



HAL
open science

Microtomographie X de matériaux à comportement pseudo-fragile : Identification du réseau de fissures

Grégory Hauss

► **To cite this version:**

Grégory Hauss. Microtomographie X de matériaux à comportement pseudo-fragile : Identification du réseau de fissures. Autre. Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2012. Français. NNT : 2012BOR14654 . tel-00789670

HAL Id: tel-00789670

<https://theses.hal.science/tel-00789670>

Submitted on 25 Nov 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE

PRÉSENTÉE A

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES

Par Grégory HAUSS

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : Physico-Chimie de la Matière Condensée

Microtomographie X de matériaux à comportement pseudo-fragile :

Identification du réseau de fissures

Directeur de recherche : D. BERNARD

Soutenue le : 6 Décembre 2012

Devant la commission d'examen formée de :

M. BUFFIÈRE, Jean-Yves	Professeur, MATEIS (INSA), Lyon	Rapporteur
M. BURLION, Nicolas	Professeur, Polytech'Lille, Lille	Rapporteur
M. LE PETITCORPS, Yann	Professeur, LCTS, Pessac	Président
M. BATSALÉ, Jean-Christophe	Professeur, TREFLE (ENSAM), Bordeaux	Examinateur
M. GERMAIN, Christian	Professeur, IMS-LAPS, Bordeaux	Examinateur
M. MAGLIONE, Mario	Directeur de Recherche CNRS, ICMCB, Pessac	Examinateur
M. BERNARD, Dominique	Directeur de Recherche CNRS, ICMCB, Pessac	Examinateur

Remerciements

Le travail présenté dans ce manuscrit a été effectué au sein du groupe 4 de l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB - UPR 9048) sur la période 2008 - 2012. Je remercie Claude Delmas et Mario Maglione, directeurs successifs du laboratoire, pour m'avoir accueilli au cours de ces longues années.

Ces travaux s'incluant dans le projet CADMO (Composites : Analyse des Défauts et MOdélisation de la Durabilité) du Groupement d'Intérêt Scientifique AMA (Advanced Material in Aquitaine), dirigé par Yann Le Petitcorps, ces remerciements lui sont également adressés.

J'adresse toute ma gratitude aux rapporteurs Jean-Yves Buffière et Nicolas Burlion pour avoir accepté d'évaluer mes travaux et à l'ensemble des membres du jury, Jean-Christophe Batsale et Christian Germain, pour leurs remarques constructives lors de la soutenance.

Je remercie évidemment mon directeur de thèse, Dominique Bernard, pour la qualité de son encadrement, ses remarques avisées et la liberté d'action qu'il m'a accordée.

Ma reconnaissance va également au service atelier, notamment Guillaume Bertrand, pour sa réactivité et sa disponibilité tout au long de ces années.

Enfin, je remercie l'ensemble de mes collègues et amis présents et passés : Boubou, Olivier, Guillaume F., Samuel, Benjamin, les gars de l'imagerie, Ali, R'1, Yann (Matt) Damon, Julien, les bureaux A 27 et A30 et assimilés, Guy-Marie, Marianne, Guillaume L., Pierrick, Rudy, Thomas, Marion, Amélie, Lionel, Matthieu, Cédric, Annelise, Benjamin Button, les anciens, Martial, Hossein, Cyril, Livia, Cécile, Kevin, Gregl, Nicolas, Maxime, Steven Seagal, George Abitbol ...

Je remercie finalement ma famille pour son soutien indéfectible.

Table des matières

Introduction	1
1 La microtomographie	2
1.1 Principes généraux	2
1.1.1 Loi de Beer-Lambert	2
1.1.2 Transformée de Radon inverse	4
1.1.3 Procédure expérimentale d'une tomographie	5
1.2 Dispositifs expérimentaux	6
1.2.1 Les premiers scanners (1972)	6
1.2.2 Comparaison des deux types de source de rayon X	7
1.3 Perturbation du signal et artefacts de reconstruction	11
1.3.1 Aliasing	11
1.3.2 Durcissement de faisceau	12
1.3.3 Photons dispersés ou points chauds	13
1.3.4 Artefact en anneau	15
2 Les matériaux pseudo-fragiles	20
2.1 Rappels théoriques	20
2.1.1 Définition	20
2.1.2 Caractéristiques en termes de fissuration	21
2.2 Quelques matériaux types	22
2.2.1 Les SiC/SiC	22
2.2.2 Le béton	22
3 Conception d'un dispositif d'essai <i>in situ</i>	25
3.1 Définition du cahier des charges	25
3.1.1 Objectifs du dispositif	26
3.1.2 Les matériaux étudiés	27
3.1.3 Les contraintes spatiales	28
3.1.4 Dimensions optimales de l'éprouvette et configuration d'acquisition	30
3.1.5 Le cahier des charges	31
3.2 Conception	32
3.2.1 Architecture globale du dispositif	32
3.2.2 Choix de l'actionneur	32
3.2.3 Choix des capteurs	34
3.2.4 Dimensionnement et dessin de définition	36
3.3 Asservissement du système en déplacement	38
3.4 Tests du dispositif	42
3.4.1 Test du capteur de déplacement	42
3.4.2 Test du dispositif avec pilotage en déplacement et détection de fissure	42
3.4.3 Amélioration des performances du système par ajustement des constantes du PID	47

4	Développement d'outils d'analyse d'images	49
4.1	Définition de la mesure de surface et de volume	49
4.2	Premières acquisitions réalisées à l'aide d'un dispositif non instrumenté	51
4.2.1	Description du dispositif non instrumenté	51
4.2.2	Méthodologie d'acquisition et premières images	52
4.3	Outils d'analyse développés	54
4.3.1	Objectifs des outils	54
4.3.2	Traitement des données avant reconstruction : correction des artefacts en anneau	54
4.3.3	Traitement des données après reconstruction : procédure d'amélioration de la qualité des images reconstruites	55
4.3.4	Amélioration de la mesure de la surface de porosité : Algorithme de bouchage des trous	58
4.3.5	Détection au plus tôt des fissures : Utilisation de la méthode de corrélation d'image	61
4.4	Résultats obtenus	63
4.4.1	Evolution du volume et de la surface de fissure au cours de l'endommagement	63
5	Expériences et résultats	65
5.1	Acquisition synchrotron	65
5.1.1	Description	65
5.1.2	Procédure expérimentale modifiée	66
5.1.3	Traitement des données avant reconstruction	72
5.1.4	Méthode classique en transmission (champ proche) : Etude d'un sous-volume pour seuillage direct	78
5.1.5	Acquisition en contraste de phase (champ lointain) : Etude d'un sous-volume pour seuillage direct	94
5.1.6	Comparaison des volumes issus d'acquisition en champ proche et en champ lointain	102
	Conclusion	112

Introduction

La caractérisation des matériaux à comportement pseudo-fragile tels que les bétons et les composites à matrice céramique fait l'objet de nombreuses études [LN00, CGB⁺11] et la compréhension de l'endommagement de ces matériaux est devenue un enjeu majeur dans l'optimisation de leur durée de vie. Les avancées dans le domaine de la caractérisation telle la microtomographie X, qui permet de visualiser leur structure interne, et le développement en parallèle de techniques d'analyses d'images ouvrent de nouvelles perspectives : il est désormais possible d'étudier la fissuration de ce type de matériaux en conjuguant test mécanique in-situ et technique de caractérisation de la géométrie interne dans des installations souvent spécialisées telles les synchrotrons. Peu d'acquisitions in-situ sont effectivement réalisées dans des appareils de laboratoires où les études 4D (Imagerie 3D + évolution au cours du temps) peinent à se développer.

Le travail présenté constitue la première étape d'une procédure plus globale qui vise à améliorer la connaissance du processus de fissuration au sein des matériaux pseudo-fragile. Cette procédure globale consiste à :

- Identifier de manière rigoureuse et reproductible le réseau de fissures lors de l'endommagement du matériau. Pour ce faire, un dispositif d'essai in-situ ainsi qu'une méthode d'analyse ont été mis en place. Ils sont présentés dans la suite de ce mémoire.
- Simplifier les données en vue d'une intégration dans un modèle éléments finis.
- Modéliser le comportement du matériau par la recherche de paramètres matériau d'intérêt. Les données simulées sont comparées avec les données réelles et les paramètres d'intérêt sont ajustés.

De nombreuses études ont été menées dans ce but que ce soit dans le domaine médical [FPVS⁺07] ou dans le domaine des matériaux à comportement pseudo-fragile [LB09, CGB⁺11]. De manière générale, la phase d'identification du réseau de fissures est réalisée par un seuillage des données brutes issues d'acquisition microtomographiques sans traitement préalable et sans analyse des conséquences du choix de la valeur de seuil. Certaines caractéristiques du réseau de fissures isolé dans des matériaux cimentaires, telle la surface de fissure, sont cependant très sensibles à cette valeur de seuil [NZF⁺01]. Il est donc important de définir une procédure qui permet d'analyser de manière robuste l'espace fissuré.

Cette étude s'est donc attachée à caractériser au mieux la totalité du réseau de fissures de ce type de matériau via des acquisitions in-situ réalisables aussi bien en synchrotron qu'en microtomographe de laboratoire. Pour ce faire, un dispositif d'essai in-situ a été développé et une procédure de traitement des images a été validée.

- Le dispositif est conçu de telle manière qu'une éprouvette puisse être maintenue dans un état de déformation très stable le temps d'une acquisition. Il est prévu d'utiliser ce dispositif aussi bien dans des installations de laboratoire qu'en synchrotron.
- La procédure de traitement a pour objectif de caractériser au mieux le réseau de fissures. Les fissures de faibles dimensions doivent pouvoir être identifiées au plus tôt de l'endommagement et les fronts de fissures caractérisés de la manière la plus fine possible.

Une fois les données traitées, des mesures sont alors effectuées sur le réseau de fissures identifié.

Ainsi, le présent document présentera tout d'abord la méthode de caractérisation qu'est la microtomographie X et les matériaux à comportement pseudo-fragile étudiés. S'en suivront d'une part, la description d'un dispositif d'essai in-situ dédié à la compression de ces matériaux et d'autre part, la sélection des outils d'analyse d'image 3D utilisés. Finalement, les expériences menées et les résultats obtenus seront présentés et les nombreuses perspectives esquissées.

Chapitre 1

La microtomographie

La microtomographie X est un procédé de caractérisation non destructif qui permet d'identifier la géométrie interne d'un matériau. Dans son ensemble, le processus est similaire à celui du scanner médical, seules les énergies des photons X en diffèrent.

Le terme tomographie définit tout procédé de caractérisation produisant une coupe en tranche de l'objet à visualiser. Cette coupe peut être virtuelle, comme c'est le cas dans la microtomographie X, ou réelle, auquel cas la méthode de caractérisation devient invasive. C'est le cas de la tomographie FIB (Focused Ion Beam) [HIG⁺04].

Le terme micro quant à lui décrit tout simplement l'échelle atteinte par la technique. De nos jours, les meilleurs microtomographes X atteignent des tailles de pixel de l'ordre de $0,5 \mu\text{m}$.

Plusieurs techniques permettant de caractériser la structure interne d'un matériau à l'aide des rayons X existent. Les plus communes étant l'analyse des rayons transmis et l'analyse des rayons diffractés respectivement nommées microtomographie par transmission [PDF00] et microtomographie par contraste de phase [CLG⁺00]. Ces deux techniques sont complémentaires, la transmission permettant de visualiser la texture interne grâce aux écarts d'absorption des rayons X entre les constituants du matériau, le contraste de phase détectant de manière fine les frontières entre ces constituants.

Par la suite, seule la technique de microtomographie par transmission, communément appelée μ -CT pour micro computed tomography, sera présentée.

1.1 Principes généraux

La microtomographie par transmission exploite deux lois :

- La loi de Beer- Lambert : décrivant la transmission des rayons X dans la matière.
- La transformée de Radon inverse : principe mathématique utilisé pour la reconstruction d'une géométrie 3D à partir de différentes projections 2D.

Ces deux principes sont décrits plus en détails dans les paragraphes suivants.

1.1.1 Loi de Beer-Lambert

Le schéma ci-dessous (Fig. 1.1) illustre la transmission des rayons X à travers la matière pour une longueur d'onde fixée, *i.e.* une énergie de photon constante.

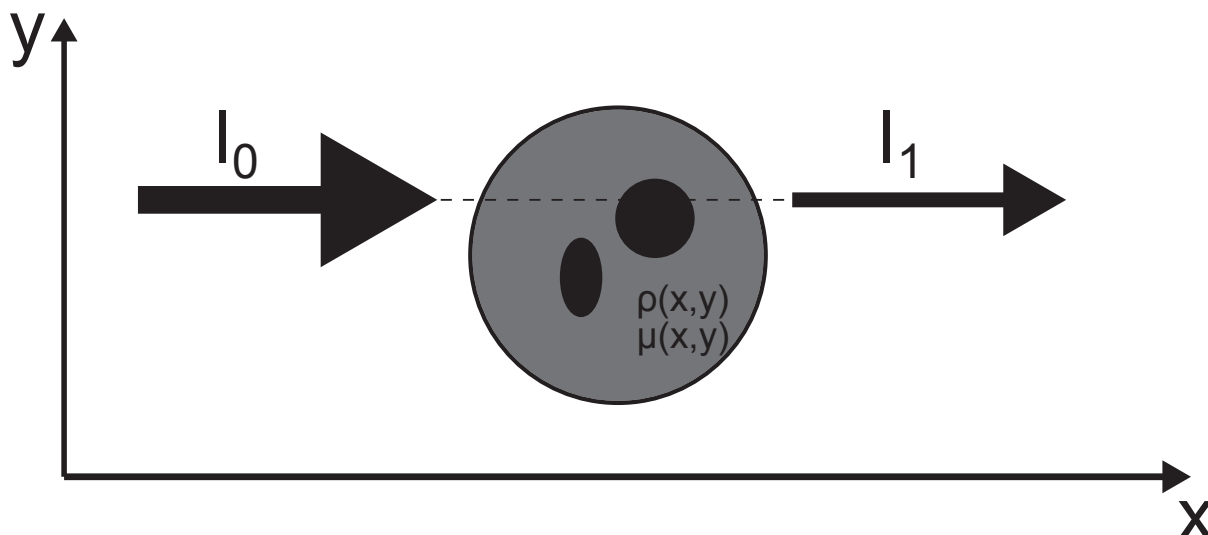


FIGURE 1.1 – Transmission des rayons X dans la matière

La loi de Beer-Lambert (Eq.1.1) traduit le phénomène d'atténuation du faisceau transmis qui dépend de l'atténuation linéaire des phases présentes dans le matériau et de leurs épaisseurs.

$$I_1 = I_0 \times \exp\left[-\int_{path} \mu(x,y) dx\right] \quad (1.1)$$

- I_0 Intensité du faisceau émis ($W.m^{-2}$)
- I_1 Intensité du faisceau transmis ($W.m^{-2}$)
- μ Coefficient d'atténuation linéaire (m^{-1})
- dx Variable d'intégration (m)

Le coefficient d'atténuation linéaire μ dépend à la fois de la densité de la phase considérée et du numéro atomique des éléments traversés et n'a pas la même expression selon les énergies E des photons X.

- $E < 200$ keV, l'effet photo-électrique [Her87] prédomine au niveau de l'interaction entre photon X et matière, le coefficient d'atténuation est une fonction du numéro atomique et de la masse volumique (Eq.1.2).
- $E > 200$ keV, l'effet Compton devient le processus d'interaction prépondérant et le coefficient d'atténuation μ est proportionnel à la masse volumique du matériau et à la puissance cubique de l'énergie. Le numéro atomique de l'élément n'intervient pas. Cependant, à de telles énergies, μ devient faible et le contraste *i.e.* la différence entre l'intensité du faisceau émis et transmis est plus faible.

$$\frac{\mu}{\rho} = K \times \frac{Z^4}{E^3}, \quad E < 200 \text{ keV} \quad (1.2)$$

- ρ Masse volumique du milieu ($kg.m^{-3}$)
- K Constante ($m^2.kg^{-1}.(eV)^3$)
- Z Numéro atomique de l'élément traversé
- E Energie des photons (eV)

Pour une tomographie réalisée en laboratoire, les énergies sont centrées sur la valeur du pic d'émission du tungstène, aux alentours de 60 keV. L'effet photoélectrique domine. Il est alors possible d'avoir des coefficients d'atténuation similaires pour des matériaux différents comme l'indique l'équation 1.2. C'est le cas, par exemple, de l'alumine (Al_2O_3) et du nitrure de silicium (Si_3N_4) qui ont des coefficients μ très proches à 60 keV (respectivement 0.94 cm^{-1} et 0.90 cm^{-1}).

1.1.2 Transformée de Radon inverse

La transformée de Radon est l'outil mathématique à la base de la tomographie X. Concrètement, la transformée de Radon d'une fonction 2D est l'ensemble de ses projections (Eq. 1.3) sur un plan tournant Π_θ (Fig. 1.2a).

En tomographie X, la fonction 2D correspond aux valeurs du coefficient d'atténuation d'une tranche de l'objet et sa transformée de Radon, à l'ensemble des valeurs relevées sur la largeur du détecteur pour θ allant de 0 à 2π . A partir d'un nombre suffisant de projections, on peut alors, par transformée de Radon inverse, trouver l'ensemble des valeurs des coefficients d'atténuation de l'objet. La représentation graphique de la transformée de Radon est donnée par le sinogramme (Fig. 1.2b) dans lequel les valeurs de gris sont affichées pour chaque tranche dans un référentiel U, θ . U étant l'axe de la largeur du détecteur et θ l'angle de projection. Dans un tel espace, l'image d'un point de l'objet est une sinusoïde alors que l'image d'un point du détecteur est une droite. Cette représentation est particulièrement utilisée pour la détection des pixels morts ou sursaturés du détecteur, responsables des défauts de ring artefact (cf. 1.3.4).

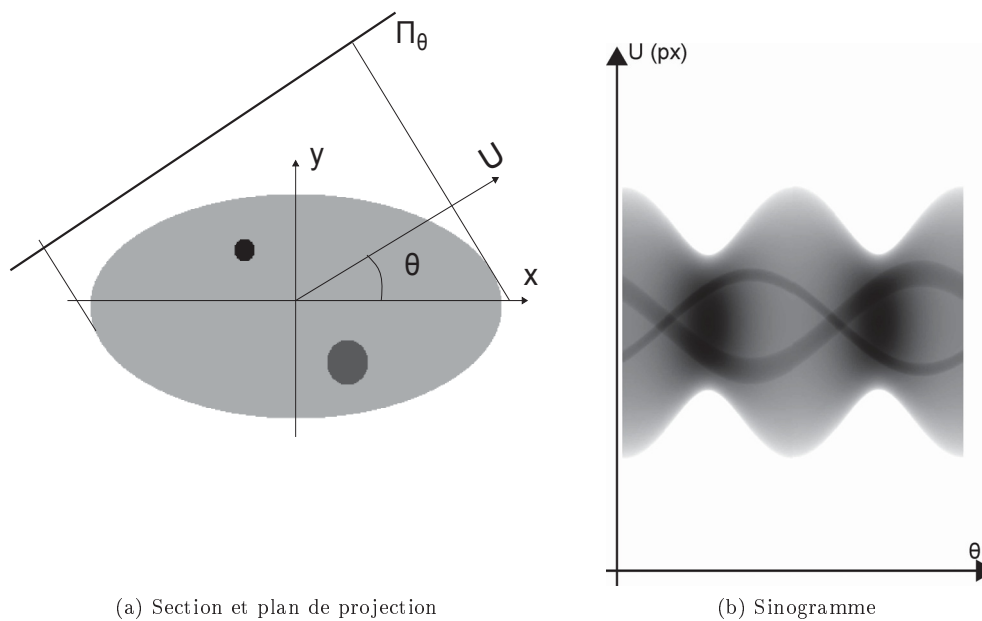


FIGURE 1.2 – Section reconstruite et sa transformée de Radon présentée sous forme de sinogramme

$$P_\theta(U) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \times \delta(x \times \cos(\theta) + y \times \sin(\theta) - U) dx dy \quad (1.3)$$

- P_θ Projection sur une ligne du détecteur d'une section d'échantillon
- f Fonction 2D des coefficients d'atténuation dans une tranche de l'échantillon
- δ Distribution de Dirac

L'inversion de ce type d'intégrale repose sur l'utilisation du théorème de la tranche centrale (Eq. 1.4) indiquant que la transformée de Fourier d'une projection à l'angle θ correspond à une ligne de valeur orientée d'un angle θ par rapport à l'axe des abscisses dans le graphe de la transformée de Fourier bidimensionnelle de la tranche de l'échantillon. Les valeurs d'absorption sont donc calculées comme suit :

1. Calcul de la transformée de Fourier de chaque projection.
2. Superposition dans le domaine fréquentiel des projections transformées en respectant l'angle θ avec l'axe des abscisses.
3. Calcul de la transformée de Fourier inverse bidimensionnelle.

$$S_{\theta}(w) = F(w, \theta) \quad (1.4)$$

S_{θ} Transformée de Fourier d'une projection à l'angle θ .
 $F(\cdot, \theta)$ Ligne radiale de la transformée de Fourier bidimensionnelle de f .

Dans les conditions réelles, les projections et les données matériaux sont des fonctions discrètes de l'espace et la géométrie du faisceau peut être parallèle ou conique. Les équations précédentes sont donc discrétisées et adaptées à la géométrie de faisceau. De plus, la résolution numérique de ce type de problème nécessite un certain nombre d'interpolations ainsi que des procédures légèrement différentes. Il existe, en effet, plusieurs algorithmes de reconstruction, utilisant majoritairement le principe de rétroprojection filtrée. Son point fort étant de pouvoir sommer directement dans le domaine temporel les transformées de Fourier inverses de chaque projection après un filtrage préalable. L'espace de stockage intermédiaire est donc minimisé. Le filtrage est induit par le passage en coordonnées polaires lors de la transformée de la projection. Généralement une fenêtre de Hamming [Ham77] est également implémentée de manière à réduire les bruits haute fréquence.

Dans le cas d'un faisceau conique, l'algorithme de reconstruction le plus utilisé est basé sur les résultats de Feldkamp [FDK84]. Il s'agit en réalité d'un algorithme de rétroprojection étendu à la géométrie conique. A partir des données géométriques du système, le faisceau conique est transformé virtuellement en un faisceau cylindrique et l'algorithme de rétroprojection filtrée est appliqué sur les sinogrammes modifiés. Il est à noter que d'autres méthodes de reconstruction sont disponibles telles que les méthodes itératives [BKK12]. Les temps de reconstruction sont plus longs puisque qu'on doit minimiser une fonction d'écart à l'équilibre. L'image reconstruite n'est plus obtenue par une reconstruction analytique directe. L'avantage de ces méthodes est de permettre d'implémenter les phénomènes physiques présents dans la chaîne d'acquisition et ainsi, de reconstruire fidèlement des volumes 3D à partir de données partielles. Un autre avantage, notamment dans le domaine médical est que ce type de reconstruction nécessite moins de projections, donc moins de temps d'exposition du patient aux rayons X.

1.1.3 Procédure expérimentale d'une tomographie

Toute analyse tomographique se déroule en deux étapes (Fig. 1.3) :

- L'acquisition durant laquelle l'objet est radiographié sous une multitude d'angles de vue. Le nombre de radiographies varie entre 1000 et 3000.
- La reconstruction où les radiographies sont traitées via un algorithme de reconstruction s'appuyant sur la transformée de Radon inverse.

Le volume reconstruit est une cartographie tridimensionnelle des coefficients d'atténuation de l'objet étudié.

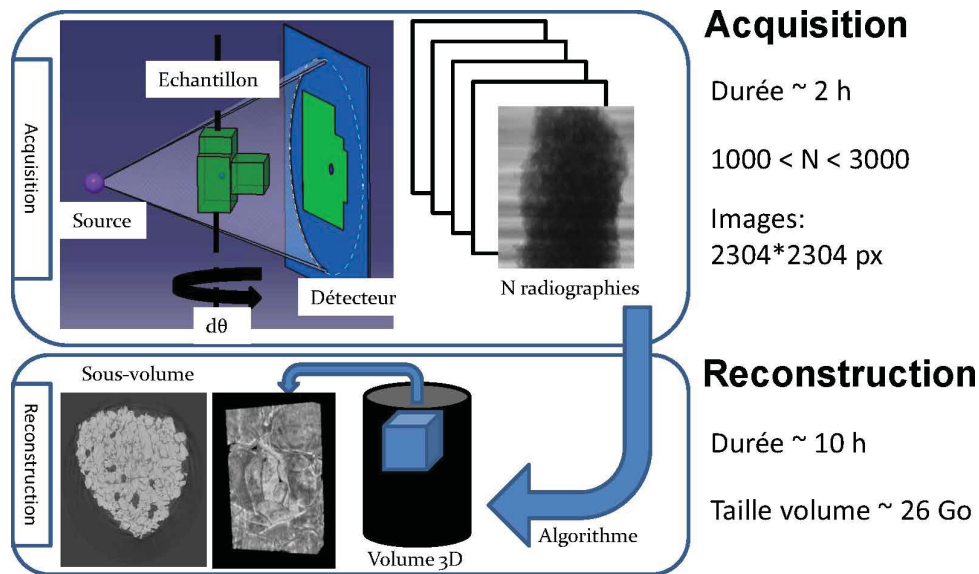


FIGURE 1.3 – Déroulement d'une tomographie

1.2 Dispositifs expérimentaux

1.2.1 Les premiers scanners (1972)

Exploitant la théorie mathématique de la tomodensitométrie développée indépendamment par A. Macleod Cormack [Cor63, Cor64], G.N Hounsfield crée le premier scanner [Hou73] en 1972 (Fig. 1.4). Cette invention sera récompensée en 1979 par un prix Nobel de médecine. La tomographie X, alors appelée tomodensitométrie ou plus simplement scanner, se développe exclusivement dans le domaine médical. Les temps de calcul trop longs en freinent l'exploitation et il faut attendre le début des années 1980 et les progrès dans le domaine informatique pour que la technique se démocratise. D'autre part, les résolutions d'alors, de l'ordre de la centaine de micromètres, et les énergies trop faibles sont incompatibles avec une utilisation comme outil de caractérisation de matériaux non organiques. L'utilisation du rayonnement synchrotron 1.2.2 pour la génération de rayons X de plus en plus intenses (Fig. 1.5) et notamment les synchrotrons de deuxième génération comme le Synchrotron Radiation Source (SRS) en 1981, ainsi que le développement de détecteurs à faible taille de pixel vont stimuler l'intérêt général pour une utilisation en dehors du cadre médical dans les années 1990 [CEM⁺93, MHD⁺94]. Les premiers synchrotrons de troisième génération voient le jour dans les années 1990. L' European Radiation Synchrotron Facility (ESRF) est ainsi construit en 1994 afin de générer des rayons X durs *i.e.* fortement énergétiques. Il se voit doter en 1996 d'une ligne principalement dédiée à la topographie par diffraction X mais également, dans une moindre mesure, à la microtomographie (ID19). Son utilisation en tant que ligne de microtomographie X s'est depuis largement intensifiée.



FIGURE 1.4 – Godfrey Newbold Hounsfield et son prototype de scanner cérébral (1972).

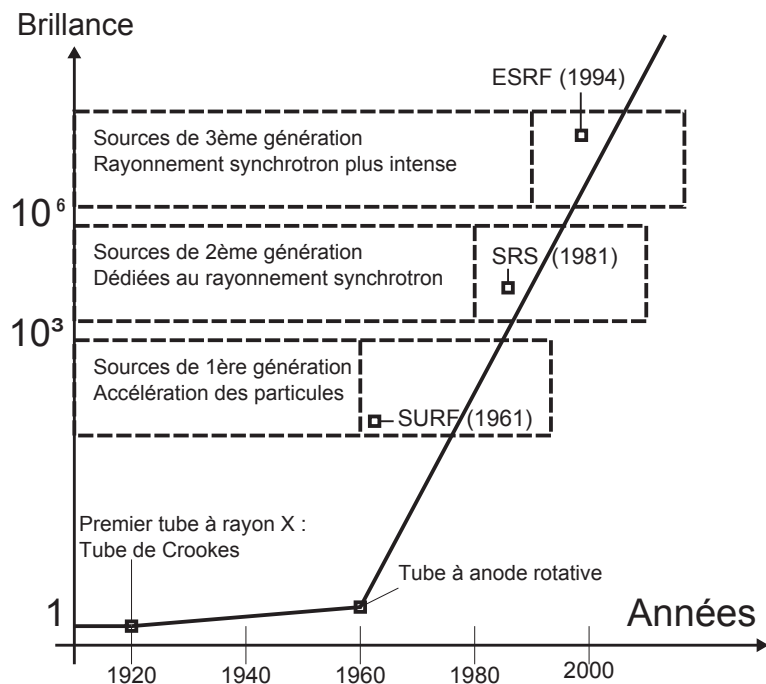


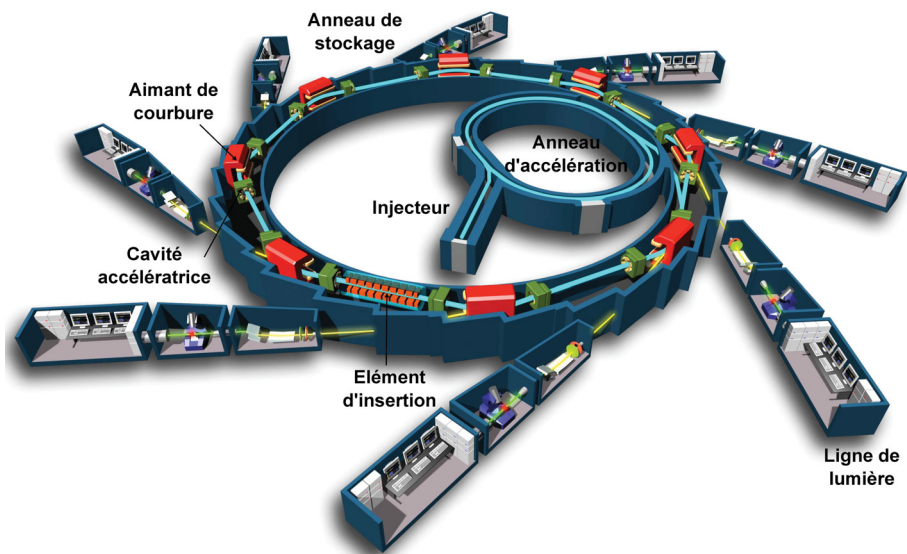
FIGURE 1.5 – Evolution de la brillance sur une échelle logarithmique arbitraire depuis le premier générateur de rayons X jusqu’aux synchrotrons de troisième génération. Les possibilités d’exploitation des radiations synchrotron ont été étudiées au Synchrotron Ultraviolet Radiation Facility (SURF) au début des années 1960.

1.2.2 Comparaison des deux types de source de rayon X : les synchrotrons et les tomograpes de laboratoire

Ces deux types de sources ont leur origine dans des phénomènes physiques différents. Les sources synchrotrons génèrent des photons X en déviant des électrons se déplaçant à des vitesses relativistes alors que les sources de laboratoire utilisent l’interaction entre les électrons et la matière. Les deux systèmes sont décrits dans la suite et les différences sont présentées dans un tableau récapitulatif (Table. 1.1).

Source synchrotron :

Des paquets d’électrons sont d’abord accélérés linéairement dans l’injecteur avant d’être transférés dans l’anneau d’accélération (Fig. 1.6). Leur énergie est alors augmentée par des accélérations successives jusqu’à atteindre un certain seuil (de l’ordre de 2 GeV). Ils sont finalement transmis dans l’anneau de stockage, beaucoup plus grand (quelques centaines de mètre de diamètre) où leur vitesse est entretenue par des cavités accélératrices. Cet anneau est en réalité un polygone d’une trentaine de cotés où le guidage des électrons entre deux segments se fait par application d’un champ magnétique. Chaque particule chargée subit alors une accélération centripète provoquant l’émission d’un rayonnement électromagnétique : le rayonnement synchrotron. Ce rayonnement prédit par la théorie de Maxwell [Max73] se propage dans une direction tangente à la trajectoire des électrons et a une ouverture angulaire de faisceau très faible. Le spectre d’émission est relativement large puisqu’il va de l’infrarouge au rayon gamma. Dans les synchrotrons de troisième génération, des éléments d’insertions ont été ajoutés au milieu de chaque segment. Leur but est de générer des champs magnétiques alternatifs qui accélèrent les électrons à des fréquences élevées. Le rayonnement émis est alors beaucoup plus intense qu’à la jonction entre les segments. Il est alors traité dans une ligne de lumière où il passe dans une succession de systèmes optiques qui lui confèrent ses caractéristiques finales fonction de l’application envisagée. (Fig.1.7).



(a) Schéma d'un synchrotron - Source : EPSIM 3D/JF Santarelli, Synchrotron Soleil



(b) Photographie aérienne de l'ESRF

FIGURE 1.6 – Schéma d'un synchrotron (a) et vue aérienne de l'ESRF (b).

