

# Quantification à partir d'images microtomographiques 3D de la structure des mousses solides

Abdelmajid ELMOUTAOUAKKIL<sup>1,2</sup>, Françoise PEYRIN<sup>1,2</sup>, Gilbert FUCHS<sup>3</sup>.

<sup>1</sup>ESRF ID19, B.P. 220 38043 Grenoble cedex, France - elmou@esrf.fr

<sup>2</sup>CREATIS UMR-CNRS-5515 INSA, Bat. 502, 69621 Villeurbanne cedex, France

<sup>3</sup>ATOFINA, CRRA, Rue Henri Moissan, 69493 Pierre-Bénite Cedex, France

**Résumé** - L'objectif de ce travail est de proposer une méthode de quantification des structures poreuses de mousses solides à partir d'images tomographiques à très haute résolution. Nous avons imagé des mousses polymères directement en 3D grâce à une technique de microtomographie par rayonnement synchrotron avec une résolution spatiale de 6.65 microns. Après la phase d'acquisition, des paramètres quantitatifs tels que l'épaisseur des parois de la matrices et le diamètre des bulles d'air doivent être mesurés. Nous comparons pour cela trois approches différentes : par ouverture, par épaisseur locale et par la méthode des sécantes (MIL). Ceci permet de valider les résultats des différentes méthodes. Cette quantification a été appliquée à la mesure sur image 3D des variations dues au changement de température dans le procédé de fabrication des mousses polymères.

**Abstract** – The topic of this paper is to propose a technique for quantifying solid foam structures from synchrotron X-ray microtomographie. Polymer foams samples were imaged in 3D with a spatial resolution of 6.65 microns. We especially studied the measure of the thickness of walls and the equivalent diameter of bubbles. For this purpose three methods were used. The first one is an opening analysis, the second one relies on a local thickness method and the third one uses the mean intercept length approach (MIL). This parameterization was applied to quantify the structural changes due to the variation of temperature when making polymer foam samples. The results of the three methods were then compared and validated.

## 1. Introduction

Nous proposons une approche quantitative pour la caractérisation de la structure de mousses polymères reposant sur l'analyse d'images obtenues en microtomographie par rayonnement synchrotron [1]. Cette nouvelle technique permet une investigation non destructive et haute résolution des mousses solides. Elle permet une évaluation qualitative, mais aussi une caractérisation quantitative à partir de paramètres tridimensionnels extraits des structures imagées. Dans ce papier, nous mettons en œuvre une quantification des épaisseurs de la structure et analysons son évolution au cours d'un procédé de fabrication.

Après une description de la microtomographie par rayonnement synchrotrons et des conditions de l'acquisition des échantillons, nous décrivons trois méthodes de calcul du diamètre des cellules (bulles d'air) et de l'épaisseur des parois de la matrice (parois intercellulaires). Nous donnons ensuite les résultats des mesures de ces épaisseurs sur les trois mousses correspondant à trois températures de fabrication des mousses polymères. Nous profitons de cette application pour comparer les trois approches de calcul de l'épaisseur, et analysons l'effet de la température sur les diamètres des cellules et l'épaisseur des parois intercellulaire.

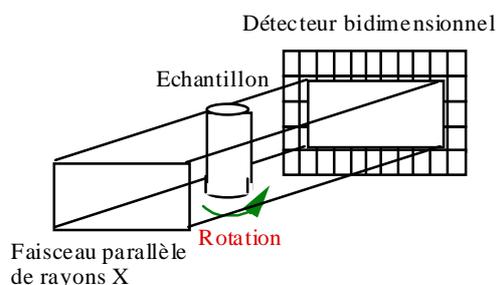


FIG. 1 : Principe de la microtomographie rayonnement synchrotron.

## 2. Matériel et Méthodes

### 2.1 Acquisition des échantillons

La tomographie est une alternative intéressante à la microscopie [2] pour l'analyse de la microstructure dans divers matériaux. C'est une technique qui fournit des images tridimensionnelles avec une résolution spatiale qui peut être inférieure au micromètre. La tomographie (figure 1) est basée sur des mesures de transmissions d'un faisceau de rayons X monochromatique à travers un échantillon sous toute une série d'incidences entre 0 et  $\pi$ . On acquiert ainsi un grand nombre de radiographies 2D sur un détecteur bidimensionnel à base de matrice CCD. Les projections ainsi obtenues

permettent de retrouver l'image 3D de l'échantillon (figure2) par une reconstruction par rétroprojection filtrée.

