**Remerciements**

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué au bon déroulement de mon alternance au sein de l’IFP Énergies nouvelles.

Tout d’abord, un grand merci à Tivadar CESRI, chef de mon département, ainsi qu’à Virgile ROUCHON et Maxime MOREAUD, mes encadrants tout au long de cette expérience. Leur confiance, manifestée dès le début de mon alternance, a été un véritable moteur de motivation.

J’aimerais adresser une mention toute particulière à Virgile ROUCHON, mon tuteur durant cette année. Son encadrement bienveillant et sa confiance ont été essentiels pour me permettre de m’immerger pleinement dans cette aventure professionnelle. Je suis reconnaissant pour ses précieux conseils, sa patience, et la manière pédagogique dont il a partagé ses connaissances avec moi. Son accueil chaleureux a grandement facilité mon intégration.

Je suis également très reconnaissant envers l’ensemble de l’équipe de la Direction Physique et Analyse, pour leur accueil, leur collaboration et le partage de leurs connaissances, qui ont largement enrichi mon expérience.

Je remercie aussi Mohamad El Amine BECHAR, mon tuteur académique à l’ISEN, pour son suivi régulier et ses conseils avisés tout au long de cette dernière année.

Mes remerciements s’adressent également au corps professoral et administratif de l’ISEN, pour la qualité de l’enseignement reçu tout au long de mon parcours académique, ainsi que pour leur soutien constant.

Enfin, je souhaite exprimer ma gratitude à ma famille et à mes amis pour leur soutien indéfectible, leurs encouragements et leur aide précieuse tout au long de cette aventure.

**Introduction**

Il n’y a pas 5 ans, seuls quelques laboratoires actifs dans les sciences de l’informatique connaissaient l’intelligence artificielle (IA), puis une « explosion » a eu lieu. Des exemples frappants du succès des concepts associés ont créé une traînée de poudre et tous les domaines des sciences dures (physique, chimie, géologie, mais aussi sciences du vivant et même des sciences humaines malgré l’origine mathématique des concepts en jeu) ont réalisé les perspectives géantes qui s’ouvraient et ont entraîné d’autres mondes, comme la sociologie, grande consommatrice de statistiques, l’économie, les industriels, etc., à s’en rapprocher.

Essayons-nous à quelques considérations sur la technique en réalisant que ce que font presque toujours les scientifiques et d’ailleurs chaque individu dans son champ, c’est de procéder par imitation. Le nœud de l’activité humaine, c’est l’apprentissage à un point qu’on ne réalise peut être pas suffisamment. On le sait pour l’éducation du jeune enfant, on le sait pour l’élève qui est confronté aux règles de base, ou encore pour l’étudiant qui apprend un métier. On ne se l’avoue pas assez pour le professionnel, en particulier quand son métier est proche de l’invention (le chercheur) ; pourtant tout le monde commence sa réflexion en fouillant sa mémoire, son expérience ou celle de ses contemporains, puis en étudiant son contenu et en l’adaptant à son exigence personnelle du moment. Sans référence explicite à la science des données, on voit que chacun travaille avec une base de données, une base qu’il trouve dans sa mémoire et qu’il améliore en travaillant et en utilisant les techniques numériques. Tout est dit : cette phase de son activité intellectuelle est confiée d’abord partiellement puis de plus en plus complètement à l’outil informatique. Ce sont les prémices de l’intelligence artificielle ! Pour synthétiser telle molécule possédant telle propriété physique ou chimique, un bon chimiste aura une dizaine d’exemples rendus disponibles par son passé professionnel, un très bon chimiste en aura une centaine, une équipe de cribleurs comme on en trouve dans les entreprises pharmaceutiques va monter à un (ou quelques milliers) mais… s’il en faut quelques centaines de milliers ou quelques millions… il faut changer de monde… On atterrit alors dans celui de l’IA. Les techniques d’apprentissage automatique existent et se perfectionnent, et en même temps s’associent à des techniques d’auto-contrôle de cohérence, nombreux, évolutifs et complexes. Le résultat en est que ces méthodes informatiques (ces algorithmes) sont mises à la portée des non-spécialistes, qui peuvent être chimistes, biologistes, journalistes ou médecins, ou etc. Après le côté conception de l’IA, voici son côté épreuve de son utilité réelle, qui semble convaincre de plus en plus les utilisateurs.

Ce basculement vers l’intelligence artificielle trouve une illustration particulièrement marquante dans le domaine de la chimie ; loin de remplacer l’expérimentation, l’IA accélère la recherche en chimie. Grâce aux algorithmes d’apprentissage automatique, les chercheurs peuvent explorer des espaces chimiques immenses, prédire les propriétés des composés et automatiser des tâches complexes autrefois longues et coûteuses.

Un exemple concret de cette avancée en chimie concerne l’analyse d’image. L'analyse d'image traditionnelle repose sur des règles prédéfinies, comme le seuillage simple, pour extraire des informations à partir d'images. Par exemple, l'utilisation d'un seuil fixe déterminé pour segmenter des images à partir de l'intensité de pixels. Cependant, ces méthodes basées sur des règles peuvent s'avérer peu fiables lorsque des images s'écartent des conditions idéales, conduisant à des résultats non reproductibles. L'analyse basée sur l'IA va quant à elle au-delà des règles spécifiques. En effet, les systèmes d'IA apprennent des modèles cachés à partir d'ensembles de données variés. Ce principe permet de les généraliser et de conserver leur niveau de fiabilité, même lorsque les conditions d'imagerie changent. Les résultats sont donc plus fiables et modulables.

En microscopie, l'analyse d'image basée sur l'IA utilise l'intelligence artificielle, qui englobe l'apprentissage automatique et l'apprentissage profond, pour améliorer l'analyse des images obtenues au microscope. Dans ce but, des algorithmes sont programmés pour reconnaître des modèles et des structures, pour offrir une meilleure précision et augmenter l'efficacité de certaines tâches comme la détection de l'échantillon, la segmentation de l'image, la réduction du bruit, la classification des objets et la reconstruction 3D. Ces technologies automatisent les tâches manuelles courantes, laissant plus de temps aux chercheurs pour concevoir davantage d'expériences et innover à un rythme plus soutenu.

Dans ce contexte en pleine évolution technologique, l’alternance s’est déroulée au sein de l’entreprise IFP Énergies nouvelles. Faisant partie de la Direction Physique et Analyses, plus précisément dans le département Caractérisation des Matériaux, les projets avaient pour objectif le développement de modèles d’intelligence artificielle appliqués aux données de microscopie pour étudier les matériaux. L’alternance s’est articulée autour de quatre projets principaux. Dans un premier temps, l’objectif était de développer un modèle de segmentation d'instance permettant la détection des éléments de platine présents dans les images issues du microscope électronique à transmission à balayage en champ sombre annulaire à grand angle. Dans un second temps, le but était de concevoir un modèle capable d’identifier les phases actives catalytiques sous forme de feuillets déposés sur un support de catalyseur de type alumine. Ensuite, l’objectif du troisième projet était de développer un système de détection automatique des pics dans les données de chromatographie en phase gazeuse, et de pouvoir ensuite attribuer à chaque pic le nom du composé correspondant. Enfin, la finalité du quatrième projet était, d’une part, de développer un modèle de segmentation capable de détecter trois classes différentes dans les images à faible grandissement (les zones denses, les zones creuses et les zones intermédiaires), et, d’autre part, de concevoir un modèle capable de détecter des cristaux dans les images à fort grandissement. Il s’agissait ensuite, à partir des différents paramètres et statistiques extraits par ces deux modèles, d’utiliser un modèle de génération 3D booléen pour produire une microstructure 3D reflétant les différentes hétérogénéités des matériaux.

Ce rapport est structuré en quatre parties : la première est consacrée à la présentation de l’entreprise, aborde également la demande initiale de l’alternance et examine l’état de l’égalité femmes-hommes au sein de l’entreprise ; la deuxième présente le contexte et les enjeux du projet ; la troisième détaille la méthodologie et les travaux réalisés ; et la quatrième conclut le rapport en résumant le travail réalisé durant cette année d’alternance. Cette section met en lumière les accomplissements, les défis rencontrés, les résultats obtenus, ainsi que les perspectives futures.

**Contexte**

**Présentation de l’entreprise**

IFP Energies nouvelles est un acteur majeur de la recherche et de la formation dans les domaines de l’énergie, du transport et de l’environnement. Depuis les concepts scientifiques en recherche fondamentale jusqu’aux solutions technologiques en recherche appliquée, l’innovation est au cœur de son action, articulée autour de quatre orientations stratégiques : climat, environnement et économie circulaire ; énergies renouvelables ; mobilité durable ; hydrocarbures responsables.

Dans le cadre de la mission d’intérêt général confiée par les pouvoirs publics, IFPEN concentre ses efforts sur l’apport de solutions aux défis sociétaux et industriels de l’énergie et du climat, au service de la transition écologique. Partie intégrante d’IFPEN, IFP School, son école d’ingénieurs, prépare les générations futures à relever ces défis.

UNE RECHERCHE CENTRÉE SUR L'INNOVATION

Les programmes de R&I d'IFPEN ont pour objectif de lever des verrous scientifiques et technologiques afin de déboucher sur des innovations valorisables par l'industrie.

Face à une large gamme de questionnements scientifiques ouverts, la recherche fondamentale d’IFPEN vise à produire un socle transverse de connaissances nouvelles, de concepts et méthodologies, support au développement des innovations de demain.

Les projets sont souvent menés dans un cadre collaboratif avec des partenaires académiques et industriels.

Les chercheurs d’IFPEN apportent régulièrement leur expertise scientifique aux pouvoirs publics, afin de leur fournir des éléments d’éclairage utiles à la décision. Engagé dans de nombreux projets, plateformes technologiques et réseaux dans le cadre d’Horizon Europe, IFPEN contribue également à faire émerger une vision européenne de la recherche dans les domaines de la mobilité et de l’énergie.

Les programmes de recherche appliquée sont structurés autour des quatre orientations stratégiques :

• climat, environnement et économie circulaire : réduire l’impact des activités humaines et industrielles sur le climat et l’environnement,

• énergies renouvelables : produire, à partir de sources renouvelables, de l’énergie, des carburants et des intermédiaires chimiques ;

• mobilité durable : développer des solutions pour des transports efficients et à faible impact environnemental ;

• hydrocarbures responsables : répondre à la demande en énergie et en produits chimiques de manière plus respectueuse de l’environnement.

Le financement d’IFPEN est assuré à la fois par le budget de l'État et par des ressources propres provenant de partenaires industriels.

