PolyPublie
Polytechnique Montréal

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
UNIVERSITÉ D'INGÉNIERIE

Titre: Title:	Analyse et visualisation de la géométrie des matériaux composites à partir de données d'imagerie 3D
Auteur: Author:	Anna Madra
Date:	2017
Type:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	Madra, A. (2017). Analyse et visualisation de la géométrie des matériaux composites à partir de données d'imagerie 3D [Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/2821/

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/2821/
Directeurs de recherche: Advisors:	François Trochu, & Piotr Breitkopf
Programme: Program:	Génie mécanique

Ce fichier a été téléchargé à partir de PolyPublie, le dépôt institutionnel de Polytechnique Montréal
This file has been downloaded from PolyPublie, the institutional repository of Polytechnique Montréal

https://publications.polymtl.ca

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ANALYSE ET VISUALISATION DE LA GÉOMÉTRIE DES MATÉRIAUX COMPOSITES À PARTIR DE DONNÉES D'IMAGERIE 3D

ANNA MADRA
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIÆ DOCTOR
(GÉNIE MÉCANIQUE)
OCTOBRE 2017

© Anna Madra, 2017.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée :

ANALYSE ET VISUALISATION DE LA GÉOMÉTRIE DES MATÉRIAUX COMPOSITES À PARTIR DE DONNÉES D'IMAGERIE 3D

présentée par : MADRA Anna
en vue de l'obtention du diplôme de : Philosophiæ Doctor
a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

M. BOUKHILI Rachid, Ph. D., président
M. TROCHU François, Ph. D., membre et directeur de recherche
M. BREITKOPF Piotr, Ph. D., membre et codirecteur de recherche
M. BRAILOVSKI Vladimir, Ph. D., membre
M. CHINESTA Francisco, Ph. D., membre externe
Mme HO BA THO Marie-Christine, Ph. D., membre externe

DÉDICACE

«Ainsi la vie humaine est un grand lac qui dort
Plein sous le masque froid des ondes déployées»
–Émile Nelligan, 1903–

Pour Jean-Michel.
Merci de me donner la poésie en cadeau.

Pour mes parents.
Merci pour tout.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord je voudrais bien remercier mes deux directeurs de thèse, Piotr Breitkopf et François Trochu, qui m'ont guidé pendant ces trois ans du voyage et du dialogue entre le monde numérique et expérimental. Leur apport n'est pas limité juste à l'avancement scientifique, mais aussi a promeut une ouverture d'esprit et de la perception. Je voudrais aussi remercier les rapporteurs, Vladimir Brailovski et Francisco Chinesta et les membres du jury, Marie-Christine Ho Ba Tho, Rachid Boukhili et Pierre Villon, pour leurs remarques et commentaires, qui m'ont permis de prendre la hauteur envers mon sujet et ouvrir les perspectives du développement futur.

Le travail d'une thèse, même s'il porte qu'un seul nom sur la couverture n'est pas pourtant un travail solitaire, donc je voudrais remercier mes collaborateurs, notamment, Alain Rassineux, Jérôme Adrien, Eric Maire, Van Pham Dan Thuy ; l'équipe montréalaise qui a participé aux travaux expérimentaux : Philippe Causse, Christophe Ravey, Béliny Bonnard, Grégory Martinez, Sami Hilal, Dario Perugini, Wei Huang ; les stagiaires Samuel Ste-Marie, Alexandre Moreau, Jérôme Tixier ; les techniciens du laboratoire : Isabelle Velluet, Frédéric Nadaud, Christian-Charles Martel ; l'équipe d'ETS qui a assisté aux essais microtomographiques : Vladimir Brailovski, Bruno Jetté ; Nicholas Juillard du Texonic pour mettre en disposition les renforts fibreux pour les essais ; personnel du CNRS Roberval : Brigitte Duch, Nathalie Barrast, Sabine Loof ; et personnel du Génie mécanique : Myriam Fortin, Martine Bénard.

Des remerciements vont également aux tous les membres d'équipe numérique du CNRS Roberval, pour des remarques précises et questions pointues, en particulier : Jean-Louis Batoz, Délphine Brancherie, Ludovic Cauvin, Pierre Feissel, Adnan Ibrahimbegovic, Pascal Lardeur, Emmanuel Lefrançois, Alain Rassineux, Catherine Vayssade, Pierre Villon, puis Tariq Benamara, Rudy Chocat, Huan Huan Gao, Meng Liang, Xia Liang, Pierre Phalippou, Fangtao Yang.

Enfin, je tiens à remercier pour le support moral ma famille et également mes amis de deux côtés d'Atlantique, qui ont joué un rôle principal dans la découverte culturelle francophone, donc merci aux philosophes : Jean-Michel Cholette, JF Marc des Jardins, Pouneh Shabani Jadidi, Laurence Garenne-Marot, Jean Polet, Mitch Beriault ; musiciens : Thomas Bluegrass, Mario Breault, Bruce Cameron, Graham Chambers, Jeff Fisher, Kelly Watling ; artistes de l'USINE 106U : Eric Braün, Arthur-Alain Painchaud, Jean-Martin Raven, Martin Tremblay ; et à Manon et Fab.

RÉSUMÉ

Les travaux présentés ici sont le résultat d'un projet de collaboration réalisé dans les années 2014 à 2017 dans le cadre d'une thèse en cotutelle entre la *Chaire sur les Composites à Haute Performance (CCHP)* du Département de Génie Mécanique de l'École Polytechnique de Montréal à Québec et le *Laboratoire Roberval*, UMR 7337 à l'Université de Technologie de Compiègne, France. L'objectif principal des travaux était de proposer une méthodologie pour transformer les données d'imagerie tridimensionnelle obtenues à partir de la microtomographie aux rayons X en modèles numériques de taille réduite pour explorer la microstructure et raffiner la simulation numérique des procédés de fabrication des matériaux composites renforcés par des fibres courtes ou longues.

La microtomographie aux rayons X est une technique d'étude non destructrice des matériaux, qui est de plus en plus populaire dans le domaine des composites. Ses applications sont vastes, de la détection des défauts dans les pièces fabriquées à la calibration de modèles de compression de renforts tissés. Bien que l'évaluation qualitative de la microstructure avec cette méthode soit relativement simple, son potentiel majeur réside dans l'analyse quantitative des caractéristiques structurelles du composite. En raison de la quantité de données très large fournie par chaque essai tomographique, l'automatisation de l'interprétation des mesures est indispensable ainsi que l'estimation de l'incertitude qui accompagne le traitement.

Etant donné la grande variété des aspects de microstructures étudiés avec la microtomographie, nous nous sommes proposés d'identifier les éléments clés de chaque type d'analyse dans le but d'élaborer une approche générale de caractérisation d'un matériau composite. Les étapes du traitement considérées du point de vue de la caractérisation du matériau consistent à identifier les éléments homogènes (de phase chimiquement distincte) et/ou hétérogènes (des agrégats de différentes phases) de la microstructure, suivi par la description de leur morphologie et de leur distribution spatiale. De point de vue algorithmique, le traitement consiste à la segmentation de phase et des structures, l'extraction de paramètres géométriques et spatiaux, la recherche des regroupements (ang. «*clustering*») et leur classification. Une étude approfondie de l'état de l'art sur des concepts reliés à ces opérations est présentée dans le Chapitre 2.

Chacune des étapes du traitement des données microtomographiques est illustrée dans les articles qui constituent le coeur de la thèse. L'Article 1 décrit en détail les techniques de traitement d'image pour réaliser la segmentation des phases et propose des méthodes d'extraction des propriétés géométriques qui sont ensuite utilisées pour identifier les différents

types morphologiques présents dans le matériau. L'application de ces méthodes est présentée pour un cas de caractérisation de fibres courtes naturelles, qui ont subi une dégradation importante pendant la fabrication du composite. L'article suivant développe cette approche en ajoutant des propriétés spatiales à la caractérisation morphologique et proposant des descripteurs d'ordre élevé pour comparer la géométrie et la distribution des défauts dans plusieurs spécimens fabriqués avec différents paramètres.

Les Articles 1 et 2 portent surtout sur des éléments homogènes de la microstructure, même si leur géométrie est relativement complexe. Les Articles 3 et 4 vont plus loin en proposant des méthodes de détection et de reconstruction des torons fibreux du renfort tissé d'un composite. Chaque toron est une structure composée des fibres individuelles, de résine et d'air emprisonné pendant la fabrication. La méthode d'identification des torons repose sur une combinaison des algorithmes d'apprentissage avec un modèle de krigeage dual. Cette formulation, à travers l'effet de pépite qui représente la variance de l'erreur de mesure, permet de contrôler le détail de la reconstruction de la géométrie de renfort. En résultat, on dispose de modèles réduits pour la simulation du comportement mécanique par éléments finis et des reconstructions détaillées pour déterminer certaines caractéristiques physiques du renfort comme sa porosité ou la perméabilité locale.

Le modèle krigé dans l'Article 3 est déterministe, tandis que la définition de la structure géométrique reste ambiguë. Pour explorer complètement les propriétés de la microstructure, la formulation stochastique du krigeage est introduite dans l'Article 4 pour modéliser la structure d'un renfort fibreux. En modélisant la géométrie comme le résultat d'un processus aléatoire gaussien, la formulation stochastique permet de générer des géométries plausibles et d'étudier la variabilité de la structure du renfort.

L'ensemble des méthodes présentées ici est une méthodologie automatisée pour l'analyse et la reconstruction de la microstructure de matériaux composites aux renforts fibreux à partir des données de microtomographie aux rayons X. Ces travaux ont donné lieu à la réalisation d'un logiciel *Composite Semantics* développée en langage *Python 3.6* par l'auteur.

ABSTRACT

The work presented here is the result of a joint Ph.D. project realized during the years 2014 to 2017 between the *Chair on Composites of High Performance (CCHP)* at the Mechanical Engineering Department of École Polytechnique de Montréal, Québec, and *Laboratoire Roberval* of Université de Technologie Compiègne, France. The main objective was to propose a methodology to transform data from digital imagery into reduced models suitable for both the exploration of the microstructure and numerical simulations, with a particular emphasis on composite materials visualized by X-ray microtomography.

This technique allows a nondestructive investigation of materials and is becoming increasingly popular in the field of composites. Its applications go from defect detection to the calibration of models of textile compression. Although the qualitative evaluation of the microstructure is straightforward with this technique, its main potential lies in the quantitative analysis. Due to the amount of data provided with each scan, an automated approach is necessary as well as a proper evaluation of the uncertainty of the proposed measurements.

Given the wide variety of aspects of a microstructure that are studied with the aid of microtomography, an effort was made to identify the key elements of such analyses and propose a general approach to characterize a composite material. These elements may be considered from the point of view of a material scientist, and include the identification of homogeneous (chemically distinct phases) and heterogeneous (aggregates of different phases) elements of a microstructure, the description of their morphology and the analysis of their spatial distribution. From the algorithmic point of view, this consists of phase and structure segmentation, extraction of geometric and spatial features, clustering and classification. An in-depth study of the state of the art of concepts related to those aspects is provided in Chapter 2.

The illustrations of each of those aspects are provided in four articles. The first article describes in-depth image processing techniques leading to phase segmentation and proposes methods for extraction of geometric features that are subsequently used to identify different morphological types in the material with the aid of clustering algorithms. The application of the method is presented for a composite reinforced with short natural fibers, where fiber degradation was estimated during the manufacturing process. The second article expands this approach by adding spatial features to the morphological characterization and proposes higher-order descriptors for the comparison of defect geometry and distribution in composites manufactured with different processing parameters.

The Articles 1 and 2 are mostly concerned with homogeneous, although geometrically com-

plex, elements of the microstructure. Articles 3 and 4 go a step further and propose methods for detection and reconstruction of fiber tows constituting a woven reinforcement. Each tow is a heterogeneous structure composed of individual fiber filaments, with resin between them, and residual air entrapped during manufacture. The method relies on the combination of learning algorithms with a dual kriging model which through the use of the nugget effect representing the variance of the measurement error, provides control over details of the reconstruction. Such a flexibility permits the generation of surface meshes of the fibrous reinforcement suitable for both finite element simulations of the mechanical behavior based on a smooth and optimized geometry, and for the estimation of local physical parameters such as porosity or permeability from a highly detailed and realistic material reconstruction.

The dual kriging model of Article 3 is deterministic, while the definition of a heterogeneous structure can be ambiguous. To fully explore the properties of a microstructure, a stochastic formulation is introduced in Article 4 to model the structure of a woven reinforcement. The geometry is considered to be the realization of a Gaussian Random Process. An indefinite number of plausible geometries, suitable for numerical simulations can be created.

The methodology presented here consists of automated processing tools to analyze and reconstruct the microstructure of composite materials with fibrous reinforcements based on X-ray mirotomographic scans. These tools are available in a *Composite Semantics Python 3.6* program developed by the author.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE iii

REMERCIEMENTS iv

RÉSUMÉ v

ABSTRACT vii

TABLE DES MATIÈRES ix

LISTE DES TABLEAUX xiii

LISTE DES FIGURES xiv

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS xviii

LISTE DES ANNEXES xix

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1
- 1.1 Approche expérimentale 2
- 1.2 Approche géométrique 4
- 1.3 Modèles numériques basés sur l'imagerie 5
- 1.4 Objectifs de la thèse 6
  - 1.4.1 Identification des phases 6
  - 1.4.2 Mesure de propriétés géométriques des éléments de phase et identification de types morphologiques 6
  - 1.4.3 Description de la distribution spatiale des phases 7
  - 1.4.4 Identification de structures hétérogènes 7
  - 1.4.5 Suivi de la propagation d'incertitude 8

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE 9
- 2.1 Introduction 9
- 2.2 Méthodologie 9
  - 2.2.1 Imagerie 2D 9
  - 2.2.2 Imagerie 3D 10
- 2.3 Microtomographie aux rayons X 12

2.3.1 Principes généraux . . . 12
2.3.2 Segmentation de phases . . . 13
2.3.3 Segmentation de structure . . . 15
2.4 Descripteurs de la microstructure . . . 18
2.4.1 Descripteurs géométriques . . . 19
2.4.2 Descripteurs spatiaux . . . 25
2.4.3 Descripteurs de niveau élevé . . . 27
2.5 Clustering . . . 29
2.6 Conclusions . . . 32

CHAPITRE 3 ARTICLE 1 : A CLUSTERING METHOD FOR ANALYSIS OF MORPHOLOGY OF SHORT NATURAL FIBERS IN COMPOSITES BASED ON X-RAY MICROTOMOGRAPHY . . . 35
3.1 Présentation du chapitre . . . 35
3.2 Abstract . . . 36
3.3 Introduction . . . 37
3.4 Experimental methods . . . 40
3.4.1 Material . . . 40
3.4.2 X-ray microtomography . . . 40
3.4.3 Image processing . . . 42
3.4.4 Mesh reconstruction . . . 43
3.5 Feature extraction . . . 45
3.5.1 Surface and volume . . . 45
3.5.2 Length and tortuosity . . . 45
3.5.3 Diameter and aspect ratio . . . 47
3.5.4 Complex geometry . . . 47
3.6 Morphology classification . . . 47
3.6.1 Feature selection . . . 49
3.6.2 Clustering . . . 49
3.7 Results and discussion . . . 52
3.7.1 Phase content . . . 52
3.7.2 Classification . . . 53
3.7.3 Feature variability . . . 53
3.8 Conclusions . . . 57

CHAPITRE 4 ARTICLE 2 : AN AUTOMATED METHOD FOR IDENTIFICATION OF DEFECT MORPHOLOGY AND SPATIAL DISTRIBUTION IN FIBER REIN-

FORCED COMPOSITES BASED ON X-RAY MICROTOMOGRAPHY 60
4.1 Présentation du chapitre 60
4.2 Abstract 61
4.3 Introduction 62
4.4 Experimental methods 64
4.4.1 Material 64
4.4.2 X-ray microtomography 64
4.4.3 Mesh reconstruction 66
4.5 Characterization of defects 66
4.5.1 Geometric features 67
4.5.2 Morphological classes 68
4.5.3 Spatial features and conglomerates 68
4.5.4 Defect genome 69
4.6 Results and discussion 70
4.6.1 Phase composition 70
4.6.2 Defect morphology 71
4.6.3 Defect conglomerates 76
4.6.4 Defect genomes 77
4.7 Conclusions 80
4.8 Acknowledgments 80

CHAPITRE 5 ARTICLE 3 : IMAGE-BASED MODEL RECONSTRUCTION AND MESHING OF WOVEN REINFORCEMENTS IN COMPOSITES 83
5.1 Présentation du chapitre 83
5.2 Abstract 84
5.3 Introduction 84
5.4 Geometric data extraction 86
5.4.1 Image processing 86
5.4.2 Point filtering 88
5.5 Contour reconstruction 90
5.5.1 Dual kriging 90
5.5.2 Nugget effect σ^2 92
5.6 Surface reconstruction 92
5.6.1 Section-by-section reconstruction 93
5.6.2 Parametric surface kriging 94
5.6.3 Smoothing and mesh reconstruction 96

5.7 Application to textile reconstruction from X-ray microtomography 96
5.7.1 Material and volume imaging 96
5.7.2 Reconstruction results 97
5.7.3 Fiber volume fraction and permeability 102
5.8 Conclusions 105

CHAPITRE 6 ARTICLE 4 : STOCHASTIC CHARACTERIZATION OF WOVEN REINFORCEMENTS IN COMPOSITES FROM X-RAY MICROTOMOGRAPHIC SCANS 110
6.1 Présentation du chapitre 110
6.2 Abstract 111
6.3 Introduction 112
6.4 Stochastic model of a fiber tow geometry 115
6.5 Stochastic sampling 120
6.6 Kernel calibration 120
6.7 Test case : fiber volume fraction of a woven reinforcement 125
6.7.1 Material and data acquisition 125
6.7.2 Data preprocessing 126
6.7.3 Fitting of the model 128
6.7.4 Stochastic characterization of V_f 131
6.7.5 Computational aspects 133
6.8 Conclusions 136

CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE 137
7.1 Segmentation des phases 137
7.2 Description de la morphologie 137
7.3 Caractérisation de la distribution spatiale 138
7.4 Identification du renfort tissé 139

CHAPITRE 8 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS 140
8.1 Synthèse des travaux 140
8.2 Limitations de la solution proposée 141
8.3 Améliorations futures 142

RÉFÉRENCES 143

ANNEXES 168

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3.1 Parameters of data acquisition with laboratory X-ray microtomography . . 41
Tableau 3.2 Range, mean $\bar{f}$ and standard deviation σ of geometric features 50
Tableau 4.1 Manufacturing conditions of analyzed specimens 65
Tableau 4.2 Scan resolution for different specimens 65
Tableau 4.3 Comparison of memory requirements and parameters of the surface mesh of defects identified in different specimens. Size of the voxel file was 3 GB for each specimen 71
Tableau 5.1 Comparison of memory requirements, tow volume (v_{tow}) and fiber volume fraction (V_f) errors for different types of reconstruction. Original voxel file required 3.35 GB of memory. 98
Tableau 6.1 Parameters of data acquisition with X-ray microtomography 126
Tableau 6.2 Statistics of data acquired from one microtomographic scan 126
Tableau 6.3 Input data for reconstruction of one tow contour 129

LISTE DES FIGURES

Figure 3.1 SEM images of mercerized short hemp fibers : (a) bundle of fibers ; (b) detail of fiber surface 41
Figure 3.2 Manufactured composite part with marked location of the specimen examined with X-ray micro-tomography 42
Figure 3.3 X-ray tomogram (a) untreated ; after (b) μ-based ; (c) μ and convolutions-based segmentation. The volume fraction indicated corresponds to the shown tomogram and not to the entire specimen 44
Figure 3.4 Reconstructed 3D surface mesh of all fibers. The insets A and B show details of the surface mesh. 46
Figure 3.5 Measurement of geometric features : (a) length ; (b) diameter ; (c) length and diameter for fibers with complex geometry. 48
Figure 3.6 Correlation graphs of geometric features. Pearson coefficients of linear correlation ρ are given in the upper part. Kernel density estimation functions appear in the diagonal. The values above 95^{th} percentile for volume and surface are removed for clarity 50
Figure 3.7 Dendrograms of different clusterings depending on the threshold distance . 52
Figure 3.8 Dendrogram of hierarchical clustering of all fiber data 54
Figure 3.9 Dendrogram of hierarchical clustering of fibers in class #3 55
Figure 3.10 3D surface mesh of all fibers with indication of their belonging to each morphological class 55
Figure 3.11 Examples of identified fiber morphology from all classes ordered by size. Note, that the scale differs between classes. 56
Figure 3.12 Comparison of mean values of geometric features for all classes : (a) volume ; (b) real length ; (c) tortuosity ; (d) aspect ratio. Parts of the volume and real length graphs were magnified to show the dispersion of values at the smaller scale 57
Figure 3.13 Volume of particular classes as a fraction of the volume of all fibers compared with the total count of fibers in each class. Classes #6-10 discerned within class #3 are identified to underline its variability 58
Figure 4.1 Extraction of fibers from banana plant and the final composite laminate . . 65
Figure 4.2 X-ray tomogram (a) untreated ; (b) after μ and convolution-based segmentation 66

Figure 4.3 3D reconstruction of phase geometry for specimen a6 : (a) fibers and polymer ; (b) defect phase only. The inset shows a detail of the reconstructed 3D surface mesh. For references to color please refer to the on-line version of this paper 67
Figure 4.4 Definition of box dimensions. 69
Figure 4.5 Relative phase volume fractions determined from segmented tomograms of specimens a1 to a7 72
Figure 4.6 Comparison of the mean values of geometric features of defects in specimens a1-a7 : (a) surface ; (b) volume ; (c) sphericity ; (d) aspect ratio. The mean value for all characterized defects is also included for reference 73
Figure 4.7 Dendrogram of hierarchical clustering on geometric features of defects. The threshold distance d_t is marked with a dotted line 74
Figure 4.8 3D visualization of defects in specimen a6 with the seven morphological classes indicated 74
Figure 4.9 Representative defect morphology from all classes ordered by size. Note, that the scale differs between classes 75
Figure 4.10 Conglomerates identified in specimen a3. 76
Figure 4.11 Conglomerate #1 in specimen a3 : (a) overall view of the conglomerate ; (b) conglomerate with morphological types indicated 77
Figure 4.12 Comparison of defect genomes of specimens a1 to a7. The relative volume fractions of defects are calculated for all defects in the specimen. The volume percentage of the defect phase in the specimen is shown on the right . . . 77
Figure 4.13 Genomes of defect conglomerates within individual specimens a1 to a7. . . 79
Figure 4.14 Segmented X-ray tomogram showing (a) air phase ; (b) isolated defects after masking 82
Figure 5.1 A comparison of two types of textile geometric representation : on the left the CAD model ; on the right the result of X-ray microtomographic reconstruction. Detail A shows single fiber filaments composing the fiber tow outline in a microtomographic scan 87
Figure 5.2 The results of an X-ray microtomographic scan : on the left, a 3D volume containing attenuation coefficients ; on the right, 2D tomograms extracted along the z direction 87
Figure 5.3 Image processing steps required to extract relevant data from microtomographic data for tow reconstruction 89

Figure 5.4 Interpolated fiber tow section based on (a) $N = 1520$ (all points) ; (b) $N = 1000$; (c) $N = 500$; (d) $N = 100$ points selected with the maximum curvature energy S 90
Figure 5.5 Notation used for fiber tow section reconstruction 91
Figure 5.6 Approximated fiber tow section for different strengths α of nugget effect σ^2. 93
Figure 5.7 Section-by-section reconstructions of fiber tow (a) without and (b) with contour filtering 94
Figure 5.8 3D reconstruction of tow geometry with parametric surface kriging for different strengths α of the nugget effect σ^2 95
Figure 5.9 3D surface mesh obtained by dual kriging : (a) before ; (b) after optimization by Diffuse Approximation (DA) 96
Figure 5.10 3D geometry reconstruction from untreated X-ray microtomographic data . 99
Figure 5.11 3D geometry kriging reconstructions for (a) $\alpha = 0$; (b) $\alpha = 10^{-2}$ 99
Figure 5.12 3D geometry reconstruction for $\alpha = 0.01$ with DA optimized mesh 100
Figure 5.13 Close-up view of the surface mesh for different types of reconstruction : (a) direct X-ray microtomography ; (b) kriging for $\alpha = 0$; (c) kriging for $\alpha = 10^{-2}$; (d) optimized by DA 101
Figure 5.14 Tomogram segmented into matrix and voids (white), and fibers (black) phases with FRF. 103
Figure 5.15 Definition of fiber v_{fib} and tow volume v_{tow} in the voxel-kriging model . . . 104
Figure 5.16 Error of (a) fiber volume fraction V_f and (b) permeability K of individual fiber tows compared to (a) untreated X-ray microtomography and (b) reconstruction for $\alpha = 0$ 105
Figure 5.17 Permeability of individual fiber tows for different directions of resin injection : (a) parallel to warp tows ; (b) parallel to weft tows ; (c) perpendicular to warp and weft tows ; and (d) maximal (parallel) permeability of all tows. Kriging reconstruction for $\alpha = 10^{-6}$ 106
Figure 5.18 Mesh of the mesoscale porous domain, i.e., the inverse of the fiber tows, reconstructed with $\alpha = 0.01$ and optimized with DA. Inset shows a detail of the transverse cut of the mesh 107
Figure 6.1 Results of the X-ray micro-tomographic scan of a polymer composite with glass fiber reinforcement TG96N60E from *Texonic* : (a) raw, unprocessed tomogram ; (b) phase segmentation probability ; (c) structure segmentation probability 114
Figure 6.2 Points (x^0, y^0) defining contour $\hat{\Gamma}^0$ of section Ω identified during tow segmentation superimposed on the function $\phi(x, y)$ of material distribution 117

Figure 6.3 Shape of kernel function defined in Eq. 6.11 for $t_i = 0, \ldots, 1$ and for varying θ (length-scale) 118
Figure 6.4 Mean (m_x, m_y) (Eq. 6.6) of the Gaussian Process for different values of θ and α : (a) $\alpha = 0.1 \cdot 10^{-7}$; (b) $\alpha = 0.05$ 119
Figure 6.5 Mean and samples of the contour $\hat{\Gamma}$ modeled with a Gaussian Process with different values of error scaling factor α : (a) $\alpha = 0.05$; (b) $\alpha = 2.5$ 121
Figure 6.6 Admissibility of contour $\hat{\Gamma}$ based on f_1 122
Figure 6.7 Values of (a) f_2 (contour perimeter) and (b) f_3 (tow area) in function of θ (length-scale) 124
Figure 6.8 Geometry of the composite specimen and location of the sample used in the microtomographic study 127
Figure 6.9 Results of the convolution of $P_s(x, y)$ with the Sobel filter (Eq. 6.20) : (a) in the x-direction ; (b) in the y-direction. The absolute value of the result has been scaled in the 0-1 range. Higher intensity indicates larger value of the derivative 129
Figure 6.10 Contour probability $P_c(x, y)$ obtained from $P_s(x, y)$. The result has been scaled in the 0-1 range 129
Figure 6.11 Points (x^0, y^0) identified after evaluating P_c from P_s data : (a) P_s overlaid with $\hat{\Gamma}^{init}$, (x^0, y^0) and $3 \cdot \sigma_{x^0}$, $3 \cdot \sigma_{y^0}$; (b) P_s and P_c for the point shown in the inset of (a) 130
Figure 6.12 Influence of θ and α on (a) f_2 (contour perimeter) and (b) f_3 (tow area) for the contour extracted from X-ray microtomographic data. The values of f_2 and f_3 are scaled to the 0-1 range 132
Figure 6.13 Admissible solutions for (a) small perimeter f_2 (b) small tow section area f_3 132
Figure 6.14 Error in fiber volume f_1 in respect to vol_{fib} for different α within confidence intervals (a) -3σ ; (b) $+3\sigma$. Please note that the scale in (a) and (b) differs by one order of magnitude 133
Figure 6.15 Sampling (green) of $\mathcal{GP}$ superimposed over the results of phase segmentation (black). The mean of $\mathcal{GP}$ is marked in blue and $\pm 3\sigma$ confidence interval is marked in red. For references to color please refer to the online version of this paper 134
Figure 6.16 Distribution of V_f for different error strength factors (a) $\alpha = 0.2$ (b) $\alpha = 2.5$. Here, the σ relates to the distribution of V_f 135

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

AE	*Acoustic Emission*
ART	*Algebraic Reconstruction Technique*
CAD	*Computer Aided Design*
CAO	conception assistée par ordinateur
CCD	dispositif à transfert de charges (*Charge-Coupled Device*)
CDT	*Constrained Delaunay Tetrahedralisation*
CFRP	*Carbon Fiber Reinforced Polymers*
CPU	*Central Processing Unit*
DA	*Diffuse Approximation*
FIB	faisceau ionique focalisé (*Focused Ion Beam*)
FRF	*Fast Random Forest*
GPU	*Graphics Processing Unit*
GRP	*Gaussian Random Process*
IBS	*Interaction Bisector Surface*
IMR	imagerie par résonance magnétique
KNN	*k-Nearest Neighbors*
MEB	microscope électronique à balayage
MRI	*Magnetic Resonance Imaging*
MST	*minimum spanning tree*
ND	*nondestructive*
NSGA-II	*Non-dominated Sorting Genetic Algorithm II*
NURBS	*Non-uniform rational B-spline*
PCA	*Principal Component Analysis*
PLSOM	*Parameter-less Self-organized Mapping*
REV	*Representative Elementary Volume*
RTM	moulage par transfert de résine (*Resin Transfer Molding*)
SEM	*Scanning Electron Microscope*
SIRT	*Simultaneous Iterative Reconstruction Technique*
SNR	*signal-to-noise ratio*
SOM	*Self-Organizing Map*
TEM	*Transmission Electron Microscopy*
UD	*unidirectional*
UHMWPE	*Ultra-High-Molecular-Weight Polyethylene*

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A RAPPORT DE LA FABRICATION ET ACQUISITION DE SCANS MICROTOMOGRAPHIQUES 168

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Le développement intensif des matériaux à haute performance, notamment des composites à fibres longues, est à l'origine de plusieurs nouvelles applications industrielles. La connaissance de ces matériaux revêt une importance cruciale pour analyser et prédire leur performance mécanique. Les renforts fibreux d'architecture tissée 2D ou 3D avec une matrice polymère constituent une classe de tels matériaux. Leur émergence est surtout remarquable dans les secteurs aéronautique et aérospatial, et même de plus en plus dans le domaine automobile, en raison de la possibilité qu'ils offrent de concevoir des structures «sur mesure», adaptées pour rencontrer les exigences d'un état complexe de contraintes.

Bien que les composites soient déjà bien établis, la connaissance théorique de leurs propriétés reste étroitement liée aux procédés de fabrication. Cette question se pose notamment pour les composites renforcés avec des tissus complexes, particuliérement ceux dont l'architecture est tridimensionnelle. Les différences entre la théorie et l'état réel du matériau sont reliées non seulement à la variabilité intrinsèque des constituants du composite, mais aussi aux défauts résultant de sa fabrication. Le choix des paramètres de fabrication n'est pas trivial, car les phénomènes physiques qui gouvernent la mise en oeuvre sont complexes. C'est le cas pour l'injection de résine à travers des renforts fibreux.

Pendant l'imprégnation d'un renfort tissé, deux modes d'écoulement sont observés selon la vitesse du front de résine : capillaire et visqueux. Ces modes d'écoulement sont reliés à la double échelle du renfort fibreux. Il s'agit de la porosité microscopique entre les filaments des torons et de la porosité mésoscopique entre les torons. Le mode d'écoulement visqueux est influencé principalement par la géométrie des mésopores entre les torons du renfort. L'imprégnation capillaire se produit d'abord à l'échelle microscopique entre les filaments à l'interieur des mêches fibreuses. Le couplage des deux écoulements simultanés contribue à la difficulté de modéliser et prédire les détails de l'imprégnation du renfort. Il rend aussi difficile de prévoir l'apparition des défauts, pour exemple la forme, taille et position de porosités résultant de l'emprisonnement d'air résiduel pendant le remplissage du moule.

La séconde difficulté est reliée aux changements dans la géométrie du renfort pendant la mise en oeuvre. Des manipulations pendant le transport, la découpe et le placement, puis la compaction du renfort dans le moule, induisent des déformations locales de la structure du tissu.

Les changements de géométrie les plus importants résultent de la compression du renfort après la fermeture du moule. Toutefois, il faut tenir compte aussi du cisaillement quand le renfort est drapé sur une surface courbe. Non seulement la géométrie des torons change, mais aussi leur positionnement relatif en raison notamment des phénomènes d'emboîtement (ang. «nesting»). Selon la méthode d'injection utilisée, d'autres déformations du renfort peuvent se produire, par exemple le lavage des fibres (ang. «fiber washing») dans le procédé moulage par transfert de résine (RTM) à haute pression.

Les phénomènes d'imprégnation à double échelle et les changements de l'architecture fibreuse pendant la mise en oeuvre rendent complexe la prédiction de la performance des matériaux composites. Pour optimiser la fabrication, on peut choisir entre deux approches : les essais expérimentaux ou la simulation numérique avec les limitations actuelles. Nous allons commencer par discuter de la première approche.

1.1 Approche expérimentale de caractérisation de la microstructure

Le première démande pour observer la microstructure d'un matériau composite consiste à examiner des spécimens fabriqués. On commence généralement par mesurer les propriétés moyennes du matériau, par exemple, la fraction volumique de ses constituants selon la norme ASTM D3171. Cette approche permet de caractériser des spécimens relativement grands. Toutefois, l'information moyenne obtenue pour tout le volume de l'échantillon, ne fournit pas d'indication sur la variabilité locale. De plus, dans le cas d'une mesure du taux de vides, l'échantillon est détruit. La mesure reste délicate et peu précise. Enfin, les résultats sont influencés par les conditions environnementales, surtout les variations d'humidité.

Pour mieux caractériser la variabilité locale de la microstructure, on peut aussi utiliser les techniques de visualisation. L'inspection de sections bidimensionnelles du matériau peut être réalisée avec un microscope optique ou, à plus haute résolution, avec un microscope électronique à balayage (MEB). Les deux techniques créent des images de la surface du matériau qui résultent de la perte d'énergie par absorption ou dissipation des photons pour la microscopie optique ou des électrons pour le MEB. Les changements d'intensité sur les images obtenues sont reliés au coefficient de réfraction du matériau et à la géométrie de la surface d'échantillon.

La détermination de paramètres caractéristiques du matériau à partir des images microscopiques dépend principalement de la qualité de la section observée. Quand on souhaite

analyser les défauts comme la porosité ou les fissures, il est nécessaire de procéder avec un soin particulier à la découpe et au polissage des échantillons, car les endroits avec de vides peuvent être altérés par l'application de la force ou remplis par les grains de polissage. Les mêmes précautions s'appliquent aux observations avec le MEB. Dans ce cas, des artefacts additionnels peuvent être observés en raison de l'accumulation de charges électriques sur les matériaux non conducteurs ou l'effet de bord sur les crêtes de la surface. Cette dépendance de la topographie de la surface dans les deux techniques de microscopie et la limitation des observations à la surface des échantillons rendent difficile l'analyse des composites renforcés par des tissus d'architecture complexe, surtout dans le cas des textiles 3D.

Pour palier à ces limitations, on peut appliquer les techniques de microscopie sur des sections consécutives des échantillons. L'échantillon' peut être érodé ou sa couche de surface enlevée avec un faisceau ionique focalisé (ang. «Focused ion beam», FIB) puis examiné progressivement par tranches. Bien que certaines caractéristiques de la géométrie 3D de la microstructure puissent être observées, un inconvénient majeur réside dans la nature destructrice de la méthode de mesure.

Pour ces raisons, les chercheurs se sont tournés vers les méthodes de visualisation de volume, comme la microtomographie aux rayons X en particulier. En comparaison avec des techniques mentionnées précédemment, l'échantillon reste intact pendant l'observation et aucune préparation spécifique n'est nécessaire. Bien que la résolution et la taille du spécimen observé soient généralement moins importantes que pour le MEB, un second avantage important de la microtomographie est sa faible sensibilité à la topographie du matériau. Les images microtomographiques résultent d'une mesure de la perte d'énergie d'un faisceau de rayons X traversant l'échantillon. Cette perte est directement reliée au numéro atomique du constituant du matériau. Cela signifie que la mesure est moins influencée par la topographie de la surface de l'échantillon ou par sa préparation. L'intensité locale de l'image peut être ainsi directement reliée à la distribution de phases chimiquement distinctes dans la microstructure.

Un dernier aspect en lien avec la caractérisation expérimentale porte sur le problème important du traitement d'un grand volume de données (ang. «Big Data»). Depuis que la majorité des techniques de préparation et de visualisation des matériaux est devenue automatique, on a commencé à accumuler les données plus rapidement qu'il n'est possible de les analyser. Par exemple, un résultat de microtomographie d'un échantillon de 3x3x5 mm^3, visualisé avec une résolution de 3 μm, donne un fichier de taille d'un à trois Gigaoctets. Pour plusieurs

résultats «cousus» ou pour un essais *in situ*, ce chiffre aboutit rapidement à des dizaines de gigaoctets ou même téraoctets pour le synchrotron. Une combinaison de ce grand volume de données avec les artefacts et le bruit présents dans les mesures handicape l'analyse expérimentale. A ceci s'ajoute le besoin d'étudier la microstructure pour les différents paramètres qui gouvernent la fabrication. Le défi devient très important et le dévéloppement de techniques spécifiques au traitement des grandes masses de données s'impose.

1.2 Modélisation géométrique de la microstructure

Étant confronté au problème du grand volume de données associé à l'acquisition des informations expérimentales, l'approche par les méthodes de la conception assistée par ordinateur (CAO), permettent de reconstruire un modèle de matériau directement utilisable pour des simulations du comportement mécanique, d'homogénéisation ou du procédé de fabrication. Pour des phénomènes relativement simples, ces méthodes se révèlent souvent suffisantes. Certaines données expérimentales sont toujours requises, mais ce sont souvent des valeurs moyennes (masse, densité) ou des spécifications de fabricant (p.ex. tisseur).

L'autre avantage des modèles théoriques réside dans la facilité de leur utilisation pour réaliser des simulations numériques. À moins qu'il ne soit introduit intentionnellement, le bruit est absent des reconstructions théoriques de la géométrie de la microstructure. Cela simplifie la création des maillages surfacique ou volumique, en moins, si comparée avec celle à partir des données brutes de visualisation de volume. Enfin, un modèle mathématique peut être facilement extrapolé pour représenter un spécimen plus grand, nécessitant une augmentation de ressources du calcul.

Telle liste des avantages d'approche théorique pourrait nous encourager à renoncer aux développements des approches géométriques fondées sur l'imagerie. Cependant, tout modèle théorique de la microstructure repose sur une abstraction du matériau réel. Cette observation devient particulièrement valable quand un modèle du nouveau matériau est requis, comme c'est souvent le cas pour les composites avec un renfort 3D. Cela nous mène à la question suivante : comment aborder le problème d'extraction des informations pertinentes sur la microstructure à partir de la surabondance des données expérimentales ? Cette tâche dépend de l'application visée et du modèle de microstructure qui sera construit. Par exemple, un modèle macroscopique à échelle unique va permettre de prédire le comportement moyen des phénomènes étudiés, mais sans la possibilité de créer un modèle multi-échelle, qui reste indispensable pour modéliser des phénomènes plus complexes. Idéalement parlant, la mé-

thode d'abstraction des propriétés du matériau devrait permettre de contrôler le degré de détails requis pour la simulation numérique.

Un autre concept retiendra aussi notre attention : il s'agit de l'erreur du modèle théorique en comparaison avec les données expérimentales. La complexité du procédé de fabrication génère un très grand nombre de configurations de la distribution des phases dans une microstructure, pourtant certaines parmi celles-ci sont plus plausibles que d'autres. Une calibration soigneuse du modèle numérique permettra de capturer la géométrie la plus probable et de fournir ainsi des données plus fiables pour les simulations.

1.3 Modèles numériques basés sur l'imagerie de la microstructure réelle.

Ni l'approche purement expérimentale, ni les modèles théoriques ne peuvent être utilisés seuls. Un compromis peut pourtant être obtenu en générant automatiquement des modèles numériques à partir des données d'imagerie d'une structure fabriquée expérimentalement. Le principal défi est d'extraire les informations nécessaires malgré le très grand volume de données réelles contenant du bruit. Afin de réaliser une caractérisation tridimensionnelle du matériau, une telle démarche sera entreprise ici avec la microtomographie aux rayons X.

Comme cela a été déjà mentionné, la microtomographie aux rayons X décrit par le moyen d'un coefficient d'atténuation μ la relation entre la perte d'énergie d'un faisceau de photons et la composition chimique du matériau. Cette technique permet de visualiser la distribution de phases en trois dimensions. Après l'acquisition et la reconstruction, les résultats sont enregistrés sous la forme d'un empilement d'images bidimensionnelles. Le coefficient d'atténuation μ est codé avec 8 ou 16 bits correspondents aux niveaux de gris. L'extraction des propriétés de la microstructure peut être accomplie en procédant comme suit :

1. identification des phases ;
2. mesure des propriétés géométriques des éléments de phase ;
3. identification des types morphologiques ;
4. description de la distribution spatiale d'une phase ;
5. identification de structures hétérogènes ;
6. suivi de la propagation d'incertitude.

1.4 Objectifs de la thèse

La conception d'une méthodologie générale de caractérisation et de reconstruction de la microstructure des matériaux composites à partir de données de microtomographie aux rayons X constitue le sujet principal de cette thèse. Au delà des motivations de ce travail qui sont citées ci-dessous, une étude sur l'état de l'art esr présentée dans le chapitre suivant. Cette renue bibliographique montre que plusieurs aspects importants d'un telle démarche ont rarement été abordés. C'est pourquoi une approche plus homogène peut se révéler bénéfique. Parmi ces aspects, on peut noter les points suivants :

— la précision de méthodes de segmentation des phases et des structures ;
— les limitations de la mesure des propriétés géométriques ;
— le besoin de considérer des descripteurs de haut niveau pour caractériser la microstructure et la distribution spatial de phases.

Pour illustrer la faisabilité de telle approche générale, chaque de quatre articles, qui constituent la partie centrale de la thèse, traite des mesures microtomographiques sur différents types de matériaux composites, en commencant par des polymères renforcées par des fibres naturelles, longues et unidirectionelles, et en incluant les composites aux renforts tissés en fibres de verre et de carbone. Le sujets traités dans les articles seront maintenant brièvement discutées.

1.4.1 Identification des phases

La première étape de l'extraction de données à partir des résultats de la microtomographie aux rayons X est la segmentation des images en niveaux de gris. Cette opération consiste à associer à chaque élément d'image, c'est-à-dire à chaque voxel, une phase particulière du matériau. Cette étape est fondamentale et son exécution influence tout le traitement ultérieur. Les défis incluent le traitement des artefacts, les changements de la gamme dynamique du coefficient d'atténuation μ et un choix adéquat de données d'entraînement pour l'algorithme de segmentation. Le probléme de la segmentation est abordé dans l'Article 1 consituant le Chapitre 3.

1.4.2 Mesure de propriétés géométriques des éléments de phase et identification de types morphologiques

Une fois segmentés, les éléments de la phase discontinue comme le renfort fibreux ou les défauts peuvent être analysés. La majorité des analyses quantitatives ne donne qu'une estimation des fractions volumiques moyennes respectives de chaque phase présente dans le

matériau. En revanche, plus d'information peut être obtenue grâce à la microtomographie si les voxels segmentés sont utilisés pour reconstruire un maillage surfacique des éléments de phase. Cette représentation permet de mesurer des propriétés géométriques comme le volume, la surface, la longueur, le diamètre ou le rapport de l'épaisseur sur la hauteur. Une telle description détaillée de la morphologie de chaque élément individuel de la phase permet non seulement de déterminer des propriétés moyennes de la microstructure, mais aussi d'étudier la variabilité de ses éléments constitutifs. Une analyse ciblée des propriétés géométriques pour des types morphologiques particuliers donne des informations précieuses sur le procédé comme la dégradation de fibres lors de la fabrication ou la formation de vides. Les méthodes de mesure des propriétés géométriques de la microstructure et la classification des types morphologiques sont décrites dans l'Article 1 faisant l'objet du Chapitre 3.

1.4.3 Description de la distribution spatiale des phases

La description morphologique obtenue dans l'étape précédente constitue un point de départ pour créer un modèle géométrique de la microstructure. Pour compléter cette analyse, la distribution spatiale des phases doit être décrite. A cette fin, un ensemble de descripteurs spatiaux est requis pour étudier le matériau sur plusieurs échelles. A cette étape, une tentative peut être faite pour identifier des regroupements d'éléments d'une phase dans l'espace et pour analyser leur composition du point de vue morphologique. Un défi supplémentaire peut alors apparaître en raison de la dimensionnalité du problème. Les descripteurs spatiaux et les méthodes de réduction de dimensionnalité sont discutés dans l'Article 2 présenté en Chapitre 4.

1.4.4 Identification de structures hétérogènes

Les fibres individuelles et les défauts comme les porosités sont composés d'habitude d'une phase chimiquement homogène. Leur identification par les méthodes de segmentation est donc limitée seulement par le contraste et la résolution des résultats de microtomographie. En revanche, des structures hétérogènes comme les torons de fibres sont plus difficiles à détecter. Aussi, selon l'application finale visée pour la géométrie reconstruite, un niveau de détail variable peut être requis. Dans certains cas, une reconstruction plus détaillée, proche de la microstructure expérimentale est requise. Dans d'autres cas, une géométrie simplifiée, semblable au modèle CAO, mais fondée sur les données observées expérimentalement, est préférable. Une méthode d'identification de structure du composite et la modélisation du renfort tissé avec un degré de détail ajustable est présenté dans l'Article 3 en Chapitre 5.

1.4.5 Suivi de la propagation d'incertitude

Toutes les mesures et les modèles proposés jusqu'à présent sont déterministes. Or dans l'étape précédente, on a fait remarquer que le problème de la détection de la structure du renfort n'est pas trivial. En effet, plusieurs solutions plausibles existent et une loi de probabilité devrait en principe être caractérisée à chaque position observée pour fournir une description complète de la microstructure. En outre, l'erreur associée à chaque méthode de mesure devrait être suivie pendant toutes les étapes de reconstruction de la microstructure, surtout quand l'identification finale est le résultat d'une combinaison d'opérations multiples. Une formulation probabiliste est proposée qui tient compte de l'erreur de segmentation. Cette approche originale est présentée dans l'Article 4 inclus dans le Chapitre 6.

La structure de la thèse est organisée comme suit. D'abord, la revue de l'état de l'art est présentée dans le Chapitre 2. Les quatre articles suivent dans l'ordre :

Article 1 *« A clustering method for analysis of morphology of short natural fibers in composites based on X-ray microtomography »* qui présente la méthode suivie pour identifier les phases et mesurer les propriétés géométriques de ses éléments ;

Article 2 *« Analysis of void morphology and distribution in natural fiber reinforced composites »* qui ajoute au travail précedent une analyse de la distribution spatiale d'une phase ;

Article 3 *« Image-based model reconstruction and meshing of woven reinforcements in composites »* qui traite l'identification de structures hétérogènes appliquée à un composite renforcé par un tissu à fibres longues ;

Article 4 *« Stochastic identification of woven reinforcements in composites from X-ray microtomographic scans »* port sur le suivi de la propagation d'incertitude.

Les contributions majeures des articles sont résumées dans le Chapitre 7 qui contient également une discussion générale. Enfin, une conclusion générale et des recommandations pour l'avenir sont exposées dans le Chapitre 8. Pour terminer, les deux annexes contiennent la documentation du code (Annexe) et le rapport de fabrication des échantillons (Annexe A) qui ont servi pour développer la démarche.

Pour terminer, les deux annexes contiennent :

Annexe ?? la documentation du code *Python* du logiciel « *Composite Semantics* » implémentant les concepts et les méthodes développés dans le cadre de la thèse ;

Annexe A le rapport de fabrication de l'ensemble des échantillons réalisés, contenant les paramètres de fabrication et d'acquisition microtomographique.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

2.1 Introduction

L'analyse bibliographique a pour le but de fournir un contexte et une vision globale des progrès actuels dans le domaine de la modélisation géométrique des composites à partir de l'imagerie 3D d'une microstructure expérimentale.

Cette étude commence par identifier les avantages et les limites de la caractérisation des matériaux en deux et trois dimensions. La microtomographie par rayons X (en laboratoire et avec un synchrotron) est identifiée comme une méthode efficace d'exploration des matériaux composites et quelques-unes des principales stratégies d'analyse de phase et de structure sont examinées avec des exemples d'application. Ensuite, les caractéristiques communes de ces observations et des méthodes pour les évaluer quantitativement sont présentées, en concentrant notre attention sur les caractéristiques géométriques et spatiales en particulier. Une discussion sur les différentes approches pour effectuer des regroupements suit. Enfin, la discussion est conclue par l'identification des principales questions relatives aux études microtomographiques sur les composites et un parallèle est esquissée avec la problématique des données massives (ang. « *Big Data* »).

2.2 Méthodologie

2.2.1 Imagerie 2D

Comme l'objectif visé ici est d'observer une microstructure, les méthodes de mesures habituelles de la métrologie traditionnelle ne sont pas applicables. Au lieu de cela, nous faisons appel à des méthodes pour augmenter nos capacités visuelles, comme la microscopie. En dépit de leurs avantages, ces techniques visuelles viennent à un coût, qui n'est pas toujours pas toujours entièrement perçu par leurs opérateurs. L'imagerie réalisée à partir de la microscopie optique est le résultat d'une interaction complexe du rayon de lumière blanche, transmis ou réfléchi, avec la structure moléculaire et la topographie de la surface du matériau Merle et al. (1998). En particulier, dans le cas des composites, l'interprétation des micrographes optiques est fortement influencée par la préparation du spécimen, qui consiste en plusieurs étapes de meulage et de polissage de la surface observée. Le résultat de ces opérations peut endommager le spécimen : le renfort fibreux peut être disloqué, les vides remplis de grains de polissage et déformés en raison des différentes vitesses de polissage des fibres et de la

matrice. Ces difficultés d'ordre pratique rendent complexe l'analyse des images et empêchent d'automatiser le processus d'analyse.

Une méthode moins intrusive est la microscopie électronique à balayage (MEB), où l'image est obtenue en analysant la diffusion des électrons après contact avec la surface de l'échantillon. Le contraste de l'image est substantiel même dans les spécimens non polis. L'imagerie MEB se présente sous la forme d'images en niveaux de gris à deux dimensions, où les valeurs se rapportent principalement à la topographie, à la composition chimique et à la conductivité électrique du matériau. L'imagerie MEB a été utilisée avec succès pour caractériser les fibres courtes (Avérous et al. (1997), Wuest et al. (2009)) et les composites tissés (Yu et al. (2015)). Elle a également été utilisée pour caractériser la morphologie et la distribution des défauts par Merle et al. (1998) et Hassan and Othman (2017). En raison de sa disponibilité et de sa haute résolution, la MEB reste la méthode principale pour valider d'autres approches d'analyse visuelle.

Outre les lois complexes qui régissent la microscopie optique directe et la MEB, leur principale limitation reste l'observation en deux dimensions de structures, qui en réalité sont tridimensionnelles, comme c'est le cas pour la plupart des composites. On peut soutenir que, parfois, les caractéristiques bidimensionnelles sont utiles pour une première caractérisation de certains paramètres d'une microstructure, surtout lorsqu'on utilise des méthodes de métallographie quantitative. Toutefois, cette approximation cesse d'être valide lorsque les microstructures étudiées sont complexes comme cela a été démontré par Velichko et al. (2007), où la morphologie du graphite dans la fonte sphérique a été analysée à partir de tranches simples et une reconstruction tridimensionnelle avec un faisceau ionique focalisé (ang. « *Focused Ion Beam* », FIB). Ces chercheurs ont constaté que les mesures 2D deviennent significativement moins représentatives pour des géométries complexes. Même si leur étude ne portait pas sur les matériaux composites, leur conclusion étaye l'hypothèse qu'un nombre limité de sections de spécimens peut ne pas toujours être représentatif de la complexité d'une structure tridimensionnelle.

2.2.2 Imagerie 3D

Dans le paragraphe précédent, nous avons mentionné la FIB qui est une technique 3D fondée sur la combinaison de l'imagerie MEB avec une érosion des couches consécutives du matériau avec un faisceau ionique concentré. L'application de cette technique aux matériaux composites reste limitée en raison de l'hétérogénéité du matériau : chaque étape d'érosion nécessite le calcul de l'énergie nécessaire pour enlever une couche du matériau et fournir une surface lisse et plate de manière à limiter l'impact de la topographie sur l'acquisition des images. En outre,

l'ensemble de la procédure requiert plusieurs heures de traitement et détruit l'échantillon. Toutes les observations *in situ* ne sont donc plus possibles. Des alternatives existent avec les techniques d'imagerie de volume non destructrices (ND) comme la microscopie confocale, l'imagerie par résonance magnétique (IRM) et la microtomographie aux rayons X.

La microscopie confocale est une technique premier plan en biologie qui a récemment trouvé une application intéressante en visualisant *in situ* l'imprégnation d'un domaine de particules de verre fritté (Datta (2013)). La principale contrainte pour assurer le succès de l'imagerie confocale était que la valeur du coefficient de réfraction des particules de verre soit semblable à celui du milieu d'imprégnation, afin de ne pas obstruer le champ de vision et permettre une caractérisation tridimensionnelle du flux de liquide. Malheureusement, cette technique n'est pas facilement applicable à des fibres autres que le verre, ce qui limite son application aux composites. Eberhardt and Clarke (2001) présentent une méthodode pour observer par imagerie confocale l'orientation tridimensionnelle des fibres dans des composites à matrice polymère avec une faible fraction de fibres (au-dessous de 6%). Ici aussi, l'application est limitée aux fibres de verre et les mesures sont effectuées en examinant un nombre limité de tranches du volume 3D.

L'imagerie par résonance magnétique (IRM) est une autre technique non destructive, particulièrement populaire dans le domaine médicale. En IRM, l'image est formée en mesurant la fréquence radio émise par les noyaux atomiques placés dans un champ magnétique externe. Cette technique exclue l'étude des matériaux magnétiques, surtout métalliques, mais elle reste adéquate pour les matériaux organiques comme les polymères renforcés par des fibres de carbone, et matériaux céramiques, comme des fibres de verre. Les temps d'acquisition relativement courts ont incité des chercheurs comme Endruweit et al. (2011) à cartographier la distribution des fluides lors de l'imprégnation de divers renforts tissés en fibres de verre ou de carbone. Leur étude a été particulièrement utile pour observer la formation de zones non imprégnées, bien que la résolution de 0,5 mm se révèle être une limitation significative, en particulier pour observer l'imprégnation à l'intérieur des mèches de fibres.

Une autre solution pour permettre la visualisation non destructive de la microstructure d'un matériau composite est la microtomographie aux rayons X, qui s'applique à la majorité des matériaux de renfort et des matrices tout en fournissant des images à haute résolution dans un laps de temps raisonnable. Une analyse plus détaillée sera présentée dans la Section 2.3. Pour l'instant, on se contente de souligner l'importance de cette technique. Au cours des dix dernières années, le nombre d'articles consacrés à l'étude des composites avec la microtomographie aux rayons X est passé de 20 en 2006 à près de 200 en 2016, avec plus de 150 déjà publiés pendant les premiers six mois de 2017.

2.3 Microtomographie aux rayons X

Contrairement aux techniques d'imagerie citées dans la section précédente (à l'exception de l'IRM), la microtomographie aux rayons X nécessite un ensemble d'étapes de post-traitement avant de fournir une reconstruction volumique finale. Ces premières étapes sont suivies par un certain nombre d'opérations pour interpréter la structure volumique observée. La segmentation ou séparation des phases est la première de ces observations, qui se révèle indispensable surtout si des mesures quantitatives sont envisagées. Cette section aborde brièvement les bases de l'imagerie par microtomographie, qui sera suivie par un examen des principales méthodes de segmentation de phase et de structure, et de leurs applications actuelles dans le domaine des composites.

2.3.1 Principes généraux

L'imagerie par microtomographie aux rayons X se compose de deux étapes principales : l'acquisition de radiographies et leur reconstruction par tomographie. La première partie n'est pas différente de la radiographie conventionnelle : une projection est obtenue en enregistrant l'énergie d'un rayon X ayant traversé un spécimen. En raison des interactions des photons avec la matière, l'image résultante enregistrera moins d'énergie à travers les matériaux de nombre atomique élevé. Pour les énergies de faisceau plus élevées, qui sont utilisées pour les métaux et les céramiques, l'image sera également influencée par la densité du matériau.

La tomographie est une technique d'imagerie volumique qui utilise des projections prises à des angles variables et repose sur la résolution de l'équation de la perte d'énergie sur le chemin parcouru par le faisceau incident. Dans le cas de la microtomographie aux rayons X, l'équation régissant la perte d'énergie est la Loi de Beer-Lambert (Baruchel et al. (2000), Herman (2009))

$$N_1 = N_0 \exp\left[\int_{path} \mu(x, y_1) dx\right] \tag{2.1}$$

où N_0 et N_1 sont respectivement les énergies incidente et transmise du faisceau, X et Y_1 désignent le *chemin* parcouru par le faisceau dans l'échantillon à une hauteur constante Y_1, et μ est le coefficient d'atténuation lié au nombre atomique et à la densité du matériau. Comme μ se rapporte à la composition du matériau, l'objectif de la reconstruction par tomographie est de calculer sa valeur dans le volume du matériau. Ceci est réalisé par une série d'algorithmes, les plus communs étant la « *filtered back-projection* », l'« *Algebraic Reconstruction Technique* » (ART), le « *Simultaneous Iterative Reconstruction Technique* » (SIRT) et la « *Constrain-based Fourier Method* » (Pace (2017)). Le résultat de la reconstruction est un empilement de tomogrammes, constitués d'images 2D en niveaux de gris. Chaque élément d'une telle

reconstruction est un voxel représentant, selon la résolution d'analyse, la moyenne μ dans une région cubique des dimensions égales dans chaque direction. Un tomogramme est analogue au résultat de l'imagerie microscopique, mais sans influence de la topographie de la surface. L'analyse des tomogrammes simples et de leurs empilements est l'objet principal de la suite de ce chapitre.

2.3.2 Segmentation de phases

L'une des principales applications de la microtomographie aux rayons X est l'estimation des pourcentages relatifs du volume des phases chimiquement distinctes du matériau. Par exemple, Requena et al. (2008) a observé l'évolution de la fraction de vides dans les alliages renforcés avec des fibres courtes d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) pendant le fluage. Dans le domaine des composites, Shigang et al. (2014) ont mesuré la fraction volumique de vides dans un composite carbone-carbone avec un renfort tissé. Dans l'article de Gommer et al. (2014), les changements de géométrie des mèches sont observés en fonction de la fraction relative du volume des fibres et sont utilisés pour étalonner un générateur de microstructure. De la même façon, Trias et al. (2007) utilisent une fraction volumique de fibres fixée pour déterminer les positions des fibres individuelles dans un modèle de composites renforcés par des fibres de carbone.

Toutes ces applications dépendent de la détermination des éléments de l'image correspondant à une phase particulière. Le processus d'attribution des phases est appelé segmentation et la précision de cette opération est d'une importance cruciale pour le reste du traitement. Actuellement, la segmentation manuelle réalisée par un expert humain est considérée comme une référence. Cette approche a été suivie par de nombreux chercheurs comme Guldberg et al. (2008), Jespersen et al. (2016), Bale et al. (2012), Yu et al. (2015), Velichko et al. (2007) et Wang et al. (2017). Étant donné qu'une image acquise avec une caméra CCD de résolution de 1000 pixels donne 10^9 voxels qui nécessitent une décision de l'opérateur, les approches automatiques sont indispensables.

La méthode la plus populaire est le seuillage. Dans cette approche, d'abord l'histogramme des valeurs de niveaux de gris correspondant à μ est analysé avec l'objectif de déterminer quelle plage de valeurs correspond à une phase donnée dans le matériau. En raison de changements dans l'intensité du rayon X, cette décision n'est valable que pour l'analyse particulière d'un spécimen donné. Une fois les plages déterminées, l'attribution de voxels à des phases spécifiques est faite en fonction des valeurs des seuils de chaque plage. Cette méthode a été employée dans la majorité des recherches documentées dans la littérature, parmi celles-ci on peut mentionner les articles de Ramaswamy et al. (2004), Blanc et al. (2006), Guldberg et al.

(2008), Jean et al. (2011), McCombe et al. (2012), Neves et al. (2014), Rolland et al. (2016), Hassan and Othman (2017), Odziomek et al. (2017), et Vanaerschot et al. (2017).

Pour situer le contexte historique, certaines des premières applications de la tomographie aux rayons X en science de matériaux ont porté sur l'étude de matériaux diphasiques (Baruchel et al. (2000)) comme les mousses céramiques et métalliques. Pour ce type de matériaux, seules deux valeurs du coefficient d'atténuation μ sont attendues, pour l'air et pour le matériau solide. Les valeurs de μ dans ce cas sont également censées être distinctes, sauf si la résolution de l'analyse est très faible et donne lieu à l'effet de volume partiel. Ceci se produit lorsque la taille du voxel est plus grande qu'un détail de la microstructure et contient donc un mélange de deux phases présentes dans le matériau. Pour un matériau à deux phases, le pourcentage relatif de chaque phase de ces voxels peut encore être approximé, mais ce n'est pas le cas pour les matériaux contenant trois phases ou plus, ce qui est commun pour les composites. L'effet de volume partiel, ainsi que d'autres artefacts tels que le durcissement du faisceau et l'artefact d'anneau, sont à l'origine du bruit dans les tomogrammes reconstruits, qui se manifeste par des valeurs non physiques lors de l'analyse de l'histogramme. En pratique, la séparation des pics correspondant à chaque phase repose souvent d'une manière arbitraire sur une inspection qualitative et visuelle du résultat, empêchant ainsi une estimation de l'erreur de segmentation.

Ces lacunes de la segmentation ont motivé des chercheurs tels que Bale et al. (2012), Yu et al. (2015), Wang et al. (2017) et Schock et al. (2016) pour corriger manuellement les résultats du seuillage, bien que l'efficacité d'une telle approche soit discutable. Une méthode plus automatique pour améliorer les résultats de segmentation par seuillage réside dans l'application de diverses opérations binaires sur des images comme l'érosion, la dilatation, l'ouverture et la fermeture tel que décrit par Blanc et al. (2006), Delisée et al. (2010), Naouar et al. (2015) et Rolland et al. (2016). Les opérations binaires ne sont pas sensibles à la nature des données traitées : ainsi tous les éléments de l'image sont soumis au même traitement, qui'ils proviennent d'une segmentation valable ou du bruit.