Trois échantillons de mousses, correspondant à trois températures de fabrication (T1, T2 et T3) ont été imagés par cette technique de microtomographie sur la ligne ID19 de l'ESRF de Grenoble. Les images 3D obtenues sont composées de  $660^3$  voxels (taille de voxel est de 6.65 microns). La taille effective de la structure en x et en y à l'intérieur des volumes varie autour de 400 voxels. La taille en z étant fixée à 660 voxels pour tous les échantillons. Les images 3D ont été recadrés entre 0 et 255 niveaux de gris. La figure 2 représente un rendu 3D du volume de la mousse de l'échantillon ECH\_T1 fabriquée à la température T1.

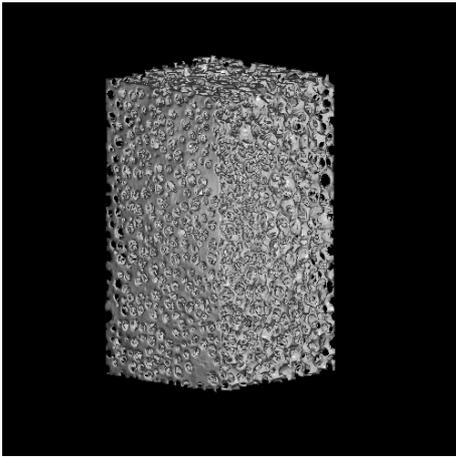


FIG. 2 : Rendu 3D du volume reconstruit d'une mousse polymère.

## 2.2 Segmentation et paramétrisation

### 2.2.1 Segmentation

Les images 3D des trois mousses ont été segmentés par un seuillage simple autour du niveau de gris 130 (figure 3) pour extraire la matrice et les cellules par inversion d'image. Nous avons testé par ailleurs d'autres techniques comme le seuillage par hystérésis et par chapeau haut de forme. Mais il nous a semblé suffisant de se contenter d'un seuillage simple.

Le but de la paramétrisation est de mesurer l'épaisseur moyenne de la matrice et d'appréhender sa distribution, et de même pour le diamètre équivalent des cellules. A cet effet, nous avons confronté trois techniques différentes.

### 2.2.2 Analyse par ouverture

La première méthode est une analyse par ouverture généralisée en 3D. Elle consiste à effectuer des opérations d'ouverture morphologique successives [3] et à calculer le volume de la structure restante, ce qui permet de remonter à la distribution volumique de l'épaisseur. En effet les objets qui disparaissent à un nombre d'ouverture N donné sont identifiés par leur rayon équivalent N (N multiplié par deux et par la taille du voxel fournit le diamètre réel des cellules) et leur taille globale est obtenue par la différence entre la taille

des objets présents sur le volume correspondant à N-1 ouvertures et celle calculée sur le volume après N ouvertures.

