HAL
open science

Modélisation et caractérisation géométriques de cristaux par analyse d'images in situ

Saïd Rahmani, Jean-Charles Pinolí, Johan Debayle

To cite this version:

Saïd Rahmani, Jean-Charles Pinolí, Johan Debayle. Modélisation et caractérisation géométriques de cristaux par analyse d'images in situ. Cristal Rouen 2016 - 8ème édition du colloque Cristallisation et Précipitation Industrielles, L'équipe Cristallogénèse du Laboratoire de Sciences et Méthodes Séparatives (SMS) - Université de Rouen; Université de Rouen, May 2016, Mont-Saint-Aignan, France. pp.07-1 à 07-8. hal-01327179

HAL Id: hal-01327179

https://hal.science/hal-01327179v1

Submitted on 9 Jun 2016

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.

Modélisation et caractérisation géométriques de cristaux par analyse d'images in situ

RAHMANI Saïd[a], PINOLI Jean-Charles[a], DEBAYLE Johan[a]
[a]ENS des Mines Saint-Etienne, SPIN / LGF UMR CNRS 5307
158 cours Fauriel, CS 62362, 42023 Saint-Etienne Cedex 2, France

Résumé

Les caractéristiques géométriques et morphométriques des cristaux (c'est-à-dire les distributions en taille et en forme) ont un impact considérable sur l'ensemble des propriétés d'usage de ces particules. L'utilisation de capteurs d'images 2-D « in situ » permet de suivre l'évolution temporelle de ces particules au cours du processus de cristallisation. L'analyse de ces images fournit alors les caractéristiques granulométriques de ces cristaux. Cependant, l'acquisition d'images numériques 2-D donne accès uniquement aux projections de ces cristaux et donc à des potentielles superpositions (notamment dans un milieu dense). Par conséquent, il est nécessaire de développer des méthodes spécifiques d'analyse d'image afin de déterminer les distributions géométriques et morphométriques de ces cristaux. Ce papier présente une méthode basée sur des outils de la géométrie stochastique. Les images sont décrites par un modèle de géométrie aléatoire, représentant la population de cristaux, dans lequel il est possible d'estimer les moments statistiques (espérance, variance…) de leurs caractéristiques granulométriques telles que l'aire, le périmètre ou le diamètre. La méthode proposée est appliquée sur des images simulées afin d'évaluer sa performance. En conséquence, cette caractérisation géométrique et morphométrique pourrait permettre d'améliorer les modèles de cristallisation et par suite les procédés d'élaboration des solides.

Mots-clés : Analyse in-situ, analyse d'image, géométrie stochastique, granulométrie, modélisation géométrique.

1. Introduction

Dans l'industrie, la cristallisation est une opération clé dont les performances sont essentielles pour séparer, purifier et mettre en forme les produits. Les caractéristiques géométriques et morphométriques des particules (c'est-à-dire les distributions en taille et en forme) ont un impact considérable sur l'ensemble des propriétés d'usage des cristaux. D'un point de vue opérationnel, la maîtrise de la qualité des solides cristallisés suppose l'utilisation de capteurs d'images performants capables de délivrer « en ligne » et « en temps-réel » des informations « in situ » les plus pertinentes possibles, comme la sonde d'imagerie EZProbe® utilisée dans le cadre des travaux présentés ici. Cette sonde permet l'acquisition en temps-réel d'images numériques 2-D de particules en cours de formation lors de cristallisations en suspension dans un liquide (voir Figure 1).

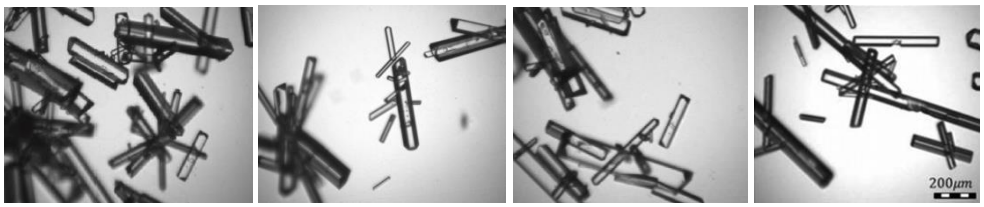

Figure 1 : Images 2-D de cristaux d'oxalate d'ammonium

L'exploitation informatique des séquences d'images 2-D nécessite de développer des méthodes spécifiques d'analyse d'image (Zhou et al., 2008 ; Larsen et al., 2006 ; Larsen et al., 2007) afin de caractériser une population dynamique de particules. Plusieurs difficultés sont à considérer : images 2-D de projection, agrégation des particules, hétérogénéité des particules, anisotropie des particules, particules