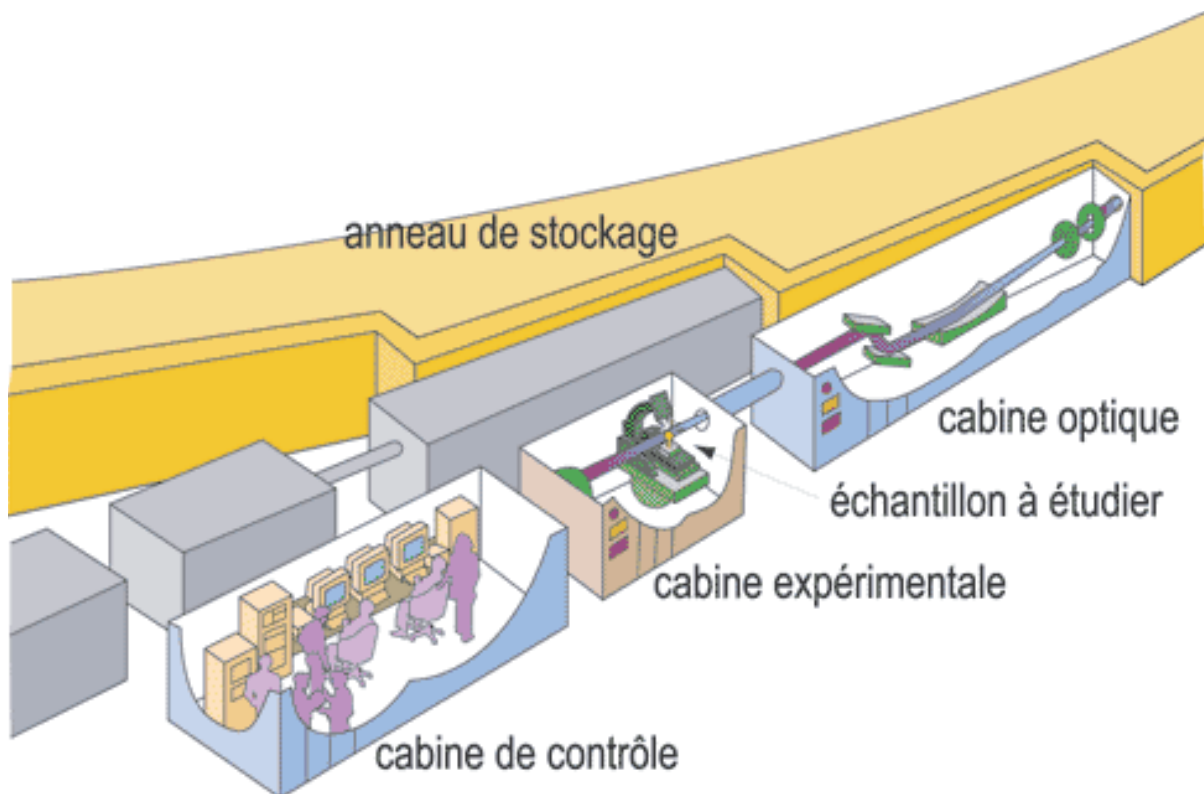


FIGURE 1.7 – Illustration d'une ligne de lumière (©SOLEIL / J.-F. Santarelli).

Les caractéristiques d'un faisceau synchrotron sont les suivantes :

1. Brillance élevée : grande énergie surfacique. Le flux de photons est élevé, la phase d'acquisition des données est donc rapide (15 min).
2. Grande stabilité : peu de variations du spectre. Les images de gain sont stables au cours de l'acquisition ce qui réduit le traitement avant reconstruction.
3. Forte cohérence spatiale et temporelle : cohérence entre les valeurs d'une même onde à deux endroits différents (cohérence spatiale) ou à deux instants différents (cohérence temporelle). Ces propriétés sont indispensables pour que l'onde crée des interférences. La cohérence temporelle *i.e.* la faible largeur spectrale caractérise la monochromaticité du faisceau. Les artefacts de durcissement de faisceau sont inexistantes.
4. Enceinte d'acquisition relativement spacieuse.
5. Faisceau cylindrique : une rotation d'un demi-tour suffit pour l'acquisition. Le faible angle d'ouverture du faisceau nécessite d'être suffisamment éloigné de la source pour pouvoir l'exploiter. Des optiques sont utilisées pour agrandir la section du faisceau.

Source de laboratoire :

En laboratoire, les sources utilisées doivent être compactes. Le principe retenu est celui de l'interaction entre électrons et matière. Dans un premier temps, un flux d'électrons est généré en chauffant un filament de tungstène. Ces électrons sont ensuite accélérés par un champ électrique et focalisés sur une cible par un champ magnétique (Fig.1.8). La cible est généralement en cuivre pour les scanners médicaux et en tungstène ou molybdène pour les tomographes de laboratoire. Les électrons interagissent alors avec la matière de deux manières distinctes :

- Les électrons sont freinés par les atomes et subissent donc une accélération négative. Il y a donc comme dans le cas du rayonnement synchrotron émission d'un rayonnement X.
- Les électrons émis transfèrent une part de leur énergie aux électrons des couches internes du matériau qui se placent alors sur une couche plus énergétique. L'électron revient ensuite sur sa couche initiale en émettant un photon X. C'est le principe de fluorescence X.

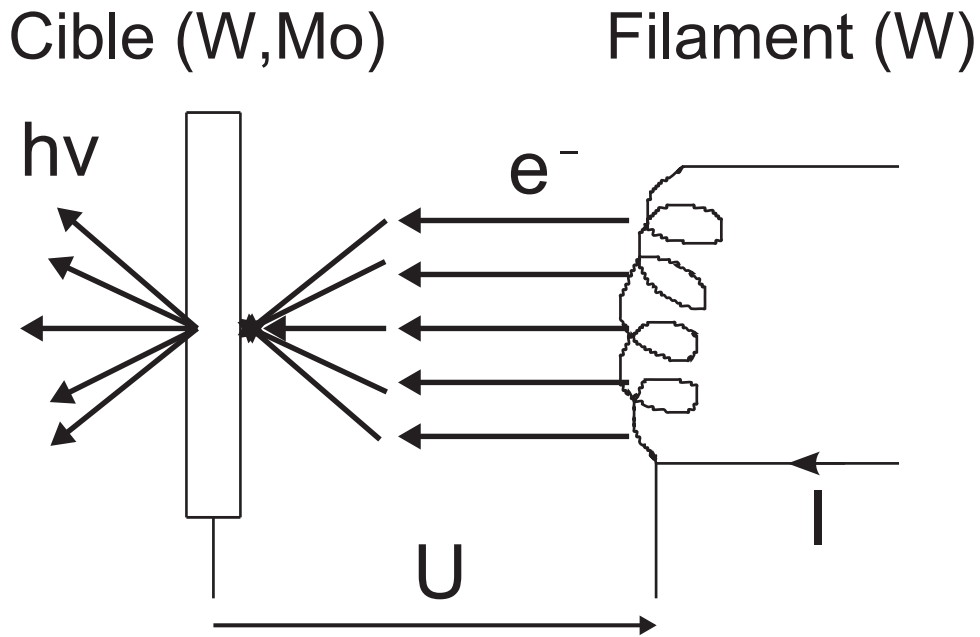


FIGURE 1.8 – Schéma de fonctionnement d'une source de rayon X. Les électrons émis lors de la chauffe du filament de tungstène par effet thermoïonique sont accélérés dans le vide par un champ électrique et concentrés sur une cible de tungstène ou molybdène. De leur interaction avec la matière résulte une émission de photons X. La pénétration des électrons dans le matériau est très faible, les interactions ayant lieu sur une épaisseur de $5 \mu\text{m}$.

Le spectre émis est alors une superposition du rayonnement continu de freinage (Bremsstrahlung) et des raies émises en fluorescences X par la cible (Fig.1.9).

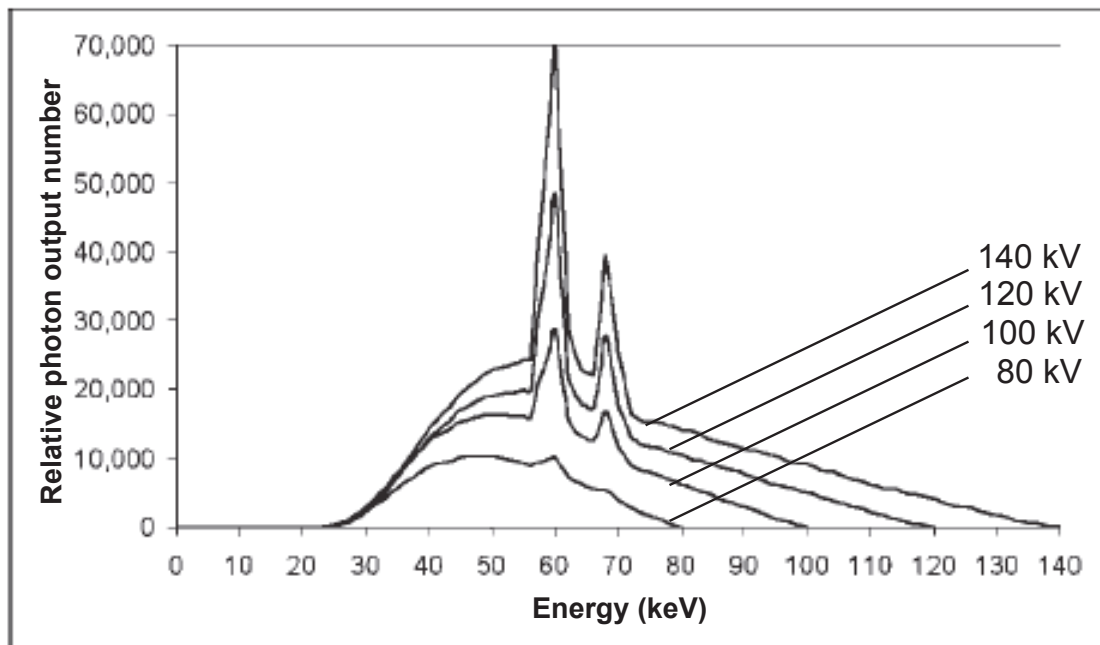


FIGURE 1.9 – Spectre d'émission du tungstène pour des tensions d'accélération d'électron de 80, 100, 120 et 140 kV [Sei04]. Les composantes basses énergies du spectre ont été préalablement éliminées par un filtre d'aluminium d'épaisseur 1 mm. Les pics apparaissant à 60 et 70 keV sont dus à la fluorescence X.

Le faisceau émis a les caractéristiques suivantes :

1. Brillance faible : le flux de photons est restreint. Les temps d'acquisitions sont plus longs que pour une source synchrotron (environ 2h).
2. Stabilité limitée du faisceau : l'usure du filament en tungstène peut changer les caractéristiques du flux d'électrons au cours d'une acquisition. Le flux de photon X émis est alors perturbé. Le phénomène est corrigé par un calcul de gain dynamique.
3. Faible cohérence temporelle : le faisceau est polychromatique. Les artefacts de durcissement de faisceau peuvent apparaître.
4. Grande compacité comparativement à un synchrotron. L'enceinte d'acquisition est de volume restreint et relativement encombrée par les systèmes de déplacement mécanique.
5. Conicité : le faisceau émis est conique. L'algorithme de reconstruction est plus complexe que dans le cas d'un faisceau cylindrique. Cependant, cette conicité est mise à profit pour réaliser un agrandissement géométrique de l'échantillon.
6. Faible rendement : que ce soit pour la génération des électrons ou leur conversion en photon X, le rendement est très faible; 99 % de l'énergie électrique est convertie en chaleur.

Tableau récapitulatif :

Critère de comparaison	Source synchrotron	Tomographe de laboratoire
Brillance	Elevée. $t_{acq} \sim 15$ min.	Faible. $t_{acq} \sim 2$ h.
Enceinte	Grandes dimensions. Facilité d'insertion de systèmes <i>in situ</i> .	Faibles dimensions. Systèmes d'essai compacts.
Cohérence du faisceau	Grande. Adapté pour une utilisation en contraste de phase [BBM ⁺ 00].	Faible. Utilisation uniquement en transmission.
Coûts de fabrication/utilisation	Très élevés.	Faibles par rapport à un synchrotron.
Disponibilité utilisateur	Très réduite. Délais d'attente très long pouvant aller jusqu'à plus de 3 ans.	Délais d'attente assez courts. Généralement inférieurs à un mois.

TABLE 1.1 – Différences entre une source synchrotron et un microtomographe de laboratoire.

1.3 Perturbation du signal et artefacts de reconstruction

Des défauts inhérents à la technique d'acquisition sont présents constamment et, dans la majorité des cas, les images reconstruites sont inutilisables si aucun traitement n'est effectué. Ces différents défauts ainsi que les solutions permettant d'en limiter les effets sont présentés dans la suite.

1.3.1 Aliasing

Cet artefact [KS88], conséquence directe de la double discrétisation nécessaire à la reconstruction microtomographique, est engendré par l'algorithme de reconstruction. Cette double discrétisation provient :

- Du caractère discret des radiographies constituées d'éléments indivisibles, les pixels.
- Du nombre fini de projections.

Dans certains cas l'intervalle d'échantillonnage est plus grand que l'intervalle du signal traité, notamment quand l'image présente un fort contraste entre deux phases sur un petit domaine de transition (Haute fréquence dans le domaine de Fourier). Le théorème de Shannon-Nyquist (Eq.1.5) n'est plus respecté et le phénomène d'aliasing ou repliement de spectre apparaît. Cet effet de recouvrement, une fois le passage dans le domaine temporel effectué, se traduit par l'apparition de raies claires ou sombres dans des zones où la fréquence spatiale est élevée. Pour réduire la présence de ces artefacts, il est donc nécessaire d'augmenter la fréquence d'échantillonnage. Ainsi, le nombre de pixel sur une largeur d'image doit être

augmenté (remplacement du détecteur), de même que le nombre de projections utilisées. En pratique, la largeur d'image en pixels est fixée par la taille du détecteur et le nombre de projection en est déduit [Eq. 1.6]. Cette relation est une conséquence directe de l'application du théorème de Shannon-Nyquist et du théorème de la tranche centrale de Fourier. En général, il est préférable d'utiliser un nombre de projections légèrement supérieur au nombre de pixels du détecteur.

$$f_{Ech} = 2 \times f_{Max} \quad (1.5)$$

f_{Ech} Fréquence d'échantillonnage du signal.
 f_{Max} Fréquence maximale du signal à échantillonner.

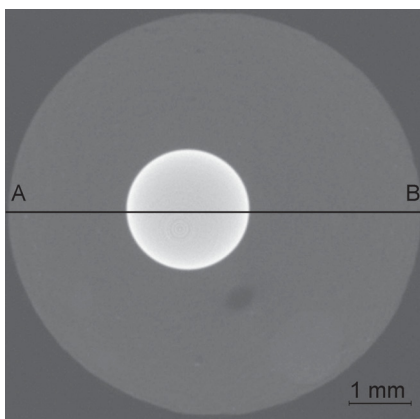
$$N_{projections} = \frac{\Pi}{2} \times N_{pixels} \quad (1.6)$$

$N_{projections}$ Nombre de projections.
 N_{pixels} Nombre de pixels d'une ligne du détecteur.

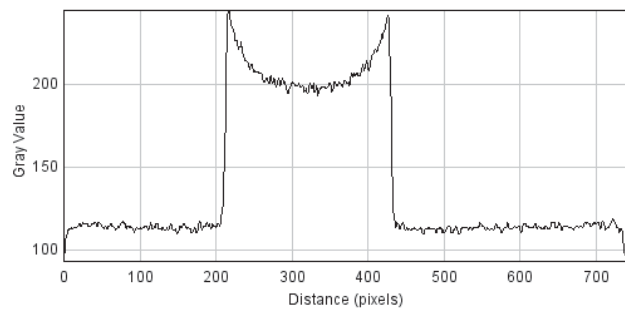
1.3.2 Durcissement de faisceau

Le durcissement de faisceau est engendré par la polychromaticité du rayonnement X. Les photons de faible énergie ayant tendance à être absorbés totalement pour de faibles épaisseurs de matériau, seuls les photons de plus haute énergie traversent les zones épaisses. Cependant, le faisceau ainsi durci *i.e.* avec une énergie moyenne plus élevée, interagit moins avec la matière : les zones épaisses semblent moins atténuer le faisceau et apparaissent plus sombres sur les reconstructions. Deux types d'artefacts sont générés :

- L'effet de cuvette : les valeurs de μ mesurées en partie centrale sont sous-estimées par rapport à celle mesurées en périphérie (Fig. 1.10).
- Les bandes (streaks) : dans le cas où plusieurs inclusions avec de forts coefficients d'atténuation sont présentes dans le matériau, l'effet de durcissement de faisceau apparait quand elles sont alignées par rapport à la direction du faisceau. Dès lors, il y a sous-estimation du coefficient d'atténuation linéaire dans cette direction.



(a) Echantillon de mortier contenant une bille d'acier



(b) Profil des niveaux de gris sur le segment

FIGURE 1.10 – Illustration de l'effet de cuvette dans une éprouvette de mortier contenant une bille d'acier

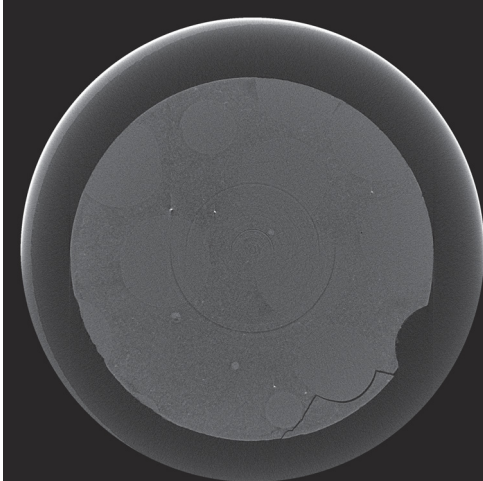
Plusieurs méthodes de corrections peuvent être employées :

1. Utilisation d'un filtre métallique, en aluminium ou cuivre d'épaisseur 0.1 mm collé sur la source. Le faisceau est pré-durci *i.e.* les photons de faible énergie sont atténués avant passage dans l'échantillon.

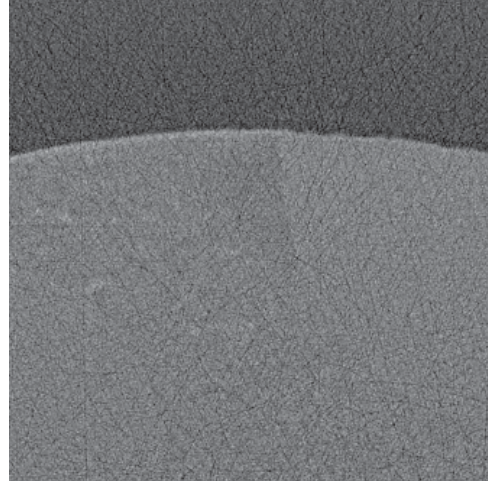
2. Recalage sur courbe polynomiale [HM98] : Une approximation de l'effet de durcissement de faisceau par une fonction polynomiale de degré 7 à 8 est faite à partir de données sur un matériau modèle. Cet étape permet le calcul de coefficients correcteurs utilisés ensuite pour calculer les atténuations corrigées.
3. Dual energy [Chr84] : L'éprouvette est tomographiée sous deux spectres d'énergie différents. Après une première reconstruction, les valeurs, en chaque pixel, du coefficient d'atténuation linéaire ($\mu_{(a1)}^0, \mu_{(a2)}^0$) sont déduites pour chacun des spectres. Partant, les valeurs du numéro atomique et de la densité électronique sont calculées puis utilisées pour une estimation de $\mu(E)$ comme une fonction de l'énergie, toujours en chaque pixel. $\mu_{(a1)}^1$ et $\mu_{(a2)}^1$ sont établis et deux nouveaux coefficients sont définis : $\mu_i^1 = \mu_{(ai)}^0 + \mu_{(ai)}^0 - \mu_{(ai)}^1$, i allant de 1 à 2. Ces valeurs sont nécessaires pour réitérer la procédure *i.e.* nouveau calcul du numéro atomique et de la densité électronique, nouvelle estimation de $\mu(E)$ puis nouveau résultat. La procédure itérative se poursuit jusqu'à stabilisation des coefficients d'atténuation. Cette procédure permet d'éliminer les effets du durcissement de faisceau. Une limitation de cette méthode est qu'elle n'est valide que pour des éléments dont le numéro atomique Z varie entre 4 et 13. Elle est donc déconseillée pour l'étude des aciers mais convient très bien pour une utilisation dans le domaine médical.

1.3.3 Photons dispersés ou points chauds

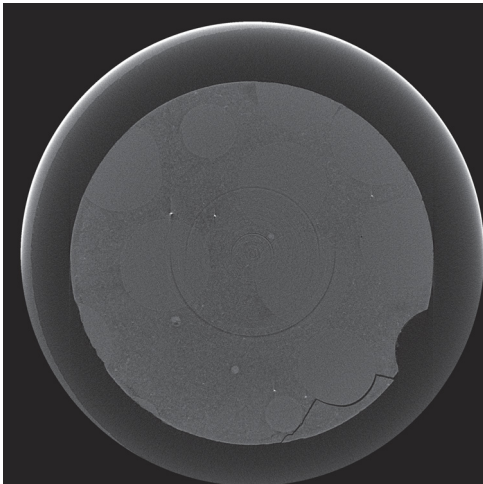
Il s'agit des photons X déviés de leur trajectoire et captés directement par le détecteur. En résulte une information erronée au niveau du pixel, une surestimation de l'énergie captée, et donc comme dans le cas du durcissement de faisceau, une sous-estimation du coefficient d'atténuation linéaire. La méthode de traitement de ce type d'artefact consiste à détecter les points d'une projection dont l'intensité est supérieure à une valeur seuil définie comme la valeur du médian sur un voisinage multipliée par un facteur supérieur à 1 (Fig. 1.11). Ce phénomène, peu observé lors des acquisitions en microtomographe de laboratoire, est une conséquence du flux de photons élevé lors des acquisitions synchrotron. La probabilité d'observer un photon dévié est en effet d'autant plus grande que le flux est élevé.



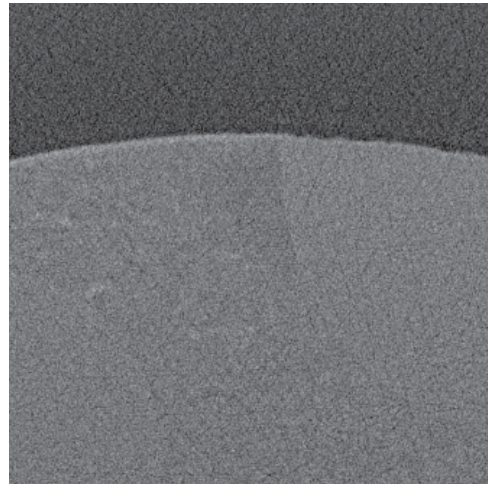
(a) Section présentant des défauts de points chauds



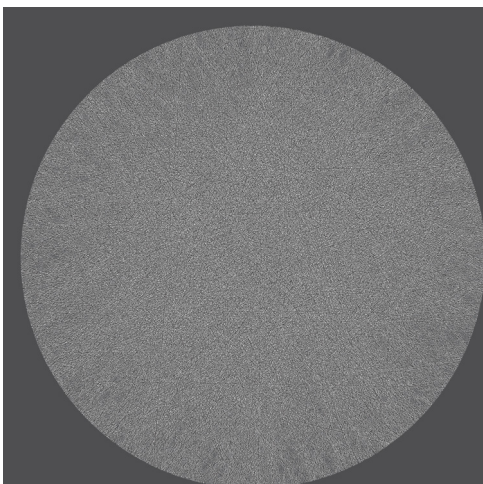
(b) Zoom sur la partie haute - Les défauts de points chauds se manifestent sous la forme de stries parasites



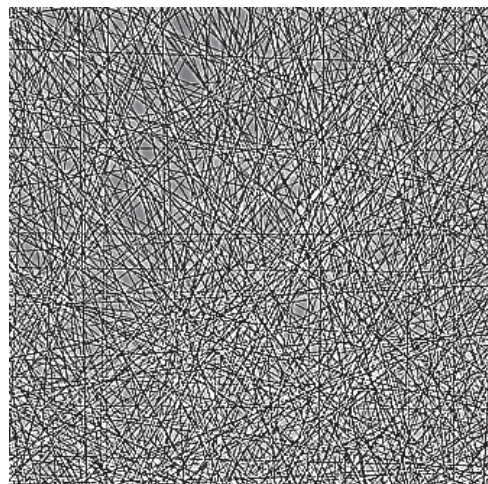
(c) Section après correction des points chauds ($V/V_{Median} = 1.1$)



(d) Zoom après correction des points chauds



(e) Défauts de points chauds supprimés - Représentation dans une section



(f) Zoom - Défauts de points chauds supprimés

FIGURE 1.11 – Défauts de points chauds sur une section.

1.3.4 Artefact en anneau

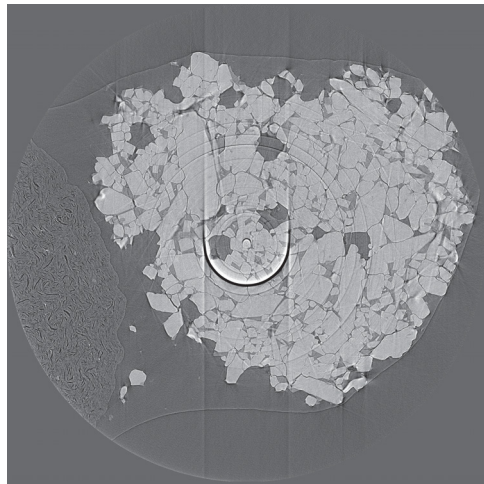
Ce type d'artefact est généré au niveau du détecteur. Dans la plupart des cas il s'agit, soit d'une saturation d'un pixel due à une mauvaise calibration du détecteur, soit d'un pixel mort. Ainsi ce défaut est présent au même endroit sur la totalité des radiographies. Il apparaît donc dans une section reconstruite sous la forme de cercles concentriques centrés sur le centre de rotation de l'objet tomographié (Fig. 1.12). Généralement, la correction des artefacts en anneau se fait sur les sinogrammes des sections de l'objet où ils se présentent sous la forme de droites d'équation $U = \text{cste}$. Les méthodes usuelles sont des algorithmes d'effacement de bandes utilisant une correction par moyenne lissée [BC06] ou par combinaison de filtres ondelettes - Fourier [MTMS09].

Les artefacts en anneau étant présents sur la totalité des images présentées par la suite, la procédure de correction par moyenne lissée utilisée est décrite en détail. Cette correction se fait sur les sinogrammes de chaque section et nécessite la définition de plusieurs paramètres (Table. 1.2).

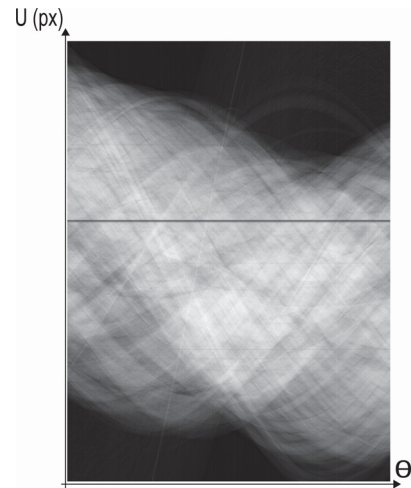
Tout d'abord, la moyenne est calculée sur l'ensemble des positions angulaires du sinogramme pour être ensuite filtrée via une approximation polynomiale d'ordre 4 calée sur les points d'une fenêtre glissante suivant U de largeur L_f . Les artefacts en anneau engendrent des pics qui sont lissés une fois le filtre polynomial appliqué et la technique de correction consiste à remplacer les valeurs des pics par les valeurs filtrées (Fig. 1.13). Afin d'éviter de traiter la totalité des données, le paramètre ϵ_2 est introduit. Il définit l'écart minimal entre moyenne et moyenne lissée pour que la correction ait lieu (Fig. 1.13d). La largeur de correction L_c délimite une zone de transition autour des points limites de la zone à corriger dans laquelle la correction s'effectue de manière progressive. Le paramètre ϵ_1 permet quant à lui d'éviter de traiter les bords de l'échantillon comme un artefact en anneau. En effet, si le matériau présente un fort contraste au niveau de sa frontière avec l'extérieur, une augmentation rapide de la moyenne est attendue au niveau des bords. La moyenne lissée étant moins réactive à ces gradients de niveau de gris, un écart supérieur à ϵ_2 peut apparaître dans ces zones. Le paramètre ϵ_1 (Fig. 1.13c) définit la valeur minimale de la moyenne pour laquelle le traitement aura lieu. Un défaut lié au calcul de la moyenne est également constaté. Il concerne le traitement des anneaux partiels. En effet, si un anneau incomplet est présent, la correction est également appliquée dans la zone non bruitée puisque la correction se fait sur l'ensemble des positions angulaires. Pour palier à ce problème, une moyenne 2D est donc calculée non plus sur la totalité des valeurs angulaires mais sur une fenêtre glissante suivant θ . L_m correspond à la taille de cette fenêtre. Le lissage se fait avec les mêmes paramètres ϵ_1 et ϵ_2 appliqués cette fois sur chaque ligne $\theta = \text{cste}$ de la moyenne 2D (Fig. 1.14). Les anneaux partiels sont donc éliminés de façon précise. Cependant, pour les rayons assez faibles le traitement peut agir également sur des éléments structurants de l'image comme c'est le cas dans le chapitre 5 (Fig.5.7d). Un dernier couple de paramètre est donc introduit : la position du centre de rotation U_x et le rayon R_p en deçà duquel la correction par moyenne 2D est remplacée par la correction sur la moyenne complète.

L_f	Largeur de la fenêtre du filtre
L_c	Largeur de correction
ϵ_1	Valeur minimale de la moyenne pour appliquer la correction
ϵ_2	Ecart minimal entre la moyenne et la moyenne filtrée pour appliquer la correction
L_m	Largeur de la fenêtre glissante de calcul de la moyenne 2D
U_x	Position de l'axe de rotation
R_p	Rayon de la zone non corrigée par la moyenne 2D

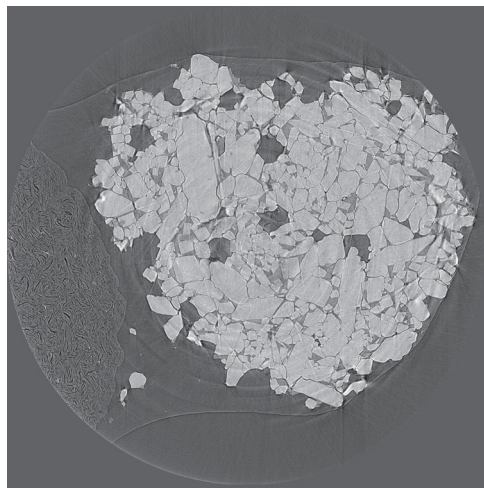
TABLE 1.2 – Paramètres nécessaires à la correction des artefacts en anneau par moyenne lissée.



