Numéro d'ordre : **4355** Année 2009

Thèse

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

par

Mohamed DIMASSI

en vue de l'obtention du titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LILLE I

Spécialité : Automatique et Informatique Industrielle

Discipline : Automatique

Modélisation de la structure poreuse du non-tissé par des techniques de calcul avancé

27 Mars 2009

JURY

Christian VASSEUR	Professeur, Université de Lille 1	Président du jury
Michel NARDIN	Directeur de Recherche à l'Institut de Sciences des Matériaux de Mulhouse, CNRS LRC-7228	Rapporteur
Rachid HARBA	Professeur à l'Institut Polytechnique d'Orléans – Université d'Orléans	Rapporteur
Xianyi ZENG	Professeur, ENSAIT de Roubaix	Directeur de Recherche
Ludovic KOEHL	Maître de Conférences, Habilité à Diriger des Recherches, ENSAIT de Roubaix	Co-directeur de Recherche
Michel DELATTRE	Directeur Recherche Appliquée PGI Nonwovens	Examinateur

Remerciements

Tout d'abord, Je tiens à remercier le *Ministère de l'Enseignement Supérieur*, de la *Recherche Scientifique* et de la *Technologie* tunisien pour le soutien financier qu'il m'a apporté durant les trois années de thèse. Sans ce soutien, cette thèse n'aurait jamais vu le jour.

Michel Nardin, Directeur de Recherche à l'Institut de Sciences des Matériaux de Mulhouse, et Rachid Harba, Professeur à l'Institut Polytechnique d'Orléans, ont accepté d'être les Rapporteurs de cette thèse. Je les remercie tous deux vivement pour leurs critiques constructives.

Je remercie aussi Michel Delattre, Directeur Recherche Appliquée PGI Nonwovens, pour m'avoir permis de collecter des échantillons de matériaux et pour avoir accepté de participer à mon Jury de thèse.

Je remercie également Christian Vasseur, Professeur des Universités à l'Université de Lille-1, qui a accepté d'être le président de mon jury.

Un grand merci à mes Directeurs de thèse Xianyi Zeng et Ludovic Koehl de m'avoir permis de réaliser ce travail et de m'avoir accueilli au sein du GEMTEX : Laboratoire de GEnie et Matériaux TEXtiles. Ce fut une expérience extraordinaire qui m'a beaucoup appris, tant sur le plan scientifique que sur le plan humain.

Je remercie Anne Perwuelz, professeur ENSAIT, pour sa disponibilité et son apport scientifique.

Je remercie aussi Christian Catel, Technicien du département ennoblissement, et Marcel Gevaert, Technicien du département mécanique de l'ENSAIT, pour leur aide et leur disponibilité durant mes trois années de thèse.

Un grand merci à toute l'équipe de doctorants GEMTEX avec qui j'ai partagé de très bons moments.

Je remercie également Manuella Ferreira et Philippe Vroman pour m'avoir accordé des heures de travaux pratiques.

Un remerciement particulier et profond à mes très chers parents pour m'avoir donné le goût d'apprendre et de m'avoir soutenu jusqu'au bout de mes ambitions malgré la distance qui nous sépare.

Merci à mon oncle qui m'a toujours épaulé et soutenu pour atteindre mes objectifs.

Merci aussi à mes beaux-parents pour leur soutien durant ces trois années de thèse.

Aïcha, je te remercie de tout mon cœur pour ta patience, ton soutien et ton amour.

Résumé

Les non-tissés sont des matériaux dont la structure poreuse est difficilement qualifiable. En effet, l'enchevêtrement des fibres et leur consolidation, rendent la compréhension de leurs propriétés hydrauliques complexe. Après avoir exploré trois importantes pistes de recherche dans ce domaine, nous avons opté pour l'observation directe du phénomène physique par analyse d'images de la dynamique de l'ascension capillaire dans un non-tissé. Pour cela nous avons mis en place un banc de test (Figure 1) à l'aide d'une caméra numérique et d'un éclairage bien adapté pour faire des essais sur les non-tissés.

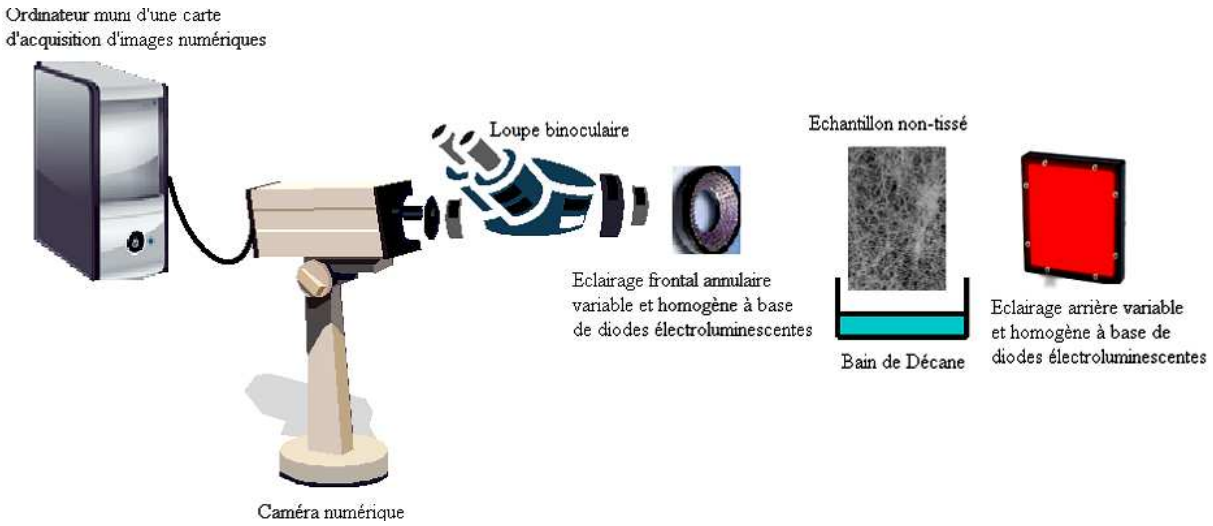


Figure 1: Banc de test permettant l'acquisition des vidéos

J'ai développé et déployé des algorithmes afin d'analyser les vidéos obtenues. Ces algorithmes permettent une extraction des informations nécessaires à la compréhension et à la simulation du phénomène de la montée capillaire dans le réseau poreux du non-tissé. Ces algorithmes peuvent être classés de la façon suivante :

- un algorithme permettant l'extraction des propriétés métriques et géométriques des pores contenus dans un échantillon. Ces données représentent les paramètres de structure (Chapitre 3),
- un algorithme permettant l'extraction de la propriété hydraulique (remplissage de l'espace poreux) de l'échantillon en fonction du temps. Cette propriété dynamique correspond à une propriété fonctionnelle de choix pour ces matériaux destinés, dans leur grande majorité, à l'hygiène industrielle et domestique. Cet algorithme est basé sur la détection de mouvement dans une vidéo (Chapitre 3 et Chapitre 4),
- un algorithme permettant la détermination des paramètres de structure les plus pertinents en se basant sur un modèle d'arbre de décision. Les règles déduites ont servi pour la mise en place de la simulation (Chapitre 5),

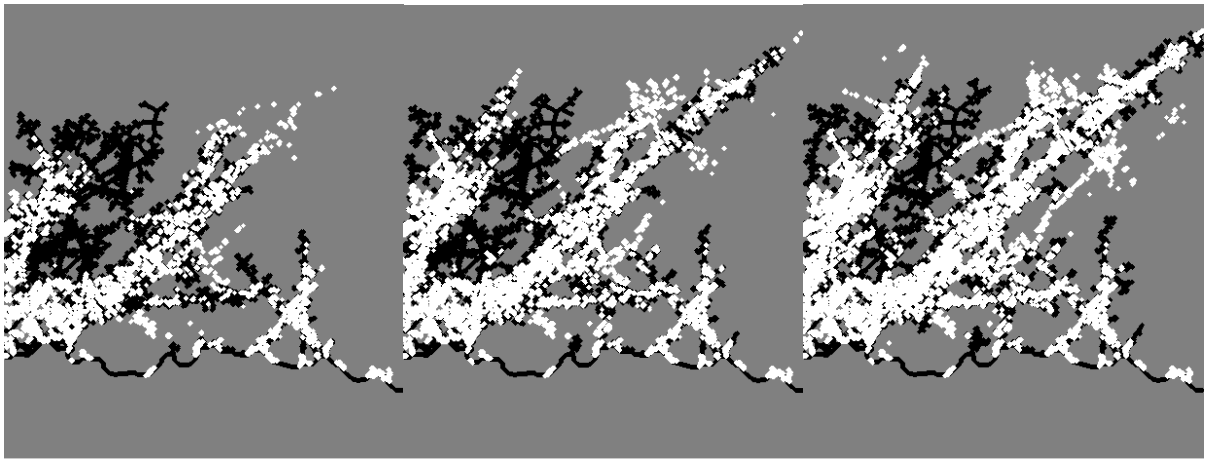
- un algorithme permettant la détermination et la simulation (Figure 2) du comportement dynamique d'un liquide très mouillant au sein du réseau poreux. Cet algorithme est basé sur la traduction des règles extraites et présentées aux chapitres 3 et 4 par des opérations morphologiques (ouverture, fermeture, squelettisation etc.)

Cette approche tire son originalité de l'importance qui a été accordé au modèle expérimental et aux règles tirées de ce dernier afin de construire la simulation. Bien souvent les théories estiment un modèle mathématique en essayant de le valider par l'expérimentation. Dans ce travail, nous partons d'observations et de constatations expérimentales pour en déduire une description algorithmique fidèle à la réalité. L'approche est appuyée par des théories existantes.

Ce travail permet d'estimer le remplissage (pourcentage et manière) d'un échantillon de non-tissé fin et donc d'estimer ses propriétés hydrauliques.

La question de la variation de la cinétique de l'ascension capillaire au cours du temps reste à étudier compte tenu de sa complexité et du travail important qu'elle nécessite.

Ces algorithmes, bien qu'appliqués sur des échantillons très fins, peuvent être étendus à des échantillons plus épais en utilisant des images 3D.



(a) **(b)** **(c)**

Figure 2: Montée du liquide réelle en blanc et par simulation en noir aux instants (a) *t*=3s (b) *t*=5,6s (c) *t*=9,6s

Abstract

Non-woven are materials with a complicate porous structure. Indeed, the tangle of fibers and their consolidation, make the comprehension of their hydraulic properties complicated. After having explored three important tracks of research in this field, we chose the direct observation of the physical phenomenon by image analysis and especially the dynamics of the capillary rise in a non-woven material. For that, we set up a test bed (Figure 1) using a digital camera and a well-adapted lighting to carry out tests on the non-woven materials.

I developed and deployed algorithms in order to analyze the obtained videos. These algorithms allow an extraction of data in order to understand and simulate the capillary rise in the porous network of the non-woven material. These algorithms can be classified in the following way:

- an algorithm for the extraction of metric and geometrical properties of pores contained in a non-woven sample. These data represent the structural parameters (Chapter 3),
- an algorithm which allows the extraction of the dynamic hydraulic property (filling of porous space). This dynamic property corresponds to a functional property for these materials, which are in their great majority intended to be used for industrial and domestic hygiene. This algorithm is based on the detection of movement in a video (Chapter 3 and Chapter 4),
- an algorithm that determines the most relevant structural parameters based on a decision tree approach. The rules deduced were useful for the simulation (Chapter 5),
- an algorithm allowing the determination and the simulation (Figure 2) of a very wetting liquid's dynamic behavior within the porous network. This algorithm is based on the translation of the extracted and presented rules in chapters 3 and 4 by morphological operations (opening, closing, squelettisation etc).

This approach draws its originality from the importance attached to the experimental model and the rules drawn from the latter in order to build the simulation. Very often the theories consider a mathematical model and try to validate it by the experimentation.

In this work, we start from experimental observations to deduce an algorithmic description faithful to reality. The approach is supported by existing theories.

This work makes possible the estimation of the filling (percentage and manner) of a sample of thin non-woven material and thus the consideration its hydraulic properties.

The question of the kinetics variation of the capillary rise during time remains to be studied because of its complexity and of the important work that it requires.

These algorithms, although applied to very thin samples, can be extended to thicker samples by using 3D images.

Table des matières

Remerciements 2
Résumé 4
Abstract 6
Table de matières 8
Table des figures 11
Introduction Générale 17
1 Analyse et physique des non-tissés 21
1.1 Introduction sur les non-tissés ... 21
1.1.1 Définitions et propriétés ... 21
1.1.2 Quelques dates, chiffres et statistiques ... 22
1.1.3 Fabrication des non-tissés ... 23
1.2 Caractérisation de la porosité dans les non-tissés ... 26
1.2.1 Le Poromètre ... 26
1.2.3 Analyse d'images ... 31
1.3 La capillarité dans les non-tissés ... 31
1.3.1 Introduction ... 31
1.3.2 Le Ménisque ... 33
1.3.3 Le modèle déterministe ... 35
1.3.4 Modèle stochastique ... 38
1.3.5 Analyse et traitement d'images ... 40
1.4 Porosité d'un non-tissé fin ... 42
1.4.1 Anisotropie des non-tissés ... 42
1.4.2 La porosité ... 42
1.4.3 Définition de l'objet « pore » ... 45
1.5 Plan de la thèse ... 47
2 Acquisition d'images des non-tissés 50
2.1 Cahier des charges ... 50
2.2 Le choix de la caméra ... 51
2.3 Le choix de l'éclairage ... 52
2.4 Le choix de la carte d'acquisition ... 56
2.5 L'objectif ... 56
2.6 L'environnement ... 57
2.7 Description de l'expérimentation ... 57

2.8 Description des images à analyser 59
2.9 Conclusion 61
3 Extraction des paramètres de structure pertinents 63
3.1 Introduction 63
3.2 Distribution de la taille et de la géométrie de pore 65
3.2.1 Binarisation d'une image 65
3.2.2 Détection des contours 68
3.2.3 Etiquetage des régions (labelisation) 71
3.2.4 Extraction des données statistiques à partir d'une image labelisée 73
3.3 Orientation Distribution Function (ODF) 74
3.3.1 Généralités 74
3.3.2 La Transformé de Fourier Discrète (TFD) 75
3.4 Application de l'algorithme sur nos images 78
3.4.1 Présentation des résultats 78
3.4.2 Analyse et interprétations 81
3.5 Identification des paramètres pertinents 83
3.5.1 Généralités sur les arbres de décision 83
3.5.2 Arbre de régression (méthode CART) [Breiman et al., 1984] 85
3.5.3 Application de la méthode CART aux paramètres de structure 88
3.6 Conclusion 95
4 Validation du choix du paramètre 97
4.1 Introduction 97
4.2 La théorie de Princen 97
4.3 Approche de Miller et al. 102
4.4 Exploration de la structure poreuse 104
4.4.1 Inspiration des approches de Princen et Miller 104
4.4.2 Algorithme identifiant le réseau poreux utile 105
4.4.3 Résultats et interprétations 111
4.5 Conclusion 117
5 Simulation de l'ascension d'un liquide dans le réseau poreux défini par un non-tissé fin 120
5.1 Introduction 120
5.2 Extraction et analyse du réseau utile 121
5.2.1 Erosion 121

5.2.2 Dilatation 122
5.2.3 Ouverture 122
5.2.4 Comparaison entre le réseau utile réel et le réseau utile estimé 124
5.3 Extraction des propriétés métriques du réseau utile 125
5.3.1 Squelette 126
5.3.1.1 Différentes définitions pour le squelette 126
5.3.1.1.1 Feux de prairie 126
5.3.1.1.2 Centre des boules maximales 127
5.3.1.2 Différentes méthodes pour le squelette 127
5.3.1.2.1 La simulation des feux de prairie 127
5.3.1.2.2 Le calcul analytique des axes médians 128
5.3.1.2.3 L'amincissement topologique 128
5.3.1.2.4 L'extraction des axes médians à partir de la carte de distance 128
5.3.2 Carte de distance 129
5.3.2.1 Définition de la distance au bord 129
5.3.2.2 Définition de la carte de distance 129
5.3.3 Les k-plus proches voisins (k-ppv) 129
5.4 Simulation de la dynamique de l'ascension capillaire dans un non-tissé fin 130
5.4.1 Initialisation : 132
5.4.2 Recherche des 8-proches voisins : 132
5.4.3 Sélection des voisins qui définiront le réseau actif 133
5.4.4 Prise de décision sur les voisins sélectionnés 134
5.4.5 Synchronisation entre l'étude expérimentale et la simulation 139
5.5 Conclusion 142
Conclusion générale 143
Annexes 146
Références bibliographiques 166

Table des figures

Figure 1: Banc de test permettant l'acquisition des vidéos 4
Figure 2: Montée du liquide réelle en blanc et par simulation en noir aux instants (a) *t*=3s (b) *t*=5,6s (c) *t*=9,6s 5
Figure 1-1 : Sélection des paramètres de structure et des propriétés fonctionnelles 22
Figure 1-2 : Évolution de la production des non-tissés tous procédés confondus de 1996 à 2006 23
Figure 1-3 : Principe de fonctionnement du poromètre (Source : Image PMI) 27
Figure 1-4 : topographie en fausse couleur d'un non-tissé en voie fondue capturée par profilomètrie optique sans contact 28
Figure 1-5 : distribution des tailles de pore de la Figure 1-4 obtenue par porométrie 28
Figure 1-6 : Représentation d'une mesure de la tension de surface d'un liquide par la méthode de Wilhelmy 29
Figure 1-7 : Balance 3S de chez GBX 29
Figure 1-8 : Schématisation de tout type de courbe *masse = f (temps)* obtenue par la balance 3S (GBX) 30
Figure 1-9 : Représentation des trois situations de mouillage 34
Figure 1-10 : Formation du ménisque : a) angle de contact inférieur à 90° 34
Figure 1-11 : Cube comportant des cellules de différentes natures. La cellule i est à une hauteur h et entre en interaction avec ses voisins 39
Figure 1-12 : Représentation des zones fondues dans un non-tissé 44
Figure 1-13 : Différents types de pores 45
Figure 1-14 : Image d'un non-tissé en voie fondue de masse surfacique 15g/m² 46
Figure 1-15 : Acheminement des chapitres dans ce rapport de thèse 48
Figure 2-1: Banc de test permettant l'acquisition des vidéos 51
Figure 2-2 : Différentes configurations d'éclairages 53
Figure 2-3 : (a) Eclairage par transmission directe placé à l'arrière de l'échantillon (b) Eclairage par réflexion diffusante avec une inclinaison de 20° du plan des diodes 54
Figure 2-4 : Eclairage uniquement par l'arrière (a) Echantillon vide (b) Echantillon plein 55
Figure 2-5 : (a) Image réelle (1cmx1cm) (b) Image prise par la caméra montrant l'absence de distorsion (c) Même image avec un grossissement de 1,6 57
Figure 2-6 : Distribution des diamètres de filaments pour l'échantillon en voie fondue de 15g/m² 58

Figure 2-7 : Image présentant : un pore rempli, une zone fondue, une fibre de diamètre 22µm 60
Figure 2-8 : Les vingt échantillons de non-tissé d'une masse surfacique de 15 g/m² 61
Figure 3-1 : Relation entre variables d'entrée et de sortie 65
Figure 3-2 : histogramme bi-modal 66
Figure 3-3 : Binarisation par la méthode d'Otsu, temps CPU 0.23 secondes pour une image 936x932 pixels 68
Figure 3-4 : Quatre filtres de détection de contours par estimation du gradient. Les filtres représentés estiment une seule dérivée. Par rotation de π/2 rd, on calcule la seconde dérivée. 69
Figure 3-5 : Contours obtenus avec l'application des différents filtres pour l'image de la Figure 3-5 (a) 69
Figure 3-6 : Contours obtenus par l'approche de Canny 71
Figure 3-7 : (a) image contour + bord virtuel; (b) matrice des pré-étiquettes; (c) matrice des étiquettes; (d) Table de correspondance avant et après mis en forme 72
Figure 3-8 : Image d'origine de la Figure 3-5 (a) labelisée. Les valeurs indiquent le numéro affecté à chaque région 72
Figure 3-9 : (a) 4-connexité ; (b) 8-connexité 73
Figure 3-10 : Les foyers de l'ellipse 74
Figure 3-11 : Signal fini non-périodique transformé en signal infini périodique 76
Figure 3-12 : Obtention du spectre d'image par une FFT et sa décomposition en spectre de phase et en spectre d'amplitude 77
Figure 3-13 : Présentation de la répartition fréquentielle sur un spectre d'image 77
Figure 3-14 : Discontinuité au point de reproduction du signal 78
Figure 3-15 : Séquence des opérations morphologiques opérées sur les images 79
Figure 3-16 : Image 1 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 80
Figure 3-17 : Statistique de l'image 1 retournée de 90° 82
Figure 3-18 : Schéma général d'un arbre de décision 84
Figure 3-19 : Exemple d'élagage d'un arbre de décision 87
Figure 3-20 : Echantillon 19: 4mm x 3,68mm soit 912x992pixels 89
Figure 3-21 : Courbe représentant l'erreur quadratique pour des tailles de fenêtre variables . 89

Figure 3-22 : Extrait d'une sous image avec une taille optimale obtenue à partir de la Figure 3-20 (43x43 pixels) 90
Figure 3-23 : Extrait de l'arbre de régression obtenu comportant 55 nœuds terminaux. Densité de vide (DV); Petit Axe (PA); Grand Axe (GA); Orientation des pores (OP); Orientation des filaments (OF) 92
Figure 3-24 : Deux courbes représentant l'erreur apparente et l'erreur réelle 93
Figure 3-25 : Arbre de régression obtenu après élagage 93
Figure 3-26 : (a) arbre sans post-élagage (b) arbre avec post-élagage 94
Figure 4-1 : Colonne stable de liquide entre deux cylindres verticaux parallèles 98
Figure 4-2 : Coupe A-A de la Figure 4-1 : vue de dessus de la forme du liquide en haut de la colonne établie entre les deux cylindres 99
Figure 4-3 : Diagramme des transitions morphologiques pour deux cylindres parallèles horizontaux 100
Figure 4-4. Diagramme morphologique pour un système composé de 3 cylindres. 101
Figure 4-5 : Dispositif de montée capillaire de filaments avec une configuration en 'V' 102
Figure 4-6 : Schéma simplifié du dispositif de mouillage de Miller et al. 102
Figure 4-7 : Schéma simplifié du dispositif de mouillage de *Miller et al.* repris par *Princen* 103
Figure 4-8 : Angle formé par le pore 105
Figure 4-9 : Exemple simple de différence d'images suivie d'un seuillage pour détecter les zones de changements. (a) et (b) : Deux images successives d'une séquence dans laquelle une balle se déplace de gauche à droite. Le fond est immobile. (c) : valeur absolue de la différence des deux images. Les valeurs faibles apparaissent en clair, les valeurs fortes en foncé. (d), (e), et (f) : cartes binaires obtenues par un seuillage. Valeurs du seuil 3, 5 et 10 respectivement 107
Figure 4-10 : Diagramme représentant l'algorithme permettant l'identification du réseau poreux utile 110
Figure 4-11 : (a) Echantillon 2 de non-tissé (b) pores visibles remplis sur l'échantillon 2 à l'équilibre 111
Figure 4-12 : Distribution des pores visibles remplis sur les 20 échantillons en fonction du paramètre défini par Princen d/r. Les échantillons sont présentés au chapitre II 112
Figure 4-13 : Représentation de la probabilité de remplissage des pores en fonction de leur position 113
Figure 4-14 : Echantillons de non-tissé de différents masses surfaciques(a) 15g/m² (b) 20g/m² (c) 30g/m²(d) 35g/m² (e) 65 g/m²(f) 90g/m² 114

Figure 4-15 : (a) pores visibles remplis en fonction de la masse surfacique de l'échantillon. 115
Figure 4-16 : (a) extraction du liquide sans traitement d'images (b) extraction du liquide avec traitement d'images (c) fond + liquide. 116
Figure 5-1: (a) Disques de rayon 18 pixels (b) Erosion par un disque de rayon 11 pixels 121
Figure 5-2 : Dilatation de la Figure 5-1 (a) par un disque de rayon 11 pixels 122
Figure 5-3 : Ouverture d'un triangle par un disque : les angles sont érodés. 123
Figure 5-4 : Echantillon 3,95x3,83mm en niveau de gris et réseau utile en blanc (a) Structure poreuse obtenue après ouverture par un disque (b) Région faiblement connectée (c) Régions isolées (d) Réseau utile après suppression des régions isolées (e) Réseau utile après suppression des régions faiblement connectées 124
Figure 5-5 : (a) Images en niveaux de gris des échantillons (b) Réseau utile obtenu en appliquant l'algorithme (c) Parcours réel du liquide (à l'équilibre) 125
Figure 5-6 : Analogie avec les feux de prairies de Blum. Représentation des fronts d'onde à un instant *t* et *t+dt.* Le squelette S, ensemble des points où les fronts d'onde se rencontrent, est représenté au centre de l'objet. 127
Figure 5-7 : k-ppv sur différents rayons *r* 130
Figure 5-8 : Les huit pixels voisins du pixel L 130
Figure 5-9 : Réseau utile de l'échantillon 2 (Figure 2-8): 823x932 pixels 131
Figure 5-10 : Carte de distance du réseau utile de la Figure 5-9 132
Figure 5-11 : Squelette extrait à partir de la carte de distance de la Figure 5-10 132
Figure 5-12 : Front du ménisque 133
Figure 5-13 : Les 8-voisins de chaque pixel du front du ménisque 133
Figure 5-14 : Voisins sélectionnés pour l'étape de remplissage 134
Figure 5-15 : Prise de décision sur la trajectoire préférentielle du liquide 134
Figure 5-16 : Distribution de la taille des boules maximales de l'échantillon 2 135
Figure 5-17 : Les points terminaux du squelette convergent vers les coins de l'objet 135
Figure 5-18 : Position réelle du liquide aux instants (a) *t = 0,2s* (b) *t = 1,4s* (c) *t = 3,2s* 136
Figure 5-19 : (a) Réseau utile de l'échantillon 2 (b) Réseau utile orienté 137
Figure 5-20 : Positions du liquide données par simulation (a) *t=0,2s* (b) *t=1,4s* (c) *t=3,2s* . 138
Figure 5-21 : Zoom sur la région entourée de la Figure 5-21 montrant le polymère fondu .. 139
Figure 5-22 : Evolution du pourcentage de remplissage du réseau poreux au cours du temps 141

Figure 5-23 : Montée réelle du liquide en blanc et par simulation en noir aux instants (a) *t*=3s (b) *t*=5,6s (c) *t*=9,6s 142
Figure 0-1 : Image 2 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 147
Figure 0-2 : Image 3 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 148
Figure 0-3 : Image 4 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 149
Figure 0-4 : Image 5 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 150
Figure 0-5 : Image 6 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 151
Figure 0-6 : Image 7 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 152
Figure 0-7 : Image 8 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 153
Figure 0-8 : Image 9 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 154
Figure 0-9 : Image 10 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 155
Figure 0-10 : Image 11 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 156

Figure 0-11 : Image 12 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 157
Figure 0-12 : Image 13 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 158
Figure 0-13 : Image 14 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 159
Figure 0-14 : Image 15 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 160
Figure 0-15 : Image 16 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 161
Figure 0-16 : Image 17 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 162
Figure 0-17 : Image 18 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 163
Figure 0-18 : Image 19 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 164
Figure 0-19 : Image 20 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores 165

Introduction Générale

La caractérisation de la structure poreuse dans les textiles a fait objet de nombreuses études depuis les années 60. Dans de nombreux travaux, le but a été de comprendre les phénomènes qui guident l'ascension capillaire en essayant de se rapprocher des différentes théories physiques existantes. En dehors du domaine de textile, la caractérisation de l'ascension capillaire s'est appliquée de longue date à différentes structures poreuses telles que les tubes cylindriques, les sols, les céramiques etc. Le cas des textiles est un domaine très délicat en raison de la complexité de leurs structures poreuses. Au sein des matériaux textiles, les non-tissés, textiles à usage technique, offrent un champ d'étude à la fois complexe mais primordial eu égard à leur application, notamment dans le domaine de l'hygiène.

Nous nous sommes intéressés, au cours de cette thèse, à la qualification de la structure poreuse des non-tissés fins de faible masse surfacique. Pour cela, nous nous sommes concentrés sur l'étude du déplacement d'un liquide mouillant dans une structure poreuse fine et anisotrope. La caractérisation de cette dynamique ne peut être effectuée sans une étude précise de la structure poreuse et de ses différentes propriétés. L'absence de tout modèle mathématique qualifiant l'ascension capillaire entre deux ou plusieurs fibres, structures élémentaires du matériau, rend cette caractérisation très ardue. Trois axes ont guidé les travaux de recherche pour tenter de résoudre cette problématique. Dans nos travaux, nous avons exploré les trois voies et exploitée l'une d'entre elles.

Le premier axe concerne l'exploration des lois physiques de capillarité. En effet, **[Chatterjee, 1985 ; Pillai et Advani, 1996 ; Hsieh, 1995 ; Hirt et al, 1987]** ont plutôt cherché à se rapprocher du modèle de Lucas-Washburn qui modélise l'ascension capillaire d'un liquide au sein d'un tube cylindrique.

On distingue en deuxième lieu, les travaux basés sur la simulation stochastique. Ils ont été abordés par **[Manna et al, 1992 ; Lukas et al., 1997 ; Zhong et al., 2002 ; Zhong et al., 2001 ; Lukas et al., 2004]**. Ces modèles sont basés sur les échanges d'énergie entre les trois phases liquide, solide et gazeuse.

Le troisième axe de recherche concerne la caractérisation de la structure poreuse par le biais d'analyse d'images ou de séquences d'images (vidéos). Le but est d'extraire des données géométriques, métriques, paramétriques et/ou topologiques afin de qualifier la structure poreuse. Pour cette approche, nous pouvons citer **[Pourdeyhimi et al., 1999]** pour ses travaux dans le domaine de l'analyse de l'orientation des fibres, **[Koehl et al., 1998]** pour la caractérisation géométrique d'un fil, **[Zeng et al., 2000]** pour la qualification des interstices

dans un fil et **[Dimassi, 2003]** pour la distribution de la taille des interstices et de leur influence sur la propriété fonctionnelle de la filtration.

Parce qu'un non tissé est loin de se résumer à un cylindre ou à une superposition de cylindres, les travaux du premier axe, ont cherché à rajouter des variables liées aux propriétés du textile et aux propriétés du liquide afin d'ajuster les équations de Lucas-Washburn. Pour cette approche, nous avons uniquement accès à la variation de la masse globale du liquide absorbé. Ce qui ne permet pas de qualifier finement le réseau poreux.

Dans le second axe de recherche, l'approche est originale mais il reste à appliquer à des échantillons simulés où chaque cellule représenterait un état de la matière (liquide, gaz, solide). Ces simulations sont encore éloignées de la réalité et, de plus, il reste à les valider au travers de l'observation physique.

Dans le troisième axe, nous sommes en observation directe du phénomène. C'est à partir de l'observation du phénomène physique que nous nous proposons d'extraire les lois qui guident l'ascension capillaire au sein du matériau. Le réseau poreux est si finement enchevêtré que seule l'expérience autorise une meilleure compréhension des mécanismes mis en jeu et la génération de grandes règles en accord avec l'observation.

La finalité des travaux est donc de déterminer, dans un premier temps, les paramètres de structure du matériau qui décrivent au mieux la structure poreuse, et par la suite de sélectionner ceux qui interviennent dans la montée du liquide. A la suite de cette étude, une meilleure compréhension du phénomène de l'ascension nous permettra de simuler cette capillarité et de valider nos hypothèses à partir de l'observation du phénomène sur des échantillons.

Afin d'atteindre ce but, mon travail s'est articulé de la façon suivante :

- ✓ une étude bibliographique dans le cadre de ma problématique,
- ✓ la mise en place d'un banc de test, afin de pouvoir extraire les paramètres de structure décrivant le réseau poreux et d'effectuer les acquisitions vidéo des montées de liquide,
- ✓ la sélection des paramètres de structure pertinents par une approche basée sur les arbres de décision,
- ✓ la validation de la sélection des paramètres réalisée à l'étape précédente par une approche physique reposant sur les travaux de Princen,
- ✓ la simulation de la dynamique de la montée capillaire sur des échantillons réels.

Le fruit de ce travail constitue une approche originale pour aborder le phénomène d'ascension capillaire dans un réseau poreux très fin. Ce mémoire combine à la fois une connaissance

experte des matériaux textiles, des techniques liées à l'extraction et la sélection d'informations pertinentes sur les paramètres de structure des matériaux au travers de l'analyse d'images et enfin une validation des observations avancées par les lois physiques de diffusion des liquides.

CHAPITRE 1 :

Description et analyse des non-tissés

RESUME :

Le but de ce chapitre est de recenser différentes méthodes d'analyse de la structure poreuse des textiles. L'objectif étant de comprendre les mécanismes d'ascension de liquides dans les non-tissés fins.

La première partie est consacrée à une introduction concernant la fabrication des non-tissés.

Dans la deuxième partie, je présente les appareils et les méthodes d'analyses de la porosité des textiles.

La troisième partie traite des modèles déterministes et stochastiques existants qui permettent l'étude de l'ascension capillaire dans les textiles : L'équation de Lucas-washburn, la simulation de Monté Carlo avec modèle d'Ising et l'analyse d'images.

En dernier, j'avance une définition de la porosité et plus précisément de celle d'un pore au sein du matériau non-tissé.

1 Analyse et physique des non-tissés

1.1 Introduction sur les non-tissés

1.1.1 Définitions et propriétés

Selon les normes ISO 9092 et EN 29092 **[Web1]**, le non-tissé est "une feuille manufacturée, constituée d'un voile ou d'une nappe de fibres ou filaments orientés directionnellement ou au hasard, liées par friction et/ou cohésion, et/ou adhésion, à l'exclusion du papier et des produits obtenus par tissages, tricotages, tuftages, couturages incorporant des fils ou filaments de liage ou feutrés par foulage humide, qu'ils soient ou non aiguilletés". La fibre et le filament sont des structures linéaires textiles respectivement de longueur finie et infinie.

Selon l'INDA (Association Américaine des non-tissés) **[Web2]** dont la vocation est d'organiser et réguler l'activité industrielle des non-tissés sur continent nord américain, le non-tissé est "une feuille ou un voile de fibres naturelles et/ou de fibres ou filaments manufacturés, exclusion faite du papier, qui n'ont pas été tissés et qui peuvent être liés entre eux de différentes façons".

En comparaison avec un tissé, le non-tissé ne dépend pas du mode de tissage mais de la cohésion entre les fibres.

Le non-tissé peut être caractérisé par ses paramètres de structures. Parmi ces paramètres nous pouvons citer le diamètre des fibres, la densité des fibres, l'orientation des fibres, la masse surfacique, la distribution de la taille des pores etc. Ces derniers ont une influence sur les propriétés fonctionnelles des non-tissés à savoir la filtration, l'absorption, la perméabilité etc. Ils contrôlent donc la qualité du produit souhaitée et ses domaines d'utilisation.

Le sujet de la thèse tire ses origines d'un projet visant à étudier l'influence des paramètres de structure des non-tissés sur les propriétés fonctionnelles (Figure 1-1).

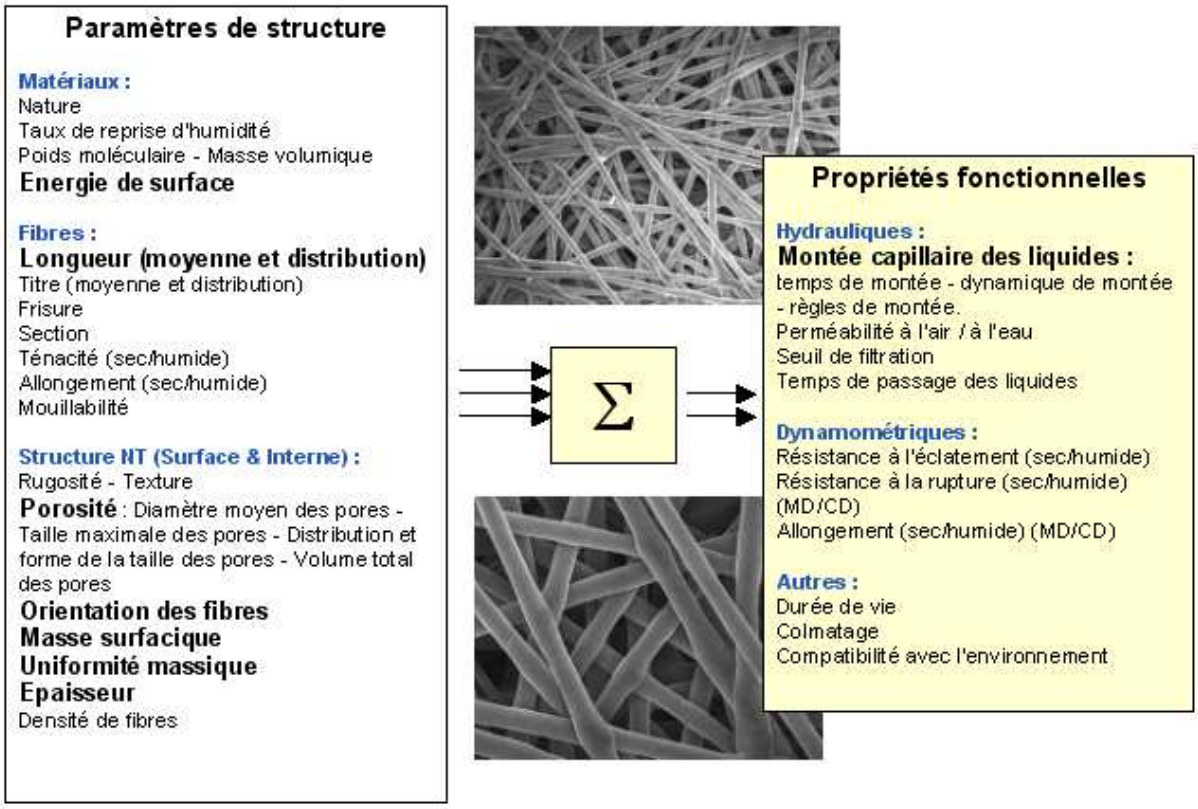


Figure 1-1 : Sélection des paramètres de structure et des propriétés fonctionnelles

1.1.2 Quelques dates, chiffres et statistiques

Les non-tissés ne cessent d'avoir une croissance importante. Leur nombreuses et multiples applications leur ont permis de multiplier la production par 20 dès l'apparition des fibres synthétique en 1960. La Figure 1-2 représente l'évolution de la production des non-tissés, tous procédés confondus, entre l'année 1996 et l'année 2006.

Les non-tissés sont des tissus machinés qui sont, pour moitié, durables ou jetables. Un non-tissé peut être utilisé une seule fois (lingettes) mais peut être aussi très durable (revêtement mural). Les non-tissés apportent des fonctions spécifiques tel que l'absorbance, l'étanchéité, l'élasticité, l'élargissement, la douceur, la résistance au feu, la filtration, etc. Ces propriétés sont souvent combinées pour créer des matériaux adaptés à des travaux spécifiques, tout en réalisant un bon équilibre entre le rapport qualité-coût du produit.

Les non-tissés peuvent avoir l'aspect, la texture et la force d'un tissé. Ils peuvent être aussi volumineux et épais. En les combinant avec d'autres matériaux, nous obtenons une large gamme de produits avec des propriétés diverses. Ce sont des textiles de pointe dont la haute technologie permet de répondre aux défis spécifiques d'un nombre croissant d'applications (couche bébé, rideaux, enveloppes, drap pour usage médical etc.)

Les non-tissés sont partout autour de nous, bien souvent sans que nous le sachions. Leurs caractéristiques techniques et économiques, particulièrement intéressantes, font qu'ils sont fréquemment incorporés dans d'autres produits. Ce produit, à structure fibreuse, réunit un faisceau de propriétés très variées qui en font sa particularité.

Les non-tissés sont des matériaux de notre temps, fabriqués essentiellement dans les pays industrialisés. En effet, leurs fabrications nécessitent pour l'industriel une forte capacité d'investissement, des potentiels de création et de développement de produits techniques et une importante capacité d'adaptation aux marchés. De plus, elle nécessite peu de main d'œuvre. Les travaux de recherche et développement actuels visent, soit à diminuer le taux de matière première mis en œuvre à propriétés fonctionnelles égales par ailleurs, soit à concevoir des structures capables de répondre à de nouvelles attentes fonctionnelles tout en respectant une empreinte écologique faible. C'est la raison pour laquelle, la compréhension et la caractérisation des propriétés intrinsèques de ces matériaux sont essentielles.

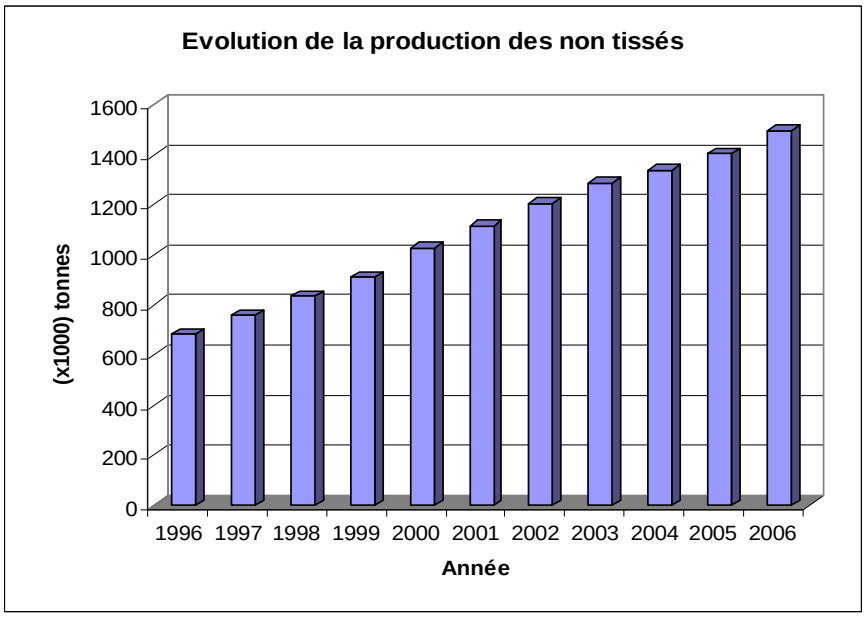


Figure 1-2 : Évolution de la production des non-tissés tous procédés confondus de 1996 à 2006 (Source : Statistiques EDANA 2006)

1.1.3 Fabrication des non-tissés

1.1.3.1 Formation de voile

Il existe actuellement 4 grandes familles de procédés de formation de voile pour les non-tissés : La voie sèche, la voie aérodynamique, la voie fondue et la voie humide qui inclus aussi le procédé de flash spinning (filage rapide).

- Voie sèche (Drylaid) : Ce procédé s'opère par cardage mécanique des fibres textiles (Drylaid carded),

- Voie aérodynamique (Airlaid) :
    - par aérodynamique en dispersant les fibres par flux d'air pour des fibres courtes (1 à 2 mm).
- Voie fondue : Selon le diamètre des filaments que l'on souhaite obtenir en sortie, on distingue deux façons de conduire ce procédé :
    - l'extrusion (Spunbonding) qui permet d'avoir des fibres de diamètre variant entre 13 µm et 16 µm.
    - l'extrusion soufflage (Melt blown) qui permet d'avoir des fibres de diamètre variant de 2 µm à 5 µm.

  Ce procédé ne transforme que les polymères pouvant être filés à l'état fondu.
- Voie humide : Ce procédé consiste à diluer les fibres dans de grandes quantités d'eau afin d'obtenir une pâte dont la concentration varie de 0,1 à 0,25g/l en matière sèche. Le procédé par voie humide permet l'utilisation d'une très large gamme de fibres (cellulosiques, synthétiques, régénérées ou minérales). La seule limitation se situe au niveau des fibres longues.
- Le flash spinning : Cette technique permet d'avoir des nuages de fibres longues et fines en pulvérisant dans un récipient un polymère dilué dans un solvant. Ce récipient est maintenu sous vide, ce qui permet l'évaporation instantanée du solvant.

Au cours de cette thèse, nous nous sommes intéressés plus particulièrement aux matériaux issus de la voie fondue. Les filaments qui peuvent être utilisées pour ce procédé sont les fibres artificielles et synthétiques comme le polypropylène, le polyéthylène téréphtalate, le polyamide, le polyéthylène etc.

Pour le procédé d'extrusion (spunbonding), les granulés de polymère passent dans un malaxeur. Une fois fondu, le polymère est pompé vers les filières. Les filaments obtenus sont trempés à l'aide d'air froid, étirés et déposés sur un tapis transporteur pour former un voile.

Pour l'extrusion soufflage (melt blown), les filaments sont étirés par soufflage d'air chaud, avant d'être trempés à l'air froid. La température de l'air de soufflage, sa vitesse et sa direction sont des paramètres qui permettent de modifier les caractéristiques du voile. Ils permettent d'agir plus précisément sur la longueur, le diamètre et les propriétés physiques de la fibre. La géométrie des orifices de filière et la distance qui sépare la zone de rupture et le tapis de réception sont aussi des paramètres qui modifient les caractéristiques du voile.

Les applications issues du procédé Melt blown sont surtout axées sur le domaine de la filtration : filtration industrielle, masques individuels, etc.

Le procédé par voie fondue utilise souvent une extrusion de deux (ou plus) polymères en granulés pour optimiser les caractéristiques et les propriétés du non-tissé manufacturé.

1.1.3.2 La consolidation

La consolidation des voiles a pour objectif de lier les fibres/filaments entre eux. Il en existe quatre types.

- La consolidation chimique (chemical bonding) : Ce type de consolidation consiste à introduire des polymères et des copolymères (acide acrylique, styrène butadiène, éthylène, acétate de vinyle) grâce à différentes techniques : imprégnation, pulvérisation, enduction. En appliquant au complexe non-tissés et polymère/copolymère un traitement thermique, on finalise la consolidation chimique par réticulation. Il est possible d'effectuer une consolidation plus ou moins uniforme selon la porosité qu'on souhaite obtenir.
- La consolidation thermique (thermal bonding) : Cette consolidation repose sur les propriétés thermiques des fibres (température de fusion). Soit en injectant des fibres composées de deux polymères différents et ayant des températures de fusion différentes, ou en injectant des fibres directement dans le voile qui ont une température de fusion plus basse que la fibre initiale. L'ensemble peut être passé ensuite dans un four à air chaud, une calandre chauffée, un système d'ondes à haute fréquence ou des cylindres sécheurs.
- La consolidation mécanique (needle punching et hydro-etanglement) : Cette consolidation repose sur l'enchevêtrement des fibres grâce à l'action d'aiguilles ou encore par l'action de jet très fin d'eau. Le passage des aiguilles ou des jets entraîne profondément les fibres au sein du voile, augmente la masse volumique des fibres et par conséquent accroît les forces de friction. Le liage à jets d'eau consiste à projeter de l'eau avec une forte pression. Le voile passe avant tout entre une grille et une bande de compression afin d'éviter la formation de poches d'air. Il passe ensuite sur un cylindre perforé recouvert d'une toile fine. Soumis à des jets d'eau sous forte pression (150-250 bars) sur une face, puis sur l'autre. Les injecteurs sont des trous de 80-150 µm de diamètre, disposés à raison de 1 à 3 trous par millimètre, sur des rangées distantes de 3 à 5 mm. La pression de l'eau croît des premiers aux derniers injecteurs. Pour éviter de "noyer" le matériau,

l'intérieur des cylindres est en dépression. L'eau résiduelle est éliminée par aspiration d'abord, puis par séchage.

Les non-tissés sont des textiles utilisés dans plusieurs applications. Les plus grandes applications concernent l'hygiène (à 60% : couches bébé, lingettes, serpillières etc.) et le domaine de la filtration (filtre à café, aspirateur, masques etc.).

Les propriétés fonctionnelles attendues sont en grande partie liées à la structure du matériau. En effet, un non-tissé est une feuille manufacturée, constituée de voile ou de nappe de fibres. Ces fibres peuvent avoir une orientation précise ou aléatoire. Les non-tissés sont définis comme des structures de feuille collées ensemble en consolidant la fibre ou les filaments mécaniquement, thermiquement ou chimiquement. Ce sont des feuilles plates et poreuses qui sont faites directement à partir des fibres séparées ou à partir du plastique ou de la feuille de plastique fondu. Elles ne sont pas faites par le tissage ou le tricotage et ne nécessitent pas une étape préalable de conversion des fibres en filé (fil constitué de fibres).

Cet enchevêtrement des fibres définit le réseau poreux ainsi que la majeure partie des propriétés hydrauliques (Figure 1-1). Une bonne connaissance des propriétés de structure du réseau poreux conduit à un bon contrôle des propriétés hydrauliques surtout que de nombreuses applications et produits en dépendent. Il est donc important d'explorer la porosité et de comprendre ces propriétés afin de pouvoir caractériser ces aspects hydrauliques.

1.2 Caractérisation de la porosité dans les non-tissés

Il existe différentes méthodes qui permettent d'analyser et de caractériser la porosité dans un non-tissé. Je présente, dans cette partie, les méthodes existantes. Il existe des méthodes de mesure directes et des méthodes de mesure indirectes. On citera le poromètre (mesure indirecte), la méthode de Wilhelmy (mesure indirecte) et l'imagerie par rayons X, profilomètre optique, microscope à balayage électronique (MEB) et caméras numériques (mesures directes).

1.2.1 Le Poromètre

Le poromètre permet d'obtenir le point de bulle, la distribution des tailles de pores, la taille d'écoulement moyen à travers les pores et la perméabilité au liquide et au gaz.

Parmi les fabricants de poromètre nous pouvons citer PMI, GEPS, Coulter, Xonics corporation etc.

Le principe du fonctionnement du poromètre est le suivant. Un échantillon entièrement mouillé est placé dans la chambre témoin et la chambre est scellée. On fait s'écouler du gaz

dans la chambre sur l'échantillon. La pression varie progressivement de 0 à 34,5 bars. Lorsque la pression devient supérieure à la pression capillaire du fluide dans le plus grand pore, le point de bulle est alors trouvé. Après détermination du point de bulle, la pression est augmentée et l'écoulement est mesuré jusqu'à ce que tous les pores soient vides (Figure 1-3). L'échantillon est alors considéré sec.

Ce genre d'instrument de mesure suppose que les pores sont des cylindres continus et homogènes. Il donne de bons résultats pour le point de bulle mais est moins précis concernant les petits pores à cause de la haute pression qu'il doit délivrer. L'énergie nécessaire pour vider les petits pores est importante, ce qui engendre une mauvaise précision de mesure. Il ne permet pas non plus de donner une idée sur la structure géométrique des pores ni sur leurs connections.

J'ai eu l'occasion pendant mon master de mesurer la distribution des tailles de pore sur l'un de mes échantillons (Figure 1-4) et d'obtenir l'histogramme de la Figure 1-5. PMI, le constructeur du poromètre utilisé, estime pouvoir mesurer des pores dont la taille varie de 0,013 à 500µm. Nous remarquons que le premier diamètre de pore détecté vaut 10µm ce qui n'est pas le cas pour notre échantillon **[Dimassi, 2003]**. Les épaisseurs des échantillons ne posent pas de contrainte pour ce genre de dispositif. Lors du drainage du liquide imbibant l'échantillon au départ, l'angle de contact du liquide (Eq. 1-14) change de valeur. Ce qui peut impliquer des erreurs relatives importantes lors du calcul des diamètres de pore (Eq. 1-6).

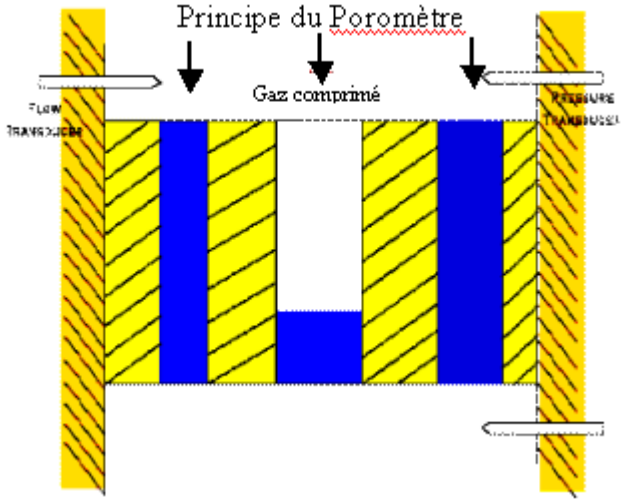


Figure 1-3 : Principe de fonctionnement du poromètre (Source : Image PMI)

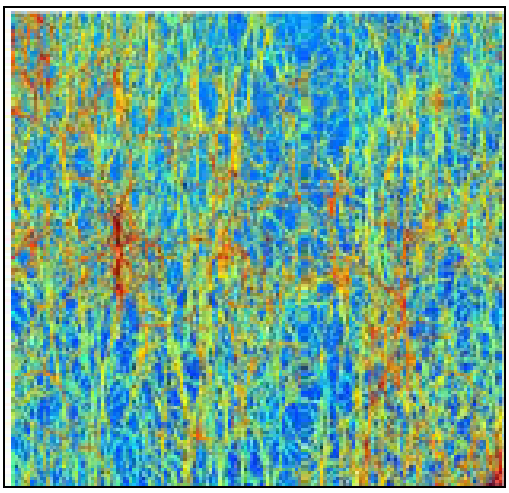


Figure 1-4 : topographie en fausse couleur d'un non-tissé en voie fondue capturée par profilomètrie optique sans contact

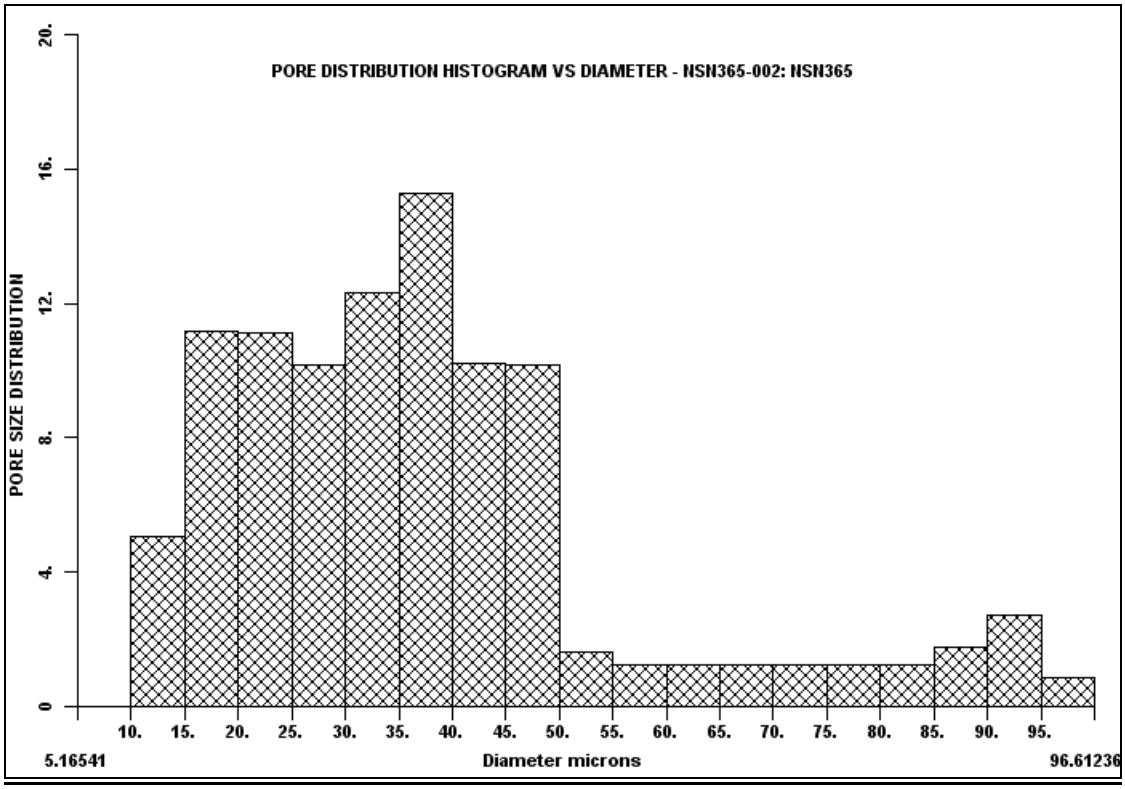


Figure 1-5 : distribution des tailles de pore de la Figure 1-4 obtenue par porométrie

L'avantage du poromètre est de pouvoir déterminer les caractéristiques hydrauliques rapidement même pour des structures épaisses. Cependant les données ne sont valables que pour des pores considérés comme des cylindres parfaits et n'ayant pas de connexions avec le reste du réseau poreux. De plus, il ne permet pas de voir le lien entre les propriétés de structure et les propriétés fonctionnelles du matériau.

1.2.2 Méthode de Wilhelmy **[Laidler, 1993; Nardin, 2007]**

L'une des méthodes les plus connues pour mesurer le pouvoir capillaire, c'est la méthode de Wilhelmy (Figure 1-6). Plusieurs procédés comme la tensiomètrie reposent sur cette méthode indirecte. Elle consiste à la mesure de la force de mouillage du liquide qui s'exerce sur un objet connu.

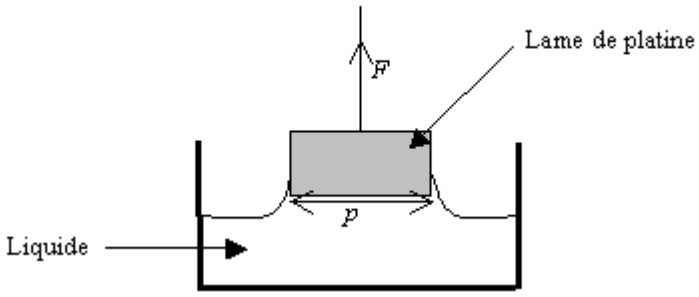


Figure 1-6 : Représentation d'une mesure de la tension de surface d'un liquide par la méthode de Wilhelmy

Au sein du laboratoire GEMTEX, on utilise une balance 3S de chez GBX (Figure 1-7) qui est aussi basée sur la méthode de Wilhelmy.



Figure 1-7 : Balance 3S de chez GBX

Des études **[Perwuelz et al., 2006; Pezron et al., 1995]** ont montré que la courbe de variation de la masse de liquide absorbée par l'échantillon peut être divisée en 3 parties (Figure 1-8) :

- 1ere partie : Une brusque augmentation de la masse correspondant à la formation du ménisque par mouillage noté (M_m). Cette valeur est supposée constante pendant toute la durée de la mesure.
- 2ème partie : Une augmentation plus ou moins lente de la masse mesurée. Ceci correspond à la masse de liquide montant dans l'échantillon par capillarité ($M_c(t)$).

- 3ème partie : Une fois l'échantillon saturé en liquide, la courbe tend vers une asymptote horizontale pour une masse correspondante à la masse totale ($M_t(t)$).

Cette méthode tensiométrique permet donc de déterminer le pouvoir capillaire pour un temps donné (en %) grâce à la valeur de la masse capillaire ($M_c(t)$) selon l'équation :

$$\text{Capillarité} = \frac{M_C(t)}{M_E} \times 100 \qquad \textbf{Eq. 1-1}$$

Avec M_E correspondant à la masse de l'échantillon. On peut donc calculer le pourcentage en masse de liquide absorbé par un échantillon pendant un temps donné.

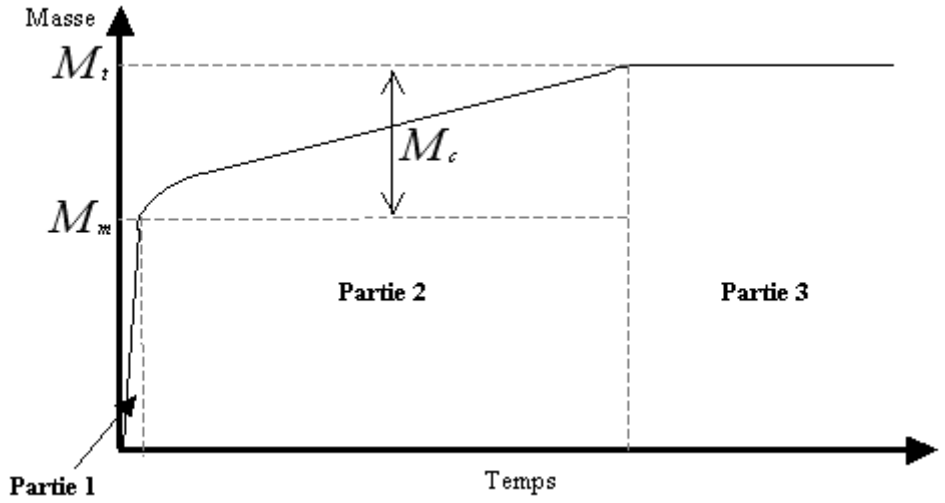


Figure 1-8 : Schématisation de tout type de courbe *masse = f (temps)* obtenue par la balance 3S (GBX)

Un autre dispositif connu sous le nom GATS (Gravimetric Absorbency Testing System) est utilisé pour l'absorption horizontale d'un liquide par un non-tissé. Ce dispositif permet de connaître la capacité maximale d'absorption d'un échantillon de 62 cm² de surface. Il permet aussi d'enregistrer au cours du temps le flux de liquide passant vers l'échantillon par un trou de diamètre 6,35 mm (1/4 inch).

Ce procédé, bien qu'il donne de bons résultats à l'échelle macroscopique, ne permet pas de comprendre le phénomène à l'échelle du réseau poreux. Il ne traduit ni les propriétés de structures du non-tissé, ni la connexion qui existe entre les différents pores et qui permettent la compréhension du mouvement du liquide et du chemin emprunté par ce dernier. Il permet d'approcher uniquement la cinétique d'absorption.

1.2.3 Analyse d'images

Si l'on désire une compréhension du phénomène à l'échelle de la fibre afin de déterminer le chemin pris par le liquide, seule une méthode de vision directe, capable d'observer le déploiement du liquide au sein du matériau, est appropriée.

La difficulté majeure pour toutes les méthodes d'investigation réside dans la difficulté d'observer le matériau dans son épaisseur (observation tri-dimensionnelle). Des méthodes (IRM, Rayons X) sont adaptées à ce genre d'observation. Cependant ces méthodes permettent de faire des observations sur de très petits volumes avec un temps de réponse très court en regard à la dynamique du liquide. Ce qui explique notre orientation vers une caméra numérique. Cette caméra permet de prendre des vidéos incluant le détail du mouvement du liquide dans notre structure poreuse avec un temps de réponse adapté.