hors du plan focal (flou)… Des compétences avérées et un savoir-faire certain en mathématiques appliquées à l'analyse d'images sont alors nécessaires.
Pour répondre à cette problématique, de nombreuses méthodes ont été introduites dans la littérature afin d'identifier (individualiser) et caractériser les cristaux (Presles et al., 2010 ; Ahmad et al., 2011 ; Presles et al., 2012). Cependant, ces méthodes montrent leurs limites lorsque la densité des cristaux devient trop importante.
Pour pallier ce problème, une nouvelle approche est proposée dans ce papier. L'objectif est tout d'abord de modéliser la population de cristaux par des objets géométriques aléatoires (les paramètres aléatoires sont la position, la taille, la forme et l'orientation des cristaux). Par la suite, ce modèle géométrique est ajusté aux données réelles afin d'identifier les valeurs prises par les paramètres du modèle et ainsi déterminer statistiquement les distributions de taille et de forme des cristaux.
Ces nouvelles méthodes aboutissent in fine à un ensemble d'outils logiciels, donnant accès à des informations sur les évolutions temporelles des faciès cristallins (i.e., la géométrie/morphologie des particules) et de la distribution en tailles de cristaux. Cette caractérisation pourrait permettre d'améliorer les modèles physico-chimiques de cristallisation et par suite les procédés d'élaboration des solides.

2. Méthodes

2.1 Acquisition des images

Le système utilisé pour observer le processus de cristallisation est la sonde EZProbe® : une source de lumière acheminée par un faisceau de fibre optique illumine en lumière transmise une caméra CCD (vitesse d'acquisition 25 images par seconde, résolution spatiale 2 µm, champ d'analyse de 1,3 mm x 1 mm, images de taille 640x480 pixels codées sur 8 bits). Un agitateur se charger de déplacer les particules présentes dans la solution. La caméra filme le processus de cristallisation. Un boitier d'acquisition « récupère » le flux vidéo de cette caméra et se charge de compresser si nécessaire les données envoyées par celle-ci et de les transmettre à un ordinateur. La Figure 1 montre le système d'acquisition du processus de cristallisation et la Figure 2 une image de cristaux d'acide citrique issue d'une séquence vidéo.

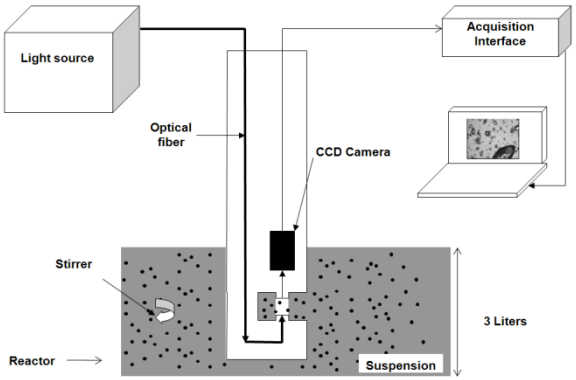

Figure 2. Système d'acquisition des cristaux

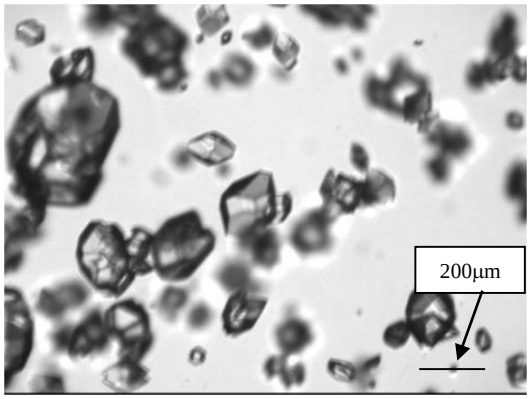

Figure 3. Image de cristaux d'acide citrique issue d'une séquence vidéo

Plusieurs difficultés sont à considérer avec ce type d'images: images 2D de projection, agrégation des particules, hétérogénéité des particules, anisotropie des particules, particules hors du plan focal (flou) … Des compétences avérées et un savoir-faire certain en mathématiques appliquées à l'analyse d'images sont alors nécessaires.

