la moyenne des données. La différence de valeur pour p=0,99 est de 10,7% pour le modèle Burr 4P et 6,2% pour la loi LN. Au vu de ces différences valeurs avec les données échantillons, les deux modèles mettent plus de poids sur les queues de distribution que sur les valeurs moyennes. Contrairement au taux de porosité, le diamètre des pores a été analysé à partir d'une grande quantité de données et représente des valeurs de données élevées et très variables, ce qui explique ces plus grands écarts entre les modèles et les données.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
		Données	23,7	164	733
	porosité « - »	Loi Fatigue Life	23	165	1278
D (µm)		Loi LN	12	163	1154
		Données	35,4	164	1827
	porosité « + »	Loi Burr 4P	35	218	3230
		Loi LN	14	220	2037

Tableau 33 : Valeurs prédites du diamètre des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Ces écarts se retrouvent dans les valeurs prédites par les lois sur un tirage aléatoire de 5000 valeurs, visibles dans le tableau 33, avec des diamètres minimums de 23 µm et 12 µm pour la plaque porosité « - », et 35,0 µm et 14 µm pour la plaque porosité « + ». Pour la plaque porosité « - », les valeurs des diamètres maximums prédis sont de 1278 µm et 1154 µm, et pour la plaque porosité « + », les valeurs des diamètres maximums prédis sont de 1278 µm et 1154 µm, et pour la plaque porosité « + », les valeurs des diamètres maximums prédis sont de 3230,1 µm et 2037,8 µm. Les modèles peuvent donc modéliser des pores assez importants avec même des pores avec des diamètres plus grand que l'épaisseur des éprouvettes, ce qui n'est pas réaliste.

II.4.3 Longueur I des pores

Les valeurs caractéristiques de la longueur des pores sont présentées dans le tableau 34.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
		Données	1019	1103	5417
	norosité « - »	Loi Weibull (3P)	1002	1364	8201
l (µm)		Loi Fatigue Life (3P)	1093	1174	7490
		Loi LN	1143	1176	8314
	porosité « + »	Données	1512	2355	5584
		Loi Fatigue Life (3P)	1497	1891	8428
		Loi LN	1577	1870	9937

Tableau 34 : Valeurs des quantités caractéristiques de la longueur des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.3.1 Comparaison des deux types de porosité

La porosité de la plaque « - », à 1,2% de porosité, a des pores allongés dans le sens des fibres avec une longueur moyenne de 1019 µm. Les trois quarts des données sont inférieurs à 1103 µm ce qui est proche de la moyenne et 1% des données sont supérieurs à 5417 µm.

Les pores de la plaque porosité « + » ont des longueurs légèrement supérieures que ceux de la plaque porosité « - » avec une moyenne de 1512 µm. Les pores avec des grandes longueurs sont beaucoup plus présents dans la plaque porosité « + » avec 25% des pores qui ont des longueurs supérieures à 2355 µm. Cependant les valeurs maximales des longueurs des pores sont équivalentes pour les deux plaques avec 1% de pores qui ont des longueurs supérieures à 5584 µm.

II.4.3.2 Comparaison des modèles

Pour la plaque porosité « - », les modèles ont des résultats assez proches à ceux des données pour la longueur des pores. Au niveau de la moyenne, le modèle Weibull (3P) surestime la valeur avec une différence de +11,2%, le modèle Fatigue Life (3P) est très proche avec une différence de -0,6% et Lognormal surestime légèrement la valeur avec une différence de +4,5%.

Pour le 3^{ème} quantile, les modèles surestiment plus ou moins la valeur avec une différence de +19,2% pour le modèle Weibull (3P), +6,1% pour le modèle Fatigue Life (3P) et +6,3% pour le modèle Lognormal. Pour les valeurs extrêmes à p=0,99, les modèles surestiment beaucoup les données ce qui est dû au grand nombre de données, la valeur importante prises par ces données et leur grande variabilité.

Les lois qui modélisent la longueur des pores pour la plaque porosité « + » donnent des résultats assez proches, comme la plaque porosité « - », mais elles ont plus une tendance à sous-estimer les valeurs au niveau du 3^{ème} quantile.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
l (µm)		Loi Fatigue Life (3P)	95	1016	29702
	porosité « - »	- » Loi Weibull (3P)		1121	18774
		Loi LN	6	1115	64634
	porosité « + »	Loi Fatigue Life (3P)	99	1526	16807
	F	Loi LN	30	1578	36941

Tableau 35 : Valeurs prédites de la longueur des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Les valeurs prédites par les lois avec un tirage aléatoire de 5000 valeurs, énumérées dans le tableau 35, confirment la surestimation des valeurs extrêmes avec des longueurs maximums de 18774, 29702 et 64634 µm pour la plaque porosité « - ».