Afin de simplifier la compréhension du phénomène, nous avons retenu des voiles de non-tissés bidimensionnels, suffisamment fins pour être assimilés à une mono-couche qui nous autorise une investigation permettant d'apporter des réponses sur le réseau actif pour la montée capillaire.

Les vidéos résultantes sont traitées et analysées afin d'extraire le maximum d'informations concernant la structure poreuse et concernant les phénomènes de capillarité en jeu.

1.3 La capillarité dans les non-tissés

1.3.1 Introduction

Les modèles de réseaux poreux sont rares dans le domaine des non-tissés. Les travaux développés afin de comprendre la conduite capillaire non-homogène d'un liquide dans une structure fibreuse, se divisent en trois parties. Les travaux basés sur la théorie de Lucas-Washburn, ceux basés sur les simulations stochastiques de la montée du liquide dans les structures poreuses et enfin l'analyse directe de l'ascension capillaire par traitement et analyse d'images.

- Le modèle déterministe, reposant principalement sur la théorie de Lucas-Washburn, est destiné à l'étude de l'ascension capillaire dans des tubes. De nombreux travaux se sont basés sur cette théorie afin d'expliquer les phénomènes de mouillage et d'absorption dans les textiles. Chatterjie a effectué des travaux **[Chatterjee, 1985]** dans ce sens dans le domaine de l'ennoblissement. Pialli et Advani ont conduit des études expérimentales **[Pillai et Advani, 1996]** sur la conduite capillaire des liquides visqueux à travers des fibres alignées. Hsieh a discuté les différentes théories de mouillage et de capillarité servant à analyser le transport d'un liquide dans une structure fibreuse **[Hsieh, 1995]**. Une

caractérisation des structures fibreuses a été établie en utilisant l'écoulement radial dans une structure fibreuse **[Hirt et al, 1987]**.

- Le modèle stochastique a été développé afin d'étudier les phénomènes physiques par une approche statistique. On s'intéresse surtout aux échanges d'énergie dans une structure bien déterminée. Certains travaux se sont penchés sur l'étude de la simulation stochastique afin de modéliser le phénomène de capillarité. Manna et al. **[Manna et al, 1992]** ont présenté une simulation stochastique qui a permis de générer la forme 2-D d'une goutte de liquide appliqué sur une paroi et qui subit la gravité. Ce modèle est basé sur le modèle d'Ising avec la dynamique de Kawasaki. Ils localisent une transition de phase entre une gouttelette accrochante et coulissante. Sur cette même voie de simulation, Lukas et al. ont travaillé sur les interactions liquide-fibre et sur la montée résultante dans des réseaux de fibres **[Lukas et al., 1997]**. Zhong et al. ont repris ces travaux et en ont proposé une amélioration **[Zhong et al., 2002]**. Ils ont aussi travaillé sur l'étalement d'un liquide sur un réseau fibreux horizontal en utilisant une simulation se basant sur la loi de Darcy **[Zhong et al., 2001]**. Lukas et al ont amélioré leur première simulation en proposant une simulation toujours basée sur le modèle d'Ising mais cette fois ci en 3-D avec l'approche cinétique de Kawasaki **[Lukas et al., 2004]**. Ce travail introduit principalement la relation entre l'orientation des fibres au sein du matériau et la masse de liquide absorbée.
- Les approches basées sur le traitement d'images gagnent de plus en plus du terrain en raison du développement rapide des appareils de vision et de l'outil informatique associé. Les travaux effectués se sont basés sur une modélisation par traitement d'images afin d'étudier les textiles. Pourdeyhimi et al ont effectué une série d'algorithmes **[Pourdeyhimi et al., 1996 ; Pourdeyhimi et al., 1997] [Pourdeyhimi et al., 1998 ; Pourdeyhimi et al., 1999]** permettant de mesurer l'orientation de fibre sur des non-tissés. Koehl et al. ont travaillé sur l'extraction des caractéristiques géométriques d'un filé continue de filament par traitement d'images **[Koehl et al., 1998]**. Zeng et al. **[Zeng et al., 2000]** ont étudié la montée capillaire au sein d'un fil de polyester. Le modèle obtenu permet de relier la structure géométrique des pores à leurs propriétés physiques. **[Dimassi, 2003]** a proposé une approche originale permettant de corréler le seuil de filtration à la distribution de la taille des pores à partir d'images prise par profilomètre optique.

Le modèle déterministe permet d'étudier le phénomène pour un seul et unique capillaire généralement cylindrique. Dans notre cas, l'enchevêtrement des fibres entraîne une forte complexité des connections de capillaires.

Le modèle stochastique s'applique à des non-tissés simulés en 2D ou 3D. Cependant une seule propriété de structure est fixée à la fois dans le modèle. De plus, le modèle pour les non-tissés repose sur l'équation de Lucas-Washburn ce qui répond plutôt à un pore cylindrique, hypothèse trop restrictive.

Certaines des approches, basées sur le traitement d'images, se sont portées sur le front du liquide de part la diffusion ou sur des structures avec une orientation privilégiée mais peu sur la notion du réseau actif et responsable de la capillarité. Une autre approche s'est donc imposée pour nos travaux.

1.3.2 Le Ménisque

Comme nous l'avons indiqué précédemment sur la Figure 1-8, trois étapes décrivent l'ascension capillaire dans les échantillons textiles. La première phase concerne le ménisque. Dans toute notre approche, nous ne nous intéressons pas à la partie de la formation du ménisque. Elle est juste présentée à titre indicatif afin de ne pas tronquer le phénomène de montée capillaire. De plus, certaines notions sont importantes à aborder avant d'avancer la théorie de Lucas-Washburn.

Lorsqu'on trempe un solide dans un liquide, un ménisque fait son apparition. La forme du ménisque dépend des propriétés de mouillage du liquide. Cette forme est donnée par la condition de Young **[Young, 1805]**:

$$\gamma_L \cos(\theta) = \gamma_S - \gamma_{SL} \qquad \textbf{Eq. 1-2}$$

où γ_L est la tension de surface liquide/air ; θ est l'angle de contact du liquide ; γ_S est la tension de surface solide/air ; γ_{SL} est la tension de surface solide/liquide.

Le paramètre étalement correspond à la différence entre l'énergie du solide sec et l'énergie du solide mouillé par unité de surface (Eq. 1-3 et Eq. 1-4).

$$S = E_{sec}^{substrat} - E_{mouillé}^{substrat} \qquad \textbf{Eq. 1-3}$$

$$S = \gamma_S - \gamma_{SL} - \gamma_L \qquad \textbf{Eq. 1-4}$$

En remplaçant l'Eq. 1-2 dans l'Eq. 1-4, S s'écrit :

$$S = \gamma_L \ (\cos(\theta) - 1) \qquad \textbf{Eq. 1-5}$$

Nous distinguons alors 3 types de mouillage (Figure 1-9) :

- Le liquide est complètement mouillant : $\theta = 0° \rightarrow S \geq 0$
- Le liquide est partiellement mouillant : $0°<\theta<90° \rightarrow -\gamma_L < S < 0$

- Le liquide est totalement non-mouillant : 180°>θ>90° ➔ -2 γ_L <S<-γ_L

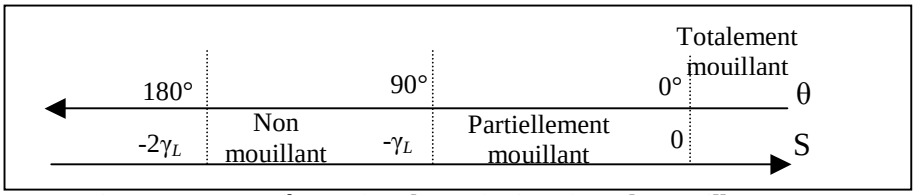


Figure 1-9 : Représentation des trois situations de mouillage

Les deux aspects géométriques que peut prendre un ménisque résultant d'un contact entre une surface solide et un liquide sont illustrés dans la Figure 1-10. D'une façon plus précise, la forme du ménisque est convexe si l'angle de contact est inférieur à 90° et concave pour des angles supérieurs à 90°.



Figure 1-10 : Formation du ménisque : a) angle de contact inférieur à 90° b) angle de contact supérieur à 90°

Ces deux formes proviennent de la différence de pression qui existe en tout point de la surface de contact solide/liquide. Cette différence de pression est donnée par l'équation de Young-Laplace [**De Gennes et al., 2002]**,

$$\Delta P = \frac{2\gamma_L \cos\theta}{r} \qquad \textbf{Eq. 1-6}$$

Avec ΔP la pression capillaire, r le rayon équivalent du capillaire ou du pore.

D'après cette équation, plus le pore est petit, plus la pression capillaire est importante. Sur un tissu sec, on observera une montée du liquide dans les plus petits capillaires. Cette force (F) suit l'équation suivante **[Adamson, 1997; Broje et Keller, 2007; De Gennes et al., 2002]**:

$$F = p\,\gamma_L \cos\theta \qquad \textbf{Eq. 1-7}$$

avec p le périmètre du solide rentrant en contact avec le liquide.

Pour un liquide totalement mouillant ($\theta=0°$), cette force s'écrira

$$F = p\,\gamma_L \qquad \textbf{Eq. 1-8}$$

La taille de l'échantillon étant connue, nous pouvons réécrire l'Eq. 1-7 de cette manière **[Pezron et al., 1995 ; Zhu et al., 2006]**

$$F = M_m g = p\,\gamma_L\,cos(\theta) \qquad \textbf{Eq. 1-9}$$

avec M_m la masse du ménisque.

Ceci permettra d'extraire la valeur du périmètre des échantillons. Ce type d'information est intéressant dans le cas d'un textile compte tenu de la difficulté de mesurer un périmètre sur ce type de structure.

1.3.3 Le modèle déterministe

L'équation de Lucas-Washburn a été souvent utilisée pour étudier l'aspect dynamique de la montée capillaire à travers les milieux poreux **[Nardin, 2007 ; Marmur, 1992]** en mettant en place toutes les forces qui agissent sur le liquide dans une structure simple afin diminuer la complexité. Cette équation est exprimée de la façon suivante :

$$\frac{dh}{dt} = \frac{r\gamma\cos(\theta)}{4\eta h} \qquad \textbf{Eq. 1-10}$$

avec h : Hauteur parcourue par le liquide, η : Viscosité du fluide, θ : Angle de contact, t : Temps

Cette équation est basée sur la loi de Poiseuille d'un écoulement le long d'un tube **[Lucas, 1918 ; Washburn, 1921]**. Dans le cas d'une ascension capillaire, il faudra prendre en considération l'influence de la gravité :

$$\frac{dh}{dt} = \frac{r\gamma\cos(\theta)}{4\eta h} - \frac{r^2\rho g}{8\eta} \qquad \textbf{Eq. 1-11}$$

avec ρ : masse volumique du liquide et g : constante de gravité

La forme intégrale de l'équation de Lucas-Washburn est une relation linéaire entre le carré de la position du front liquide $x^2(t)$ et le temps t. Cette relation a été exploitée dans plusieurs travaux sous plusieurs formes. Dans le domaine du textile, la forme intégrale de l'Eq. 1-10 est utilisée afin d'étudier la variation de la masse du liquide absorbé au cours du temps.

Donnons la relation classique qui relie la masse aux dimensions de l'échantillon et de la porosité :

$$M(t) = \varphi\rho x_1 x_2 x(t) \qquad \textbf{Eq. 1-12}$$

Avec $M(t)$ la variation de la masse absorbée au cours du temps; x_1 et x_2 sont les dimensions de la base de l'échantillon; $x(t)$ la position du front liquide à l'instant t.

L'équation de Lucas-Washburn s'écrit alors :

$$M(t)^2 = \frac{(\varphi\rho x_1 x_2 r)^2 \Delta P}{4\eta} t \qquad \textbf{Eq. 1-13}$$

Nous obtenons encore une relation linéaire entre $M(t)^2$ et t.

Dans le cas d'un textile, la linéarité de cette équation n'est pas toujours vérifiée. En effet, la première raison est que l'angle de contact représenté dans l'équation de Lucas-Washburn est l'angle à l'équilibre. Ce qui signifie qu'une valeur constante de cet angle de contact est utilisée pour toute la durée de l'expérience. La non-linéarité retrouvée dans l'équation de Washburn a été attribuée à l'aspect dynamique de l'angle de contact. L'angle de contact change de valeur au cours du temps à cause de l'aspect dynamique du liquide.

Ce problème est aussi connu sous le nom d'angle de contact hystérésis. Il a été évoqué dans le cas d'absorption et de désorption **[Burgeni et Kapur, 1967 ; Donohue et Aranovich, 1998 ; Siebold et al., 2000]**. L'angle de contact peut avoir un changement significatif dans certains cas d'absorption et de désorption.

Joos et al **[Joos et al, 1990]** ont évoqué l'importance de l'utilisation d'un angle de contact dynamique en proposant l'équation suivante :

$$\cos\theta_d = \cos\theta_0 - 2(1+\cos\theta_0)\left(\frac{\eta\upsilon}{\gamma}\right)^{1/2} \qquad \textbf{Eq. 1-14}$$

avec θ_d est l'angle de contact dynamique ; θ_0 est l'angle à l'équilibre ; υ est la vitesse du ménisque.

Ils déduisent alors que l'équation de la montée capillaire s'écrit comme suit :

$$\frac{dx}{dt} = \frac{\gamma R}{4\eta x}\left[1 - 4\left(\frac{\eta dx}{\gamma dt}\right)^{1/2}\right] - \frac{\rho g R^2}{8\eta} \qquad \textbf{Eq. 1-15}$$

Dans leur étude, ils ne considèrent que des liquides parfaitement mouillants. Ils supposent aussi que tous les pores considérés sont sphériques durant toute la durée de l'expérience. Ils négligent aussi les forces de gravité et l'évaporation du liquide, vu que les temps de montée de liquide sont très courts par rapport à l'évaporation.

Les expériences ont été effectuées sur des capillaires verticaux dont le rayon varie de 250µm à 360µm. Les liquides utilisés sont des huiles silicone avec des viscosités variables.

Joos et al comparent les valeurs obtenues expérimentalement aux valeurs obtenues par l'équation de Lucas-Washburn et les valeurs obtenues par leur théorie. Il en résulte une concordance précise entre les valeurs calculées grâce à l'Eq. 1-15 et les valeurs expérimentales. Cependant les valeurs calculées par l'équation de Lucas-Washburn sont plus précises sur les plus petits rayons de pores. En augmentant le rayon des pores, l'erreur devient de plus en plus importante et la cohérence entre la théorie et l'expérimentation est remise en question.

Dans le même contexte, Berg **[Berg, 1985]** a suggéré que le plus grand rayon de capillaire supporté par l'équation de Lucas-Washburn soit fixé à 250µm, ce qui explique le choix de Joos et al.

D'autres travaux ont été conduits pour comprendre la non-linéarité constatée. Labajos-Broncano et al **[Labajos-Broncano et al., 1999]**[2] ont effectué, dans ce but, plusieurs expériences. Ils ont fait des essais sur une plaque poreuse faite de gel en silicone. Le liquide utilisé pour analyser la montée est le formamide. La plaque est accrochée verticalement et le flacon de liquide est placé sur une balance permettant la mesure de la variation de la masse de liquide absorbée. Ils ont trouvé que l'Eq. 1-13 est respectée uniquement sur un intervalle bien précis. Ils ont montré aussi qu'en plus des lois imposées par le mouvement du liquide, les forces entre solide, liquide et réservoir avaient une grande importance. Les forces générées par la réflexion du liquide sur les bords d'un réservoir de taille moyenne, ont un impact sur les résultats trouvés.

D'autres travaux ont été menés dans le même but **[Pezron et al., 1995]**. Le facteur tortuosité de pore a été pris en considération. La tortuosité est par définition le rapport moyen de la longueur du cheminement réel parcouru entre deux points à la distance rectiligne qui les sépare. Le rayon du pore r^* et la section S_v s'écrivent alors :

$$r^* = \frac{\bar{r}}{k^2} \qquad \textbf{Eq. 1-16}$$

avec $\bar{r}$ le rayon moyen du capillaire ; k le facteur de tortuosité.

$$S_v = \frac{m_a}{\rho h_0} \qquad \textbf{Eq. 1-17}$$

avec S_v : section par laquelle passe le liquide ; m_a : masse du liquide à la saturation ; h_0 : hauteur de l'échantillon.

Dans les travaux de Pezron et al, il a été montré que les grands trous (400µm) présents sur leurs tissus influençaient énormément la montée du liquide. La solution de boucher les trous avec du gel ne me semble pas une bonne solution vu que cela fausserait l'approche énergétique. Ceci revient à remplacer l'énergie superficielle liquide/air par une énergie superficielle liquide/solide ce qui changerait toute la pression capillaire. En contre partie, les résultats obtenus (sans gel) montrent encore une fois, la non-linéarité entre $M(t)^2$ et t. L'équation de Lucas-Washburn sur un échantillon textile hétérogène est assez difficile à vérifier dans la mesure ou à l'origine cette équation est vérifiée sur des tubes cylindriques.

Labajos-Broncanto et al **[Labajos-Broncano et al., 1999]**[1] se sont intéressés à l'aspect mathématique. En effet, l'idée est de supposer que la loi de Lucas-Washburn commencerait à une autre hauteur x_1 correspondant à un instant t_1 au lieu de commencer à une hauteur x_0 à l'instant t_0. On pourra écrire alors que :

$$x_1 = x - x_0 \; ; \quad t_1 = t - t_0 \qquad \textbf{Eq. 1-18}$$

En réinjectant ce changement de variables dans la relation linéaire $t=ax^2$ nous obtenons :

$$t_1 = ax_1^2 + 2ax_0x_1 \qquad \textbf{Eq. 1-19}$$

Nous nous retrouvons face à une nouvelle expression non-linéaire entre x_1^2 et t_1. En reprenant leurs expériences sur leur plaque de gel en silicone, Ils ont fait varier l'origine de 0 à 1,5cm. Les résultats qu'ils obtiennent sont en cohérence avec l'Eq. 1-19.

Toutes ces approchent ont eu pour but de contourner la difficulté à appliquer l'équation de Lucas-Washburn aux textiles. Certains ont attribué le problème à la nature de la surface des fibres, d'autres ont évoqué le problème de la distribution non-uniforme des tailles de pores et d'autres ont imputé ce phénomène au changement de l'angle de contact lors de la montée de liquide.

L'approche déterministe reste performante pour des textiles structurés et non complexe puisque le modèle est défini pour un pore de forme géométrique bien définie (cylindre, sphère, cube etc.). Dans le cas d'un non-tissé, la structure est très complexe et nécessite une approche microscopique tenant compte de l'ambiguïté du phénomène.

1.3.4 Modèle stochastique

Pour prendre en considération la complexité de la structure, l'approche stochastique s'est imposée. Les différents modèles stochastiques étudiés sont basés sur la méthode de Monte Carlo. On appelle méthode de Monte Carlo **[Hammersley et Handscomb, 1964]** toute méthode visant à calculer une valeur numérique en utilisant des procédés aléatoires.

Une simulation de Monte Carlo peut être basée sur différents modèles (chaîne de Markov, Algorithme de Métropolis, le modèle d'Ising etc.). La simulation établit par Lukas et al. **[Lukas et al., 2004]** se base sur le modèle d'Ising 3-D intégrant une dynamique stochastique. Les algorithmes ont été appliqués sur 7 échantillons simulés correspondant chacun à une orientation de fibres. Ces orientations de fibres varient de 0° à 90° par pas de 10°. Les autres propriétés géométriques des fibres restant inchangées. Les résultats obtenus sont à vérifier expérimentalement surtout que le modèle se base complètement sur les équations de Lucas-Washburn alors que le modèle des pores est assez éloigné du modèle du cylindre.

Le modèle d'Ising décrit la transition liquide gaz solide **[Itzykson et Drouffe, 1989]**. Le modèle d'Ising 3-D décrit la transition solide-liquide-gaz. Afin de définir les paramètres physiques de la montée d'un liquide, Lukas et al. se sont basés sur l'équation de Lucas-Washburn pour définir le coefficient de montée du liquide et l'orientation des fibres. Leur but est de créer un modèle d'une montée capillaire dépendant de l'orientation de fibres tout en fixant les autres paramètres de structure.

Le Hamiltonien (l'énergie interne totale) de ce modèle s'écrit:

$$H = \sum_{i,j} J(S_i, S_j) + \sum_i mgh_i \qquad \textbf{Eq. 1-20}$$

avec $J(S_i,S_j)$ est l'énergie d'échange entre deux cellules (Table 1-1) et h_i est l'i-ème (Figure 1-11) niveau du treillis selon l'axe vertical.

Cellules en interaction	Gaz $Sj = 0$	Liquide $Sj = 1$	Fibres $Sj = 2$
Gaz, S_i=0	*J(0,0) = -40*	*J(0,1) = 5*	*J(0,2) =20*
Liquide, *Si*=1	*J(1,0) = 5*	*J(1,1) = -26*	*J(1,2) = -30*
Fibres, *Si*=2	*J(2,0) = 20*	*J(2,1) = -30*	*J(2,2) = 0*

Table 1-1 : Valeurs de $J(S_i,S_j)$ attribué par Lukas et al. [Lukas et al., 2004]

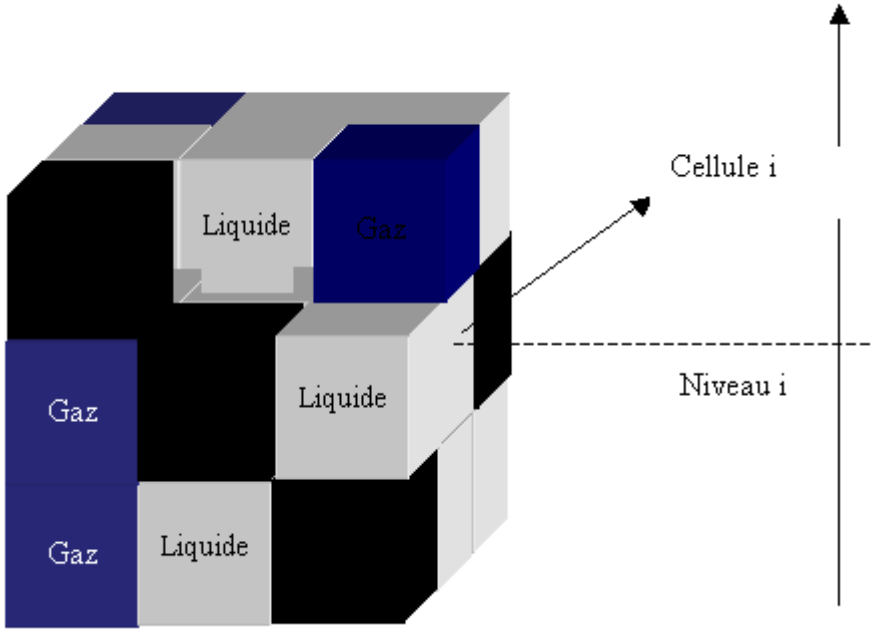


Figure 1-11 : Cube comportant des cellules de différentes natures. La cellule i est à une hauteur h et entre en interaction avec ses voisins.

Le modèle d'Ising est donc un modèle privilégié pour expliquer certaines transitions de phase macroscopique à partir de la description microscopique d'un mélange binaire.

Pour démarrer une simulation Monte Carlo, il faut tout d'abord définir une configuration initiale qui peut être par exemple :

1. l'état fondamental avec tous les spins égaux à +1 ou -1.
2. un état à température infinie : pour chaque spin, on tire un nombre aléatoire compris entre 0 et 1 à partir d'une distribution uniforme. Si le nombre est compris entre 0 et 0.5, le spin du site est égal à +1 ; si le nombre est compris entre 0.5 et 1, le spin est choisi égal à -1.

La dynamique est constituée de deux étapes élémentaires : en premier, le choix d'une nouvelle configuration et en second son acceptation ou son refus.

Afin que la nouvelle configuration ait des chances raisonnables d'être acceptée (sinon le système reste trop longtemps dans un état qui devient en quelque sorte un piège), il est nécessaire que cette nouvelle configuration soit choisie parmi un ensemble proche de la configuration où se trouve le système. La différence d'énergie entre deux configurations successives doit rester modeste, ce qui est réalisé si l'on choisit de ne modifier que l'état d'un seul spin. Pour que le choix entre configurations successives reste bien aléatoire, on ne doit pas sélectionner les spins selon un ordre régulier.

Le modèle stochastique prend bien en considération l'état de chaque cellule dans l'échantillon simulé du non-tissé et cherche à qualifier la relation énergétique qui existe entre les différentes cellules. Ce qui fait de lui un modèle microscopique permettant de traiter des échantillons simulés en 3D. Cependant, Les travaux actuels ont beaucoup de mal à faire jouer tous les paramètres de structure qualifiant le non-tissé. Ils ne peuvent faire varier qu'un seul paramètre de structure à la fois. En effet, dans notre cas ou les orientations de fibres sont aléatoires et les interactions très complexes, cette approche reste délicate à mettre en place et à résoudre. La complexité des équations du modèle stochastique rend la tâche encore plus difficile.

Cela a déterminé notre approche où nous avons préféré observer directement le phénomène et en tirer les lois qui dirigent la montée capillaire.

1.3.5 Analyse et traitement d'images

Les modèles de caractérisation des non-tissés par analyse d'images sont basés sur les opérations morphologiques : dilatation, érosion, ouverture, fermeture etc. Les travaux ont porté essentiellement sur la caractérisation de l'orientation des fibres et sur l'uniformité de la distribution massique des fibres au sein du matériau. Pourdeyhimi et al. ont effectué une série d'algorithmes **[Pourdeyhimi et al., 1996; Pourdeyhimi et al., 1997; Pourdeyhimi et al.,**

1998; Pourdeyhimi et al., 1999] basée globalement sur une squelettisation de l'image et ensuite une analyse du spectre de Fourrier de ce squelette. Cette analyse permettra d'avoir les différentes orientations des fibres. Koehl et al. **[Koehl et al., 2003]** se sont penchés sur l'extraction des paramètres de structure à partir d'images 3D. Ils ont aussi donné un rang à chacun de ces paramètres par degré d'importance. Afin d'améliorer la classification des paramètres, ils ont pris en considération les connaissances humaines concernant les non-tissés. Ces travaux ont eu pour objectif une meilleure compréhension des paramètres de fabrication des non-tissés

Zeng et al. **[Zeng et al., 2000]** ont utilisé des fils en polyester. Les fils sont tendus verticalement grâce à une masse de 20g. Le fil absorbe verticalement une résine qui est solidifié. Une coupe est effectuée sur le fil et des images sont prises par une caméra numérique couplée à un microscope avec un grossissement de 200. Ces images sont traitées et analysées afin d'étudier la géométrie des interstices entre les filaments constituants le fil. La connexion entre les interstices a été étudiée afin de comprendre l'ascension capillaire.

J'ai eu, au cours de mes travaux de recherche en Master **[Dimassi, 2003]**, à développer une approche permettant l'extraction de certains paramètres de structure d'une part et la corrélation entre la distribution des tailles de pore et le seuil de filtration d'autre part. Le but de mon travail était de qualifier la distribution des tailles de pores sur des échantillons de non-tissés de différentes masses surfaciques. Les images 3D des échantillons de non-tissés sont établies par profilomètre optique. La difficulté de ce travail se manifestait lors du traitement des images. En effet, les échantillons étudiés présentent un grand écart-type concernant l'épaisseur d'un même échantillon. Une méthode originale et robuste a été proposée afin de résoudre ce problème et obtenir directement une corrélation entre la distribution des tailles de pores et le seuil de filtration.

Les recherches dans le domaine des sols se basent aussi en partie sur de la simulation 2-D et 3-D mais sont plus avancés au niveau modélisation par traitement d'images. Ce qui nous a poussé à étudier les travaux effectués dans le domaine de l'analyse des sols. Les premiers papiers ont fait leur apparition assez tôt **[Jonguerius et al., 1972; Ringrose-Voase et Bullock, 1984; Coster et Chermant, 1985]** notamment pour ce qui concerne la granulométrie qui permet d'estimer la taille des pores **[Foster et Evans, 1971; Jonguerius et al., 1972]** en utilisant les opérations morphologiques tel que l'érosion et la dilatation **[Yuan, 1991]**. D'autres travaux ont été menés pour étudier la forme des pores **[Murphy et al., 1977[2] ; Murphy et al., 1977[1] ; Bullock et Murphy. 1980 ; Ringrose-Voase et Bullock,1984]**.

Lindquist [**Lindquist et Venkatarangan, 1999** ; **Lindquist et al., 1999 ; Oh et Lindquist, 1999 ; Lindquist et al., 1996]** propose d'étudier la structure géométrique de l'espace vide dans des matériaux poreux à travers l'étude de leurs squelettes **[Aufort et al., 2006 ; Pothuaud et al., 2000].** Pour cela, il utilise un algorithme d'extraction de squelette élaboré par Lee **[Lee et al., 1994]**. Cet algorithme produit un squelette qui permet d'identifier les zones de goulot d'étranglement. Lindquist a pu alors en déduire les distributions statistiques, les surfaces et les périmètres.

1.4 Porosité d'un non-tissé fin

1.4.1 Anisotropie des non-tissés

Les non-tissés sont des matériaux qui se distinguent des autres textiles par leur anisotropie. Ceci dépend de la façon avec laquelle les fibres ont été entremêlées (voir paragraphe 1.1.3).
Ce caractère anisotrope des non-tissés rend l'application des lois et des modèles physiques assez difficile. Ceci a poussé certains à étudier l'influence de l'orientation des fibres sur les propriétés mécaniques des non-tissés. Hearle et Stevenson ont étudié l'effet de l'anisotropie sur les propriétés mécaniques de certains non-tissés **[Hearle et Stevenson, 1963]**.
Ils ont constaté que les non-tissés, à distribution de fibres aléatoire, ont eu la plus haute résistance à la rupture dans le sens machine. Cette valeur diminue légèrement lorsqu'on se rapproche du sens travers. Bien qu'on puisse prévoir que la résistance à la rupture serait la même dans chaque direction, le processus utilisé a tendance à aligner légèrement les fibres dans le sens machine ce qui provoque une résistance légèrement plus élevée dans cette direction.
Les non-tissés à distribution de fibres dans le sens travers, ont la plus grande résistance à la rupture comme prévu. Cette valeur décroît jusqu'à ce qu'il ait atteint le sens machine. Ce qui est l'inverse pour les non-tissés à distribution de fibres parallèles.

1.4.2 La porosité

La porosité est un concept indépendant de la forme et des connexions entre les pores dont seuls les volumes sont considérés. C'est l'ensemble des interstices (connectés ou non) d'un matériau poreux pouvant contenir des fluides (liquide ou gaz).
Différents synonymes sont utilisés pour qualifier le terme de porosité : coefficient de porosité, porosité absolue, porosité réelle, porosité totale, porosité vraie, pourcentage de vide. Toutefois ces dénominations ne prennent pas toujours en compte la taille des interstices.

En se référant à la gamme des tailles moyennes des interstices d'un milieu poreux et aux états physiques de l'eau contenue, une classification des porosités a été proposée **[Schoeller, 1955]**:

Rayon des pores	Classe	Etat de l'eau
< 0,0001 mm	Microporosité	eau de rétention exclusivement
0,0001 à 2,5 mm	Porosité capillaire	eau capillaire et eau gravitaire
>2,5 mm	Macroporosité	eau gravitaire dominante

Table 1-2 : Classification des porosités

En prenant en compte la connexion entre les interstices (Schoeller, 1995) a distingué :

- la porosité formée par les seuls vides inter-communicants : porosité ouverte
- la porosité formée par les vides non interconnectés : porosité fermée ou porosité vacuolaire, qui ne permet aucune perméabilité.

La porosité dans les textiles ne possède pas autant de qualification. Un non-tissé fin, est composé de vides inter-communicants et d'autres non interconnectés. Les vides non interconnectés apparaissent suite à des défauts de fabrication. En effet, les fibres en voie fondue peuvent refroidir en retard, ce qui engendrera des zones de matières fondues. Les interstices seront alors complètement isolés. Les vides communicants sont les vides entre les fibres permettant au liquide de se déplacer.

Mathématiquement, la porosité (φ) d'un non-tissé est définie par le volume du vide dans le matériau rapporté au volume total. Elle peut être aussi définie comme suit :

$$\varphi = 1 - \frac{\rho_b}{\rho_s} \qquad \textbf{Eq. 1-21}$$

Avec ρ_b est la masse volumique du non-tissé et ρ_s est la masse volumique des fibres.

La masse volumique du non-tissé peut être calculée de la façon suivante :

$$\rho_b = \frac{Masse\ tissu}{Epaisseur} \qquad \textbf{Eq. 1-22}$$

Il est alors intéressant de donner la formule de la capacité d'absorption maximale :

$$C_m = \frac{\rho_l}{\rho_s}\frac{\varphi}{1-\varphi} \qquad \textbf{Eq. 1-23}$$

Avec ρ_l la masse volumique du liquide absorbé.

Hsieh s'est servi de l'Eq. 1-22 pour trouver la capacité d'absorption maximale C_m pour le coton et le polyester avec l'eau et l'hexadecane **[Hsieh, 1995]**. Il a remarqué que malgré la similitude des échantillons (structures, masse, épaisseur) une différence de C_m est à prendre en considération. Cette différence vient, selon Hsieh, de la façon de mesurer l'épaisseur de l'échantillon qui subit de légères compressions. De plus, la forme des fibres de coton et celle des fibres de polyester est assez différente. En faisant abstraction de ces erreurs de mesures Hsieh a conclu qu'à masses, épaisseurs et structure identiques, la masse volumique du matériau joue un rôle clé dans sa capacité d'absorption. Cependant si l'angle de contact est très variable, ceci exclura les effets de la masse volumique du matériau. En faisant le calcul, Hsieh a trouvé une différence de 17,6% entre le C_m du coton et le C_m du polyester. L'expérimentation montre une différence de 78%. Cette grande différence vient du fait que l'angle de contact de l'eau va de 41.5° pour le coton à 70.2° pour le polyester. Cette grande plage de différence agit de façon à exclure l'importance de la masse volumique du matériau.

Cette conclusion est très importante dans le choix du liquide dans nos expériences. Ce choix doit porter sur un liquide dont la variation de l'angle de contact soit assez faible afin qu'on puisse observer l'influence de la porosité sur la montée capillaire.

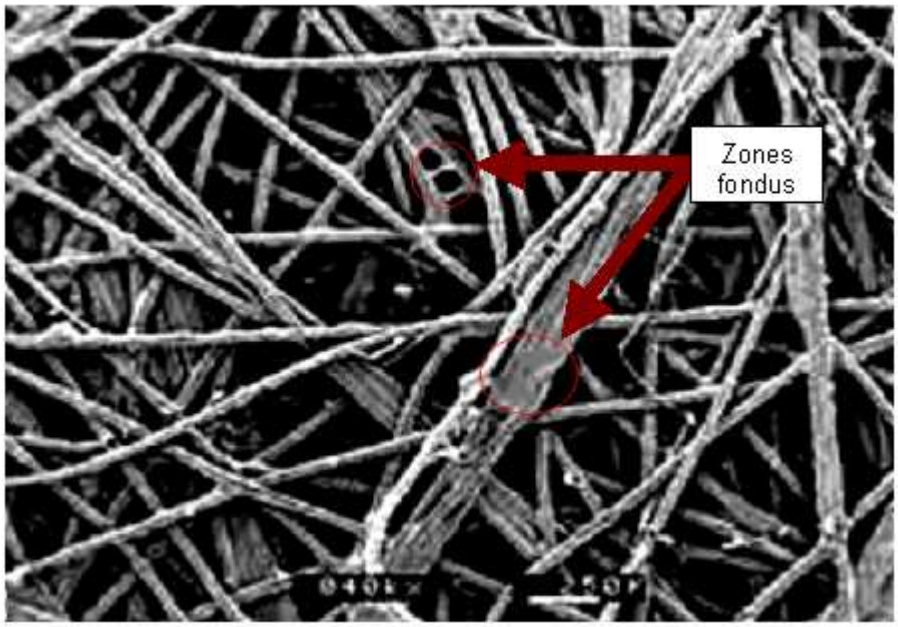


Figure 1-12 : Représentation des zones fondues dans un non-tissé

1.4.3 Définition de l'objet « pore »

Plusieurs définitions ont été données pour différents milieux poreux. Cette multitude de définitions - qui convergent dans leurs sens - vient de la différence de comportement d'un milieu poreux à un autre. La structure poreuse d'un morceau de sol argileux est différente d'un non-tissé de polyester.

Dullien **[Dullien, 1992]** définit le pore dans un sol comme une partie de l'espace poreux limitée par les parois du solide, et par des plans érigés là où le rayon hydraulique présente des minima locaux.

Dans un non-tissé, un pore a souvent été défini par le vide délimité par plusieurs fibres (Figure 1-13 (b)). Les autres configurations (Figure 1-13 (a), (c), et (d)) répondent aussi à la définition du pore. Cependant, ces configurations sont invisibles à l'œil humain compte tenu du diamètre des fibres. De plus, sur des images 2D, à moins d'avoir un grossissement important par microscope, ces configurations sont difficilement observables.

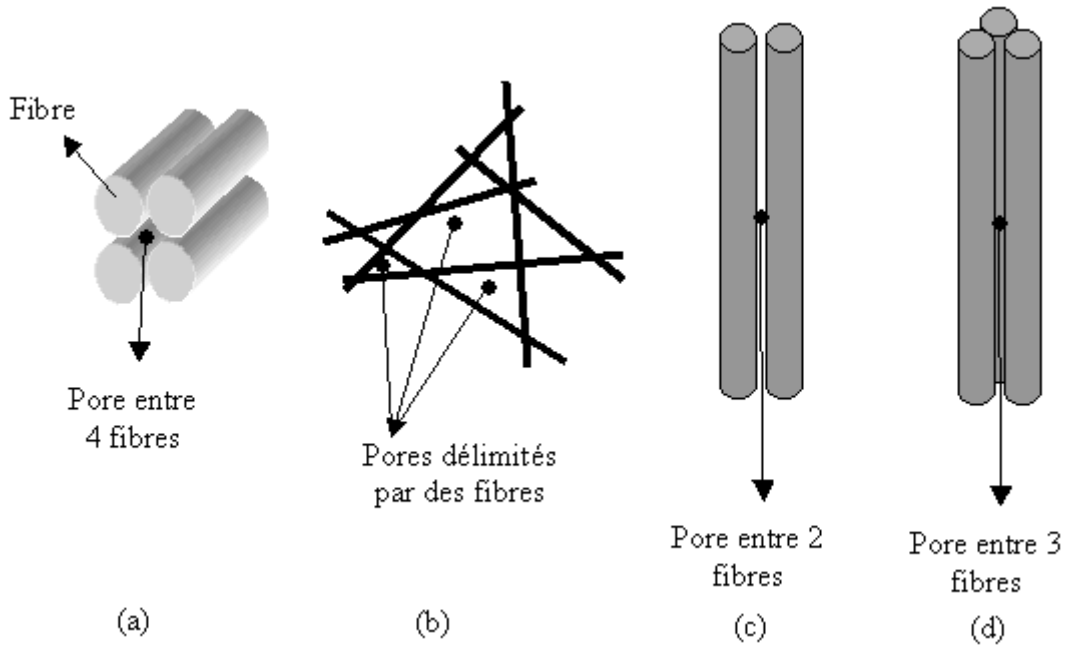


Figure 1-13 : Différents types de pores

Jusqu'à présent, les travaux se sont toujours intéressés aux pores de la configuration (b) mais au cours de cette thèse nous nous sommes intéressés à toutes les configurations possibles du pore. Afin de distinguer les différentes configurations, nous avons défini deux types de pores : les pores visibles et les pores invisibles.

Les pores visibles sont les pores de la configuration (b). On les appelle visibles, vu qu'ils sont repérables facilement sur nos échantillons.

Les pores invisibles sont les pores des configurations (a), (c), (d). Le mot invisible vient surtout du fait qu'ils sont cachés et pas facilement détectables sur une image 2D. Nous ferons l'hypothèse que toutes fibres, (à partir de 2) assemblées entre elles, reflètent une présence d'un pore invisible. Cette hypothèse facilitera la reconnaissance des pores invisibles sur nos images. Elle est contrôlée par le choix de la taille optimale de l'image à analyser. Nous discuterons dans le prochain chapitre du choix de la taille optimale des images à prendre afin de bien distinguer les deux catégories de pore (Figure 1-14).

Il est évident que les pores jouent un rôle différent selon l'usage de l'échantillon. Un échantillon en position horizontale n'a pas la même fonctionnalité que dans la position verticale. Nous nous intéressons dans cette thèse uniquement aux échantillons accrochés en position verticale.

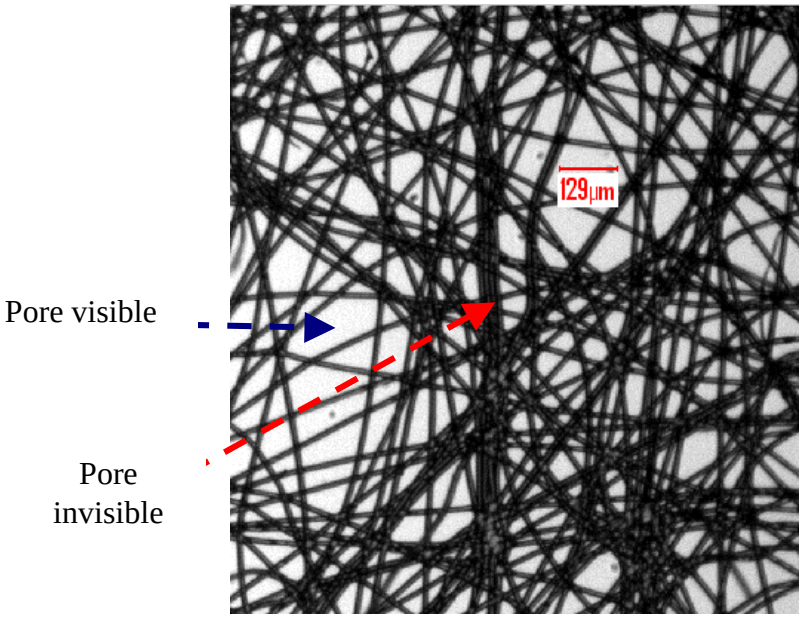


Figure 1-14 : Image d'un non-tissé en voie fondue de masse surfacique 15g/m²

Il est important de définir le seuil de séparation entre pore visible et invisible. En effet, ce seuil est fixé par le rapport d/r (cf. Chapitre 4) où d est la mi-distance entre les fibres et r le rayon de la fibre. Ce paramètre est fixé par Princen. Si $d/r>0.5$ alors le pore est visible et si $d/r\leq 0.5$ alors le pore est invisible. Le détail du calcul des tailles des images est détaillé au chapitre 2.

Face à une structure de non-tissé complexe, notre bibliographie montre qu'une étude directe est nécessaire. Ce qui a guidé notre choix vers l'analyse d'images d'un échantillon ultra fin.

Notre approche et notre choix ont été conditionnés par la définition des pores, présentée ci-dessus, ainsi que la nécessité de visualiser la dynamique de la montée du liquide. Nous sommes, donc, amenés à faire le choix d'un banc de test comportant une caméra numérique,

un ou plusieurs éclairages adaptés, un ou plusieurs échantillons ultra fins transformés par voie fondue.

1.5 Plan de la thèse

La Figure 1-15 met en lumière la structure logique des chapitres de ce mémoire. Elle constitue le fil rouge du déroulement de notre approche en vue d'une meilleure compréhension des phénomènes d'ascension capillaires dans un matériau technique tel que le non-tissé. Elle parcourt les étapes qui vont de la mise au point d'un banc expérimental pour capturer le phénomène physique à sa simulation en passant par la compréhension du phénomène à partir de l'observation directe et des théories qui se sont attachées à expliquer les propriétés hydrauliques dans un matériau.

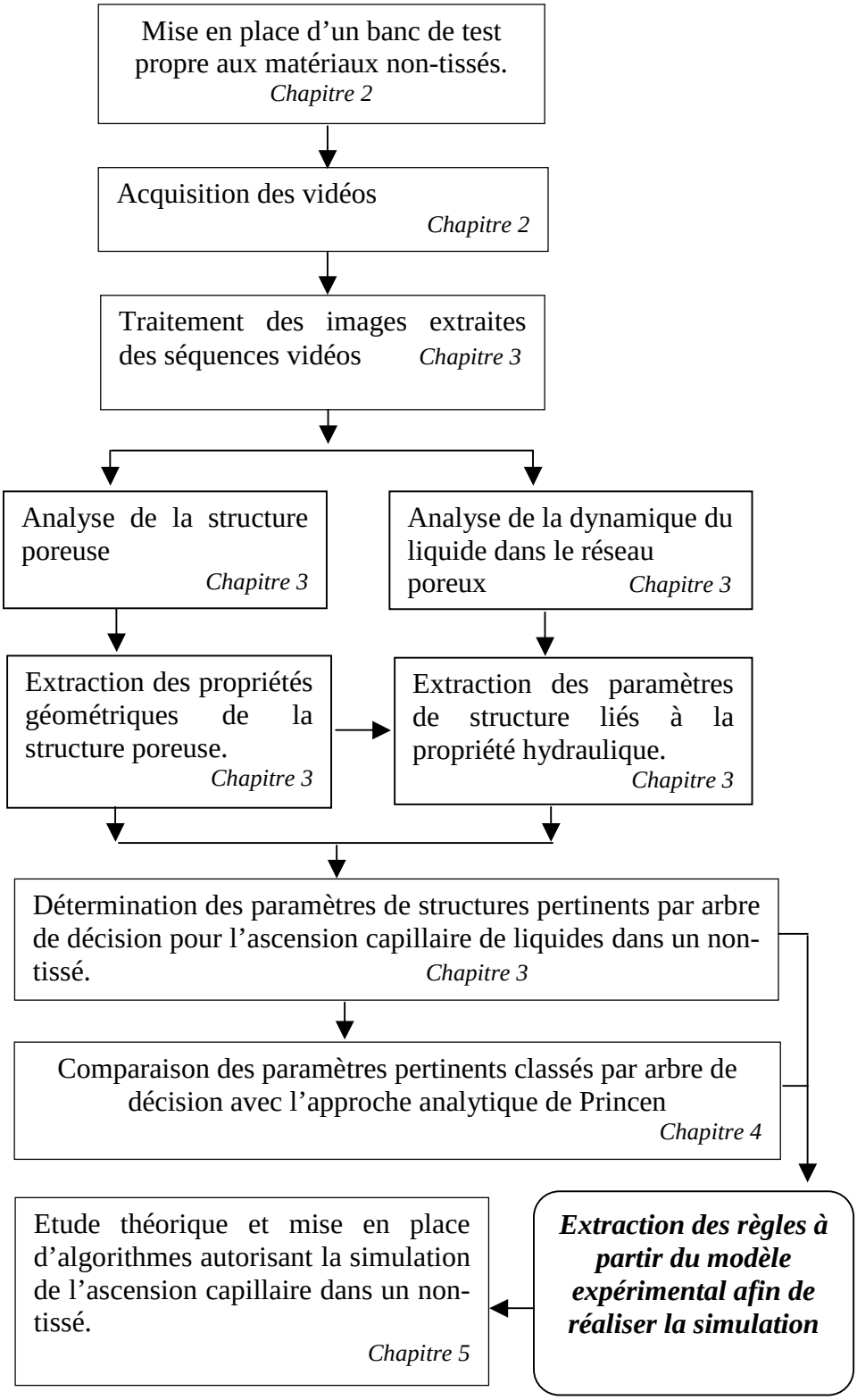


Figure 1-15 : Acheminement des chapitres dans ce rapport de thèse

CHAPITRE 2

Acquisition d’image des non-tissés

RESUME :

Afin de pouvoir caractériser et de simuler par la suite la structure poreuse des non-tissés, nous avons mis au point un banc de vision permettant d’acquérir des images des matériaux et d’en faire des analyses en régime dynamique.

Dans ce chapitre, je présente le banc de test développé (objet, environnement, éclairage et caméra), les images sur lesquelles est basé mon travail ainsi que les échantillons de non-tissés sur lesquelles nous avons effectué nos essais.

2 Acquisition d'images des non-tissés

2.1 Cahier des charges

Il s'agit de visualiser la dynamique de la montée d'un liquide très mouillant sur des échantillons commercialisables de faible épaisseur (15g/m²) et pour lesquels le diamètre moyen des filaments est de 22 µm. En effet, les échantillons en question sont formés par des filaments majoritairement en polyester. Ces filaments sont par nature hydrophobes. Ceci explique la raison pour laquelle le liquide utilisé doit être très mouillant si nous voulons observer correctement la dynamique de la montée du liquide.

Un dispositif est nécessaire pour, d'une part, suspendre verticalement et fixer l'échantillon et d'autre part, placer le liquide en dessous de l'échantillon. Le flacon contenant le liquide doit être placé sur un chariot coulissant dans le sens vertical pour mettre en contact le liquide avec la base de l'échantillon.

Hormis la formation du ménisque, les expériences ont montré que le phénomène de la montée capillaire dans ces échantillons est relativement long, notamment pour atteindre l'équilibre. Afin de visualiser le phénomène, il nous faut une caméra CCD numérique capable d'acquérir des images vidéo avec une fréquence minimum de 10Hz. Cette caméra doit avoir une bonne résolution afin d'obtenir des images de haute qualité ce qui facilitera par la suite les opérations morphologiques de pré-traitement des séquences d'images.
Nos échantillons sont des matériaux à trous engendrant, lors du passage de la lumière, un phénomène de diffraction. Ceci nécessite que notre caméra soit donc de bonne sensibilité.
L'éclairage est un élément indispensable à la bonne acquisition des images vidéo. Le liquide, au cours de son ascension, possède une dynamique complexe nécessitant un suivi précis. Un bon éclairage doit donc permettre de visualiser les différentes transitions du liquide pendant son déplacement et surtout de bien différencier le liquide du fond de l'image constitué par les filaments.
L'ensemble doit être placé dans un environnement à température et à pression ambiante et sans la présence d'autres éclairages parasites pouvant influencer la qualité des images vidéo.

Durant cette thèse, l'observation de la montée du liquide mouillant dans les échantillons de non-tissés fins s'est faite grâce à des vidéos enregistrées par le biais d'une caméra CCD placée derrière un microscope optique jouant le rôle de l'objectif. La caméra est reliée à un ordinateur par le biais d'une carte d'acquisition. Nous avons choisi un éclairage adapté à notre application (Figure 2-1) permettant de visualiser précisément la dynamique du liquide. Le

dispositif est placé dans une pièce sombre afin d'éviter les perturbations créées par les fréquences d'autres éclairages.

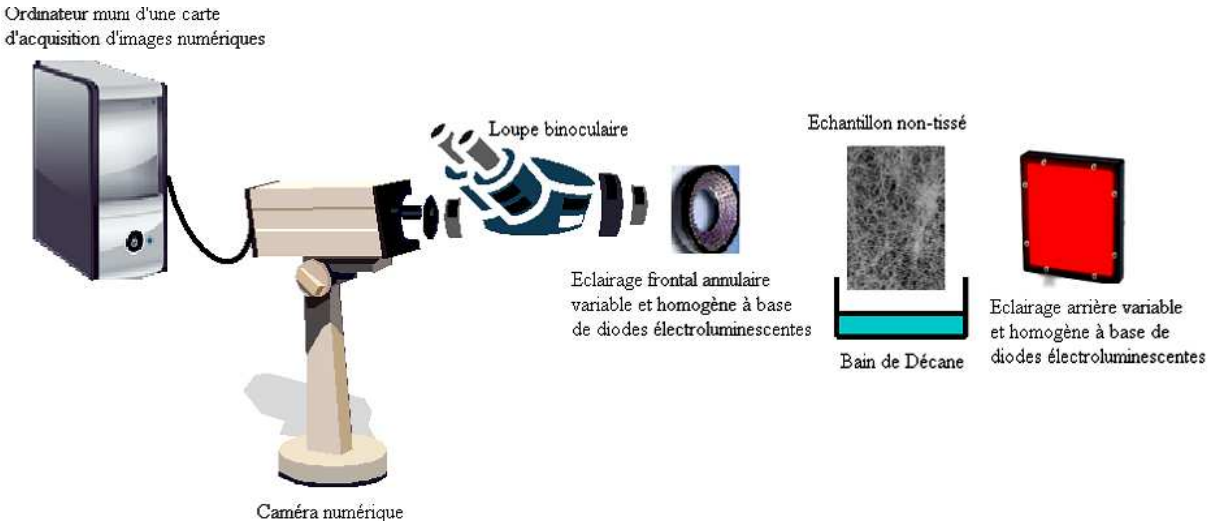


Figure 2-1: Banc de test permettant l'acquisition des vidéos

2.2 Le choix de la caméra

Le choix de la caméra **[Hervé, 2000]** dépend de l'objet que l'on souhaite observer (couleur, apparence, forme, texture) et de la qualité des images en sortie. Pour cela, il est important de vérifier et maîtriser certains paramètres.

- La taille du capteur et le nombre de pixels : pour spécifier la taille d'un capteur, on parle de quart de pouce, de demi-pouce, etc. Ces appellations n'ont pas de significations physiques mais une équivalence avec la diagonale des capteurs de la génération précédente (les cameras à tube).

La résolution du capteur : c'est le nombre et la forme (carré, cercle) des pixels constituant un capteur (Table 2-1)

- L'obturateur qui contrôle l'entrée de la lumière. Grâce à un synchroniseur, la fréquence d'ouverture/ fermeture de l'obturateur est plus ou moins importante.

Dénomination du capteur	Horizontale (mm)	Verticale (mm)	Diagonale (mm)	Diagonale (Inches)
1/4"	3.2	2.4	4.0	0.16
1/3"	4.8	3.6	6.0	0.24
1/2"	6.4	4.8	8.0	0.31
2/3"	8.8	6.6	11.0	0.43
1"	12.6	9.5	15.8	0.62

Table 2-1: Dénomination des capteurs CCD et CMOS

- Le rapport Signal/Bruit : On divise la valeur du signal d'origine par le bruit. Le bruit est un signal non utile, composé de parasites provoqués par des perturbations externes ou les circuits électroniques. Plus cette valeur est élevée plus le bruit est négligeable.
- La sensibilité de la caméra à la lumière est mesurée en Lux. Si le nombre de Lux est faible, alors on pourra filmer dans des endroits sombres.

Nous avons opté pour une caméra CCD qui possède les caractéristiques suivantes :

- ✓ Capteur CCD 2/3″ progressive
- ✓ Résolution 1392x1040 pixels carrés de coté 6,45 µm
- ✓ Version CameraLink avec sortie 10 bits
- ✓ Obturateur 1/24 ~ 1/10.000 s
- ✓ Rapport S/B > 57dB
- ✓ Sensibilité 0.1 Lux

2.3 Le choix de l'éclairage

La lumière est la base même de l'acquisition d'images. C'est la lumière réfléchie par un objet qui est perçue par l'œil ou la caméra.

Le capteur d'images détecte des radiations lumineuses. Elles atteignent le capteur soit par transmission (directe ou diffusante), soit par réflexion (directe ou diffusante) (Figure 2-2) :

- ✓ Transmission directe : angle d'éclairage aigu, contraste important, trous bien visibles,
- ✓ Transmission diffusante : angle d'éclairage large, moins contrasté, éclairage uniforme sur toute la surface de l'objet,
- ✓ Réflexion directe : éclairage dépendant de l'angle mais pas de la distance, contraste important, élimine les couleurs.
- ✓ Réflexion diffusante : éclairage dépendant de la distance mais pas de l'angle, contraste faible, met en évidence les couleurs.

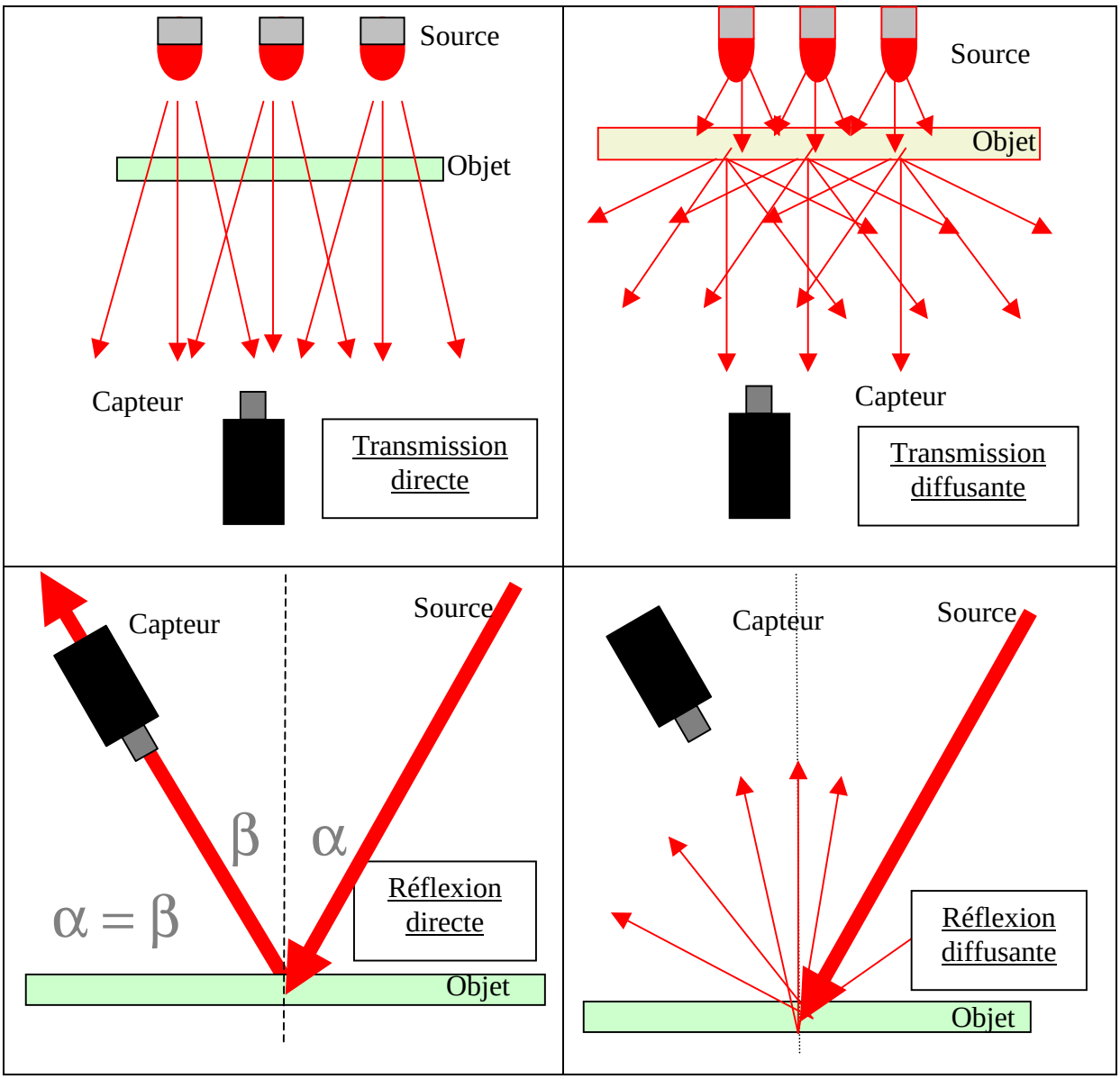


Figure 2-2 : Différentes configurations d'éclairages (Source CCS)

La nature de l'éclairage dépend de l'application souhaitée :

- ✓ L'éclairage naturel : Dans de bonnes conditions, le spectre de cet éclairage est très riche et les images obtenues ont une bonne dynamique.
- ✓ L'éclairage avec une source contrôlée (halogène, fibre optique, LED : diodes électroluminescentes, fluorescent, laser) : le choix de la source dépend du volume à éclairer, de la quantité de lumière à apporter et du spectre désiré.
- ✓ L'éclairage structuré permet de projeter sur l'objet un maillage (une alternance de zones éclairées et de zones sombres) de manière à faire ressortir les reliefs.

Pour notre application nous avons choisi la combinaison de deux types d'éclairage (Figure 2-4) :

- ✓ Un éclairage LED rouge uniforme par l'arrière de l'échantillon afin d'éclairer les interstices. Les échantillons à observer présentent un grand nombre de trous. En comparant les caractéristiques de chaque type d'éclairage, le meilleur consiste en un éclairage par transmission directe (Figure 2-3 (a)).
- ✓ Un éclairage LED rouge uniforme, par-devant, sous forme de parapluie. L'angle d'inclinaison du plan des diodes est de 20° (Figure 2-3 (b)). Ceci correspond à un éclairage par réflexion diffusive. La surface des échantillons présente des reliefs correspondants aux différents filaments superposés les uns sur les autres. Cette technique est très connue pour détecter les reliefs et les rayures sur des surfaces comme le verre. La détection des cavités permet une meilleure détection des endroits où circulera le liquide dans la mesure où en remplissant les cavités, l'intensité lumineuse change.