LA CRÉATION DE VALEUR

IFPEN contribue à la création de richesse et d’emplois, en soutenant la compétitivité des acteurs industriels et en favorisant le développement économique des filières liées aux secteurs de la mobilité, de l’énergie et des éco-industries. Le modèle d’IFPEN repose sur la valorisation industrielle des technologies développées par ses chercheurs. La mise sur le marché des innovations se fait au travers de partenariats étroits avec des industriels et via les filiales de son groupe. Sur des marchés émergents ou matures, IFPEN crée ainsi des sociétés ou prend des participations dans des entreprises prometteuses. Par ailleurs, IFPEN accompagne le développement de start-up et PME dans le cadre d'accords de collaboration leur permettant de bénéficier de son savoir-faire technique et juridique.

LA FORMATION, VECTEUR DE COMPÉTITIVITÉ

Dans le contexte de la transition énergétique, IFP School forme des talents pour relever les défis techniques, économiques et environnementaux, tout en accompagnant les industriels dans leurs besoins en personnel hautement qualifié. Rayonnant à l’international, IFP School propose à de jeunes diplômés des formations de niveau Master pour les métiers d’aujourd’hui et de demain dans les domaines de l'énergie, de l'automobile et de l'environnement. Elle diplôme ainsi tous les ans plus de 500 étudiants issus du monde entier.

**Description du travail existant**

Plusieurs travaux avaient déjà été menés au sein d’IFPEN. En ce qui concerne la détection des éléments de platine présents dans les images issues du microscope électronique à transmission à balayage en champ sombre annulaire à grand angle, le travail réalisé à IFPEN reposait sur une méthode de segmentation en niveaux de gris, appliquée exclusivement sur des zones d’épaisseur de support inférieure à une valeur systématique fixée arbitrairement. Dans ces zones, un premier filtre permettait d’éliminer le bruit, puis un second filtre servait à s’affranchir des hétérogénéités de niveaux de gris à grande longueur d’onde résultant du support. La segmentation finale était ensuite effectuée sur ces images doublement filtrées, ce qui permettait d’extraire les pixels représentatifs de la phase active. Plusieurs actions de nettoyage étaient également mises en œuvre afin de supprimer les objets issus du bruit présent dans l’image, ainsi que ceux situés au contact des bordures. C’est d’ailleurs de cette manière que l’équipe du département Caractérisation des matériaux a pu constituer une base de données annotée, qui a été utilisée durant mon alternance pour l’entraînement de modèles d’apprentissage supervisé.

Concernant l’identification des phases actives catalytiques sous forme de feuillets déposés sur un support de catalyseur de type alumine, un modèle U-Net avait été entraîné pour réaliser une segmentation sémantique permettant de détecter les feuillets. Les images résultantes des inférences de ce modèle ont servi à collecter une base de données d’apprentissage exploitée pendant mon alternance. Pour ce projet également, d’autres approches ont été explorées, notamment une méthode sans segmentation, en travaillant localement dans le domaine fréquentiel : dans l’espace de Fourier, les paquets de feuillets forment des pics caractéristiques dont la forme peut fournir des informations sur l’homogénéité de l’orientation et de l’espacement entre feuillets.

Enfin, concernant la génération de microstructures 3D, un modèle booléen prenant plusieurs paramètres en entrée avait déjà été développé au sein d’IFPEN.

**Description de la demande initiale de l’alternance**

La demande initiale de mon alternance portait sur l’exploitation des méthodes d’intelligence artificielle appliquées à la simulation et au traitement d’images, dans le contexte spécifique de la microscopie appliquée aux matériaux pour l’énergie. L’objectif principal était de développer des outils basés sur des réseaux de neurones pour la reconnaissance d’objets dans des images microscopiques. Pour cela, plusieurs missions ont été définies : constituer des bases d’apprentissage à partir de données existantes, entraîner des réseaux de neurones, appliquer ces modèles à de nouvelles bases d’images, et formaliser des méthodologies adaptées à différents cas d’usage. L’alternance incluait également la prise en main d’outils logiciels de génération de microstructures, avec une contribution attendue à l’optimisation de structures mathématiques en lien avec des objets réels. Enfin, une part importante du travail consistait à proposer une méthode automatisée de génération de microstructures à partir des statistiques obtenues grâce à l’utilisation de modèles de segmentation et de détection d’objets appliqués sur des données externes.

**L’égalité femmes-hommes**

La diversité au sein des équipes d'IFPEN est une source de richesse et un élément clé de performance. Il s'agit non seulement de recruter et d'accompagner des personnes aux profils et parcours différents ou variés (âge, culture, origine, genre, handicap, diplômes etc.) mais aussi de tirer parti de ces différences, en faisant en sorte que toutes et tous puissent contribuer au succès de l'entreprise en y exprimant son potentiel.

Conformément à la loi du 5 septembre 2018 « Pour la liberté de choisir son avenir professionnel », IFPEN publie son index de l’égalité femmes-hommes qui, pour l’année 2024, est de 100/100. L’index se compose de cinq critères qui évaluent les inégalités salariales entre les femmes et les hommes : l’indicateur sur l’écart de rémunérations (40 points), l’écart de taux d’augmentation (20 points), l’écart de taux de promotion (15 points), le retour de congés maternité (15 points) et la représentation des femmes parmi les plus hautes rémunérations (10 points). Le score obtenu par IFPEN pour la sixième année consécutive témoigne de ses efforts continus en faveur de la réduction des inégalités entre les femmes et les hommes, mais également de sa capacité à structurer son organisation autour des enjeux associés.

En application de la loi « Rixain » du 24 décembre 2021 visant à accélérer l’égalité économique et professionnelle, IFPEN publie son écart de représentation entre les hommes et les femmes parmi les cadres dirigeants.

Pour l’année 2024, la répartition femmes-hommes parmi les cadres dirigeants est de 45 % de femmes et 55 % d’hommes.

Cette démarche, ainsi que les dispositions mises en place par IFPEN, sont également renforcées par un « Accord d’entreprise portant sur l’égalité professionnelle entre les femmes et les hommes ». IFPEN s'est ainsi fixé des priorités sur les domaines d’actions qui lui paraissent particulièrement importants sur le champ de l’égalité professionnelle. Les domaines d’action retenus portent sur la formation, le recrutement, l’évolution professionnelle et la gestion des carrières, ainsi que les comportements au sein de l’organisation.

**Gestion de projet**

**Cahier des charges**

**Contexte et définition du projet**

De nos jours, les entreprises collectent de plus en plus de grandes bases de données, notamment grâce à la montée en puissance des techniques d’acquisition automatisée et à la numérisation des processus. Cette accumulation de données, souvent riches et variées, représente une opportunité pour optimiser les activités, à condition de savoir les exploiter efficacement. Dans ce contexte, l’intégration de l’intelligence artificielle dans le traitement d’images microscopiques représente une avancée majeure, notamment pour la segmentation précise et fiable des éléments d’intérêt. Contrairement à l’analyse manuelle, souvent longue, fastidieuse et sujette à des biais cognitifs, les modèles d’apprentissage automatique permettent une détection plus homogène, rapide et reproductible. L’humain, par fatigue ou par habitude, tend naturellement à repérer les objets les plus grands ou les plus visibles, négligeant parfois des éléments plus discrets mais qui sont tout de même importants. À l’inverse, un modèle d’IA entraîné applique ses critères de manière constante, sans lassitude ni inattention, ce qui réduit les erreurs et garantit une analyse plus exhaustive. Une fois la segmentation réalisée, il devient possible de calculer automatiquement des statistiques sur ces objets, telles que leur nombre, leur taille, leur orientation ou leur répartition spatiale. Cela facilite grandement l’analyse quantitative, en garantissant une reproductibilité et un gain de temps conséquent, tout en réduisant les biais liés à l’analyse manuelle. Au sein d’IFPEN, je fais partie de la Direction Physique et Analyses, plus précisément dans le département Caractérisation des Matériaux. Mon alternance portait principalement sur l’exploitation des méthodes d’intelligence artificielle appliquées au traitement d’images, dans le contexte spécifique de la microscopie appliquée aux matériaux pour l’énergie. L’objectif principal était de développer des outils basés sur des réseaux de neurones pour la reconnaissance d’objets dans des images microscopiques.

**Objectif de l’alternance**

Mon alternance s’est articulée autour de quatre projets principaux. Dans un premier temps, l’objectif était d’utiliser une base de données annotée déjà existante pour entraîner un modèle de segmentation d'instance permettant la détection des éléments de platine présents dans les images issues du microscope électronique à transmission à balayage en champ sombre annulaire à grand angle, afin de pouvoir estimer la fréquence des objets selon leur taille ainsi que leur diamètre moyen.

Dans un second temps, le but était de concevoir un modèle capable d’identifier les phases actives catalytiques sous forme de feuillets déposés sur un support de catalyseur de type alumine, afin de pouvoir estimer le nombre de feuillets dans une image, le nombre de feuillets par empilement, ainsi que la longueur du plus grand feuillet dans chaque empilement.

Ensuite, l’objectif du troisième projet était de développer, à partir d'une base de données de signaux de chromatogramme, un système de détection automatique des pics dans les données de chromatographie en phase gazeuse (GC), et de pouvoir ensuite attribuer à chaque pic le nom du composé correspondant.

Enfin, la finalité du quatrième projet était, d’une part, de développer un modèle de segmentation capable de détecter trois classes différentes dans les images à faible grandissement (les zones denses, les zones creuses et les zones intermédiaires), et, d’autre part, de concevoir un modèle capable de détecter des cristaux dans les images à fort grandissement. Il s’agissait ensuite, à partir des différents paramètres et statistiques extraits par ces deux modèles, d’utiliser un modèle de génération 3D booléen pour produire une microstructure 3D reflétant les différentes hétérogénéités des matériaux.

**Périmètre du projet**

* Les bases de données annotées, pour certains projets, ont été constituées à travers des techniques de seuillage ou des inférences d’autres modèles, ce qui peut ne pas permettre de prendre en compte tous les objets ou les contours réels des objets.
* Pour certains projets, le nombre d’images disponibles pour l’entraînement des modèles d’IA était très limité.
* La présence de grandes variabilités, notamment dans le projet lié aux chromatogrammes, faisait qu’il fallait savoir gérer ces variabilités.
* La prise en main de codes et de modèles déjà développés, et non conçus soi-même, n’est pas toujours évidente.

**Description fonctionnelle du système de détection des éléments de platine**

**Fonctions principales (FP) :**

* Détection des éléments de platine : le système doit être capable de détecter automatiquement l’ensemble des éléments de platine présents dans des images issues du microscope électronique à transmission à balayage en champ sombre annulaire à grand angle.
* Estimation statistique : la fréquence des objets en fonction de leur taille et le diamètre moyen par classe d’objets.