Pour la plaque porosité « + », les longueurs maximums des pores sont de 16807 et 36941 µm. Les modèles peuvent donc créer des valeurs de longueurs de pores supérieur à la longueur des échantillons ce qui n'est pas aberrant physiquement car les longueurs sont dans l'ordre de grandeur des dimensions des plaques mises en œuvre.

II.4.4 Rapport R des diamètres des pores

Les valeurs caractéristiques des données et des modèles du rapport des diamètres des pores pour la plaque porosité « - » et porosité « + » sont énumérés dans le tableau 36.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
		Données	1,65	1,97	3,65
	porosité « - »	Loi Dagum	1,66	1,92	4,12
		Loi Fréchet 3P	1,65	1,95	3,71
R		Loi LN	1,65	1,97	3,50
	porosité « + »	Données	1,78	2,10	5,57
		Loi Dagum	1,79	2,10	4,85
		Loi Burr 4P	1,78	2,12	4,63
		Loi LN	1,78	2,16	4,29

Tableau 36 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport des diamètres des pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.4.1 Comparaison des deux types de porosités

La porosité observée sur la plaque porosité « - » à 1,2% de taux de porosité présente des pores avec un rapport de diamètre assez variable avec un rapport moyen de 1,65 soit une forme plutôt ellipsoïdale jusqu'à des rapports pouvant atteindre des valeurs supérieures à 3,65 soit des formes ellipsoïdales très étirées. Cette tendance à avoir des pores ellipsoïdaux est encore plus accentuée avec la plaque porosité « + » à 3,0% de porosité avec des rapports de diamètres pouvant atteindre 5. L'augmentation du taux de porosité accentue donc la tendance des pores à s'étirer en ellipse.

II.4.4.2 Comparaison des modèles

Pour la plaque porosité « - » à 1,2% de porosité, les 3 modèles ont des résultats équivalents aux données sur le rapport des diamètres. Les valeurs des 3 modèles à la moyenne sont équivalentes à la valeur des données. Le modèle de Dagum a un écart de - 2.6% pour le 3^{ème} quantile et +11,5% pour la valeur à p=0,99, et va donc avoir tendance à surestimer les rapports en queue de distribution. Le modèle de Fréchet à 3 paramètres a des écarts -1,1% pour le 3^{ème} quantile et -1,7% pour la valeur à p=0,99, et va avoir tendance à légèrement sous-estimer les rapports de diamètre.

Le modèle Lognormal a un écart -4,2% pour la valeur à p=0,99 et a une valeur identique pour le 3^{ème} quantile, et va donc légèrement sous-estimer les rapports des diamètres. Les lois modélisant la plaque porosité « + » ont des résultats proches des données avec de faibles écarts particulièrement pour la valeur moyenne où les 3modèles ont des valeurs identiques à celle des données. La loi de Dagum montre une différence -13,0% pour la valeur à p=0,99 et a une valeur identique pour le 3^{ème} quantile. La loi de Burr à 4 paramètres a des écarts +1% pour le 3^{ème} quantile et -16,9% pour la valeur à p=0,99. Le modèle Lognormal a des écarts de +2,8% pour le 3ème quantile et -23% pour le p=0,99. Ces 3 modèles vont donc avoir tendance à sous-estimer les queues de distribution, à savoir les grands rapports *R* de diamètres réalisant des formes ellipsoïdales très étirées.

Le tirage aléatoire de 5000 valeurs pour les 3 lois, visible dans le tableau 37, montrent des valeurs extrêmes très élevées avec des rapports de diamètres de 7,36, 11,43 et 7,39 pour la plaque porosité « - », et 10,18, 7,74 et 6,84 pour la plaque porosité « + ».