Pour pallier ces limitations, des modifications de l'algorithme de seuillage ont été proposées. Un seuillage automatique, fondé sur l'histogramme local connu sous le nom de seuillage Otsu a été utilisé par Dietrich et al. (2012a) pour identifier les fibres dans un composite carbone-carbone. Les résultats ont été meilleurs que ceux obtenus par le seuillage traditionnel, mais ont comporté les mêmes inconvénients, en particulier un manque de contrôle des erreurs. Kim and Lee (2013) ont comparé la performance d'Otsu avec un seuillage adaptatif d'une structure fibreuse dans une matrice polymère, en apportant une amélioration marginale.

L'effet de volume partiel est particulièrement difficile à gérer quand on cherche à détecter

des défauts comme des fissures dans les composites. La morphologie plate et mince comporte habituellement des dimensions plus petites que la résolution disponible. Pour détecter des défauts dans les composites unidirectionnels (UD) carbone/époxy, Wang et al. (2017) ont appliqué un algorithme de croissance de la région (ang. « *region growing* »). Dans cette approche, les points individuels, soit les points d'origine d'un élément de phase correspondant à une fissure sont d'abord sélectionnés manuellement par l'utilisateur. La région autour de ces points est étudiée et incorporée dans la phase considérée si la différence relative d'un coefficient d'atténuation μ avec un point d'origine est plus petite qu'avec celle du point voisin. La performance de l'algorithme est visiblement meilleure que celle de la segmentation, mais l'erreur reste inconnue.

Une autre solution pour détecter les fissures complexes a été présentée par Katunin et al. (2015). Les auteurs proposent une méthode de segmentation pour détecter des défauts dans les composites à matrice polymère à partir d'une transformation en ondelettes des projections radiographiques avant reconstruction de l'image volumique du spécimen. Cependant, comme dans tous les algorithmes mentionnés jusqu'ici, le contrôle de l'erreur n'est pas inclus. Florez-Ospina and Benitez-Restrepo (2015) ont abordé ce problème et se sont enquéris de la détectabilité des défauts dans des composites en nid d'abeilles. Bien que leur principale source de données était la thermographie infrarouge, les techniques de segmentation sont demeurées les mêmes. En préparant des spécimens avec des défauts introduits artificiellement, les auteurs furent capables de déterminer le rapport signal-bruit (SNR) et d'étalonner ainsi l'algorithme de segmentation.

2.3.3 Segmentation de structure

Jusqu'à présent, seulement le premier type d'analyse tomographique a été discuté dans le but de déterminer des fractions volumiques relatives des constituants du matériau. Ces constituants peuvent être dispersés et de géométrie complexe, mais leur composition chimique est relativement homogène. L'étude des composites renforcés par des tissus introduit une difficulté supplémentaire, car les mèches qui composent l'architecture textile sont des structures hétérogènes composées de milliers de filaments fibreux individuels. Dans le cas d'un composite manufacturé, elles contiennent également de la résine et de l'air résiduel emprisonné pendant la fabrication. Dans ce cas, l'utilisation des algorithmes de segmentation de phase n'est plus possible car le coefficient μ d'une structure hétérogène est trop variable, surtout à des résolutions plus élevées.

En même temps, les difficultés pour identifier la géométrie du renfort fibreux dans une image microtomographique sont multiples. Tout d'abord, la géométrie des renforts tissés dévie des

idéalisations théoriques fournies par les logiciels textiles comme *TexGen* par exemple (Sherburn (2007)). On présume que ceci peut expliquer pourquoi les simulations de l'écoulement à travers un renfort fibreux ne permettent pas de prédire avec une précision suffisante la perméabilité des textiles industriels (Boisse (2011)). Deuxièmement, la mesure des paramètres géométriques du tissu est instructive à plusieurs égards. Même si les dimensions de l'échantillon restent limitées, certaines caractéristiques clés comme la géométrie de la chaîne et de la trame peuvent être déduites de l'analyse microtomographique. Enfin, la représentation géométrique des microstructures réelles peut aider à comprendre des phénomènes comme la compression des renforts textiles lors de leur placement dans le moule. Les question relatives à la compression et à la perméabilité des renforts seront abordées ci-dessous.

Perméabilité

Les études visant à prédire la perméabilité soit par des solutions analytiques ou des simulations numériques sont sujettes à l'erreur, même pour des modèles de textile très proches des configurations expérimentales. Ceci a été constaté notamment par Arbter et al. (2011) et Vernet et al. (2014). Ceci est particulièrement vrai pour les renforts textiles avec des architectures tridimensionnelles. Pearce et al. (1998) ont essayé d'identifier les paramètres critiques qui gouvernent la perméabilité en injectant des textiles de différentes architectures dans un moule transparent. La progression de la résine a été suivie dans le moule, et la distribution des pores du renfort caractérisée à l'aide de micrographies optiques. Selon la principale conclusion de ce travail, non seulement l'architecture de tissage, mais aussi la géométrie des mèches individuelles influencent la perméabilité.

Les progrès de l'imagerie volumique ont permis non seulement d'estimer la quantité moyenne d'air résiduel, mais aussi d'étudier la distribution spatiale tridimensionnelle précise des vides et de la corréler avec les propriétés géométriques locales des mèches (Madra et al. (2014)). En outre, les travaux comme ceux de Naouar et al. (2015) et de Straumit et al. (2016), après avoir effectué la segmentation des données microtomographiques et reconstruit un maillage, évaluent la perméabilité d'un composite renforcé par un tissu 3D en résolvant les équations de Navier-Stokes directement sur le modèle d'une microstructure réelle.

La robustesse des solutions obtenues n'est pas encore établie, car les méthodes de segmentation de structure ne permettent toujours pas de contrôler l'erreur de reconstruction. Naouar et al. (2015) utilisent une matrice de co-occurrence des niveaux de gris pour calculer l'homogénéité locale, qui est diffèrente selon les orientations de la trame et de la chaîne. Après l'identification initiale, les autheurs appliquent une série d'opérations binaires comme la fermeture et le remplissage des trous, mais sans examiner leur impact sur la reconstruction

finale. La segmentation de structure présentée par Straumit et al. (2016), qui s'appuie sur leurs travaux antérieurs (Straumit et al. (2015)), combine les valeurs des niveaux de gris et des orientations pour identifier les voxels appartenant à des mèches individuelles de fibres. La méthode fonctionne de façon satisfaisante pour des architectures 3D, mais encore une fois, aucune évaluation des erreurs n'est fournie.

Compaction

L'étude de la géométrie textile par Naouar et al. (2015) citée ci-dessus ne se limitait pas à la prédiction de la perméabilité. Les auteurs ont également utilisé une reconstruction géométrique du renfort tissé pour simuler sa compression transversale par la méthode des éléments finis. L'approche employée avait déjà été présentée dans l'article de Naouar et al. (2014), où un textile plus simple 2D avait été analysé par la microtomographie aux rayons X et sa microstructure reconstruite pour étalonner un modèle de tension biaxiale. Les résultats de la simulation numérique ont montré un bon accord avec les mesures expérimentales, bien que les auteurs supposent qu'ils pourraient encore être améliorés en changeant la stratégie de maillage.

Les travaux de Green et al. (2014) approchent le problème de la modélisation de la compression d'un renfort tissé d'une manière différente en proposant un élément numérique « multichaînes », dans lequel les filaments des mèches du textile sont regroupés en super-éléments pour simuler la compression. Les auteurs proposent une méthodologie fondée sur une géométrie idéalisée du volume élémentaire représentatif (REV) du spécimen. Un script *Python* (Biernat and Lutz (2015)) extrait ensuite les principaux paramètres de la géométrie du textile et génère un modèle « multichaînes » peu entrelacé pour calculer la déformation du tissu. Enfin, la géométrie est transformée en un maillage d'éléments finis pour d'autres calculs, par exemple, pour simular l'imprégnation de la résine. Les auteurs ont proposé un scénario expérimental pour valider leur approche et effectuer des analyses microtomographiques aux rayons X d'une préforme sèche pour des niveaux de compression croissants. La comparaison qualitative des données microtomographiques avec les résultats des simulations a été jugée suffisante pour valider le modèle numérique. Compte tenu de la variabilité locale d'un textile comme en témoignent les travaux de Vanaerschot et al. (2016), cette conclusion pourrait bénéficier d'une étude plus approfondie des mesures quantitatives des scans.

Une autre utilisation de la microtomographie pour valider le modèle de compaction de la préforme est citée par Yousaf et al. (2017). L'auteur combine une analyse tomographique standard avec le logiciel Avizo (FEI (2017)) avec une extraction manuelle des mèches par la sélection «lasso» (manuelle) toutes les 3 à 5 tranches. Avizo interpole ensuite la géométrie du

tissu et effectue une analyse quantitative des caractéristiques géométriques comme la surface de la section d'un toron, son épaisseur, sa largeur et son ondulation. Les auteurs vont un peu plus loin que leurs prédécesseurs en s'efforçant de caractériser aussi la variabilité du textile. Du point de vue pratique, cette méthodologie exige de nombreuses heures de travail effectuées par un opérateur humain qualifié.

Conclusion La microtomographie devient de plus en plus employée pour étudier la microstructure des matériaux composites. Deux principales opérations sont importantes : la détection des phases individuelles chimiquement distinctes comme les fibres, la matrice et l'air résiduel correspondant aux défauts. Le deuxième type d'opération concerne l'extraction d'informations sur la géométrie 3D d'un renfort textile. Après une analyse plus approfondie, ces deux opérations présentent des défis importants en raison des artefacts d'imagerie et de reconstruction. Malheureusement, la complexité et le nombre d'étapes du traitement des images amènent certains utilisateurs vers des solutions logicielles de type « boîte noire », qui nécessitent une évaluation critique. Dans tous les travaux présentés ci-dessus à l'exception de deux (Florez-Ospina and Benitez-Restrepo (2015) et Madra et al. (2014)), aucune information sur l'erreur de l'algorithme de segmentation n'est fournie. On peut supposer que cette erreur est trop faible et serait compensée par la variabilité locale du matériau. En même temps, on peut s'interroger sur la validité des modèles numériques fondés sur la géométrie reconstruite à partir de la microtomographie, car à ce stade-ci, une vérification de la robustesse des opérations de segmentation s'impose.

2.4 Descripteurs de la microstructure

Dans son article *« Catégorisation de la classification »*, Good (1965) a décrit le processus de classification. Confronté à un ensemble d'objets, la première tâche consiste à les caractériser par un ensemble de mesures. Dans notre cas, les *caractéristiques* (ang. *features*) sont les résultats numériques ou catégoriques d'évaluations quantitatives réalisées sur la reconstruction microtomographique de la microstructure. Les méthodes ou concepts à travers lesquels on fait l'acquisition des caractéristiques sont appelés *descripteurs* d'une microstructure.

Après avoir établi la composition chimique du matériau, qui pour la microtomographie est équivalente aux opérations de segmentation discutées dans les sections précédentes, l'étape suivante consiste à déterminer la forme et la distribution des éléments constitutifs du matériau. Ces mesures correspondent respectivement à des descripteurs géométriques et spatiaux, qui font l'objet des deux sections suivantes. Une fois que ces descripteurs «simples» auront été présentés, des descripteurs d'ordre supérieur, qui combinent les deux types de descripteurs

géométriques et spatiaux seront abordés.

2.4.1 Descripteurs géométriques

La caractérisation de la microstructure en mesurant sa géométrie est la première étape pour passer d'une description abstraite telle que la fraction volumique relative dela phase à une reconstruction réaliste. Les termes « descripteur géométrique » et « caractéristique géométrique » ont récemment été employé plus fréquemment dans le domaine de matériaux (Singh et al. (2008), Latil et al. (2011), Viguié et al. (2013), Legland and Beaugrand (2013), Marulier et al. (2015), Schwarzkopf and Muszynski (2015)). Li (2014) dans son article de revue tente de résumer divers descripteurs géométriques utilisés dans la représentation de la structure à micro- et méso-échelle bien que son champ d'application soit plus orienté vers des fonctions utilisées dans la création de modèles théoriques de type Torquato (1991) (voir aussi l'édition mise à jour de l'ouvrage de Torquato (2002)).

La définition des caractéristiques géométriques et des descripteurs que nous aimerions aborder ici concerne tous les types de mesures géométriques, allant de la détermination des dimensions maximales d'un élément de phase à sa surface et son volume. Avant de passer à l'analyse des descripteurs géométriques choisis et d'expliquer comment ils ont été utilisés pour caractériser les constituants des composites, nous aimerions faire quelques remarques.

Tout d'abord, la plupart des descripteurs géométriques pour les structures 3D ont évolué à partir de la métallographie quantitative, c'est-à-dire à partir de mesures statistiques de la taille de grains métalliques en microscopie optique, MEB et électronique de transmission (TEM). Ces mesures avaient pour but de caractériser une géométrie tridimensionnelle avec des mesures en deux dimensions. Des hypothèses ont été émises, supposant qu'un nombre suffisamment grand de mesures donneraient des résultats représentatifs de la structure réelle du matériau. Avec l'avènement des techniques 3D, cette revendication se révèle non fondée, au moins pour une géométrie complexe comme l'a montré Velichko et al. (2007) dans l'étude de la morphologie du graphite dans la fonte. Dans cette étude, la représentation 3D de la microstructure a été obtenue par FIB. Le seuil dans les images étant trop faible, les auteurs ont effectué une segmentation manuelle complète pour assurer l'exactitude du traitement. Ensuite, ils ont procédé à la mesure de caractéristiques géométriques comme la sphéricité et la compacité, qui sont dérivées des mesures de volume et de surface. Pour traduire le plus possible la robustesse des mesures, ils ont utilisé des méthodes de métallographie et répété les mesures pour chaque image dans l'empilement. Ces résultats ont ensuite été comparés aux mesures 3D. Pour une morphologie de graphite relativement simple, les résultats en 2D et 3D étaient cohérents. Avec l'augmentation de la complexité géométrique de la microstructure,

les divergences entre les descripteurs 2D et 3D sont devenues trop importantes pour qu'on puisse considérer la méthode comme robuste.

L'analyse ci-dessus pourrait mener à la conclusion que les descripteurs géométriques 2D sont insuffisants pour définir complètement une géométrie 3D complexe. Une autre explication de ces résultats peut provenir de raisons purement pratiques : les deux mesures ont été réalisées avec des logiciels commerciaux (Amira, actuellement Avizo FEI (2017)), avec des détails d'implémentation difficilement accessibles. En gardant ces remarques à l'esprit, nous allons maintenant procéder à revue critique des mesures géométriques réalisées pour caractériser la microstructure d'un matériau composite, en commençant par la géométrie des vides résiduels, l'endommagement, des fibres et enfin, la structure du renfort tissé.

Vides et porosité

Les termes «vides» et «porosité» demandent des éclaircissements. Un vide dans le contexte des composites à matrice polymère correspond à l'air résiduel dans le matériau, emprisonné pendant la fabrication soit en raison de l'absence de résine (Hamidi et al. (2004), Lee et al. (2006)), de l'humidité résiduelle (Grunenfelder and Nutt (2010)) ou de la formation de vapeurs chimiques pendant la cuisson du composite. Les vides peuvent être caractérisés à différents stades de la fabrication du composite, de sorte que leur géométrie et la distribution peuvent changer dans le temps. Dans la littérature la formation de vides dans les pièces a été décrite par de nombreux auteurs (Chang and Hourng (1988), Lundström and Gebart (1994), Hamidi et al. (2004), Lee et al. (2006)), du transport de vides (Kang and Koelling (2004), Gangloff et al. (2014a), Gangloff et al. (2014b)), tandis que l'analyse post-fabrication des vides a été étudiée par Varna et al. (1995), Hamidi et al. (2005) et Madra et al. (2014).

La définition de la porosité dépend du contexte. Si l'on considère le renforcement sec et non imprégné, la porosité se rapporte aux espaces entre les fibres (porosité microscopique) ou entre les mèches de fibres (porosité mésoscopique) qui forment le domaine d'écoulement du milieu poreux, dans lequel la résine est injectée. Après fabrication, le terme « porosité » est employé de façon interchangeable avec le terme « vides ». Dans ce sens, il est habituellement appliqué dans le contexte de l'évaluation de la performance mécanique ou de la détection de défauts. Dans la suite, par souci de cohérence, nous allons nous référer aux vides pour désigner l'air résiduel dans le matériau à la fin de l'injection et à la porosité caractéristique intrinsèque de l'armature fibreuse.

La majorité des analyses des vides à ce jour se sont concentrées sur l'estimation de leur fraction volumique relative (Hassan and Othman (2017)), qui peut être facilement introduite dans les modèles existants de comportement mécanique et d'endommagement. Des mesures

réalistes de la géométrie des vides dans les composites sont moins courantes. Jin et al. (2017) ont étudié le contenu, la morphologie et la distribution des vides pour différents paramètres de fabrication tels que le cycle de cuisson, la température et la pression dans le moule dans le but d'optimiser les propriétés mécaniques d'une plaque composite contenant des torons orientés. La caractéristique géométrique mesurée était le volume de vides calculé avec le code de l'auteur. Il n'y a pas d'information concernant les algorithmes utilisés pour déterminer le volume, ni d'indication si la méthode repose sur des mesures effectuées sur les voxels ou bien sur le maillage reconstruit.

Dans le travail de Tserpes et al. (2016), le volume des vides individuels (pores) a été mesuré dans une mèche de carbone unidirectionnelle à l'aide d'un logiciel commercial dédié aux analyses microtomographiques (VG Studio Max (Volume Graphics (2017))). Les vides ont ensuite été répartis arbitrairement en trois groupes selon leurs volumes respectifs. Ceci permet de distinguer des zones de porosité minimale, moyenne et étendue. Cette information est ensuite utilisée dans les simulations par éléments finis du comportement mécanique. Un bon accord a été obtenu dans cette étude avec les données expérimentales.

Drach et al. (2011) ont également proposé une méthode pour inclure les vides dans un modèle à plusieurs échelles pour simuler les propriétés élastiques d'un composite carbone-carbone avec une matrice nanométrique et des vides 3D (pores) avec des formes irrégulières. Une comparaison a été faite sur l'impact de la simplification de la géométrie des vides en tant qu'ellipsoïdes. Aucune caractéristique géométrique directe n'a été mesurée, mais les paramètres des ellipsoïdes équivalents ont été récupérés en effectuant la décomposition en vecteurs propres de la matrice de covariance des coordonnées 3D de voxels définissant l'élément individuel d'une phase. Les racines carrées des valeurs propres ont ensuite été considérées comme les demi-axes des ellipsoïdes reconstruits. En fin de compte, cette approximation a entraîné une différence de 10 à 20% dans les propriétés élastiques en tension entre le modèle de haute-fidélité de la microstructure et le modèle simplifié.

Un cas d'analyse de porosité est présenté par Ramaswamy et al. (2004) où les paramètres d'un tissu porteur dans la fabrication de papier ont été mesurés. Les caractéristiques d'intérêt étaient le diamètres de pores, le diamètre hydraulique et la tortuosité. Malgré l'utilisation de la microtomographie aux rayons X, les auteurs se réfèrent à la morphologie mathématique (i.e., opérations binaires) pour mesurer ces caractéristiques sur des tomogrammes individuels. Les mesures sont répétées dans deux directions orthogonales pour comparer la morphologie. La géométrie reconstruite est ensuite utilisée pour simuler de la diffusion de vapeur par la méthode de Monte Carlo. Aucune mesure expérimentale n'a été effectuée pour valider ces résultats.

Géométrie de l'endommagement

La géométrie des vides reste relativement simple, allant d'une sphère à un cylindre. En revanche, la même chose n'est pas vraie pour les fissures et autres occurrences des mécanismes de dommages. En effet, même la segmentation des fissures pose un problème en raison de l'effet de volume partiel (PVE). La raison du PVE est l'apparition de valeurs interpolées du coefficient d'atténuation μ lorsque la résolution de l'analyse est plus faible que les détails de la microstructure. Cette complexité a conduit certains chercheurs à réduire l'analyse à une évaluation qualitative. L'exemple d'un tel travail est celui réalisé par Liotier et al. (2010) sur la caractérisation de la morphologie 3D des microfissures dans les composites avec des préformes multiplis multi-axiales en carbone cousu. La forme et l'emplacement des fissures ont été notés et des mécanismes de défaillance sous-jacents ont été postulés tennant compte de leurs aspects respectifs. De même, Wang et al. (2017) décrivent qualitativement les fissures dans un composite UD carbone-époxy. Ces auteurs ont essayé de relier la formation des fissures à l'apparition de bandes de pliure.

La complexité des fissures a incité les chercheurs à s'appuyer sur des solutions logicielles comme celles fournies par VG Studio Max (Volume Graphics (2017), Scott et al. (2011), Scott et al. (2012), Nixon-Pearson and Hallett (2015)) et Avizo (FEI (2017), McCombe et al. (2012), Nixon-Pearson and Hallett (2015)). Quelquefois, des résultats de mesures sont données, mais sans révéler la méthode. Dans Rolland et al. (2016), la segmentation est effectuée avec le logiciel Avizo. On peut supposer que ce logiciel a également servi à extraire les caractéristiques géométriques. Toutefois, les données pour une analyse d'erreur ne sont pas disponibles. Bien que les recherches citées ci-dessus fournissent des connaissances précieuses sur les mécanismes d'endommagement dans différents types de composites, toute mesure quantitative devrait être considérée avec réserve car fondée sur des méthodes difficiles à valider.

Fibres

Alors que la caractérisation géométrique des dommages dans les composites était généralement jugée trop complexe pour développer des descripteurs appropriés, ce n'est pas le cas pour les fibres. Certaines des méthodes sont issues des descripteurs 2D développés pour l'analyse des images de microscope ou des balayages 2D standard. Un tel exemple est fourni par le travail de Legland and Beaugrand (2013), qui emploie un ensemble de 19 dispositifs géométriques pour mesurer les caractéristiques géométriques de fibres lignocellulosiques courtes. Les mesures effectuées sur des images pixellisées consistaient à compter les pixels classés comme appartenant à une fibre particulière. Ces calculs peuvent être étendus au cas 3D, parfois en substituant simplement "voxel" au "pixel". À cette fin, nous citons ci-dessous les

définitions utilisées par ces derniers auteurs :

- *surface* : nombre de pixels appartenant à l'objet multiplié par le carré de la résolution ;
- *périmètre* : nombre d'intersections avec lignes distinctes de diverses orientations (formule de Crofton) ;
- *circularité*, *sphéricité*, *déficit isopérimétrique*, *facteur de forme* : descripteur complexe avec des définitions variables pour décrire la forme d'un objet indépendamment de sa taille ; parmi eux le plus commun est $\frac{4\pi \cdot surface}{perimètre^2}$;
- *convexité*, *solidité* : rapport de la *surface* sur celle de l'enveloppe convexe de l'objet ;
- *longueur d'ellipse*, *largeur d'ellipse* : respectivement la longueur de l'axe principal et secondaire de l'ellipse d'inertie ;
- *élongation* : rapport de la *longueur d'ellipse* sur la *largeur d'ellipse* ;
- *diamètre de Feret*, *largeur de Feret* : respectivement les diamètres maximum et minimum mesurés dans toutes les directions ;
- *longueur de Feret* : *diamètre de Feret* calculé dans la direction perpendiculaire au *diamètre de Feret* minimal ;
- *ratio de Feret* : rapport de la *longueur de Feret* sur la *largeur de Feret* ;
- *rectangularité* : rapport de la *surface* à la surface du rectangle orienté Feret ;
- *diamètre géodesique* : plus grande distance entre les deux points de l'objet ;
- *tortuosité* : rapport du *diamètre géodesique* sur le *diamètre de Feret* maximal ;
- *circularité géodesique* : rapport du *diamètre géodesique* sur le diamètre d'une particule circulaire avec la même zone ;
- *rayon du cercle inscrit* : rayon du plus grand cercle qui peut être inscrit dans la particule ;
- *rayon du cercle circonscrit* : rayon du plus petit cercle qui entoure complètement la particule ;
- *ratio du cercle* : rapport de *rayon du cercle circonscrit* au *rayon du cercle inscrit* ;
- *élongation géodesique* : rapport du *diamètre géodesique* sur le double du *rayon du cercle inscrit*.

Étant donné une telle abondance de mesures, l'analyse de Legland and Beaugrand (2013) va plus loin afin d'identifier les plus significatives dans la description de la morphologie des fibres naturelles courtes. Les auteurs effectuent une analyse corrélative de paires de fonctionnalités, une analyse en composantes principales (PCA), puis sélectionnent les fonctionnalités

pertinentes par le biais de regroupement ascendant hiérarchique. Ce travail complet fournit un excellent exemple d'analyse profonde de la géométrie des fibres fondée sur l'imagerie.

D'autres exemples de mesures de fibres peuvent être trouvés en dehors du domaine des composites à matrice polymère, par exemple dans le travail de Mertens et al. (2015), où le volume et la longueur des fibres courtes de carbone dans une matrice de magnésium est caractérisée pour différents paramètres de fabrication. Le volume est mesuré par sommation des voxels composant l'objet et la longueur est évaluée en mesurant le plus grand diamètre de l'objet, ce qui est équivalent en 3D au *diamètre de Feret* dans la nomenclature ci-dessus. Les chercheurs ont aussi effectué une étude de sensibilité pour évaluer l'impact de l'élimination des fibres les plus petites et des éléments de fibres irrégulières sur la caractérisation globale. À la résolution considérée, l'élimination des détails a donné des résultats avec une marge d'erreur associée au bruit et aux artefacts des images microtomographiques.

Tout un groupe de techniques de mesure appliquées aux fibres est associé à leur détection. Les œuvres de Czabaj et al. (2014), Fast et al. (2015), Yu et al. (2015) sont reposent sur le même principe de détection des centres des fibres individuelles, puis sur l'expansion de la sélection jusqu'à ce qu'une discontinuité du gradient fort soit détectée. La reconstruction de la géométrie 3D des fibres permet une exploration plus poussée de leur orientation locale ou des changements de diamètre. Bien que très aboutie, cette méthode est limitée aux fibres synthétiques uniquement et suppose que la section transversale circulaire ou au moins elliptique des fibres.

Renforts tissés

Au cours de la discussion sur la segmentation des structures dans la section 2.3.3, nous avons déjà évoqué certains travaux liés à l'identification de la géométrie des renforts tissés dans les composites. Ici, nous voudrions rendre compte des mesures des caractéristiques géométriques des torons employées dans la littérature pour analyser la structure des renforts. La majorité des solutions employées consiste à faire un ajustement manuel d'une ellipse sur la section transversale d'une mèche de fibres de la structure tissée en utilisant ses axes principal et mineur comme descripteurs. Cette approche est présentée dans Bale et al. (2012), Shigang et al. (2014), Barburski et al. (2015), Wang and Wang (2016a), Wang and Wang (2016b), Aravand et al. (2016), Yousaf et al. (2017), Vanaerschot et al. (2017). Dans la plupart de ces cas, l'évaluation des propriétés du tissu est limitée à un certain nombre de tomogrammes, le maximum trouvé étant 50 chez Vanaerschot et al. (2017), en raison de la quantité de travail manuel requis. Les paramètres géométriques déterminés de cette façon sont ensuite utilisés pour caractériser la variabilité du textile et pour étalonner les logiciels

générateurs de textiles. Un exemple particulièrement intéressant de cette procédure est fourni par Vanaerschot et al. (2017). À ce sujet, on peut noter qu'il y a lieu de s'interroger sur la plausibilité de l'approximation des coupes transversales du textile par des ellipses, car on peut observer, dans toutes les études citées ci-dessus, que les mèches ne sont pas symétriques, mais plutôt aplaties avec généralement des formes pointues et dissymétriques sur les côtés.

2.4.2 Descripteurs spatiaux

Les termes « descripteurs géométriques » et « caractéristiques géométriques » sont de plus en plus fréquemment utilisés, en particulier en raison de la nomenclature usuelle de la communauté infographique, à l'origine la majorité des algorithmes de traitement d'images. Les « descripteurs spatiaux » ne sont pas si courants, malgré le fait que, du point de vue algorithmique, ils puissent être considérés comme analogues. Par exemple, le centroïde d'un objet est un vecteur de nombres réels acquis en traitant soit un groupe de voxels, soit un maillage associé à un objet. La seule différence conceptuelle entre les descripteurs géométrique et spatial est que le premier peut être évalué dans un système de coordonnées arbitraire, individuel pour chaque élément de la microstructure. Les descripteurs spatiaux nécessitent un référentiel unique pour tous les objets analysés afin que l'analyse soit cohérente. Deux descripteurs spatiaux dominent dans les études des composites avec la microtomographie aux rayons X : la distance par rapport à un point de référence et l'orientation locale.

Descripteurs de distance

Le descripteur de distance peut être utilisé pour déterminer la variabilité de la structure, par exemple, la distribution des vides à travers un spécimen comme dans Hernández et al. (2011). Dans ce travail, l'évaluation de la teneur en vides à différents points de l'échantillon a servi à évaluer l'effet du cycle de polymérisation sur la résistance au cisaillement inter-laminaire des composites carbone/époxy. L'étude a révélé une structure différente pour la région de la surface et la zone de milieu du composite.

Un descripteur spatial similaire est la longueur moyenne d'interception (ang. « *mean intercept length* », MIL), c'est-à-dire la distance moyenne entre deux phases différentes, qui a permis à Bernasconi et al. (2008) d'identifier l'anisotropie de la distribution des fibres courtes de verre dans une matrice de polyamide 6. Dans ce cas, la densité des fibres était trop grande par rapport à la résolution de la numérisation pour permettre une analyse plus détaillée. La détection des structures avoisinantes, c'est-à-dire des amas spatiaux et des agrégats dépend fortement de la mesure des distances entre les objets. Par exemple, Wang et al. (2014), identifient manuellement des amas de fibres de carbone dispersées dans un composite de

ciment. L'étude microtomographique les a aidés à confirmer que la dispersion des fibres est essentielle pour améliorer la résistance du matériau.

Une approche intéressante pour quantifier la dispersion des charges dans les composites à matrice polymère a été proposée par Li et al. (2012), qui, bien que vérifiée pour l'imagerie MEB seulement, peut être adaptée à l'analyse par microtomographie. Tout d'abord, les auteurs détectent les particules de charge individuelles et enlèvent le bruit associé. Ensuite, un descripteur spatial de déviation est proposé qui mesure comment une dispersion locale des particules diffère d'une dispersion uniforme. Enfin, un descripteur d'ordre supérieur combinant la dispersion et la taille des particules est calculé afin de localiser automatiquement les agrégats et déterminer leur composition morphologique.

L'analyse de la distribution spatiale est d'une importance primordiale pour comprendre les mécanismes de défaillance et l'évolution de l'endommagement. Les travaux de Yu et al. (2016) ont examiné la distribution des fissures apparaissant au cours des différentes étapes d'application de la charge de fatigue tension-tension à un composite polymère avec un renfort tissé 3D en fibres de verre. Les auteurs ont d'abord identifié des fissures individuelles et les ont ensuite classées en deux étapes. Selon son orientation, une fissure peut être considérée comme transversale à travers le laminé ou résultant d'un décollement inter-laminaire. La deuxième étape de la classification consistait à examiner le voisinage d'autres phases, entraînant l'introduction de 6 classes différentes de fissures. La distribution et la classification ont été effectuées manuellement, conduisant ainsi à des hypothèses qualitatives concernant les mécanismes de défaillance.

Garcea et al. (2014), Garcea et al. (2015), Garcea et al. (2017) ont étudié en profondeur les micromécanisme de l'endommagement dans des échantillons composites stratifiés renforcés par des fibres de carbone. Des travaux antérieurs avaient été réalisés par Scott et al. (2012) et Scott et al. (2014) à partir d'images microtomographiques aux rayons X *in situ*. Toute l'étude a été réalisée avec le logiciel VG Studio Max (Volume Graphics (2017)). En raison de la complexité des fissures, ce travail a impliqué une quantité substantielle d'opérations manuelles. Dans des articles consécutifs, les ouvertures de fissures, les déplacements dus au cisaillement et les ruptures de fibres ont été dénombrés. Garcea et al. (2014) a proposé des cartes de déplacement d'ouverture de fissure (COD) pour faciliter l'analyse du mécanisme d'endommagement. Ceci a été suivi d'une identification manuelle des zones riches en résine, dans lesquelles la croissance des fissures a été retardée par rapport à d'autres endroits dans l'échantillon. Dans la plus récente de ces études (Garcea et al. (2017)), les mécanismes conduisant à la présence de ruptures de fibres individuelles et de leurs groupes ont été formulés, à nouveau en se fondant sur la détection manuelle des amas.

Descripteurs d'orientation

Après la fraction volumique, l'orientation des fibres exerce une influence majeure sur la performance mécanique d'un matériau composite (Gay et al. (2003)). Avec l'avènement des renforts avec une architecture tissée 3D complexe, la caractérisation de l'orientation des fibres nécessite une approche tridimensionnelle adéquate. Une des méthodes populaires pour identifier l'orientation 3D des fibres, mais aussi d'autres types d'éléments microstructuraux tels que les défauts et les conglomérats est présentée par Joffre et al. (2014a). Les coordonnées des voxels appartenant à l'objet considéré sont soumis à une analyse en composantes principales. Le premier vecteur propre correspondant à la plus grande valeur propre de la matrice de covariance est considéré comme l'orientation de l'objet.

Le travail de Krause et al. (2010) contient un exemple d'utilisation des valeurs propres pour déterminer l'orientation des fibres avec des orientations constantes et des coupes transversales. Ils procèdent au calcul du tenseur de structure appliqué à la microtomographie aux rayons X d'un béton renforcé par des fibres courtes. En utilisant l'information sur l'orientation, les auteurs identifient les groupes voisins de fibres. Cette approche a été employée avec succès par Straumit et al. (2015) pour identifier les mèches de fibres d'un renfort tissé.

Pourtant, une autre solution est fournie par Sliseris et al. (2016), qui compare deux méthodes. La première repose sur une convolution d'image par un noyau hessien qui est utile dans la détection des gradients directionnels dans l'image. Dans la deuxième technique, la conductivité thermique des fibres est calculée en résolvant un problème d'homogénéisation avec un solveur à base de transformée de Fourier (FFT) rapide. La technique a fourni des résultats plausibles pour les fibres bien séparées, mais n'a pas été performante quand les fibres sont en contact ou s'intersectent. Son principal avantage sur la convolution réside dans la charge de calcul réduite car une seule solution avec FFT est nécessaire, au lieu d'une convolution de chaque voxel avec le noyau de Hesse.

2.4.3 Descripteurs de niveau élevé

Dans certains cas, au cours de notre analyse des descripteurs géométriques et spatiaux, nous avons rencontré des caractéristiques microstructurelles qui ne peuvent pas être purement classées dans les catégories ci-dessus. Li et al. (2012) ont combiné la distribution et la taille d'une particule de remplissage pour fournir une «métrique de dispersion», permettant une évaluation rapide de la microstructure et de l'impact du procédé de fabrication.

Les propositions de nouveaux descripteurs adaptés à la microstructure ne sont pas encore très fréquentes, bien que des progrès soient réalisés dans cette direction. Bull et al. (2014) a observé

un mécanisme d'endommagement lors de la compression après impact dans les préimprégnés de carbone unidirectionnels durcis et non durcis par des particules. Les auteurs s'intéressaient aux mécanismes d'endommagement limités à un certain emplacement dans l'échantillon, près du point d'impact et du côté opposé. L'étude de microtomographie enregistre l'ensemble du domaine, et la détermination de la région d'intérêt (ang. « *Region Of Interest* », ROI) peut ne pas être triviale pour des mécanismes d'endommagement complexes. Ainsi, l'étude de corrélation entre l'orientation des fissures et l'emplacement spatial était surtout qualitative. Un calcul quantitatif donnerait une fonction d'ordre supérieur, combinant les caractéristiques géométriques d'une fissure avec un descripteur spatial de l'emplacement.

Nixon-Pearson and Hallett (2015) ont montré un autre type de descripteur complexe pour caractériser l'endommagement. La surface de délamination par rapport à son emplacement spatial à l'intérieur d'un pli donné dans le stratifié était liée à la résistance résiduelle des spécimens PRFV à trou ouvert. Les mesures de la distribution spatiale et de l'aire ont été effectuées avec VG Studio Max (Volume Graphics (2017)) et Avizo (FEI (2017)), puis combinées à l'extérieur du logiciel.

Lambert et al. (2012) s'intéressaient à l'influence des vides sur la durée de vie en fatigue de pales d'éoliennes fabriquées en composite polymère renforcé par des fibres de verre. La principale conclusion de cette étude était que, alors que la fraction globale du volume des vides ne montre pas de corrélation avec la durée de vie en fatigue, un lien peut être établi avec la taille du plus grand vide. Ici, un autre type de descripteur d'ordre supérieur peut être introduit : la classification comme une phase spécifique (void), la mesure du volume ou des dimensions maximales, et l'ordonnancement d'objets fondé sur le descripteur géométrique.

Conclusion. Différents types de descripteurs sont actuellement employés consciemment ou inconsciemment par les chercheurs pour caractériser une microstructure. Les limitations des descripteurs particuliers ne sont pas toujours explorées, et parfois la méthode de mesure n'est ni soumise à la validation ni aux études de sensibilité. Plus de contrôle sur la mesure permettrait d'assurer la robustesse de la démarche et de comparer les résultats de plusieurs investigations. En outre, un léger changement dans la perception commune des descripteurs en tant qu'un mesure objective de la microstructure ouvrirait la voie à une description d'ordre supérieur de la microstructure, apparenté aux langages de programmation de plus haut niveau. Au lieu de fournir des instructions avancées à l'unité centrale, nous sommes plutôt à la recherche d'un indicateur valable pour faire la surveillance de l'endommagement et pour contrôler la fabrication.

2.5 Clustering

La section précédente a traité de diverses méthodes de mesure et de description de la morphologie d'une microstructure. L'utilisation de l'ensemble des données fonctionnelles pour créer un modèle numérique d'un matériau n'est cependant pas toujours pratique. Tout d'abord, la variabilité des caractéristiques d'une microstructure réelle peut êtreconsidérable (Trias et al. (2007), Rossol et al. (2015), Vanaerschot et al. (2017)). Dans un groupe d'objets structuraux constituant le matériau, tels que des défauts ou des mèches de fibres, les caractéristiques peuvent être hétéroscédastiques, c.-à.d., montrent de différents degrés de variabilité selon l'emplacement (Madra et al. (2014)). Ainsi, pour simplifier notre tâche, nous visons à diviser les objets en groupes distincts, avec une moindre variabilité, et mieux adaptés à d'autres opérations comme la comparaison des caractéristiques de plusieurs spécimens.

Friedman and Rubin (1967) ont souligné que le processus de division d'un ensemble de n objets individuels x en groupes g peut être équivalent à l'établissement d'une partition de vecteurs correspondant à des lignes d'une matrice de données X. Chaque ligne est un vecteur de p fonctionnalités telles que $P_i = (x_{I1}, \cdots, x_{IP})$. À moins de disposer de critères externes physiquement valables comme la longueur critique de fibre ou son emplacement à une certaine distance de la surface de l'échantillon, nous devrons définir des critères internes de partitionnement. Ce processus est souvent effectué avec différents algorithmes de clustering. Notre objectif est d'identifier les catégories «naturelles» pour la subdivision en formant des clusters qui peuvent être associés aux mêmes phénomènes physiques, par exemple des mèches de fibres avec une morphologie similaire ou des clusters regroupant des défauts typiques près de l'évent de moule. Les métriques suivantes citées après Symons (1981) doivent être prises en compte lors de l'évaluation des résultats d'un algorithme de clustering

- nombre de clusters,
- nombre de variables,
- forme des clusters,
- similitude de forme de cluster à cluster,
- tailles relatives des clusters,
- séparation des clusters,
- taille totale de l'échantillon disponible.

Le nombre de clusters revêt une importance primordiale. La plupart des algorithmes de clustering en cours d'utilisation, par exemple, k-means (Friedman and Rubin (1967), Kanungo et al. (2002)), Fuzzy C-means (Lázaro et al. (2005), Kanungo et al. (2002)), nécessitent des informations sur le nombre de clusters recherchés. En l'absence de telles connaissances,

l'algorithme est exécuté plusieurs fois et le nombre de clusters est choisi en fonction des indices de performance. Plusieurs de ces mesures existent. Par exemple, l'index de Davies-Bouldin

$$DB = \frac{1}{k}\sum_{i=1}^{k} \max_{i \neq k} \left\{ \frac{e_h + e_i}{d_{IH}} \right\} \tag{2.2}$$

où e_i est la distance euclidienne moyenne des vecteurs dans la classe i au milieu de la classe i et d_{IH} est la distance entre centroïdes de clusters i et h. Les petites valeurs de DB indiquent des clusters compacts éloignés les uns des autres dans l'espace de fonctionnalité. Une autre mesure populaire est la silhouette. Une silhouette d'un point i est définie comme

$$s(i) = \frac{b(i) - a(i)}{\max[b(i), a(i)]} \tag{2.3}$$

où

$$b(i) = \min_k B(i,k) \tag{2.4}$$

et $a(i)$ est la distance moyenne entre le i-ème point et les autres points dans le même cluster, $B(i,k)$ est la distance moyenne entre le point i et les points dans un autre cluster k. Pour les valeurs proches de + 1, le point en question est très éloigné des clusters avoisinants ; près de 0, on peut dire qu'il appartient distinctement au cluster donné ; près de - 1 le point est probablement dans le mauvais cluster. La silhouette pour l'ensemble du regroupement avec k clusters est

$$S(k) = \frac{\sum_{i=1}^{N} S(i)}{n}. \tag{2.5}$$

Dans ce contexte, nous pouvons nous tourner vers des applications de clustering dans le domaine des composites. À notre connaissance, il n'existe pas d'applications sur l'analyse géométrique et spatiale, mais des contributions substantielles sur ce thème ont été faites dans le domaine de l'analyse des dommages avec l'émission acoustique (AE). Dans cette technique, les ondes acoustiques sont enregistrées à un ou plusieurs endroits dans l'échantillon soumis à des essais mécaniques. Ainsi les algorithmes k-means et de k-plus proches voisins (KPPV, ang. « *Nearest Neighbors* », KNN) ont été utilisés dans Godin et al. (2004) pour déterminer les clusters correspondant à des mécanismes d'endommagement particuliers dans une fibre de verre unidirectionnelle et dans des composites de polyester sous tension. Pour aider à déterminer les critères de la partition et de conserver le lien entre l'origine des événements acoustiques et les mécanismes d'endommagement, les auteurs ont calibré leur algorithme sur des spécimens pour lesquels la dégradation pouvait être surveillée. Les résultats ont été obtenus pour des tests sur la résine pure, pour une mèche de fibres ou même pour une seule fibre englobée dans la résine, et enfin pour des composites. L'index de Davies-Bouldin a été

utilisé pour vérifier les performances de l'algorithme de clustering.

Ce travail a été étendu par Godin et al. (2005) avec l'étude d'une autre méthode de clustering non supervisée : « *self-organizing maps* » (SOM) ou cartes de Kohonen. Le SOM est une méthode de réduction des données où les vecteurs fonctionnalités individuelles alimentent un réseau de neurones artificiel. Chaque neurone du réseau se voit attribué des pondérations qui, dans les itérations consécutives de l'algorithme, sont ajustées pour simplifier la géométrie du réseau et ainsi regrouper les données. Cette approche d'apprentissage a été adoptée par Yang et al. (2009) pour analyser les mécanismes d'endommagement dans un composite de polyéthylène à poids moléculaire ultra élevé (UHMWPE) autorenforcé. Les auteurs ont utilisé une « *Parameter-Less Self-Organizing Map* » (PLSOM) sur la transformée de Fourier rapide du signal acoustique. Les clusters qui en résultent ont montré une bonne séparation, mais la validation expérimentale n'a pas été aussi étendue que dans Godin et al. (2005).

Des problèmes sont apparus comme la détermination du nombre de clusters, le traitement des valeurs aberrantes et la manipulation des hybrides, c'est-à-dire les amas qui se chevauchent. Ces difficultés peuvent être considérées d'un point de vue théorique, mais ceci illustre le fait du'une bonne métrique de cluster ne garantit pas toujours la performance dans son application aux données expérimentales. Dans Sibil et al. (2012), le problème de classification des événements acoustiques est abordé à nouveau, cette fois en comparant l'efficacité de k-moyens avec un algorithme génétique appliqué à des ensembles de données de simulation. L'objectif principal était de déterminer la capacité de détection de petits groupes de valeurs aberrantes, souvent présentes dans les données réelles. L'algorithme génétique s'est avéré supérieur, mais le mode opératoire exact de sa mise en oeuvre n'a pas été cité.

Une autre limitation des algorithmes de clustering est due à leurs exigences en termes de capacité de calcul. Alors que la charge de calcul pour la simulation d'un essai de traction unique est généralement mineure, l'exploration des résultats obtenus pour des composites soumis à la fatigue comme dans Doan et al. (2015), est prohibitive. L'approche développée dans Doan et al. (2015) repose sur un pré-regroupement d'événements acoustiques lors d'un test quasi statique. Les paramètres des clusters identifiés sont ensuite utilisés pour classer les événements acoustiques lors des essais de fatigue. Dans le cas où un événement donné ne tombe pas dans l'un des clusters précédemment identifiés, un nouveau cluster est ajouté au système. Pour réduire encore la quantité de données nécessitant un traitement, le signal acoustique est filtré avec un seuil flottant pour réduire le bruit.

L'analyse ci-dessus suggère que l'approche de clustering est la méthode de choix pour identifier les mécanismes de dommages par émission acoustique dans les composites. D'autres applications sont également présentes, mais moins répandues. Récemment, Zheng et al. (2016)

a identifié des fissures dans le matériau en utilisant une caractéristique minimale de l'arbre (MST) extraite du test thermographique d'un composite renforcé par fibres de carbone. Le clustering a montré une géométrie continue des fissures et non une série d'objets disjoints identifiés par des seuils. La performance de calcul n'était pas optimale et aucune étude sur la détectabilité réelle des défauts n'a été faite, mais ce travail est un premier pas vers la résolution automatique du problème de la segmentation de structure.

Jusqu'à présent, nous avons présenté des applications des algorithmes de clustering pour réduire la quantité et classer les données expérimentales. Dans Liu et al. (2016), l'algorithme k-means a été appliqué pour créer un modèle d'ordre réduit d'une microstructure théorique dans le but de réaliser des simulations numériques. Ceci a permis de réduire la durée de simulation d'heures en secondes par rapport au modèle à haute résolution. Les résultats ont été nettement inférieurs pour un modèle 3D dans le cas de microstructures complexes, mais cela pourrait être attribué aux lacunes de l'algorithme k-means mentionnées ci-dessus.

Conclusion. Nous avons montré que le clustering est un outil puissant et général, à l'heure actuelle à peine utilisé dans l'étude des composites au-delà du domaine de l'émission acoustique. Combiné à un ensemble approprié de descripteurs, il pourrait devenir un outil puissant pour analyser, comparer et créer des modèles numériques des microstructures expérimentales.

2.6 Conclusions

La revue de littérature présentée ici a permis de constatermontre une augmentation récente considérable des travaux ayant pour l'objet la caractérisation morphologique détaillée de la microstructure des matériaux composites. Les images 2D et 3D jouent un rôle clé dans cette analyse, bien que l'imagerie 3D semble mieux adaptée pour les raisons suivantes : les composites sont non seulement hétérogènes, mais ils manifestent aussi une forte anisotropie, même pour des structures théoriquement symétriques et périodiques comme les renforts tissés. La microtomographie aux rayons X est particulièrement utile en raison du caractère non destructif des mesures et de la relation relativement simple entre la structure du matériau et l'imagerie produite. Deux perspectives futures peuvent être explorées : l'incertitude des mesures et le parallèle avec le traitement de données massives (ang. « *Big Data* »).

Incertitude de mesure Au cours de cette étude, il fut mentionné à de nombreuses reprises que l'estimation de l'erreur reste un facteur primordial à prendre en compte lors des analyses quantitatives de données expérimentales issues de la microtomographie. Le message vise ici à sensibiliser le lecteur à ce problème rarement discuté dans les articles examinés et à encourager

la mise en place de protocoles d'essais adéquats. Cela ne veut pas dire que cette démarche n'ait pas déjà été entreprise. Mertens et al. (2015) ont réalisé une étude de sensibilité sur des essais de segmentation avec des descripteurs. Une exploration approfondie de la détectabilité des vides dans les composites a été réalisée par Nikishkov et al. (2013), qui ont proposé une méthode efficace de segmentation étalonnée en analysant des spécimens avec des défauts introduits intentionnellement. Il s'agissait ici de microtrous percés dans l'échantillon, qui a été analysé par microtomographie avec quatre résolutions différentes. La performance de l'algorithme a pu être évaluée, démontrant ainsi que cette approche est une méthode robuste pour vérifier la stratégie de la mesure.

Dans le domaine médical, Cooper et al. (2007) ont proposé une autre option dans le cas où plusieurs analyses ne sont pas disponibles. Comme les résultats de tomographie se présentent sous la forme d'un empilement d'images, leur résolution peut être artificiellement diminuée en réduisant le nombre de pixels et en les interpolant avec une des méthodes de sous échantillonnage telles que les plus proches voisins, l'interpolation linéaire, bilinéaire ou bicubique. L'algorithme testé à de telles résolutions artificiellement modifiées devrait fournir des informations sur les limitations de cette approche. Cependant, l'avantage des données réelles est que les différents types de défauts, par exemple, les artefacts d'anneau, ne sont pas déformés ou flous, ce qui est généralement le cas avec un sous échantillonnage.

« *Big Data* » Dans les sections précédentes, nous avons les présenté approches existantes pour transformer les données expérimentales en modèles géométriques. Dans le cas particulier du traitement de l'imagerie de microtomographie aux rayons X, les questions suivantes se posent :

- de grandes exigences de mémoire, de plusieurs gigaoctets aux téraoctets ;
- une accumulation relativement rapide de données (en un temps plus court que nécessaire pour l'analyse) ;
- les données sont très hétérogènes et bruitées, qui nécessitent des techniques spécialement développées pour récupérer les informations d'intérêt ;
- les informations utiles obtenues avec l'analyse par microtomographie sont de grande valeur, mais d'un volume beaucoup moins élevé que les données elles-mêmes, c'est-à-dire qu'elles sont rares.

Ces propriétés correspondent aux caractéristiques des données massives appelées « *Big Data* » en anglais, telles qu'établies par Chen et al. (2014). Une autre définition des données massives est donnée par Yu et al. (2017) : les données massives en volume, mais non structurées, bruitées, redondantes et hétérogènes. En gardant cette qualification à l'esprit, les techniques

de traitement des données massives pourraient être utilisées pour tenter de résoudre notre problème. Certaines ont déjà été citées dans les sections précédentes, comme les algorithmes d'apprentissage utilisés pour la segmentation, le clustering et la classification, qui sont des opérations principales dans le domaine d'exploration des données (ang. « *Data Mining* »), qui traite de la détermination des corrélations dans des ensembles de données sans nécessairement reconnaitre leur contenu. En outre, des outlis comme calcul parallèl, distribué et en nuage, pourraient être utiles pour traiter des données de microtomographie par rayons X.

Le fait que la microtomographie reste une technique émergente et non largement disponible contribue sans doute à un manque de structuration dans la majorité des études réalisées. En effet, l'exploration des données de tomographie ne connait pas de voie intermédiaire entre les études réalisées avec l'aide de logiciels de type boîte noire ou avec des outils hautement personnalisés développés par des experts en traitement d'image. Dans ce travail, nous avons essayé de dégager, dans un cadre conceptuel unifié, une approche formelle des méthodes de caractérisation des matériaux par microtomographie. Nous souhaitons que ceci puisse être utile pour les chercheurs qui voudraient développer leurs propres procédures de traitement de ce type de données ou vérifier les limitations, généralement non explicietement déclarées, des études publiées.

CHAPITRE 3 ARTICLE 1 : A CLUSTERING METHOD FOR ANALYSIS OF MORPHOLOGY OF SHORT NATURAL FIBERS IN COMPOSITES BASED ON X-RAY MICROTOMOGRAPHY

Anna Madra, Jérôme Adrien, Piotr Breitkopf, Eric Maire, François Trochu

Composites : Part A, 8 août 2017

3.1 Présentation du chapitre

Ce chapitre contient l'article publié à *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*. Il introduit des concepts principaux d'analyse des résultats de microtomographie aux rayons X : segmentation des images, extraction du maillage surfacique 3D des objets identifiés après segmentation et mesure de propriétés géométriques. La principale contribution de cet article est la méthode automatisée d'identification de différents types de morphologie de la phase discontinue d'un matériau composite, c'est-à-dire du renfort fibreux. L'application de cette méthode est démontrée pour un composite à fibres naturelles courtes et une matrice thermodurcissable. Cette approche permet de classer les éléments du renfort en fonction de leurs propriétés géométriques. La structure du composite peut ainsi être caractérisée par la fraction volumique relative de chaque type morphologique.

L'article commence par présenter la méthode de segmentation des images 3D. Chaque résultat est composé d'un empilement d'images bidimensionnelles en niveaux de gris. Un élément unitaire d'image est appelé voxel et contient un coefficient d'atténuation μ d'un volume égal en taille au cube de la résolution de la mesure.

La segmentation est un processus de partition des voxels de l'image 3D en sous-ensembles qui correspondent aux différentes phases chimiques du matériau. Dans le cas des composites, il s'agit de l'air, des fibres et de la matrice polymère. Une méthode automatisée de segmentation est introduite, fondée sur le partitionnement non supervisé en k-moyennes. Outre que les valeurs de μ, des convolutions de scans avec différents noyaux sont prises en compte pour le partitionnement. Cette approche présente l'avantage de réduire l'erreur de segmentation résultant d'artefacts du scan comme par exemple le durcissement de faisceau ou l'effet de volume partiel.

Une fois la segmentation terminée, la méthode de reconstruction du maillage surfacique des éléments de phase est décrite, puis leurs propriétés géométriques sont évaluées à partir d'opérations sur le maillage surfacique. Les propriétés géométriques obtenues sont le volume, la surface, les longueurs intégrale et curviligne, le diamètre, la tortuosité et le rapport épaisseur/longueur. Les propriétés mesurées sont ensuite utilisées pour identifier des regroupements distincts dans l'espace multidimensionnel de propriétés géométriques. L'approche proposée pour identifier ces regroupements repose sur un algorithme de classification agglomérante hiérarchique. Ceci permet d'explorer des classes morphologiques de fibres possédant différents degrés de similarité.

Ayant le partitionnement en classes morphologiques, on peut déterminer le volume relatif de chaque classe et caractériser ainsi la structure du composite. Dans le cas de fibres naturelles, le volume relatif de chaque type morphologique sert d'indicateur du niveau de dégradation des fibres durant la fabrication du matériau composite. L'analyse comparative des relations entre les classes morphologiques a été possible grâce à un ensemble de méthodes de visualisation, comme le dendrogramme ou les graphiques de fréquence/volume relative.

3.2 Abstract

The work presented here concerns the methodology for the analysis of X-ray micro-CT scans of composite materials with a discontinuous phase. An automatized method has been devised for the measurement of geometric features and identification of distinct morphological types. This approach offers new insights into the composition of a microstructure based on the analysis of phase morphology and its relative volume percentage. It stays in contrast to the frequency-based approach that attributes the same importance to all elements of the structure, and is thus biased towards numerous, but not necessarily essential components of the material. The method is general and can be applied to any type of discontinuous, dispersed phase in composites identified with X-ray micro-tomography. We have verified our approach for short natural fibers but it may be of interest for characterizing void distribution in RTM manufactured composites or cracks after failure.

KEYWORDS

A. Natural fibers ; B. Microstructures ; D. CT analysis ; D. Microstructural analysis

3.3 Introduction

The geometric features of the microstructure of a material are crucial to the understanding of the manufacturing process and prediction of mechanical properties Tucker and Liang (1999); Shiraishi et al. (2004); Jiang et al. (2007). A good description of the morphology is especially important for materials consisting of or containing discontinuous phase elements. These include alloys with particulate phases, ceramic and metallic foams with cellular structure and composites with short fiber reinforcements. In the latter, the manufacturing process not only influences the spatial distribution and orientation of fibers but can also degrade them.

For example, changes in length and aspect ratio of cellulose fibers have been observed by Puglia et al. Puglia et al. (2008) during compounding with polypropylene at different fiber volume fractions. Increased amount of degraded fibers diminished the macroscale mechanical properties. A similar study conducted in Joffre et al. (2014b) measured the length of wood fibers at different steps of manufacture, from pulping to injection molding. This investigation has been continued in Joffre et al. (2014c), pointing to a relation between the presence of fiber agglomerates and early failure under tensile stress. In Berthet et al. (2017) the information on fiber geometry has been used prior to the manufacture. Wheat straw fibers were sorted between long and very short (fines) fractions. The mechanical properties of specimens prepared with long fraction were then compared with samples containing both long fraction and fines. A slight but significant increase of the strain at break was observed for the material containing fines.

The studies mentioned above underline the importance of not only measuring the geometric properties of a discontinuous phase, but also of identifying spatial clusters and different types of morphology. This requirement is evident in the generation of microstructural models, for example using Monte Carlo sampling Zhang and Yi (2008); Gillet et al. (2015); Hine et al. (2002).

The source of data for such models can be arbitrary Sliseris et al. (2015), based on bulk estimates of geometric features or directed by a detailed study of experimental microstructures. The latter can be performed by a range of imaging techniques. Optical and Scanning Electron Microscopy (SEM) are methods of choice for quick evaluation of the material structure. In the case of polymer composites, the fibrous reinforcement is extracted by pyrolysis Leclerc and Ruiz (2008), dissolution Hornsby et al. (1997); Bos et al. (2006); Oksman et al. (2009); Albrecht et al. (2016) or melting Terenzi et al. (2006) of the polymeric matrix. Two-dimensional features such as length, aspect ratio, and projected volume can then be measured by binary operations on segmented images Liu et al. (2013). Other parameters, like fiber orientation,

can be approximated from 2D sections of fibers embedded in the matrix Blanc et al. (2006); Mattrand et al. (2014), but the measurements are accurate only for simple, cylindrical geometry.

In Singh and Gokhale (2005) the automatic serial sectioning of aluminum alloy enabled the measurement of more complex geometries by superposing images of consecutive sections of the specimen. This method, although destructive, is similar to volume imaging methods such as Magnetic Resonance Imaging (MRI) or X-ray microtomography. The latter has recently gained popularity Buffiere et al. (2010); Maire and Withers (2014) in studies of a wide range of materials, from metallic alloys Buffiere et al. (2010); Rannou et al. (2010); Limodin et al. (2010); Landron et al. (2013), ceramic foams Maire et al. (2007); Cottrino et al. (2013) to textile composites Naouar et al. (2014); Préau and Hubert (2016).

In X-ray microtomography, the relation between the atomic number and density of material constituents and the transmission of an X-ray beam of given energy is described by a coefficient of attenuation μ. A series of X-ray radiographs taken at different angles is used to reconstruct the distribution of μ in the volume of the examined specimen. The results are presented as voxels – a 3D array of grayscale values, indicative of phase distribution and shape.

To quantify the phase volume content, an attribution of a μ coefficient to a particular phase is realized through the process of segmentation. For simple, two-phase materials, thresholding or division based on arbitrarily chosen μ values is sufficient Préau and Hubert (2016); Dietrich et al. (2012b); Abdin et al. (2014), but multi-phase materials require more advanced treatments, for example with learning algorithms Breiman (2001); Hall et al. (2009); Madra et al. (2014).

The measurement of geometric features can be then performed directly on segmented voxel data. For example, to measure length of short fibers, the skeletonization of segmented voxels followed by a detection of the centerline Buffiere et al. (2010) has been used in Abdin et al. (2014) and Mertens et al. (2015). The voxels can also be transformed into a 3D surface or volume mesh Garboczi (2002); Liu and Xing (2014) prior to measurement, but such techniques are more popular in computer graphics Laga et al. (2013); Huang et al. (2014) than in material science.

The gathering of data is the first step in the analysis. Automated systems are capable of analyzing hundreds or thousands of geometries Buffiere et al. (2010); Duc et al. (2011) providing information about the entire population of phase elements. The average parameters of the microstructure help in identifying global trends Joffre et al. (2014b), but such analysis can be skewed if the frequency of certain types of morphology dominates the others. A solution lies

in the analysis of subregions of the specimen like has been done for voids in a metal matrix composite in Justice et al. (2003) or of spatial clusters Hild et al. (2009) and aggregates Liu et al. (2013).

Although local analyses of geometric properties of a microstructure were carried out in several studies, the accounts of characterization of variability within morphological classes are scarce. Potrusil et al. Potrusil et al. (2012) used hierarchical agglomerative clustering to identify spiral ganglion neurons in human cochlea based on their volume measured from confocal microscopy imagery. In Impoco et al. (2012) milk globules, also imaged with confocal microscopy, have been measured and then grouped into classes using two-dimensional Principal Component Analysis (PCA). Two examples of such studies in the material science are contributed by Denis Denis et al. (2008) and Legland Legland and Beaugrand (2013). In the former, several morphological parameters of intermetallic particles in an aluminium alloy were measured from voxel data. The identification of classes was manual, based on visualization of PCA graphs. In Legland and Beaugrand (2013), a high-resolution scanner has been used to characterize multiple 2D geometric features of lignocellulosic fibers. The features were analyzed with hierarchical clustering to identify those most pertinent to characterization of fiber geometry. Final identification of morphological types was then performed with selected features using PCA.

The limited number of accounts devoted to the analysis of geometric data remains in strong contrast to the abundance of methods for its acquisition. In this paper, we would like to fill this gap by providing a holistic approach to the analysis of the morphology of discontinuous phases in materials. The main objective here is the classification of complex morphology and the analysis and visualization of feature variability within classes, rather than for the whole structure. The methodology is tested for short natural fibers embedded in a polymeric matrix. Their complex morphology provides a good example to implement a general approach, which can be applied after minor adaptations to the analysis of other types of dispersed phases, like residual voids in Liquid Composite Molding for example.

The article is structured as follows. First, the material manufacture and scan parameters are outlined to provide context for the methodology. The image preprocessing and mesh generation are also included for completeness. Next, the extraction of geometric features is described, including the treatment of complex geometry. In the sequel, measured features are analyzed and the procedure for hierarchical clustering is presented. In the results section, the whole set of fibers is classified, and the class-wise distributions of geometric features are discussed. The paper concludes with insights on the mechanisms of fiber degradation.