2.2 Modélisation des images

En recourant à des algorithmes d'analyse d'image, il est possible de segmenter (Calderon De Anda et al., 2005 ; Zhou et al., 2009) les particules visualisées, de sorte à obtenir des images binaires (voir Figure 4).

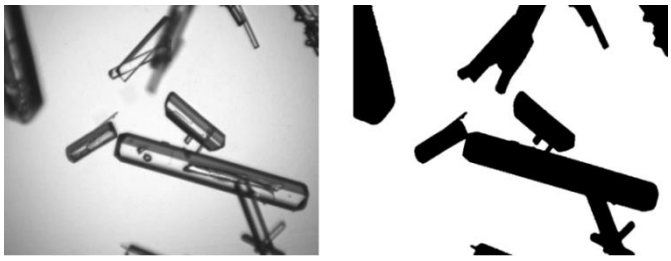

Figure 4. Image d'une population de cristaux d'oxalate d'ammonium et sa segmentation.

D'un point de vue ensembliste une telle image binaire peut être représentée en toute généralité par un modèle géométrique simple :

$$I = (\cup_i x_i + X_i) \cap W \tag{1}$$

Elle correspond à une union de particules convexes X_i spatialement positionnées en x_i, intersecté par une fenêtre rectangulaire W (champs d'observation). Chaque convexe représente la projection d'un cristal et la fenêtre rectangulaire le support spatial de l'image. Rappelons que l'objectif est d'obtenir la granulométrie des particules de l'image. Or pour une certaine distribution de particules, une infinité de configurations géométriques de particules projetées sur l'image est possible. Afin de décrire la granulométrie de cette population, notre modèle doit donc présenter un caractère aléatoire. On considèrera donc que chaque image I est la réalisation d'un modèle géométrique aléatoire Ξ intersecté avec W, ce qui nous conduit au modèle germe-grain (Chiu et al., 2013 ; Stoyan et al., 1987) :

$$\Xi = \cup_{x_i \in \Phi} x_i + \Xi_i \tag{2}$$

où les Ξ_i sont des convexes aléatoires indépendant et identiquement distribuées appelées les grains, et Φ est un processus ponctuel qui génère les germes. Ainsi une image I coïncide avec une réalisation $\Xi(\omega) \cap W = (\cup_{x_i \in \Phi} x_i(\omega) + \Xi_i(\omega)) \cap W$ de sorte à ce que les $\Xi_i(\omega)$ coïncide avec les particules présentes sur l'image et les x_i avec leur positions (voir Figure 5).

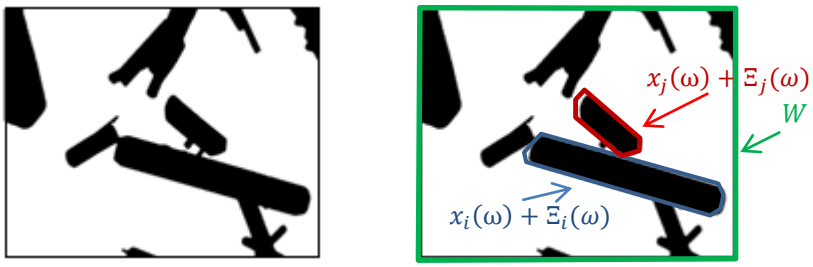

Figure 5. Image binaire de cristaux projetés et sa représentation via un modèle germe-grain dans la fenêtre W.

Ainsi la distribution du grain primaire Ξ_0, c'est-à-dire la distribution commune des Ξ_i coïncide avec la distribution des particules en présence, notre objectif est donc d'obtenir des informations concernant la distribution des paramètres de taille et de forme de Ξ_0. Ce modèle général peut être utilisé pour différents types de grain primaire (Jeulin et al., 2000 ; Peyrega, 2010), tels que des rectangles, disques... Jusqu'ici l'unique hypothèse de la modélisation est la convexité des particules, pour répondre à notre objectif nous allons introduire des hypothèses supplémentaires qui sont vérifiées dans la majorité des applications : on supposera que le processus Φ est indépendant des grains Ξ_i, c'est-à-dire que la morphologie d'une particule est indépendante de sa position spatiale. On supposera aussi que Φ est un processus ponctuel de Poisson, c'est-à-dire que les particules sont uniformément réparties dans l'espace.