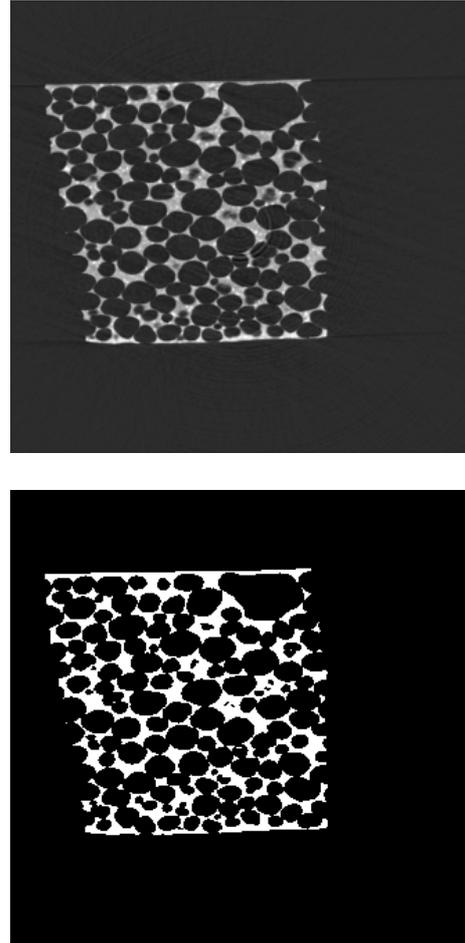


FIG. 3 : Coupes tomographiques avant (a) et après (b) segmentation

### 2.2.3 Epaisseur locale

La deuxième méthode se base sur le calcul de l'épaisseur locale définie en chaque point de la structure par la méthode des sphères maximales. Cette définition de l'épaisseur a été proposée par Hilberbrand et Rügsegger [4] dans le contexte d'études de l'architecture osseuse.

L'épaisseur locale  $\tau(p)$  pour un objet  $\Omega \in R^3$  est défini par :

$$\tau(p) = 2 \times \max \{r | p \in sph(x, r) \subseteq \Omega, x \in \Omega\} \quad (1)$$

où  $sph(x,r)$  est une boule de centre x et de rayon r.

$\tau(p)$  est donc le diamètre maximum des sphères incluses dans  $\Omega$  et contenant p.

Cette méthode permet d'obtenir en chaque point de la matrice ou des cellules, l'épaisseur locale de la structure. Le calcul repose le calcul de la carte des distances des structures segmentées du volume. Celle-ci est obtenue de façon itérative en utilisant des distances discrètes définies dans un masque  $3 \times 3 \times 3$ , ce qui a l'avantage de permettre de manipuler des

tableaux entiers [5]. Notre choix a porté sur la distance de Chanfrein qui est la plus proche de la distance euclidienne.

### 2.2.4 Analyse par MIL 3D

La troisième méthode, appelée Mean Intercept Length (MIL), est dérivée de la stériorologie et repose sur le calcul du nombre d'intersections entre le volume et un faisceau de droites parallèles lancées suivant des directions différentes [6]. Le calcul de l'épaisseur avec cette dernière méthode est ensuite estimé à partir d'un modèle à priori des structures, supposé être de type 'plaque' pour la matrice et de type 'sphère' pour les cellules.

## 3. Résultats et discussions

A partir de chaque volume de mousse d'une température donnée (ECH\_T1, ECH\_T2 ou ECH\_T3), nous avons extrait trois zones d'intérêt d'une mêmes taille significative de  $(2.2 \text{ mm})^3$  [7]. Nous avons appliqué donc les différents traitements et analyses aux neuf volumes ainsi obtenus.

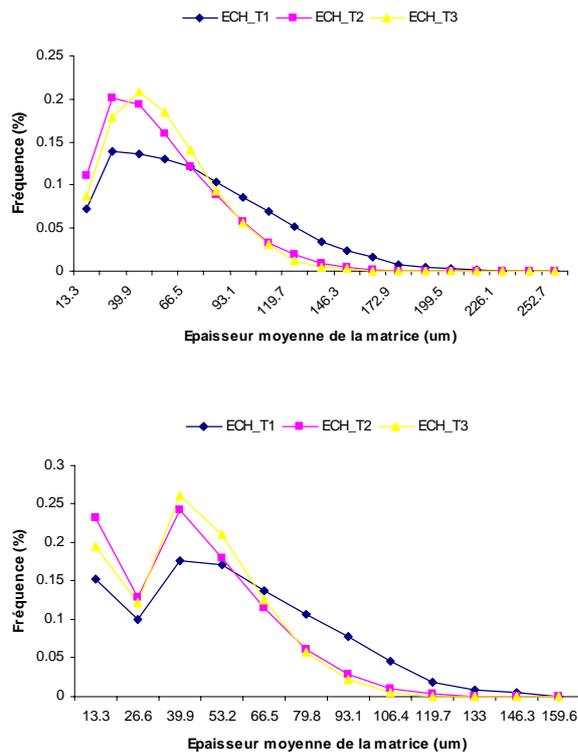


FIG. 4 : Distribution de l'épaisseur de la matrice par ouverture (a) et par épaisseur locale (b).