3.4 Experimental methods

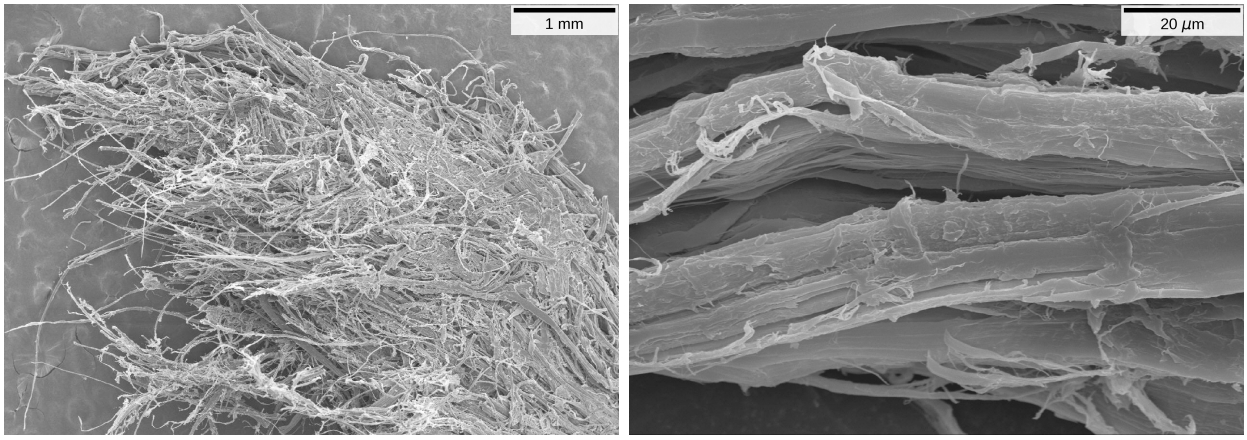
3.4.1 Material

The material used in this study is a thermoset polymer composite reinforced with short hemp fibers. The hemp of *Cannabis sativa* species has been gathered at the experimental field of *Institute of Natural Fibres & Medicinal Plants*, Petkowo, Poland. The fibers were extracted mechanically by decortication from undried plant stems. The specific strength of the fibers has been measured on a Textechno Statimat ME Tensile Tester according to the PN-86 P-04676 norm 198 (1986) giving 24.4 [cN/tex] for an average fiber length of 127.6 [mm] and thinness of 3.4 [tex]. The fibers were then mill cut to the nominal length 6 [mm] and mercerized, i.e., submerged for 4 hours in a 4% NaOH solution. After the treatment, the fibers were thoroughly rinsed and dried. Scanning Electron Microscopy (SEM) images of the treated fibers are presented in Fig. 3.1. The rough, complex geometry of the fibers is clearly visible in Fig. 3.1a. Some debris was still present (Fig. 3.1b) despite rinsing.

A mass of 5 g of dried fibers were mixed with 45 g of liquid polyester-polyurethane EDOLAN UH resin from Tanatex Chemicals. The final composite had a 10% fiber fraction by mass. Taking density 1.45 g/cm^3 for hemp fibers Mostefai et al. (2015) and 1.1 g/cm^3 for the resin Tanatex Chemicals B.V. (2012), the equivalent fiber volume fraction was 7.8%, excluding the residual air in the composite. The liquid resin mix was cast in a 10x10 cm^2 square silicone mold. There was no degassing prior to casting as the original purpose was to visually examine the fiber-matrix surface adhesion, thus a highly porous structure (inset Fig. 3.2) was in demand. The part was cured in the oven at 150°C for 8 minutes and dried at 90°C for 8 hours.

3.4.2 X-ray microtomography

A specimen of 3 x 3.25 x 2.5 mm^3 cut from the central part of the composite (Fig. 3.2) was scanned with an X-ray microtomograph v|tome|x (GE Phoenix|X-Ray GmbH) at Laboratoire Mateis of INSA Lyon, France. The parameters of data acquisition are given in Table 3.1. The microtomographic projections were reconstructed with filtered back-projection algorithm Herman (2009) resulting in tomograms with voxel resolution of 2.5 μm. For a low fiber content, this resolution was sufficient to distinguish individual hemp fibers from the polymeric matrix and from each other.



(a) (b)

Figure 3.1 SEM images of mercerized short hemp fibers : (a) bundle of fibers ; (b) detail of fiber surface

Tableau 3.1 Parameters of data acquisition with laboratory X-ray microtomography

parameter	**value**
acceleration voltage	80 kV
voxel size	2.5 μm

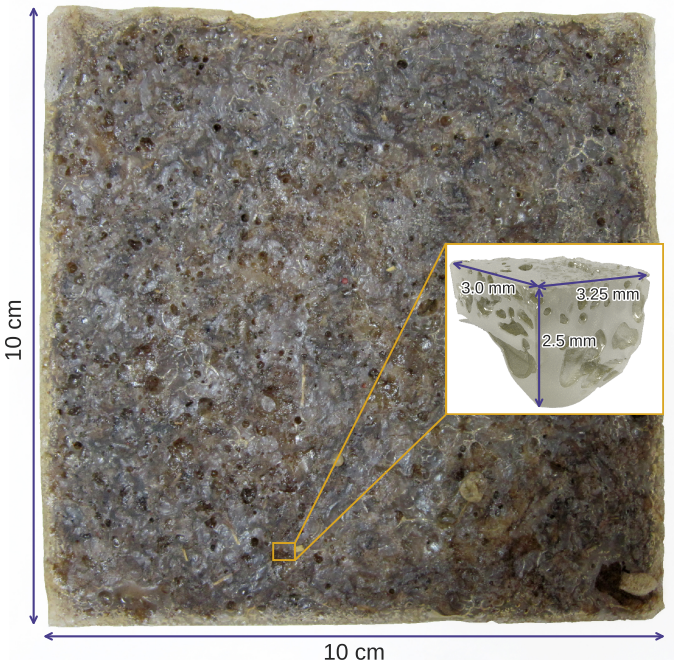


Figure 3.2 Manufactured composite part with marked location of the specimen examined with X-ray micro-tomography

3.4.3 Image processing

The untreated tomograms (Fig. 3.3a) show relative values of the coefficient of attenuation μ coded as values from a 16 bit grayscale range. In the applied X-ray energy spectrum, μ is highly correlated with the atomic number of the material phase Baruchel et al. (2000). Prior to further analysis, the areas corresponding to different phases in the material are identified in the process of segmentation. This can be done by thresholding, i.e., dividing the μ spectrum into parts corresponding to different phases. As observed in Fig. 3.3b, this approach results in the erroneous detection of fibers near the specimen surface due to the partial volume effect. For this reason the identification of phases based solely on μ values is inefficient. An alternative is to identify phases using intensity ranges and shapes of spatial groups of voxels. These properties can be extracted from the image by convolving it with different kernels. The ones used here are Gaussian, Laplacian and Sobel. The Gaussian kernel is defined as

$$G(x,y) = \frac{1}{2\pi\sigma^2} \exp^{-\frac{x^2+y^2}{2\sigma^2}}, \tag{3.1}$$

where x, y are distances along the axes from the point being convolved and σ is the standard deviation, set arbitrarily with higher values increasing the blur in the final image. A discrete

5x5 Gaussian kernel used here has a form

$$G_{5x5} = \begin{bmatrix} 0.002969 & 0.013306 & 0.021938 & 0.013306 & 0.002969 \\ 0.013306 & 0.059634 & 0.098320 & 0.059634 & 0.013306 \\ 0.021938 & 0.098320 & 0.162103 & 0.098320 & 0.021938 \\ 0.013306 & 0.059634 & 0.098320 & 0.059634 & 0.013306 \\ 0.002969 & 0.013306 & 0.021938 & 0.013306 & 0.002969 \end{bmatrix}. \tag{3.2}$$

The Laplacian kernel detects second spatial derivatives of the image from

$$L(x, y) = \frac{\partial^2 I(x, y)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 I(x, y)}{\partial y^2}, \tag{3.3}$$

with $I(x, y)$ designating the intensity of a pixel located at (x, y). A common approximation of the Laplacian kernel was applied

$$\hat{L}_{3x3} = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & -4 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}. \tag{3.4}$$

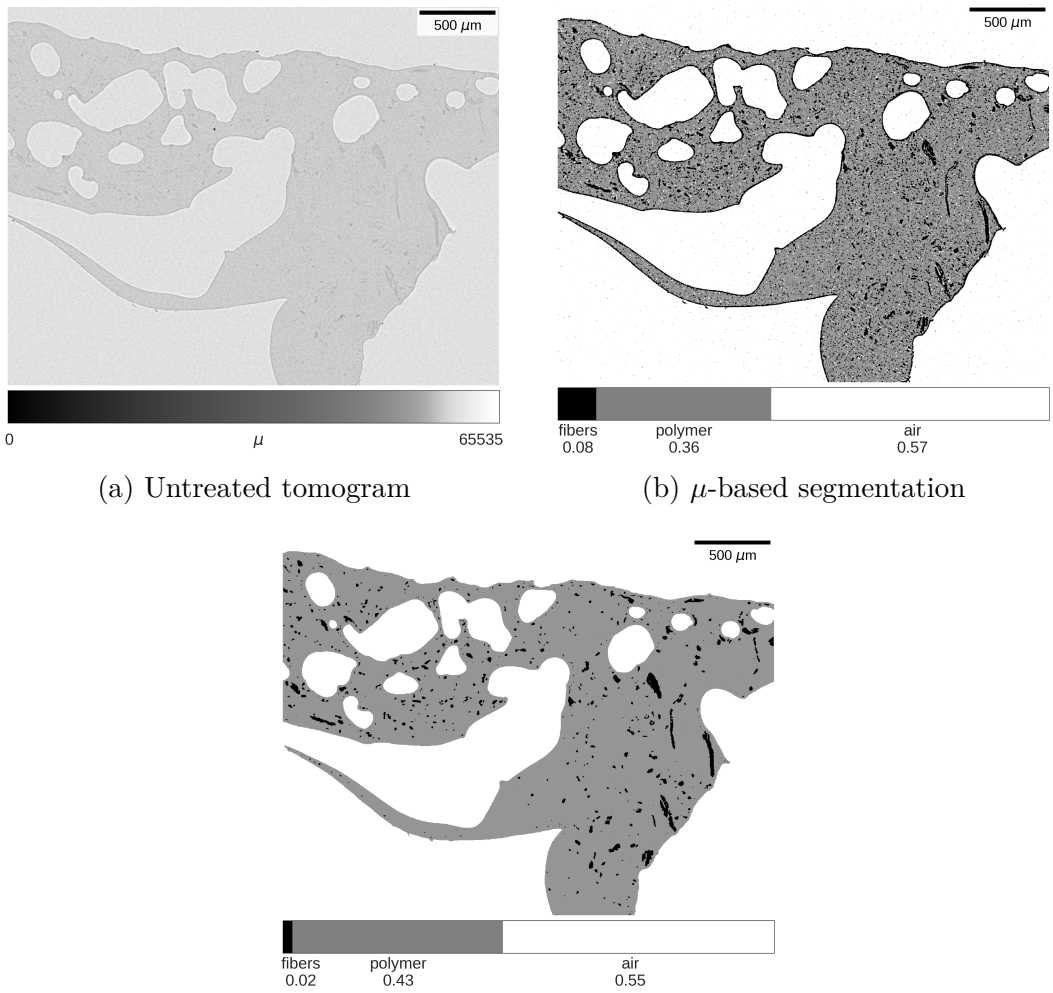
Finally, the Sobel operator convolves the image with two kernels detecting the edges in two directions x, y. The following 3x3 Sobel kernels were used

$$S_x = \begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 \\ 2 & 0 & -2 \\ 1 & 0 & -1 \end{bmatrix}, \quad S_y = \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & -2 & -1 \end{bmatrix}. \tag{3.5}$$

To segment the image, the example areas corresponding to distinct phases are identified manually. The original and convolved pixel values of each region are used as training data in the Fast Random Forest learning algorithm Breiman (2001). The algorithm transforms the training data into a set of classification rules that are further applied to the whole set of pixels and their convolutions. The resulting image for a three class segmentation is shown in Fig. 3.3c. This approach eliminates the noise and correctly classifies specimen edges as polymer, yielding correct phase volume fractions.

3.4.4 Mesh reconstruction

To generate the 3D surface mesh of each phase element, segmented images are convolved with both Sobel kernels providing contours of 2D cross-sections of phases. The coordinate points



(a) Untreated tomogram

(b) μ-based segmentation

(c) μ and convolution-based segmentation

Figure 3.3 X-ray tomogram (a) untreated; after (b) μ-based; (c) μ and convolutions-based segmentation. The volume fraction indicated corresponds to the shown tomogram and not to the entire specimen

defining contours on subsequent tomograms are interpreted as nodes of a triangular mesh. The surface mesh is generated with a marching cubes-based algorithm Lewiner et al. (2003). In case a volume mesh is required, the Constrained Delaunay Tetrahedralisation (CDT) Frey and George (2008) is used, as demonstrated for mesh extraction from tomographic scans in Nguyen et al. (2016).

A 3D surface mesh requires two preprocessing steps prior to measurement. First, it is divided into individual meshes composed of touching triangles only. Then the normal vector of each triangle is checked and unified, so that all vectors point towards the outside of the mesh. This ensures correct calculations of the volume. The resulting geometry for the fiber phase is shown in Fig. 3.4. The mesh obtained here comprises of $1.05 \cdot 10^5$ individual objects, with a total of $5.9 \cdot 10^6$ nodes and $11.4 \cdot 10^6$ triangles. This set is the subject to feature extraction in the following section.

3.5 Feature extraction

The preprocessing step has provided a 3D surface mesh of individual fibers. Each fiber object can be characterized by measuring its simple and compound geometric features. The simple features are obtained from direct measurements of the geometry and include surface, volume, length and diameter. The compound features are calculated by combining simple features and include tortuosity and aspect ratio. The measurement process is described in the following paragraphs.

3.5.1 Surface and volume

The surface area S of a triangular mesh is the sum of areas of N triangles t comprising it. The volume V enclosed by the mesh is given by the summation of signed volumes v of N triangles t

$$V = \sum_{i=1}^{N} v_i = \sum_{i=1}^{N} \mathrm{sgn}(\overrightarrow{n} \cdot \overrightarrow{n}_2)\frac{1}{6}(\overrightarrow{n}_2 \times \overrightarrow{n}_3) \cdot \overrightarrow{n}_1 \tag{3.6}$$

where $\overrightarrow{n}_1$, $\overrightarrow{n}_2$, $\overrightarrow{n}_3$ are coordinate vectors of triangle nodes and $\overrightarrow{n}$ is the normal vector. The objects with a volume $V \leqslant 1$ voxel^3 are treated as noise and removed from the analysis.

3.5.2 Length and tortuosity

Two types of length measurement are performed. Firstly, the end-to-end length L_{end} is measured between the two farthest nodes of the fiber's mesh. The L_{end} represents the length

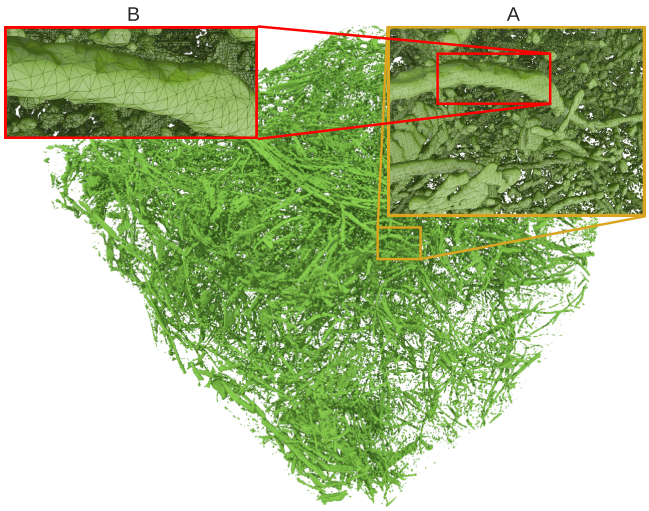


Figure 3.4 Reconstructed 3D surface mesh of all fibers. The insets A and B show details of the surface mesh

accurately only for straight or very short fibers. For more complex geometries, the estimation of the "real", curvilinear length is required. It can be measured by summing the lengths l_r of shorter, approximately straight segments. The ends of each segment are determined by the following procedure : the global orientation of the fiber is identified by tracing a straight line through its extreme ends $r = 0$ and $r = M$. Then, M cross-sections equally spaced between the extremes and orthogonal to the global orientation are projected on a plane. Their centroids are calculated and are incident with the end points of segments $r = 0, \ldots, M-1$. The real length L_{real} is then estimated as

$$L_{real} = \sum_{r=0}^{M-1} l_r. \tag{3.7}$$

The procedure is illustrated in Fig. 3.5a. The choice of M is empirical and can be determined from the maximal observed tortuosity. Here, $M = 10$ was deemed sufficient to obtain reasonable approximations.

Tortuosity is a compound geometric feature calculated from the ratio of the real length to the end-to-end length, yielding 1.0 for ideally straight fibers and higher values for increasingly bent and twisted geometries.

3.5.3 Diameter and aspect ratio

Natural fibers rarely have circular cross-sections, thus an estimation of their diameter will vary depending on the direction of measurement. To avoid this kind of bias, we propose to measure the equivalent diameter d

$$d = 2 \cdot \sqrt{\frac{s}{\pi}} \tag{3.8}$$

where s is the area of a projected cross-section.

The fibers observed in SEM images in Fig. 3.1 demonstrate changing fiber diameter. To take into account this variability, the final diameter D is averaged from measurements of d_r at $M-1$ projections orthogonal to the local fiber orientation. The latter is determined by tracing a straight line through adjacent centroids $r-1$ and $r+1$, obtained during length measurement described in the previous section (Fig. 3.5b). The final diameter D is the mean

$$D = \frac{1}{M-1} \sum_{r=1}^{M-1} d_r. \tag{3.9}$$

The diameter D is used to calculate another compound feature, namely the aspect ratio AR

$$AR = \frac{L_{real}}{D}. \tag{3.10}$$

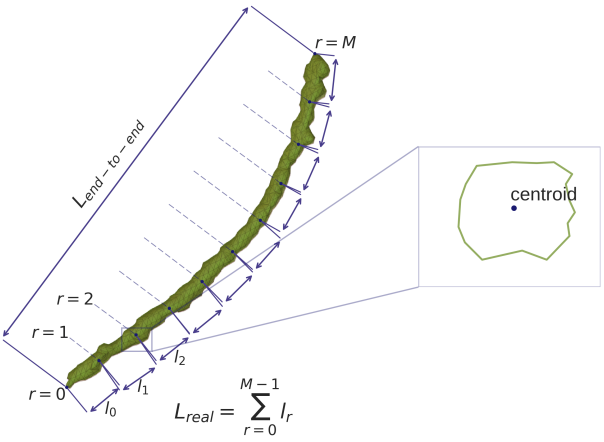
The aspect ratio measures the slenderness of the structure, thus 1.0 indicates spherical or cuboid forms, with increasing values for thinner, longer fibers.

3.5.4 Complex geometry

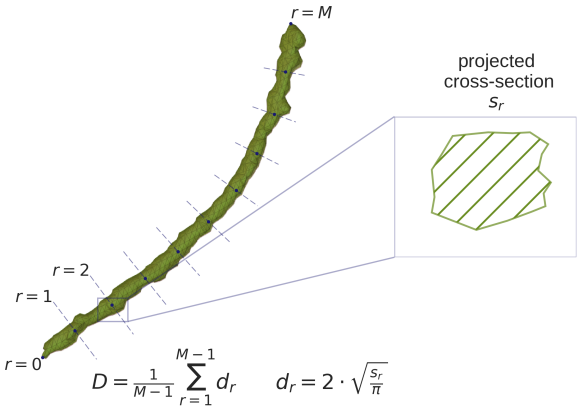
In some cases (Fig. 3.5c), the geometry of fibers is too complex to yield robust results for length and diameter measurements. We propose the following procedure to accommodate such cases. Fibers with split ends are treated in two ways, depending on the area of the projected cross-section. If the cross-section area of a particular fiber end is less than 25% of the largest cross-section, then its contribution to the feature measurement is neglected. Otherwise, the measurement is performed along each contributing fiber end, and the average values of length, tortuosity, diameter and aspect ratio are taken for further analysis.

3.6 Morphology classification

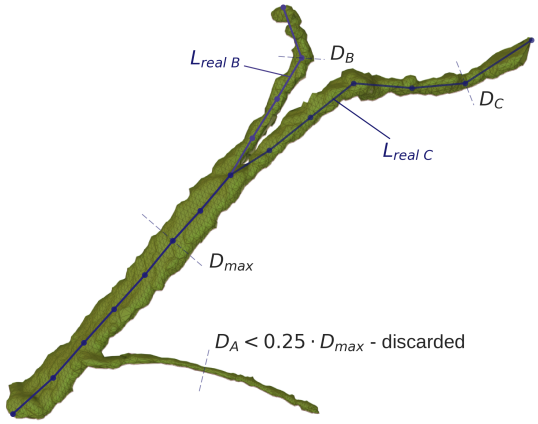
The geometric features extracted from the 3D mesh are stored in a database, retaining the link with individual fibers. In the sequel, these features will be used to identify different types



(a) $end - to - end$ and "$real$" length



(b) diameter



(c) complex geometry

Figure 3.5 Measurement of geometric features : (a) length ; (b) diameter ; (c) length and diameter for fibers with complex geometry

of fiber morphology.

3.6.1 Feature selection

Five simple and two compound geometric features were extracted from the geometry. Although the classification can be performed with all of them, there are two disadvantages to this approach. Firstly, if a given set of features shows strong correlation, more weight will be carried by such features and the classification process will be biased. Secondly, the computational complexity of the problem increases with the number of features. This quickly becomes prohibitive for the analysis of large number of fibers.

For these reasons, we propose to reduce the problem by performing a correlation analysis. First, the values of each feature f are normalized on a 0-1 scale following

$$f_{norm} = \frac{f - \min(f)}{\max(f) - \min(f)}. \tag{3.11}$$

This ensures that contribution of each feature is equally important. Furthermore, the Pearson coefficient of linear correlation ρ is calculated for each pair of normalized features f, g

$$\rho_{f,g} = \frac{cov(f,g)}{\sigma_f \sigma_g} = \frac{\sum_i^N (f_i - \bar{f})(g_i - \bar{g})}{\sigma_f \sigma_g} \tag{3.12}$$

where $\bar{f}$, $\bar{g}$ are means and σ_f, σ_g are standard deviations for the whole set of N fibers. The correlation graphs and Pearson coefficient of linear correlation are shown in Fig. 3.6. Surface and volume show a strong correlation and a similar shape of frequency distribution, with a long tail towards larger values. A very strong correlation exists also between the real length and end-to-end length. Despite this, the compound feature tortuosity does not display significant correlation with any other feature. This is also true for the aspect ratio. Based on this analysis, and because they exhibit less variability than the features correlated with them (Tab. 3.2), the surface and end-to-end length are eliminated from the analysis. The five features retained for the analysis are : volume, real length, tortuosity, diameter and aspect ratio.

3.6.2 Clustering

A morphology class is defined by the geometric properties of its members. Given the measurements, we can define classes of morphology by setting the minimal and maximal values of each property. These minimal and maximal values can be arbitrary, such as grain diameter in

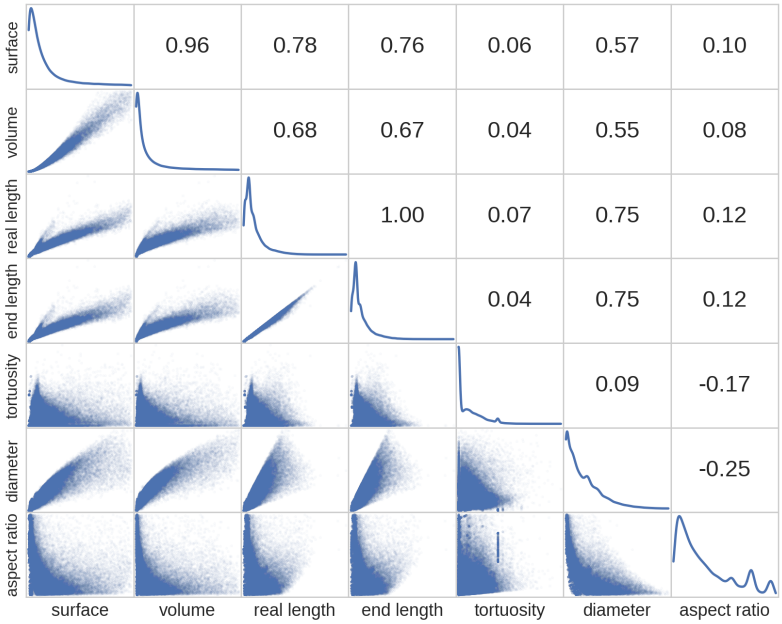


Figure 3.6 Correlation graphs of geometric features. Pearson coefficients of linear correlation ρ are given in the upper part. Kernel density estimation functions appear in the diagonal. The values above 95^{th} percentile for volume and surface are removed for clarity

Tableau 3.2 Range, mean $\bar{f}$ and standard deviation σ of geometric features

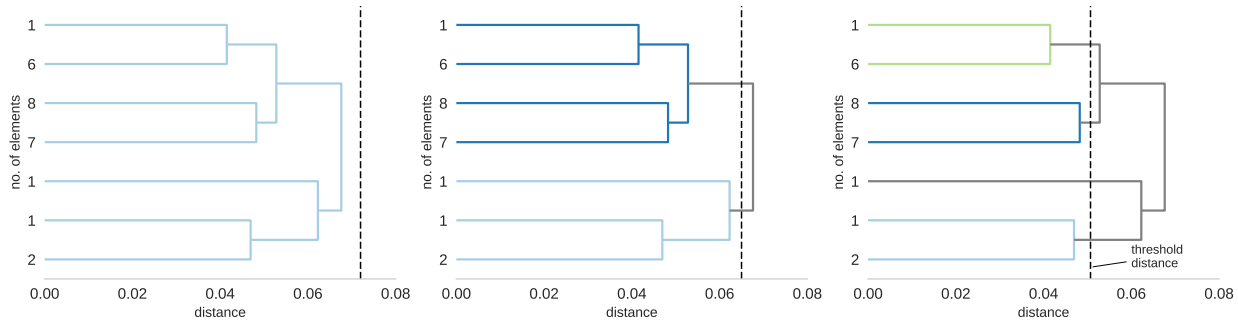
feature	min	max	$\bar{f}$	σ	$\sigma/\bar{f}$
surface [μm^2]	38.00	1020325	1207	9560	7.92
volume [μm^3]	15.72	5998016	3879	49198	12.68
real length [μm]	4.68	2722	25.55	54.27	2.12
end length [μm]	4.68	2399	24.26	50.66	2.09
tortuosity	1.00	1.71	1.05	0.06	0.06
diameter [μm]	1.25	923	11.76	16.71	1.42
aspect ratio	1.00	48.59	2.77	1.68	0.61

granulometry. They can also be directed by a mechanical model, e.g., the critical fiber length in tensile strength model of composites. Such approach is limiting if the geometry of the reinforcement is complex (Fig. 3.5c). For this reason we propose to determine the boundary values of features with a clustering algorithm.

First, the similarity of fiber geometry is measured by calculating the distance c between points in a k-dimensional space of geometric features, here $k = 5$. The pairs of fibers with small c are considered similar and belonging to the same class or cluster. The identification of clusters can be performed unhierarchically or hierarchically. In the former, the initial cluster centers are randomly selected and fibers closest to them are grouped. Such partition of fibers into clusters is final if the variability inside a class satisfies the imposed conditions. Otherwise, the cluster centers are recalculated and the partition updated in consequent iterations until convergence. This method is computationally very effective, but it has two major drawbacks : the result is not deterministic, which makes comparisons between different materials difficult. Secondly, the number of clusters is an arbitrary value, supplied by the operator.

Instead, we chose the hierarchical agglomerative algorithm. Here, clusters are formed in every iteration of the algorithm, creating a deterministic, hierarchical structure representing the whole material. First, the distances c between all pairs of fibers are calculated. The clusters are then formed by grouping the fibers i, j with the shortest c_{ij}. In the following iteration the distances are recalculated taking into account the newly formed clusters. The clustering algorithm is repeated until all fibers are assigned to one, final cluster forming a tree. This tree is visualized as a dendrogram shown in Fig. 3.7a. On the left, the composition of each branch of a tree is given. If a branch ends with one fiber then it is called a leaf. A branch ending with two or more fibers forms a cluster. The branches merge when the distance c between them reaches a threshold value on the horizontal axis. The final partition into clusters depends on the choice of threshold distance. In Fig. 3.7a the threshold distance chosen is larger than the largest distance between any two subclusters, thus the partition yields only one class containing all 26 fibers. In Fig. 3.7b the threshold distance between clusters is smaller, resulting in a division into two clusters of 22 and 4 fibers each. Finally, in Fig. 3.7c, the threshold distance is even smaller resulting in three clusters of 7, 15 and 3 fibers and one leaf.

The choice of the threshold distance can be automatized to enable comparisons between different materials or varied to suit the application. When there is a significant variability of features in a given cluster, the threshold distance can be adapted locally, as presented in the following section.



(a) one cluster – all fibers (b) two clusters (c) three clusters and one leaf

Figure 3.7 Dendrograms of different clusterings depending on the threshold distance

3.7 Results and discussion

The methodology described in the preceding sections provides three categories of results : phase volume percentage from preprocessing, geometric features associated with individual phase elements and a partition of these elements into classes based on morphology. The phase content and classification results will be presented here, followed by a discussion on the variability of class features, illustrated with graphs devised for fast qualitative and quantitative analysis of material microstructure.

3.7.1 Phase content

The specimen was smaller than the volume scanned with X-ray microtomography, thus a large part of the tomograms consisted of the air around the specimen. Thus the phase volume fractions identified during segmentation were not representative of the material. For this reason, the segmented tomograms were first masked to eliminate the surrounding air and only then the real phase volume fractions were calculated yielding : air 17.9%, polymer 78.5% and fibers 3.63%. The large air fraction is consistent with the lack of degassing during manufacture. After complete removal of the air phase from the analysis, the volume fractions are 95.6% for polymer and 4.43% for fibers. The fiber volume fraction is thus lower than the bulk estimate of 7.8%, but it remains plausible given the absence of homogenization prior to molding.

3.7.2 Classification

The segmented phase corresponding to fibers was used to generate a 3D surface mesh of individual objects. From the initial set of 105 313 fibers, 83 925 were retained. 21 388 objects had a volume below 1 voxel^3 and were rejected on account of noise. Clustering on the remaining set yielded the tree shown in Fig. 3.8. The dendrogram is accompanied by the step graph of the total number of clusters (including leaves) in function of the threshold distance. A steep curve indicates small distances between clusters and reduced intraclass variability. Flat curve on the other hand, points towards clusters distant in the feature space, i.e., to high interclass variability. For the analyzed set of fibers, two partitions can be envisaged. A choice of threshold distance above 14 would result in two distinct clusters with marginally different fiber morphology. Indeed, the mean volume and real length are 1533 [μm^3] and 18.5 [μm] for the upper cluster and 3879 [μm^3] and 25.6 [μm] for the bottom one.

The final choice of threshold distance was directed by two criteria : minimization of intraclass variability, while providing classes with the largest total volume and number of elements. According to these criteria, five classes were obtained at the threshold distance 7.07 (Fig. 3.8). From these, the class #3 exhibited a large internal variability and was further divided at a threshold of 2.5 into five smaller classes (Fig. 3.9). This final partition gives a total of nine classes as shown in Fig. 3.10.

3.7.3 Feature variability

The representative morphological types are presented in Fig. 3.11 ordered by size from fine to long. The classes will be discussed now, comparing the observed morphology and the range of its features. To visualize the latter, the mean values for volume, real length, tortuosity, and aspect ratio are shown in Fig. 3.12 for each class along with the mean values for all fibers.

Class #1 (Fig. 3.11a) is the dust class, with a very low phase volume. Despite the small diameter close to the scan resolution, the length of the object justifies keeping it in the analysis. Classes #4 (Fig. 3.11b) and #6 (Fig. 3.11c) are visually similar, but the examination of the mean class parameters for tortuosity (Fig. 3.12c) and aspect ratio (Fig. 3.12d) shows that fibers in class #4 are more twisted and slender, despite being shorter (Fig. 3.12b). The inverse is true for the classes #5 and #2, the former being longer, more tortuous and slender.

Class #10 (Fig. 3.11g) groups short, straight fibers akin to whiskers. Class #9 (Fig. 3.11h) has the largest mean aspect ratio of 6.57, but its tortuosity remains low. The elements of class #8 (Fig. 3.11i) are long, complex fibers with split ends. It can be speculated that it represents the fraction least damaged during processing and that the other classes are the

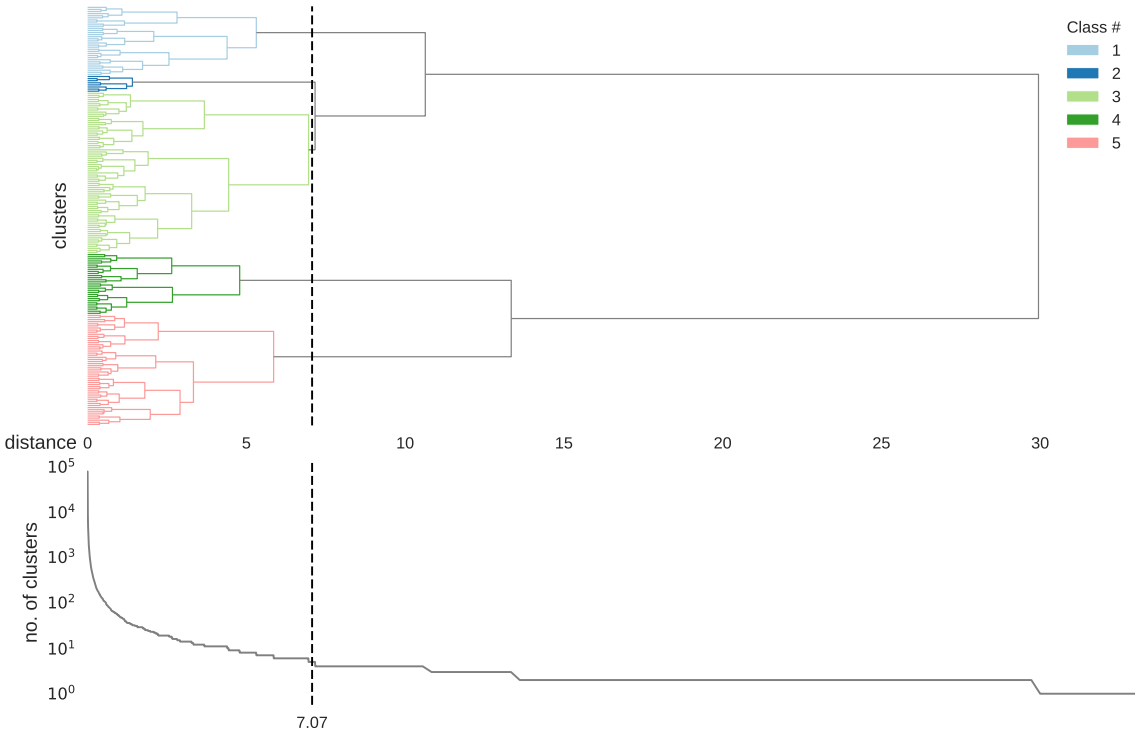


Figure 3.8 Dendrogram of hierarchical clustering of all fiber data

result of such degradation. Thus, class #8 may be considered as a conglomerate of fibers, not completely separated chemically or mechanically.

The graph in Fig. 3.13 juxtaposes the volume fraction of each morphological class with its frequency. It is evident that classes #8, 9 and 10 constitute the majority of all fibers by volume – a total of 58.5%. The class #8 grouping the conglomerates contains only 39 elements, but accounts for 19.4% by volume. On the other hand, class #2 contains as many as 14 thousand elements, but its volume represents only 5.2% of the whole. This illustrates the bias introduced by the analysis based solely on feature frequency. The only example here, where a high number of class elements goes in pair with volume contribution is class #5 with 18 712 fibers representing 18.9% of the total volume.

The classes from #1 to 7 comprise a very short fraction – fines, resulting from the degradation of fibers during the manufacturing process. Apart from class #5, they account only for a very small volumic fraction of all fibers. Their contribution as a mechanical reinforcement is most probably minor, and only the fibers from classes #8 to 10 should be considered in modeling. The impact of class #5 can be significant though for manufacture and electric and thermal properties, but will strongly depend on spatial distribution.

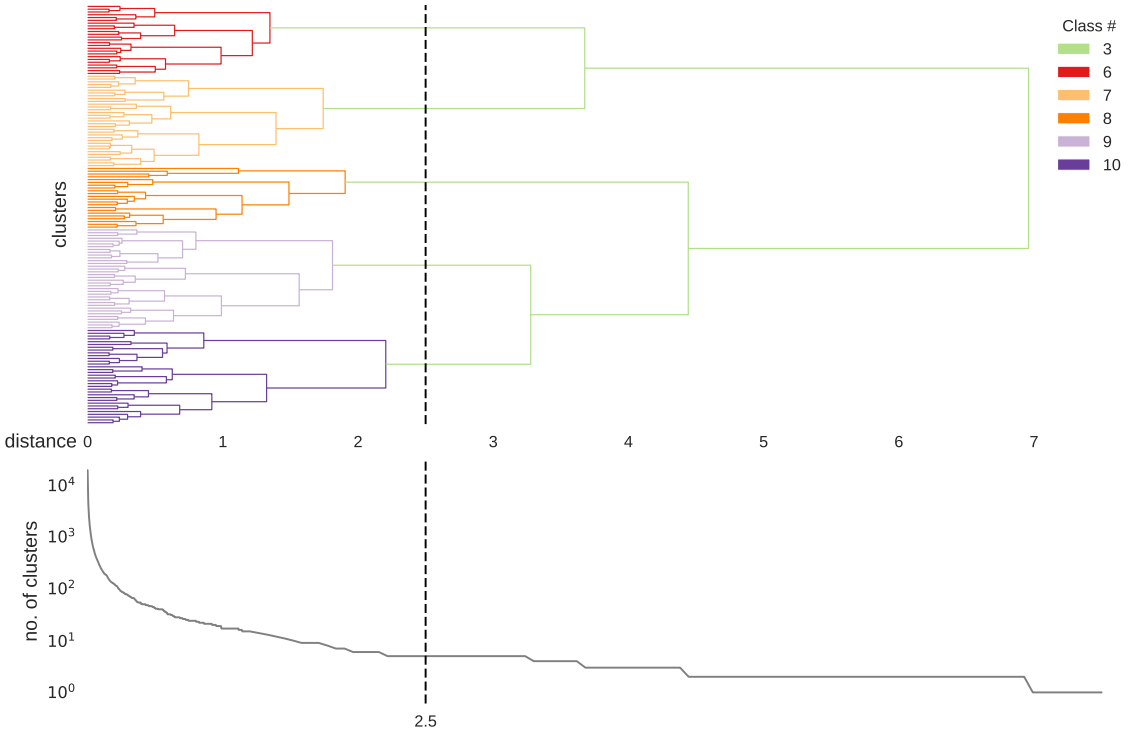


Figure 3.9 Dendrogram of hierarchical clustering of fibers in class #3

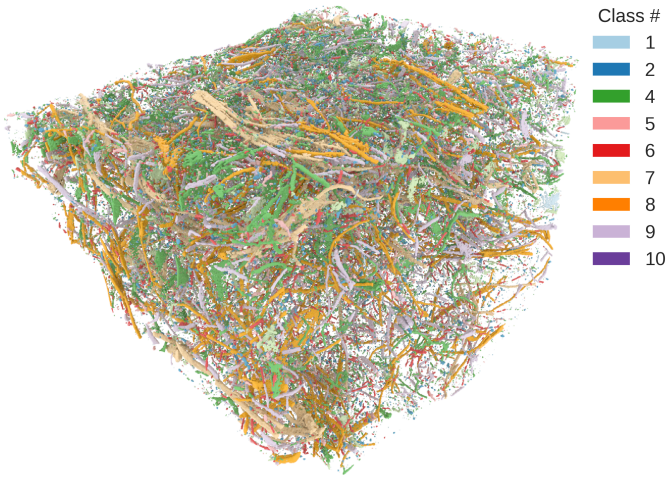
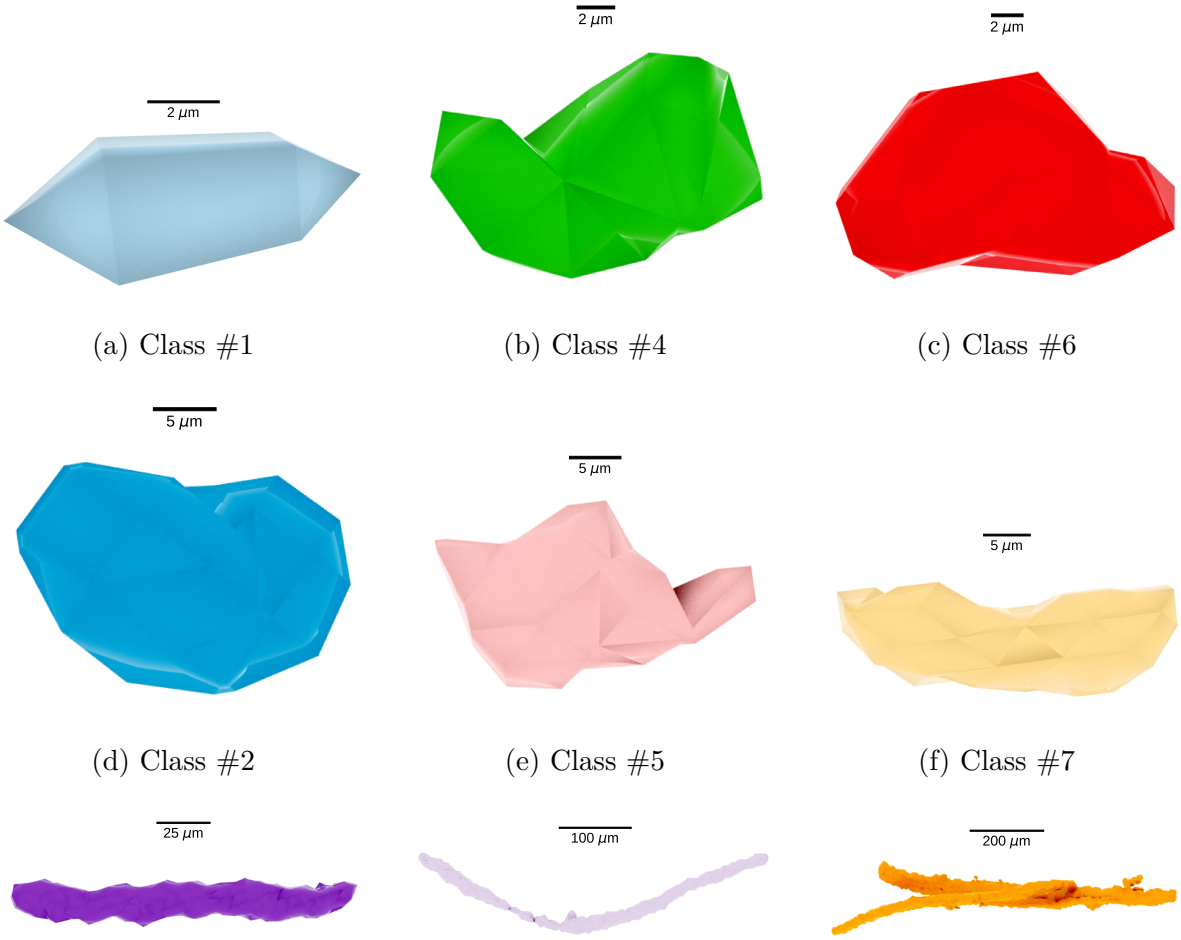


Figure 3.10 3D surface mesh of all fibers with indication of their belonging to each morphological class

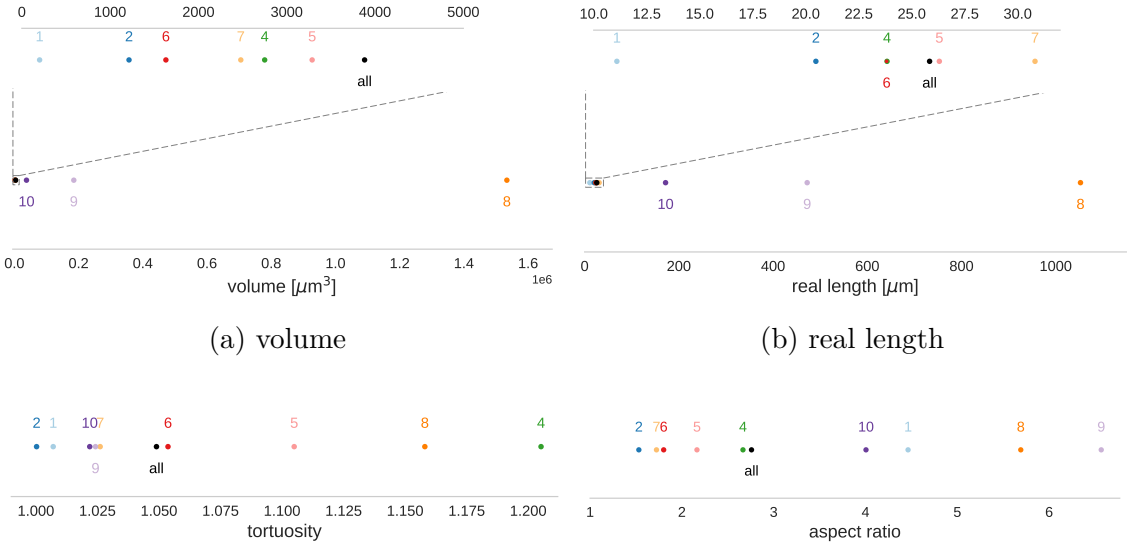


(a) Class #1 (b) Class #4 (c) Class #6

(d) Class #2 (e) Class #5 (f) Class #7

(g) Class #10 (h) Class #9 (i) Class #8

Figure 3.11 Examples of identified fiber morphology from all classes ordered by size. Note, that the scale differs between classes



(a) volume (b) real length

(c) tortuosity (d) aspect ratio

Figure 3.12 Comparison of mean values of geometric features for all classes : (a) volume ; (b) real length ; (c) tortuosity ; (d) aspect ratio. Parts of the volume and real length graphs were magnified to show the dispersion of values at the smaller scale

Finally, the discrepancy between frequency and volume percentage of each class can be interpreted as a degree of material degradation. Given that mixing and casting should not induce any further fiber damage, we may postulate that very short fibers are the result of mill cutting and have not been completely eliminated during rinsing. A comparative study of fibers at each stage of manufacture would be required to confirm this hypothesis.

3.8 Conclusions

A method for quantitative analysis of the morphology of short fiber reinforcements in composites has been proposed. The X-ray microtomographic scans of a material specimen are transformed in two steps. First, by segmentation informing about the volume fraction and geometrical boundaries of phases. Then geometric features of individual fibers are extracted from their 3D surface mesh. Two main difficulties appear during such measurements. In the case of complex morphology, like for short hemp fibers, some of the widely used features – length, diameter – are ill-defined. We have devised an alternative approach to their measurement, more representative of the complex structure.

The second difficulty lies in the interpretation of the acquired data. The mean values of mea-

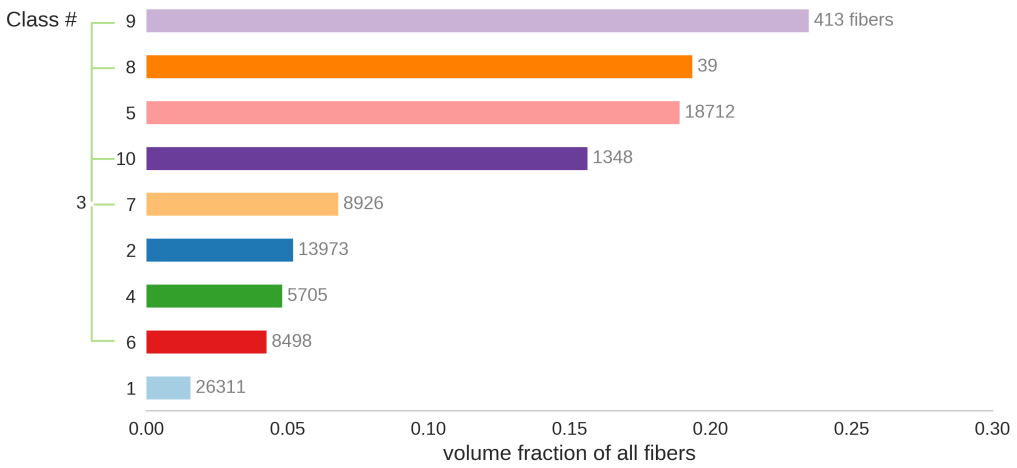


Figure 3.13 Volume of particular classes as a fraction of the volume of all fibers compared with the total count of fibers in each class. Classes #6-10 discerned within class #3 are identified to underline its variability

sured features are biased and tend to represent the most frequent morphology, not the fibers that constitute the majority by volume. For this reason, we have proposed a clustering method that groups fibers into classes according to their proximity in the k-space of k measured geometric features. The agglomerative hierarchical clustering algorithm was chosen because it is deterministic and enables to adapt the clustering to the intended scale of analysis. A partition into nine classes shown here is suitable for a detailed analysis of the morphology. The difference between dust, whiskers, simple fibers and their conglomerates is evident, pointing towards different mechanisms of degradation. At the same time, another partition can be considered to segregate into simple morphologies and conglomerates, illustrating the extent of fiber degradation.

The presented approach has a major drawback, as it does not distinguish between fibers that were shortened during the manufacturing process from those that were simply cut to fit within the dimensions of the scanned specimen. A combined geometric and spatial analysis enabling such distinction is currently under development. Another limitation is due to the low volume fraction of the embedded fibers. When the distance between fibers is smaller than the resolution of the scan, it becomes difficult, if not impossible, to determine if given fibers form a chemically bonded conglomerate or are indeed separate. The issues cited above are specific to the parameters of the scan and X-ray tomograph. A larger specimen would include longer fibers, and a higher scan resolution increases separability.

For the data set analyzed here, the feature extraction took 190 min (1 CPU, no paralleli-

zation). This long processing time is due to the operations on the mesh, the projection of cross-sections in particular. Given the distributed nature of these operations, the code is currently being ported for GPU-optimized calculations. The classification part of the methodology requires only 5 min 50 s (4 CPUs, parallelized) to complete.

The code is developed in Python 3.6 and consists of four modules respectively for image segmentation, mesh extraction, measurement of geometric features and morphology classification. The modular architecture permits the potential users to perform a selected part of the treatment or process data from external sources, e.g., generated with commercial software or open source libraries such as ImageJ Schindelin et al. (2012) for image processing and WEKA Hall et al. (2009) for classification. The program is currently in the testing phase and we hope to release it for the academic use in the future.

The methodology is not limited to natural fibers and other discontinuous phases can also be analyzed. Further work will include application of the presented methodology to characterize voids in Resin Transfer Molding composites, hence enabling the comparison between specimens manufactured with different process parameters.

Acknowledgments

Authors acknowledge the financial contribution of Centre d'Innovation of Université de Technologie de Compiègne (UTC) and of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC). The help of Prof. T. Sterzyński from Poznań University of Technology and Prof. M. Władyka-Przybylak from the Institute of Natural Fibres & Medicinal Plants, Poznań, Poland is greatly appreciated for providing guidance and expertise on natural fibers.

CHAPITRE 4 ARTICLE 2 : AN AUTOMATED METHOD FOR IDENTIFICATION OF DEFECT MORPHOLOGY AND SPATIAL DISTRIBUTION IN FIBER REINFORCED COMPOSITES BASED ON X-RAY MICROTOMOGRAPHY

Anna Madra, Piotr Breitkopf, Van-Pham Dan-Thuy, Minh-Tri Nguyen, Chanh-Nghiem Nguyen, François Trochu

Composites Science and Technology, soumis le 20 septembre 2017

4.1 Présentation du chapitre

Ce chapitre présente l'article soumis à *Composites Science and Technology* en septembre 2017. Les méthodes d'analyse de morphologie de l'Article 1 sont augmentées par une approche de caractérisation de la distribution spatiale et d'identification de conglomérats. La contribution principale de ce travail est la proposition d'un nouveau descripteur de haut niveau : le « génome des défauts » qui permet d'évaluer rapidement la composition morphologique et la distribution de défauts dans une éprouvette. Les grandes lignes d'article sont comme suit.

La méthodologie est présentée pour caractériser les défauts de fabrication d'un composite aux fibres longues. D'abord, les résultats de microtomographie sont segmentés et le maillage correspondant aux défauts est construit. Puis, les propriétés géométriques et spatiales sont extraites de tous les défauts. Le clustering hiérarchique agglomératif est appliqué deux fois. D'abord sur les propriétés géométriques de l'ensemble des défauts identifiés dans tous les échantillons soumis à l'étude, pour détecter les types de morphologie. Après, le deuxième clustering est réalisé séparément pour chaque échantillon, sur les centroïdes des défauts. Cette opération permet de retrouver de conglomérats spatiaux de défauts. La taille de conglomérats est réglée par la distance de seuil (ang. « *thresholding distance* »).

Une telle description de la morphologie et de la distribution de défauts est précise, mais dans une étude qui porte sur plusieurs échantillons, les comparaisons et l'établissement d'un lien avec le procédé restent difficiles. Pour cette raison, nous introduisons un nouveau descripteur de haut niveau, du « génome des défauts ». Le génome des défauts regroupe les informations sur la fraction volumique de chacune des classes morphologiques identifiées dans un échantillon. Par exemple, le taux de fissures, de bulles d'air et de microvides. Comme ça, en comparant les génomes de matériaux fabriqués sous différentes conditions, nous pouvons rapidement évaluer la contribution volumique de chaque type de défaut. De plus, le génome peut

être évalué non seulement sur un échantillon complet, mais aussi séparément pour chaque conglomérat. Ce niveau de granularité permet également d'identifier les zones des défauts qui se ressemblent, par exemple un manque de résine dans la zone centrale de plusieurs échantillons, ce qui pourra suggérer un problème de fabrication.

Cette méthodologie est illustrée sur un composite renforcé par des fibres végétales de banane, unidirectionnelles avec une matrice thermoplastique. Le matériau a été fabriqué par compression d'un laminé de fibres avec des plaques de polymère. Sept spécimens correspondants aux différentes conditions de mise en oeuvre font l'objet de l'étude. L'analyse commence par l'étude de fractions volumiques de l'air résiduel dans chaque échantillon et les hypothèses sont posées sur la provenance de défauts. Ensuite, les résultats de chaque étape de la méthodologie sont discutés, donnant une image de plus en plus détaillée de la microstructure. Enfin, le génome est calculé pour les conglomérats et l'état de défauts comparé entre les différents échantillons, puis les hypothèses de la provenance de défauts évaluées.

L'introduction du génome est aussi le premier pas envers la caractérisation des structures complexes d'un matériau. Tandis que l'Article 2 propose l'analyse de structures composées d'une seule phase (défauts), les Articles 3 et 4 reprennent l'idée pour un renfort tissé imprégné, donc chimiquement hétérogéne.

4.2 Abstract

In this work, we propose a methodology to identify morphological types and spatial conglomerates of defects in polymer matrix composites with fiber reinforcements. We base our approach on the X-ray microtomographic scans which after calibrated segmentation and mesh reconstruction provide a 3D view of defects. By extracting geometric and spatial features, and further subjecting them to the hierarchical agglomerative clustering, we identify distinct morphological classes of defects and their conglomerates within the specimen. A defect "genome" is proposed as an indicator of defect distribution in a material, enabling fast comparison between specimens manufactured under different conditions. The approach is presented for thermoplastic matrix composites with unidirectional banana fiber reinforcement.

KEYWORDS A. Polymer-matrix composites (PMCs) ; A. Laminate ; B. Defects ; B. Porosity/Voids ; X-ray microtomography.

4.3 Introduction

The microstructure of a complex material such as fiber reinforced polymer composite is highly dependent on its manufacturing conditions Pearce et al. (1998); Hassan and Othman (2017); Liotier et al. (2010); Jin et al. (2017). Of particular importance is the identification of process-related defects that are detrimental to the mechanical performance of the material Lambert et al. (2012). A standard procedure for analysis of defects is given by the ASTM D 3171 ASTM (2010) norm for measuring the constituent content of composite materials from density measurements prior to, and after matrix elimination by burning or acid digestion. This method provides the mass percentages of phases in the specimen such as fibers, polymer, and air. The air phase is synonymous with all types of air entrapments in the material. Among them are air bubbles, micropores, cracks, and delaminations Madra et al. (2014). The last two may not always be detected with the ASTM method because when they reach the surface of the specimen, they are filled with the liquid medium during density measurement. Also, only one global characteristic is retrieved with this method, providing no information on the spatial distribution or shape of defects. In Drach et al. (2011) it has been shown that the shape and location of defects have a major influence on the mechanical performance and failure behavior of composites, especially on the propagation of cracks, as confirmed in other studies in Liotier et al. (2010); Lambert et al. (2012).

On the other side, new nondestructive imaging methods such as X-ray microtomography, permit to explore in depth distribution of defects within a specimen Liotier et al. (2010); Lambert et al. (2012); McCombe et al. (2012). In Liotier et al. (2010), the X-ray microtomography has been used to investigate the morphology and spatial distribution of cracks in a multi-axial multi-ply stitched carbon laminate after hygrothermal fatigue. The analysis has revealed a highly complex fracture geometry, which combined with a large amount of data that required processing forced the authors to limit their analysis to a qualitative appraisal and made difficult the comparisons between specimens.

A study in McCombe et al. (2012) made use of the defect volume to identify damage mechanisms in CFRP laminate after low velocity impact. The spatial distribution of defects was also studied by inspecting the total volume of defects in consecutive plies of the laminate aiding in the design of the self-healing mechanism. The work Lambert et al. (2012) studied the void volume measured on X-ray microtomographic scans of glass fiber reinforced polymer composite used for wind turbine blades. No correlation between the global volume of voids and fatigue behavior has been observed, but a significant correlation was found between crack formation and voids with large volume.

The studies presented above required a substantial amount of manual measurements and calibration and thus provided only a qualitative view of the microstructure of the material. In Katunin et al. (2015), an approach has been proposed to automatize the identification and classification of defects in polymeric composites after water-jet cutting. The methodology relies on applying the wavelet transform to extract information about the size, orientation and location of defects, followed by a classification based on geometric features. Despite the originality of this approach, the information retrieved served mostly to identify the geometry of defects rather than to explore the existing morphological types.

Apart from the exploration of geometry and distribution of defects, the microtomographic analysis of defects can be used for numerical simulations of composite behavior. In Drach et al. (2011) the complex geometry of individual pores retrieved from X-ray microtomographic scans of carbon/carbon composites has been used to study their impact on elastic modulus. The authors of Tserpes et al. (2016) went further by exploring the impact of selected pore conglomerates on the mechanical properties of a unidirectional carbon fiber reinforced epoxy resin. In both cases, the selection of pores and clusters was manual and based on an arbitrary choice made by the operator, limiting the scope of the analyzed geometry.

The introduction of arbitrary criteria is present in other aspects of tomographic analysis. For example, in Tserpes et al. (2016) the pores in a unidirectional carbon fiber reinforced polymer are divided into three groups based on volume. The threshold values for each group are selected arbitrarily by the user. Another type of defects : microcracks and delamination due to fatigue damage of carbon-epoxy laminate were identified by setting arbitrary thresholds during segmentation of the X-ray microtomographic scans. In both cases, the use of arbitrary criteria poses two major drawbacks on the analysis. Firstly, it is less probable that such classification will comply with the “natural” categories of a subdivision, as suggested by Friedman in Friedman and Rubin (1967) in his mathematical analysis of clustering. Secondly, the use of arbitrary division may induce skew if new data is added to the analysis.

In the present work we propose a solution to this problem based on a range of clustering algorithms. Various methods of clustering have already found their place in the segmentation of data in the medical field Prodanov and Feirabend (2008); Elbischger et al. (2004). In composites, they are predominantly used to identify damage mechanisms from the results of Acoustic Emission Godin et al. (2004, 2005); Doan et al. (2015). The applications to the study of microstructure morphology are scarce. In the previous publication Madra et al. (2017a), we have proposed a clustering method to identify morphological types of natural fibers to determine the extent of fiber damage introduced during manufacture. The approach presented there was general, but limited to the morphological analysis of only one specimen.

Here, we would like to extend this methodology by developing spatial features to describe the distribution of defects within a specimen. We also propose a defect “genome”, which is an indicator of defect distribution, relating information about the morphology of defects to their location within a specimen.

The structure of this paper is as follows : we begin by describing the experimental procedure of specimen manufacture and X-ray microtomographic scanning, including image processing and mesh reconstruction. From the 3D mesh we extract geometric features and identify morphological types of defects. Then we propose spatial descriptors and show how hierarchical clustering can be used to identify conglomerates of defects within the specimen. Finally, a defect "genome" is proposed, based on the results of morphological and spatial classification. In the results section, we apply the presented methodology to compare defects in specimens of thermoplastic composites reinforced with unidirectional banana fiber manufactured under varying conditions.

4.4 Experimental methods

4.4.1 Material

The material considered in this study is a thermoplastic composite reinforced with unidirectional banana fibers. The latter have been obtained in the process detailed in Fig. 4.1 at the *Department of Chemical Engineering*, *Can-Tho University* in Vietnam. The fibers were then compacted with acrylonitrile butadiene styrene (ABS) thermoplastic films in a column type compression molding machine from *Pan Stone Hydraulics Indus. Co. Ltd.*. The intended weight fraction of fibers was 40%. Seven specimens were manufactured with varying compression time, temperature and pressure cited in Tab. 4.1. To enable comparisons, three specimens (a3, a4, a5) were manufactured with the same parameters. Other specimens served for exploratory analysis. The samples for X-ray microtomography were cut out from the central part of the specimens with nominal dimensions 8 x 12 x 30 mm^3.

