



HAL
open science

Quantification 2-D et 3-D de la porosité par analyse d'images dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques

Yohann Ledru, Robert Piquet, Laurent Michel, Fabrice Schmidt, Gérard Bernhart

► To cite this version:

Yohann Ledru, Robert Piquet, Laurent Michel, Fabrice Schmidt, Gérard Bernhart. Quantification 2-D et 3-D de la porosité par analyse d'images dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques. JNC 16, Jun 2009, Toulouse, France. 11 p. hal-00386035

HAL Id: hal-00386035

<https://hal.science/hal-00386035>

Submitted on 11 Jun 2009

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Quantification 2-D et 3-D de la porosité par analyse d'images dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques

2-D and 3-D void quantification with image analyses in aeronautic composite laminates

Yohann Ledru^{1,2}, Robert Piquet¹, Laurent Michel¹, Fabrice Schmidt² et Gérard Bernhart²

1 : Université de Toulouse ; INSA, UPS, Mines Albi, ISAE
ICA (Institut Clément Ader), DMSM
ISAE BP 54032 ; 31055 TOULOUSE CEDEX 4
e-mail : yohann.ledru@enstimac.fr, robert.piquet@isae.fr, laurent.michel@isae.fr

2 : Université de Toulouse ; INSA, UPS, Mines Albi, ISAE
ICA (Institut Clément Ader), CROMeP
Campus Jarlard, F-81013, ALBI CEDEX 09
e-mail : fabrice.schmidt@enstimac.fr, gerard.bernhard@enstimac.fr

Résumé

L'élaboration de structures primaires en matériau composite destinées à la production d'aéronefs est soumise à un contrôle qualité strict (contrôles non destructifs sur pièces et destructifs sur éprouvettes représentatives). Cette étape permet de valider le matériau mis en œuvre ainsi que le bon déroulement du processus de moulage. Pour ce faire, il existe plusieurs méthodes d'analyse, chacune d'elles présente un certain nombre d'avantages mais aussi des inconvénients.

Après avoir fait un rapide état de l'art des méthodes actuellement utilisées, d'une part par les industriels, et d'autre part par les laboratoires d'expertises, cette étude a pour objectif de développer un protocole expérimental simple d'application, permettant d'évaluer rapidement et le plus précisément possible le taux volumique de porosités contenu dans des plaques épaisses en carbone/époxy. L'analyse d'image sera utilisée pour quantifier les taux surfaciques de porosité. Puis, à l'aide de la stéréologie et sous certaines conditions, ces résultats 2D seront extrapolés à la troisième dimension. Les taux volumiques ainsi obtenus seront discutés et comparés à ceux déterminés via l'attaque à l'acide sulfurique.

Abstract

Manufacturing of composite laminates made of epoxy resin matrix and long carbon fibers is strongly monitored (non destructive and destructive tests are systematically performed on representative samples after polymerization). Quality of materials and correct achievement of the moulding process can then be checked. Several analysis methods can be used to do so, each having its advantages and disadvantages.

Firstly, the methods which are usually used in industrial field and in expertise laboratories will be presented. Then, an experimental protocol is detailed. It is designed to evaluate easily, quickly and accurately the volumic void rate present in thick carbon/epoxy laminate panels. Micrography analyses are used to measure voids' area rate. Then, under some assumptions, and using stereology, 2D results are extrapolated to the third dimension. Volumic void rates are then discussed and compared with acid digestion results.

Mots Clés : porosité, quantification 2D-3D, analyse d'image, stéréologie

Keywords : void, 2D-3D quantification, image analyses, stereology

1. Introduction

Les stratifiés carbone/époxy sont des matériaux présentant de remarquables atouts mécaniques et physiques. Leur mise en œuvre comporte plusieurs phases dont la plus critique est la réticulation de la résine époxyde. C'est durant cette phase que la pièce passe de l'état d'empilement de plis de préimprégné à l'état de structure rigide. C'est aussi lors de cette étape de polymérisation que certains défauts apparaissent et viennent handicaper la tenue mécanique de ces matériaux. Il est ainsi difficile d'éviter la présence dans ces composites à matrice polymère de porosités, inclusions gazeuses de forme, de taille et de localisation

très variables. Se pose alors la question du contrôle qualité de ses pièces et plus précisément de la quantification de ces défauts.

L'objectif principal de cette étude est donc d'évaluer le plus précisément possible le taux volumique de porosité contenu dans une plaque stratifiée carbone/époxy, et de déterminer les caractéristiques morphologiques de ces défauts tels que : leurs tailles, leurs formes et leurs distributions au sein de la plaque.

Les méthodes d'analyses actuellement utilisées seront dans un premier temps, décrites et confrontées entre elles. Dans un second temps, un protocole expérimental précis sera élaboré afin d'obtenir le taux volumique de porosité le plus proche possible de la réalité. Ce protocole nécessite l'utilisation de l'analyse d'image dont les principes généraux seront détaillés. Enfin les résultats obtenus seront exploités et critiqués en vue d'améliorer les différentes étapes de cette évaluation expérimentale.

2. La porosité et les moyens utilisés pour la quantifier

Que ce soit pour les matériaux composites organiques, céramiques ou métalliques, il existe de nombreuses méthodes d'analyse de la porosité. Cependant, seules quelques unes peuvent être utilisées pour quantifier ces interstices dits fermés, c'est à dire inaccessibles par des agents extérieurs (mercure, azote, argon...). Les plus utilisées sont la microtomographie, les ultrasons, la dégradation chimique, et l'analyse d'image.

2.1 La microtomographie

La microtomographie est une technique non destructive d'analyse 3D très récente, fournissant une image volumique de la répartition du coefficient (μ) d'absorption linéaire des rayons X. Lorsque l'échantillon considéré est un multi matériau dont les constituants présentent des différences marquées de valeur de μ , il est possible d'extraire par segmentation une image 3D de la distribution spatiale des différents constituants.

Les matériaux organiques d'une part, inorganiques d'autre part et le gaz de l'atmosphère n'ayant pas les mêmes coefficients d'absorption des rayons X, il est possible d'obtenir une cartographie 3D du réseau fibreux d'un matériau composite à renfort fibre de verre et matrice époxy [1]. Ces mêmes travaux montrent qu'il est aussi possible d'obtenir une cartographie 3D des porosités présentes dans ce matériau. Il est alors facile de calculer le pourcentage volumique de ces interstices dans ce matériau, mais aussi d'analyser leur morphologie, leurs répartitions etc....