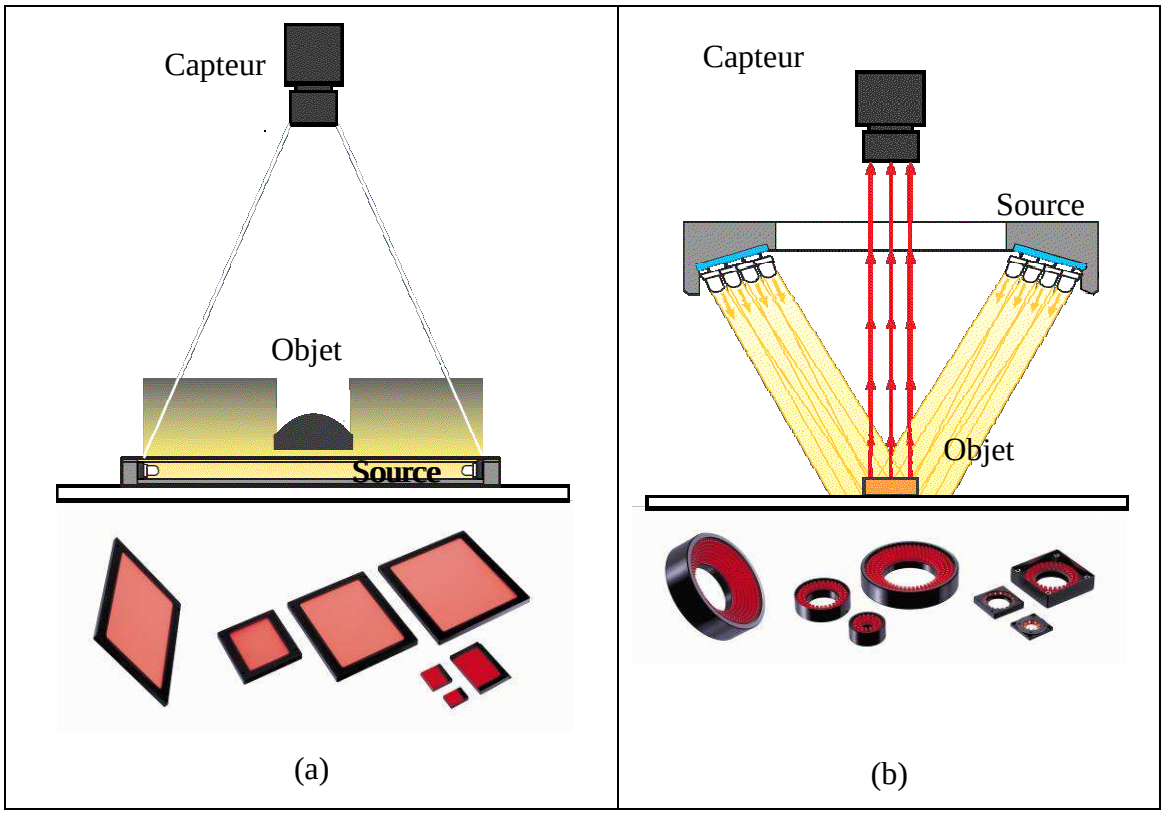
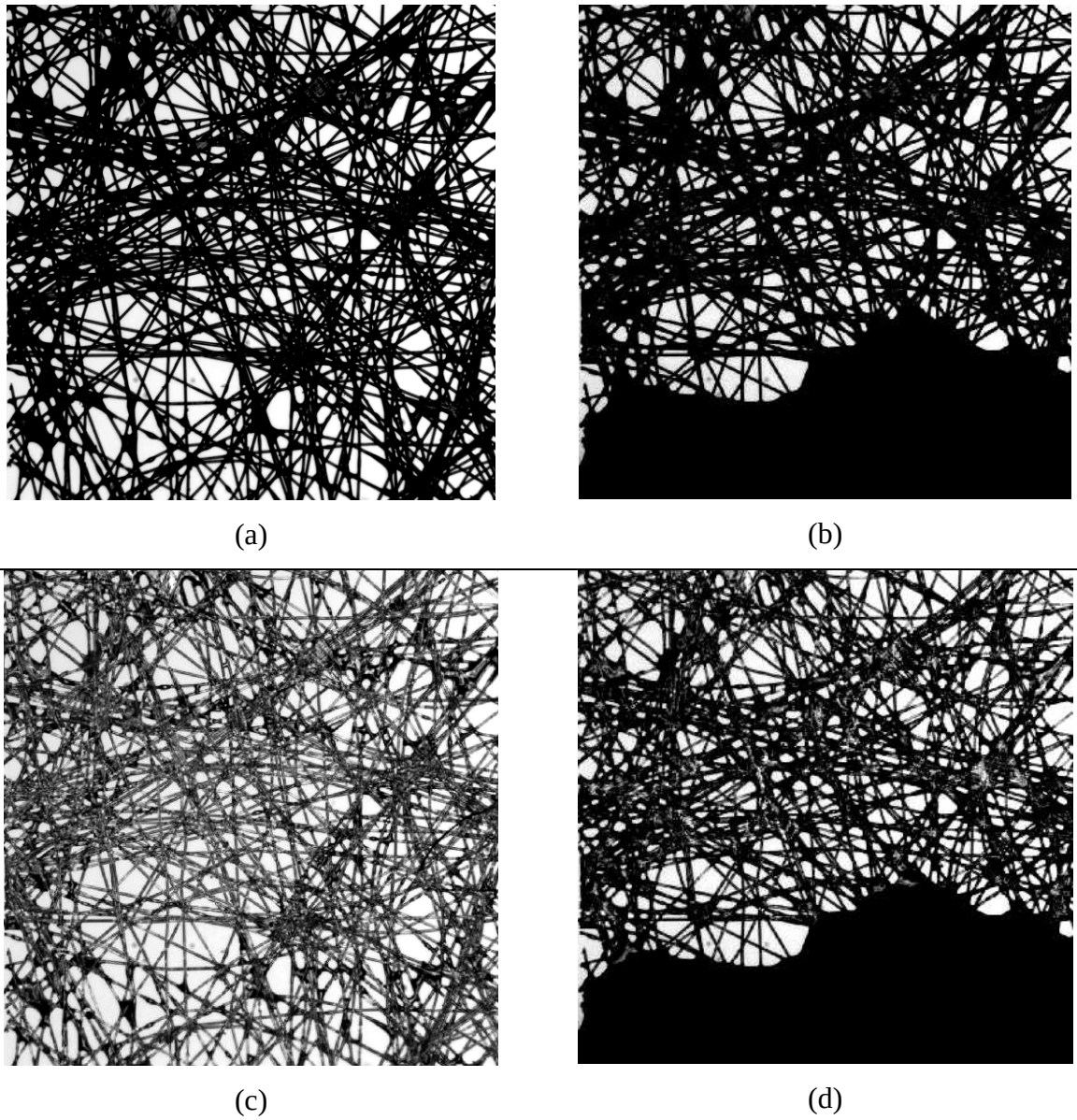


Figure 2-3 : (a) Eclairage par transmission directe placé à l'arrière de l'échantillon (b) Eclairage par réflexion diffusante avec une inclinaison de 20° du plan des diodes

La combinaison des deux éclairages permet de bien éclairer les trous d'une part, et les filaments en surface d'autre part. Nous pouvons alors détecter le remplissage des pores invisibles (par éclairage avant) et les pores visibles (par éclairage arrière).

À la différence des lampes fluorescentes ou du néon, les LED sont des points de lumière projetée à un angle déterminé. La lumière ne diffuse pas dans toutes les directions. En conséquence, une série de précautions doivent être prise pour obtenir un aspect uniforme.

Les LED émettent la lumière d'après un angle déterminé. Plus l'angle est petit, plus la quantité nécessaire de lignes de LED est importante avec des sources de lumière très rapprochées. Le revêtement des diodes LED permet d’avoir une excellente dissipation d’énergie ce qui évite leur dégradation. Quelle que soit l’intensité lumineuse dégagée par les LED, la température de la couleur reste constante.



(a) (b)

(c) (d)

Figure 2-4 : Eclairage uniquement par l’arrière (a) Echantillon vide (b) Echantillon plein Eclairage par l’arrière et par l’avant (c) Echantillon vide (d) Echantillon plein. Echantillon de taille 3,77x 3,74 mm soit 932x936pixels

2.4 Le choix de la carte d'acquisition

L'interface caméra – carte d'acquisition est la première étape de la traduction du signal image. Il s'agit de stocker l'image sur la carte d'acquisition. Deux types de cartes d'acquisition existent : les cartes d'acquisition analogiques et les cartes d'acquisition numériques. Parmi ces deux types, une multitude de modèles de cartes d'acquisition sont proposées sur le marché (Bus PCI, Bus PCI express, Bus PCMCIA). Les cartes d'acquisition numériques destinées aux caméras de type « Camera Link » sont conçues pour les applications d'imagerie scientifique et de vision industrielle qui nécessitent une acquisition d'images haute résolution avec un câblage simple. Ils peuvent acquérir des images à partir de n'importe quelle caméra « Camera Link ».

Voici les caractéristiques données par le constructeur de notre carte d'acquisition :

- ✓ 24-bit base mode Camera Link
- ✓ Caméras digitales 8 - 16 bit monochrome ou 24 bits couleur Transfert soutenu à 120 Mbps du bus master au PC hôte
- ✓ Pas d'intervention du CPU
- ✓ Interface Camera LinkMC pour les caméras numériques à balayage de lignes et à balayage de zones qui simplifie l'intégration des caméras
- ✓ Capacité d'alimenter la caméra

2.5 L'objectif

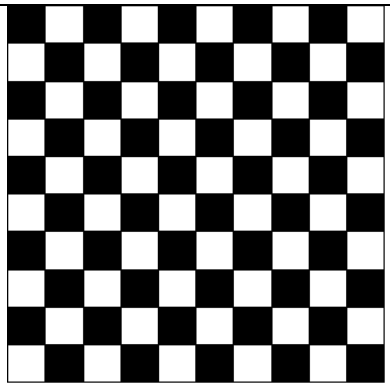
L'objectif se situe entre le monde réel et le capteur d'images. Il permet de faire converger les rayons lumineux d'un point de l'espace 3D sur un point du plan image.

Chaque point de l'objet que l'on observe émet des photons dans une multitude de direction.

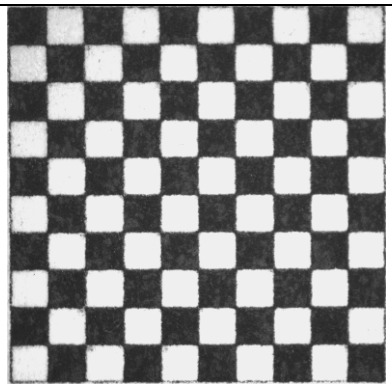
Le premier principe de l'objectif est de faire converger le plus de rayons possibles en un point unique, le second principe repose sur le fait que l'ensemble des points images formés se projette sur un même plan.

Nous avons choisi de fixer la caméra sur un microscope afin de pouvoir ajuster la taille du champ de travail facilement. Le microscope utilisé possède des grossissements allant de 0.6 à 6.6 fois. La lentille placée en amont du microscope joue le rôle d'objectif. Son grossissement est choisi arbitrairement à 1.

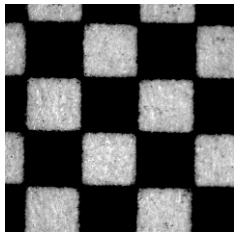
L'objectif introduit généralement des distorsions sur les images. Dans notre cas, les images n'ont pas subi de distorsion en raison de leurs petites tailles (Figure 2-5).



(a) Damier 1x1cm



(b) Damier 1x1cm



(c) Zoom damier 4,13x4,13mm

Figure 2-5 : (a) Image réelle (1cmx1cm) (b) Image prise par la caméra montrant l'absence de distorsion (c) Même image avec un grossissement de 1,6

2.6 L'environnement

Les acquisitions d'images se font en absence de tout autre éclairage dans la salle. L'histogramme des images est ajusté uniquement en fonction des éclairages LED utilisés. Nous travaillons dans les conditions ambiantes de température et de pression (25°C et 1000 hPa). L'humidité relative dans la salle est de 30%. Le taux d'évaporation du Décane est très faible dans ces conditions et les échantillons sont complètement secs compte tenu du taux d'humidité.

2.7 Description de l'expérimentation

Durant cette thèse, j'ai travaillé sur des non-tissés de faible masse surfacique (15g/m²) fournis par une entreprise du groupe américain PGI-Nonwovens. Ces échantillons ont été obtenus par voie fondue et plus précisément par extrusion. Ils ont, par la suite, étés consolidés thermiquement. Les filaments, constituant les échantillons, sont composés à la base de 85% de polyéthylène téréphtalate (PET) et 15% de polybutylène téréphtalate (PBT) (ρ_{PET} = 1,39 g/cm^3 et ρ_{PBT} = 1,28 g/cm^3*)*

L'intérêt du PBT est de thermo-lier les filaments entre eux. En effet, la température de fusion du PBT est inférieure à celui du PET. Le PBT contenu dans chaque filament fondra et créera des points de liage avec d'autres filaments. Dans le cas où la matière n'est pas refroidie à temps, on obtient des zones fondues au lieu de filaments entremêlés (Figure 2-7).

Ces échantillons sont fins et présentent une porosité pouvant atteindre 90%. Le calcul de la porosité a été effectué par **[Zhu et al., 2008]** pour les mêmes échantillons avec des grammages différents sauf celui de 15g/m² (Table 2-2).

NW	δ(g/m^2)	e(mm)	ε (%)
A	20	0.102	85.4
B	30	0.111	79.8
C	35	0.103	74.6
D	65	0.149	67.4
E	90	0.281	76.1

Table 2-2 : Valeur de l'épaisseur et de la porosité déterminer expérimentalement par Zhu et al.

Le diamètre moyen des filaments des échantillons 15g/m², est de 22µm avec un écart-type de 2,28 (Figure 2-6). Cette variation du diamètre des filaments provient de la variation de l'étirage des filaments en sortie de la filière de l'extrudeuse.

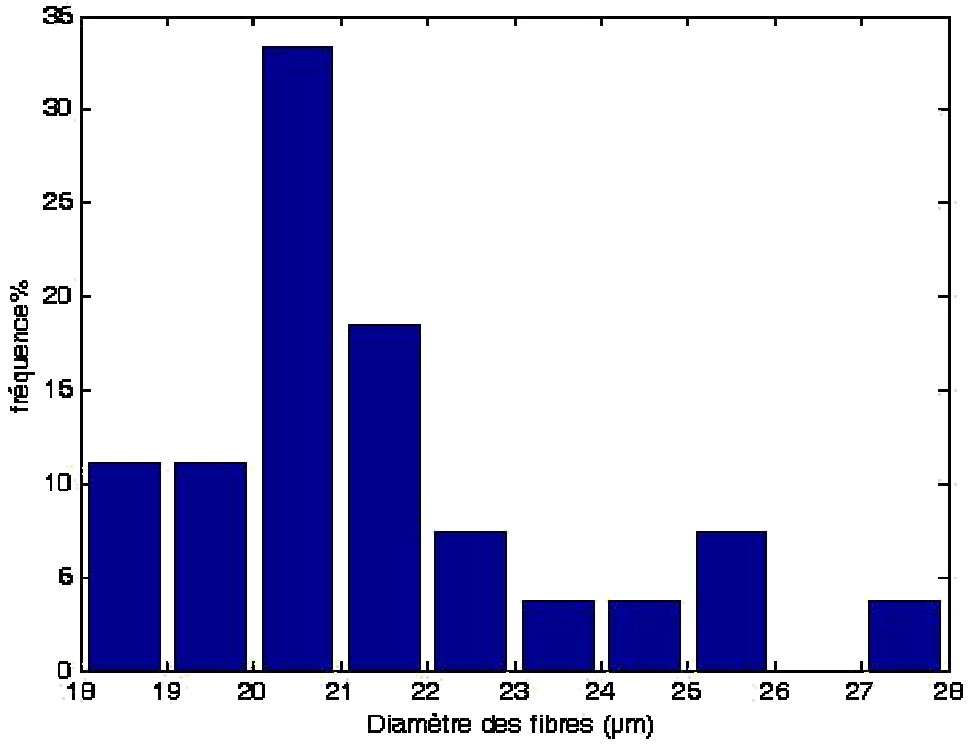


Figure 2-6 : Distribution des diamètres de filaments pour l'échantillon en voie fondue de 15g/m²

Les échantillons utilisés sont anisotropes et non uniformes. Ils présentent une structure poreuse complexe. La structure de nos échantillons (15g/m²) se rapproche d'une structure 2D en raison de leur très faible grammage qui impose un nombre limité de filaments superposés dans le sens de l'épaisseur. En effet, d'après les expériences effectuées par Zhu et al., la masse absorbée par un échantillon 20g/m² est négligeable. Ce qui peut s'expliquer par deux choses : soit peu de liquide a été absorbé ou le liquide absorbé présente une forme quasi 2D. Nous nous pencherons plus en détail sur cette question au cours du chapitre 4.

Ces échantillons présentent aussi des zones complètement fondues présentant des défauts de fabrication. Ces défauts ne sont pas faciles à diagnostiquer à travers une caméra (Figure 2-7).
La montée capillaire dans ces non-tissés sera observée grâce à la montée du Décane ($C_{10}H_{22}$) (Table 2-3). En effet, un flacon rempli de Décane est posé sur un support élévateur mécanique et rapproché de l'échantillon suspendu verticalement. Le choix du Décane vient du fait que l'angle de contact θ est nul et que son taux d'évaporation est court eu égard aux temps de montée du liquide. De plus, le décane a souvent été choisi dans la littérature à cause de ses propriétés de mouillage exceptionnel avec le polyester, et de ses temps d'évaporation relativement lents. Grâce à ces propriétés, nous aurons l'occasion d'observer une hauteur de front à l'équilibre plus importante. Ceci permettra de faciliter l'observation de la montée capillaire surtout que le polyester est hydrophobe.

Masse volumique	Tension de Surface	Viscosité dynamique
ρ [kg/dm^3]	σ [mN/m]	υ [mN.s/m²]
0,73	23,9	0,88

Table 2-3 : Caractéristique du Décane

Dans notre cas, le choix d'un liquide ou d'un autre ne dépend que de son angle de contact et donc de son degré de mouillage. Ce qui nous intéresse le plus, c'est la compréhension de la montée du liquide mouillant dans un non-tissé fin.
Le liquide monte dans le non-tissé et la scène est filmée à l'aide de la caméra matricielle. Lors de la montée du liquide, les deux éclairages sont allumés afin de détecter la majorité du mouvement du liquide. Les vidéos sont directement enregistrées sans compression sur l'ordinateur relié à la carte d'acquisition. Les vidéos sont traitées par la suite par nos algorithmes qui seront présentés dans les chapitres qui suivent.

2.8 Description des images à analyser

Les images extraites de chaque vidéo représentent les échantillons. La résolution initiale de chaque image est de 1024 par 1024 pixels. Cette résolution a été obtenue en appliquant la théorie de Shannon : la distance entre deux cellules adjacentes du capteur doit être de l'ordre de la moitié de la taille du plus fin détail que peut transmettre le système optique. Chacun des pixels est carré et a pour coté 6,45µm. Cela correspond à une taille d'image de 6,6 x 6,6 mm² pour un grossissement de 1 au niveau du microscope. Ceci signifie que chaque millimètre est représenté par 155 pixels.
Afin d'observer une distance entre deux fibres correspondant à la moitié du diamètre du filament, nous avons besoin de fixer le grossissement à 1,6 (cf. Chapitre 4). Il en résulte une taille optimale de l'image correspondant à 4,13 x 4,13 mm². Cette taille optimale nous permet

de distinguer facilement les pores visibles et les pores invisibles (Cf. paragraphe 1.4.3). Le calcul de la taille de chacune de nos images (en mm) se fait de la façon suivante :

$$\text{Dimension de l'image (mm)} = \frac{\text{Taille en pixel}}{155*1,6} \qquad \textbf{Eq. 2-1}$$

Les images sont rognées pour supprimer le vide et les fibres se trouvant sur les bords proviennent de la découpe des échantillons. Nous conservons juste la zone qui nous intéresse.

Il est tout à fait possible de traiter directement les vidéos sans les décomposer en images, mais l'observation de chaque image est très importante afin de comprendre la complexité du phénomène. La décomposition des vidéos s'est faite grâce au logiciel « VirtualDub ». Les images obtenues sont en niveau de gris, dans un format non compressé (format BitMaP – BMP). Afin d'alléger l'espace de stockage nous convertissons les images au format TIFF toujours sans compression (Figure 2-7).

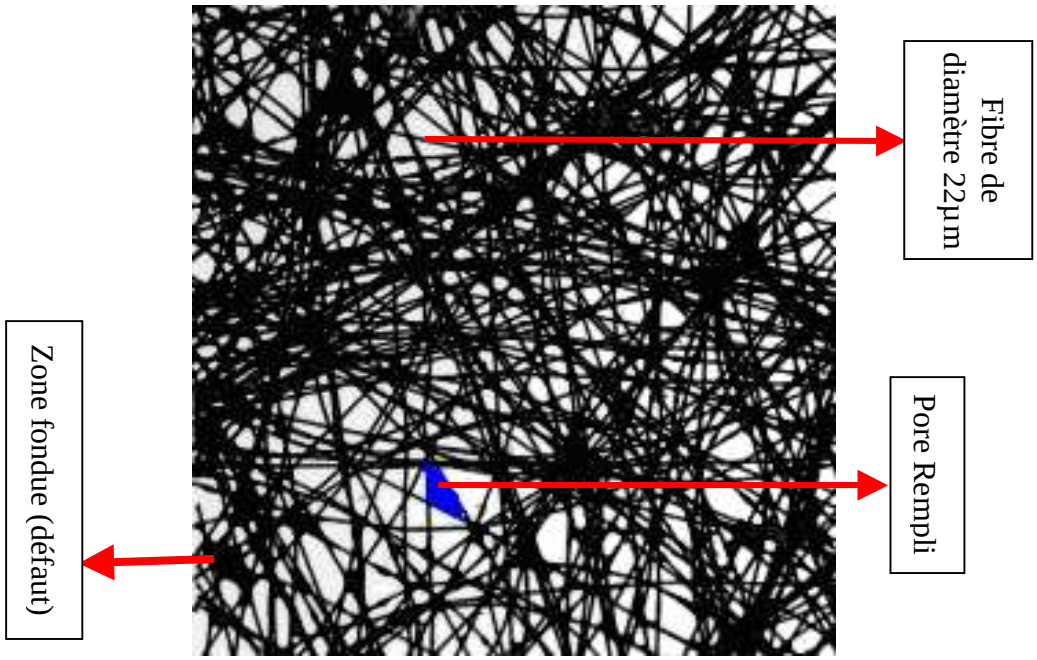
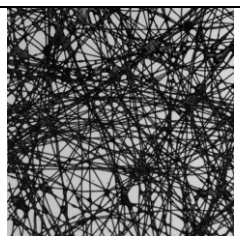
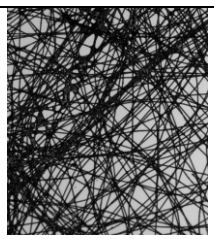
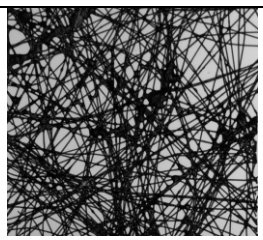
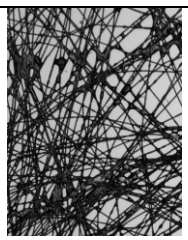


Figure 2-7 : Image présentant : un pore rempli, une zone fondue, une fibre de diamètre 22µm

			
Echantillon1: 932x936 pixels 3,76x3,77mm	Echantillon2: 823x932 pixels 3,32x3,76 mm	Echantillon3: 989x887 pixels 3,99x3,58 mm	Echantillon4: 719x936 pixels 2,90x3,77 mm

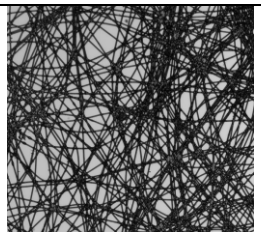
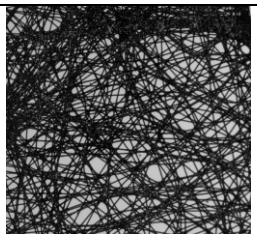
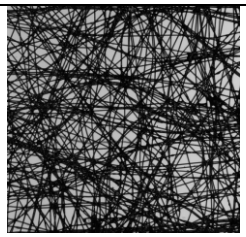
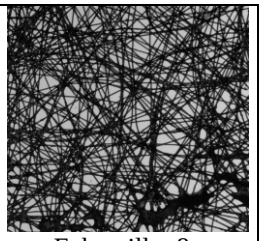
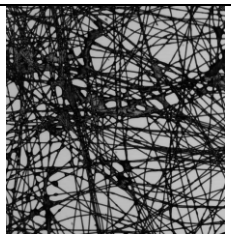
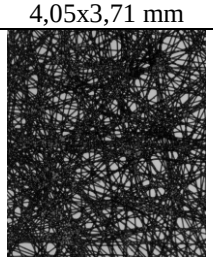
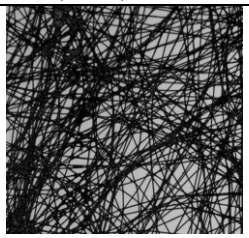
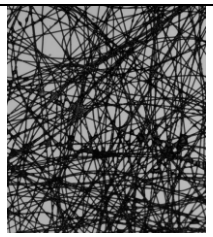
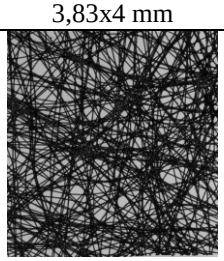
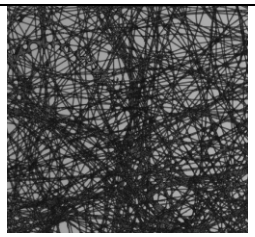
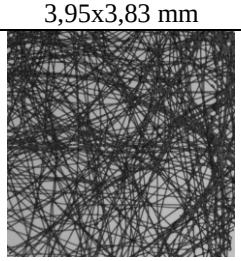
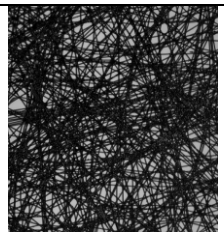
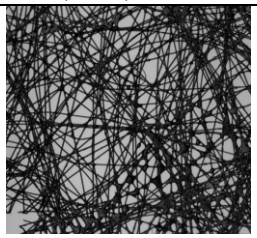
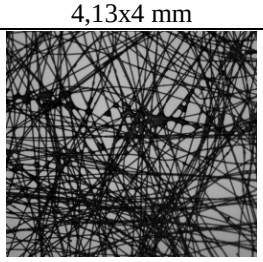
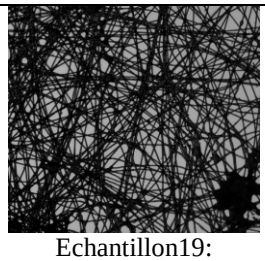
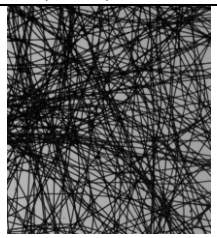
 Echantillon5: 921x858 pixels 3,71x3,46 mm	 Echantillon6: 1005x919 pixels 4,05x3,71 mm	 Echantillon7: 1022x1001 pixels 4,12x4,04 mm	 Echantillon8: 1024x952 pixels 4,13x3,84 mm
 Echantillon9: 951x992 pixels 3,83x4 mm	 Echantillon10: 799x902 pixels 3,22x3,64 mm	 Echantillon11: 980x950 pixels 3,95x3,83 mm	 Echantillon12: 854x989 pixels 3,44x3,99 mm
 Echantillon13: 928x1022 pixels 3,74x4,12 mm	 Echantillon14: 1023x991 pixels 4,13x4 mm	 Echantillon15: 935x920 pixels 3,77x3,71 mm	 Echantillon16: 909x985 pixels 3,67x3,97 mm
 Echantillon17: 1005x929 pixels 4,05x3,75 mm	 Echantillon18: 1024x926 pixels 4,13x3,73 mm	 Echantillon19: 992x912 pixels 4x3,68 mm	 Echantillon20: 906x1002 pixels 3,65x4,04 mm

Figure 2-8 : Les vingt échantillons de non-tissé d'une masse surfacique de 15 g/m²

2.9 Conclusion

Le dispositif, présenté dans ce chapitre, nous a permis de visualiser et de distinguer le liquide en mouvement par rapport au réseau poreux. Il nous a permis aussi de mieux comprendre la montée capillaire au sein de la structure fibreuse complexe. Avec les images obtenues nous allons pouvoir extraire les paramètres de structure caractérisant la structure poreuse ainsi qu'une analyse de la dynamique du liquide.

CHAPITRE 3

Extraction des paramètres de structure pertinents

RESUME :

Les paramètres de structure du réseau poreux et ses propriétés physiques sont fortement liés et en particulier pour la montée capillaire.

Dans ce chapitre, je présente l'étude des paramètres de structure des matériaux textiles impliqués dans la montée du liquide pour notre structure poreuse particulière.

Je présente au début du chapitre les différentes méthodes de l'identification des régions. Ensuite, j'introduis les données statistiques à extraire, à partir des images, afin d'obtenir les paramètres de structure qui serviront de descripteurs géométriques de la structure poreuse. Enfin, j'expose une méthode basée sur les arbres de décision permettant la sélection des paramètres pertinents pour une meilleure compréhension des attributs géométriques qui participent à la diffusion dynamique des liquides dans le matériau.

3 Extraction des paramètres de structure pertinents

3.1 Introduction

Le but de ce chapitre est de dégager un certain nombre de paramètres de structure caractérisant nos non-tissés. Nous voulons connaître le degré d'influence de chaque paramètre sur la montée capillaire. Le chapitre qui suivra, viendra affirmer les résultats retrouvés au sein de ce chapitre par une autre approche basée sur les lois physiques.

Les travaux existants **[Koehl et al., 2003]** estiment que chaque paramètre de structure possède un rôle important quant à l'ascension du liquide. Dans notre cas, il est important de vérifier si tous les paramètres de structure jouent vraiment un rôle primordial dans l'ascension capillaire à partir de l'observation directe explicitée au chapitre précédent. L'observation du phénomène dans une structure complexe reste difficile à théoriser. Les paramètres évoqués dans la littérature sont principalement la distribution de la taille des pores, l'orientation des filaments, la masse volumique de matière et l'uniformité massique.

La caractérisation d'un pore est multidimensionnelle. Nous nous intéressons, non seulement, à la taille mais aussi à la géométrie du pore (cercle inscrit, ellipse équivalente etc.). Les tailles des pores sont représentées par la distribution de la taille de pore. Celle-ci consiste à ranger les pores en classes de taille, et à comptabiliser le volume occupé pour chacune des classes retenues. Jusqu'à présent, la distribution de la taille de pores a été représentée par le rayon équivalent des pores. Cette approche repose sur l'hypothèse qui consiste à considérer que les pores possèdent une géométrie circulaire (2D) ou sphérique (3D). Sur nos échantillons, il est clair que cette hypothèse ne correspond pas à la vraie géométrie de nos pores. L'erreur relative entre l'aire réelle du pore et l'aire représentée par un cercle de rayon *r* équivalent sera alors considérable. La meilleure représentation d'un pore dans notre cas serait de lui attribuer le polygone formé par les différents filaments délimitant sa surface. Les pores seraient alors définis d'une façon assez précise. Nous pouvons les classer suivant le nombre de cotés ou par convexité, par symétrie ou même par les angles. Cependant, un polygone n'est pas facile à représenter statistiquement compte tenu des différents paramètres engendrés par sa géométrie. J'ai choisi alors de représenter les pores par une forme géométrique moins appropriée que le polygone, mais toutefois plus précise que le disque inscrit. Il s'agit de l'ellipse. L'avantage de l'ellipse est de pouvoir s'adapter à la forme du pore tout en décrivant partiellement sa géométrie et sa direction au sein du matériau grâce à son excentricité et à son orientation principale. Les données statistiques engendrées par l'ellipse sont facilement exploitables. L'algorithme que je propose **[Dimassi et al., 2008]**, permet de calculer non seulement la

distribution de la taille de pore, mais aussi une distribution de la géométrie des pores. Ce qui donne une vraie signification à la structure poreuse. Un pore représenté par une ellipse allongée ne peut pas être représenté par un disque. Les deux représentations n'ont pas les mêmes propriétés hydrauliques.

Dans le domaine de l'analyse des sols, et plus particulièrement l'agriculture, des travaux ont été effectués afin de permettre une analyse rapide de la structure poreuse d'un sol comportant des macro-pores. Il s'agit d'analyser la qualité du sol en analysant sa porosité. La distribution de la taille des pores dans les sols est basée sur l'analyse de la géométrie fractale à partir d'images binaires **[McBratney et Moran, 1990 ; Anderson et al., 1996]**. En astronomie, une méthode rapide est utilisée afin de retrouver la distribution de la taille des étoiles appelée granulométrie. Cette méthode est basée sur des ouvertures successives de disques dont le rayon varie à chaque itération. L'inconvénient de l'approche granulaire est d'utiliser des formes géométriques précises (disques, rectangles, etc.)

Concernant l'orientation des filaments, les différents travaux sur les non-tissés considèrent que c'est un paramètre important concernant l'absorption et le mouillage. Il intervient surtout quant à la description de la diffusion du liquide dans une structure poreuse. Nous souhaitons vérifier si ce paramètre présente autant d'enjeu dans le cas d'ascension capillaire. Des travaux ont été réalisés sur la diffusion d'une goutte de liquide sur un échantillon placé horizontalement afin de mesurer l'orientation des filaments en négligeant l'effet de gravité. Ce qui engendre l'hypothèse que la diffusion n'est liée qu'à l'orientation des filaments. Or nous verrons que d'autres paramètres sont aussi impliqués dans le transport du liquide dans notre cas.

Dans la suite du chapitre, nous allons étudier des paramètres de structures réparties en trois catégories :

- ✓ La distribution de la taille et de la géométrie de pore qui englobe le petit-axe de l'ellipse, le grand axe de l'ellipse, l'orientation des pores,
- ✓ L'orientation des filaments,
- ✓ La densité de vide qui traduit qualitativement la masse surfacique d'une région de notre non-tissé par une mesure de la densité optique,

Nous cherchons à identifier la relation qui existe entre ces paramètres de structures et la propriété fonctionnelle qui est le remplissage de notre structure poreuse (Figure 3-1).

La pertinence des paramètres sera donnée par l'arbre de décision où les feuilles correspondront à la classification des paramètres liés aux propriétés hydrauliques et les nœuds aux paramètres de structure du matériau. La décision de remplissage d'une zone (espace de

sortie) décrite par l'ensemble de ces paramètres doit être optimisée en minimisant l'erreur produite par chaque nœud de l'arbre. Seul les paramètres (définissant l'espace d'entrée) donnant une décision optimale correspondant à une erreur minimale, seront retenus et considérés comme pertinents.

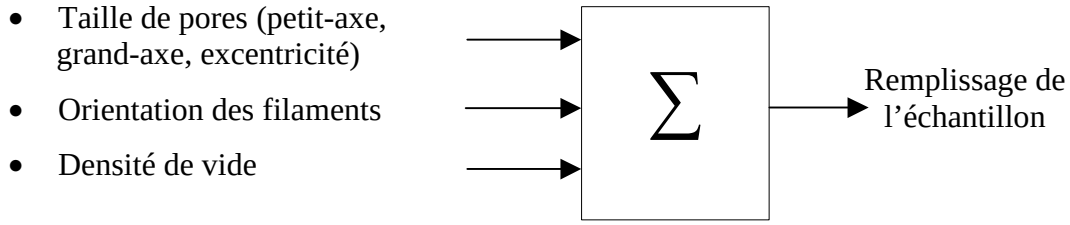


Figure 3-1 : Relation entre variables d'entrée et de sortie

3.2 Distribution de la taille et de la géométrie de pore

L'algorithme que nous présentons, permet d'identifier les interstices sur nos échantillons et d'en extraire les informations nécessaires à la caractérisation de la structure poreuse. Il s'agit d'identifier les trous qui sont sur une image 2-D représentant un non-tissé afin de pouvoir les traiter un à un. Deux méthodes simples peuvent être proposées afin de les identifier :

- ✓ Transformer l'image en niveau de gris en une image binaire et faire apparaître les filaments en noir et les pores en blanc.
- ✓ Identifier les contours fermés.

Une fois les pores identifiés, il suffit de les labeliser en se basant sur les pixels connectés. Les deux méthodes nécessitent un pré et un post-traitement.

A présent, nous allons détailler les deux méthodes et l'algorithme de labelisation.

3.2.1 Binarisation d'une image

La binarisation par seuillage est une méthode basique et rapide. Cette technique consiste à attribuer la valeur 1 (blanc) aux pixels dont l'intensité dépasse un certain seuil et 0 (noir) aux autres. Un second seuil peut être rajouté. Dans ce cas, deux valeurs de seuil doivent être définies (S_1 et S_2). Les pixels de valeur de niveaux de gris supérieurs à S_1 mais inférieure à S_2 seront codés à 1 (objets de l'image binaire) et le reste à 0 (fond).

Toutes les méthodes de binarisation existantes sont équivalentes pourvues qu'un soin particulier ait été apporté à la scène et à l'éclairage. Parmi les autres méthodes nous pouvons citer l'order dithering, le Patterning, la méthode de Floyd-Steinberg.

Le choix du seuil de binarisation peut être effectué manuellement ou automatiquement. Nous nous intéressons aux méthodes de seuillage automatique. Dans la littérature, plusieurs

méthodes existent : détection de vallées **[Chalmond, 1999]**, minimisation de variance, entropie **[Gonzalez, 2003]**, l'approche locale aux pixels (Niblack, Sauvola **[Sauvola et al., 1997]**, Wolf). Il n'existe pas vraiment une méthode unique qui donnera toujours le seuil optimal. Pour chaque application correspond une méthode de binarisation plus ou moins appropriée. Je présente à présent la méthode de la minimisation de variance que nous avons choisi d'utiliser compte tenu de sa rapidité et du résultat obtenu pour nos images. Plus précisément, nous nous basons sur l'approche d'Otsu.

3.2.1.1 Minimisation de variance

Pour étudier cette approche, nous allons exposer les méthodes les plus connus à savoir la méthode de Fisher et celle d'Otsu.

Considérons un histogramme bi-modal (Figure 3-2)

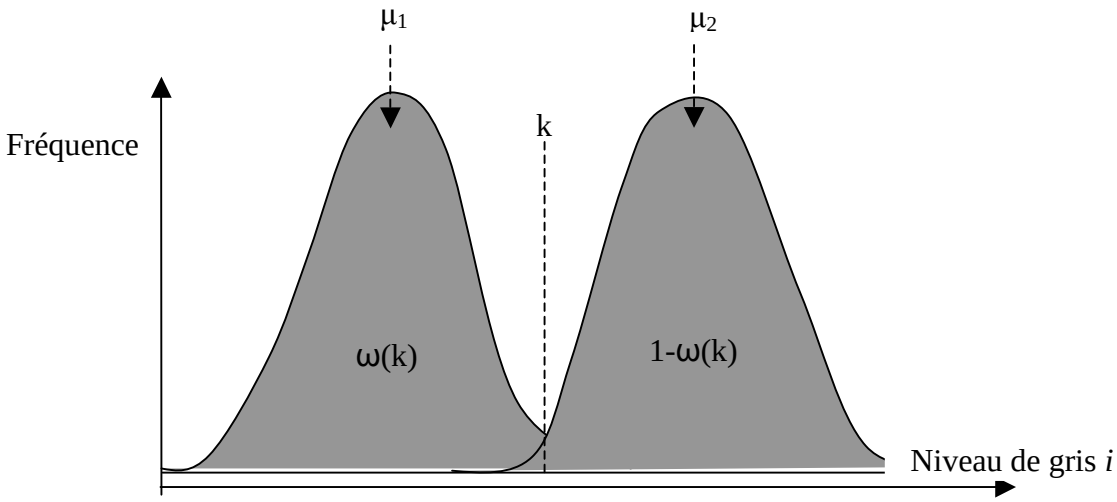


Figure 3-2 : histogramme bi-modal

Commençons d'abord par définir les variables statistiques nécessaires pour cette approche. On notera H(i) les portions d'histogramme.

La masse totale de l'histogramme S

$$S = \sum_{i=1}^{M} H(i) \qquad \textbf{Eq. 3-1}$$

La portion de la classe C_1

$$\omega(k) = \frac{1}{S} \sum_{i=1}^{k} H(i) \qquad \textbf{Eq. 3-2}$$

La moyenne de la classe C_1

$$\mu_1(k) = \frac{1}{S} \sum_{i=1}^{k} iH(i) \qquad \textbf{Eq. 3-3}$$

La moyenne de la classe C_2

$$\mu_2(k) = \frac{1}{S}\sum_{i=k}^{M} iH(i) \qquad \textbf{Eq. 3-4}$$

La variance de la classe C_1

$$\sigma_1^2(k) = \frac{1}{S}\sum_{i=1}^{k} (i-\mu_1)^2 H(i) \qquad \textbf{Eq. 3-5}$$

La variance de la classe C_2

$$\sigma_2^2(k) = \frac{1}{S}\sum_{i=k}^{M} (i-\mu_2)^2 H(i) \qquad \textbf{Eq. 3-6}$$

La variance intra-classe

$$\sigma_w^2(k) = \omega(k)\sigma_1^2(k) + (1-\omega(k))\sigma_2^2(k) \qquad \textbf{Eq. 3-7}$$

La variance interclasse

$$\sigma_B^2(k) = \omega(k)(1-\omega(k))(\mu_1(k)-\mu_2(k))^2 \qquad \textbf{Eq. 3-8}$$

D'après la méthode de Fisher **[Fisher et al, 1990]**, le seuillage optimal correspond à une minimisation de la variance intra-classe.

$$k = arg\min_{k} \quad \sigma_w^2(k) \qquad \textbf{Eq. 3-9}$$

Cette technique est difficilement applicable lorsque le nombre de classes est élevé.

Otsu a démontré que le seuillage optimal correspond à une maximisation de la variance interclasse **[Otsu, 1979]**.

$$k = arg\max_{k} \quad \sigma_B^2(k) \qquad \textbf{Eq. 3-10}$$

La méthode d'Otsu est plus intéressante d'un point de vue calculatoire car elle ne nécessite pas de calcul de variances.

Dans la suite de nos travaux, nous ferons le choix d'utiliser la méthode d'Otsu qui permet d'obtenir, dans notre cas, une binarisation optimale avec un temps de traitement réduit (Figure 3-3).

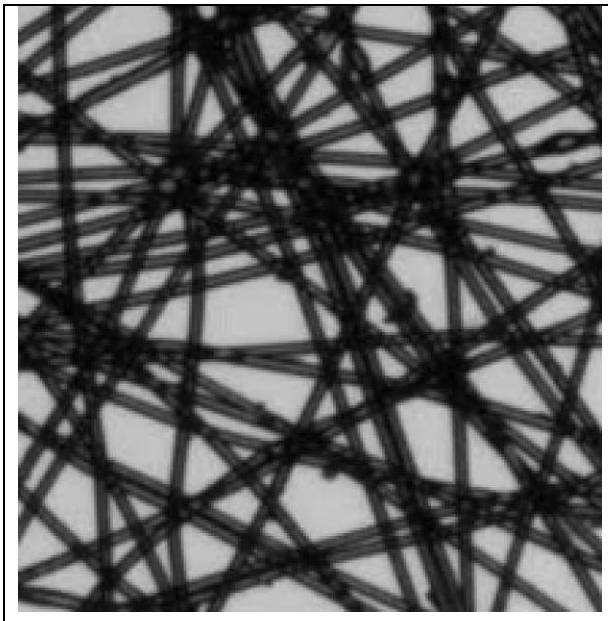


Image en niveau de gris

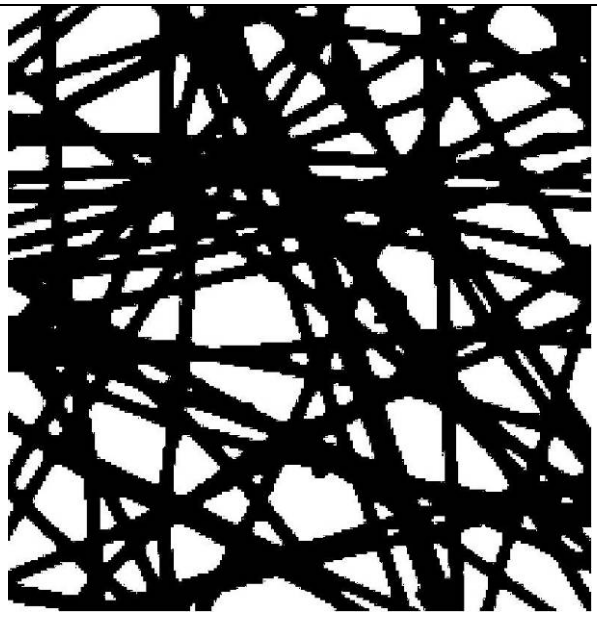


Image binarisée par la méthode d'Otsu

Figure 3-3 : Binarisation par la méthode d'Otsu, temps CPU 0.23 secondes pour une image 936x932 pixels

3.2.2 Détection des contours

La détection des contours est basée sur la détection des gradients. Je présente quelques approches utilisées et en particulier l'approche de Canny.

Afin d'améliorer les procédés de détection de contours, les opérations de pré-traitement et de post-traitement sont nécessaires.

Pour le pré-traitement, le but est de diminuer le bruit tout en préservant les discontinuités. Nous pouvons utiliser le filtre médian par exemple ou le filtre de diffusion anisotrope **[Perona et Malik, 1990]** ou des filtres équivalents**.**

Concernant le post-traitement, il s'agit d'effectuer les opérations suivantes :

- ✓ Éliminer les points de contours trop faibles par un seuillage,
- ✓ Éliminer les points ne représentants pas d'extremums dans la direction du gradient,
- ✓ Poursuite et fermeture des contours. Ce qui se traduit par la suppression des pertes de contours et par la suite la détection topologique des objets clos.

3.2.2.1 Les détecteurs de gradient par filtrage

Ces détecteurs reposent sur une recherche d'un extremum de la dérivée première ou d'un passage par zéro d'une dérivée seconde, celle-ci étant calculée de diverses manières, mais généralement par un filtrage passe-haut précédé d'un léger filtrage passe-bas pour s'affranchir des bruits. Ces approches par filtrage linéaire sont réunies dans les travaux de Torre et Poggio **[Torre et Poggio, 1986]**.

3.2.2.2 Les détecteurs de gradient par masques

Ces détecteurs sont basés sur les masques (gradient, Roberts, Sobel, Perwitt). Ces filtres de dérivation, plus empiriques que les filtres inspirés de la théorie du signal, ont été proposés à partir d'estimateurs locaux de l'image ou de ses dérivées partielles. Ces estimateurs sont obtenus à partir des masques appliqués sur des fenêtres 2*2 pixels ou 3*3 pixels (Figure 3-4).

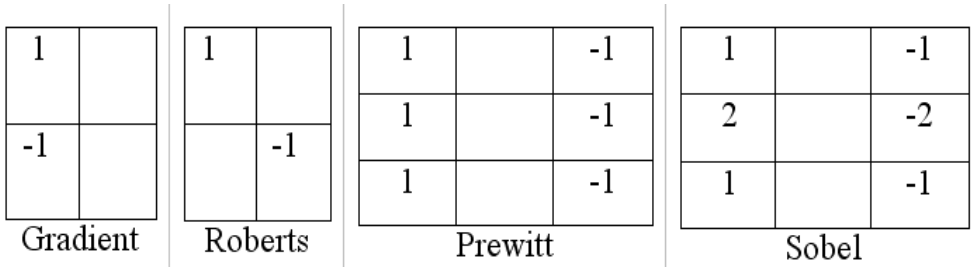


Figure 3-4 : Quatre filtres de détection de contours par estimation du gradient. Les filtres représentés estiment une seule dérivée. Par rotation de π/2 rd, on calcule la seconde dérivée.

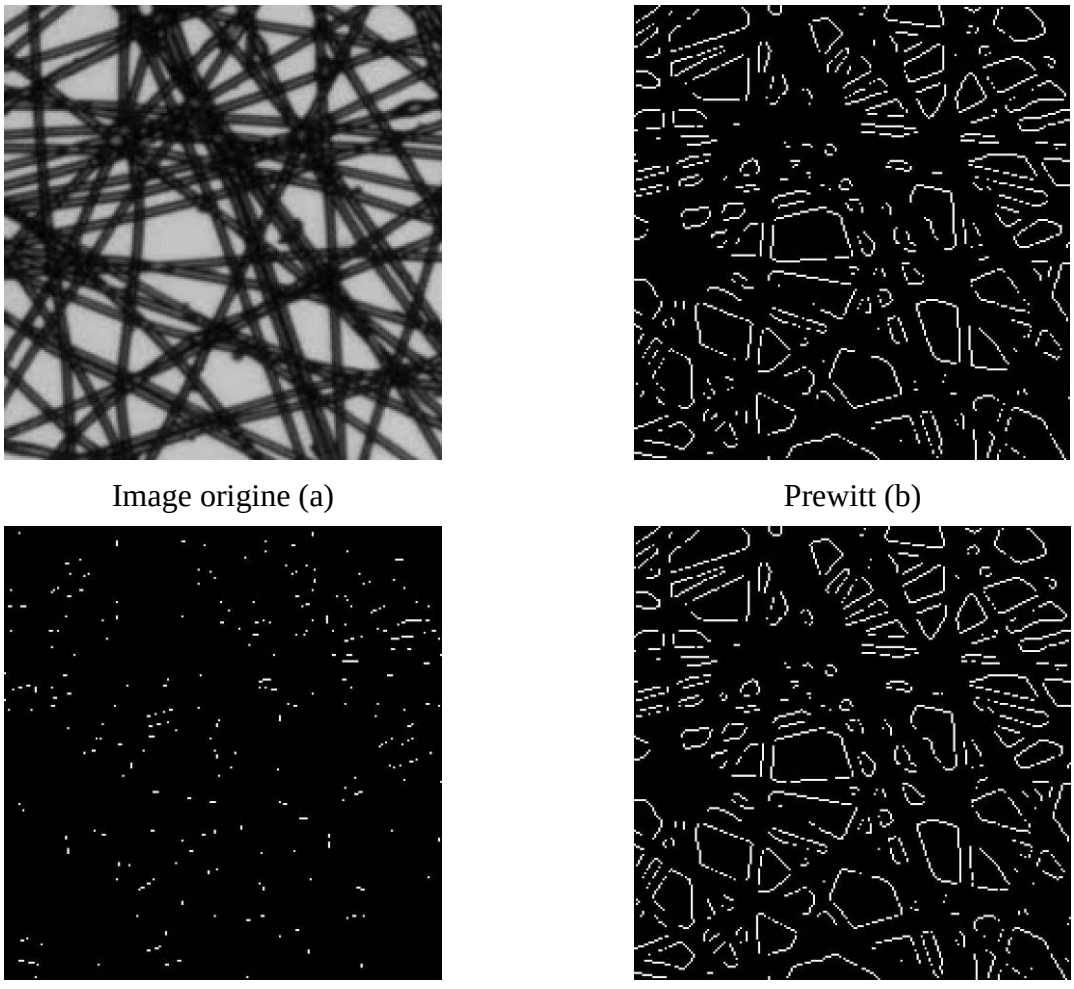


Image origine (a) Prewitt (b)

Roberts (c) Sobel (d)

Figure 3-5 : Contours obtenus avec l'application des différents filtres pour l'image de la Figure 3-5 (a)

3.2.2.3 Les approches analytiques

Les différentes approches analytiques existantes reposent généralement sur les critères de Canny. Parmi ces approches, nous pouvons citer les filtres de Deriche, de Shen, de Castan, de Spacek.

L'approche de Canny est basée sur la détermination d'un filtre analytique **[Canny, 1986]** à partir de 3 critères :

- ✓ Garantir une bonne détection : faible taux d'erreur dans la signalisation des contours,
- ✓ Garantir une bonne localisation : minimisation des distances entre les contours détectés et les contours réels,
- ✓ Assurer que pour un contour, il n'y aura qu'une seule détection, à savoir une seule réponse par contour.

Ces 3 critères se traduisent par l'optimisation de 3 fonctionnelles d'un filtre d'intensité $\psi(x)$, dont on cherchera à déterminer les caractéristiques:

Bonne détection : $$\Sigma = \frac{\int_0^{\infty} \psi(x)dx}{\sqrt{\int_{-\infty}^{\infty} \psi^2(x)dx}} \quad \textbf{Eq. 3-11}$$

Bonne localisation : $$\Lambda = \frac{|\psi'(o)|}{\sqrt{\int_{-\infty}^{\infty} \psi^2(x)dx}} \quad \textbf{Eq. 3-12}$$

Réponse unique : $$\frac{|\psi'(o)|}{\sqrt{\int_{-\infty}^{\infty} \psi^2(x)dx}} = k\frac{\int_0^{\infty} \psi(x)dx}{\sqrt{\int_{-\infty}^{\infty} \psi^2(x)dx}} \quad \textbf{Eq. 3-13}$$

Canny souhaite obtenir un filtre mono-dimensionnel :

$$\psi(x) = a_1 e^{x/\sigma} \sin\omega x + a_2 e^{x/\sigma} \cos\omega x + a_3 e^{-x/\sigma} \sin\omega x + a_4 e^{-x/\sigma} \cos\omega x \quad \textbf{Eq. 3-14}$$

où les coefficients a_i et ω sont déterminés à partir de la taille du filtre. Le paramètre σ est le même que dans tous les autres filtres dérivés de l'approche de Canny. Il exprime la distance à partir de laquelle deux contours parallèles seront confondus en un seul. Canny montre que la dérivée d'une gaussienne est une bonne approximation de son filtre.

$$\psi(x) \approx -x\exp\left(-\frac{x^2}{2\sigma^2}\right) \quad \textbf{Eq. 3-15}$$

Ce filtre donne des résultats de bonne qualité (cf. Figure 3-6).

Au filtre de Canny, on préfère souvent le détecteur de Deriche, qui répond exactement aux mêmes critères de qualité que celui de Canny, mais qui possède une réponse impulsionnelle infinie (filtre RII) **[Deriche, 1987]**.

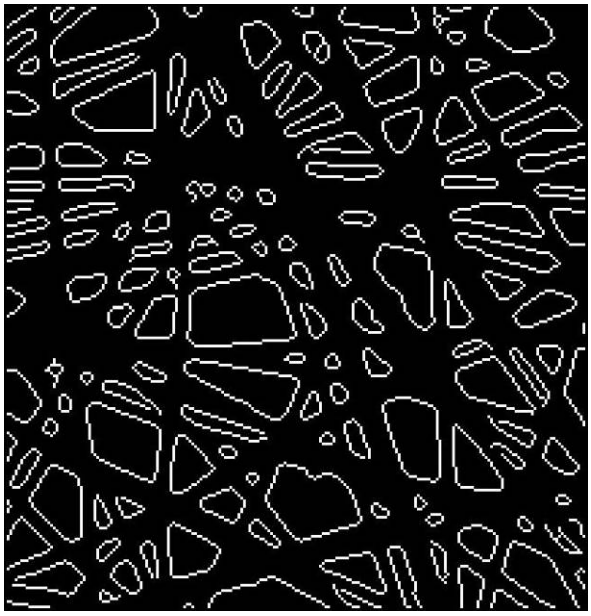


Figure 3-6 : Contours obtenus par l'approche de Canny

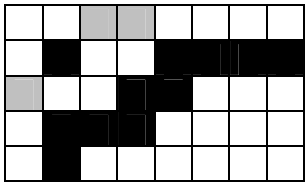
La localisation des régions par détection de contour prend plus de temps au niveau du traitement morphologique. Il est préférable alors de passer par une binarisation afin de labeliser rapidement les régions, surtout que notre banc de vision nous autorise une procédure de binarisation sans aucune complication.

3.2.3 Etiquetage des régions (labelisation)

L'étiquetage de régions, ou étiquetage en composantes connexes, permet d'affecter une étiquette à chaque composante connexe d'une image binaire **[Rosenfeld, 1982]**. Cet étiquetage peut se faire en parallèle ou séquentiellement. Dans le cas parallèle, l'itération de traitement utilise un parallélisme massif non compatible avec des systèmes embarqués **[Chassery, 1985]**. Pour le cas séquentiel, l'algorithme étudié se base sur les travaux de Rosenfeld. Les images sont traitées ligne par ligne **[Rosenfeld et Pfaltz, 1966]** et nécessitent deux balayages. Le premier balayage est défini comme l'opération de pré-étiquetage. Elle utilise un automate en L inversé pour étiqueter les pixels en fonction de leur voisinage local. Afin de résoudre les équivalences dans le cas où une région serait décrite par plusieurs étiquettes, une table de correspondances est créée. Le deuxième balayage, correspond à l'étiquetage final. On utilise la table des correspondances pour résoudre les équivalences. Ce traitement permet d'affecter une étiquette unique à chaque région. Une mise à jour des données de la table peut être effectuée entre les deux ou pendant l'un des deux balayages.

Pour s'affranchir des problèmes liés aux effets de bord de l'image, un miroir de un pixel est ajouté sur les bords haut et gauche de l'image. Les pixels ajoutés sont l'inverse du bord de l'image (Figure 3-7). On obtient enfin une image labelisée (Figure 3-8)

Cet étiquetage dépend de la connexité choisie. Pour des images 2-D, on utilise généralement une 4-connexité (D4) ou une 8-connexité (D8) (cf. Figure 3-9).



(a)

	0	1	1	2	2	2	2
	3	1	4	2	5	5	5
	6	6	4	7	5	5	5
	6	8	8	7	5	5	5

Sens de balayage

(b)

	0	1	1	2	2	2	2
	1	1	2	2	5	5	5
	2	2	2	5	5	5	5
	2	5	5	5	5	5	5

(c)

Label	0	1	2	3	4	5	6	7	8
avant	0	1	2	1	2	5	4	5	7
après	0	1	2	1	2	5	2	5	5

(d)

Figure 3-7 : (a) image contour + bord virtuel; (b) matrice des pré-étiquettes; (c) matrice des étiquettes; (d) Table de correspondance avant et après mis en forme

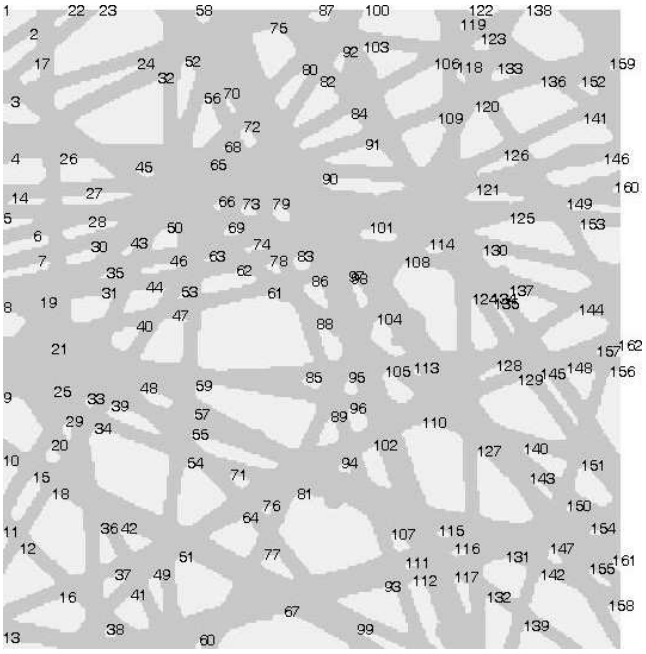
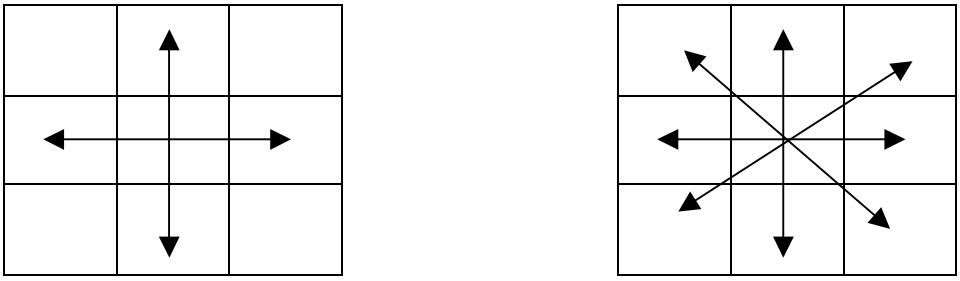


Figure 3-8 : Image d'origine de la Figure 3-5 (a) labelisée. Les valeurs indiquent le numéro affecté à chaque région



(a) (b)

Figure 3-9 : (a) 4-connexité ; (b) 8-connexité

3.2.4 Extraction des données statistiques à partir d'une image labelisée

Une fois l'image labelisée, chaque région possède un identifiant. Chaque région est alors examinée à part. Nous pouvons extraire des données statistiques concernant chaque région.

- ✓ Le rayon du disque équivalent : $\sqrt{\frac{Aire}{\pi}}$
- ✓ Excentricité : l'excentricité e est le rapport entre la distance séparant deux foyers d'une ellipse et son grand axe. Ce paramètre permet de comprendre la géométrie du pore. Si e = 0 alors le pore est un cercle et si e = 1 alors le pore est une ligne (Figure 3-10). Nous n'utiliserons pas ce critère lors de l'étude de la pertinence des paramètres car il sera déjà représenté par les paramètres petit axe et grand axe de l'ellipse.
- ✓ Le grand axe de l'ellipse représentant le pore. Ce paramètre permet de savoir la longueur du pore et donc de répondre à la question suivante : faut-il des pores longs pour assurer une meilleure ascension capillaire ?
- ✓ Le petit axe de l'ellipse représentant le pore et donnant une information sur la distance entre les filaments. Ce paramètre est beaucoup plus significatif que le rayon équivalent puisqu'il met l'accent sur la forme du pore. Il permet de savoir si un pore dont le petit axe est réduit permet de mieux pomper le liquide.
- ✓ L'orientation du pore est obtenue en calculant l'angle entre l'axe des x de l'image et le grand axe de l'ellipse. Ce paramètre a pour rôle de nous indiquer si des pores qui ont une certaine orientation auront plus ou moins de faciliter à se remplir.

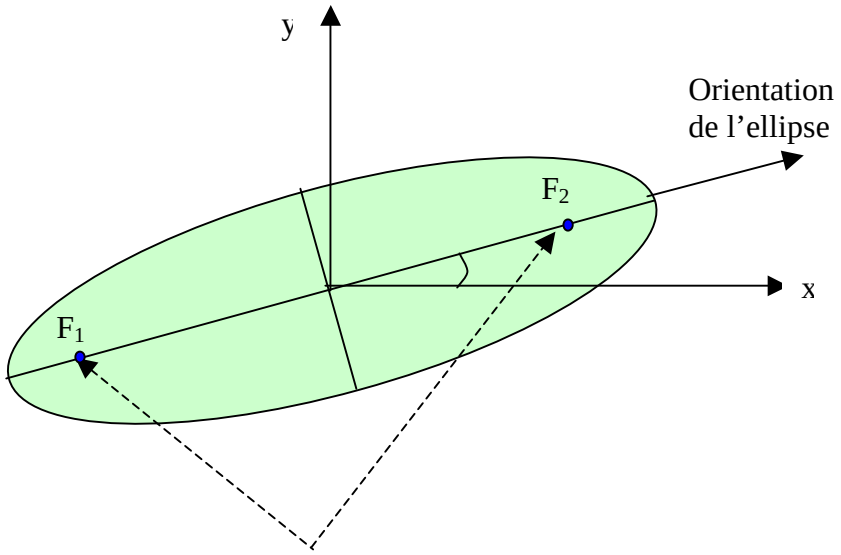


Figure 3-10 : Les foyers de l'ellipse

3.3 Orientation Distribution Function (ODF)

3.3.1 Généralités

La distribution de l'orientation des filaments (ODF : Orientation Distribution Function) dans un non-tissé est un paramètre clé permettant de mesurer le degré d'anisotropie dans une telle structure. Généralement, un non-tissé possède, selon le sens privilégié de ses filaments, des propriétés hydrauliques et mécaniques qui le caractérisent. Au sein de l'industrie textile, ce paramètre est actuellement estimé en effectuant le rapport entre les forces à la rupture dans deux directions orthogonales privilégiées, à savoir : le sens de fabrication du non-tissé et le sens directement orthogonal.