4.4.2 X-ray microtomography

The scans were realized at the *Kyoto Institute of Technology*, in Kyoto, Japan on a *FLEX-M863-CT* laboratory scale X-ray microtomograph from *Beamsense Co. Ltd.*. The acceleration voltage of 117 kV was used for the scans. A similar resolution for each specimen was intended (Tab. 4.2) to provide consistent results during image processing. The reconstruction of tomograms was done with the *BeamsenseCT* Ver. 1.5 software provided by Yukihiro Nishikawa from *Kyoto Institute of Technology*. The speckle artifacts and illumination fluc-



Figure 4.1 Extraction of fibers from banana plant and the final composite laminate

Tableau 4.1 Manufacturing conditions of analyzed specimens

specimen	time [min]	temperature [°C]	pressure [kg/cm^2]
a1	10	150	100
a2	10	160	100
a3	15	170	100
a4	15	170	100
a5	15	170	100
a6	20	170	75
a7	20	170	125

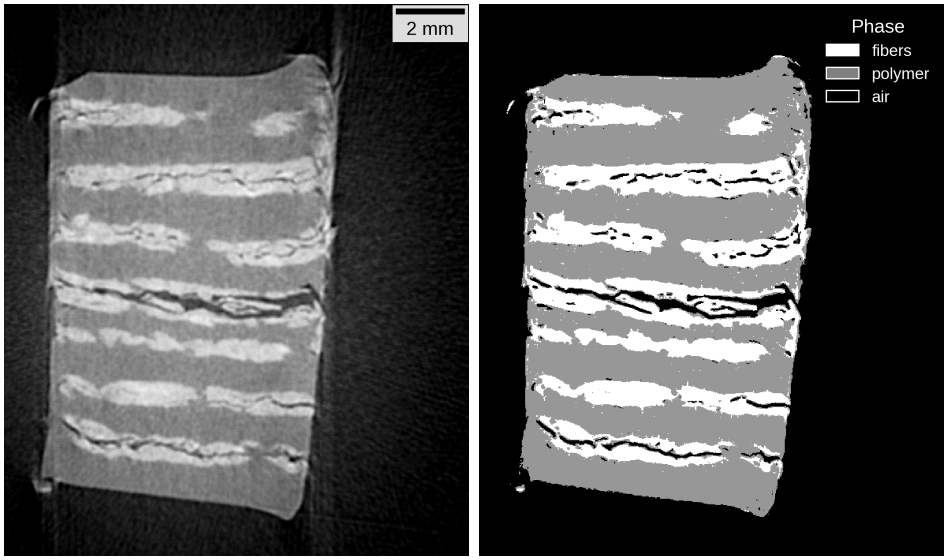
tuations were removed programmatically. Reconstructed tomograms were stored as stacks of 1500 two-dimensional images of 1000x1000 pixel size, representing the distribution of the coefficient of X-ray attenuation μ with values from the 16-bit grayscale spectrum (Fig. 4.2a).

The rest of the image processing was performed with custom *Python* software following the procedure developed by the authors in Madra et al. (2017a). The tomograms were subject to automatic segmentation based on criteria determined by a k-means algorithm with adjusted cluster origins. The segmentation yielded a partition of voxels into three subsets corresponding to the air, polymer and fibers (Fig. 4.2b).

Note that air fully encompasses the specimen (Fig. 4.14a). To identify the geometry of cracks reaching the surface of the specimen, a masking algorithm was developed, further described in the Appendix A.

Tableau 4.2 Scan resolution for different specimens

name	a1	a2	a3	a4	a5	a6	a7
resolution [μm]	21.76	22.43	23.49	23.07	22.88	23.04	23.36



(a) Untreated tomogram

(b) μ and convolution-based segmentation

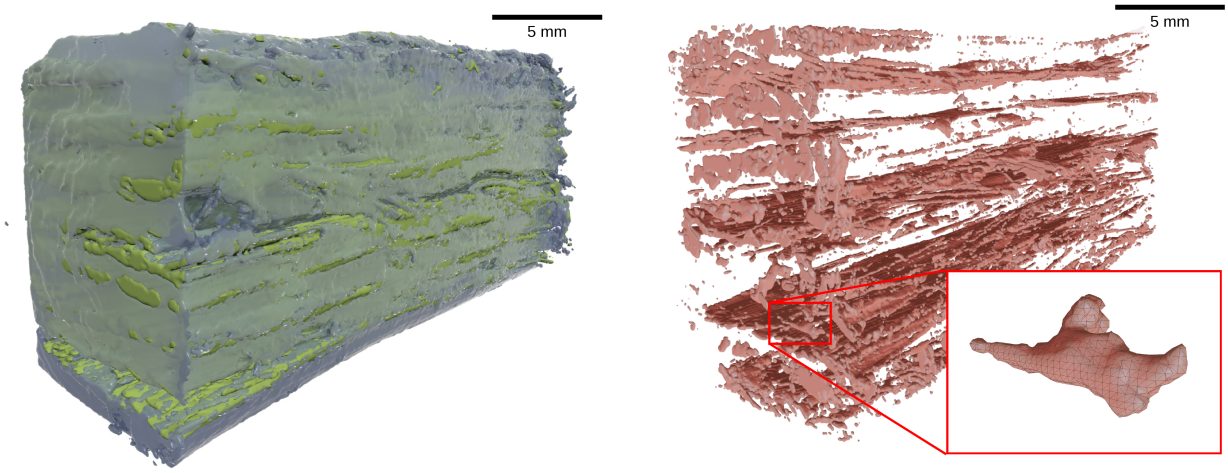
Figure 4.2 X-ray tomogram (a) untreated ; (b) after μ and convolution-based segmentation

4.4.3 Mesh reconstruction

The 3D surface mesh of particular phases in the material has been extracted from segmented tomograms with the marching cubes algorithm described in Lewiner et al. (2003). A view of the reconstructed geometry of fibers and polymer matrix is shown in Fig. 4.3a. In our study we will take into account the mesh corresponding to defects (Fig. 4.3b). It can be observed that cracks reaching the specimen surface are represented as individual entities, separate from the air encompassing the specimen. This is due to the masking operation applied in the previous section. This division is artificial, but necessary for automatic identification of morphology based on geometric features as will be presented in the sequel.

4.5 Characterization of defects

The surface mesh of individual defects extracted from segmented tomograms contains information on the geometry and spatial distribution of defects. The methodology presented here is divided into three main parts : characterization of morphology, identification of spatial clusters, and definition of higher-order features. The defect genome introduced in Section 4.5.4 is such higher-order feature, enabling comparisons between the state of defects in different specimens.



(a) Fibers (green) and polymer (translucent blue) (b) Defects

Figure 4.3 3D reconstruction of phase geometry for specimen a6 : (a) fibers and polymer ; (b) defect phase only. The inset shows a detail of the reconstructed 3D surface mesh. For references to color please refer to the on-line version of this paper

4.5.1 Geometric features

Each individual phase object was characterized following the procedure described in Madra et al. (2017a). The following geometric features were measured :

— surface ;

— volume ;

— sphericity ;

— box dimensions : b_1, b_2, b_3 ;

— aspect ratio.

The box dimensions of a defect are equivalent to the dimensions of the smallest rectangular box encompassing its geometry (Fig. 4.4). Please note, that the box needs not necessarily be orthogonal to the Euclidean space. The dimensions are ordered from the largest to the smallest, and can be interpreted as length, width and thickness of the object, but to avoid confusion with the geometric descriptors defined in Madra et al. (2017a), we will keep referring to them as box dimensions. This geometric descriptor replaces the diameter and length measured for fibers, as the geometry of observed defects was too complex for these measurements to be unambiguous. The aspect ratio is the ratio of the first (b_1) to the average of the two remaining box dimensions. Sphericity is a geometric feature used to characterize the complexity of an object independently of its size (Lambert et al. (2012), Wildenschild and

Sheppard (2013))

$$S = \frac{6\pi^{\frac{1}{2}}V}{S^{\frac{3}{2}}}. \tag{4.1}$$

The sphericity of a perfectly round object is equal to 1 with decreasing values implying elongation of geometry. Prior to classification, the features are centered and normalized in the 0-1 range. Each set of measurements is labeled with a unique name to retain a connection to the original defect object.

4.5.2 Morphological classes

The sets of geometric measurements for each defect define descriptors characterizing the morphological variability of defect geometry. To identify distinct morphological classes, we have employed the methodology presented in Madra et al. (2017a). A hierarchical agglomerative clustering algorithm is used to find clusters of objects that are close to each other in the n-dimensional space of geometric features. The clusters are determined hierarchically, i.e., distances between objects are measured in each step of the algorithm and then those closest to each other are grouped together. The algorithm continues until all objects are in one group. The information about cluster membership is retained and all intermediary steps can be explored on a dendrogram graph. The choice of a threshold distance d_t which is the maximal distance between objects (or clusters) for a grouping to occur, determines the final division into classes.

The selection of d_t is an open problem in classification. It can be chosen manually or set to an arbitrary value. The groups determined with the clustering algorithm correspond to the defects which have similar geometric parameters, i.e., a comparable morphology. The smaller the value of d_t, the more similar are the objects in a class.

4.5.3 Spatial features and conglomerates

The spatial distribution of defects can be analyzed qualitatively by plotting their position as a function of their distance from a selected point of reference. This could be a distance from the mold inlet/outlet, or a position relative to the top surface of the manufactured part. We will characterize the position of a defect by determining the coordinates of its centroid $c = \{x_c, y_c, z_c\}$ where

$$x_c = \frac{1}{M}\sum_{i=1}^{M} x_i \tag{4.2}$$

and x_i, y_i, z_i are the coordinates of M nodes making up the surface mesh of a given defect. If we consider the values of x_c, y_c and z_c as spatial features, then a classification can be

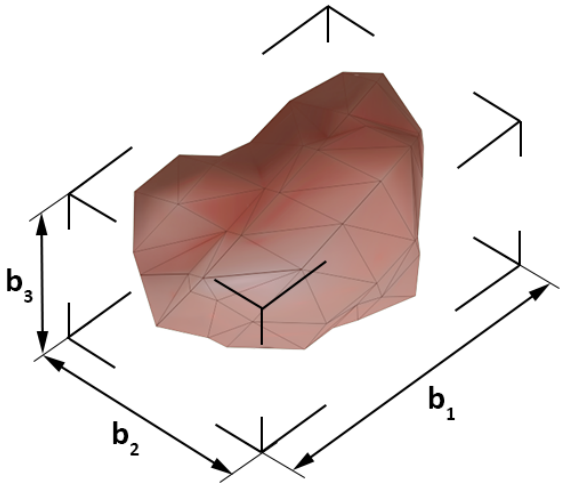


Figure 4.4 Definition of box dimensions

performed with the same hierarchical clustering algorithm as used for the identification of morphological types. The semantic difference in the results of clustering of the spatial features from those of clustering on geometric measurements, is that instead of finding similar morphology, we are identifying conglomerates of defects within the specimen. The threshold distance d_t now signifies the maximal distance between the centroids of defects for them to be considered a part of the same conglomerate.

4.5.4 Defect genome

The preceding sections have provided methods to group the defects of similar morphology or located in the same region of the specimen. These two types of information can be combined into a higher-order feature to identify conglomerates with a similar morphological buildup. We propose a defect "genome" which represents the relative volume percentage of each type of defect in a conglomerate. The genome G is a vector of length P, equal to the number of all identified morphological classes m_p

$$G = [V^*_{m_1}, V^*_{m_2}, \ldots, V^*_{m_p}, \ldots, V^*_{m_P}] \tag{4.3}$$

where $V^*_{m_p}$ is a relative volume of all defects belonging to a class m_p. If we index the set of defects in a conglomerate h by I and the defects belonging to the morphology class m_p by

J, then

$$V^*_{m_p} = \frac{\sum_{k \in I \cap J} v_k}{\sum_{k \in I} v_k} \tag{4.4}$$

where v_k is the volume of a given defect. Vector G can be evaluated for the entire specimen, informing about the volume contribution of each type of defect and thus enabling fast comparisons of the state of defects between different specimens. To obtain a more detailed view and compare defects in the individual subregions of the material, the genome is calculated separately for each conglomerate. This way the proportional morphological composition of conglomerates can be investigated. For example, if a conglomerate contains a crack, its complexity can be evaluated by checking the volume fraction of accompanying defects, usually the elements of a larger fracture that appear disconnected at lower resolutions of the scan.

4.6 Results and discussion

The methodology described above has been applied to specimens a1-a7 described in Section 4.4.1. The results of each step of the treatment are discussed in the separate sections below.

4.6.1 Phase composition

The intended weight fraction of fibers was 40% for all specimens. The density of composite constituents was measured giving 1.35 $\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ for banana fibers and 1.03 $\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ for ABS. Thus, the intended fiber volume fraction was 33.7%. The phase volume fractions of fibers, polymer and air phases for all specimens obtained from the X-ray microtomographic study are shown in Fig. 4.5. The average fiber volume fraction was of 26.6±3.0% relative to all phases in the material, and 27.4±3.4% in relation to the polymeric matrix only. The discrepancy between this average value and the intended one may be explained in two ways : firstly, banana fibers contain a substantial amount of moisture, reaching from 10 to 11% by weight. During processing at elevated temperature, the water evaporates, decreasing the volume of fibers in the specimen. Secondly, given the small size of examined specimens, local variability could cause substantial deviations. This is evident for specimen a2, that contained one ply of the reinforcement less than the rest.

The volume percentage of defects has shown considerable variation. Specimen a1 processed at the lowest temperature of 150°C had as much as 6.58% of residual air. A probable cause of the lack of impregnation is the high viscosity at this temperature, that decreased polymer mobility and thus the fibrous reinforcement was not completely impregnated. Specimens a6 and a7 were processed for the longest period of time : 20 min, resulting in 3.96 and 3.22% of voids respectively. It is possible, that high temperature combined with a long compression

time have degraded banana fibers and might have resulted in the expansion of water particles evaporating from the fibers. The rest of the specimens, were manufactured under similar conditions and the variations in the measured void content were less pronounced, giving an average of 0.8%.

4.6.2 Defect morphology

The phase corresponding to the air within the specimens was subject to mesh reconstruction. The details of memory requirements and mesh parameters for each of the specimens are shown in Tab. 4.3. From the initial set of 75 thousand objects, 10 thousand were removed on account of noise and reconstruction artifacts. From the remaining set of 65 thousand defects geometric features were extracted and analyzed.

The graphs in Fig. 4.6 show mean values of the surface, volume, sphericity and aspect ratio for all defects in particular specimens, compared to the average values for all characterized defects. On the graphs showing the average surface (Fig. 4.6a) and volume (Fig. 4.6b), the values for specimen a6 are distinctly larger than for all other studied materials. Such a difference indicates the domination of a distinct type of defect. The low sphericity and high aspect ratio of defects in specimen a6 support this hypothesis.

The average size of defects is comparable in specimens a2, a3, and a4, occupying the lower end of the spectrum. The average sphericity and aspect ratio of defects did not vary significantly, which disqualifies them as indicators of the manufacturing process.

The identification of morphological classes was performed on the geometric features of defects from all specimens. This ensured consistency during the comparison of morphological types. The dendrogram in Fig. 4.7 shows seven clusters, determined at a threshold distance $d_t = 6.3$. A 3D visualization of defects in specimen a6 with their classes indicated is shown in Fig. 4.8.

Tableau 4.3 Comparison of memory requirements and parameters of the surface mesh of defects identified in different specimens. Size of the voxel file was 3 GB for each specimen

specimen	mesh size [MB]	no. of objects	no. of nodes	no. of triangles
a1	321	15 148	$2.58 \cdot 10^6$	$5.11 \cdot 10^6$
a2	156	21 779	$2.16 \cdot 10^6$	$4.25 \cdot 10^6$
a3	88	10 134	$0.88 \cdot 10^6$	$1.72 \cdot 10^6$
a4	43	6 506	$0.62 \cdot 10^6$	$1.22 \cdot 10^6$
a5	30	2 671	$0.37 \cdot 10^6$	$0.72 \cdot 10^6$
a6	126	4 527	$1.74 \cdot 10^6$	$3.46 \cdot 10^6$
a7	163	13 873	$2.23 \cdot 10^6$	$4.41 \cdot 10^6$

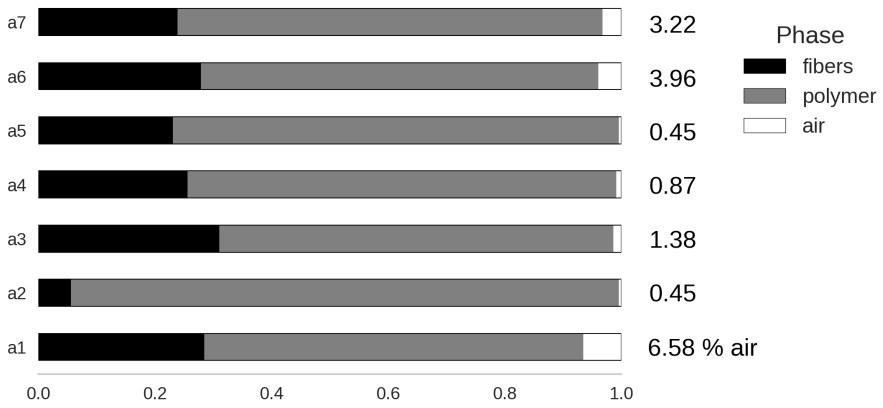
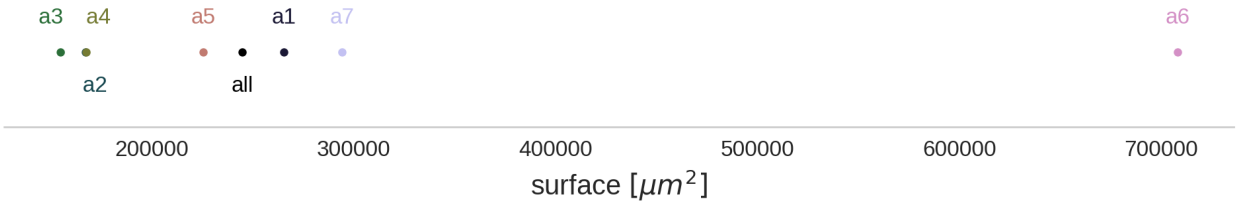
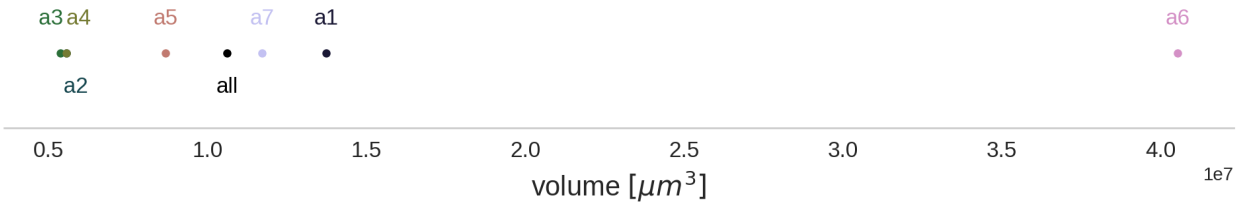


Figure 4.5 Relative phase volume fractions determined from segmented tomograms of specimens a1 to a7

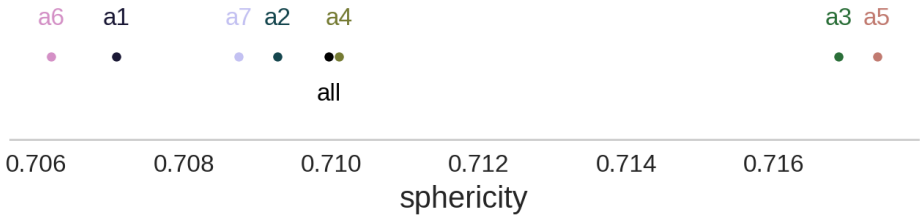
A number of defects in this specimen belongs to class #5, i.e., represents cracks. Fig. 4.9 shows an overview of all types of defect morphology. We see that the representative of class #5 is clearly larger than those of all other classes. The characteristic morphology of elongated voids of class #4 represented resin deficiency found in the spaces between fibers. Classes #1 and #2 are microvoids, although the very small dimensions of objects in class #2 almost qualify as noise. Classes #3 and #7 have a very similar morphology of slightly elongated air bubbles. Finally, defects in class #6 exhibit a complex geometry, unlike that of voids or air bubbles. Their proximity to cracks indicates that they may be part of the damage, although scans at a higher resolution would be necessary to confirm this hypothesis.



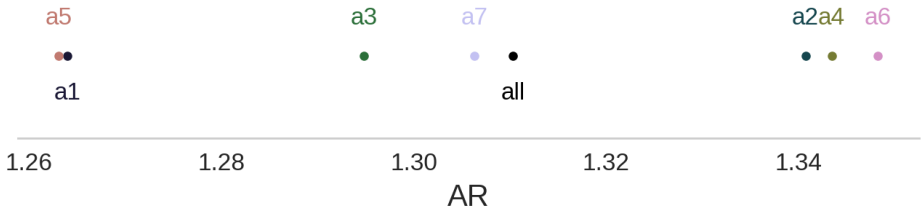
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 4.6 Comparison of the mean values of geometric features of defects in specimens a1-a7 : (a) surface ; (b) volume ; (c) sphericity ; (d) aspect ratio. The mean value for all characterized defects is also included for reference

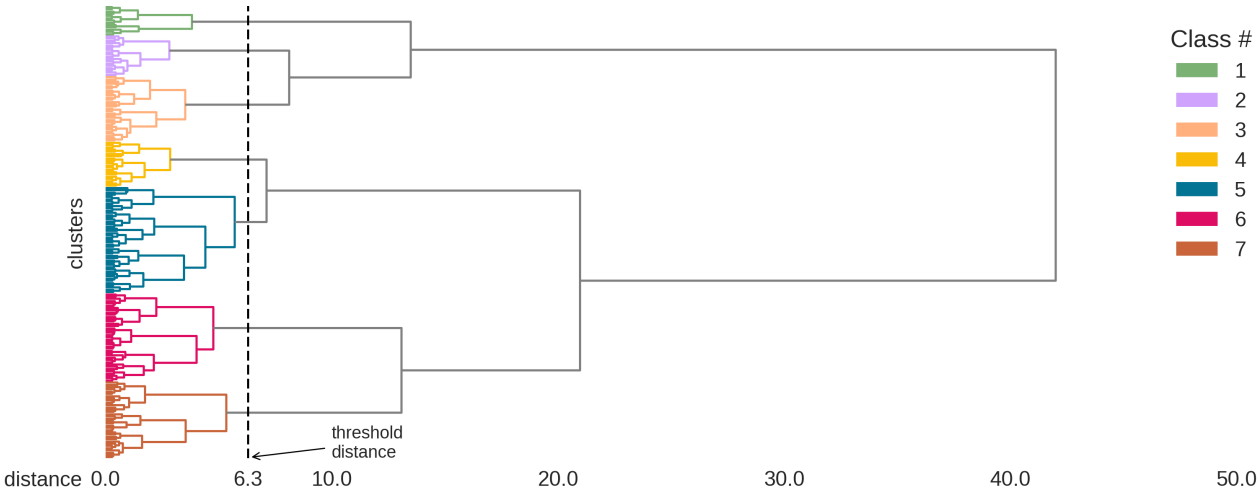


Figure 4.7 Dendrogram of hierarchical clustering on geometric features of defects. The threshold distance d_t is marked with a dotted line

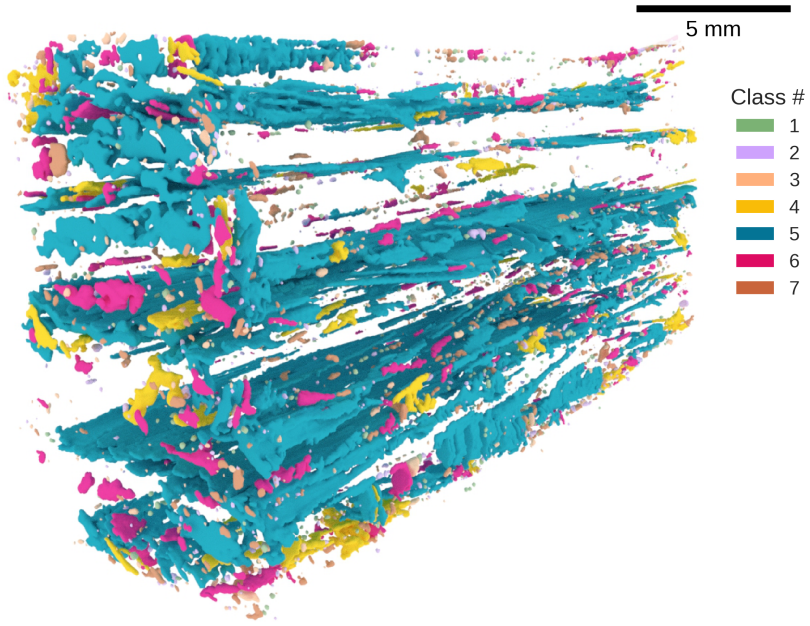
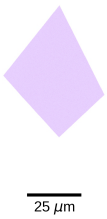


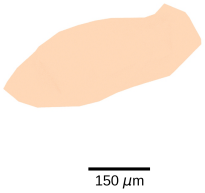
Figure 4.8 3D visualization of defects in specimen a6 with the seven morphological classes indicated



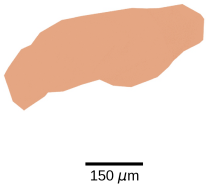
(a) Class #2



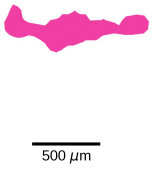
(b) Class #1



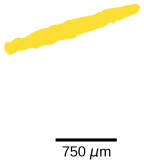
(c) Class #3



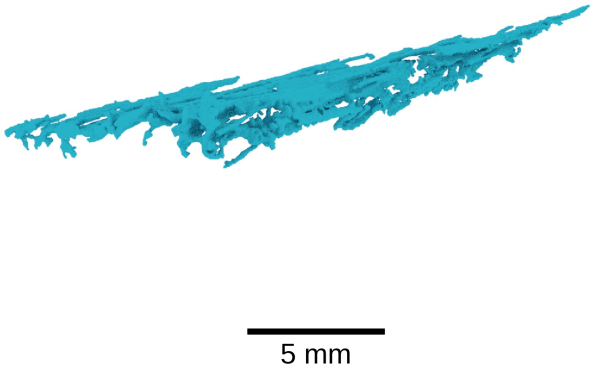
(d) Class #7



(e) Class #6



(f) Class #4



(g) Class #5

Figure 4.9 Representative defect morphology from all classes ordered by size. Note, that the scale differs between classes

4.6.3 Defect conglomerates

The hierarchical clustering operation was performed for unscaled centroid coordinates of defects, separately for each specimen. The same threshold distance d_t was used in all cases to identify conglomerates of the same size. An example of the results for specimen a3 is shown in Fig. 4.10, where eight large conglomerates were discerned. Conglomerate #1 in particular (Fig. 4.11a), groups a large crack and the accompanying defects, mostly from classes #4 (elongated voids between fibers) and #5 (voids with complex geometry) as can be observed in Fig. 4.11b. Some of the defects within a conglomerate are farther from the main crack due to the large d_t, facilitating the evaluation of the methodology presented here. At the same time, smaller values of d_t would identify a greater number of more compact conglomerates.

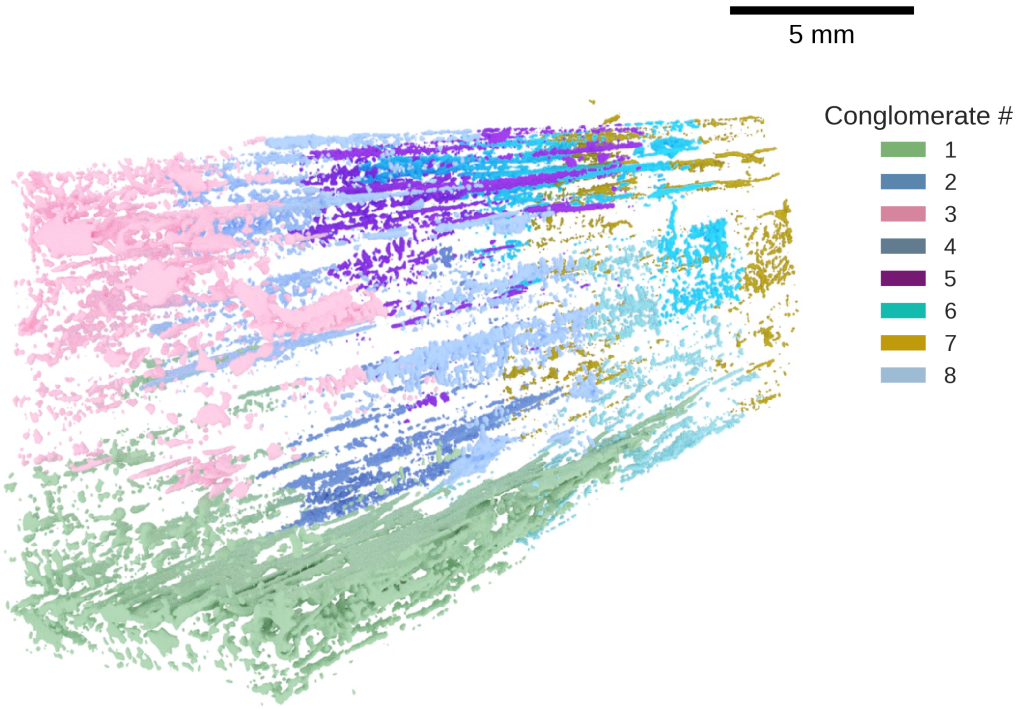
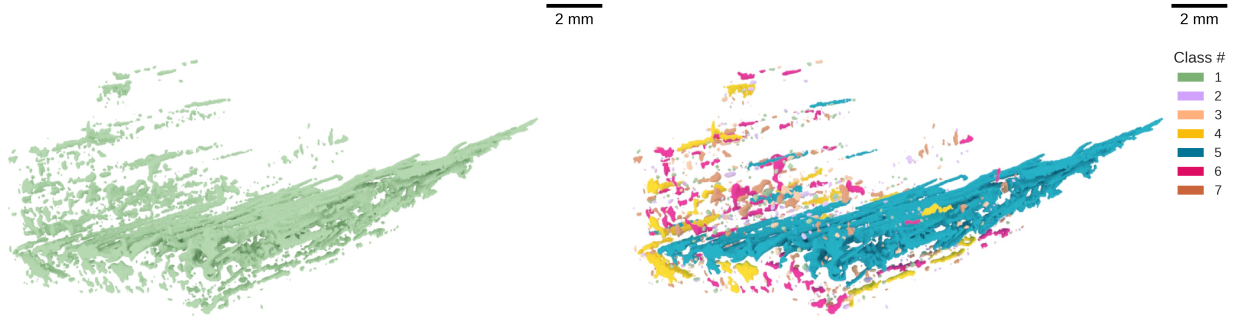


Figure 4.10 Conglomerates identified in specimen a3



(a) Conglomerate #1

(b) Conglomerate #1 with indicated morphological types

Figure 4.11 Conglomerate #1 in specimen a3 : (a) overall view of the conglomerate; (b) conglomerate with morphological types indicated

4.6.4 Defect genomes

The defect genome has been evaluated at two scales. Firstly, at the scale of the whole specimen, to compare the overall morphological composition of each specimen (Fig. 4.12). All of the specimens contained cracks that contributed to at least one third (specimen a5), up to over 90% (specimen a6) of the total volume of the air phase. Apart from specimens a5 and a6, the defect genomes resembled each other.

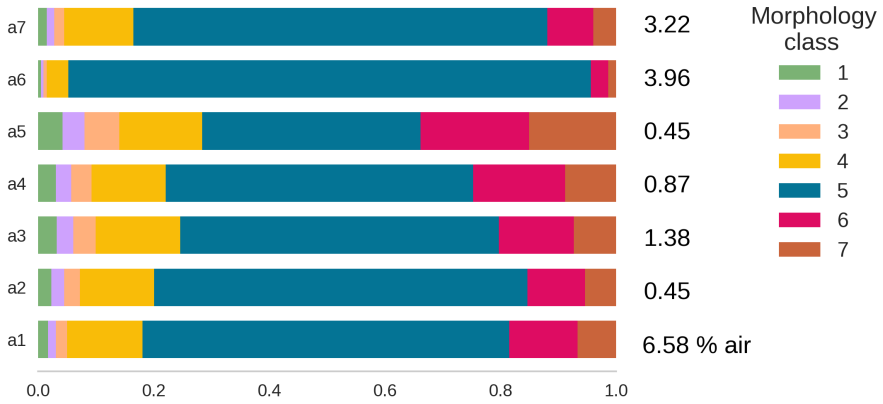


Figure 4.12 Comparison of defect genomes of specimens a1 to a7. The relative volume fractions of defects are calculated for all defects in the specimen. The volume percentage of the defect phase in the specimen is shown on the right

More variability was captured by exploring genomes of individual conglomerates identified

in each of the specimens (Fig. 4.13). In particular, conglomerates consisting of large cracks are automatically discernible, such as clusters 7 and 8 in specimen a1 (Fig. 4.13a), 7 in a2 (Fig. 4.13b), 1 in a3 (Fig. 4.13c), 3 in a6 (Fig. 4.13f) and 7 in a7 (Fig. 4.13g). The percentage of morphological classes #4 and #6 gives a further indication if the crack is complex and discontinuous or consists largely of a single entity. Particularly interesting is the case of specimen a1 (Fig. 4.13a) that had the highest volume fraction of the air phase at 6.58%. Multiple complex cracks with a large percentage of elongated voids between the fibers (class #4) have been observed. This is the specimen treated at the lowest temperature of 150°C. We have speculated in Section 4.6.1, that the high volume fraction of air could be the result of the lack of impregnation of the fibers. Specimen a2 shows a similar defect profile (Fig. 4.13b) at a processing temperature of 160°C. The low percentage of residual air in this specimen is related to the very small fraction of observed fibers. From all of the specimens, only a3 (Fig. 4.13c), a4 (Fig. 4.13d) and a5 (Fig. 4.13e) manufactured under the same conditions showed a substantial percentage of microvoids. Coupled with the low volume fraction of residual air, they seem to be manufactured with the best choice of parameters, although further validation would be necessary to support such claim.



(a) a1 (b) a2

(c) a3 (d) a4

(e) a5 (f) a6

(g) a7

Figure 4.13 Genomes of defect conglomerates within individual specimens a1 to a7

4.7 Conclusions

We have presented an automated approach for the identification of morphological types and spatial conglomerates of defects in composites based on X-ray microtomographic scans. The use of hierarchical clustering algorithms enabled the comparison of multiple geometric parameters of defects, which are otherwise difficult to ascertain given the complexity of defect geometry. By defining the defect distribution within the specimen with spatial features, the clustering approach to classification was reused to automatically identify conglomerates of defects. Furthermore, by introducing a defect "genome" we have demonstrated how to rapidly compare the morphological composition of defect conglomerates within a given specimen or between several ones, manufactured under different conditions. It has to be noted, that the purpose of this work was to demonstrate the feasibility of the presented methodology. Claims about the influence of manufacturing parameters require further study, which would largely benefit from the automation of the characterization process. The presented methodology is general and could also be employed to analyze X-ray microtomographic scans of other materials, for example of *in situ* scans of tensile testing to identify the origins and evolution of damage mechanisms.

The major drawback of the presented approach lies in the performance of the hierarchical clustering algorithm which required 12 GB of random-access memory (RAM) for the processed dataset. Although the time of execution was limited to 56 s on the 8 x 2.80 GH CPU Intel® Core™ i7-7700HQ processors, the RAM requirement could become prohibitive for larger datasets. Apart from program optimization, future works will also include the development of new spatial descriptors, as the centroid feature tends to detect conglomerates only around defects with larger volumes. A careful study of the impact of the choice of distance threshold d_t is also considered for a more extensive data set enabling full validation.

4.8 Acknowledgments

Authors would like to acknowledge the financial contribution of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and of the Research Center for High Performance Polymer and Composite Systems (CREPEC). The help of Dr. Yukihiro Nishikawa from the Department of Macromolecular Science and Engineering, Graduate School of Science and Technology, Kyoto Institute of Technology, Japan in the realization of X-ray microtomographic scans is also greatly appreciated.

Appendix A.

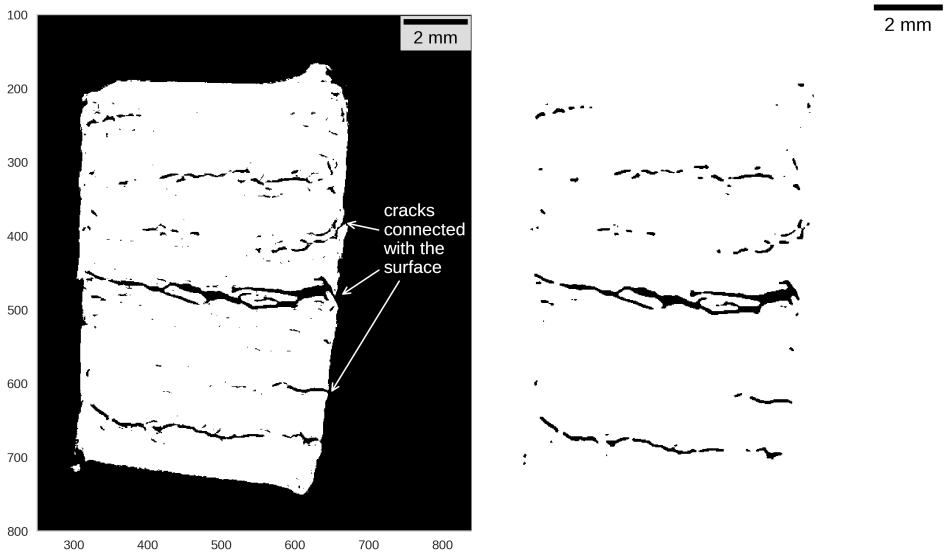
The majority of currently available laboratory X-ray microtomographs require the specimen to stay fully within the field of view during the scan, i.e., for its maximal diameter to be smaller than the width of the CCD camera (it can extend beyond its height though). The reason for this limitation is to eliminate errors during the reconstruction. For this technical reason, the resulting scan contains the air around the specimen (Fig. 4.14a) which during mesh reconstruction remains connected with the cracks reaching the surface. To analyze them as separate entities, we propose a masking algorithm (Alg. 1) that performs binary operations on the segmented scan to separate the defects inside the specimen from the outside air.

The algorithm creates a copy of the segmented tomogram which is then subject to a sequence of binary operations Schindelin et al. (2012) of hole filling, dilation and erosion. The result is a mask which is a silhouette of the solid specimen containing the cracks. By performing a XOR ("exclusive or" binary operation) of the original segmented tomogram and the mask, a new image is created that contains only the defects inside the silhouette (Fig. 4.14b). This image is then used to calculate the volume fraction of the residual air and to reconstruct the surface mesh of individual defects.

Algorithm 1: Processing of segmented tomograms to separate defects from the air around the specimen

Input **:** Segmented tomogram (air phase only)
Output: 2D image with defects and eliminated outside air

1 copy *tomogram* as *mask*;
2 fill holes in *mask*;
3 dilate *mask*;
4 fill holes in *mask*;
5 erode *mask*;
6 get *tomogram* XOR *mask* as $defects$;
7 median filter (2 px kernel) on $defects$;
8 return $defects$;



(a) Air phase (b) Defects

Figure 4.14 Segmented X-ray tomogram showing (a) air phase; (b) isolated defects after masking

CHAPITRE 5 ARTICLE 3 : IMAGE-BASED MODEL RECONSTRUCTION AND MESHING OF WOVEN REINFORCEMENTS IN COMPOSITES

Anna Madra, Piotr Breitkopf, Alain Rassineux, François Trochu

International Journal for Numerical Methods in Engineering, 25 mars 2017

5.1 Présentation du chapitre

Ce chapitre contient l'article publié en *International Journal of Numerical Methods in Engineering*, qui présente des concepts relatifs au traitement d'images 3D issues d'une analyse microtomographique aux rayons X pour identifier la structure hétérogène des matériaux composites, notamment les torons de fibres. La contribution principale de cet article porte sur l'application du krigeage dual pour modéliser la structure du renfort fibreux. Une représentation numérique compacte de la géométrie du renfort est obtenue avec un niveau de détails ajusté par l'effet de pépite du modèle krigé, qui permet de prendre en compte dans la modélisation l'erreur de la segmentation.

La structure de l'article s'établit comme suit. On commence par décrire le prétraitement des résultats de la microtomographie. Noter que les techniques de segmentation présentées ici sont différentes de la segmentation de phase décrite dans les chapitres précédents. Les torons sont des structures hétérogènes composées de fibres, de la matrice polymère et de l'air résiduel. Comme dans la segmentation de phase, les torons sont identifiés pendant la segmentation de structure. Les régions qui contiennent des torons individuels sont d'abord détectées. Ensuite, des algorithmes d'apprentissage calibrés sur des données d'entraînement sélectionnées automatiquement fournissent la probabilité d'emplacement du toron dans le scan. Les endroits avec le plus grand gradient de cette probabilité démarquent les contours du toron. Les coordonnées x, y des points identifiés sur chaque contour sont enregistrées pour créer le modèle krigé.

Sachant que les contours sont des courbes fermées, une paramétrisation en x et y du contour avec une coordonnée curviligne t a été utilisée. Avant la modélisation, les points ont été filtrés en tenant en compte leur courbure locale pour éliminer ceux qui ne contribuent pas d'une façon significative à la forme du contour. Ensuite, le système linéaire du krigeage paramétrique dual a été formulé et résolu pour chaque coordonnée x et y séparément. Le modèle résultant

a été utilisé pour reconstruire la géométrie de tous les torons contenus dans le spécimen.

Le modèle krigé prend en compte l'erreur de segmentation de structure à travers l'effet de pépite, qui permet de reconstruire la géométrie avec un niveau de détails ajustable. En choisissant un facteur d'échelle plus important pour l'effet de pépite, on obtient des structures plus lisses, se rapprochant des modèles théoriques d'architectures tissées de renforts fibreux. Des facteurs d'échelle moins élevés donnent une géométrie détaillée, plus proche de la microstructure expérimentale. La fin de l'article est consacrée à l'étude de l'influence du facteur d'échelle sur la mesure de certains paramètres physiques du matériau comme la fraction volumique de fibres locale et la perméabilité microscopique.

5.2 Abstract

A method based on dual kriging is proposed to process X-ray microtomographic scans of textile composites in order to construct a 3D representation of the fiber architecture with a regulated level of details. The geometry is optimized by using the curvature energy of fiber tow profiles in order to determine the best discretization scheme ; then the nugget effect is applied in kriging to smooth the outward surface of fiber tows. This approach allows creating 3D models of variable resolution ranging from the X-ray scan level to geometric representations with surface meshes required for numerical simulation. The method is applied to a glass fiber textile laminate embedded in a thermoplastic matrix and preliminary results for the estimation of the local permeability of the fiber tows are presented.

KEYWORDS

Structures ; composites ; materials science ; stochastic problems ; adaptivity.

5.3 Introduction

Composite materials are increasingly used in high performance mechanical applications. More complex textile reinforcements with optimized fiber architecture are designed in order to withstand higher stress requirements. Proper manufacture of these complex materials by resin injection remains an open issue including three steps : compression of the fibrous reinforcement in the mold, impregnation with resin and post-cure deformations after demolding. Several approaches exist to simulate numerically these phenomena García et al. (2003, 2009); Lawrence et al. (2009); Gangloff et al. (2014b); Trochu et al. (1993); Zeng et al. (2015) with varying levels of agreement with experimental results Gascón et al. (2015a,b). One difficulty

lies in the accuracy of the geometrical model of the textile reinforcement used to perform such simulations Boisse (2011). A key issue here is to ensure that the reconstructed fiber architecture has a fiber volume fraction (V_f) as close as possible to the original material while preserving the information on the orientation of fiber tows. As a matter of fact, these two parameters, fiber volume fraction and tow orientation, i.e., geometry of the fiber tows, are crucial to improve the prediction of textile compression and resin injection.

Two main approaches currently provide three-dimensional (3D) representations of the geometry of woven reinforcements in composites. The first one creates approximate geometrical models by Computer Aided Design (CAD) software dedicated to engineering textiles such as WiseTex Lomov et al. (2007) and TexGen Sherburn (2007) for example. Textile parameters are measured from micrographs LeBel et al. (2013) or scans Olave et al. (2012) and the geometry of the weaving pattern is reconstructed with Bézier, natural and periodic cubic splines Sherburn (2007). The tow cross-section is usually described as a lenticular or elliptical shape with constant parameters, although some recent works Brown et al. (2013) also consider local changes in the tow cross-section. The obtained geometry (Fig. 5.1, left) requires little computer memory and can be further refined or optimized for finite element simulations of preform compaction and resin flow. An example of this approach was presented by Ha et al. Ha et al. (2016), where a methodology is described to mesh a Representative Elementary Volume (REV) of 3D interlock woven composites. More detailed reconstructions involving single fibers are of limited use for practical engineering applications, due to the high computer memory required. Note that, Durville Durville (2010) proposed a method to simulate the behavior of the fibrous reinforcement at the fiber scale by considering contacts between single fibers. However, computational costs rapidly become prohibitive when the number of fibers reaches the fiber volume fraction of a REV.

The second approach uses volume imaging methods like X-ray microtomography to visualize the 3D structure of the fibrous reinforcement Madra et al. (2014); **?**. The obtained geometry (Fig. 5.1, right) reflects the actual shape of fiber tows. Each tow is composed of thousands of single filaments that contribute to the complexity of the cross-sectional shape. Depending on the fiber architecture such as parallel or perpendicular intertwining, the geometry of the tow section may significantly change in contrast to theoretical models with constant cross-section. Unfortunately, the complexity and large computer memory requirements of microtomographic data preclude their immediate use in numerical simulations.

A new methodology is thus needed to provide a geometric model of fiber architecture based on 3D volume imaging with a controllable level of detail depending on the requirements of the application. The solution proposed here is based on learning algorithms to identify the structure of the material and on dual kriging to create an adjustable three-dimensional model

of the fibrous reinforcement. One advantage of kriging lies in the possibility of controlling the level of detail of the model by considering the variance of the measurement error via the so-called "nugget effect" Sakata et al. (2007).
The rest of this paper is organized as follows : first, the extraction of geometric data is described, then dual kriging is presented together with 2D parametric kriging of tow cross-sections. Next, the 3D geometry is created by two different techniques : section-by-section by 2D parametric kriging and for a complete fiber tow by surface parametric kriging. Finally, the approach is tested on X-ray microtomographic results for a composite reinforced with multiple layers of glass fiber 2D textile and obtained geometry is then used to calculate the fiber volume fraction and local permeability of the fiber tows.

5.4 Geometric data extraction

5.4.1 Image processing

The geometry of a fiber tow can be defined by determining the coordinates of points of its consecutive cross-sections. This information must be acquired separately for each tow from the microtomographic scans. The result of a scan is a stack of tomograms (Fig. 5.2, left), i.e., 2D maps of material attenuation coefficients denoted with different shades of gray. Here, tomograms are stacked following the orientation of fiber tows (Fig. 5.2, right), which coincides with the z direction of the scan coordinate system. This may not be the case, especially for more complex 3D textiles. For this type of material the stacking follows the local orientation of fibers. For sake of simplicity, the methodology will be presented for fibrous reinforcements composed of orthogonal fiber tows in the warp and weft directions.
As observed in Fig. 5.3a, each scan contains information on several tows. Thus, the first step consists of dividing the image into subregions that can be processed separately. The method proposed to achieve this relies on the Fast Random Forest (FRF) learning algorithm Breiman (2001); Hall et al. (2009) trained manually to detect transversal sections. The procedure is further described in Algorithm 2 of the Appendix. As a result, the scan is divided into subregions containing one tow only as shown in Fig. 5.3b. This operation is repeated for each scan giving a separate image stack of microtomographic data for each tow following its length dimension z. To extract the cross-section information from each stack, the FRF algorithm is applied again, but this time it is trained automatically with the data obtained from the previous step (Fig. 5.3c). The algorithm calculates a more precise probability map (Fig. 5.3d) with different grayscale values corresponding to a probability $\rho \in [0, 1]$ that a given voxel lies in the fiber tow. The probability map is further processed with minimum cut/maximum flow algorithm Boykov and Kolmogorov (2004) to identify regions corresponding to tow cross-

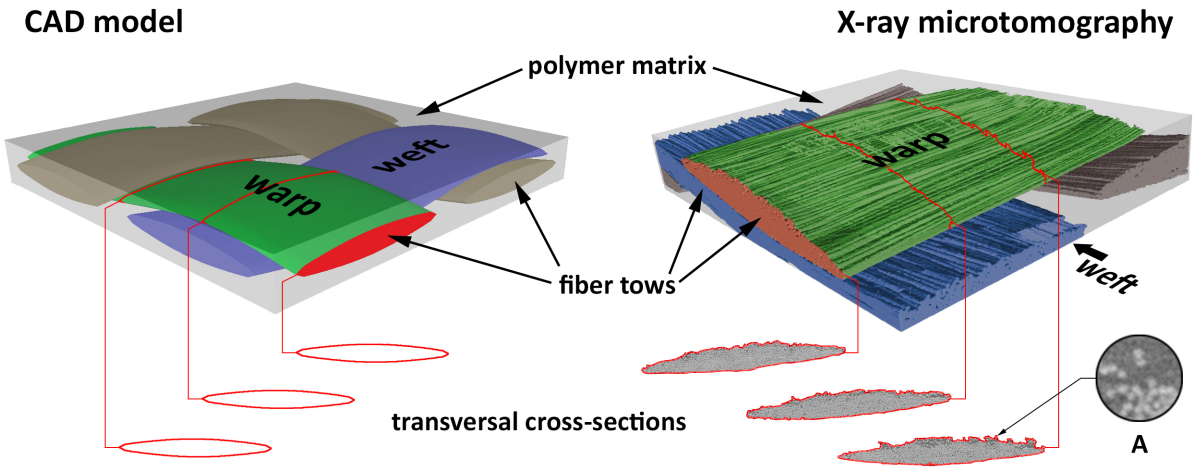


Figure 5.1 A comparison of two types of textile geometric representation : on the left the CAD model ; on the right the result of X-ray microtomographic reconstruction. Detail A shows single fiber filaments composing the fiber tow outline in a microtomographic scan

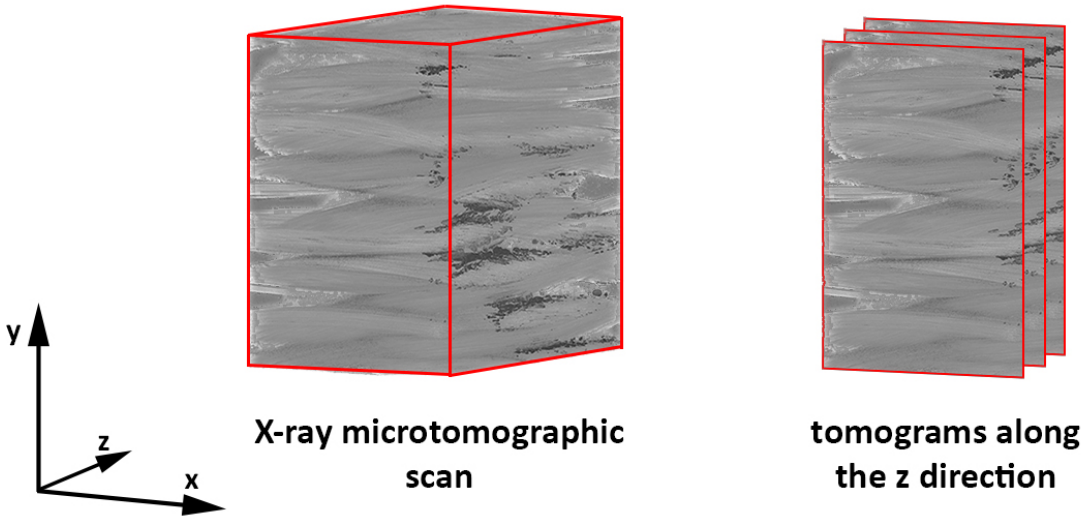


Figure 5.2 The results of an X-ray microtomographic scan : on the left, a 3D volume containing attenuation coefficients ; on the right, 2D tomograms extracted along the z direction

sections (Fig. 5.3e) which are then filtered to single out the contour of the fiber tow being examined (Fig. 5.3f). The whole process is described in more detail in Algorithm 3 of the Appendix. The final output of this preprocessing step is a set of $[x, y, z]$ coordinates of contour points u_i, $i = 1 \dots N$, with their respective probability ρ_i of belonging to the fiber tow.

5.4.2 Point filtering

The extracted cross-section contour is composed of pixels, i.e., discrete elements of a processed image. This implies redundancy in the obtained data set, as straight contour segments are described by a number of points proportional to their length. The points that contribute less to the overall contour information are characterized by a low curvature κ Osher and Fedkiw (2003)

$$\kappa = \nabla \cdot \vec{n} = \frac{\partial n_1}{\partial x} + \frac{\partial n_2}{\partial y} = \nabla \cdot \frac{\nabla \Gamma}{|\nabla \Gamma|} \tag{5.1}$$

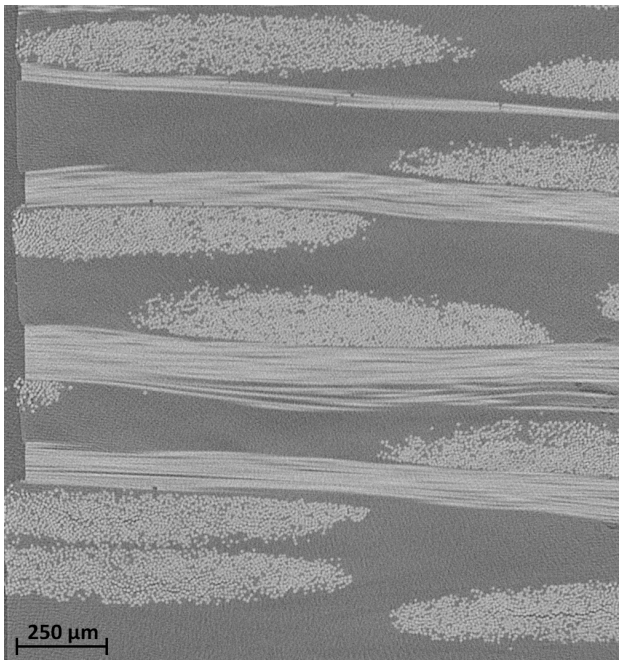
where $\vec{n} = (n_1, n_2)$ is the normal to the curve at a given point u_i and Γ is the implicit equation $\Gamma(x, y) = 0$ of the contour. Because the contour is already discretized, a finite difference scheme is used to calculate $\nabla\Gamma$. Then, the curvature energy S is defined as follows Cruchaga et al. (2006) :

$$S = \int_0^1 \kappa(t) dt \tag{5.2}$$

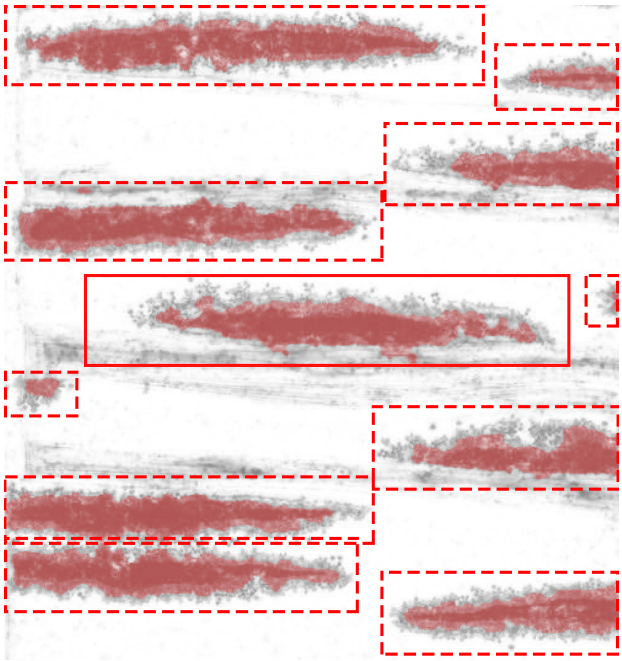
where

$$\begin{cases} x(t) \\ y(t) \end{cases}, \quad 0 \leqslant t \leqslant 1 \tag{5.3}$$

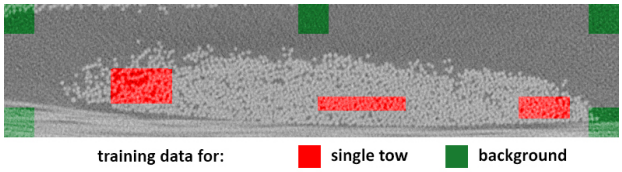
parameterizes the curve Γ. The point data set is filtered by choosing points u_j, $j = 1, \dots, N$, with the local highest S following the procedure of partition of cumulative graph of S presented in Cruchaga et al. (2006); Tezduyar et al. (2008). Linear interpolations of the contour based on the original and filtered data sets with N=1000, N=500 and N=100 points are shown in Fig. 5.4a-5.4d. Note that even the discretization with N=100 provides satisfactory results with only 2.3% loss of the enclosed surface area compared to the original data set.



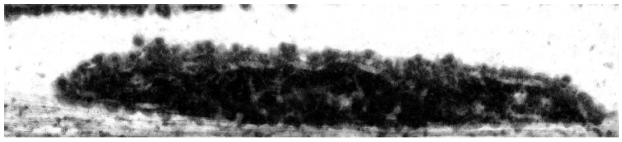
(a) Tomographic scan of a composite material



(b) Probability map obtained from FRF and division of microtomographic scan into subregions containing one fiber tow. The tow subregion used for further treatment is framed with a solid line



(c) Single tow subregion with data used for automatic training of FRF



(d) Probability map of segmented single tow subregion

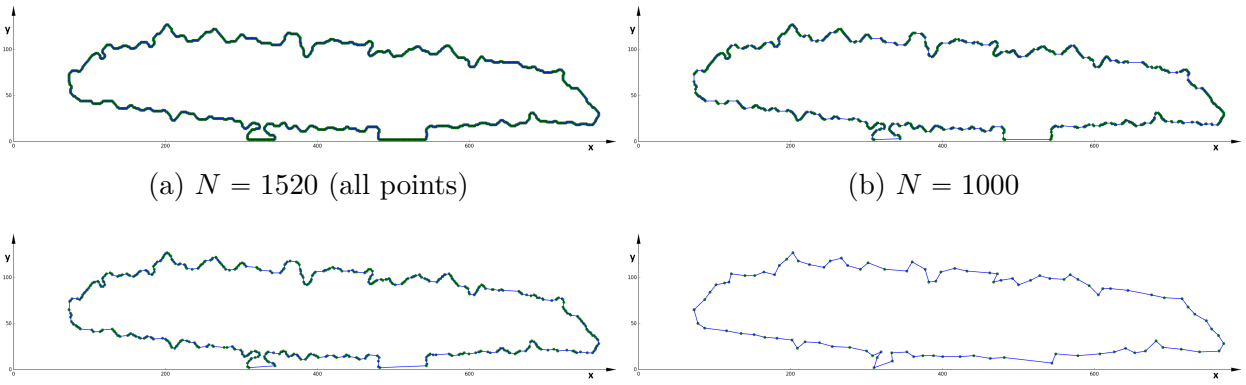


(e) Graph cut operation applied to probability map



(f) Detected fiber tow outline

Figure 5.3 Image processing steps required to extract relevant data from microtomographic data for tow reconstruction



(a) $N = 1520$ (all points)

(b) $N = 1000$

(c) $N = 500$

(d) $N = 100$

Figure 5.4 Interpolated fiber tow section based on (a) $N = 1520$ (all points) ; (b) $N = 1000$; (c) $N = 500$; (d) $N = 100$ points selected with the maximum curvature energy S

5.5 Contour reconstruction

As pointed out before, the textile geometry consists of single tows, each being defined by a sequence of multiple cross-sections taken perpendicularly to the orientation of a tow or here in the z-direction (profile T in Fig. 5.5). Each section is defined by points $u_j = (x, y)$, $j = 1 \dots N$ laying on a certain parametric curve $\Gamma(t)$, $t \in [0, 1]$. A continuous and differentiable description of the contour curve is required that can be smoothed with the constraint of conserving the enclosed surface area. NURBS Schoenberg (1964) curves (which include splines, Bézier and polynomials) can handle easily a large number of points allowing local modification and tangency control with the help of nodal vector Piegl and Tiller (1996). This approach is effective to describe geometry based on deterministic data. In the present paper, an alternative method relying on dual kriging is developed Matheron (1963), which allows to include the statistical information on the structure of the fiber tows in the geometric model.

5.5.1 Dual kriging

Let $\Gamma(t) = \{x(t), y(t)\}$ denote the parametric equation of a contour in the x, y plane, coincident with the plane of the transversal section of a fiber tow. The formulation of dual kriging Matheron (1973); Trochu (1993) for an interpolated function $\hat{\Gamma}(t)$ of $\Gamma(t)$ is defined as the sum of terms

$$\hat{\Gamma}(t) = A(t) + B(t) \tag{5.4}$$

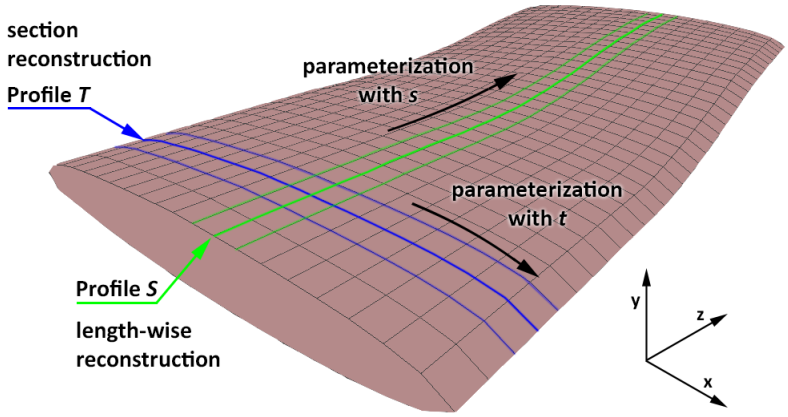


Figure 5.5 Notation used for fiber tow section reconstruction

where $A(t)$ is a general trend or drift in the sampled data and $B(t)$ is a stationary fluctuation. This sum is expressed as follows in dual kriging Trochu (1993) :

$$\hat{\Gamma}(t) = \sum_{l=1}^{L} a_l p_l(t) + \sum_{j=1}^{N} b_j K(|t - t_j|) \tag{5.5}$$

where p is a basis of a finite dimensional linear subspace of functions (in general, polynomials) and K is a kernel function, expressing the spatial correlation between the sampled data t_i and t_j, such that $K(0) = 0$. We set a non-bias constraint

$$\mathbb{E}(\hat{\Gamma}) = \mathbb{E}(\Gamma) \tag{5.6}$$

required to ensure intrinsic stationarity of the interpolation Matheron (1963). The coefficients a_l and b_j in Eq. 5.5 are obtained by solving the following linear system Trochu (1993) :

$$\begin{bmatrix} 0 & & K_{ij} & \vdots \\ & 0 & & p_l(t_i) \\ K_{ij} & & 0 & \vdots \\ & & & \\ \cdots & p_l(t_j) & \cdots & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} b_1 \\ \vdots \\ b_N \\ a_1 \\ \vdots \\ a_L \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \Gamma_1 \\ \vdots \\ \Gamma_N \\ 0 \\ \vdots \\ 0 \end{bmatrix} \tag{5.7}$$

where $\Gamma_i = \Gamma(t_i) = \{x(t_i), y(t_i)\}$ and $K_{ij} = K(|t_i - t_j|)$, $1 \leqslant i, j \leqslant N$. In kriging applied as interpolator, both functions p_l and K can be chosen arbitrarily to best match a given data set.