Cependant, cette technique reste actuellement relativement onéreuse et surtout applicable à de très petits volumes pas forcément représentatifs de la pièce, notamment en raison du très grand nombre de données générées par échantillon.

2.2 Les ultrasons

Très utilisée dans le milieu industriel car non destructive, cette méthode permet d'analyser rapidement la totalité du volume d'une pièce et d'évaluer la quantité de porosité qu'elle renferme. En effet, la présence de porosité dans ces matériaux vient perturber fortement la propagation d'ondes ultrasonores. En comparant la différence d'amplitude entre le signal d'entrée et le signal de sortie, une estimation de la quantité de porosités présentes dans la pièce peut être déterminée [2]. Cependant, cette technique repose sur la comparaison de l'atténuation mesurée sur la pièce par rapport à l'atténuation mesurée sur des éprouvettes étalons. On obtient ainsi des estimations sur le taux volumique de porosité et sur l'homogénéité générale des pièces (répartition de la porosité, répartition de la matrice...). En revanche, peu d'informations relatives à la répartition de la porosité dans l'épaisseur, à leurs morphologies, ni de valeur précise de leur taux volumique au sein de la pièce peuvent être avancées. De plus, la conception et la quantification des défauts au sein des éprouvettes étalons peuvent amener quelques interrogations, car hormis la microtomographie, aucune méthode ne donne de valeur précise du taux volumique de porosité. Cela constitue par ailleurs l'objectif majeur de cette étude.

2.3 La dégradation chimique

La dégradation chimique consiste dans un premier temps, à évaluer la densité du matériau composite. Celle-ci peut être déterminée par exemple en mesurant la poussée d'Archimède exercée sur l'éprouvette lorsque celle-ci est placée dans de l'eau distillée. La balance de Mohr autrement appelée balance hydrostatique, peut être utilisée pour l'évaluation de ce paramètre, en suivant le protocole décrit par la norme NF EN ISO 1183. La masse de l'éprouvette en gramme sera notée m_1 et son volume en g/cm^3 : $V_{\text{éprouvette}}$.

Dans un second temps, le réseau fibreux du composite est séparé de la matrice soit par calcination, soit par dégradation chimique. La calcination consiste à chauffer l'échantillon sous air à haute température (ASTM D2734), pour provoquer la combustion de la matière organique et vaporiser ainsi la matrice. Contrairement au composite à base de fibre de verre, cette technique n'est pas adaptée pour mesurer le taux

de porosité d'un composite à renfort en fibre de carbone. Le carbone réagit avec le dioxygène de l'air pour former du CO ou CO₂. Les fibres se volatiliseront en même temps que la résine. Cette technique ne pourra donc pas être utilisée dans cette étude.

En revanche, la dégradation par attaque acide se fait par voie chimique (dégradation du réseau polymère macromoléculaire à l'aide d'acide sulfurique concentré, d'eau oxygénée et de la température), et est détaillée par les normes NF EN 2564. Bien que nécessitant quelques connaissances en termes de manipulation de réactifs chimiques dangereux, ce procédé est très employé dans le milieu industriel comme dans le milieu de la recherche. Cette technique sera utilisée par la suite afin de comparer les taux volumiques de porosité obtenus à l'aide de plusieurs méthodes différentes.

Une fois les fibres séparées de la matrice, elles sont pesées (m_2). Connaissant les densités des fibres (ρ_{fibre}) et de la matrice ($\rho_{\text{résine}}$), il est alors facile de calculer le taux volumique de porosité (eq. 1):

$$\frac{\% \text{ porosité}}{100} = 1 - \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{résine}} V_{\text{épreuve}}} - \frac{m_2}{\rho_{\text{fibre}} V_{\text{épreuve}}} \quad (\text{eq. 1})$$

Cette technique est cependant destructive, nécessite le prélèvement d'échantillons représentatifs, et ne donne aucune information sur la répartition, ni sur la morphologie de la porosité. De plus, il est important de noter qu'elle n'est pas très précise : une erreur de 1% sur les valeurs des densités de la résine ou de la matrice entraîne une modification de $\pm 0,5\%$ (valeur absolue) sur le taux de porosité déterminé, et la même erreur de mesure sur les masses m_1 ou m_2 induit une modification de $\pm 0,3\%$ (valeur absolue) sur ce même taux.

2.4 L'analyse d'images

Les premières études utilisant l'analyse d'image et ayant pour but de quantifier le taux volumique d'un constituant par rapport au reste de l'échantillon ont été menées par le géologue A. Delesse au milieu du XIX^{ème} siècle. Ce procédé est donc le plus ancien et surtout le plus utilisé dans le milieu des matériaux, pour caractériser morphologiquement et quantitativement la porosité, notamment par les céramistes [3-4].

Ces deux études présentent et détaillent l'intégralité des opérations à mener pour caractériser la microstructure d'une céramique ou d'un béton renforcé par des fibres métalliques.

La première étape concerne l'échantillonnage qui devra faire l'objet d'attention particulière car ce paramètre est essentiel pour valider et généraliser les résultats obtenus à l'intégralité de la pièce analysée. Les chapitres 6 et 7 de l'ouvrage écrit par J.C. Russ et R.T. Dehoff [5] pourront être consultés afin d'obtenir un échantillonnage isotrope, uniforme et aléatoire (échantillonnage IUR) et donc représentatif de la structure microscopique de la pièce dans son ensemble. Ensuite, la préparation de la surface analysée de l'échantillon peut se faire par attaque chimique et/ou polissage [6]. L'attaque chimique ne sera pas utile pour le composite à matrice organique utilisé dans cette étude. L'acquisition des images à analyser se fera à l'aide de la technique la mieux adaptée à la détermination des paramètres désirés. Elle dépend aussi de la nature du matériau analysé ainsi que de l'échelle de travail souhaitée. Les équipements les plus utilisés sont le microscope optique et le microscope électronique à balayage. Le premier, extrêmement répandu, est utilisé avec des grossissements allant jusqu'à x100. Son utilisation est cependant limitée par la résolution en épaisseur (quelques microns) et nécessite ainsi d'avoir des surfaces d'échantillons très plates. Le second équipement permet d'atteindre des grossissements bien plus élevés $> \times 50000$ sans problème de planéité d'échantillon. L'échantillon doit néanmoins être conducteur, ce qui n'est pas forcément le cas des résines époxydes. Il est cependant possible de métalliser la surface de l'échantillon.