L'ODF ξ est une fonction de l'angle d'orientation α. L'intégrale de cette fonction entre les bornes α_1 et α_2 définie la probabilité qu'un filament soit présente entre ces deux angles α_1 et α_2 **[Ramanathan, 1994]**. La fonction ξ doit aussi vérifier les conditions suivantes :

$$\xi(\alpha+\pi) = \xi(\alpha) \qquad \textbf{Eq. 3-16}$$

$$\int_0^{\pi} \xi(\alpha) d\alpha = 1 \qquad \textbf{Eq. 3-17}$$

Afin de déterminer l'orientation dominante du non-tissé, Ramanathan utilise la formule suivante :

$$\bar{\alpha} = \frac{1}{2} tan^{-1} \frac{\sum_{i=1}^{N} f(\alpha_i) sin(2\alpha_i)}{\sum_{i=1}^{N} f(\alpha_i) cos(2\alpha_i)} \quad \textbf{Eq. 3-18}$$

avec f la fréquence de l'image pour l'angle α_i.

L'expression de l'écart type est :

$$\sigma(\alpha) = \left[\frac{1}{2N} \sum_{i=1}^{N} f(\alpha)(1 - cos2(\alpha_i - \bar{\alpha})) \right]^{\frac{1}{2}} \quad \textbf{Eq. 3-19}$$

3.3.2 La Transformé de Fourier Discrète (TFD)

La ODF est basée sur la transformée de Fourier rapide (Fast Fourier Transform: FFT). Cette transformée issue directement de la TFD est optimisée afin d'obtenir des temps de calcul plus rapides. Le principe de la FFT est le même que celui de la TFD.

Dans la pratique, la transformée de Fourrier discrète (TFD) est utilisée pour compresser un signal en recherchant les harmoniques principales, transformer une image géométriquement. Elle sert aussi de filtre pour débruiter une image (passe-bas) ou augmenter son contraste (passe-haut).

La transformée de Fourrier s'applique sur un signal périodique infini. Ce qui nous permet de l'écrire comme une somme de fonctions sinusoïdales. Si le signal n'est pas périodique infini alors il suffit de le reproduire d'une façon infinie pour qu'il devienne un signal périodique infini (Figure 3-11).

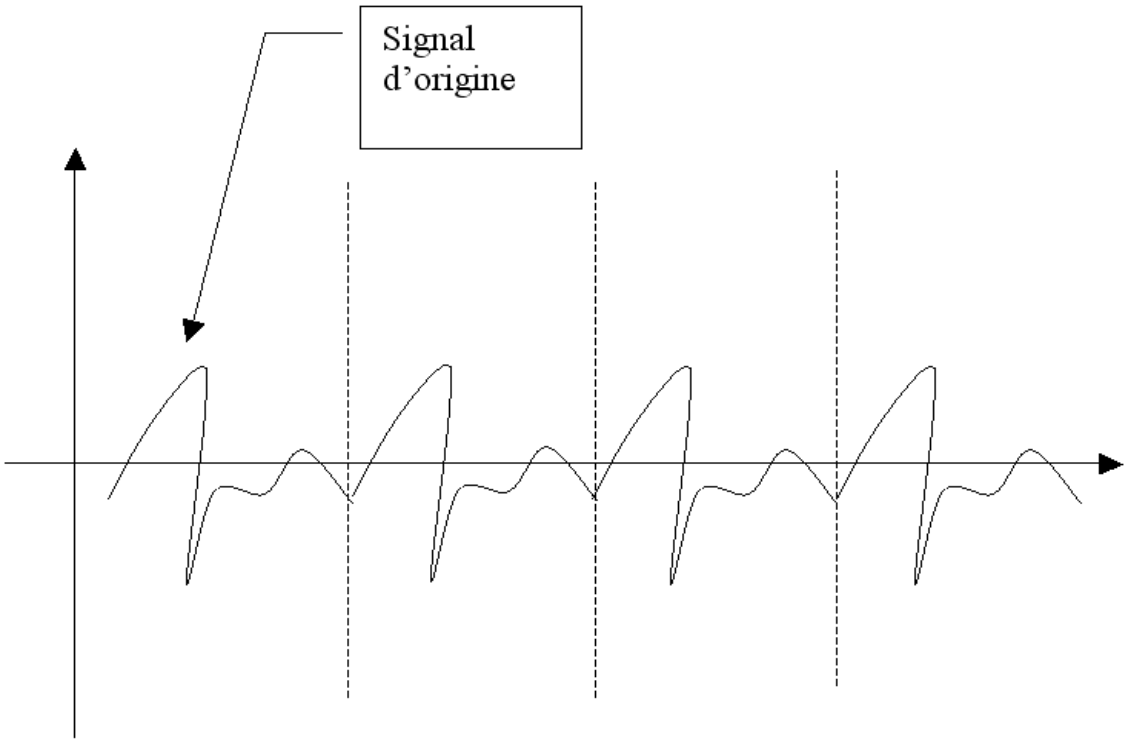


Figure 3-11 : Signal fini non-périodique transformé en signal infini périodique

Cette théorie est étendue au cas des images. En effet, une image peut s'écrire comme combinaison linéaire de sinus et cosinus. L'expression complexe de cette image s'écrit alors

$$I(x,y)=\sum_{k=0}^{n}\sum_{j=1}^{m}c_{k,j}e^{2i\pi(\omega_k^x x+\omega_k^y y)} \qquad \textbf{Eq. 3-20}$$

La transformée de Fourrier discrète permet de calculer les coefficients $c_{k,j}$. Elle est représentée sous la forme suivante

$$c_{k,j}=\rho_{k,j}e^{i\alpha_{k,j}} \qquad \textbf{Eq. 3-21}$$

Les coefficients $c_{k,j}$ représentent, en terme d'image, le spectre de l'image I. Ce spectre est à valeurs complexes ce qui rend son affichage compliqué. Pour cela, on divise ce spectre en deux images. Une image représentant l'amplitude constituée des $\rho_{k,j}$ et une image représentant la phase constituée des $\alpha_{k,j}$ (Figure 3-12).

En agissant sur le spectre nous pouvons changer directement les propriétés de l'image dans le domaine spatiale et réciproquement. La reconstruction de l'image (domaine spatial) à partir du spectre complexe de l'image se fait par la transformée de Fourier inverse. Une image et son spectre sont équivalents. On peut passer de l'un à l'autre sans perte d'informations.

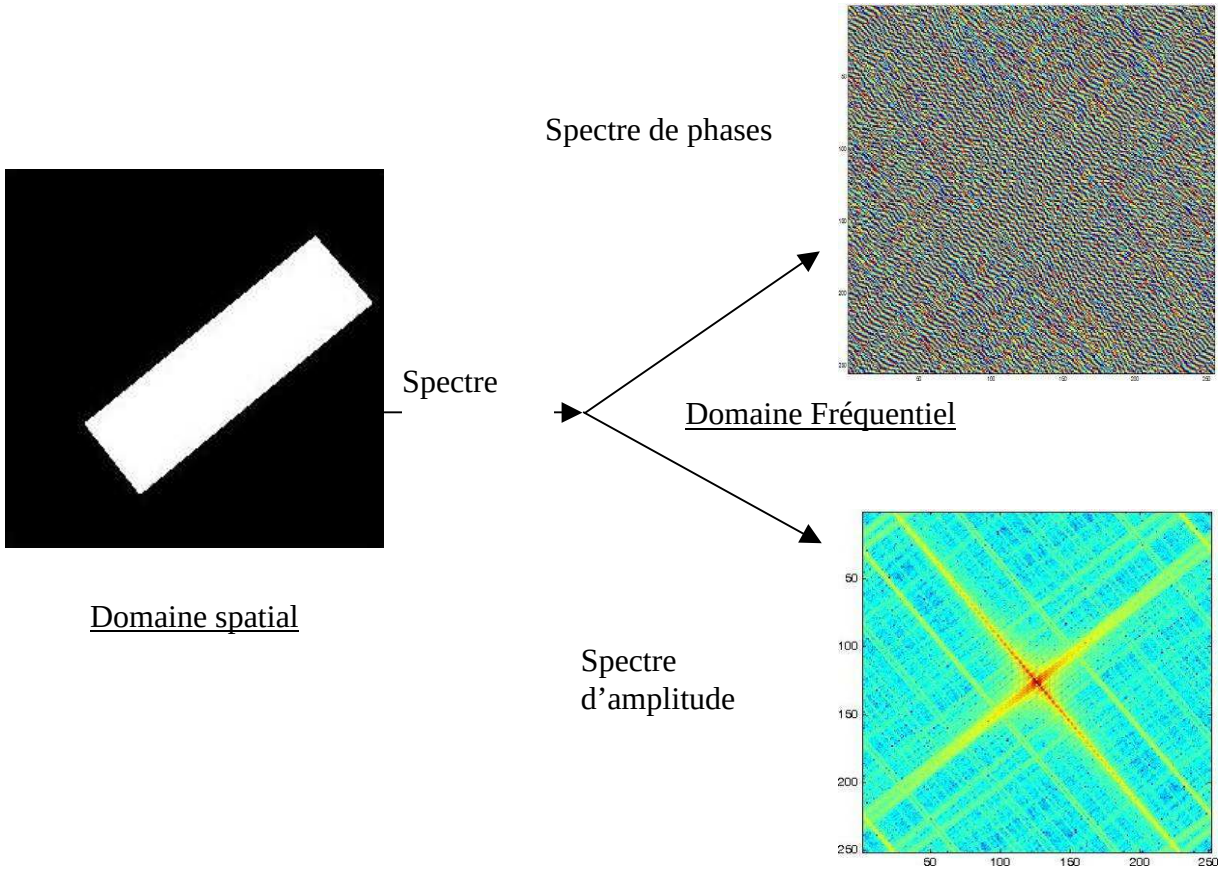


Figure 3-12 : Obtention du spectre d'image par une FFT et sa décomposition en spectre de phase et en spectre d'amplitude

Une FFT 2D est interprétée d'une façon fréquentielle. Il s'agit de trois zones importantes (Figure 3-13).

- ✓ Les hautes fréquences s'éloignent du centre de l'image (après translation de l'origine),
- ✓ Les basses fréquences sont situées proches du centre de l'image,
- ✓ La composante continue ou moyenne de l'image est axée sur le centre de l'image.

C'est ce qui fait de la FFT un outil important dans la filtration des images.

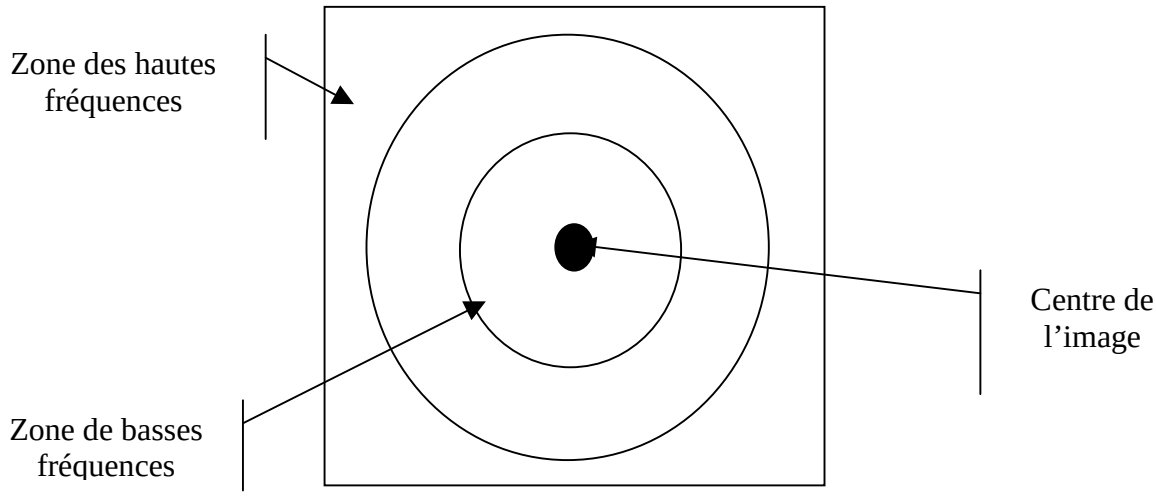


Figure 3-13 : Présentation de la répartition fréquentielle sur un spectre d'image

La variation de l'intensité du niveau de gris sur une image d'un non-tissé définie les filaments et les espaces vides **[Pourdeyhimi et al., 1997]**. Comme nous l'avons vu précédemment, la composante continue se situe vers le centre de l'image. L'information donnée par le centre contient l'orientation des filaments.

L'un des problèmes rencontrés dans cette approche sont les points de discontinuité qui apparaissent lorsqu'on reproduit le signal afin qu'il soit périodique. La limite à gauche est différente de la limite à droite (Figure 3-14) ce qui crée des erreurs à cet endroit et plus particulièrement sur la valeur de l'écart type de l'ODF (Eq. 3-19). Afin de réduire ce problème, nous pouvons introduire un fenêtrage. Ce fenêtrage multiplie la FFT par une fonction permettant d'atténuer les problèmes sur les bords.

L'étape de squelettisation est importante pour la détermination de l'orientation des filaments. Elle sera abordée en détail dans le chapitre 5.

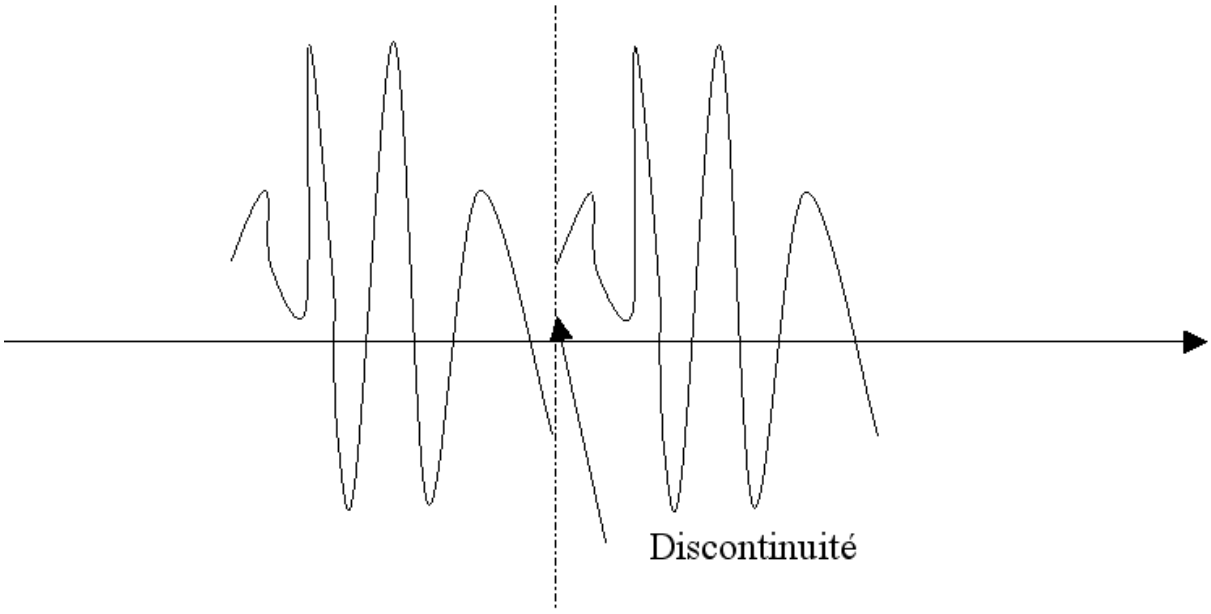


Figure 3-14 : Discontinuité au point de reproduction du signal

3.4 Application de l'algorithme sur nos images

3.4.1 Présentation des résultats

Nous avons appliqué notre algorithme (Figure 3-15) sur les 20 images. Nous en avons extrait l'orientation des filaments et la distribution de la taille et de la géométrie des pores.

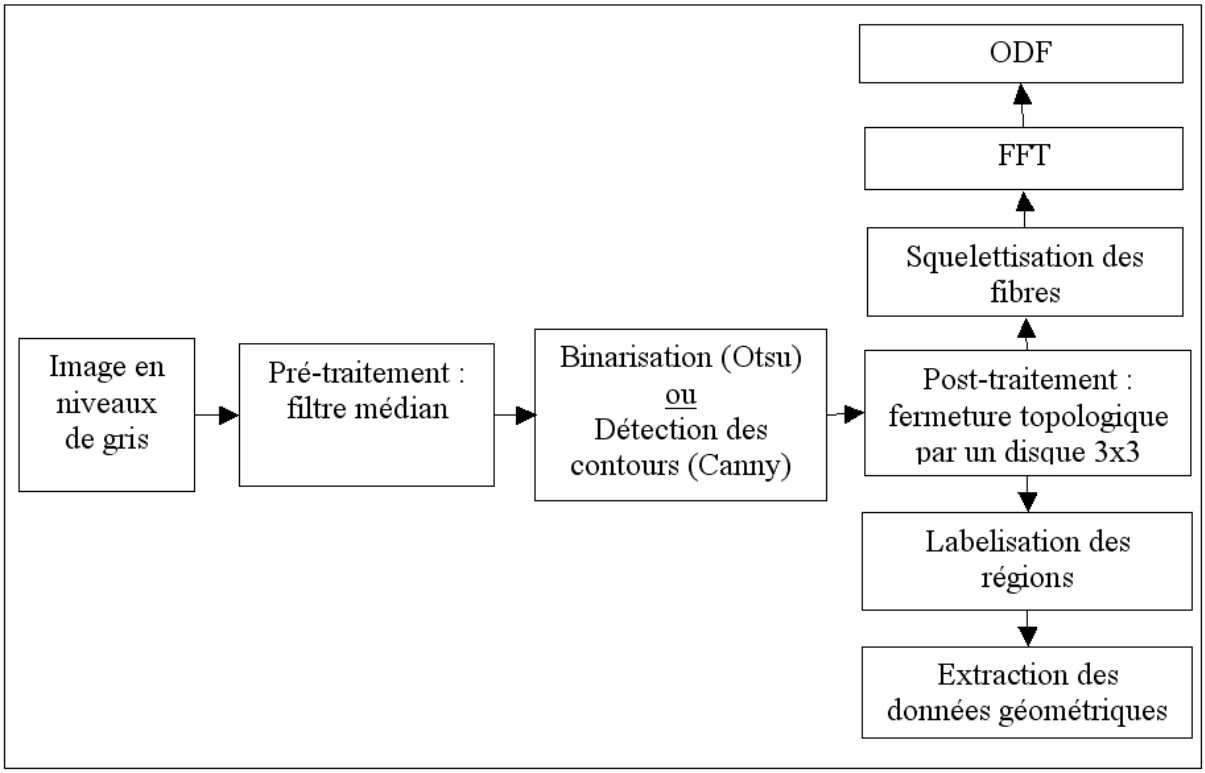


Figure 3-15 : Séquence des opérations morphologiques opérées sur les images

La distribution de la taille des pores peut être représentée sous plusieurs formes. Nous avons choisi de présenter en particulier la distribution de la taille de pores par leurs diamètres équivalents (Figure 3-16 (b)) et par leurs petits-axes des ellipses représentants les pores (Figure 3-16 (a)). Ceci nous permettra de comparer les deux approches et de conclure quant à l'opportunité de considérer l'un ou l'autre des méthodes.

La distribution de la géométrie des pores sera représentée par leur excentricité de pores (Figure 3-16 (c)). Comme expliqué au paragraphe 1.2.4, ce paramètre permet de conclure quant à la forme des interstices et de ne plus faire des hypothèses ne correspondant pas à la réalité.

Concernant l'orientation des filaments, elle est représentée (Figure 3-16 (d)) en même temps que l'orientation des pores (Figure 3-16 (e)) afin de voir si une corrélation existe entre les deux représentations.

Afin de visualiser les représentations statistiques des 19 autres échantillons vous pouvez vous rendre à l'annexe à la fin du rapport (Annexes : De la Figure 0-1 jusqu'à la Figure 0-19)

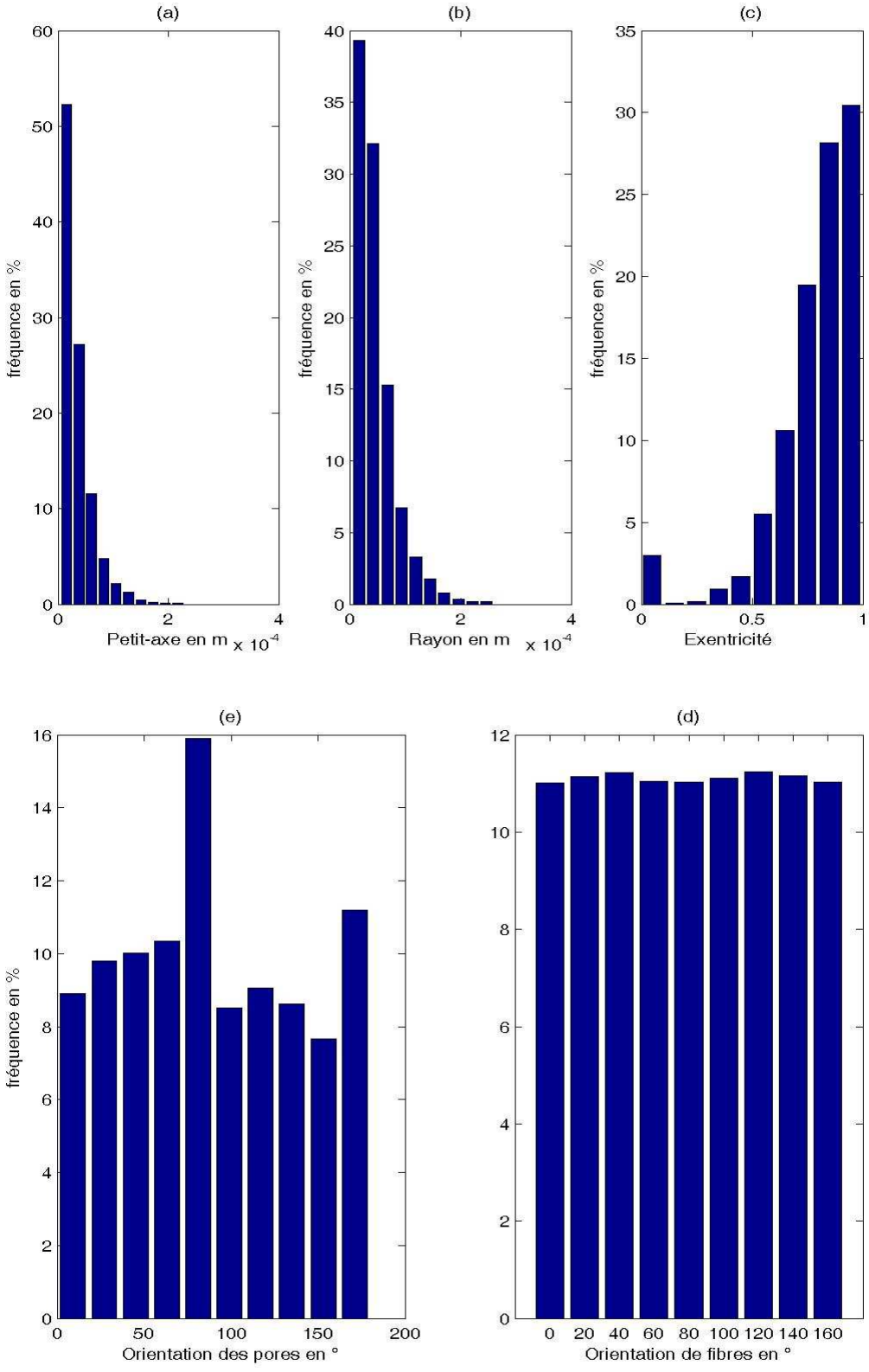


Figure 3-16 : Image 1 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

3.4.2 Analyse et interprétations

La Figure 3-16 (c) laisse clairement apparaître que la distribution de la géométrie des pores tend vers des ellipses aux grands axes très grands au regard des petits axes. Les interstices à géométrie circulaire dans la plupart des cas n'excèdent pas les 5%. Ce qui signifie que les pores ont une forme de canaux due à la particularité de la conception des non-tissés.

À cause de sa structure particulière, le non-tissé comporte des canaux effilés et ouverts aux extrémités. La distribution de la taille de ces pores peut être représentée par des ellipses (Figure 3-16 (a),(c)) ou encore par des disques équivalents (Figure 3-16 (b)). Cependant il est plus intéressant d'introduire une notion de la géométrie des pores sous la forme d'un capillaire dont le diamètre serait délimité par les filaments.

La Figure 3-16 (d) confirme parfaitement le caractère anisotropie de notre non-tissé. Les filaments sont orientés d'une façon quasi-équiprobable.

L'orientation des pores Figure 3-16 (e) n'explique pas la tendance de l'orientation des filaments. En effet, le pore est construit de plusieurs filaments et donc d'une contribution de plusieurs orientations de filaments. Pour une structure anisotrope, l'orientation des filaments n'indique pas le sens machine et le sens travers. Toutes ces propriétés sont observables sur chaque échantillon étudié.

La Figure 3-17 montre qu'une rotation de l'échantillon 1 de 90° modifie uniquement significativement l'histogramme (e). Ce qui signifie que grâce à l'orientation des pores, nous pouvons contrôler sur une ligne de production ou sur le produit final le rapport MD/CD avec MD (Main Direction) désignant le sens machine et CD (Cross Direction) le sens travers.

Plus on augmente le grammage des échantillons, à diamètres de filaments constants, plus le pourcentage de pores à la géométrie circulaire prend le dessus sur ceux à la géométrie cylindrique. Le nombre de pores à géométrie circulaire augmente au fur et à mesure que le nombre de filaments augmente. Plus le nombre de filaments délimitant le pore augmentent, plus le pore prend la forme d'un cercle. Il en résulte que pour un fabricant souhaitant obtenir des interstices de formes géométriques non-circulaire, le mieux serait de produire un non-tissé de faible grammage avec des filaments de grand diamètre. Cependant pour une géométrie circulaire, il est possible de conserver un faible grammage dès lors que l'on choisit des filaments de très faible diamètre. Ceci dépend bien évidement du type d'application souhaitée.

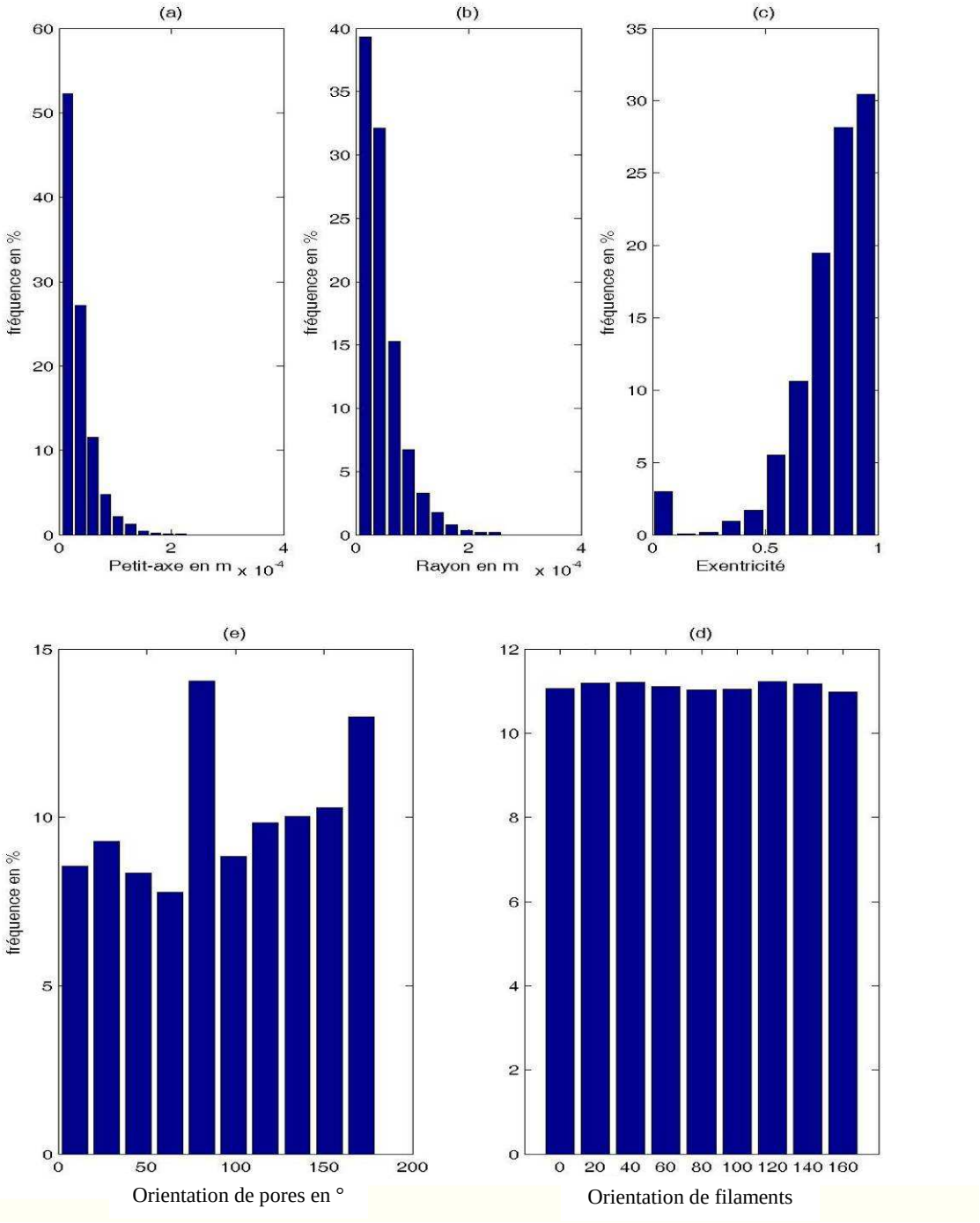


Figure 3-17 : Statistique de l'image 1 retournée de 90°

La pertinence de ces paramètres de structure est conditionnée par leur degré d'influence sur la montée capillaire. Afin de bien qualifier le déplacement du liquide dans le réseau poreux, nous devons prendre en considération les paramètres de structure qualifiant les filaments et le vide en même temps. Parmi les paramètres cités auparavant, nous sélectionnerons deux catégories. Une catégorie concernant le vide et une catégorie concernant les filaments. Concernant le vide, nous pouvons mettre l'accent sur le petit-axe, le grand-axe et l'orientation des pores. En ce qui concerne les filaments, ce sera plutôt leur orientation et leur masse

volumique sur une surface bien définie. Dans ce qui suit, nous allons essayer de montrer la pertinence de chacun de ces paramètres.

3.5 Identification des paramètres pertinents

3.5.1 Généralités sur les arbres de décision

Les statisticiens attribuent l'apparition des arbres de décision à Morgan et Sonquist (1963). Ils ont été les premiers à utiliser les arbres de régression dans un processus de prédiction et d'explication. Une famille de méthodes est apparue à la suite. Elles s'intéressent aux problèmes de discrimination et de classement, en s'appuyant sur le même modèle de la représentation par arbres. On considère que l'approche des arbres de décision a connu son apogée avec la méthode CART (Classification And Regression Tree) de Breiman *et al*. **[Breiman et al., 1984]** qui fait encore référence aujourd'hui.

Dans leur monographie, Breiman *et al*. affirmaient que les performances d'un arbre de décision reposaient principalement sur la détermination de sa taille. Les arbres ont tendance à produire un « classifieur » trop complexe, collant exagérément aux données. C'est le phénomène de sur-apprentissage. Il a été démontré également que la taille des arbres a tendance à croître avec le nombre d'observations dans la base d'apprentissage. Afin de déterminer la bonne taille de l'arbre, il est important de l'optimiser compte tenu du coefficient d'erreur attribué à chaque nœud de l'arbre. Ceci a pour influence de pouvoir conserver les paramètres pertinents responsables de la montée de liquide dans notre réseau poreux.

Ils existent plusieurs méthodes connus comme ID3, CHAID, CART, C4.5, C5 **[Web3]** etc. Nous nous intéressons dans cette thèse à la méthode CART et plus précisément à la partie régression de cette méthode. La version RT (Regression Tree) de la méthode CART est la plus connue et a déjà fait ses preuves dans de nombreuses applications. Les paramètres que nous avons sélectionnés sont des distributions représentées par leur moyenne. Ce sont donc des valeurs numériques pouvant être étudiées par régression.

Généralement un arbre de décision est constitué de :

- ✓ Un nœud racine à partir duquel les données se départagent,
- ✓ Des nœuds fils représentant les tests,
- ✓ Les branches représentant les réponses,
- ✓ Les feuilles ou nœuds terminaux représentant les différentes classes.

Le jeu de questions-réponses est itératif jusqu'à ce que l'enregistrement arrive à un nœud feuille (Figure 3-18).

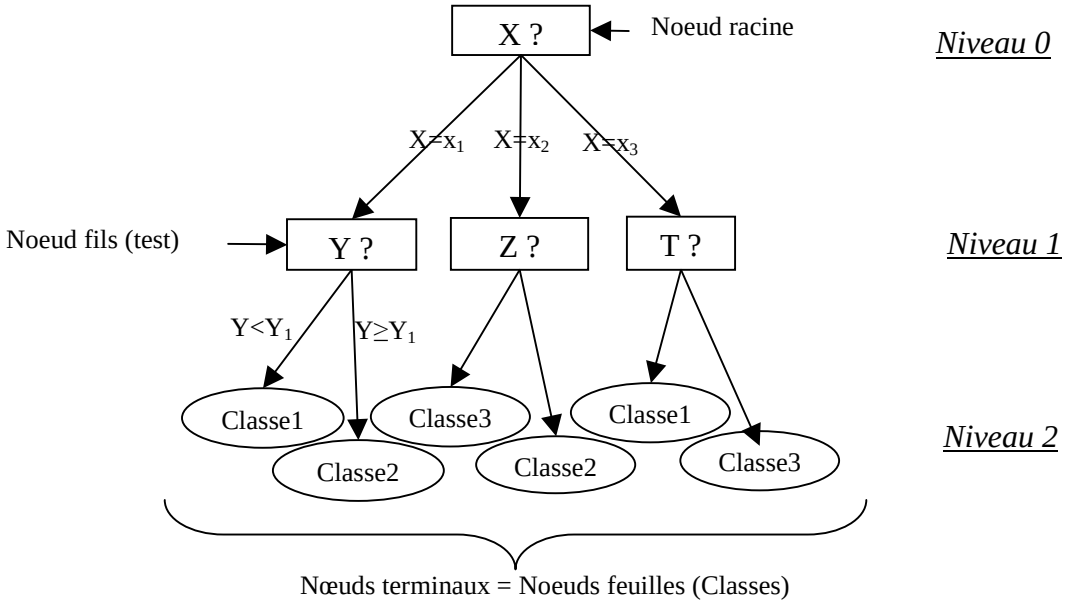


Figure 3-18 : Schéma général d'un arbre de décision

Dans toutes les méthodes, on retrouve les trois opérateurs suivants :

1. **Décider si un nœud est terminal**, c'est-à-dire décider si un nœud doit être étiqueté comme une feuille. Par exemple : tous les exemples sont dans la même classe, il y a moins d'un certain nombre d'erreurs,...
2. **Sélectionner un test à associer à un nœud**. Par exemple : aléatoirement, utiliser des critères statistiques,...

– **Affecter une classe à une feuille**. On attribue la classe majoritaire sauf dans le cas où l'on utiliserait des fonctions coût ou risque.

La différence entre les méthodes résulte des différentes utilisations des opérateurs permettant de calculer l'impureté ou le bruit en chaque Nœud. Par exemple, dans le cas de la classification, la méthode CART repose sur le coefficient de Gini alors que la méthode ID3 repose sur le calcul de l'entropie de Shannon. Dans le cas de la régression, on utilise plutôt le calcul de l'erreur quadratique. Un autre critère qui différencie les méthodes entre elles est le critère d'arrêt, c'est-à-dire quand arrêter la croissance de l'arbre, c'est-à-dire décider si un nœud est terminal ou non. Dans ce cas, on parle d'élagage.

L'élagage est le nombre de niveau (ou sous-arbre) que nous pouvons supprimer afin d'optimiser la taille totale de l'arbre. Il existe deux façons de faire cette opération : le pré-élagage ou le post-élagage. Comme son nom l'indique le pré-élagage se fait pendant la

construction de l'arbre alors que le post élagage se fait après la construction de l'arbre de taille maximale.

3.5.2 Arbre de régression (méthode CART) **[Breiman et al., 1984]**

Cette méthode, développée par des statisticiens, construit des arbres de décision binaires. CART nécessite, avant toute analyse, de scinder la population initiale en deux échantillons (un échantillon d'apprentissage, représentant environ les 2/3 de la population initiale, et un échantillon test). L'échantillon d'apprentissage permettra de construire l'arbre le plus étendu possible, c'est-à-dire contenant toutes les segmentations admissibles. Cet arbre est nommé T_{max}. Une procédure d'élagage des branches de divisions de T_{max} ainsi que l'utilisation de l'échantillon test permettent d'extraire le « meilleur » sous-arbre. On voit là deux points importants concernant cette technique

- La taille de la population initiale doit être suffisamment grande pour permettre la scission en deux ensembles les échantillons de travail. Cette taille dépend en outre du nombre de variables (X) explicatives utilisées lors des divisions successives,
- Par ailleurs le découpage de la population initiale en deux échantillons doit être réalisé de façon aléatoire afin de tacher de conserver à ces échantillons une distribution identique à la population initiale.

La construction proprement dite de l'arbre nécessite de suivre cinq étapes

- Etablir pour chaque nœud toutes les divisions possibles,
- Définir un critère de sélection de la meilleure division d'un nœud (on parle également de division admissible d'un nœud),
- Définir une règle d'arrêt des segmentations de l'arbre pour déclarer un nœud comme terminal (on parle alors de segment terminal),
- Affecter une valeur de la variable Y pour ces nœuds terminaux,
- Enfin estimer le risque d'erreur de prévision associé à cet arbre.

Dans le cas d'un arbre de décision en mode régression, le principe est de déterminer, par segmentation récursive, dans l'espace des variables descriptives (indépendantes) X_j des régions où la valeur dépendante continue Y (ou variable à expliquer) est homogène (variance faible).
Dans chacune de ces régions R_i,

- ✓ Une bonne valeur prédictive de Y est sa moyenne qui sera calculée sur l'ensemble d'apprentissage (Eq. 3-22),
- ✓ Une évaluation de l'erreur est donnée par la variance qui sera calculée sur l'ensemble d'apprentissage (Eq. 3-23).

$$\hat{y} = E(y|X_j \in R_i) = \frac{1}{card(R_i)} \sum_{j|X_j \in R_i} y_j \qquad \textbf{Eq. 3-22}$$

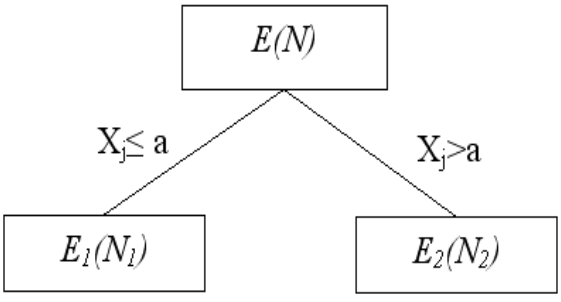
Erreur quadratique = $$s^2_{Y|X_j \in R_i} = \frac{1}{card(R_i)} \sum_{j|X_j \in R_i} (y_j - \hat{y})^2 \qquad \textbf{Eq. 3-23}$$

Dans la première étape du processus de construction de l'arbre, on examine successivement toutes les variables explicatives (X) en considérant tous ses modes de divisions possibles. On va alors sélectionner la meilleure division. Cette sélection se fera grâce à un critère de type « variance résiduelle ». La variance résiduelle de Y dans les segments descendants se doit d'être plus faible que dans le nœud précédent.

Le critère du choix du test repose sur la recherche de la valeur minimale de variance résiduelle.

On arrête la procédure de segmentation lorsqu'il n'y a plus de division admissible des nœuds, c'est-à-dire lorsque l'effectif dans le segment terminal est inférieur à un chiffre initialement fixé (généralement fixé à 5 sujets), ou que la valeur Y est la même pour tous les sujets (c'est-à-dire lorsque la variance est nulle).

Considérons un ensemble d'apprentissage E d'effectif N, segmenté en 2 sous-ensembles E_1 d'effectif N_1 et E_2 d'effectif N_2 par un test sur une variable X_j.



La variance de Y dans E est notée $s^2_{Y|E}$

La variance résiduelle après division de E est:

$$\frac{N_1}{N} s^2_{Y|E_1} + \frac{N_2}{N} s^2_{Y|E_2} \qquad \textbf{Eq. 3-24}$$

La quantité $\frac{N_1}{N} s^2_{Y|E_1}$ est appelée critère d'erreur de prévision associé au segment 1 de l'arbre. On définit l'Erreur Apparente Prévisionnelle EAP, comme étant la somme de tous les critères d'erreur de prévision sur tout l'arbre (Eq. 3-25). La généralisation à N segments s'écrit :

$$EAP = \frac{1}{N} \sum_i N_i s^2_{Y|E_i} \text{ avec } N = \sum_i N_i \qquad \textbf{Eq. 3-25}$$

Après l'ensemble de ces procédures de segmentations, on obtient un arbre ayant un grand nombre de segmentations. Cet arbre aurait une complexité (nombre de segments terminaux) trop importante, avec des divisions probablement inutiles. On parle alors d'estimation trop optimiste de l'Erreur Théorique de Prévision (ETP). Il est donc nécessaire de recourir à une sélection du meilleur sous arbre, au sens où il réduit le nombre de segments terminaux tout en ne perdant pas trop de divisions intéressantes.

La méthode de Breiman consiste à construire avec l'échantillon d'apprentissage le plus grand arbre possible, noté T_{max}, puis à sélectionner des sous-arbres ayant des nombres de segments terminaux croissants (grâce au critère EAP) et de sélectionner le meilleur sous arbre grâce à l'échantillon test par le critère de l'ETP minimal. En fait l'ETP croît rapidement en fonction du nombre de segments terminaux des sous-arbres, puis se stabilise au niveau du meilleur sous arbre et enfin décroît lorsque les segments terminaux sont en surnombre (Figure 3-19).

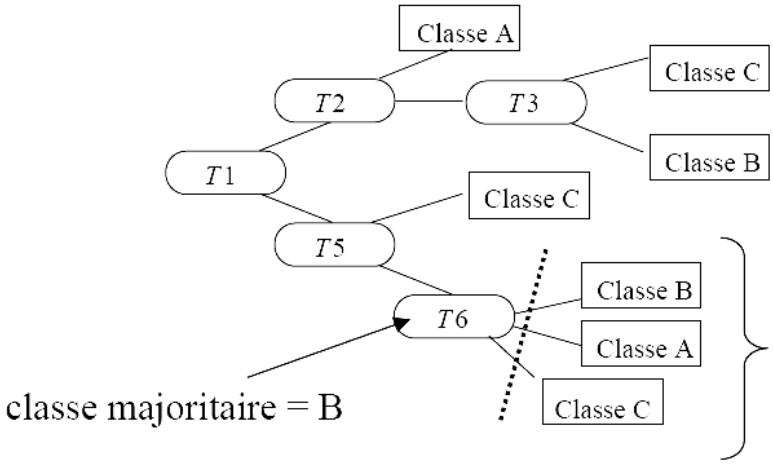


Figure 3-19 : Exemple d'élagage d'un arbre de décision

Un post-élagage peut être rajouté après la construction finale de l'arbre s'il est encore de taille importante et difficile à interpréter.

3.5.3 Application de la méthode CART aux paramètres de structure

Comme mentionné au début de ce chapitre, nous avons sélectionné, d'après la littérature **[Koehl et al., 2003], [Pourdeyhimi et al., 1996]** et notre connaissance experte dans le domaine des matériaux textiles, des variables d'entrée (paramètres de structure) qui sont les plus importants à prendre en considération pour les propriétés hydrauliques des non-tissés. Ces paramètres sont la densité de vide qui représente le taux de vide sur une fenêtre d'observation, le petit axe et le grand axe de l'ellipse représentant le pore, l'orientation de pore et l'orientation des filaments. Notre démarche est donc basée sur l'observation réelle du phénomène. Ces paramètres seront représentés par la moyenne de leurs distributions.

La variable de sortie (propriété fonctionnelle) sera le taux de remplissage de nos échantillons. Ce paramètre permet de décrire le remplissage de l'échantillon entre deux instants consécutifs qui correspondent à la fréquence d'acquisition des images de la séquence vidéo. Cependant afin de suivre dynamiquement ce remplissage et surtout de comprendre l'influence des variables d'entrée sur ce dernier, nous avons besoin de suivre le liquide sur une fenêtre dynamique parcourant l'image à chaque instant. En effet, le temps de remplissage de nos échantillons peut varier de 50 à 70 secondes avant d'atteindre l'équilibre. Prédire un remplissage global ne peut donner des règles fiables. Le remplissage global de l'échantillon, n'est autre qu'une succession de remplissage par petites régions, connectées entre elles, sur des laps de temps très court. Il est donc préférable d'étudier le taux de remplissage sur des fenêtres de taille significatives. Pour chaque expérience, chaque image constituant la vidéo est parcourue par une fenêtre glissante de taille optimale. La taille de la fenêtre varie d'une expérience à l'autre, mais reste identique pour une même expérience. La taille des fenêtres doit satisfaire les conditions suivantes :

- ✓ Les fenêtres doivent avoir une taille permettant d'avoir le minimum de perte d'information globale. Autrement dit, les paramètres de structure sur l'ensemble des fenêtres doivent être les plus proches des paramètres de structure décrivant l'ensemble de l'échantillon.
- ✓ La sélection de la taille de la fenêtre minimale doit permettre d'avoir des distributions exploitables. Une fenêtre réduite à un seul filament ne génère pas des paramètres significatifs.
- ✓ La taille de la fenêtre doit garder le maximum de pixels possibles représentant l'image. Une grande perte de pixels implique une perte d'information.

Afin de faciliter les explications, nous allons prendre comme exemple l'un de nos échantillons (Figure 3-20).

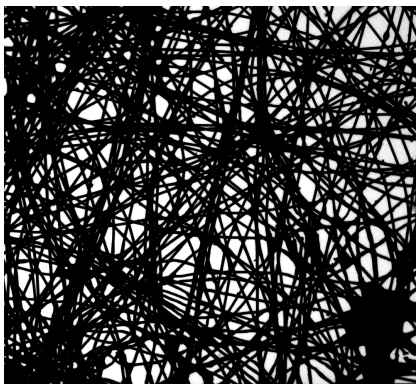


Figure 3-20 : Echantillon 19: 4mm x 3,68mm soit 912x992pixels

Il faut retrouver la taille de la fenêtre minimisant l'erreur quadratique donnée par l'équation Eq. 3-26:

$$\text{Erreur Quadratique} = \sum_i (\overline{A_i} - \overline{G_i})^2 \qquad \textbf{Eq. 3-26}$$

où $\overline{A_i}$ représente la valeur moyenne normalisée d'un paramètre *i* sur l'ensemble des fenêtres et $\overline{G_i}$ représente la valeur moyenne normalisée du paramètre *i* sur toute l'image. La normalisation des données est nécessaire car les paramètres ne sont pas homogènes (données centrées et réduites). On estime l'inertie du nuage de points dans l'hyperespace de variables pour une taille de sous-image donnée.

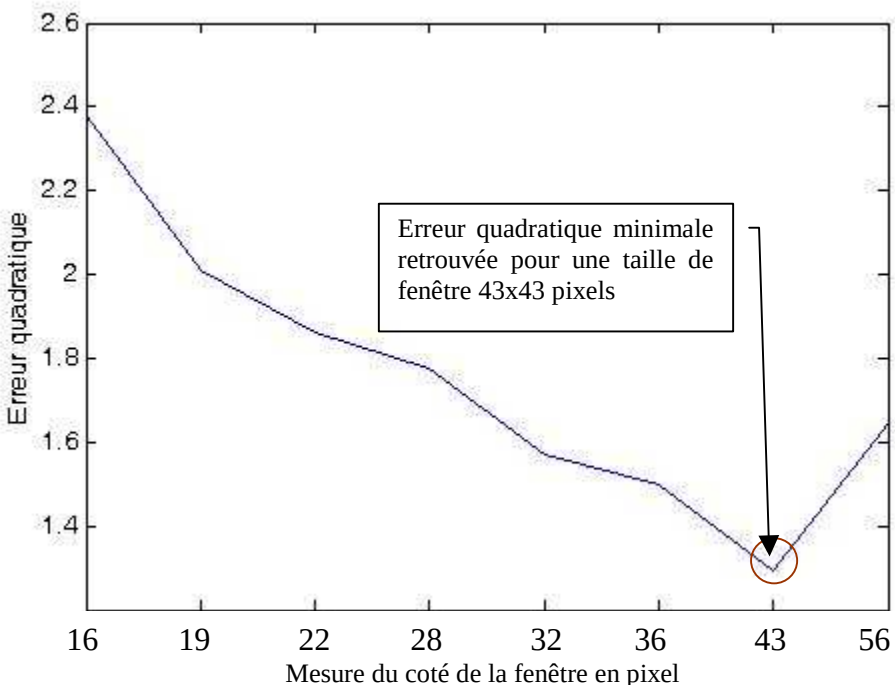


Figure 3-21 : Courbe représentant l'erreur quadratique pour des tailles de fenêtre variables

L'erreur quadratique calculée pour chacune des tailles de fenêtre atteint son minimum pour une taille de 43x43pixels soit 173µmx173µm.

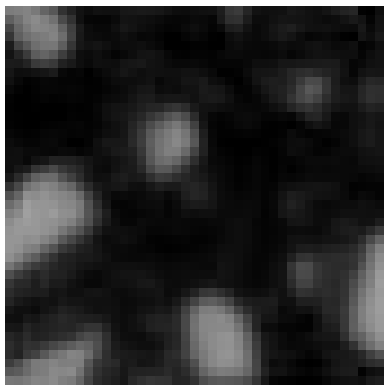


Figure 3-22 : Extrait d'une sous image avec une taille optimale obtenue à partir de la Figure 3-20 (43x43 pixels)

La taille de la fenêtre optimale correspond à une région du matériau où les paramètres de structure sont relativement homogènes et représentatifs de l'ensemble du matériau. Ils se prêteront à une étude statistique des paramètres de structure qui expliquent le phénomène hydraulique. De plus, le temps de remplissage d'une telle fenêtre se fait d'une façon rapide, ce qui rend le phénomène quasi statique sur une telle fenêtre.

Une fois la taille de la fenêtre fixée, les paramètres de structure sont extraits et placés comme étant des attributs pour déterminer l'arbre de régression. Le taux de remplissage TR_i de chaque fenêtre est calculé à partir de l'équation suivante :

$$TR_i = \frac{\text{nombre de pixels remplis par le liquide sur une fenêtre}}{\text{nombre de pixels total de la fenêtre de taille optimale}} \qquad \textbf{Eq. 3-27}$$

Le taux de remplissage nous permet de connaître le pourcentage de liquide qui a envahi une structure poreuse possédant des propriétés représentées par les paramètres de structure.

Pour la construction de l'arbre de décision, nous constituons une base d'apprentissage ou les données correspondent à la densité de vide, le petit-axe, le grand-axe et l'orientation des pores ainsi que l'orientation des filaments en tant que variables d'entrée et le pourcentage de remplissage en tant que variable de sortie (Figure 3-1).

Les données de notre échantillon exemple sont récapitulées dans le tableau (Table 3-1). En effet, compte tenu du nombre important de fenêtres, nous présentons juste un extrait des données estimées (30 fenêtres). Seules les fenêtres présentant un taux de remplissage sont prises en considération. Celles présentant un taux de remplissage nul, introduiront beaucoup de décisions conflictuelles. En effet, les fenêtres non connectées au reste des fenêtres ou non atteint par le liquide, ne se sont pas remplies compte tenu de leur mauvaise connexion. L'objet de notre intérêt est d'extraire les paramètres de structure qui conduisent au remplissage d'un pore. Le paramètre de connexion sera évoqué avec plus de détail au dernier chapitre de ce mémoire.

Variables d'entrée					variable de sortie
Densité de vide	*Petit-Axe*	*Grand-Axe*	*Orientation de pore*	*Orientation des fibres*	**% de remplissage**
0,388	*8,073*	*15,001*	*69,930*	*48,723*	**0,04**
0,256	*5,884*	*10,510*	*95,325*	*48,948*	**0,04**
0,121	*3,745*	*9,028*	*42,603*	*45,139*	**0,03**
0,508	*6,959*	*31,568*	*66,674*	*12,990*	**0,11**
0,323	*6,664*	*11,621*	*68,088*	*43,099*	**0,08**
0,417	*9,570*	*14,188*	*106,230*	*44,187*	**0,09**
0,591	*10,177*	*25,472*	*79,155*	*40,032*	**0,11**
0,599	*10,845*	*19,327*	*92,620*	*39,628*	**0,14**
0,410	*8,010*	*15,984*	*52,755*	*43,551*	**0,07**
0,167	*5,304*	*9,300*	*108,260*	*45,139*	**0,07**
0,246	*4,606*	*9,819*	*113,140*	*46,050*	**0,06**
0,433	*7,052*	*15,629*	*79,260*	*47,791*	**0,08**
0,331	*5,839*	*23,476*	*8,217*	*42,515*	**0,01**
0,174	*6,756*	*12,403*	*119,570*	*45,238*	**0,25**
0,286	*5,532*	*10,960*	*77,969*	*45,457*	**0,02**
0,406	*6,833*	*13,229*	*66,147*	*31,603*	**0,1**
0,528	*7,793*	*16,270*	*78,519*	*36,587*	**0,03**
0,114	*6,705*	*10,765*	*81,118*	*47,676*	**0,01**
0,604	*8,976*	*21,210*	*125,210*	*56,286*	**0,03**
0,476	*8,512*	*15,424*	*86,170*	*42,931*	**0,03**
0,378	*7,439*	*13,658*	*107,530*	*43,225*	**0,02**
0,398	*5,817*	*13,579*	*131,990*	*41,765*	**0,02**
0,515	*8,476*	*22,752*	*41,966*	*33,489*	**0,03**
0,319	*5,676*	*10,902*	*79,696*	*46,883*	**0,02**
0,564	*9,353*	*19,866*	*81,234*	*38,691*	**0,01**
0,114	*3,788*	*7,404*	*29,914*	*41,357*	**0,01**
0,363	*9,558*	*13,412*	*82,262*	*44,830*	**0,03**

Table 3-1: tableau comportant les variables d'entrés et de sortie des différentes fenêtres de l'échantillon 19 (cf. Figure 3-20) avant réductions des données

Nous appliquons la méthode CART à nos données. Nous obtenons dans un premier temps un arbre de régression contenant 55 niveaux (Figure 3-23) dont la lecture est difficile. La quantité de branches générées est très importante et non significative. Nous ne cherchons pas à être le plus proche des données, mais plutôt à connaître les variables d'entrée jouant un rôle important dans le remplissage de nos fenêtres.

Afin d'améliorer la taille de notre arbre en vue d'obtenir des décisions plus significatives, nous effectuons un post-élagage. Ce dernier est basé sur le choix de la valeur minimale des erreurs réelles données par les différents sous-arbres (Eq. 3-25 et Eq. 3-24).

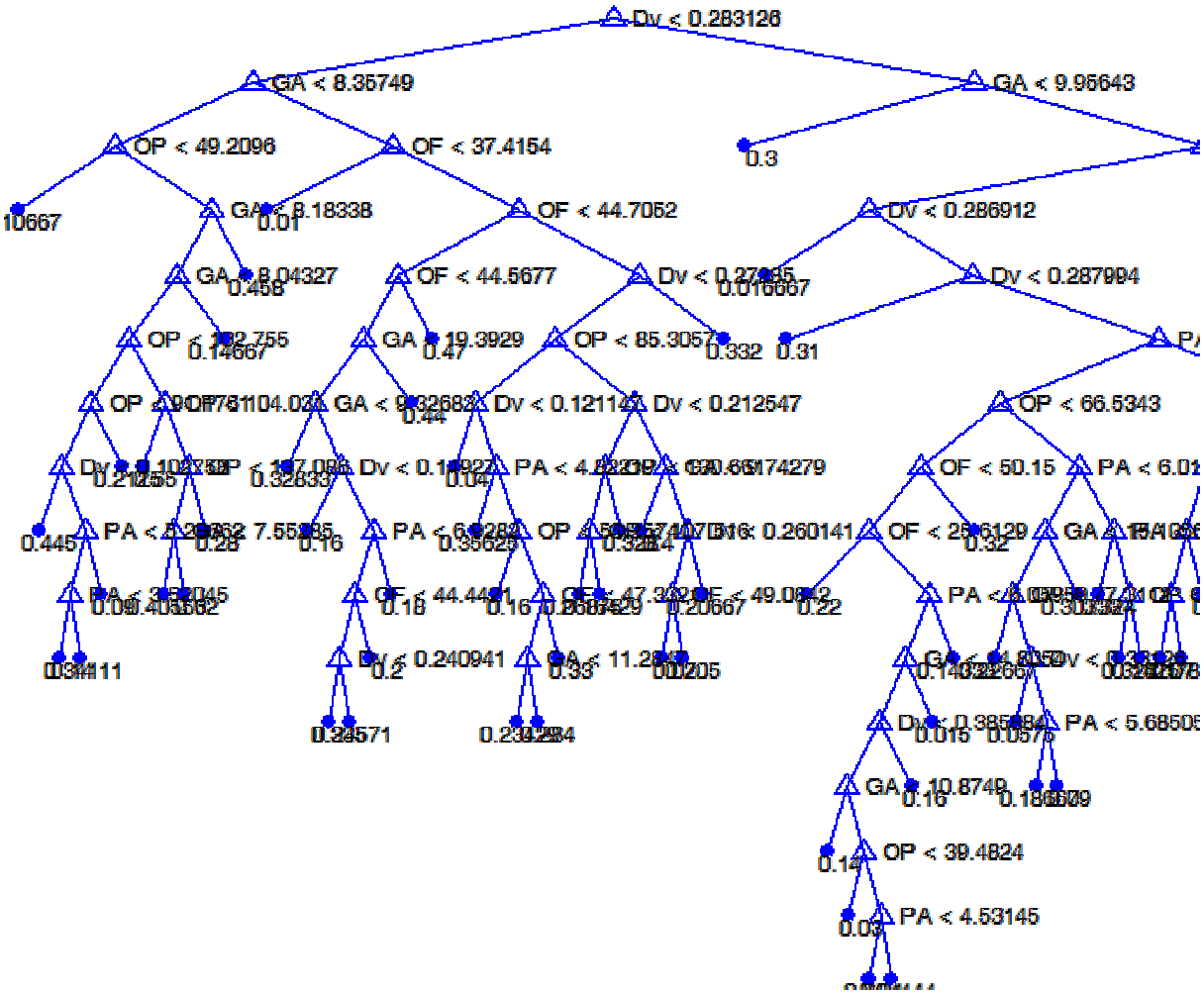


Figure 3-23 : Extrait de l'arbre de régression obtenu comportant 55 nœuds terminaux. Densité de vide (DV); Petit Axe (PA); Grand Axe (GA); Orientation des pores (OP); Orientation des filaments (OF)

La Figure 3-24 comporte deux courbes. La courbe du dessous représente l'erreur apparente et la courbe de dessus représente l'erreur réelle. L'erreur réelle est la somme de l'erreur apparente et de l'erreur-type générée par l'ensemble des données de chaque sous-arbre. L'erreur-type est donnée par l équation suivante :

$$Erreur\text{-}type = \frac{s}{\sqrt{n}} \qquad \textbf{Eq. 3-28}$$

où s représente l'écart-type des erreurs et n l'effectif de données.

La décision d'élagage se fait lorsque la valeur de l'erreur apparente est proche de l'erreur réelle minimale (Figure 3-24).

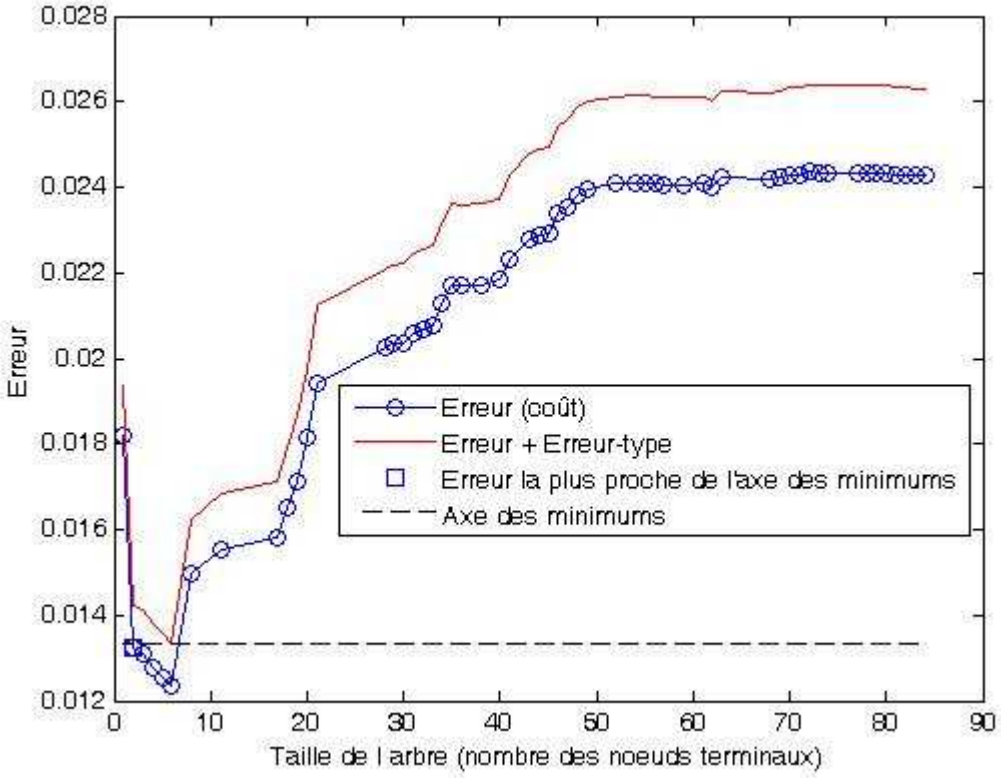


Figure 3-24 : Deux courbes représentant l'erreur apparente et l'erreur réelle

Sur la Figure 3-24, le meilleur élagage se fait en supprimant 54 sous-arbres sur 55 sous-arbres (Figure 3-25). Un seul sous-arbre comportant un seul paramètre permet de donner le meilleur élagage de notre arbre de régression. Le paramètre retenu est la densité de vide (Figure 3-24). Le taux de remplissage des fenêtres est donc plutôt contrôlé par la densité du vide. Plus le nombre de filaments augmente, plus le taux de remplissage augmente. D'après l'arbre de régression optimale, les autres paramètres sont moins pertinents.