However, p_l must contain the constant function to ensure stationarity of the interpolation, namely that the interpolant of a constant function is the constant function itself. The resulting contour is shown in Fig. 5.6a.

5.5.2 Nugget effect σ^2

The formulation in Eq. 5.7 presents interpolation property resulting in a function that passes through all data points. This may not be necessary nor recommended, as it is the case when single fiber filaments distort the contour (see detail A in Fig. 5.1). The uncertainty of contour definition can be modeled using the segmentation probability ρ_i determined during the geometric extraction step described in Sec. 5.4.1. This value can be introduced in the diagonal of the kriging system as a variable nugget effect σ_i^2

$$\begin{bmatrix} \ddots & & K_{ij} & \vdots \\ & \sigma_i^2 & & p_l(t_i) \\ K_{ij} & & \ddots & \vdots \\ \cdots & p_l(t_j) & \cdots & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} b_1 \\ \vdots \\ b_N \\ a_1 \\ \vdots \\ a_L \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \Gamma_1 \\ \vdots \\ \Gamma_N \\ 0 \\ \vdots \\ 0 \end{bmatrix} \tag{5.8}$$

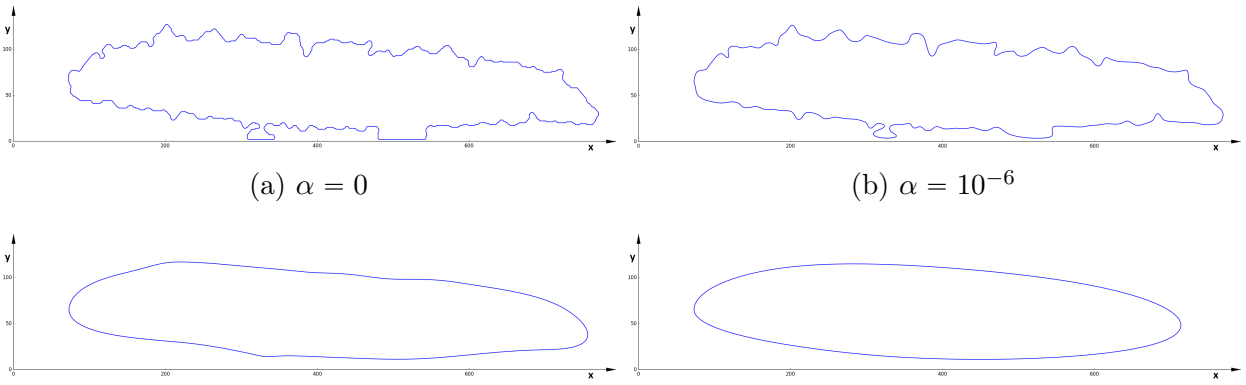
In the present work, we propose

$$\sigma_i^2 = \alpha(1 - \rho_i) \tag{5.9}$$

controlled by an arbitrary coefficient α. The goal sought is a contour approximation with a controlled level of smoothness depending on the value of α (Fig. 5.6a-5.6d). In Fig. 5.6a $\alpha = 0$ which corresponds to the dual kriging model without nugget effect (Eq. 5.5, 5.7). The Fig. 5.6b, 5.6c, 5.6d show the effect of progressively increasing α (Fig. 5.8).

5.6 Surface reconstruction

The above section described the reconstruction of 2D contours defining the individual cross-sections of fiber tows. This information will now be used to obtain a 3D surface description of fiber tows by two different methods : section-by-section by joining linearly data points selected on two consecutive sections or by paramteric surface kriging.



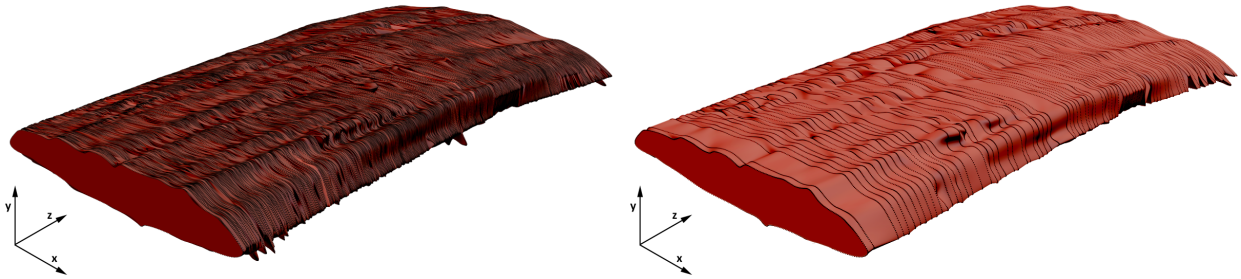
(a) $\alpha = 0$ (b) $\alpha = 10^{-6}$

(c) $\alpha = 10^{-2}$ (d) $\alpha = 1$

Figure 5.6 Approximated fiber tow section for different strengths α of nugget effect σ^2

5.6.1 Section-by-section reconstruction

One way to obtain the 3D geometry of a fiber tow is to reconstruct all contours along its length and position them on the curve passing through the centroids c_i of each cross-section. Such a solution is possible given the abundance of data from X-ray microtomography : the thickness of contour lines is equal to the scan resolution, here $1.7\mu m$. The resulting geometry is shown in Fig. 5.7a. Two main drawbacks of this approach are discontinuities in the length direction due to segmentation errors and excessive computer memory required to store the geometry. A solution consists of filtering the set of centroid points in the same way as described previously in Sec. 5.4.2. The curvature κ_{c_i} of the centroid curve is calculated and the centroid points are filtered in the same way as in Sec. 5.4.2. The resulting optimized 3D geometry is shown in Fig. 5.7b. While the topology of the geometry is close to the one of Fig. 5.7a with a volume change of only 0.01%, the required storage on the other hand is diminished by a factor of 15.



(a) All contours (b) Filtered contours

Figure 5.7 Section-by-section reconstructions of fiber tow (a) without and (b) with contour filtering

5.6.2 Parametric surface kriging

The section-by-section geometric reconstruction presented above, although plausible, has a main drawback of not being able to predict intermediate contours. Hence a relatively large number of contours is necessary to model the fiber tow with accuracy. In addition, when the local orientation of the fiber tow is no longer along the main axes of the microtomographic scan, the plane containing the contour is no longer orthogonal to the curve joining the centroids of the contour. For these reasons we explore parametric kriging for surfaces. Here, two systems of parametric kriging are constructed, one for each profile t and s of the reconstruction (see Fig. 5.5). The kriging systems are defined in a similar fashion as in Eq. 5.7. Let us denote by T the kriging matrix in Eq. 5.7 for the cross-section profile and an analogous matrix S for the profile following the length of the fiber tow. Additionally, two vectors are introduced as follows for the two kernel functions $K_1(t)$ and $K_2(s)$ along the profiles t and s :

$$\begin{aligned} k_1(t) &= [K_1(|t-t_1|)\cdots K_1(|t-t_i|)\cdots K_1(|t-t_N|)] \\ k_2(s) &= [K_2(|s-s_1|)\cdots K_2(|s-s_j|)\cdots K_2(|s-s_M|)]. \end{aligned} \tag{5.10}$$

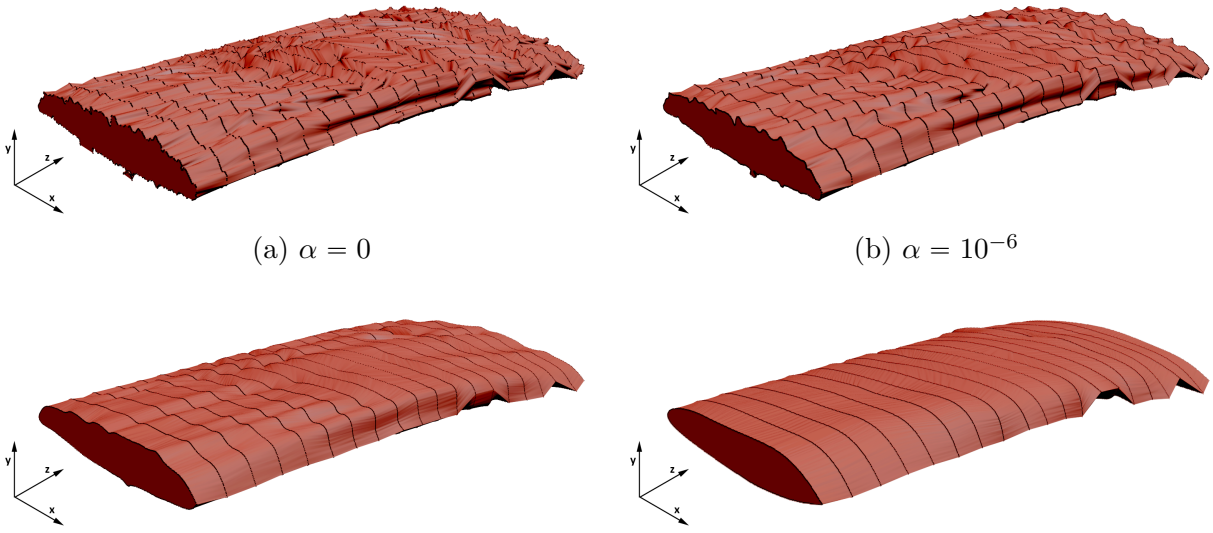
We introduce the matrix P_w of point coordinates

$$P_w = \begin{bmatrix} P_w(t_1, s_1) & \cdots & P_w(t_1, s_M) & 0 & \cdots & 0 \\ \vdots & & \vdots & & & \\ P_w(t_N, s_1) & \cdots & P_w(t_N, s_M) & \vdots & & \vdots \\ 0 & & \cdots & 0 & & \\ \vdots & & & & & \\ 0 & & \cdots & & & 0 \end{bmatrix}, \quad w = x, y, z \tag{5.11}$$

where $P_w(t_i, s_j) = w_{ij}$ represents the w-coordinate of the ith point of the jth section. The size of P_w depends on the drift function p_l chosen to model each profile t and s. Following the complete derivation of Trochu and Terriault Trochu and Terriault (1998), the dual kriging solution for each coordinate of the parametric surface is

$$w(t, s) = k_1(t) \cdot T^{-1} \cdot P_w(t, s) \cdot S^{-1} \cdot k_2(s)^T. \tag{5.12}$$

The resulting 3D reconstruction is shown in Fig. 5.8a. The geometry can be further smoothed using segmentation probability ρ and nugget effect σ^2 in the same way as described in Section 5.5.2. The results of a reconstruction for different values of α are shown in Fig. 5.8.



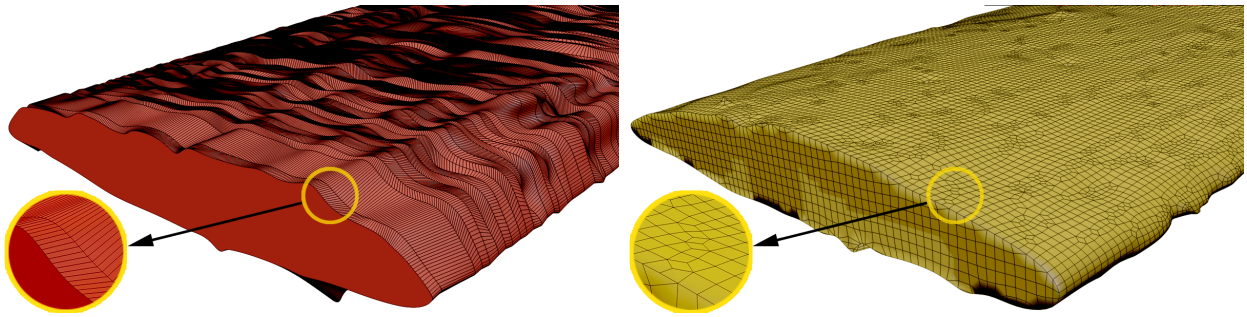
(a) $\alpha = 0$ (b) $\alpha = 10^{-6}$

(c) $\alpha = 10^{-4}$ (d) $\alpha = 10^{-2}$

Figure 5.8 3D reconstruction of tow geometry with parametric surface kriging for different strengths α of the nugget effect σ^2

5.6.3 Smoothing and mesh reconstruction

The 3D reconstructions obtained in the previous Sections 5.6.1 and 5.6.2 provide a model that can be readily applied for volume fraction calculations and advanced analysis of voxel data from X-ray microtomography. However, its use for finite element calculations requires additional steps. Given that the curvature of cross-section contours may vary, a mesh formed by connecting points of consecutive contours can result in distorted quadrangles, as shown in Fig. 5.9a. To improve mesh quality, Diffuse Approximation-based algorithms described in Rassineux et al. (2000) are applied. The principle of these operations relies on optimizing the local Hermite Diffuse Interpolation obtained from the mesh nodes calculated with dual kriging. The result shown in Fig. 5.9b features a regularized quadrangle mesh. The general topology of the kriged reconstruction remains intact, although further smoothing was applied.



(a) Kriging reconstruction (b) Optimization with DA

Figure 5.9 3D surface mesh obtained by dual kriging : (a) before ; (b) after optimization by Diffuse Approximation (DA)

5.7 Application to textile reconstruction from X-ray microtomography

The problem of textile reconstruction has already been outlined in the introduction. Here, the methodology will be applied to obtain a 3D model of the textile reinforcement from actual X-ray microtomographic data. The resulting geometry will be then used to calculate the fiber volume fraction and corresponding directional permeability of individual fiber tows.

5.7.1 Material and volume imaging

The material used for the study is a composite with a thermoplastic matrix reinforced by 8 plies of 2/2 twill weaved textile with a linear mass density of fibers Tex=266 g/km. A 3x3x6 mm^3 specimen has been cut from the material and scanned by X-ray microtomography.

Detailed information about the scan parameters is provided in Madra et al. (2014). The scan resolution was 1.7μm which for fiber diameter of 10.5μm was sufficient to distinguish individual fibers. The microtomographic data form a stack of 1200 grayscale 16-bit images showing attenuation coefficients of the material at each volume point. An example of such image, namely a raw tomogram, is shown in Fig. 5.3a. Fiber tow sections are visible in the warp and weft textile directions. In the given slice, warp tows are visible as elliptic shapes composed of hundreds of transversal circular sections of single fibers. The nearly rectangular shapes in the rest of the image correspond to the lengthwise sections of weft tows. In the sequel, the fibers are analyzed following their transversal sections, starting with the warp tows (tomograms in the z direction in Fig. 5.2) and then the weft tows (tomograms in the x direction in Fig. 5.2).

5.7.2 Reconstruction results

A direct reconstruction of tow geometry from segmented X-ray tomograms is shown in Fig. 5.10. Only the surface mesh will be considered here. Tow separation is not possible when fiber bundles are in contact. Artifacts due to image processing are also visible. The microtomographic model is fairly complex and requires 1.25 GB of computer memory to store. Figures 5.11a and 5.11b illustrate the kriged models based on the same X-ray microtomographic data. In both cases, filtering approach was applied to contour reconstruction and selection. The result in Fig. 5.11a did not take into account the impact of the segmentation probability ρ, giving a highly uneven mesh with discontinuities resulting from abrupt changes in detected contours. At the same time, the change of fiber tow volume v_{tow} is only of 0.5% when compared to the original scan. Fig. 5.11b shows a reconstruction that considers the measurement error with the nugget effect at $\alpha = 0.01$. The geometry is much smoother, while the v_{tow} error remains low at -0.8%. If the computer memory requirements are compared for three models, the kriged geometry needs respectively 37% and 6.2% of untreated model's storage space, while retaining the shape and volume of the original geometry. The exact memory and volume changes for these reconstructions are presented in Tab. 5.1. Kriged models for $\alpha = 10^{-6}$ and $\alpha = 0.01$ have the same memory requirements, because the same discretization scheme was imposed in both cases. Apart from the voxel model, all of the reconstructions have been stored in the same file format, i.e., triangular surface mesh to enable comparison. A local detailed view of the surface mesh is shown in Fig. 5.13. The single fibers and artifacts are clearly visible in the raw microtomographic model (Fig. 5.13a). While the mesh quality is good, the amount of details, artifacts and lack of tow separation limit the applicability of the model. Kriging reconstructions in Fig. 5.13b and 5.13c show the effect of α on the mesh. The increase in strength of the nugget effect has a direct and significant impact on the

topology of the mesh. Although the significant features are kept in the kriged models, the mesh requires optimization prior to applications, e.g., simulation of resin flow between the fiber tows. The Diffuse Approximation (DA) applied to a kriged model with $\alpha = 10^{-2}$ (Fig. 5.12) gave the best results, keeping the general topology intact and providing a good quality mesh (Fig. 5.13d) with v_{tow} error of -0.77%. The V_f error has not been calculated for the DA model, as it is not required for mesoscale simulations.

Tableau 5.1 Comparison of memory requirements, tow volume (v_{tow}) and fiber volume fraction (V_f) errors for different types of reconstruction. Original voxel file required 3.35 GB of memory

Reconstruction	Memory	Elements	Nodes	v_{tow} error	V_f error
untreated 3D	1.25 GB	51 686 332	25 762 689	0%	0%
kriging ($\alpha = 0$)	464 MB	4 397 472	2 210 700	0.50%	2.50%
kriging ($\alpha = 10^{-6}$)	77.3 MB	732 912	368 450	0.34%	2.81%
kriging ($\alpha = 0.01$)	77.3 MB	732 912	368 450	-0.80%	5.46%
DA optimized ($\alpha = 0.01$)	193 MB	2 722 484	1 361 051	-0.77%	–

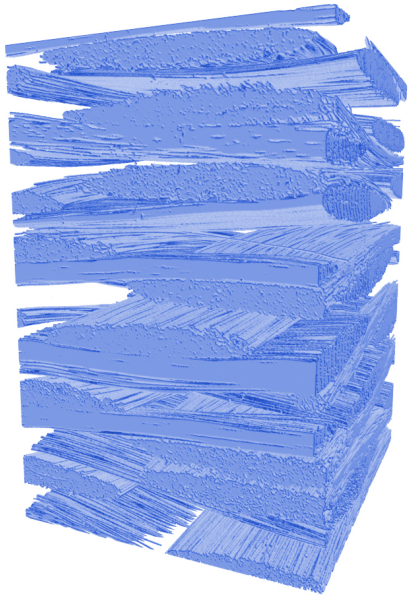
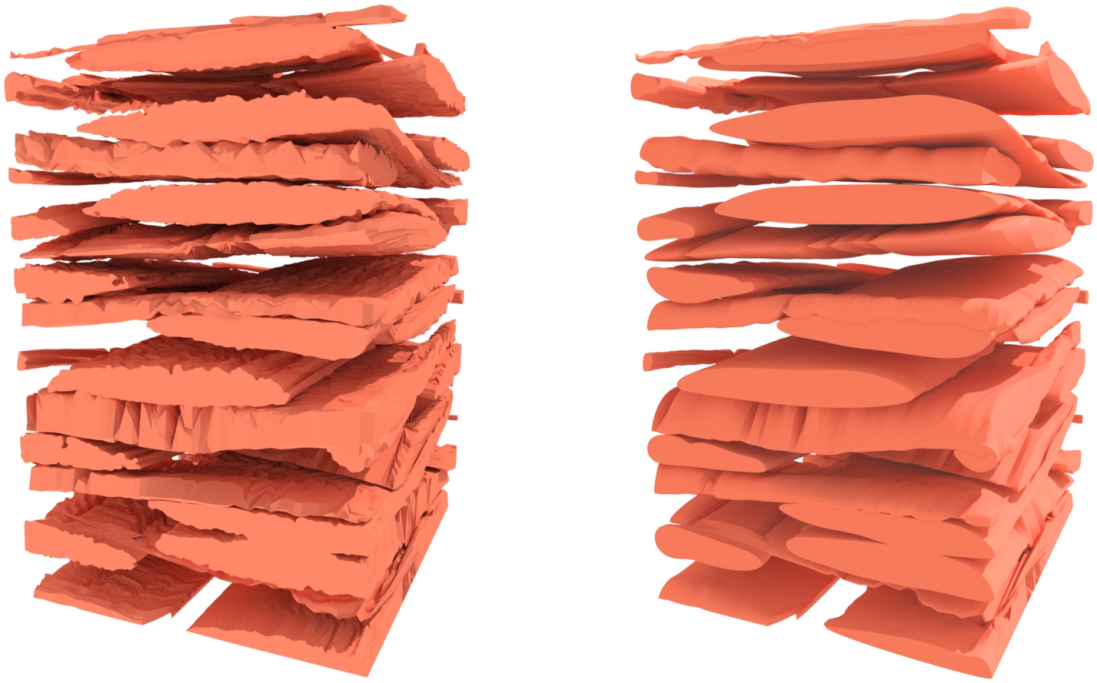


Figure 5.10 3D geometry reconstruction from untreated X-ray microtomographic data



(a) $\alpha = 0$ (b) $\alpha = 0.01$

Figure 5.11 3D geometry kriging reconstructions for (a) $\alpha = 0$; (b) $\alpha = 10^{-2}$

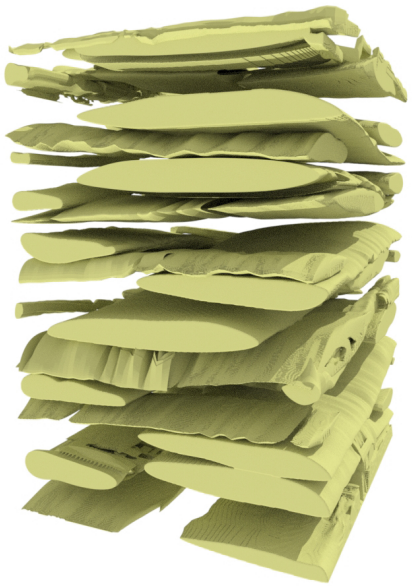
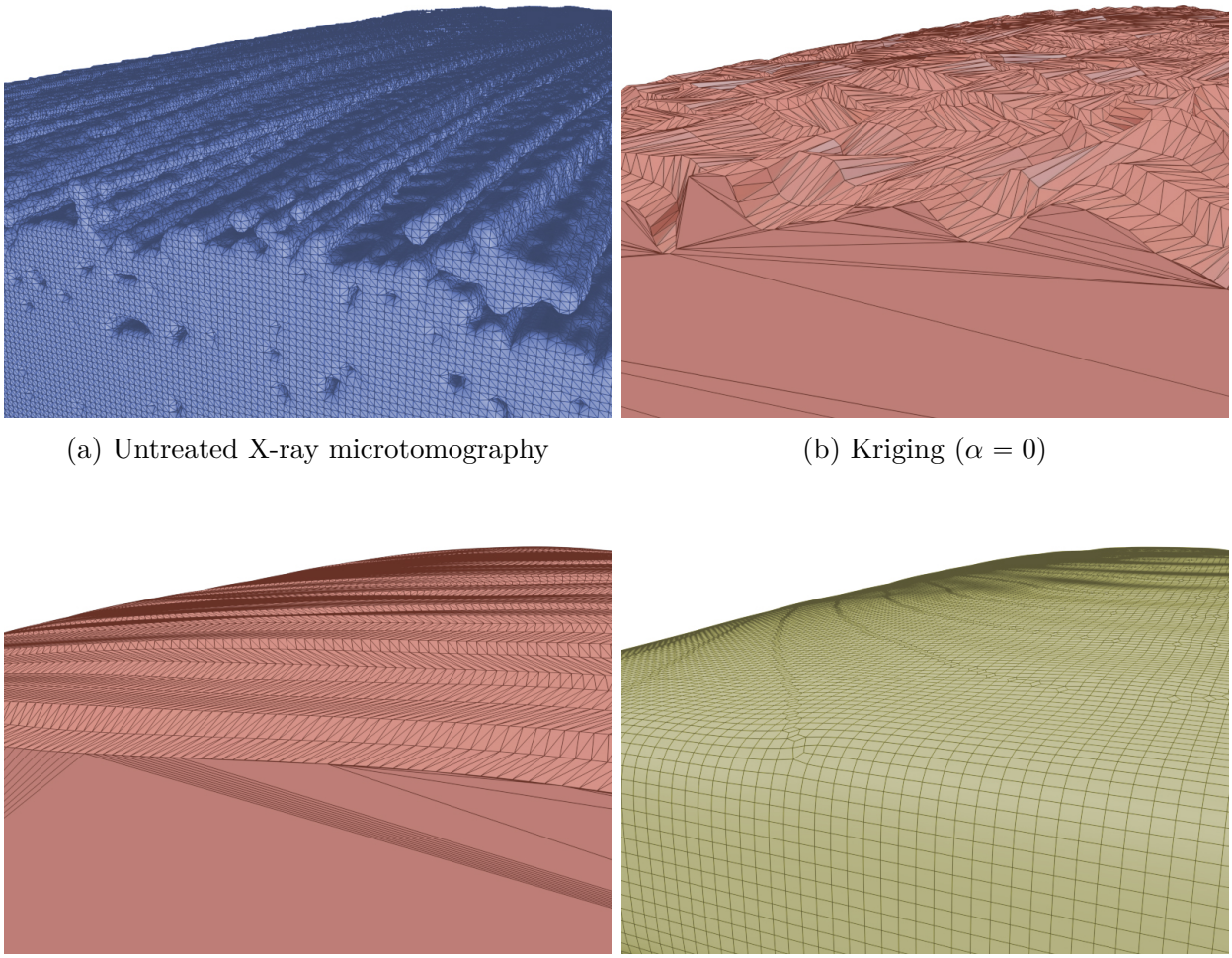


Figure 5.12 3D geometry reconstruction for $\alpha = 0.01$ with DA optimized mesh



(a) Untreated X-ray microtomography

(b) Kriging ($\alpha = 0$)

(c) Kriging ($\alpha = 10^{-2}$)

(d) Optimized by DA

Figure 5.13 Close-up view of the surface mesh for different types of reconstruction : (a) direct X-ray microtomography ; (b) kriging for $\alpha = 0$; (c) kriging for $\alpha = 10^{-2}$; (d) optimized by DA

5.7.3 Fiber volume fraction and permeability

One of the requirements for simulation of the composite manufacture with the Resin Transfer Molding (RTM) is accurate information about fiber volume fraction and permeability of the fibrous reinforcement. An X-ray microtomographic scan can be used to provide such information after performing segmentation of tomograms into material phases, namely matrix and voids, and fibers (Fig. 5.14). Assuming that the geometry of the fibers has not changed during resin injection, the spaces between fiber tows (mesoscopic porosity) and between single fibers in a tow (microscopic porosity) constitute a domain for the dual-scale porous flow. A key parameter for modeling porous flows is the determination of permeability K, present in Darcy's model Darcy (1856) :

$$Q = K\frac{A}{\mu}\frac{\Delta p}{L} \tag{5.13}$$

where Q is the volumetric flow rate through the specimen cross-section area A, Δp is the pressure difference, L the specimen length, and μ is the resin viscosity. Gebart Gebart (1992) has proposed an analytical method for estimating the value of permeability K for composites reinforced with long fibers. Depending on the direction of injection, parallel or orthogonal to the fiber tow, the longitudinal $K_{\parallel}$ and transverse $K_{\perp}$ permeability can be estimated from one of the following formulas :

$$\begin{aligned} K_{\parallel} &= \frac{8R^2}{c}\frac{(1-V_f)^3}{V_f^2} \\ K_{\perp} &= C_1\left(\sqrt{\frac{V_{fmax}}{V_f}}\right)^{\frac{5}{2}} R^2 \end{aligned} \tag{5.14}$$

where R is the fiber radius, V_f fiber volume fraction and V_{fmax}, c and C_1 are constants depending on the assumed fiber distribution : quadratic or hexagonal. In our case, we will assume the hexagonal arrangement of fibers, hence the parameters taken were $V_{fmax} = \frac{\pi}{2\sqrt{3}}$, $c = 53$ and $C_1 = \frac{16}{9\pi\sqrt{6}}$.

The microtomographic scan after phase segmentation yields the $V_f = 0.68$. This value encompasses both weft and warp tows, i.e., fibers parallel and perpendicular to the flow. Because the textile in question is equilibrated – the warp and weft tows have the same linear mass density, we can assume that the V_f is similar in both directions. This gives the following values of Gebart's permeability for the whole specimen :

$$\begin{aligned} K_{\parallel} &= 2.92 \cdot 10^{-13}\ \mathrm{m}^2, \\ K_{\perp} &= 5.95 \cdot 10^{-14}\ \mathrm{m}^2. \end{aligned} \tag{5.15}$$

These values of permeability in Darcy's model (5.13) result in the following longitudinal $Q_{\parallel}$ and $Q_{\perp}$ transverse flow rates through a fiber tow

$$\begin{aligned} Q_{\parallel} &= 1.24 \cdot 10^{-9} \ \frac{\mathrm{m}^3}{s}, \\ Q_{\perp} &= 2.53 \cdot 10^{-10} \ \frac{\mathrm{m}^3}{s}. \end{aligned} \tag{5.16}$$

for injection parameters : $R = 5.25\mu$m (scanning electron microscope measurements), $A = 4.33 \cdot 10^6$ μm^2, $L = 2040$ μm, $\mu = 0.1$ Pa·s (silicon oil ?), $\Delta p = 2 \cdot 10^5$ Pa (pressure pot). Such low values of volumetric flow Q are not valid for macroscale impregnation, especially for high pressure difference Δp. Instead of calculating the average permeability, we can divide the problem into two scales : microscopic and mesoscopic.

At the microscale, the permeability of individual fiber tows can be determined with Gebart's formula by combining the kriging reconstruction with segmented tomograms. Firstly, the volumes of fiber v_{fib} and tow v_{tow} are calculated by superposing the kriged geometry on the voxel model (Fig. 5.15). The v_{fib} corresponds to the number of voxels identified as fibers and v_{tow} is the number of all voxels contained inside the tow geometry. The fiber volume fraction of each individual tow is then

$$V_f = \frac{v_{fib}}{v_{tow}} \tag{5.17}$$

This value can be used to obtain Gebart's permeability of individual tows by taking A the mean cross-section area of individual tow and L its length. Fig. 5.16a shows the error in the total V_f for reconstructions with different values of α compared to the V_f of the whole specimen. These changes have a strong impact on permeability calculations (Fig. 5.16b). Approximation of the fiber contour with $\alpha = 1.0$, which still results in a model more accurate than idealized elliptical or lenticular shape cross-sections, has an average 125% error in permeability. This value is unacceptable for microscale predictions. To analyze tow permeability, we chose the reconstruction for $\alpha = 10^{-6}$, as it has a relatively low change in

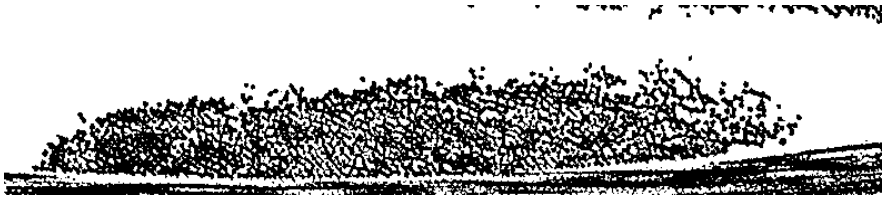


Figure 5.14 Tomogram segmented into matrix and voids (white), and fibers (black) phases with FRF

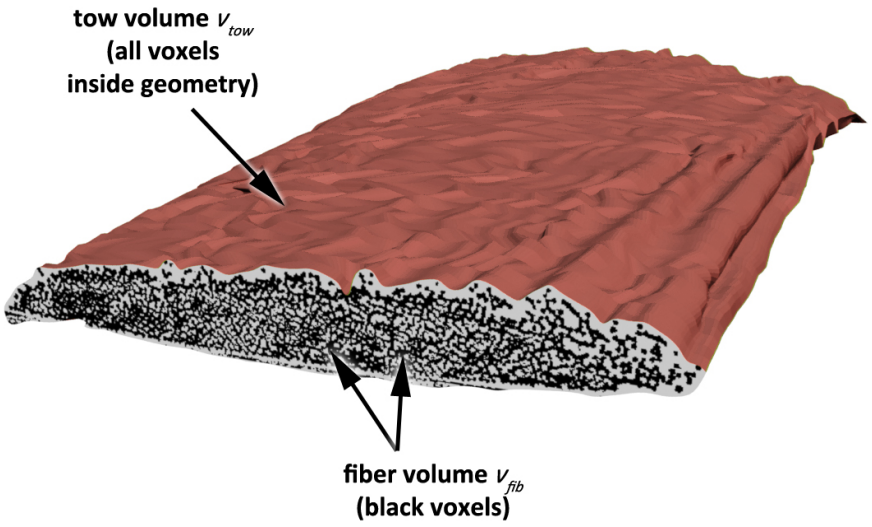
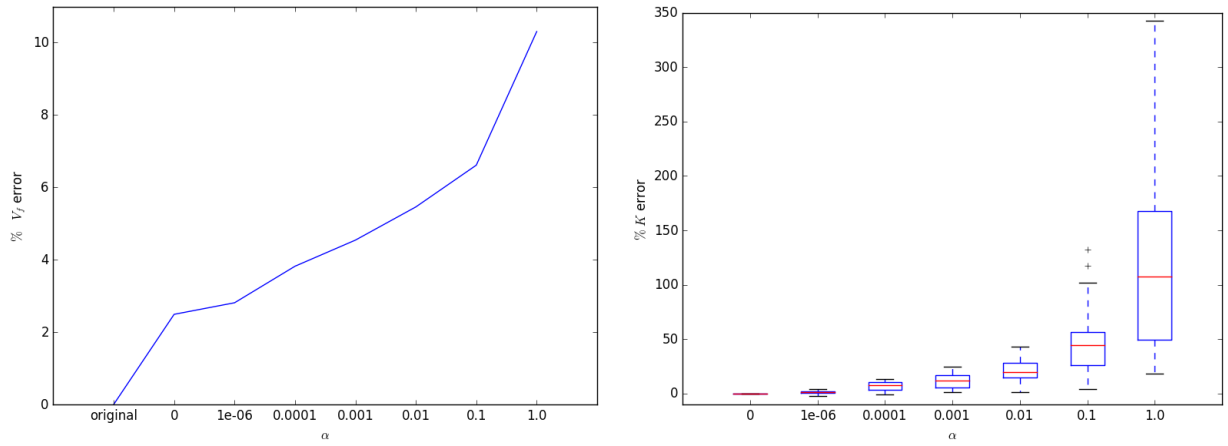


Figure 5.15 Definition of fiber v_{fib} and tow volume v_{tow} in the voxel-kriging model

V_f compared to the untreated X-ray scan, but at the same time respects the segmentation probability through the nugget effect. In Fig. 5.17 the permeabilities of fiber tows are shown for 3 injection scenarios : parallel to warp tows (5.17a), parallel to weft tows (5.17b), and perpendicular to both (5.17c). Fig. 5.17d shows the maximal (parallel) permeability for all tows to enable comparisons. It can be observed, that the permeability of warp tows is an order of magnitude higher than for the weft direction. The range of obtained K values is still very low, which is plausible, as fiber tows have a more dense structure than the woven reinforcement at a mesoscale. To compare these results with the Q for the bulk composite, the mesoscopic permeability has to be obtained through simulations of Navier-Stokes flow between the solid fiber tows. For this purpose, a complement of the smoothed reconstruction optimized with DA (Fig. 5.18) can be used. A $\alpha = 0.01$ is sufficient as the tow volume v_{tow} change is only -0.8% and V_f is not considered. The composition of individual tows' microscopic permeability with the mesoscopic permeability of the reinforcement is a separate task, considered for the subsequent work.



(a) Error of V_f

(b) Error of K

Figure 5.16 Error of (a) fiber volume fraction V_f and (b) permeability K of individual fiber tows compared to (a) untreated X-ray microtomography and (b) reconstruction for $\alpha = 0$

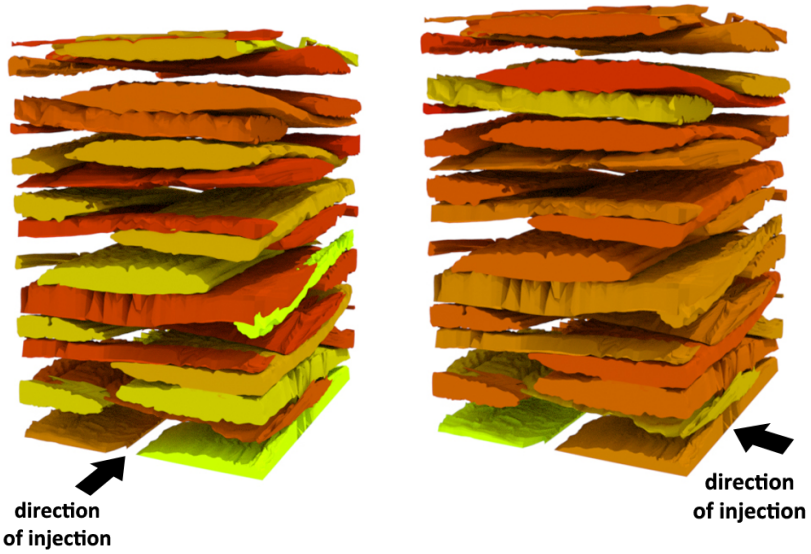
5.8 Conclusions

A method based on dual kriging as geometric interpolating/approximating tool was developed to reconstruct the 3D geometry of textile reinforcements. The advantages of using kriging are twofold :

— the nugget effect allows to incorporate statistical variability of the woven reinforcement, providing a direct way of controlling the level of detail in the model ;

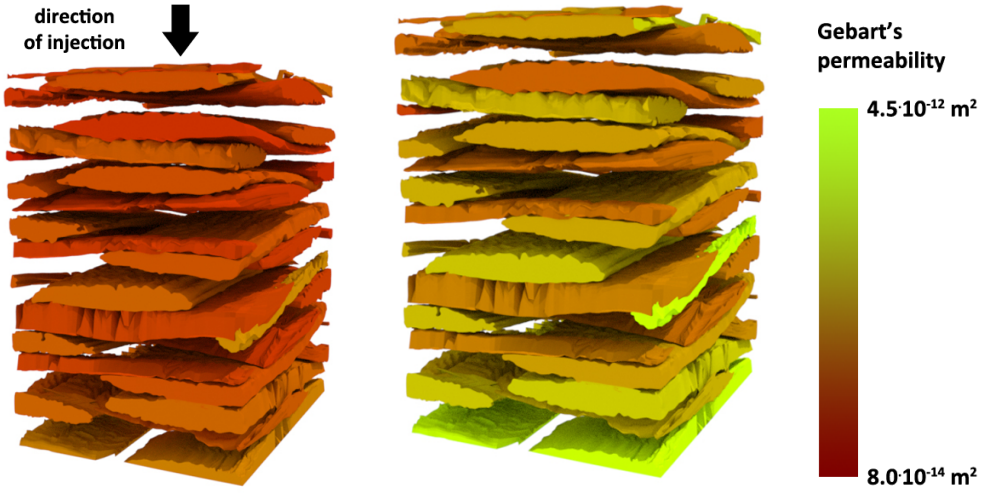
— accurate surface meshes of fiber tows can be constructed with reduced memory requirements.

The memory requirements have been lowered several hundred times compared to the raw voxel model and to the untreated 3D surface geometry. The semi-automatic nature of the whole treatment helps in reducing the Big Data problem of the microtomographic scan into a model that has a level-of-detail adapted to the vised application. The kriged model is suitable for the prediction of microscale permeability with Gebart's formulas, as it permits to analyze each fiber tow individually, taking into account its fiber volume fraction and orientation in relation to the direction of injection. Kriged models optimized with Diffuse Approximation-based algorithms provide good quality surface mesh which can be further used to investigate mesoscale permeability of the reinforcement – a subject of the future work. Other improvements to the presented methods will include the introduction of volume conservation criteria to further reduce the reconstruction error and an investigation of more



(a) Resin injected parallel to warp tows

(b) Resin injected parallel to weft tows



(c) Resin injected perpendicular to warp and weft tows

(d) Maximum permeability of fiber tows

Figure 5.17 Permeability of individual fiber tows for different directions of resin injection : (a) parallel to warp tows ; (b) parallel to weft tows ; (c) perpendicular to warp and weft tows ; and (d) maximal (parallel) permeability of all tows. Kriging reconstruction for $\alpha = 10^{-6}$

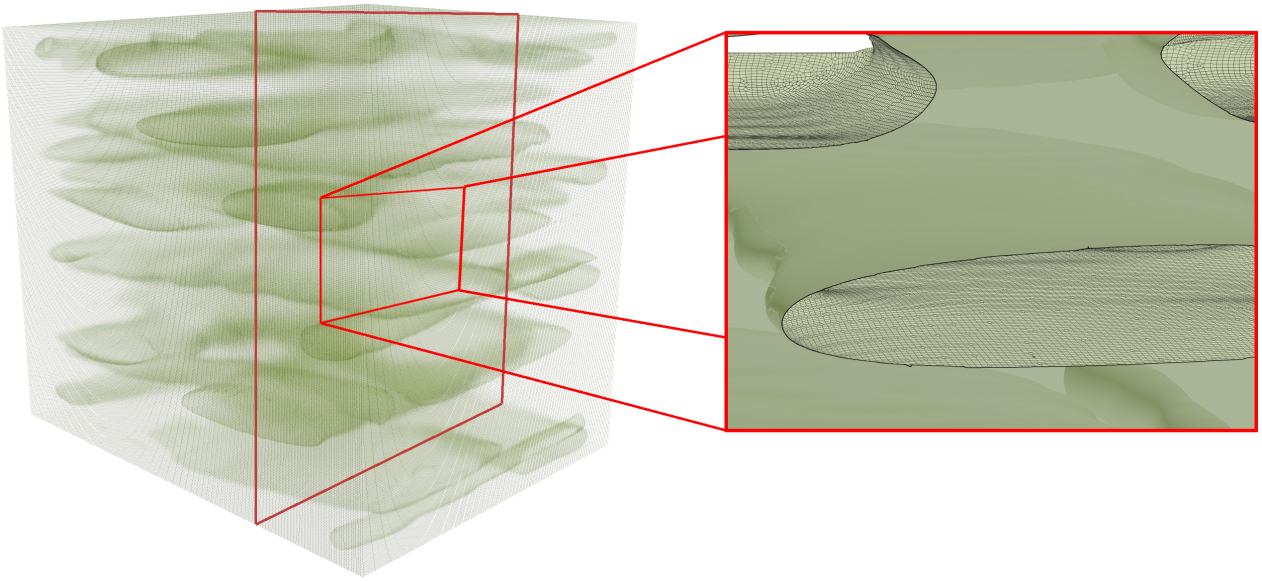


Figure 5.18 Mesh of the mesoscale porous domain, i.e., the inverse of the fiber tows, reconstructed with $\alpha = 0.01$ and optimized with DA. Inset shows a detail of the transverse cut of the mesh

complex three-dimensional woven textiles. The passage from kriged to DA optimized mesh is also a subject for amelioration, notably the reduction of the computer memory requirements of the final geometry.

Appendix

Two image processing procedures have been developed to automatize the acquisition of contour data from X-ray microtomography scans. Each tomogram has to be divided into subregions, ideally containing information about single tows only. This task is performed by the operations outlined in Algorithm 2. The Fast Random Forest (FRF) learning algorithm Breiman (2001); Hall et al. (2009) takes a set of manually selected data corresponding to the transversal view of a fiber tow. This set is used to create a classifier, taking into account pixel values, gradients, and connectivity to segment the tomogram. The result is a probability map, where different shades of gray correspond to the probability of a pixel classification as a part of a fiber tow. The noise is removed from the image by a median filter Huang et al. (1979) which changes pixel values in the image based on the median value of the neighborhood. Finally, the Sobel shape detection filter Sobel (1990) identifies abrupt gradient changes, which coincide with contours of regions with similar pixel values. The largest of these regions are

identified as tow cross-sections and their maximal dimensions are measured. This information is sufficient to divide a given tomogram into subregions corresponding to single fiber tows. Now that the X-ray data has been partitioned into subregions, the FRF algorithm can be

Algorithm 2: Division of tomograms into single tow stacks (see Fig. 5.3a-5.3b)

Input **:** Set of tomograms (2D grayscale images)
Output: Set of image stacks for individual tows

```
manually train FRF on one tomogram;
for all tomograms do
    fast detect all tows with FRF;
    get segmentation map;
    apply median filter on segmentation map;
    shape detect single tows;
    get dimensions of single tows;
end
divide tomograms in single tow regions;
return single tow image stacks;
```

applied again with a higher accuracy. Algorithm 3 first takes the coordinates of the regions with highest and lowest classification probability in the given subregion and uses them to automatically construct and train a new classifier. The classifier creates a new probability map that is copied and further processed with the minimum cut/maximum flow algorithm Boykov and Kolmogorov (2004), that binarizes the image by optimizing the graph of pixel values based on connectivity and homogeneity properties. The final step once again involves Sobel filter for shape detection, followed by the identification of image region with the highest surface area and extraction of its contour. The skeletonization step Blum (1967) is applied to reduce the contour thickness to one pixel. The contour coordinates are written in an output text file together with the corresponding probability ρ from the untreated probability map.

Acknowledgments

Authors acknowledge the financial contribution of Centre d'Innovation of Université de Technologie de Compiègne (UTC) and of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC). The help of Prof. T. Sterzyński from Poznań University of Technology and Prof. M. Władyka-Przybylak from the Institute of Natural Fibres & Medicinal Plants, Poznań, Poland is greatly appreciated for providing guidance and expertise on natural fibers.

Algorithm 3: Extraction of contour data from single tow scans (see Fig. 5.3c-5.3f)

Input **:** Set of single tow stacks
Output: [x,y,z] coordinates of contour points, ρ probability

automatically train FRF on one *image*;
for *all images* **do**
    precise detect single *tow* with FRF;
    get *probability map*;
    copy *probability map*;
    min-cut/max-flow on *copy*;
    outline detection on *copy*;
    skeletonization on *copy*;
    get *contour coordinates*;
    look up *contour coordinates* on *probability map*;
    calculate ρ;
end
return *contour coordinates*, ρ;

CHAPITRE 6 ARTICLE 4 : STOCHASTIC CHARACTERIZATION OF WOVEN REINFORCEMENTS IN COMPOSITES FROM X-RAY MICROTOMOGRAPHIC SCANS

Anna Madra, Piotr Breitkopf, François Trochu, Jérôme Adrien, Eric Maire

International Journal for Numerical Methods in Engineering, soumis le 2 octobre 2017

6.1 Présentation du chapitre

Ce chapitre contient l'article soumis à International Journal of Numerical Methods in Engineering en octobre 2017, propose une méthode probabiliste pour identifier la structure du renfort tissé d'un matériau composite.

Les opérations présentées dans les chapitres précédents, soit la segmentation, la mesure de propriétés géométriques et spatiales et la modélisation géométrique comportent des erreurs dont la propagation dans la chaîne de traitement et de modélisation devrait être controlée. Le problème général de la détection la plus probable des sections transversales des torons à partir des résultats de la microtomographie aux rayons X est abordé dans cet article. Le modèle déterministe de krigeage dual du chapitre précédent constitue le point de réérence de cette analyse. L'ensemble de contours probables de la structure du composite est modélisé maintenant comme la réalisation d'un processus aléatoire gaussien. En conditionnant le processus gaussien par les valeurs observées lors de la phase de segmentation et en prenant en compte l'erreur associée, il est possible de définir un modèle qui permettra de créer par échantillonnage un nombre infini de contours plausibles et de charactériser stochastiquement les grandeurs macroscopiques d'intérèt.

Le volume des fibres contenues dans le contour est est considéré constant pour toutes les sections du toron. De plus, nous supposons, que le volume total couvert par le contour aussi que la longueur du contour doivent être minimales. Ces trois objectifs sont utilisés pour calibrer le modèle, en ajustant les paramètres du noyau. Comme les critères d'optimisation sont antagonistes, un algorithme d'optimisation multicritères inspiré de Nondominated Sorting Genetic Algorithm II (NSGA-II) de Deb est utilisé pour déterminer le front de Pareto.

Dans la première étape, on identifie la gamme des paramètres du noyau admissibles au sens de la contrainte du volume des fibres. Ensuite, l'algorithme est chargé de maximiser la vraisemblance du modèle pour des valeurs de paramètres évoluant dans un domaine de

conception restraint par la première étape.

L'inspection des solutions du front de Pareto fait apparaître, comme attendu, à une extremité une ellipse simplifiée qui minimise la longueur du contour et à l'autre extremité un contour détaillé épousant les fibres individuelles, qui minimise le volume total couvert. Les solutions intermédiaires correspondent à un enselble de meilleurs compromis entre les deux critères et permettent d'éviter une solution trop simplifiée ou un surapprentissage (overfitting).

Le choix final dépend de l'application visée et du niveau de détail du modèle numérique d'analyse : un modèle intermédiaire plus détaillé sera requis pour une simulation d'injection à l'échelle microscopique et un modèle plus lisse sera suffisant pour modéliser la compaction du renfort tissé. Dans ce travail, la méthode est validée dans le cas de l'identification de la fraction volumique de fibres locale en permettant d'obtenir une caractérisation probabiliste complète. On constate notamment, que la moyenne du contour probabiliste ne coïncide pas avec le krigeage déterministe. Malgré la taille limitée des spécimens analysés, cette méthodologie apporte ainsi un nouveau moyen pour explorer la variabilité intrinsèque des matériaux composites et l'incertitude liée à l'analyse microtomographique.

L'approche présentée ici n'est pas limitée au cas d'identification de torons et peut être élargie aux autres opérations de segmentation sur les résultats de microtomographie aux rayons X. Cette méthode est doublement novatrice, en ce sens qu'elle permet à la fois une reconstruction calibrée de la géométrie du renfort fibreux et la création de nouvelles reconstructions plausibles.

6.2 Abstract

A stochastic method is introduced to characterize the dual-scale geometry of textile reinforcements in composites. The fiber tows are identified from X-ray microtomographic scans taking into account measurement error. Then, new plausible geometries of fiber tows are sampled from the underlying Gaussian Random Process to quantify the uncertainty of the microscale fiber volume fraction. The hyperparameters of the model are calibrated with a custom-built multi-objective evolutionary algorithm. The approach is illustrated by the analysis of a vinyl-ester composite reinforced with a glass fiber non-crimp fabric.

KEYWORDS

Composites ; Error estimation ; Materials science ; Multiscale ; Probabilistic methods ; Stochastic problems.

6.3 Introduction

Recently, with the advances in hardware, the capacity to simulate the mechanical behavior or manufacturing processes of complex materials has increased considerably Azaiez et al. (2002); García et al. (2003, 2009); Devalve and Pitchumani (2013); Naouar et al. (2015); Niknezhad et al. (2015); Durville et al. (2017). Given such possibilities, the researchers turn to models closely connected to the experimental microstructure of materials. One example is the simulation of Liquid Composite Molding (LCM) where a liquid polymer resin is injected through a fibrous reinforcement. Woven reinforcements, commonly used in high-performance composites Shinoda et al. (2007); Vanaerschot et al. (2017), consist of fiber tows which in turn are bundles of fiber filaments. This results in a dual-scale architecture with individual fibers at microscale and fiber tow at mesoscale. As the impregnation behavior strongly depends on the geometry of the reinforcement LeBel (2012), a realistic model of the mesoscale geometry together with a microscale fiber volume fraction is required.

The identification of individual fibers is reduced to the detection of circular or elliptic cross-sections Aravand et al. (2016); Yousaf et al. (2017); Vanaerschot et al. (2017). However, the geometry of the tow boundary is more complex as a result of phenomena governing the deformation of fibrous reinforcements Somashekar et al. (2011); Naouar et al. (2014, 2015). An oversimplification of tow geometry leads to an incorrect characterization of local material parameters Boisse (2011), while overfitted models are inadequate for numerical simulations.

The information on the geometry of the experimental microstructure can be retrieved from volume imaging methods, among them X-ray microtomography. In this technique, the coefficient of attenuation relates the loss in the energy of an X-ray beam to the atomic number of phases in the material. In a LCM-manufactured composite there are three phases : fibers, polymeric matrix and residual air. The distribution of the coefficient of attenuation is mapped on tomograms (Fig. 6.1a) which are 2D images at a given depth z through the specimen thickness. Each tomogram consists of a set of voxels – unitary volume elements, corresponding to the volumes in the scanned specimen. The size of each volume depends on the scan resolution, and in most experimental setups, it is the cube of that value.

The process of identification of microstructural elements from tomograms depends on the chemical composition of such elements. In the case of textile reinforcements, the distribution of fibers and the location of fiber tows are of interest. The former is obtained by performing phase segmentation (Fig. 6.1b), for example by thresholding Neves et al. (2014); Rolland et al. (2016); Hassan and Othman (2017). The fibers are chemically homogeneous and so is their coefficient of attenuation. Thus, the segmentation algorithm can be adjusted to achieve

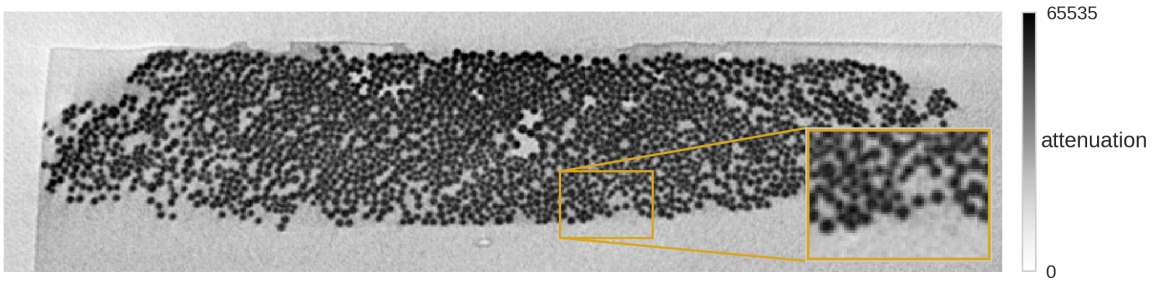
high probability of identification. The same is not true for fiber tows as they are composed of two (fibers and polymer) or three chemically distinct phases (fibers, polymer and residual air). For this reason, a structural segmentation is performed, taking into account values of the coefficient of attenuation and their spatial distribution. Learning algorithms such as Fast Random Forest Breiman (2001) used in Madra et al. (2017b) are trained on such data, resulting in a segmentation with lower probability (Fig. 6.1c) than for the phase segmentation.

Both the thresholding and learning algorithms cited above, as well as a range of other segmentation methods currently in use such as atlas thresholding Dong et al. (2015) or watershed transform Yue et al. (2011), are deterministic. Thus, they provide a single fiber tow identification, whereas several plausible solutions may exist. Therefore, the errors due to scan resolution and to segmentation algorithms require a characterization of variability to ascertain the uncertainty associated with measurements on microtomographic reconstructions.

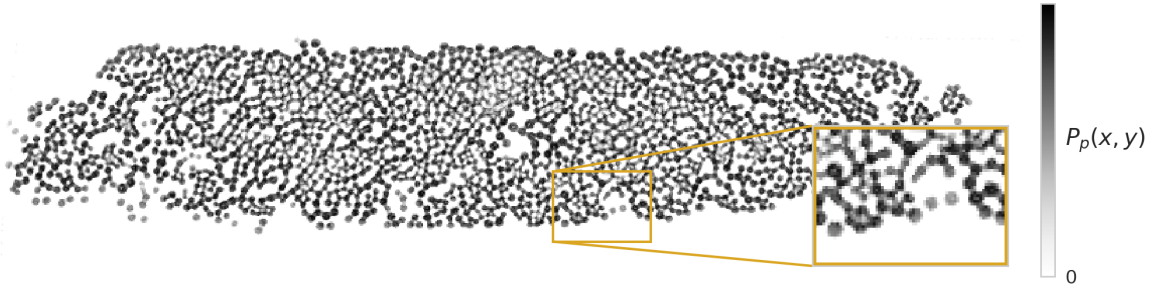
To our best knowledge, none, if any research has addressed the above problem in computational material science. Most of the segmentation methods are dedicated to maximizing the compliance with "ground truth", namely the manual segmentation provided by a human expert. The workload involved in performing manual segmentations is substantial, hence the spectrum of possible results is not thoroughly analyzed. However, in the medical domain, Lê et al. Lê et al. (2016) performed the identification of tumor tissue from X-ray tomographic scans by modeling the tumor boundary with level sets. A Gaussian Random Process (GRP) was then used to generate new partitions. Based on the position and area of the generated samples, the amount of radiation required to eradicate the tumor was estimated. Level sets were also used in Roy and Bandyopadhyay (2016) to obtain a unique segmentation of brain tissues, where the probability of the generated level set contours was described by a multivariate Gaussian distribution, and the contour with the highest likelihood was ultimately chosen. Finally, a unique segmentation of coronary arteries was obtained in Cruz-Aceves et al. (2016) after sampling thresholds for image filtering and using multi-objective optimization with genetic algorithms to select the plausible one.

In material studies, the results of segmentation in X-ray microtomography are usually not subject to error estimation, only sometimes accompanied by sensibility studies Mertens et al. (2015). In Madra et al. (2017b), we have proposed a segmentation method based on dual kriging for identifying fiber tows in composite reinforcements. However, the kriging approximation, despite the availability of the error estimator σ, still provides deterministic results.

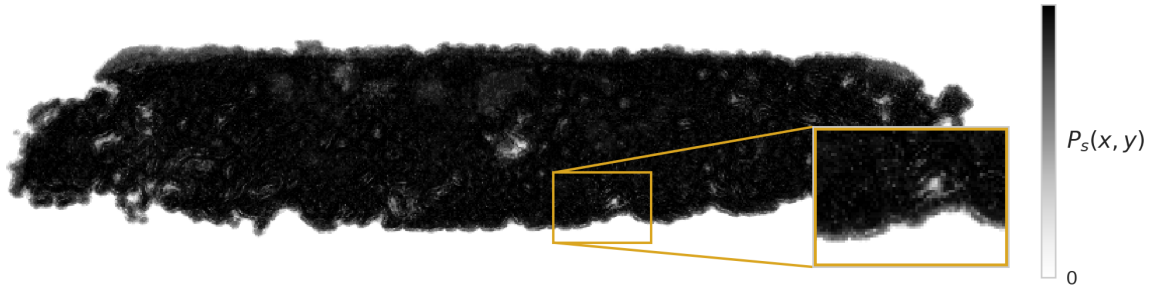
In the present work, we focus on constructing a model based on the actual microstructure while taking into account the measurement error and controlling the level of simplification. The kriging model is extended by making use of the structure of the underlying Gaussian



(a) Raw tomogram



(b) Phase segmentation probability



(c) Structure segmentation probability

Figure 6.1 Results of the X-ray micro-tomographic scan of a polymer composite with glass fiber reinforcement TG96N60E from *Texonic* : (a) raw, unprocessed tomogram ; (b) phase segmentation probability ; (c) structure segmentation probability

Process to automatically generate new, plausible segmentations by affine transformation of independent multivariate Gaussian samples in a Monte Carlo manner **?**. This approach enables us to characterize the probability distribution of material properties, such as fiber tow volume or microscale fiber volume fraction. The ultimate goal is the uncertainty quantification and propagation across the simulation of resin injection during manufacture.

The rest of this paper is organized as follows. In Section 6.4 we formulate the conditional GRP distribution of a fiber tow contour that is then applied in Section 6.5 to generate a range of admissible contours for which a specific material parameter can be calculated, and its probabilistic distribution examined. The model is calibrated in Section 6.6 by choosing an adequate kernel function with hyperparameters optimized taking into account the geometric metrics of the structure. The metrics are formulated as objective functions and subject to multi-objective optimization. The approach is tested in Section 6.7 to identify glass fiber volume fraction of a composite manufactured by Resin Transfer Molding (RTM).

6.4 Stochastic model of a fiber tow geometry

Two levels of segmentation are considered in this work : the phase segmentation determining the distribution ϕ of individual fibers and the structure segmentation identifying the geometry of fiber tows. The ϕ is defined based on the probability of phase segmentation $P_p(x, y)$ (Fig. 6.1b)

$$\phi(x,y) = \begin{cases} 1, \text{ if } P_p(x,y) \geqslant d_t \\ 0, \text{ otherwise} \end{cases} \tag{6.1}$$

where d_t is an empirically determined threshold value. The cross-section Ω of a tow grouping individual fibers is obtained with structural segmentation (Fig. 6.1c) that yields probability $P_s(x, y)$ from which a contour Γ is identified with an error. Γ is expressed in a parametric form with $x(t)$, $y(t)$ as functions of a curvilinear coordinate t. We represent $X(t)$ by a Gaussian Random Process $\mathcal{GP}$

$$(X(t))_{t\in(0,1)} \sim \mathcal{GP}(\mu_x, k) \tag{6.2}$$

where μ_x is a mean function

$$\mu_x(t) = p^T(t)\beta_x \tag{6.3}$$

with β_x denoting a vector of coefficients of polynomial basis $p(t)$ and k_x is a covariance function. Similarly

$$(Y(t))_{t\in(0,1)} \sim \mathcal{GP}(\mu_y, k). \tag{6.4}$$

We assume that a discrete instance of $\mathcal{GP}$ at n_{t*} sample points t^* follows a multivariate Gaussian distribution

$$(X^*|X(t^0) = x^0) \sim \mathcal{N}(m_x, K) \tag{6.5}$$

conditioned by observed values $x_i^0,\ y_i^0,\ i = 1, \ldots, n_{t^0}$ of a tow contour $\hat{\Gamma}^0$ (Fig. 6.2) associated with the measurement error variance $\sigma^2(t_i^0)$ at discrete points $t^0 = [t_1^0, \ldots, t_{n_{t^0}}^0]$.

