

APPORT DE L'APPRENTISSAGE NON SUPERVISÉ À L'ANALYSE DES RÉSULTATS DE NANOINDENTATION : IDENTIFICATION DE L'INTERPHASE FIBRE/MATRICE DANS UN MATÉRIAU COMPOSITE À PARTIR DES VALEURS DE MODULE ÉLASTIQUE

F. Boutenel¹(*), Y. Gaillard¹, F. Amiot¹ et E. Ramasso¹

1 : Université Marie et Louis Pasteur, SUPMICROTECH, CNRS, Institut FEMTO-ST, F-25000 Besançon, France

(*) florian.boutenel@femto-st.fr

Les approches par partitionnement de données, ou clustering, telles que la méthode des k-means, constituent des outils d'aide à l'analyse des résultats obtenus lors d'essais de nanoindentation. Elles permettent, dans cette étude purement numérique, d'identifier convenablement l'interphase fibre/matrice dans un matériau composite.

Mots-Clés – Composites à matrice organique, *Clustering*, Méthode des *k-means*, Profondeur d'indentation

RESUME

L'interface fibre/matrice joue un rôle crucial sur les performances d'un matériau composite étant donné qu'elle permet, entre autres, le transfert de charges entre les deux constituants. En outre, à l'échelle microscopique, cette frontière correspond à une zone de transition, appelée interphase, qui possède des propriétés distinctes de celles des fibres et de la matrice. L'identification de cette interphase est alors essentielle pour la caractérisation du matériau composite. L'essai de nanoindentation constitue une approche pertinente pour identifier l'interphase, d'un point de vue mécanique, à cette échelle [1]. Toutefois, l'analyse des résultats peut s'avérer complexe, notamment dans le cas des composites renforcés de fibres végétales en raison de leur ultrastructure.

Récemment, les outils de *machine learning* ont été employés pour aider à l'analyse des données de nanoindentation [2]. En particulier, les approches par partitionnement des données (*clustering*) semblent particulièrement adaptées pour l'identification des différentes phases dans un matériau. Parmi elles, la méthode des k-moyennes, ou *k-means*, reposant sur un processus itératif visant à minimiser la somme des distances entre les points de données et le centroïde des partitions (ou *clusters*), est la plus populaire en raison de sa simplicité et de son efficacité [3].

L'objectif de cette étude est donc d'évaluer l'efficacité de la méthode des *k-means* dans l'analyse des résultats de nanoindentation pour identifier l'interphase fibre/matrice dans un matériau composite. Pour cela, cette approche de *clustering* sera appliquée sur un cas modèle à partir de données exclusivement issues de simulations numériques.

Des indentations coniques en mode grille (11x11 points d'indentation) sur un matériau composite ont été simulées en 3D par la méthode des éléments finis avec le code de calcul Ansys. Pour chaque point d'indentation, la zone à indenter est placée au centre du modèle éléments finis tandis que la fibre (de rayon $r_{\text{fibre}} = 2,5 \mu\text{m}$ et de module d'Young $E_{\text{fibre}} = 20 \text{ GPa}$) est positionnée respectivement à la grille. La fibre est entourée d'une interphase (d'épaisseur $e_{\text{interphase}}$ et de module d'Young $E_{\text{interphase}}$). Plusieurs caractéristiques ont été considérées pour cette dernière : $e_{\text{interphase}} = 0,2 / 0,4 / 0,6 \mu\text{m}$ et $E_{\text{interphase}} = 8,75 / 12,5 / 16,25 \text{ GPa}$. Le reste de l'espace est occupé par la matrice (de module d'Young $E_{\text{matrice}} = 5 \text{ GPa}$). Le module d'indentation en chaque point a été calculé avec la méthode d'Oliver et Pharr à partir de la courbe charge-déplacement. Pour chaque cas, 18 profondeurs d'indentation (comprises entre $0,0166 \mu\text{m}$ et $0,2297 \mu\text{m}$)

μm) ont été investiguées.

Les résultats de nanoindentation ont ensuite été analysés avec la méthode des *k-means* de la bibliothèque scikit-learn sur Python. Seules les données relatives au module d'indentation ont été considérées en entrée de l'algorithme. Autrement dit, aucune hypothèse n'a été formulée sur la distribution spatiale des données. Le nombre de clusters à identifier est fixé à $k = 3$ tandis que l'algorithme a été répété 10 fois en utilisant l'approche *k-means++* pour l'initialisation des centroïdes. Le partitionnement obtenu en sortie de l'algorithme correspond à la meilleure convergence de ces 10 répétitions.