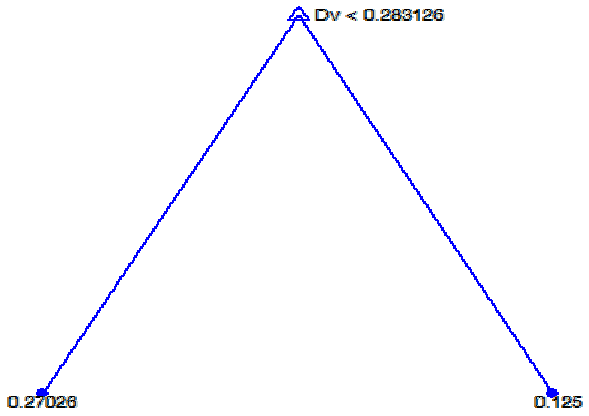
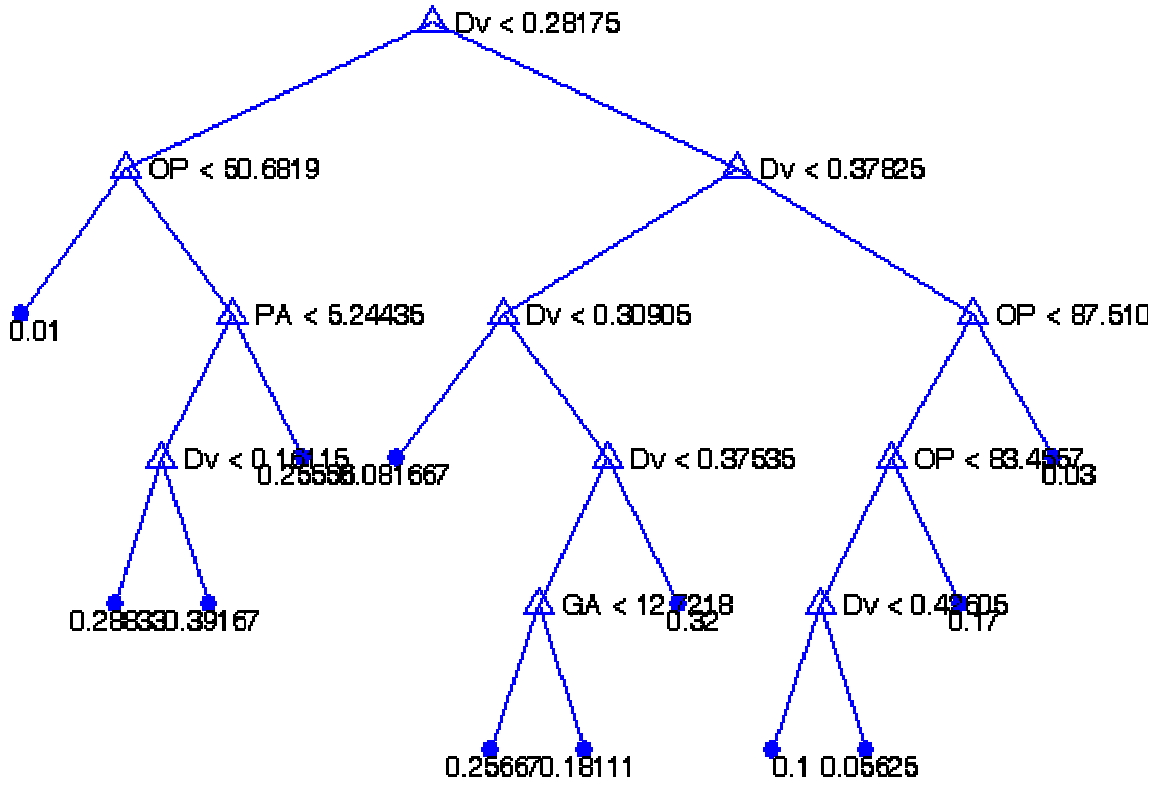
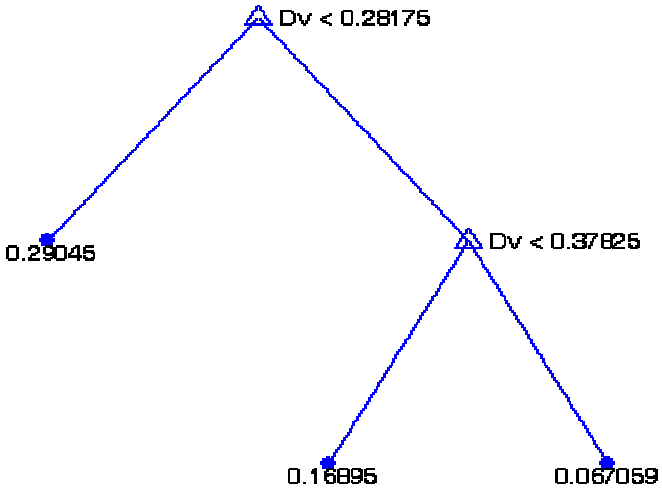


Figure 3-25 : Arbre de régression obtenu après élagage

Afin de confirmer ce résultat, nous avons appliqué le même algorithme à tous nos échantillons. Les arbres de régression obtenus prouvent tous que le paramètre de densité de vide est le paramètre le plus pertinent permettant de prendre la meilleure décision. Nous présentons à la Figure 3-26 un autre exemple montrant les résultats.



(a)



(b)

Figure 3-26 : (a) arbre sans post-élagage (b) arbre avec post-élagage

Ce résultat vient appuyer la théorie concernant la pertinence du phénomène de capillarité. Seule la capillarité et donc l'espace se trouvant entre les filaments permet de contrôler le

déplacement du liquide dans notre structure. Quelle que soit l'orientation des filaments, le liquide prendra le chemin qui lui est offert selon la pression capillaire qui le guide.
La densité de vide dans chaque fenêtre représente donc le paramètre pertinent. C'est lui qui a la plus grande influence sur la dynamique du liquide au sein de notre réseau poreux.

3.6 Conclusion

Nous avons proposé dans ce chapitre des algorithmes permettant l'extraction d'une sélection de paramètre de structure pouvant décrire notre réseau poreux. Afin de tester la pertinence de ces paramètres, nous avons eu recours à la méthode CART permettant de générer des arbres de régression. Ces arbres ont pour rôle, d'une part, de créer des décisions nous permettant de comprendre l'impact de chaque paramètre sur la montée du liquide dans nos échantillons et d'une autre part de retrouver les décisions optimales à prendre en considération.
La décomposition de nos images en plusieurs fenêtres optimales nous a permis d'extraire des règles reliant les paramètres de structure aux propriétés fonctionnelles. Afin de contrôler la fiabilité de nos résultats nous avons calculé les différentes erreurs engendrées par chacun des nœuds terminaux. L'élagage est lancé pour tous les arbres de régression obtenus. Il s'avère que seule la densité de vide (de matière) contrôle le processus de montée de liquide. A présent une question se pose : De quelle façon cette densité de matière intervient-elle dans la montée de liquide. D'une façon plus précise, nous cherchons à comprendre de quelle façon doivent être disposés les filaments afin d'assurer la meilleure montée ? Cette information sera très utile pour la fabrication des non-tissés fins et transportant le liquide de la meilleure façon.
Dans le chapitre qui suit, nous allons reprendre ce même résultat en tentant de l'expliquer sous un autre jour. Ceci a pour objectif de valider et confirmer le résultat trouvé par l'observation du phénomène physique. L'approche qui suit est une approche déterministe permettant de comprendre l'influence de la distance qui sépare les filaments, entre elles, sur la capillarité dans nos échantillons.

CHAPITRE 4

Validation du choix du paramètre

RESUME :

Je présente dans ce chapitre une autre approche permettant de vérifier et d'approfondir le choix du paramètre pertinent sélectionné au chapitre précédent à savoir la densité de matière.

Dans un premier temps, je présente les approches analytiques de Princen et Miller qui me permettront d'aborder clairement l'impact des pores invisibles et visibles sur les images extraites des vidéos du matériau.

Dans un deuxième temps, je présente les algorithmes qui nous ont permis de détecter le parcours du liquide sur nos images et d'en déduire des données statistiques. Les règles déduites seront utilisées par la suite pour la réalisation de la simulation (chapitre 5).

Je termine par des analyses et des interprétations concernant l'élément clé favorisant la montée de liquide.

4 Validation du choix du paramètre

4.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons étudié les propriétés de structure de notre réseau poreux et nous avons démontré que le paramètre le plus pertinent est le paramètre de densité de matière. Les autres propriétés n'influent pas ou peu sur la montée du Décane.

Il s'agit dans ce chapitre d'abord de valider les résultats retrouvés lors du chapitre 3 par une approche analytique et ensuite de caractériser la structure poreuse dans les non-tissés fins afin de tirer les règles qui relient la propriété de structure à la propriété hydraulique. La propriété de structure est liée à la densité optique des images en rapport avec la densité de matière. Cette densité de matière indique le pourcentage de filaments présentes, mais ne décrit pas la manière avec laquelle les filaments sont distribués. Les filaments sont superposés de façon à créer de longs pores fins ou entremêlés de façon à créer un amas de pores sphériques mais conduisent-ils à une meilleure action de pompage du liquide ?

En plus des pores visibles étudiés au chapitre précédent, nous allons étudier les pores invisibles qui sont censés jouer un rôle très important dans la montée capillaire dans la mesure où ils participent à la densité fibreuse qui peut être directement observée sur nos images numériques. Ces pores sont définis par l'espace interstitiel déterminé par un amas de filaments et difficilement visibles sur une image 2D. Notre but est de comprendre les éléments moteurs de la montée du liquide qui constituent notre structure poreuse. Nous nous sommes reposés sur la théorie de Princen afin d'avoir une meilleure approche des phénomènes physiques entre les filaments parallèles. Nous nous sommes aussi inspirés de la théorie de Miller pour montrer que la montée de liquide est favorable lorsque l'angle entre des filaments croisés reste faible.

Nous présenterons les différentes approches permettant de détecter le liquide au sein du non-tissé. L'algorithme présenté permettra d'étudier et d'apporter une meilleure compréhension des phénomènes physiques en jeu. Il nous permettra aussi de prendre une décision pertinente quant à l'importance des pores visibles et/ou invisibles.

4.2 La théorie de Princen

Considérons la montée d'un liquide entre deux cylindres solides de rayons r et distant de 2d (Figure 4-1). Le liquide prend la forme donnée par la Figure 4-2. Il peut être convexe ou concave. La courbure du liquide a un rayon *R*, l'angle que fait le liquide avec le cylindre est noté α, l'angle de contact est noté θ et à l'intérieur de la colonne, la pression peut s'écrire :

$$P = P_0 - \frac{\gamma}{R} \qquad \textbf{Eq. 4-1}$$

où P_0 est la pression à l'extérieur de la colonne. D'après la Figure 4-2, nous pouvons écrire la relation géométrique qui relie *R, r, α et d* :

$$R = \frac{r+d}{\cos(\theta+\alpha)} - r\cos(\alpha) \qquad \textbf{Eq. 4-2}$$

ou encore

$$\frac{R}{r} = \frac{1+\frac{d}{r}}{\cos(\theta+\alpha)} - \cos(\alpha) \qquad \text{Eq. 4-3}$$

Les forces s'appliquant sur le liquide sont le poids et la force de la tension de surface. En appliquant le principe fondamental de la statique, et en modélisant les forces par les paramètres géométriques de la Figure 4-2, Princen **[Princen, 1969]**[1] est parvenu à l'expression suivante :

$$\left(\frac{d}{r}\right)_{\max} = \left(\frac{\pi}{2} - \theta\right)\cos(\theta) - \sin(\theta) - 1 \qquad \textbf{Eq. 4-4}$$

Pour un mouillage total, l'angle de contact θ est nul d'où :

$$\left(\frac{d}{r}\right)_{max} = \left(\frac{\pi}{2} - 1\right) = 0.57$$

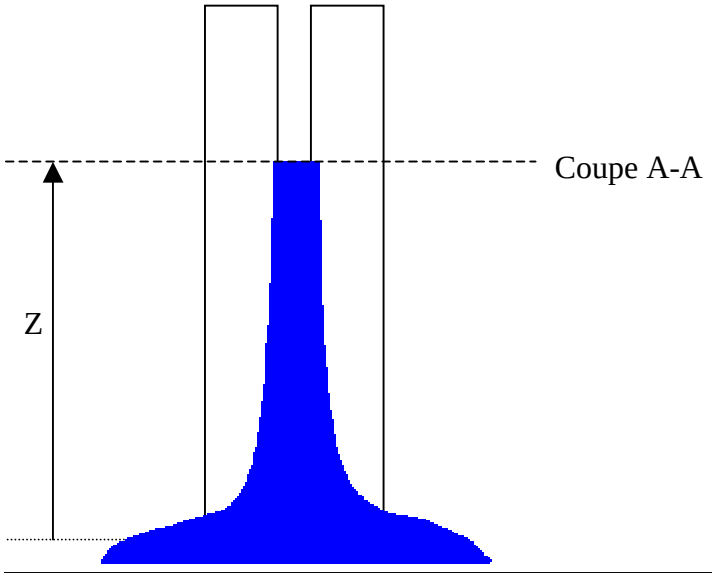


Figure 4-1 : Colonne stable de liquide entre deux cylindres verticaux parallèles

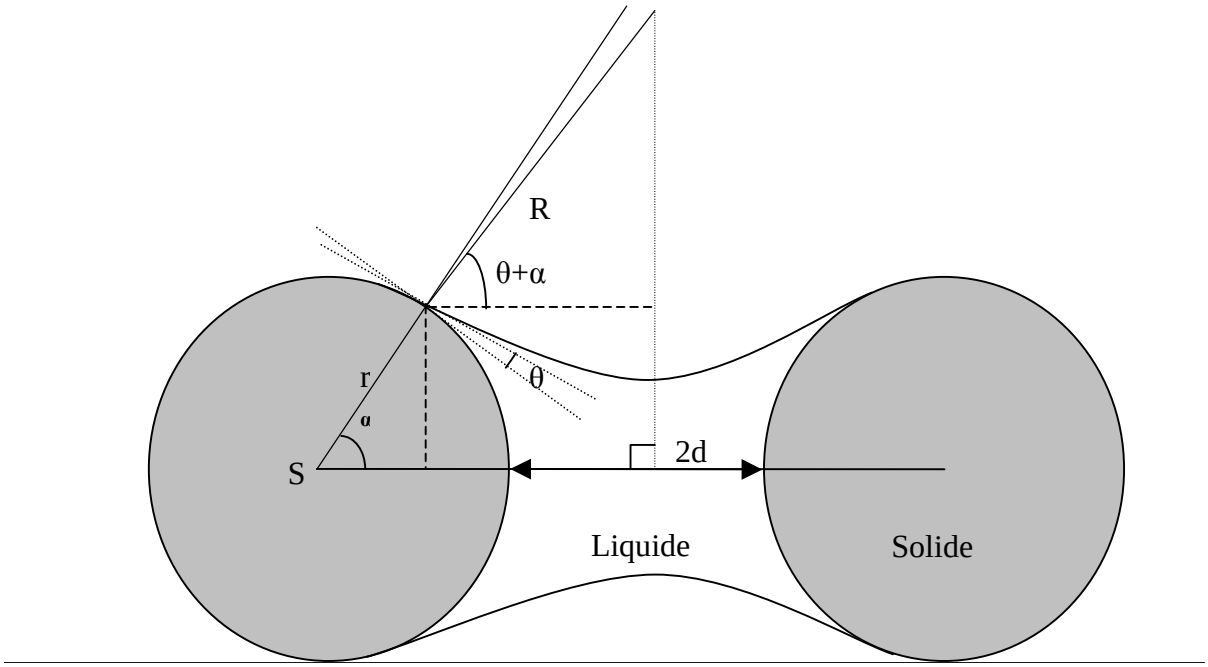


Figure 4-2 : **Coupe A-A de la Figure 4-1 : vue de dessus de la forme du liquide en haut de la colonne établie entre les deux cylindres**

Princen **[Princen, 1969]**[2] a étendu sa théorie à la montée capillaire entre 3 et 4 cylindres parallèles. De la même façon, il démontra respectivement les relations suivantes :

$$\left(\frac{d}{r}\right)_{max} = \left(\frac{2\pi}{3} - \theta\right)\cos\theta - \sin\theta - 1 \qquad \textbf{Eq. 4-5}$$

$$\left(\frac{d}{r}\right)_{max} = \left(\frac{3\pi}{4} - \theta\right)\cos\theta - \sin\theta - 1 \qquad \textbf{Eq. 4-6}$$

La condition importante, fixée par Princen, pour que ces relations soient applicables concerne la hauteur d'équilibre *Z* (le front du liquide) qui doit être très supérieur à *r (Z>>r)*. D'après Princen, il est possible que *d/r* dépasse $(d/r)_{max}$ et qu'une certaine montée de liquide s'établisse. Dans ce cas la condition *Z>>r* n'est plus respectée ainsi que les approches établies.

Princen **[Princen, 1970]**[1] a aussi étudié les effets de capillarité sur des cylindres parallèles horizontaux dans un domaine où l'on peut négliger la force de gravité. En particulier, il s'est penché sur la transition morphologique que pouvait avoir un liquide en faisant varier le paramètre *d/r*. Dans le cas de deux cylindres, le diagramme de la Figure 4-3 résume les transitions morphologiques en fonction des paramètres *d/r* et θ.

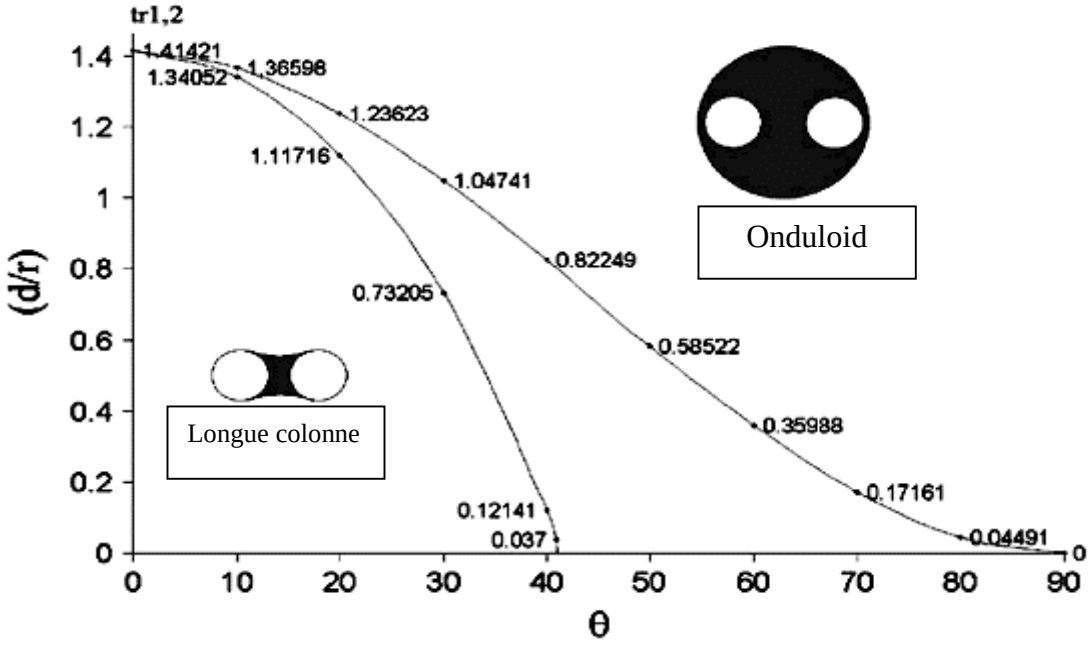


Figure 4-3 : Diagramme des transitions morphologiques pour deux cylindres parallèles horizontaux

Dans le cas de 3 cylindres, le diagramme de la Figure 4-4 montre l'existence de courbes limites de d/r en fonction de θ. Dans le cas $\alpha > 0$ (Figure 4-2), il y'a quatre courbes de transitions morphologiques.

Dans le cas où $\alpha<0$, Lucas **[Lucáš et al., 2006]** a rajouté une autre transition qui correspond à un angle de contact $\theta>90°$.

La courbe (1) est celle de transition morphologique de l'état « colonne canal rempli » à «colonne désintégrée». La courbe (2) décrit le passage de l'état «colonne désintégrée» à l'état « colonne canal rempli ». Le passage de l'état « colonne canal rempli » à « onduloid » est décrit par la courbe (3) et sa réciproque est décrite par la courbe (4).

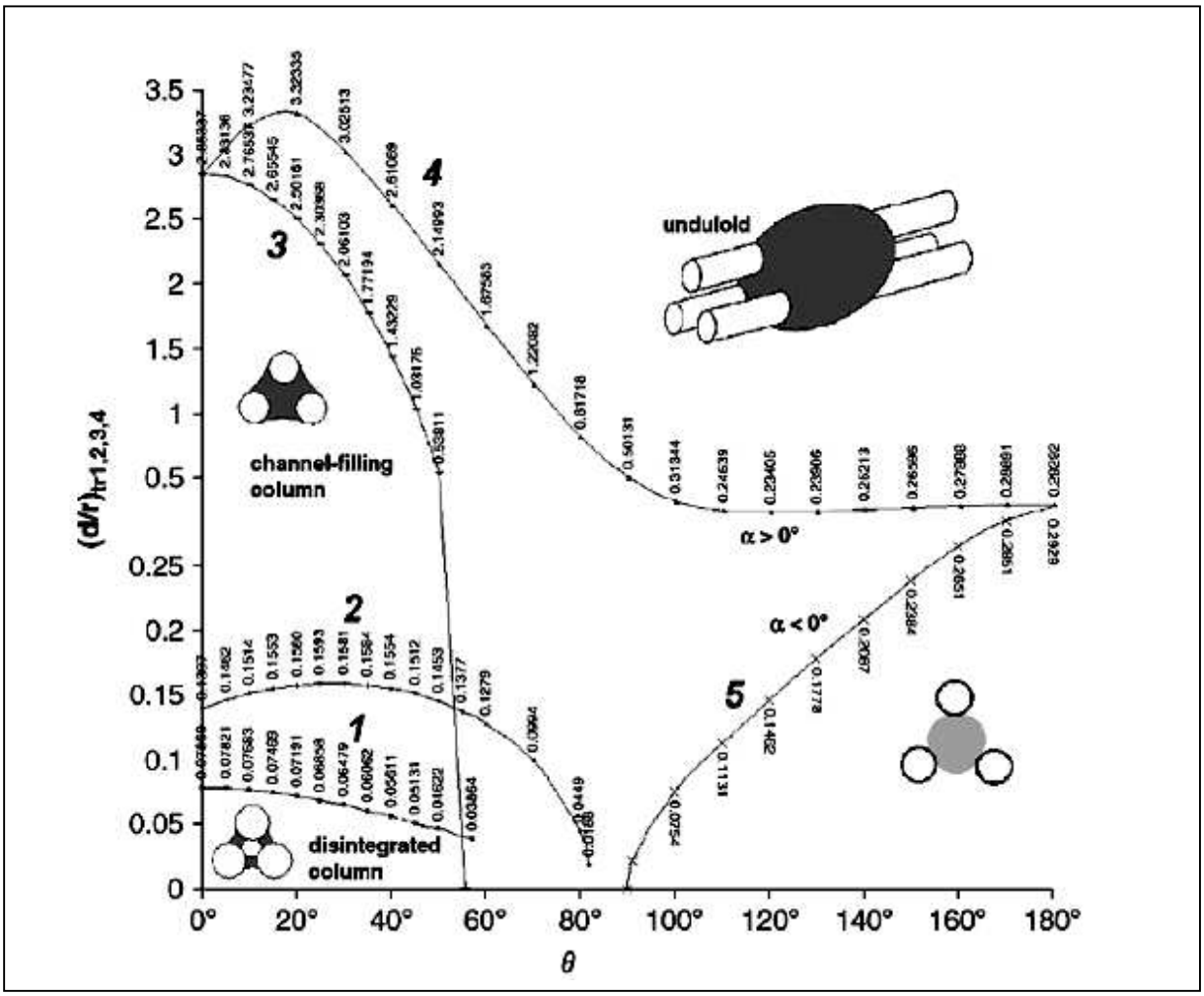


Figure 4-4. Diagramme morphologique pour un système composé de 3 cylindres.

Ces études se sont étendues aussi à n cylindres placés dans une disposition géométrique bien définie.

Ce qui ressort de ces études établies par Princen concerne le rôle important que joue le rapport entre la distance entre les filaments et leur diamètre. Il est aussi important d'interpréter les difficultés qu'impliquent les transitions morphologiques quant à la détection du liquide sur nos images. Cette variation du rapport *d/r* sur un non-tissé, peu uniforme par nature, entraînera des effets visuels particuliers, capturés par notre banc de test, qui correspondent aux différentes transitions morphologiques. Par exemple, il est possible de ne pas voir le liquide passer d'une configuration « colonne désintégrée» et d'observer le liquide apparaître plus loin sous la forme d'une « colonne canal rempli » ou d'« onduloid ». Il est aussi important de remarquer que dans le cas d'onduloid (Figure 4-4), la probabilité de mouiller des filaments voisines est très importante tandis que dans le cas d'une colonne désintégrée la probabilité de mouiller des filaments voisine est quasi nulle. Il en découle que si on souhaite

obtenir un non-tissé absorbant, il faut que les filaments soient dispersées de façon à ce que les valeurs de *d/r* se retrouvent dans la configuration « zone onduloid ».

4.3 Approche de Miller et al.

Miller et al. **[Miller et al., 1967]** se sont penchés sur la montée capillaire dans des filaments en configuration sous la forme d'un 'V '. Une fois les filaments sous tension, la pointe du 'V' est plongée dans un liquide et la hauteur du ménisque *h* est mesurée. Les filaments de polypropylène sont testés avec une huile de paraffine (Nujol) qui est considéré comme un liquide mouillant. Le dispositif utilisé est représenté à la Figure 4-5.

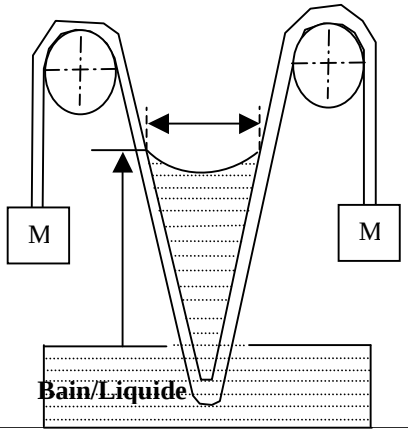


Figure 4-5 : Dispositif de montée capillaire de filaments avec une configuration en 'V'

On note *b* la distance qui sépare les deux filaments à l'interface liquide du bain/air (Figure 4-6). Cette valeur est variable. La hauteur de la partie plongée des filaments dans le liquide est notée h_r. L'angle entre les deux filaments est 2φ. Sa valeur est établie par l'équation :

$$\tan\varphi = \frac{a}{2h_0} \qquad \textbf{Eq. 4-7}$$

où *a* désigne la largeur entre les filaments à une hauteur h_0.

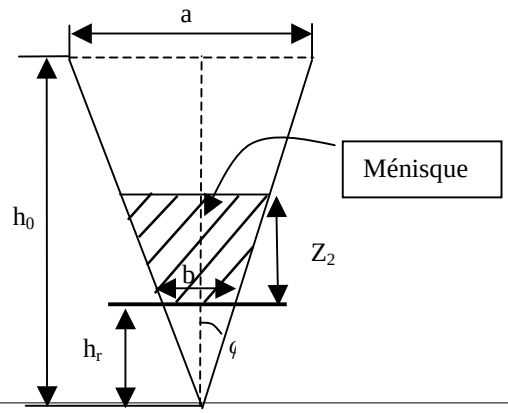


Figure 4-6 : Schéma simplifié du dispositif de mouillage de Miller et al.

Dyba et Miller ont tracé Z_2 en fonction de b pour des valeurs constantes de a/h_0 **[Dyba et Miller, 1969]**.

Princen **[Princen, 1970]**[2] a repris le travail de Miller et al. En reprenant ses propres notations utilisées dans ces travaux (Figure 4-7), Princen démontre que la hauteur du ménisque Z_c s'écrit :

$$Z_c = -\frac{h_r}{2} + \left[\left(\frac{h_r}{2}\right)^2 + \frac{2\gamma\cos\theta}{\rho g \tan\varphi}\right]^{\frac{1}{2}} \qquad \textbf{Eq. 4-8}$$

L'erreur introduite par cette solution reste très faible tant que φ ne dépasse pas quelques degrés.

Princen a utilisé aussi son expression établie pour deux filaments parallèles :

$$cr^2.\frac{Z_2}{r} = f\left(\frac{d}{r}, \theta\right) \qquad \textbf{Eq. 4-9}$$

$$\text{avec } c = \frac{\rho g}{\gamma}$$

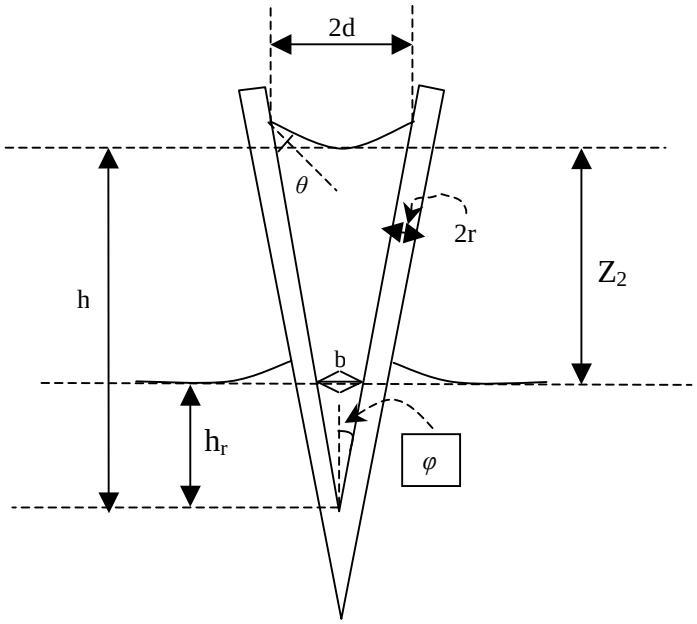


Figure 4-7 : Schéma simplifié du dispositif de mouillage de *Miller et al.* repris par *Princen*

Cette équation est valide si z_2/r >>1. D'après la Figure 4-7 nous pouvons écrire que pour tout z

$$d = (h_r + z)\tan\varphi \qquad \textbf{Eq. 4-10}$$

$$\text{or } h_r = \frac{b}{2}\tan\varphi \qquad \textbf{Eq. 4-11}$$

En remplaçant dans l'Eq. 4-10 nous obtenons :

$$z = \frac{\mathrm{d} - \mathrm{b}/2}{\tan\varphi} \qquad \textbf{Eq. 4-12}$$

Et en remplaçant dans l'Eq. 4-9 on obtient :

$$cr^2\frac{z}{r} = \frac{cr^2}{\tan\varphi}\left(\frac{d}{r} - \frac{b}{2r}\right) \qquad \textbf{Eq. 4-13}$$

Une nouvelle fois, cette relation nécessite que $Z_2/r>>1$ et que φ soit faible.

En traçant *z* en fonction de b, Princen a trouvé quelques points d'intersection entre les résultats expérimentaux de Dyba et Miller **[Dyba et Miller, 1969]** et ses courbes théoriques et ceci surtout pour de faibles valeurs de *b*.

Princen a aussi critiqué la méthode de mesure de Dyba et Miller en faisant d'autres suggestions afin d'obtenir de meilleurs résultats. Il met l'accent sur les erreurs de mesures des paramètres *b* et/ou z_2. Il évoque aussi la déformation que provoquent les tensions de surface du liquide sur les filaments à la base du 'V'. Il leur suggère de mesurer directement *d* et *r* au lieu de *b* et Z_2 pour diminuer les erreurs de mesure.

D'après l'étude de Miller et Dyba, on constate que dans le cas de nos filaments, afin d'assurer une bonne montée du liquide, les angles de croisement inter-filaments φ doivent être minimaux. Dans le cas où φ vaut zéro, nous nous retrouvons avec des filaments parallèles et donc une capillarité maximale. En effet, la hauteur de montée devient faible lorsque l'angle φ devient grand.

4.4 Exploration de la structure poreuse

4.4.1 Inspiration des approches de Princen et Miller

Toute la difficulté à comprendre la structure poreuse d'un non-tissé revient à l'absence d'un modèle mathématique décrivant la montée capillaire entre deux filaments parallèles ou croisés. Cependant, nous avons essayé d'extraire des règles permettant de mieux comprendre le phénomène d'ascension capillaire dans de telles structures à partir d'observations directes.

D'après les études de Princen, le rapport entre la distance *2d* qui sépare n filaments et leur diamètre moyen *2r*, joue un rôle capital dans la montée du liquide. Même si les filaments ne sont pas équidistants entre elles, le phénomène reste le même. Nous ne nous situons pas dans le cas d'un cylindre fermé représenté par l'équation de Lucas-Washburn, mais nous sommes

face à un phénomène physique qui est identique. Plus le paramètre *d/r* tend vers 0, plus la pression capillaire à l'intérieur du pore est importante. Ce paramètre de distance nous sera très utile par la suite pour déterminer ce que nous nommerons les pores invisibles.

Comme abordé au paragraphe 4.3, l'angle entre les filaments étudié par Miller et al. est aussi un critère essentiel à la compréhension de la montée du liquide. En effet, le pore visible possède une géométrie elliptique. Selon l'angle φ formé (Figure 4-8), le liquide remplira totalement, partiellement ou pas du tout le pore.

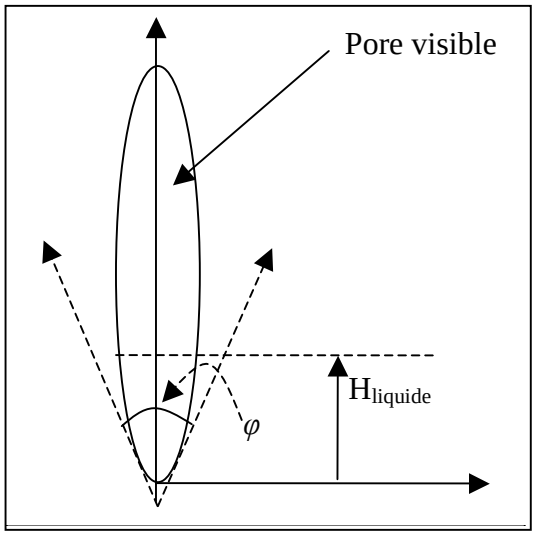


Figure 4-8 : Angle formé par le pore

Avant de chercher de l'information sur l'aspect dynamique de la montée du liquide, nous allons nous pencher dans un premier temps sur son aspect à l'équilibre. Une fois que la phase de montée est à l'équilibre, nous allons extraire de l'information sur le réseau qui s'est effectivement rempli. En effet, avant de comprendre la montée capillaire dans nos structures poreuses, nous devons identifier, avec la meilleure précision possible, les caractéristiques du réseau responsable de l'acheminement du liquide et identifier ses caractéristiques.

4.4.2 Algorithme identifiant le réseau poreux utile

L'algorithme que nous avons mis en place est basé sur la détection de la trace du liquide à chaque image de la vidéo. On pourra extraire directement le parcours du liquide en faisant une soustraction entre la première image de la vidéo et la dernière image. La difficulté réside dans le fait que la position du liquide change au fur et à mesure de son avancé et donc il change de morphologie à chaque instant. L'idée est alors d'extraire toutes les positions du liquide sur chaque image constituant la vidéo et les sommer. Ainsi, nous pourrons collecter le maximum

d'informations concernant le passage du liquide lors de ces différentes transitions morphologiques.

On retrouve ce type d'algorithme dans l'étude de la détection de mouvement. L'analyse du mouvement occupe une place essentielle en vision par ordinateur. Les zones de mouvement dans une séquence d'images correspondent généralement à des événements sur lesquels on souhaite focaliser l'attention d'un système de vision. La tâche d'un algorithme de détection de mouvement robuste est extrêmement complexe. L'ordinateur ne dispose pas d'une interprétation sémantique de la scène. Cette interprétation est pourtant un ingrédient essentiel dans le processus de détection des objets mobiles par le système de vision humain.

La question de la détection peut se résumer au choix entre deux hypothèses :

- ✓ hypothèse H_S : la région où le pixel correspond à un objet statique du fond de l'image.
- ✓ hypothèse H_M : la région où le pixel correspond à un objet en mouvement.

L'information dont on dispose pour répondre à cette question est l'intensité lumineuse de chacune des images. Une réponse naïve, dans le cas d'une caméra fixe, consiste à utiliser une différence d'images seuillées. On obtient ainsi une carte binaire représentant les pixels dont la valeur a changé à deux instants distincts. Dans le cas simple, la classification des pixels obtenue avec un seuil prédéterminé paraît satisfaisante. Le choix de ce seuil résulte d'une analyse *a posteriori* des résultats par un observateur extérieur. Dans le cas d'une séquence fortement bruitée, le même seuil ne convient plus. Le choix automatique du seuil est nécessaire pour un système autonome. De plus, ce seuil n'a aucune raison d'être global pour toute l'image. En effet, des objets et des mouvements différents entraînent des variations d'intensité différentes.

Une revue des différentes méthodes de détection de mouvement dans le contexte plus général de l'analyse du mouvement est faite dans **[Mitiche et Bouthemy, 1996]**. Radke et al. **[Radke et al, 2005]** analysent les différentes approches pour la détection de changement aussi bien dans le but de détecter du mouvement dans des séquences vidéo que pour analyser les changements dans des images beaucoup plus distantes dans le temps, telles que par exemple des images satellites **[Radke et al, 2005]**.

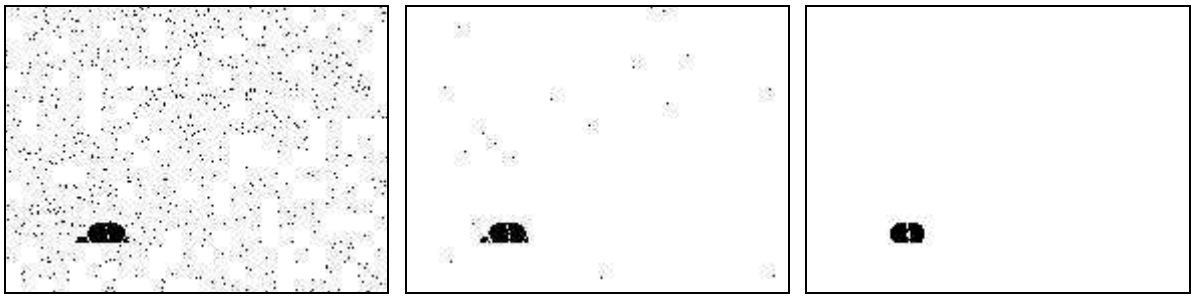
Nous avons choisi de classer les différentes approches existantes en deux catégories. La première catégorie concerne les approches qui se basent sur une prise de décision de la détection de mouvement pour un pixel en tenant compte du contexte spatial. La deuxième catégorie concerne la prise de décision de la détection de mouvement pour une région de

l'image. Une décision sur un pixel est convenable dans notre cas. Nous nous contenterons de développer uniquement cette approche.

Les méthodes classiques de décision par test d'hypothèses pour la détection sont présentées dans **[Konrad, 2000]**. La différence d'intensité y est modélisée par une loi gaussienne centrée et de variance σ^2 sous l'hypothèse H_S d'absence de mouvement et par une loi uniforme *[-L;L]* sous l'hypothèse de mouvement H_M. En utilisant un rapport de vraisemblance et sans *a priori* on en déduit le seuil $2\sigma^2 \ln\left(\frac{2L}{\sqrt{2\pi\sigma^2}}\right)$ sur le carré de la différence d'intensité. Les paramètres des lois de probabilité jouent un rôle crucial dans la détection. Leur estimation précise n'est pourtant pas évidente. Pour l'exemple de la Figure 4-9, et une estimation des paramètres $L = \max_z |I_t(z) - I_{t+1}(z)| = 144$ et $\sigma^2 = \text{var}(I_t(z) - I_{t+1}(z)) = 27{,}8$, le seuil de détection sur $|I_t(z) - I_{t+1}(z)|$ vaut 13,1. Le masque de détection est équivalent à celui obtenu avec un seuil à 10.



(a) (b) (c)



(d) (e) (f)

Figure 4-9 : Exemple simple de différence d'images suivie d'un seuillage pour détecter les zones de changements. (a) et (b) : Deux images successives d'une séquence dans laquelle une balle se déplace de gauche à droite. Le fond est immobile. (c) : valeur absolue de la différence des deux images. Les valeurs faibles apparaissent en clair, les valeurs fortes en foncé. (d), (e), et (f) : cartes binaires obtenues par un seuillage. Valeurs du seuil 3, 5 et 10 respectivement

Rosin **[Rosin, 2002]** s'est intéressé au choix automatique d'un seuil global à partir de différents modèles statistiques plus complexes de l'image. La motivation est qu'un système de vision robuste et autonome ne peut reposer sur le choix expérimental d'un tel seuil. Néanmoins, un seuil global ne permet pas de prendre en compte la présence d'objets mobiles de nature différente dans une même scène. Des objets plus ou moins texturés et des

déplacements plus ou moins importants entraînent des niveaux de différences d'intensité très différents. Un même seuil peut ne pas convenir pour tous les objets d'une scène. Au lieu d'utiliser une différence entre images successives, il est possible de prendre une décision sur la présence d'objets mobiles en analysant le flot optique, c'est-à-dire le champ de déplacement 2D apparent. Les méthodes basées sur le flot optique utilisent des contraintes de rigidité ou de parallaxe **[Irani et Anandan, 1999, Nelson, 1991]**. Le calcul d'un flot optique précis est généralement complexe et coûteux. Cette estimation du flot optique est d'autant plus délicate qu'elle doit se faire sur des supports de petites tailles quand il s'agit d'objets mobiles. Ces méthodes sont surtout utiles dans le cas de caméras mobiles dans des séquences présentant des différences de profondeur importantes.

Wu et al. **[Wu et al., 2005]** se basent sur le rapport d'intensité pixel à pixel pour deux images consécutives de la séquence vidéo aux instants t et $t+1$. Ceci permettra de mesurer le mouvement en chaque pixel :

$$\frac{\max(I_t(x,y);I_{t+1}(x,y))}{\min(I_t(x,y);I_{t+1}(x,y))}$$

Un seuil unique de détection est déterminé par une analyse de l'histogramme cumulé des rapports d'intensité. Le seuil correspond à un point de changement dans l'histogramme des valeurs cumulées. La détermination du seuil est automatique. Néanmoins, le seuil est global et ne peut donc pas s'adapter à des objets mobiles et des mouvements de natures différentes. La décision se fait pour chaque pixel et aucune cohérence du masque n'est assurée. L'absence totale de modèle probabiliste est attrayante pour sa simplicité, mais empêche toute évaluation quantitative du résultat de la détection. Notons aussi l'absence de paramètres. Ce point permet une évaluation objective de la méthode sans rechercher le réglage optimal. Bien que Wu et al. insistent sur le fait que le rapport d'intensité convient mieux à la détection de mouvement, les expériences que nous avons menées montrent que le seuil automatique qu'ils calculent est plus stable en utilisant des différences d'intensité.

Un pré-traitement par un filtre médian est obligatoire afin de réduire le bruit amplifié par la soustraction de deux images. Ce bruitage devient plus conséquent dans le cas d'une structure texturée. Un filtrage médian n'est plus suffisant pour réduire efficacement les bruits générés plus particulièrement par les bords des filaments et par les phénomènes de diffraction. Nous avons proposé une méthode simple permettant de réduire ce genre de bruit. Il s'agit de l'extraction séparée des pores visibles et des pores invisibles. D'une façon plus simple, il s'agit d'identifier le remplissage des trous d'un coté et le remplissage des espaces inter filaments de l'autre coté. Suite à cette identification, nous imposons deux restrictions. La

première concerne les pores visibles. Seuls les pores remplis à un pourcentage important sont pris en considération. Le but est de prendre en considération les pores qui montrent un fort taux de remplissage et permettant d'être au-dessus du bruit. En réalité, laisser une marge revient à prendre en considération la perte de pixels à cause des différentes opérations. Un pore est soit très peu rempli, bien rempli ou complètement vide. Avoir un pore à moitié rempli est une situation quasiment inexistante. En effet, dans le cas où le remplissage serait partiel, la tension du liquide rentrera en compétition avec la résistance des filaments. Cette situation s'applique lorsque les filaments sont proches de la distance minimale permettant au liquide de passer. On observe alors un rapprochement forcé des filaments l'une de l'autre imposé par la tension du liquide. Si cette tension superficielle l'emporte sur les filaments qui possèdent un degré d'allongement, le pore se rempli en quasi-totalité et change légèrement de forme. Les tensions superficielles appliquées aux filaments par le liquide tendent à les rapprocher.

Par le même procédé de détection de mouvement, nous identifions le liquide qui a traversé les pores invisibles. Les zones de liquide sont généralement représentées sur l'image résultante comme une succession de régions discontinues (Figure 4-11). Cette discontinuité provient de la difficulté d'identifier avec précision toute la région de passage du liquide. Ceci est dû en premier lieu à la transition morphologique que subit le liquide lors de son passage par différents emplacements ayant des propriétés géométriques différentes.

Certaines régions font leur apparence lors de la détection de la zone liquide mais qui ne correspondent pas à une zone de passage liquide. Ce n'est autre qu'un bruitage amplifié par la soustraction des images. Comme nous sommes face à un problème à trous, on voit apparaître un bruit résultant de la diffraction de la lumière lors de son passage par les pores. Ces régions de petites tailles sont éliminées par un critère portant sur le petit axe de l'ellipse représentant la région. Si le petit-axe a une faible valeur alors la région est rejetée à cause de son aspect non significatif. Il s'agit donc d'éliminer les régions fines et ne correspondant pas au liquide mais plutôt à un bruit inhérent sur les bords des filaments. Le diagramme résumant la totalité de l'algorithme est représenté sur la Figure 4-10.

Afin de distinguer la partie mobile (liquide), nous devons définir une image de fond qui reste statique et qui sera l'image de référence par rapport à laquelle le mouvement du liquide sera étudié. Plusieurs approches sont proposées afin de retrouver l'image de fond à partir d'une séquence d'images. Dans notre cas, l'image de fond est plus délicate à retrouver. Le fond doit être constitué par le non-tissé immergé sur un bord et donc présentant un ménisque. Ce qui nous intéresse est uniquement la connaissance du réseau permettant la montée du liquide et non pas l'étude du ménisque en lui-même. Ce dernier apparaît à l'instant où l'échantillon

rentre en contact avec le liquide. La formation du ménisque est extrêmement rapide et peut être considérée comme l'origine des temps. La ligne de front du ménisque constitue, dans notre cas, le réservoir infini de liquide qui se diffusera dans le matériau. En déterminant la région qui décrit le ménisque, nous nous intéressons uniquement à ce qui se passe en dehors de cette zone. Ceci est basé sur des opérations de morphologie mathématique comme la dilatation, l'érosion, le remplissage de trous etc.

Seuls les points appartement à l'interface ménisque-échantillon seront pris en considération car ils représentent les points de départ pour le reste de la montée du liquide.

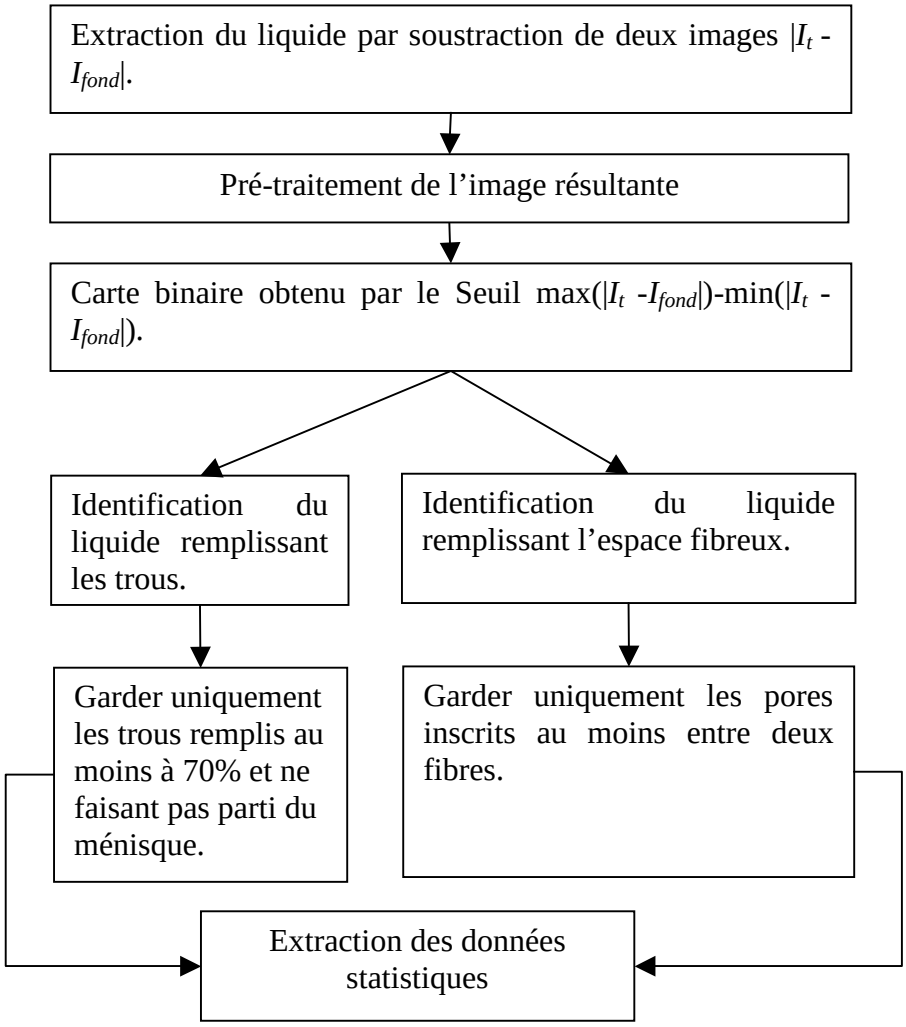


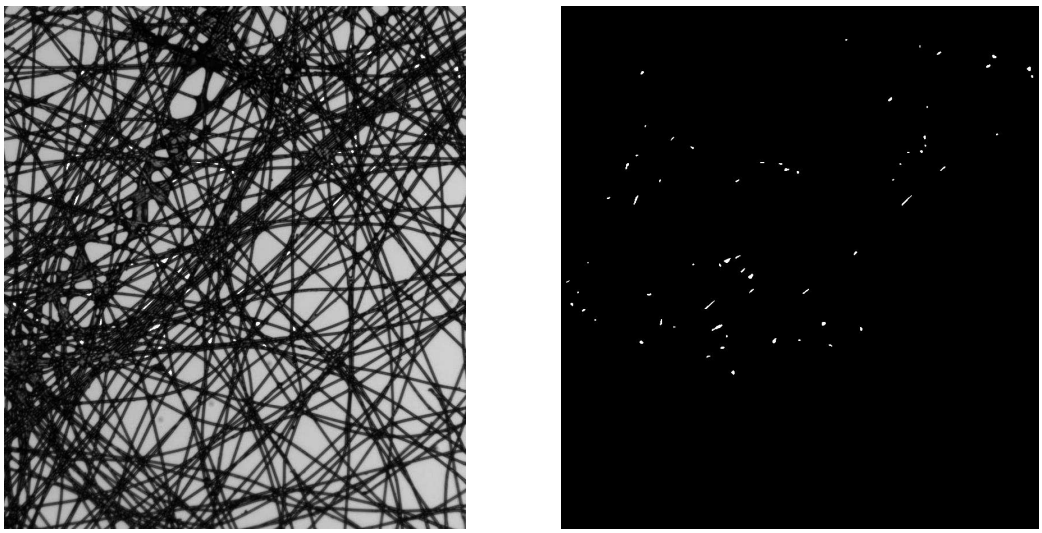
Figure 4-10 : Diagramme représentant l'algorithme permettant l'identification du réseau poreux utile

4.4.3 Résultats et interprétations

Nous allons aborder à présent les résultats obtenus par l'application de l'algorithme décrit précédemment. Le but est de comprendre la composition et les caractéristiques du réseau poreux intervenant activement dans la montée du liquide. Ceci nous permettra de conclure quant à l'importance du rôle des pores visibles et des pores invisibles.

4.4.3.1 Etude des pores visibles

Nous rappelons que les pores visibles sont les trous visibles sur l'image (Figure 4-11). Le but est de savoir la taille maximale des pores visibles remplis et l'enjeu qu'ils représentent dans la structure poreuse.



(a) **(b)**

Figure 4-11 : (a) Echantillon 2 de non-tissé (b) pores visibles remplis sur l'échantillon 2 à l'équilibre

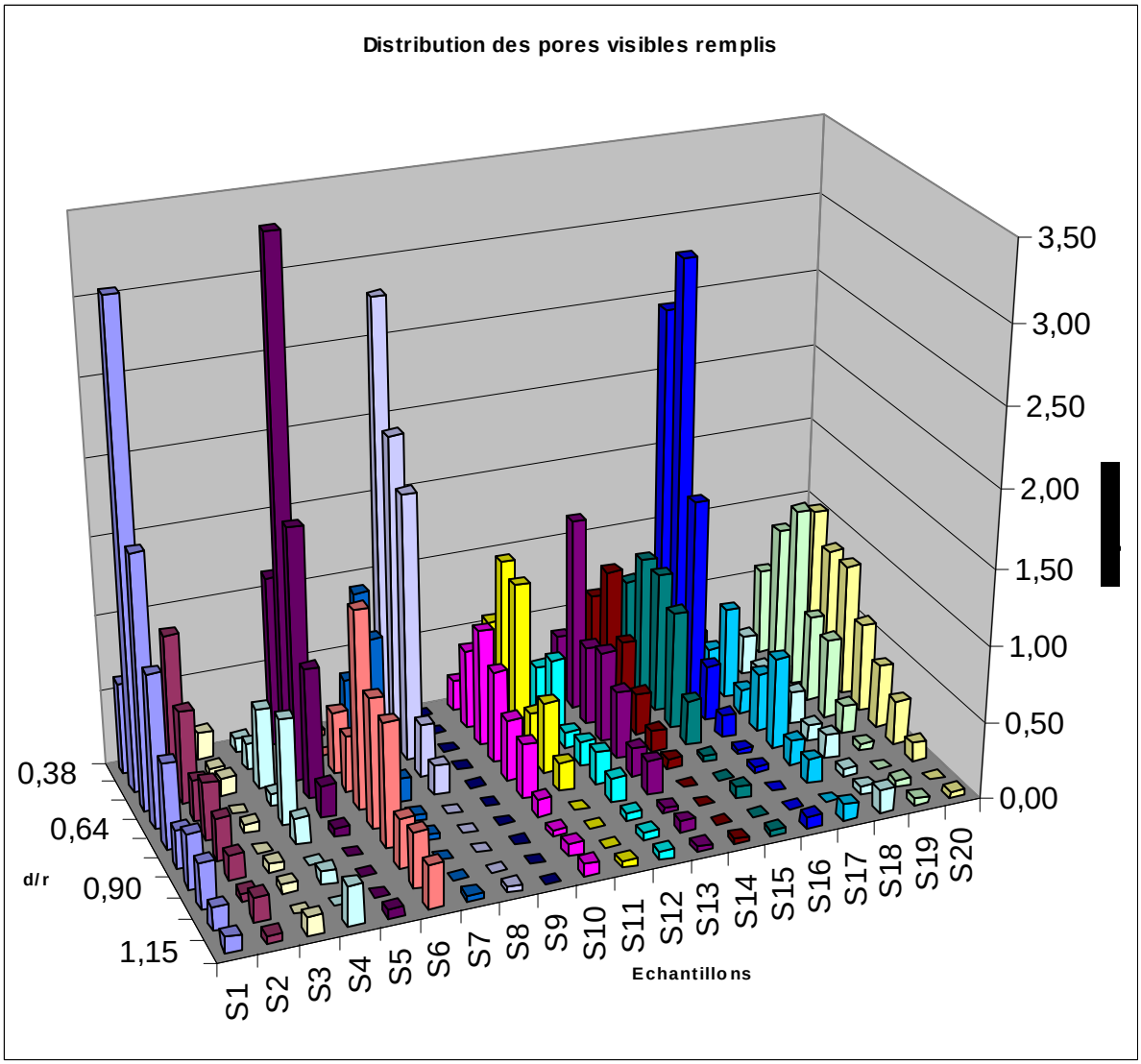


Figure 4-12 : Distribution des pores visibles remplis sur les 20 échantillons en fonction du paramètre défini par Princen d/r. Les échantillons sont présentés au chapitre II

Les histogrammes de la Figure 4-12 montrent que la distribution ne touche qu'une minorité de pores visibles. Soit au maximum 4% par taille et ceci pour des valeurs de *d/r* majoritairement inférieur à 1. En comparant nos valeurs aux valeurs de *d/r* décrites par la Figure 4-3 et la Figure 4-4, même si nous ne sommes pas dans les mêmes conditions expérimentales, nous constatons que plus *d/r* est petit, plus les pores sont susceptibles d'être remplis. On peut se poser la question : pourquoi peu de pores de petites tailles sont-ils remplis alors que leur nombre n'est pas si négligeable ? Une autre question serait de se dire comment peut-on voir des pores se remplir alors qu'ils possèdent une taille plus grande que certains restés vides ? La première idée qui vient à l'esprit est de déterminer la localisation de tels pores. En observant nos vidéos, nous nous sommes aperçus que nous sommes face à un problème de connexion des pores entre eux. L'emplacement d'un pore susceptible d'être rempli, compte tenu de sa taille, augmente ou diminue sa probabilité de remplissage. Si un pore est situé au milieu d'une

région de forte pression capillaire, il possède de fortes chances d'être rempli. Un pore se situant dans une zone de faible pression capillaire, a peu de chance d'être rempli même si sa structure est conforme aux critères qui doivent conduire à son remplissage. Ces critères ont été abordés au chapitre III.

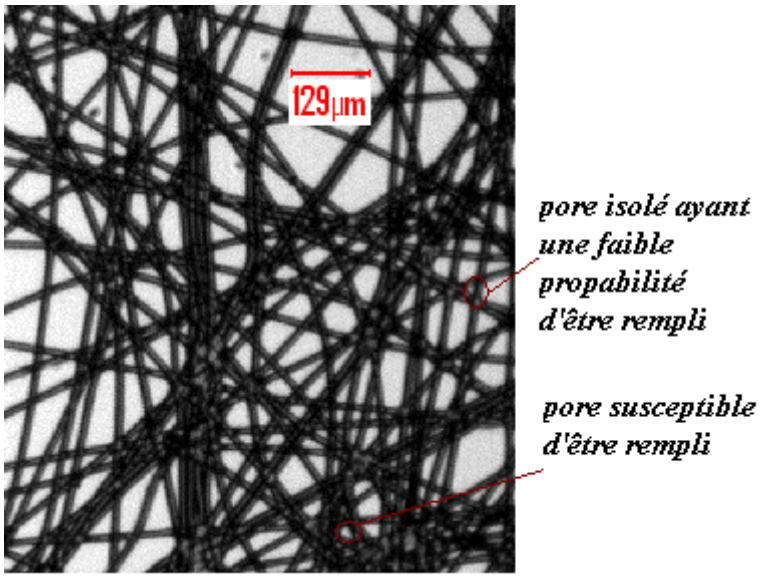


Figure 4-13 : Représentation de la probabilité de remplissage des pores en fonction de leur position

Le liquide est macroscopiquement continu. Son déplacement d'une région à une autre se fait forcément dans des milieux assurant cette continuité. Ces milieux connectés les uns aux autres et possédant des distances inter-filament permettant le passage du liquide constituent en partie la structure poreuse.

Une deuxième lecture de l'histogramme de la Figure 4-12 montre que les valeurs *d/r* sont majoritairement faibles. Nous déduisons donc que les pores visibles sont bien en majorité du type 2-D. En effet, d'après Princen, plus on s'oriente vers une structure de 3-D, plus le paramètre *d/r* augmente. Afin de bien visualiser ce phénomène, nous avons étudié la taille de pores se remplissant sur des échantillons de plus en plus dense et nous avons remarqué l'augmentation d'une part de la valeur *d/r* en augmentant la masse surfacique et d'une autre part l'augmentation du nombre de pores se remplissant.