The Gaussian regression Rasmussen and Williams (2004) yields the conditional mean vector m_x of length n_{t*}

$$m_x = \mu^* + C^{*0}(C^{00})^{-1}(x^0 - \mu^0) \tag{6.6}$$

and a conditional covariance matrix K of dimensions $n_{t*} \times n_{t*}$

$$K = C^{**} - C^{*0}(C^{00})^{-1}C^{0*}, \tag{6.7}$$

where

$$\begin{aligned} C_{ij}^{00} &= k(t_i^0, t_j^0) + \alpha\sigma^2(t_i^0)\delta_{ij},\ i, j = 1, \ldots, n_{t^0}, \\ C_{ij}^{0*} &= k(t_i^0, t_j^*),\ i = 1, \ldots, n_{t^0},\ j = 1, \ldots, n_{t*} \\ C_{ij}^{**} &= k(t_i^*, t_j^*),\ i, j = 1, \ldots, n_{t*}. \end{aligned} \tag{6.8}$$

Parameter α allows to scale the contribution of the segmentation error and δ_{ij} is the Kronecker delta (no summation over i). Furthermore, μ_x is defined as

$$\begin{aligned} \mu_x &= \begin{pmatrix} \mu_x^* \\ \mu_x^0 \end{pmatrix}, \\ \mu_{x_i}^* &= p^T(t_i^*)\beta_x,\ i = 1, \ldots, n_{t*}, \\ \mu_{x_i}^0 &= p^T(t_i^0)\beta_x,\ i = 1, \ldots, n_{t^0} \end{aligned} \tag{6.9}$$

with β fitted by Least Squares Fitting. The means m_x and m_y (obtained in analogous manner) represent the kriging approximation of the contourΓ . The variance of the estimation is given by diagonal terms of matrix K

$$\sigma_i^2 = K_{ii},\ i = 1, \ldots, n_{t*}. \tag{6.10}$$

Considering a closed contour Γ, we propose a periodic exponential squared kernel function

$$k(t_i, t_j) = \exp^2\left(-\frac{1}{\theta}\sin^2\left(\pi \cdot (t_i - t_j)\right)\right),\ \theta \in (0, 1) \tag{6.11}$$

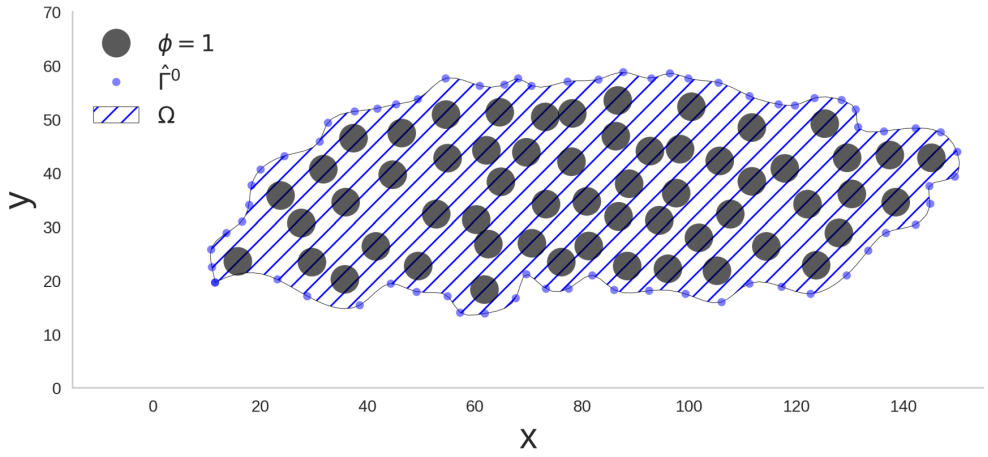


Figure 6.2 Points (x^0, y^0) defining contour $\hat{\Gamma}^0$ of section Ω identified during tow segmentation superimposed on the function $\phi(x, y)$ of material distribution

with a single length-scale hyperparameter θ. Example kernels are shown in Fig. 6.3 for $t_i = 0, \ldots, 1$ and varying θ. The value of θ governs the size of the domain of influence. For $\theta = 1$ every point contributes equally leading to overfitting, especially for low values of α (Fig. 6.4a and enlarged detail in 6.4b) which result in interpolation. Less accurate approximations are obtained for low values of θ, e.q., $\theta = 0.01$ and $\theta = 0.1$ which together with the increase in α lead to smoother, elliptical contours (Fig. 6.4c and enlarged detail in 6.4d). The zone of influence of θ depends also on the density of data coordinates, with sparse values leading to more variability in the reconstruction.

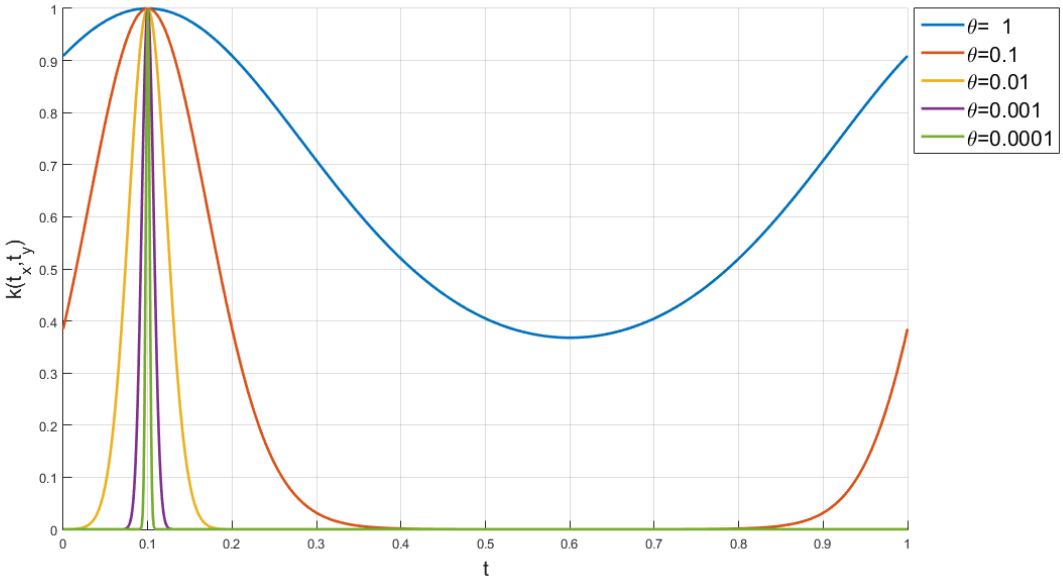
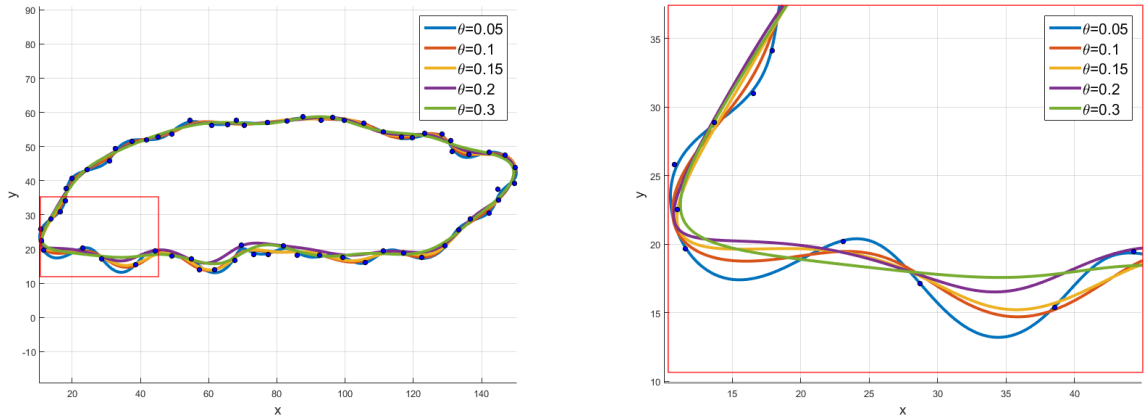
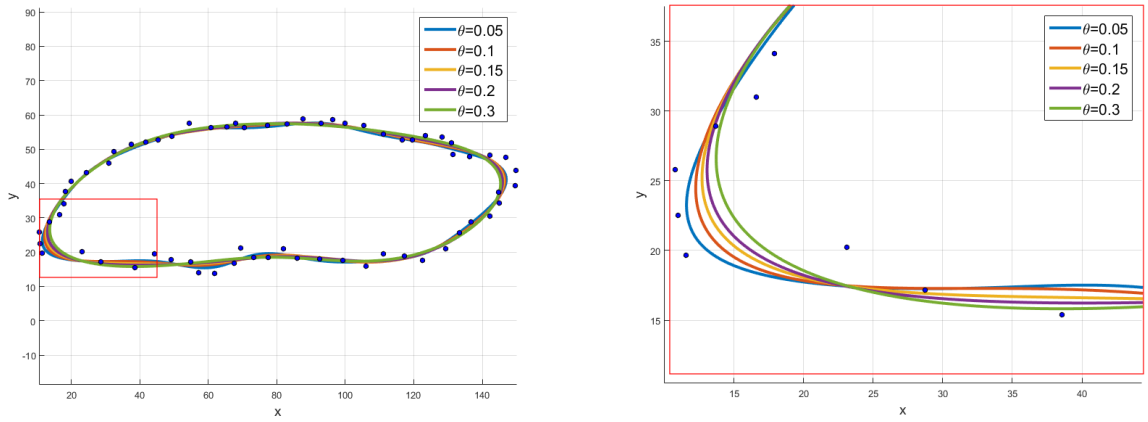


Figure 6.3 Shape of kernel function defined in Eq. 6.11 for $t_i = 0, \ldots, 1$ and for varying θ (length-scale)



(a) $\alpha = 0.1 \cdot 10^{-7}$ (b)



(c) $\alpha = 0.05$ (d)

Figure 6.4 Mean (m_x, m_y) (Eq. 6.6) of the Gaussian Process for different values of θ and α : (a) $\alpha = 0.1 \cdot 10^{-7}$; (b) $\alpha = 0.05$

6.5 Stochastic sampling

As stated in the introduction, the $\mathcal{GP}$ mean vectors m_x and m_y provide a deterministic approximation of the contour. Here, we take advantage of the formulation of the model as a Gaussian Process to investigate the probability distributions of physical quantities. Namely, we can generate new, plausible contour samples

$$\hat{\Gamma}(t^*) \sim \mathcal{N}(m_x, K) \tag{6.12}$$

through an affine transformation

$$x^* = m_x(t^*) + Au \tag{6.13}$$

of independent multivariate samples u taken from

$$U \sim \mathcal{N}(0, I) \tag{6.14}$$

where A is determined from Cholesky's decomposition of K

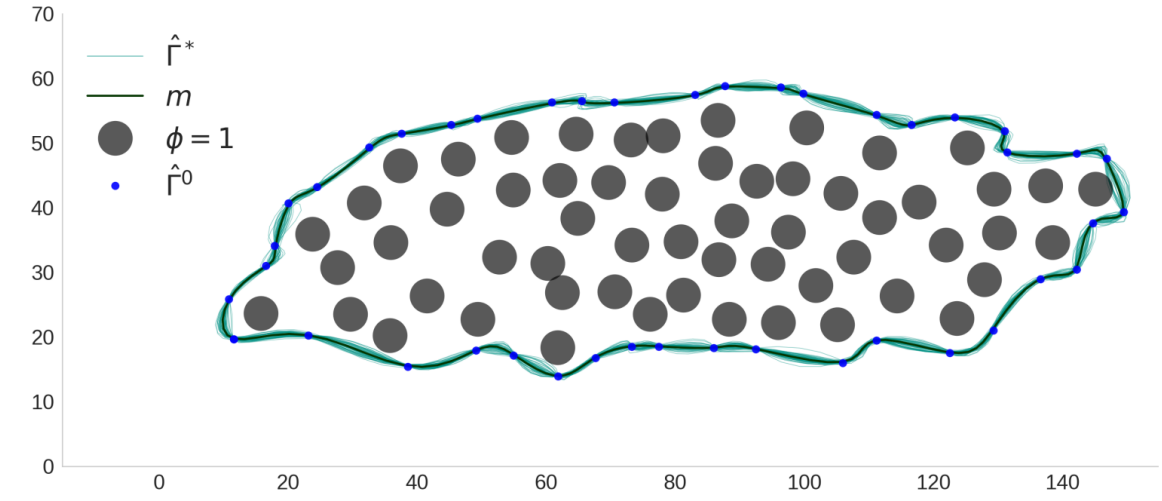
$$K = AA^T. \tag{6.15}$$

This decomposition has to be performed only once and then A can be used to generate new contours at the cost of a single matrix-vector multiplication. The examples of such contours are shown in Fig. 6.5. The scaling factor α (Eq. 6.8) permits to control the influence of the segmentation error on the approximation of the contour. In Fig. 6.5a, the error is scaled with a coefficient $\alpha = 0.05$, yielding both mean and samples with low variability, almost interpolating data. Increasing α is effective when a calibration of the segmentation is required as it enables exploration of contours that are dissimilar from the initial data. The smaller values of α are useful in estimating material properties from the model that is already calibrated. This strategy is summarized in Alg. 4 and will be now applied to process experimental microtomographic data.

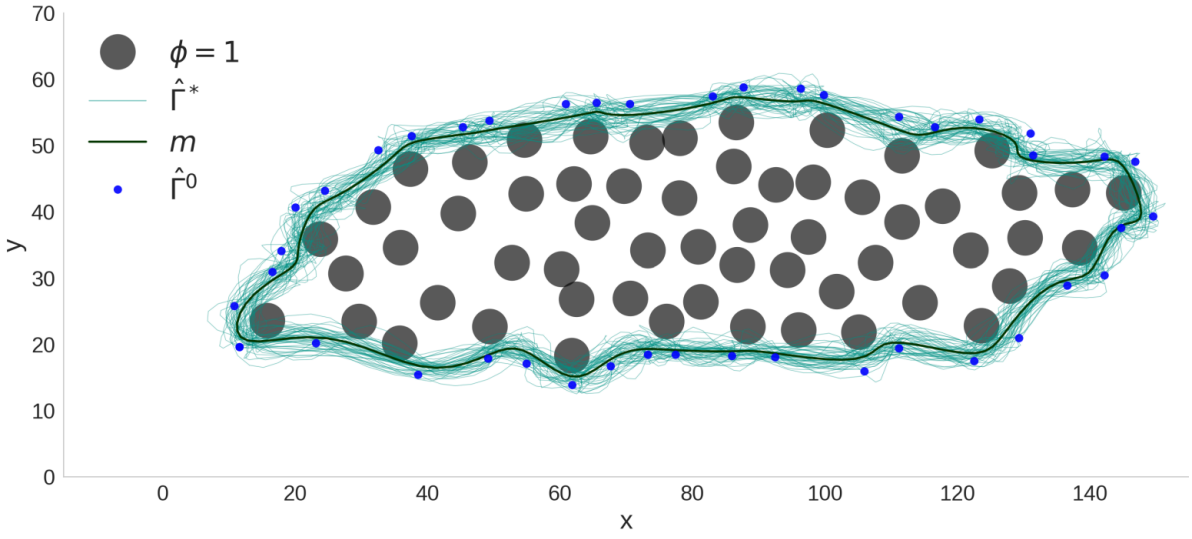
6.6 Kernel calibration

The kernel k modeling covariance C in Eq. 6.8 is calibrated by adjusting the hyperparameter θ. The choice of θ is directed by the physical plausibility of the model, i.e., how well it approximates the geometry of the fiber tow. We assume that

— the number of fibers in a fiber tow is constant,



(a) $\alpha = 0.05$



(b) $\alpha = 2.5$

Figure 6.5 Mean and samples of the contour $\hat{\Gamma}$ modeled with a Gaussian Process with different values of error scaling factor α : (a) $\alpha = 0.05$; (b) $\alpha = 2.5$

Algorithm 4: Generation of new contours by sampling of the calibrated $\mathcal{GP}$ model

Input : $m_x,\ m_y,\ K_x,\ K_y$
Parameters : number of samples S

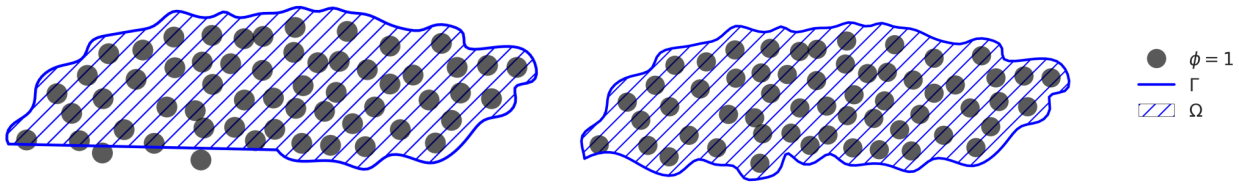
calculate A_x, A_y (Eq. 6.15);
for *1 to* S **do**
  get a random sample u from $\mathcal{N}(0, I)$ (Eq. 6.14);
  calculate (x^*, y^*) from Eq. 6.13
end
return the set of samples $\hat{\Gamma}^*$;

— the diameter of each individual fiber is constant,

implying that the total area vol_{fib} of fibers at each section orthogonal to the centroid line of the fiber tow is also constant. As the sections in question are the volumes of thickness Δz and are represented by voxels, the term "fiber volume" is more appropriate. The measurement of vol_{fib} from a microtomographic scan is further detailed in Madra et al. (2017b). The following functions need to be considered

$$
\begin{aligned}
f_1(\theta) &= \left| vol_{fib} - \Delta z \int_{\Omega(\theta)} \phi(x,y) d\Omega(\theta) \right|, \\
f_2(\theta) &= \int_0^1 \sqrt{\left(\frac{dm_x(t,\theta)}{dt}\right)^2 + \left(\frac{dm_y(t,\theta)}{dt}\right)^2}\, dt, \\
f_3(\theta) &= \frac{1}{2} \int_0^1 \left(m_x(t,\theta)\frac{dm_y(t,\theta)}{dt} - m_y(t,\theta)\frac{dm_x(t,\theta)}{dt} \right) dt.
\end{aligned}
\tag{6.16}
$$

The f_1 measures the difference between vol_{fib} and the total fiber surface within the approximated contour ; f_2 is the contour length and f_3 the area of the contour.



(a) inadmissible
$f_1 > 0$

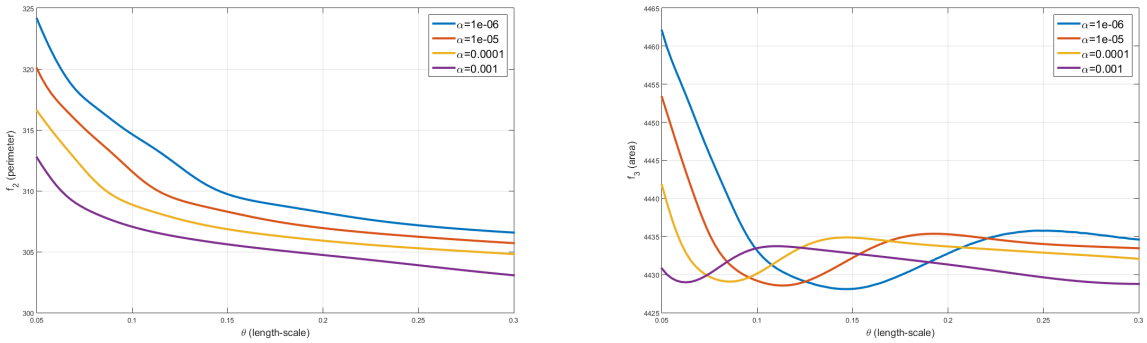
(b) admissible
$f_1 = 0$

Figure 6.6 Admissibility of contour $\hat{\Gamma}$ based on f_1

We can thus formulate a bi-objective optimization problem

$$\begin{cases} \Theta = \text{Arg min}(f_2(\theta), f_3(\theta)) \\ f_1(\theta) \leqslant \varepsilon \\ 0 \leqslant \theta \leqslant 1 \end{cases} \tag{6.17}$$

where f_2, f_3 are objective functions and f_1 is an inequality constraint which restricts the admissibility of the generated contour (Fig. 6.6) to the domains containing the required volume of fibers vol_{fib}. Simultaneous minimization of f_2 and f_3 imposes a specific character on the reconstructed geometry by a compromise between minimal contour length (f_2) and minimal volume (f_3). As observed in Fig. 6.7, the objective functions are nonlinear in θ and exhibit multiple local minima. Thus, the optimization is performed by an evolutionary algorithm inspired by the Non-dominated Sorting Genetic Algorithm II (NSGA-II) by Deb Deb et al. (2002). The flow of the algorithm is shown in Alg. 5 below. The optimization begins by generating a random population of kernel hyperparameters with which a contour is fitted to the (x^0, y^0) and objective functions are evaluated. Following a ranking of hyperparameter sets according to the dominance criterion, a new population is generated by crossover, mutation and niching. The choice of algorithm parameters is adapted empirically depending on the quality of the initial segmentation, with good initial approximations requiring less generations to provide satisfactory results.



(a) $f_2(\theta)$ (b) $f_3(\theta)$

Figure 6.7 Values of (a) f_2 (contour perimeter) and (b) f_3 (tow area) in function of θ (length-scale)

Algorithm 5: Kernel calibration with *NSGA-II* algorithm

Input : $x^0, y^0, t^0, t^*, \alpha$, kernel function (Eq. 6.11), σ_x^2, σ_y^2
Parameters : number of generations G, population size g, crossover rate, mutation rate, niching distance

generate a population of g random Θ;
for *1 to G generations* **do**
  for *each* Θ *in population* **do**
    compute C (Eq. 6.8);
    invert C^{00};
    calculate m_x (Eq. 6.6) and m_y;
    approximate f_1 by the sum of voxel values $\phi(x_i, y_i),\ x_i, y_i \in \Omega(\Theta)$;
    approximate f_2 by the sum of distances $\sum_{i=1}^{n_t^*} \left[(x(t_{i+1}^*) - x(t_i^*)))^2 + (y(t_{i+1}^* - y(t_i^*)))^2\right]^{\frac{1}{2}}$;
    approximate f_3 by the voxel count $x_i, y_j \in \Omega(\Theta)$;
  end
  rank individuals according to the dominance criterion;
  create new population by crossover, mutation, niching;
end
return the Pareto set of non-dominated Θ from the last generation;

6.7 Test case : fiber volume fraction of a woven reinforcement

So far, the methodology has been illustrated with abstract cases of simplified fiber tow geometry. Here, we present how the stochastic model performs on the actual microtomographic data. In addition to the exploration of various types of reconstructions, we present an application of the stochastic formulation to characterize the fiber volume fraction V_f of a fiber tow. The approach will follow the steps outlined in Program 1. The phase and structure segmentation of raw tomograms are performed following the procedures in Madra et al. (2017b) and further data preprocessing step is performed as described in Sec. 6.7.2. The microtomographic data is then used to calibrate the $\mathcal{GP}$ model and generate new plausible contour samples. The latter are finally used to analyze the the probability density function (PDF) of the local fiber volume fraction V_f of the fiber tow.

Program 1: Methodology for stochastic characterization of fiber tows

Input : *tomogram*
Parameters : parameters for Alg. 5, Alg. 4 and Alg. 3

1 extract $P_p(x, y)$, $P_s(x, y)$ and $\hat{\Gamma}^{init}$ after Madra et al. (2017b);
2 data preprocessing with Alg. 3;
3 calibrate kernel with Alg. 5;
4 sample new contours with Alg. 4;
5 calculate V_f for each contour (Eq. 6.24);
6 return the PDF of V_f;

6.7.1 Material and data acquisition

The material used in the study is a composite of a vinyl-ester matrix reinforced with three plies of TG96N60E glass fiber textile provided by *Texonic* tex (2017). The textile had a 2.5D non-crimp fabric architecture with unidirectional tows placed in the warp and weft direction, kept together with a polymeric binder yarn. The composite was manufactured by Resin Transfer Molding (RTM). The liquid resin was injected at a constant rate into dry fibrous reinforcement placed in a rigid metallic mold. The intended fiber weight fraction was 50%. The scanned sample was cut from the center of the manufactured specimen (Fig. 6.8) and had nominal dimensions of 3x3x10 mm. The scans were realized at Laboratoire Mateis of INSA de Lyon, France on a v|tome|x X-ray microtomograph with parameters of acquisition detailed in Tab. 6.1.

The radiographic projections were reconstructed with the filtered back-projection algorithm Dudgeon and Mersereau (1984) into tomograms. One scan provided information on several

Tableau 6.1 Parameters of data acquisition with X-ray microtomography

Parameter	Value
Acceleration voltage	80 kV
Beam current	280 μA
No. of projections	1500
Scan resolution	3.0 μm

fiber tows (Tab. 6.2), from which a single tow was selected and an example tomogram was subject to stochastic characterization.

6.7.2 Data preprocessing

The reconstructed tomogram is subject to two types of segmentation with Fast Random Forest learning algorithms as in Madra et al. (2017b). Firstly, the phase segmentation is performed yielding phase probability $P_p(x, y)$ (Fig. 6.1b) from which ϕ and vol_{fib} are further determined. Secondly, a structure segmentation is realized giving $P_s(x, y)$ (Fig. 6.1c) and the initial contour $\hat{\Gamma}^{init}$ discretized with t^0. The discrete values of $P_s(x, y)$ are stored as a matrix $\mathbb{P}_{N\times M}$ where N and M are respectively the width and height of the tomographic image and

$$\hat{\Gamma}^{init} = \begin{bmatrix} i_1 & \cdots & i_{n_{t^0}} \\ j_1 & \cdots & j_{n_{t^0}} \end{bmatrix} \tag{6.18}$$

is a set of indexes in $\mathbb{P}$. From this data we will identify the probability P_c of a contour and its mean coordinates (x^0, y^0) and variances $\sigma^2_{x^0}$, $\sigma^2_{y^0}$ to construct the stochastic model. The operations enabling this identification are summarized in Alg. 3 discussed below.

The probability P_c of the contour can be determined by analyzing the gradient of P_s

$$P_c(x, y) = ||\nabla P_s(x, y)|| = \sqrt{\left(\frac{\partial P(x, y)}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial P(x, y)}{\partial y}\right)^2}. \tag{6.19}$$

For the discrete representation $\mathbb{P}$, the partial derivatives can be approximated by convolution

Tableau 6.2 Statistics of data acquired from one microtomographic scan

No. of fiber tows	No. of tomograms	Required memory
10	1200	1.5 GB

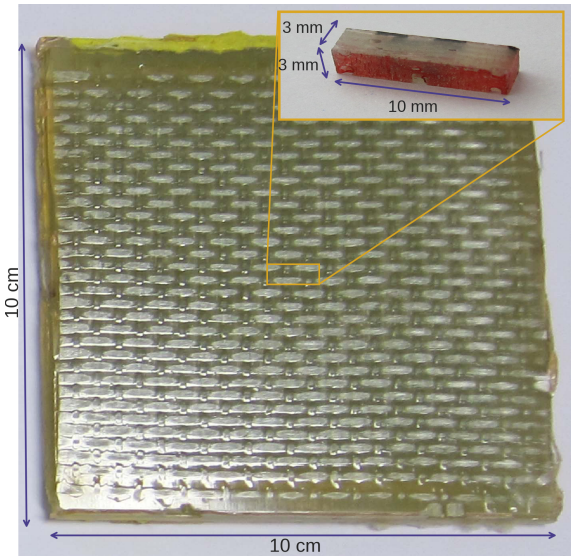


Figure 6.8 Geometry of the composite specimen and location of the sample used in the microtomographic study

Algorithm 3: Identification of (x^0, y^0) and $\sigma^2_{x^0}$, $\sigma^2_{y^0}$ from $P_s(x, y)$

Input : $\mathbb{P}_{N\times M}$, $\mathbb{x} = (x_1, \ldots, x_N)^T$, $\mathbb{y} = (y_1, \ldots, y_M)^T$, $\hat{\Gamma}^{init}$, n_{t^0}
Parameters : filters S_x, S_y, J
Matrix operators: convolution $\circledast$, Hadamard : multiplication $\odot$, root $\circ\frac{1}{2}$, division $\oslash$

$G_x = |\mathbb{P} \circledast S_x|$;
$G_y = |\mathbb{P} \circledast S_y|$;
$P_c = (G_x \odot G_x + G_y \odot G_y)^{\circ\frac{1}{2}}$ (Eq. 6.19);
$\mathbb{X} = \mathbb{1}_{N\times 1}\mathbb{x}^T$;
$\mathbb{Y} = \mathbb{y}\mathbb{1}^T_{M\times 1}$;
$\mathbb{M}_x = (P_c \odot \mathbb{X}) \circledast J \oslash (P_c \circledast J)$;
$\mathbb{M}_y = (P_c \odot \mathbb{Y}) \circledast J \oslash (P_c \circledast J)$;
$\mathbb{\Sigma}^2_x = (P_c \odot \mathbb{X} \odot \mathbb{X}) \circledast J \oslash (P_c \circledast J) - \mathbb{M}_x \odot \mathbb{M}_x$;
$\mathbb{\Sigma}^2_y = (P_c \odot \mathbb{Y} \odot \mathbb{Y}) \circledast J \oslash (P_c \circledast J) - \mathbb{M}_y \odot \mathbb{M}_y$;
for $i = 1$ *to* n_{t^0} **do**
  $x^0_i = \mathbb{M}_x(\hat{\Gamma}^{init}(i,1), \hat{\Gamma}^{init}(i,2))$ (Eq. 6.21);
  $y^0_i = \mathbb{M}_y(\hat{\Gamma}^{init}(i,1), \hat{\Gamma}^{init}(i,2))$;
  $\sigma^2_{x^0_i} = \mathbb{\Sigma}^2_x(\hat{\Gamma}^{init}(i,1), \hat{\Gamma}^{init}(i,2))$ (Eq. 6.22);
  $\sigma^2_{y^0_i} = \mathbb{\Sigma}^2_y(\hat{\Gamma}^{init}(i,1), \hat{\Gamma}^{init}(i,2))$;
end
return coordinates (x^0, y^0) and errors $\sigma^2_{x^0}$, $\sigma^2_{y^0}$;

(Alg. 3 lines 1-2) with directional Sobel filters

$$S_x = \begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 \\ 2 & 0 & -2 \\ 1 & 0 & -1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 \\ 2 \\ 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 \end{bmatrix}, \\ S_y = \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & -2 & -1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ -1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \end{bmatrix} \tag{6.20}$$

resulting in images Fig. 6.9a and 6.9b. Then, the discrete P_c (Alg. 3 line 3) will be as in Fig. 6.10.

The coordinates (x_i^0, y_i^0) are equivalent to the expected value of P_c in the subregion ω_i of size $l \times l$

$$x_i^0 = \frac{\int_{d\omega_i} P_c(x,y) x \, d\omega_i}{\int_{d\omega_i} P_c(x,y) \, d\omega_i}, \; i = 1, \ldots, n_{t^0} \tag{6.21}$$

with the variance

$$\sigma_{x_i^0}^2 = \frac{\int_{d\omega_i} P_c(x,y)(x - x_0)^2 \, d\omega_i}{\int_{d\omega_i} P_c(x,y) \, d\omega_i}, \; i = 1, \ldots, n_{t^0}. \tag{6.22}$$

The integration is analogical for y_i^0 and $\sigma_{y_i^0}$. In the algorithm, this operation is performed by convolving data matrices with a $l \times l$ all-ones matrix filter J (Alg. 3 lines 6-14)

$$J = \mathbb{1}_l \mathbb{1}_l^T. \tag{6.23}$$

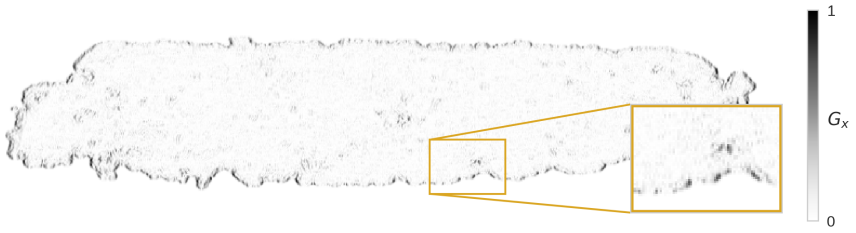
The choice of l depends on the resolution of the scan. For high resolutions, larger values of l reduce the impact of local disturbances introduced by the individual fibers. Smaller values of l are more adequate for the low resolutions to maintain the detail of tow contour geometry.

The points (x^0, y^0) are shown in Fig. 6.11a compared with the initial indexes $\hat{\Gamma}^{init}$. The new coordinates (Fig. 6.11b) are closer to the peak of P_c, while the initial identification remains within the error of measurement.

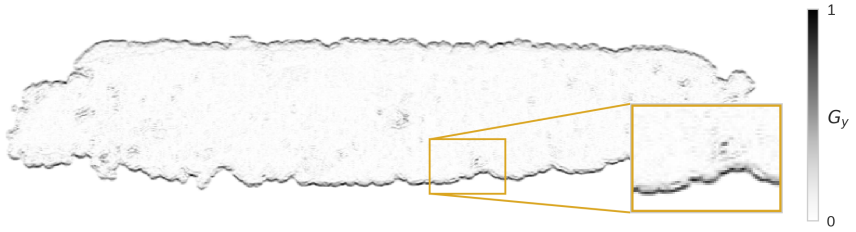
The data obtained during the preprocessing step are summarized in Tab. 6.3. The discretization of (x^0, y^0) can be further adjusted through filtering by curvature energy as in Cruchaga et al. (2006), thus reducing the computational load.

6.7.3 Fitting of the model

The preprocessing step has yielded data required to build and calibrate the stochastic model. The $\mathcal{GP}$ is defined by the periodic kernel (Eq. 6.11) and the mean function (Eq. 6.9) is



(a) $G_x = |\mathbb{P} \circledast S_x|$



(b) $G_y = |\mathbb{P} \circledast S_y|$

Figure 6.9 Results of the convolution of $P_s(x, y)$ with the Sobel filter (Eq. 6.20) : (a) in the x-direction ; (b) in the y-direction. The absolute value of the result has been scaled in the 0-1 range. Higher intensity indicates larger value of the derivative

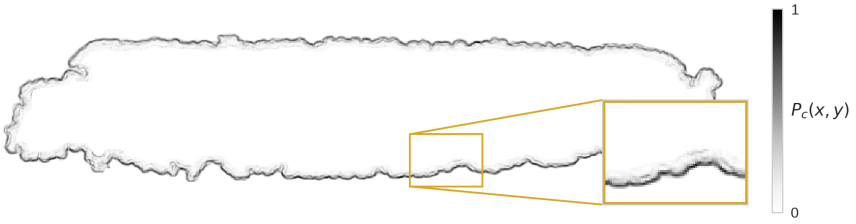
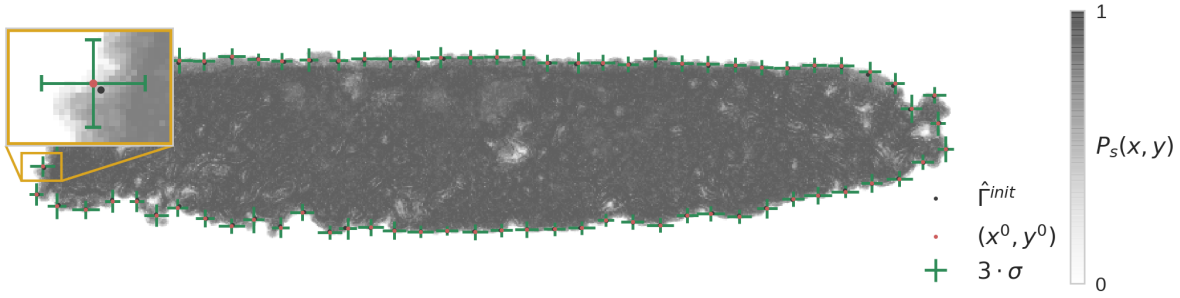


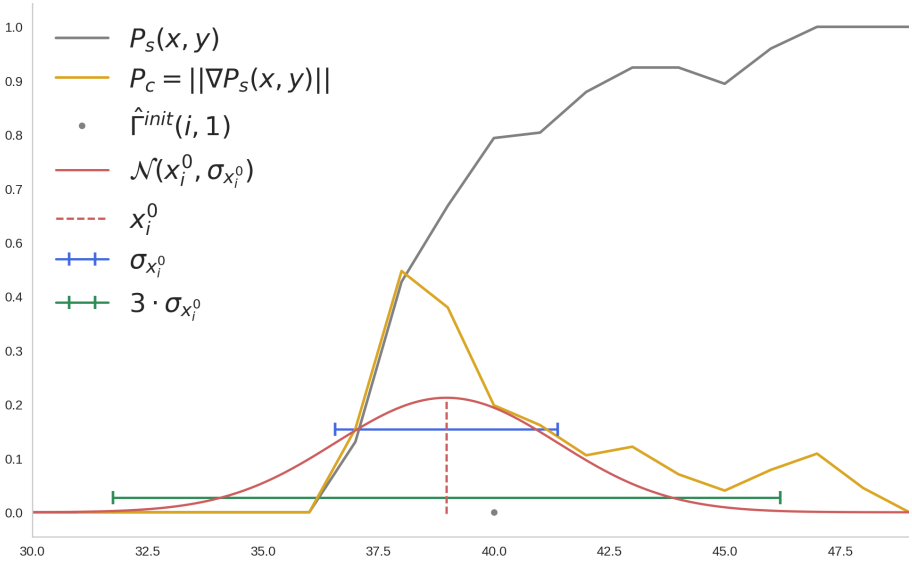
Figure 6.10 Contour probability $P_c(x, y)$ obtained from $P_s(x, y)$. The result has been scaled in the 0-1 range

Tableau 6.3 Input data for reconstruction of one tow contour

Data		No. of points
$P_p(x, y)$		$8.89 \cdot 10^5$
	where $P_p(x, y) \geqslant 0.5$	$3.01 \cdot 10^5$
$P_s(x, y)$		$8.89 \cdot 10^5$
(x^0, y^0)	before filtering	$4.67 \cdot 10^3$
	after filtering	$1.66 \cdot 10^3$



(a) P_s overlaid with $\hat{\Gamma}^{init}$, (x^0, y^0) and $3 \cdot \sigma$



(b) Comparison between P_s and P_c for the point shown in the inset of (a)

Figure 6.11 Points (x^0, y^0) identified after evaluating P_c from P_s data : (a) P_s overlaid with $\hat{\Gamma}^{init}$, (x^0, y^0) and $3 \cdot \sigma_{x^0}$, $3 \cdot \sigma_{y^0}$; (b) P_s and P_c for the point shown in the inset of (a)

considered constant $\mu_x(t) = \mu_y(t) \equiv 0$ without loss of generality. The influence of θ and α has been studied in Fig. 6.12. It can be observed that for higher values of θ, the perimeter of the tow contour tends to a stable value, characteristic for the smooth reconstruction, similar to the one shown in Fig. 6.13a. At the same time, the area of volume cross-section f_3 exhibits multiple local minima in function of θ, with increasing variability for higher values of α. For larger values of θ, the area encompassed by the contour diminishes beyond that of the original reconstruction (Fig. 6.13b).

This decrease in area also translates into a loss of the total area f_1 of cross-sections of individual fibers contained within the contour. The graph of f_1 within 3σ confidence intervals (Fig. 6.14) in function of θ shows that while the increase of the upper bounds of the contour (Fig. 6.14b) results in a marginal increase of the cross-sectional area of fibers included within the contour, for the lower bound (Fig. 6.14a) the difference between the target total fiber area vol_{fib} and that obtained becomes substantial. For high values of α, such as 0.05, even 16% of fibers are left out of the reconstructed contour.

6.7.4 Stochastic characterization of V_f

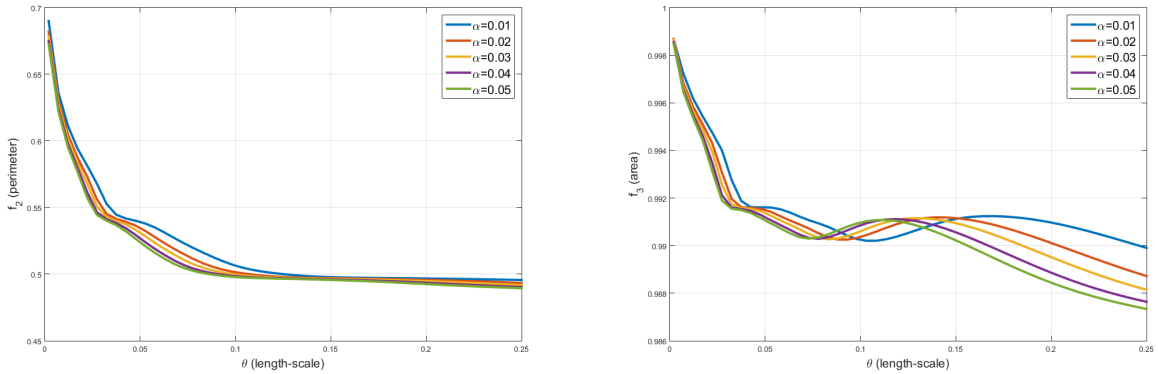
Once the kernel function is calibrated, we may proceed to the Monte Carlo sampling of plausible contours (Alg. 4). An example of such sampling is shown in Fig. 6.15. These samples are now used to determine the local fiber volume fraction V_f of a tow.

The V_f is defined as the ratio of the volume of fibers to the volume of a fiber tow, which in a 2D case is equivalent to

$$V_f = \frac{\text{volume}_{\text{fibers}}}{\text{volume}_{\text{tow}}} = \frac{\int_{\Omega(\Theta)} \phi(x,y) d\Omega(\Theta)}{f_3}. \tag{6.24}$$

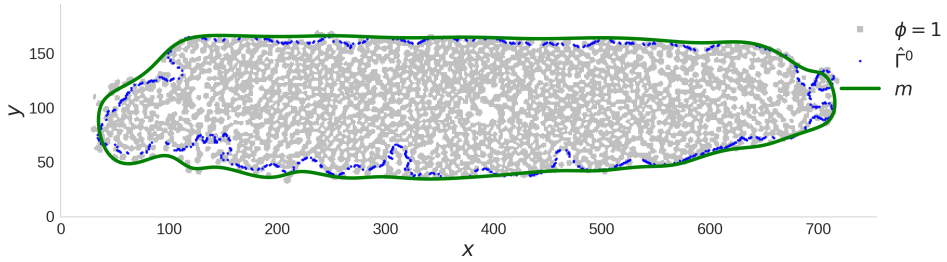
Fig. 6.16 shows two PDF fitted to histograms of distribution of V_f obtained from 5000 contours sampled from the calibrated GP model. The first distribution (Fig. 6.16a) resulted from the model sampled with $\alpha = 0.2$. The mean of GP and of the samples differed only by 1.5% from the value of V_f identified in the initial deterministic segmentation. Knowing that the initial segmentation was not optimal, we augmented α to 2.5, yielding a new mean 4% lower than the initial V_f (Fig. 6.16b).

The reason for these discrepancies can be identified by investigating sampled contours in Fig. 6.15b. The increase in α leads to the inclusion of individual fibers around the fiber tow. Even though the area of fiber cross-sections increases marginally (Fig. 6.14b), the inclusion of individual fibers surrounded by pure resin or air results in the lower V_f. Less variation in $\alpha \cdot \sigma$ leads to less variation in the inclusion of fibers and thus the identified V_f is closer

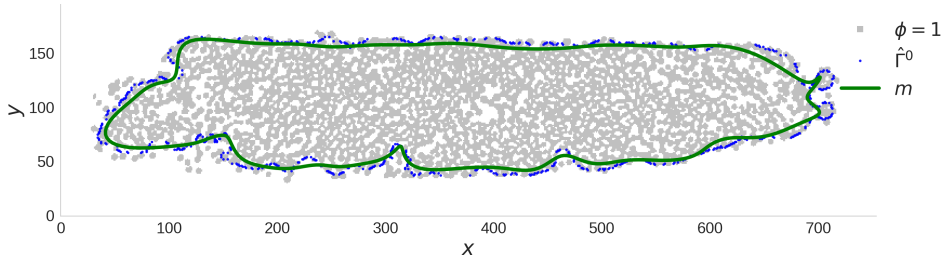


(a) $f_2(\theta)$ (b) $f_3(\theta)$

Figure 6.12 Influence of θ and α on (a) f_2 (contour perimeter) and (b) f_3 (tow area) for the contour extracted from X-ray microtomographic data. The values of f_2 and f_3 are scaled to the 0-1 range

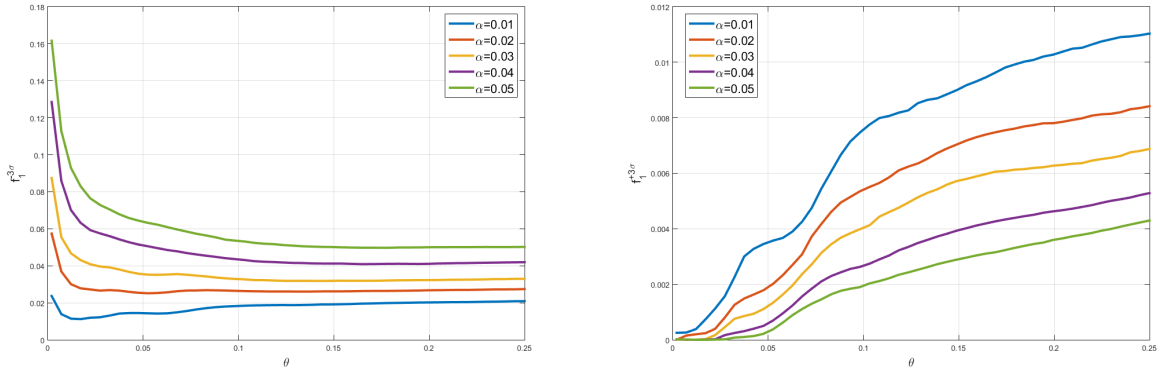


(a) small perimeter f_2



(b) small tow section area f_3

Figure 6.13 Admissible solutions for (a) small perimeter f_2 (b) small tow section area f_3



(a) confidence interval -3σ (b) confidence interval $+3\sigma$

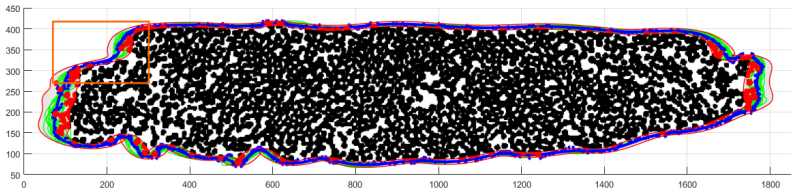
Figure 6.14 Error in fiber volume f_1 in respect to vol_{fib} for different α within confidence intervals (a) -3σ ; (b) $+3\sigma$. Please note that the scale in (a) and (b) differs by one order of magnitude

to the one resulting from deterministic measurement. It may be concluded, that the use of higher values of α is of value when a calibration of the segmentation process is required. On the other hand, once calibrated, the smaller α would ensure less noise in the stochastic identification of V_f.

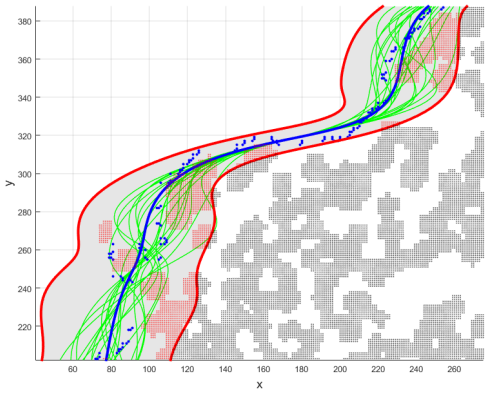
It can be observed that some fibers belonging to the tow may be beyond the reach of the generated samples. Thus a reconstruction with low α may lead to the omission of single fibers around the contour and surrounded by resin giving a higher V_f. Larger α increases the probability of inclusion of such "floating fibers" in the contour, and consequently also of the surrounding resin, resulting in lower V_f. These two cases are illustrated in Fig. 6.16, where the V_f values of samples are approximated by a Gaussian distribution with a spread of values from 63% (all "floating fibers" included) to 64% (only the core of the fiber tow with smooth geometry).

6.7.5 Computational aspects

The whole procedure outlined in Program 1 for one cross-section took 3 min on 8 x 2.80 GH CPU Intel® Core™ i7-7700HQ processors. The matrix operations (convolutions and Hadamard product, division and root) in Alg. 3, image segmentation and calculation of f_1, f_2, f_3 were programmed with the help of *Python OpenCV* library **?** for calculations on Graphics Processing Units (GPU) and executed on NVIDIA GeForce GTX 1060. After parallelization and adjustment of parameters of Alg. 5 the total execution time was decreased

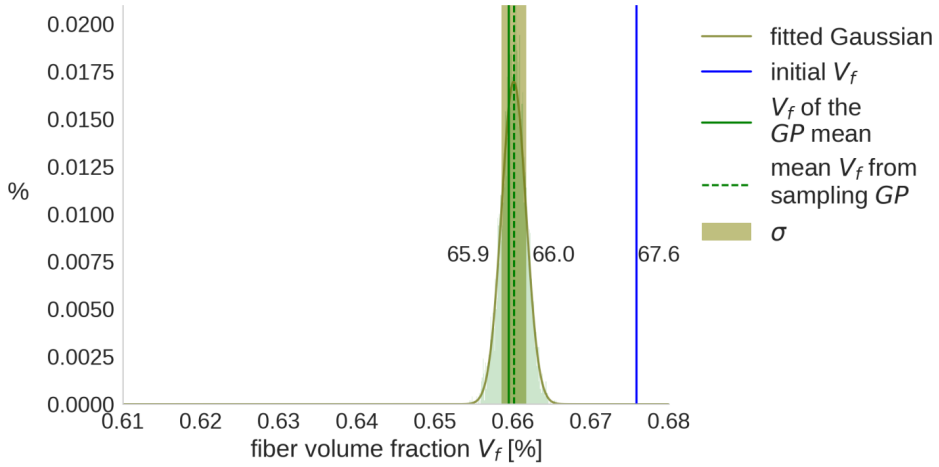


(a) reconstruction of the whole tow cross-section

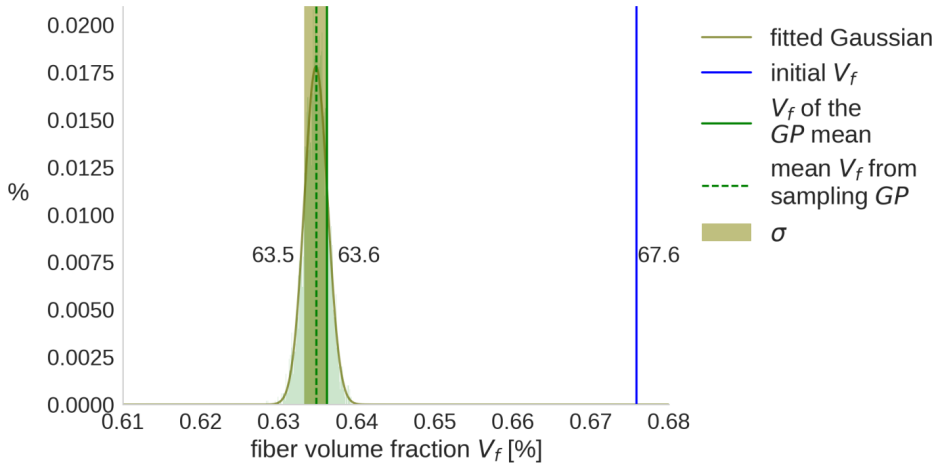


(b) detail of the reconstruction

Figure 6.15 Sampling (green) of $\mathcal{GP}$ superimposed over the results of phase segmentation (black). The mean of $\mathcal{GP}$ is marked in blue and $\pm 3\sigma$ confidence interval is marked in red. For references to color please refer to the online version of this paper



(a) $\alpha = 0.2$



(b) $\alpha = 2.5$

Figure 6.16 Distribution of V_f for different error strength factors (a) $\alpha = 0.2$ (b) $\alpha = 2.5$. Here, the σ relates to the distribution of V_f

to 22.5 seconds. Despite that, with the amount of data per scan as in Tab. 6.2, further optimization is necessary to perform the reconstruction of the microstructure of the entire specimen. Three solutions can be proposed to decrease the computational load. The first approach is to perform complete optimization on chosen cross-sections and optimization on constrained parameters for the intermediate ones. The second solution relies on the filtering of cross-sections to retrieve only the shapes which differ significantly and interpolating the rest. The choice depends on the intended application of the geometry as well as on the type of textile architecture. Three-dimensional textiles composed of different types of fibers would certainly benefit from the latter. Another solution consists of employing a better performing approach to optimize the hyperparameters.

6.8 Conclusions

We have presented a method to generate sets of plausible geometries of a textile reinforcement in composites from X-ray microtomographic scans. We have formulated a stochastic solution using the Gaussian Process underlying the deterministic kriging model. The advantages of this formulation are multiple. First of all, during model calibration, two extreme types of reconstruction are obtained : smooth, adequate for generation of a simplified mesh for Finite Element Analysis ; and a detailed one, interesting for prediction of microscale permeability. The intermediate solution can be used to characterize local material characteristics such as fiber volume fraction V_f. We have observed, that the mean V_f obtained from the stochastic model differed significantly from the one based on the deterministic reconstruction.

When treating microtomographic scans of compressed textiles, special care must be taken to avoid intersections of neighboring tows, for example by introducing another constraint. The methodology presented here can be also extended to three-dimensional geometry. These two issues are the subject of the ongoing study.

Acknowledgments

We would like to express our thanks to Nicolas Juillard from *Texonic*, Saint-Jean-sur-Richelieu, Québec, for providing the fiber reinforcement used in this study. The financial contribution of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the Center of research on high-performance polymer and composite systems (CREPEC) is acknowledged.

CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE

Les travaux présentés dans les chapitres précédents font partie d'une méthodologie générale de caractérisation de matériaux composites à partir des données de microtomographie aux rayons X. L'architecture globale de cette solution est novatrice, même si certaines techniques employées font déjà partie de différentes approches de caractérisation de la microstructure des matériaux composites. Dans le présent chapitre les contributions spécifiques des travaux réalisés sont examinées dans le contexte de l'état de l'art actuel. Pour structurer le discours, on a divisé l'analyse en quatre sections correspondant aux étapes de traitement des données : la segmentation des phases, la description de la morphologie, la distribution spatiale et l'identification finale de la structure du renfort tissé. Une vue plus générale de l'ensemble de la méthodologie mise en place dans cette thèse est fournie dans le chapitre suivant, qui contient aussi la conclusion de ce travail ainsi qu'une liste d'améliorations possibles dans le cadre de travaux fututrs.

7.1 Segmentation des phases

La segmentation des phases constitue à la fois le point de départ et un aspect critique de toutes les observations microtomographiques. L'usage des techniques usuelles de segmentation simples comme le seuillage repose sur les choix arbitraires des opérateurs. Ceci est à l'origine du manque de fiabilité de plusieurs études tomographiques. Comme alternative, des algorithmes d'apprentissage comme le k-means calibré ont été proposés. Au lieu de faire reposer la segmentation seulement sur les niveaux de gris, on augmente la séparabilité des données en ajoutant dans l'analyse des informations sur la structure de l'image, obtenues par convolution des voxels avec différents noyaux. Une procédure additionnelle permet de calculer automatiquement l'erreur de segmentation. Le contrôle de l'erreur de segmentation et l'automatisation de cette opération représentent des avantages majeurs sur les autres méthodes présentement appliquées à l'analyse de composites. Toutefois, la solution proposée demande encore une intervention pour enlever le bruit, traiter les artefacts d'anneau et les erreurs introduites par l'effet de volume partiel.

7.2 Description de la morphologie

Un survol des méthodes de la caractérisation géométrique a été fourni dans la revue bibliographique, puis dans l'introduction de l'Article 1. Les approches proposées ici possèdent

deux caractéristiques remarquables par rapport aux méthodes existantes. Premièrement, les mesures sont réalisées sur un maillage surfacique. Même si cette opération est plus coûteuse du point de vue du calcul, on évite les artefacts introduits par des mesures réalisées sur des voxels (une structure en blocs, pas “organique”). Comme ça on s’assure aussi de capter l’information qui résulte de la nature tridimensionelle des éléments de la microstructure. Ce point est important, car même aujourd’hui certains travaux toujours reposent sur l’analyse des tomogrammes individuels (Wang and Wang (2016a)), alors que Velichko et al. (2007) ont démontré l’inefficacité de cette approche pour les microstructures complexes. Deuxièmement, les descripteurs géométriques peuvent être calibrés pour mieux représenter les propriétés de la microstructure. L’approche conventionnelle n’offre pas cette option.

Enfin, la troisième contribution sur le plan de la caractérisation morphologique réside dans l’approche informatisée d’identification des types morphologiques. Tandis que la majorité des études essaie d’identifier les éléments de phase en se reposant sur des conventions ou des observations préliminaires par microscopie optique ou SEM, l’extraction de propriétés de chaque élément de phase permet de réaliser une analyse objective de la microstructure. De plus, le regroupement hiérarchique proposé ici, en explorant la proximité des éléments dans un espace multi-dimensionnel de propriétés géométriques, est plus performant qu’une classification reposant sur des critères plus arbitraires. Cet aspect est surtout important dans l’analyse de données géométriques très complexes, comme la distribution des vides ou des fibres naturelles.

7.3 Caractérisation de la distribution spatiale

Bien que le terme « descripteur » soit parfois utilisé pour caractériser la géométrie de la microstructure, son application à la description de la distribution spatiale n’est pas très répandue. On n’ignore pas ici que d’autres analyses de la distribution spatiale ont été réalisées. Au contraire, les travaux concernant la configuration spatiale des fibres de Wang et al. (2014) ou le localisation d’endommagements (Garcea et al. (2014), Garcea et al. (2015)) fournissent de tels exemples. Pourtant, l’approche utilisée n’est pas structurée et les résultats quantitatifs dépassent rarement le constat de propriétés globales. Dans le second article du Chapitre 4, on propose de traiter l’emplacement d’une phase dans le spécimen comme une autre classe de descripteurs. Comme ça, l’incorporation de l’analyse spatiale dans la méthodologie se réduit au développement de nouveaux descripteurs et à la calibration des algorithmes de classification. En même temps, des nouveaux descripteurs qui joignent les informations sur la morphologie avec la distribution spatiale, comme le « génome de défauts » permettant de comparer la distribution de défauts complexes dans plusieurs spécimens fabriqués sous de

conditions différentes. Cette démarche permet d'aboutir à la fin à véritable « caractérisation du procédé », c'est-à-dire d'établir un lien systématique entre les propriétés du matériau et les paramètres de fabrication.

7.4 Identification du renfort tissé

Le problème de l'identification de la géométrie d'un renfort tissé pose un défi majeur dans l'analyse de données microtomographiques. Les approches proposées pour résoudre ce problème sont très variées, de la segmentation manuelle suivie par l'interpolation (Vanaerschot et al. (2013)) à la reconstruction par détermination de distributions multivariées de niveaux de gris et de l'orientation locale des renforts (Straumit et al. (2015)). Malgré le succès de certaines de ces approches, aucune n'aborde le problème de fond en considérant l'incertitude inhérente à la détection de torons. Même la segmentation manuelle souffre d'un biais relié à l'opérateur. Pour ces raisons, deux approches sont proposées dans cette thèse fondées sur les formulations déterministe (Chapitre 5) et stochastique (Chapitre 6) du krigeage.

La solution déterministe repose sur le krigeage dual paramétrique à partir des données fournies par segmentation et par les algorithmes d'apprentissage. La probabilité de segmentation joue un rôle déterminant dans cette approche, car elle peut être introduite dans le modèle krigé à travers l'effet de pépite. Cette modification permet de changer le niveau des détails de la reconstruction géométrique finale. Finalement, on obtient par cette approche soit des structures lisses, plus régulières, tel que requis pour les simulations par éléments finis, ou des modèles plus détaillés pour étudier les microporosités et la perméabilité locale du renfort.

La deuxième solution transforme la formulation du krigeage géométrique en modèle stochastique. En considérant la géométrie comme le résultat d'un processus gaussien aléatoire, on bénéficie des avantages suivants : la segmentation de la structure peut être calibrée et les artefacts de reconstruction éliminés. De plus, tout le spectre des propriétés du matériau peut être exploré au lieu de disposer uniquement d'une seule approximation avec une erreur connue. Finalement, le modèle stochastique permet de générer un nombre indéfini de structures plausibles, donc d'extrapoler la microstructure et d'étudier sa variabilité statistique au delà des résultats limités à l'étude d'un seul échantillon.

Les deux formulations du krigeage déterministe ou stochastique proposées ici pour reconstruire la microstructure du composite sont totalement novatrices pour modéliser la structure un structure d'un renfort tissé à partir de données microtomographiques. Leur emploi pour des renforts d'une architecture plus complexe nécessite encore une calibration et une certaine optimisation, mais la voie est tracée pour l'avenir.

CHAPITRE 8 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Les travaux présentés dans cette thèse ont pour but de trouver un compromis entre la complexité de la microstructure du composite manifestée sur les données d'imagerie de la microtomographie aux rayons X et les besoins d'optimisation du procédé de fabrication ou de la simulation numérique. La conception d'une méthodologie automatisée et générale pour atteindre cet objectif est révélée une démarche presque aussi complexe que les données elles-mêmes. Dans ce chapitre de conclusion sur ces travaux, une synthèse des contributions principales de chaque article est d'abord présentée, puis les limitations observées et les améliorations possibles sont exposées.

8.1 Synthèse des travaux

La méthodologie proposée peut être considérée sur trois niveaux. Tout d'abord, il s'agit d'un effort de formalisation d'une technique de caractérisation des matériaux complexes. L'introduction des descripteurs et propriétés (ang. « *features* »), ainsi que les opérations particulières d'identification par regroupement et classification, n'est pas entièrement novatrice. Toutefois, leur utilisation dans un cadre cohérent et systématique a permis de mieux contrôler la démarche de caractérisation, et notamment de suivre la propagation des erreurs dans les mesures. Cet aspect de contrôle, puis la maîtrise des erreurs apportent une contribution nouvelle au niveau de l'analyse microtomographique, rarement présente dans le cas d'autres méthodes de traitement d'images.

La seconde contribution originale porte sur l'emploi des algorithmes d'apprentissage pour contrôler le traitement des données expérimentales de microtomographie. Tel que présenté dans les Articles 1 et 3, même la partie de sélection des données pour entraîner les algorithmes de segmentation de phase ou de structure est réalisée d'une manière automatisée, avec des interventions mineures des utilisateurs.