Ces rapports élevés des diamètres tirés aléatoirement n'ont pas été observés sur les échantillons mais cela ne signifie pas forcément que les résultats ne sont pas réalistes.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
		Loi Dagum	0,39	1,67	7,36
	porosité « - »	Liu Fréchet 3P	0,52	1,64	11,43
R		Loi LN	0,44	1,64	7,39
		Loi Dagum	0,19	1,75	10,18
	porosité « + »	Loi Burr 4P	0,51	1,77	7,74
		Loi LN	0,32	1,78	6,84

Tableau 37 : Valeurs prédites du rapport des diamètres des pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

II.4.5 Nombre de pores par échantillon

Le tableau 38 présente les résultats des valeurs caractéristiques, à savoir la moyenne, le 3^{ème} quantile et la valeur à p=0,99 pour le paramètre du nombre de pores par échantillon de 400 mm².

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
		Données	41	55	65
	porosité « - »	Loi Uniforme discrète	41	55	66
Nombre de pores		Loi Binomiale négative	38	45	74
		Données	89	100	123
	porosité	Loi Uniforme discrète	89	108	127
	« + »	Loi Binomiale négative	86	99	140

 Tableau 38 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport du nombre de pores par échantillon de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.5.1 Comparaison des deux types de porosité

Pour la plaque porosité « - » à 1,2% de porosité moyenne, le nombre de pores par échantillon varie assez avec 41 pores par échantillon en moyenne et 1% des échantillons qui ont un nombre de pores supérieur à 65. Le nombre de pores par échantillon varie de la même façon pour la plaque porosité « + » avec une valeur moyenne de 88 pores par échantillon et 1% des échantillons qui ont un nombre de pores supérieur à 123. L'augmentation du taux de porosité induit donc, en plus de l'augmentation du diamètre des pores, une augmentation du nombre de pores.

II.4.5.2 Comparaison des modèles

Les lois sélectionnées pour modéliser le nombre de pores par échantillon donnent de bons résultats pour les valeurs caractéristiques vis-à-vis des données.

Pour la plaque porosité « - », les 2 modèles sont proches des données sachant que la loi Uniforme discrète est plus précise que la loi Binomiale négative. Pour la moyenne et le 3^{ème} quantile, la loi Uniforme prédit les mêmes valeurs que les données alors que la loi Binomiale sous-estime la valeur avec -7,4% pour la moyenne et -18,2%. Pour la valeur à p=0,99, les deux modèles surestiment la valeur avec +1,6% pour la loi Uniforme et +12,2% pour la loi Binomiale.

Pour la plaque porosité « + », les valeurs de la moyenne, du 3^{ème} quantile et à p=0,99 obtenues par les modèles sont proches de celles des données sachant que comme pour la

plaque porosité -, la loi Uniforme est plus proche que la loi Binomiale. Pour la moyenne, la loi Uniforme prédit la même valeur que les données alors que la loi Binomiale sous-estime de - 3,4%. Pour le 3^{ème} quantile, la loi Uniforme surestime la valeur de +7,5% alors que la loi Binomiale sous-estime de -1%. Pour la valeur à p=0,99, la loi Uniforme surestime légèrement la valeur de +3,2% et la loi Binomiale surestime de +12,2%.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
Nombre de pores	porosité « - »	Loi Uniforme discrète	19	41	63
		Loi Binomiale négative	5	38	98
	porosité « + »	Loi Uniforme discrète	51	89	127
		Loi Binomiale négative	32	85	176

Tableau 39 : Valeurs prédites du nombre de pores par échantillon par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Le tirage aléatoire de 5000 valeurs du nombre de pores par échantillons, dont les résultats sont visibles dans le tableau 39, montre que les modèles donnent des résultats réalistes de même ordre de grandeur, mais le modèle Uniforme discret est moins dispersif que le modèle Binomiale négatif.

II.4.6 Distance L entre les pores

Les valeurs caractéristiques des données et des modèles de la distance entre deux pores pour la plaque porosité « - » et porosité « + » sort énumérés dans le tableau 40.

Paramètres	Plaques	Quantité	Moyenne	3 ^{ème} Quantile	P=0,99
L (µm)		Données	783	1054	2686
	porosité « - »	Loi Gamma 3P	784	1061	2929
		Loi LN	807	1001	3990
	porosité « + »	Données	382	499	1597
		Loi Fatigue Life	382	491	1374
		Loi LN	387	486	1459

Tableau 40 : Valeurs des quantités caractéristiques du rapport de la distance entre les pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » pour les données et les modèles

II.4.6.1 Comparaison des deux types de porosité

Les deux types de porosité de la plaque porosité « - » et porosité « + » ont des distances entre pores bien différentes avec des espaces plus importants entre les pores pour la plaque porosité « + ». La plaque porosité « - » a une distance moyenne entre pores de 783 µm alors que la plaque porosité « + » a une distance moyenne de 382 µm soit 2 fois moins. Cette différence se retrouve aussi sur la valeur du 3^{ème} quantile et sur la valeur à p=0,99.