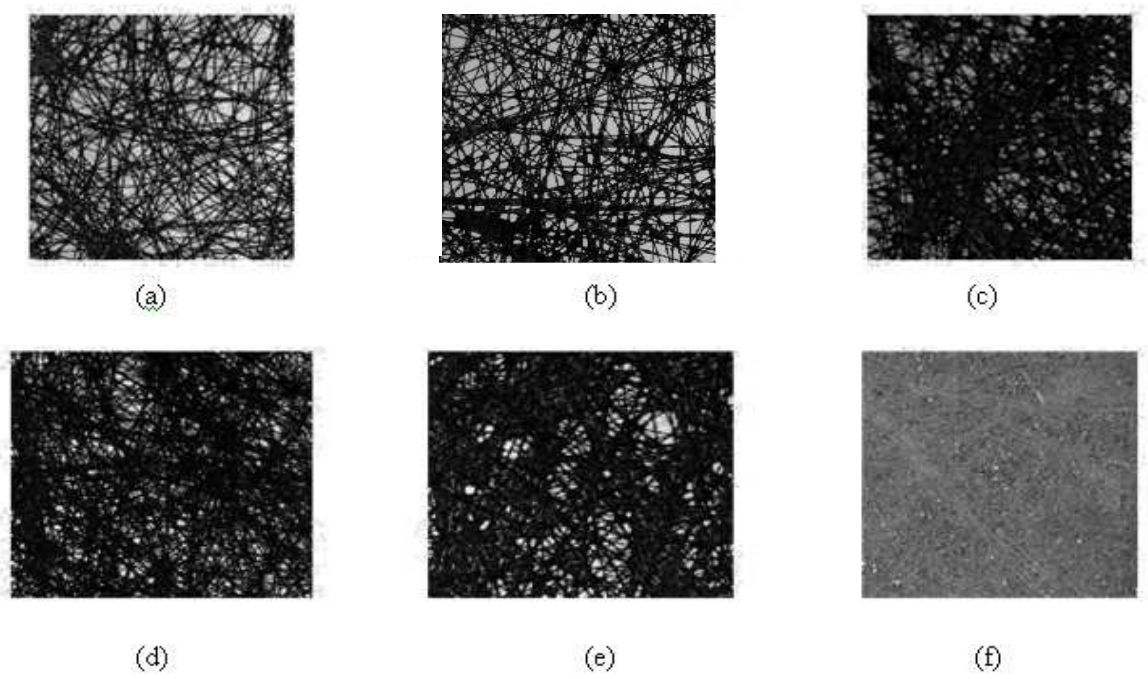
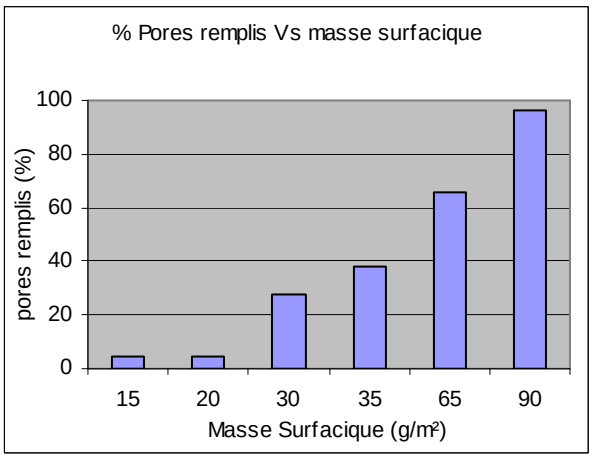
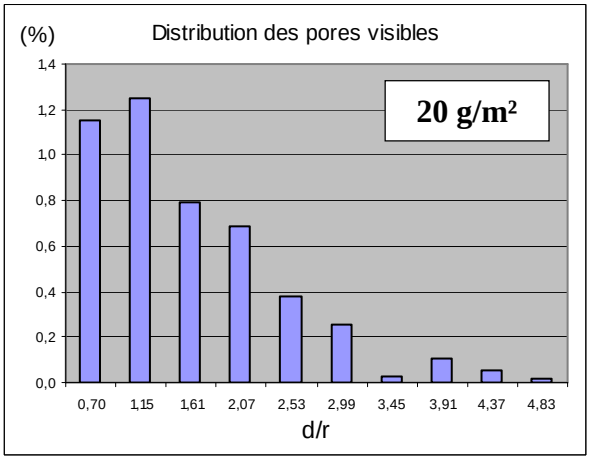


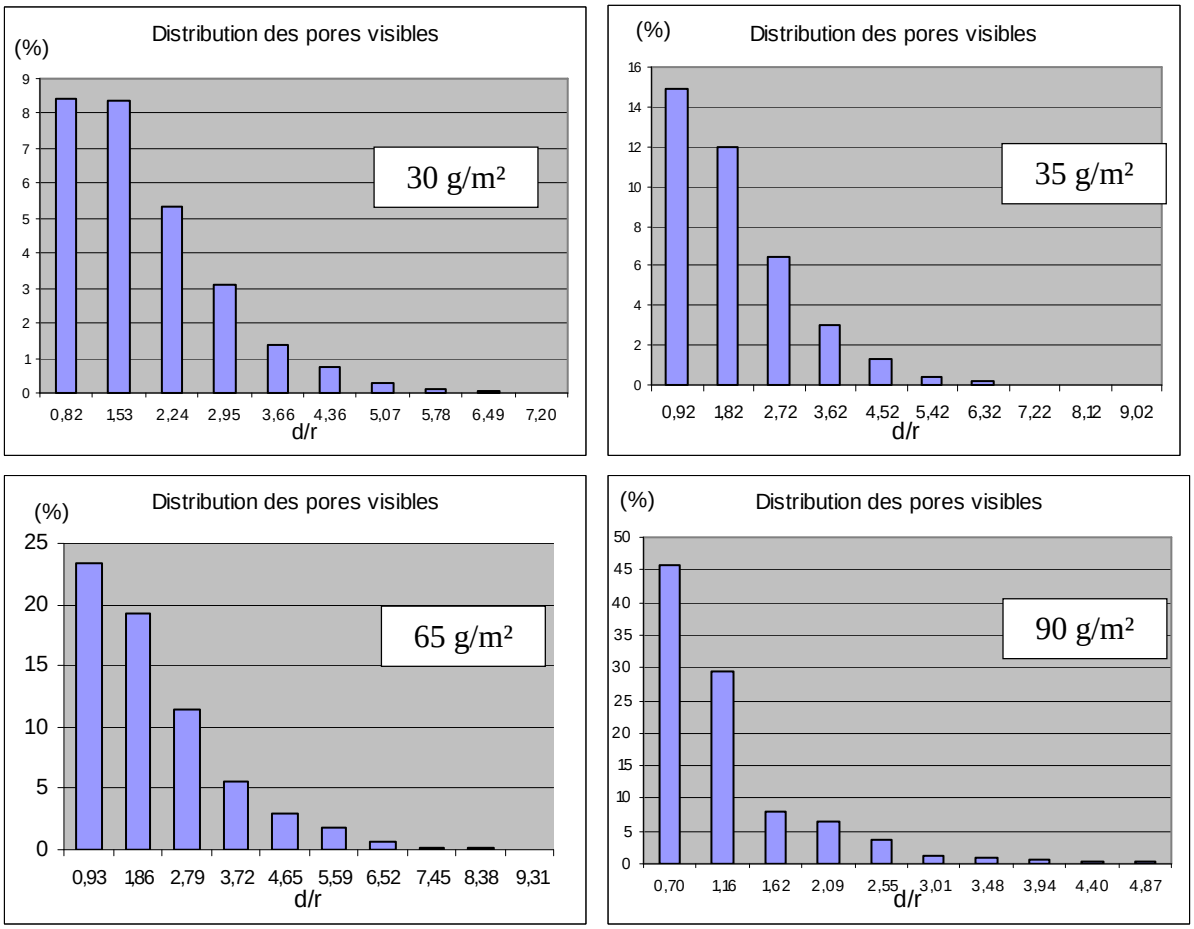
Figure 4-14 : Echantillons de non-tissé de différents masses surfaciques(a) 15g/m² (b) 20g/m² (c) 30g/m²(d) 35g/m² (e) 65 g/m²(f) 90g/m²



(a)



(b)

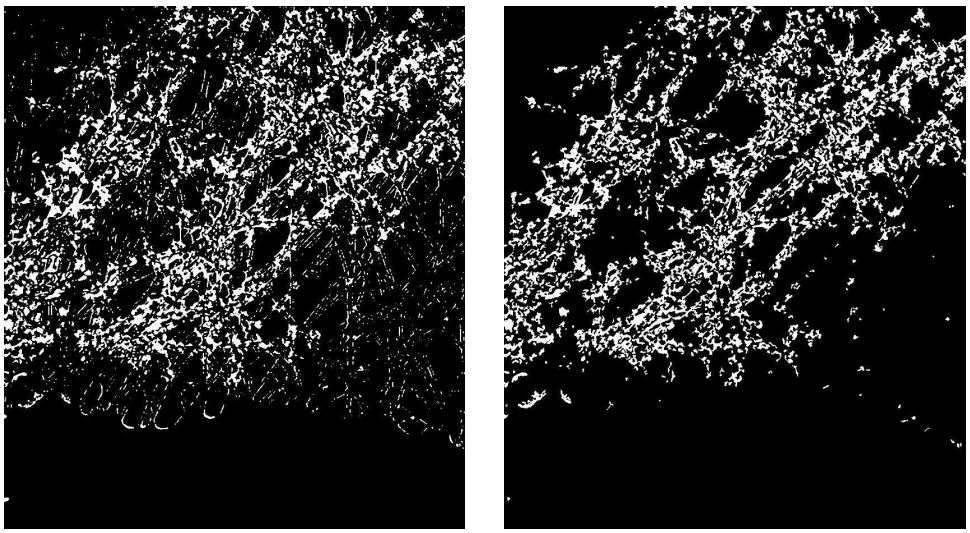


(e) (f)

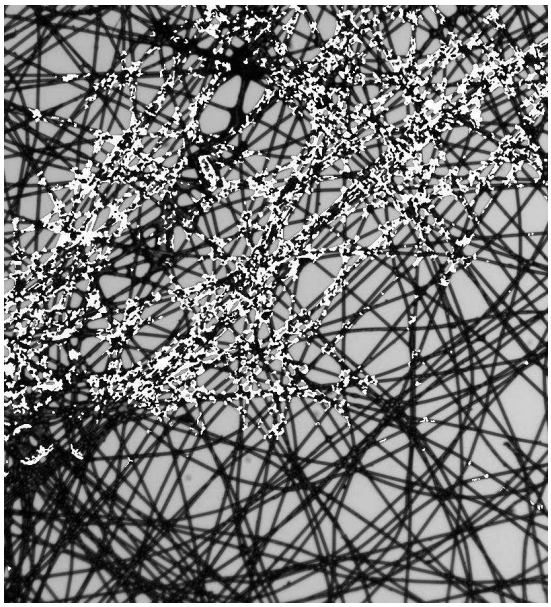
Figure 4-15 : (a) pores visibles remplis en fonction de la masse surfacique de l'échantillon. Distribution des pores visibles remplis en fonction du paramètre d/r (b) échantillon 20g/m² (c) échantillon 30g/m² (d) échantillon 35g/m² (e) échantillon 65 g/m² (f) 90g/m².

4.4.3.2 Etudes des pores invisibles

Les pores invisibles représentent l'espace interstitiel entre les filaments mais dont l'observation reste délicate à cause de leurs aspects variant du 2-D au 3-D. L'éclairage par derrière n'étant pas suffisant pour bien observer la variation du liquide, nous avons rajouté un éclairage frontal annulaire homogène très utilisé pour observer les rayures sur une surface. Le passage du liquide est alors repéré plus facilement. En appliquant l'algorithme appliqué précédemment, nous obtenons les positions de passage du liquide, comme représentés sur la Figure 4-16. La discontinuité entre les régions témoigne de la difficulté détectée sur une image texturée. La Figure 4-16 (a) montre le bruit résultant de la soustraction des deux images. La Figure 4-16 (b) montre l'élimination efficace du bruit par notre algorithme. L'efficacité de cet algorithme nous permet d'avoir une image assez nette même si nous devons composer avec une image texturée qui présente plus de bruitage qu'une image non texturée.



(a) (b)



(c)

Figure 4-16 : (a) extraction du liquide sans traitement d'images (b) extraction du liquide avec traitement d'images (c) fond + liquide.

Toutes les vidéos traitées montrent que la majorité du liquide absorbé s'est fait à travers les zones où les filaments sont très rapprochées (Figure 4-16 (c)). Ce résultat, prévisible par l'étude de Princen, montre que nous sommes complètement face à un problème capillaire. La pression capillaire est le paramètre moteur de notre structure. Plus la distance entre les filaments est faible par rapport au diamètre du filament, plus la pression capillaire s'avère importante. D'après les tables de Princen si d/r vaut 0,01 alors la pression capillaire vaudra $4{,}78 \times 10^{5}$Pa et si d/r vaut 0,54 alors la pression capillaire vaudra 191,2Pa. Ces valeurs de pression sont calculées pour le Décane. Nous observons que pour un rapport de 2×10^{-2} entre les valeurs de d/r, nous obtenons un rapport de 2500 entre les pressions. Ce qui veut dire que la pression monte de façon exponentielle lorsque la valeur de d/r tend vers 0. Bien entendu,

lorsque d/r vaut 0 le pore est complètement bouché. Ce qui est le cas de zone de défaut de fabrication qui apparaissent lorsque la matière fondue n'est pas correctement refroidie à la sortie de l'extrudeuse.

Les filaments sont enrobées d'un film primaire microscopique **[de Gennes et al., 2002]**[2] de liquide. Ce film est tellement fin qu'il ne joue aucun rôle dans le transport du liquide. Les filaments assemblées peuvent représenter une structure 2D si deux ou plusieurs filaments sont dans le même plan. Dans le cas où les filaments seraient parallèles, mais ne sont pas contenues dans le même plan, on parle d'une structure $2D^{1/2}$ ou 3D. Pour deux filaments quasi-parallèles sur un domaine spatial bien défini tel que Z>>r (selon le critère de Princen), les valeurs de d/r données par Princen indiquent que, pour un échantillon 2D, les filaments doivent être très rapprochées les unes des autres ($(d/r)_{max}$=0,5).

Il est alors important de ne s'intéresser qu'aux pores invisibles sur nos images. Afin d'alléger la structure poreuse à étudier, nous pouvons éliminer toutes les régions n'ayant pas d'intérêt d'après l'étude que nous avons menée jusqu'à présent. Les règles d'élimination seront présentées en détail dans le chapitre suivant.

Sur le plan de la fabrication, un non-tissé fin, absorbant, peut être fait à partir de filaments de grand diamètre tels que le rapport d/r n'excède pas 0,5. Ceci a pour impact de pouvoir réduire l'épaisseur du non-tissé tout en ayant une capillarité forte.

4.5 Conclusion

Nous avons démontré dans ce chapitre l'importance des pores invisibles par rapport aux pores visibles. Nous nous sommes basées sur les approches de Princen et Miller pour démontrer que, principalement, les filaments parallèles et très proches présentent l'élément moteur de la montée de liquide dans notre structure poreuse. Ce résultat appuie celui retrouvé au chapitre précédent. En effet, le paramètre pertinent pour une montée capillaire dans un non-tissé fin reste le rapport *d/r*. Cette montée est accentuée au fur et à mesure que le nombre de filaments parallèles et très rapprochés augmente. De plus lorsque le paramètre *d/r* tend vers 0, nous avons à faire à un non-tissé qui peut être une véritable pompe même si son épaisseur reste faible. Cette propriété structurelle alliée à la propriété fonctionnelle peut être d'un grand intérêt.

Les algorithmes utilisés dans ce chapitre ont permis d'apporter un grand nombre de constatations, quant à la structure poreuse, qui nous ont permis d'avoir une vision plus précise sur le phénomène physique. Ils nous ont autorisés aussi d'aborder l'aspect dynamique

(prochain chapitre) du phénomène avec des conclusions robustes sur le paramètre clé caractérisant notre structure poreuse pour la propriété hydraulique de cette dernière.

Chapitre 5

Simulation de la montée du liquide dans le réseau poreux défini par un non-tissé fin

RESUME :

Je présente dans ce chapitre une approche originale permettant de simuler la dynamique de l’ascension capillaire.

Dans un premier temps, je définis le réseau utile sur lequel se base notre approche et je présente l’algorithme de son extraction.

A la suite, j’expose les méthodes permettant l’extraction des paramètres mesurables et statistiques de ce réseau.

Enfin, je détaille la simulation de la dynamique de l’ascension capillaire.

5 Simulation de l'ascension d'un liquide dans le réseau poreux défini par un non-tissé fin

5.1 Introduction

Dans ce dernier chapitre, je propose le fruit de toutes les interprétations des chapitres précédents. La conclusion à laquelle nous avons aboutit est que l'élément moteur de l'ascension capillaire est guidé majoritairement par le réseau de connexion et au rapport de la distance inter-fibres/filaments et leurs rayons respectifs (rapport *d/r*). Cette mise en évidence a permis aujourd'hui d'avoir une vision plus claire et plus robuste sur la façon dont monte un liquide dans un non-tissé fin. La simulation que nous proposons est basée globalement sur la morphologie mathématique. Le flot de liquide ne fait son apparition que dans des zones où les filaments sont superposés ou parallèles et très proches les unes des autres. J'ai donc été amené à définir ce que j'appellerai dans la suite de ce chapitre le réseau utile. Ce réseau utile comportera uniquement les éléments de structures à travers lesquels le liquide circulera et négligera le reste du sous-réseau. Définir un réseau utile permet de diminuer le nombre d'inconnues dans notre structure poreuse et permet de répondre plus facilement à la question du chemin emprunté par le liquide. Au début de cette thèse, les hypothèses et les suppositions étaient multiples et les éléments de réponses étaient quasi inexistants. A présent, nous possédons plus d'éléments de réponse. Le réseau utile n'est autre qu'une succession d'élimination d'hypothèses ne servant pas à décrire le vrai phénomène physique. Le choix du terme « utile » est lié au rôle principal tenu par une partie de la structure poreuse dans la montée capillaire.

En résumé des chapitres précédents, le seul paramètre que nous avons retenu est le rapport *d/r* présenté au chapitre 4. Nous allons décrire, à travers ce chapitre, comment traduire ce paramètre au niveau de leur morphologie, comment extraire le réseau utile et enfin comment en déduire une simulation de la montée capillaire.

Dans notre approche, nous nous baserons sur un nombre d'opérations de morphologie mathématique à savoir l'érosion, la dilatation, l'ouverture, la carte de distance et le squelette **[Serra, 1982 ; Serra, 1988]**. La morphologie mathématique en analyse d'images a été mise en place par Jean Serra et son équipe à l'école des mines de Fontainebleau en 1964. Elle est principalement basée sur l'algèbre, la théorie des treillis, la topologie et les probabilités. Une des idées de base de la morphologie mathématique est d'étudier ou traiter un ensemble à l'aide d'un autre ensemble, appelé élément structurant, qui sert de sonde. A chaque position de l'élément structurant, on regarde s'il touche ou s'il est inclus dans l'ensemble initial. En

fonction de la réponse, on construit un ensemble de sortie. Il en résulte une perte d'informations due à l'élimination des structures ne respectant pas certains critères, comme par exemple la largeur, le rayon ou encore le volume.

Nous nous intéressons aussi à l'aspect cinétique de la montée. Nous essayerons de modéliser mathématiquement le temps de la montée du liquide dans le réseau utile en s'appuyant sur la montée réelle observée.

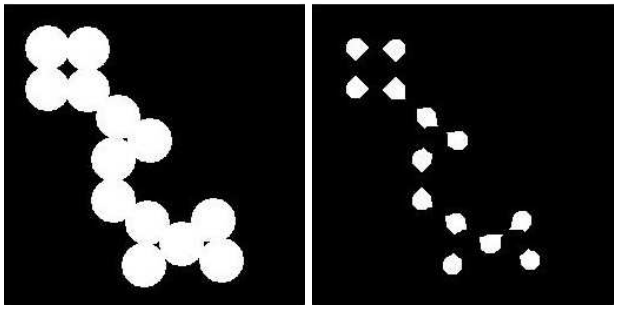
5.2 Extraction et analyse du réseau utile

La décomposition du réseau utile se traduit en éléments présentant un enjeu important quant à l'ascension capillaire. La structure retenue repose sur la sélection des filaments groupés les unes aux autres et ceci à partir de deux filaments. L'espace entre ces filaments est difficilement visible sur nos images 2D, alors même qu'il constitue des capillaires puissants qui agissent comme autant de pompes.

En traitement d'images, ceci se traduit par une ouverture morphologique à l'aide d'un élément structurant tel un disque ou un carré. Le principe de l'ouverture morphologique repose sur deux opérateurs basiques de la morphologie mathématique à savoir une érosion suivie d'une dilatation **[Serra, 1982 ; Serra, 1988]** par le même élément structurant.

5.2.1 Erosion

L'érosion $E^B(X)$ consiste à réduire les entités présentent sur l'image. Pour cela, on promène un élément structurant B sur le pourtour des entités. Le centre de l'élément structurant donne le contour de l'entité réduite (Figure 5-1). Une érosion peut être répétée plusieurs fois sur une même image, on parle alors d'érosion de taille n ou d'ordre n : $E^{Bn}(X)$.



(a) (b)

Figure 5-1: (a) Disques de rayon 18 pixels (b) Erosion par un disque de rayon 11 pixels

5.2.2 Dilatation

La dilatation $D^B(X)$ a pour effet d'augmenter la taille des entités présentent sur l'image **[Serra, 1982 ; Serra, 1988]**. Pour cela, l'élément structurant parcourt l'extérieur de l'entité. De même que pour l'érosion, le centre de l'élément structurant donne le contour de l'entité agrandie (Figure 5-2). Une dilatation peut aussi être répétée plusieurs fois sur une même image, on parle alors de dilatation de taille n ou d'ordre n : $D^{Bn}(X)$.

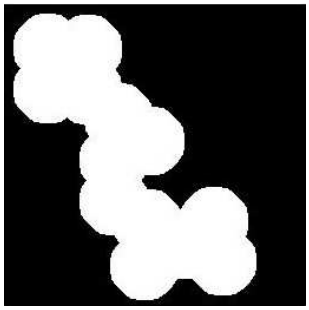


Figure 5-2 : Dilatation de la Figure 5-1 (a) par un disque de rayon 11 pixels

5.2.3 Ouverture

Une ouverture consiste à éliminer des presqu'îles étroites des entités. Pour cela, on applique d'abord une érosion, et ensuite une dilatation : X_B **[Serra, 1982 ; Serra, 1988]**. On peut aussi faire une ouverture de taille n en effectuant n érosions puis n dilatations : X_{bn}. L'algorithme de l'ouverture consiste simplement à faire d'abord une érosion et ensuite une dilatation. L'ouverture permet de supprimer les pics et de garder intact les vallées. Les objets balayés par l'élément de structure B sont éliminés si leur surface est plus petite que la surface de B. si B est inclus dans l'élément à ouvrir alors seul les pics sont supprimés (Figure 5-3).

Le réseau utile est constitué de filaments. Les filaments possèdent une orientation sur 360°. L'élément structurant le mieux adapté à l'ouverture morphologique sera donc un disque de rayon supérieur au plus grand diamètre des filaments. Le diamètre maximal des filaments a été déterminé au cours du chapitre 2. Choisir un diamètre de disque supérieur au diamètre maximal des filaments, nous garanti de garder les pixels représentant au minimum deux filaments. Le plus grand diamètre de filament correspond à 28µm ce qui revient à choisir un rayon de disque égal à 4 pixels en fonction de l'échelle de conversion entre la dimension en microns et sa correspondance en pixels sur l'image.

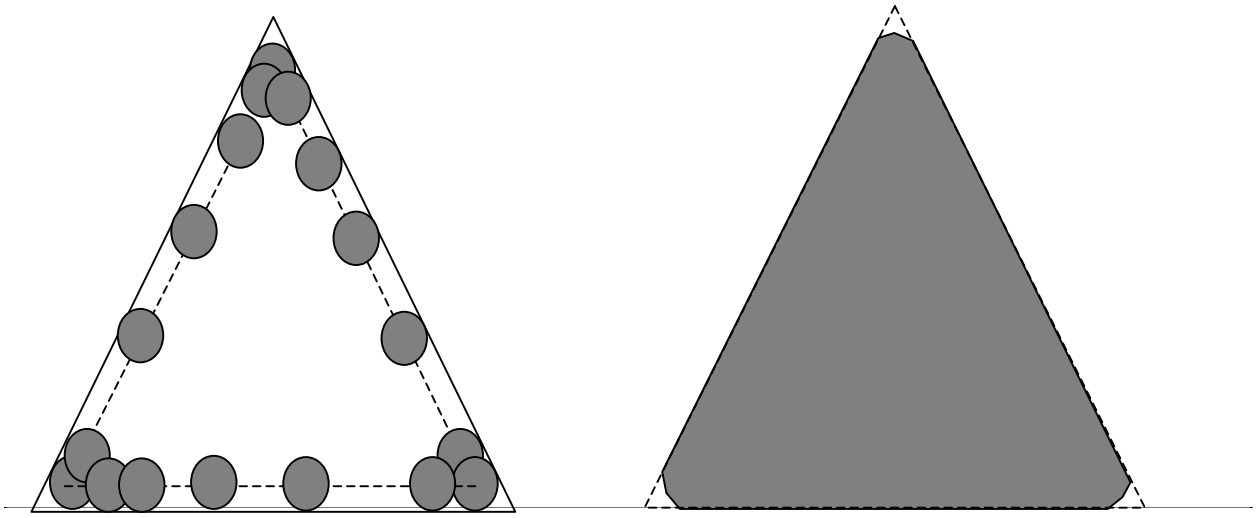
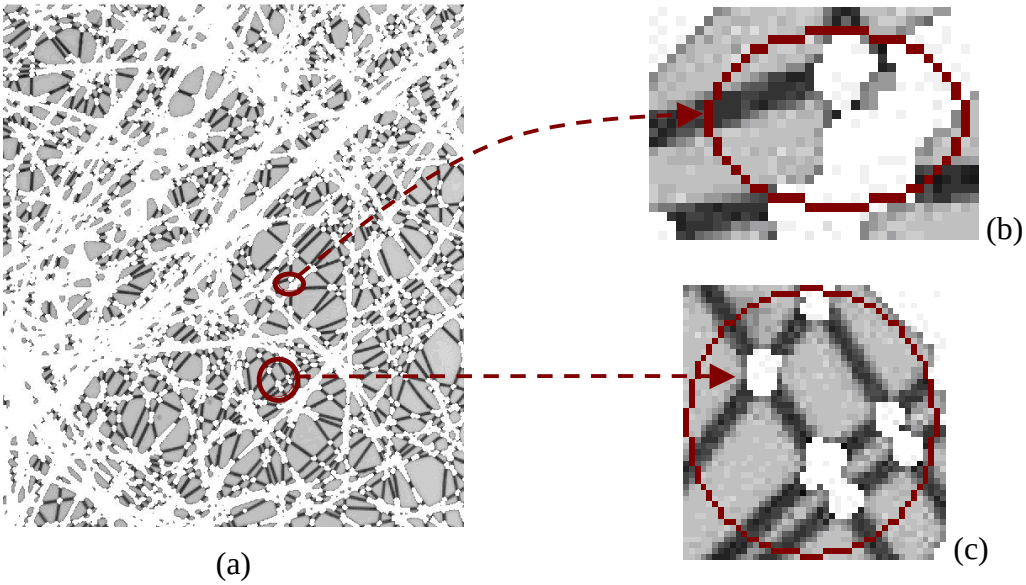
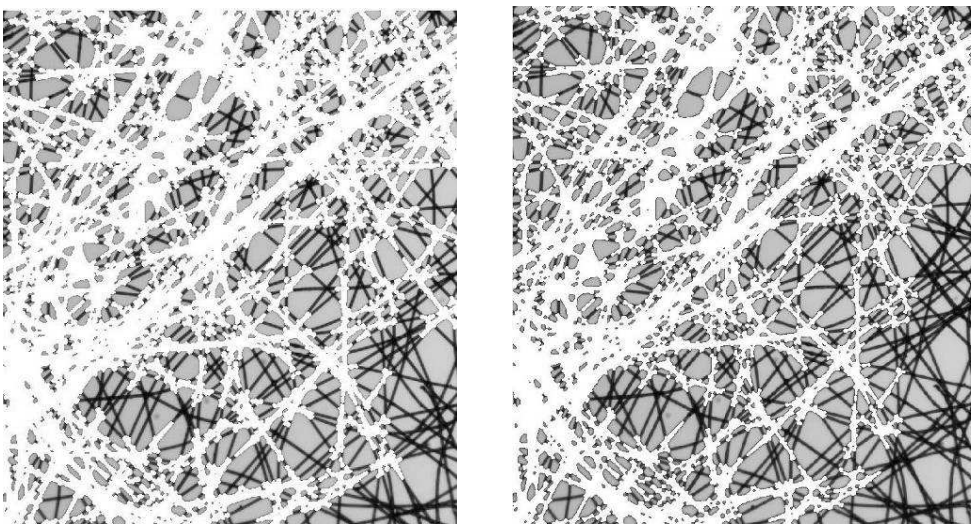


Figure 5-3 : Ouverture d'un triangle par un disque : les angles sont érodés.

Toutes les régions, dont la surface est inférieure à la surface d'un disque de rayon 4 pixels, seront supprimées et le reste conservé. L'image résultante de l'ouverture morphologique par le disque (Figure 5-4(a)) comportera une grande région totalement connectée et d'autres régions isolées (Figure 5-4(c)). Ces dernières doivent être supprimées (Figure 5-4(d)) vu que le liquide passe par un chemin continu. Outre la suppression des régions isolées, certaines régions sont faiblement connectées (Figure 5-4(b)). Elles jouent un faible rôle puisque la probabilité du passage du liquide est proportionnelle au taux de connectivité. Afin de supprimer ces régions, il suffit d'effectuer une érosion par un disque de rayon 1, ce qui permettra de supprimer les faibles pics et donc les faibles connexions (Figure 5-4 (e))



(a) (b) (c)

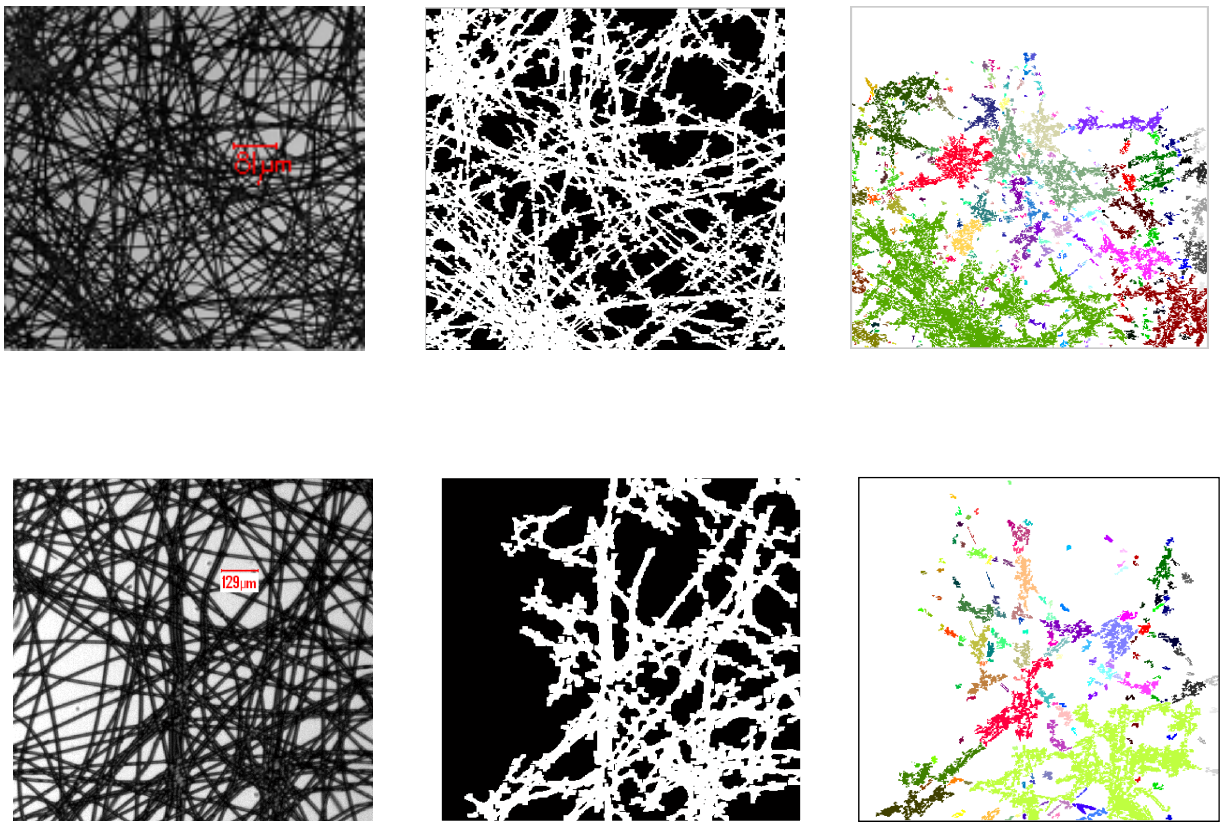


(d) (e)

Figure 5-4 : Echantillon 3,95x3,83mm en niveau de gris et réseau utile en blanc (a) Structure poreuse obtenue après ouverture par un disque (b) Région faiblement connectée (c) Régions isolées (d) Réseau utile après suppression des régions isolées (e) Réseau utile après suppression des régions faiblement connectées

5.2.4 Comparaison entre le réseau utile réel et le réseau utile estimé

Afin de vérifier la pertinence de notre algorithme combiné à la définition du réseau utile au passage du fluide, nous avons observé le parcours du liquide dans le réseau utile estimé pour chacune de nos vidéos. Les deux exemples de la Figure 5-5 (b) et Figure 5-5 (c) montrent une grande similarité entre le réseau utile estimé et le parcours réel du liquide. Certaines zones de passage du liquide ne sont pas détectées et ceci se manifeste surtout dans les régions faiblement denses. Ce qui s'explique par la morphologie « longue colonne » que prend le liquide lorsque le paramètre *d/r* tend vers 0 (cf. Chapitre 4). La variation du niveau de gris reste donc très faible et la détection du liquide devient dès lors une tâche ardue. D'où le grand intérêt de bien estimer le réseau utile. En effet, La connaissance de cette information engendrera une connaissance du parcours du liquide en chaque point et à chaque instant. Il est aussi possible d'estimer la tortuosité du réseau poreux et de calculer le taux de montée du liquide. En effet, nous observons que le liquide ne monte pas jusqu'en haut. Ceci est dû d'une part à la tortuosité du réseau qui impose un chemin tortueux à parcourir au lieu de montée verticalement, et d'une autre part, il s'agit de la compétition qui existe entre les forces d'ascension capillaire et le poids du liquide absorbé.



(a) (b) (c)

Figure 5-5 : (a) Images en niveaux de gris des échantillons (b) Réseau utile obtenu en appliquant l'algorithme (c) Parcours réel du liquide (à l'équilibre)

5.3 Extraction des propriétés métriques du réseau utile

L'approche que nous présentons repose sur une traduction de l'aspect dynamique du liquide par des opérateurs de la morphologie mathématique : érosion, dilatation, squeletisation, carte de distance etc. Il s'agit de traduire les équations physiques de l'ascension capillaire à partir d'une connaissance morphologique en chaque point du réseau utile.

Pour cela nous nous basons sur les hypothèses suivantes :

(a) Le liquide passe d'un pixel à un autre uniquement si les deux pixels sont connectés. Ce qui traduit la continuité du milieu dans lequel se déplace le liquide.

(b) Nous ferons l'hypothèse que les branches du réseau d'une largeur de deux diamètres de filaments sont des structures parfaitement 2D et qu'au-delà de cette largeur, cette condition est rompue. En effet, la différence de pression entre le vide enveloppé (enfermé) par plusieurs filaments et la pression atmosphérique (P=1atm) est plus importante que dans le cas de 2 filaments. Ce qui nous conduit à considérer que le remplissage des régions 3D est prioritaire par rapport aux régions 2D. Le nombre de

filaments sera renseigné par le diamètre de la zone fibreuse en chaque point du squelette du réseau utile.

Dans ce qui suit, nous présentons les différentes méthodes de détermination du squelette et du calcul des différents rayons donnant la mesure de la largeur des filaments en chaque point du réseau utile.

5.3.1 Squelette

Le squelette d'un objet a d'abord été introduit par Blum **[Blum, 1967]** sous la forme de la transformation des axes médians (Medium Axis Transformation : MAT). Le squelette d'un objet dans un plan est un assemblage de courbes. Le squelette d'un volume dans l'espace est un assemblage de surfaces de courbes. Les propriétés du squelette sont les suivantes :

- ✓ Il est d'épaisseur 1
- ✓ Il est centré sur l'objet
- ✓ Un objet connexe possède un squelette connexe.

Le MAT fournit de précieux renseignements comme le diamètre local de l'objet, ainsi que la connexité de l'objet. Le squelette trouve donc son utilisation dans de nombreuses applications en analyse d'images, comme la navigation automatique, la compression d'image, la description de forme etc. Ces applications très variées utilisent des propriétés tellement diverses qu'une seule méthode d'extraction de squelette ne suffit pas. Certaines applications nécessitent un squelette aussi fin que possible, alors que d'autres imposent que l'objet de départ soit reconstructible à partir du squelette.

Si le squelette est bien défini mathématiquement, il n'est pas simplement numérisé. Le passage de la définition mathématique du squelette à un calcul effectif sur une image discrète qui conserve toutes ses propriétés est en pratique très difficile à réaliser. Le squelette est de plus très sensible aux irrégularités du contour de l'objet. Ce qui est le cas de nos échantillons.

5.3.1.1 Différentes définitions pour le squelette

On peut trouver, dans la littérature, différentes définitions pour le squelette d'un objet :

5.3.1.1.1 Feux de prairie

Blum **[Blum, 1967]** fait une analogie avec les feux de prairies pour définir le squelette. Si l'on considère l'objet comme une prairie couverte d'herbe sèche, et que l'on allume un feu sur le bord de la prairie, le feu se propage alors sous forme d'un front convergeant vers le centre de

l'objet. Lorsque deux fronts se rencontrent, le feu n'ayant plus de combustible s'éteint. Le squelette est alors défini comme l'ensemble des points où les fronts des feux se rejoignent.

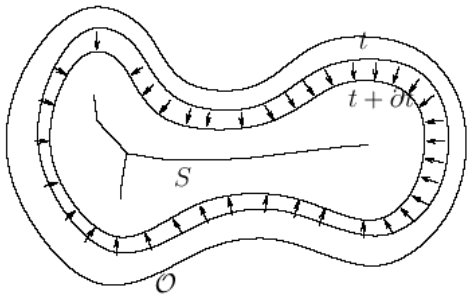


Figure 5-6 : Analogie avec les feux de prairies de Blum. Représentation des fronts d'onde à un instant *t* et *t+dt.* Le squelette S, ensemble des points où les fronts d'onde se rencontrent, est représenté au centre de l'objet.

5.3.1.1.2 Centre des boules maximales

Calabi et Harnett **[Calabi et Harnett, 1968]** ont défini le squelette comme l'ensemble des centres des « boules maximales ».

- *Définition d'une boule :*

Soit M_0 un point de l'objet O et soit r ∈ $\Re^+$. La boule ouverte $B(M_0, r)$ de rayon r centrée en M_0 est définie comme l'ensemble $\{M \in O \mid d(M_0, M)<r\}$, où $d(M_0, M)$ *représente la distance entre* M_0 *et M. La boule fermée* $\overline{B}(M_0, r)$ *est l'ensemble* $\{M \in O \mid d(M_0, M)\leq r\}$

- *Définition de la boule maximale :*

Une boule maximale $B_O^{max}(M,r)$ dans un objet O est une boule incluse dans O, mais non incluse dans aucune autre boule incluse dans O.

$B(M, r)= B_O^{max}(M,r)$ ssi $B(M, r)\subset B(M', r') \subset O$ implique $M = M'$ et $r = r'$ **Eq. 5-1**

- *Définition du squelette :*

Le squelette d'un objet O est l'ensemble des centres des boules maximales de O.

$$S(O) = \{M \mid \exists r, B(M, r) = B_O^{max}(M,r)\} \quad \textbf{Eq. 5-2}$$

5.3.1.2 Différentes méthodes pour le squelette

Il existe au moins quatre méthodes pour extraire un squelette :

5.3.1.2.1 La simulation des feux de prairie

Cette simulation repose sur le fait que le squelette peut être interprété comme le lieu d'extinction d'un front d'onde parti du contour et se propageant dans l'objet à vitesse

constante et de façon isotrope. Lorsque plusieurs fronts d'onde se rencontrent, leurs propagations s'arrêtent et donnent la position du squelette.

La méthode consiste, dans une image binaire, à marquer tous les points sur la périphérie de l'objet, et ensuite à les propager vers l'intérieur de l'objet. Le squelette produit dépend du voisinage utilisé pendant la propagation.

Compte tenu du nombre d'objets sur chacune de nos images, cette simulation devient très coûteuse en temps de calcul.

5.3.1.2.2 Le calcul analytique des axes médians

Le calcul analytique des axes médians essaie de déterminer les lieux où les fronts de propagation des feux de prairie de la méthode précédente se rencontrent, sans pour autant simuler la propagation. Il faut pour cela modéliser les contours de l'objet avec des polygones.

Dans le cas des images de non-tissés, la tâche est plutôt laborieuse à cause de la nature complexe de l'interface entre les filaments et les pores.

5.3.1.2.3 L'amincissement topologique

Cette technique consiste à étudier les propriétés topologiques des pixels plutôt que les propriétés métriques de l'objet. L'amincissement topologique consiste en une succession d'éliminations de pixels appartenant au bord de l'objet tant que leur élimination ne modifie pas la topologie de l'objet. Un pixel peut être supprimé si sa suppression ne crée pas de trou dans l'objet, et ne modifie pas la connexité de l'objet en le coupant arbitrairement. La décision de supprimer un pixel se fait en examinant son voisinage immédiat.

Cette méthode fonctionne mieux pour les objets fins que pour les objets épais. Il garantit la connexité du squelette.

5.3.1.2.4 L'extraction des axes médians à partir de la carte de distance

Cette méthode repose sur la connaissance de la carte de distance et nous présenterons plus loin les différentes méthodes conduisant à son extraction. Les points de l'axe médian sont les maxima locaux de la carte de distance avec des distances de connexité d_4 et d_8 **[Rosenfeld et Pfaltz, 1966]**. Par la suite, cette propriété a été généralisée à d'autres distances **[Thiel, 1994].**

Cette méthode semble la mieux adaptée à notre cas à cause de la facilité et de l'information qu'elle fournit concernant la taille des boules maximales en chaque point du squelette.

5.3.2 Carte de distance

Une carte de distance est une représentation d'un ou plusieurs objets dans une image dont voici l'ensemble des définitions:

5.3.2.1 Définition de la distance au bord

On définit la distance au bord db_O d'un point M dans un objet O comme étant égale à la distance entre ce point et le point Q du bord de l'objet le plus proche.

$$db_O(M) = \min_{\forall Q \notin O} d(M, Q) \qquad \textbf{Eq. 5-3}$$

5.3.2.2 Définition de la carte de distance

Une carte de distance est une image pour laquelle la valeur de chaque point p de l'objet O est égale à la distance entre le point p et le point q du bord de l'objet le plus proche.

$$D_O = \{M, db_O(M)\} \qquad \textbf{Eq. 5-4}$$

Le calcul de la carte de distance est souvent estimé par le biais des distances d_4 ou d_8.

5.3.3 Les k-plus proches voisins (k-ppv)

La recherche des plus proches voisins est une approche très connue et appliquée dans plusieurs domaines tels que la reconnaissance de formes, les algorithmes de compression, la classification etc. Le principe est de trouver les plus proches voisins d'un point x selon des critères de distance (Euclidienne, Minkowski, d_4, d_8 etc.).

Notre réseau utile sera ramené à son squelette constitué des centres des boules maximales. Le but étant de chercher les plus proches voisins de chaque point du squelette. Les voisins appartiennent aussi au squelette. Ce qui revient à chercher les différentes directions privilégiées pour le déplacement à l'instant $t+dt$ à partir des pixels sélectionné à l'instant t. Il est important de bien définir le nombre de voisin à sélectionner ainsi que le critère de sélection (classe, rayon, distance etc.). Ce qui revient à définir les caractéristiques de l'ensemble auquel appartiendront les voisins à un instant précis.

Avant de commencer la recherche des voisins, faut-il encore préciser les pixels à l'instant t_0 qui définiront les points de départ. Ces pixels ne sont autres que les points constituant le front du ménisque, vu que nous nous intéressons à l'étape qui suit cette formation caractéristique d'un élément plongé dans un liquide.

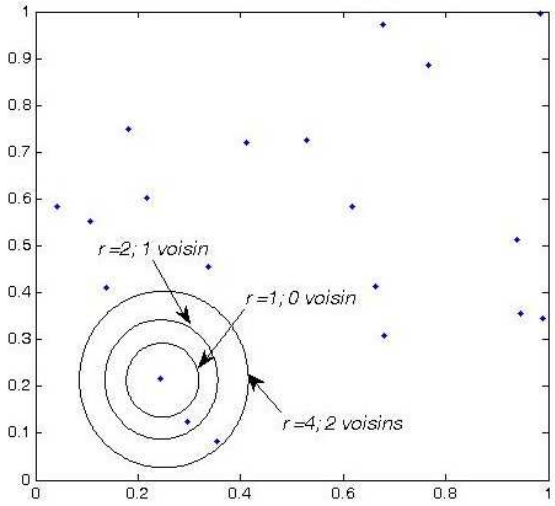


Figure 5-7 : k-ppv sur différents rayons *r*

Le choix du nombre de voisins à prendre en compte peut s'avérer une question délicate si l'on souhaite rester très fidèle à la réalité. Une première approche peut réduire la recherche des k-plus proches voisins sur un rayon *r* bien défini (Figure 5-7). L'avantage de rechercher les plus proches voisins sur un rayon *r* est d'enlever la contrainte de la direction et de l'orientation du déplacement du liquide. Les points déjà sélectionnés et les points du front du ménisque sont éliminés du champ de la recherche des k-ppv.

L'algorithme se résume à sélectionner à chaque instant les points atteints par le liquide et de chercher leurs voisins sur un rayon r. Le liquide ne peut pas passer d'un pixel à un autre en sautant d'autres pixels intermédiaires. La valeur du rayon à choisir serait donc vu que nous allons chercher les voisins (d8) les plus susceptibles d'être rempli. Afin de réduire les temps de calcul, il vaut mieux travailler directement sur les huit voisins entourant chaque pixel de départ (Figure 5-8). La recherche des huit voisins est une opération rapide et peu coûteuse en terme de mémoire.

8	**1**	**2**
7	***L***	**3**
6	**5**	**4**

Figure 5-8 : Les huit pixels voisins du pixel L

5.4 Simulation de la dynamique de l'ascension capillaire dans un non-tissé fin

Il s'agit à présent de reconstruire la montée du liquide à partir de connaissances métriques du réseau utile.

Nous prendrons appui sur l'exemple de l'échantillon 2 afin de mieux illustrer chacune des étapes de notre algorithme.

La première étape est l'extraction du réseau utile et l'élimination du ménisque comme le montre la Figure 5-9

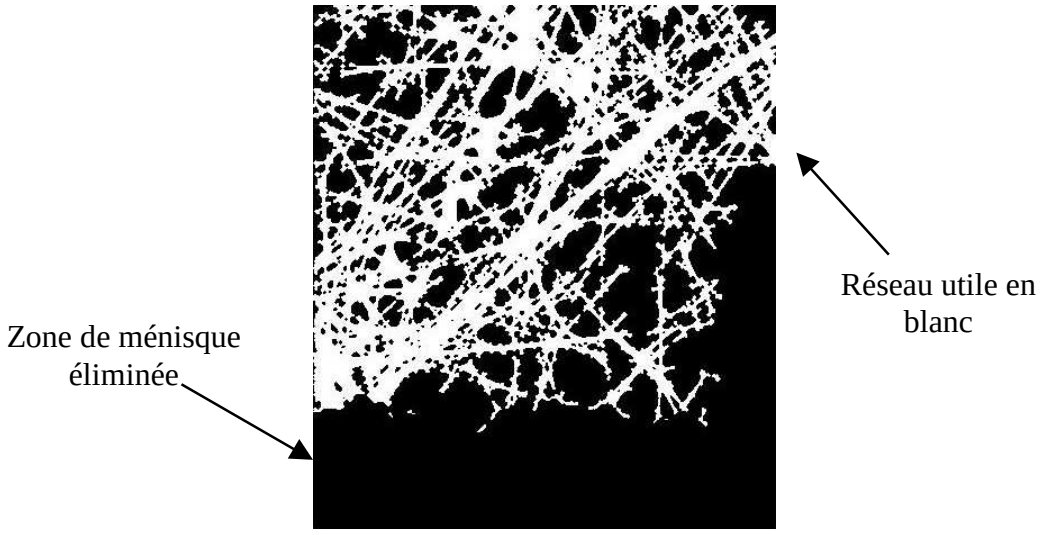


Figure 5-9 : Réseau utile de l'échantillon 2 (Figure 2-8): 823x932 pixels 3,32x3,76 mm

La deuxième étape est la détermination de la carte de distance à partir de l'image binaire du réseau utile. Cette carte comporte les distances de chaque point des objets, constituants le réseau, par rapport à ses bords. Plus les points se retrouvent loin des bords de l'objet, plus l'intensité lumineuse des pixels correspondants est élevée (Figure 5-10). Cette carte permet de retrouver les maxima locaux dans chaque objet et d'en extraire le squelette.

La troisième étape est l'extraction des axes médians à partir de la carte de distance pour définir le squelette du réseau utile (Figure 5-11). Les points constituant ce squelette sont les centres des boules maximales censées être remplies par le liquide. Ceci garantit l'information sur le rayon (ou largeur) en chaque point du squelette. Comme déjà évoqué au 5.3(b), cette information nous renseigne sur le nombre de filaments pouvant être présent dans une branche et donc nous permet de classer la branche par rapport son ordre de remplissage. A la suite, nous pouvons extraire la décision concernant le passage du liquide à un instant donné.

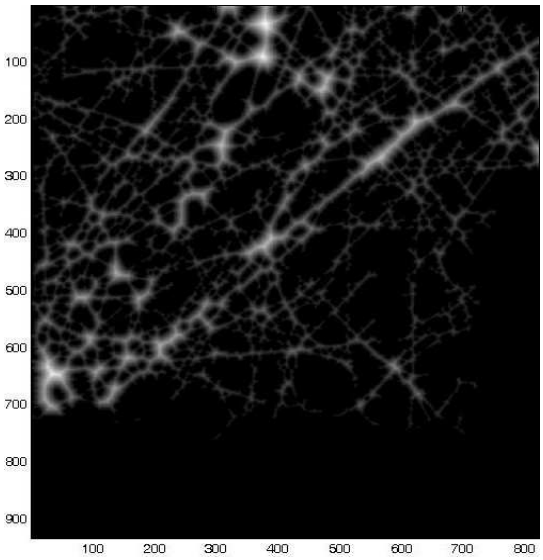


Figure 5-10 : Carte de distance du réseau utile de la Figure 5-9

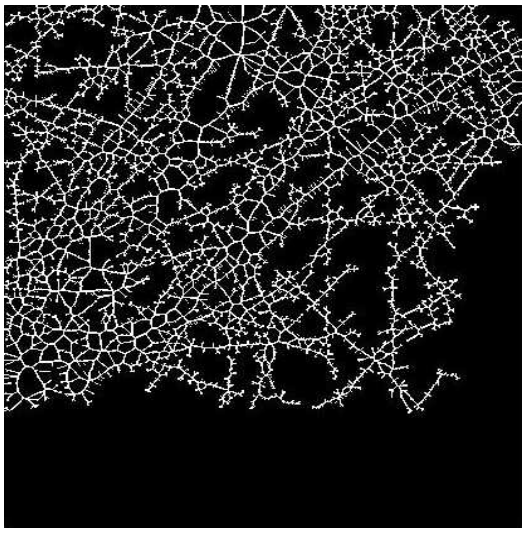


Figure 5-11 : Squelette extrait à partir de la carte de distance de la Figure 5-10

Afin de rechercher les différents voisins qui se rempliront à l'instant *t+dt*, Nous allons procéder comme suit :

5.4.1 Initialisation :

Les pixels qui permettront le démarrage de l'algorithme seront les points constituant le front du ménisque (Figure 5-12) à l'instant *t = 0*.

5.4.2 Recherche des 8-proches voisins :

La recherche des 8-proches voisins repose sur la distance d_8 et donc sur la 8-connectivité. Chacun des points initiaux du front possède 8 voisins susceptibles de se remplir (Figure 5-13).

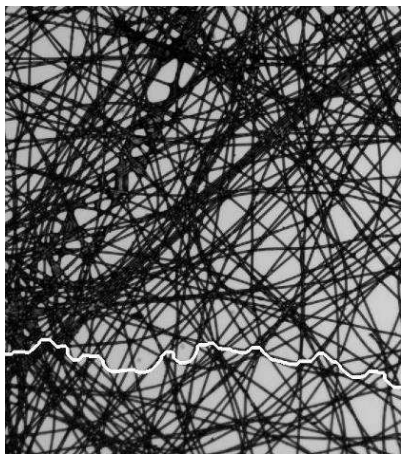


Figure 5-12 : Front du ménisque

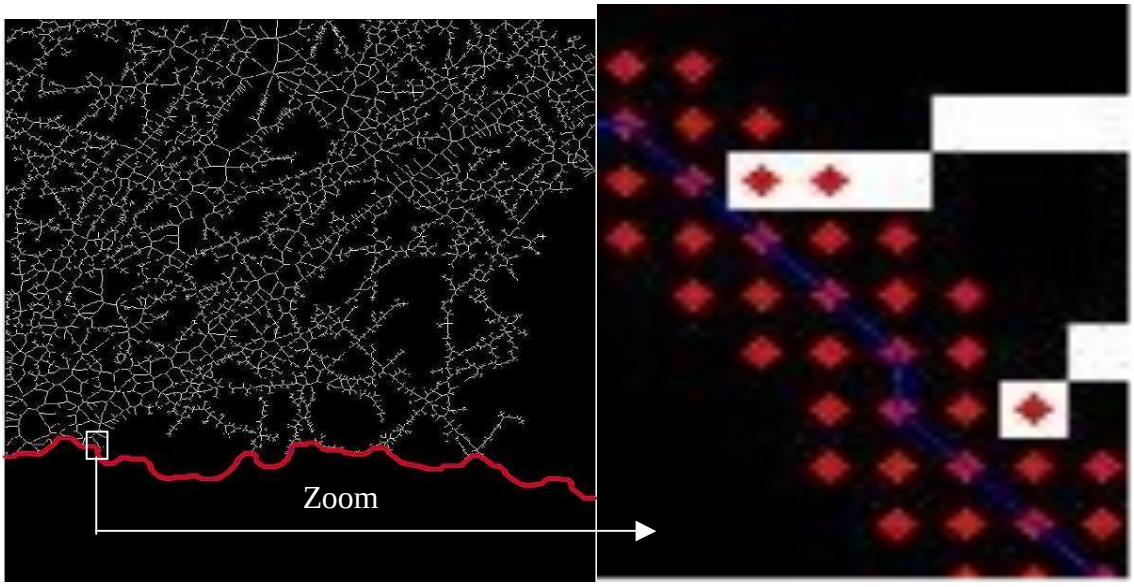


Figure 5-13 : Les 8-voisins de chaque pixel du front du ménisque

5.4.3 Sélection des voisins qui définiront le réseau actif

Parmi tous les voisins, nous devons sélectionner uniquement les voisins qui sont susceptibles de participer à leur remplissage par le liquide. Les critères de sélection sont les suivants :

- ✓ Les voisins doivent appartenir au squelette du réseau utile,
- ✓ Les voisins ne peuvent pas appartenir aux pixels constituants le front,
- ✓ Les voisins ne peuvent pas appartenir à la région du ménisque.

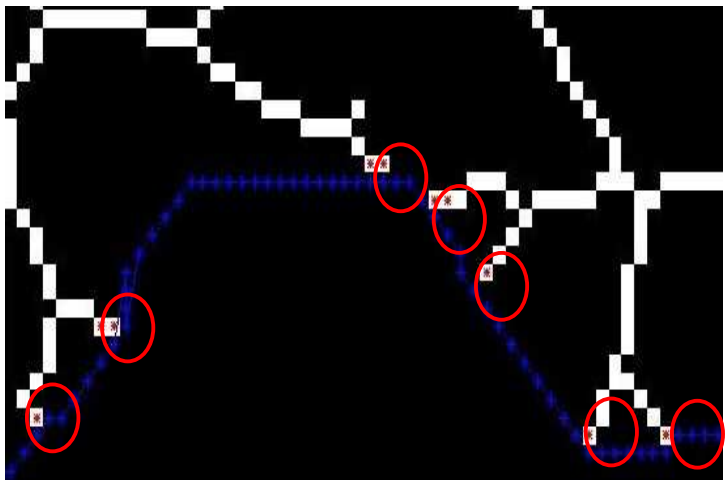


Figure 5-14 : Voisins sélectionnés pour l'étape de remplissage

Les pixels sélectionnés (Figure 5-14) sont des futurs points pour lesquels nous rechercherons les voisins suivants par propagation. Ils sont rangés dans une liste *L*. Afin de reproduire l'aspect dynamique, il faut respecter les règles imposées par la condition citée au 5.3 (b). Ceci définit la direction privilégiée que prendra un liquide entre l'instant *t* et l'instant *t+dt*.

5.4.4 Prise de décision sur les voisins sélectionnés

Considérons deux Objets O_1 et O_2 ayant respectivement aux points *P* et *Q* des largeurs correspondant aux rayons r_1 *et* r_2 *tels que* $r_1 > r_2$ (Figure 5-15). La décision va porter sur le passage du point *M* au point *P* ou au point *Q*. L'objet O_1 comporte plus de filaments que l'objet O_2. D'après la condition 5.3 (b), l'objet O_1 se remplira avant l'objet O_2. Le liquide doit donc passer par *P* avant de passer par *Q*. Sur la liste *L* le pixel *P* sera classé alors que le pixel *Q* attendra son tour.

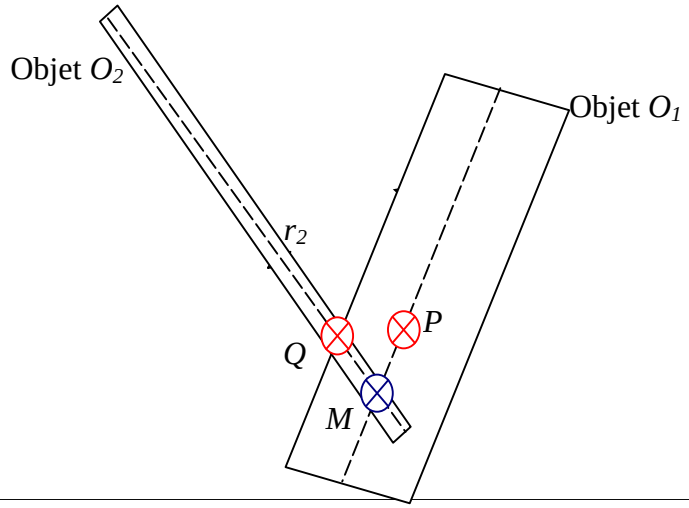


Figure 5-15 : Prise de décision sur la trajectoire préférentielle du liquide

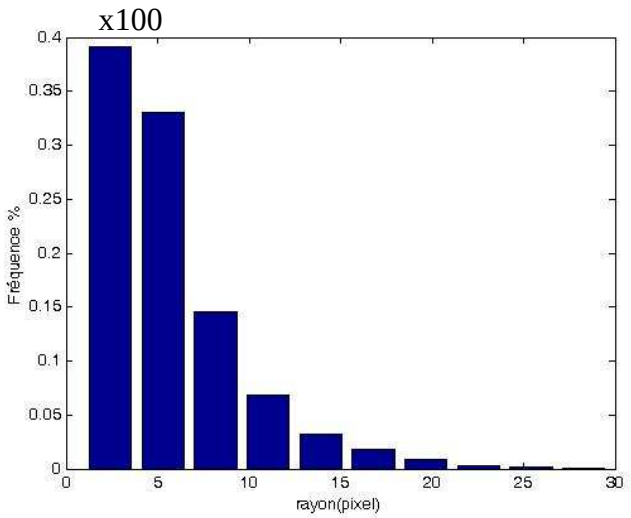


Figure 5-16 : Distribution de la taille des boules maximales de l'échantillon 2

Chaque pixel du squelette du réseau utile est le centre de la boule maximale contenu dans l'objet. La distribution de la taille des boules maximales de l'échantillon 2 est représentée sur la Figure 5-16. Un rayon variant de 2,5 à 30 pixels correspond à un nombre de filaments variant entre 0,5 et 5,5 filaments en fonction de l'échelle retenue. Or notre réseau utile comporte uniquement des branches comportant au moins deux filaments. En pratique, les points terminaux du squelette convergent vers les coins de l'objet (Figure 5-17). Ce qui explique l'existence de demi-filaments dans la distribution. Nous pouvons répartir la distribution de la taille des boules maximales en deux classes. Le but étant de retrouver l'aspect dynamique de la montée du liquide. Selon l'hypothèse 5.3(b), la première classe C_1 varie sur l'intervalle $]2*Ø_{filament} ; \infty[$ et la deuxième classe C_2 varie sur l'intervalle $]0 ; 2*Ø_{filament}]$. La classe C2 comporte non seulement les branches de largeur $2*Ø_{filament}$ mais aussi les terminaisons des branches. $Ø_{filament}$ *désigne ici le diamètre du filament.*

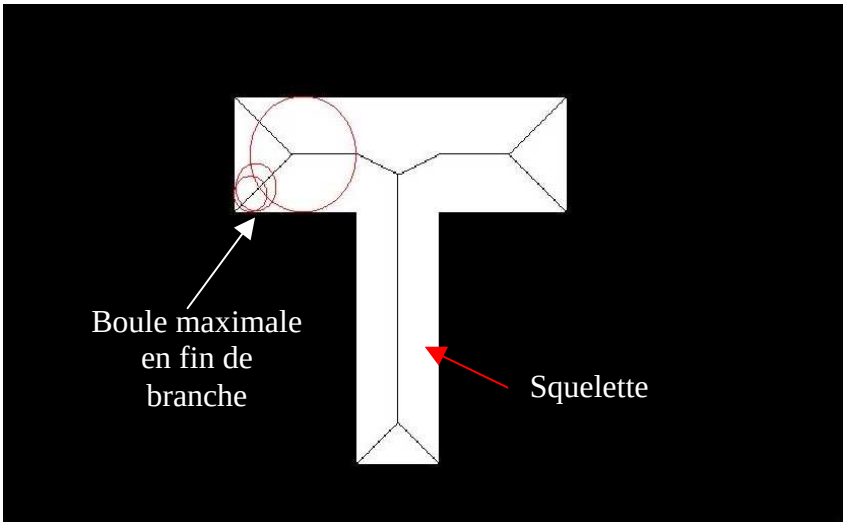


Figure 5-17 : Les points terminaux du squelette convergent vers les coins de l'objet

Dans l'exemple de l'échantillon 2, l'algorithme exécute les restrictions suivantes :

Tant qu'il y'a des candidats ***faire***

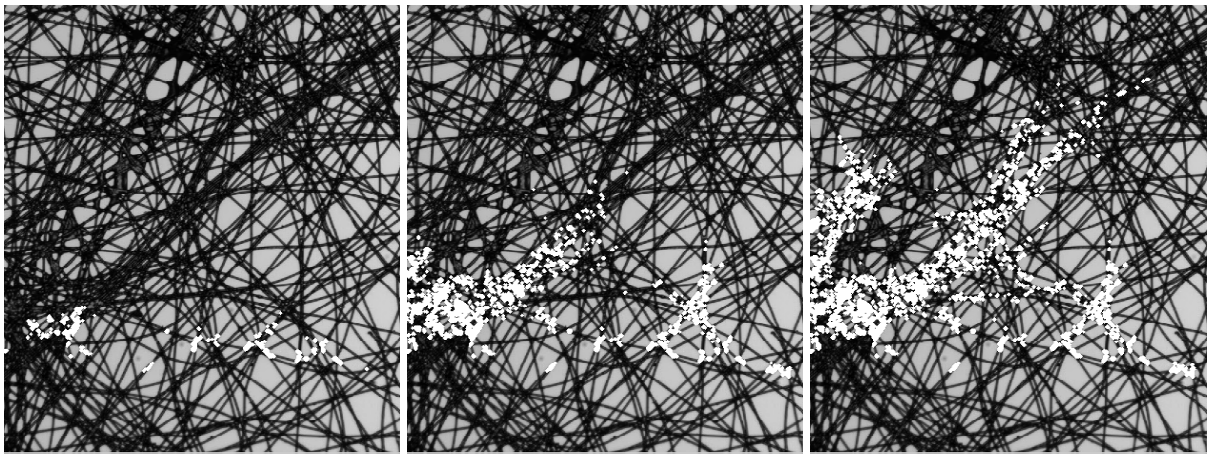
Pour chaque voisin sélectionné dans la liste L :

- ✓ ***Si*** le rayon de la boule maximale, de centre le voisin sélectionné, est compris dans la classe C_1 ***alors*** le retenir comme candidat final et l'insérer dans la liste finale L_f.
- ✓ ***Sinon*** le rejeter.
- ✓ ***Fin si***

Fin pour

- ✓ ***Si*** la liste L_f comporte de nouveaux éléments, ***alors*** sélectionner les nouveaux voisins à partir des nouveaux candidats et recommencer la boucle.
- ✓ ***Sinon*** reprendre la même liste L et chercher les candidats dont le rayon de la boule maximale soit compris dans la classe C_2 et les insérer dans la liste L_f.
- ✓ ***Si*** de nouveaux voisins sont retenus, ***alors*** rechercher les nouveaux voisins dans la classe C_1.
- ✓ ***Sinon*** arrêter la boucle.