Une fois la micrographie acquise sous forme numérique, généralement à l'aide d'une caméra CCD et d'un logiciel adapté, il est possible de traiter cette image afin d'en extraire les informations intéressantes. Ces traitements consistent à utiliser certains concepts mathématiques détaillés dans le Précis d'Analyse d'Images écrit par M. Coster et J.L. Chermant [7], permettant d'isoler du reste de l'image les objets à quantifier ou à reconnaître (seuillage, érosion/dilatation, fermeture/ouverture etc...). Reste alors à mesurer les paramètres définis au préalable de l'analyse. Purslow [8] utilise ainsi un dénombrement rapide des porosités présentes au milieu d'une grille de 10x10 superposée à l'image pour obtenir très rapidement une estimation du taux volumique de porosités. De manière plus générale, les paramètres de formes et de tailles sont généralement les plus utilisés. Il est alors possible d'effectuer une étude statistique sur ces données et notamment d'en caractériser leurs distributions [9]. Il devient alors possible d'obtenir les caractéristiques d'un matériau dans l'espace R³ à partir de mesures réalisées dans l'espace R² en utilisant les relations stéréométriques détaillées par Russ [5]. A citer notamment la technique dite de Saltykov qui donne manifestement de très bons résultats une fois optimisée, comme le montre les travaux de Li et Liu [10-11].

En dernier lieu, il est intéressant de signaler que la grande majorité des études morphologiques des matériaux soulignent les problèmes engendrés par la qualité de la préparation de l'échantillon avant l'analyse, mais aussi les problèmes liés à l'acquisition, au traitement de l'image et à la validité de la mesure

et des résultats obtenus via cette méthode. Toutefois, la quantification de cette erreur reste un problème à part entière (chapitre XI du Précis d'Analyse d'Image [7])...

L'analyse d'image reste à ce jour la technique la plus fiable mais surtout celle donnant le plus d'informations (localisation, morphologie) sur la porosité. Elle se limite cependant à l'observation d'échantillons aux dimensions relativement petites, ce qui nécessite une réflexion sur l'échantillonnage.

2.5 Conclusion sur la partie bibliographie

Un grand nombre d'études a déjà été développé afin de caractériser la structure d'un matériau métallique ou composite inorganique voire organique. Les plus pertinentes semblent être celles relatives à l'analyse d'image et décomposées en trois étapes. La première étape, expérimentale, consiste à cibler et préparer les surfaces de l'échantillon à analyser puis à prendre à l'aide d'un équipement de microscopie et d'une caméra CCD haute définition les micrographies représentatives de ces surfaces. La deuxième, consiste à traiter ces images à l'aide d'un logiciel adapté et d'en extraire les informations souhaitées. Enfin la troisième étape plus mathématique, consiste à rassembler ces différentes données et appliquer les relations mathématiques et stéréométriques adéquates afin d'obtenir les résultats bidimensionnels et tridimensionnels les plus représentatifs possibles de la réalité.

En s'inspirant des informations mises en avant dans certaines études, un protocole expérimental pour mesurer le taux volumique de porosité contenu dans un stratifié en composite organique carbone/époxy peut être développé.

3. Protocole expérimental utilisé pour mesurer le taux surfacique de porosité

Il est important de rappeler que l'objectif de cette étude est de quantifier le plus précisément possible le taux volumique de porosité présent au sein d'une plaque stratifiée carbone/époxy, c'est à dire d'un matériau anisotrope. L'étude portera sur 3 plaques différentes fabriquées à partir du même matériau préimprégné carbone/époxyde (Fig. 1). La première plaque, notée plaque A, est composée de 8 plis, de séquence d'empilement quasi isotrope : $[90^\circ, +45^\circ, 0^\circ, -45^\circ]_s$. Cette plaque a pour dimension 300 mm de long x 200 mm de large x 2 mm d'épaisseur. La direction 0° des fibres est prise parallèle au sens long de l'éprouvette. Le drapage et la polymérisation de cette plaque ont été réalisés de manière à favoriser la présence de porosité. La seconde plaque, notée B, servant à la validation du protocole expérimental est composée des mêmes caractéristiques que la plaque A, sauf que sa conception et sa polymérisation sont faites dans des conditions similaires aux conditions industrielles, ce qui permet d'obtenir des taux de porosité très faibles, mais représentatifs de la réalité. Enfin la troisième plaque de cette étude, notée C, est exactement la même que la plaque B, hormis le fait qu'elle est composée de 32 plis, pour se rapprocher des plaques épaisses bien plus fréquentes dans le milieu industriel.

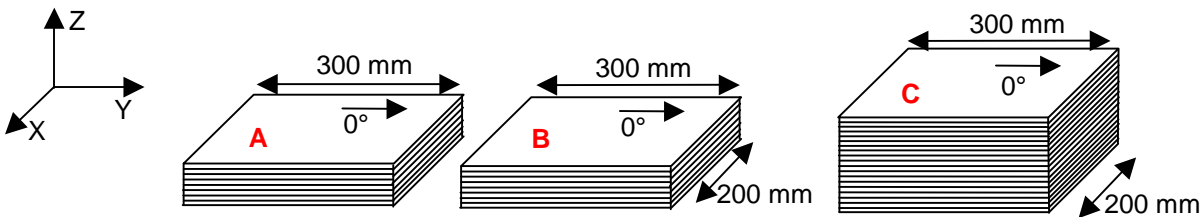


Fig. 1 Différentes plaques dans lesquelles sont prélevés les échantillons analysés : Plaque A = 8 plis, plaque à fort taux de porosité, plaque B = 8 plis, conception dans les conditions industrielles, plaque C = 32 plis, conception dans les conditions industrielles.

3.1 Echantillonnage et préparation de surface

D'après J. Russ [5], l'échantillonnage le plus représentatif de la microstructure d'un matériau est un échantillonnage isotrope, uniforme, et aléatoire. Celui-ci doit bien sur être défini en fonction de la microstructure du matériau analysé et des propriétés caractéristiques recherchées.