2.3 Caractérisation du grain primaire

Le modèle défini avec les hypothèses décrites ci-dessus est connu sous le nom de modèle Booléen (Chiu et al., 2013; Molchanov, 1997), nous avons donc :

$$\Xi = \cup_{x_i \in \Phi} x_i + \Xi_i \tag{3}$$

où Φ est un processus de Poisson d'intensité λ et les Ξ_i sont des convexes aléatoires identiquement distribués. Notre objectif est d'obtenir des informations sur la morphologie du grain primaire Ξ_0 du modèle Booléen Ξ et l'intensité λ du processus Φ à partir de ses réalisations dans une fenêtre bornée $\Xi(\omega) \cap W$. On appelle caractéristiques globales du modèle Booléen Ξ toutes caractéristiques estimables sur ses réalisations, nous avons en particulier la densité de ces fonctionnelles de Minkowski p , L_A et χ_A désignant respectivement les densités d'aire, de périmètre et de la caractéristique d'Euler. Ces dernières n'étant pas suffisantes pour caractériser complètement le modèle, d'autres mesures ont été introduites, notamment la covariance $C_\Xi\,(u) = \mathbb{P}(\{0,u\} \subset \Xi)$, le nombre de convexité et la fonction de distribution de contacts (Stoyan, 1987). Les méthodes pour estimer ces quantités à partir de réalisations de Ξ restreintes à une fenêtre discrète (image numérique) peuvent être trouvées dans (Molchanov, 1997).
Il est bien connu qu'un ensemble aléatoire est entièrement déterminé par sa capacité de Choquet $\boldsymbol{T}_\Xi$, c'est-à-dire l'application de l'ensemble des ensembles compacts $\mathfrak{K}$ du plan vers $[\mathbf{0},\mathbf{1}]$ défini pour tout compact $\boldsymbol{K}$ par $\boldsymbol{T}_\Xi(\boldsymbol{K}) = \mathbb{P}(\boldsymbol{\Xi} \cap \boldsymbol{K})$ (Chiu et al., 2013). Dans le cas du modèle Booléen il existe une relation analytique pour la capacité de Choquet :

$$\forall K \in \mathfrak{K},\ T_\Xi(K) = 1 - \exp(-\lambda \mathbb{E}[A(\Xi_0 \oplus (-K)\,)]) \tag{4}$$

En évaluant cette relation sur certains types d'ensembles compacts, cette relation permet de relier des caractéristiques globales à des caractéristiques individuelles, en particulier sur un singleton ou un bipoint :

$$p = T_\Xi(\{0\}) = 1 - \exp(-\lambda \mathbb{E}[A(\Xi_0\,)] \tag{5}$$

$$\forall u \in \mathbb{R}^2, C_\Xi\,(u) = 2p - 1 + (1-p)^2 \exp\big(\lambda \gamma_{\Xi_0}(u)\ \big) \tag{6}$$

où $\forall u \in \mathbb{R}^2,\ \gamma_{\Xi_0}(u) = \mathbb{E}[\,\mathrm{A}(\Xi_0 \cap (\Xi_0 - u)]$ est le covariogramme géométrique moyen de Ξ_0 (Galerne, 2011). Plusieurs méthodes basées sur la relation (4) permettent d'estimer l'intensité λ et l'espérance des fonctionnelles de Minkowski du grain primaire, c'est-à-dire l'espérance de l'aire et du périmètre du grain primaire. Nous citerons les plus populaires :

La méthode des intensités est applicable lorsque le modèle est supposé isotrope, elle est aussi connue sous le nom de formules de Miles (Miles, 1976) :

$$\boldsymbol{\lambda} = \frac{\boldsymbol{\chi_A}}{\mathbf{1}-\boldsymbol{p}} + \frac{\boldsymbol{L_A^2}}{\mathbf{4}\boldsymbol{\pi}(\mathbf{1}-\boldsymbol{p})^{\mathbf{2}}} \tag{7}$$

$$\mathbb{E}[U(\Xi_0)] = \frac{4\pi L_A(1-p)}{4\pi(1-p)\chi_A + L_A^2} \tag{8}$$

$$\mathbb{E}[\mathrm{A}(\Xi_0)] = -\frac{\ln(1-\mathrm{p})}{\lambda} \tag{9}$$

La méthode du contraste minimum (Heinrich, 1993) est applicable que le modèle soit supposé isotrope ou non. Elle est basée sur la stabilité du modèle booléen par dilatation convexe : c'est-à-dire que si $\boldsymbol{K}$ est un ensemble convexe et compact alors $\boldsymbol{\Xi} \oplus \boldsymbol{K}$ est un modèle Booléen de même intensité $\boldsymbol{\lambda}$ et de grain primaire $\boldsymbol{\Xi_0} \oplus \boldsymbol{K}$. En appliquant la relation (5) au modèle $\boldsymbol{\Xi} \oplus \boldsymbol{K}$ nous avons :

$$\lambda \mathbb{E}[A(\Xi_0 \oplus K)] = -\ln(1 - \mathrm{p}_{\Xi \oplus K}\ ) \tag{10}$$