Fin tant que



(a) **(b)** **(c)**

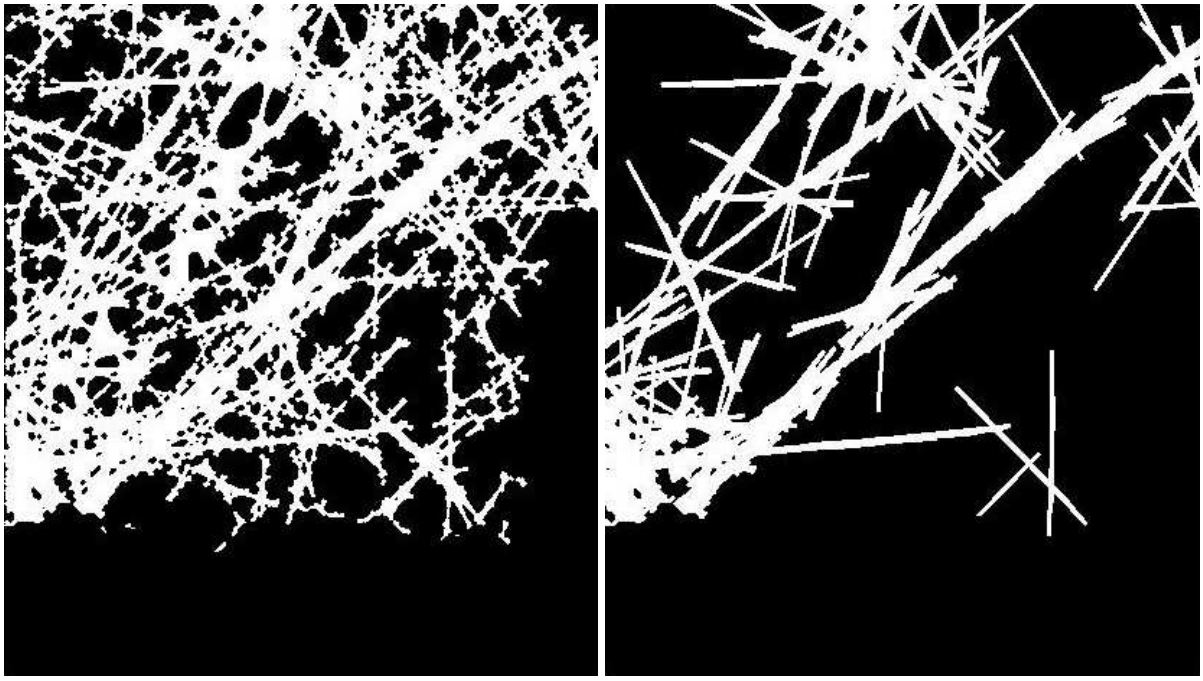
Figure 5-18 : Position réelle du liquide aux instants (a) *t = 0,2s* (b) *t = 1,4s* (c) *t = 3,2s*

En observant les trois images de la Figure 5-18, nous remarquons que certaines directions ont été explorées par le liquide avant d'autres. Le liquide est quasiment parti en prenant un angle bien défini. En réalité, nous remarquons que pour ces cas, les filaments en question sont bien parallèles et définissent ensemble un chemin plutôt rectiligne. Ceci signifie que les pores à l'intérieur des filaments possèdent une longueur très importante par rapport au rayon des filaments. C'est la condition imposée par Princen $Z>>r$ lors du chapitre 4. Ce qui assurera une montée importante du liquide. Cette configuration particulière agit comme une pompe puissante pour les liquides. Cette observation nous ramène à une amélioration de notre algorithme afin de se rapprocher le plus possible de la dynamique de la montée du liquide.

Nous devons donc mettre en avant, durant les premières boucles de l'algorithme, les filaments longs et parallèles entre eux avec une faible distance de séparation eu égard à leur rayon. Ceci imposera une direction privilégiée au liquide dans le début de l'ascension capillaire. L'idée est de rechercher les plus longs rassemblements de filaments parallèles. Ce qui se traduit, en terme de traitement d'images, par la somme des ouvertures successives par des rectangles. Chaque ouverture correspond à 1° de rotation du rectangle. L'ensemble des ouvertures correspondra donc à la somme des ouvertures par un rectangle ayant fait 360° de rotation degrés par degrés. Nous appellerons ce réseau utile modifié par réseau utile orienté à cause de l'orientation du rectangle dans les différentes directions. Les dimensions du rectangle peuvent être définies de la façon suivante : la largeur sera choisie légèrement supérieure au plus grand diamètre du filament et la longueur du rectangle a été choisie 25 fois plus grande que la largeur ($Z>>r$). Cette valeur a été calculée à partir des différentes longueurs de branches sur les échantillons. Elle est dépendante donc des caractéristiques du matériau. Les premières boucles de l'algorithme servent à chercher les pixels se remplissant en premier. Il s'agit de remplir uniquement une partie du réseau utile orienté. Une fois cette partie remplie, nous chercherons la suite des voisins sur le réseau utile initial pour le reste de l'ascension.

Nous avons cherché le réseau utile orienté qui correspond le plus à la vraie ascension capillaire.

La Figure 5-19 montre la différence entre le réseau utile et le réseau utile orienté. Seules les directions principales ont été conservées.



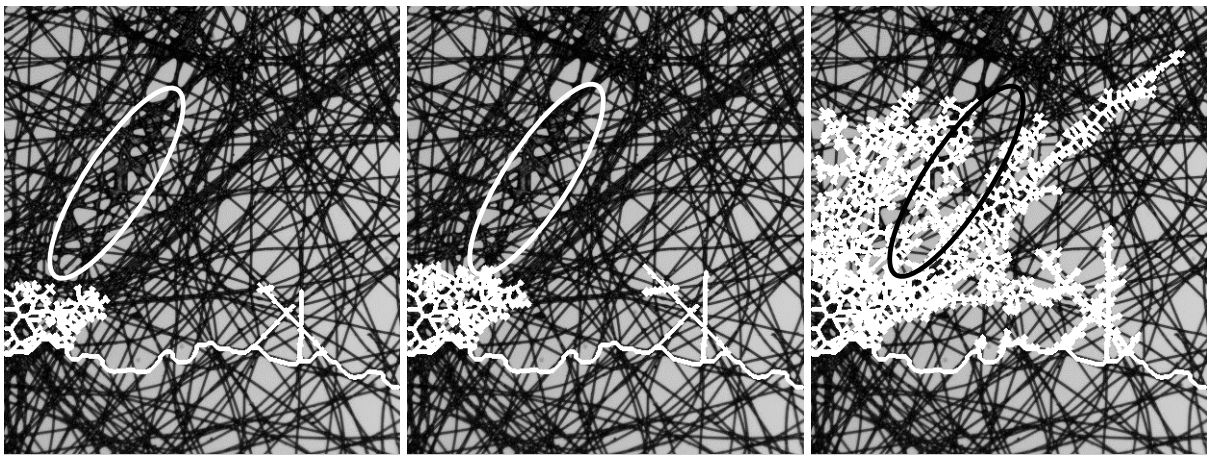
(a) (b)

Figure 5-19 : (a) Réseau utile de l'échantillon 2 (b) Réseau utile orienté

Une comparaison entre la Figure 5-18 et la Figure 5-19 (b), montre que le réseau utile orienté affiche les mêmes orientations explorées par le liquide au début de l'ascension.

A l'algorithme précèdent, on ajoutera, dans la partie initiation, des instructions permettant de privilégier l'ascension capillaire dans des directions bien déterminées. Les pixels sélectionnés durant les premières phases de la montée seront retenus comme des points de départ pour le reste du réseau utile de la Figure 5-19 (a).

Un premier résultat est donné sur la Figure 5-20. Nous constatons que la dynamique de la montée (dans la direction privilégiée) est quasi-identique à celle observée expérimentalement. La région entourée dans la Figure 5-20 ne semble pas être en adéquation avec la réalité. En effectuant un zoom sur cette partie de l'image (Figure 5-21), nous observons que cette région n'est autre qu'un défaut sur notre échantillon. Ce défaut, déjà évoqué au deuxième chapitre (cf. 2.2) est dû à la solidification tardive du polymère. Malheureusement, dans notre algorithme nous ne pourrons pas faire de distinction entre filaments rapprochés et zones fondue. Ce qui provoque des erreurs sur la simulation de l'ascension capillaire.



(a) (b) (c)

Figure 5-20 : Positions du liquide données par simulation (a) *t=0,2s* (b) *t=1,4s* (c) *t=3,2s*

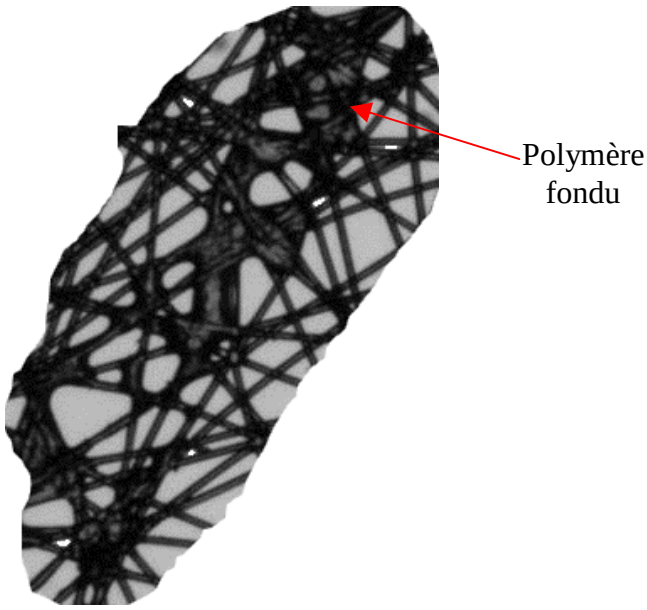


Figure 5-21 : Zoom sur la région entourée de la Figure 5-21 montrant le polymère fondu

5.4.5 Synchronisation entre l'étude expérimentale et la simulation

Il est indispensable de synchroniser la simulation avec la montée réelle du liquide. Cependant aborder la dynamique de chaque phase du remplissage des échantillons, représente à lui seul un travail considérable. En effet, ceci représente un sujet de recherche nécessitant un long travail. Dans ce paragraphe, nous essayerons d'ouvrir les horizons sur un travail nécessaire et important qui permettra de prédire avec exactitude la dynamique de l'ascension capillaire dans les non-tissés fins. Il s'agit d'identifier les équations temporelles permettant de synchroniser le pourcentage de remplissage réel et le pourcentage de remplissage par simulation uniquement dans les échantillons étudiés. Ces équations ont été effectuées dans le simple souci de synchroniser la montée capillaire simulée avec la montée capillaire réelle. Elles ne représentent pas un modèle à appliquer pour d'autres échantillons mais juste un outil de synchronisation.

A partir de la connaissance du réseau utile, il serait intéressant de simuler la dynamique de l'ascension capillaire. Il s'agit de retrouver l'aspect cinétique de la montée du liquide. Nous pouvons s'appuyer sur les travaux de **[Perwuelz et al., 2006; Pezron et al., 1995]** démontrant que la cinétique de l'ascension capillaire pouvait se décomposer en trois parties :

- ✓ 1^{ere} partie : Une brusque augmentation de la masse correspondant à la formation du ménisque par mouillage. Cette valeur est supposée constante pendant toute la durée de la mesure.
- ✓ 2ème partie : Une augmentation plus ou moins lente de la masse mesurée. Ceci correspond à la masse de liquide montant dans l'échantillon par capillarité.

- ✓ 3ème partie : Une fois l'échantillon saturé en liquide, la courbe tend vers une asymptote horizontale pour une masse correspondante à la masse totale.

La 1ere partie ne nous intéresse pas étant donné la complexité de la formation du ménisque dans les non-tissés. Nous nous intéressons plutôt à la partie après ménisque jusqu'à saturation du réseau poreux.

Le graphique de la Figure 5-22 montre la cinétique de remplissage du réseau utile. Ce graphique comporte une sélection d'échantillons ayant des aspects différents même s'ils appartiennent à l'origine au même non-tissé. Les différentes phases de la cinétique sont divisibles en 3 parties :

(a) Une pente importante correspondant à l'effet après-ménisque.

(b) Une diminution importante de la pente correspondant à un remplissage lent.

(c) Une pente quasi-horizontale correspondant à la phase de saturation.

Cependant nous remarquons que les courbes se distinguent les unes des autres en ce qui concerne les valeurs de ces pentes. Nous remarquons aussi que le temps de saturation est différent d'un échantillon à un autre. Ceci est dû principalement à la variation de la masse surfacique d'un échantillon à un autre. Il est vrai que les échantillons proviennent du même produit mais la non-uniformité de la distribution des filaments provoque cette variation de la masse surfacique. De plus, l'orientation des branches et la longueur du réseau utile diffèrent selon l'échantillon. Ce qui explique un temps de saturation plus ou moins important.

Trouver un modèle mathématique de la cinétique de l'ascension capillaire est un problème assez complexe. La dépendance de la cinétique de la montée dépend de plusieurs paramètres de structure.

Afin de contourner cette problématique, nous avons utilisé l'outil « Curve Fitting » de Matlab afin de créer une synchronisation entre l'ascension capillaire réelle et l'ascension capillaire simulée. Nous avons donc constitué une base de données comportant des polynômes temporels modélisant, pour chaque échantillon, la montée capillaire. Pour chaque modèle nous avons associé la moyenne et l'écart-type de la distribution surfacique des filaments. La Table 5-1 résume ces polynômes.

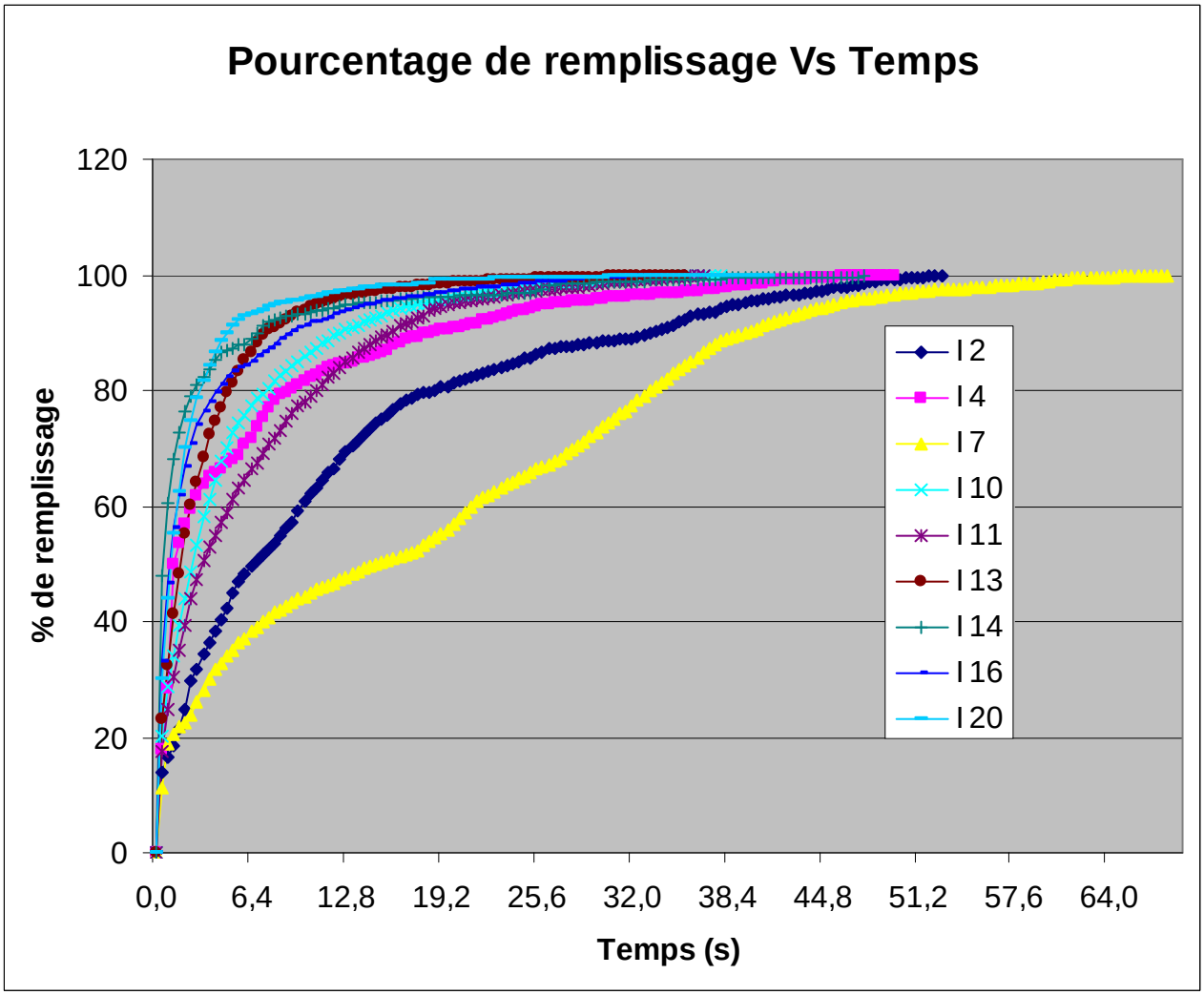
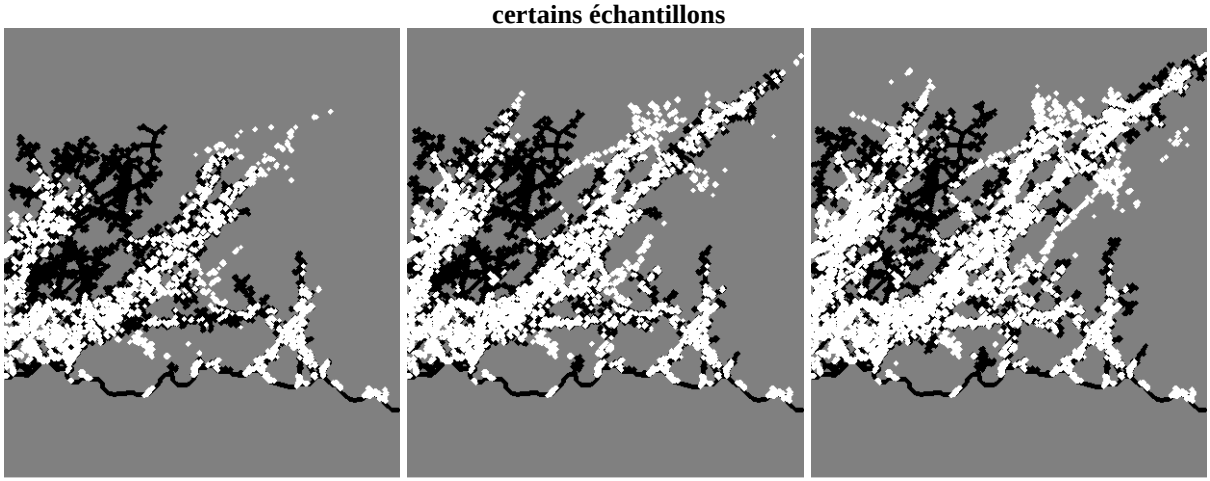


Figure 5-22 : Evolution du pourcentage de remplissage du réseau poreux au cours du temps

	Distribution des filaments	
Polynômes	***Moyenne***	***Ecart-type***
$P(t) = - 2{,}7e\text{-}5*t^4+0{,}0038*t^3-0{,}2*t^2+5*t+ 7{,}77$; RSME=0,86	0,64	0,48
$P(t)= -1{,}2*t^6+1{,}9*t^5+1{,}93*t^4+-1{,}67* t^3 -4{,}58*t^2+7{,}76*t+93{,}88$; RSME=1,58	0,60	0,49
$P(t) = -3{,}8e\text{-}8*t^6+8{,}9e\text{-}6*t^5 -8{,}1e\text{-}4*t^4+0.034*t^3-0{,}71*t^2+8{,}08*t+8{,}3$ RSME=0.94	0,66	0,47
$P(t)= -7{,}1e\text{-}7*t^6+9{,}58e\text{-}5*t^5-5{,}2e\text{-}3*t^4+0{,}14*t^3-2{,}27*t^2+19{,}81$ RSME=0,77	0,81	0,39
$P(t) = -0{,}42*t^6+0{,}36*t^5+0{,}99*t^4+2{,}48*t^3-9{,}57*t^2+10{,}92*t+93{,}42$ RMSE=0,72	0,67	0,47
$P(t)= -1{,}02*t^6+2{,}7*t^5-1{,}07*t^4-0{,}79*t^3-1{,}54*t^2+3{,}01*t+98{,}16$; RSME=0,82	0,70	0,46
$P(t) = -6{,}34e\text{-}7*t^6+1e\text{-}4*t^5-6{,}2e\text{-}3*t^4+0{,}19*t^3-2{,}93*t^2+21{,}67*t+34{,}7$ RMSE=4,22	0,76	0,42

$P(t) = -5.2e\text{-}6*t^6 + 5{,}7e\text{-}4*t^5 - 0.025*t^4 + 0{,}54*t^3 - 6*t^2 + 32{,}9*t + 16{,}98$ $RSME = 2{,}86$	0,79	0,41
$P(t) = -1{,}7e\text{-}6*t^6 + 2{,}4e\text{-}4*t^5 - 0{,}013*t^4 + 0{,}35*t^3 - 4{,}8*t^2 + 31{,}83*t + 17{,}06$ $RSME = 2{,}59$	0,64	0,48

Table 5-1: Table des polynômes de synchronisation entre l'ascension capillaire réelle et celle simulée pour certains échantillons



(a) (b) (c)

Figure 5-23 : Montée réelle du liquide en blanc et par simulation en noir aux instants (a) *t*=3s (b) *t*=5,6s (c) *t*=9,6s

Les différences proviennent surtout des défauts pouvant exister sur les échantillons et de la synchronisation en phase de saturation.

5.5 Conclusion

Nous avons proposé dans ce chapitre une approche originale permettant de simuler la dynamique de l'ascension capillaire. Cette approche repose sur la détermination du réseau utile, orienté et non orienté, en se basant sur des opérations de morphologies mathématiques. L'avantage est de ne pas passer par un modèle mathématique complexe devant englober plusieurs paramètres de structure. La cinétique de l'ascension capillaire est plus complexe à généraliser pour ce genre d'échantillons en raison de la non-uniformité de la distribution massique des filaments. La dynamique du remplissage reste un champ vaste à explorer et présente à lui seul un axe de recherche important.

Les simulations obtenues sont assez proches de la réalité même si certains facteurs comme les points de liaisons (consolidation du matériau) perturbent en partie cette montée.

Conclusion générale

Au cours de mon travail de thèse, j'ai eu l'occasion d'aborder, comparer et sélectionner différentes approches pour caractériser la montée de liquides au sein de structures textiles. Ces approches étaient tantôt issues d'autres domaines d'application ou encore de travaux théoriques. Mes travaux m'ont conduit à la mise en place de méthodes permettant l'analyse d'images bi-dimensionnelle et de séquences vidéo dans le but de caractériser les paramètres de structure du réseau poreux. La question à laquelle j'ai tenté d'apporter des éléments de réponse était la suivante : est-il possible d'obtenir, à partir de l'observation physique du phénomène par le biais d'analyse d'images, des indicateurs permettant de caractériser la structure poreuse d'un non tissé-fin dans le but de comprendre et de modéliser l'ascension capillaire ?

Notre travail s'est penché sur des échantillons de non-tissés fins dans le but de simplifier les contraintes reliées à l'épaisseur et à l'effet 3D. Il était important de comprendre les paramètres de structures influant la montée des liquides à une dimension inférieure avant de pouvoir les extrapoler en tridimensionnelle.

Afin de mener à bien ce travail, nous avons mis en place un banc de test composé d'une caméra et d'éclairages soigneusement adaptés. Ce banc de test a permis de visualiser de près l'ascension capillaire du liquide dans un non-tissé fin.

L'étude de la structure poreuse nécessite, avant tout, une étude du vide et des fibres la constituant. Caractériser les pores (le vide) revient à les représenter numériquement par des régions afin d'extraire leurs propriétés géométriques et métriques. Les fibres sont qualifiées par leurs orientations, leurs diamètres, la distance qui les sépare et l'uniformité de leur distribution. Nous avons extrait cet ensemble de paramètres par mesure directe sur des images numériques. Chaque image est décomposée en plusieurs fenêtres de tailles optimales et les paramètres de structure sont considérés comme des variables d'entrée de notre système complexe. C'est l'étude statistique de la distribution de ces paramètres pour chaque fenêtre et un ensemble de matériau mise en relation avec la propriété fonctionnelle de conduite (sortie du système) des liquides qui nous ont permis d'acquérir de la connaissance. Plusieurs algorithmes d'extraction de régions en mouvement ont été étudiés afin d'extraire à chaque instant le trajet emprunté par le liquide. Grâce au modèle CART pour les arbres de décisions, nous avons pu trouver les règles d'association liants les paramètres de structure en entrée et la montée de liquide en sortie. Grâce à l'élagage de ces arbres de décision, et ceci pour l'ensemble de tous les échantillons, il apparaît que majoritairement la densité de matière joue un rôle pertinent et important pour la montée du liquide dans un non-tissé fin. Ce résultat est

confirmé et appuyé par les recherches de Princen **[Princen, 1969 et 1970]** présentées au chapitre 4. Princen met l'accent plus particulièrement sur le rapport de la demi-distance qui sépare les fibres par leur rayon *d/r*. Il a aussi étudié les différentes transitions morphologiques qu'il peut y avoir en faisant varier ce rapport. L'analyse de nos observations ont confirmé cette hypothèse.

En se basant sur une analyse expérimentale, nous avons pu définir le « réseau utile » qui permet dans une structure poreuse fine de déterminer les chemins parcourus par le liquide. Cette information est très importante puisqu'elle identifie précisément la région pour laquelle nous avons pu appliquer la simulation de l'ascension qui est corroborée par l'expérience. L'étude de la dynamique de l'ascension capillaire démarre du front du ménisque. Chaque point de ce front est relié au réseau utile. Afin de faciliter l'étude, nous avons travaillé sur le squelette du « réseau utile ». Ce squelette est composé des centres des boules maximales. La connaissance du rayon en chaque point du squelette permet de contrôler la largeur des branches constituées par les fibres. Cette information permet de contrôler le flux de liquide en mouvement.

La continuité du parcours du liquide lui impose des directions de progression bien définies. Cependant, pour se rapprocher au plus près de la montée réelle, nous avons donné une priorité aux branches fibreuses longues et parallèles formant un long capillaire permettant une ascension continue, dans une même direction, du liquide.

La synchronisation du temps de l'ascension capillaire entre la simulation et l'observation expérimentale reste complexe à modéliser. Afin de poser les bases d'un travail futur selon cet axe, nous avons lancé une initiative qui nous a permis de synchroniser l'ascension capillaire réelle et la simulation pour nos échantillons. Cet axe reste à développer et à explorer.

L'approche présentée durant cette thèse tire son originalité de la distinction claire au sein d'une même structure poreuse d'une partie utile et d'une autre inutile. Les différentes approches existantes observent la structure poreuse dans sa globalité alors que nous avons décidé de décortiquer le réseau poreux et de mettre l'accent sur les parties actives dans ce type de structure.

Lorsque j'ai démarré ces travaux, la quantité d'information concernant la montée de liquide dans un non-tissé fin était quasi-inexistante. Le développement de ce travail a permis aujourd'hui d'ouvrir une nouvelle vision sur le sujet et apporter une meilleure compréhension du phénomène pour des produits manufacturés ou cette fonctionnalité est essentielle. A présent, la conception d'un non-tissé fin, qui permettrait de diffuser efficacement à la verticale du liquide, est facilitée. Ces travaux sont facilement extensibles à une diffusion à

l'horizontale. En effet, la littérature met l'accent sur l'effet de la pesanteur qui engendre des différences au niveau de l'écriture des équations de la dynamique du liquide. Cependant, l'effet de la pesanteur qui s'applique au liquide absorbé par le réseau utile, des échantillons fins, à la verticale ou à l'horizontal reste négligeable. D'après les travaux de Princen, à l'horizontal la demi-distance maximale $(d/r)_{max}$, entre les filaments, est plus importante qu'à la verticale. Ce qui permettra à l'échantillon d'absorber légèrement plus de liquide à l'horizontal qu'à la verticale. Pour notre approche il suffit de modifier la valeur de $(d/r)_{max}$ pour obtenir la nouvelle forme du réseau utile.

Cette approche a été effectuée en 2D, ce qui représente une limitation à mon travail. Cependant elle peut être extrapolée à des images 3D puisque l'extraction des informations 3D se développe de plus en plus de nos jours.

Nous avons développé une approche pour un seul type de non-tissé et un seul type de liquide mouillant. Il sera intéressant d'appliquer cette approche à d'autres types de non-tissés avec d'autres liquides. Ce travail est bien évidement assez conséquent en terme de temps ce qui explique le fait que nous n'ayons pas pu l'aborder durant cette thèse.

Nous n'avons pas pu non plus aborder la question sur la hauteur maximale atteinte dans ce type d'échantillons par le liquide. Il est certain que cette hauteur est faible compte tenu de la faible quantité de liquide qui monte à cause de la faiblesse du réseau utile, mais ceci me paraît une piste intéressante à explorer surtout sur des échantillons très fins, comportant des filaments très rapprochés, longuement parallèles, plus uniformes. Nous pouvons imaginer un non-tissé sous forme de grillage dont nous maîtrisons la distance entre les filaments et l'angle de croisure entre ces derniers **[Miller et al., 1967]**.