Les microstructures tridimensionnelles des plaques décrites ci dessus et de leur porosité sont mesurées à l'aide d'indicateurs. Les indicateurs stéréologiques les plus connus sont les points, les lignes, les surfaces et les volumes. Ces indicateurs interagissent avec la microstructure de la plaque pour former des 'événements'. Un indicateur plan (le plan de la surface de l'échantillon analysé) va interagir avec la structure 3D de la porosité pour former un événement plan (surface de la porosité visible sur la micrographie). Or tous les plans ont une direction dans un repère donné, et suivant leur direction, l'événement plan détecté n'aura

pas la même aire. La conception de notre échantillonnage doit à la fois prendre en compte cette orientation, mais aussi la distance entre ces plans correspondant à l'épaisseur de matière entre deux coupes.

3.1.1 Orientation de la section plane

Afin d'uniformiser l'échantillonnage, il faudrait donc que les différentes sections de l'éprouvette couvrent toute l'étendue des caractéristiques de la microstructure. Or, une fois sectionnée, l'éprouvette ne peut être recollée pour permettre une nouvelle section d'orientation différente. Il est donc nécessaire d'utiliser plusieurs éprouvettes à sectionner chacune selon une orientation qui lui sera propre (prélevées dans la même plaque). De plus, les échantillons à analyser possèdent l'axe Z (Fig. 1) comme axe de symétrie par rotation (sans considérer la porosité). On peut alors se limiter à deux orientations de plan différentes, parallèles à l'axe Z. 2 échantillonnages sont testés (Fig. 2): le premier consiste à découper les échantillons perpendiculairement à l'axe Ox. Cette solution n'est pas optimale lorsque le drapage est quasi-isotrope. En effet, il est difficile d'observer des porosités dans les plis dont les fibres sont orientées parallèlement à la coupe. Ce défaut peut être contourné si les échantillons sont découpés avec un angle de $22,5^\circ$ par rapport à l'axe Ox. Les surfaces analysées ne présentent alors que deux directions de fibre : $22,5^\circ$ et $67,5^\circ$. 4 éprouvettes de $25\text{ mm} \times 25\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ sont découpées à l'aide d'une scie diamantée aux environs du centre de la plaque, afin de ne pas prendre en compte les effets de bords.

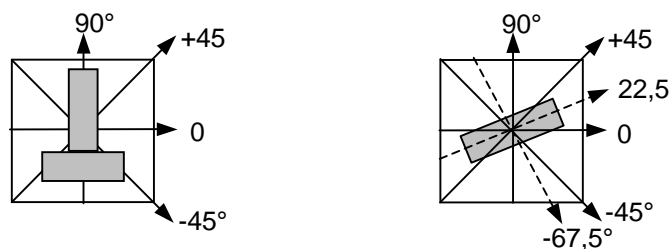


Fig. 2. Premier échantillonnage, et optimisation de celui-ci en orientant la coupe suivant un angle de $22,5^\circ$.

3.1.2 Distance entre les sections planes

Une fois découpées, les éprouvettes sont enrobées à froid dans un même montage à l'aide d'une résine époxyde. Un seul montage est utilisé par plaque afin de combiner en même temps pour les 4 éprouvettes l'étape de découpe et de polissage. Afin d'uniformiser l'échantillonnage, deux coupes dans l'épaisseur du montage sont ensuite réalisées, chacune distante d'environ 5 mm (Fig. 3). Cette distance entre les sections planes (sections dans l'épaisseur) est choisie en prenant en compte différents facteurs. Les plans ne doivent pas être trop proches les uns des autres afin d'obtenir des informations indépendantes. La distance entre ces plans doit donc être fixée en fonction de la moyenne des tailles des pores. Celle-ci variant entre 10 et 1000 μm , une distance inter planaire d'au moins 2 mm semble adéquate. Cependant, en prenant en considération l'épaisseur de la scie diamantée et la réduction de l'épaisseur occasionnée par le polissage, une distance inter planaire de 5 mm semble être un bon compromis entre ces différents facteurs.

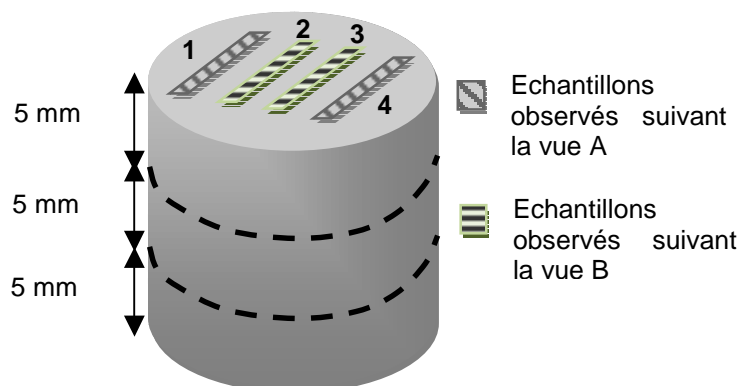


Fig. 3. Montage utilisé pour les différentes sections.

3.1.3 Préparation de la surface à analyser

Chaque surface d'échantillon à analyser est polie le plus soigneusement possible. On utilise pour cela une polisseuse rotative avec différents disques abrasifs de taille de grains variant entre 800 et 2000 grain/cm². Un polissage humide est recommandé car il permet de réduire l'émission de poussière et l'augmentation de la température au niveau de la surface en contact avec le disque. De plus, lors du changement de taille de grain, il est conseillé de tourner l'échantillon de 90° par rapport à sa position

précédente de polissage puis de polir jusqu'à l'élimination des traces d'abrasion. Enfin, un nettoyage de la surface avec de l'eau distillée dans un bain d'ultrasons est recommandé entre chaque changement de taille de grain. Un polissage micrométrique n'est pas nécessaire au vu de la précision recherchée. Après la dernière étape de polissage, un lavage à l'eau distillée suivi d'un séchage à l'air comprimé est effectué. L'échantillon peut alors être placé dans un équipement de microscopie.

