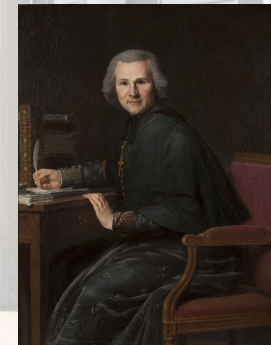




SEraMic – Une méthode semi-automatique de segmentation de grains

R. Podor, X. Le Goff, J. Lautru,
H.-P. Brau et N. Clavier



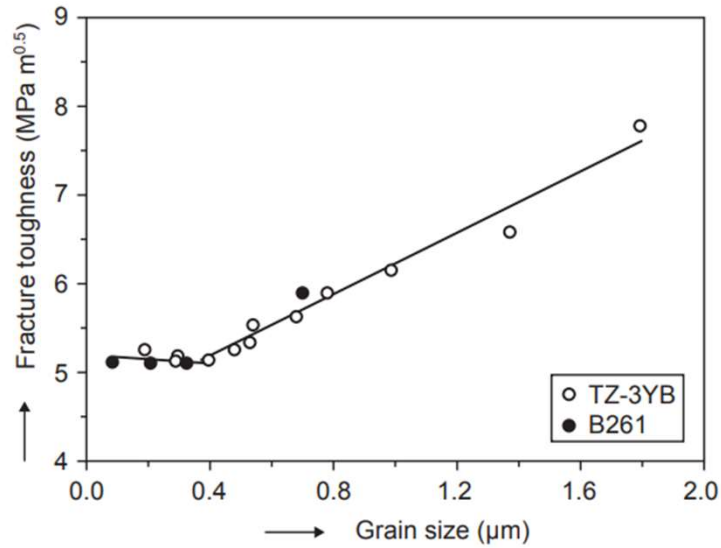
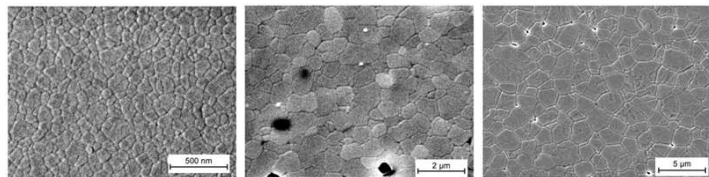
UNIVERSITÉ DE
MONTPELLIER



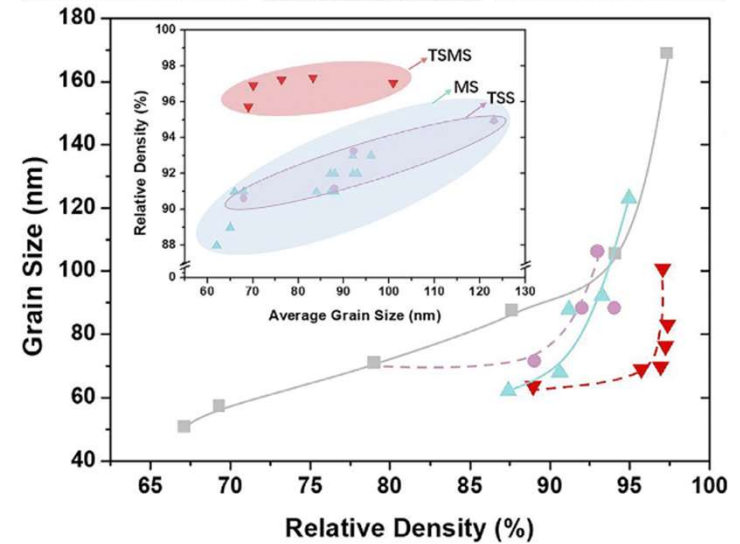
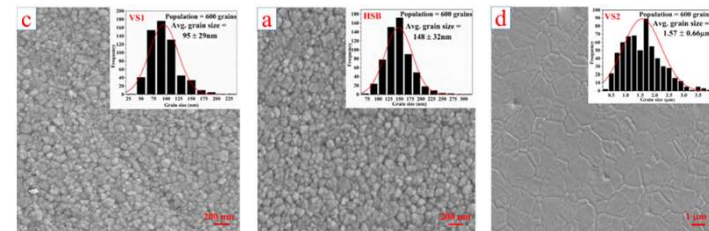
Pourquoi mesurer la taille de grains ?



- La taille des grains contrôle de nombreuses propriétés des solides → une caractérisation précise est nécessaire



➤ Ténacité à la rupture [1]



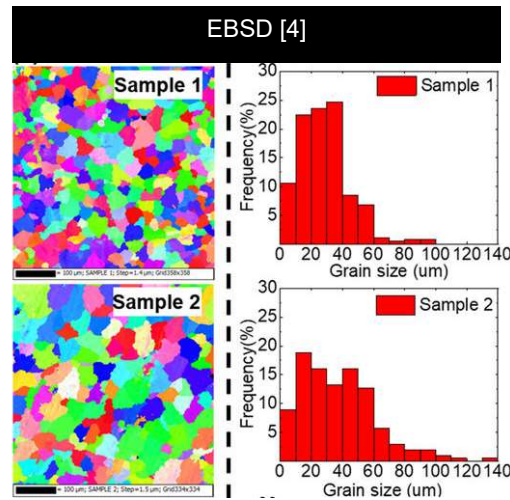
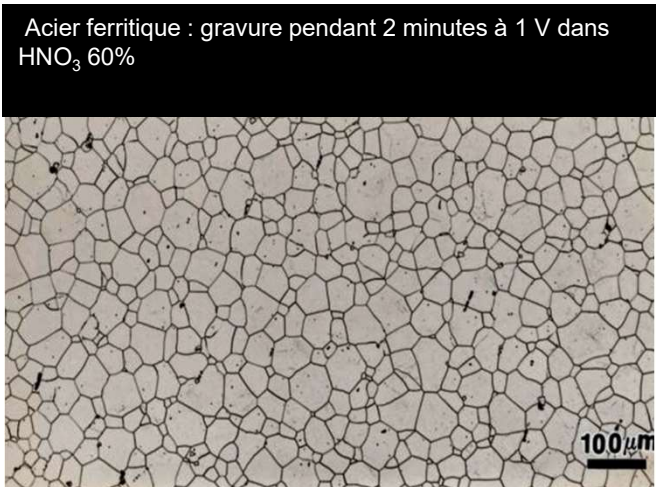
➤ Cartes de frittage [2]

- [1] *Ceramics – Silikáty* 52 (3) 165-171 (2008)
- [2] *Journal of Nuclear Materials* 558 (2022) 153353

Méthodes de mesures de tailles de grains



Etape nécessaire de formation d'un contraste entre les grains

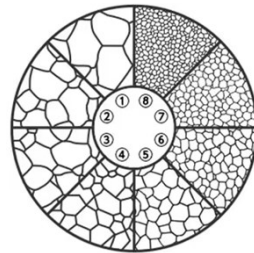


- Attaque chimique (métaux, rarement céramiques)
- Gravure thermique (céramiques)
- Imagerie (EBSD)

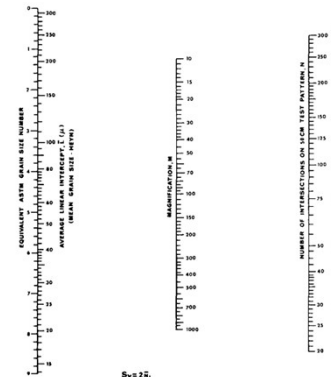
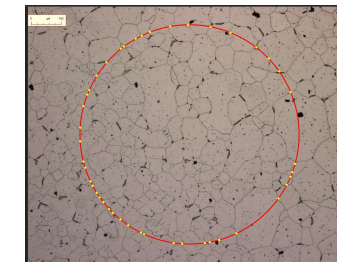
Inconvénients

- Disposer des outils (laboratoire de chimie, fours, etc.)
- Risques chimiques
- Difficulté de mise en œuvre (dégradation de l'échantillon lors d'une gravure thermique, etc.)

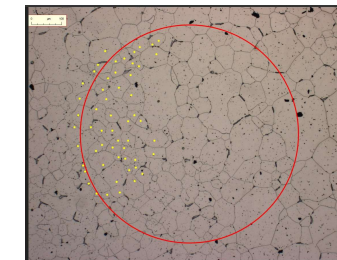
Mesure par comparaison [3]



Mesure par intercepts



Mesure par planimétrie



[3] <https://www.claravision.com/produit/grani-logiciel-pour-la-mesure-de-la-taille-de-grains-en-metallographie/#>

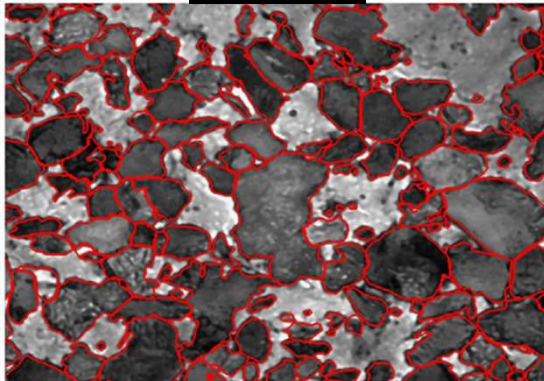
[4] Materials 13(10):2404 (2020)