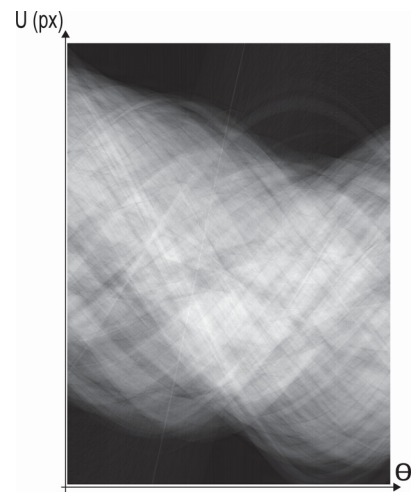
(a) Echantillon de titanate d'aluminium



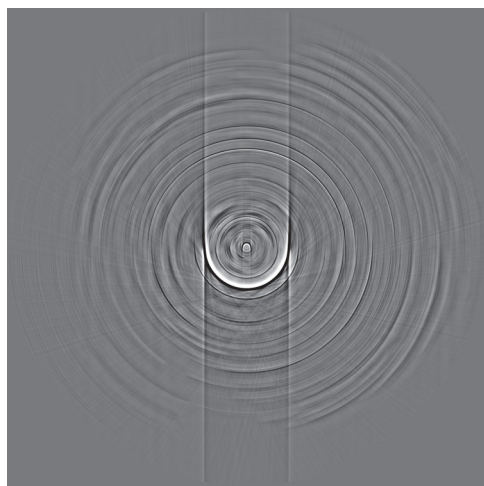
(b) Sinogramme



(c) Echantillon de titanate d'aluminium après correction des artefacts en anneau



(d) Sinogramme corrigé

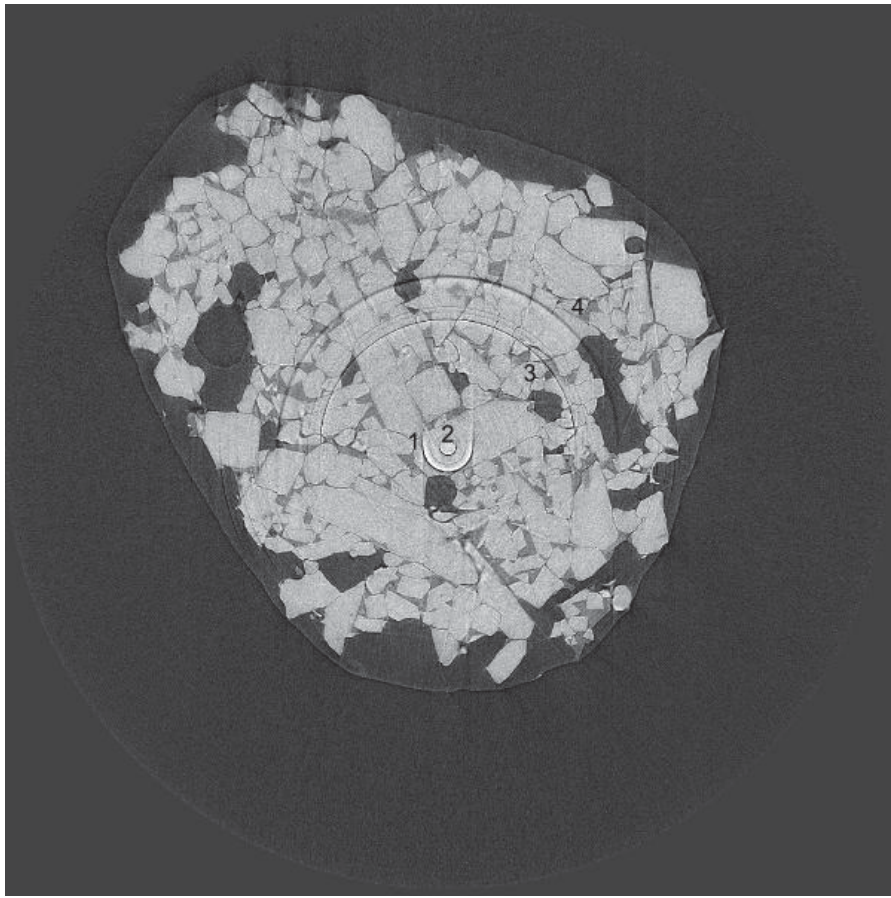


(e) Artefacts supprimés - Représentation dans une tranche

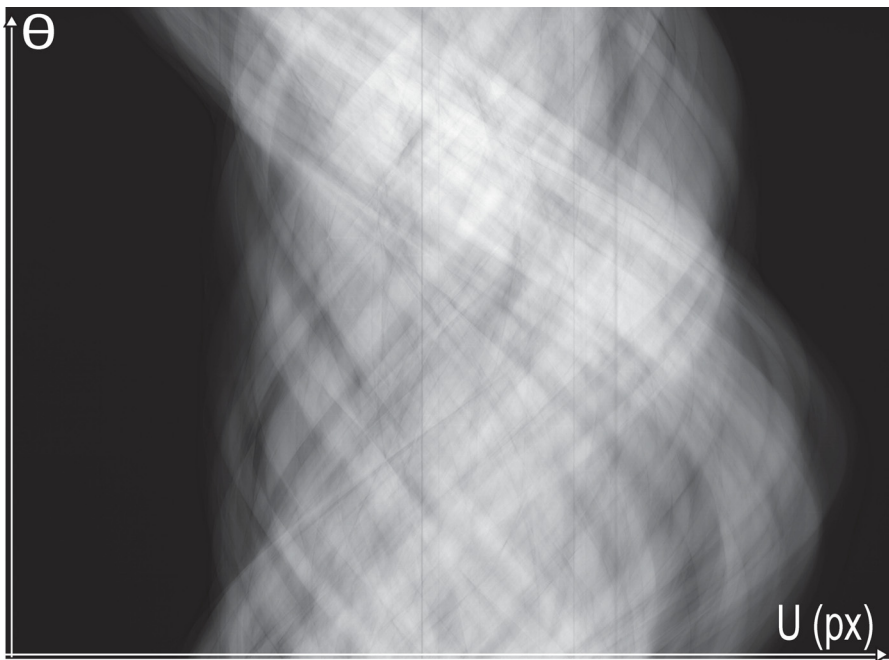


(f) Artefact supprimés - Représentation dans le sinogramme

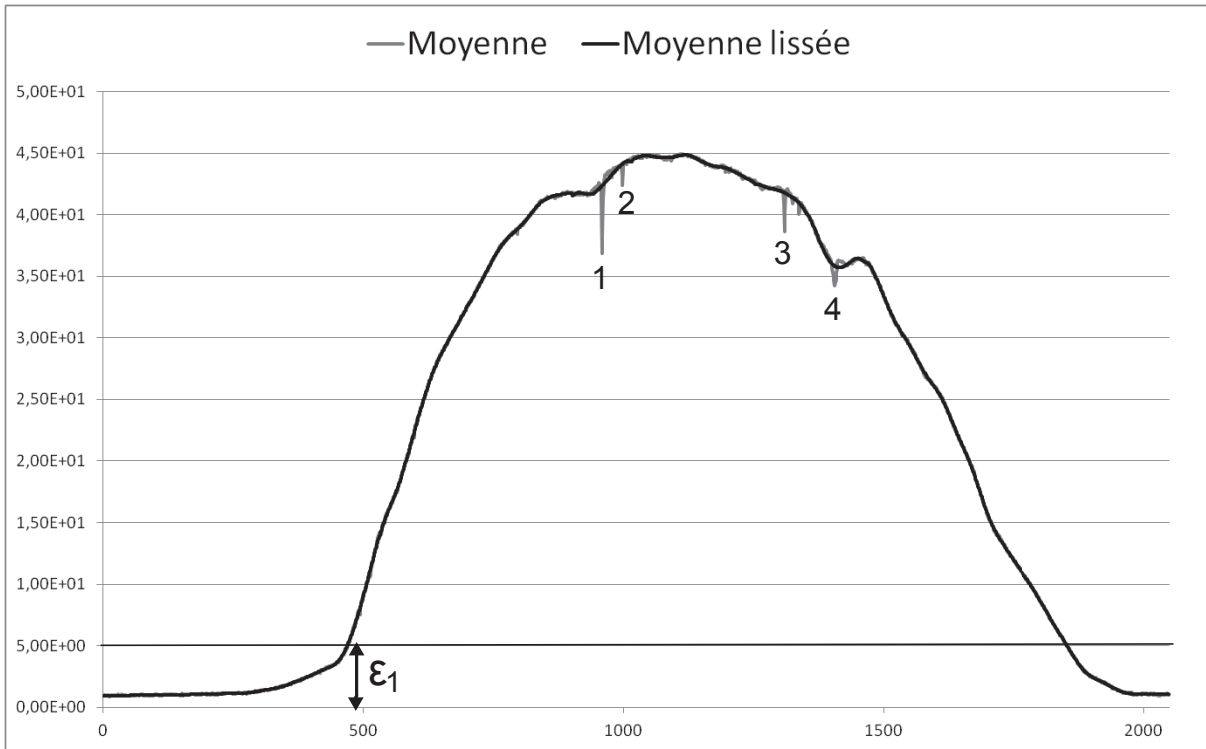
FIGURE 1.12 – Artefacts en anneau sur une section et leur représentation dans le sinogramme.



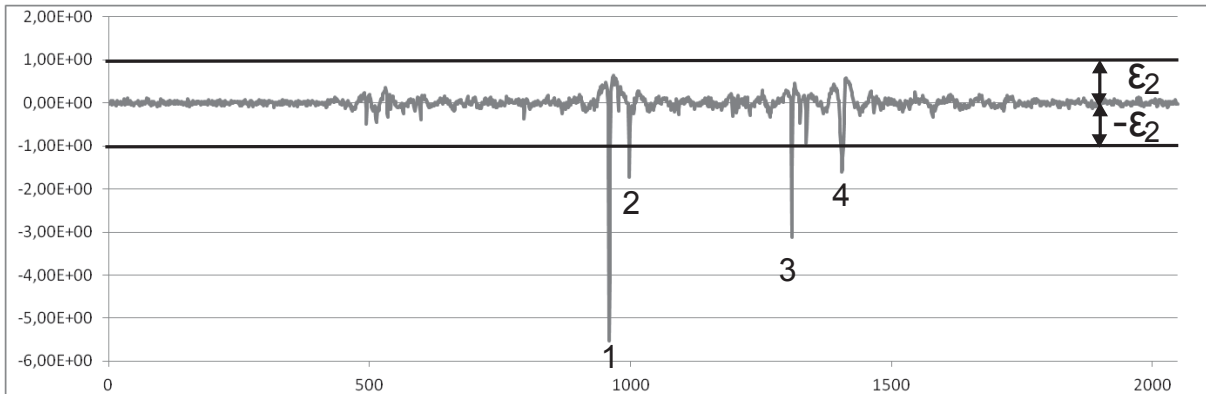
(a) Section avec présence d'artefacts en anneau



(b) Sinogramme

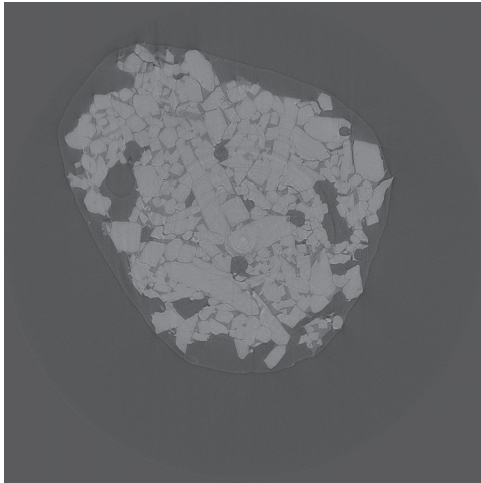


(c) Moyenne et moyenne lissée calculées sur l'ensemble des positions angulaires - Quatre artefacts sont repérés - $\epsilon_1 = 5$

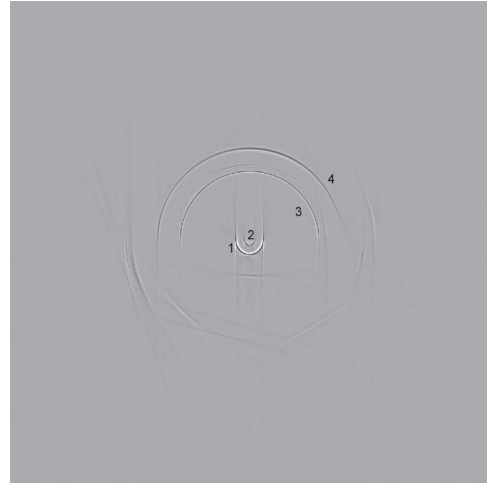


(d) Ecart entre les moyennes - Les quatre artefacts sont facilement identifiables. La valeur de ϵ_2 est fixée à 1

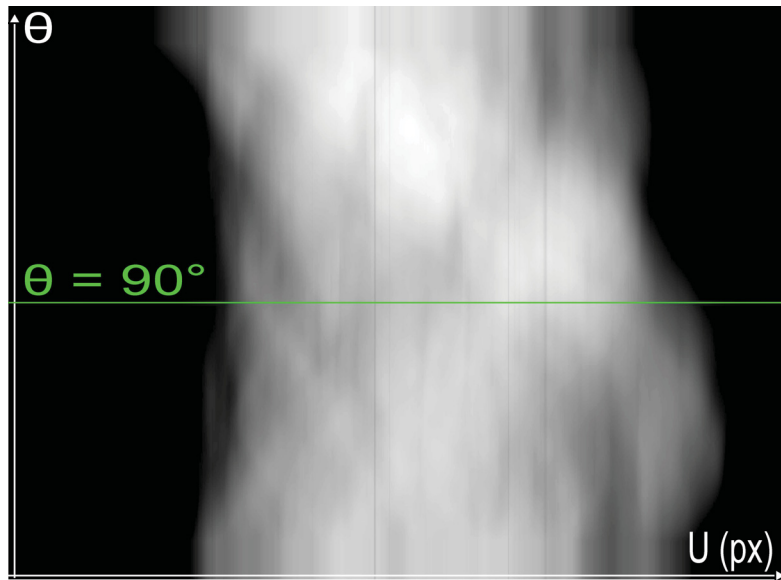
FIGURE 1.13 – Choix des paramètres pour la correction des artefacts en anneau.



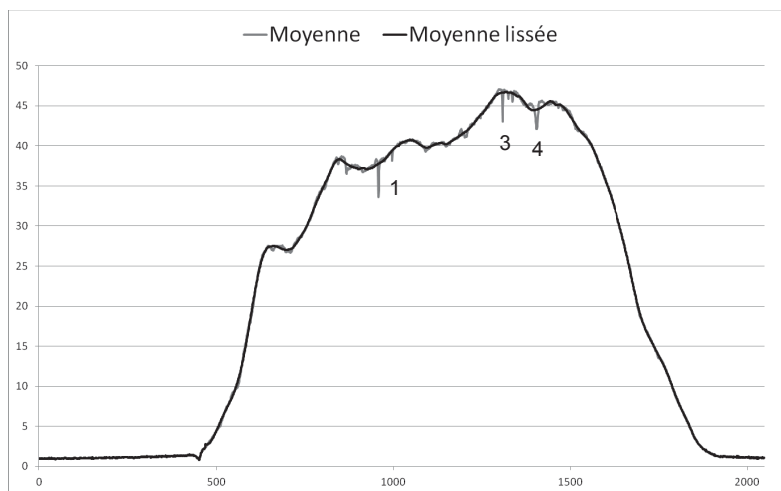
(a) Section après correction par moyenne 2D



(b) Artefacts éliminés



(c) Représentation de la moyenne 2D



(d) Moyenne 2D et Moyenne 2D lissée pour une valeur $\theta = 90^\circ$

FIGURE 1.14 – Correction par moyenne 2D. $L_m = 200$

Chapitre 2

Les matériaux pseudo-fragiles

L'ensemble des matériaux étudiés dans ce manuscrit sont des matériaux qualifiés de pseudo-fragiles *i.e.* des matériaux cassant à de faibles déformations totales mais qui présentent néanmoins une phase d'endommagement dans laquelle la propagation des fissures a lieu. Ce sont typiquement, des bétons et des composites à matrices céramiques comme par exemple les SiC/SiC.

2.1 Rappels théoriques

Les matériaux pseudo-fragiles sont des matériaux proches des matériaux fragiles dont ils ont les principales caractéristiques :

- Energie de rupture K_C faible traduisant une faible résistance aux chocs.
- Déformation plastique négligeable. L'énergie appliquée au matériau n'est absorbée que par la création de surface lors de la fissuration et l'énergie élastique stockée.

Deux approches ont été développées concernant la fissuration des matériaux :

- Une approche se focalisant sur l'étude des champs de contraintes et des variations locales de géométrie développé par Irwin [Irw57] qui définit le facteur d'intensité de contrainte comme la variable privilégiée pour l'étude de la fissuration. Ce type d'approche ne s'applique correctement que dans les cas d'endommagement par une fissure unique en géométrie plane.
- Une approche énergétique développée par Griffith [Gri21] plus générale, à la base de la théorie de Irwin, et qui permet d'appréhender les problèmes plus complexes de multi-fissuration 3D.

Dans la suite du document, seul le modèle de Griffith et son application aux matériaux pseudo-fragiles seront considérés.

2.1.1 Définition

Le comportement macroscopique d'un matériau pseudo-fragile lors d'un test de compression/traction et sa comparaison avec un matériau fragile et un matériau ductile sont illustrés (Fig. 2.1).

A la différence d'un matériau à comportement fragile, les matériaux pseudo-fragiles présentent une phase d'endommagement dans laquelle les fissures se propagent et qui se manifeste sur les essais de traction/compression comme une perte de linéarité. Ainsi, il n'y a pas rupture brutale en sortie du domaine élastique même si l'intervalle de déplacement propice à la propagation des fissures est très restreint. Lors d'un essai de compression sur du béton, la déformation à la contrainte maximale est de 3 ‰. Ce qui représente un déplacement de 30 μm sur une éprouvette de 10 mm de hauteur.

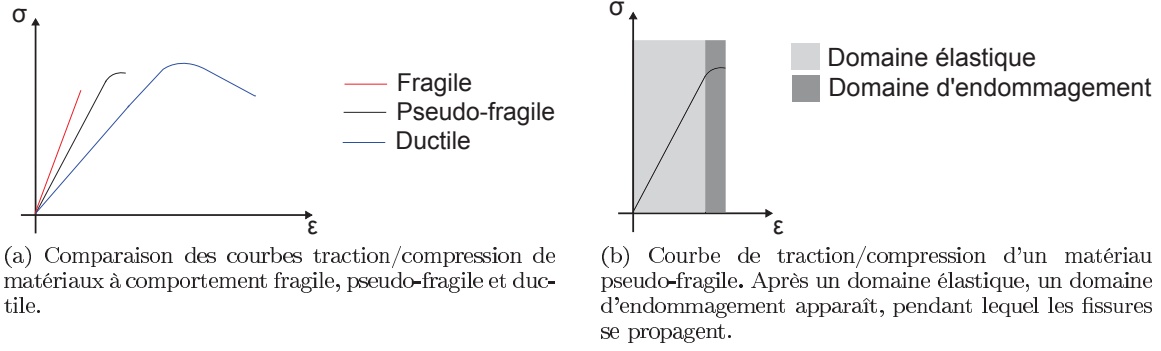


FIGURE 2.1 – Comparaison des comportements macroscopiques de matériaux ductiles, fragiles, pseudo-fragiles (a) et courbe de traction/compression d'un matériau pseudo-fragile (b).

2.1.2 Caractéristiques en termes de fissuration

La théorie de Griffith stipule que lorsqu'un système est contraint mécaniquement, l'énergie apportée au système se dissipe à chaque instant sous plusieurs formes (Eq. 2.1).

$$W_{ext} = U_E + U_P + U_C + \Gamma \quad (2.1)$$

W_{ext}	Travail des efforts extérieurs sur le système
U_E	Energie élastique stockée dans le système
U_P	Energie plastique dissipée
U_C	Energie cinétique
Γ	Energie dissipée dans la création des flancs de fissure Assimilable à une énergie de création de surface

Le système étudié étant considéré comme fragile, un certain nombre de simplifications est possible :

1. $U_P = 0$, l'énergie dissipée dans les déformations plastiques est négligeable.
2. $U_C = 0$, l'énergie cinétique est négligeable. Cette hypothèse est renforcée par le fait que le système d'essai développé a pour fonction de maintenir la fissure dans un état stable. On considère donc un état fissuré stable où la propagation est un phénomène quasi-statique.

En écrivant $\Pi = U_E - W_{ext}$, énergie potentielle du système, le bilan énergétique se simplifie (Eq. 2.2).

$$-\Pi = \Gamma \quad (2.2)$$

En dérivant finalement par rapport à la surface de fissure créée A , on peut définir l'équilibre (Eq. 2.3) entre l'énergie de fissuration $G_c = -\frac{\partial \Gamma}{\partial A}$ et le taux de restitution d'énergie du système $G = \frac{\partial \Pi}{\partial A}$.

$$G = G_C \quad (2.3)$$

Dans le cas d'un matériau pseudo-fragile, l'énergie de fissuration G_C croît avec la surface de fissure créée [LN00], rendant le comportement de la structure plus stable que dans le cas d'un matériau fragile. Partant, la relation entre surface créée et énergie de fissuration n'est plus valide (Eq. 2.4). L'énergie à apporter pour faire croître les fissures dans un matériau pseudo-fragile est donc supérieure à celle calculée avec une hypothèse de fragilité simple.

$$G_C = 2 \times S \times \gamma \quad (2.4)$$

S	Surface de fissure m^2
γ	Energie de surface $N.m^{-1}$

La mesure de la surface fissurée apparaît comme le paramètre prépondérant dans la caractérisation de l'endommagement d'un matériau à comportement pseudo-fragile. Il est théoriquement possible de définir l'énergie de fissuration si le chargement extérieur est connu et si la surface créée est mesurable. Cependant, l'évolution de la surface de fissure est difficilement observable car les fissures se propagent très rapidement et les résolutions atteintes de l'ordre du micromètre ne permettent pas d'observer une évolution stable et précise du phénomène d'endommagement. Un dispositif de test *in situ* a donc été créé afin de fissurer le matériau de manière contrôlée et des méthodes de traitement ont été utilisées pour rendre observable les fissures de tailles microscopiques.

2.2 Quelques matériaux types

2.2.1 Les SiC/SiC

Largement utilisés pour des applications requérant une grande tenue mécanique sous fortes températures, ce type de composite permet une grande réduction de poids par rapport aux métaux réfractaires. De fait, ils constituent des matériaux de choix pour l'industrie aéronautique et spatiale. Les composites à matrice céramique tels que les composites SiC/SiC présentent les caractéristiques d'un matériau pseudo-fragile. Ils sont faiblement déformables et subissent cependant un endommagement. A l'instar des bétons, la microfissuration de ce type de matériau intervient dès les premiers instants du chargement en traction. Lors d'un essai de traction monotone, ces microfissures matricielles s'ouvrent et se propagent en passant par les lieux de concentration de contrainte afin de minimiser l'énergie de création de surface (macroporosités, décohésions interfibres) [CFF⁺05]. Plus récemment, une étude de microtomographie en traction *in situ* [CGB⁺11] a été réalisée et a permis de mieux caractériser la géométrie des fissures (Fig. 2.2). Le mécanisme de fissuration identifié est le suivant :

- Microfissuration matricielle. Les fissures apparaissent dans la matrice et certaines se propagent. En générale, cette fissuration apparait dans un premier temps en périphérie puis se propage vers le cœur de l'éprouvette.
- Suite à cette fissuration matricielle, la fissuration des fibres intervient. Les lieux privilégiés sont les zones où la fissuration matricielle est la plus importante. Il est à noter qu'une fibre peut rompre en plusieurs endroits. A l'heure actuelle, on ne sait pas si cette multi-fissuration des fibres est due à une relaxation d'énergie après la première rupture de la fibre (effet dynamique) où s'il s'agit simplement d'un effet de concentration de contraintes. Les modèles prenant en compte les effets d'adhésion fibre-matrice avec répartition de la charge sont ainsi privilégiés.

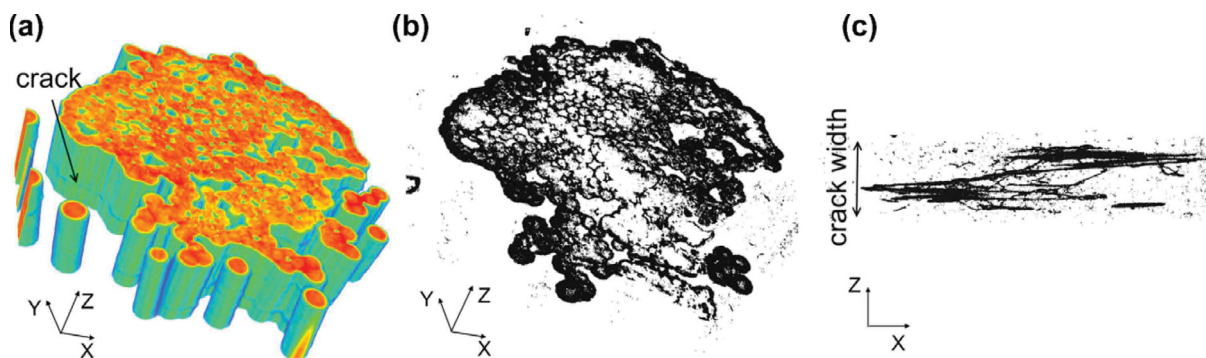


FIGURE 2.2 – Visualisation d'une fissure matricielle par microtomographie. Localisation dans un sous-volume (a), avec deux point de vues (b-c). L'épaisseur de la fissure est d'environ $2,8 \mu\text{m}$ [CGB⁺11].

2.2.2 Le béton

Le terme béton désigne un mélange hétérogène de pâte de ciment et d'agrégats. Grandement utilisé dans l'industrie du BTP, les bétons ont fait l'objet de nombreuses études visant à mieux comprendre leur comportement mécanique en compression qu'elles soient basées sur l'analyse des émissions acoustiques [Lan99, OW01, EGP⁺07], des déformations [LGS00, Loo95], ou sur une visualisation tridimensionnelle [LN00, WFBH03]. La microstructure très complexe du ciment et les interactions avec

les agrégats, à l'origine des effets de fluage et de retrait notamment [JTV09], font qu'il reste un matériau peu connu à l'échelle microscopique. Les bétons sont des matériaux pseudo-fragiles par excellence. La courbe contrainte-déformation pour un essai de compression (Fig. 2.3) est typiquement celle d'un matériau pseudo-fragile.

- D'abord, une phase de déformation élastique intervient, pendant laquelle aucun endommagement n'a lieu, même si des microfissures sont présentes aux interfaces pâte de ciment - agrégat; le matériau garde toute son intégrité. La présence de ces microfissures est due au processus de prise du ciment. En effet, lors de la prise, les gradients de température entre agrégats et matrice ainsi que le processus de retrait de la matrice provoque au niveau des interfaces matrice-agrégat des concentrations de contraintes en tension [HSSW63].
- De multiples microfissures d'interface apparaissent et grandissent. La courbe contrainte-déformation n'est plus linéaire. Ce type de fissuration est prépondérant dans une zone allant de 70 % à 90 % de la contrainte maximale.
- Les fissures matricielles se propagent et rejoignent les fissures d'interface, créant ainsi des fissures continues. Le phénomène apparaît entre 90 % et 100 % de la contrainte maximale.
- Les fissures continues se développent et le béton perd sa capacité portante. La phase de décroissance reflète cette perte d'intégrité mécanique.
- Un plateau où la résistance mécanique du matériau est inexistante. Une restructuration du matériau a lieu afin d'atteindre une forme plus stable. Une remontée, non illustrée ici intervient ensuite pour des grandes valeurs de déformation et correspond à la reprise des efforts de compression par les agrégats. [AG89].

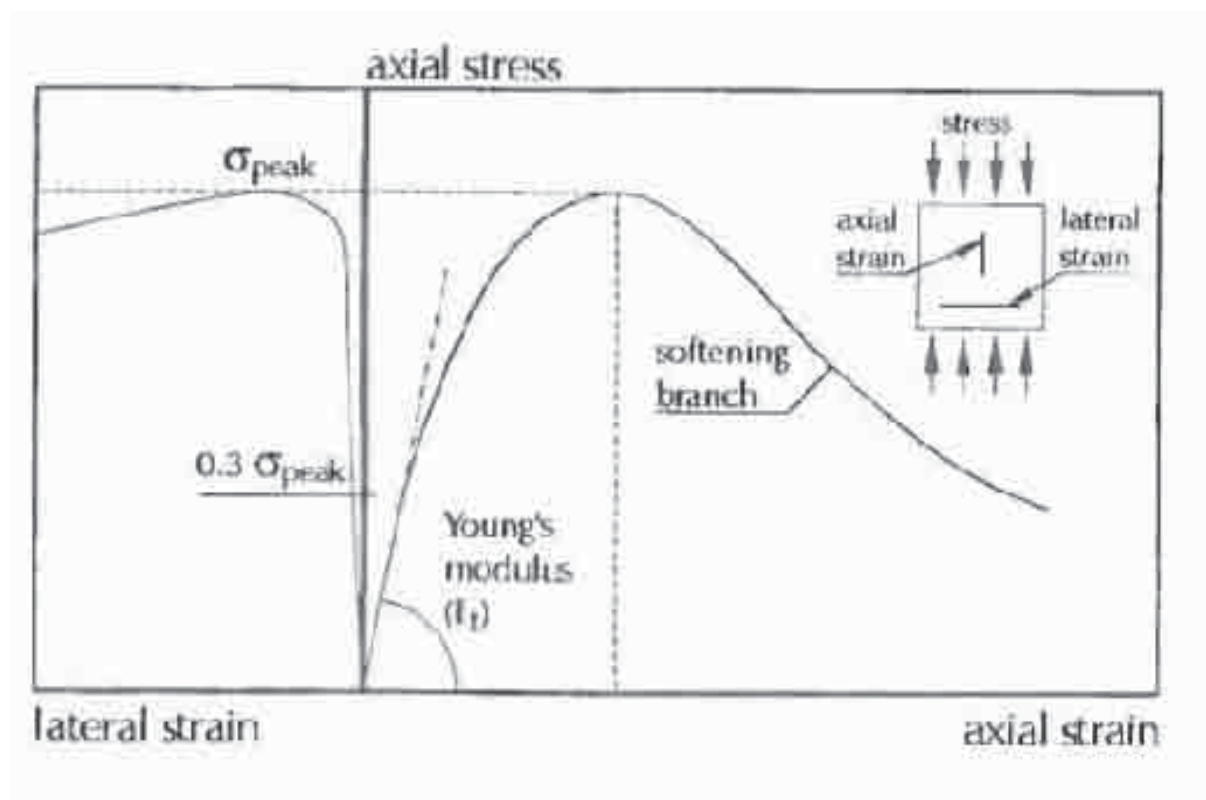


FIGURE 2.3 – Courbe réponse contrainte-déformation lors d'un test de compression sur éprouvette en béton [vM97].

La fissuration de ce type de matériaux a fait l'objet de nombreuses études et différentes méthodes de détection ont été développées :

- Détection *post mortem* du réseau de fissure en deux dimensions par microscopie optique [Str73] ou photographie ultraviolet après imprégnation par une résine époxy fluorescente [Von92]. Ces

techniques sont des techniques destructives qui nécessitent une découpe en tranche de l'éprouvette fissurée. Des contraintes supplémentaires sont donc appliquées à l'éprouvette et la géométrie du réseau de fissures est possiblement altérée. Aucune information sur l'évolution du réseau n'est accessible.

- Suivi de l'évolution de l'endommagement par des techniques de mesure surfaciques telle la photoélasticité [LR83]. L'éprouvette est imprégnée d'une résine transparente ayant des propriétés biréfringentes. On peut alors visualiser la répartition des contraintes en surface après irradiation de l'éprouvette par une lumière polarisée. L'évolution des contraintes est alors observable lors des tests mécaniques. L'inconvénient de la technique est qu'elle nécessite l'application d'un revêtement dont l'épaisseur peut varier dans les zones poreuses, influençant ainsi les mesures. De fait, d'autres techniques ne nécessitant pas de revêtement lui ont été préférées. L'interférométrie [RDN89] qui consiste à analyser les interférences entre une image du matériau sain et une de l'éprouvette endommagée. La stéréophotogrammétrie [Des83, TDBB91] qui permet de remonter au champ de déplacements par comparaison de photographies prises à différents instants de l'essai. La méthode est plus adaptée à des mesures en compression que les deux précédentes. Cependant, les faibles contrastes entre fissures et matrice font qu'elle n'est réellement efficace que lorsque de grandes déformations sont atteintes. L'inconvénient majeur de ces techniques est qu'elles ne donnent qu'une information en surface en ignorant totalement les processus de fissuration internes. De plus, les géométries d'éprouvette sont assez restrictives puisque ces méthodes ne sont applicables que sur des éprouvettes planes.
- Suivi de l'évolution de l'endommagement par des techniques de mesure acoustique [BR90, EGP⁺07]. Les émissions acoustiques relevées lors de l'apparition et de la propagation des fissures dans l'éprouvette fournissent des informations sur l'état d'endommagement de celle-ci. Malheureusement, ce type de technique ne fournit pas d'indication sur la géométrie des fissures et les possibilités de localisation de la technique sont entravées par l'hétérogénéité des matériaux cimentaires.

Plus récemment, l'étude de la fissuration tridimensionnelle de ces matériaux cimentaires sous chargement s'est démocratisée. La technique d'investigation qu'est la microtomographie a en effet ouvert de nouvelles perspectives dans la caractérisation de ces matériaux et des critères d'endommagement, telles les énergies de fissuration, ont pu être identifiés notamment par Landis *et al.* [Lan99, LN00, Lan06, LZN⁺07, LB09]. Cependant, peu de détails sont donnés sur les caractéristiques mécaniques et la précision des systèmes de compression *in situ* utilisés, ainsi que sur les procédures de traitement et de seuillage des images, indispensables à l'identification du réseau de fissures. Dans le prochain chapitre, l'étape de conception et les caractéristiques du système de compression *in situ* seront donc présentées de la manière la plus claire possible. La procédure de traitement sera quant à elle détaillée dans les chapitre 4 et 5.

Chapitre 3

Conception d'un dispositif d'essai *in situ*

Ce travail a pour objectif d'étudier la propagation des fissures dans des mortiers modèles lors d'une compression monotone. L'échelle de caractérisation est choisie autour de $5 \mu m$ et permet d'identifier des fissures d'épaisseur $10 \mu m$ en traitement conventionnel (seuillage). La géométrie des éprouvettes choisie est un cylindre de diamètre 8 mm et de hauteur 10 mm. Ces éprouvettes seront ainsi compressées à l'intérieur d'un appareil de microtomographie et imagées après maintien dans un état stable mais néanmoins contraint pour éviter la fermeture des fissures. Dans ce but la création d'un dispositif *in situ* est nécessaire. Ce dispositif doit permettre l'application d'une contrainte suffisante sur l'éprouvette tout en assurant un contrôle du déplacement en deçà de la taille de voxel choisie pour l'acquisition. Le déroulement d'un essai type est le suivant :

- Acquérir les données sur l'éprouvette dans un état sain.
- Charger l'éprouvette progressivement jusqu'à détecter l'apparition d'une fissure. Un dispositif acoustique sera intégré au système et le chargement devra stopper à la détection du premier signal acoustique.
- L'éprouvette est alors maintenue dans un état stable c'est à dire sans propagation de fissure pendant toute la durée nécessaire à l'acquisition des images microtomographiques. Cette phase de régulation est indispensable pour imager les fissures dans un état stable ouvert et obtenir des radiographies nettes de l'éprouvette.
- Une fois les données récupérées, l'éprouvette sera à nouveau chargée et une nouvelle acquisition microtomographique aura lieu.
- La procédure continue jusqu'à un état d'endommagement suffisamment avancé.

Le dispositif de compression doit également être utilisable à la fois en microtomographe de laboratoire et en synchrotron, la comparaison des données étant envisagée. La conception d'un tel dispositif représentant une part importante du travail effectué, toutes les étapes de conception sont décrites dans la suite de ce chapitre.

3.1 Définition du cahier des charges

Toute création d'un dispositif s'accompagne nécessairement d'un cahier des charges dans lequel les spécificités techniques du système sont décrites. Son but est de faciliter le dialogue entre le commanditaire et le fabricant du dispositif. L'environnement extérieur au système et les exigences d'utilisation définissent ce cahier des charges. Ici, seules les contraintes relatives à l'implantation d'un tel dispositif dans un microtomographe de laboratoire sont prises en compte. En effet, l'utilisation en synchrotron demande des spécificités beaucoup plus permissives au niveau des dimensions et du pilotage en déplacement. De fait, un dispositif fabriqué pour une utilisation en microtomographe de laboratoire est utilisable directement en synchrotron.