3.2 Acquisition des images à analyser

3.2.1 Matériel utilisé pour la prise d'image (MEB / MO)

A présent, il est nécessaire de choisir l'équipement micrographique à utiliser pour observer la surface préparée et polie de l'échantillon. Ayant à disposition un microscope optique et un microscope électronique à balayage (MEB), quelques tests préliminaires ont été menés sur ces deux appareils. Il s'est avéré que le MEB n'est pas l'appareil le mieux adapté au type de mesures à effectuer. En effet, son grossissement minimal (x50) est déjà très important, ce qui augmente considérablement le nombre d'image à prendre pour analyser une surface donnée. De plus, les taux de porosité obtenus à partir des images prises au MEB sont environ moitié moindres que ceux trouvés à l'aide de la microscopie optique. Ceci est dû à la grande profondeur de champ dont dispose le MEB. Sur la figure 4, l'aire réelle de la porosité est représentée en pointillé rouge, tandis que l'aire détectée après traitement d'image sera l'aire en vert. Une partie de la porosité apparaîtra donc en gris clair à cause de l'orientation des fibres qui sont détectées par les électrons du MEB.

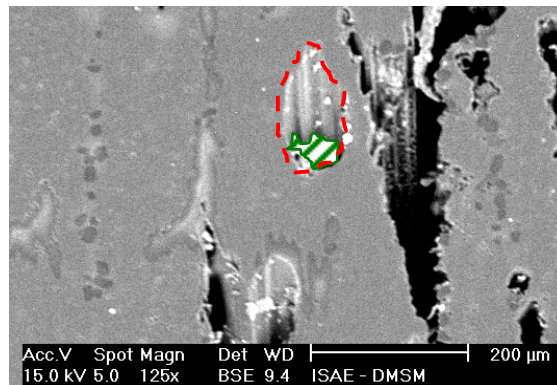


Fig.4. Défaut dans la détection de la porosité sur une image prise à partir d'un MEB.

Un microscope inversé métallographique (Olympus GX71), incluant une source lumineuse est donc l'équipement le mieux adapté pour cette étude. La caméra (Color View Olympus U-TVO.SXC-3) reliée au microscope permet d'acquérir des micrographies en couleurs, de résolution 3,2 millions de pixels. Cette caméra est aussi reliée à un logiciel d'analyse d'image, AnalySIS[®] FIVE, par l'intermédiaire d'une carte d'acquisition.

3.2.2 Détermination du grossissement utilisé pour le microscope optique

En optant pour un grossissement x10, toute la surface de l'échantillon peut ainsi être analysée en prenant une cinquantaine d'images. Avec ces réglages, les micrographies prises ont pour dimensions 1,435 mm de long pour 1,065 mm de large. Or d'après la résolution de la caméra (2080x1544), un pixel représente après calcul une aire de $0,48 \mu\text{m}^2$, ce qui est très inférieur aux dimensions des plus petites porosités à détecter. On est ainsi assuré de prendre en compte toutes les porosités dans la détermination du taux surfacique des éprouvettes. Afin de limiter les effets de bruitage qui pourraient influencer sur nos résultats, les porosités représentées par un groupement inférieur à 60 pixels ne sont pas comptabilisées. Ceci revient à négliger tous les défauts ou porosités inférieures aux dimensions d'une coupe transverse d'une fibre de carbone de $7 \mu\text{m}$ de diamètre.

3.2.3 Acquisition des images

Le logiciel d'analyse d'image permet d'optimiser l'acquisition des micrographies. En effet, il est possible de définir une procédure permettant de prendre jusqu'à 30 images consécutivement, puis de faire un montage en rassemblant toutes ces images et de ne sauver ainsi qu'une seule micrographie regroupant toutes ces images. La qualité et la résolution de ce montage restent inchangées. Cependant, afin de limiter la taille mémoire nécessaire lors du traitement, les montages enregistrés ne rassemblent que 6 images consécutives. La totalité de la surface de l'échantillon sera ainsi représentée par seulement 10 montages différents, ce qui permet de gagner beaucoup de temps lors du traitement d'image. Il est important de signaler que toute la partie acquisition d'image peut être automatisée à condition de posséder une platine

mécanique qui de plus présente l'avantage de régler automatiquement le focus de la lentille suivant la netteté de l'image et ainsi de s'affranchir des profondeurs de champs.

3.3 Analyse d'image

L'analyse d'image a pour principal objectif de discriminer dans un premier temps les caractéristiques intéressantes de la microstructure, c'est à dire de séparer les porosités du reste de l'échantillon. Dans un second temps, différentes mesures peuvent être effectuées sur les caractéristiques des parties discriminées.

3.3.1 Définition de la surface de travail

Il est important de bien définir la surface de travail afin d'obtenir par la suite un taux surfacique de porosité représentatif de la pièce. Celui-ci est défini par le rapport de l'aire de l'image représentative de la porosité sur l'aire de l'image représentative de l'échantillon (les parties représentatives de la résine d'enrobage doivent être extraites du calcul). La première étape du traitement d'image consiste donc à définir de façon très précise la surface de l'échantillon sur laquelle vont porter les mesures.

3.3.2 Conversion de l'image couleur en une image à niveaux de gris

Une fois l'espace de travail correctement défini, l'image couleur prise avec la caméra à haute résolution est convertie en une image à niveaux de gris afin de faciliter l'étape de seuillage. Cette fonction transforme une image de couleur 24-bit, sur trois canaux, en une image de 8 bits et à canal unique de niveaux de gris en formant une somme pondérée des composantes de rouge, vert, et bleu. Ce résultat, est connu sous l'appellation luminance et caractérise l'éclat de l'image en couleur. Les niveaux de gris de l'image varient entre 0, noir et 255, blanc.

3.3.3 Seuillage de l'image à niveaux de gris

Les pixels foncés qui correspondent aux porosités doivent être isolés du reste de l'échantillon à l'aide d'une opération élémentaire de seuillage. Cela consiste à ne conserver de l'image initiale que les pixels dont le niveau de gris est compris entre deux niveaux seuils prédéterminés. Étant donné que les pixels représentatifs de la porosité sont très foncés, le niveau inférieur peut être choisi égal à 0. Il reste alors à fixer la valeur du seuil supérieur, généralement de manière interactive en utilisant un histogramme représentatif de la distribution des pixels suivant leur valeur de niveau de gris. L'image ainsi obtenue est dite binaire, c'est à dire que les pixels conservés sont codés en noir (0), les autres en blanc (1).