**Fonction secondaire (FS) :**

* Affichage des résultats sur l’image originale : le système doit proposer une visualisation des inférences directement superposées sur l’image originale. Cela vise à permettre à l’utilisateur de vérifier la cohérence et la pertinence des détections faites par le modèle.

**Fonction d’estime (FE):**

* **Traitement rapide et en temps quasi réel :** Le système doit réaliser les inférences (détection + statistiques) dans un temps d’exécution court, garantissant une réponse immédiate et fluide aux utilisateurs.

Une image contenant texte, capture d’écran, Police, diagramme

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - Taxonomie pour le système de détection des éléments de platine

**Description fonctionnelle du système de détection phases actives catalytiques sous forme de feuillets déposés sur un support de catalyseur de type alumine**

**Fonctions principales (FP) :**

* Détection des feuillets : le système doit détecter automatiquement les feuillets présents dans les images microscopiques.
* Estimation statistique : le nombre total de feuillets, le nombre d’empilements, le nombre de feuillets par empilement ainsi que la longueur du plus grand feuillet dans chaque empilement.

**Fonction secondaire (FS) :**

* Affichage des résultats sur l’image originale : le système doit proposer une visualisation des inférences directement superposées sur l’image originale. Cela vise à permettre à l’utilisateur de vérifier la cohérence et la pertinence des détections faites par le modèle.

**Fonction d’estime (FE):**

* **Traitement rapide et en temps quasi réel :** Le système doit réaliser les inférences (détection + statistiques) dans un temps d’exécution court, garantissant une réponse immédiate et fluide aux utilisateurs.

Une image contenant texte, diagramme, capture d’écran, Police

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - Taxonomie pour le système de détection des feuillets

**Description fonctionnelle du système de détection automatique des pics dans les chromatogrammes GC**

**Fonctions principales (FP) :**

* Détection automatique des pics : le système doit identifier automatiquement tous les pics présents dans les signaux de chromatogrammes obtenus en phase gazeuse.
* Attribution des composés : Chaque pic détecté doit être associé au nom du composé chimique correspondant.

**Fonction secondaire (FS) :**

* Affichage des résultats : Le système doit afficher les pics détectés ainsi que les noms des composés associés pour chaque pic, directement sur les signaux chromatogrammes, afin que l’utilisateur puisse vérifier la cohérence des détections effectuées.

**Fonction d’estime (FE):**

* **Traitement rapide et en temps quasi réel :** Le système doit réaliser les inférences (détection des pics + attribution + visualisation) dans un temps d’exécution court, garantissant une réponse immédiate et fluide aux utilisateurs.

Une image contenant texte, capture d’écran, Police, diagramme

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - Taxonomie pour le système de détection des pics dans les chromatogrammes GC

**Description fonctionnelle du système de génération de microstructures 3D représentant l’hétérogénéité des matériaux**

**Fonctions principales (FP) :**

* Segmentation des images à faible grandissement : le système doit intégrer un modèle de segmentation permettant d’identifier automatiquement trois classes dans les images à faible grandissement : les zones denses, les zones creuses et les zones intermédiaires.
* Détection des cristaux dans les images à fort grandissement : le système doit permettre la détection des cristaux présents dans les images à fort grandissement.
* Génération de microstructures 3D : à partir des statistiques extraites des deux modèles de segmentation précédents, le système doit utiliser un modèle de génération 3D booléen pour créer une microstructure 3D représentative des hétérogénéités des matériaux.

**Fonction d’estime (FE):**

* **Traitement rapide et en temps quasi réel :** Le système doit réaliser les inférences (segmentation, détection, extraction de statistiques et génération 3D) dans un temps d’exécution court, garantissant une réponse immédiate et fluide aux utilisateurs.

Une image contenant texte, capture d’écran, Police, diagramme

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - Taxonomie pour le système de génération de microstructures 3D

**La planification du déroulement de l’alternance**

Au début de l’alternance, la première semaine a principalement servi à l’obtention des différents accès informatiques et administratifs nécessaires au sein de l’entreprise, ainsi qu’à une réunion de cadrage destinée à fixer les objectifs principaux pour l’année. Une fois ces étapes accomplies, le travail a pu réellement commencer. Le premier projet confié portait sur le développement d’un modèle de segmentation d'instance permettant la détection des éléments de platine présents dans les images issues du microscope électronique à transmission à balayage en champ sombre annulaire à grand angle (STEM HAADF). Une base de données annotée étant déjà disponible, les quatre semaines de travail effectives ont permis de développer le modèle, de lancer l'entraînement, d’ajuster les hyperparamètres pour optimiser les performances, puis de calculer les statistiques nécessaires demandées pour ce type d’analyse.

Par la suite, un second projet portant sur le développement d’un modèle capable d’identifier les phases actives catalytiques sous forme de feuillets déposés sur un support de catalyseur de type alumine a été entamé. Là encore, une base de données annotée était déjà prête. Les tâches à accomplir ont consisté à identifier les modèles adaptés, les entraîner, puis à extraire les différentes statistiques demandées. Ce projet a nécessité cinq semaines de travail effectives.

Avant le démarrage du troisième projet, une tâche intermédiaire a été confiée consistant à corriger quelques bugs dans un module de la plateforme « Plug im! ». Développée par IFPEN, cette plateforme libre accès propose des outils de traitement de signal, d’image et de données 3D, conçus pour répondre aux besoins de la recherche scientifique. La correction des anomalies a demandé une semaine de travail.

Le troisième projet concernait l’identification des pics dans les chromatogrammes en phase gazeuse et l’attribution des noms des composés chimiques associés à chaque pic. Ce projet a été mené en deux étapes : dans un premier temps, un modèle capable de détecter les pics dans les signaux a été développé. Toutefois, l’attribution des noms des composés n’a pas pu être finalisée immédiatement en raison de l’indisponibilité de certaines données, le responsable étant en congé. La décision a été prise de suspendre temporairement ce projet afin d’avancer sur un autre.

Enfin, le développement d’un système de génération de microstructures 3D reflétant les différentes hétérogénéités des matériaux a été entrepris. Ce projet nécessitait d’annoter l’ensemble des données, puis de développer deux modèles de segmentation : l’un pour les images à faible grandissement afin de détecter trois classes de zones (denses, creuses, intermédiaires), et l’autre pour les images à fort grandissement afin de détecter les cristaux. Le développement de chaque modèle a pris environ quatre semaines. Ensuite, à partir des paramètres et statistiques extraits, un modèle de génération 3D booléen a permis de produire les microstructures 3D. Ce travail a occupé les sept dernières semaines de l’alternance. En même temps, le rapport a commencé à être rédigé, accompagné de la préparation à la soutenance fixée fin septembre.

Une image contenant texte, capture d’écran, Police, Rectangle

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.Figure - Diagramme de Pert

**Système de détection des éléments de platine présents dans les images STEM-HAADF**

**La microscopie électronique en transmission à balayage**

La microscopie électronique en transmission à balayage (STEM) est une technique d’imagerie avancée utilisée pour visualiser la structure et la composition des matériaux à des échelles de longueur nanométriques jusqu’à subatomiques. Elle fournit des images à haute résolution et des données spectroscopiques en balayant un faisceau d’électrons focalisé à travers un échantillon très mince et en collectant divers signaux en parallèle. Les signaux les plus couramment acquis en STEM sont les images en champ clair (BF), en champ sombre annulaire (ADF), et en champ sombre annulaire à grand angle (HAADF). La technique est couramment associée à la spectroscopie dispersive en énergie des rayons X (EDS) et à la spectroscopie de perte d’énergie des électrons (EELS) pour fournir des cartes spectrales corrélées de la composition élémentaire et de la structure électronique.

Une image contenant texte, capture d’écran, diagramme, ligne

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - Schéma du montage du détecteur STEM [1].

Champ clair (BF) : Le détecteur BF est placé sur l’axe et collecte les électrons contribuant au disque central dans le motif CBED. Un angle d’acceptation typique pour le détecteur BF est la moitié de α. Les images BF-STEM sont analogues aux images en contraste de phase en TEM et peuvent fournir des informations à haute résolution avec un contraste amélioré des éléments légers.

Champ sombre annulaire (ADF) : Les images ADF sont acquises à l’aide d’un détecteur en forme d’anneau qui entoure le détecteur BF de sorte qu’une grande partie des électrons diffractés de Bragg soit collectée. Ces images sont complémentaires aux images BF-STEM en termes de contraste. Comparées aux images DF-TEM, qui utilisent un diaphragme objectif pour n’inclure qu’un seul faisceau diffracté dans les électrons constituant une image, l’imagerie ADF-STEM fournit une efficacité de collecte de signal améliorée. Le détecteur annulaire permet également de collecter le faisceau transmis central dans un détecteur de spectroscopie de perte d’énergie des électrons (EELS).

Champ sombre annulaire à grand angle (HAADF) : L’imagerie HAADF est similaire à l’imagerie ADF sauf que seuls les électrons diffusés à très grand angle sont inclus. En conséquence, le signal est dominé par les électrons diffusés de manière incohérente (Rutherford), issus des interactions entre les électrons incidents et les noyaux des atomes dans l’échantillon. Ainsi, le contraste des images HAADF est sensible au numéro atomique et peut être utilisé pour générer des images à résolution atomique où les atomes lourds apparaissent les plus brillants. Un inconvénient de l’imagerie HAADF est que le contraste dépend de Z², où Z est le numéro atomique. Par exemple, dans les oxydes métalliques, seuls les cations métalliques sont visibles et les colonnes d’oxygène ne sont généralement pas visibles.

Une image contenant capture d’écran, film radiographique, Imagerie médicale, radiologie

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - Images de catalyseur Pt/Al2O3 en mode STEM-BF (a), et en mode STEM-HAADF (b)

Les électrons transmis aux petits angles, vont donner des images en champ clair, ou Bright Field (BF). Comme le montre la Figure II-2.a, ces images STEM-BF permettent de distinguer les plaquettes d’alumine, mais il est difficile de connaître leur orientation ou de distinguer les différentes faces. La détermination de la position des particules métalliques en devient plus aléatoire. La mesure des électrons diffusés aux grands angles permet d’obtenir les images en champ sombre (Figure II-2.b). Ce mode d’acquisition, appelé STEM-HAADF pour High Angle Annular dark field, offre un contraste chimique et permet donc de visualiser les particules métalliques. Celles-ci apparaissant plus claires que l’alumine.[2]

**Segmentation d’images**

La segmentation est une tâche majeure en traitement du signal. Elle consiste à partitionner les pixels de l’image en fonction de critères prédéfinis. L’objectif étant de pouvoir identifier les zones ou régions occupées respectivement par un ou différents objets présents dans une image, ou bien d’en extraire le fond. La segmentation peut être aussi considérée comme une tâche de classification à part entière où chaque pixel de l’image doit être classifié. S’il n’y a que deux classes, alors on parle de binarisation ou encore de segmentation sémantique. L’image binaire ainsi obtenue est appelée masque. Par opposition, on peut aussi vouloir attribuer à chaque objet de l’image son propre masque (voir figure 5) ce qui revient à attribuer un code (typiquement une couleur arbitraire) à chaque objet, on parle alors de segmentation par instance.