Méthodes de mesures de tailles de grains

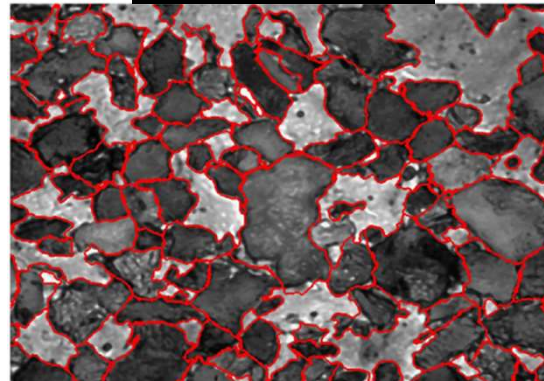


- Méthodes de détourage des grains ou de segmentation des images
 - Détourage manuel
 - Détourage semi-automatique / automatique par traitement d'images
 - Méthodes récentes utilisant l'apprentissage (IA, machine learning)

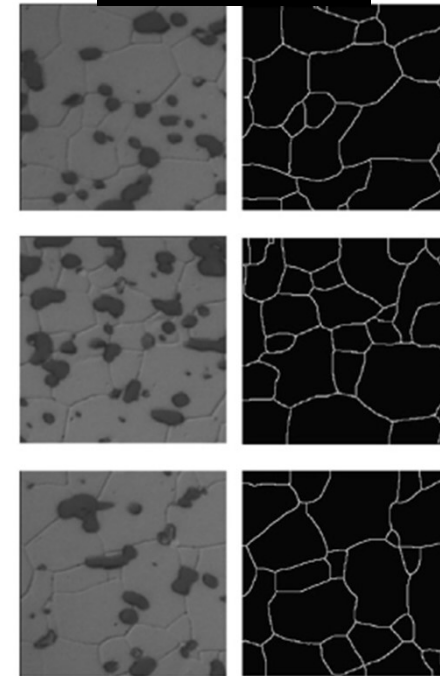
Manuel [5]



Analyse d'image [5]



Apprentissage [6]



- Inconvénients

- Méthodes lentes (manuel)
- Parfois peu fiable et/ou longue à développer (analyse d'image)
- Spécifiques d'un problème donné (apprentissage)

- **SEraMic = une méthode d'acquisition d'images et de segmentation (semi) automatique**

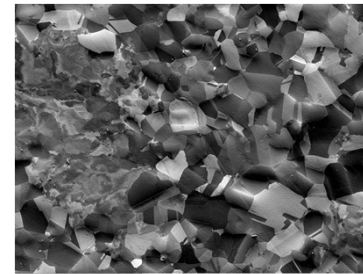
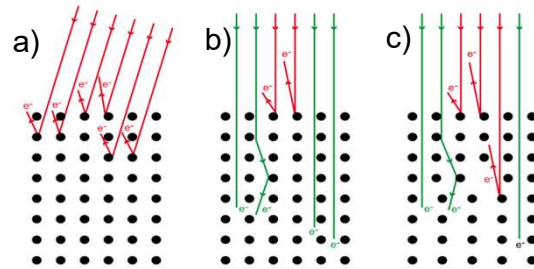
[5] *Computers & Geosciences* 72 (2014) 33-48

[6] *Measurement* 162 (2020) 107857

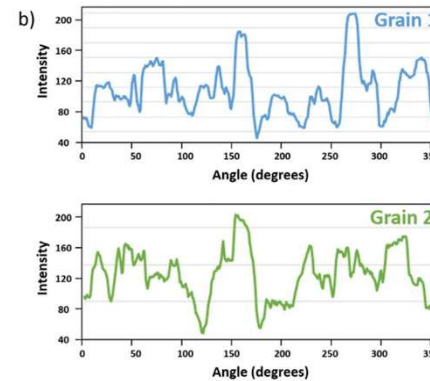
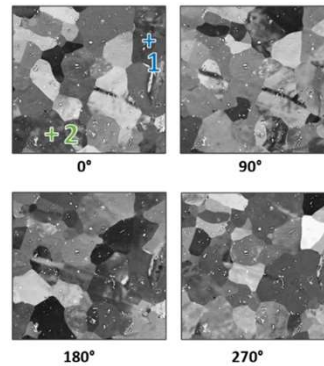
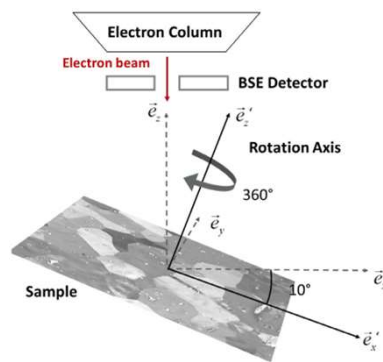
MEB : Canalisation des électrons



- Formation d'un contraste lié à la désorientation des grains (ECCI) en MEB
 - a) Condition pour laquelle beaucoup de BSE sont émis
 - b) Modification de l'orientation cristalline / faisceau d'électrons primaires
 - c) Effet de la présence de défauts cristallins



➔ Méthode e-Chord [7]



- **Le contraste d'orientation peut être modulé en modifiant l'angle d'incidence entre le faisceau d'électrons primaires et le matériau**

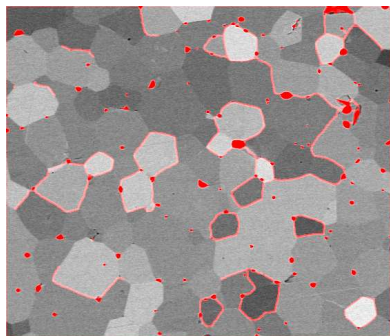
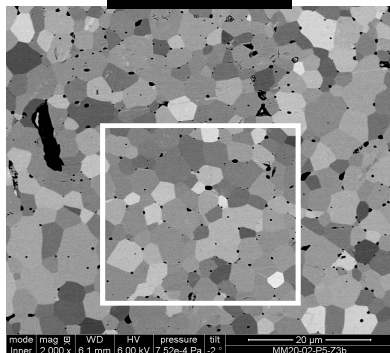
[7] C. Lafond et al. / Ultramicroscopy 186 (2018) 146–149

Principe de SEraMic

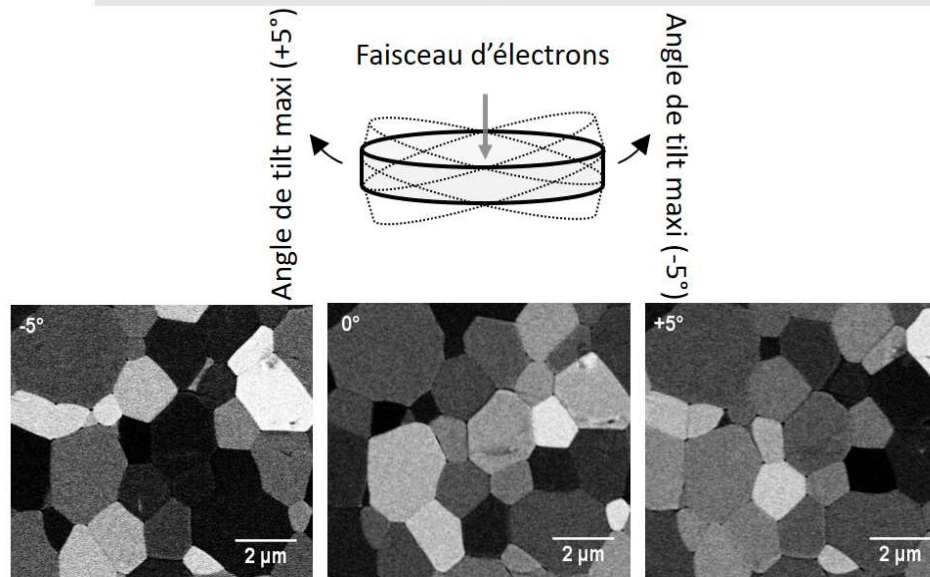


- Enregistrement d'images avec une information de contraste de grains
 - Une seule image → contraste visible mais insuffisant pour détecter tous les contours
 - Platine tiltée de quelques $1/10^{\text{ème}}$ de degré → changement de contraste entre les grains
 - 12 images → Détection de tous les contours de grains

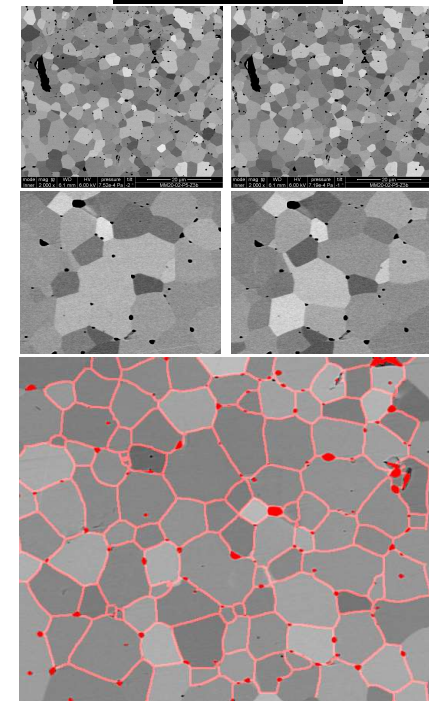
1 image



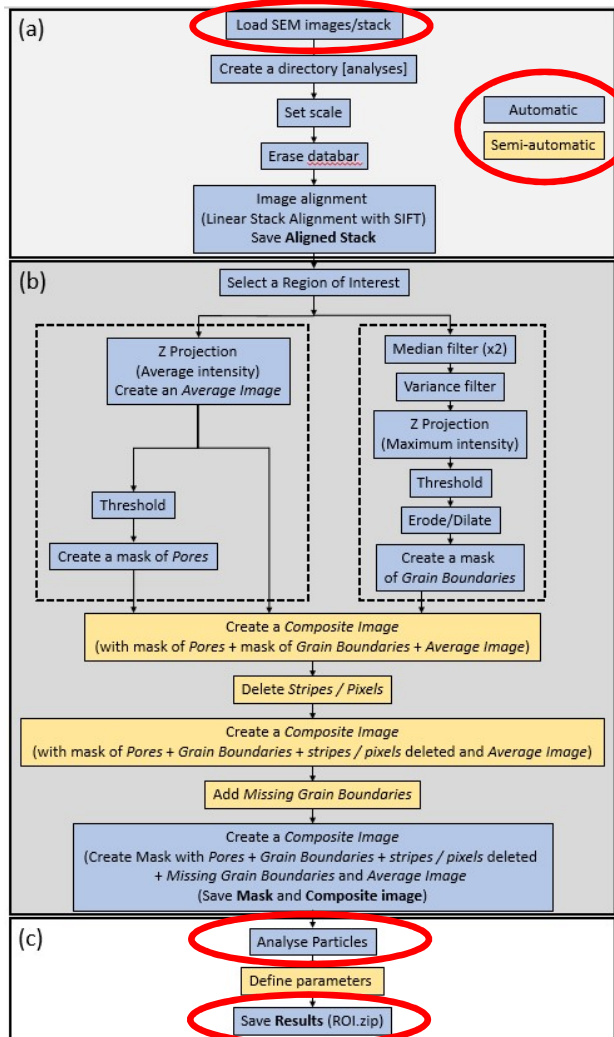
a) Enregistrement des images tiltées en mode BSE au MEB