Annexes

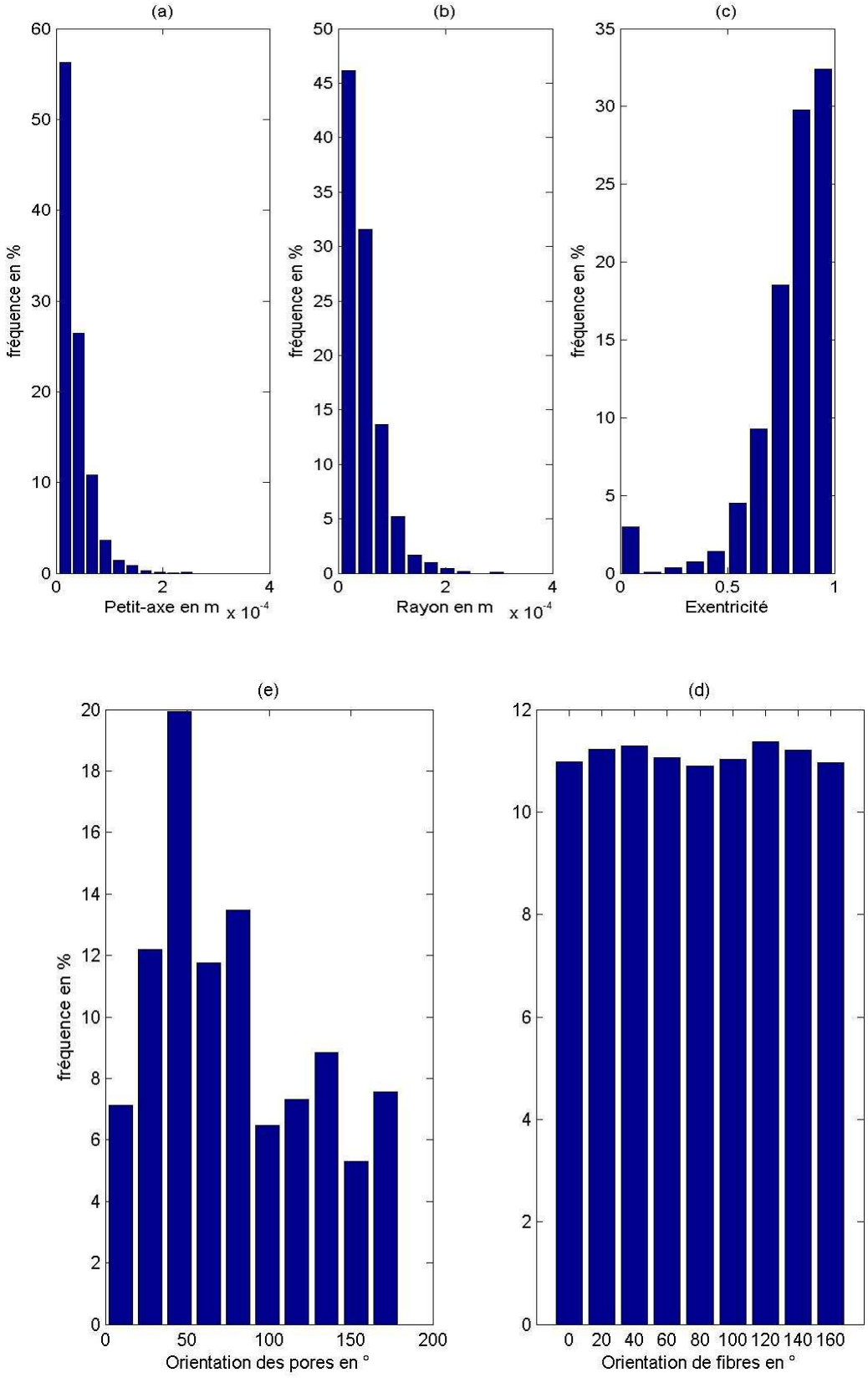


Figure 0-1 : Image 2 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

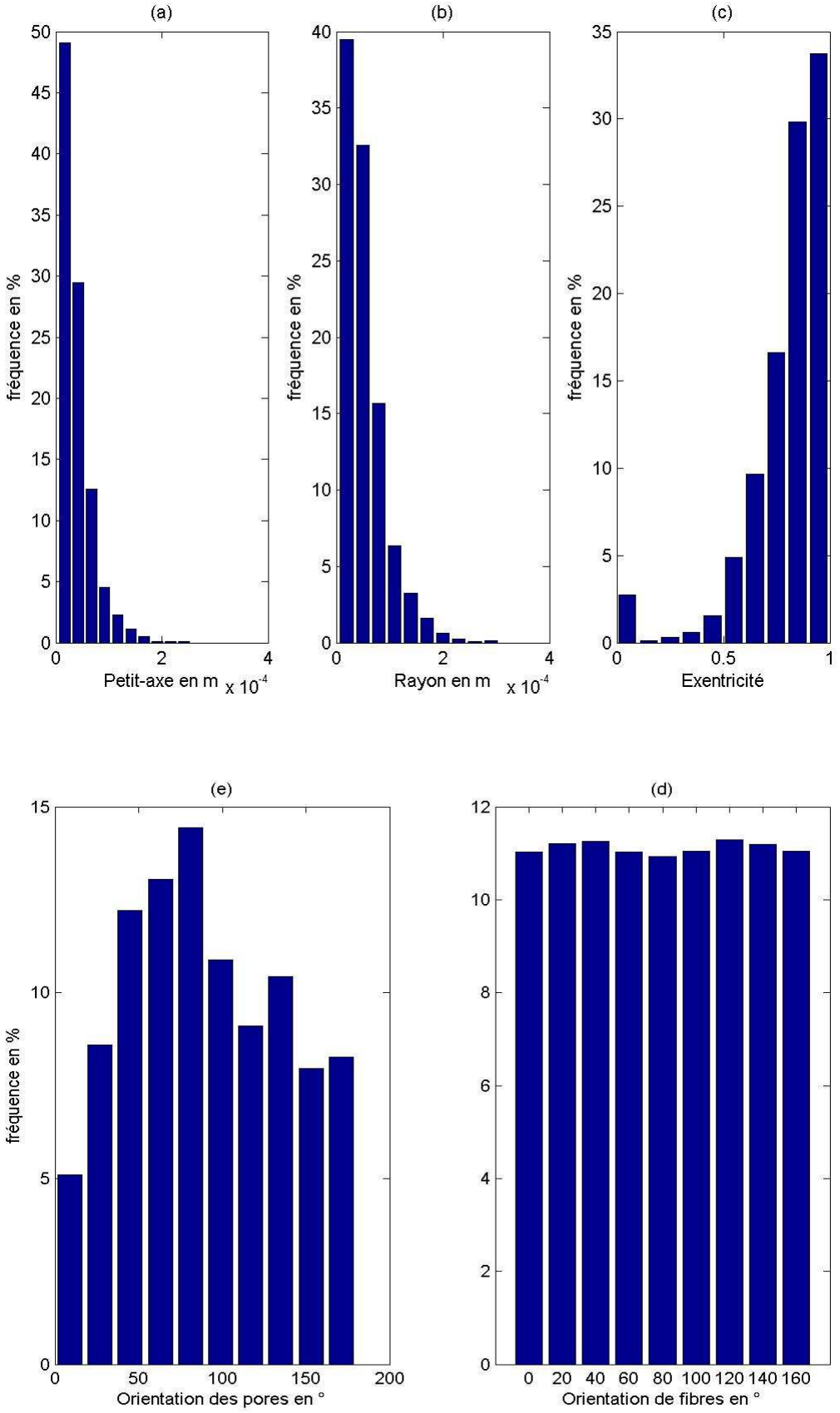


Figure 0-2 : Image 3 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

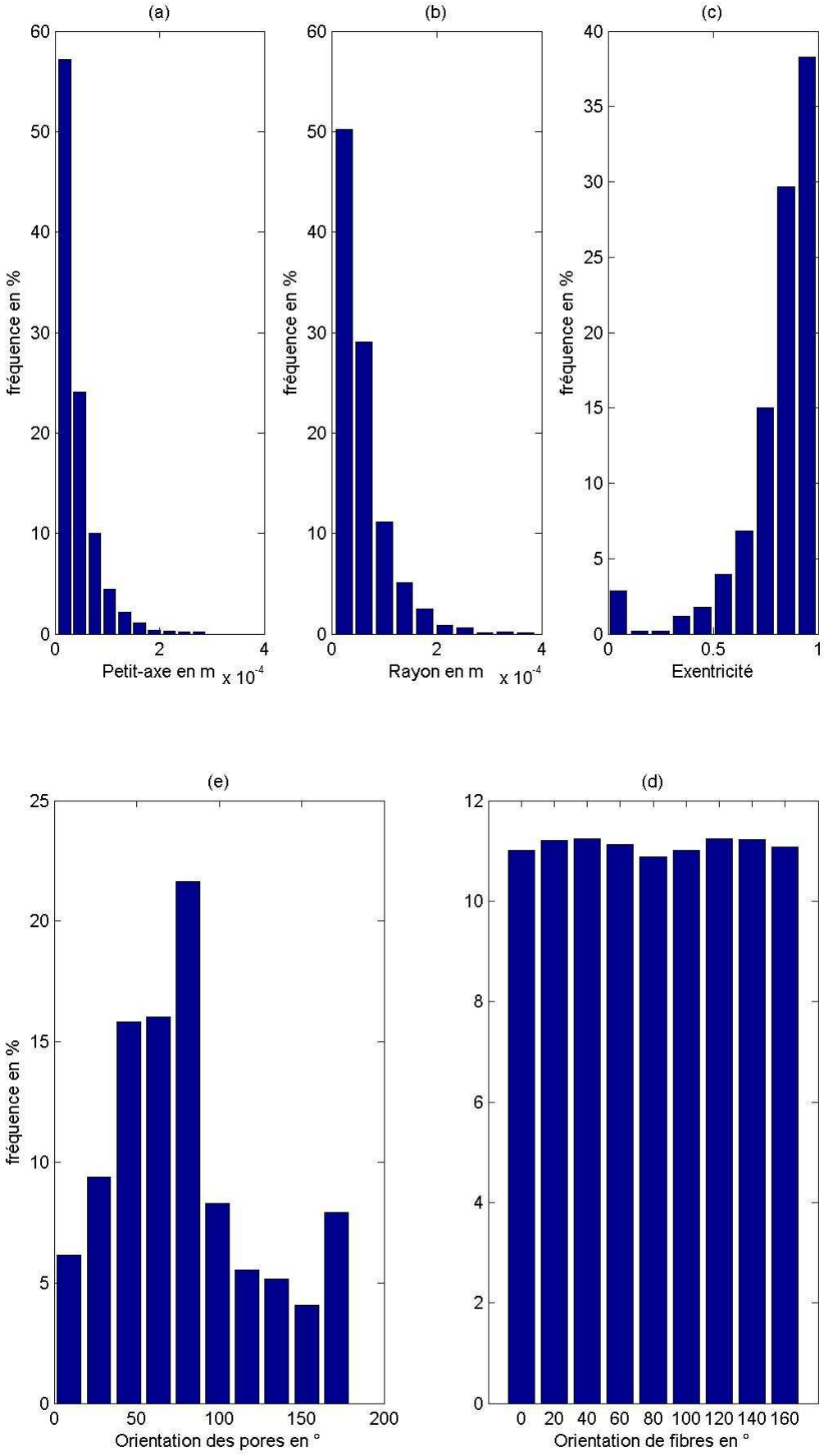


Figure 0-3 : Image 4 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

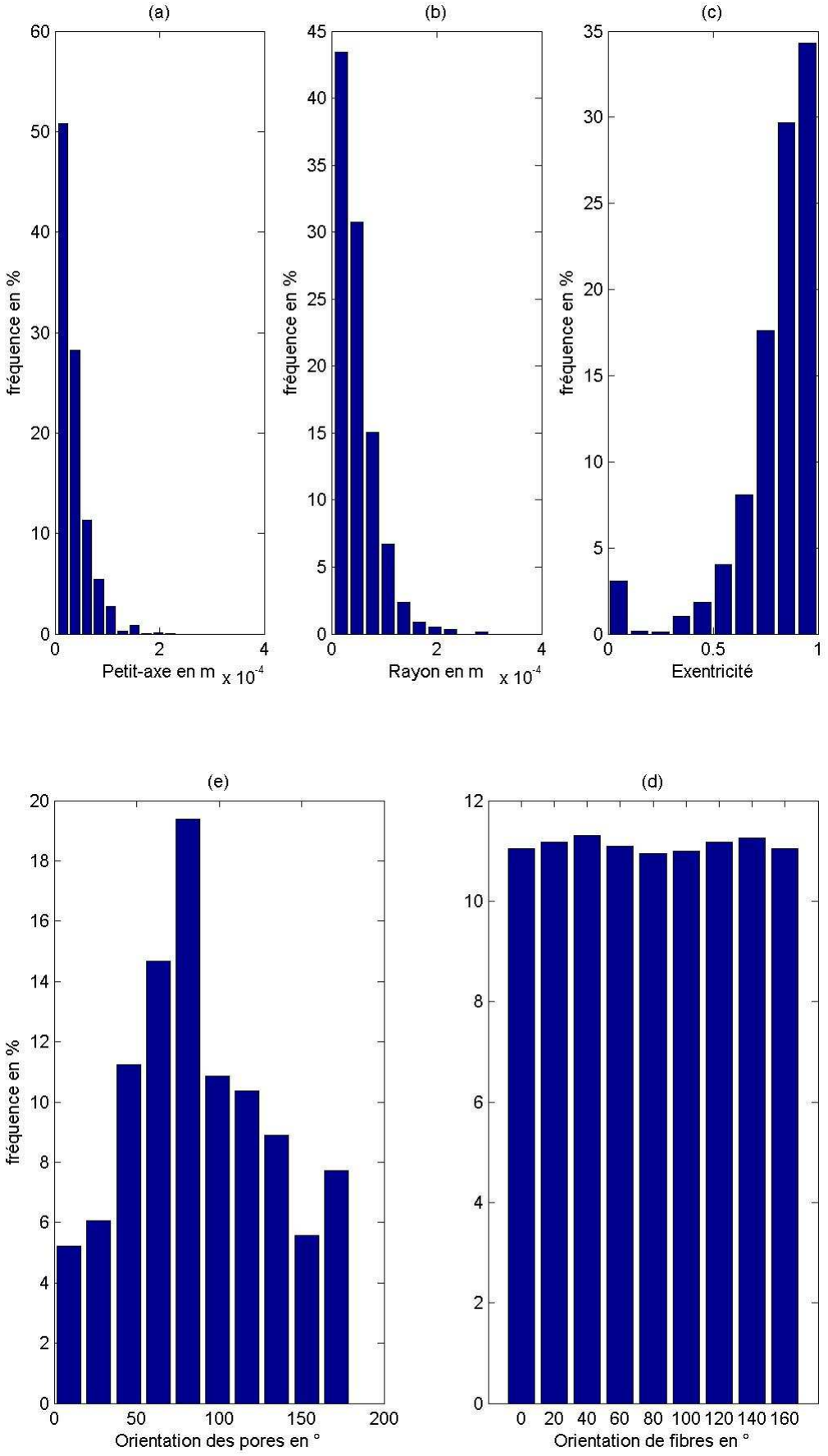


Figure 0-4 : Image 5 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

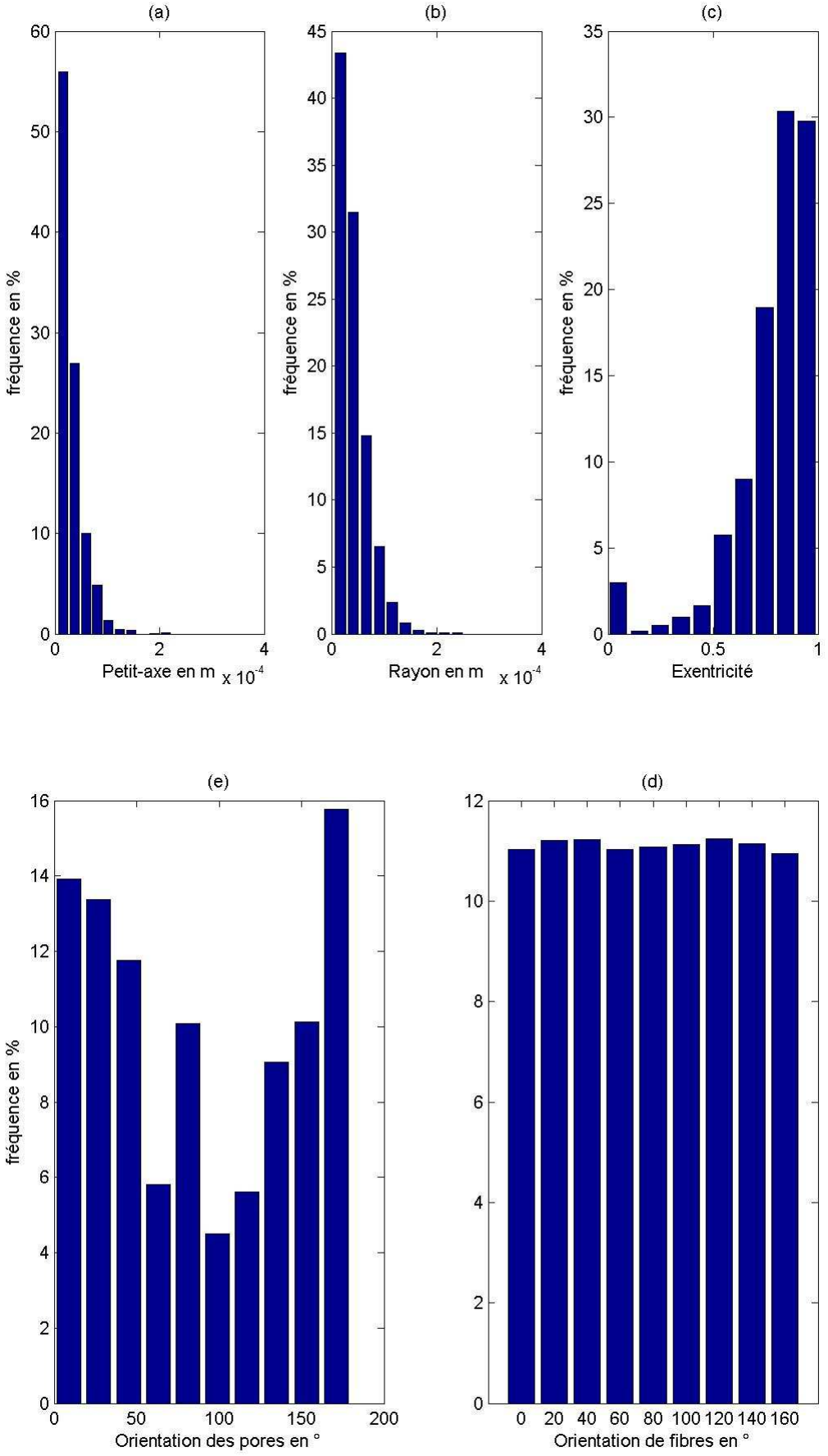


Figure 0-5 : Image 6 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

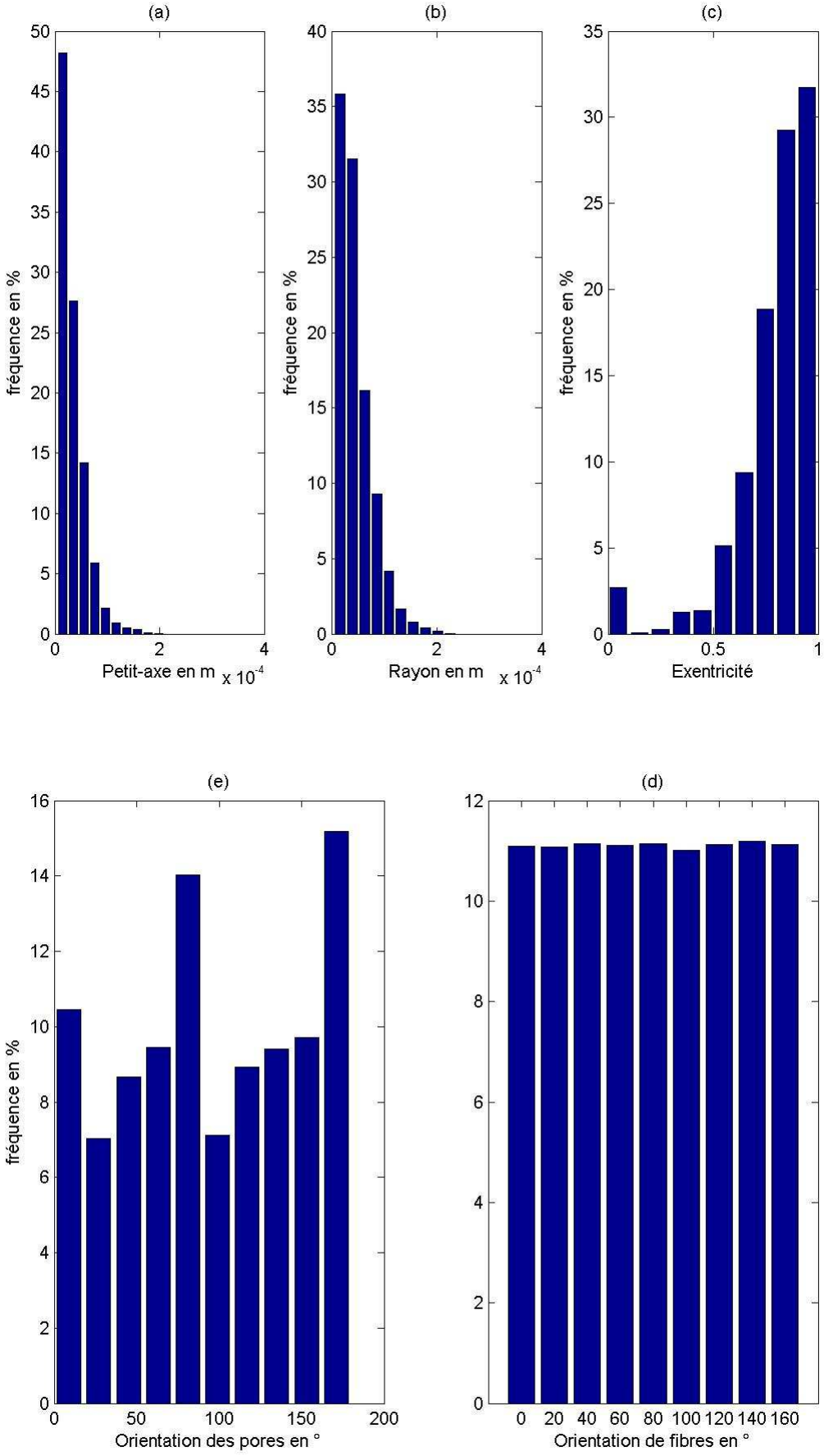


Figure 0-6 : Image 7 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

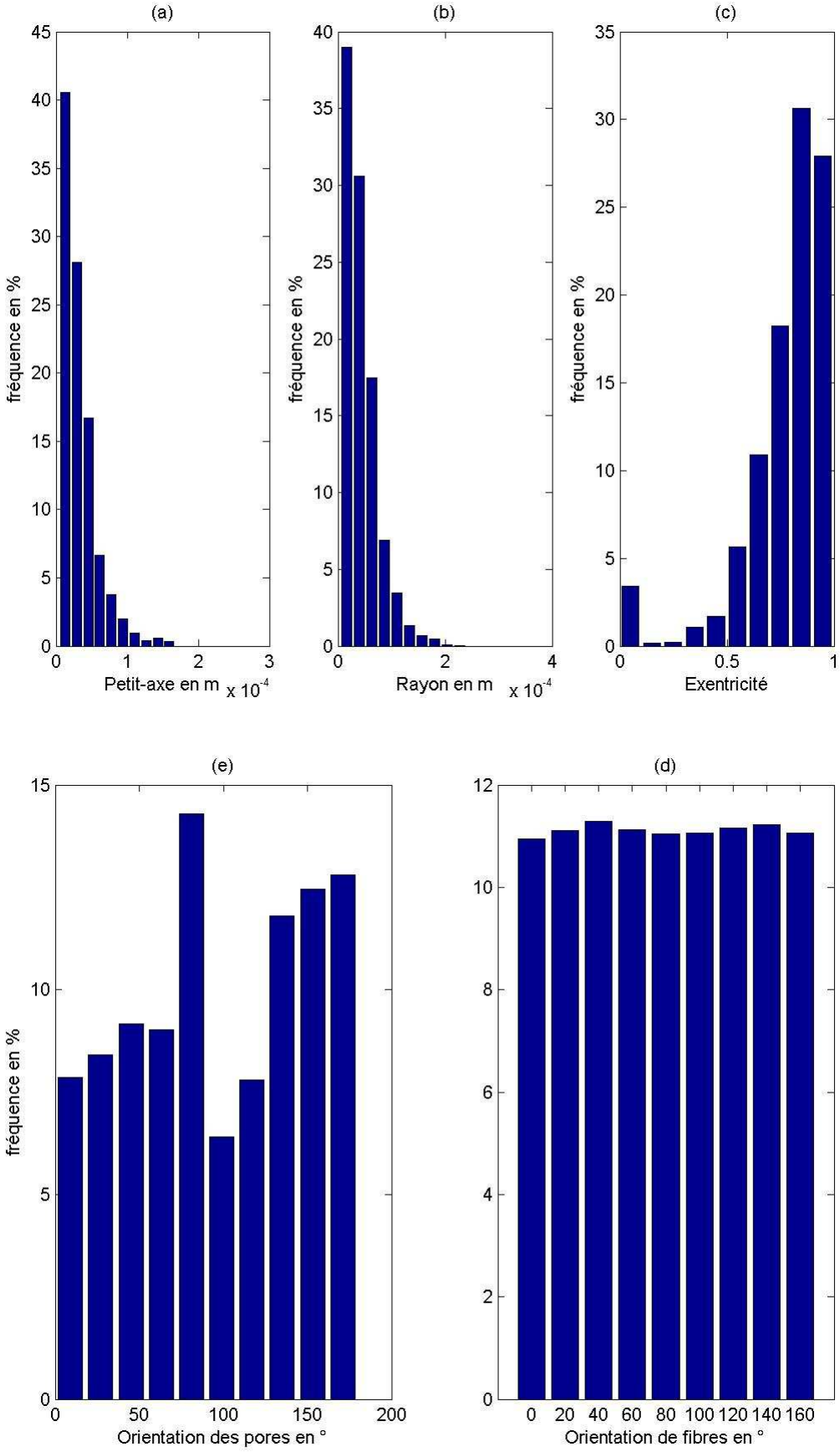


Figure 0-7 : Image 8 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

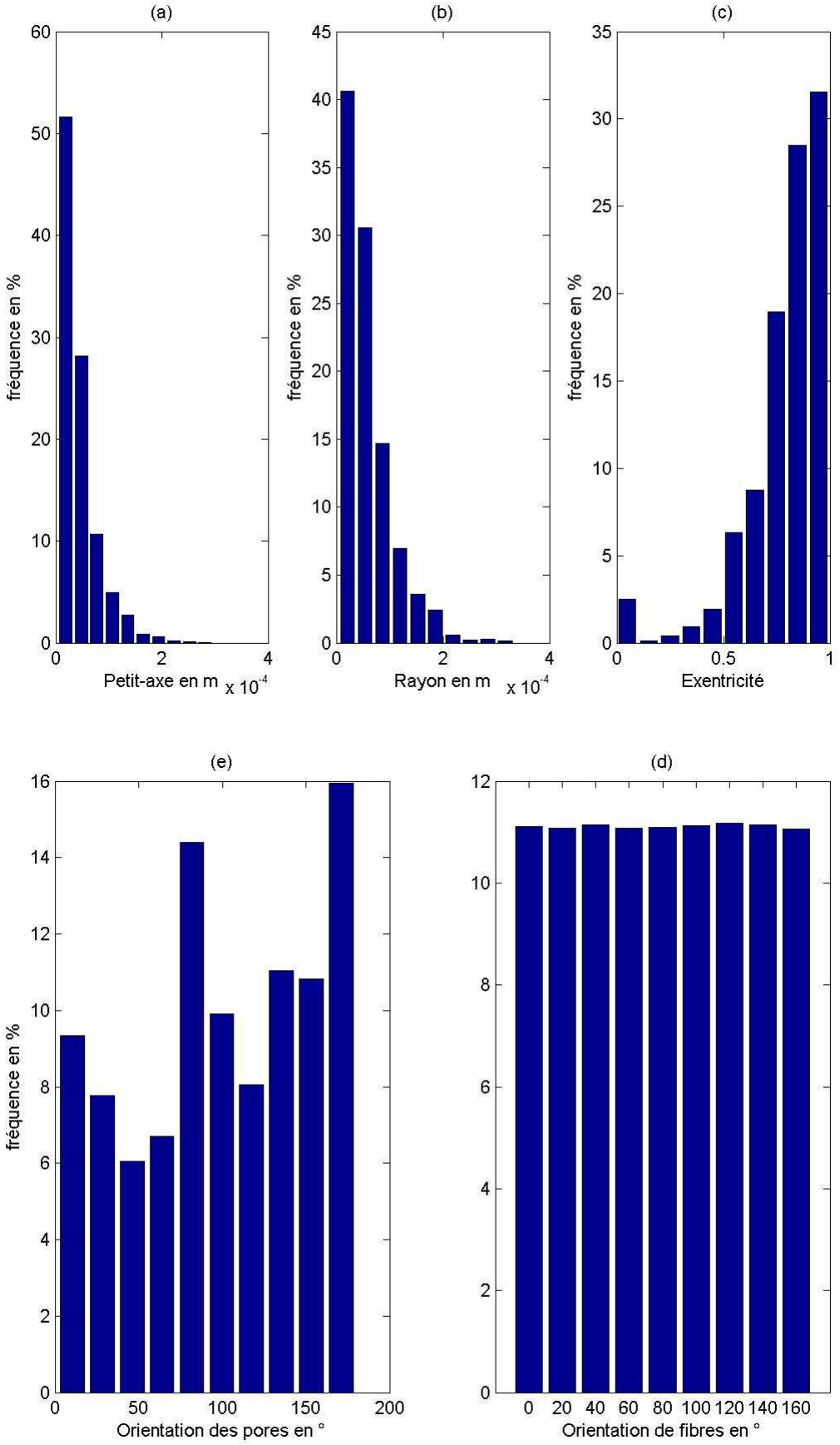


Figure 0-8 : Image 9 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

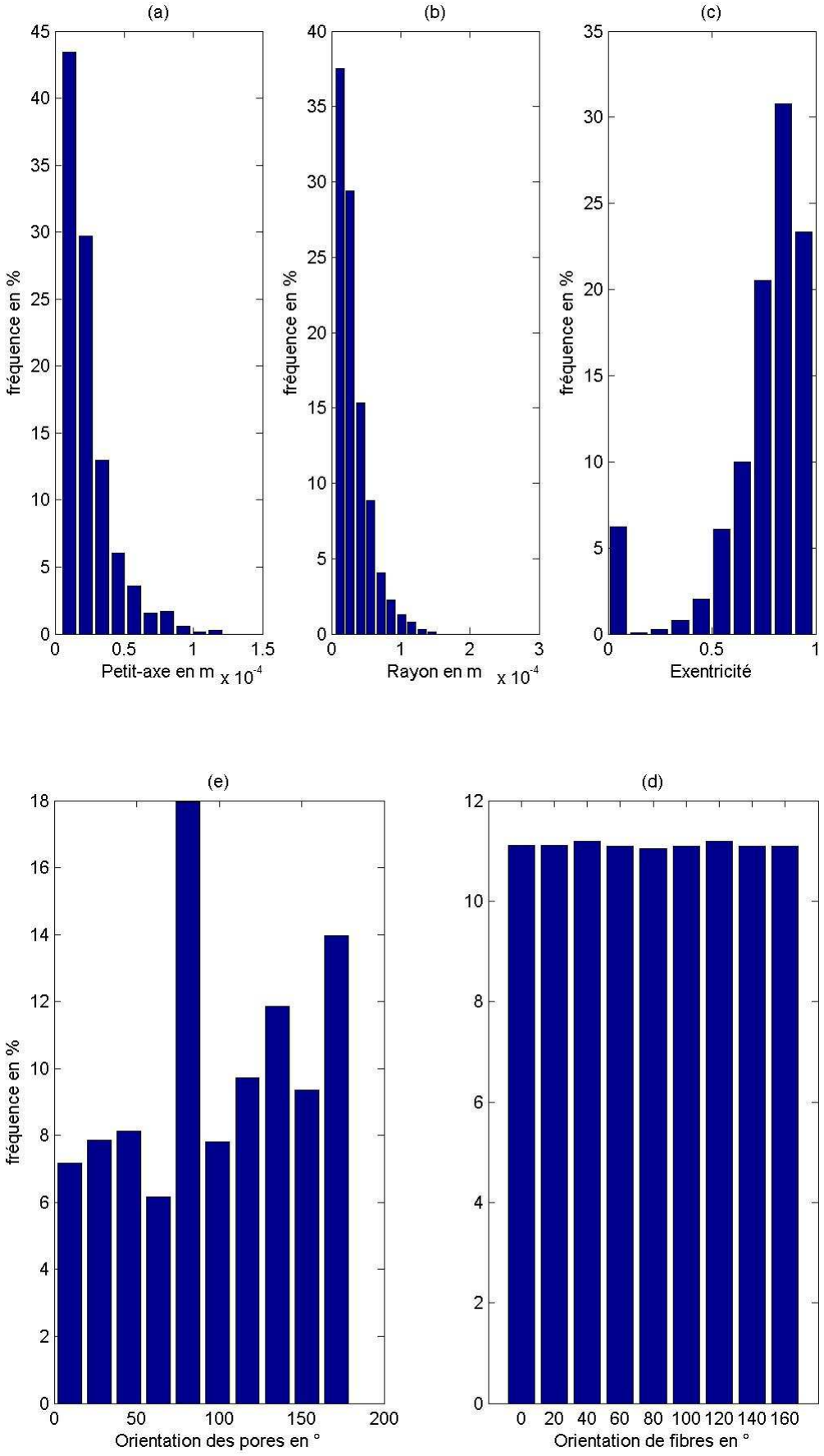


Figure 0-9 : Image 10 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

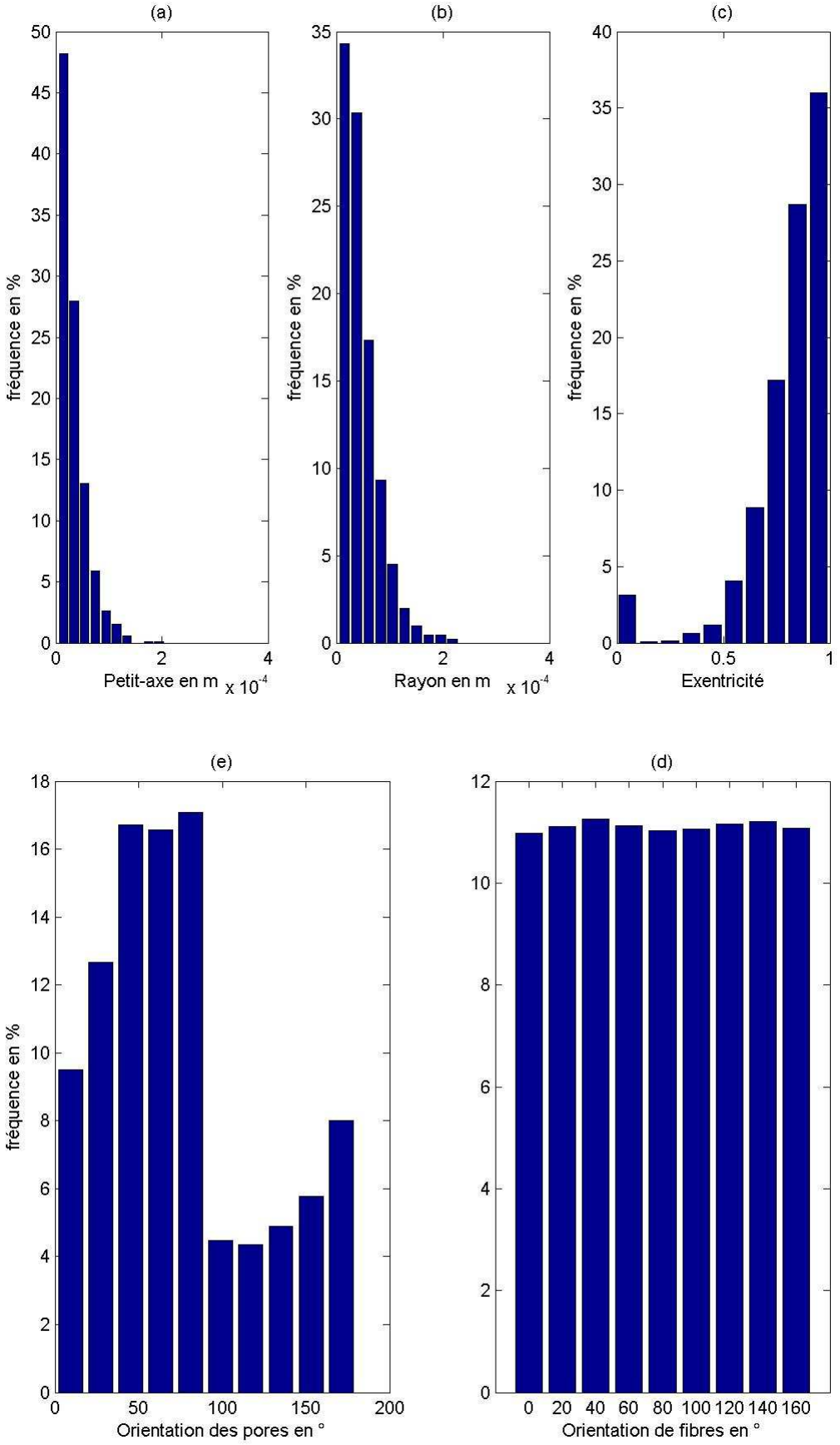


Figure 0-10 : Image 11 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

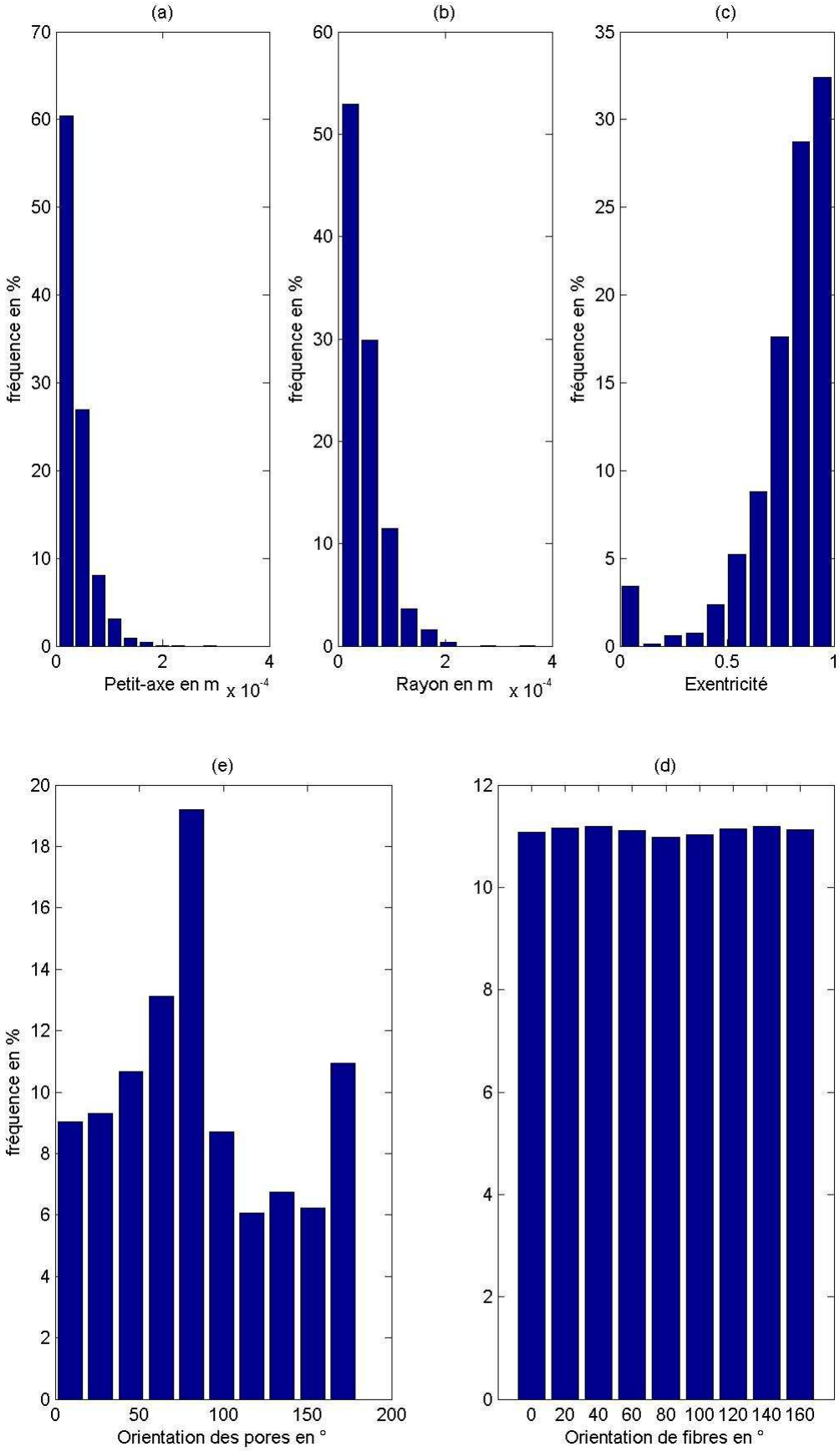


Figure 0-11 : Image 12 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

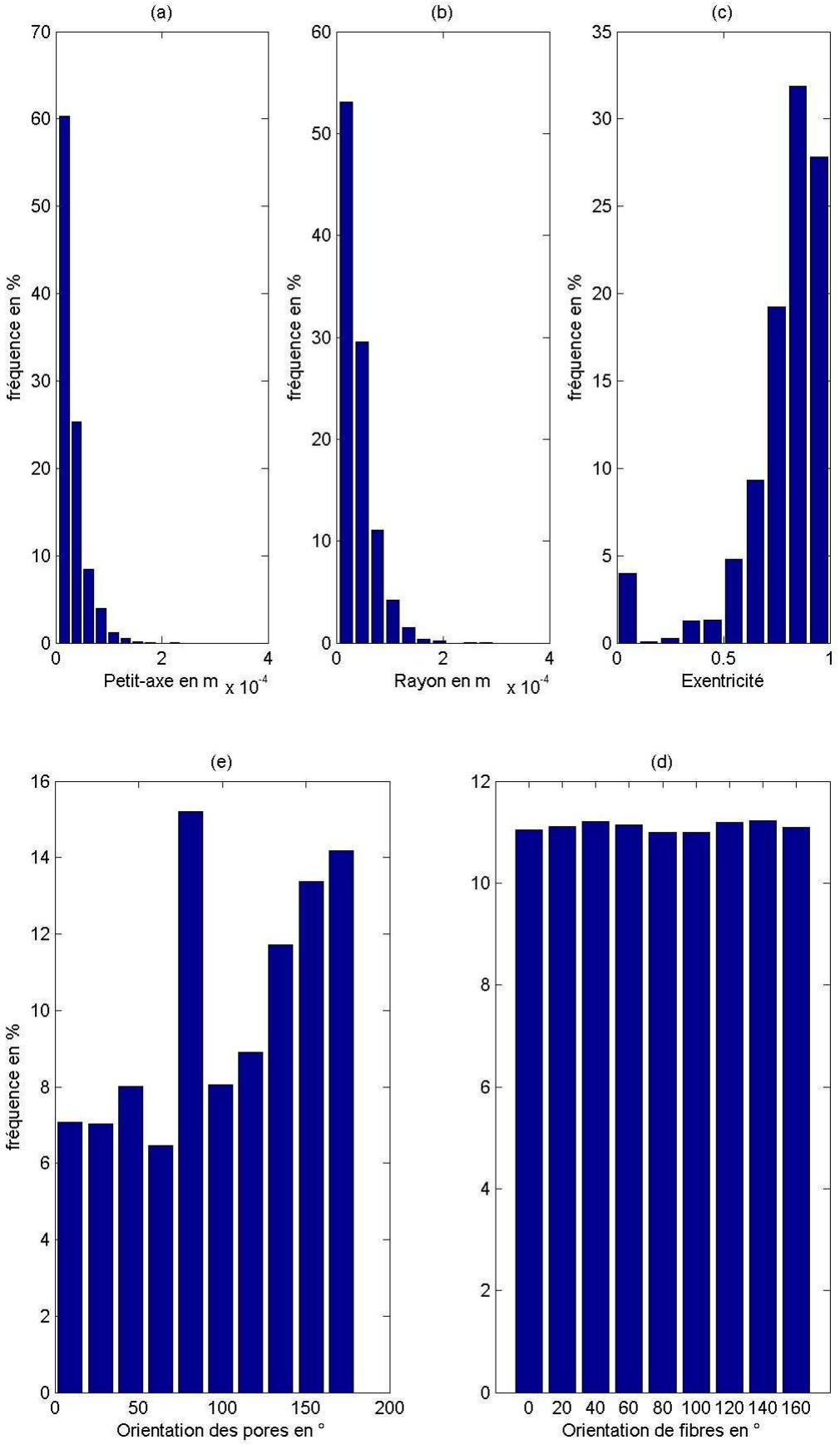


Figure 0-12 : Image 13 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

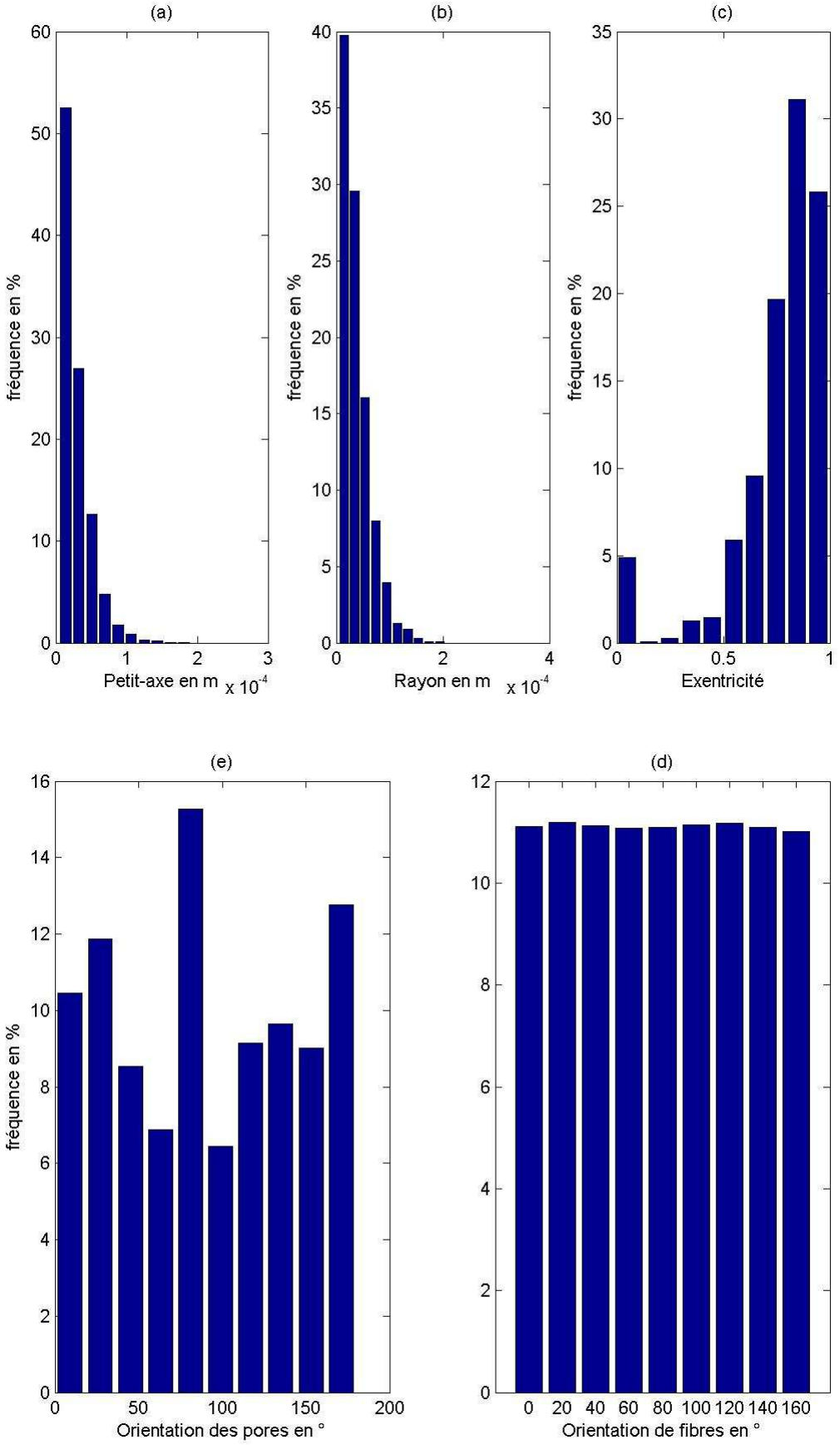


Figure 0-13 : Image 14 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

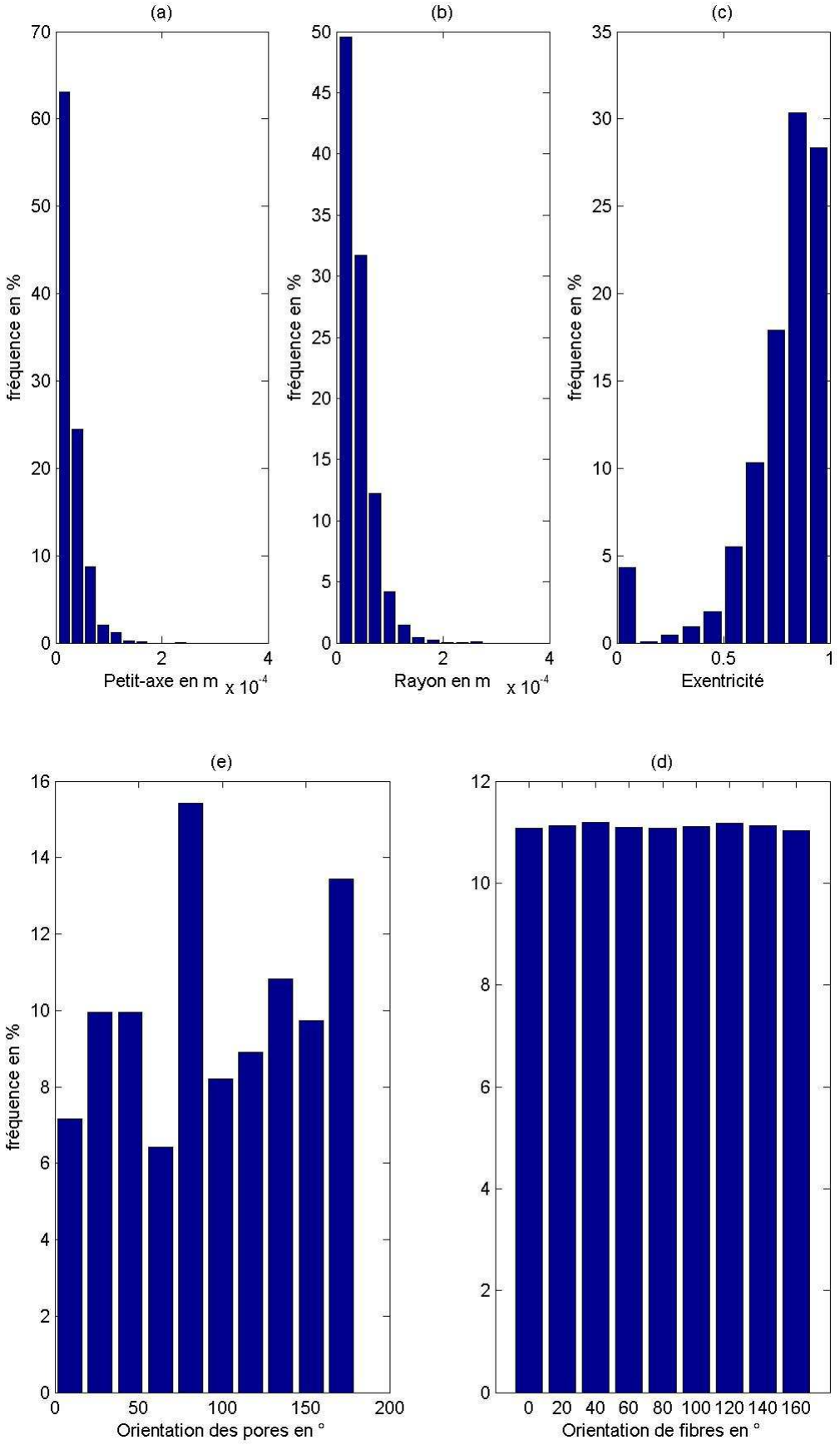


Figure 0-14 : Image 15 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

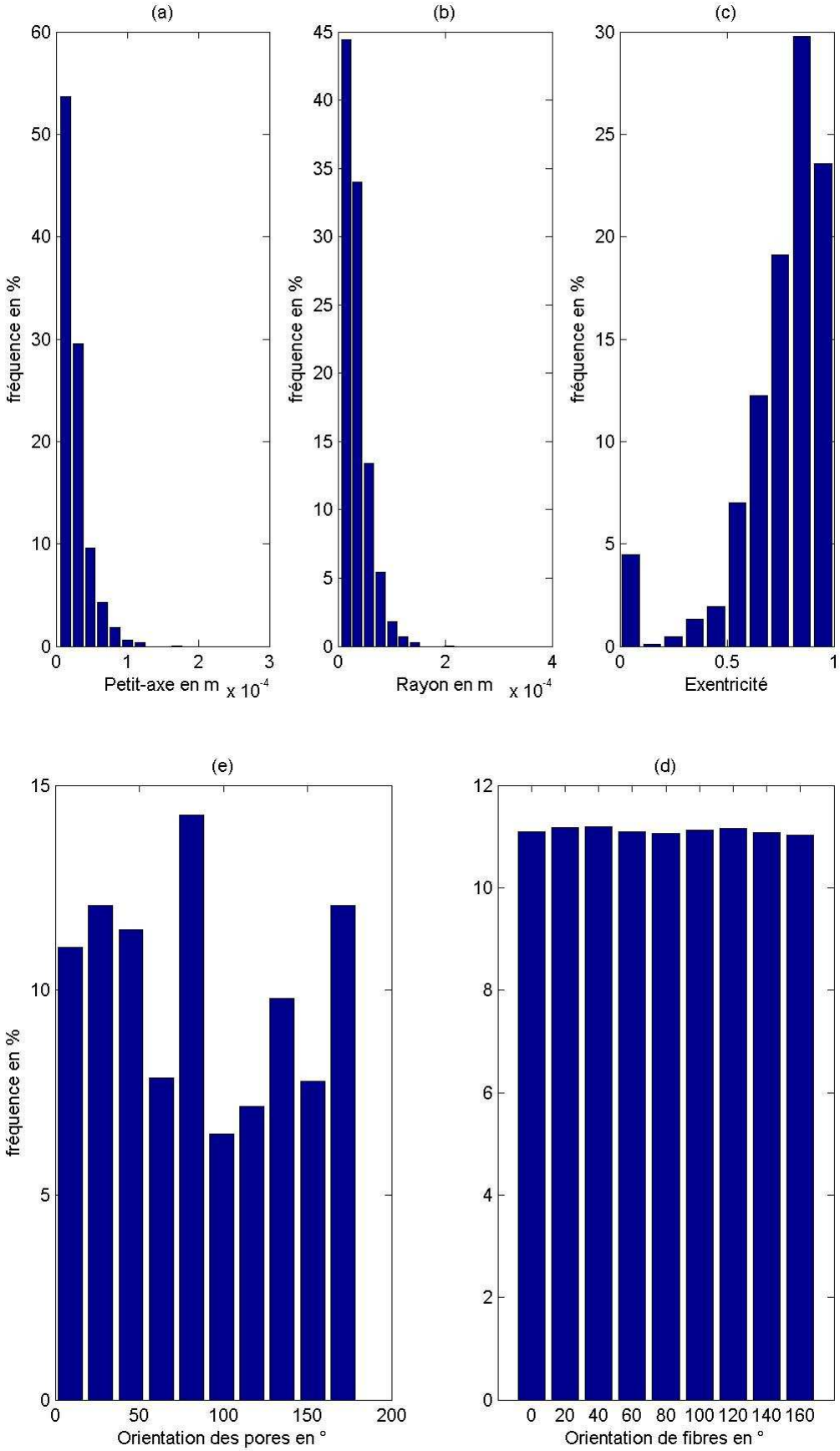


Figure 0-15 : Image 16 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

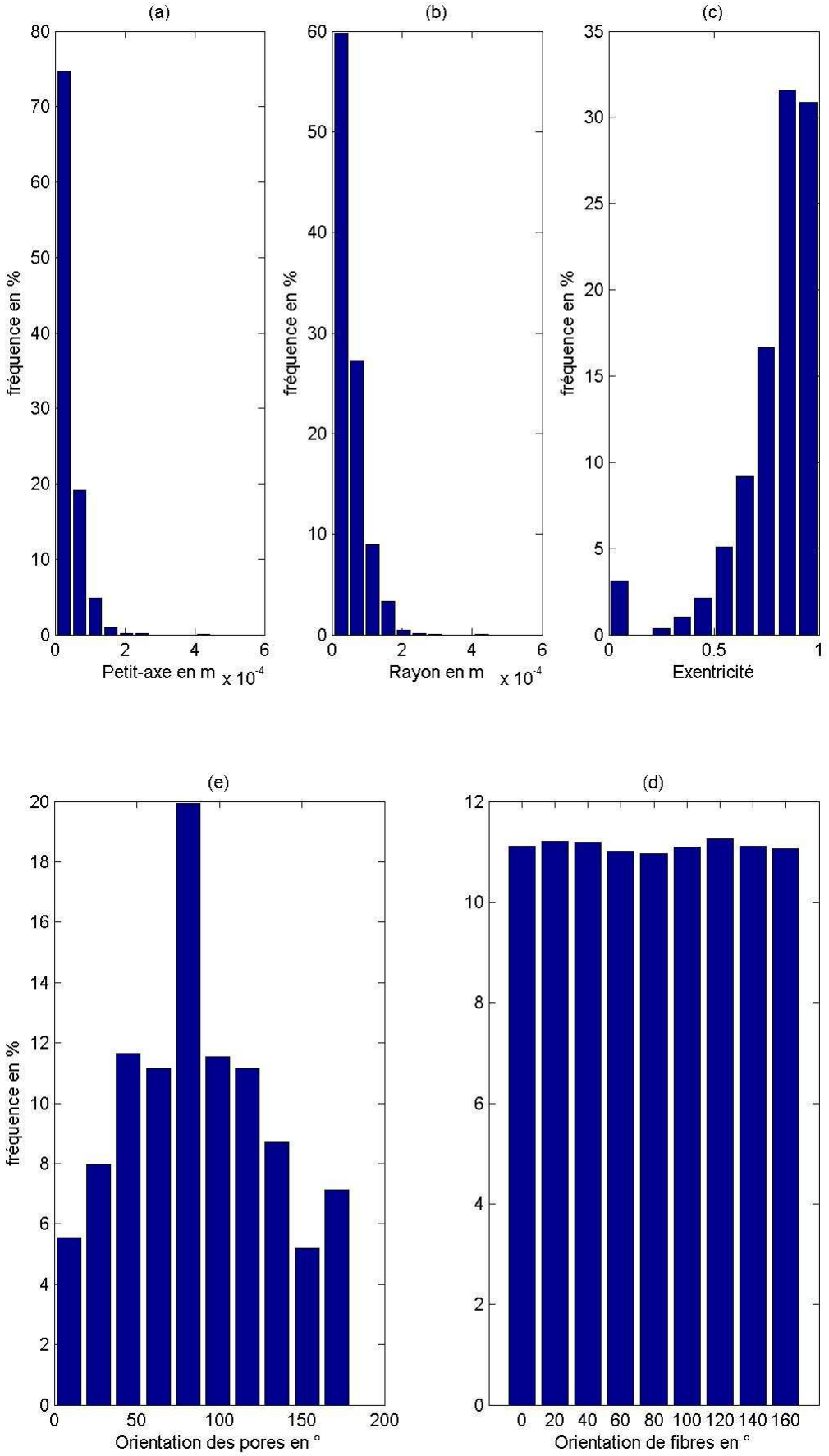


Figure 0-16 : Image 17 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

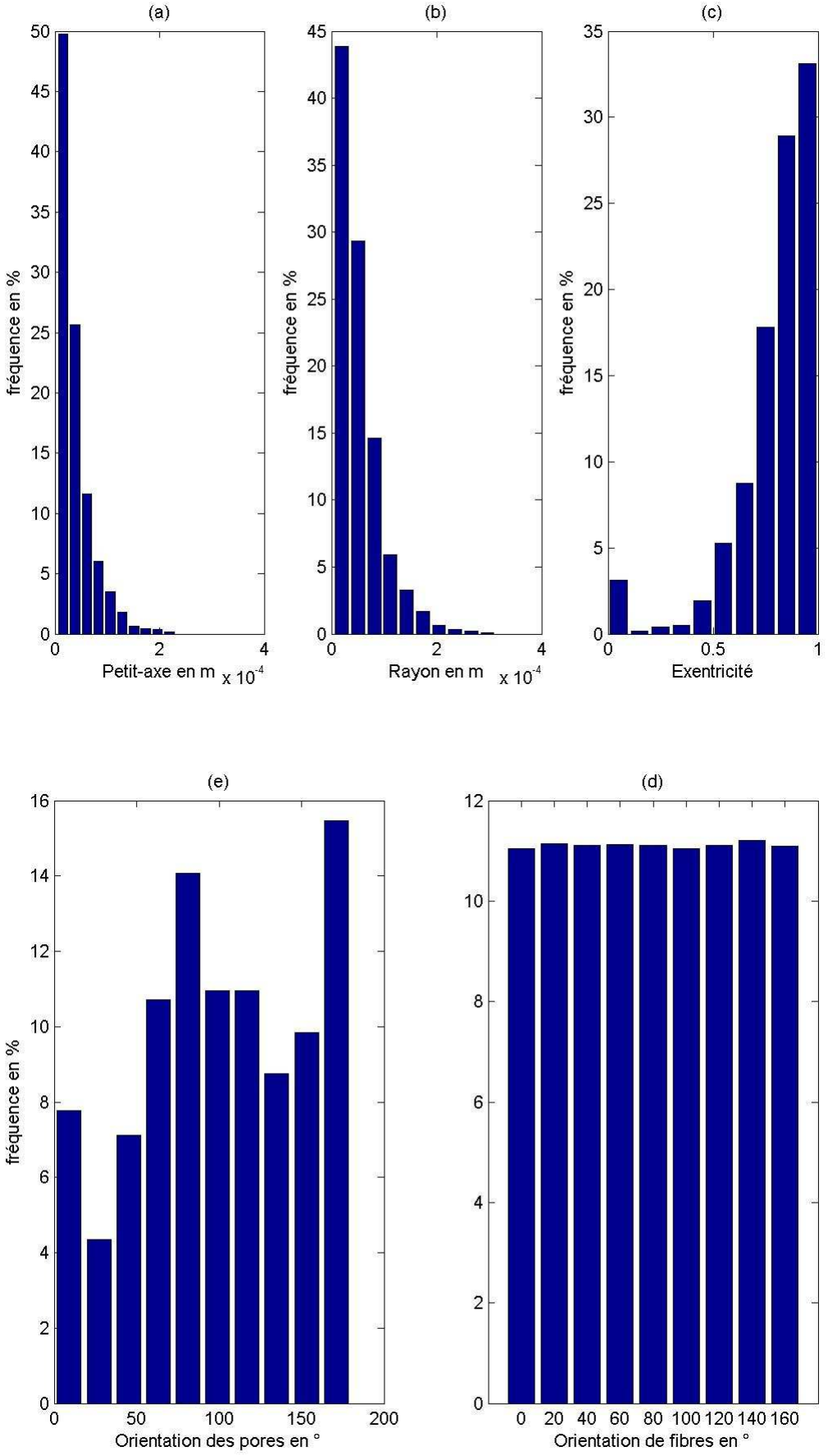


Figure 0-17 : Image 18 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

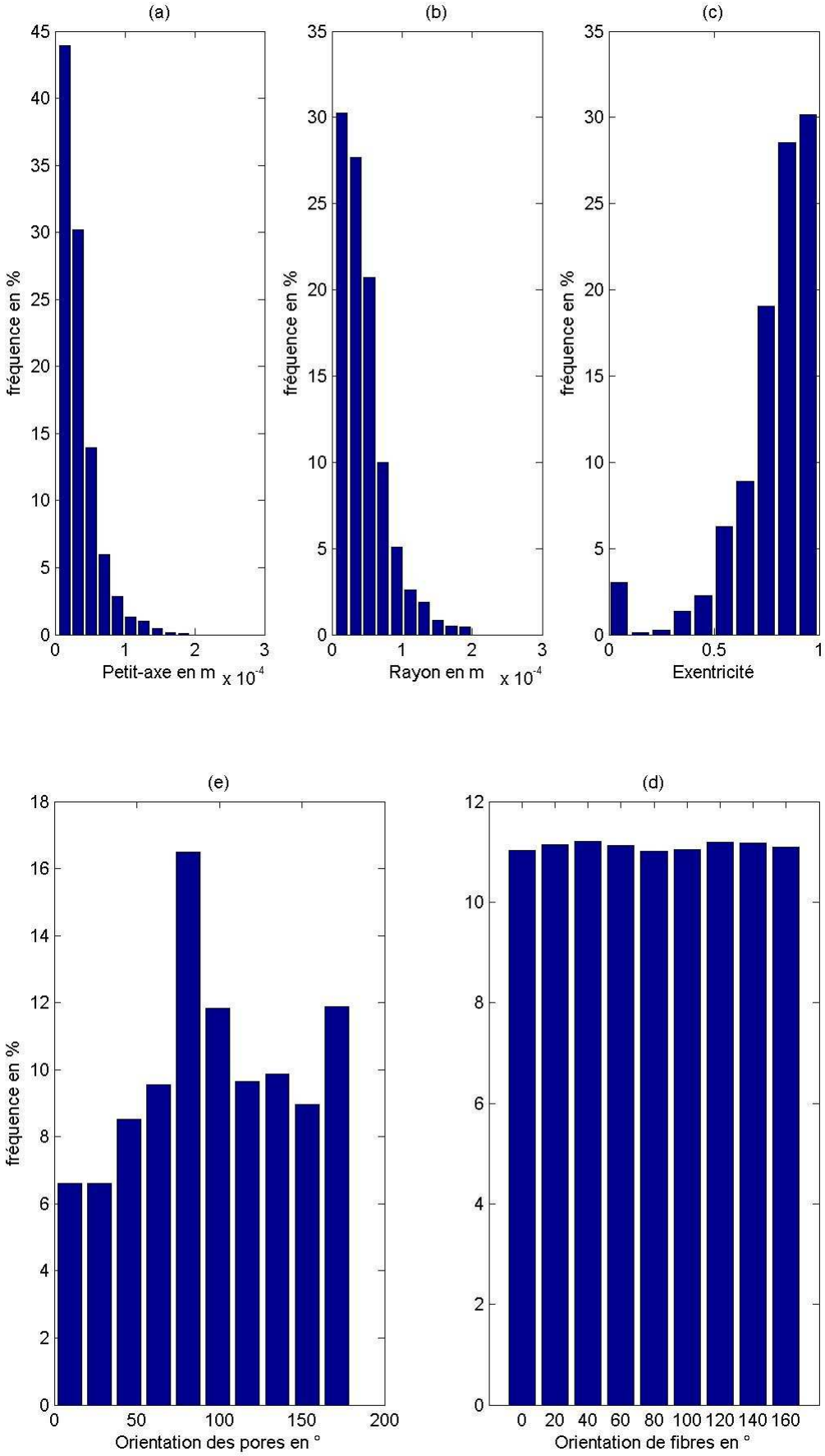


Figure 0-18 : Image 19 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

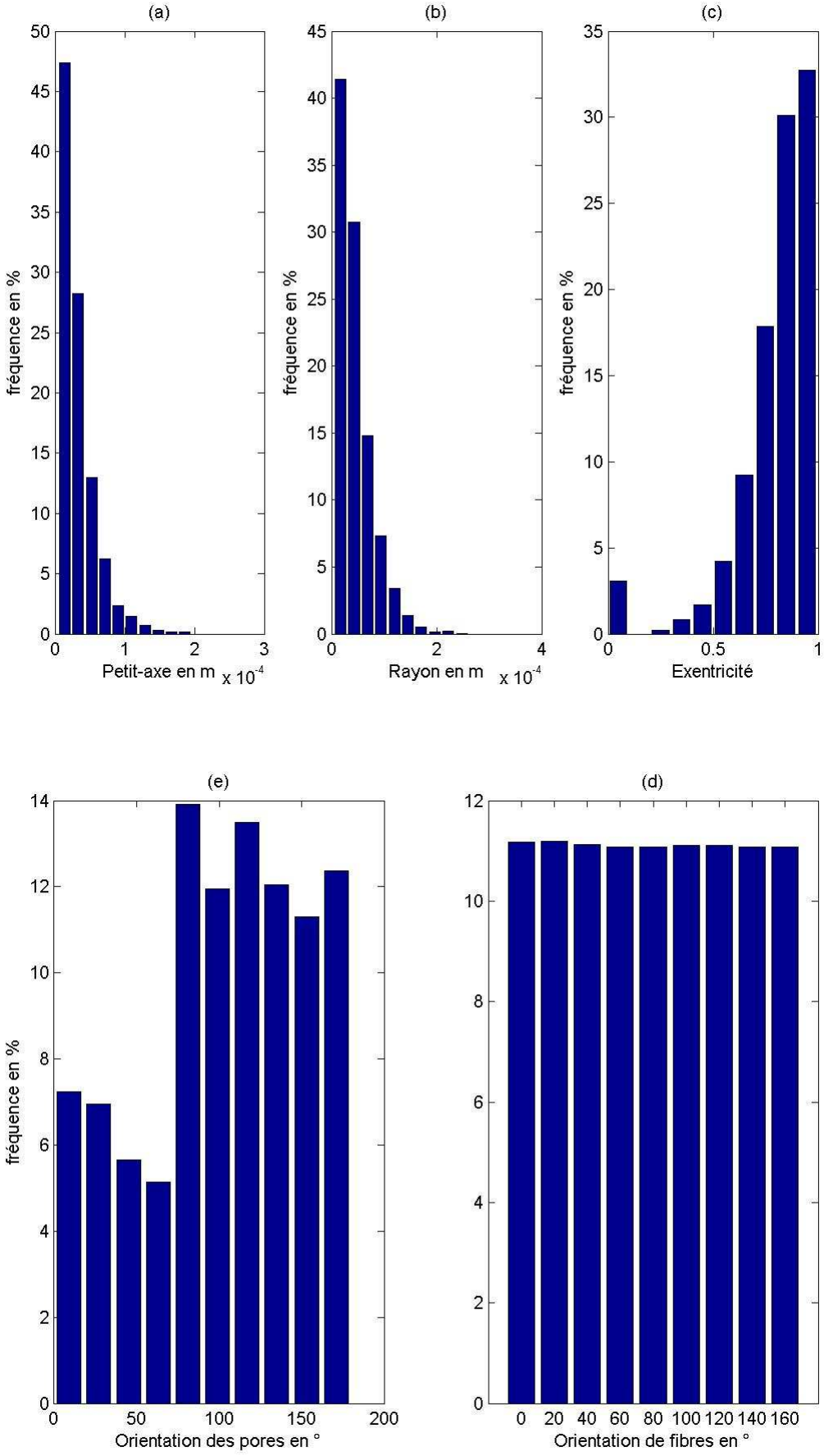


Figure 0-19 : Image 20 - Distribution de la taille de pore en fonction de leur (a) petit axe en m (b) diamètre équivalent en m (c) excentricité (d) Orientation des filaments (e) Orientation des pores

Références bibliographiques

[Adamson, 1997] Adamson, A.W., Gast, A.P., *"Capillarity, in Physical chemistry of surfaces"*, *John Wiley & Sons*, pp. 4-47, 1997

[Anderson et al., 1996] Anderson, A.N., McBratney, A.B., FitzPatrick, E.A., "Soil Mass, Surface, and Spectral Fractal Dimensions Estimated from Thin Section Photographs", Soil Sci. Soc. Am. J. 60, pp 962-969, 1996

[Aufort et al., 2006] Aufort, G., Jennane, R., Harba, R., and Benhamou., C. L. , "Hybrid skeleton graph analysis of disordered porous media. application to trabecular bone". *In IEEE-ICASSP, Toulouse*, vol 2, 14-19 may 2006.

[Berg, 1985] Berg, J., "The Role of Surfactants", *Absorbency, Personel Products Company, New Jersey*, pp 173-176, 1985

[Blum, 1967] Blum, H., "A transformation for extracting new descriptors of shape", dans *Models perception of speech and visual form*, pp 362-380, 1967.

[Breiman et al., 1984] Breiman L., Friedman J., Olshen R., Stone C., "CART: Classification and Regression Trees", *Wadsworth International*, 1984

[Broje et Keller, 2007] Broje, V., et Keller, A.A., "Interfacial interactions between hydrocarbon liquids and solid surfaces used in mechanical oil spill recovery", *Journal of Colloid and Interface Science 305*, pp. 286–292, 2007

[Burgeni et Kapur, 1967] Burgeni, A.A., and Kapur, C., "Capillary Sorption Equilibria in Fiber Masses", *Textile Research Journal, 5*, pp 356-366, 1967

[Bullock et Murphy, 1980] Bullock, P., et Murphy, C.P., "Towards the quantification of soil structure", *Journal Microscopy, 120*, pp. 317–328, 1980

[Calabi et Harnett, 1968] Calabi, L. et Harnett, W.E., « Sahpe recognition, prairie fires, convex deficiences and skeletons », *American Mathematic Monthly*, 75, pp 335-342, 1968.

[Canny, 1986] Canny, J., "A computational approach to edge detection", *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, 6(6), pp 679-698, 1986

[Chalmond, 1999] Chalmond, B., « Éléments de modélisation pour analyse d'images », Springer, Mathématiques & Applications 33, chapitre 11, p 248, 1999

[Chassery, 1985] Chassery, J.M ., « Deux algorithmes orientés parallélisme: courbes de niveau et étiquetage », *5ème congrès RFIA, Grenoble*, pp.541-548, Nov 1985

[**Chatterjee, 1985]** Chatterjee, P. K., "Absorbency", Amsterdam: Elsevier, 1985

[Coster et Chermant, 1985] Coster, M., et Chermant, J. L., « Précis d'analyse d'image », *Press du CNRS,* 1985

[De Gennes et al., 2002] De Gennes, P-G., Brochard-Wyart, F., et Quere, D., « Capillarité et pesanteur », « Gouttes, bulles, perles et ondes », Editions Belin, pp. 38-68, 2002

[De Gennes et al., 2002][2] De Gennes, P-G., Brochard-Wyart, F., et Quere, D., « Capillarité et pesanteur », « Gouttes, bulles, perles et ondes », Editions Belin, pp. 112-114, 2002

[Deriche, 1987] Deriche, R., "Using canny's criteria to derive recursively implemented optimal edge detector", *Int. J. Computer Vision, 1(2)*, pp.167-187, 1987.

[Dimassi, 2003] Dimassi, M., « Optimisation de Mesures sur le Profilomètre Optique par les Techniques de Calculs Avancés », Travaux de master présenté en 2003, GEMTEX.

[Dimassi et al., 2008] Dimassi, M., Koehl, L., Zeng, X., Peruwelz, A., "Pore network modelling using image processing techniques: Application to the nonwoven material", *International Journal of Clothing Science and Technology 20(3)*, pp 137-149, 2008

[Donohue et Aranovich, 1998] Donohue, M.D., and Aranovich, G.L., "Absorption Hysteresis in Porous Solids", *Journal of Colloid and Interface Science, 205*, pp 121-130, 1998

[Dullien, 1992] Dullien, F.A.L., "Pourous Media: Fluid Transport and Pore structure", Academic Press, deuxième édition, 1992

[Dyba et Miller, 1969] Dyba, R. V. et Miller, B., "Evaluation of Wettability From Capillarity Rise Between Filaments", *Textile Res. J. 39*, pp 962-970, 1969

[Fisher et al, 1990] Fisher, J., Hinds, S., D'Amato, K., "A Rule-Based System for Document Image Segmentation", in proc. of the 10th Int'l Conf", *Pattern Recognition*, pp. 567-572, 1990

[Foster et Evans, 1971] Foster, R. H. et Evans, J. S., "Image analysis of clay fabric by Quantimet", *Soil use Manage, 1*, pp 70-72, 1971

[Gonzalez, 2003] Gonzalez, R.C., Woods, R.E., Eddins, S.L., "Digital Image Processing Using MATLAB", New Jersey, Prentice Hall, Chapter 11, 2003

[Hammersley et Handscomb, 1964] Hammersley, J. M. et Handscomb, D. C., "*Monte Carlo Methods"*, *Chapman and Hall, London & New York*, 1964.

[Hearle et Stevenson, 1963] Hearle, J.W.S and Stevenson, P.J., "Nonwoven Fabric Studies Part III: The Anisotropy of Nonwoven Fabrics", *Textile Research Journal*, 11, pp 877-888, 1963

[Hervé, 2000] Hervé, M., "La chaîne de l'acquisition d'images », Rapport technique, 0246, décembre 2000.

[Hirt et al., 1987] Hirt, D. G., Adams, K. L., Prud'Hommer, R. K., and Rebenfeld, L., "In-plane radial fluid flow characterization of fibrous materials", *Journal of Thermal Insulation, 10*, pp 153-172, 1987

[Hsieh, 1995] Hsieh, Y. L., "Liquid transport in fibrous assemblies", *Textile Research Journal, 65*, pp 299-307, 1995

[Jonguerius et al., 1972] Jonguerius, A., Schoonderbeek, D., Jager, A., and Kowalinsky. S., "Electro-optical soil porosity investigation by means of Quantimet-B equipment, *Geoderma, 7*, pp 177-198, 1972

[Irani et Anandan, 1999] Irani, M., et Anandan, P., "A unified approach to moving object detection in 2D and 3D scenes", *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence, 20(6),* pp 577–589, 1999.

[Itzykson et Drouffe, 1989] Itzykson, C., et Drouffe, J. M., « Théorie Statistique des Champs II », CNRS-Interéditions, 1989

[Joos et al., 1990] Joos,P., Remooretere, V., and Bracke, M., "The Kinetics of Wetting in a Capillary", *Journal of Colloid and Interface Science, 136*, pp 189-197, 1990

[Koehl et al., 1998] Koehl, L., Zeng, X., Ghenaim, A., Vasseur, C., "Extracting geometrical features from a continuous filament yarn by image processing techniques", *Journal Textile Inst.89, Part1, 1*, pp 106-116, 1998

[Koehl et al., 2003] Koehl, L., Vroman, P., Chen, T., and Zeng, X., "Selection of Relevant Nonwoven Strcutural Parameters by Integrating Measured Data and Human Knowledge", *Multiconf. Comput. Eng. Syst. Appl. (CESA2003)*, 9-11 July, 2003.

[Konrad, 2000] Konrad, J., "Handbook of Image and Video Processing", chapter Motion detection and estimation, *Academic Press*, pp 207–225, 2000.

[Labajos-Broncano et al., 1999][1] Labajos-Broncano, L., Gonzalez-Martin, M.L., Bruque, J.M., Gonzalez-Garcia, C.M., and Janczuk, B., "Note: Distance-Time measurements in Capillary Penetration: Choice of the Coordinate System", *Journal of Colloid and Interface Science, 211*, pp 175-177, 1999

[Labajos-Broncano et al., 1999][2] Labajos-Broncano, L., Gonzalez-Martin, M.L., Bruque, J.M., Gonzalez-Garcia, C.M., and Janczuk, B., "On the use of Washburn's Equation in the Analysis of weight-Time Measurements Obtained from the Imbibition Experiments", *Journal of Colloid and Interface Science, 219*, pp 275-281, 1999

[Laidler, 1993] Keith J. Laidler, *The World of Physical Chemistry*, Oxford University Press, Oxford, 1993

[Lee et al., 1994] Lee, T.-C, Kashyap, R. L et Chu, C.-N., "Building skeleton models via 3-D medial surface/axis thinning algorithms", *CVGIP: Graphical Models and Image Processing, 54(6),* pp 462-478, 1994

[Lindquist et al., 1996] Lindquist, W., Lee, S, M., Coker, D., Jones, K., Spanne, P., "Medial axis analysis of void structure in three dimensional tomographic images of porous media", *Journal of Geophysical Research, 101B,* pp 8297-8310, 1996

[Lindquist et Venkatarangan, 1999] Lindquist, W. B., et Venkatarangan, A., "Pore and throat size distributions measured from synchrotron X-ray tomographic images of

Fontainebleau sandstones", Rapport technique SUSB-AMS-99-13, Dept. Applied Math & Stats., SUNY- Stone Brook, 1999

[Lindquist et Venkatarangan, 1999] Lindquist, W. B., et Venkatarangan, A., "Investigating 3D geometry of porous media from high resolution images", *Physics and Chemistry of the Earth, Part A: Solid Earth and Geodesy, 24(7)*, pp 593-599, 1999.

[Lucas, 1918] Lucas, R., "Rate of Capillary Ascension of Liquids", *Kolloid Z.*, 23, pp 15-22, 1918

[Lucáš et al., 2006] Lucáš, D., Chaloupek, J., Kost'àkovà, E., Pan, N., Martinková, I., "Morphological transitions of capillary rise in a bundle of two and three solid parallel cylinders", *Physica A 371*, pp 226–248, 2006

[Lukas et al., 1997] Lukas, D., Glazirina, D. E., et Pan, N., "Computer simulation of liquid wetting dynamics in fiber structures using the Ising model", *Journal of the Textile Institute88 2*, pp 149-161, 1997

[Lukas et al., 2004] Lukas, D., Soukupova, V., Pan, N., Parikh, D.V., "Computer Simulation of 3-D Liquid Transport in Fibrous Materials", *Simulation, 80(11),* pp 547- 557, 2004

[Manna et al., 1992] Manna, S. S., Herrmann, H. J., and Landau, D. P., "A stochastic method to determine the shape of a drop on a wall", *Statistical Physics, 66*, pp 1155-1163, 1992

[Marmur, 1992] Marmur, A., "Penetration and Displacement in Capillary Systems", Modern Approaches to Wettability, *Plenum Press, New York*, pp 327-356, 1992

[McBratney et Moran, 1990] McBratney, A.B., et Moran, C.J., "A Rapid Method of Analysis for Soil Macropore Structure Soil: II. Stereological Model, Statistical Analysis, and Interpretation", Soil Sci. Soc. Am. J., 54, pp 509-515, 1990

[Miller et al., 1967] Miller, B., Coe, A. B. et Ramachandran, P. N., "Liquide Rise Between Filaments in a V-Configuration", Textile Research Journal, pp 919-921, 1967

[Mitiche et Bouthemy, 1996] Mitiche, A., and Bouthemy, P., "Computation and analysis of image motion: A synopsis of current problems and methods". *International Journal of Computer Vision*, 19(1), pp 29–55, 1996

[Murphy et al., 1977][1] Murphy, C.P., Bullock, P. and Turner, R.H., "The measurement and characterisation of voids in soil thin sections by image analysis", Part 1: Principles and techniques. *Journal Soil Science*, 28, pp. 498–508, 1977

[Murphy et al., 1977][2] Murphy, C.P., Bullock, P. and Turner, R.H., "The measurement and characterisation of voids in soil thin sections by image analysis", Part 1: Application. *Journal Soil Science*, 28, pp. 509–518, 1977

[Nardin, 2007] M. Nardin "*Powders and Fibers: Interfacial Science and Applications"*, *CRC Press Taylor & Francis Group New York*, pp. 349-387, 2007

[Nelson, 1991] Nelson, R. C., "Qualitative detection of motion by a moving observer", *International Journal of Computer Vision, 7(1)*, pp 33–46, 1991

[Oh et Lindquist, 1999] Oh, W., et Lindquist, W., "Image thresholding by indicator kriging", *IEEE Trans. Pattern Anal. Machine Intell, 21,* pp 590-602, 1999

[Otsu, 1979] Otsu, N., "A threshold selection method from greylevel histogram", *IEEE trans system, man and cybernetics, vol 9,* pp. 62-66, 1979.

[Perona et Malik, 1990] Perona, P., et Malik, J., « Scale-space and edge detection using anisotropic diffusion ». *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, 12(7), pp 629-639, 1990

[Perwuelz et al., 2006] Perwuelz, A., Vroman, P., Lewandowski, M., et Zhang, Y., « *Etude expérimentale de la diffusion de liquides dans des structures textiles* », *Congrès Matériaux 2006*, Dijon, 13 au 17/11/2006

[Pezron et al., 1995] Pezron, I., Bourgain, G., and Quere, D., "Imbibition of a Fabric", *Journal of Colloid and Interface Science, 173,* pp 319-327, 1995

[Pillai et Advani, 1996] Pillai, K. M., and Advani, S. G., "Wicking across a fiber-bank", *Journal of Colloid and Interface Science, 183*, pp 100-110, 1996

[Pothuaud et al., 2000] Pothuaud, L., Orion, P., Lespessailles, E., Benhamou, C. L., and Levitz P., "A new method for threedimensional skeleton graph analysis of porous media: application to trabecular bone microarchitecture". *Journal of microscopy, 199(2)*, pp 149-161, 2000

[Pourdeyhimi et al., 1996] Pourdeyhimi, B. and Ramanathan, R., "Measuring Fiber Orientation in Nonwovens Part II: Direct Tracking", *Textile Research Journal, 12*, pp 747-753, 1996

[Pourdeyhimi et al., 1997] Pourdeyhimi, B., Dent, R., and Davis, H., "Measuring Fiber Orientation in nonwovens Part III: Fourier Transform", *Textile Research Journal*, 2, pp 143-151, 1997

[Pourdeyhimi et al., 1998] Pourdeyhimi,B. Reply to "Comments on Measuring Fiber Orientation in Nonwovens", *Textile Research Journal, 4*, pp 307-308, 1998

[Pourdeyhimi et al., 1999] Pourdeyhimi, B., Dent, R., Jerbi, A., tanaka, S., and Deshpande, A., "Measuring Fiber Orientation in Nonwovens Part V: Real Webs", *Textile research Journal, 3*, pp 185-192, 1999

[Princen, 1969][1] Princen, H.M, "Capillary Phenomena in assemblies of Parallel Cylinders: Capillary Rise between Two Cylinders", *J. Colloid Interface Sci. 30*, pp 69-75, 1969

[Princen, 1969][2] Princen, H.M, "Capillary Phenomena in Assemblies of parallel Cylinders: II. Capillary Rise in Systems with More Than Two Cylinders", *J. Colloid Interface Sci. 30*, 359-371, 1969

[Princen, 1970][1] Princen, H.M, "Capillary Phenomena in Assemblies of Parallel Cylinders: III. Liquid Columns between Horizontal Parallel Cylinders", *J. Colloid Interface Sci. 34*, pp 171-184, 1970

[Princen, 1970][2] Princen, H. M., "Contact Angles from Capillary Rise Between Filaments in a V-Configuration", pp 1069-1072, 1970

[Ramanathan, 1994] Ramanathan, Ravi, "The Measurement of Fiber Orientation in Nonwovens", Rapport de thèse, Université de Maryland, 1994

[Radke et al, 2005] Radke, R. J., Andra, S., Al-Kofahi, O., et Roysam, B., "Image change detection algorithms: a systematic survey", *IEEE Transactions on Image Processing*, *14(3)*, pp 294–307, March 2005

[Ringrose-Voase et Bullock, 1984] Ringrose-Voase, A.J., and Bullock, P., "The automatic recognition and measurement of soil pore type by image analysis and computer programs", *Journal of Soil Science*, *35*, pp 673-684, 1984

[Rosenfeld, 1982] Rosenfeld, A., "*Digital Picture Processing"*, Academic Press, 1982

[Rosenfeld et Pfaltz, 1966] Rosenfeld, A., Pfaltz, J.L., "Sequential operations in digital picture processing", *Journal of ACM*, 13(4), pp.471-494, 1966

[Rosin, 2002] Rosin, P.L., "Thresholding for change detection", *Computer Vision and Image Understanding, 86* , pp 79–95, 2002

[Schoeller, 1955] Schoeller H., « Hydrogéologie ». *Ecole Nat. Sup. Pétrole, Technip, Paris, 2*, pp 443, 1955

[Sauvola et al., 1997] Sauvola, J., Seppänen, T., Haapakoski, S., et Pietikäinen, M., « Adaptive Document Binarization ». *In International Conference on Document Analysis and Recognition*, 1, pp 147–152, 1997

[Serra , 1982] Serra, J., "Image Analysis and Mathematical Morphology", *Academic Press*, 1, Londres, 1982

[Serra, 1988] Serra, J., "Image Analysis and Mathematical Morphology: Theoretical Advances", Academic Press, 2, Londres, 1988

[Siebold, 2000] Siebold, A., Nardin, M., Schultz, J., Walliser, A., Oppliger, M., « Effect of dynamic contact angle on capillary rise phenomena ». *Colloids and Surfaces:Physicochemical and Engineering Aspects*, 161, pp 81–87, 2000

[Thiel, 1994] Thiel, E., « Les distances de chanfrein en analyse en analyse d'images : fondements et applications », *Thèse de doctorat, Université Joseph Fourrier - Grenoble 1*, 1994

[Torre and Poggio, 1986] Torre, V. and Poggio, T., "On edge detection". *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, 8(2), pp 147-163, 1986

[Washburn, 1921] Washburn, E.W., "Dynamics of Capillary Flow", *The Physical Review*, *14*, pp 273-283, 1921

[Wu et al., 2005] Wu, Q.-Z., Chen, H.-Y., et Jeng, B.-S., "Motion detection via change-point detection for cumulative histograms of ratio images", *Pattern Recognition Letters, 26*, pp 555–563, 2005

[Young, 1805] Young, T., "An Essay on the Cohesion of Fluids", *Transactions of the Royal Society of London 95*, pp. 65-87, 1805

[Yuan, 1991] Yuan, L,-P., "Fast algorithm for size analysis of irregular pore areas", Nonlinear Image Processing II, Edward R. Dougherty, Gonzalo R. Arce, Charles G. Boncelet, Jr., Editors, *Proceedings of SPIE , 1451*, pp 125-136, 1991

[Zeng et al., 2000] Zeng, X., Vasseur, C., et Fayala, F., "Modeling microgeometric structures of porous media with a predominant axis for predicting diffusive flow in capillaries", *Applied Mathematical Modeling, 24(12)*, pp. 969-986, 2000

[Zhong et al., 2002] Zhong, W., Ding, X. and Tang, Z. L., "Analysis of fluid flow through fibrous structures". *Textile Research Journal, 72*, pp 751-755, 2002

[Zhong et al., 2001] Zhong, W., Ding, X. and Tang, Z. L., "Modeling and analyzing liquid wetting in fibrous assemblies", *Textile Research Journal, 71*, pp 762-766, 2001

[Zhu et al., 2006] Zhu, L., Perwuelz, A., Lewandowski, M., et Campagne, C., "Wetting Behavior of Thermal Bonded Polyester Nonwoven Fabrics: Importance of Porosity", *Journal of Applied Polymer Science 102 (1-5)*, pp 387-394, 2006

[Zhu et al., 2008] Zhu, L., Perwuelz, A., Lewandowski,M., et Campagne, C., "Static and Dynamic Aspects of Liquid Capillary Flow in Thermally Bonded Polyester Nonwoven Fabrics", *Journal of Adhesion Science and Technology 22*, pp 745–760, 2008

Référence Web

[Web1] http://www.bon-nontisse.org/

[Web2] www.inda.org

[Web3] François Denis, Rémi Gilleron, « APPRENTISSAGE À PARTIR D'EXEMPLES » Notes de cours, http://www.grappa.univ-lille3.fr/polys/apprentissage/