Une image contenant plein air, chaussures, habits, ciel

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - La segmentation d’instances

**Detectron2**

Detectron2 est un projet open-source de Facebook AI Research (FAIR) et représente la deuxième version de la bibliothèque Detectron. Contrairement à son prédécesseur, Detectron2 est écrit en PyTorch, l’une des bibliothèques d’apprentissage profond les plus populaires. Cette tran sition offre aux développeurs et aux chercheurs une plus grande flexibilité, une plus grande extensibilité et une plus grande facilité d’utilisation.

Principales caractéristiques du Detectron2

* Conception modulaire et flexible : Detectron2 a été conçu dans un esprit de modularité. Cela permet aux chercheurs et aux développeurs d’ajouter facilement de nouveaux composants ou de modifier les composants existants sans trop de difficultés.
* Un Model zoo étendu : Il est livré avec une pléthore de modèles pré-entraînés. Que vous cherchiez à mettre en œuvre une segmentation d’instance, une segmentation panoptique ou une simple détection d’objet, Detectron2 dispose d’un modèle pré-entraîné.
* Implémentation native de PyTorch : Contrairement à son prédécesseur, qui était construit sur Caffe2, Detectron2 exploite les capacités de PyTorch, ce qui le rend beaucoup plus facile à utiliser et à intégrer avec d’autres outils basés sur PyTorch.
* Utilitaires de formation et d’évaluation : Detectron2 fournit des fonctionnalités prêtes à l’emploi qui rationalisent le processus d’entraînement, d’évaluation et de mise au point des modèles.

Architecture du Detectron2

À l’origine, Detectron2 a été entraîné à l’aide d’images contenant des objets de la vie quotidienne, et non pas des formes abstraites. Cependant, Detectron2 permet l’apprentissage par transfert, c’est-à-dire l’entraînement rapide d’un modèle de détection d’objets à l’aide d’un ensemble de données personnalisé provenant d’un domaine différent. Detectron2 est un cadre qui comprend des implémentations de haute qualité d’algorithmes de détection d’objets de pointe tels que Faster R-CNN, Mask R-CNN, RetinaNet et DensePose. Si l’on prend l’exemple de Base R-CNN avec Réseau Pyramidal de Caractéristiques (FPN), l’architecture de Detectron2 se compose principalement de trois parties : le « backbone », le Réseau de Proposition de Région (RPN) et la tête de la Région d’Intérêt (ROI), comme le montre la figure 6.

Une image contenant texte, capture d’écran, diagramme, Rectangle

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - Méta-architecture RCNN généralisée

Le « backbone » prend une image en entrée et produit des cartes de caractéristiques en faisant passer l’entrée par un réseau neuronal, souvent composé de couches convolutives. Voici quelques-uns des différents « backbone » de type ResNet : ResNet50, ResNet101 et ResNeXt. Un réseau ResNet50 se compose de 50 couches au total, dont deux à la tête ou « tige » du réseau, puis quatre étages composés respectivement de 3, 4, 6 et 3 couches convolutives. Chaque étage comprend un saut de connexion. Un réseau ResNet101 est similaire à une configuration ResNet50, mais chaque étage est constitué respectivement de 3, 4, 23 et 3 couches convolutives. Les couches suivantes subissent une opération de mise en commun qui réduit la résolution d’entrée. Les couches ResNeXt fonctionnent de manière similaire aux couches ResNet, mais incluent des convolutions groupées qui ajoutent un ensemble parallèle supplémentaire de trans formations. Les étapes d’un ResNet produisent des cartes de caractéristiques, représentant des aspects de l’image de plus haut niveau, tels que les bords et les coins. Si l’on peut se contenter de prendre la carte de caractéristiques produite par la dernière couche du « backbone », cela peut poser un problème pour la détection d’objets à différentes échelles. Cela motive l’extraction de caractéristiques à différentes tailles d’échelle. Le FPN a connu un grand succès dans les benchmarks de détection d’objets, il permet à chaque carte de caractéristiques extraite par un étage ResNet de partager des informations avec d’autres cartes de caractéristiques de différentes échelles avant de passer finalement au RPN. Après l’extraction des caractéristiques de l’image, l’étape suivante des réseaux RCNN généralisés consiste à proposer des régions. Cette étape consiste à placer des boîtes de délimitation aux points des cartes de caractéristiques et à échantillonner à partir des boîtes proposées pour constituer une sélection d’objets possibles. Une fois l’échantillonnage effectué, les boîtes englobantes sont à nouveau proposées et envoyées aux têtes de ROI, où elles sont comparées aux annotations de la vérité de terrain. Les annotations se composent des coordonnées des boîtes englobantes, des masques de segmentation et d’autres informations telles que les étiquettes de classe. En fin de compte, de nombreuses tâches peuvent être effectuées sur les objets à l’intérieur de ces régions d’intérêt, y compris la classification et, avec l’avènement des modèles Mask-RCNN, la segmentation d’instances [3].

**Contexte**

Grâce à leurs propriétés optiques, magnétiques et électroniques, les nanoparticules métalliques supportées jouent un rôle central en nanotechnologies, menant à des applications diverses et multiples en nanoélectronique, stockage de données, détection, ainsi qu’en catalyse. En particulier, les particules à base de platine, seul ou en alliage, sont largement utilisées dans les domaines de la chimie fine et de la pétrochimie, pour l’hydrogénation, les réactions de reformage, la conversion de biomasse, le traitement des gaz d’échappement automobile, ou encore la technologie de pile à combustible. Dans ce contexte, la dispersion des phases actives dans les catalyseurs hétérogènes pour le reformage est un enjeu important pour leur caractérisation et l’analyse de leur performance au cours de leur cycle de vie. En particulier, la mise en évidence d’une fraction de phase active dispersée à l’échelle atomique pour les catalyseurs de type Pt@Al₂O₃ a ravivé l’intérêt pour la microscopie électronique en transmission à balayage en champ sombre annulaire à grand angle. Quand il s’agit de caractériser un système composé de particules métalliques supportées, les questions qui se posent sont celles de leur taille, leur morphologie, leur composition dans le cas de particules multi métalliques, et leur interaction avec le support. La distribution de tailles des particules à la surface du support est le plus souvent déterminée par microscopie électronique en transmission, cette méthode permettant d’obtenir des images de l’échantillon à haute résolution.

Dans cette optique, il est nécessaire de pouvoir détecter les différents éléments de platine présents dans les images. Afin d’individualiser chaque élément détecté, une approche par segmentation d’instance a été privilégiée, en utilisant notamment la bibliothèque Detectron2.

**La base de données**

La base de données mise à disposition pour ce projet est constituée de 131 images STEM-HAADF. Pour chacune de ces images, un masque binaire correspondant est fourni, représentant les annotations des particules de platine que le modèle doit apprendre à détecter, comme le montre la figure. Parmi l’ensemble, 112 images (accompagnées de leurs masques) ont été utilisées pour l'entraînement du modèle Detectron2, tandis que les 19 images restantes ont servi à évaluer les performances du modèle et sa capacité de généralisation. Les images sont de taille 2048×2048 pixels, obtenues avec un agrandissement de 5MX et une résolution de 0,019 nm/pixel.

Figure - Exemple d’image STEM-HAADF avec masque binaire annoté des particules de platine

**Réglages des Hyperparamètres et Calibrage du Modèle**

Lors de l'entraînement du modèle, plusieurs hyperparamètres ont dû être ajustés afin d’obtenir les meilleures performances possibles. Le nombre d’images par lot a été fixé à 4, tandis que le taux d’apprentissage de base a été réglé à 0,001. Le nombre maximum d’itérations d’entraînement a, quant à lui, été défini à 2000. De plus, la taille du lot par image a été augmentée à 512, permettant au modèle de prendre en compte 512 régions d’intérêt pour l’entraînement sur chaque image. En ce qui concerne les classes, le nombre a été fixé à 1, correspondant à la détection d’un seul type d’objet.

Les modèles de segmentation d’instance ne sont généralement pas utilisés dans le domaine de la microscopie, notamment en raison de la petite taille des objets à détecter. Ce qui a permis d’adapter le modèle Detectron2 à ce projet, c’est l’ajustement du paramètre « ANCHOR\_GENERATOR.SIZES ». Ce paramètre détermine les dimensions des ancres générées pour la détection d’objets. Ces dimensions, exprimées en pixels absolus par rapport à l’entrée du réseau, influencent directement la taille des boîtes englobantes utilisées pour identifier les objets dans une image.

Par défaut, ce paramètre est défini à [[32, 64, 128, 256, 512]], ce qui permet au modèle de générer des ancres adaptées à des objets de tailles variées. Cependant, dans le contexte de ce projet, l’objectif étant de détecter des objets de très petite taille, il a été nécessaire de générer des ancres plus petites. Par conséquent, ce paramètre a été modifié à [[8], [16], [32], [64], [128]].

**Évaluation des Performances : Métriques Utilisées**

Dans le cadre d’un modèle de segmentation d’objets, l’Intersection sur Surface (IoA) est une mesure utilisée pour quantifier le chevauchement entre deux boîtes englobantes. L’IoA est cal culée en divisant la surface de l’intersection des deux boîtes par la surface de la boîte (voir figure 22). Cette mesure est particulièrement utile pour évaluer combien de la surface de la boîte de vérité de terrain est couverte par la boîte prédite. Par exemple, si la première boîte représente une prédiction de modèle et la deuxième boîte représente la vérité de terrain, l’IoA donnerait une indication de la précision de la prédiction du modèle en termes de couverture de la vérité de terrain.

**Une image contenant texte, capture d’écran, ligne, diagramme

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.**

Figure - Illustration de IoA

Pour comprendre les métriques utilisées, il nous faut distinguer 4 types de catégories :

* Vrai positif (TP) : le modèle prédit correctement la classe positive.
* Faux positif (FP) : le modèle prédit incorrectement la classe positive.
* Vrai négatif (TN) : le modèle prédit correctement la classe négative.
* Faux négatif (FN) : le modèle prédit incorrectement la classe négative.