Il est important de signaler ici que le choix de la valeur du seuil supérieur est entièrement dépendant de l'opérateur, ce qui limite ici la reproductibilité d'une mesure d'un laboratoire à l'autre. L'influence de ce paramètre a été évaluée à l'aide des images prises sur l'éprouvette C (3 surfaces et 25 montages de 6 images par surface d'échantillon). 3 traitements différents ont été faits sur la totalité des images, en ne changeant que la valeur du seuil maximal : 55 ± 5 . Les pourcentages surfaciques de porosité trouvés avec une valeur seuil de 60 sont multipliés par 2 par rapport aux résultats trouvés avec un seuillage à 55 qui eux-mêmes sont légèrement surévalués par rapport à ceux obtenus pour la valeur seuil de 50 (Tab. 1). Ce paramètre pourrait être ajusté à l'aide d'images d'échantillons étalons prises dans des conditions contrôlées, mais actuellement, seule la stratégie adoptée par l'opérateur (généralement une vérification visuelle) permet de valider les résultats trouvés.

Valeur de seuil supérieur	50	55	60
Surface 1	0,2 ± 0,4 %	0,2 ± 0,3 %	0,5 ± 0,6 %
Valeur de seuil supérieur	50	55	60
Surface 2	0,3 ± 0,2 %	0,5 ± 0,4 %	1,1 ± 0,6 %
Valeur de seuil supérieur	50	55	60
Surface 3	0,1 ± 0,1 %	0,2 ± 0,2 %	0,4 ± 0,4 %
	Moyenne	Moyenne	Moyenne
	0,2 ± 0,2 %	0,3 ± 0,3 %	0,7 ± 0,5 %

Tab. 1. Taux surfacique de porosité en fonction de la valeur du seuil choisie lors de l'étape de seuillage

Il est néanmoins important de signaler que des algorithmes de segmentation spécifiques qui permettent d'automatiser l'opération de seuillage et de réduire à la fois la durée du traitement mais aussi l'effet « opérateur » ont été développés. Ces algorithmes sont basés sur la maximisation de la variance interclasse de l'histogramme des niveaux de gris de l'image analysée [7]. L'utilisation d'un tel algorithme permettrait sûrement de minimiser l'erreur introduite par le choix de l'opérateur de la valeur du seuil maximal.

3.3.4 Mesure du taux surfacique de porosité

Seuls les groupements supérieurs ou égaux à 60 pixels codés (0) sont intéressants à quantifier. Les groupements de pixels parasites, pouvant être dus à des défauts de préparation de surface, à des défauts

d'éclairage, ou à des bruits inhérents à l'acquisition de l'image par la caméra doivent être filtrés. Pour cela des opérations de filtrage basées sur des opérations de morphologie mathématique, présentées par Coster et Chermant [7] peuvent être utilisées. Les logiciels d'analyse d'image présentent certaines options lors de la détection particulière qui permettent d'effectuer directement cette ségrégation. Chaque porosité peut alors être détectée, numérotée, et caractérisée par différentes mesures de tailles ou de formes.

En vue d'une utilisation systématique pour caractériser le taux volumique de porosité contenu dans une pièce en composite, la procédure développée ici peut être automatisée, depuis la prise d'image jusqu'aux mesures de tailles et de formes de la porosité. Une fois programmée, cette méthode devient répétable si les conditions de prise d'image sont identiques (même intensité lumineuse, mêmes réglages d'acquisition pour la caméra etc...). Il est cependant important d'imposer des étapes de contrôle visuel par l'opérateur afin de valider le traitement d'image.

L'élaboration de cette procédure a été faite à partir des 4 échantillons prélevés dans la plaque A, chacun divisé en 3 afin d'obtenir 3 surfaces d'analyse par échantillon. Une moyenne de 55 images par surface ont été prises, soit un total de 650 images (environ 600 mm²) ou plutôt 110 montages d'image à analyser.

4. Résultats et conclusions

4.1 Résultats quantitatifs

Le géologue Delesse fût le premier à montrer que sur une section polie quelconque, il existe une proportionnalité rigoureuse entre la surface occupée par un constituant homogène et le volume de la roche [12]. Il faut donc commencer par estimer le taux surfacique de porosité notés A_p , pour les différentes surfaces analysées. Celui-ci se définit par la relation suivante (eq. 2) :

$$A_p = \frac{N_p}{N_t} \quad (\text{eq. 2})$$

Avec A_p le taux surfacique occupé par la porosité dans le masque analysé,
 N_p le nombre de pixels représentatifs de la porosité,
 N_t le nombre de pixels total contenus dans le masque de l'image.

Cette valeur peut être calculée automatiquement par le logiciel d'analyse d'image. Les résultats trouvés (Tab. 2) rendent compte de la répartition très hétérogène de la porosité suivant l'échantillon et la coupe considérés. Ces hétérogénéités s'amenuisent au fur et à mesure que les résultats sont moyennés. Le taux surfacique final à retenir pour la plaque A est donc de **12 ± 3 %**.

Echantillon 1			Echantillon 2			Echantillon 3			Echantillon 4		
Coupe 1	Coupe 2	Coupe 3	Coupe 1	Coupe 2	Coupe 3	Coupe 1	Coupe 2	Coupe 3	Coupe 1	Coupe 2	Coupe 3
12.0 ± 1.3%	10.8 ± 1.6%	8.9 ± 1.9%	13.1 ± 2.3%	14.4 ± 2.6%	9.5 ± 2.0%	9.0 ± 1.6%	13.4 ± 1.5%	15.6 ± 1.5%	9.6 ± 3.6%	13.5 ± 2.1%	15.8 ± 1.2%
10.6 ± 2.0%			12.3 ± 3.1%			12.7 ± 3.2%			13.0 ± 3.6%		
11.4 ± 2.7%						12.9 ± 3.4%					
12.1 ± 3.1%											

Tab. 2. Taux surfacique de porosité par échantillons et par coupes.

A présent, les relations de stéréologie développées par Russ peuvent être utilisées pour remonter au pourcentage volumique de porosité :

$$V_V = \langle A_p \rangle \pm 2\sigma_V \quad \text{et} \quad \sigma_V = \frac{\sigma_A}{\sqrt{n}} \quad (\text{eq. 3})$$

V_V représente le taux volumique de porosité (%), σ_V l'écart type calculé pour le taux volumique de porosité, σ_A l'écart type calculé à partir des différents taux surfaciques de porosité mesurés, n le nombre de surfaces utilisées pour calculer le taux volumique de porosité de la plaque (ici 12).