12 images



Logigramme SEraMic

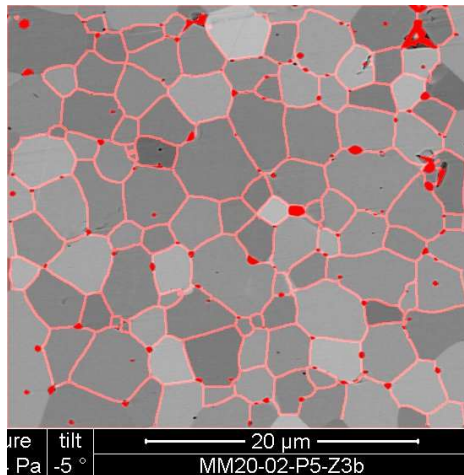
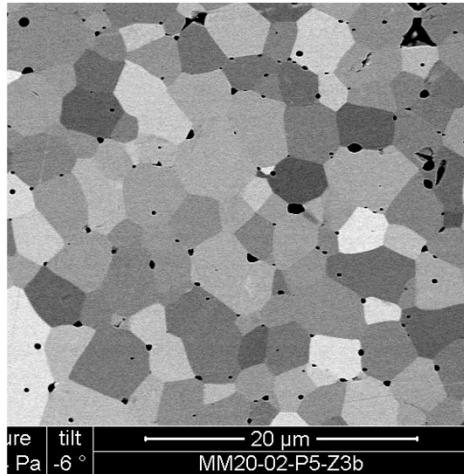


- SEraMic = plugin intégrable dans Fiji (= ImageJ)
- Données d'entrée
 - Série d'images tiltées
- 2 modes = automatique / semi-automatique
 - Corrections grains en trop / grains manquants
 - Corrections manuelles optionnelles
- Données récupérées
 - Pile d'images alignées
 - Contour des grains
 - Tableau contenant les informations de taille des grains
- Temps d'enregistrement des images = 2 à 30 minutes
- Temps de calcul = 1 à 3 minutes

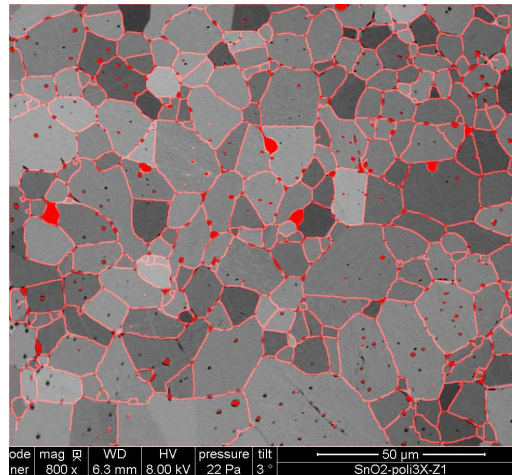
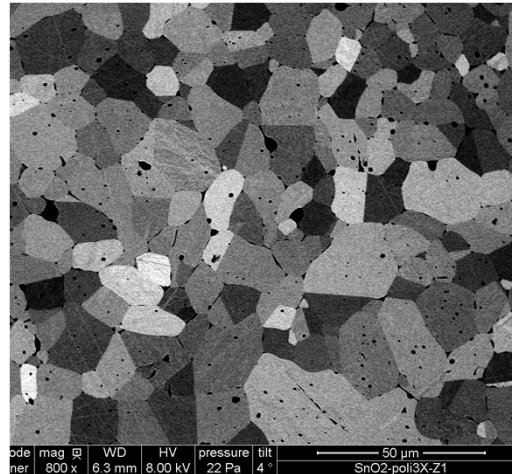
Utilisation de SEraMic



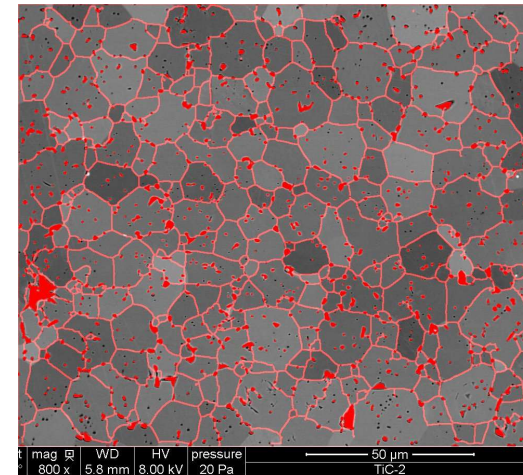
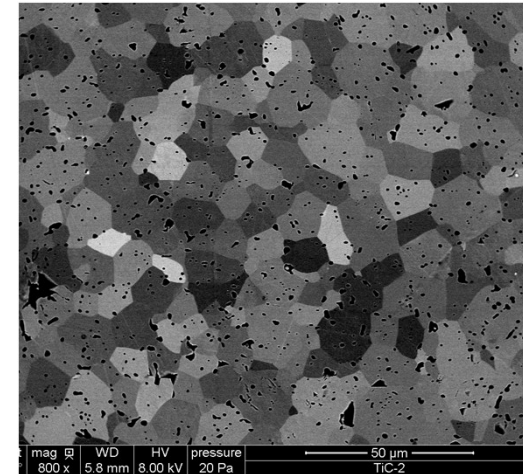
• UO_2