Une prédiction est classée comme vraie positive si l’IoA est supérieur ou égale à 0,5 et inversement pour un faux positif. La précision du modèle est définie par le nombre de vrais positifs divisé par la somme des vrais positifs et des faux positifs. Cela nous donne sous forme mathématique :

Précision = TP/TP+FP

Plus elle est élevée, plus le modèle de Machine Learning minimise le nombre de Faux Positif. Quand la précision est haute, cela veut dire que la majorité des prédictions positives du modèle sont des positifs bien prédit.

Une autre métrique importante, Le recall c’est le nombre de positifs bien prédit (Vrai Positif) divisé par l’ensemble des positifs (Vrai Positif + Faux Négatif). Sous forme mathématique, on a :

Recall = TP/TP+FN

Plus il est élevé, plus le modèle de Machine Learning maximise le nombre de Vrai Positif.

**Inférence**

La suppression non maximale

La suppression non maximale (NMS) est une technique utilisée dans les algorithmes de détection d’objets lors des tests pour éliminer les boîtes englobantes redondantes. Le seuil NMS détermine le niveau de superposition autorisé entre les boîtes. Si la superposition est supérieure à ce seuil, la boîte avec le score le plus bas est supprimée. Par défaut, ce seuil était de 0.5. Cependant, le seuil NMS a été diminué à 0.4. Cette modification a été apportée afin d’éviter de surestimer le nombre et les particules détectées.

Le seuil de confiance

Le seuil de confiance est utilisé pour filtrer les boîtes englobantes prédites pendant l’inférence. En gros, toute prédiction avec un score de confiance supérieur à la valeur du seuil est conservée, et les autres sont éliminées. Ce seuil a été fixé à 0.3. Cela est dû au fait que certaines particules à détecter sont moins claires que d’autres. En fixant le seuil à 0.3, un bon compromis a été trouvé entre la détection du plus grand nombre de particules et la minimisation des faux positifs.

**Résultats**

Il faut savoir que pour ce projet, comme pour la majorité des projets durant l’alternance, les masques ont été constitués à travers des techniques de seuillage ou des inférences d’autres modèles, ce qui peut ne pas permettre de prendre en compte tous les objets ou les contours réels des objets. Cela fait qu’il n’est pas possible de se fier aux métriques obtenues. Comme le montre le tableau 1, les résultats indiquent que le « Recall » est élevé, ce qui signifie que le modèle réussit à maintenir un taux de faux négatifs bas. En revanche, la précision est relativement faible, ce qui s’explique par le nombre important d’éléments détectés par le modèle mais absents de la vérité de terrain. Ce décalage semble provenir de biais dans les annotations, qui ne reflètent pas pleinement la réalité, laissant ainsi des objets non annotés et faussant l’évaluation de la précision du modèle.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Test | | |
|  | Precision | Recall |
| Detectron2 | 0.52 | 0.91 |

Tableau 1 - Résultats obtenus sur les données de test

La figure 4 montre les résultats de l’inférence du modèle sur les images de test. Les objets détectés sont coloriés selon un code couleur basé sur le score de confiance : en vert pour un score supérieur à 0,7, en bleu pour un score entre 0,5 et 0,7, en jaune pour un score entre 0,4 et 0,5, et en rouge pour un score entre 0,3 et 0,4.

Figure - Résultats d’inférence du modèle sur les images de test

Maintenant que les différents éléments de platines sont détectés, il est possible d’obtenir des statistiques concernant la fréquence en nombre en fonction des surfaces des particules (figure 5a), tout comme le diamètre moyen des nanoparticules (>0,5 nm) (figure 5b).

Figure -Distribution des particules de platine en fonction de leur surface (a) — Diamètre moyen des nanoparticules (b)

Au vu de la manière dont les annotations des images ont été réalisées, le modèle a bien appris à ne pas détecter d’objets dans les zones épaisses, qui se manifestent par des régions trop blanches sur l’image. Cette absence de détection s’explique par le fait que les atomes isolés (≤ 0,2 nm) ne peuvent pas être repérés dans ces zones, contrairement aux nanoparticules (> 0,5 nm), qui restent visibles, ce qui peut introduire un biais dans le comptage. Cependant, certains éléments situés aux bords de ces zones épaisses continuent d’être identifiés par le modèle. Pour cela, la différence entre la valeur moyenne des pixels de chaque objet détecté et celle de ses voisins proches a été calculée, et cela sur l’ensemble de la base de test, ce qui permet d’obtenir le nuage de points présenté dans la figure 6. Les objets présentant une différence proche de zéro sont difficilement distinguables du fond et peuvent être considérés comme des faux positifs. Les différentes classes d’objets ont été retrouvées : les objets dont la valeur est inférieure à 0,2 correspondent aux atomes isolés, ceux compris entre 0,2 et 0,5 sont des clusters, et ceux dont la valeur dépasse 0,5 sont classés comme des nanoparticules. Il se peut même d’attribuer des sous-classes : par exemple, parmi les atomes isolés, ceux dont la différence d’intensité par rapport au fond est supérieure à 10 pourraient correspondre à des atomes isolés superposés, ce qui les rend plus brillants et plus facilement distinguables du fond, comparé à ceux dont la différence est inférieure à 10.

Figure - Nuage de points de la différence entre la valeur moyenne des pixels des objets détectés et celle du fond

**Système de détection des phases actives catalytiques sous forme de feuillets déposés sur un support de catalyseur de type alumine**

**Contexte**

L’objectif de ce projet était de développer un modèle capable de détecter les feuillets déposés sur un support de catalyseur de type alumine. La phase active est constituée de nanocouches. Lorsque leur plan basal (plan parallèle aux couches atomiques) est orienté parallèlement à l’axe du faisceau d’électrons, elles apparaissent sous forme de franges noires. Elles peuvent être isolées ou empilées, avec un nombre d’empilements pouvant aller jusqu’à 5 en général. Si le catalyseur présente une forte teneur en phase active, les nanocouches peuvent également former des agrégats remplissant la porosité du support. La longueur et le nombre d’empilements des nanocouches dépendent de plusieurs paramètres : la nature du support, les méthodes d’imprégnation et de sulfuration. Ces caractéristiques sont représentatives d’une certaine activité catalytique et ont un impact direct sur l’activité et la sélectivité du catalyseur[4]. Pour ce projet et pour ce type de données, il n’était pas possible d’utiliser le modèle Detectron2 ou tout autre modèle de segmentation classique, car plusieurs défis se présentaient. Tout d’abord, il y avait trop de bruit dans les images, et les feuillets pouvaient être coupés et considérés comme deux éléments distincts alors qu’ils devraient être comptabilisés comme un seul. De plus, les feuillets pouvaient apparaître sous plusieurs orientations, ce qui rendait les modèles de segmentation d’instance, comme Detectron2, inadaptés, car ils ne sont pas invariants à la rotation. Pour résoudre ces problèmes, il fallait partir sur des approches qui ne nécessitent pas de segmentation et opter pour des architectures invariantes à la rotation comme le modèle MMRotate.

**MMRotate**

Dans les scènes réelles, les images que nous observons ne sont pas toujours carrées. Par exemple, les images numérisées ou les images de télédétection présentent souvent un certain angle de rotation. Il est donc nécessaire d’utiliser une méthode de détection d’objets rotatifs pour les localiser correctement, ce qui prépare le terrain pour des tâches de plus haut niveau comme l’identification et l’analyse.

La détection d’objets rotatifs (aussi appelée détection d’objets orientés) vise à obtenir l’information de direction d’un objet en plus de sa position.

En redéfinissant la représentation des objets et en augmentant le nombre de degrés de liberté dans la régression, cette méthode permet de détecter des objets sous forme de rectangles rotés, de quadrilatères, voire de formes arbitraires. La détection d’objets rotatifs est largement utilisée dans des domaines tels que la reconnaissance faciale, le texte dans les scènes, les images de télédétection, la conduite autonome, les images médicales, la préemption robotique, etc.

Malheureusement, peu de bibliothèques open source prennent en charge les méthodes de détection d’objets rotatifs, et les définitions des angles varient d’une méthode à l’autre. De plus, les opérateurs clés et les cadres d’algorithmes d’apprentissage profond sur lesquels reposent les différentes bibliothèques sont souvent incompatibles. Cela rend difficile la reproduction du code, son utilisation en référence et la comparaison équitable des performances.

Pour répondre à ces problèmes, OpenMMLab a officiellement publié un outil open source : MMRotate, une boîte à outils dédiée à la détection d’objets rotatifs, fournissant des modèles de référence efficaces et puissants.

MMRotate intègre 15 algorithmes de détection d’objets orientés. Parmi ces algorithmes, il a été choisi d'utiliser le modèle basé sur l’architecture RoI Transformer, car elle présente les meilleures performances dans le test comparatif des différents algorithmes de MMRotate[5]. Les différentes composantes principales des modèles de détection d’objet se retrouvent dans ces types de modèles. L’architecture du RoI Transformer est intégrée dans une architecture de détection de type « Faster R-CNN/R-FCN ». Le processus commence par un backbone CNN (ex : ResNet) qui extrait des feature maps. Un réseau de propositions de régions (RPN) génère des RoIs (Region of Interest) horizontaux classiques. Ensuite, le module clé, le « RoI Transformer », prend ces RoIs horizontaux et prédit leur transformation en RoIs orientés via une sous-structure en deux branches (figure ) :

1. Une branche de régression qui estime les paramètres de rotation (angle θ) et de déformation géométrique (Δx, Δy, Δw, Δh) pour chaque RoI :

* Δx, Δy : décalage du centre.
* Δw, Δh : ajustement de la largeur/hauteur.

1. Une branche de classification qui filtre les RoIs mal alignés. Les RoIs transformés sont ensuite traités par un « Rotated Position-Sensitive RoI Align » pour extraire des features spatialement alignées avec l’orientation de l’objet. Ces features orientées sont finalement transmises à une tête de détection (bbox head) pour la classification et la régression fine des boîtes orientées.