La plaque A contient donc un taux volumique de porosité égal à : **$V_V = 12.1 \pm 1,8 \%$** . Ce taux est à comparer avec celui trouvé à partir de 6 éprouvettes dégradées par attaque acide : **$V_V = 13.4 \pm 1.5 \%$** . Ces deux résultats sont très similaires, notamment si les importantes valeurs des écarts types sont prises en considération. Le protocole expérimental développé en amont peut donc être dès à présent validé.

Afin d'augmenter la crédibilité de cette étude, d'autres cas ont été étudiés, notamment pour se rapprocher des conditions industrielles.

Les taux volumiques de porosité des plaques B et C ont été estimés en utilisant la même méthode. Le nombre d'échantillons est diminué de moitié pour passer de 4 à 2 échantillons pour la plaque B et un seul échantillon est analysé pour la plaque C, le nombre de coupes (3) restant inchangé. La plaque C étant 4 fois plus épaisse que les deux autres plaques, le nombre d'image à prendre pour chaque surface d'échantillon provenant de cette même plaque est multiplié par 4 d'ou la réduction du nombre d'échantillon. Les résultats obtenus sont récapitulés sous forme de tableau (Tab. 3).

	Plaque A	Plaque B	Plaque C
Analyse d'image	12.1 ± 1.8 %	0.6 ± 0.7%	0.3 ± 0.1%
Attaque acide	13.4 ± 1.5 %	0.5 ± 0.4%	1.0 ± 0.1 %

Tab. 3. Taux volumique de porosité par plaque

Il est clair que l'analyse d'un second échantillon provenant de la plaque C est nécessaire pour confirmer l'écart observé entre analyse d'image et attaque acide.

Cependant, la très bonne corrélation entre les résultats obtenus via la dégradation chimique, procédé de référence actuellement, et l'analyse d'image valide ce deuxième méthode comme moyen d'analyse fiable, précis et rapide permettant d'évaluer le taux volumique de porosités contenues dans une pièce en matériau composite carbone/époxy.

Bien plus que le taux de porosité d'une pièce, l'analyse d'image permet aussi d'obtenir des informations sur la taille des porosités.

4.2 Granulométrie en nombre et distribution

En analyse d'image, la quantification permet de préciser la forme et la taille des objets. Pour la taille, la notion de distribution permet une meilleure caractérisation du matériau. Celle-ci peut être obtenue en discrétisant les porosités suivant leur aire. Les résultats obtenus à partir des échantillons prélevés dans la plaque A sont moyennés et présentés sous forme d'histogramme (Fig. 5) décrivant le nombre de particules en fonction de l'intervalle de taille considéré. Le nombre de porosités décroît de manière exponentielle au fur et à mesure que l'aire moyenne de l'intervalle considéré augmente. Pour de nombreux phénomènes physiques, les résultats des phénomènes de croissance et de diffusion peuvent se caractériser par des lois d'échelle. La loi lognormale est la plus connue, et est par ailleurs utilisée par D.K. Hsu et K.M. Uhl [13] pour caractériser la distribution des diamètres des porosités dans les composites. Cependant, la fonction de distribution de type hyperbolique, découverte par Korcak, paraît bien mieux adaptée pour décrire la granulométrie en taille des porosités observées. Cette loi relie la taille des porosités à leur nombre : le nombre de porosité, noté $N(A>a)$, dont la taille 'A' est supérieure à une certaine taille, 'a', est décrite par la relation suivante (eq. 4) :

$$N(A > a) = Fa^{-B} \quad (\text{eq. 4})$$

F est une constante, et B est l'exposant caractéristique de la distribution (dimension fractale de la distribution). Il est très facile d'exploiter cette loi en la rendant linéaire, c'est à dire en traçant le logarithme de $N(A>a)$ en fonction de 'a' (Fig. 5). Au vu de la très bonne corrélation entre la distribution de Korcak théorique et les distributions statistiques mesurées expérimentalement, cette dernière peut être utilisée pour décrire la granulométrie en nombre des porosités.

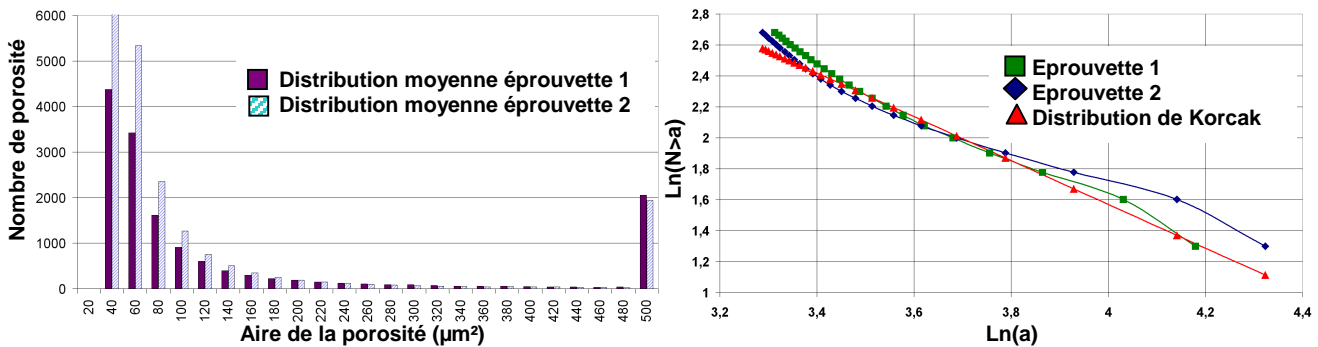


Fig. 5. Distribution granulométrique.

4.3 Résultats qualitatifs

En considérant le grand nombre d'images traitées, certaines remarques très générales peuvent être soulignées. Il est ainsi indéniable que la grande majorité des petites porosités (aire < 100 µm²) sont

détectées au sein même des plis, entre les fibres, et ont une forme proche de la sphère. Les grandes porosités ont une forme bien plus irrégulière et sont majoritairement positionnées dans les zones inter plis, riche en matrice. Cette grande hétérogénéité de forme et de localisation ne va pas faciliter la modélisation de ces défauts. Pour quantifier ces deux remarques, les paramètres de forme tels que l'indice de circularité ou le diamètre de Férêt peuvent être mesurés et comparés pour chaque porosité [14]. Concernant l'état de dispersion de la porosité, la covariance, représentée par un covariogramme peut être utilisée à bon escient, comme le montre l'étude faite par J.P. Tricart [12]. Ce paramètre reflète l'organisation spatiale des pores : périodicité, amas etc.