En appliquant la formule de Steiner (Michielsen and De Raedt, 2001, Schneider, 2013) à $A(\Xi_0 \oplus K)$ nous avons alors :

$$A(\Xi_0 \oplus K) = A(\Xi_0) + 2W_{0,K} + A(K) \tag{11}$$

où $W_{0,K}$ désigne l'aire mixte de Ξ_0 et K (Michielsen and De Raedt, 2001, Schneider, 2013), donc en choisissant une famille homothétique $(rK)_{r>0}$, nous avons :

$$-\ln(1-\mathrm{p}_{\Xi\oplus rK}\ ) = \lambda\mathbb{E}[\mathrm{A}(\Xi_0)] + 2\lambda\mathrm{r}\mathbb{E}[\mathrm{W}_{0,\mathrm{K}}] + \lambda r^2\mathrm{A}(\mathrm{K}) \tag{12}$$

Donc les quantités $\lambda, \mathbb{E}[\mathrm{A}(\Xi_0)]$ et $\mathbb{E}[\mathrm{W}_{0,\mathrm{K}}]$ peuvent être estimées par une approximation polynômiale de la quantité $-\ln(1-\mathrm{p}_{\Xi\oplus rK}\ )$ connue sous le nom de fonction de distribution de contacts (Heinrich, 1993). L'aire mixte $W_{0,K}$ est connu pour certains convexe$s$ K, si $K = B$ la boule unité alors $W_{0,B} = \frac{1}{2}U(\Xi_0)$ et si $K = S_\theta$ le segment de longueur 1 diriger par $\theta \in [0,\pi]$ alors $W_{0,B} = \frac{1}{2}H_{\Xi_0}(\theta)$ où $H_{\Xi_0}(\theta)$ est le diamètre de Féret de Ξ_0 dans la direction θ. Il est donc possible d'estimer $\lambda, \mathbb{E}[\mathrm{A}(\Xi_0)], \mathbb{E}[\mathrm{U}(\Xi_0)]\ et\ \mathbb{E}[\ H_{\Xi_0}(\theta)]$ via la méthode du contraste minimum. Notons que si Ξ est isotrope $\mathbb{E}\big[\ \mathrm{W}_{0,\mathrm{K}}\big] = \frac{U(K)}{4\pi}\mathbb{E}[\mathrm{U}(\Xi_0)]$ et $\mathbb{E}\big[\ H_{\Xi_0}(\theta)\big] = \frac{\mathbb{E}[\mathrm{U}(\Xi_0)]}{\pi}$. Dans tous les cas, les quantités $\lambda, \mathbb{E}[\mathrm{A}(\Xi_0)], \mathbb{E}[\mathrm{U}(\Xi_0)]\ et\ \mathbb{E}[\ H_{\Xi_0}(\theta)]$ sont généralement insuffisantes pour complètement caractériser le grain primaire du modèle (voir Figure 6).

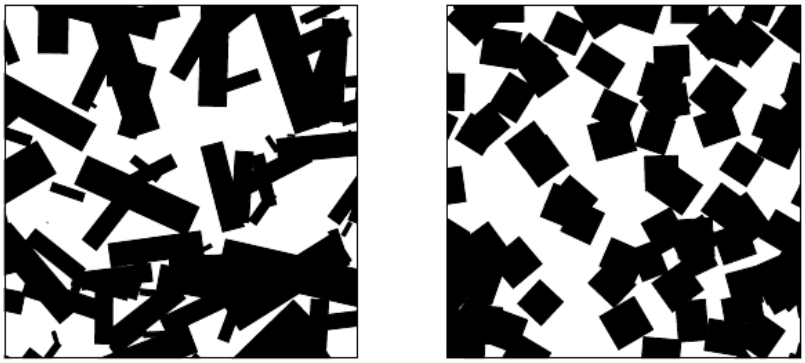

Figure 6. Deux réalisations de deux modèles Booléens différents, de même intensité, dont les grains primaires ont même espérance de l'aire, du périmètre et du diamètre de Féret dans n'importe quelle direction.