Une image contenant texte, diagramme, ligne, capture d’écran

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - L'architecture du RoI Transformer [6]

**La base de données**

La base de données mise à disposition pour ce projet est constituée de 531 images de taille 1024×1024. Pour chacune de ces images, un masque binaire correspondant est fourni, représentant les annotations des feuillets que le modèle doit apprendre à détecter, comme le montre la figure. 424 images ont été utilisées pour l’entraînement du modèle MMRotate, tandis que les 107 images restantes ont servi à évaluer les performances du modèle et sa capacité de généralisation. Les annotations obtenues par les masques ont été mises au format DOTA (Dataset for Object Detection in Aerial images). Dans DOTA, chaque objet annoté est représenté par un polygone à quatre sommets (donc un quadrilatère) correspondant à une boîte englobante orientée, plutôt qu’à une boîte droite classique. Chaque ligne correspond à un objet détecté et contient : « x1 y1 x2 y2 x3 y3 x4 y4 class difficulty ».

* x1 y1, x2 y2, x3 y3, x4 y4 : coordonnées des quatre coins de la boîte orientée (en pixels).
* class : nom de la classe de l’objet.
* difficulty : indicateur de difficulté (0 = facile, 1 = moyen, 2 = difficile).

**Inférence**

Après l’entraînement du modèle, un seuil de confiance de 25 % a été fixé. Lorsqu’une image est utilisée en entrée, le résultat consiste en une image avec des boîtes englobantes (bbox) pour chaque empilement de feuillets, comme le montre la figure 2a. Pour rappel, l’objectif est d’estimer la longueur des empilements ainsi que le nombre de feuillets par empilement. Concernant la longueur, il a été décidé de prendre la diagonale de la boîte englobante comme une approximation de la longueur du plus grand feuillet dans chaque empilement. À ce stade, le résultat du modèle MMRotate ne permettait pas d'avoir une information concernant le nombre de feuillets par empilement ; pour cela, le choix s’est porté sur l'utilisation d'un modèle de régression. Pour détecter le nombre de feuillets dans chaque bbox, un modèle DenseNet201 a été entraîné pour extraire des caractéristiques utiles permettant de déterminer le nombre de feuillets présents dans chaque région. Ensuite, ces caractéristiques ont été combinées avec d’autres extractions, telles que les caractéristiques HOG, ORB, GLCM, ainsi que les caractéristiques LBP et l’histogramme des intensités, pour chaque région bbox. Les descripteurs HOG permettent de capturer la forme et la structure locale à partir des gradients d’intensité, tandis que les ORB extraient des points d’intérêt et leur orientation pour représenter des zones distinctives. Les GLCM caractérisent la texture globale en analysant les relations statistiques entre niveaux de gris voisins, alors que les LBP décrivent la texture locale fine en encodant les variations d’intensité sous forme binaire. Enfin, l’histogramme des intensités fournit une vue d’ensemble de la distribution des niveaux de gris, utile pour évaluer la luminosité et le contraste d’une région. L’ensemble de ces caractéristiques a servi à entraîner un modèle XGBoost afin de prédire le nombre de feuillets présents dans la région correspondante. Les performances du modèle ont montré une erreur quadratique moyenne (MSE) de 0,05 et un coefficient de détermination linéaire de Pearson (R²) de 0,99 sur les données de test. Cela a permis, pour chaque région bbox, d’obtenir le nombre de feuillets présents, comme le montre la figure 2b, où le nombre de feuillets prédit par le modèle XGBoost est indiqué dans le titre du graphique.

Figure - Détection des empilements de feuillets par bbox (a) — Estimation du nombre de feuillets par région détectée (b)

Tout cela a permis, en ayant une image en entrée, d’obtenir l’image avec les empilements de feuillets (figure 3a), ainsi que le nombre total de feuillets, l’histogramme du nombre de feuillets par bbox (figure 3b), la longueur de chaque empilement (figure 3c), et enfin l’histogramme de la longueur moyenne des feuillets en fonction du nombre de feuillets par empilement (figure 3d).

Figure - Analyse des empilements de feuillets : détection (a), histogramme du nombre par bbox (b), longueur des empilements (c), histogramme des longueurs moyennes (d)

**Résultats**

Comme pour le cas du platine dans le premier projet expliqué précédemment, la base d'annotations est le résultat des inférences d'un modèle UNet, qui ne détecte pas tous les feuillets et ne les sépare pas lorsqu’ils sont collés. Pour pouvoir évaluer les performances et l'exactitude des inférences du modèle, une ingénieure au sein du département caractérisation des matériaux a récupéré les inférences et les statistiques sur un ensemble d’images, et les a comparées aux statistiques et mesures manuelles réalisées sur ces mêmes images. Il s’est avéré qu’en termes de longueurs moyennes des feuillets, les résultats obtenus par le modèle ne diffèrent pas trop des valeurs mesurées manuellement (figure 5a). En ce qui concerne le nombre de feuillets, il s’est avéré que le modèle détecte un nombre de feuillets supérieur à celui obtenu par le comptage manuel, comme le montre la figure 5b. Cette différence peut être expliquée en partie par les biais présents dans les annotations, et d’autre part par le fait que l’humain a tendance à négliger les petits feuillets et à privilégier le comptage des plus gros et des plus faciles à identifier. Néanmoins, l’empilement moyen montre qu’en arrondissant à l’entier le plus proche (puisque l’empilement est un nombre entier) on obtient généralement le même résultat.

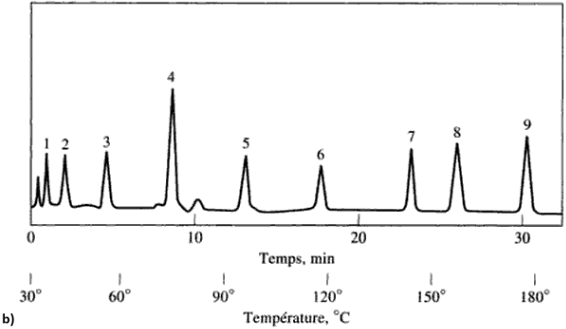
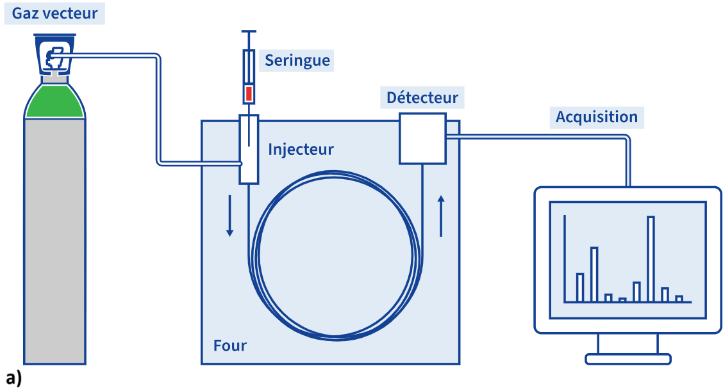
**Figure - Comparaison des résultats du modèle avec les mesures manuelles : longueurs moyennes des feuillets (a) et nombre de feuillets détectés (b)**

**Système de détection des pics dans les chromatogrammes en phase gazeuse**

**Contexte**

La chromatographie en phase gazeuse est une technique de séparation d’un mélange de molécules volatiles, appelées ici « analytes ». Elle repose sur l’équilibre de partage des analytes entre une phase stationnaire et une phase mobile gazeuse. L’analyse par CPG repose sur quatre éléments clés : l’échantillon (1), qu’il soit liquide ou qu’il s’agisse d’un mélange gazeux, le gaz vecteur (2), la colonne de séparation (3) et le détecteur de composés (4). Ces quatre éléments sont mis à profit dans les étapes du procédé telles que décrites ci-dessous (figure 1a). Injecté à travers l’injecteur, l’échantillon à analyser sera vaporisé s’il est dans sa forme liquide. Le gaz vecteur assure le transport de l’échantillon dans sa forme vaporisée à travers la colonne de chromatographie. Une fois la colonne de chromatographie atteinte, les composés constituant l’échantillon sont séparés selon leurs propriétés physico-chimiques et leur différence d’affinité avec les phases de la colonne. Les différents composés interagissent différemment avec la phase stationnaire, les entraînant à différents niveaux de la colonne pour une séparation optimale. Pour leur détection, les composés séparés sont identifiés et quantifiés à la sortie de la colonne par un détecteur approprié (ex. : détecteur à ionisation de flamme, détecteur de masse). La séparation des analytes repose sur la différence d’affinité de ces composés pour la phase mobile et pour la phase stationnaire. Plus la molécule a d’affinité pour la phase stationnaire, moins elle est entraînée par le gaz vecteur et donc plus elle est retenue sur la colonne. Ainsi, sur colonne polaire, les analytes apolaires sortent en premier, alors que sur colonne apolaire, ce sont les analytes polaires qui sortent en premier. L’analyse conduit à l’obtention d’un chromatogramme, dont un exemple est donné ci-dessous (figure 1b). L’objectif du projet était de développer, à partir d’une base de données de signaux de chromatogramme, un système de détection automatique des pics dans les données de chromatographie GC, et de pouvoir dans un second temps attribuer à chaque pic le nom du composé correspondant. Pour cela, il a été proposé d’utiliser un modèle nommé IPA pour « Inception for Petroleum Analysis » [7], développé par un doctorant en troisième année à IFPEN. Le modèle IPA est conçu pour prédire une propriété physico-chimique du carburant. Le modèle prend en entrée un spectre NIR (infrarouge proche) d’un échantillon de carburant et produit en sortie une valeur numérique correspondant au nombre de cétane. Cette configuration n’est pas tout à fait adaptée à l’objet du projet ; pour cela, il fallait apporter quelques modifications à l’architecture IPA afin de l’adapter au projet des chromatogrammes. Ces modifications seront discutées ultérieurement dans le rapport.

Figure - Schéma simplifié d’un appareil de chromatographie en phase gazeuse (a) et exemple de chromatogramme obtenu (b)



**La base de données**

La base de données mise à disposition pour ce projet est constituée de 320 chromatogrammes de plus de 71 000 points. Il y a eu un troncage au temps 150 du signal, correspondant à 45 000 points, car après ce temps, il n’y a plus de pics observés, ce qui permet de réduire le nombre de points. Pour réduire encore plus la complexité, chaque chromatogramme a été divisé en 45 segments de 1 000 points chacun, ce qui fait au total 14 400 segments de 1 000 points : 11 520 segments pour l’entraînement et 2 880 pour les tests. Concernant l’étiquetage, pour chaque segment de 1 000 points, il y a une correspondance en labels de 1 000 points, où 1 est mis si le point correspond à un pic, et 0 sinon (voir annexe 1).