4.4 Sources d'erreurs

Comme tout mesurage, l'évaluation de la porosité dans un matériau composite est entachée d'erreurs expérimentales estimées à l'aide d'un intervalle de confiance représenté par l'écart type. Il est donc important de recenser et de limiter tous les facteurs susceptibles de biaiser significativement les résultats des mesures. Outre l'échantillonnage, dont la validité relève plus d'un problème statistique et sur lequel nous ne reviendrons pas, la qualité d'une image scientifique est essentielle pour l'analyse morphologique quantitative. Cette notion de qualité est dépendante des problèmes susceptibles d'être rencontrés lors de la préparation des échantillons, lors de l'acquisition et de la segmentation des images, ou des mesures.

Les causes de ces problèmes étant largement développées dans les publications citées au cours de cette étude, elles ne seront pas détaillées ici. Il est cependant important de noter que chacune d'elle a été prise en considération et minimisée lors de l'élaboration du protocole expérimental décrit précédemment. Ceci peut être confirmé en comparant les valeurs des écarts types calculés pour les résultats obtenus via l'analyse d'image, tous inférieurs à ceux calculés via la dégradation chimique par attaque acide.

5. Conclusion et perspectives

L'analyse d'images micro structurales a été utilisée comme outil technologique permettant de quantifier le taux volumique des porosités contenues dans des pièces en matériaux composites à renfort en fibre de carbone et matrice époxy. Certaines informations caractérisant ces inclusions gazeuses et pouvant être recensées à l'aide de cette technique ont été développées, comme par exemple la distribution granulométrique en nombre de la porosité en fonction de leurs aires. Enfin, le recensement et la minimisation de toutes les causes d'erreurs ont permis d'obtenir des taux de porosité très proches de ceux trouvés à l'aide de l'attaque acide, ceci quelle que soit la plaque dans laquelle ont été prélevés les échantillons. La précision des mesures effectuées par analyse d'image a de plus été améliorée par rapport à l'attaque acide. L'analyse quantitative de micrographie pourrait donc être utilisée comme outil de recherche et de contrôle de la qualité post-polymérisation des pièces en carbone/époxy.

La parfaite maîtrise des méthodes développées ainsi que l'automatisation de chacune d'elles permet d'accroître la qualité des résultats obtenus. Cela permettrait surtout de minimiser l'intervention de l'opérateur, paramètre subjectif difficilement contrôlable, mais aussi de réduire les temps d'acquisition des images et les durées d'analyse de celles-ci.

Enfin, l'analyse d'image pourrait être utilisée pour caractériser encore plus précisément la porosité, notamment en s'intéressant à la répartition hétérogène de la porosité au sein de la pièce en travaillant sur la notion de covariance. La forme de ces cavités en fonction de leur taille peut aussi être un critère d'étude, en s'intéressant par exemple à leur facteur de forme en fonction de leur aire. Ces études pourront être menées pour améliorer les connaissances relatives à la porosité afin d'en minimiser l'impact négatif vis à vis des caractéristiques mécaniques de la pièce.

Remerciements

Nous tenons à remercier la société Airbus France et plus particulièrement Mr. J.M. Bergerat et Mr J. Charles, pour leur soutiens et contributions à ces travaux.

Références

- [1] J.S.U Schell, M. Renggli and all, «Micro-computed tomography determination of glass fibre reinforced polymer meso-structure», *Composites Science and Technology*, Vol. 66, pp. 2016-2022, 2006.
- [2] B. Mascaró, « Caractérisation ultrasonore de la porosité dans les composites », *Thèse soutenue à Toulouse UPS*, 170 p, 2006.
- [3] A. Aliotti, « Caractérisation microstructurale des céramiques par analyse d'images », *spectra analyse*, Vol 188, pp 34-37, 1996.
- [4] C. Redon, L. Chermant, J.L. Quenec'h, J.L. Chermant, « Caractérisation par analyse d'images de la morphologie de bétons renforcés par des fibres de fonte amorphe », *Annales du bâtiment et des travaux public*, pp 37-53, 1997.

- [5] J.C.Russ, R.T. Dehoff, « Practical Stereology », *2nd edition, Plenum Press, New York, 1986, ISBN 0-306-46476-4.*
- [6] K. L. Scrivener, « Méthodes microscopiques dans la science du ciment et du béton », *World Cement*, pp 121-126, 1997.
- [7] M. Coster, J.L. Chermant, « Précis d'analyse d'images », *22^e édition, Presses du CNRS, Paris, 1989, ISBN 2-87682-020-X.*
- [8] D. Purslow, « On the optical assessment of the void content in composite materials », *Composites*, Vol. 15, N^o3, pp 207-210, 1984.
- [9] H. Shen, S.M. Oppenheimer, D.C. Dunand, L.C. Brinson, « Numerical modelling of pore size and distribution in foamed titanium », *Mechanics of Materials*, Vol 38, pp 933-944, 2006.
- [10] M. Li, S. Ghosh, O. Richmond, H. Weiland, T.N. Rouns, « Three dimensional characterization and modeling of particle reinforced metal matrix composites: part I quantitative description of microstructural morphology », *Materials science and engineering*; Vol. A265; pp 153-173; 1999.
- [11] Y. Liu, R.M. German, R.G. Lacocca, « Microstructure quantification procedures in liquid-phase sintered materials », *ACTA Materialia*, vol 47 N^o3, pp 915-926; 1999.
- [12] J.L. Tricart, « Caractérisation des roches réservoirs par analyse d'images pétrographiques », *Bulletin des Centres de Recherches Exploration–Production Elf-Aquitaine*, Vol 8, pp 207-217, 1994
- [13] D.K. Hsu and K.M. Uhl « A morphological study of porosity defects in graphite-epoxy composites », *Review of progress in quantitative nondestructive evaluation*, pp 1175-1184; 1987.
- [14] C. Souchier, "Analyse d'images", *Technique de l'ingénieur*, P 855 – 1-15.