3.1.1 Objectifs du dispositif

L'objectif principal est de maintenir un matériau à comportement pseudo-fragile dans un état endommagé stable durant la durée d'une acquisition, soit environ deux heures. Pour ce faire, la machine doit à la fois délivrer une force telle que la contrainte sur l'éprouvette soit supérieure à la contrainte à la rupture du matériau, et contrôler le déplacement pour maintenir les fissures dans un état stable. Le diagramme d'expression du besoin (Fig. 3.1) et le diagramme pieuvre (Fig. 3.2) caractérisent la fonction globale du système, ses fonctions principales et secondaires.

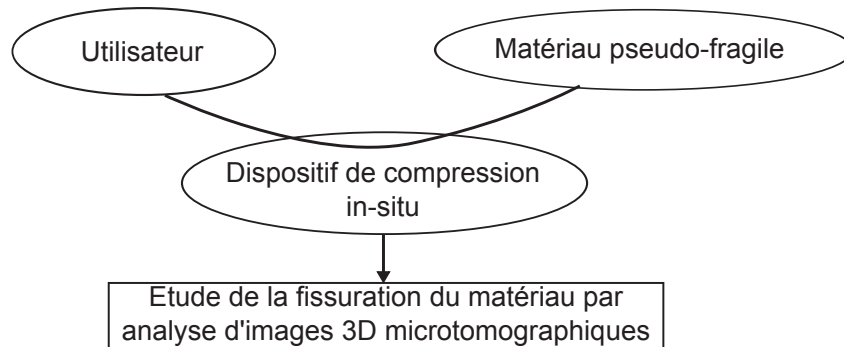
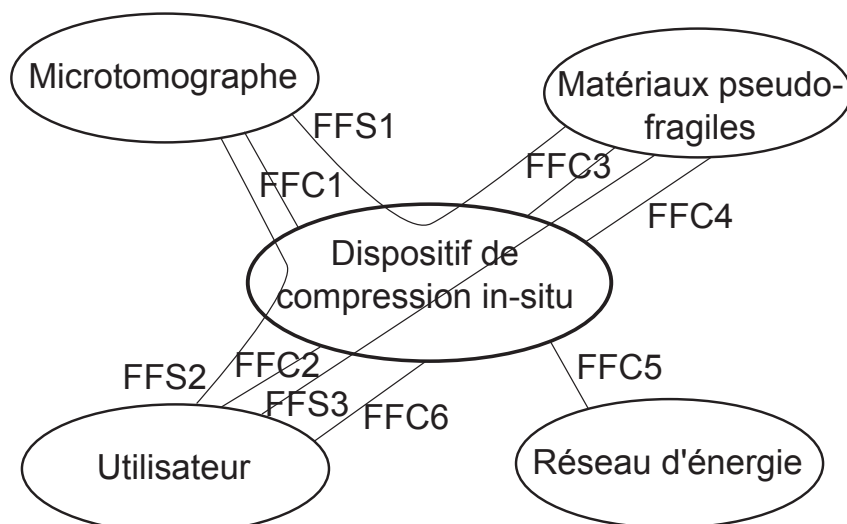


FIGURE 3.1 – Expression du besoin.



Fonction de service	Fonction contrainte
FFS1 : Appliquer une contrainte et maintenir une position fixe pendant l'acquisition tomographique	FFC1 : S'adapter à l'enceinte du tomographe
FFS2 : Se monter facilement dans le tomographe	FFC2 : Visualiser l'évolution de l'essai en cours FFC6 : Assurer la sécurité de l'utilisateur
FFS3 : Permettre une mise en place facile de l'échantillon dans le dispositif d'essai	FFC3 : Favoriser la compression pure FFC4 : Détecter au plus tôt la fissuration
	FFC5 : S'adapter au réseau d'énergie

FIGURE 3.2 – Diagramme Pieuvre en fonctionnement normal.

L'ensemble des fonctions est ensuite hiérarchisé et quantifié. Cette étape de quantification implique la connaissance du matériau, de l'environnement du système et de la configuration du système. Tout ceci est présenté dans la suite.

3.1.2 Les matériaux étudiés

Les matériaux choisis sont des mortiers de pâte de ciment Portland et de billes de verre ou d'acier. Les matériaux avec inclusions en verre révélant un faible contraste entre bille de verre et matrice cimentaire (Fig. 3.3) des échantillons avec une bille en acier ont été fabriqués. Le but étant de caractériser le mieux possible l'interface inclusion - matrice. Ces matériaux ayant des caractéristiques mécaniques supérieures à celles des mortier modèles avec billes de verre, le dispositif de compression sera dimensionné en conséquence. Leur comportement mécanique macroscopique est étudié par un test de compression réalisé sur la machine d'essai du laboratoire (Fig. 3.4).

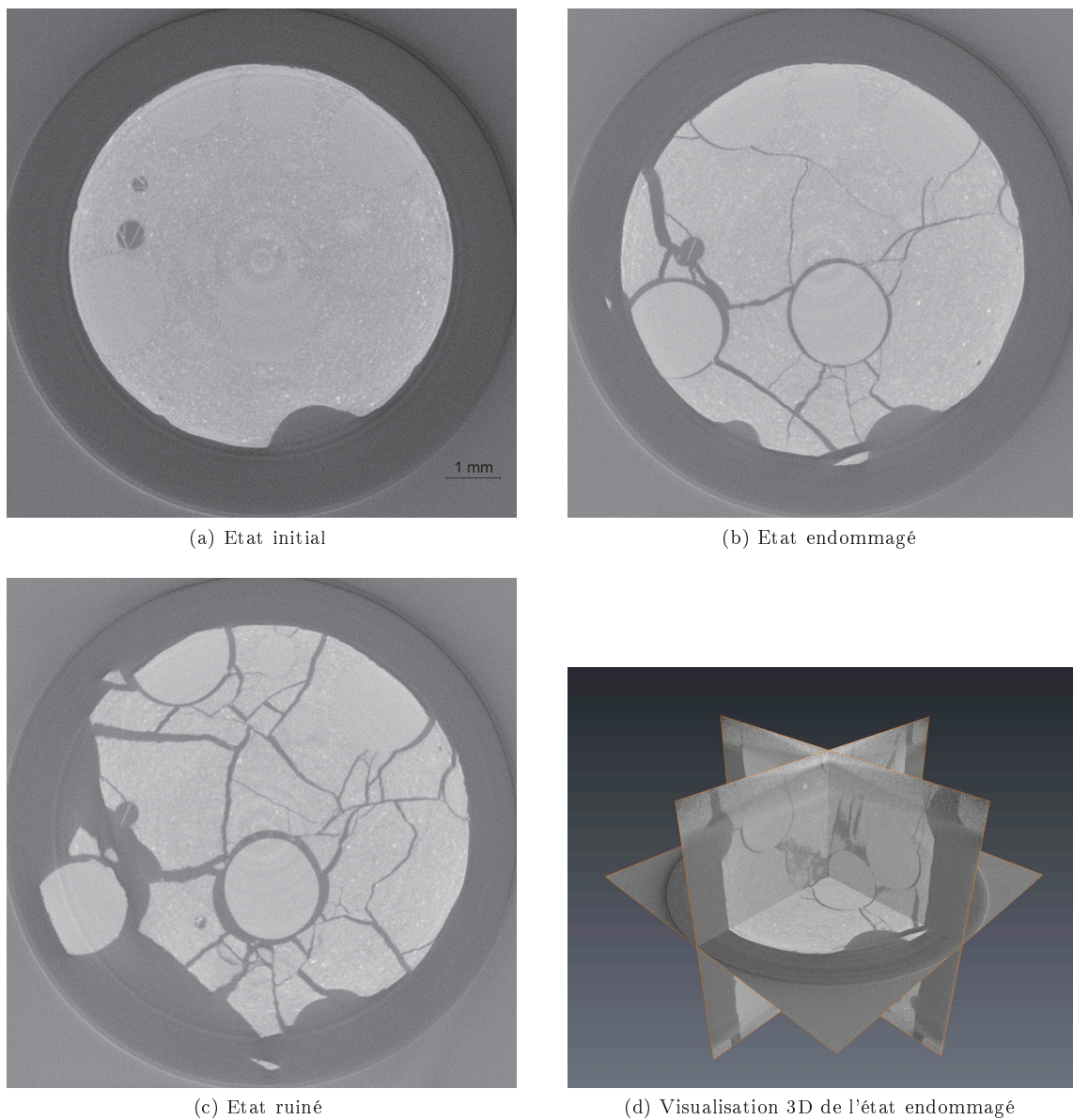
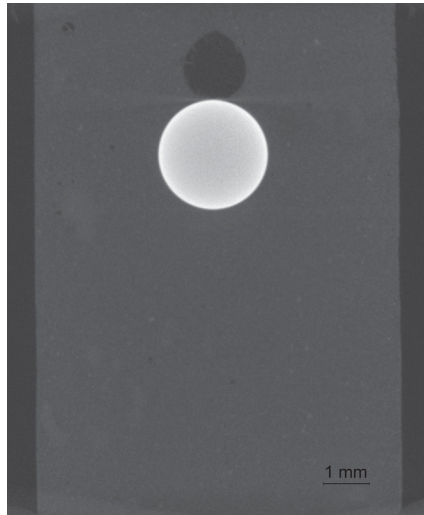
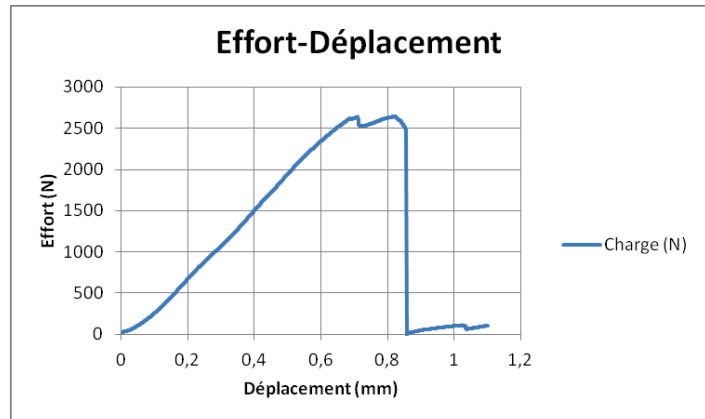


FIGURE 3.3 – Microtomographie d'un mortier de ciment et billes de verre. A l'état initial (a) il est difficile de détecter les billes de verre. Celles-ci deviennent observables après fissuration du matériau (b),(c).

L'ensemble des données obtenues (Table. 3.1) permettent de préciser les efforts et les déplacements que le dispositif de compression devra délivrer. Les dimensions restreintes de l'éprouvette (Cylindre $D = 8$ mm, $H = 12$ mm) ainsi que certains défauts de structure du matériau modèle telle que sa porosité, illustrée ici par la présence d'une cavité au dessus de la bille (Fig. 3.4a), ou sa mauvaise planéité aux interfaces, ne



(a) Section verticale dans un état sain



(b) Test mécanique de compression sur éprouvette cylindrique (D = 8 mm, H = 12 mm)

FIGURE 3.4 – Microtomographie d'un mortier de ciment avec une bille d'acier de diamètre 2 mm. L'interface bille d'acier - matrice cimentaire est facilement observable (a). Le test de compression mécanique (b) fournit les données matériau nécessaires au dimensionnement de la machine de compression *in situ*.

Données brutes	Données matériau
Effort maximal : 2641 N	Contrainte maximale : 53 MPa
Déplacement élastique : 680 μm	Déformation élastique : 5,6 %
Déplacement total : 850 μm	Déformation à la rupture : 7 %
Rigidité : 4194 N/mm	Module d'Young : 17,6 GPa

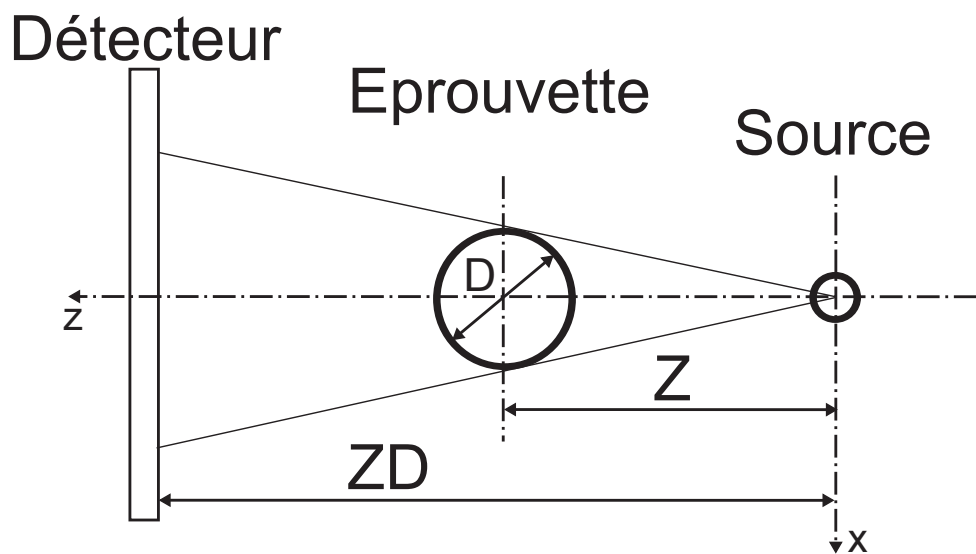
TABLE 3.1 – Données brutes et données matériau issues du test de compression

permettent pas de conclure sur l'aspect représentatif du volume défini. Cependant, les données acquises sur plusieurs éprouvettes sont suffisamment cohérentes pour assurer la fiabilité des mesures. Ces données mécaniques sont donc utilisées pour le dimensionnement du système de compression *in situ*.

3.1.3 Les contraintes spatiales

L'espace restreint dans l'enceinte du microtomographe de laboratoire (Fig. 3.5) impose une conception compacte. Tout le système doit se loger dans un cylindre enveloppe de diamètre 140 mm et de hauteur 320 mm. De plus, le rapport des distances Z (Objet-Source) et ZD (Source-Détecteur) définissant le grandissement géométrique souhaité, il est préférable de se placer dans une configuration où la distance Z est minimale (Fig. 3.6). Le bruit d'acquisition est ainsi minimisé puisque la distance ZD est elle aussi minimale. Dans cette optique, la géométrie du système choisie est une géométrie conventionnelle pour ce type d'appareil à savoir une géométrie de révolution autour de l'axe du mandrin rotatif.

FIGURE 3.5 – Encombrement à l’intérieur du microtomographe de laboratoire. L’espace disponible pour la conception est schématisé par le cylindre jaune.



$$PxSize = K \times Z/ZD \tag{3.1}$$

- PxSize* Taille de pixel souhaitée (μm)
- K* Taille réelle d’un pixel du détecteur. Dans notre cas, $K = 50 \mu m$
- Z* Distance Source - Eprouvette (mm)
- ZD* Distance Source - Détecteur (mm)

FIGURE 3.6 – Grandissement géométrique dans un microtomographe de laboratoire à faisceau conique.

3.1.4 Dimensions optimales de l'éprouvette et configuration d'acquisition

Les dimensions de l'éprouvette sont imposées par la taille du détecteur et la taille de pixel souhaitée pour l'acquisition (Eq. 3.2). Ainsi, dans notre cas, en considérant une largeur de détecteur utile de 2000 px et une taille de pixel de $5 \mu m$, la plus grande dimension d'éprouvette dans le plan ZX est de 10 mm.

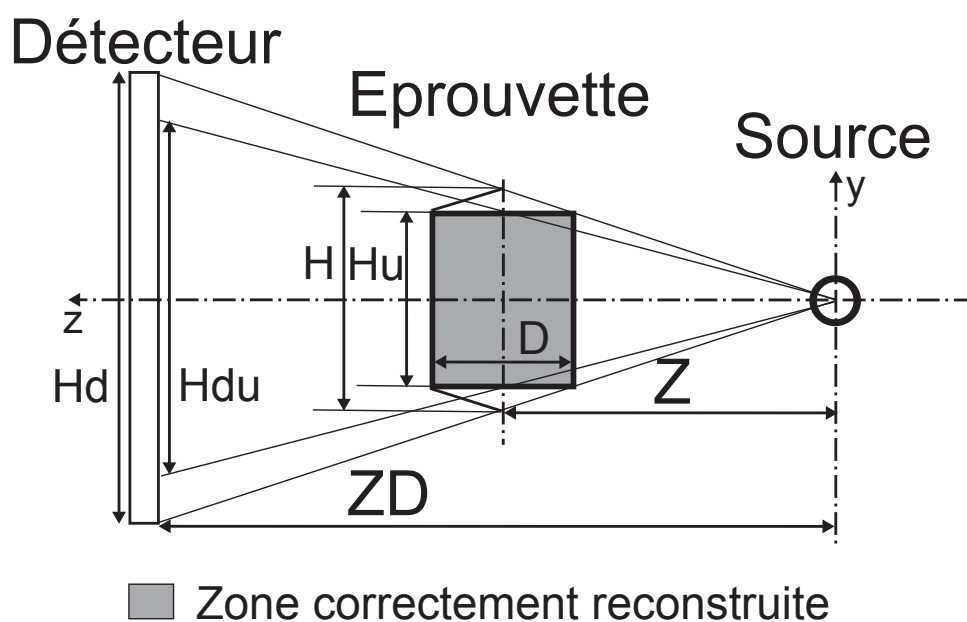
$$D = L * PxSize \quad (3.2)$$

D Plus grande dimension de l'éprouvette dans le plan ZX (μm)

L Largeur utile du détecteur (px)

$PxSize$ Taille de pixel souhaitée (μm)

A cela s'ajoute une limite de hauteur de l'éprouvette correctement reconstruite. En effet, une conséquence directe de la conicité du faisceau est la présence d'une zone de données partielles située en parties haute et basse du volume reconstruit (Fig.3.7). La hauteur de cette zone est liée à la distance Z et à la largeur maximale D de l'éprouvette.



$$Hdu/Hd = Hu/H = \frac{Z - D/2}{Z} \quad (3.3)$$

Hdu Projection de la hauteur utile sur le détecteur (px)

Hd Hauteur totale du détecteur (px). Dans le cas présent 2304 px

Hu Hauteur correctement reconstruite (μm)

H Hauteur totale du champ de vue (μm)

Z Distance Source - Eprouvette (mm)

D Plus grande dimension de l'éprouvette dans le plan ZX (mm)

FIGURE 3.7 – Hauteur d'éprouvette correctement reconstruite dans un microtomographe de laboratoire à faisceau conique.

Pour faciliter la fabrication des éprouvettes, leur forme sera cylindrique. Un diamètre de 8 mm est choisi. La taille de pixel voulue est fixée à $5 \mu m$ ce qui permet théoriquement d'observer des fissures de $10 \mu m$ d'épaisseur. Un rapport de forme supérieur à 1 oriente le choix de la hauteur de l'éprouvette sur une valeur de 10 mm. A l'aide des équations précédentes, la configuration d'acquisition est définies (Fig. 3.8).

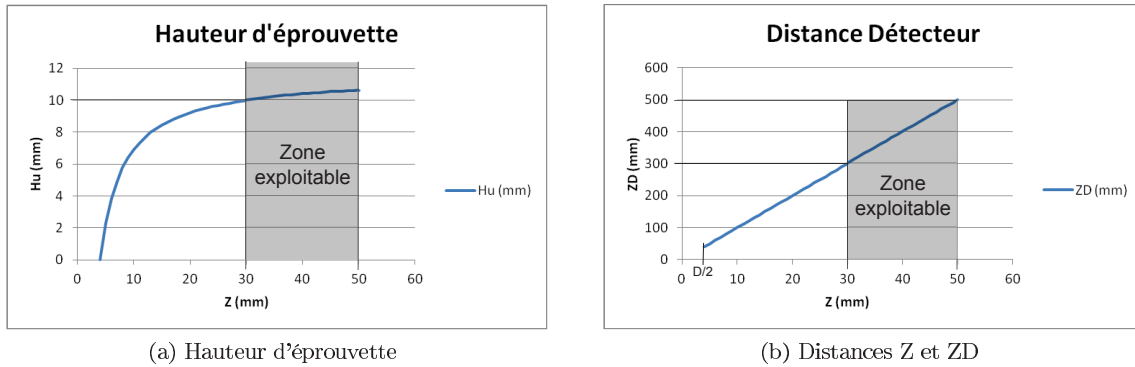


FIGURE 3.8 – Configurations possibles du microtomographe de laboratoire pour une éprouvette cylindrique de diamètre 8 mm et hauteur 10 mm. La taille de pixel est de $5 \mu m$ et les dimensions du détecteur utilisés sont de 2304×2304 px. L'appareil utilisé impose de plus une distance ZD inférieure à 500 mm.

Les dimensions d'éprouvette et la configuration d'acquisition recommandées sont :

$$D = 8 \text{ mm}$$

$$H = 10 \text{ mm}$$

$$30 \text{ mm} < Z < 50 \text{ mm}$$

$$300 \text{ mm} < ZD < 500 \text{ mm}$$

Il est possible de réduire la distance Z pour obtenir un grandissement plus fort ou limiter le bruit d'acquisition au maximum. Les zones de contact entre l'éprouvette et le dispositif de compression seront cependant reconstruites avec des données partielles.

3.1.5 Le cahier des charges

Au terme de cette pré-étude, le cahier des charges suivant est obtenu (Table. 3.2).

Fonction	Critère et niveau d'appréciation
FFS1 : Appliquer une contrainte et maintenir une position stable pendant l'acquisition tomographique	Effort de compression de 3000 N. Course totale supérieure à $500 \mu m$. Précision en déplacement de $1 \mu m$. Zone à tomographier transparente aux rayons X.
FFC1 : S'adapter à l'enceinte du tomographe	Se loger dans un volume enveloppe cylindrique de diamètre 70 mm et de hauteur 320 mm.
FFC3 : Détecter au plus tôt la fissuration	Etre sensible à toutes les variations du système (acoustique, mécanique).
FFS2 : Se monter facilement dans le tomographe	Temps de mise en place inférieur à 10 min.
FFC2 : Visualiser l'évolution de l'essai en cours	Tableau de bord en temps réel permettant un suivi de l'effort et du déplacement.
FFS3 : Permettre une mise en place facile de l'échantillon dans le dispositif d'essai	Temps de montage inférieur à 10 min.
FFC4 : Favoriser la compression pure	Permettre un auto-alignement des portées.
FFC5 : S'adapter au réseau d'énergie	Air comprimé / Réseau électrique 220 V, 50 Hz.
FFC6 : Assurer la sécurité de l'utilisateur	Réguler le système en cas d'utilisation hors de la zone de fonctionnement normal.

TABLE 3.2 – Cahier des charges simplifié en fonctionnement normal.

3.2 Conception

A partir de ce cahier des charges, les choix technologiques sont opérés. L'encombrement disponible conditionne l'architecture du système et les exigences en termes de déplacement et d'effort orientent les choix de l'actionneur et des capteurs.

3.2.1 Architecture globale du dispositif

L'architecture du dispositif est conventionnelle pour ce type d'appareil. Le système se présente sous la forme d'un cylindre ayant l'axe du mandrin pour axe vertical. On limite les effets de porte-à-faux. L'actionneur et l'ensemble des capteurs sont placés en partie haute afin de former un bloc fonctionnel uni, regroupant toutes les fonctions critiques du système. On limite ainsi les opérations de montage/démontage sur ces éléments onéreux (Fig. 3.9).

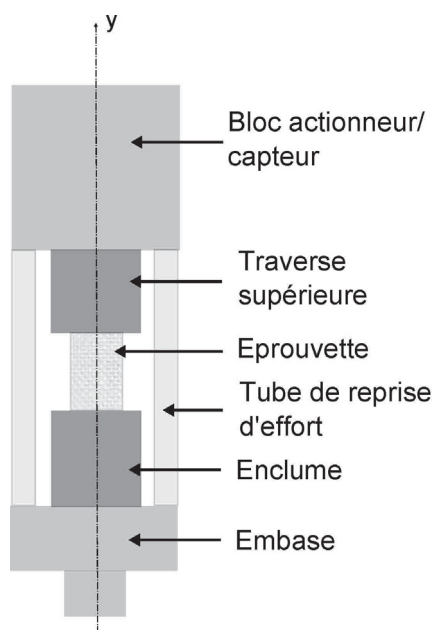


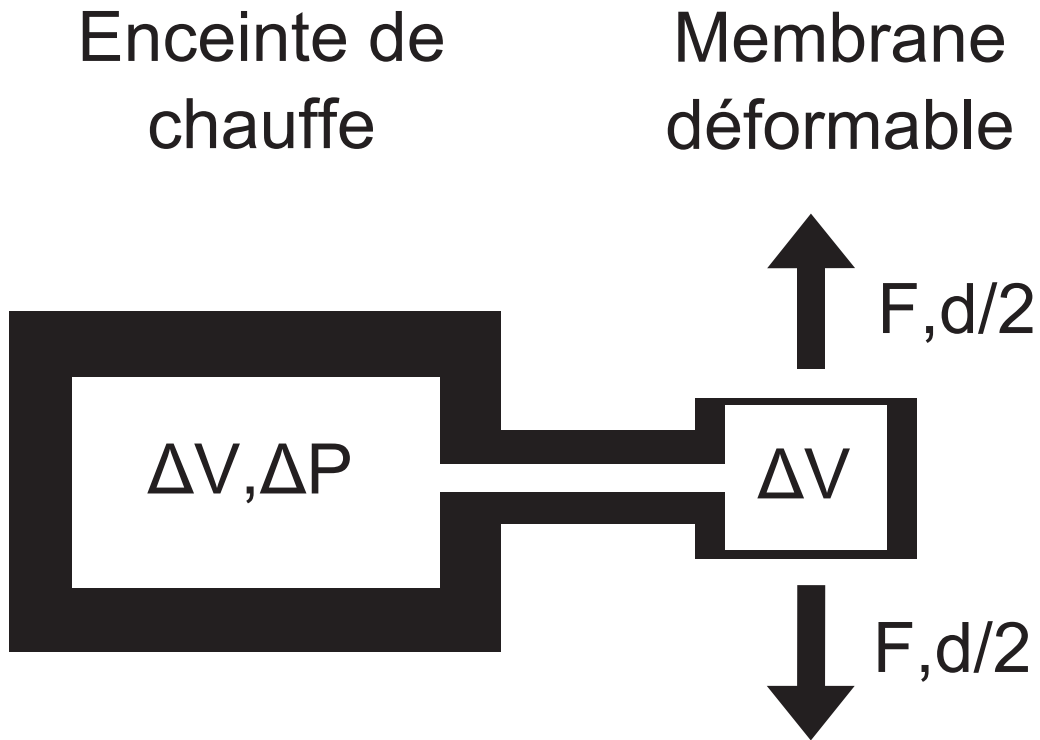
FIGURE 3.9 – Architecture du dispositif de compression *in situ*.

3.2.2 Choix de l'actionneur

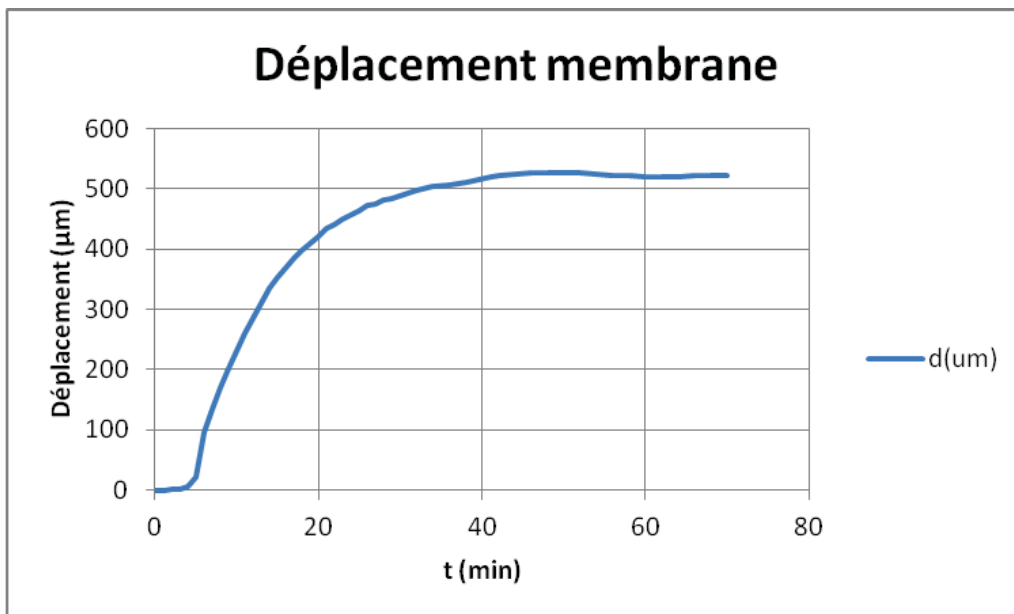
Une étude a été menée concernant le choix d'un actionneur répondant aux exigences du cahier des charges (Table. 3.3). Il a été décidé de développer en interne un actionneur thermo-hydraulique reposant sur le principe de dilatation d'un fluide. Un fluide est effectivement chauffé dans une enceinte confinée le moins déformable possible. La dilatation du fluide est alors transmise à une membrane déformable en acier. On obtient ainsi des efforts conséquents sur de faibles courses (Fig. 3.10).

Type d'actionneur	Caractéristiques	Facteur discriminant
Actionneur électrique (vérin électrique)	Effort max = 3700 N Course = 50 mm	Encombrement : Dimension longitudinale trop grande.
Actionneur piézoélectrique	Effort max = 3000 N Course = 130 μm	Encombrement : Dimension longitudinale trop grande.
Actionneur mécanique (Moteur pas à pas et réducteur)	Effort max = 3000 N Course = 500 μm	Poids : Système lourd. Risque de transmission de couple.
Actionneur thermo-hydraulique	Effort max = 3000 N Course = 500 μm	Risque de déformation plastique de la membrane.

TABLE 3.3 – Comparaison des différents actionneurs disponibles.



(a) Architecture de l'actionneur thermo-hydraulique. L'augmentation de la température ΔT à l'intérieur de l'enceinte de chauffe provoque la dilatation du fluide qui se traduit par une augmentation de son volume ΔV et une augmentation de la pression interne du système - La membrane, élément le plus souple du système, applique sur l'extérieur un effort F sur une distance d



(b) Courbe de réponse temporelle sous charge (3000 N) avec une chauffe continue - Le système se stabilise à une valeur de $520 \mu m$ - Les faibles variations rendent compte de la stabilité intrinsèque du système

FIGURE 3.10 – Schéma de l'actionneur thermo-hydraulique et sa courbe de réponse temporelle sous charge.

L'actionneur se divise en deux parties distinctes :

1. L'enceinte de chauffe (Fig. 3.11a).
2. La membrane déformable (Fig. 3.11b).

Une résistance chauffante est incluse dans l'enceinte de chauffe. Il s'agit d'une résistance filaire de diamètre 1 mm et de longueur 75 cm alimentée sous 110 V qui permet de propager la chaleur rapidement dans l'enceinte.

3.2.3 Choix des capteurs

Quatre types de capteur sont à définir :

- Capteur de déplacement
- Capteur de pression
- Capteur d'effort
- Capteur acoustique

Le critère de choix principal étant l'encombrement, les capteurs choisis sont le plus compacts possible. Concernant le capteur de déplacement, une étude comparative a été menée afin de trouver l'élément le plus compatible avec les exigences du cahier des charge (Table. 3.4).

Type de capteur	Caractéristiques	Facteur discriminant
Capteur laser	Pdm* = 10 mm Précision = 1 μm	Encombrement : Dimensions trop grandes.
Capteur à courant de Foucault	Pdm = 2 mm Précision = 0,05 μm	Cible en métal de grande surface et absorbante aux rayons X.
Vibromètre à fibre optique	Pdm = 80 mm Précision = 0,008 μm	Prix supérieur à 40 k€.
Capteur optique à mesure confocale	Pdm = 1,5 mm Précision = 0,06 μm	Grande dimension longitudinale mais acceptable.

*Pdm : Plage de mesure

TABLE 3.4 – Comparaison des différents capteurs disponibles.

Le capteur de déplacement choisi est donc un capteur optique à mesure confocale IFS2402 de la société Micro-Epsilon. Le principe de fonctionnement consiste à décomposer la lumière blanche en ses composantes caractéristiques. Ainsi, chaque distance de focalisation correspond à une longueur d'onde spécifique. La longueur d'onde du signal ainsi renvoyé par la cible est analysée par un spectromètre et grâce à la table de correspondance longueur d'onde - distance, la distance à la cible est calculée. L'avantage du système, outre sa grande compacité et sa précision de mesure théorique de 0,06 μm , est qu'il ne nécessite aucun composant électrique. Les effets de chauffe sont donc limités et les dilatations parasites correspondantes sont inexistantes.

Le capteur de pression, mesurant la pression dans l'enceinte de chauffe, est un élément indispensable à la sécurité de l'utilisateur. Le choix s'est porté sur un capteur XPM4 de la société Measurement Specialties. Sa plage de mesure va de 0 à 200 bar.

Le capteur d'effort quant à lui est un modèle XFL225D de la société Measurement Specialties dont la plage de mesure va de 0 à 5000 N avec une précision de 1 % pleine échelle. Il a été légèrement modifié pour être intégré dans le dispositif. Sa caractéristique principale, outre sa compacité, est sa grande rigidité qui permet une mesure des efforts avec une faible déformation.

Finalement, le capteur d'émission acoustique est un capteur miniature Pico de la société Mistras. Un boîtier de conversion et d'amplification a été spécialement conçu pour permettre un traitement du signal 0-10 V par la boucle d'asservissement. Le capteur sera amovible et devra être fixé sur la partie haute de la machine d'essai. Il permet de détecter l'instant de fissuration et joue un rôle important dans le pilotage du déplacement.