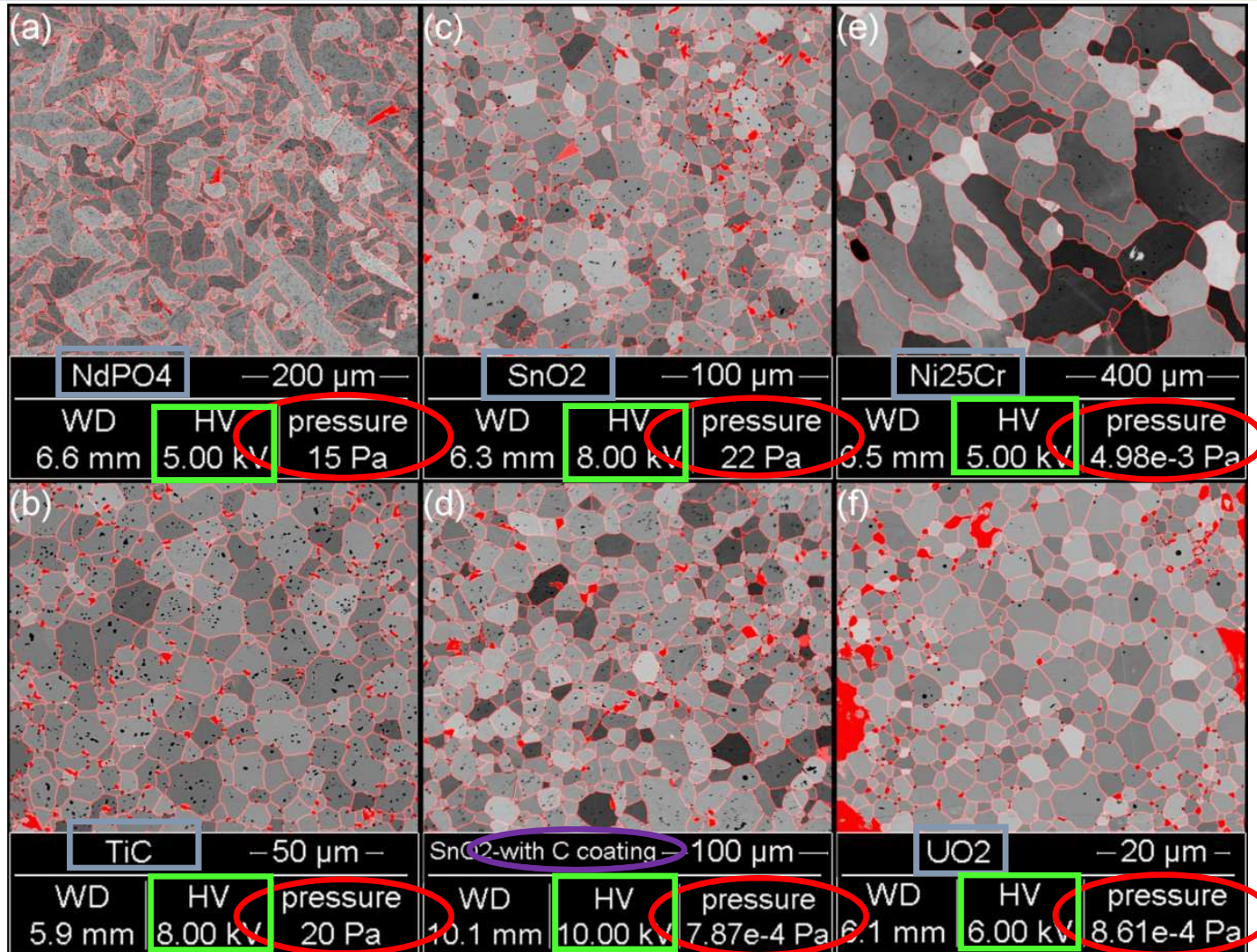
• SnO_2



• TIC



Utilisation de SEraMic

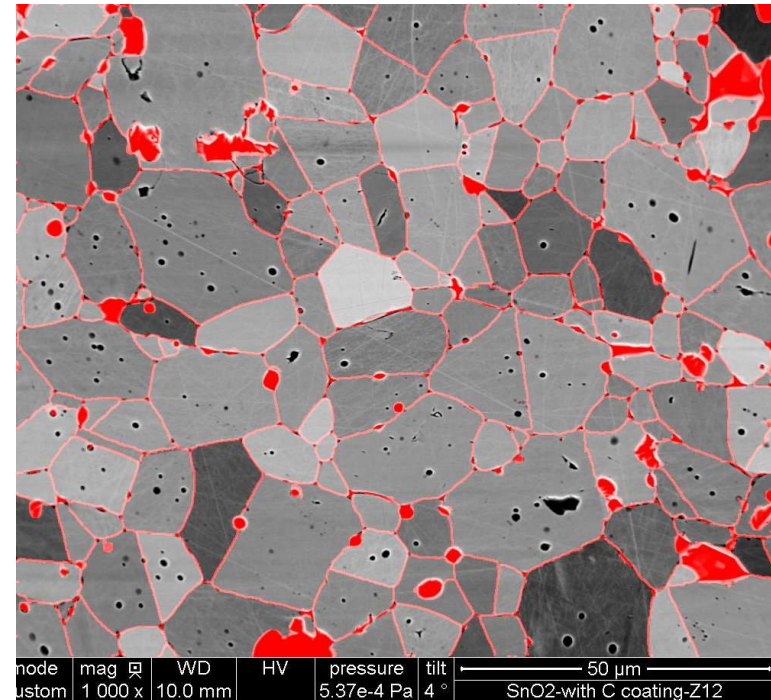
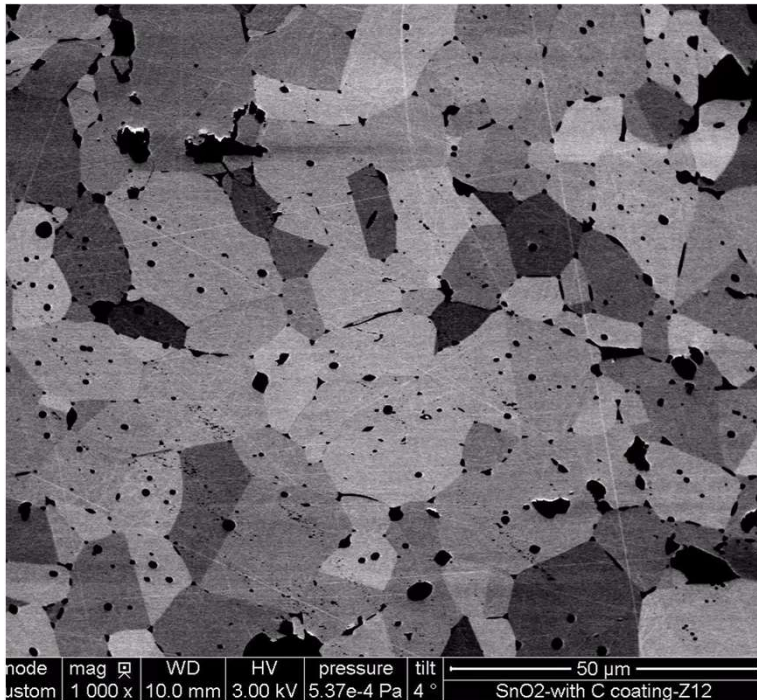


Optimisation de SEraMic



- Polissage miroir de la surface de l'échantillon
- Nombre d'images requises : de 5 à 12 (15)
- Angles d'inclinaison des images : de -5° à $+5^\circ$
- Haute tension : 3 à 10 kV

- *Essentiel*
- *Images contrastées*
- *Elargissement des contours*
- *Eviter le contour blanc des grains*



- Objectif = Limiter l'intervention de l'opérateur lors de l'étape de segmentation
- S'il reste quelques rayures, le plugin peut parfois fonctionner correctement

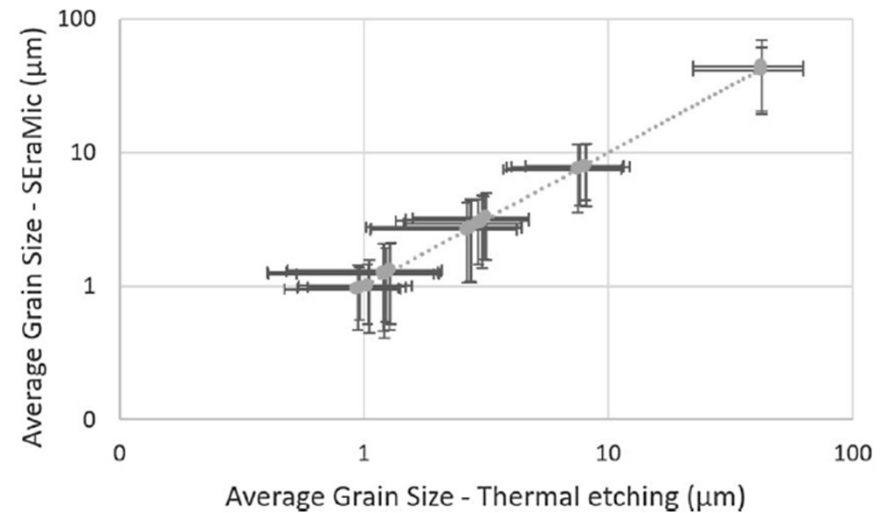
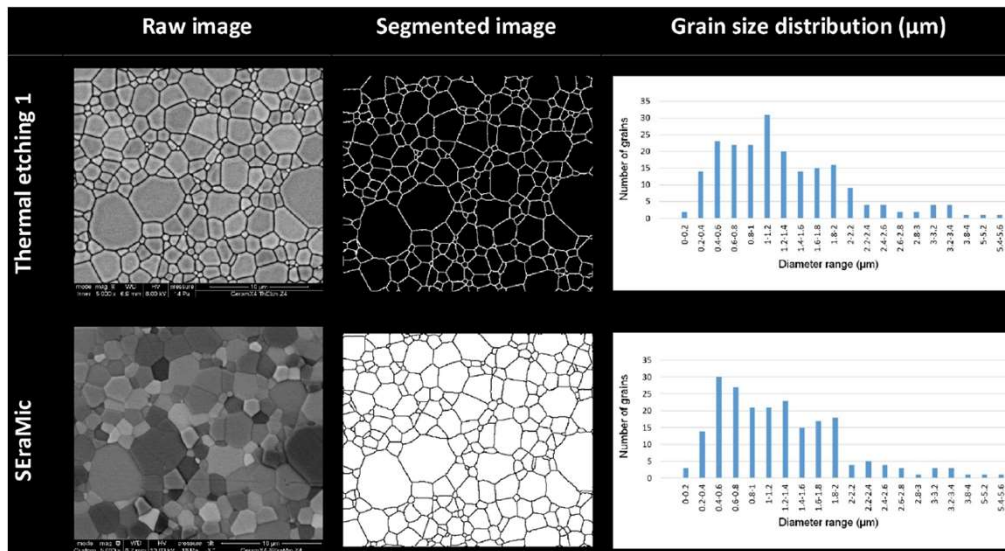
Comparaison SEraMic / gravure thermique



- Détermination de la taille de grain sur la même zone par différentes méthodes

YAG1		YAG2		YAG3			YAG4		
SEraMic	TEtch_2	SEraMic	TEtch_2	TEtch_1	SEraMic	TEtch_2	TEtch_1	SEraMic	TEtch_2
0.97 ± 0.41	0.96 ± 0.42	8.82 ± 4.70	ND	3.18 ± 1.67	3.24 ± 1.67	3.16 ± 1.58	1.29 ± 0.81	1.23 ± 0.83	1.24 ± 0.81
0.95 ± 0.48	0.94 ± 0.47	9.24 ± 4.84	ND	3.00 ± 1.47	2.94 ± 1.48	2.94 ± 1.49	1.27 ± 0.70	1.24 ± 0.70	1.23 ± 0.70
1.01 ± 0.56	1.05 ± 0.51	9.87 ± 4.58	ND	2.99 ± 1.72	3.07 ± 1.70	3.04 ± 1.70	1.25 ± 0.79	1.26 ± 0.80	1.20 ± 0.80
0.99 ± 0.47	1.04 ± 0.45	9.55 ± 5.08	ND	3.09 ± 1.56	3.14 ± 1.56	3.10 ± 1.62	1.31 ± 0.83	1.28 ± 0.81	1.27 ± 0.79
		9.01 ± 4.88	ND	ND	2.72 ± 1.64	2.74 ± 1.67	1.34 ± 0.79	1.32 ± 0.80	1.29 ± 0.80
		7.72 ± 3.68	7.65 ± 3.81	ND	2.76 ± 1.67	2.72 ± 1.70			
		7.91 ± 3.545	8.06 ± 3.46	ND	2.64 ± 1.57	2.63 ± 1.57			
		7.46 ± 3.93	7.51 ± 3.80	ND	40.83 ± 20.46	42.60 ± 20.35			
		7.83 ± 3.86	8.11 ± 4.10	ND	44.08 ± 24.63	42.60 ± 20.35			