En conséquence, nous nous sommes intéressés aux variations statistiques de l'aire, du périmètre et du diamètre de Féret. Pour ce faire, il est nécessaire de faire intervenir la covariance du modèle Booléen (Rahmani et al., 2015). En effet, le moment d'ordre deux de $A(\Xi_0)$ peut être exprimé comme l'intégrale du covariogramme géométrique moyen sur l'espace (Galerne, 2011) :

$$\mathbb{E}[A(\Xi_0)^2] = \int_{\mathbb{R}^2}\gamma_{\Xi_0}(u)du \tag{13}$$

Donc sous l'hypothèse $\mathbb{E}[A(\Xi_0)^2] < \infty$ et en remarquant que γ_{Ξ_0} est une fonction tendant vers zéro à l'infini, il est possible d'estimer $\mathbb{E}[A(\Xi_0)^2]$ à partir d'une estimation de l'intensité et de l'estimateur de γ_{Ξ_0} suivant :

$$\gamma_{\Xi_0}(u) = \frac{1}{\lambda}\ln\left(1 + \frac{C_\Xi(u) - p_\Xi^2}{(1-p_\Xi)^2}\right) \tag{14}$$

Rappelons que le modèle Booléen est stable par dilatation convexe, donc en considérant une famille homothétique d'ensembles compacts convexes $(rK)_{r>0}$, on obtient un estimateur de $\mathbb{E}[A(\Xi_0 \oplus rK)^2]$. Ce moment de l'aire du grain primaire dilaté peut être développé en une expression polynômiale à l'aide de la formule de Steiner :

$$\begin{aligned}\mathbb{E}[A(\Xi_0 \oplus rK)^2] = \quad & \mathbb{E}[A(\Xi_0)^2] + 4r\mathbb{E}\big[A(\Xi_0)W_{0,K}\big] \ + r^2\big(4\mathbb{E}\ [W_{0,K}^2] + \quad 2A(K)\mathbb{E}[A(\Xi_0)]\big) \\ & + \ 4r^3A(K)\mathbb{E}\big[W_{0,K}\big] \ + r^4A(K)^2\end{aligned} \tag{15}$$

Les quantités $\mathbb{E}[A(\Xi_0)]$ et $\mathbb{E}\big[W_{0,K}\big]$ peuvent être estimées par la méthode du contraste minimum ou les formules de Miles dans le cas isotrope. En conséquence, les moments $\mathbb{E}[A(\Xi_0)^2]$, $\mathbb{E}\big[W_{0,K}^2\big]$ et $\mathbb{E}\big[A(\Xi_0)W_{0,K}\big]$ peuvent être estimés par une approximation polynômiale de $\mathbb{E}[A(\Xi_0 \oplus rK)^2]$.

En pratique, le choix des valeurs pour r a une influence sur la qualité des estimations et des précautions concernant les effets de bord doivent être prises. En effet si $\Xi(\omega) \cap W$ est une réalisation de Ξ dans une fenêtre W alors le modèle dilaté $\Xi \oplus rK$est connue uniquement dans la fenêtre érodée $W_r = W \ominus rK$ et

sa réalisation dans cette fenêtre est $(\Xi(\omega) \cap W) \oplus rK) \cap W_r$. Afin d'améliorer la précision des estimateurs, il est supposé que l'on dispose de plusieurs réalisations indépendantes du même modèle dans W (plusieurs images), on fera ensuite une estimation empirique des caractéristiques globales (covariance, fraction d'aire...) avant d'estimer les moments d'ordre 1 et 2 de $(A(\Xi_0), W_{0,K})$. Le choix de K fournit différentes caractéristiques, pour une boule on obtient des estimateurs pour l'espérance et la covariance du vecteur $(A(\Xi_0), U(\Xi_0))$ et pour un segment des estimateurs pour l'espérance et la covariance du vecteur $(A(\Xi_0), H_{\Xi_0}(\theta))$. Cette méthode a été généralisée dans (Rahmani et al., 2015) pour obtenir les moments d'ordre n du vecteur $(A(\Xi_0), W_{0,K})$ en utilisant une généralisation de la covariance du modèle : la probabilité que le modèle contienne n points.