L'augmentation du nombre de pores entraîne naturellement la diminution de la distance entre eux.

II.4.6.2 Comparaison des modèles

Pour la plaque porosité « - », les deux modèles ont des résultats plus ou moins proches par rapport aux données en fonction de la valeur observée. Pour la valeur moyenne, la loi Gamma 3P a un écart de -21% et la loi Lognormal -20%. Pour la valeur du 3^{ème} quantile, la loi Gamma 3P a un écart de +0,7% et la loi Lognormal -5,1%. Pour la valeur à p=0,99, la loi Gamma 3P a un écart de +8,3% et +32,7% pour la loi Lognormal. Les deux modèles ont tendance à sous-estimer les valeurs moyennes des distances *L* entre les pores alors qu'ils surestiment les grandes valeurs de *L*.

Encore une fois cet écart important avec les queues de distribution est dû au grand nombre de données et à leur grande valeur.

Pour la plaque porosité « + », la tendance est légèrement différente avec toujours une sous-estimation des distances moyennes avec des écarts de -20% pour la loi Fatigue Life et -18,6% pour la loi Lognormal. Par contre, pour les grandes distances *L* entre pores, les deux modèles sous-estiment aussi les distances avec un écart de -1,7% sur la valeur du 3^{ème} quantile et -14% sur la valeur à p=0,99 pour la loi Fatigue Life, et un écart de -2,7% au 3^{ème} quantile et -8,7% sur la valeur à p=0,99 pour la loi Lognormal.

Paramètres	Plaques	Quantité	Min	Moyenne	Max
L (µm)	porosité -	Loi Gamma 3P	45	773	4833
		Loi LN	30	796	10926
	porosité +	Loi Fatigue Life	35	387	2503
		Loi LN	32	380	3040

Tableau 41 : Valeurs prédites de la distance entre les pores par les lois pour un tirage aléatoire de 5000 valeurs

Le tableau 41 présente les valeurs caractéristiques du tirage aléatoire de chaque modèle. Les résultats sont réalistes vis-à-vis des données et des observations avec des distances minimums de 45 et 30 µm et des distances maximums de 4833 et 10926 µm pour la plaque porosité « - ». Pour la plaque porosité « + », les distances minimums sont de 35 et 32 µm, et les distances maximums sont de 2503 et 3040. Ces résultats montrent que le modèle Lognormal est plus dispersif que le modèle de Gamma 3P et Fatigue Life.

II.5 Conclusion sur la caractérisation probabiliste de la porosité

Pour étudier le défaut de porosité dans un composite stratifié, 2 types de plaques ont été mises en œuvre avec des paramètres différents, à savoir la température de cuisson et le

temps de cuisson. La première plaque appelée porosité « + » a un taux de porosité supérieur à la deuxième plaque porosité « - ».

La différence de porosité entre la plaque porosité « - » et porosité « + » est non seulement sur le taux de porosité, mais aussi sur le nombre de pores, leur forme, leurs dimensions et leur répartition spatiale. Après avoir caractérisé le taux de porosité de 16 échantillons de chaque plaque et les dimensions des pores observés, les résultats sont traités pour observer la variabilité de chaque paramètre. La variabilité du taux de porosité, du nombre de pores par échantillon, de la longueur *I* des pores, du diamètre *D* des pores, du rapport *R* des diamètres et de la distance *L* entre les pores est identifiée par une ou plusieurs lois de distribution pour pouvoir modéliser les données par la suite. Le choix des modèles est fait à l'aide de 3 tests statistiques : le test de Kolmogorov-Smirnov, le test d'Anderson-Darling et le test du Khi-deux. Les différentes lois sont définies par des paramètres qui sont ajustés avec la méthode du maximum de vraisemblance.

La loi Lognormal permet de modéliser l'ensemble des données continues observées sur des porosités : taux de porosité, diamètre,... Cette loi offre le mérite d'être bornée positivement et de pouvoir ainsi représenter proprement les données physiques liées aux porosités. Par ailleurs, c'est une loi de probabilité simple, dérivée de la loi normale, et présente dans tout logiciel de calcul scientifique, contrairement à des lois plus « exotiques » comme les lois de Dagum ou Burr.