- Corrélation SEraMic – Gravure thermique

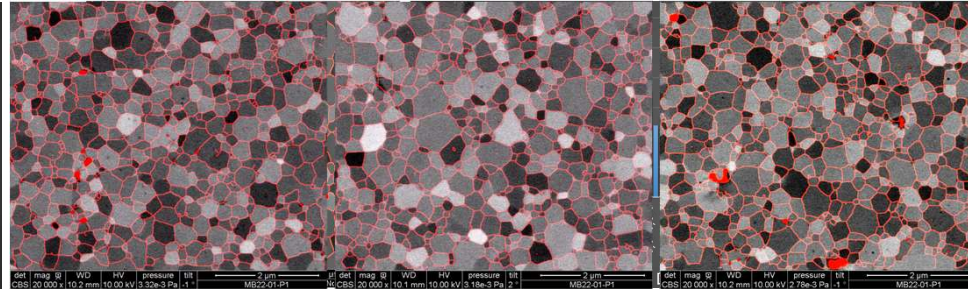
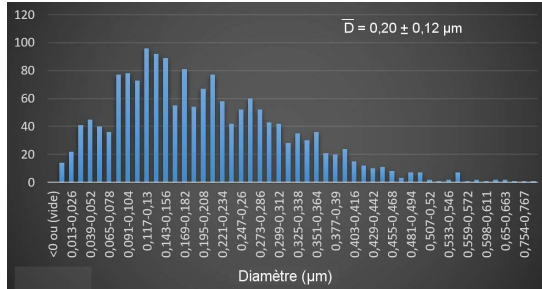


Exemple d'utilisation de SEraMic

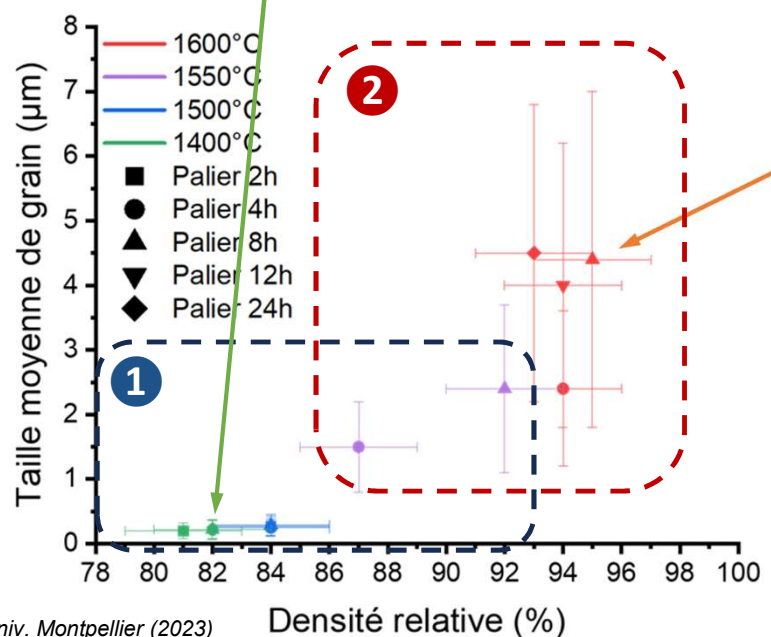
$U_{0,88}Nd_{0,12}O_{2\pm y}$

1664 grains

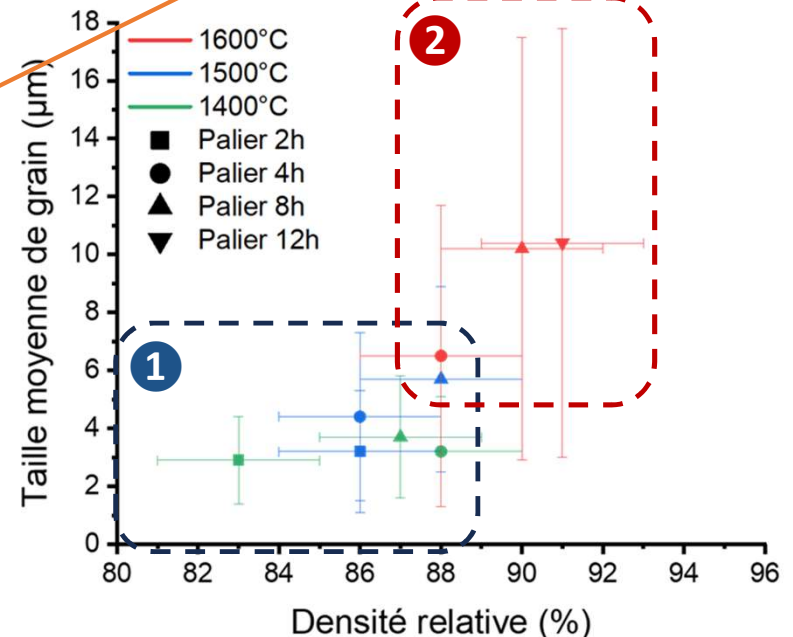
1205 grains



Atmosphère réductrice



Atmosphère inerte



LABO SCIENCE

Combien y a-t-il de grains de riz dans un paquet ?

Mille, dix mille, cent mille, un million... ? Compter tous les grains de riz peut te paraître impossible, et pourtant !
Voici une petite manip' pour découvrir comment faire.

Il te faut : • une poignée de riz • une balance • une soucoupe • un crayon

1 Commence par peser
5 grammes de riz.



Regarde,
5 grammes de riz,
ce n'est pas lourd,
mais ça fait déjà
beaucoup de grains !

Cette expérience t'est offerte par le magazine **images DOC**

SERaMic – Développements complémentaires



- Procédure d'acquisition automatique des images (MEB)

```
File Edit View Navigate Code Refactor Run Tools VCS Window Help test_vent - C:\SharedData\Joseph\Prog_Python\Lib_seramic2.py - Administrator
prog_test3
starter.py test_dep.py Lib_seramic2.py Lib_MEB_KAIS.py Lib_stack.py drift_correction_platine.py Lib_drift_correction_platine.py Lib_create_databar_temp.py read_metadata.py
from tkinter import *
from Lib_MEB import *

microscope = SdbMicroscopeClient()
microscope.connect("192.168.0.1")

def seramic2():
    # seramic2 avec create_databar_integre

    list_params = ask_params()
    tilt_min = float(list_params[0])
    tilt_max = float(list_params[1])
    tilt_pas = float(list_params[2])
    print('min', tilt_min, 'max', tilt_max, 'pas', tilt_pas)

    dir_path = def_file_path()
    im = microscope.imaging.grab_frame()
    stage_position = get_position()
    text_label_pixel_size = ask_text_label(im)

    value_max_scale, value_name_sample = ask_databar(text_label)
    print('step1', value_max_scale, value_name_sample)

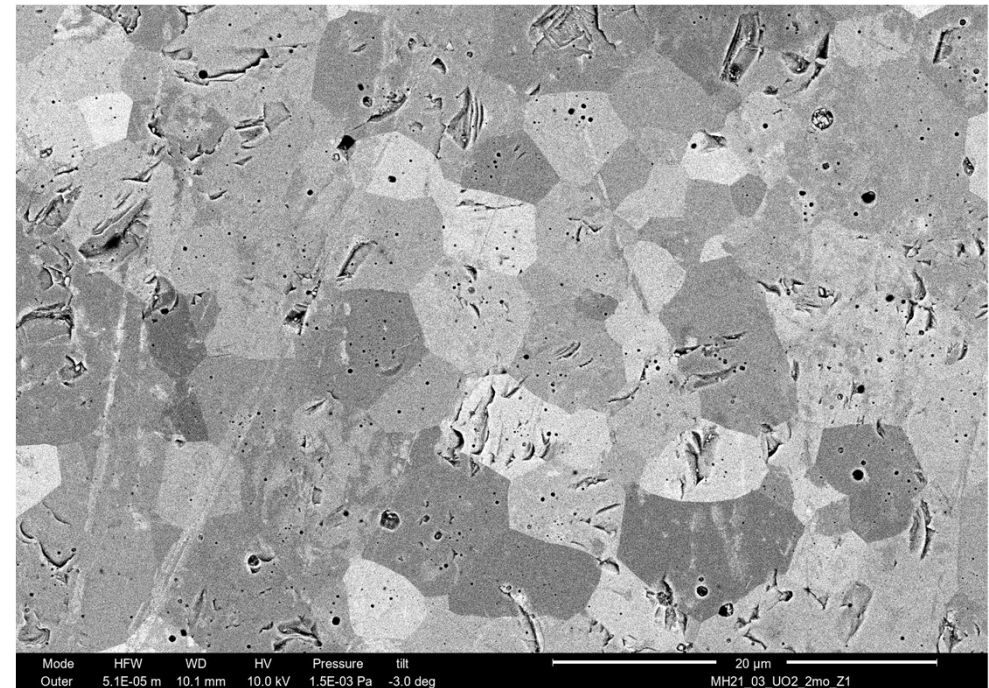
    for tilt in np.arange(tilt_max, tilt_min - 1, -tilt_pas):
        print(tilt)
        move_stage(stage_position.x, stage_position.y, stage_position.z, tilt * 3.14159 / 180)
        # im_tilted = save_image_during_heating()
        im_tilted = microscope.imaging.grab_frame()
        im_tilted.save(dir_path + '\\'+ value_name_sample[0] + '_' + str(tilt) + '.tif')

        # save_image(im_tilted, dir_path + '\\im_tilted_' + str(tilt))
        # create_databar(pixel_size, value_max_scale, value_name_sample, im_tilted, dir_path + '\\value_name_sample_' + str(tilt) + '.tif')
        # create_databar(pixel_size, value_max_scale, value_name_sample, im_tilted, dir_path + '\\'+ value_name_sample[0] + '_' + str(tilt) + '.tif')

    move_stage(stage_position.x, stage_position.y, stage_position.z, 0)

    print('Program Done')
    return dir_path, value_max_scale, value_name_sample

def ask_params():
    ##### fenetre d'info
    info = Tk()
    info.title('SERAMICS : Infos')
    info.minsize(width=400, height=200)
    info.config(menu=20, padx=20)
    libelle = Label(info, text='Ajuster le Contraste/Brillance et la vitesse de scan')
```