**L'architecture du modèle IPA**

L'architecture IPA (Inception for Petroleum Analysis), illustrée dans la Figure 3, est un réseau de neurones convolutifs inspiré des architectures Inception, mais adapté pour l'analyse de spectres 1D (proche infrarouge, NIR). Le modèle est divisé en trois parties principales : le Stem avec trois couches de convolution 1D (inspirées d'Inception-V4), ce bloc permet de réduire la dimensionnalité et d'extraire les premières caractéristiques du spectre ; ensuite, le module multibranches est une version simplifiée du module 35×35 d’Inception-V2, il est composé de quatre branches parallèles, chaque branche applique des convolutions différentes (noyaux de tailles variées), ces branches sont ensuite concaténées pour former une représentation multi-échelle du spectre ; enfin, la partie régression aplatit ces caractéristiques, applique un dropout pour éviter le surapprentissage, avant une couche dense finale pour la régression avec un neurone de sortie.

Une image contenant diagramme, Plan, carte, Dessin technique

Le contenu généré par l’IA peut être incorrect.

Figure - L’architecture du modèle IPA

Pour rappel, le but est qu’en ayant le segment chromatogramme de 1000 points en entrée, d’obtenir une sortie de 1000 points correspondant à des 1 si le point représente un pic, et 0 sinon. Pour cela, des modifications apportées à l'architecture IPA ont été nécessaires : il y a eu ajout de « padding='same' » dans les couches convolutives de l’architecture IPA pour préserver la dimension temporelle (longueur du signal) après chaque opération de convolution, contrairement à l'approche originale sans remplissage qui réduisait progressivement la résolution du signal. De plus, au lieu de la couche « flatten », il y a eu ajout d’un bloc BiLSTM (Bidirectional Long Short-Term Memory) suivi d’une couche d’attention. Un BiLSTM est un type de réseau de neurones récurrent (RNN) spécialisé dans le traitement de données séquentielles. Il combine deux couches LSTM fonctionnant en parallèle : l’une traite la séquence dans l’ordre normal (du début à la fin), l’autre à l’envers (de la fin au début). Il a la capacité de capturer des dépendances à long terme dans les séquences. Les couches LSTM offrent aussi la possibilité de fixer un paramètre « return\_sequences=True », ce qui est idéal pour le cas des chromatogrammes, car cela permet une correspondance directe 1:1 entre les 1000 points d’entrée et les 1000 prédictions de sortie, autorisant une sortie pas à pas où chaque point d’entrée (Xₜ) reçoit une prédiction (Yₜ).

**Résultat**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Test | | | |
|  | AUC | Accuracy | F1-score |
| IPA+BiLSTM | 0.9984 | 0.9912 | 0.9768 |

Tableau - Résultats des métriques de classification du modèle IPA

L'entraînement de l'architecture modifiée de IPA a été effectué sur 50 époques avec un taux d'apprentissage de 0.0001. Les résultats montrent un AUC de 0.9984, une « accuracy » de 0.9912 et un F1-score de 0.9768, reflétant de très bonnes performances en termes de détection de pics. Les équations des différentes métriques se trouvent en annexe 2. Les sorties du modèle représentent une probabilité entre 0 et 1 ; un seuil a été fixé à 0.45 pour ne considérer un pic que si le point est au-dessus de 0.45. L’annexe 3 montre un exemple sur quelques points comparant la vérité de terrain et le résultat obtenu par le modèle.

Attribution de noms de composé

À ce stade, les pics présents dans un signal chromatogramme sont détectés, ce qui permet d’avoir le temps de rétention correspondant à chaque pic. Le nom du composé est généralement attribué au pic selon son temps de rétention. La problématique est que, au cours de plusieurs analyses GC, le temps de rétention d’une substance donnée peut varier en raison de conditions environnementales, du débit de gaz, de l’usure de la colonne, ainsi que de la surcharge de l’échantillon et des interactions entre les différents composants du mélange analysé. De tels facteurs peuvent influencer le temps de rétention de manière non linéaire tout au long du chromatogramme. Pour résoudre ce problème, un fichier Excel a été constitué de tous les composants susceptibles d’apparaître dans les chromatogrammes, et chaque composant avait un indice de rétention.

Indice de rétention du pic = Nombre de carbones de l’alcane précédent + (TR pic – TR alcane précédent) / (TR alcane suivant – TR alcane précédent),

sachant que les alcanes sont des hydrocarbures saturés (ne contenant que des atomes de carbone (C) et d’hydrogène (H)). Grâce à cette formule, il est possible de calculer le temps de rétention de chaque composant en ayant comme information l’indice du pic et les temps de rétention des alcanes précédents et suivants. Cela a permis d’avoir une base de données contenant les noms des composants et leur temps de rétention de référence. Ces données ont été utilisées pour entraîner un algorithme de recherche des plus proches voisins (Nearest Neighbors Search), qui est utilisé pour trouver les points les plus similaires (ou « proches ») dans un ensemble de données par rapport à une requête donnée. Ainsi, l’utilisateur spécifie le temps de rétention du composé Toluène, qui se trouve dans tous les signaux ; ensuite, les temps de rétention utilisés pour entraîner l’algorithme sont normalisés et corrigés selon le temps de rétention spécifié par l’utilisateur, et l’algorithme des plus proches voisins attribue ainsi à chaque pic le nom du composant correspondant. L’annexe 4 montre un exemplaire comparant la vérité de terrain ainsi que les composants attribués par l’algorithme des plus proches voisins.

**Système de génération de microstructures 3D représentant l’hétérogénéité des matériaux**

**Contexte**

Un adsorbant est un matériau solide capable d’attirer et de retenir sélectivement certaines molécules à sa surface ou dans ses pores, sans subir de transformation chimique. Les tamis moléculaires, généralement basés sur des zéolithes avec des pores de taille contrôlée, fonctionnent comme des filtres à l’échelle moléculaire : seules certaines molécules peuvent pénétrer dans les pores et y être efficacement adsorbées. Les échantillons se présentent sous la forme de billes, de plusieurs centaines de µm de diamètre, ces billes présentant des cavités (zones creuses). La matrice est constituée de zéolithes facettées. Ces zéolithes peuvent être observées sous la forme d’amas compacts avec un cœur plus ou moins poreux. L'objectif de ce projet est d’essayer de capturer l’hétérogénéité au sein de la bille et de savoir la modéliser statistiquement à partir des descripteurs de distribution en taille des cristaux, de taille des pores et de la distribution des zones avec des densités différentes. Dans les images à un grandissement 250X (figure 9a), la bille présente des zones avec de grands cristaux ou des cristaux qui se sont agglomérés, ainsi que des zones creuses (zones noires). Après, il y a aussi des zones où les cristaux sont bien individualisés et où l’espace poreux est bien présent. La problématique est que le seul descripteur fourni aux personnes qui développent les matériaux et les procédés, c’est la taille des cristaux, mesurée manuellement sur des images à fort grandissement, là où les cristaux sont bien individualisés. Ces statistiques ne sont pas très représentatives de la réalité des matériaux, car en réalité il y a des zones denses et creuses qui ne peuvent pas être vues dans les images à fort grandissement, et les images à un grandissement 250X ne sont pas utilisées pour donner la distribution en taille des cristaux. Pour cela, l’objectif pour les images à un grandissement 250X est de délimiter les zones denses, creuses et intermédiaires, et de pouvoir estimer la proportion de cristaux et d’espaces poreux au sein de la bille. Et pour les images à fort grandissement, typiquement à un grandissement de 15KX (figure 9b), le but est de segmenter les cristaux pour estimer leur proportion et leur morphologie, mais aussi celle des pores. Tous ces descripteurs tirés des images à fort et faible grandissement seront ensuite utilisés pour générer une microstructure 3D reflétant l’hétérogénéité interne de la bille.

Figure 9 –Image à faible grandissement (a), Image à fort grandissement (b)

**La base de données**

Pour ce projet, il fallait procéder dans un premier temps à une annotation manuelle des différentes zones et objets qu’il faut détecter. Concernant les images à un grandissement 250X, 12 images ont été mises à disposition. Pour ces images, trois classes ont été identifiées : les zones denses, les zones creuses et les zones intermédiaires. Douze images, c’est peu pour entraîner un modèle de segmentation ; c’est pourquoi ces images ont été coupées en quatre parties avec un chevauchement de 50 pixels, ce qui permet d’obtenir un total de 48 images. Pour augmenter encore plus le nombre d’images, une augmentation des données a été réalisée en modifiant la luminosité des images et en appliquant des rotations de 90° et 180°, ce qui a permis d’obtenir au total 240 images. Et concernant les images avec un grandissement 15KX, 100 images ont été mises à disposition : 97 images ont été utilisées pour entraîner le modèle à segmenter les cristaux, et 3 images ont été utilisées pour effectuer les tests.

**Segmentation non supervisée par k-means appliquée aux images à différents grandsissements**

Dans un premier temps, des techniques de segmentation non supervisée ont été utilisées, plus précisément en employant l'algorithme k-means. L’algorithme de clustering k-means nécessite quelques étapes. La première étape consiste à initialiser k centroïdes, où k est égal au nombre de clusters choisis pour un jeu de données spécifique. L’étape suivante comprend un processus itératif en deux phases basé sur l’algorithme de machine learning de maximisation des attentes. L’étape d’attente attribue chaque point de données à son centroïde le plus proche en fonction de la distance (généralement euclidienne). L’étape de maximisation calcule la moyenne de tous les points pour chaque grappe et réattribue le centre du cluster, ou le centroïde. Ce processus se répète jusqu’à ce que les positions des centroïdes aient atteint la convergence ou que le nombre maximal d’itérations ait été atteint. Cette technique permet de regrouper les pixels selon leur similarité d'intensité en un nombre bien défini de classes. Cet algorithme a été appliqué sur les images à faible et à fort grandissement. Les résultats obtenus sont des masques binaires : le masque pour les images avec un grandissement 250X (figure 10a) sera utilisé par la suite pour estimer la proportion de zones de cristaux (pixels gris ou blancs) et la proportion d’espaces poreux (pixels noirs) au sein de la bille. Et pour les masques correspondant aux images à 15KX (figure 10b), ils seront utilisés pour estimer la proportion de cristaux et d’espaces poreux dans les images à 15KX.

**Figure -Masques binaires obtenus par l’algorithme k-means :** (a) Masque pour l’image avec un grandissement de 250X. (b) Masque pour l’image avec un grandissement de 15KX

**Segmentation supervisée avec Detectron2**

Avec l’approche de la segmentation non supervisée, il était difficile d’isoler correctement les zones denses et creuses pour les images à 250X, tout comme pour les cristaux dans les images à 15KX, car les pixels restent connectés entre eux, rendant la séparation des objets imprécise. À ce stade, les masques non supervisés servaient à estimer les proportions de cristaux et d’espaces poreux, mais pour calculer la taille des différentes zones et la taille des cristaux, il fallait procéder à une annotation des différentes images en vue d’entraîner le modèle de segmentation supervisée. Le modèle Detectron2, utilisé lors du premier projet pour la segmentation des éléments de platine, a été entraîné dans un premier temps sur les images à 250X pour la segmentation des trois différentes zones, puis dans un second temps sur les images à 15KX pour la segmentation des cristaux. Le résultat de ces modèles est représenté dans la figure. Ce résultat permet de récupérer des informations précieuses qui seront, avec les différentes proportions extraites des masques non supervisés, utilisées pour paramétrer un modèle booléen de génération 3D.