Une mesure de température est également réalisée à l'aide d'un thermocouple K, mais son utilité est restreinte aux phases de tests. Une fois le système maîtrisé, la mesure de la température de l'enceinte sera abandonnée.

(a) Enceinte de chauffe

(b) Membrane déformable

FIGURE 3.11 – Enceinte de chauffe et membrane déformable.

3.2.4 Dimensionnement et dessin de définition

Par soucis de simplicité de fabrication, la version finale de l'actionneur choisie est une version simplifiée de celle présentée précédemment (Fig. 3.11). Elle n'est constituée que d'un seul cylindre réservoir. Les échanges thermiques avec l'extérieur sont donc moins importants ce qui se traduit par un temps de refroidissement plus long. De même, la géométrie de la membrane est modifiée pour permettre une course plus importante au détriment de sa rigidité. Toutes ces modifications ont un effet sur le comportement dynamique du système : le système gagne en adaptabilité mais perd en temps de réponse.

Système final

Le système final après modification (Fig. 3.12) est donc instrumenté et une pré-étude théorique est également réalisée afin de comparer les effets des nouveaux choix de géométries sur son comportement.

Effet du changement de taille du réservoir de l'actionneur sur la constante de temps thermique

La géométrie définie initialement qui favorisait le refroidissement convectif du système grâce à une grande surface d'échange (Fig. 3.11a) a été remplacée par une géométrie simplifiée visible en partie haute de la figure 3.12 qui est plus compacte et nécessite moins de temps d'usinage. La géométrie choisie est un simple réservoir cylindrique de diamètre plus grand qui permet de conserver un volume de fluide dilatant suffisant pour le bon fonctionnement du système. L'effet sur la constante de temps thermique du dispositif est donc étudié via une étude théorique simplifiée.

Les hypothèses suivantes sont faites :

- Le système est considéré comme un cylindre long constitué d'un matériau uniforme.
- L'ensemble des données du système hormis ses dimensions sont supposées constantes.

L'évolution de la température dans un tel système est donnée par l'équation (Eq.3.4). On s'intéresse aux échanges sur une tranche infime du cylindre positionnée à l'abscisse x . Seuls les phénomènes liés à l'inertie thermique sont donc étudiés puisque la température est considérée constante à l'instant t sur toute l'épaisseur de la tranche. Les effets de conduction ne sont pas étudiés ici. L'équation de la chaleur se simplifie donc (Eq. 3.5) avec pour solution (Eq. 3.6).

$$\frac{d^2T}{dx^2} - \frac{h}{\lambda} \times \frac{P}{S} \times (T(x,t) - T_\infty) = \frac{1}{a} \times \frac{dT}{dt} \quad (3.4)$$

T	Température (K)
t	Temps (s)
λ	Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
x	Distance (m)
a	Diffusivité thermique ($m^2.s^{-1}$)
h	Coefficient d'échange ($W.m^{-2}.K^{-1}$)
P	Périmètre (m)
S	Surface (m^2)
T_∞	Température ambiante (K)

$$\frac{1}{a} \times \frac{dT}{dt} + \frac{h}{\lambda} \times \frac{P}{S} \times (T(t) - T_\infty) = 0 \quad (3.5)$$

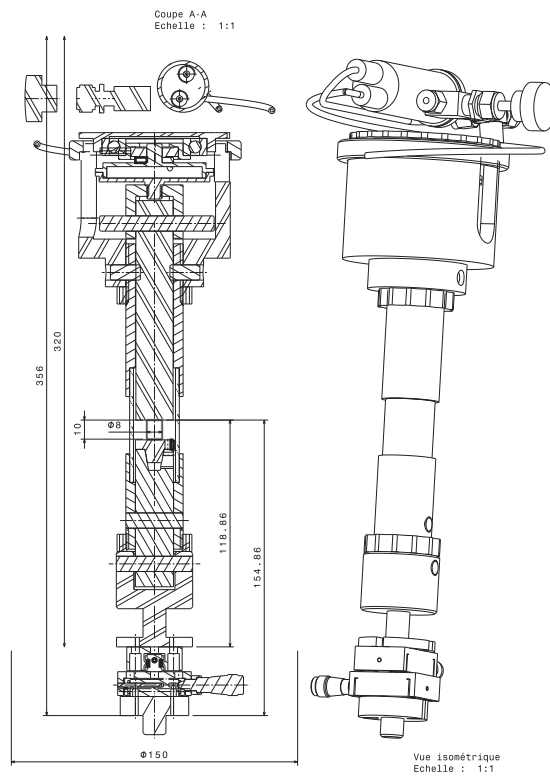
$$T(t) = (T_0 - T_\infty) \times \exp \frac{-t}{\tau} \quad (3.6)$$

T_0	Température à l'instant $t = 0$ s (K)
τ	Constante de temps du système (s)

$$\tau = \frac{\rho \times Cp}{h} \times \frac{S}{P} \quad (3.7)$$

ρ	Masse volumique ($kg.m^{-3}$)
Cp	Capacité calorifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)

(a) Dispositif de compression final



(b) Vues en coupe et 3D du système de compression

FIGURE 3.12 – Vues en coupe et 3D du système de compression.

Le temps caractéristique du système τ est donc proportionnel au rapport $\frac{S}{P}$ i.e. $\frac{R}{2}$ dans le cas d'un cylindre. R étant le rayon du cylindre. Dans notre cas, le rayon de l'enceinte de chauffe passant de 12 mm à 27 mm, le temps caractéristique est donc théoriquement multiplié par 2,25. Afin de contrer cette augmentation du temps caractéristique thermique, un système de refroidissement de l'enceinte est à prévoir. Un système de ventilation favorisant la convection sera privilégié.

Effet du changement de géométrie de la membrane sur sa rigidité

Pour une plus grande adaptabilité du système, les dimensions de la membrane ont également été changées. La géométrie complexe de l'ancienne membrane (Fig. 3.11b) qui était nécessaire à la liaison encastrement démontable entre la partie supérieure et inférieure est remplacée par une géométrie plus simple où la zone déformable est plus grande. La liaison entre la partie supérieure et inférieure de la membrane est ici réalisée par une soudure TIG (Tungsten Inert Gas). Le diamètre de la zone déformable est augmenté pour permettre des courses plus grandes au détriment de la rigidité. Cette variation de la rigidité affecte le comportement mécanique du système et donc la vitesse de retour de la membrane dans sa position non chargée. L'effet du changement de diamètre sur la rigidité de la membrane est donc étudié.

Les hypothèses suivantes sont formulées :

- La membrane est assimilable à une plaque mince présentant une liaison encastrement sur sa bordure latérale.
- Le chargement se fait sur toute la surface utile de la membrane avec une pression constante.

Conformément à la théorie des plaques, la flèche maximale est une fonction des données matériau et de la géométrie du système (Eq. 3.8).

$$f = \frac{P \times r^4}{64 \times D} \quad (3.8)$$

- f Flèche maximale au centre de la membrane (m)
- P Pression interne (Pa)
- r Rayon de la membrane (m)
- D Rigidité flexionnelle de la membrane ($N.m$)

$$D = \frac{E \times e^3}{12 \times (1 - \nu^2)} \quad (3.9)$$

- E Module d'Young (Pa)
- e Epaisseur de la membrane (m)
- ν Coefficient de Poisson

La nouvelle membrane est constituée du même acier que la version précédente. La rigidité flexionnelle (Eq. 3.9) est donc la même. En conséquence, à même pression interne, la flèche évolue comme une fonction du rayon de membrane à la puissance 4. Le passage d'un diamètre de 36 mm à un diamètre de 54 mm induit donc une multiplication par 4 de la flèche pour une même pression (Fig.3.13a).

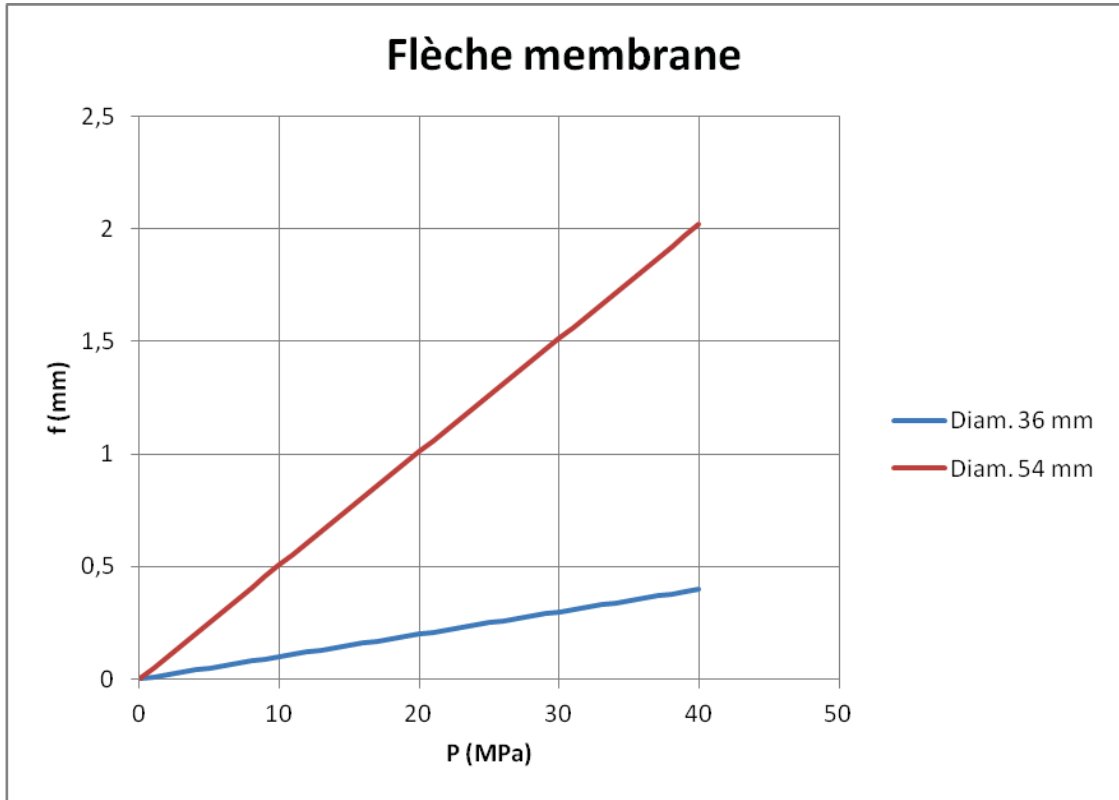
La rigidité de la membrane $K_{Membrane}$, définie comme le rapport de l'effort sur la flèche (Eq. 3.10), est quant à elle divisée par deux (Fig. 3.13b).

$$K_{Membrane} = \frac{F}{f} = \frac{64 \times \Pi \times D}{r^2} \quad (3.10)$$

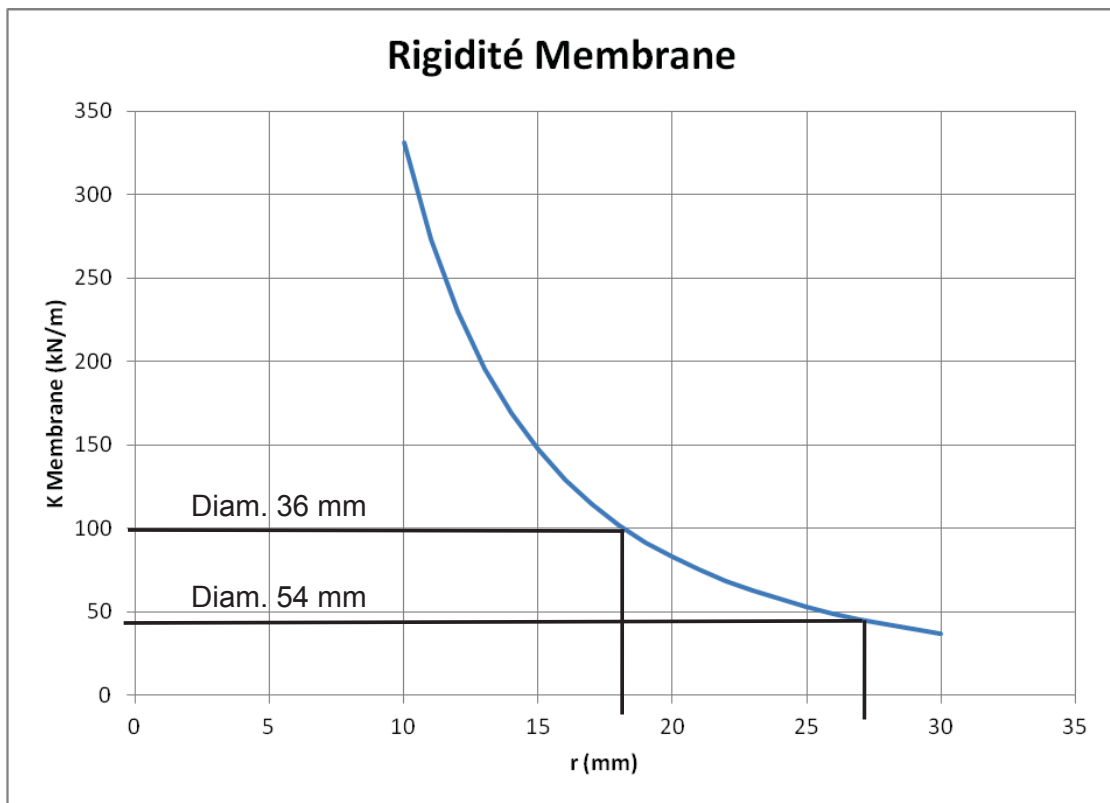
- F Effort total à l'intérieur de la membrane (N)

3.3 Asservissement du système en déplacement

La régulation en déplacement permet de maintenir l'éprouvette dans un état stable pendant toute la durée d'une acquisition microtomographique. Ce système de pilotage, sous-traité à la société Arcale, permet de réguler la position du pilon supérieur par rapport à une valeur consigne définie par l'utilisateur. Le système de mesure acoustique est également intégré dans la boucle car le système doit pouvoir arrêter



(a) Estimation de la flèche maximale d'une membrane comme fonction de la pression pour deux diamètres différents



(b) Estimation de la rigidité de la membrane comme fonction du rayon de membrane - Après le changement de géométrie de la membrane, cette rigidité a été divisée par deux

FIGURE 3.13 – Evolution des caractéristiques d'une membrane.

la compression dès qu'un signal acoustique de fissuration est émis. Le schéma (Fig. 3.14) illustre le fonctionnement du système piloté en déplacement. Une alimentation de type Chroma en 0 - 150 V alternatif fournit l'énergie suffisante à la résistance chauffante de l'enceinte. Un ordinateur en liaison avec une carte d'acquisition National Instrument traite les données capteurs et gère l'alimentation de l'actionneur grâce à un logiciel d'acquisition développé sur une base LabView. L'ensemble du dispositif est présenté en Fig. 3.15 lors d'un test en pilotage à l'extérieur du microtomographe. La régulation est opérée par l'ensemble PC + carte d'acquisition qui agit comme un régulateur PID (Proportionnel Intégral Dérivé) virtuel et pilote l'alimentation Chroma. Dans le domaine de Laplace, l'ensemble du système peut être appréhendé comme une simple multiplication entre les fonctions de transfert du dispositif comprenant l'alimentation chroma et du régulateur PID (Fig. 3.16). Le réglage du PID se fait par le choix de trois paramètres apparaissant dans sa fonction de transfert (Eq. 3.11) et agissant différemment sur le comportement global du système régulé :

- K_c : Facteur de proportionnalité qui agit sur le temps de montée du système à la valeur consigne. Plus ce facteur est grand, plus le temps de montée est court mais un dépassement de la consigne peut apparaître.
- T_i : Facteur d'intégration qui sert à éliminer l'erreur statique. Le système intègre au cours du temps l'écart à la consigne.
- T_d : Facteur de dérivation qui augmente la sensibilité du système aux perturbations extérieures qui sont caractérisées par une augmentation de la dérivée de l'écart à la consigne. Le paramètre N utilisé dans la boucle de dérivation est fixé à une valeur constante. Il est utile à la stabilité du système PID car en son absence, le système aurait une fonction de transfert de degré 1, incompatible avec les conditions de stabilité d'un système asservi.

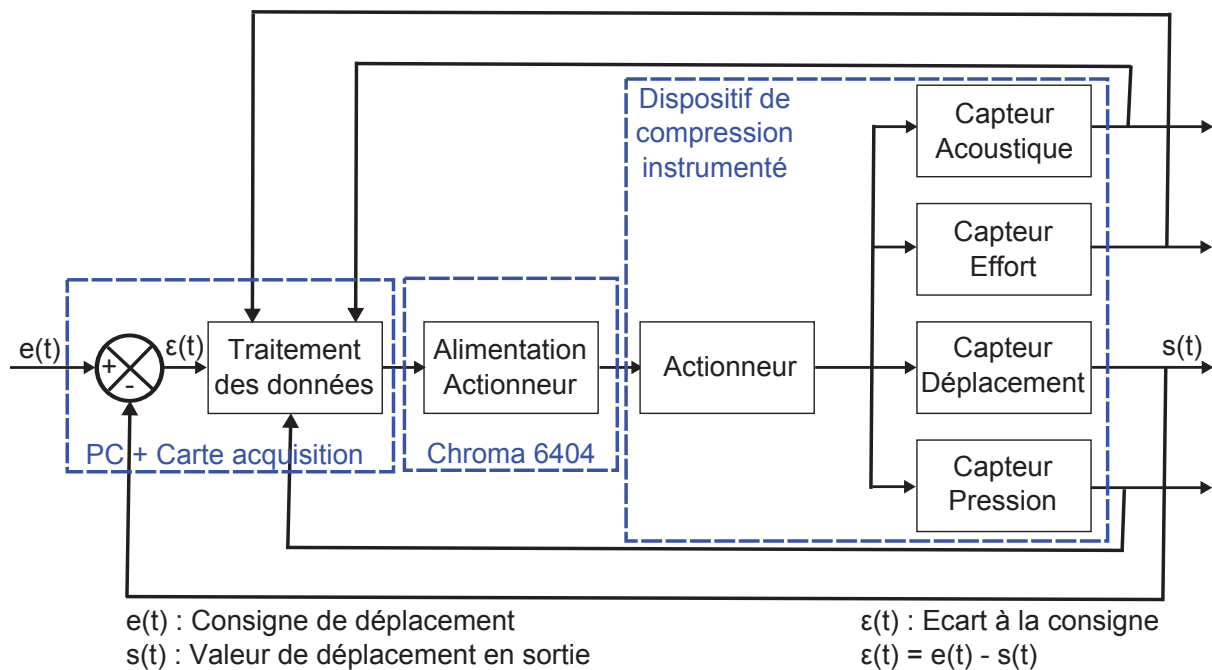


FIGURE 3.14 – Boucle d'asservissement.

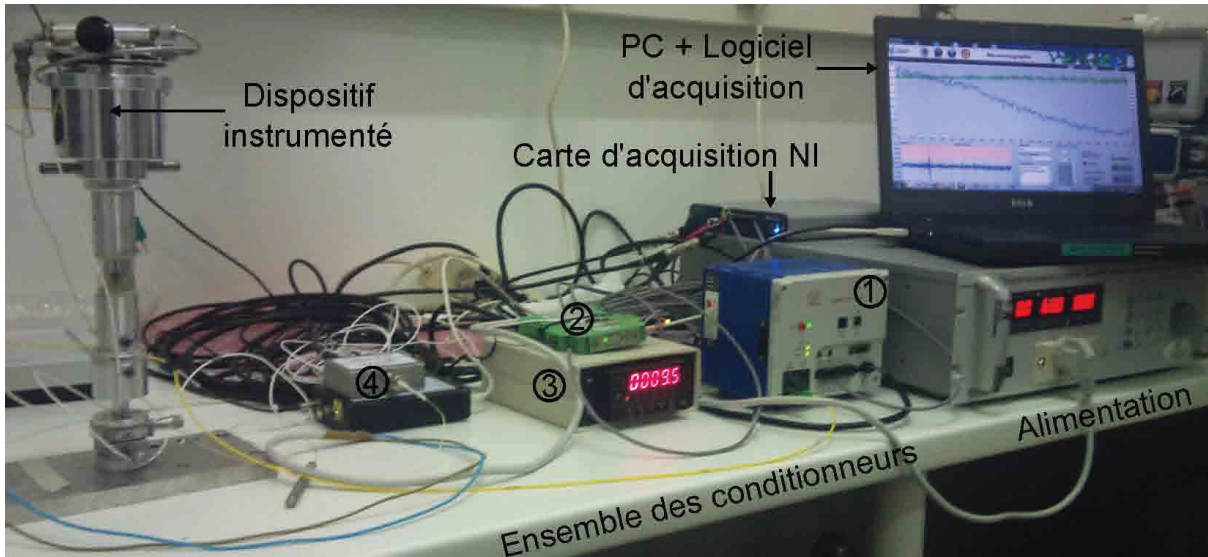
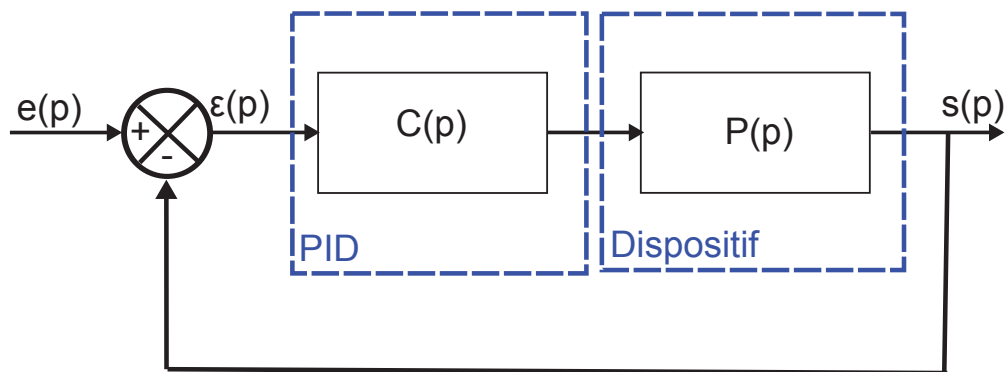


FIGURE 3.15 – Ensemble du dispositif lors d'un test - L'ensemble des conditionneurs comprend : 1- Conditionneur capteur optique, 2- Conditionneur capteur effort, 3- Conditionneur capteur pression, 4- Conditionneur capteur acoustique.



$C(p)$: Fonction de transfert du PID

$P(p)$: Fonction de transfert du dispositif comprenant l'alimentation Chroma

p : Variable de Laplace

FIGURE 3.16 – Fonction de transfert du système dans le domaine de Laplace.

$$C(p) = K_c \times \left(1 + \frac{1}{T_i \times p} + \frac{T_d \times p}{1 + \frac{T_d \times p}{N}} \right) \quad (3.11)$$

- K_c Facteur de proportionnalité
- T_i Facteur d'intégration
- T_d Facteur de dérivation
- N Un facteur multiplicatif assurant la stabilité du PID

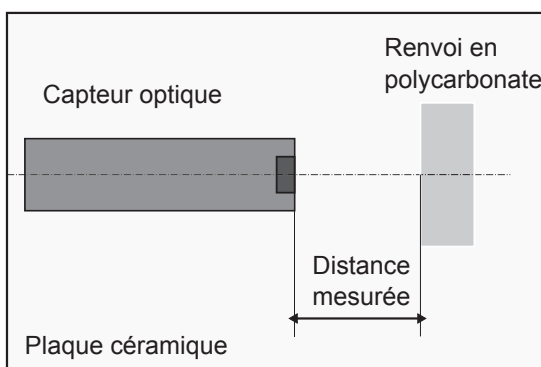
3.4 Tests du dispositif

3.4.1 Test du capteur de déplacement

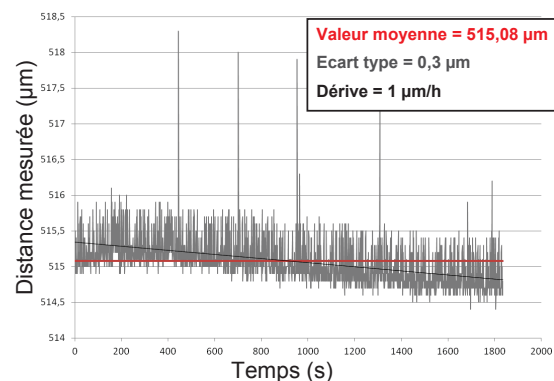
Un test a été mené sur le capteur de déplacement afin de vérifier sa précision dans les conditions réelles (Fig. 3.17). Le faisceau lumineux est réfléchi par une surface en polycarbonate comme lors de son utilisation normale et l'ensemble est posé sur une plaque céramique afin d'éviter les dilatations thermiques du support. Aucune isolation n'a été cependant faite sur le capteur, la température de la pièce étant supposée constante pour la durée de l'expérience. La conformité du capteur est ainsi remise en cause car :

- Une dérive est observée, de l'ordre de $1 \mu\text{m}/\text{h}$.
- La précision de mesure est loin de la valeur indiquée par le constructeur. La précision sur la mesure est d'environ $0,3 \mu\text{m}$ alors que le constructeur l'estime à $0,040 \mu\text{m}$. Ceci est vraisemblablement dû à la méthode dont les données capteurs sont traitées par le logiciel d'acquisition ARCALE. Aucune moyenne ne semble être faite sur les valeurs captées à la fréquence d'échantillonnage du capteur. Seule la valeur captée à l'instant t est prise en compte. Ceci se traduit ici par la présence de pics à des valeurs supérieures à la valeur moyenne mesurée de l'ordre de $3 \mu\text{m}$.

Le problème de précision de mesure peut donc être atténué par un simple calcul d'une moyenne sur les données capteurs. Et la dérive peut être corrigée numériquement. Cependant, à l'heure actuelle, les données ne sont pas suffisantes pour affirmer avec certitude l'ampleur de la dérive. D'autres tests devront être effectués afin de caractériser au mieux ce défaut. Les ordres de grandeur de ces défauts sont cependant considérés, dans un premier temps, comme acceptables au vue de la précision d'acquisition souhaitée de $5 \mu\text{m}$. La phase de réglage du système complet est donc effectuée dans la suite.



(a) Schéma du montage en vue de dessus



(b) Déplacement mesuré au cours du temps

FIGURE 3.17 – Estimation de la précision réelle et de la dérive du capteur optique.

3.4.2 Test du dispositif avec pilotage en déplacement et détection de fissure

La conformité du système par rapport au cahier des charges est vérifiée lors d'un test ex-situ. Les points suivants sont à considérer :

- L'aptitude du système à réguler le déplacement de la traverse supérieure par rapport à une valeur consigne tout en limitant le dépassement.
- L'aptitude du système à détecter acoustiquement une fissure lors de la montée en charge. Une nouvelle valeur consigne correspondant à la valeur de détection est alors définie. Le système doit alors revenir à cette valeur consigne avec un minimum de dépassement.

Le test est réalisé sur une éprouvette ($D = 8 \text{ mm}$, $H = 9,6 \text{ mm}$) d'un matériau modèle constitué d'une pâte de ciment et de billes de verre de diamètre 2 mm . Le matériau est précontraint manuellement jusqu'à une valeur comprise entre 200 N et 400 N . Ceci permet de rattraper les jeux internes et de limiter la déformation de la membrane lors de l'essai. Le seuil de détection acoustique est finalement réglé pour détecter le maximum de fissures. Tout signal acoustique dont la valeur mesurée est supérieure

à cette valeur seuil sera considéré comme étant représentatif de l'apparition d'une fissure et sera pris en compte par le système de régulation. Ceci entraîne l'apparition de signaux acoustiques parasites de faible amplitude observés dans les premiers instants du lancement du logiciel de suivi. Ces signaux sont donc des signaux parasites qui sont ignorés pour le traitement des données acquises. De fait, la première fissure véritablement observable porte le numéro 6 car 5 fissures parasites ont été observées dans ce test.

Le graphe de suivi (Fig. 3.18) permet d'analyser ces deux points. Les constantes du régulateur PID ont été fixées arbitrairement à :

$$\begin{aligned} K_c &= 1 \\ T_i &= 10 \\ T_d &= 0 \end{aligned}$$

Ces constantes seront à adapter suivant le matériau à tester et les caractéristiques propre du système.

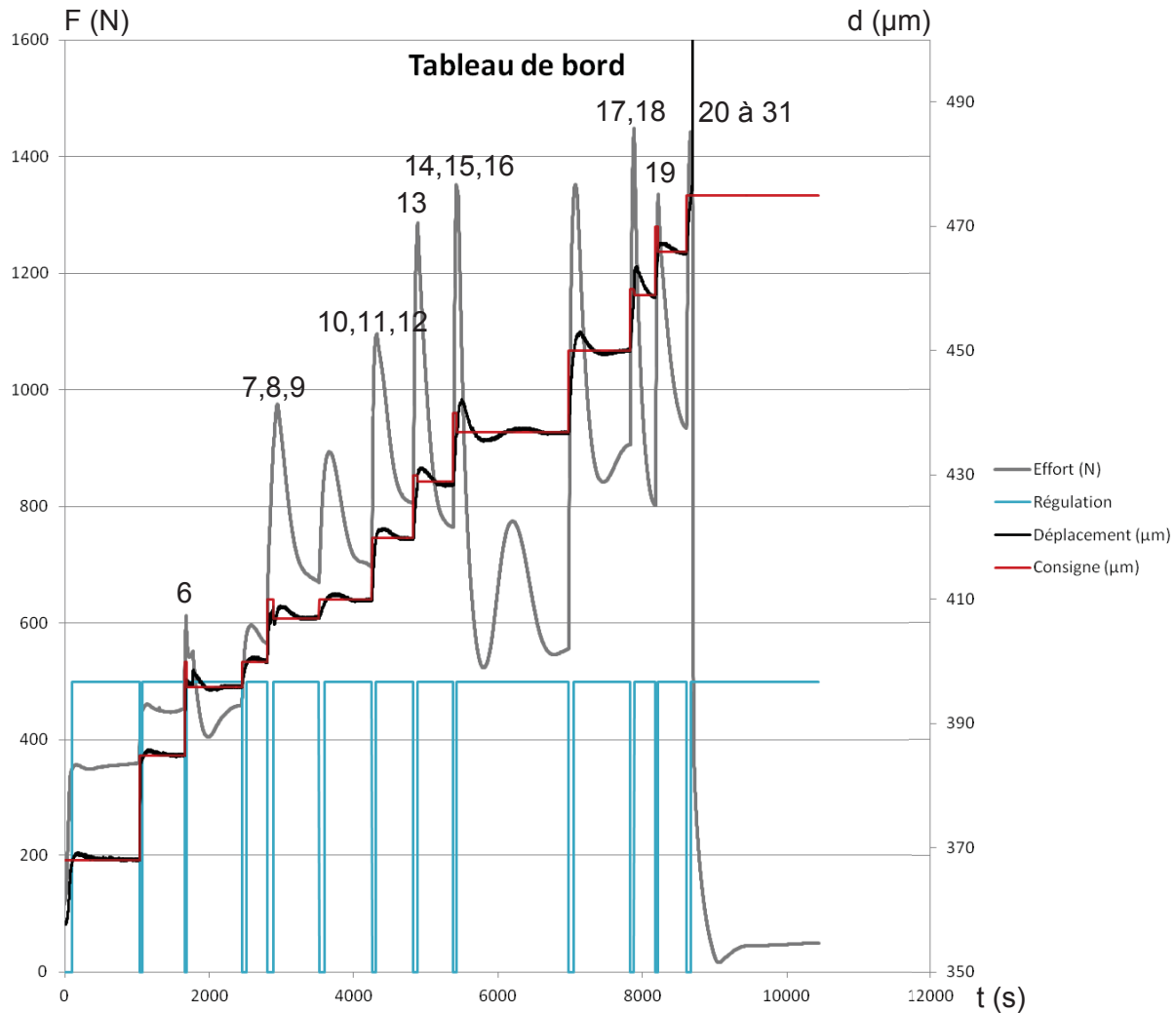


FIGURE 3.18 – Tableau de bord lors d'un essai de compression - Après élimination des signaux acoustiques non pertinents, les détections successives de fissure sont numérotées sur le graphe (6 à 31).

Le système apparaît comme relativement stable et un dépassement de l'ordre du micromètre est généralement observé par rapport à la valeur consigne. Lors de l'apparition des fissures 14 à 16 la valeur de l'écart atteint cependant $5 \mu\text{m}$ avec une faible oscillation autour de la valeur consigne. Evidemment, lors de l'effondrement du matériau (fissures 21 à 31) le système ne parvient pas à réguler le déplacement. En effet, la perte d'une partie de la surface portante due au détachement de certaines parties de l'éprouvette provoque une augmentation subite de la contrainte de compression et une réaction en cascade apparaît. Les fissures se propagent alors de manière totalement incontrôlée. L'aptitude du système à réguler sur une

valeur consigne sans détection de fissure est vérifiée (Fig. 3.19). Le dépassement δ de l'ordre du micromètre est acceptable dans un premier temps même si le temps d'établissement du régime permanent paraît long. Le faible temps de montée est néanmoins en désaccord avec la dynamique souhaitée pour le système. En effet, un temps de montée long est acceptable alors que le dépassement est à limiter au maximum. Ces défauts du système sont imputables au choix des constantes du PID. D'autres tests seront ainsi menés pour évaluer les valeurs adéquates de ces coefficients. Un effet d'inertie est présent sur le déplacement mesuré : le déplacement continue d'augmenter alors que l'effort diminue une fois la consigne dépassée.