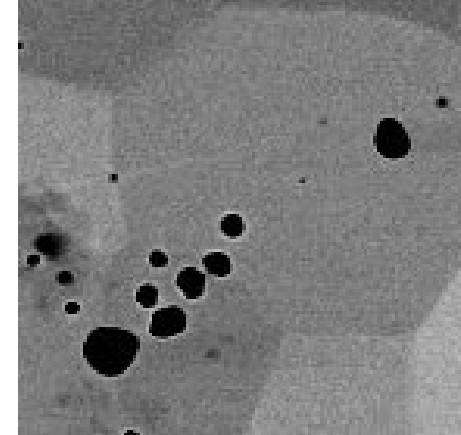
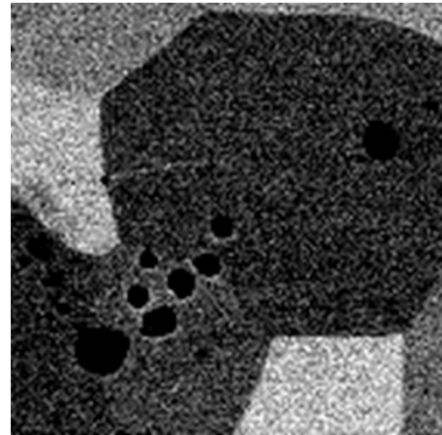
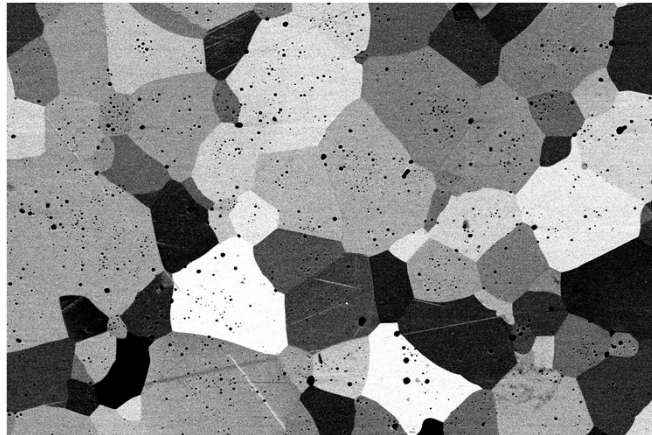


SEraMic – Développements complémentaires

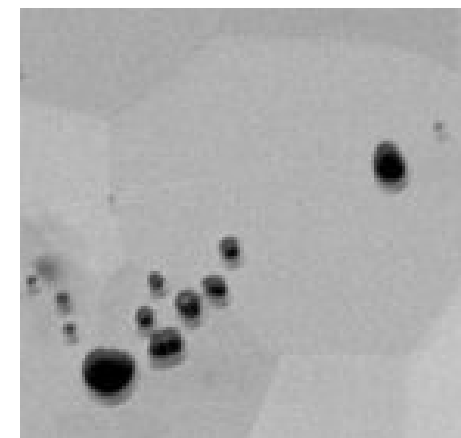
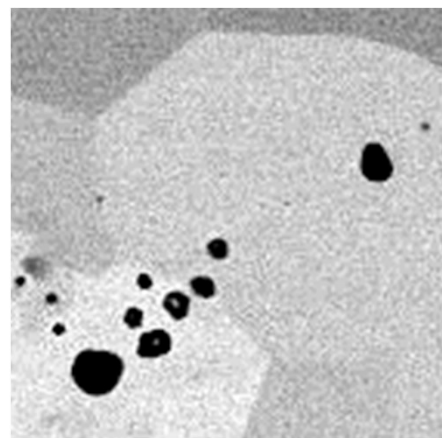
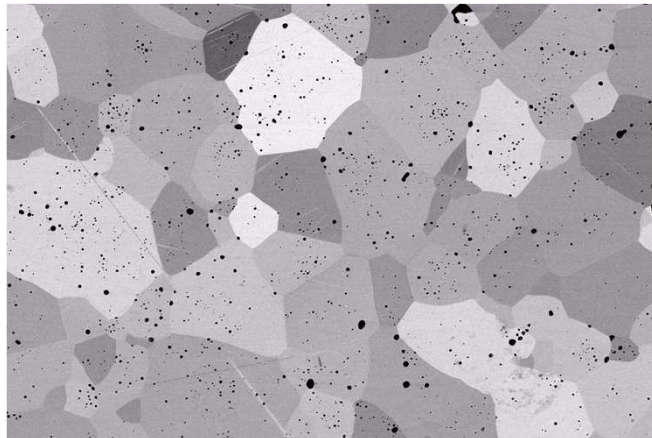


- Voie d'amélioration possible : Procédure d'alignement des images : bUnwarpJ → Permet de corriger la déformation liée au tilt lors de l'enregistrement des images au MEB