### 3.1.1 Analyse de l'épaisseur la matrice

Nous commençons, dans ce paragraphe, par montrer la distribution de l'épaisseur de la matrice obtenue par analyse par ouverture (figure 4a) et par épaisseur locale (figure 4b). L'analyse par MIL ne fournit pas de distribution et donne uniquement l'épaisseur moyenne globale. Les trois échantillons présentent le même type de distribution. Les résultats obtenus par analyse par ouverture présentent la même tendance que pour l'analyse par épaisseur locale.

La figure 5 représente l'évolution de l'épaisseur moyenne de la matrice calculée avec les trois méthodes d'analyse. Nous remarquons que les variations obtenues en fonction de la température sont homogènes lorsque l'on compare les différentes analyses. La sensibilité de l'épaisseur de la matrice à la température est de 30% pour l'analyse par ouverture, et de 25% pour l'épaisseur locale, tandis que pour l'analyse par MIL cette sensibilité est de 20%. Au niveau des valeurs absolues, les ordres de grandeurs fournis par l'analyse par ouverture et l'épaisseur locale sont proches de ceux de la littérature [8], contrairement au MIL qui présente une sous estimation des valeurs.

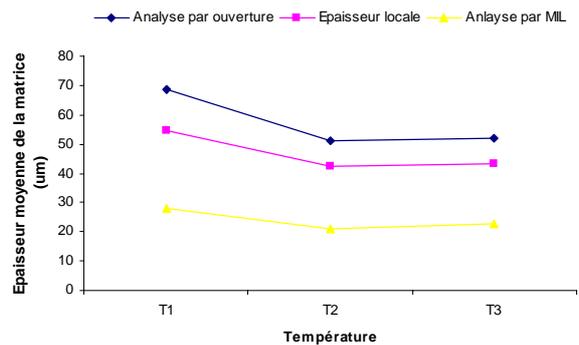


FIG. 5 : Evolution de l'épaisseur de la matrice en fonction de la température pour les trois analyses.

### 3.1.2 Analyse du diamètre des cellules

Les mêmes méthodes ont été appliquées au négatif du volume afin d'analyser la distribution du diamètre des cellules. Les figures 6a et 6b représentent respectivement les résultats obtenus par l'analyse par ouverture et par épaisseur locale. Nous comparons ensuite l'évolution du diamètre moyen des cellules pour les 3 analyses dans la figure 7. La tendance de la distribution du diamètre des cellules est gaussienne autour de la moyenne, et les deux analyses, par ouverture et par épaisseur locale, sont comparables.

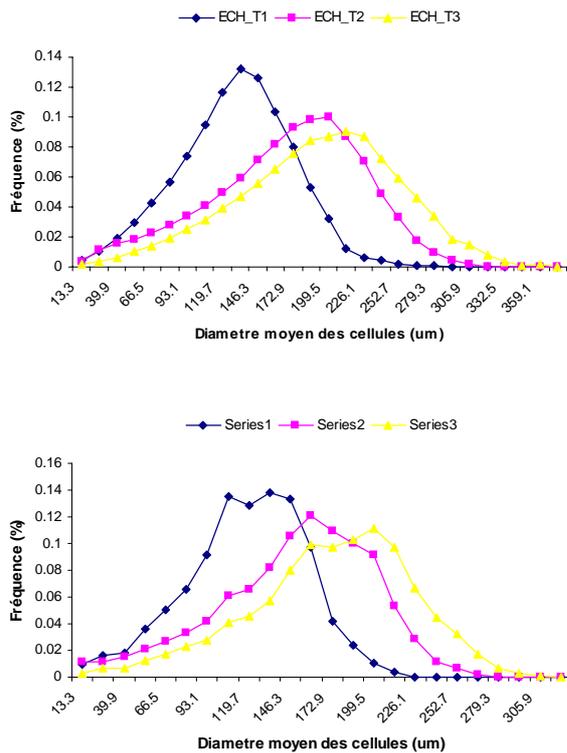


FIG. 6 : Distribution du diamètre des cellules par ouverture (a) et par épaisseur locale (b).