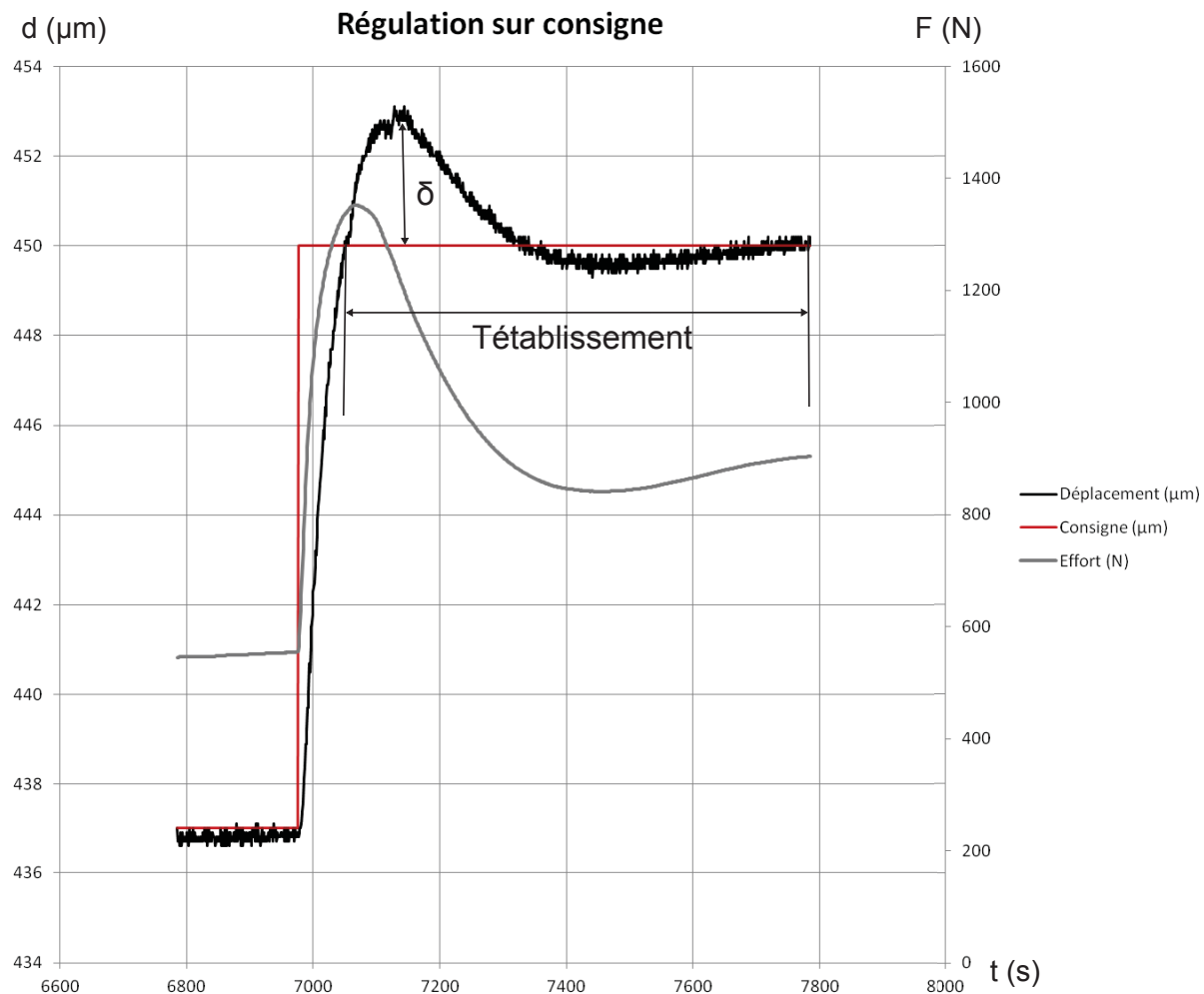
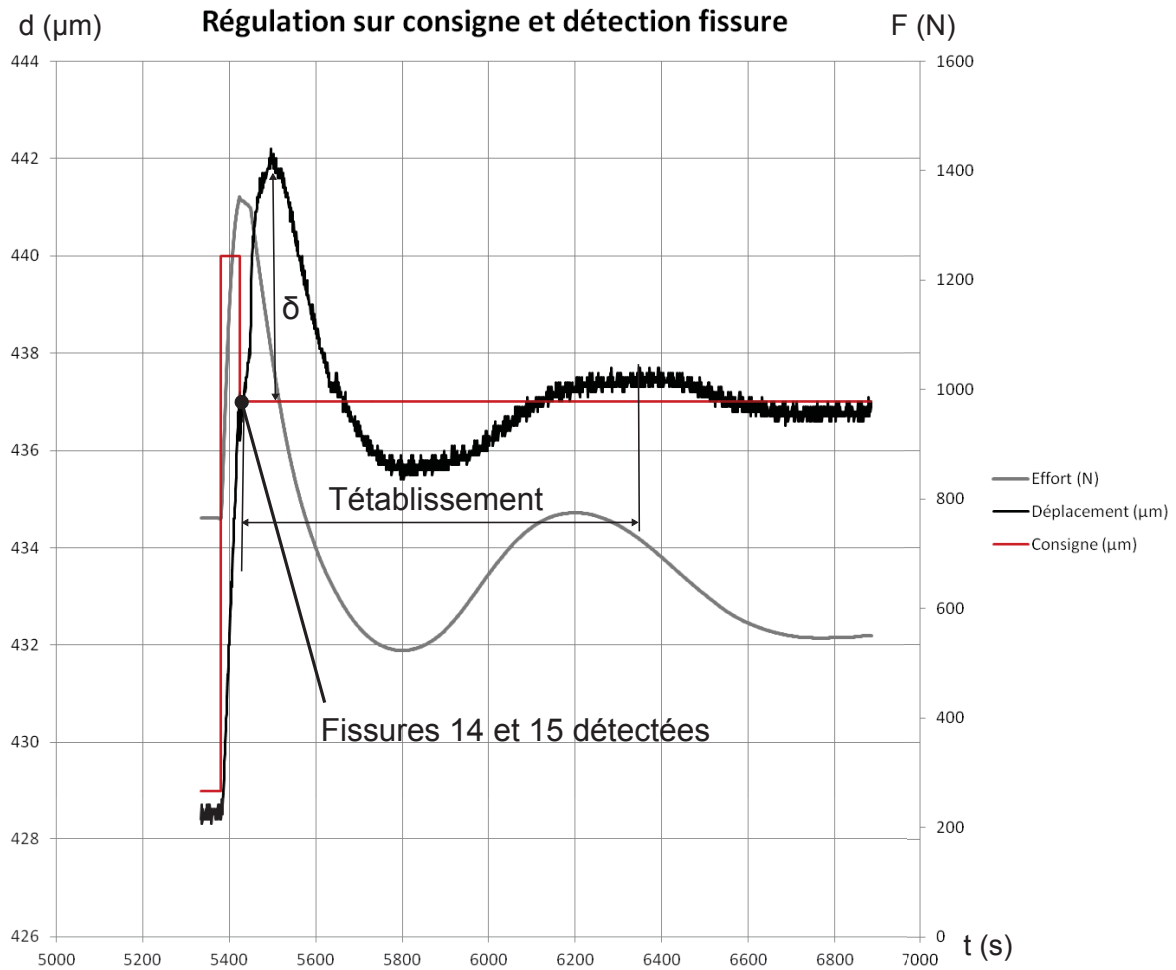


FIGURE 3.19 – Régulation sur une valeur consigne sans détection de fissure - $T_{\text{établissement}}$ de l'ordre de 10 min et $\delta = 3 \mu\text{m}$.

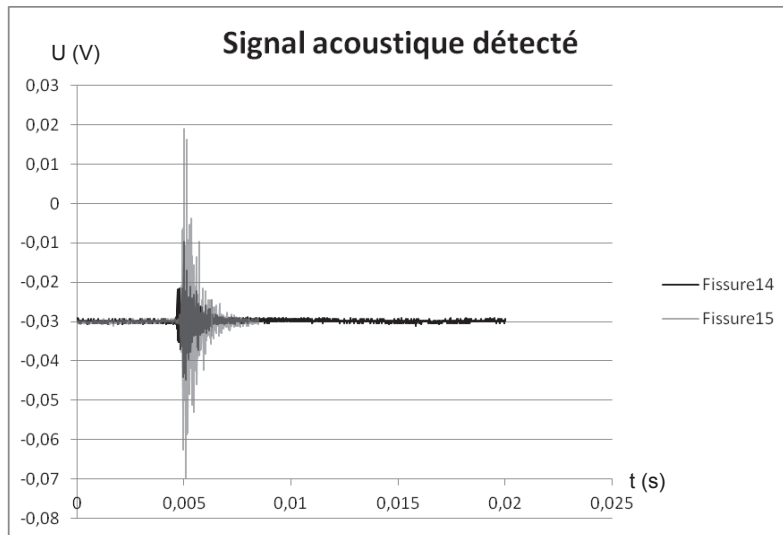
Dans le cas d'une détection de fissure, le système parvient également à réguler sur la nouvelle valeur consigne détectée. La détection des fissures 14 et 15 (Fig. 3.20) illustre cet aspect. Lors de la montée en charge, une fissure est en effet détectée par le capteur acoustique à un instant t . Une nouvelle valeur consigne définie comme la valeur du déplacement mesuré à l'instant t est alors fixée. La régulation se fait sur cette nouvelle valeur consigne. Là encore, la montée trop rapide du système entraîne un dépassement de la consigne et un délai entre la réponse du capteur d'effort et le capteur de déplacement est observé une fois la consigne définie. De plus, le temps d'établissement de l'ordre de 10 minutes semble relativement long. Ceci est une conséquence directe de la solution technique adoptée pour générer l'effort de compression. En effet, le choix d'un actionneur thermo-hydraulique a une conséquence non négligeable sur les temps de réaction du système. La compacité du système a été privilégiée au détriment de sa réactivité. Une solution envisageable est l'utilisation d'un système de refroidissement du fluide hydraulique de l'enceinte de chauffe soit par augmentation de la surface d'échange couplée à une ventilation,

soit par éléments Peltier qui interviendrait lors des phases de dépassement de consigne. Cependant, cette solution semble limitée car l'huile étant un bon isolant thermique, la baisse de température du fluide dans l'enceinte, et donc la rétractation de la membrane, est un processus lent. Une autre solution consiste à augmenter la rigidité mécanique de la membrane afin de la rendre plus réactive lors de sa rétractation, mais la course totale serait alors réduite. Une dernière solution consiste à précontraindre l'ensemble de la partie haute du système. L'ajout d'un ressort de rappel semble être un bon moyen d'y arriver. L'effort de rappel n'est alors plus uniquement engendré par l'éprouvette et la rigidité du système lors de l'arrêt de la chauffe est augmentée. Cependant, les efforts mesurés sont soumis à un biais induit par la rigidité du ressort et une correction devra être faite sur la mesure. Les mesures de déplacement ne sont, elles, pas affectées par cette solution.

Le phénomène de retard sur la mesure de déplacement est toujours en cours d'investigation. Une hypothèse plausible est que la rigidité de l'éprouvette n'est pas suffisante pour maintenir l'ensemble de la colonne de mise en pression (couvercle + roulement + calle + capteur d'effort + membrane + traverse supérieure) dans un état contraint lorsque la membrane se rétracte (Fig. 3.21). Ainsi, un glissement/frottement peut se créer dans certaines zones une fois la rétractation de la membrane commencée sans que pour autant l'éprouvette puisse se déformer dans l'autre sens. Les frottements au niveau de la jonction entre la calle du capteur d'effort et le roulement sont susceptibles d'empêcher le système de remonter. Une solution est de solidariser la partie haute du système afin d'éviter l'apparition des jeux lors d'un déplacement dans le sens opposé au sens de compression. Cette hypothèse reste encore à vérifier mais semble cohérente. En effet, le phénomène de retard a tendance à s'accroître avec le niveau de contrainte. On passe d'un retard de 30 s en début de compression à un retard d'environ 70 s sur les dernières consignes. Ceci semble indiquer qu'il est effectivement lié à l'état d'endommagement de l'éprouvette et donc à sa rigidité. La solution d'ajout d'un ressort de rappel aura alors le double avantage de diminuer à la fois les temps de réaction en phase de remontée et de limiter la présence des jeux parasites. Le fait que le roulement soit chargé axialement peut également poser problème et nuire à la rigidité du système. Cette solution avait été choisie pour faciliter le vissage du couvercle et donc la mise en précharge en limitant le couple transmis à l'éprouvette. Si les perspectives futures le permettent, une butée à rouleau le remplacera.

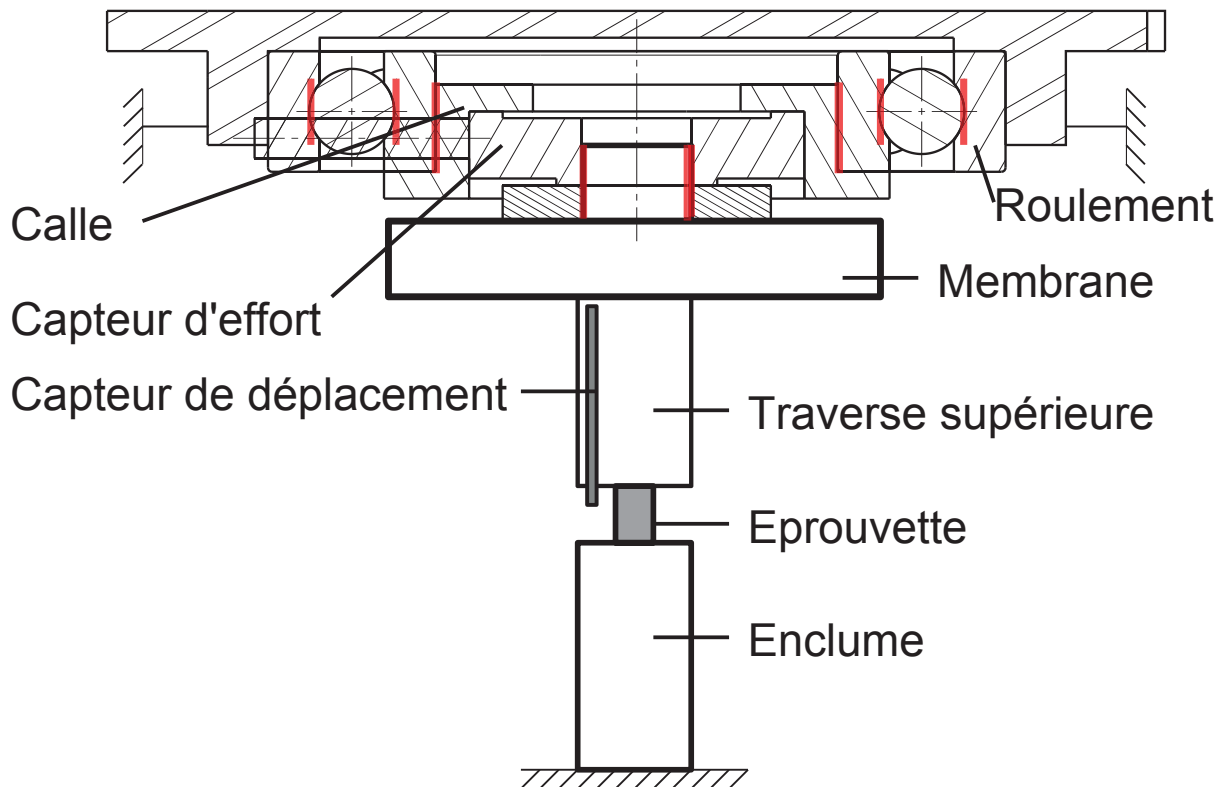


(a) Régulation après détection de fissures



(b) Signal acoustique détecté

FIGURE 3.20 – Régulation après détection d’un signal acoustique - Un dépassement $\delta = 5 \mu m$ est observé. Le temps de retour à la valeur consigne est d’environ 10 min. Une oscillation lente est atténuée. Le signal acoustique 16 étant détecté dans le palier de régulation, il n’est pas montré ici.



— Zone potentielle de glissement / frottement

FIGURE 3.21 – Partie haute du système avec en rouge les zones de défaillance potentielle.

Le système de compression, même si encore imparfait, est utilisable tel quel pour des tests *in situ*. Le réglage des paramètres du PID devrait, en effet, permettre de réguler sans dépassement le déplacement de la traverse supérieure sur la valeur consigne comme il est montré dans la suite. Les phénomènes de création de jeu dans la chaîne cinématique de compression lors d'une décharge de l'éprouvette devrait alors être minimisés puisque le système sera toujours en phase de compression si aucune fissure n'apparaît. Des tests sont nécessaires afin de vérifier cette hypothèse.

3.4.3 Amélioration des performances du système par ajustement des constantes du PID

Le système PID est finalement réglé pour remplir de manière plus précise les exigences du cahier des charges. Les constantes sont donc choisies de manière à proscrire tout dépassement de la valeur consigne. Ce test est réalisé de la manière suivante :

- Une éprouvette de mortier modèle ($D = 8 \text{ mm}$, $H = 9,5 \text{ mm}$) est précontrainte manuellement dans le système.
- Une déplacement de $10 \mu\text{m}$ est demandée avec des coefficients de régulation quelconques. Les jeux du mécanisme sont alors considérés comme rattrappés et cette position est définie comme la position initiale.
- Une nouvelle consigne supérieure de $10 \mu\text{m}$ est alors imposée avec des coefficients PID fixés. Il est supposé que l'on reste dans le domaine de déformation élastique du matériau.
- Une fois le régime permanent atteint, la contrainte est relâchée jusqu'au retour à la position initiale.
- La même consigne de déplacement est alors demandée avec des coefficients PID différents puis un retour à la position initiale est effectué.

La procédure se poursuit jusqu'à ce que des paramètres corrects soient trouvés. Le réglage s'est fait uniquement sur les deux paramètres K_c et T_i . Le facteur de dérivation T_d ayant tendance à rendre les systèmes plus réactifs mais moins stables ne sera pour l'instant pas utilisé. La stabilité du système est privilégiée par rapport à sa réactivité. L'ensemble des courbes (Fig. 3.22) montre l'influence des coefficients sur le dispositif dans le cas d'une compression sur une éprouvette de mortier de ciment avec des billes de verre. Dans le cas présent, le paramètre de choix qui gère les dépassements δ est le paramètre T_i . Le coefficient K_c gère quant à lui t_m : le temps de montée à 95 % de la consigne. Si une montée douce est souhaitée, il suffit de réduire sa valeur.

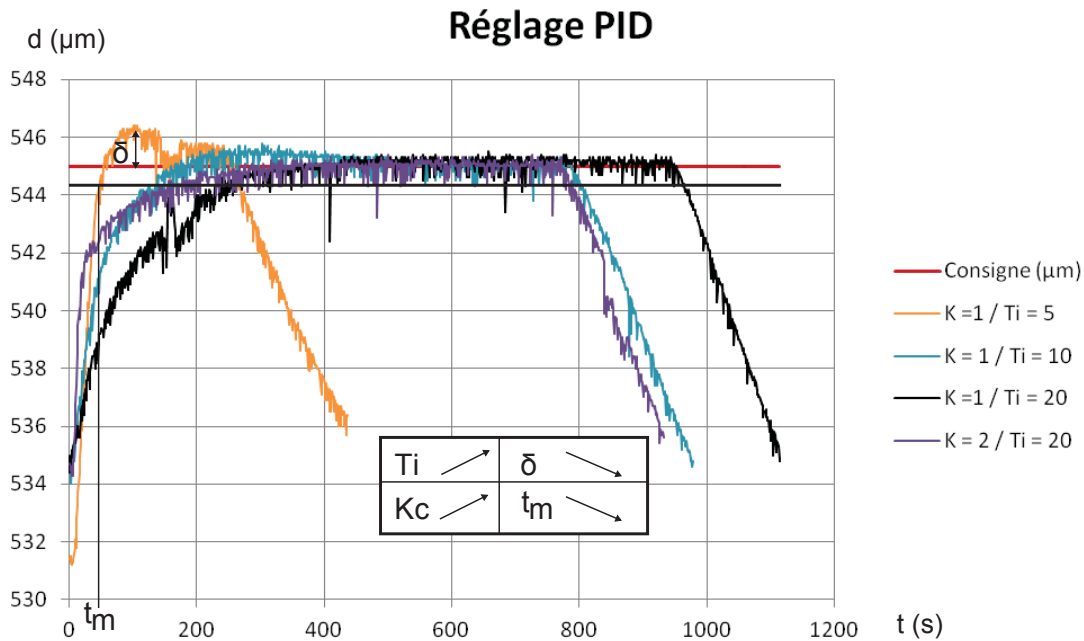


FIGURE 3.22 – Influence des coefficients du PID sur la dynamique du système dans le cas d'une compression sur un matériau modèle (ciment - billes de verre).

Le choix est donc fait de fixer les coefficients du PID à :

- $K_c = 1$
- $T_i = 20$
- $T_d = 0$

Il n'y a alors plus de dépassement, le temps de montée long ($t_m = 248$ s) indique que l'échantillon est contraint de manière douce. Un léger écart statique à la consigne de $0,2 \mu\text{m}$ est néanmoins présent. Cet écart tend vers zéro si K_c augmente.

Ainsi, un système de compression compact autorisant des tests d'endommagement *in situ* dans un microtomographe de laboratoire a été fabriqué. Il permet de contraindre une éprouvette de manière progressive sans dépassement de la consigne de déplacement de la traverse supérieure. La détection de la fissure par émission acoustique et le maintien de l'éprouvette dans un état déformé stable pendant toute la durée d'une tomographie rend donc possible la caractérisation du réseau de fissures en plusieurs étapes de l'endommagement de l'éprouvette.

Cependant, certains défauts restent encore à corriger pour une utilisation optimale. En effet, le fait qu'un retard entre la mesure de déplacement et de l'effort apparaisse lorsque la colonne de compression doit remonter est problématique. Des mesures sont à prendre afin de limiter au maximum cette tendance. Un autre défaut du système qui est rédhibitoire pour une utilisation *in situ* a été découvert lors du test en synchrotron présenté au chapitre 5 : les lentilles optiques constituant le capteur se sont noircies une fois plongées dans le faisceau, rendant impossible toute régulation du système. Lors de ce test, la procédure expérimentale a donc été modifiée afin d'obtenir des données exploitables mais aucune mesure de déplacement n'a pu être faite.

Chapitre 4

Développement d'outils d'analyse d'images

La procédure de traitement des images décrite ci-après a pour objectif de faciliter l'analyse des images acquises en microtomographe de laboratoire. Une procédure légèrement différente est adoptée pour les données acquises en synchrotron. Elle sera décrite dans le chapitre 5. La surface et le volume de l'espace fissuré étant les principaux paramètres de description de l'endommagement du matériau, la façon dont est effectuée la mesure est décrite dans un premier temps.

4.1 Définition de la mesure de surface et de volume

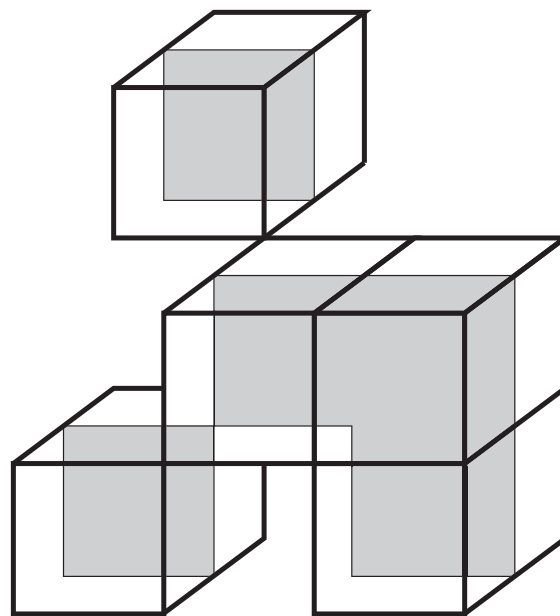
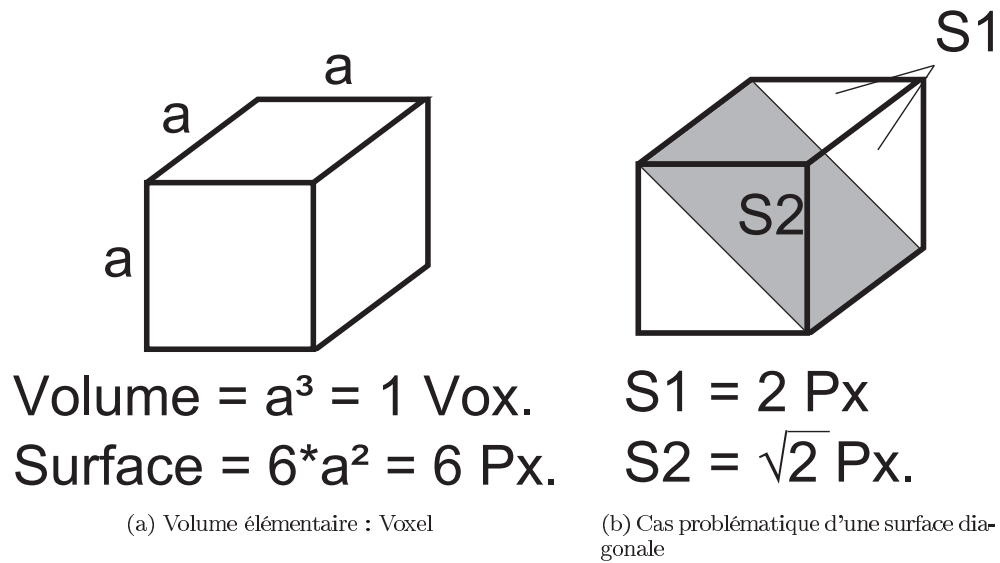
L'espace identifié comme la fissure est en réalité constitué d'un ensemble d'éléments 3D élémentaires nommés voxels ayant un volume et une surface propre définis par la taille de voxel (a) à laquelle l'acquisition microtomographique est faite (Fig 4.1a). Le but est ici de détecter la présence des fissures puis de mesurer de manière robuste leurs caractéristiques au cours de l'endommagement. Ces caractéristiques sont donc :

- Le volume : qui correspond à l'ensemble des voxels appartenant à la phase poreuse multiplié par le volume élémentaire d'un voxel. Si a est la taille de voxel de l'acquisition, par exemple, $a = 5 \mu\text{m}$, alors le volume d'un voxel est de $a^3 = 125 \mu\text{m}^3$. Par la suite, les évolutions de volume seront uniquement présentées par le nombre de voxel comptés.
- La surface : qui correspond au nombre de facettes des voxels assignés à la porosité qui sont en contact avec la phase cimentaire. L'élément de surface élémentaire est défini par une facette de voxel nommée pixel. Chaque facette a donc a^2 pour aire. La surface de porosité est alors le produit de ce nombre de facettes par la surface élémentaire. Par la suite, les évolutions de surface seront uniquement présentées par le nombre de pixels détectés. Il est utile de remarquer que les surfaces mesurées sont surestimées par rapport à la surface réelle. En effet, dans le cas d'une surface inclinée par rapport aux directions de la grille de voxels (Fig. 4.1b), la mesure est biaisée par la discrétisation de l'espace. Une fissure élémentaire diagonale aura une surface élémentaire $S_2 = \sqrt{2}a^2$ alors que la surface mesurée sera de $S_1 = 2a^2$. Ce cas correspond au cas le plus défavorable où la surestimation de surface est de 41 %.

En conclusion, la surface réelle de la fissure sera dans tous les cas surestimée par la mesure discrète effectuée et constituera une borne supérieure pour l'estimation de la surface réelle. Une borne inférieure peut être estimée après utilisation d'algorithmes d'amincissement homotopique, telle une squelettisation surfacique de l'espace discret [Pud98]. La fissure est alors discrétisée par un ensemble de pixels et non plus un ensemble de voxels (Fig. 4.1c). Dans ce cas, il faudra évidemment bien considérer les deux cotés de la surface isolée car les flancs de fissures se trouvent juxtaposés et l'énergie dissipée dans le processus de fissuration sert à créer les surfaces de part et d'autres du plan isolé. L'utilisation d'une telle technique constitue une des pistes en vue de l'exploitation future des données acquises au cours de ce travail et ne sera pas abordée ici.

Afin d'établir une procédure de traitement des données, un dispositif simplifié et compact a été conçu. Il permet de fissurer une éprouvette à l'intérieur du microtomographe de laboratoire et d'acquérir

des images 3D. Les images sont d'abord traitées de manière à éliminer les artefacts liés à la technique d'acquisition avant d'être filtrées pour favoriser l'identification des fissures.



$\text{Volume} = 5 \text{ Vox.}$
 $S1 = 26 \text{ Px.}$
 $S2 = 2 \times 5 \text{ Px.} = 10 \text{ Px.}$

(c) Exemple de mesure de volume et surface par mesure directe sur un ensemble de voxels - S1 : Mesure de surface sur l'ensemble discret - S2 : Mesure de surface après un amincissement homotopique de l'espace discret - L'aire de la fissure réelle est bornée par ces deux valeurs

FIGURE 4.1 – Illustrations d'un voxel (a) et des problèmes liés à la mesure de la surface (b) et (c).

4.2 Premières acquisitions réalisées à l'aide d'un dispositif non instrumenté

Les images issues d'acquisitions tomographiques en laboratoires sont par définition bruitées :

- Présence d'artefacts en anneau principalement due à la qualité du détecteur.
- Durcissement de faisceau du à l'utilisation d'un faisceau polychromatique.
- Variation dans le temps de l'intensité du faisceau.

Un traitement amont est donc nécessaire afin d'éliminer tous ces artefacts. Ce traitement intervient avant la reconstruction du volume 3D et s'applique donc sur les radiographies ou les sinogrammes. Il est suivi d'un traitement aval qui intervient sur les images reconstruites et qui utilise un certain nombre de filtres variant selon l'objectif fixé par l'utilisateur. Dans le cas présent, les fissures vont être contrastées au maximum et les phases solides du matériau uniformisées afin de rendre le seuillage plus aisé. Une solution alternative pour l'identification des fissures est l'utilisation de la corrélation d'image volumique (DVC) [RHVB08]. Dans ce cas, les traitements post-reconstruction sont à limiter au maximum car ils affectent la texture des images et perturbent donc le calcul de corrélation qui repose sur une estimation du champ de déplacement via un certain nombre de points marqueurs de l'image. L'uniformisation de la texture de l'image efface ces points marqueurs et rend ainsi la corrélation difficile.

Afin de définir une procédure de traitement cohérente avec les objectifs fixés, des tests *in situ* ont été effectués dans le microtomographe de laboratoire grâce à un dispositif manuel et la procédure de traitement a été choisie.

4.2.1 Description du dispositif non instrumenté

Un dispositif de compression manuel a été conçu de manière à développer ces outils d'analyses. Il s'agit d'une machine de compression manuelle, compacte et non instrumentée, qui peut être utilisée pour des acquisitions avec une taille de voxel de $5 \mu m$ (Fig. 4.2). L'échantillon testé est contraint en compression entre chaque acquisition microtomographique. Aucun contrôle sur les effets de relaxation n'est effectué. Les images ainsi obtenues constituent une base pour le développement de la procédure de traitement qui sera appliquée sur les images issues du dispositif piloté.