3. Résultats

Nous avons testé la méthode d'estimation des moments d'ordre 1 et 2 du vecteur $(A(\Xi_0), W_{0,K})$ sur des images simulées en choisissant comme jauge K une boule et un segment. Le modèle test est un modèle Booléen isotrope d'intensité $\lambda = 100/500 \times 500$ simulé dans une fenêtre 500×500 dont les grains sont des rectangles dont les côtés suivent des distributions Gaussiennes indépendantes $N(40,10)$ et $N(30,10)$. Nous avons représenté les erreurs relatives sur l'estimation des moments d'ordre 1et d'ordre 2 (Figure 7) en fonction du nombre de réalisations du modèle utilisé.

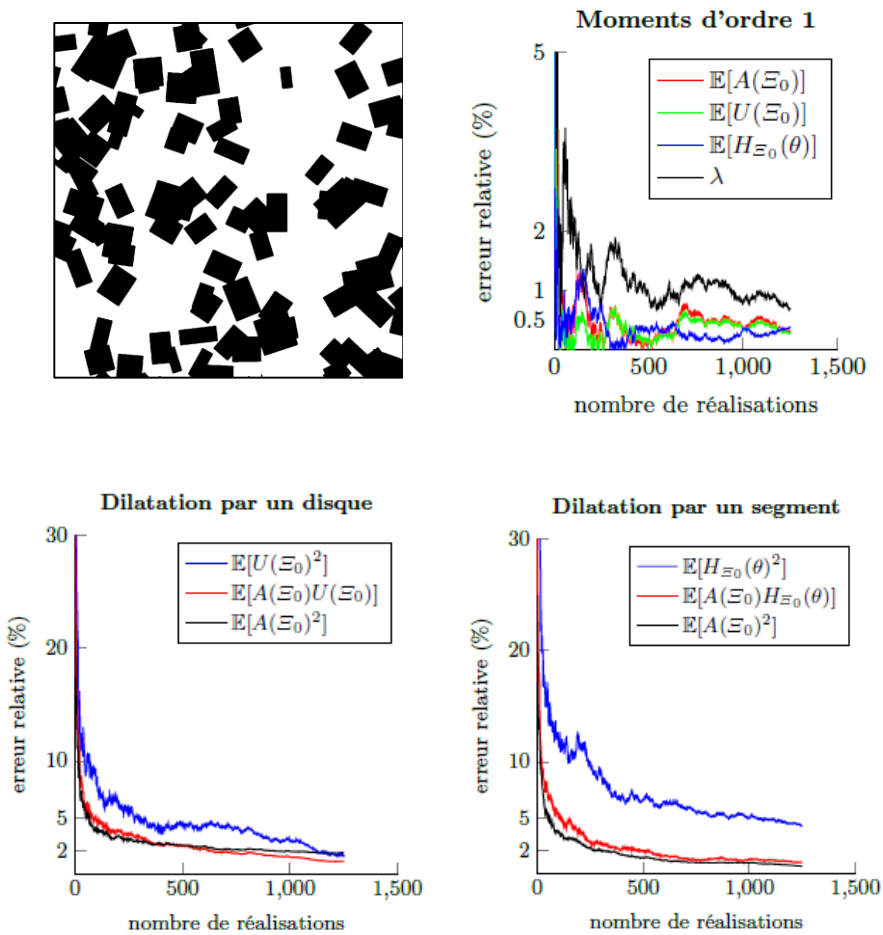

Figure 7. Une réalisation du modèle test et les représentations des erreurs commises sur les estimations de ses caractéristiques du premier et second ordre, en fonction du nombre de réalisations disponible.

4. Conclusions et perspectives

Nous avons mis en place une méthode qui permet d'estimer les moments statistiques de certaines caractéristiques géométriques et morphométriques des cristaux. La performance et la stabilité de ces estimateurs ont été évaluées par simulation. Ces quantités permettent de caractériser des particules dont la forme dépend de deux paramètres (rectangle, ellipse…) qui suivent une loi paramétrique (gaussienne, gamma…). Cependant, des projections de cristaux sont souvent des polygones ayant plus de deux cotés, c'est pourquoi nous travaillons actuellement à la caractérisation de polygones quelconques. Nous soulignons que cette méthode reste valable dans n'importe quel modèle germe-grain dans lequel le covariogramme géométrique moyen est estimable. En conséquence, nous envisageons de l'appliquer sur des modèles germe-grain non Poissonnien, qui autorisent notamment les clusters de particules.