Pour terminer, l'introduction d'une correlation spatial dans l'analyse des données microtomographiques constitue le troisième aspect novateur de cette thèse. Par exemple, dans l'Article 2, en analysant la corrélation spatiale entre les positions des différents éléments de la microstructure, on a pu caractériser et comparer la distribution spatiale des défauts dans sept échantillons. Enfin, dans les Articles 3 et 4, on utilise la méthode du krigeage pour reconstruire la microstructure. Or cette méthode provient de la géostatistique, qui permet d'estimer des fonctions aléatoires définies sur un champ spatial en analysant la corrélation entre les

observations en fonction de la distance entre leurs positions dans le domaine géométrique. Cette prise en compte de la corrélation spatiale entre les éléments de la microstructure peut expliquer pourquoi la krigeage s'est révélé un outil fécond pour traiter les images issues de la microtomographie non seulement au niveau de la reconstruction de la structure de composite, mais aussi comme c'est une méthode d'estimation statistique, pour prendre en compte les erreurs de mesure.

Le problème de caractérisation de la microstructure à partir des données d'imagerie 3D est un problème de « *données massives* » (ang. « *Big Data* »), dans lequel l'automatisation joue un rôle critique. Un autre aspect important concerne la modularité du système, qui permet d'introduire facilement de nouveaux modules de traitement ou de modifier les modules existants. Le méthodologie présentée ici constitue une première étape, car certaines limitations sont encore présentes.

8.2 Limitations de la solution proposée

Malgré les efforts pour fournir une solution générale, la complexité du matériau composite impose des limitations. Par exemple, les descripteurs géométriques dans l'Article 1 peuvent être améliorés pour mieux caractériser la variabilité des fibres naturelles. Pareillement, la détection d'agrégats des défauts dans l'Article 2 telle que présentée est toujours rudimentaire, mais en même temps reste plus utile pour la présentation de l'approche, tandis que de nouveaux descripteurs spatiaux peuvent être facilement intégrés dans le système existant. Chaque opération de mesure, de segmentation et de classification représente un problème ouvert pour lequel on a proposé une solution plausible, mais qui peut bénéficier d'une calibration additionnelle.

Sur le sujet d'applications, certaines simplifications ont été mises en place pour mieux exemplifier la méthodologie. Particulièrement, les mesures de la porosité et perméabilité locale présentées dans l'Article 3 reposent sur la formule de Gebart tandis que l'existence d'un modèle numérique pourrait être explorée en réalisant des simulations d'écoulement de Navier-Stokes. Aussi, la faisabilité de la technique de segmentation de structure demandera une calibration pour traiter des tissus à l'architecture tridimensionnelle ou plus compactés, comme dans les composites à haute performance.

La limitation majeure reste toujours dans la méthode de la microtomographie aux rayons X elle même. Les dimensions des éprouvettes et la résolution sont fortement dépendantes du matériel disponible et pour l'instant empêchent l'exploration des domaines plus larges voire d'un volume équivalent représentatif. Pourtant, la formulation stochastique présentée dans

l'Article 4 répond partiellement à ce problème en proposant des extrapolations plausibles de la géométrie de la microstructure.

8.3 Améliorations futures

Il existe deux approches pour améliorer la méthodologie proposée dans cette thèse. La première consisterait à calibrer les algorithmes existants en réalisant une étude de caractérisation croisée entre différentes institutions, dans laquelle des opérateurs indépendants traiteraient un matériau standard. Une éprouvette de référence pourrait aussi comporter un défaut introduit intentionnellement en vue de fournir un point de référence. Les résultats d'une telle étude permettraient de vérifier non seulement la performance de la méthodologie proposée, mais aussi aideraient à identifier les problèmes issus des différences entre les équipementsde de microtomographie aux rayons X disponibles et protocoles expérimentaux utilisés.

La seconde possibilité porte sur l'introduction de nouveaux descripteurs géométriques et spatiaux pour caractériser d'autres types d'éléments de la microstructure, par exemple pour identifier des ondulations ou des fissures. Des essais *in situ* n'ont pas encore été explorés avec cette méthodologie. Leur inclusion va introduire de nouveaux défis comme l'introduction de descripteurs temporels pour caractériser l'évolution de la microstructure dans le temps.

RÉFÉRENCES

"PN 86 / P-04676 : 1986 Test Methods For Textile Raw Materials - Flax And Hemp Straw - Determination Of Static Tensile Indices", 1986.

"Texonic", 2017. En ligne : http://texonic.net/

Y. Abdin, S. V. Lomov, A. Jain, G. H. V. Lenthe, I. Verpoest, G. H. Van Lenthe, et I. Verpoest, "Geometrical characterization and micro-structural modeling of short steel fiber composites", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 67, pp. 171–180, 2014. DOI : 10.1016/j.compositesa.2014.08.025

K. Albrecht, E. Baur, H.-J. Endres, R. Gente, N. Graupner, M. Koch, M. Neudecker, T. Osswald, P. Schmidtke, S. Wartzack, K. Webelhaus, et J. Müssig, "Measuring fibre orientation in sisal fibre-reinforced, injection moulded polypropylene- Pros and cons of the experimental methods to validate injection moulding simulation -", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 2016. DOI : 10.1016/j.compositesa.2016.12.022

M. A. Aravand, O. Shishkina, I. Straumit, A. H. Liotta, S. S. Wicks, B. L. Wardle, S. V. Lomov, et L. Gorbatikh, "Internal geometry of woven composite laminates with "fuzzy" carbon nanotube grafted fibers", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 88, pp. 295–304, 2016. DOI : 10.1016/j.compositesa.2016.06.010. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.06.010

R. Arbter, J. M. Beraud, C. Binetruy, L. Bizet, J. Bréard, S. Comas-Cardona, C. Demaria, A. Endruweit, P. Ermanni, F. Gommer, S. Hasanovic, P. Henrat, F. Klunker, B. Laine, S. Lavanchy, S. V. Lomov, A. Long, V. Michaud, G. Morren, E. Ruiz, H. Sol, F. Trochu, B. Verleye, M. Wietgrefe, W. Wu, et G. Ziegmann, "Experimental determination of the permeability of textiles : A benchmark exercise", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 9, pp. 1157–1168, 2011. DOI : 10.1016/j.compositesa.2011.04.021

ASTM, "ASTM D 3171 – 99 Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials", *ASTM International*, vol. 15, no. May 2009, pp. 1–6, 2010. DOI : 10.1520/D3529M-10.2. En ligne : http://cds.cern.ch/record/1484453

L. Avérous, J. C. Quantin, A. Crespy, et D. Lafon, "Evolution of the three-dimensional orientation distribution of glass fibers in injected isotactic polypropylene", *Polymer*

Engineering & Science, vol. 37, no. 2, pp. 329–337, 1997. DOI : 10.1002/pen.11675. En ligne : http://doi.wiley.com/10.1002/pen.11675

J. Azaiez, K. Chiba, F. Chinesta, et A. Poitou, "State-of-the-art on numerical simulation of fiber-reinforced thermoplastic forming processes", *Archives of Computational Methods in Engineering*, vol. 9, no. 2, pp. 141–198, 2002. DOI : 10.1007/BF02736650

H. Bale, M. Blacklock, M. R. Begley, D. B. Marshall, B. N. Cox, et R. O. Ritchie, "Characterizing three-dimensional textile ceramic composites using synchrotron x-ray micro-computed-tomography", *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 95, no. 1, pp. 392–402, 2012. DOI : 10.1111/j.1551-2916.2011.04802.x

M. Barburski, I. Straumit, X. Zhang, M. Wevers, et S. V. Lomov, "Micro-CT analysis of internal structure of sheared textile composite reinforcement", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 73, pp. 45–54, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesa.2015.03.008. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.03.008

J. Baruchel, J. Buffiere, E. Maire, P. Merle, et G. Peix, "X Ray Tomography in Material Science", p. 204, 2000.

A. Bernasconi, F. Cosmi, et D. Dreossi, "Local anisotropy analysis of injection moulded fibre reinforced polymer composites", *Composites Science and Technology*, vol. 68, no. 12, pp. 2574–2581, 2008. DOI : 10.1016/j.compscitech.2008.05.022

M.-A. Berthet, C. Mayer-Laigle, X. Rouau, N. Gontard, et H. Angellier-Coussy, "Sorting natural fibres : A way to better understand the role of fibre size polydispersity on the mechanical properties of biocomposites", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 2017. DOI : 10.1016/j.compositesa.2017.01.011

E. Biernat et M. Lutz, *Data science : fondamenteaux et études de cas. Machine learning avec Python et R.* Paris : Eyrolles, 2015.

R. Blanc, C. Germain, J. P. Da Costa, P. Baylou, et M. Cataldi, "Fiber orientation measurements in composite materials", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, pp. 197–206, 2006. DOI : 10.1016/j.compositesa.2005.04.021

H. Blum, "A transformation for extracting new descriptors of shape", pp. 362–380, 1967. En ligne : papers2://publication/uuid/33A7D570-B63C-4E43-996A-4DE15D8EE75F

P. Boisse, éd., *Composite reinforcements for optimum performance*. Woodhead Publishing Limited, 2011. DOI : 10.1533/9780857098993.frontmatter

H. L. Bos, J. Müssig, et M. J. A. van den Oever, "Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 10, pp. 1591–1604, 2006. DOI : 10.1016/j.compositesa.2005.10.011

Y. Boykov et V. Kolmogorov, "An experimental comparison of min-cut/max-flow algorithms for energy minimization in vision", *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, vol. 26, no. 9, pp. 1124–1137, 2004. DOI : 10.1109/TPAMI.2004.60

L. Breiman, "Random forests", *Machine learning*, vol. 45, no. 1, pp. 5–32, 2001. DOI : 10.1023/A:1010933404324

L. P. Brown, X. Zeng, A. C. Long, et I. A. Jones, "Recent Developments in the Realistic Geometric Modelling of Textile Structures using TexGen", dans *1st International Conference on Digital Technologies for the Textile Industries*, no. September, Manchester, UK, 2013, pp. 5–6.

J. Y. Buffiere, E. Maire, J. Adrien, J. P. Masse, et E. Boller, "In situ experiments with X ray tomography : An attractive tool for experimental mechanics", *Proceedings of the Society for Experimental Mechanics, Inc.*, vol. 67, pp. 289–305, 2010. DOI : 10.1007/s11340-010-9333-7

D. J. Bull, S. M. Spearing, et I. Sinclair, "Observations of damage development from compression-after-impact experiments using ex situ micro-focus computed tomography", *Composites Science and Technology*, vol. 97, pp. 106–114, 2014. DOI : 10.1016/j.compscitech.2014.04.008. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.04.008

C.-Y. Chang et L.-W. Hourng, "Study on Void Formation in Resin Transfer Molding", *Polymer Engineering and Science*, vol. 38, no. 5, pp. 809–818, 1988.

M. Chen, S. Mao, et Y. Liu, "Big data : A survey", dans *Mobile Networks and Applications*, vol. 19, no. 2, 2014, pp. 171–209. DOI : 10.1007/s11036-013-0489-0

D. Cooper, A. Turinsky, C. Sensen, et B. Hallgrimsson, "Effect of voxel size on 3D micro-CT analysis of cortical bone porosity", *Calcified Tissue International*, vol. 80, no. 3, pp. 211–219, 2007. DOI : 10.1007/s00223-005-0274-6

S. Cottrino, Y. Jorand, E. Maire, et J. Adrien, “Characterization by X-ray tomography of granulated alumina powder during in situ die compaction”, *Materials Characterization*, vol. 81, pp. 111–123, 2013. DOI : 10.1016/j.matchar.2013.04.004

M. Cruchaga, D. Celentano, P. Breitkopf, P. Villon, et A. Rassineux, “A front remeshing technique for a Lagrangian description of moving interfaces in two-fluid flows”, *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol. 66, no. 13, pp. 2035–2063, 2006. DOI : 10.1002/nme.1616

I. Cruz-Aceves, F. Oloumi, R. M. Rangayyan, J. G. Avina-Cervantes, et A. Hernandez-Aguirre, “Automatic segmentation of coronary arteries using Gabor filters and thresholding based on multiobjective optimization”, *Biomedical Signal Processing and Control*, vol. 25, pp. 76–85, 2016. DOI : 10.1016/j.bspc.2015.11.001

M. W. Czabaj, M. L. Riccio, et W. W. Whitacre, “Numerical reconstruction of graphite/epoxy composite microstructure based on sub-micron resolution X-ray computed tomography”, *Composites Science and Technology*, vol. 105, pp. 174–182, 2014. DOI : 10.1016/j.compscitech.2014.10.017. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.10.017

H. Darcy, “Les fontaines publiques de la ville de Dijon : exposition et application des principes à suivre et des formules à employer dans les questions de distribution d’eau”, Dalmont, Paris, Rapp. tech., 1856. En ligne : http://scholar.google.com/scholar?hl=en{&}btnG=Search{&}q=intitle:Les+fontaines+publiques+de+la+ville+de+dijon{#}0

S. S. Datta, “Getting Out of a Tight Spot : Physics of Flow Through Porous Materials”, no. September, p. 166, 2013. En ligne : http://nrs.harvard.edu/urn-3:HUL.InstRepos:11169783

K. Deb, A. Pratap, S. Agarwal, et T. Meyarivan, “A fast and elitist multiobjective genetic algorithm : NSGA-II”, *IEEE Transactions on Evolutionary Computation*, vol. 6, no. 2, pp. 182–197, 2002. DOI : 10.1109/4235.996017

C. Delisée, J. Lux, et J. Malvestio, “3D Morphology and permeability of highly porous cellulosic fibrous material”, *Transport in Porous Media*, vol. 83, no. 3, pp. 623–636, 2010. DOI : 10.1007/s11242-009-9464-4

E. P. Denis, C. Barat, D. Jeulin, et C. Ducottet, “3D complex shape characterization by statistical analysis : Application to aluminium alloys”, *Materials Characterization*, vol. 59, no. 3, pp. 338–343, 2008. DOI : 10.1016/j.matchar.2007.01.012

C. Devalve et R. Pitchumani, “Simulation of void formation in liquid composite molding processes”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 51, pp. 22–32, 2013. DOI : 10.1016/j.compositesa.2013.03.016. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.03.016

S. Dietrich, J. M. Gebert, G. Stasiuk, A. Wanner, K. A. Weidenmann, O. Deutschmann, I. Tsukrov, et R. Piat, “Microstructure characterization of CVI-densified carbon/carbon composites with various fiber distributions”, *Composites Science and Technology*, vol. 72, no. 15, pp. 1892–1900, 2012. DOI : 10.1016/j.compscitech.2012.08.009

S. Dietrich, J. M. Gebert, G. Stasiuk, A. Wanner, K. A. Weidenmann, O. Deutschmann, I. Tsukrov, et R. Piat, “Microstructure characterization of CVI-densified carbon/carbon composites with various fiber distributions”, *Composites Science and Technology*, vol. 72, no. 15, pp. 1892–1900, 2012. DOI : 10.1016/j.compscitech.2012.08.009. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.08.009

D. Doan, E. Ramasso, V. Placet, S. Zhang, L. Boubakar, et N. Zerhouni, “An unsupervised pattern recognition approach for AE data originating from fatigue tests on polymer-composite materials”, *Mechanical Systems and Signal Processing*, vol. 64-65, pp. 465–478, 2015. DOI : 10.1016/j.ymssp.2015.04.011. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.ymssp.2015.04.011

C. Dong, Y. W. Chen, A. H. Foruzan, L. Lin, X. H. Han, T. Tateyama, X. Wu, G. Xu, et H. Jiang, “Segmentation of liver and spleen based on computational anatomy models”, *Computers in Biology and Medicine*, vol. 67, pp. 146–160, 2015. DOI : 10.1016/j.compbiomed.2015.10.007. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compbiomed.2015.10.007

B. Drach, I. Tsukrov, T. Gross, S. Dietrich, K. Weidenmann, R. Piat, et T. Böhlke, “Numerical modeling of carbon/carbon composites with nanotextured matrix and 3D pores of irregular shapes”, *International Journal of Solids and Structures*, vol. 48, no. 18, pp. 2447–2457, 2011. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2011.04.021. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2011.04.021

A. L. Duc, B. Vergnes, et T. Budtova, “Polypropylene/natural fibres composites : Analysis of fibre dimensions after compounding and observations of fibre rupture by rheo-optics”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 11, pp. 1727–1737, 2011. DOI : 10.1016/j.compositesa.2011.07.027

D. E. Dudgeon et R. M. Mersereau, *Multidimensional Digital Signal Processing*. Prentice Hall, 1984.

D. Durville, "Simulation of the mechanical behaviour of woven fabrics at the scale of fibers", *International Journal of Material Forming*, vol. 3, no. 2, pp. 1241–1251, 2010. DOI : 10.1007/s12289-009-0674-7. En ligne : http://dx.doi.org/10.1007/s12289-009-0674-7

D. Durville, I. Baydoun, I. Baydoun, et Y. Wielhorski, "Determining the initial configuration and characterizing the mechanical properties of 3D angle-interlock fabrics using finite element simulation", *International Journal of Solids and Structures*, 2017. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2017.06.026

C. Eberhardt et A. Clarke, "Fibre-orientation measurements in short-glass-fibre composites. Part I : automated, high-angular-resolution measurement by confocal microscopy", *Composites Science and Technology*, vol. 61, no. 10, pp. 1389–1400, 2001. DOI : 10.1016/S0266-3538(01)00038-0. En ligne : http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353801000380

P. J. Elbischger, H. Bischof, P. Regitnig, et G. A. Holzapfel, "Automatic analysis of collagen fiber orientation in the outermost layer of human arteries", *Pattern Analysis and Applications*, vol. 7, no. 3, pp. 269–284, 2004. DOI : 10.1007/s10044-004-0224-3

A. Endruweit, P. Glover, K. Head, et A. C. Long, "Mapping of the fluid distribution in impregnated reinforcement textiles using Magnetic Resonance Imaging : Application and discussion", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 10, pp. 1369–1379, 2011. DOI : 10.1016/j.compositesa.2011.05.020. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.11.012http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.05.020

T. Fast, A. E. Scott, H. A. Bale, et B. N. Cox, "Topological and Euclidean metrics reveal spatially nonuniform structure in the entanglement of stochastic fiber bundles", *Journal of Materials Science*, vol. 50, no. 6, pp. 2370–2398, 2015. DOI : 10.1007/s10853-014-8766-2

FEI, "Avizo", 2017. En ligne : http://www.fei.com/software/avizo3d/

J. F. Florez-Ospina et H. D. Benitez-Restrepo, "Toward automatic evaluation of defect detectability in infrared images of composites and honeycomb structures", *Infrared Physics and Technology*, vol. 71, pp. 99–112, 2015. DOI : 10.1016/j.infrared.2015.01.029. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.infrared.2015.01.029

P. J. Frey et P.-L. George, *Mesh Generation. Application to Finite Elements*, 2e éd. London : Wiley ISTE, 2008.

H. P. Friedman et J. Rubin, "On Some Invariant Criteria for Grouping Data", *Journal of the American Statistical Association*, vol. 62, no. 320, pp. 1159–1178, 1967.

J. J. Gangloff, C. Daniel, et S. G. Advani, "A model of two-phase resin and void flow during composites processing", *International Journal of Multiphase Flow*, vol. 65, pp. 51–60, 2014. DOI : 10.1016/j.ijmultiphaseflow.2014.05.015. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.ijmultiphaseflow.2014.05.015

J. J. Gangloff, W. R. Hwang, et S. G. Advani, "Characterization of bubble mobility in channel flow with fibrous porous media walls", *International Journal of Multiphase Flow*, vol. 60, pp. 76–86, 2014. DOI : 10.1016/j.ijmultiphaseflow.2013.12.003. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.ijmultiphaseflow.2013.12.003

E. J. Garboczi, "Three-dimensional mathematical analysis of particle shape using X-ray tomography and spherical harmonics : Application to aggregates used in concrete", *Cement and Concrete Research*, vol. 32, no. 10, pp. 1621–1638, 2002. DOI : 10.1016/S0008-8846(02)00836-0

S. C. Garcea, M. N. Mavrogordato, A. E. Scott, I. Sinclair, et S. M. Spearing, "Fatigue micromechanism characterisation in carbon fibre reinforced polymers using synchrotron radiation computed tomography", *Composites Science and Technology*, vol. 99, pp. 23–30, 2014. DOI : 10.1016/j.compscitech.2014.05.006. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.05.006

S. C. Garcea, I. Sinclair, et S. M. Spearing, "In situ synchrotron tomographic evaluation of the effect of toughening strategies on fatigue micromechanisms in carbon fibre reinforced polymers", *Composites Science and Technology*, vol. 109, pp. 32–39, 2015. DOI : 10.1016/j.compscitech.2015.01.012. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2015.01.012

S. C. Garcea, I. Sinclair, S. M. Spearing, et P. J. Withers, "Mapping fibre failure in situ in carbon fibre reinforced polymers by fast synchrotron X-ray computed tomography", *Composites Science and Technology*, vol. 149, pp. 81–89, 2017. DOI : 10.1016/j.compscitech.2017.06.006. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.06.006

J. A. García, L. Gascón, et F. Chinesta, “A fixed mesh numerical method for modelling the flow in liquid composites moulding processes using a volume of fluid technique”, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 192, pp. 877–893, 2003. DOI : 10.1016/S0045-7825(02)00604-7

J. García, L. Gascón, E. Cueto, I. Ordeig, et F. Chinesta, “Meshless methods with application to Liquid Composite Molding simulation”, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 198, no. 33-36, pp. 2700–2709, 2009. DOI : 10.1016/j.cma.2009.03.010. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.cma.2009.03.010

L. Gascón, J. García, F. LeBel, E. Ruiz, et F. Trochu, “Numerical prediction of saturation in dual scale fibrous reinforcements during Liquid Composite Molding”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 77, pp. 275–284, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesa.2015.05.019

L. Gascón, J. García, F. LeBel, E. Ruiz, et F. Trochu, “A two-phase flow model to simulate mold filling and saturation in Resin Transfer Molding”, *International Journal of Material Forming*, 2015. DOI : 10.1007/s12289-015-1225-z

D. Gay, S. V. Hoa, et S. W. Tsai, *Composite materials and applications*, 2003.

B. Gebart, “Permeability of Unidirectional Reinforcements for RTM”, *Journal of Composite Materials*, vol. 26, no. 8, pp. 1100–1133, 1992. DOI : 10.1177/002199839202600802

A. Gillet, O. Mantaux, et G. Cazaurang, “Characterization of composite materials made from discontinuous carbon fibres within the framework of composite recycling”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 75, pp. 89–95, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesa.2015.05.002

N. Godin, S. Huguet, R. Gaertner, et L. Salmon, “Clustering of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers”, *NDT and E International*, vol. 37, no. 4, pp. 253–264, 2004. DOI : 10.1016/j.ndteint.2003.09.010

N. Godin, S. Huguet, et R. Gaertner, “Integration of the Kohonen’s self-organising map and k-means algorithm for the segmentation of the AE data collected during tensile tests on cross-ply composites”, *NDT and E International*, vol. 38, no. 4, pp. 299–309, 2005. DOI : 10.1016/j.ndteint.2004.09.006

F. Gommer, A. Endruweit, et A. C. Long, “Analysis of filament arrangements and generation of statistically equivalent composite micro-structures”, *Composites Science and Technology*, vol. 99, pp. 45–51, 2014. DOI : 10.1016/j.compscitech.2014.05.008. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.05.008

I. J. Good, “Categorization of Classification”, dans *Mathematics and Computer Science in Biology and Medicine*. London : Her Majesty’s Stationery Office, 1965.

S. D. Green, A. C. Long, B. S. F. El Said, et S. R. Hallett, “Numerical modelling of 3D woven preform deformations”, *Composite Structures*, vol. 108, no. 1, pp. 747–756, 2014. DOI : 10.1016/j.compstruct.2013.10.015. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2013.10.015

L. K. Grunenfelder et S. R. Nutt, “Void formation in composite prepregs - Effect of dissolved moisture”, *Composites Science and Technology*, vol. 70, no. 16, pp. 2304–2309, 2010. DOI : 10.1016/j.compscitech.2010.09.009. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2010.09.009

R. E. Guldberg, C. L. Duvall, A. Peister, M. E. Oest, A. S. Lin, A. W. Palmer, et M. E. Levenston, “3D imaging of tissue integration with porous biomaterials”, *Biomaterials*, vol. 29, no. 28, pp. 3757–3761, 2008. DOI : 10.1016/j.biomaterials.2008.06.018

M. H. Ha, L. Cauvin, et A. Rassineux, “A methodology to mesh mesoscopic representative volume element of 3D interlock woven composites impregnated with resin”, *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 344, no. 4-5, pp. 267–283, 2016. DOI : 10.1016/j.crme.2015.09.008

M. Hall, E. Frank, G. Holmes, B. Pfahringer, P. Reutemann, et I. H. Witten, “The WEKA data mining software”, *ACM SIGKDD Explorations Newsletter*, vol. 11, no. 1, p. 10, 2009. DOI : 10.1145/1656274.1656278

Y. K. Hamidi, L. Aktas, et M. C. Altan, “Formation of Microscopic Voids in Resin Transfer Molded Composites”, *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 126, no. 4, pp. 420–426, 2004. DOI : 10.1115/1.1789958. En ligne : http://dx.doi.org/10.1115/1.1789958

Y. K. Hamidi, L. Aktas, et M. C. Altan, “Three-dimensional features of void morphology in resin transfer molded composites”, *Composites Science and Technology*, vol. 65, no. 7-8, pp. 1306–1320, 2005. DOI : 10.1016/j.compscitech.2005.01.001

M. H. Hassan et A. R. Othman, “Contribution of processing parameters on void content in

the vacuum bagging configurations of L-shaped composite laminates", *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2017. DOI : 10.1007/s00170-017-0585-6

G. T. Herman, *Fundamentals of Computerized Tomography. Image Reconstruction from Projections*, 2e éd. London : Springer, 2009.

S. Hernández, F. Sket, J. M. Molina-Aldareguí a, C. González, et J. LLorca, "Effect of curing cycle on void distribution and interlaminar shear strength in polymer-matrix composites", *Composites Science and Technology*, vol. 71, no. 10, pp. 1331–1341, 2011. DOI : 10.1016/j.compscitech.2011.05.002

F. Hild, E. Maire, S. Roux, et J. F. Witz, "Three-dimensional analysis of a compression test on stone wool", *Acta Materialia*, vol. 57, no. 11, pp. 3310–3320, 2009. DOI : 10.1016/j.actamat.2009.03.038

P. J. Hine, H. Lusti, et A. A. Gusev, "Numerical simulation of the effects of volume fraction, aspect ratio and fibre length distribution on the elastic and thermoelastic properties of short fibre composites", *Composites Science and Technology*, vol. 62, no. 10-11, pp. 1445–1453, 2002.

P. R. Hornsby, E. Hinrichsen, et K. Tarverdi, "Preparation and properties of polypropylene composites reinforced with wheat and flax straw fibres Part II Analysis of composite microstructure and mechanical properties JMS60060 JMS60060", *Journal of Materials Science*, vol. 32, pp. 1009–1015, 1997. DOI : 10.1023/A:1018578322498

Q. Huang, F. Wang, et L. Guibas, "Functional map networks for analyzing and exploring large shape collections", *ACM Transactions on Graphics*, vol. 33, no. 4, pp. 1–11, 2014. DOI : 10.1145/2601097.2601111

T. S. Huang, G. J. Yang, et G. Y. Tang, "A Fast Two-Dimensional Median Filtering Algorithm", *IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing*, vol. 27, no. 1, pp. 13–18, 1979. DOI : 10.1109/TASSP.1979.1163188

G. Impoco, N. Fucà, C. Pasta, M. Caccamo, et G. Licitra, "Quantitative analysis of nanostructures' shape and distribution in micrographs using image analysis", *Computers and Electronics in Agriculture*, vol. 84, pp. 26–35, 2012. DOI : 10.1016/j.compag.2012.02.013

A. Jean, D. Jeulin, S. Forest, S. Cantournet, et F. N'guyen, "A multiscale microstructure model of carbon black distribution in rubber", *Journal of Microscopy*, vol. 241, no. 3, pp. 243–260, 2011. DOI : 10.1111/j.1365-2818.2010.03428.x

K. M. Jespersen, J. Zangenberg, T. Lowe, P. J. Withers, et L. P. Mikkelsen, “Fatigue damage assessment of uni-directional non-crimp fabric reinforced polyester composite using X-ray computed tomography”, *Composites Science and Technology*, vol. 136, pp. 94–103, 2016. DOI : 10.1016/j.compscitech.2016.10.006. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2016.10.006

B. Jiang, C. Liu, C. Zhang, B. Wang, et Z. Wang, “The effect of non-symmetric distribution of fiber orientation and aspect ratio on elastic properties of composites”, *Composites Part B : Engineering*, vol. 38, no. 1, pp. 24–34, 2007. DOI : 10.1016/j.compositesb.2006.05.002

B. C. Jin, X. Li, A. Jain, C. Gonzalez, J. Llorca, et S. R. Nutt, “Optimization of Microstructure and Mechanical Properties of Composite Oriented Strand Board from Reused Prepreg”, *Composite Structures*, vol. 174, pp. 389–398, 2017. DOI : 10.1016/j.compstruct.2017.05.002. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.05.002

T. Joffre, A. Miettinen, F. Berthold, et E. K. Gamstedt, “X-ray micro-computed tomography investigation of fibre length degradation during the processing steps of short-fibre composites”, *Composites Science and Technology*, vol. 105, pp. 127–133, 2014. DOI : 10.1016/j.compscitech.2014.10.011

T. Joffre, A. Miettinen, E. L. G. Wernersson, P. Isaksson, et E. K. Gamstedt, “Effects of defects on the tensile strength of short-fibre composite materials”, *Mechanics of Materials*, vol. 75, pp. 125–134, 2014. DOI : 10.1016/j.mechmat.2014.04.003

T. Joffre, A. Miettinen, E. L. G. Wernersson, P. Isaksson, et E. K. Gamstedt, “Effects of defects on the tensile strength of short-fibre composite materials”, *Mechanics of Materials*, vol. 75, pp. 125–134, 2014. DOI : 10.1016/j.mechmat.2014.04.003

I. Justice, B. Derby, G. Davis, P. Anderson, et J. Elliott, “Characterisation of void and reinforcement distributions in a metal matrix composite by X-ray edge-contrast microtomography”, *Scripta Materialia*, vol. 48, no. 9, pp. 1259–1264, 2003. DOI : 10.1016/S1359-6462(03)00050-2

K. Kang et K. Koelling, “Void transport in resin transfer molding”, *Polymer Composites*, vol. 25, no. 4, pp. 417–432, 2004. DOI : 10.1002/pc.20035

T. Kanungo, D. Mount, N. Netanyahu, C. Piatko, R. Silverman, et A. Wu, “An efficient k-means clustering algorithm : analysis and implementation”, *IEEE Transactions*

on Pattern Analysis and Machine Intelligence, vol. 24, no. 7, pp. 881–892, 2002. DOI : 10.1109/TPAMI.2002.1017616

A. Katunin, M. Dańczak, et P. Kostka, "Automated identification and classification of internal defects in composite structures using computed tomography and 3D wavelet analysis", *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 15, no. 2, pp. 436–448, 2015. DOI : 10.1016/j.acme.2014.08.002

S. G. Kim et S. J. Lee, "Quantitative visualization of a gas diffusion layer in a polymer electrolyte fuel cell using synchrotron X-ray imaging techniques", *Journal of Synchrotron Radiation*, vol. 20, no. 2, pp. 286–292, 2013. DOI : 10.1107/S0909049513001659

M. Krause, J. M. Hausherr, B. Burgeth, C. Herrmann, et W. Krenkel, "Determination of the fibre orientation in composites using the structure tensor and local X-ray transform", *Journal of Materials Science*, vol. 45, no. 4, pp. 888–896, 2010. DOI : 10.1007/s10853-009-4016-4

H. Laga, M. Mortara, et M. Spagnuolo, "Geometry and Context for Semantic Correspondences and Functionality Recognition in Manmade 3D Shapes", *ACM Transactions on Graphics*, vol. 32, no. 5, pp. 150 :1–150 :16, 2013. DOI : 10.1145/2516971.2516975

J. Lambert, A. R. Chambers, I. Sinclair, et S. M. Spearing, "3D damage characterisation and the role of voids in the fatigue of wind turbine blade materials", *Composites Science and Technology*, vol. 72, no. 2, pp. 337–343, 2012. DOI : 10.1016/j.compscitech.2011.11.023. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2011.11.023

C. Landron, O. Bouaziz, E. Maire, et J. Adrien, "Experimental investigation of void coalescence in a dual phase steel using X-ray tomography", *Acta Materialia*, vol. 61, no. 18, pp. 6821–6829, 2013. DOI : 10.1016/j.actamat.2013.07.058

P. Latil, L. Orgéas, C. Geindreau, P. J. J. Dumont, et S. Rolland du Roscoat, "Towards the 3D in situ characterisation of deformation micro-mechanisms within a compressed bundle of fibres", *Composites Science and Technology*, vol. 71, no. 4, pp. 480–488, 2011. DOI : 10.1016/j.compscitech.2010.12.023. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2010.12.023

J. M. Lawrence, V. Neacsu, et S. G. Advani, "Modeling the impact of capillary pressure and air entrapment on fiber tow saturation during resin infusion in LCM", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 8,

pp. 1053–1064, 2009. DOI : 10.1016/j.compositesa.2009.04.013. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.04.013

J. Lázaro, J. Arias, J. L. Martín, C. Cuadrado, et A. Astarloa, "Implementation of a modified Fuzzy C-Means clustering algorithm for real-time applications", *Microprocessors and Microsystems*, vol. 29, no. 8-9, pp. 375–380, 2005. DOI : 10.1016/j.micpro.2004.09.002

M. Lê, J. Unkelbach, N. Ayache, et H. Delingette, "Sampling image segmentations for uncertainty quantification", *Medical Image Analysis*, vol. 34, pp. 42–51, 2016. DOI : 10.1016/j.media.2016.04.005

F. LeBel, A. E. Fanaei, E. Ruiz, et F. Trochu, "Experimental characterization by fluorescence of capillary flows in dual-scale engineering fabrics", *Textile Research Journal*, vol. 83, no. 15, pp. 1634–1659, 2013. DOI : 10.1177/0040517512471742. En ligne : http://trj.sagepub.com/cgi/doi/10.1177/0040517512471742

F. LeBel, "Contrôle De La Fabrication Des Composites Par Injection Sur Renforts", pp. 1–402, 2012.

J. S. Leclerc et E. Ruiz, "Porosity reduction using optimized flow velocity in Resin Transfer Molding", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, no. 12, pp. 1859–1868, 2008. DOI : 10.1016/j.compositesa.2008.09.008

D. H. Lee, W. I. Lee, et M. K. Kang, "Analysis and minimization of void formation during resin transfer molding process", *Composites Science and Technology*, vol. 66, no. 16, pp. 3281–3289, 2006. DOI : 10.1016/j.compscitech.2005.07.008

D. Legland et J. Beaugrand, "Automated clustering of lignocellulosic fibres based on morphometric features and using clustering of variables", *Industrial Crops and Products*, vol. 45, pp. 253–261, 2013. DOI : 10.1016/j.indcrop.2012.12.021

T. Lewiner, H. Lopes, A. W. Vieira, et G. Tavares, "Efficient Implementation of Marching Cubes' Cases with Topological Guarantees", *Journal of Graphics Tools*, vol. 8, no. 2, pp. 1–15, 2003. DOI : 10.1080/10867651.2003.10487582

D. Li, "Review of Structure Representation and Reconstruction on Mesoscale and Microscale", *Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, vol. 66, no. 3, pp. 444–454, mar 2014. DOI : 10.1007/s11837-013-0848-0

Z. Li, Y. Gao, K. S. Moon, Y. Yao, A. Tannenbaum, et C. P. Wong, "Automatic quantification of filler dispersion in polymer composites", *Polymer*, vol. 53, no. 7,

pp. 1571–1580, 2012. DOI : 10.1016/j.polymer.2012.01.048. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.polymer.2012.01.048

N. Limodin, J. Réthoré, J. Y. Buffière, F. Hild, S. Roux, W. Ludwig, J. Rannou, et A. Gravouil, "Influence of closure on the 3D propagation of fatigue cracks in a nodular cast iron investigated by X-ray tomography and 3D volume correlation", *Acta Materialia*, vol. 58, no. 8, pp. 2957–2967, 2010. DOI : 10.1016/j.actamat.2010.01.024

P. J. Liotier, V. Alain, et D. Christine, "Characterization of 3D morphology and microcracks in composites reinforced by multi-axial multi-ply stitched preforms", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, no. 5, pp. 653–662, 2010. DOI : 10.1016/j.compositesa.2010.01.015. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.01.015

J. J. Liu, C. Li, J. J. Liu, G. Cui, et Z. Yang, "Study on 3D spatial distribution of steel fibers in fiber reinforced cementitious composites through micro-CT technique", *Construction and Building Materials*, vol. 48, pp. 656–661, 2013. DOI : 10.1016/j.conbuildmat.2013.07.052

Y. Liu et H. L. Xing, "A feature extracting and meshing approach for sheet-like structures in rocks", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 276, pp. 396–409, 2014. DOI : 10.1016/j.cma.2014.03.020

Z. Liu, M. A. Bessa, et W. K. Liu, "Self-consistent clustering analysis : An efficient multi-scale scheme for inelastic heterogeneous materials", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 306, pp. 319–341, 2016. DOI : 10.1016/j.cma.2016.04.004. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.cma.2016.04.004

S. V. Lomov, D. S. Ivanov, I. Verpoest, M. Zako, T. Kurashiki, H. Nakai, et S. Hirosawa, "Meso-FE modelling of textile composites : Road map, data flow and algorithms", *Composites Science and Technology*, vol. 67, pp. 1870–1891, 2007. DOI : 10.1016/j.compscitech.2006.10.017

T. Lundström et B. Gebart, "Influence from process parameters on void formation in resin transfer molding", *Polymer Composites*, vol. 15, no. 1, pp. 25–33, 1994. DOI : 10.1002/pc.750150105. En ligne : http://doi.wiley.com/10.1002/pc.750150105{%}5Cnhttp://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/pc.750150105/abstract

A. Madra, N. E. Hajj, et M. Benzeggagh, “X-ray microtomography applications for quantitative and qualitative analysis of porosity in woven glass fiber reinforced thermoplastic”, *Composites Science and Technology*, vol. 95, pp. 50–58, 2014. DOI : 10.1016/j.compscitech.2014.02.009

A. Madra, P. Breitkopf, et E. Maire, “A clustering method for analysis of morphology of short natural fibers in composites based on X-ray microtomography”, *Composites : Part A*, vol. 102, pp. 184–195, 2017. DOI : 10.1016/j.compositesa.2017.07.028

A. Madra, P. Breitkopf, A. Rassineux, et F. Trochu, “Image-based model reconstruction and meshing of woven reinforcements in composites”, *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, may 2017. DOI : 10.1002/nme.5555

E. Maire et P. J. Withers, “Quantitative X-ray tomography”, *International Materials Reviews*, vol. 59, no. 1, pp. 1–43, 2014. DOI : 10.1179/1743280413Y.0000000023

E. Maire, P. Colombo, J. Adrien, L. Babout, et L. Biasetto, “Characterization of the morphology of cellular ceramics by 3D image processing of X-ray tomography”, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 27, no. 4, pp. 1973–1981, 2007. DOI : 10.1016/j.jeurceramsoc.2006.05.097

C. Marulier, P. J. J. Dumont, L. Orgéas, S. Rolland du Roscoat, et D. Caillerie, “3D analysis of paper microstructures at the scale of fibres and bonds”, *Cellulose*, vol. 22, no. 3, pp. 1517–1539, 2015. DOI : 10.1007/s10570-015-0610-6

G. Matheron, “Principles of geostatistics”, *Economic Geology*, vol. 58, no. 8, pp. 1246–1266, 1963. DOI : 10.2113/gsecongeo.58.8.1246

G. Matheron, “The Intrinsic Random Functions and Their Applications”, *Advances in Applied Probability*, vol. 5, no. 3, p. 439, 1973. DOI : 10.2307/1425829

C. Mattrand, A. Béakou, et K. Charlet, “Numerical modeling of the flax fiber morphology variability”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 63, pp. 10–20, 2014. DOI : 10.1016/j.compositesa.2014.03.020

G. P. McCombe, J. Rouse, R. S. Trask, P. J. Withers, et I. P. Bond, “X-ray damage characterisation in self-healing fibre reinforced polymers”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 4, pp. 613–620, 2012. DOI : 10.1016/j.compositesa.2011.12.020. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.12.020

G. Merle, J. Allemand, G. Camino, M. Luda, M. Revellino, et R. Blancon, “Morphology analysis of microvoids in SMC : ageing effects”, *Composites Part A*, vol. 29A, no. 98, pp. 1535–1543, 1998. DOI : 10.1016/S1359-835X(98)00070-0

A. Mertens, A. Simar, J. Adrien, E. Maire, H. M. Montrieux, F. Delannay, et J. Lecomte-Beckers, “Influence of fibre distribution and grain size on the mechanical behaviour of friction stir processed Mg-C composites”, *Materials Characterization*, vol. 107, pp. 125–133, 2015. DOI : 10.1016/j.matchar.2015.07.010

N. Mostefai, R. Hamzaoui, S. Guessasma, A. Aw, et H. Nouri, “Microstructure and mechanical performance of modified hemp fibre and shiv mortars : Discovering the optimal formulation”, *Materials and Design*, vol. 84, pp. 359–371, 2015. DOI : 10.1016/j.matdes.2015.06.102

N. Naouar, E. Vidal-Sallé, J. Schneider, E. Maire, P. Boisse, E. Vidal-Sallé, J. Schneider, E. Maire, et P. Boisse, “Meso-scale FE analyses of textile composite reinforcement deformation based on X-ray computed tomography”, *Composite Structures*, vol. 116, no. 1, pp. 165–176, 2014. DOI : 10.1016/j.compstruct.2014.04.026

N. Naouar, E. Vidal-Sallé, J. Schneider, E. Maire, et P. Boisse, “3D composite reinforcement meso F.E. analyses based on X-ray computed tomography”, *Composite Structures*, vol. 132, pp. 1094–1104, 2015. DOI : 10.1016/j.compstruct.2015.07.005

A. A. Neves, S. Jaecques, A. Van Ende, M. V. Cardoso, E. Coutinho, A. K. Lührs, F. Zicari, et B. Van Meerbeek, “3D-microleakage assessment of adhesive interfaces : Exploratory findings by micro-CT”, *Dental Materials*, vol. 30, no. 8, pp. 799–807, 2014. DOI : 10.1016/j.dental.2014.05.003. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2014.05.003

H. Q. Nguyen, T. T. Dao, A. Rassineux, et M. C. Ho Ba Tho, “Material-driven mesh of the lumbar spine derived from CT data”, *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering : Imaging & Visualization*, vol. 1163, no. June, pp. 1–9, 2016. DOI : 10.1080/21681163.2016.1188729. En ligne : http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/21681163.2016.1188729

Y. Nikishkov, L. Airoldi, et A. Makeev, “Measurement of voids in composites by X-ray Computed Tomography”, *Composites Science and Technology*, vol. 89, pp. 89–97, 2013. DOI : 10.1016/j.compscitech.2013.09.019. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2013.09.019

D. Niknezhad, B. Raghavan, F. Bernard, et S. Kamali-bernard, “Towards a realistic morphological model for the meso-scale mechanical and transport behavior of cementitious composites”, *Composites Part B*, vol. 81, pp. 72–83, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesb.2015.06.024. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.06.024

O. J. Nixon-Pearson et S. R. Hallett, “An investigation into the damage development and residual strengths of open-hole specimens in fatigue”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 69, pp. 266–278, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesa.2014.11.013. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.11.013

K. Odziomek, D. Ushizima, P. Oberbek, K. J. Kurzydłowski, T. Puzyn, et M. Haranczyk, “Scanning electron microscopy image representativeness : morphological data on nanoparticles”, *Journal of Microscopy*, vol. 265, no. 1, pp. 34–50, 2017. DOI : 10.1111/jmi.12461

K. Oksman, A. P. Mathew, R. Långström, B. Nyström, et K. Joseph, “The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene”, *Composites Science and Technology*, vol. 69, no. 11-12, pp. 1847–1853, 2009. DOI : 10.1016/j.compscitech.2009.03.020

M. Olave, A. Vanaerschot, S. V. Lomov, et D. Vandepitte, “Internal Geometry Variability of Two Woven Composites and Related Variability of the Stiffness”, *Polymer Composites*, vol. 33, pp. 1335–1350, 2012. DOI : 10.1002/pc

S. Osher et R. Fedkiw, *Level set methods and dynamic implicit surfaces*. New York : Springer, 2003.

D. F. Pace, *Reconstruction, Segmentation, and Analysis of Medical Images*, 2017, vol. 10129. DOI : 10.1007/978-3-319-52280-7. En ligne : http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-52280-7

N. Pearce, F. Guild, et J. Summerscales, “An investigation into the effects of fabric architecture on the processing and properties of fibre reinforced composites produced by resin transfer moulding”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, no. 1-2, pp. 19–27, 1998. DOI : 10.1016/S1359-835X(97)00028-6. En ligne : http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X97000286

L. Piegl et W. Tiller, *The NURBS Book*. Berlin : Springer-Verlag, 1996, vol. 28, no. 8. DOI : 10.1016/0010-4485(96)86819-9

T. Potrusil, C. Wenger, R. Glueckert, et F. Rattay, “Morphometric classification and spatial organization of spiral ganglion neurons in the human cochlea : Consequences for single fiber response to electrical stimulation”, *Neuroscience*, vol. 214, pp. 120–135, 2012. DOI : 10.1016/j.neuroscience.2012.03.033

M. Préau et P. Hubert, “Processing of co-bonded scarf repairs : Void reduction strategies and influence on strength recovery”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 84, pp. 236–245, 2016. DOI : 10.1016/j.compositesa.2016.01.016

D. Prodanov et H. K. P. Feirabend, “Automated characterization of nerve fibers labeled fluorescently : Determination of size, class and spatial distribution”, *Brain Research*, vol. 1233, pp. 35–50, 2008. DOI : 10.1016/j.brainres.2008.07.049. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.brainres.2008.07.049

D. Puglia, A. Terenzi, S. E. Barbosa, et J. M. Kenny, “Polypropylene-natural fibre composites. Analysis of fibre structure modification during compounding and its influence on the final properties”, *Composite Interfaces*, vol. 15, no. 2-3, pp. 111–129, 2008. DOI : 10.1163/156855408783810849

S. Ramaswamy, M. Gupta, A. Goel, U. Aaltosalmi, M. Kataja, A. Koponen, et B. V. Ramarao, “The 3D structure of fabric and its relationship to liquid and vapor transport”, dans *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 241, no. 1-3, 2004, pp. 323–333. DOI : 10.1016/j.colsurfa.2004.04.023

J. Rannou, N. Limodin, J. Réthoré, A. Gravouil, W. Ludwig, M. C. Baïetto-Dubourg, J. Y. Buffière, A. Combescure, F. Hild, et S. Roux, “Three dimensional experimental and numerical multiscale analysis of a fatigue crack”, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 199, no. 21-22, pp. 1307–1325, 2010. DOI : 10.1016/j.cma.2009.09.013

C. E. Rasmussen et C. K. I. Williams, *Gaussian processes for machine learning.*, 2004, vol. 14, no. 2. DOI : 10.1142/S0129065704001899. En ligne : http://www.gaussianprocess.org/gpml/chapters/RW.pdf

A. Rassineux, P. Villon, J.-M. Savignat, et O. Stab, “Surface remeshing by local Hermite diffuse interpolation”, *International Journal for numerical methods in Engineering*, vol. 49, no. 1-2, pp. 31–49, 2000.

G. C. Requena, P. Degischer, E. D. Marks, et E. Boller, “Microtomographic study of the evolution of microstructure during creep of an AlSi12CuMgNi alloy reinforced with Al2O3

short fibres", *Materials Science and Engineering A*, vol. 487, no. 1-2, pp. 99–107, 2008. DOI : 10.1016/j.msea.2007.10.016

H. Rolland, N. Saintier, et G. Robert, "Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during in situ microtomography tensile tests", *Composites Part B : Engineering*, vol. 90, pp. 365–377, 2016. DOI : 10.1016/j.compositesb.2015.12.021. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.12.021

M. N. Rossol, T. Fast, D. B. Marshall, B. N. Cox, et F. W. Zok, "Characterizing in-plane geometrical variability in textile ceramic composites", *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 98, no. 1, pp. 205–213, 2015. DOI : 10.1111/jace.13275

S. Roy et S. K. Bandyopadhyay, "A New Method of Brain Tissues Segmentation from MRI with Accuracy Estimation", *Procedia Computer Science*, vol. 85, no. Cms, pp. 362–369, 2016. DOI : 10.1016/j.procs.2016.05.244

S. Sakata, F. Ashida, et M. Zako, "On applying Kriging-based approximate optimization to inaccurate data", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 196, no. 13-16, pp. 2055–2069, 2007. DOI : 10.1016/j.cma.2006.11.004

J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, J.-Y. J.-Y. Tinevez, D. J. White, V. Hartenstein, K. Eliceiri, P. Tomancak, A. Cardona, K. Liceiri, P. Tomancak, et C. A., "Fiji : An open source platform for biological image analysis." *Nature Methods*, vol. 9, no. 7, pp. 676–682, 2012. DOI : 10.1038/nmeth.2019.Fiji

J. Schock, S. Liebl, K. Achterhold, et F. Pfeiffer, "Obtaining the spacing factor of microporous concrete using high-resolution Dual Energy X-ray Micro CT", *Cement and Concrete Research*, vol. 89, pp. 200–205, 2016. DOI : 10.1016/j.cemconres.2016.08.008. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.08.008

I. J. Schoenberg, "Spline Functions and the Problem of Graduation", *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, vol. 52, no. 4, pp. 947–950, 1964. DOI : 10.1073/pnas.52.4.947

M. Schwarzkopf et L. Muszynski, "Strain distribution and load transfer in the polymer-wood particle bond in wood plastic composites", *Holzforschung*, vol. 69, no. 1, pp. 53–60, 2015. DOI : 10.1515/hf-2013-0243

A. E. Scott, M. Mavrogordato, P. Wright, I. Sinclair, et S. M. Spearing, "In

situ fibre fracture measurement in carbon-epoxy laminates using high resolution computed tomography", *Composites Science and Technology*, vol. 71, no. 12, pp. 1471–1477, 2011. DOI : 10.1016/j.compscitech.2011.06.004. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2011.06.004

A. E. Scott, I. Sinclair, S. M. Spearing, A. Thionnet, et A. R. Bunsell, "Damage accumulation in a carbon/epoxy composite : Comparison between a multiscale model and computed tomography experimental results", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 9, pp. 1514–1522, 2012. DOI : 10.1016/j.compositesa.2012.03.011. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.03.011

A. E. Scott, I. Sinclair, S. M. Spearing, M. N. Mavrogordato, et W. Hepples, "Influence of voids on damage mechanisms in carbon/epoxy composites determined via high resolution computed tomography", *Composites Science and Technology*, vol. 90, pp. 147–153, 2014. DOI : 10.1016/j.compscitech.2013.11.004. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2013.11.004

M. Sherburn, "Geometric and Mechanical Modelling of Textiles", Thèse de doctorat, University of Nottingham, 2007.

A. Shigang, Z. Xiaolei, M. Yiqi, P. Yongmao, et F. Daining, "Finite Element Modeling of 3D Orthogonal Woven C/C Composite Based on Micro-Computed Tomography Experiment", *Applied Composite Materials*, vol. 21, no. 4, pp. 603–614, 2014. DOI : 10.1007/s10443-013-9353-4

T. Shinoda, H. Odani, et E. Wadahara, "A-vartm technology application for Japan's new regional jet aircraft", *16th International Conference on Composite Materials*, pp. 1–9, 2007.

Y. Shiraishi, N. Narazaki, et T. Kikutani, "Numerical predictions of 3-D filler orientation and elastic compliance for reinforced plastics containing fillers with aspect ratio distribution", *Polymer Composites*, vol. 25, no. 2, pp. 194–213, 2004. DOI : 10.1002/pc.20016

A. Sibil, N. Godin, M. R'Mili, E. Maillet, et G. Fantozzi, "Optimization of acoustic emission data clustering by a genetic algorithm method", *Journal of Nondestructive Evaluation*, vol. 31, no. 2, pp. 169–180, 2012. DOI : 10.1007/s10921-012-0132-1

H. Singh, A. M. Gokhale, S. I. Lieberman, et S. Tamirisakandala, "Image based computations of lineal path probability distributions for microstructure representation", *Materials Science and Engineering A*, vol. 474, no. 1-2, pp. 104–111, 2008. DOI : 10.1016/j.msea.2007.03.099

H. Singh et A. M. Gokhale, “Visualization of three-dimensional microstructures”, *Materials Characterization*, vol. 54, no. 1, pp. 21–29, 2005. DOI : 10.1016/j.matchar.2004.10.002

J. Sliseris, L. Yan, et B. Kasal, “Numerical modelling of flax short fibre reinforced and flax fibre fabric reinforced polymer composites”, *Composites Part B : Engineering*, vol. 89, pp. e29–e30, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesb.2015.11.038

J. Sliseris, H. Andrä, M. Kabel, O. Wirjadi, B. Dix, et B. Plinke, “Estimation of fiber orientation and fiber bundles of MDF”, *Materials and Structures*, vol. 49, no. 10, pp. 4003–4012, 2016. DOI : 10.1617/s11527-015-0769-1. En ligne : http://link.springer.com/10.1617/s11527-015-0769-1

I. Sobel, “An isotropic 3 by 3 image gradient operator”, *Machine Vision for three-demensional Sciences*, vol. 1, no. 1, pp. 23–34, 1990. En ligne : http://ci.nii.ac.jp/naid/10018992790/

A. A. Somashekar, S. Bickerton, et D. Bhattacharyya, “Compression deformation of a biaxial stitched glass fibre reinforcement : Visualisation and image analysis using X-ray micro-CT”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 2, pp. 140–150, 2011. DOI : 10.1016/j.compositesa.2010.10.017. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.10.017

I. Straumit, S. V. Lomov, et M. Wevers, “Quantification of the internal structure and automatic generation of voxel models of textile composites from X-ray computed tomography data”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 69, pp. 150–158, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesa.2014.11.016. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.11.016

I. Straumit, C. Hahn, E. Winterstein, B. Plank, S. V. Lomov, et M. Wevers, “Computation of permeability of a non-crimp carbon textile reinforcement based on X-ray computed tomography images”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 81, pp. 289–295, 2016. DOI : 10.1016/j.compositesa.2015.11.025. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.11.025

M. J. Symons, “Clustering Criteria and Multivariate Normal Mixtures”, *Biometrics*, vol. 37, no. 1, pp. 35–43, 1981. DOI : 10.1002/0471667196.ess0146.pub2

Tanatex Chemicals B.V., “EDOLAN UH product information”, Rapp. tech., 2012. En ligne : www.tanatexchemicals.com

A. Terenzi, J. M. Kenny, et S. E. Barbosa, “Natural Fiber Suspensions in Thermoplastic Polymers. I. Analysis of Fiber Damage during Processing”, *Applied Polymer Science*, vol. 103, pp. 2501–2506, 2006. DOI : 10.1002/app

T. E. Tezduyar, S. Sathe, M. Schwaab, et B. S. Conklin, “Arterial fluid mechanics modeling with the stabilized space – time fluid – structure interaction technique”, *International Journal for Numerical Methods in Fluids*, no. October 2007, pp. 601–629, 2008. DOI : 10.1002/fld

S. Torquato, “Random Heterogeneous Media : Microstructure and Improved Bounds on Effective Properties”, *Applied Mechanics Reviews*, vol. 44, no. 2, p. 37, 1991. DOI : 10.1115/1.3119494

S. Torquato, *Random Heretogeneous Materials. Microstructure and Macroscopic Properties*. Springer, 2002.

D. Trias, R. García, J. Costa, N. Blanco, et J. E. Hurtado, “Quality control of CFRP by means of digital image processing and statistical point pattern analysis”, *Composites Science and Technology*, vol. 67, no. 11-12, pp. 2438–2446, 2007. DOI : 10.1016/j.compscitech.2006.12.023

F. Trochu, “A contouring program based on dual kriging interpolation”, *Engineering with Computers*, vol. 9, pp. 160–177, 1993. DOI : 10.1007/BF01206346

F. Trochu et P. Terriault, “Nonlinear modelling of hysteretic material laws by dual kriging and application”, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 151, no. 3-4, pp. 545–558, 1998. DOI : DOI: 10.1016/S0045-7825(97)00165-5

F. Trochu, R. Gauvin, et D. M. Gao, “Numerical Analysis of the Resin Transfer Molding Process by the Finite Element Method”, *Advances in Polymer Technoogy*, vol. 12, no. 4, pp. 329–342, 1993.

K. I. Tserpes, A. G. Stamopoulos, et S. G. Pantelakis, “A numerical methodology for simulating the mechanical behavior of CFRP laminates containing pores using X-ray computed tomography data”, *Composites Part B : Engineering*, vol. 102, pp. 122–133, 2016. DOI : 10.1016/j.compositesb.2016.07.019. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.07.019

C. L. Tucker et E. Liang, “Stiffness predictions for unidirectional short-fiber composites : Review and evaluation”, *Composites Science and Technology*, vol. 59, no. 5, pp. 655–671,

1999. DOI : 10.1016/S0266-3538(98)00120-1

A. Vanaerschot, B. N. Cox, S. V. Lomov, et D. Vandepitte, "Stochastic framework for quantifying the geometrical variability of laminated textile composites using micro-computed tomography", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 44, no. 1, pp. 122–131, 2013. DOI : 10.1016/j.compositesa.2012.08.020. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.08.020

A. Vanaerschot, B. N. Cox, S. V. Lomov, et D. Vandepitte, "Experimentally validated stochastic geometry description for textile composite reinforcements", *Composites Science and Technology*, vol. 122, pp. 122–129, 2016. DOI : 10.1016/j.compscitech.2015.11.023. En ligne : http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0266353815301433

A. Vanaerschot, F. Panerai, A. Cassell, S. V. Lomov, D. Vandepitte, et N. N. Mansour, "Stochastic characterisation methodology for 3-D textiles based on micro-tomography", *Composite Structures*, vol. 173, pp. 44–52, 2017. DOI : 10.1016/j.compstruct.2017.03.107. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.03.107

J. Varna, R. Joffe, L. A. Berglund, et T. S. Lundström, "Effect of voids on failure mechanisms in RTM laminates", *Composites Science and Technology*, vol. 53, no. 2, pp. 241–249, 1995. DOI : 10.1016/0266-3538(95)00024-0

A. Velichko, C. Holzapfel, et F. Mücklich, "3D characterization of graphite morphologies in cast iron", *Advanced Engineering Materials*, vol. 9, no. 1-2, pp. 39–45, 2007. DOI : 10.1002/adem.200600175

N. Vernet, E. Ruiz, S. Advani, J. B. Alms, M. Aubert, M. Barburski, B. Barari, J. M. Beraud, D. C. Berg, N. Correia, M. Danzi, T. Delavière, M. Dickert, C. Di Fratta, A. Endruweit, P. Ermanni, G. Francucci, J. A. Garcia, A. George, C. Hahn, F. Klunker, S. V. Lomov, A. Long, B. Louis, J. Maldonado, R. Meier, V. Michaud, H. Perrin, K. Pillai, E. Rodriguez, F. Trochu, S. Verheyden, M. Weitgrefe, W. Xiong, S. Zaremba, et G. Ziegmann, "Experimental determination of the permeability of engineering textiles : Benchmark II", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 61, pp. 172–184, 2014. DOI : 10.1016/j.compositesa.2014.02.010. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.02.010

J. Viguié, P. Latil, L. Orgéas, P. J. J. Dumont, S. Rolland du Roscoat, J. F. Bloch, C. Marulier, et O. Guiraud, "Finding fibres and their contacts within 3D images of disordered

fibrous media", *Composites Science and Technology*, vol. 89, pp. 202–210, 2013. DOI : 10.1016/j.compscitech.2013.09.023

Volume Graphics, "VG Studio Max", 2017. En ligne : http://www.volumegraphics.com

H. Wang et Z. W. Wang, "Quantification of effects of stochastic feature parameters of yarn on elastic properties of plain-weave composite - Part 2 : Statistical predictions vs. mechanical experiments", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 84, pp. 147–157, 2016. DOI : 10.1016/j.compositesa.2016.01.013. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.01.013

H. Wang et Z.-w. Wang, "Statistical Analysis of Yarn Feature Parameters in C/Epoxy Plain-Weave Composite Using Micro CT with High-Resolution Lens-Coupled Detector", *Applied Composite Materials*, pp. 601–622, 2016. DOI : 10.1007/s10443-016-9476-5. En ligne : http://dx.doi.org/10.1007/s10443-016-9476-5

Y. Wang, T. L. Burnett, Y. Chai, C. Soutis, P. J. Hogg, et P. J. Withers, "X-ray computed tomography study of kink bands in unidirectional composites", *Composite Structures*, vol. 160, pp. 917–924, 2017. DOI : 10.1016/j.compstruct.2016.10.124. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.10.124

Z. Wang, J. Gao, T. Ai, W. Jiang, et P. Zhao, "Quantitative evaluation of carbon fiber dispersion in cement based composites", *Construction and Building Materials*, vol. 68, pp. 26–30, 2014. DOI : 10.1016/j.conbuildmat.2014.06.035. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.06.035

D. Wildenschild et A. P. Sheppard, "X-ray imaging and analysis techniques for quantifying pore-scale structure and processes in subsurface porous medium systems", *Advances in Water Resources*, vol. 51, pp. 217–246, 2013. DOI : 10.1016/j.advwatres.2012.07.018. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.advwatres.2012.07.018

J. Wuest, E. Denarié, E. Brühwiler, L. Tamarit, M. Kocher, et E. Gallucci, "Tomography analysis of fiber distribution and orientation in ultra high-performance fiberreinforced composites with high-fiber dosages", *Experimental Techniques*, vol. 33, no. 5, pp. 50–55, 2009. DOI : 10.1111/j.1747-1567.2008.00420.x

B. L. Yang, X. M. Zhuang, T. H. Zhang, et X. Yan, "Damage mode identification for the clustering analysis of AE signals in thermoplastic composites", *Journal of Nondestructive Evaluation*, vol. 28, no. 3-4, pp. 163–168, 2009. DOI : 10.1007/s10921-009-0059-3

Z. Yousaf, P. Potluri, P. Withers, D. Mollenhauer, E. Zhou, et S. Duning, “Digital element simulation of aligned tows during compaction validated by computed tomography (CT)”, *International Journal of Solids and Structures*, vol. 0, pp. 1–10, 2017. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2017.05.044. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2017.05.044http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0020768317302755

B. Yu, R. Bradley, C. Soutis, P. Hogg, et P. Withers, “2D and 3D imaging of fatigue failure mechanisms of 3D woven composites”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 77, pp. 37–49, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesa.2015.06.013. En ligne : http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X15002122

B. Yu, R. Blanc, C. Soutis, et P. J. Withers, “Evolution of damage during the fatigue of 3D woven glass-fibre reinforced composites subjected to tension-tension loading observed by time-lapse X-ray tomography”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 82, pp. 279–290, 2016. DOI : 10.1016/j.compositesa.2015.09.001

J. Yu, J. Sang, et X. Gao, “Machine learning and signal processing for big multimedia analysis”, *Neurocomputing*, vol. 257, pp. 1–4, 2017. DOI : 10.1016/j.neucom.2017.01.091

S. Yue, P. D. Lee, G. Poologasundarampillai, et J. R. Jones, “Evaluation of 3-D bioactive glass scaffolds dissolution in a perfusion flow system with X-ray microtomography”, *Acta Biomaterialia*, vol. 7, no. 6, pp. 2637–2643, 2011. DOI : 10.1016/j.actbio.2011.02.009. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.actbio.2011.02.009

X. Zeng, A. Endruweit, L. P. Brown, et A. C. Long, “Numerical prediction of in-plane permeability for multilayer woven fabrics with manufacture-induced deformation”, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 77, pp. 266–274, 2015. DOI : 10.1016/j.compositesa.2015.03.027. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.03.027

T. Zhang et Y. B. Yi, “Monte Carlo simulations of effective electrical conductivity in short-fiber composites”, *Journal of Applied Physics*, vol. 103, no. 2008, pp. 1–8, 2008. DOI : 10.1063/1.2828180

K. Zheng, Y. S. Chang, K. H. Wang, et Y. Yao, “Thermographic clustering analysis for defect detection in CFRP structures”, *Polymer Testing*, vol. 49, pp. 73–81, 2016. DOI : 10.1016/j.polymertesting.2015.11.009. En ligne : http://dx.doi.org/10.1016/j.polymertesting.2015.11.009

ANNEXE A RAPPORT DE LA FABRICATION ET ACQUISITION DE SCANS MICROTOMOGRAPHIQUES

Cette annexe contient le compte-rendu de fabrication des échantillons réalisés, qui ont servi pour développer les démarches présentées dans le cadre de la thèse.