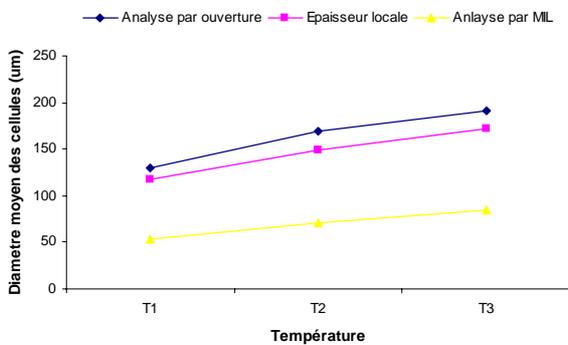


FIG. 7 : Evolution du diamètre des cellules en fonction de la température pour les trois analyses.

Nous remarquons, sur la figure 7, que les variations du diamètre des cellules en fonction de la température sont pratiquement linéaires et de même tendance pour les trois analyses. La sensibilité du diamètre moyen des cellules à la température de 40% pour l'analyse par ouverture, et de 35% pour l'épaisseur locale. Cette grandeur est de 45% pour l'analyse par MIL 3D, mais cette valeur est artificiellement élevée par la sous estimation du MIL de la valeur réelle du diamètre moyen des cellules contrairement au deux autres analyses [9].

Nous pouvons noter aussi que l'évolution en fonction de la température est plus importante pour le diamètre des cellules que pour l'épaisseur de la matrice quelle que soit l'analyse.

## 4. Conclusion

En conclusion, nous avons montré dans ce papier qu'il était possible d'extraire des informations quantitatives à partir d'images 3D acquises en microtomographie par rayonnement synchrotron. Les épaisseurs des structures ont été calculées par trois techniques différentes. Les résultats en terme de tendance de la distribution et en terme d'évolution avec la température sont semblables. Les valeurs absolues, par contre, diffèrent entre les trois analyses. L'analyse par MIL semble se détacher des deux autres analyses par une sous estimation des valeurs de l'épaisseur. Ceci peut être expliqué par le fait que cette méthode n'est pas directe puisqu'elle repose sur un modèle uniforme de plaque ou de cylindres qu'il est difficile de connaître a priori.

## Références

- [1] M. SALOME, F. PEYRIN, P. CLOETENS, C. ODET, A.M. LAVAL-JEANTET, J. BARUCHEL, P. SPANNE, A synchrotron radiation microtomography system for the analysis of trabecular bone samples, *Med. Phys.* 26(10), p. 2194, Oct. 1999.
- [2] L. M. Matuana, C. B. Parck, J. J. Balatinez, Cell morphology and property relationships of microcellular foamed Pvc/Wood fibre composites, *Poly. Engng. Sci.* 38(11), p. 1862, Nov 1998.
- [3] M. COSTER, J.L. CHERMANT, *Précis d'Analyse d'Images*, Paris : Edition du CNRS, p 382-384. Sept 1985.
- [4] T. HILDEBRAND, P. RÜEGSEGG, A new method for the model-independent assessment of thickness in three-dimensional images, *Journal of microscopy*, Vol.185, Pt 1, pp 67-75, January 1997
- [5] F. PEYRIN, A. BONNASSIE, D. ATTALI, A. ELMOUTAOUAKKIL, E. MARTIN-BADOSA, Measurements of 3D local shape features from three-dimensional high resolution bone images, 14th Bone Densitometry Workshop, Warnemünde, Germany, 3-7 Sept., In: *Osteoporos Int*, P89, p. S45, 2000.
- [6] C. A. SIMMONS, J. A. HIPPEL, Method-based differences in the automated analysis of the three-dimensional morphology of trabecular bone, *Journal of Bone and Mineral Research*, vol 12, n 6, p 942-947, 1997.
- [7] A.J. WILSON (ed.), "Foams: physics, chemistry and structure" Springer series in applied biology, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 233 p. 1989.
- [8] A. ELMOUTAOUAKKIL, F. PEYRIN, G. FUCHS, Structure 3D de mousses solides de polymères : analyse morphologique quantitative par microtomographie X, 7<sup>ème</sup> Journée de la Matière Condensée de la Société Française de Physique, Poitiers, p 645, 2000.