Références

Ahmad O., Debayle J. and Pinoli J.C., 2011. A geometric-based method for recognizing overlapping polygonal-shaped and semi-transparent particles in gray tone images. Pattern Recogn. Lett. 32, 15.

Calderon De Anda J., Wang X.Z. and Roberts K.J., 2005. Multi-scale segmentation image analysis for the in-process monitoring of particle shape with batch crystallisers. Chemical Engineering Science, 60(4) :1053-1065.

Chiu S.N, Stoyan D., Kendall W.S. and Mecke J., 2013. Stochastic geometry and its applications. John Wiley & Sons.

Galerne B., 2011 Computation of the perimeter of measurable sets via their covariogram. Applications to random sets. Image Analysis and Stereology, 30(1):39-51.

Heinrich L., 1993. Asymptotic properties of minimum contrast estimators for parameters of Boolean models. Metrika, 40(1):67_94.

Jeulin D., 2000. Random texture models for material structures. Statistics and Computing, 10(2):121-132.

Larsen P.A., Rawlings J.B. and Ferrier N.J., 2006. An algorithm for analyzing noisy, in situ images of high-aspect-ratio crystals to monitor particle size distribution, Chem. Eng. Sci. 61, 16.

Larsen P.A., Rawlings J.B. and Ferrier N.J., 2007. Model-based object recognition to measure crystal size and shape distributions from in situ video images, Chem. Eng. Sci. 62, 5.

Michielsen K. and De Raedt. H., 2001. Integral geometry morphological image analysis. Physics Reports, 347(6):461-538.

Miles R.E., 1976. Estimating aggregate and overall characteristics from thick sections by transmission microscopy. Journal of Microscopy, 107(3):227_233.

Molchanov I. S., 1997. Statistics of the Boolean model for practitioners and mathematicians. Wiley Chichester.

Peyrega C., 2010. Prediction des propriétés acoustiques de matériaux fibreux hétérogènes à partir de leur microstructure 3D. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Presles B., Debayle J., Fevotte G. and Pinoli J.C., 2010. A novel image analysis method for in-situ monitoring the particle size distribution of batch crystallization processes. J. Electron. Imaging 19, 3.

Presles B., Debayle J. and Pinoli J.C., 2012. Size and shape estimation of 3-D convex objects from their 2-D projections. Application to crystallization processes. J. Micros. 248, 2.

Rahmani S., Pinoli J.C. and Debayle J., 2015. Characterization and Estimation of the Variations of a Random Convex Set by Its Mean n-Variogram: Application to the Boolean Model. In Geometric Science of Information (pp. 296-308). Springer International Publishing.

Schneider R. and Weil W., 2008. Stochastic and Integral Geometry. Springer, Berlin Heidelberg.

Schneider R., 2013. Convex bodies: the Brunn-Minkowski theory, volume 151. Cambridge University Press.

Stoyan D., 1987. Stochastic Geometry and its application. John Wiley & Sons.

Zhou Y., Srinivasan R. and Lakshminarayanan S., 2008. Critical evaluation of image processing approaches for realtime crystal size measurements. Comput. Chem. Eng. 33, 5.

Geometrical modeling and characterization of crystals by *in situ* image analysis

RAHMANI Saïd[a], PINOLI Jean-Charles[a], DEBAYLE Johan[a]

[a]ENS des Mines Saint-Etienne, SPIN / LGF UMR CNRS 5307

158 cours Fauriel, CS 62362, 42023 Saint-Etienne Cedex 2, France

Abstract

The geometrical and morphological characteristics of crystals (i.e. their particle size and shape distributions) involve a considerable impact on their properties of use. In situ image acquisition enables the temporal evolution of particles to be followed during the crystallization process. In this way, image analysis provides the geometrical characteristics of such crystals. Nevertheless, the 2-D imaging system gives only access to the projection of crystals and consequently to potential overlapping (specifically for a dense media). Consequently, it is required to develop specific image analysis methods for determining the geometrical and morphometrical characteristics of the crystals. This paper presents a method based on stochastic geometrical tools. The images can be modelized by using a random geometrical model, representing the population of crystals. It is then possible to estimate the statistical moments (mean, variance …) of their geometrical characteristics such as the area, the perimeter or the diameter. The proposed method has been carried out on simulated data so as to evaluate its performance. This geometrical characterization could allow to improve the crystallization models and then the process of manufacturing.

Keywords: geometrical modeling, *in situ* analysis, image analysis, PSD, stochastic geometry.