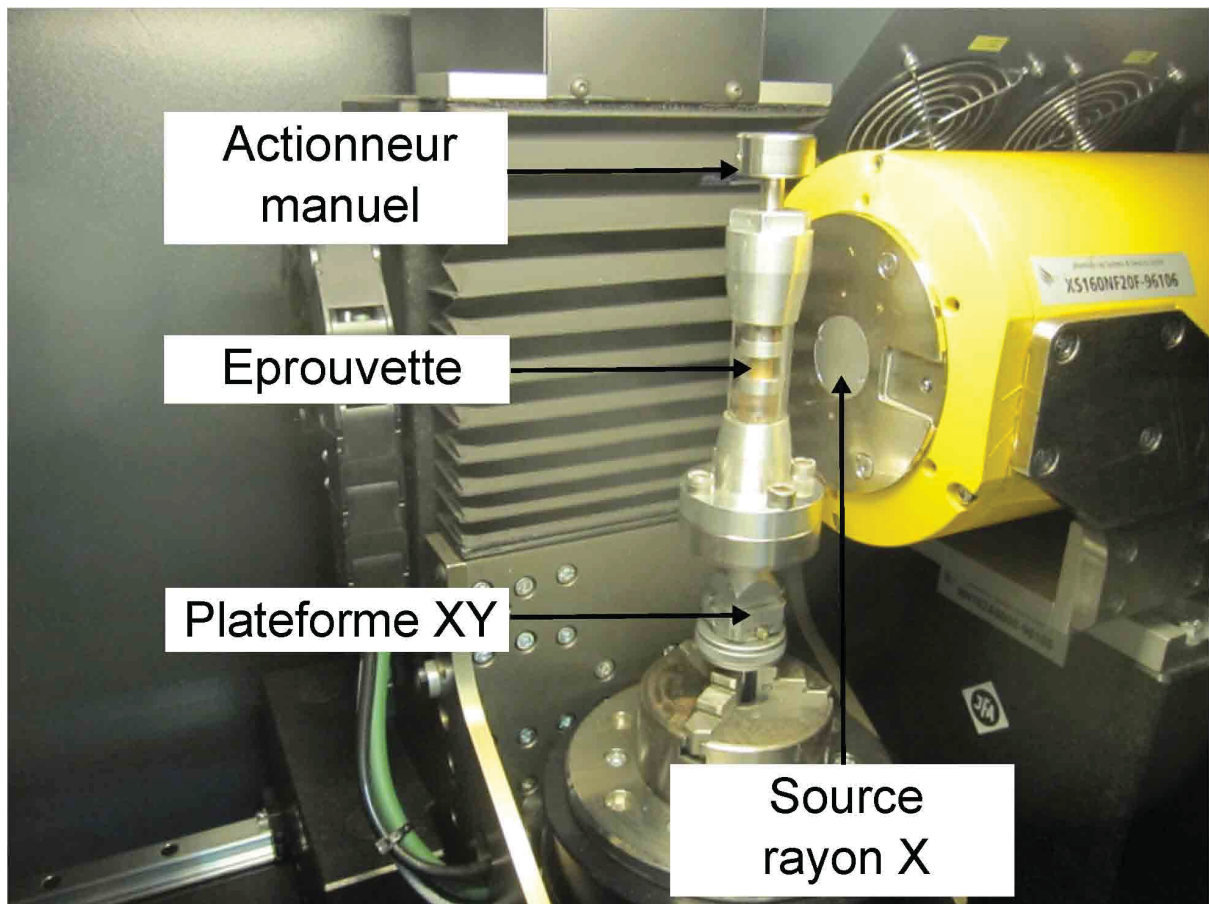
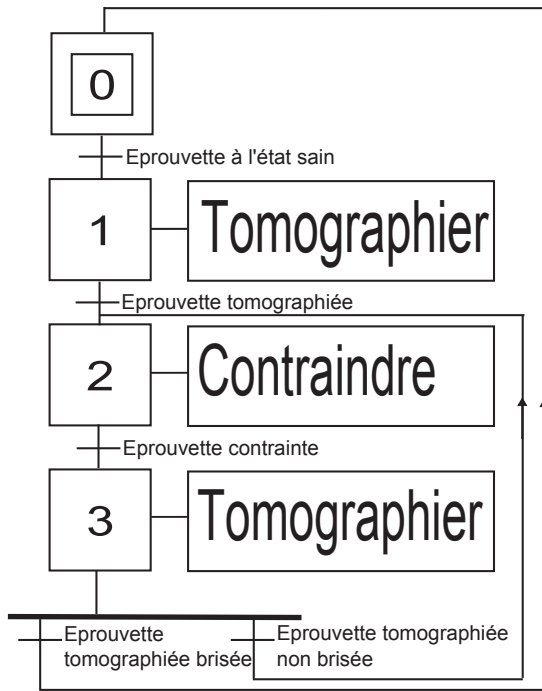


FIGURE 4.2 – Dispositif de compression manuel positionné dans le microtomographe. L'actionneur est un système vis-écrou.

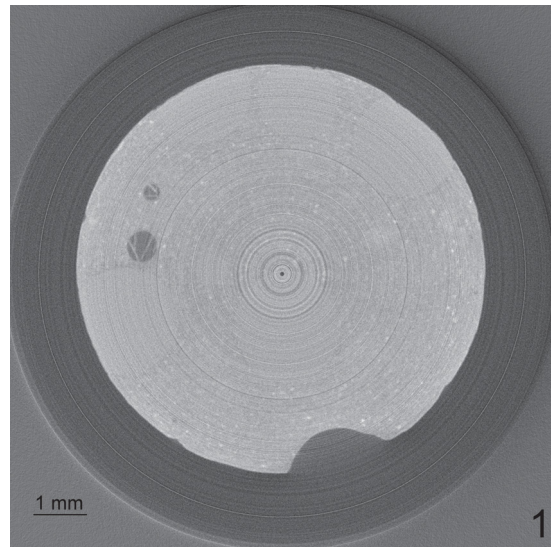
4.2.2 Méthodologie d'acquisition et premières images

Une série d'acquisitions a été réalisée pour 3 états (Fig. 4.3) :

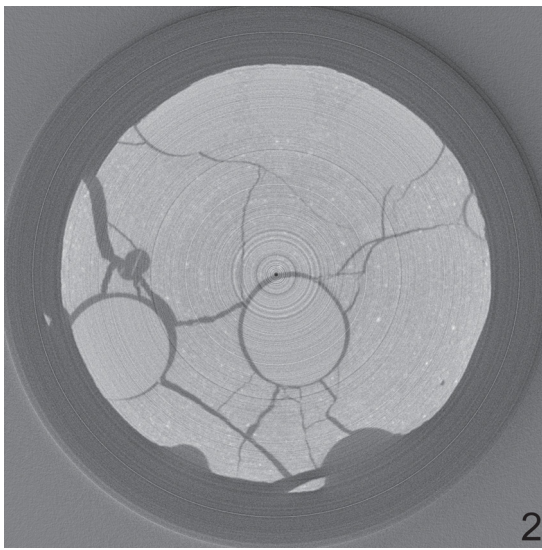
1. Etat sain
2. Etat endommagé
3. Etat fortement endommagé



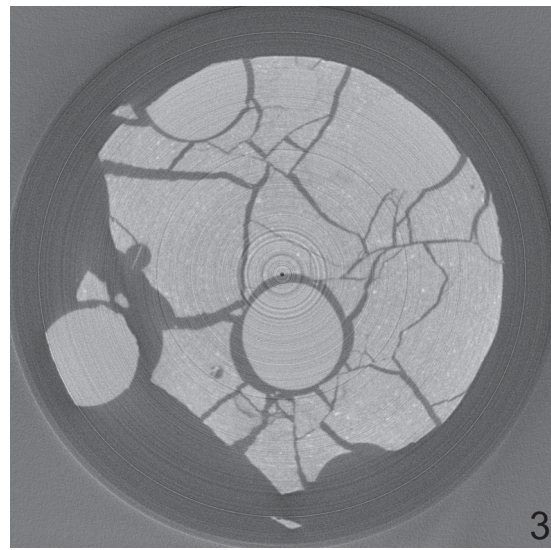
(a) Procédure d'essai



(b) Etat sain de l'éprouvette - Les défauts d'artefact en anneau sont observés sur une tranche



(c) Etat endommagé de l'éprouvette



(d) Etat fortement endommagé de l'éprouvette - Une bille en périphérie s'est détachée

FIGURE 4.3 – Procédure d'essai et premiers résultats. Les défauts d'artefact en anneau sont présents.

La dégradation du matériau est observable et deux types de fissures sont identifiés :

- Fissures intra-matricielles de forme plane qui se propagent dans la direction d'application de l'effort.
- Fissures aux interfaces agrégat - pâte de ciment qui se propagent autour des inclusions et ont une forme sphérique.

Ces premières images illustrent également le caractère bruité des données. La présence de nombreux artefacts en anneau peut s'avérer problématique pour la future identification du réseau de fissure.

4.3 Outils d'analyse développés

Les traitements suivants ont été choisis :

- Correction des artefacts en anneau, qui constitue une entrave majeure à l'utilisation de la DVC ainsi qu'à la binarisation.
- Filtre médian $3*3*3$ suivi d'une diffusion anisotrope. Les phases du matériau sont uniformisées de manière à faciliter la procédure de seuillage.

4.3.1 Objectifs des outils

Les microfissures de dimension inférieure à la taille de voxel vont être identifiées. Il s'agit en effet de caractériser au plus tôt ce type de fissure lors d'un essai de compression sur un matériau pseudo-fragile. La localisation des fissures, la mesure de leur volume et de leur surface seront calculées au cours de la compression. La procédure choisie fait appel à des modules classiques de traitement d'images microtomographiques (Fig.4.4).

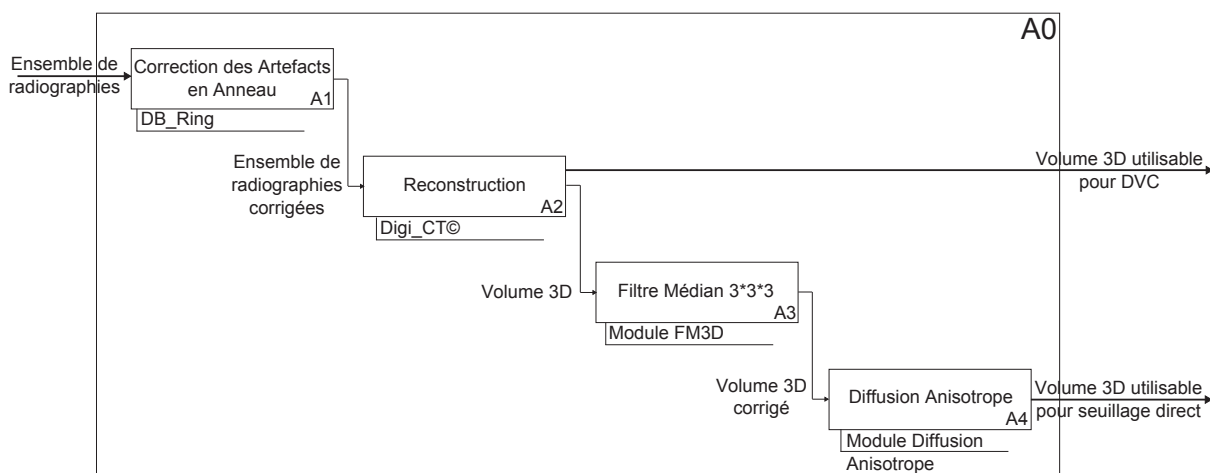


FIGURE 4.4 – Procédure de traitement sous la forme d'un SADT. Chaque bloc fonctionnel sera développé par la suite.

4.3.2 Traitement des données avant reconstruction : correction des artefacts en anneau

Les données sont dégradées par la présence d'artefacts en anneau qui parasitent fortement les méthodes d'identification des fissures que sont le seuillage direct ou la DVC. En effet, leur intensité aléatoire entre les valeurs extrêmes du spectre de l'image (noir ou blanc) impose leur présence dans la phase d'intérêt de l'image seuillée. De plus, leur caractère bien défini fait qu'ils sont traités comme un signal à part entière lors de la corrélation. Ainsi, les artefacts en anneau doivent être éliminés de la manière la plus fine possible pour rendre les images exploitables par les techniques directes (seuillage) ou indirectes (DVC).

La méthode de correction des artefacts en anneau choisie est la correction classique par moyenne lissée sur l'ensemble des sinogrammes [BC06] qui a déjà été présentée au chapitre 1. Cette méthode initialement développée pour des images issues d'acquisition en faisceau cylindrique peut être appliquée également sur des données issues d'acquisitions réalisées en faisceau conique. Les résultats obtenus dans ce cas sont plutôt convaincants (Fig. 4.5). La procédure consiste alors, à partir de l'ensemble des radiographies, à :

1. Calculer l'ensemble des sinogrammes de la même manière qu'avec un faisceau cylindrique.
2. Corriger les rings dans les sinogrammes par la procédure de lissage de la moyenne.
3. Recréer les radiographies à partir des sinogrammes corrigés.
4. Reconstruire le volume 3D à partir des radiographies corrigées.

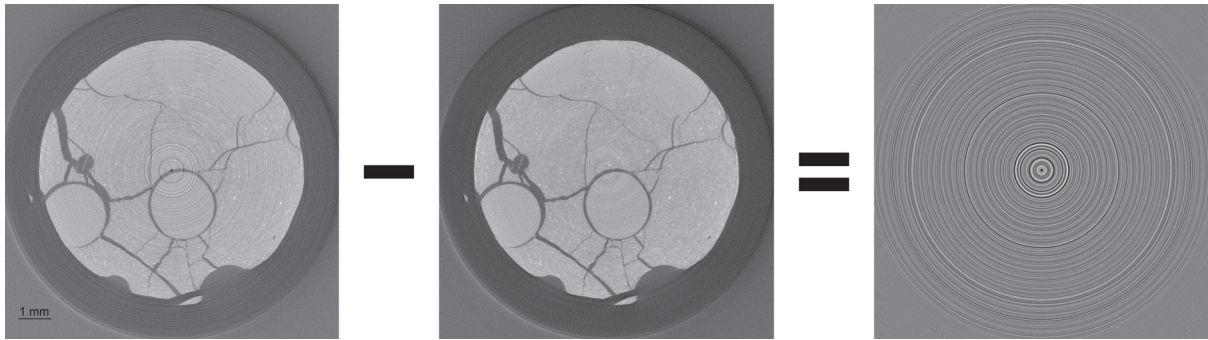


FIGURE 4.5 – Correction des artefacts en anneau par une procédure de lissage de la moyenne en faisceau cylindrique appliquée à un faisceau conique. Image brute (gauche) et image traitée (milieu). La différence entre les deux (droite) permet de visualiser la correction effectuée.

Une fois les artefacts en anneau corrigés, les données sont directement exploitables par la technique de corrélation volumique. Dans le cas où la technique de seuillage est choisie, plusieurs traitements supplémentaires interviennent afin d'améliorer la qualité de l'image.

4.3.3 Traitement des données après reconstruction : procédure d'amélioration de la qualité des images reconstruites

Le but du traitement est de rapprocher la dynamique des images traitées d'une dynamique idéale où les valeurs des voxels se répartissent uniquement sur deux valeurs distinctes. Dans ce cas idéal, la valeur de seuil qui binarise l'image peut être choisie n'importe où dans l'intervalle entre les valeurs de pic. Cependant, les effets de volume partiel inhérent à toute acquisition volumique complexifient ce modèle et font apparaître des voxels de valeurs intermédiaires entre les deux pics. Les voxels de la frontière qui sont à cheval sur deux valeurs ont effectivement des niveaux de gris intermédiaires car la mesure de l'atténuation linéaire se trouve moyennée dans le voxel. Ceci se traduit par la présence d'un palier dans l'histogramme. L'objectif est donc de définir un traitement qui affine à la fois les pics et diminue la hauteur du palier (Fig. 4.6).

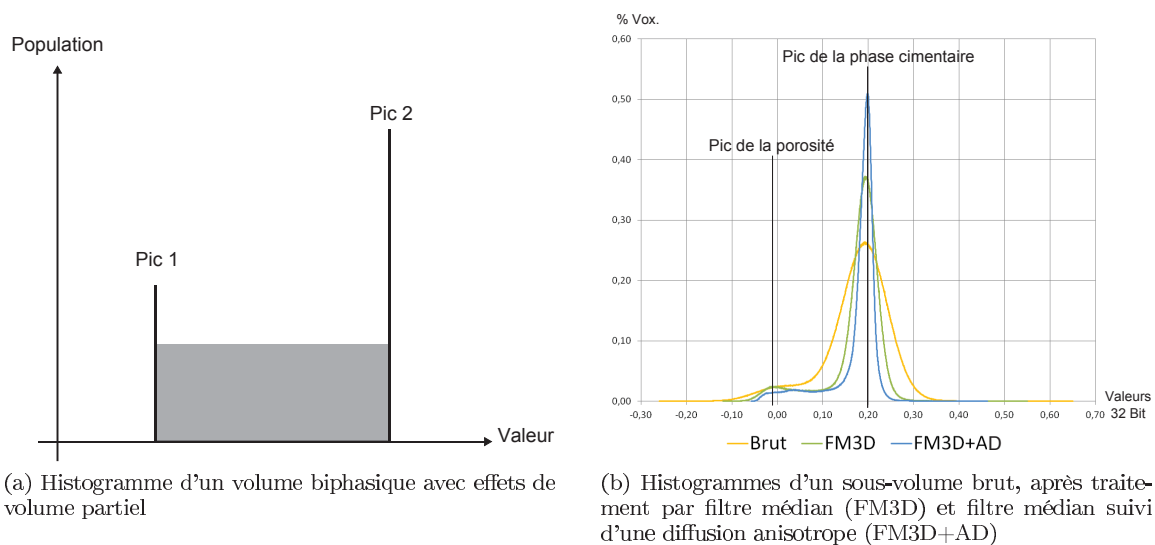


FIGURE 4.6 – Effet des traitements sur la dynamique de l'image. Après traitement, les largeurs de pic diminuent et le palier décroît. La dynamique de l'image après traitement se rapproche de la dynamique idéale d'un matériau biphasique.

Les deux filtres retenus pour le traitement sont :

- Filtre médian $3*3*3$ (FM3D) qui élimine les composantes de petites dimensions et le bruit impulsionnel.
- Filtre de diffusion anisotrope (AD) [Wei98] dans une version modifiée [BGCP11] qui permet d’uniformiser les phases présentes et facilite le seuillage.

Le filtre médian permet d’éliminer le bruit impulsionnel présent dans toute acquisition de microtomographie. Il limite ainsi les variations sur les mesures de surface entre deux états. En effet, rien n’indique que les voxels constituant le bruit impulsionnel ne soient les mêmes d’un état d’endommagement à l’autre comme le suggère Landis [LN00] et la mesure de l’évolution de la surface entre deux états peut donc être biaisée. Si le volume de l’ensemble des voxels, identifiés comme représentatifs du bruit impulsionnel, est faible, leur surface ne l’est pas. Elle est même maximale car la plupart d’entre eux sont des voxels isolés, de volume 1 voxel donc, mais de surface 6 pixels (Fig. 4.1a). Afin de s’affranchir de cette hypothèse de constance des effets du bruit impulsionnel sur la mesure de surface, un filtre médian sera systématiquement appliqué aux images 3D à binariser et permettra d’éliminer efficacement les voxels parasites. Les erreurs sur la mesure de surface sont donc minimisées par rapport à une mesure sur les données non traitées.

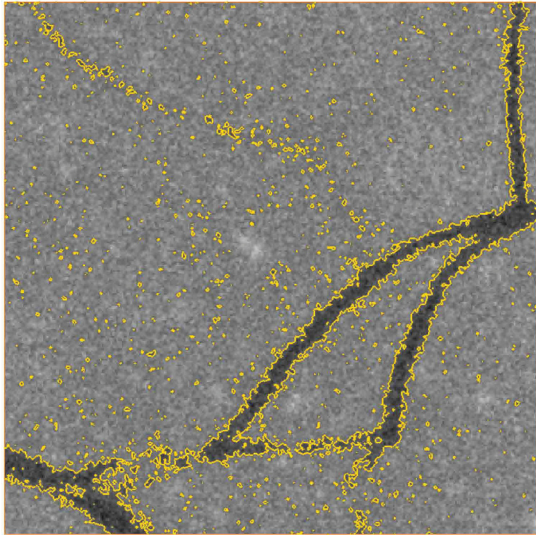
Le filtre de diffusion anisotrope utilisé est régi par deux paramètres :

- Seuil de diffusion : Ecart maximum entre deux pixels voisins pour lequel la diffusion a lieu.
- Nombre d’itérations.

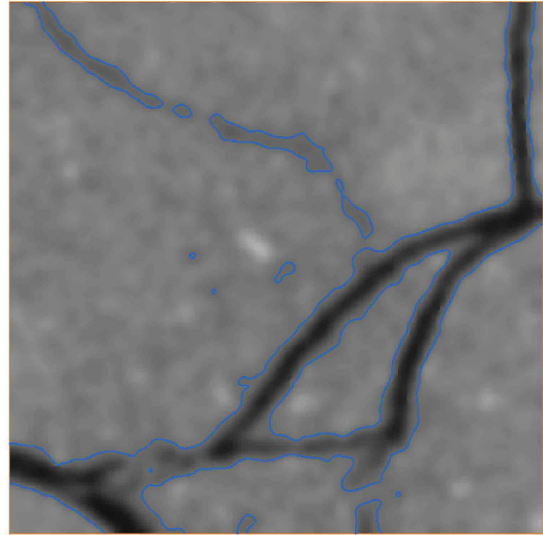
Le seuil de diffusion et le nombre d’itérations sont respectivement choisis à 0,05 et 20. Le seuil de diffusion est choisi de manière à uniformiser les voxels appartenant à la même phase de matériau tout en préservant les frontières entre les différentes phases. Il correspond en général à l’écart moyen constaté sur les voxels d’une même phase. Le nombre d’itérations correspond à une limite pour laquelle le traitement n’a plus d’effet, c’est à dire quand la différence entre les images à l’itération $i+1$ et l’itération i devient infime. Généralement, un nombre d’itérations de 20 est choisi. Ce traitement réduit la largeur des pics et diminue la hauteur du palier intermédiaire de l’histogramme en uniformisant les phases présentes dans le matériau. Une variation de la valeur de seuil modifiera ainsi l’image binarisée dans une moindre mesure. Les mesures de surface et de volume deviennent donc moins sensibles aux valeurs de seuil une fois ce traitement effectué.

La qualité des images reconstruites est ainsi grandement améliorée (Fig.4.7) et on peut considérer que l’évolution de l’espace fissuré est la même que celle de l’espace poral après traitement. En effet, les variations de mesure engendrées par l’évolution des microporosités parasites au cours de l’endommagement sont très fortement atténuées et la surface mesurée est alors représentative de la surface de fissure créée. La mesure de la surface et du volume de fissure sera donc faite directement sur l’espace poral après traitement. Ceci ne sera pas le cas avec les données issues d’acquisition synchrotron où l’élimination des composantes connexes de faibles dimensions sera nécessaire. Une différence sera alors faite entre l’évolution de l’espace poral et l’évolution de l’espace fissuré. Il est utile de remarquer que la DVC n’est pas utilisable après un tel traitement car la texture de l’image a été fortement altérée.

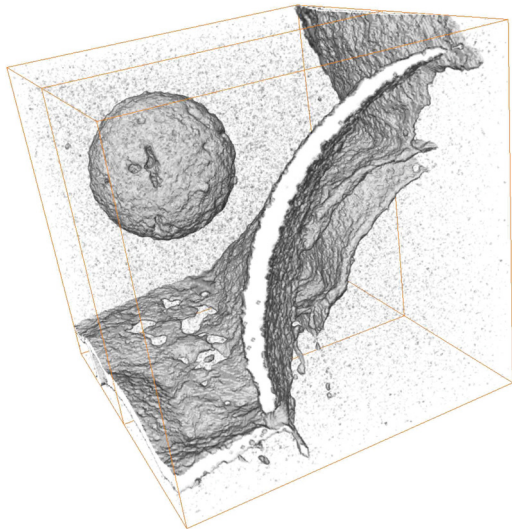
Le traitement permet de détecter les fissures fines mais surestime l’épaisseur des fissures facilement détectables. Ainsi, les mesures de volume de l’espace poral sont biaisées et devront être réalisées à une étape antérieure du traitement *i.e.* directement après l’application du filtre médian. Concernant la mesure de la surface fissurée, une estimation sera réalisée sur ces images traitées mais il semble utile d’élargir la notion de surface ici. En effet, on peut considérer que la surface du plan médian de chaque fissure est inchangée par le traitement. Dans ce cas, une mesure de la surface de ce plan médian constituerait une valeur de choix pour la mesure de la surface d’espace fissuré. La fonction du traitement serait alors de rendre perceptible les fissures fines et une étape supplémentaire d’amincissement homotopique permettrait de réduire l’ensemble des fissures à un ensemble de plans moyens 2D. Une procédure de squelettisation 2D de l’espace fissuré, telle celle développée par Pudney [Pud98], permettrait ainsi de définir une nouvelle variable d’estimation de la surface, le but étant de détecter la présence de la fissure sans toutefois caractériser de manière précise sa morphologie. Cependant, ce phénomène de surépaississement n’est observé que sur les données issues d’acquisitions en microtomographe de laboratoire. Les effets du traitement sont effectivement moins visibles sur les données acquises en synchrotron comme il sera vu dans le chapitre 5. Le défaut de surépaississement de l’espace poral n’intervenant pas, les surfaces seront alors mesurées sur les images en fin de traitement.



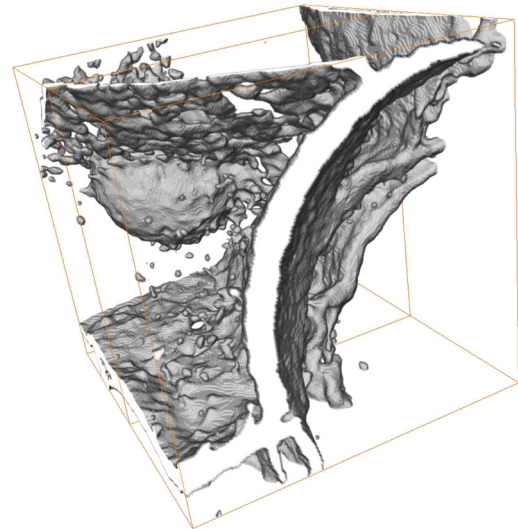
(a) Section d'un sous-volume de dimensions 300*300*300 après correction d'artefact en anneau



(b) Image après traitement - Filtre médian 3*3*3 suivi d'une diffusion anisotrope.



(c) Visualisation 3D de la porosité avant traitement.



(d) Visualisation 3D de la porosité après traitement.

FIGURE 4.7 – Amélioration de la qualité d'image en vue d'un seuillage direct. Les isolignes aux valeurs seuil de 0,1 (jaune) et 0,16 (bleu) sur les images codées en 32 bit (a et b) attestent de l'efficacité du traitement. Le choix de seuil permet de mieux visualiser une fissure mince difficilement observable (c) et qui devient plus évidente après traitement (d).

4.3.4 Amélioration de la mesure de la surface de porosité : Algorithme de bouchage des trous

L'homogénéité de la matrice des matériaux étudiés impose une hypothèse d'homogénéité sur les caractéristiques mécaniques de celle-ci. Ainsi, la présence de trous dans les plans de fissure n'est pas admissible. Les données recueillies font donc l'objet d'une correction par un algorithme de bouchage de trous développé par l'ESIEE [JCB10] sur la base des travaux de Aktouf et al. [ABP02].

L'algorithme de bouchage de trou consiste à remplacer une composante connexe X avec des trous par une composante connexe Y telle que :

- $X \subseteq Y$.
- Y n'a pas de trous.
- Le processus de remplissage obéit à une loi de priorité. Dans notre cas, une carte de distance.

Dans une image binaire, une composante connexe correspond à l'ensemble de taille maximale des voxels ayant la même valeur et qui sont voisins. La notion de voisinage est liée à la notion de connexité illustrée en Fig. 4.8c : la connexité définit la manière dont les voisins sont détectés. En 3D, le nombre maximal de voisins d'un voxel est de :

- 6 avec une connexité d'ordre 6
- 18 avec une connexité d'ordre 18
- 26 avec une connexité d'ordre 26

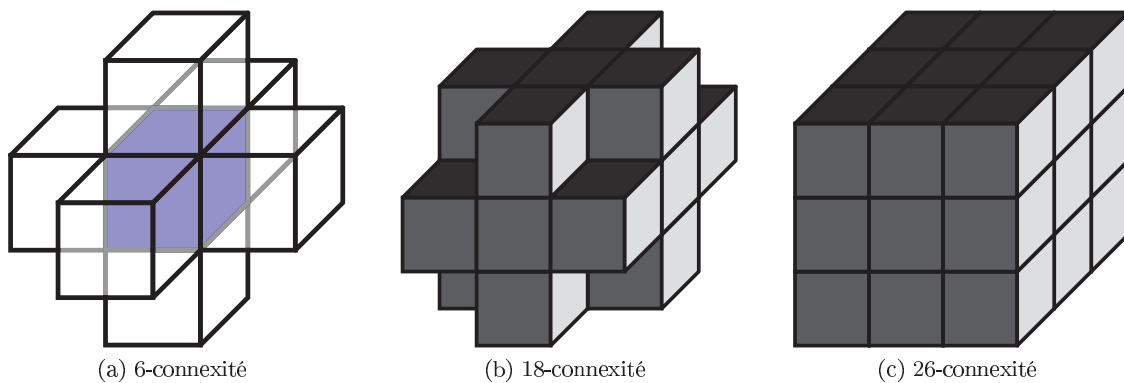


FIGURE 4.8 – Connexité et voisinage.

L'ensemble des voxels d'un trou est identifié grâce à des nombres topologiques [Ber94] définis comme suit :

- $T_n(p, A)$: Le nombre d'ensemble connexes de A qui sont séparés une fois que p prend la valeur du fond.
- $T_m(p, \bar{A})$: Le nombre d'ensemble connexes de \bar{A} qui sont reliés une fois que p prend la valeur du fond.

A	Ensemble objet
\bar{A}	Fond
p	Point appartenant à l'ensemble objet A
n et m	Type de connexité utilisée

n et m doivent être différents afin de respecter le théorème de Jordan. Pour plus de détails sur le paradoxe de connexité voir les travaux de Kong et al. [KR89].

Selon leur couple de nombres topologiques les points de l'objet peuvent être ou non ôtés sans modification de la topologie. On distingue plusieurs types de point :

- Point simple (1, 1) : n'entraîne aucune modification de la topologie.
- Point isolé (0, 1)
- Point intérieur (*, 0)
- 1D isthmus (2, *)
- 2D isthmus (*, 2)

L'ensemble de ces points est illustré (Fig.4.9). On peut remarquer que les pixels bleus définis comme des points simples dans la figure, ne le sont plus si on ôte un de leurs voisins. Les algorithmes de simplification topologique sont donc très sensibles à l'ordre dans lequel les pixels de l'objet sont éliminés. Il est nécessaire de définir une règle de priorité. Dans l'algorithme de bouchage de trou utilisé, cette loi de priorité est basée sur une carte de distance euclidienne.

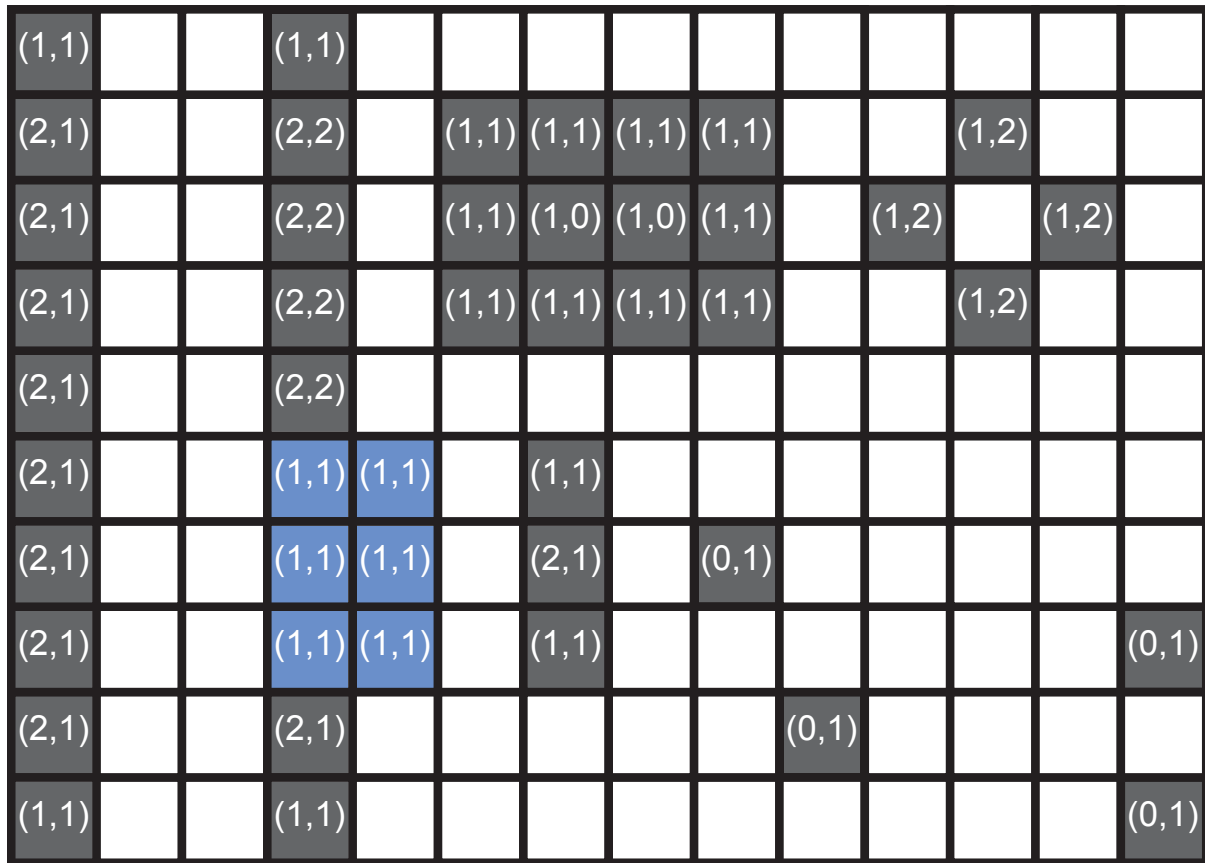


FIGURE 4.9 – Illustration de calcul de nombres topologiques. Les nombres topologiques de chaque point p de l'objet A en noir sont calculés et présentés sous la forme d'un couple $(T_8(p, A), T_4(p, \bar{A}))$. La connexité choisie est de 8 pour l'objet et de 4 pour le fond.

Le grafcet (Fig.4.10) issu des travaux de Atkoug et al. [ABP02] décrit l'algorithme de bouchage de trou de manière efficace. Il consiste à créer un ensemble Y contenant X puis à éliminer les points de $Y \setminus X$ dont le nombre topologique $T_m(p, \bar{Y})$ est non nul *i.e.* les points qui ne sont pas des points intérieurs ou des 2D ithmus. L'ordre d'élimination des points est défini grâce à leur distance euclidienne par rapport à X . Les premiers points traités sont ceux dont la distance euclidienne est la plus grande. Une condition sur la taille de trou est introduite et permet de ne pas éliminer les trous dont la taille est supérieure à un paramètre donné (holesize).