Suivant sa valeur de module d'indentation, chaque point peut alors être associé à l'une des trois partitions : ensemble des modules de valeur faible (*cluster* associé à la matrice), ensemble des modules de valeur élevée (*cluster* associé à la fibre) et ensemble des modules de valeur intermédiaire (*cluster* associé à l'interphase). L'indice de Rand, qui varie entre 0 à 1, est utilisé pour évaluer la similarité entre la distribution spatiale des trois partitions identifiées et la géométrie réelle du composite. Une valeur de 1 indique une similitude parfaite.

La Figure 1 présente un exemple de partitionnement de données ($e_{\text{interphase}} = 0,2 \mu\text{m}$ et $E_{\text{interphase}} = 12,5 \text{ GPa}$).

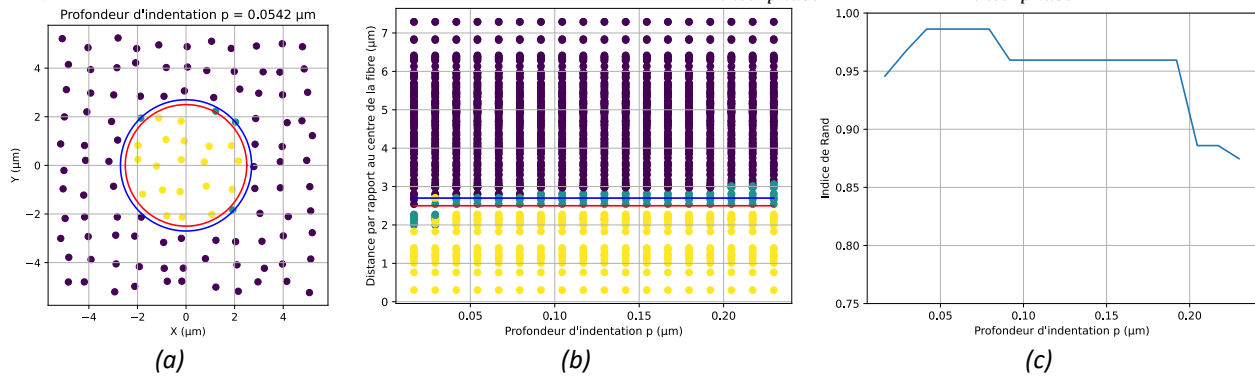


Figure 1 – (a) Identification des trois ensembles : fibres (en jaune), interphase (en vert) et matrice (en violet) à une profondeur d'indentation donnée ($p = 0,0542 \mu\text{m}$). Le cercle rouge représente la frontière réelle de la fibre tandis que le cercle bleu délimite celle de l'interphase. – (b) Partitionnement des données pour différentes profondeurs d'indentation. – (c) Évolution de l'indice de Rand en fonction de la profondeur d'indentation.

La distribution spatiale des trois partitions identifiées à partir de la méthode *k-means* est proche de la géométrie réelle du composite (Figure 1a). Les écarts d'identification varient en fonction de la profondeur d'indentation (Figures 1b et 1c). Aux faibles profondeurs, la position de la frontière fibre/interphase par rapport au centre de la fibre est sous-estimée tandis qu'elle est surestimée aux plus grandes profondeurs. L'intervalle des valeurs de profondeurs permettant une identification correcte de l'interphase dépend des propriétés de celle-ci. Une épaisseur élevée et un module d'Young intermédiaire par rapport aux autres constituants augmentent l'étendue de cet intervalle.

Ces travaux montrent ainsi que l'apprentissage non supervisé apporte une aide lors de l'analyse des données de nanoindentation pour identifier les différentes phases d'un matériau. Une amélioration significative de cette approche comprendrait la détermination du nombre de *clusters* k permettant un partitionnement optimal dans le cas où le nombre de phases présentes dans le matériau est inconnu.

Remerciements

Ces travaux ont été financés par SUPMICROTECH et ont été soutenus par la Graduate School EIPHI (contrat ANR-17-EURE-0002) et la Région Bourgogne-Franche-Comté.

Références

- [1] E.S. Huang *et al.*, *Characterization of interfacial properties between fibre and polymer matrix in composite materials - A critical review*, Journal of Materials Research and Technology, **13**, pages 1441-1484, 2021.
- [2] A. Puchi-Cabrera *et al.*, *Machine learning aided nanoindentation: A review of the current state and future perspectives*, Current Opinion in Solid State and Materials Science, **27**, pages 101091, 2023.
- [3] M. Alizade *et al.*, *A comparative study of clustering methods for nanoindentation mapping data*, Integrating Materials and Manufacturing Innovation, **13**, pages 526-540, 2024.