Figure - Visualisation des zones segmentées à 250X et 15KX

Generation microstructure 3d

Dans un second temps, l'objectif était ensuite, à partir des différentes statistiques qui peuvent être tirées des détections effectuées, de pouvoir générer une microstructure 3D reflétant au mieux l'hétérogénéité au sein de la bille. Le modèle booléen, développé par [citer la référence des auteurs], requérait en entrée la taille des trois demi-axes (x, y, z) des différentes zones à modéliser ainsi que leur fraction volumique. Pour cela, il fallait trouver une méthode qui permettait d'inférer des propriétés 3D à partir d'une section 2D. La méthode supposait que la distribution des particules est invariante sous rotation autour de l'axe vertical (figure 30). Pour chaque particule ayant un axe vertical passant par le point de référence (centre géométrique ici), des demi-droites parallèles entre elles et perpendiculaires à l'axe vertical sont générées. Ensuite, il y a identification des points d'intersection de ces demi-droites avec les contours de la particule, avec un signe alterné en commençant par le signe + pour le point le plus éloigné de l'axe. Ce processus permettait de calculer ces trois tenseurs : g₀(x, y, 0) = πdx², g₁(x, y, 0) = (0, πdx²y, 0), g₂(x, y, 0) = ⎡ π/8·dx⁴  0   0 ⎤ ⎢  0  π/2·dx²y² 0 ⎥ ⎣  0   0  π/8·dx⁴ ⎦ Le tenseur g₀ correspond au volume de la particule, le tenseur g₁ est un vecteur de position qui mène au centre de gravité de la particule, et enfin le tenseur g₂ donne des informations sur la forme de la particule via l'ellipsoïde de Miles. Pour chacune des trois différentes classes détectées sur les images à faible grandissement, la moyenne des g₂ pondérée par les volumes des différentes zones est calculée. Ensuite, les valeurs propres de la matrice moyenne pondérée par le volume sont utilisées pour calculer les valeurs moyennes des trois demi-axes pour chacune des zones creuses, denses et intermédiaires selon l'équation suivante : $λi=(2(d+2)κd)1d+2λ~id+12(d+2)∏j≠iλ~j12(d+2)\lambda\_i = \left(\frac{2(d + 2)}{\kappa d}\right)^{\frac{1}{d+2}} \tilde{\lambda}\_i^{\frac{d+1}{2(d+2)}} \prod\_{j \ne i} \tilde{\lambda}\_j^{\frac{1}{2(d+2)}}$ avec d=3d = 3 et κ=4π3\kappa = \frac{4\pi}{3}.

Détermination du volume élémentaire représentatif

Après avoir pu calculer les tailles des trois demi-axes pour chacune des classes, il fallait calculer la taille de la microstructure 3D, autrement dit le volume élémentaire représentatif (RVE), qui est le plus petit volume sur lequel une mesure peut être effectuée et qui donnera une valeur représentative de l'ensemble. Si la taille est trop petite, les mesures ont tendance à osciller. Avec l'augmentation de la taille de la microstructure, ces oscillations s'atténuent. Finalement, la taille de l'échantillon devient suffisamment importante pour que les mesures soient cohérentes. Le RVE a été calculé en prenant simplement la racine cubique du rapport entre le volume total des trois zones (dense, creuse, intermédiaire) et la fraction volumique de ces zones. Ce RVE a été multiplié par un facteur pour faire en sorte de pouvoir modéliser les agrégats de la matrice avec un rayon faisant au moins 3 pixels.

Processus suivi pour la génération de la microstructure finale

Les détections obtenues sur les images à faible grandissement ont servi à estimer la fraction volumique des trois zones ainsi que leur taille. Les détections faites sur les images à 15 kX ont permis de calculer le diamètre moyen des cristaux pour la matrice, alors que les masques non supervisés ont été utilisés pour estimer la fraction volumique des agrégats à l'intérieur des zones intermédiaires, afin d'initialiser la compacité de la matrice. Au sein de la bille, les tailles des zones denses et creuses peuvent varier, allant des zones de très petite taille à des zones de grande taille. Les modèles booléens n'offraient pas la possibilité de spécifier une distribution de taille. Pour s'affranchir de cette limitation, les zones denses et creuses ont été divisées en deux sous-classes selon leur taille. La microstructure creuse a été obtenue en faisant le complément de l'union des deux microstructures des deux sous-classes. Tout comme la microstructure dense, qui est la résultante de l'union des deux microstructures des deux sous-classes denses. Ensuite, la microstructure intermédiaire et celle de la matrice ont été générées. La microstructure finale est le résultant de l'intersection de la microstructure creuse avec l'union des microstructures denses, intermédiaire et celle de la matrice. Historiquement, les images à un grandissement 15 kX sont prises dans des zones où les cristaux sont bien individualisés, sauf que cela ne reflète pas la compacité réelle de la matrice. Pour cela, la fraction volumique de tout l'espace poreux dans la microstructure finale a été calculée, puis cette valeur a été comparée au produit du volume injecté du poro-mercure (mL/g) avec la densité structurale des cristaux (g/cm³). La différence a servi à corriger la compacité de la matrice et à régénérer une deuxième fois la microstructure de la matrice. La fraction volumique de la microstructure finale obtenue après cette deuxième génération est très proche de la valeur attendue à la fin.

En plus d'avoir une fraction volumique finale très proche de celle attendue, et dans le but de vérifier la continuité entre la matrice et la porosité inter-agrégat, un algorithme de partition du réseau poreux développé par Hammoumi *et al. [ ]* a été lancé sur la microstructure 3D finale. Cet algorithme a permis de calculer la distribution en taille de pores, qui a été comparée par la suite au volume cumulé de poro-mercure (figure 30).

En raison de limitations en puissance de calcul, il n'était pas possible de générer des microstructures à des tailles suffisantes permettant de descendre en dessous de 200 nm de diamètre. Dans la courbe bleue correspondant aux données de poro-mercure, le pic encadré en rouge dans la figure 30 n'apparaissait pas, car pour accéder aux gros pores, il faut passer par les petits pores : quelque part, les volumes des gros pores apparaissent dans les petits pores. En prenant le point à 200 nm dans les données obtenues par PNP et en additionnant cette valeur à celle du deuxième pic, la somme obtenue correspondait presque au volume cumulé à 200 nm dans les données de poro-mercure.

[1] @book{book,

author = {Williams, David and Carter, C.},

year = {2009},

month = {06},

pages = {},

title = {Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science},

volume = {III},

isbn = {9780387765020},

journal = {Transmission electron microscopy. A textbook for materials science},

doi = {10.1007/978-1-4757-2519-3}

}

[2] @book{gorczyca2014caractérisation,

title={Caract{\'e}risation de catalyseurs m{\'e}talliques support{\'e}s par spectroscopie XANES, apports du calcul quantique dans l'interpr{\'e}tation des spectres exp{\'e}rimentaux},

author={Gorczyca, A. and Joly, Y. and Geantet, C. and {\'E}cole doctorale Ing{\'e}nierie - mat{\'e}riaux m{\'e}canique {\'e}nerg{\'e}tique environnement proc{\'e}d{\'e}s production (Grenoble). and Institut N{\'e}el (Grenoble).},

url={https://books.google.fr/books?id=ewAk0AEACAAJ},

year={2014}

}

[3] @article{article,

author = {Merz, Grant and Liu, Yichen and Burke, Colin and Aleo, Patrick and Liu, Xin and Carrasco Kind, Matias and Kindratenko, Volodymyr and Liu, Yufeng},

year = {2023},

month = {09},

pages = {1122-1137},

title = {Detection, instance segmentation, and classification for astronomical surveys with deep learning ( deepdisc ): detectron2 implementation and demonstration with Hyper Suprime-Cam data},

volume = {526},

journal = {Monthly Notices of the Royal Astronomical Society},

doi = {10.1093/mnras/stad2785}

}

[4] @article{tan:hal-01779425,

TITLE = {{ARFBF morphological analysis - Application to the discrimination of catalyst active phases}},

AUTHOR = {Tan, Zhangyun and Moreaud, Maxime and Alata, Olivier and Atto, Abdourrahmane},

URL = {https://hal.science/hal-01779425},

JOURNAL = {{Image Analysis \& Stereology}},

PUBLISHER = {{International Society for Stereology}},

VOLUME = {37},

NUMBER = {1},

PAGES = {21-34},

YEAR = {2018},

DOI = {10.5566/ias.1624},

KEYWORDS = {auto-regressive field ; fractional Brownian field ; mathematical morphology ; HRTEM imaging ; texture analysis},

PDF = {https://hal.science/hal-01779425v2/file/ARFBF.pdf},

HAL\_ID = {hal-01779425},

HAL\_VERSION = {v2},

}

[5] @inproceedings{inproceedings,

author = {Zhou, Yue and Yang, Xue and Zhang, Gefan and Wang, Jiabao and Liu, Yanyi and Hou, Liping and Jiang, Xue and Liu, Xingzhao and Yan, Junchi and Lyu, Chengqi and Zhang, Wenwei and Chen, Kai},

year = {2022},

month = {10},

pages = {7331-7334},

title = {MMRotate: A Rotated Object Detection Benchmark using PyTorch},

doi = {10.1145/3503161.3548541}

}

[6] @misc{ding2018learningroitransformerdetecting,

title={Learning RoI Transformer for Detecting Oriented Objects in Aerial Images},

author={Jian Ding and Nan Xue and Yang Long and Gui-Song Xia and Qikai Lu},

year={2018},

eprint={1812.00155},

archivePrefix={arXiv},

primaryClass={cs.CV},

url={https://arxiv.org/abs/1812.00155},

}

[7] @article{HAFFNER2025133016,

author = {Haffner, Florent and Lacoue-Nègre, Marion and Pirayre, A and Gonçalves, D and Gornay, J and Moreaud, Maxime},

year = {2024},

month = {09},

pages = {},

title = {IPA: A deep CNN based on Inception for Petroleum Analysis},

volume = {379},

journal = {Fuel},

doi = {10.1016/j.fuel.2024.133016}

}