Le plan d'expérience a été conçu de manière à explorer les différents types des renforts fibreux. D'abord, les renforts non imprégnées ont été étudiés pour évaluer l'architecture macro et mésoscopique du renfort. En deuxième étape, les composites à quatre valeurs de fraction massique de fibres ont été étudiées à trois résolutions distinctes, sur trois microtomographes aux rayons X différents : à ETS, Montréal et à INSA de Lyon.

D'autres matériaux utilisés, ont été fabriqués chez les partenaires. Ces matériaux ne font pas l'objet de la présente annexe.

Specimen database

Anna Madra

July 4, 2017

Specimens by material

1 Carbon NCF
1.1 Carbon NCF Dry
1.2 Carbon NCF Dry

2 E-TCX-2200-10
2.1 E-TCX-2200-10 Dry

3 LI402
3.1 LI402 Injected free
3.2 LI402 Injected free
3.3 LI402 Injected V_f=48.35%
3.4 LI402 Injected V_f=56.27%
3.5 LI402 Injected V_f=59.29%
3.6 LI402 Injected V_f=67.17%

4 Multi-textile
4.1 Multi-textile Injected free
4.2 Multi-textile Injected free
4.3 Multi-textile Injected free

5 Saertex
5.1 Saertex Dry
5.2 Saertex Injected free

6 Sigmatex SC 622 72 70
6.1 Sigmatex SC 622 72 70 Injected free

7 TC67N
7.1 TC67N Injected free
7.2 TC67N Injected free
7.3 TC67N Injected free

7.4 TC67N Injected V_f=53.98%
7.5 TC67N Injected V_f=62.26%
7.6 TC67N Injected V_f=81.6%

8 TCX L140
8.1 TCX L140 Dry

9 TG10P
9.1 TG10P Dry

10 TG15N stitching
10.1 TG15N stitching Dry

11 TG33N
11.1 TG33N Injected free

12 TG75N
12.1 TG75N Dry

13 TG96N60E
13.1 TG96N60E Dry
13.2 TG96N60E Injected free
13.3 TG96N60E Injected V_f=40.32%
13.4 TG96N60E Injected V_f=50.26%
13.5 TG96N60E Injected V_f=50.6%
13.6 TG96N60E Injected V_f=52.25%
13.7 TG96N60E Injected V_f=54.53%
13.8 TG96N60E Injected V_f=61.78%
13.9 TG96N60E Injected V_f=84.33%

14 TG96N60I
14.1 TG96N60I Dry
14.2 TG96N60I Injected free
14.3 TG96N60I Injected free
14.4 TG96N60I Injected V_f=51.89%
14.5 TG96N60I Injected V_f=52.2%
14.6 TG96N60I Injected V_f=53.43%
14.7 TG96N60I Injected V_f=61.42%
14.8 TG96N60I Injected V_f=75.94%

15 TISSA
15.1 TISSA Dry

15.2 TISSA Dry . . . . . .

Specimens by method of manufacture

Dry

Carbon NCF Dry
Carbon NCF Dry
E-TCX-2200-10 Dry
Saertex Dry
TCX L140 Dry
TG10P Dry
TG15N stitching Dry
TG75N Dry
TG96N60E Dry
TG96N60I Dry
TISSA Dry
TISSA Dry

Injected

LI402 Injected free
LI402 Injected free
LI402 Injected V_f=48.35%
LI402 Injected V_f=56.27%
LI402 Injected V_f=59.29%
LI402 Injected V_f=67.17%
Multi-textile Injected free
Multi-textile Injected free
Multi-textile Injected free
Saertex Injected free
Sigmatex SC 622 72 70 Injected free
TC67N Injected free
TC67N Injected free
TC67N Injected free
TC67N Injected V_f=53.98%
TC67N Injected V_f=62.26%
TC67N Injected V_f=81.6%
TG33N Injected free
TG96N60E Injected free
TG96N60E Injected V_f=40.32%
TG96N60E Injected V_f=50.26%
TG96N60E Injected V_f=50.6%

TG96N60E Injected V_f=52.25%
TG96N60E Injected V_f=54.53%
TG96N60E Injected V_f=61.78%
TG96N60E Injected V_f=84.33%
TG96N60I Injected free
TG96N60I Injected free
TG96N60I Injected V_f=51.89%
TG96N60I Injected V_f=52.2%
TG96N60I Injected V_f=53.43%
TG96N60I Injected V_f=61.42%
TG96N60I Injected V_f=75.94%

Scanned specimens

Carbon NCF Dry
Carbon NCF Dry

E-TCX-2200-10 Dry

Saertex Dry

TC67N Injected free 1
TC67N Injected free 2

TCX L140 Dry

TG10P Dry

TG15N stitching Dry

TG33N Injected free

TG75N Dry

TG96N60E Dry

TG96N60I Dry

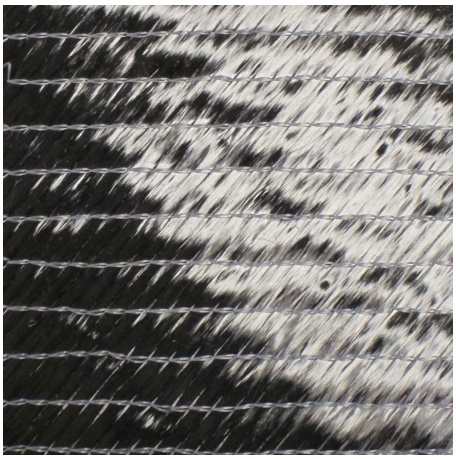
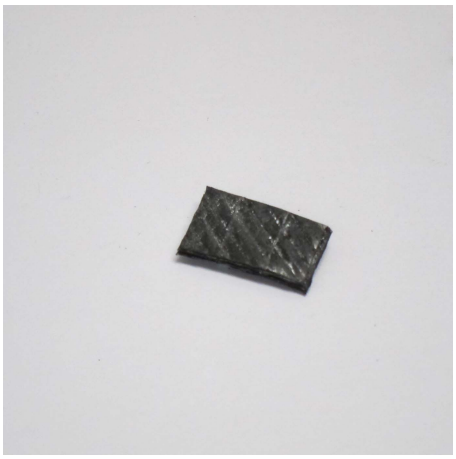
TISSA Dry
TISSA Dry

1 Carbon NCF

Carbon NCF Dry

Carbon NCF Dry

1.1 Carbon NCF Dry

Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	2	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	19.43	13.83	1.49

Scanned

Date 14.09.16

Operator Anna Madra

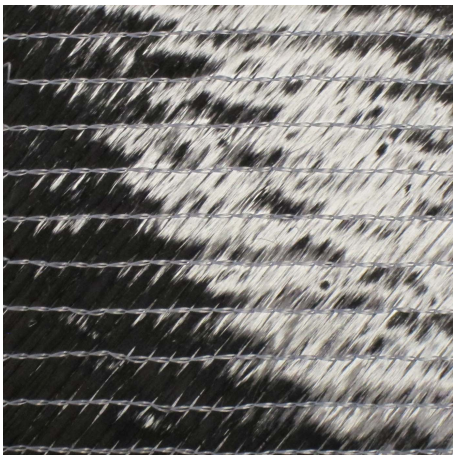
Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	17.5	True	True

Remarks: –

1.2 Carbon NCF Dry




Dry

Date: 02.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	4	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	6.79	8.59	2.91

Scanned

Date 14.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	6.62	True	True

Remarks: –

2 E-TCX-2200-10

E-TCX-2200-10 Dry

2.1 E-TCX-2200-10 Dry




Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	3	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	13.16	11.47	3.35

Scanned

Date 14.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	8.45	True	False

Remarks: –

3 LI402

LI402 Injected free

LI402 Injected free

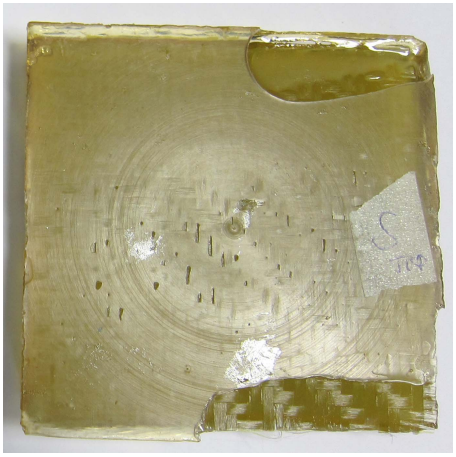
LI402 Injected V_f=48.35%

LI402 Injected V_f=56.27%

LI402 Injected V_f=59.29%

LI402 Injected V_f=67.17%

3.1 LI402 Injected free



Injected

Date: 01.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	Temperature (°C)	Humidity (%)
Environmental conditions	20.6	21.0

	start	end	temperature (°C)
Conditioning	8:23	16:30	40

	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
Reinforcement	6	60.48	60.47	197.31	15.09

	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
Mold	square, NVernet	0.0	na	4 coats of demolding agent

Resin preparation

	type	mass (g)	hour
Resin	Derakane	299.6	18:47

	type	mass (g)	hour
Accelerator	Cobalt	0.26	18:49

	type	mass (g)	hour
Inhibitor	Pentadiene	0.23	18:49

	start	end
Degassing 1	18:52	19:11

	type	mass (g)	hour
Catalyst	CHM50	2.08	19:12

Degassing 2	start	end
	19:13	19:24

Injection

Injection method peristaltic pump

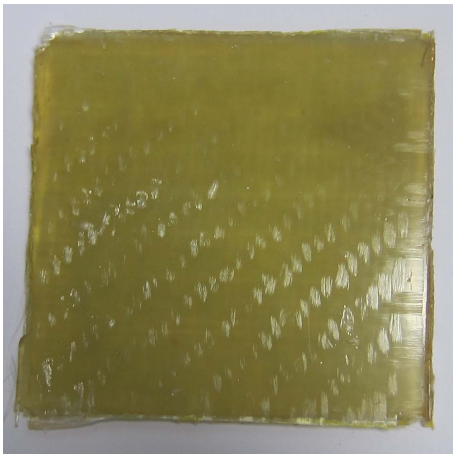
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	4.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	19:25	19:25	19:32	19:59	20:14	xx.12.15, na

Scanned: False

Remarks: Operator demolded, forgot to write the date.

3.2 LI402 Injected free



Injected

Date: 12.11.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.3	36.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	4	40.15	40.15	74.05	32.27

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.0	15:36

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	15:38

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.2	15:40

Degassing 1	start	end
	15:40	15:57

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	1.99	15:59

Degassing 2	start	end
	16:00	16:12

Injection

Injection method peristaltic pump

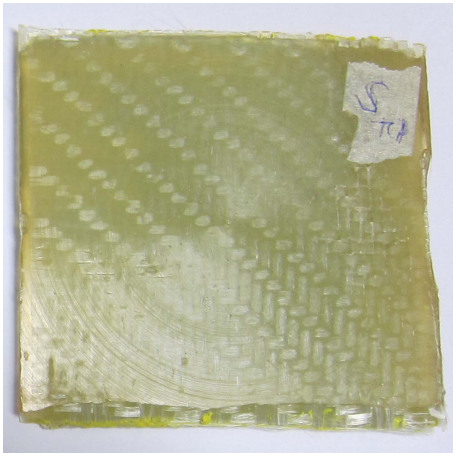
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:13	16:22	16:24	16:37	16:42	13.11.15, 16:37

Scanned: False

Remarks: Too early demolding – the part was still uncured.

3.3 LI402 Injected V_f=48.35%



Injected

Date: 28.11.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	20.5	20.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	10:36	14:40	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	6	61.43	61.45	87.86	48.35

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.9	14:51

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.22	14:52

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.24	14:53

Degassing 1	start	end
	14:58	15:13

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.03	15:14

Degassing 2	start	end
	15:14	15:24

Injection

Injection method peristaltic pump

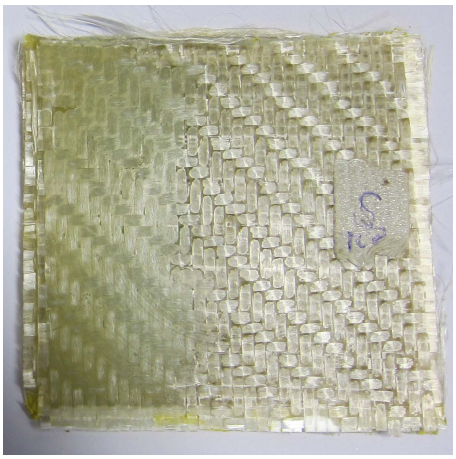
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	4.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	15:24	15:24	15:31	15:35	15:50	30.11.15, 11:00

Scanned: False

Remarks: –

3.4 LI402 Injected V_f=56.27%



Injected

Date: 27.11.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.9	28.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	10:01	14:08	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	6	61.34	61.28	80.44	56.27

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	296.8	11:01

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.2	11:03

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.3	11:04

Degassing 1	start	end
	11:05	11:15

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	1.99	11:22

Degassing 2	start	end
	11:23	11:33

Injection

Injection method peristaltic pump

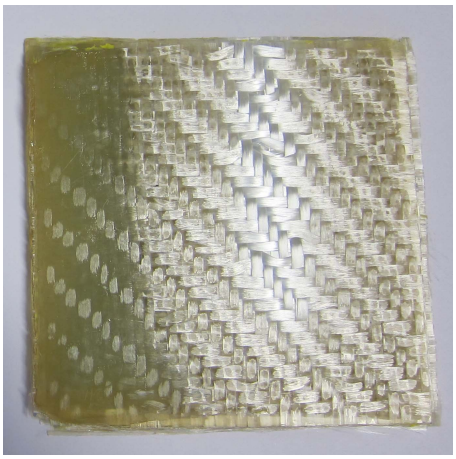
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	11:34	11:39	11:41	11:47	11:58	25.11.15, 14:00

Scanned: False

Remarks: Mold left overnight from 26th to 27th with the reinforcement because of pump malfunction, i.e., conditioning not valid.

3.5 LI402 Injected V_f=59.29%



Injected

Date: 11.11.15

Operator: Anna Madra and Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)			
	21.5	25.0			
Conditioning	start	end	temperature (°C)		
	na	na	40		
Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	6	61.0	61.0	77.85	59.29
Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation	
	square, NVernet	10.03	32+35+42+2*50+3*62	4 coats of demolding agent	

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	297.6	17:00
Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.25	17:00
Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.23	17:00
Degassing 1	start	end	
	17:06	17:18	
Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.0	17:18

Degassing 2	start	end
	17:19	17:30

Injection

Injection method peristaltic pump

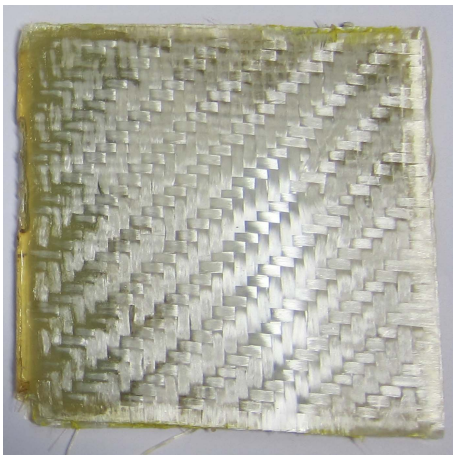
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	2.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	17:31	17:38	17:41	17:49	17:56	12.11.15, 13:52

Scanned: False

Remarks: –

3.6 LI402 Injected V_f=67.17%



Injected

Date: 30.11.15

Operator: Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	0.0	0.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	9:54	14:19	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	6	61.44	61.44	73.52	67.17

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	11.38	2*35+42+3*50+3*62	3 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	278.02	16:04

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.24	16:30

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.22	16:30

Degassing 1	start	end
	16:30	16:37

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.01	16:48

Degassing 2	start	end
	16:48	16:58

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	4.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:59	16:59	17:05	17:07	17:22	01.12.15, 16:42

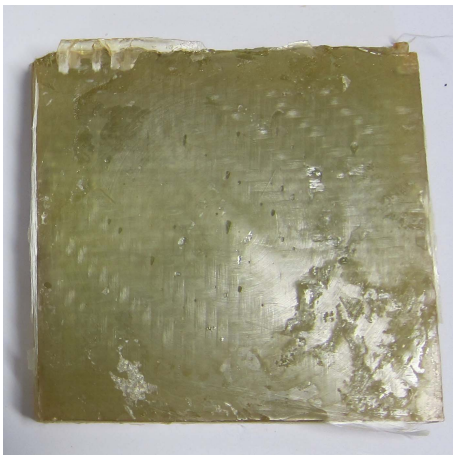
Scanned: False

Remarks: Operator forgot to input temperature and humidity data.

4 Multi-textile

Multi-textile Injected free
Multi-textile Injected free
Multi-textile Injected free

4.1 Multi-textile Injected free



Injected

Date: 11.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	20.9	23.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Conditioned injected (g)	V_f (%)
	8	0.0	-1.0	182.03	-1.0

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	297.6	16:05

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	16:07

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.23	16:07

Degassing 1	start	end
	16:08	16:25

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.06	16:26

Degassing 2	start	end
	16:27	16:38

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	2.5

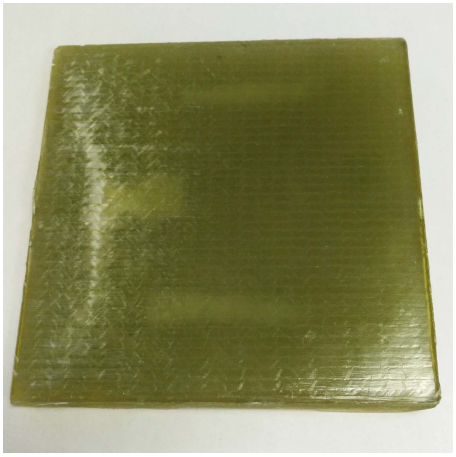
Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:40	16:45	16:46	17:16	17:32	12.12.15, 14:00

Scanned: False

Remarks: Textile layers stacked from the bottom up:

LI402 + TG09N3D + TG75N + TG54N3D + TG33N + TG10T60B + TG15N60B + TG10P60B

4.2 Multi-textile Injected free



Injected

Date: 07.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.0	41.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	8	0.0	0.0	0.0	0.0

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	299.6	9:13

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.18	9:16

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.26	9:17

Degassing 1	start	end
	9:18	9:58

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.08	9:59

Degassing 2	start	end
	10:00	10:07

Injection

Injection method peristaltic pump

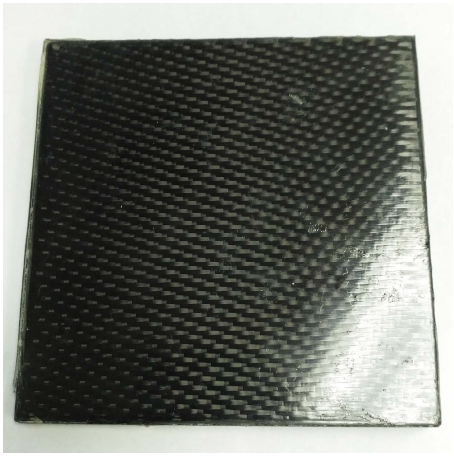
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	10:11	10:16	10:16	na	10:45	11.10.16, 11:07

Scanned: False

Remarks: 4 plies of E-TCX-2200-10 + tape marker + 4 plies of TCX L140

4.3 Multi-textile Injected free



Injected

Date: 11.10.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.9	23.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	8	0.0	0.0	0.0	0.0

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.19	16:23

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	16:25

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.21	16:28

Degassing 1	start	end
	16:30	16:45

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	1.99	16:48

Degassing 2	start	end
	16:50	17:02

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	17:03	17:10	17:11	17:43	17:47	12.10.16, 12:40

Scanned: False

Remarks: 4 plies of Sigmatex SC 622 72 70 + marker tape + 4 plies of Carbon NCF. Variable compression rate. Refer to the protocol for setup.

5 Saertex

Saertex Dry

Saertex Injected free

5.1 Saertex Dry




Dry

Date: 30.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	3	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	17.09	10.4	3.67

Scanned

Date 30.09.16

Operator Anna Madra

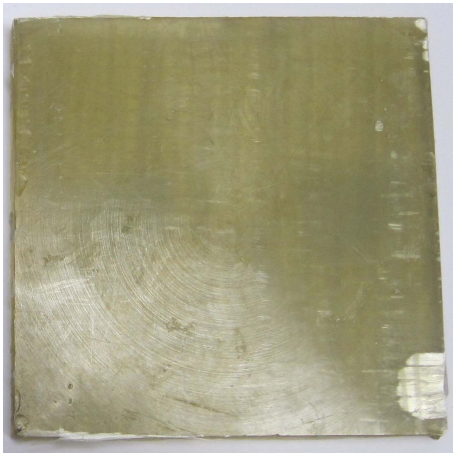
Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	9.34	True	False

Remarks: –

5.2 Saertex Injected free



Injected

Date: 12.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	22.0	0.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	5	47.93	47.93	146.71	16.33

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	298.0	15:09

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	15:11

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.21	15:12

Degassing 1	start	end
	15:13	15:28

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.22	15:29

Degassing 2	start	end
	15:30	15:45

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	17:17	17:25	17:25	18:07	18:11	13.08.16, 12:59

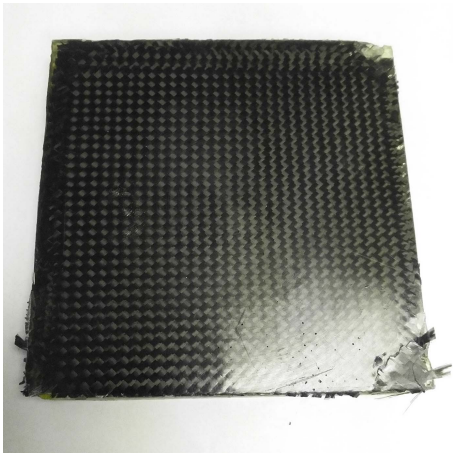
Scanned: False

Remarks: Malfunction of peristaltic pump. Leaks – further use of brass frings highly discouraged.

6 Sigmatex SC 622 72 70

Sigmatex SC 622 72 70 Injected free

6.1 Sigmatex SC 622 72 70 Injected free



Injected

Date: 05.12.16

Operator: Wei Huang

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.4	0.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	0	0.0	0.0	0.0	0.0

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	0	1 coats of sealer + 5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.0	15:15

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	15:18

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.22	15:21

Degassing 1	start	end
	15:23	15:39

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.06	15:41

Degassing 2	start	end
	15:43	15:59

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:00	16:09	16:10	16:46	16:49	12.12.16, 13:10

Scanned: False

Remarks: –

7 TC67N

TC67N Injected free

TC67N Injected free

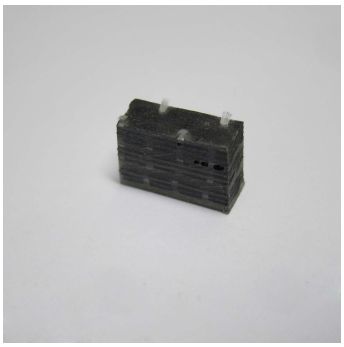
TC67N Injected free

TC67N Injected V_f=53.98%

TC67N Injected V_f=62.26%

TC67N Injected V_f=81.6%

7.1 TC67N Injected free


Injected

Date: 19.08.16

Operator: Wei Huang and Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	22.4	47.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	64.45	64.45	177.1	25.16

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.6	14:27

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.19	14:28

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.2	14:31

Degassing 1	start	end
	14:32	14:49

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	1.99	14:52

Degassing 2	start	end
	14:52	15:04

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	15:04	15:11	15:12	15:42	15:48	21.09.16, 15:10

Scanned

Date 23.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

Specimen	location	cutting method	available
	center	table saw	True

Scan parameters	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
	XT H 225	90	200	8.88	True	True

Scanned

Date 23.09.16

Operator Anna Madra

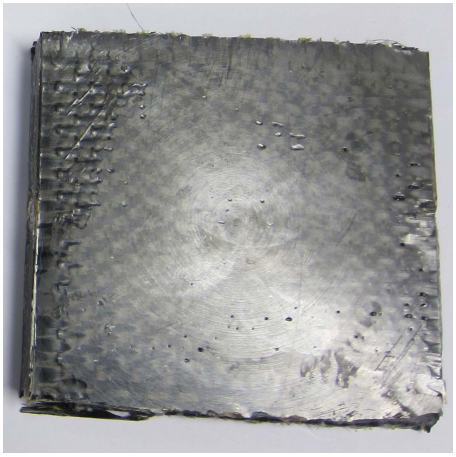
Institution École de technologie supérieure

Specimen	location	cutting method	available
	center	table saw	True

Scan parameters	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
	XT H 225	90	200	11.0	True	True

Remarks: Clamped 2x.

7.2 TC67N Injected free



Injected

Date: 04.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	Temperature (°C)	Humidity (%)
Environmental conditions	20.8	22.0

	start	end	temperature (°C)
Conditioning	11:05	15:15	40

	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
Reinforcement	4	88.49	88.46	199.1	31.97

	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
Mold	square, NVernet	0.0	na	4 coats of demolding agent

Resin preparation

	type	mass (g)	hour
Resin	Derakane	315.3	16:12

	type	mass (g)	hour
Accelerator	Cobalt	0.2	16:12

	type	mass (g)	hour
Inhibitor	Pentadiene	0.2	16:14

	start	end
Degassing 1	16:18	16:33

	type	mass (g)	hour
Catalyst	CHM50	2.02	16:35

Degassing 2	start	end
	16:36	16:46

Injection

Injection method peristaltic pump

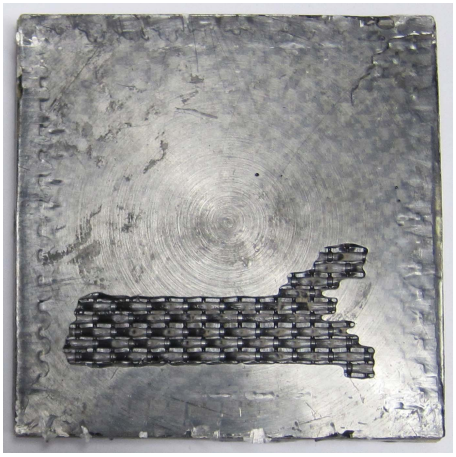
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:46	16:52	16:54	17:17	17:32	08.12.15, 12:58

Scanned: False

Remarks: No air bubbles coming out of the mold during injection. Thorougly hammered during demolding.

7.3 TC67N Injected free



Injected

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra and Mohammad Karaki

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.9	42.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	4	89.79	89.79	192.67	33.9

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	6 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	303.0	12:01

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.22	12:02

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.22	12:04

Degassing 1	start	end
	12:05	12:20

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.09	12:21

Degassing 2	start	end
	12:22	12:37

Injection

Injection method peristaltic pump

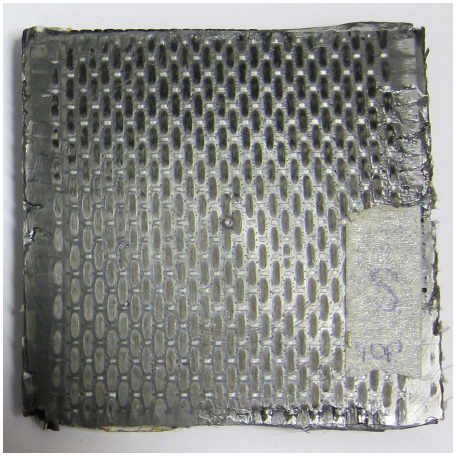
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	12:38	12:53	12:56	13:56	14:01	na

Scanned: False

Remarks: First use of the mold in a long time. Leak near the security valve.

7.4 TC67N Injected V_f=53.98%



Injected

Date: 02.12.15

Operator: Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.1	24.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	9:14	15:33	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	65.41	65.18	97.84	53.98

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	8.74	2*35+3*50+2*62	3 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.08	15:49

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.23	15:59

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.24	16:00

Degassing 1	start	end
	16:01	16:11

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.04	16:12

Degassing 2	start	end
	16:12	16:22

Injection

Injection method peristaltic pump

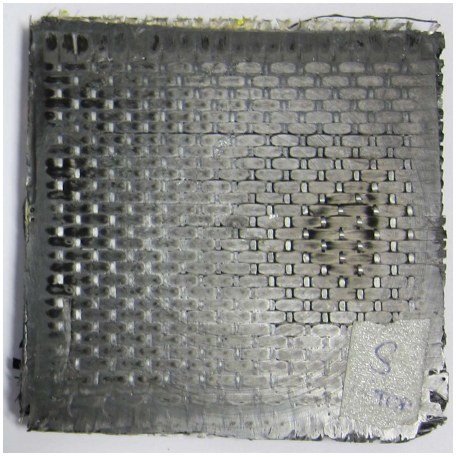
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:22	16:26	16:30	16:38	16:53	03.12.15, 14:16

Scanned: False

Remarks: –

7.5 TC67N Injected V_f=62.26%



Injected

Date: 03.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	20.8	22.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	8:44	14:01	37

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	65.0	65.05	88.22	62.26

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	9.4	2*42+2*50+3*62	4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	298.1	15:47

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.19	15:49

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.22	15:49

Degassing 1	start	end
	15:51	16:06

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.33	16:07

Degassing 2	start	end
	16:08	16:18

Injection

Injection method peristaltic pump

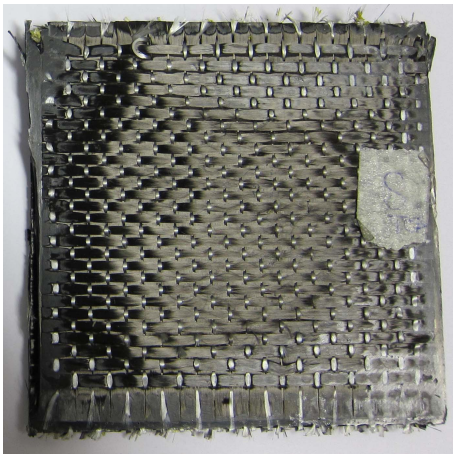
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:18	16:25	16:27	16:31	16:46	04.12.15, 15:15

Scanned: False

Remarks: –

7.6 TC67N Injected V_f=81.6%



Injected

Date: 08.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	Temperature (°C)	Humidity (%)
Environmental conditions	21.0	20.0

	start	end	temperature (°C)
Conditioning	8:12	12:14	40

	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
Reinforcement	3	65.96	65.96	74.7	81.6

	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
Mold	square, NVernet	10.16	2*32+3*50+3*62	5 coats of demolding agent

Resin preparation

	type	mass (g)	hour
Resin	Derakane	305.9	14:40

	type	mass (g)	hour
Accelerator	Cobalt	0.2	14:41

	type	mass (g)	hour
Inhibitor	Pentadiene	0.21	14:43

	start	end
Degassing 1	14:45	15:00

	type	mass (g)	hour
Catalyst	CHM50	2.03	15:02

Degassing 2	start	end
	15:03	15:13

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	4.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	15:13	15:13	15:20	15:25	15:35	09.12.15, 21:43

Scanned: False

Remarks: Thorougly hammered during demolding.

8 TCX L140

TCX L140 Dry

8.1 TCX L140 Dry



Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	2	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	15.76	11.91	1.99

Scanned

Date 22.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	False

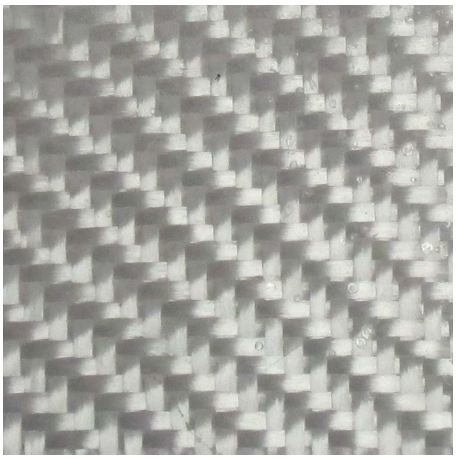
	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	9.33	True	True

Remarks: –

9 TG10P

TG10P Dry

9.1 TG10P Dry




Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	6	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	14.07	8.3	2.63

Scanned

Date 30.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

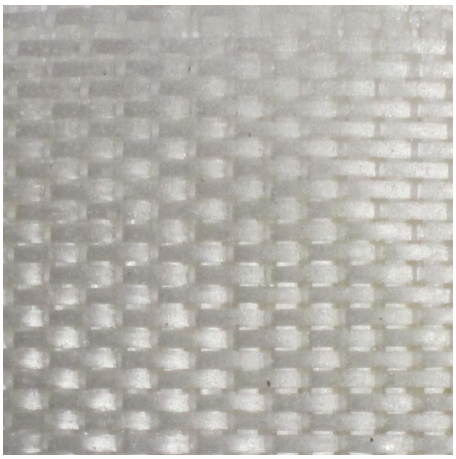
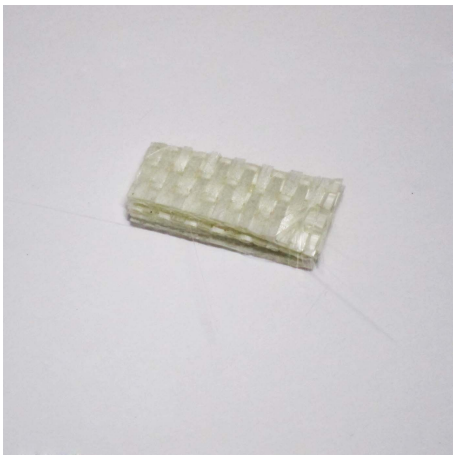
	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	7.97	True	False

Remarks: –

10 TG15N stitching

TG15N stitching Dry

10.1 TG15N stitching Dry

Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	5	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	16.94	11.56	4.43

Scanned

Date 30.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

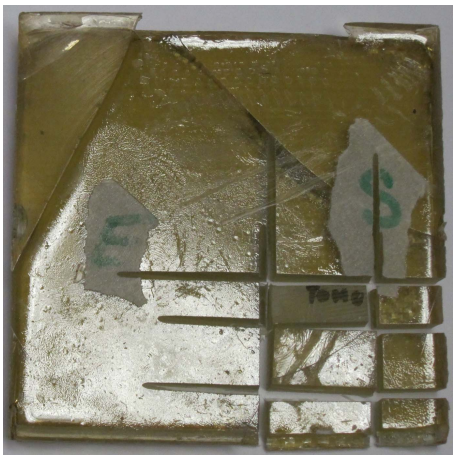
	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	9.34	True	True

Remarks: –

11 TG33N

TG33N Injected free

11.1 TG33N Injected free




Injected

Date: 16.09.16

Operator: Anna Madra and Wei Huang

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)	
	21.9	31.0	

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	8	24.8	24.8	133.35	8.42

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	299.9	12:31

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.2	12:32

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.22	12:34

Degassing 1	start	end
	12:35	12:50

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.08	12:52

Degassing 2	start	end
	12:53	13:03

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	13:04	13:11	13:12	13:44	13:49	19.09.16, 9:20

Scanned

Date 23.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

Specimen	location	cutting method	available
	center	table saw	True

Scan parameters	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
	XT H 225	90	200	8.08	True	True

Remarks: Clamped once for 1 min.

12 TG75N

TG75N Dry

12.1 TG75N Dry

Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	1	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	16.73	12.71	1.42

Scanned

Date 26.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	False

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	9.34	True	True

Remarks: –

13 TG96N60E

TG96N60E Dry

TG96N60E Injected free

TG96N60E Injected V_f=40.32%

TG96N60E Injected V_f=50.26%

TG96N60E Injected V_f=50.6%

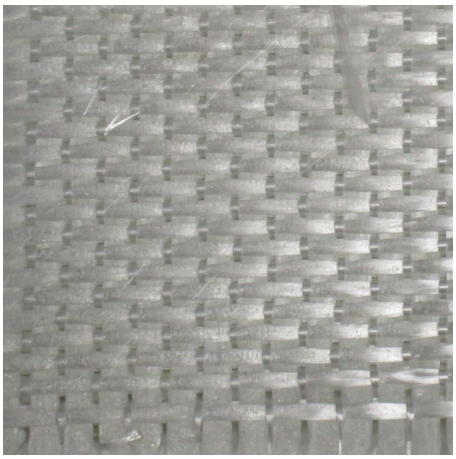
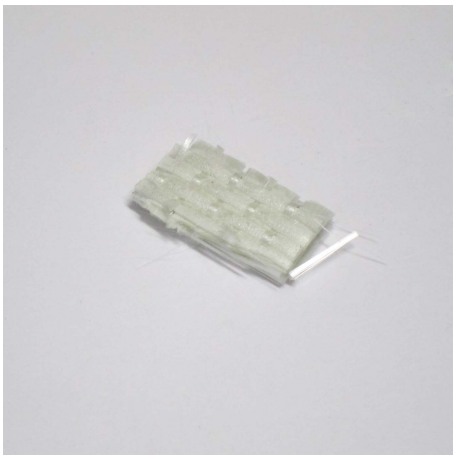
TG96N60E Injected V_f=52.25%

TG96N60E Injected V_f=54.53%

TG96N60E Injected V_f=61.78%

TG96N60E Injected V_f=84.33%

13.1 TG96N60E Dry

Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	1	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	16.6	12.57	2.67

Scanned

Date 22.09.16

Operator Anna Madra

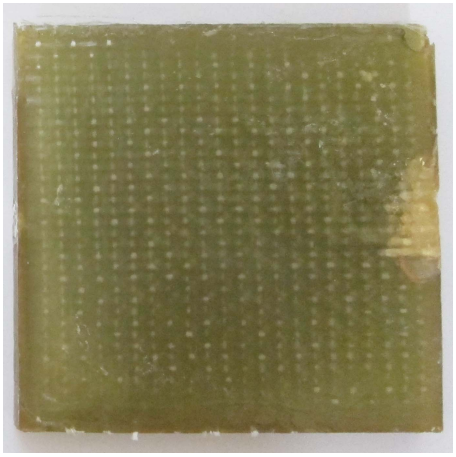
Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	9.49	True	True

Remarks: –

13.2 TG96N60E Injected free



Injected

Date: 12.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.0	22.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	10:25	15:04	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	4	127.03	126.97	240.46	31.04

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	298.0	14:47

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.19	14:49

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.23	14:49

Degassing 1	start	end
	14:50	15:06

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	1.94	15:07

Degassing 2	start	end
	15:08	15:18

Injection

Injection method peristaltic pump

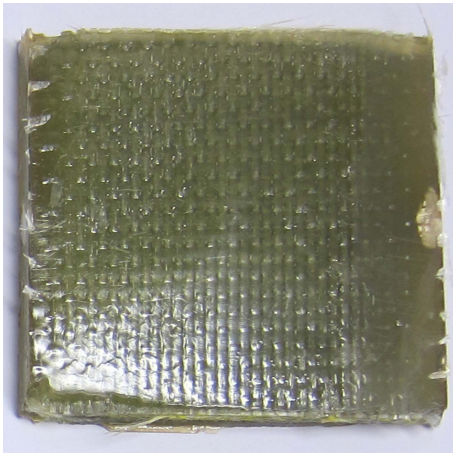
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	2.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	15:19	15:23	15:26	16:07	16:22	13.12.15, 15:50

Scanned: False

Remarks: Reinforcement fresh from the oven, still warm.

13.3 TG96N60E Injected V_f=40.32%



Injected

Date: 01.11.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.0	22.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	5	158.2	158.2	252.4	40.32

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	3 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	404.03	17:30

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.33	17:35

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.39	17:37

Degassing 1	start	end
	17:38	18:00

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.62	18:03

Degassing 2	start	end
	18:04	18:14

Injection

Injection method peristaltic pump

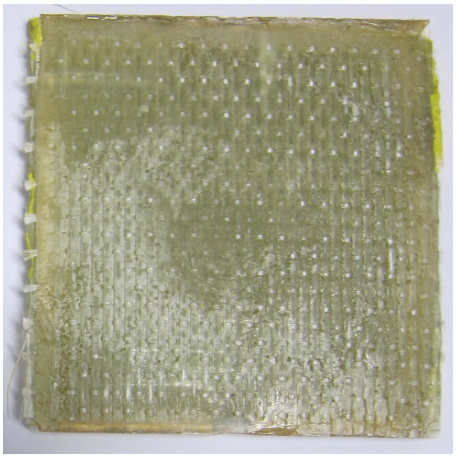
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	3.5	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	18:15	18:15	18:26	18:58	18:58	02.11.15, na

Scanned: False

Remarks: –

13.4 TG96N60E Injected V_f=50.26%



Injected

Date: 04.11.15

Operator: Anna Madra and Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	20.9	23.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	93.89	93.89	131.27	50.26

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	3 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	303.0	17:06

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	17:07

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.21	17:09

Degassing 1	start	end
	17:10	17:33

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.23	17:36

Degassing 2	start	end
	17:36	17:46

Injection

Injection method peristaltic pump

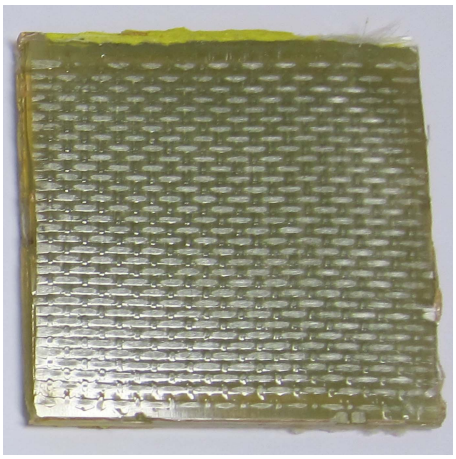
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	8.0	2.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	17:47	17:55	17:55	18:12	18:18	06.11.15, 8:26

Scanned: False

Remarks: The security vent was used to evacuate air bubbles that appeared due to high approach speed.

13.5 TG96N60E Injected V_f=50.6%



Injected

Date: 06.11.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.3	43.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	94.3	94.3	131.33	50.6

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	303.0	10:31

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.19	10:32

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.23	10:34

Degassing 1	start	end
	10:34	10:50

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.2	10:51

Degassing 2	start	end
	10:54	11:05

Injection

Injection method peristaltic pump

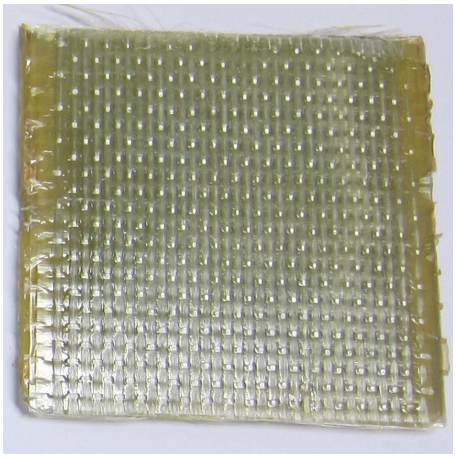
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	5.0	3.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	11:05	11:17	11:19	11:32	11:37	na

Scanned: False

Remarks: Operator forgot to put the demolding date.

13.6 TG96N60E Injected V_f=52.25%



Injected

Date: 03.11.15

Operator: Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.1	30.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	4	94.04	94.04	128.62	52.25

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	8.23	4*50+2*62	4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	396.14	16:30

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.34	16:33

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.35	16:34

Degassing 1	start	end
	16:35	16:45

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.8	16:47

Degassing 2	start	end
	16:47	16:57

Injection

Injection method peristaltic pump

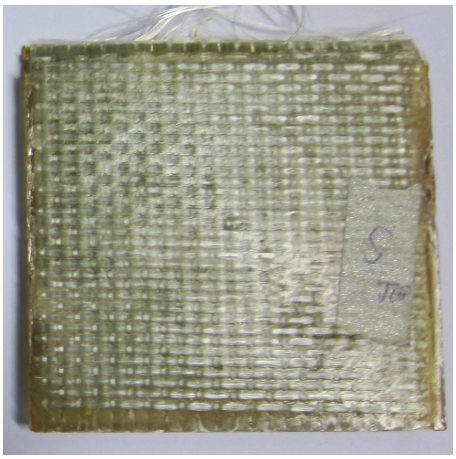
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	7.0	7.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	17:00	17:00	17:06	17:13	17:23	na

Scanned: False

Remarks: Operator forgot to put the demolding date.

13.7 TG96N60E Injected V_f=54.53%



Injected

Date: 13.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	20.9	20.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	10:49	16:49	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	95.04	95.01	126.88	54.53

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	8.82	35+3*42+3*62	4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.8	16:24

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.24	16:25

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.2	16:25

Degassing 1	start	end
	16:27	16:43

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.08	16:46

Degassing 2	start	end
	16:47	16:55

Injection

Injection method peristaltic pump

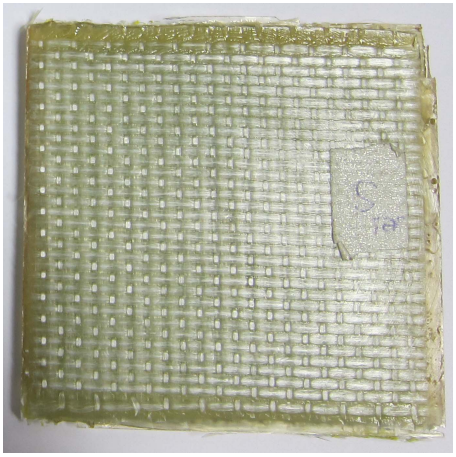
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	2.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:59	17:03	17:05	17:14	17:29	14.12.15, 16:40

Scanned: False

Remarks: Reinforcement still hot straight from the oven.

13.8 TG96N60E Injected V_f=61.78%



Injected

Date: 10.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.3	24.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	15:35	19:42	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	95.48	95.4	119.14	61.78

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	9.53	32+35+2*42+2*50+2*62	5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.6	19:27

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.22	19:29

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.2	19:31

Degassing 1	start	end
	19:31	19:5

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.0	19:45

Degassing 2	start	end
	19:47	19:57

Injection

Injection method peristaltic pump

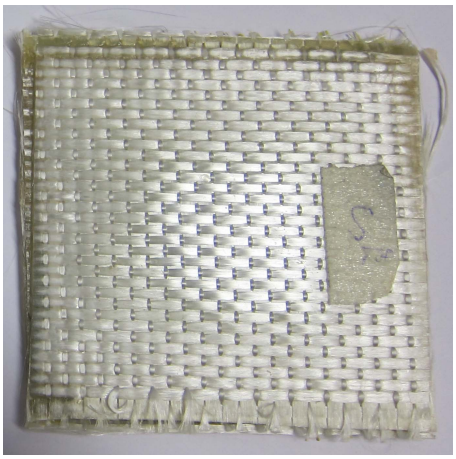
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	4.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	19:58	19:58	20:04	20:08	20:23	11.12.15, 15:11

Scanned: False

Remarks: Reinforcement still warm – no degassing after the oven.

13.9 TG96N60E Injected V_f=84.33%



Injected

Date: 09.12.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	20.8	21.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	17:49	22:06	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	95.72	95.65	102.8	84.33

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	10.36	2*32+2*35+3*50+2*62	5 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.0	22:21

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.2	22:22

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.32	22:23

Degassing 1	start	end
	22:24	22:41

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.58	22:42

Degassing 2	start	end
	22:45	22:55

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	4.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	22:56	22:56	23:04	23:07	23:22	10.12.15, 17:25

Scanned: False

Remarks: –

14 TG96N60I

TG96N60I Dry

TG96N60I Injected free

TG96N60I Injected free

TG96N60I Injected V_f=51.89%

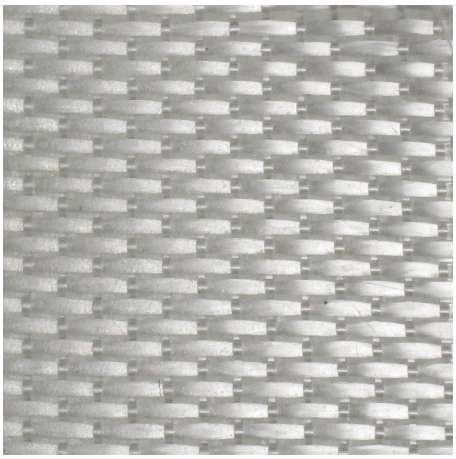
TG96N60I Injected V_f=52.2%

TG96N60I Injected V_f=53.43%

TG96N60I Injected V_f=61.42%

TG96N60I Injected V_f=75.94%

14.1 TG96N60I Dry




Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	1	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	15.19	10.93	2.74

Scanned

Date 23.09.16

Operator Anna Madra

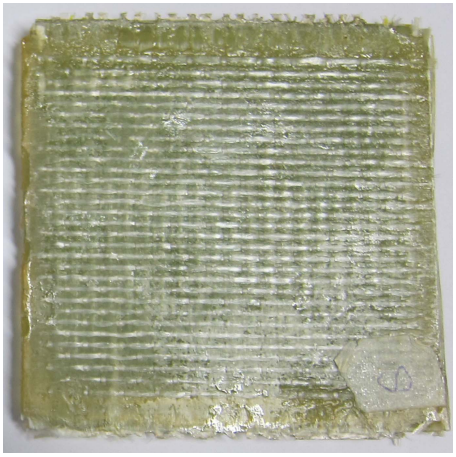
Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	8.65	True	True

Remarks: –

14.2 TG96N60I Injected free



Injected

Date: 10.11.15

Operator: Anna Madra and Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.3	25.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	-1.0	-1.0	125.98	-1.0

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	301.9	18:07

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.19	18:09

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.19	18:10

Degassing 1	start	end
	18:11	18:27

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.02	18:29

Degassing 2	start	end
	18:29	18:40

Injection

Injection method peristaltic pump

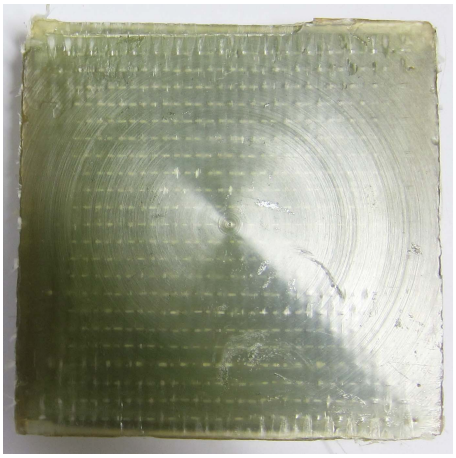
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	2.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	18:41	18:48	18:53	19:14	19:20	11.11.15, 19:20

Scanned: False

Remarks: –

14.3 TG96N60I Injected free



Injected

Date: 24.11.15

Operator: Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.0	20.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	8:05	15:55	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	5	127.35	127.35	256.08	28.47

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	345.88	16:08

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.28	16:09

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.27	16:11

Degassing 1	start	end
	16:12	16:22

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	3.2	16:22

Degassing 2	start	end
	16:24	16:34

Injection

Injection method peristaltic pump

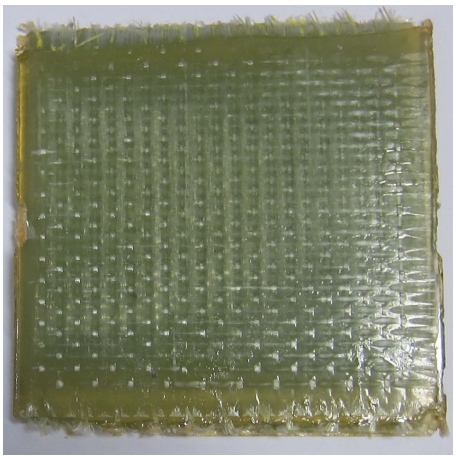
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	6.0	3.5

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:35	16:40	16:43	17:25	17:34	25.11.15, 13:09

Scanned: False

Remarks: –

14.4 TG96N60I Injected V_f=51.89%



Injected

Date: 19.11.15

Operator: Anna Madra and Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.5	33.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	8:12	12:17	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	89.36	89.34	122.66	51.89

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	8.81	35+3*42+3*62	2 coats of sealer + 4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	300.1	12:08

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	12:09

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.22	12:11

Degassing 1	start	end
	12:12	12:28

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.0	12:29

Degassing 2	start	end
	12:30	12:40

Injection

Injection method peristaltic pump

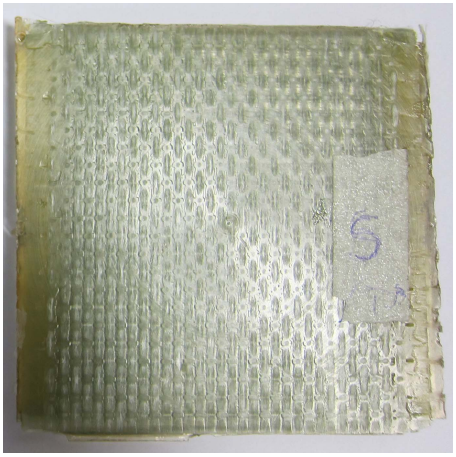
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	12:41	12:52	12:55	13:13	13:18	20.11.15, 13:49

Scanned: False

Remarks: Conditioned 3 times in the oven prior to injection. Included information pertaining to the last one.

14.5 TG96N60I Injected V_f=52.2%



Injected

Date: 25.11.15

Operator: Samuel StMarie

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	20.9	20.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	8:43	15:08	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	91.68	91.1	124.66	52.2

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	9.53	35+32+2*42+2*50+2*62	4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	293.3	14:57

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.26	15:06

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.27	15:07

Degassing 1	start	end
	15:09	15:19

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	3.03	15:20

Degassing 2	start	end
	15:23	15:33

Injection

Injection method peristaltic pump

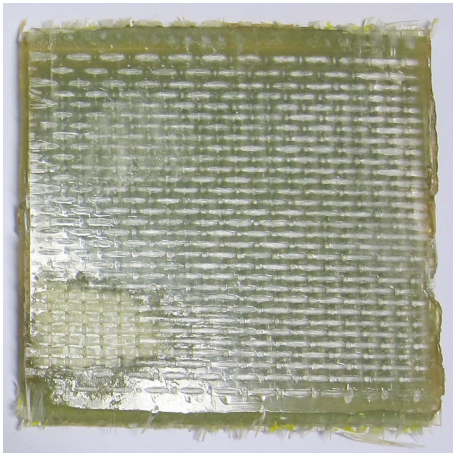
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	15:34	15:42	15:45	15:58	16:22	26.11.15, 13:23

Scanned: False

Remarks: Mold joint wrongly insertted. In the result the reinforcement wasn't well compressed.

14.6 TG96N60I Injected V_f=53.43%



Injected

Date: 09.11.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.6	74.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	na	na	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	91.6	91.75	123.92	53.43

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	0.0	na	1 coats of sealer + 4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	305.5	11:28

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	11:29

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.23	11:30

Degassing 1	start	end
	11:32	11:49

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.0	11:51

Degassing 2	start	end
	11:52	12:02

Injection

Injection method peristaltic pump

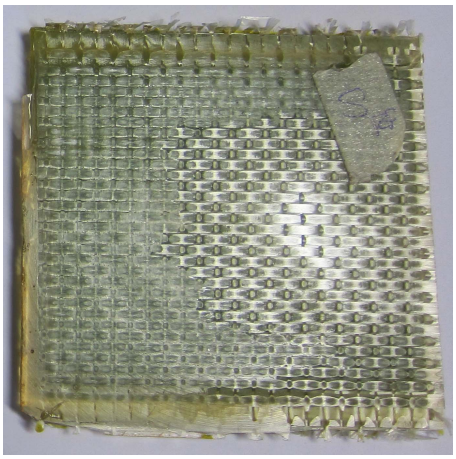
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	2.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	12:03	12:10	12:13	12:32	12:38	10.11.15, 14:55

Scanned: False

Remarks: Conditioning in high humidity. Over 74

14.7 TG96N60I Injected V_f=61.42%



Injected

Date: 20.11.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.3	21.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	8:31	15:53	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	90.62	90.57	113.46	61.42

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	9.53	32+35+2*42+2*50+2*62	1 coats of sealer + 4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	303.2	16:02

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.19	16:04

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.21	16:06

Degassing 1	start	end
	16:07	16:24

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.08	16:26

Degassing 2	start	end
	16:26	16:36

Injection

Injection method peristaltic pump

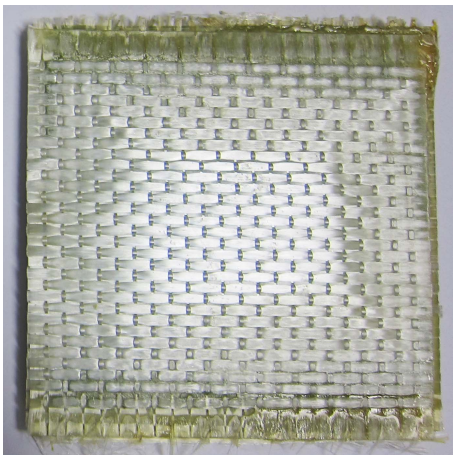
Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	16:37	16:44	16:50	17:05	17:15	23.11.15, 12:20

Scanned: False

Remarks: Too thin tube and wrong compression rings caused leaks. Safety tube diameter was too small to block some air bubbles.

14.8 TG96N60I Injected V_f=75.94%



Injected

Date: 23.11.15

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

Environmental conditions	Temperature (°C)	Humidity (%)
	21.1	20.0

Conditioning	start	end	temperature (°C)
	8:12	12:35	40

Reinforcement	No. of plies	Initial mass (g)	Conditioned mass (g)	Injected mass (g)	V_f (%)
	3	91.21	91.22	102.85	75.94

Mold	Type	Shim height (mm)	Shim combination	Mold preparation
	square, NVernet	10.36	2*32+2*35+3*50+2*62	1 coats of sealer + 4 coats of demolding agent

Resin preparation

Resin	type	mass (g)	hour
	Derakane	302.1	14:06

Accelerator	type	mass (g)	hour
	Cobalt	0.21	14:07

Inhibitor	type	mass (g)	hour
	Pentadiene	0.24	14:09

Degassing 1	start	end
	14:10	14:26

Catalyst	type	mass (g)	hour
	CHM50	2.03	14:27

Degassing 2	start	end
	14:28	14:38

Injection

Injection method peristaltic pump

Pump speed	Approach (#)	Injection (#)
	4.0	3.0

Timeline	Injection start	Injection speed hour	Mold enter	Mold exit	Injection end	Demolding
	14:39	14:47	14:50	14:55	15:06	24.11.15, 13:22

Scanned: False

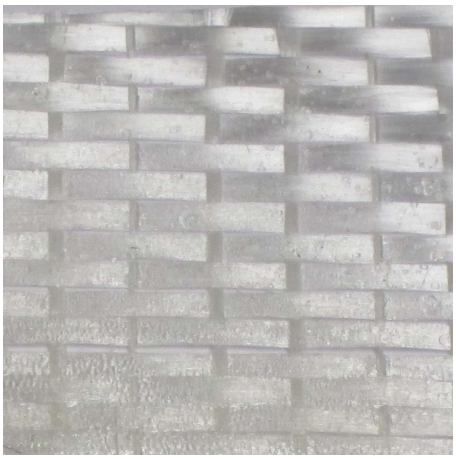
Remarks: Some leaks from safety loop connector. After demolding put into oven at 40C at 10:54 to 11:51. Resin still not completely cured.

15 TISSA

TISSA Dry

TISSA Dry

15.1 TISSA Dry



Dry

Date: 01.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	4	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	17.62	12.52	2.09

Scanned

Date 26.09.16

Operator Anna Madra

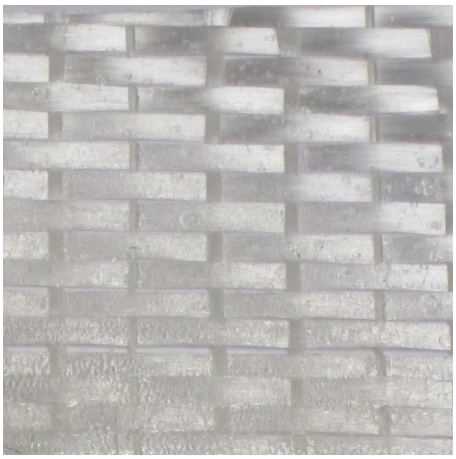
Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	False

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	9.34	True	True

Remarks: –

15.2 TISSA Dry




Dry

Date: 02.09.16

Operator: Anna Madra

Institution: École Polytechnique de Montréal

General information

	No. of plies	Mass (g)	Fixing
Reinforcement	8	0.0	glue

	Height (mm)	Width (mm)	Thickness (mm)
Dimensions	12.59	6.75	3.94

Scanned

Date 30.09.16

Operator Anna Madra

Institution École de technologie supérieure

	location	cutting method	available
Specimen	center	scissors	True

	machine	voltage (keV)	current (mA)	resolution (μm)	sinograms	tomograms
Scan parameters	XT H 225	80	200	6.92	True	True

Remarks: –