Les plaques porosité « - » et porosité « + » présertent deux porosités différentes pour le même matériau en raison des paramètres de mise en œuvre différents. La première plaque a un taux de porosité de 1,2% avec des pores bien dispersés, la seconde a un taux de porosité de 3,0% avec des pores bien dispersés mais avec des diamètres D de pores plus élevés conduisant à des formes ellipsoïdales très étirées contrairement à la plaque porosité « - » où les pores sont peu étirés. Ainsi la plaque porosité « + » a des pores plus grands en forme et en dimensions, que ce soit en valeur moyenne ou en distribution. De plus, les pores de la plaque porosité « + » sont plus grands mais aussi plus nombreux. Le fait que les pores soient plus nombreux et plus grands doit faciliter l'amorcage de fissures. Enfin, la distance L entre deux pores est plus petite pour la plaque porosité « + » que pour la plaque porosité « -» ce qui est en accord avec le fait que la plaque porosité « + » a plus de pores et a des pores avec de plus grands diamètres. De plus, une petite distance L entre deux pores pourrait proposer des chemins de propagation de fissure. Ces différences entre les pores de la plaque porosité « - » et porosité « + » font que la porosité globale des deux plaques est différente. Le taux de porosité est donc différent entre les 2 plaques à l'échelle globale mais aussi à l'échelle locale avec une variation du taux de porosité plus élevées pour la plaque porosité « + » que pour la plaque porosité « - ».

La porosité de la plaque porosité « + » devrait avoir un effet bien plus impactant sur le comportement mécanique du matériau que la porosité de la plaque porosité « - », du fait du taux de porosité, mais aussi des dimensions, de la forme et de la répartition des pores.

Les lois appliquées à chaque paramètre montrent des résultats plus ou moins réalistes, avec une dispersion très élevée ce qui correspond à la variabilité observée expérimentalement.

II.6 Générateur aléatoire de porosité

Les observations expérimentales précédentes peuvent permettre la mise en place de modèles permettant de mieux comprendre le rôle de cette porosité sur le comportement mécanique par exemple. Ainsi, afin d'observer le fonctionnement et les possibilités de porosité modélisée numériquement, un générateur aléatoire de porosité est mis en place.

II.6.1 Création du générateur

Le générateur de porosité aléatoire est développé numériquement à l'aide du logiciel de calcul Matlab. Le développement du script a été commencé par Y. Tampango de l'IRT Jules Verne et a été modifié par la suite. Le script et ses sous-scripts sont visibles dans les annexes. Le fonctionnement du script est défini par deux paramètres d'entrée : le taux de porosité (taux_poro) et le côté du carré modélisé (L). Le script crée un pore, en forme d'ellipse, en le définissant avec une position, un diamètre et un rapport des diamètres. Une fois le pore créé, le script calcule le taux de porosité ; si le taux de porosité calculé est inférieur à celui donné en entrée, le script crée un deuxième pore en vérifiant que celui-ci ne rentre pas en collision avec les autres pores déjà modélisés. Ce script prend donc uniquement la variabilité du diamètre des pores et du rapport des pores. Par la suite, le script devrait prendre en compte la variabilité du reste des paramètres étudiés précédemment, à savoir le nombre de pores, la distance entre les pores et le taux de porosité. Il faudrait aussi éliminer les pores avec un diamètre inférieur à une certaine valeur. Enfin, ce script modélise une porosité 2D dans le sens transversal mais avec les données des longueurs des pores, il est possible de faire un générateur 3D de pores mais sa mise en place est trop longue pour être étudiée.

II.6.2 Comparaison résultats modèle avec résultats expérimentaux

La figure 74 représente 4 exemples de porosité modélisée avec le script pour un taux de porosité de 1,2%. Les 4 cas présentent une porosité différente que ce soit en termes de nombre de pores, de dimension des pores ou de la dispersion spatiale de ceux-ci. La figure 75 illustre 4 exemples de porosité modélisée par le script pour un taux de porosité de 3,0%.



Figure 74 : 4 exemples de porosité modélisée avec le script un taux de porosité de 1,2%



Figure 75 : 4 exemples de porosité modélisée avec le script un taux de porosité de 3,0%