bUnwarpJ



SIFT

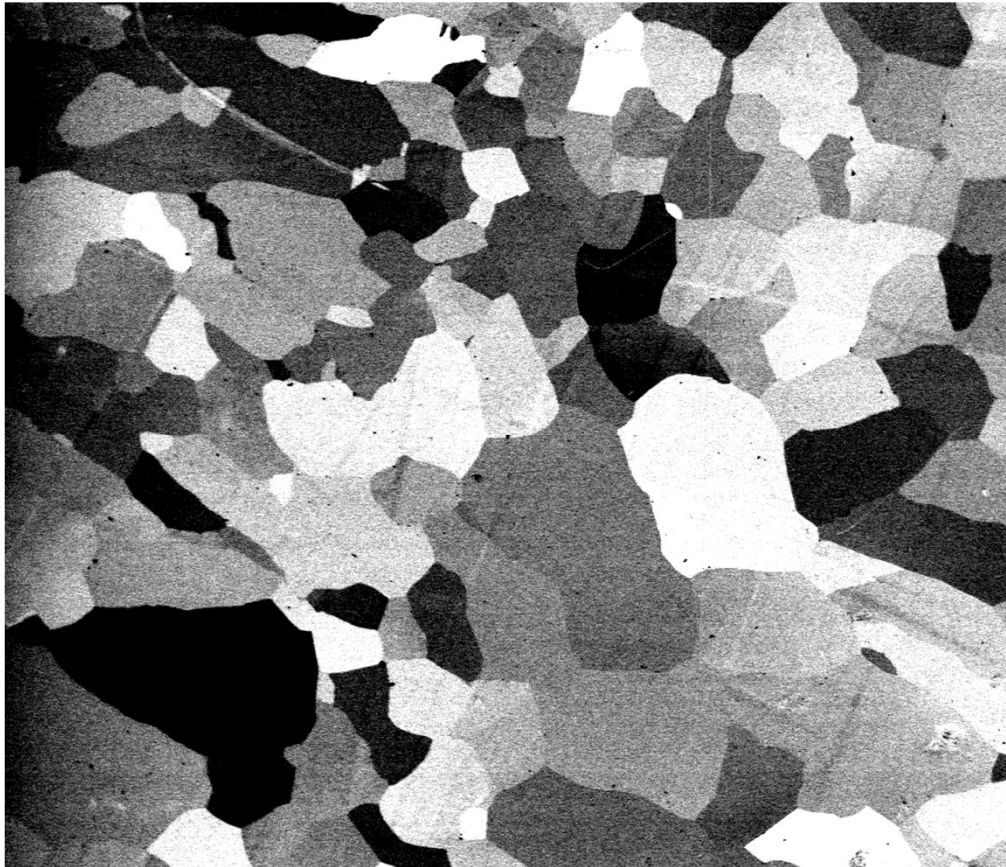


SEraMic – Développements complémentaires

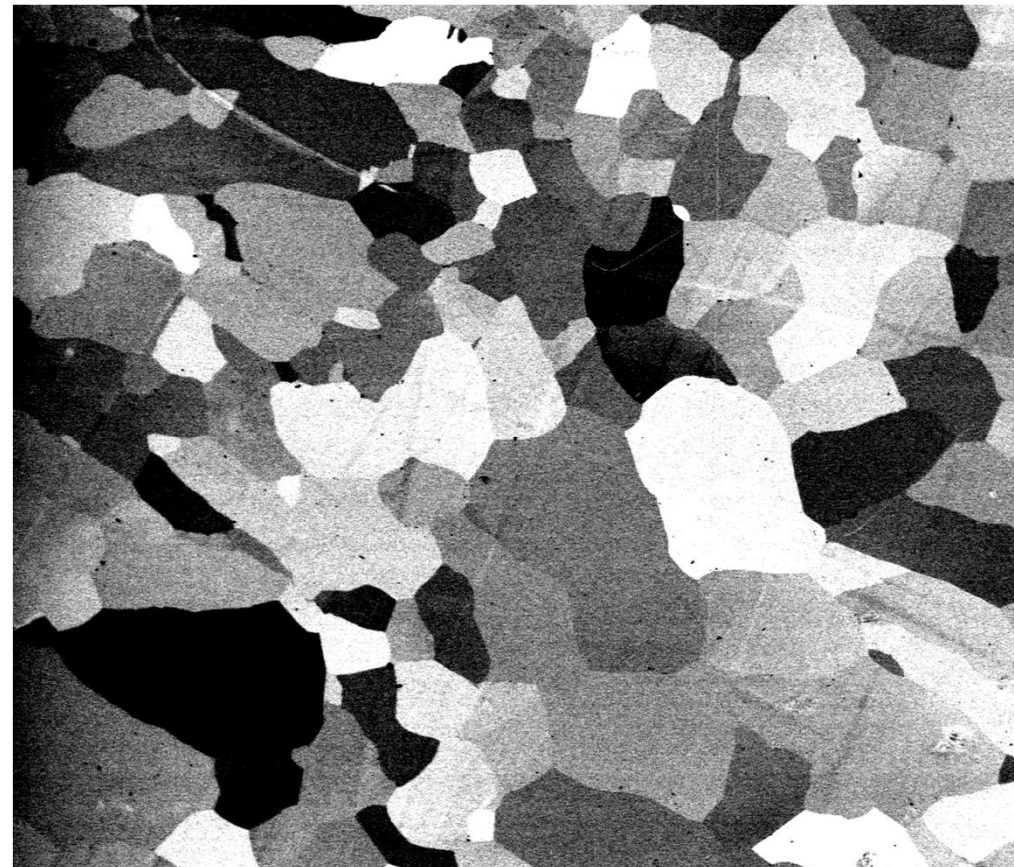


- Voie d'amélioration possible : Procédure d'alignement des images : bUnwarpJ → Parfois pas si évident..

bUnwarpJ



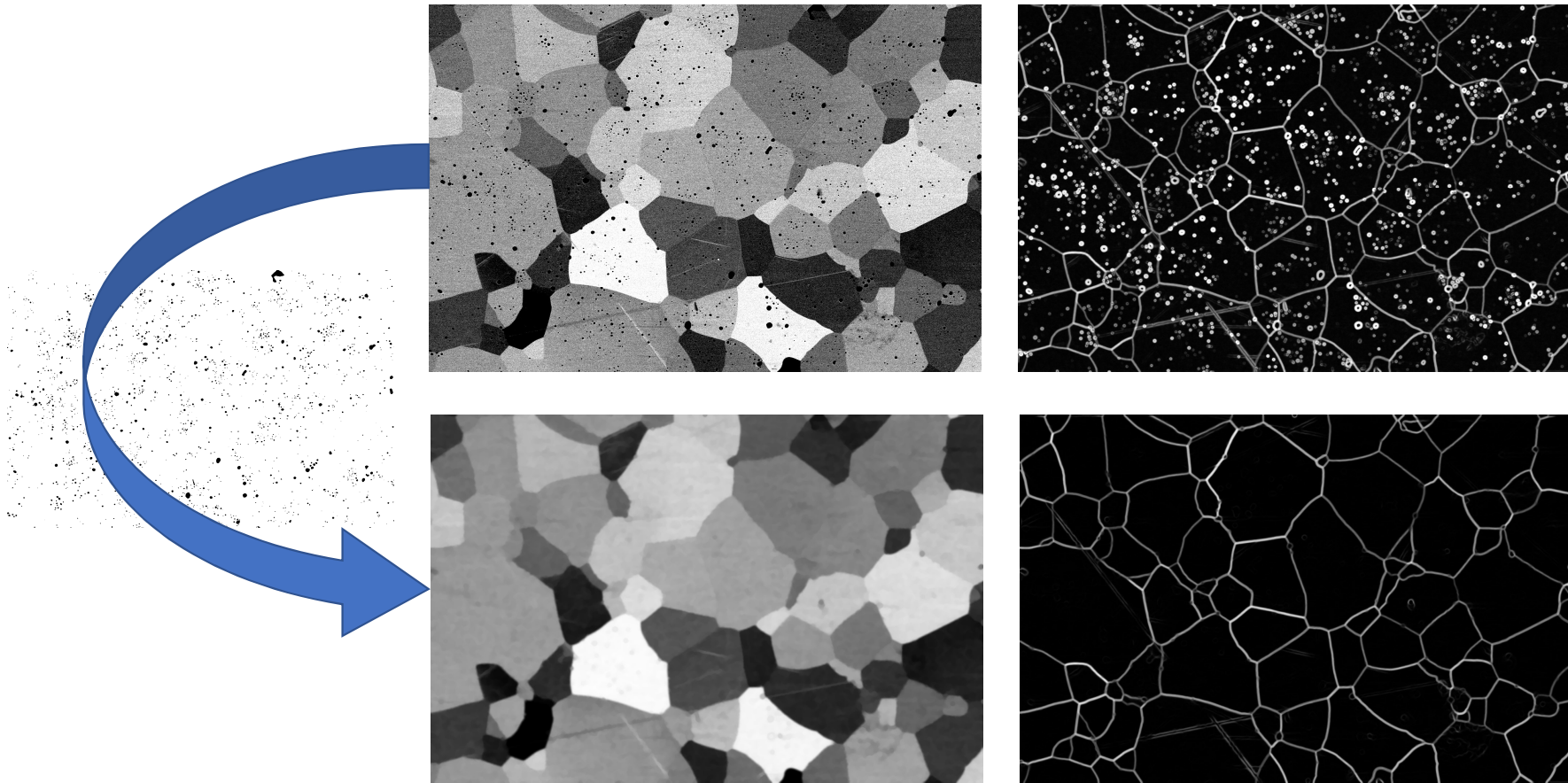
SIFT



SEraMic – Développements complémentaires



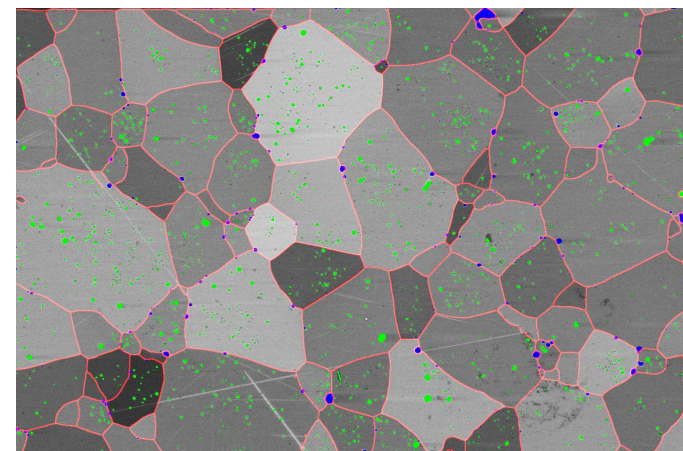
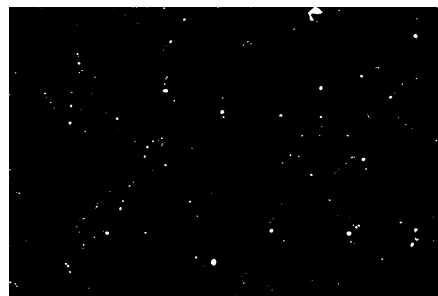
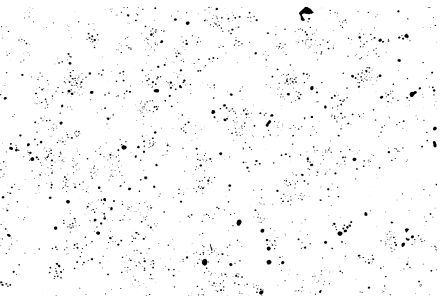
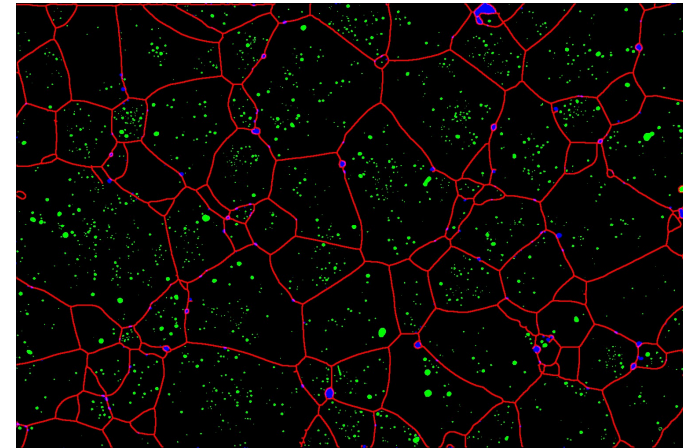
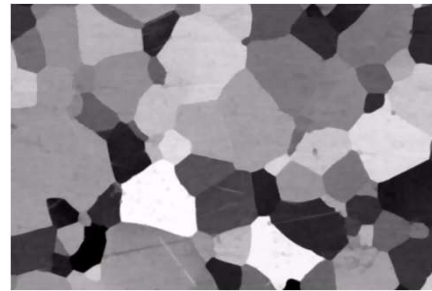
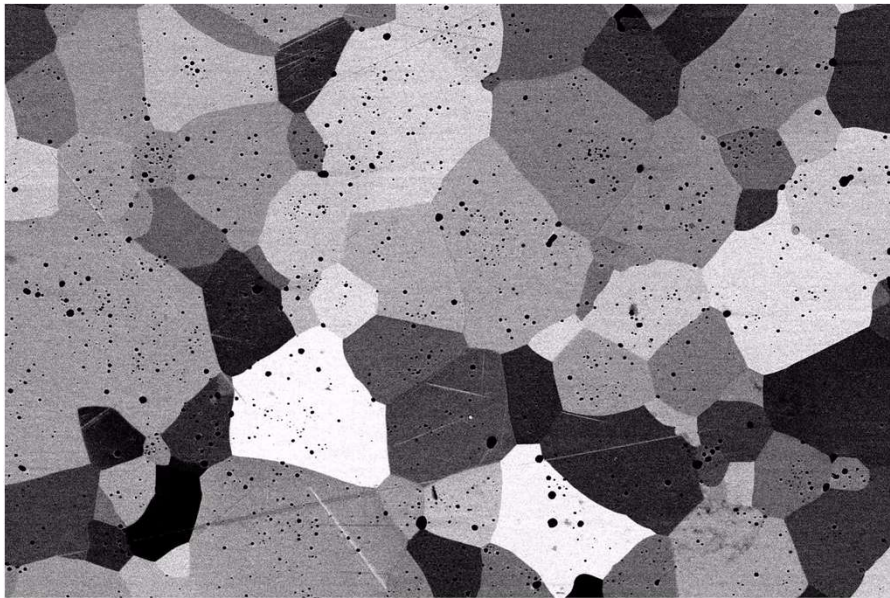
- Reconnaissance automatique des pores
- Reformation d'une image sans les pores pour extraction des contours des grains



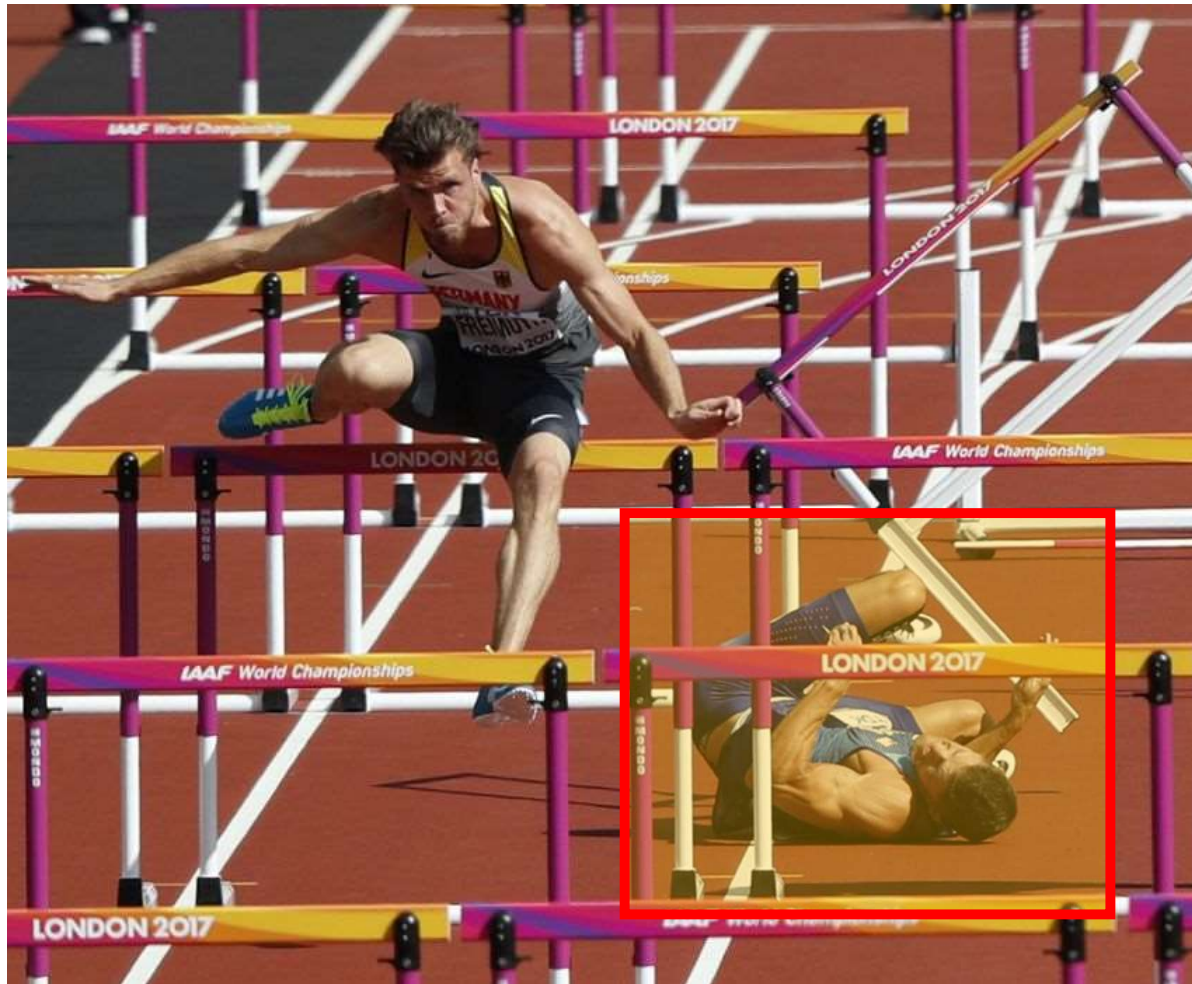
SEraMic 2.0



- Attribution porosité intragranulaire / intergranulaire + détermination du contour des grains
- Formation des images utilisateur + données



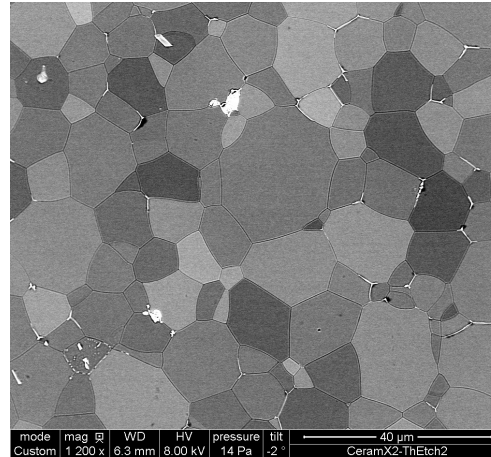
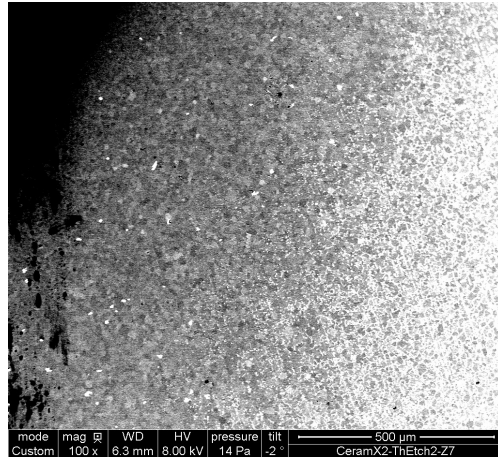
Avantages (*et limites*) de SEraMic



Avantages (et limites) de SEraMic



- Pas de dégradation de matériaux sensibles aux traitements thermiques



- Pas d'utilisation de produits chimiques dangereux
- Rapidité (et facilité) d'acquisition des images et de réalisation des mesures
- Statistique sur de nombreux grains
- Large gamme de taille de grains accessible (diamètre de 200 nm à 50 μm... et plus)
- Large gamme de matériaux accessibles
- Robustesse et fiabilité de la méthode
- *Polissage parfois difficile*
- *Matériaux monophasés*



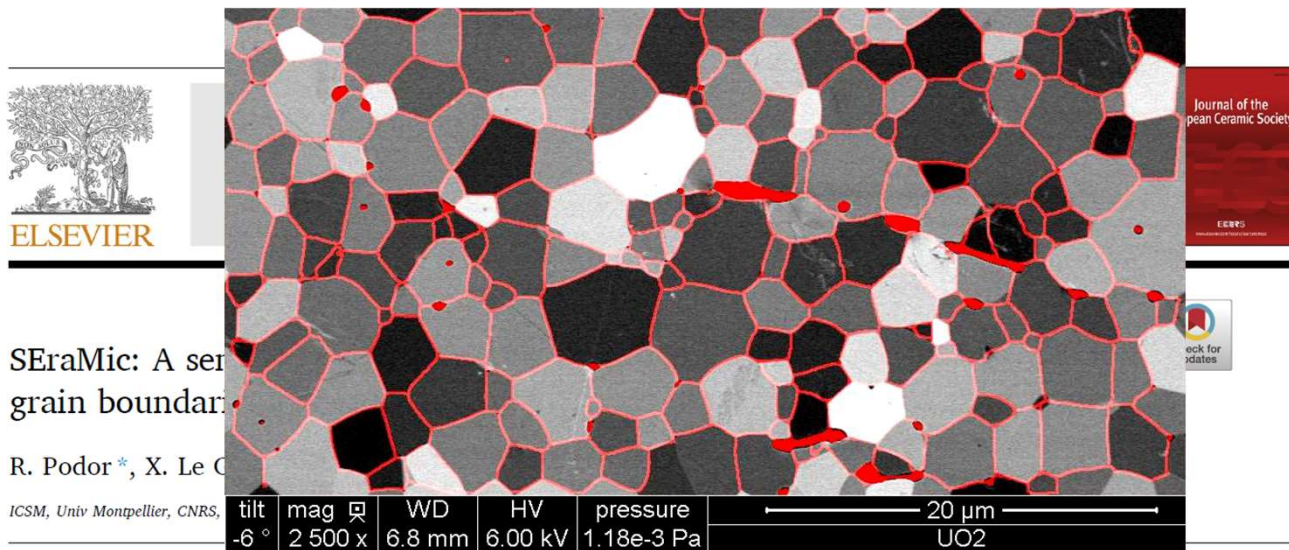


Conclusions



Conclusions

- SEraMic = Création de contraste entre les grains + Segmentation
- Plugin pour Fiji téléchargeable @ <https://github.com/xavier-legoff/SEraMic>
- Plus d'informations @ <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.03.062>



- Contact @ renaud.podor@cea.fr ou xavier.legoff@cea.fr

A vous de jouer !!!

Merci pour votre attention !