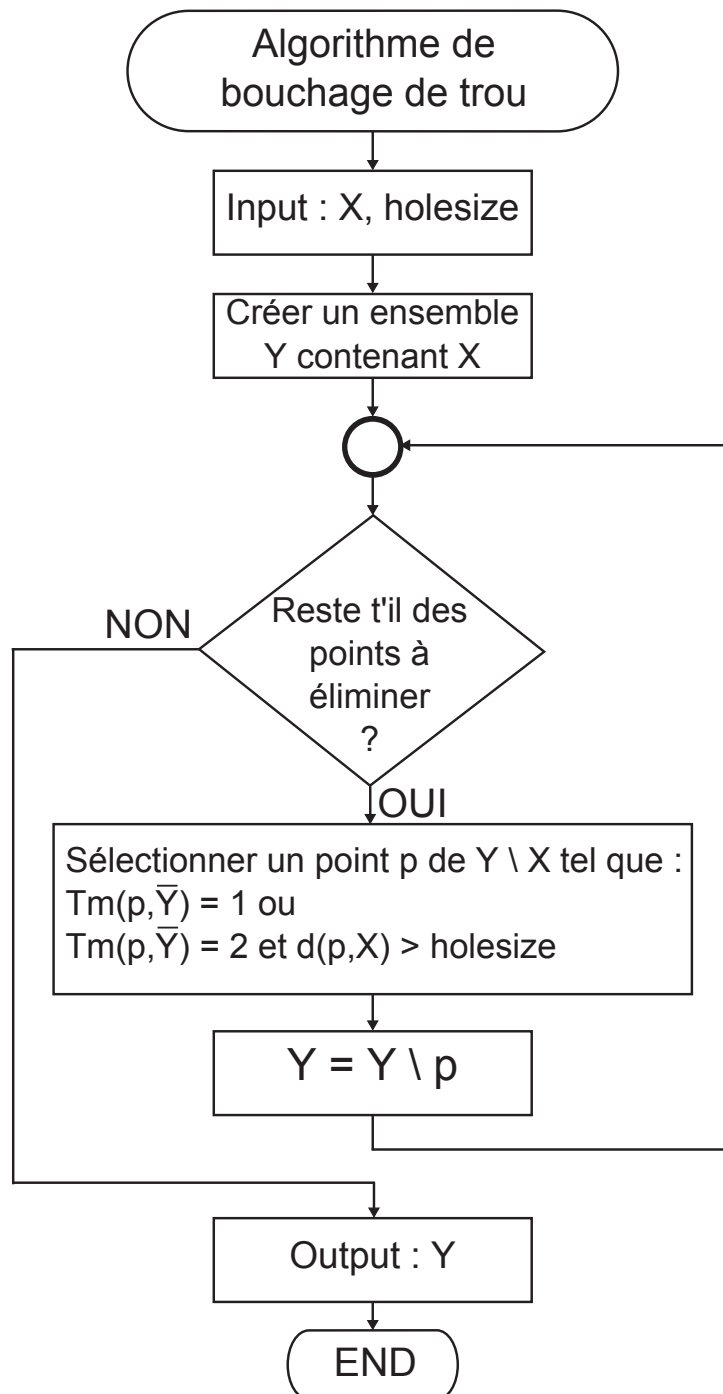


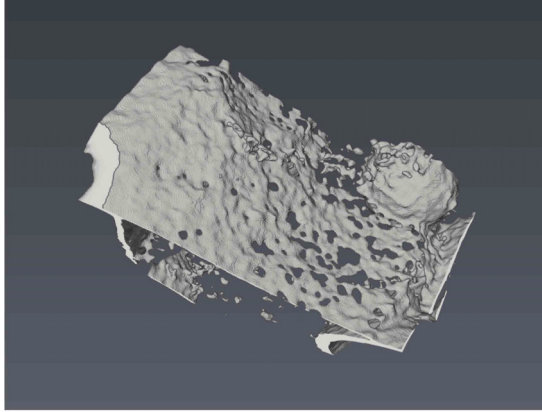
FIGURE 4.10 – Algorithme de bouchage de trou.

Cet algorithme présente deux inconvénients majeurs :

1. Il bouche également les cavités
2. Il est très sensible à l'environnement du trou.

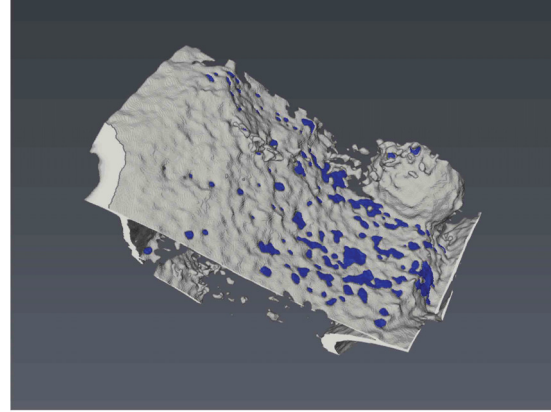
De fait, l'algorithme utilisé par la suite est la version modifiée issue des travaux de Janaszewski et al. [JCB10] qui corrige ces défauts de sensibilité.

Un test sur un sous-volume d'un mortier ciment et billes de verre de diamètre 2 mm a montré l'efficacité de la méthode. Les effets sur le volume de fissure détecté restent faibles alors que la surface varie grandement (Fig. 4.11).



Volume Porosité (Vox) : 4153823
Surface Porosité (Px) : 1055040

(a) Présence de trous dans un plan de fissures.



Volume Porosité (Vox) : 4166670 (+ 0.3 %)
Surface Porosité (Px) : 1108300 (+ 5 %)

(b) Plan de fissure après bouchage des trous.

FIGURE 4.11 – Bouchage de trou dans un plan de fissure d'un sous-volume (440*400*300) de mortier ciment - billes de verre avec une taille de voxel de 5 μm . Une augmentation de 5 % de la surface de porosité est engendrée par l'algorithme.

4.3.5 Détection au plus tôt des fissures : Utilisation de la méthode de corrélation d'image

La corrélation d'image est une technique de suivi des déformations d'un état initial vers un état déplacé d'un matériau. Partant, plusieurs images d'un même échantillon dans des états différents sont nécessaires. Les premiers travaux sur la DIC (Digital Image Correlation) datent du début des années 1980 [PR82, SWP⁺83] mais son extension à des images 3D, nommée DVC (Digital Volume Correlation), est beaucoup plus récente [BSFS99]. Une condition sine qua non à l'utilisation de cette méthode est la présence de marqueurs au sein de l'image permettant le suivi précis de certains points caractéristiques. En effet, il est impossible de faire de la corrélation dans un milieu totalement uniforme. Le principe fondamental de la DVC est la conservation du flux optique entre deux images (Eq. 4.1) qui permet l'estimation d'un champ de déplacement admissible minimisant une fonctionnelle d'équilibre (Eq.4.2) au sens de Roux et al. [RHVB08].

$$g(x) = f(x + U(x)) \quad (4.1)$$

$f(x)$ Champs des niveaux de gris de l'image de référence
 $g(x)$ Champs des niveaux de gris de l'image déformée
 $U(x)$ Champs de déplacement à estimer

$$\mathcal{F}(U) = \iiint_D [g(x) - f(x + U(x))]^2 dx \quad (4.2)$$

$\mathcal{F}(U)$ Fonctionnelle à minimiser
 D Domaine d'étude

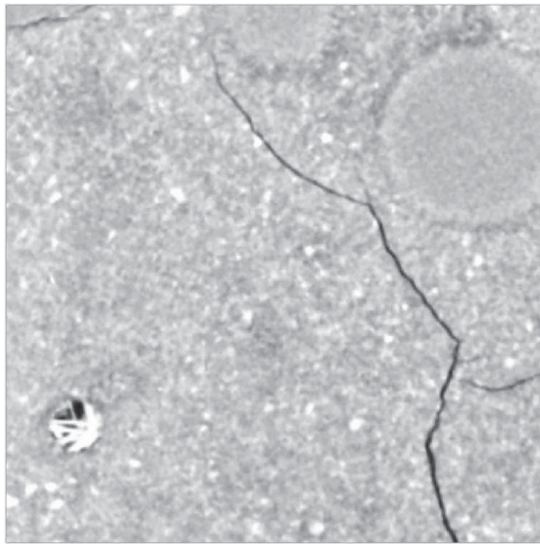
Sous une hypothèse de petits déplacements, cette fonctionnelle est linéarisable et la procédure de minimisation peut s'écrire sous une forme matricielle (après dérivation de la fonctionnelle linéarisée). Cette minimisation débouche ainsi sur un système linéaire dont la résolution numérique est aisée.

La détection des fissures se fait par l'analyse des résidus en chaque voxel qui correspondent à l'écart entre les niveaux de gris de l'image déplacée g et de l'image d'origine f après application du déplacement calculé U_{cal} (Eq. 4.3). Les zones fissurées correspondent à un domaine de non validité de l'hypothèse de petit déplacement et donc à des zones où le résidu de corrélation est important.

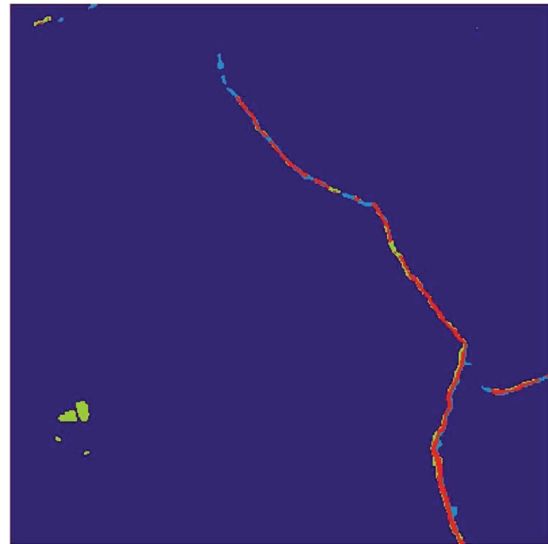
$$\mathcal{R}(x) = [g(x) - f(x + U_{cal}(x))]^2 \quad (4.3)$$

$\mathcal{R}(x)$ Résidu
 $U_{cal}(x)$ Valeur du déplacement estimé au point x par la minimisation de la fonctionnelle (Eq. 4.2)

Cette caractéristique de la méthode en fait un excellent outil pour la détection des fissures comparée à une méthode de seuillage direct (Fig. 4.12b). Les mesures sont affranchies de l'incertitude sur la valeur de seuillage choisie ainsi que de la mesure parasite des porosités non fonctionnelles. L'implémentation d'un modèle mécanique, outre le fait de permettre un calcul des facteurs d'intensité de contrainte, a permis une régularisation du champ de déplacement dans des zones peu texturées de l'image. En effet, dans de telles zones, le champ de déplacement ne peut être défini correctement du fait de l'absence de points caractéristiques. Il est alors possible de régulariser le champ de déplacement par la prise en considération du comportement mécanique du matériau (méthode d'écart à l'équilibre). On recherche dès lors un champs de déplacement admissible des points de vues de la corrélation et de la mécanique ([LPRH11]).



(a) Mortier de ciment avec billes de verre.



(b) Profil de fissure obtenu en vert par seuillage direct, en bleu clair par analyse des résidus de la DVC, en rouge détection commune aux deux méthodes

FIGURE 4.12 – Identification d'une fissure lors du séchage d'un mortier de ciment avec des billes de verre. Les porosités non affectées par la fissuration ne sont pas identifiées par la DVC.

Un des avantages majeur de la DVC est qu'elle permet de définir des déplacements en deçà de la résolution d'acquisition. Il est donc possible d'identifier des fissures non visibles par les méthodes classiques de seuillage direct. A cela vient s'ajouter l'effet de régularisation mécanique qui permet de diminuer fortement l'incertitude de mesure sur des volumes corrélés de faibles dimensions. Les valeurs de déplacement sont ainsi calculées en un grand nombres de points avec des incertitudes de mesure très faibles (de l'ordre de 10^{-2} voxel). Dans le cas idéal *i.e.* en l'absence de bruit d'acquisition et d'artefacts de reconstruction, une acquisition menée avec une taille de voxel de $5 \mu\text{m}$ permettrait d'identifier des fissures de $0,1 \mu\text{m}$ d'épaisseur. En pratique, les travaux récents de Limodin *et al.* [LRA⁺11] ont montré la grande sensibilité de la technique au mouvement de la source pour des acquisitions en microtomographe de laboratoire. En effet, les variations de température induites lors de la génération des photons X provoquent un déplacement du point source le long de l'axe optique du système. Un effet de grossissement se produit alors sur les radiographies et les estimations du champ de déplacements par DVC sont perturbées. Cependant, ces erreurs de mesures sont grandement atténuées si la stabilité thermique du système est atteinte. Ainsi,

une préchauffe du système d'environ une heure est recommandée afin de limiter le biais induit sur l'estimation du champ de déplacements. Un autre défaut perturbateur est la présence des artefacts en anneau sur les volumes reconstruits. Cette même étude a montré que l'incertitude de mesure passe alors de 10^{-2} à 10^{-1} voxel. Les fissures identifiables auraient alors une épaisseur de $1 \mu m$.

La DVC est donc une technique puissante pour l'identification du réseau de fissures dans des mortiers modèles ciment - billes de verre. Son utilisation sur des données issues d'acquisitions synchrotron (Fig. 4.12) est possible et, même si elle n'a pu être utilisée dans cette étude, elle offre des perspectives très intéressantes pour une exploitation future des données présentées au chapitre 5. Des tests avaient été faits sur les données précédentes acquises en microtomographe de laboratoire mais le bruit d'acquisition et la variation des niveaux de gris d'une acquisition à l'autre avait rendu la technique difficilement utilisable.

4.4 Résultats obtenus

4.4.1 Evolution du volume et de la surface de fissure au cours de l'endommagement

L'évolution de l'espace fissuré est visualisée dans un sous-volume issu des acquisitions en compression manuelle (Fig. 4.13). A l'état initial, seule la porosité du matériau est visible. Après une première compression, des fissures apparaissent. Certaines ont des épaisseurs de l'ordre de la résolution d'acquisition comme la fissure fine (Fig. 4.13b). Les inclusions sont alors décelables par la géométrie sphérique qu'adopte la fissure. Ces inclusions sont directement identifiables dans le cas d'acquisition en contraste de phase. Finalement, un état fortement endommagé est caractérisé : la fissure fine s'épaissit et relie la porosité initiale à la fissure principale. Le volume et la surface de fissure sont alors mesurés après seuillage manuel à des valeurs différentes pour chaque étape du traitement post-reconstruction (Fig. 4.14) :

- Seuil à 0,1 pour les données brutes.
- Seuil à 0,12 pour les données filtrées par un filtre médian $3*3*3$.
- Seuil à 0,16 pour les données filtrées par un filtre médian $3*3*3$ et une diffusion anisotrope.

Les valeurs de seuil sont effectivement définies manuellement pour l'instant. Elles feront par la suite l'objet d'une définition automatique décrite dans le chapitre 5. La mesure de surface dans les données brutes présente une évolution contraire à celle attendue. En effet, la surface de fissure est supposée augmenter pendant l'endommagement, hors ici, elle diminue. Ceci est en réalité dû à la forte proportion d'éléments de petites tailles dans les données brutes. Une fois ces éléments absorbés dans les fissures, leur surface n'est plus comptabilisée et la surface totale de fissure tend à diminuer. Les données brutes ne peuvent donc pas être utilisées directement pour les mesures de surface. Après traitement total (FM3D+AD), cette surface diminue d'un facteur 5. Les écarts sont faibles entre FM3D et (FM3D+AD), et les données traitées par un simple filtre médian donne une estimation supérieure car les microporosités sont encore relativement présentes dans les images. Concernant la mesure du volume, le traitement global (FM3D+AD) tend effectivement à la surestimer comme supposé précédemment (Fig. 4.7d). Les mesures du volume devront donc être faites sur les volumes traités par un simple filtre médian.

Il est donc possible de mesurer la surface et le volume du réseau de fissures d'une éprouvette comprimée *in situ*. L'ensemble des traitements exposés ici sera donc utilisé et complété dans le chapitre suivant afin de caractériser au mieux le réseau de fissures issu d'acquisitions microtomographiques sur une éprouvette comprimée par un dispositif instrumenté.

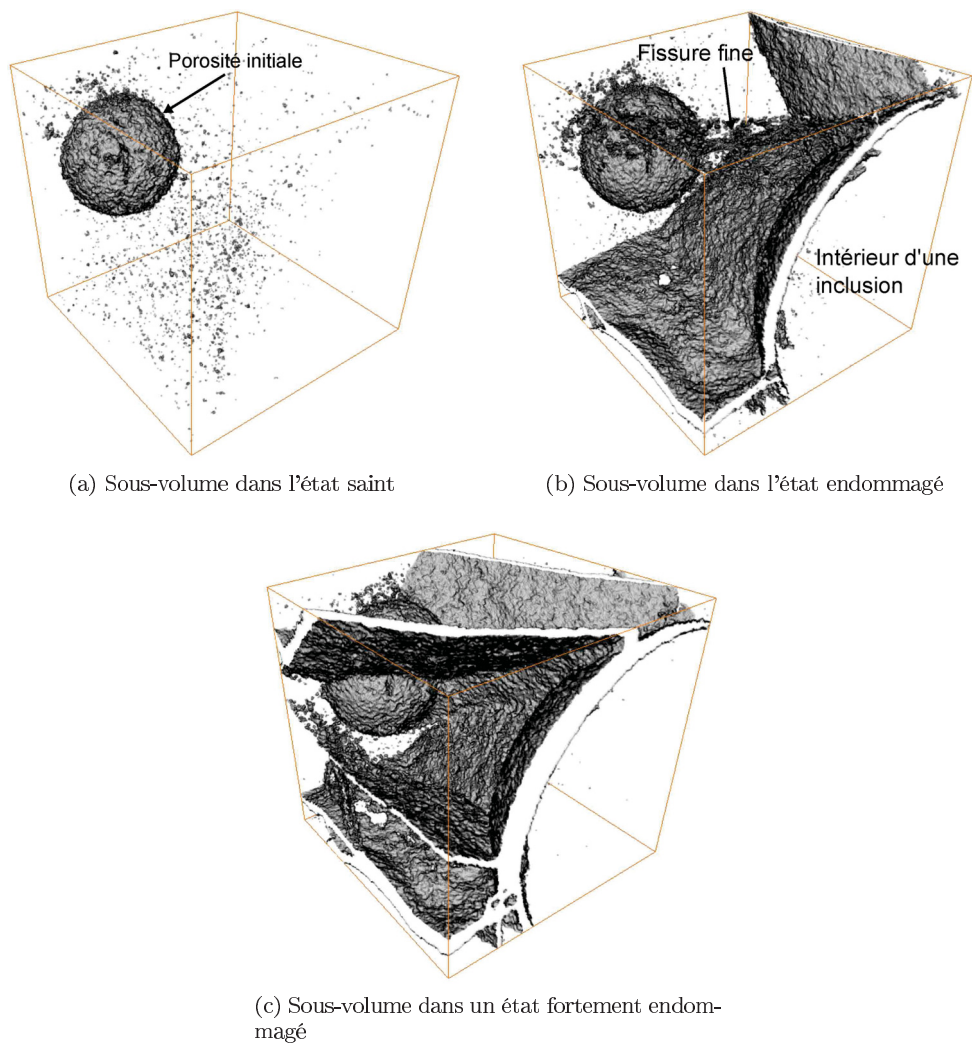


FIGURE 4.13 – Evolution du sous-volume au cours de l'endommagement. Un filtre médian $3*3*3$ a été appliqué et une valeur seuil de 0,12 est choisie.

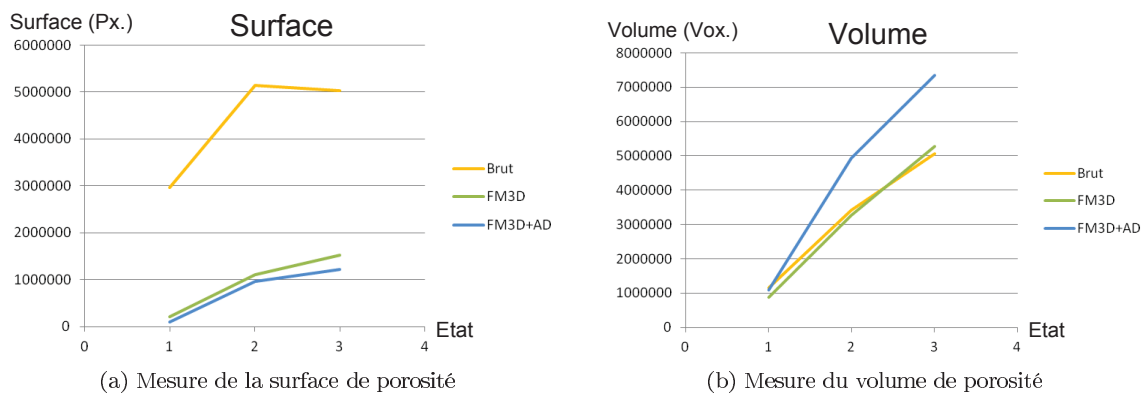


FIGURE 4.14 – Mesure de la surface et du volume de porosité au cours de l'endommagement. Les mesures sont effectuées sur les données brutes, après filtrage médian $3*3*3$ ainsi qu'après un filtre médian suivi d'une diffusion anisotrope.

Chapitre 5

Expériences et résultats

5.1 Acquisition synchrotron

Des acquisitions ont été réalisées à l'ESRF de Grenoble sur la ligne de microtomographie ID19 avec une taille de pixel de $5 \mu\text{m}$. Le faisceau utilisé était un faisceau rose centré sur l'harmonique de 64 keV.

5.1.1 Description

L'ensemble du dispositif de compression est placé sur la plateforme pilotée en déplacement (Fig. 5.1).

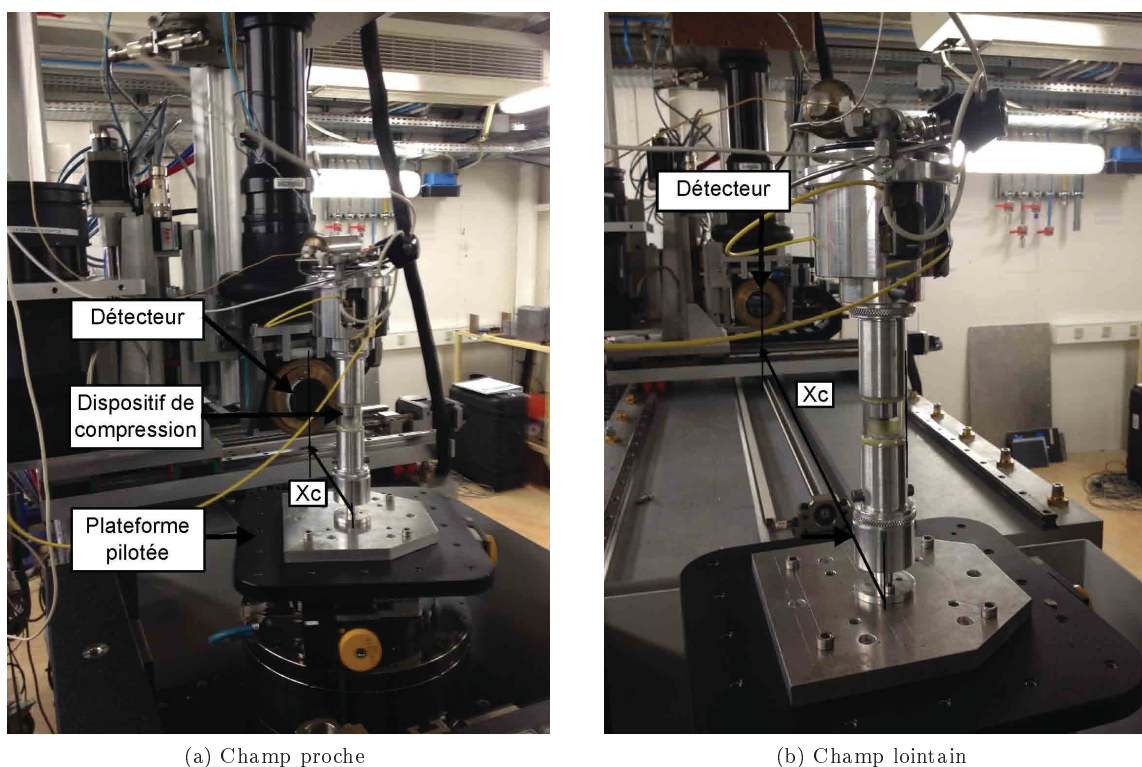


FIGURE 5.1 – Positionnement du dispositif de compression *in situ* dans la chambre synchrotron.

Les acquisitions sont faites avec deux distances échantillon - détecteur X_c différentes :

- Champ proche - $X_c = 100 \text{ mm}$
- Champ lointain - $X_c = 900 \text{ mm}$

En champ proche ($X_c = 100$), aucun phénomène d'interférence n'intervient et seul l'atténuation linéaire du matériau en chaque voxel est calculée. En champ lointain ($X_c = 900$), il devient possible d'exploiter les phénomènes d'interférence [SSK⁺95] qui apparaissent aux interfaces par diverses méthodes :

- Par holotomographie [CLB⁺99], qui utilise l'évolution du déphasage à plusieurs distances de détecteur pour imager la cartographie 3D de la phase et non plus de l'absorption linéaire.
- Par l'utilisation d'un algorithme de Paganin [GPM⁺06, BPUK10], qui permet une approximation de cette phase avec une seule acquisition en champ lointain.
- Par contraste de phase ou réhaussement de contour [CPSB⁺97, SRSS99]. Cette technique ne nécessite aucun algorithme particulier pour la reconstruction du volume puisque les effets d'interférences se conjuguent à l'atténuation et sont donc visibles sur les images reconstruites par les techniques classiques de reconstruction utilisées lors de microtomographies en transmission.

Dans le cas présent, les données acquises en champ lointain seront uniquement traitées par la méthode de réhaussement de contour et une comparaison sera faite avec les données issues d'une acquisition en champ proche.

Après chaque acquisition, l'éprouvette est soumise à une contrainte et les émissions acoustiques sont relevées. Idéalement, la position est maintenue tout au long de l'acquisition par le système de pilotage.

5.1.2 Procédure expérimentale modifiée

Suite à la détérioration du capteur optique de déplacement, le système de maintien en position n'a pu être utilisé et une nouvelle procédure expérimentale a dû être adoptée.

Phénomène de noircissement des optiques du capteur à mesure confocale

L'ensemble des lentilles en verre constituant le capteur a noirci durant la première acquisition, atténuant fortement le signal lumineux et le rendant inefficace. Ce phénomène apparaissait déjà de manière moins significative lors de tests menés dans le microtomographe du laboratoire mais les causes n'avaient pas été identifiées. En effet, le flux important de photons généré pour les acquisitions synchrotron a accéléré la cinématique du processus de noircissement. Un test a donc été réalisé dans le microtomographe du laboratoire pour vérifier l'effet de l'irradiation sur des éléments en verre. Le noircissement des éléments en verre est incontestable (Fig. 5.2).

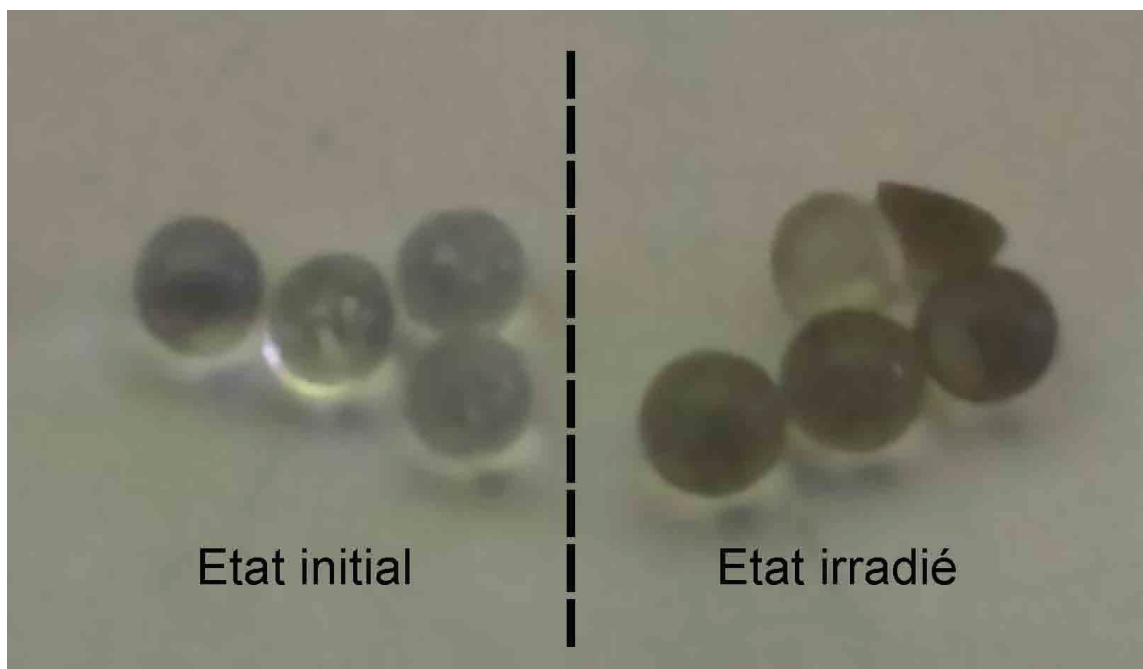


FIGURE 5.2 – Noircissement de billes de verre de diamètre 2 mm. Les billes de verre dans l'état initial (gauche) sont irradiées sous un faisceau X (130 keV) pendant deux heures (droite).

Plusieurs solutions sont envisagées afin de remédier à ce problème :

- Le remplacement de l'ensemble des optiques en verre du capteur par des optiques en quartz qui ne réagissent pas aux rayons X. Cette solution ne peut être envisagée que par le constructeur.
- L'utilisation du capteur avec une prise en considération de sa dégradation au fil du temps. Le phénomène de noircissement est en effet réversible et peut être annulé soit par une mise en étuve du capteur à des températures supérieures à 275 K, soit par une exposition prolongée aux ultra-violets de basse énergie. Cette solution est notamment utilisée pour les optiques de microscope soumises à un rayonnement synchrotron et permet de rétablir leur transparence après noircissement. Les tests effectués n'ont cependant pas permis de rétablir l'intégrité du capteur. Une exposition de deux jours sous UV n'a eu aucun effet, tout comme une mise sous étuve à 80 ° pendant plusieurs jours. La température de 80 ° correspond à la température limite d'utilisation du capteur. Au delà, les dilatations de l'ensemble provoquent un désalignement des optiques préjudiciable à son bon fonctionnement.
- Le gainage du capteur dans du plomb. Cette solution simple est envisagée mais la zone d'ombre engendrée par la perte d'information transmise en partie haute de l'éprouvette durant l'acquisition risque de nuire grandement à la qualité de la reconstruction en particulier dans le cas d'acquisition en faisceau conique.
- Le changement du capteur pour un autre type de capteur (capacitif, LVDT) au détriment de la précision du système de compression.

L'impossibilité de pouvoir recourir à l'une de ces solutions lors du temps de faisceau disponible a nécessité la mise en place d'une procédure expérimentale d'urgence.

Procédure expérimentale modifiée

La procédure expérimentale a donc été modifiée (Fig. 5.3), se rapprochant de ce qui a déjà été fait dans la littérature [LN00, EGP⁺07] :

- Etat 0 : L'éprouvette est donc tomographiée une première fois sous la contrainte de préchargement.
- Etat 1 : L'éprouvette est chargée de manière à rester dans la zone linéaire de la courbe contrainte-déformation. Cependant, une fissure non détectée apparaît en partie haute suite aux concentrations de contraintes induites par la mauvaise planéité de l'éprouvette. La contrainte est ensuite relâchée et l'acquisition tomographique est effectuée.
- Etat 2 : L'éprouvette est chargée jusqu'à la détection du premier signal acoustique. La contrainte est ensuite relâchée et l'acquisition tomographique est effectuée.
- Etat 3 : L'éprouvette est chargée jusqu'à détection d'un nouveau signal acoustique. La contrainte est ensuite relâchée et l'acquisition tomographique est effectuée.
- Etat 4 : Une dernière acquisition est effectuée après avoir chargé l'éprouvette une dernière fois. Les fissures sont alors décelables par simple seuillage.

Les émissions acoustiques captées ont des intensités variables. Le signal capté dans l'état 2 est beaucoup plus puissant que ceux détectés par la suite. Cet effet semble être induit par la rupture d'une des billes de verre positionnée en partie haute et directement en contact avec la traverse supérieure du système (Fig 5.4c). L'énergie libérée lors de la rupture de la bille est plus conséquente que celle induite par une rupture dans la matrice et la transmission est d'autant moins atténuée que le signal traverse une faible partie de l'échantillon.

Une multitude de fissures est captée dans l'état 4. Dans ce cas, la première fissuration provoque une perte de surface portante et la contrainte interne augmente très rapidement. En l'absence de système de régulation, l'état de ruine est atteint et les fissures apparaissent en cascade.

L'évolution de l'endommagement de l'éprouvette est clairement observable (Fig. 5.4). On constate une décroissance de l'effort entre les états 2 et 3 qui peut être attribuée à une perte de surface portante au niveau de la traverse supérieure engendrée par la fissuration en partie haute. L'incertitude de mesure du capteur de l'ordre de 50 N rend toutefois impossible toute interprétation.

La présence d'une zone plus foncée en partie haute est engendrée par la présence d'un anneau de renvoi du signal optique du capteur de déplacement. En effet, sa plage de mesure de 1,5 mm étant largement inférieure à la hauteur d'environ 9 mm de l'éprouvette, un élément de renvoi doit être utilisé pour permettre la mesure optique. Cet élément de renvoi est un anneau en polycarbonate recouvert d'un feuillet d'aluminium sur la partie où le faisceau optique est réfléchi. L'ensemble est collé sur le pilon inférieur et fait une hauteur d'environ 8 mm. Le bandeau foncé apparaissant sur l'image correspond donc à la zone où le faisceau X ne traverse pas l'anneau en polycarbonate.

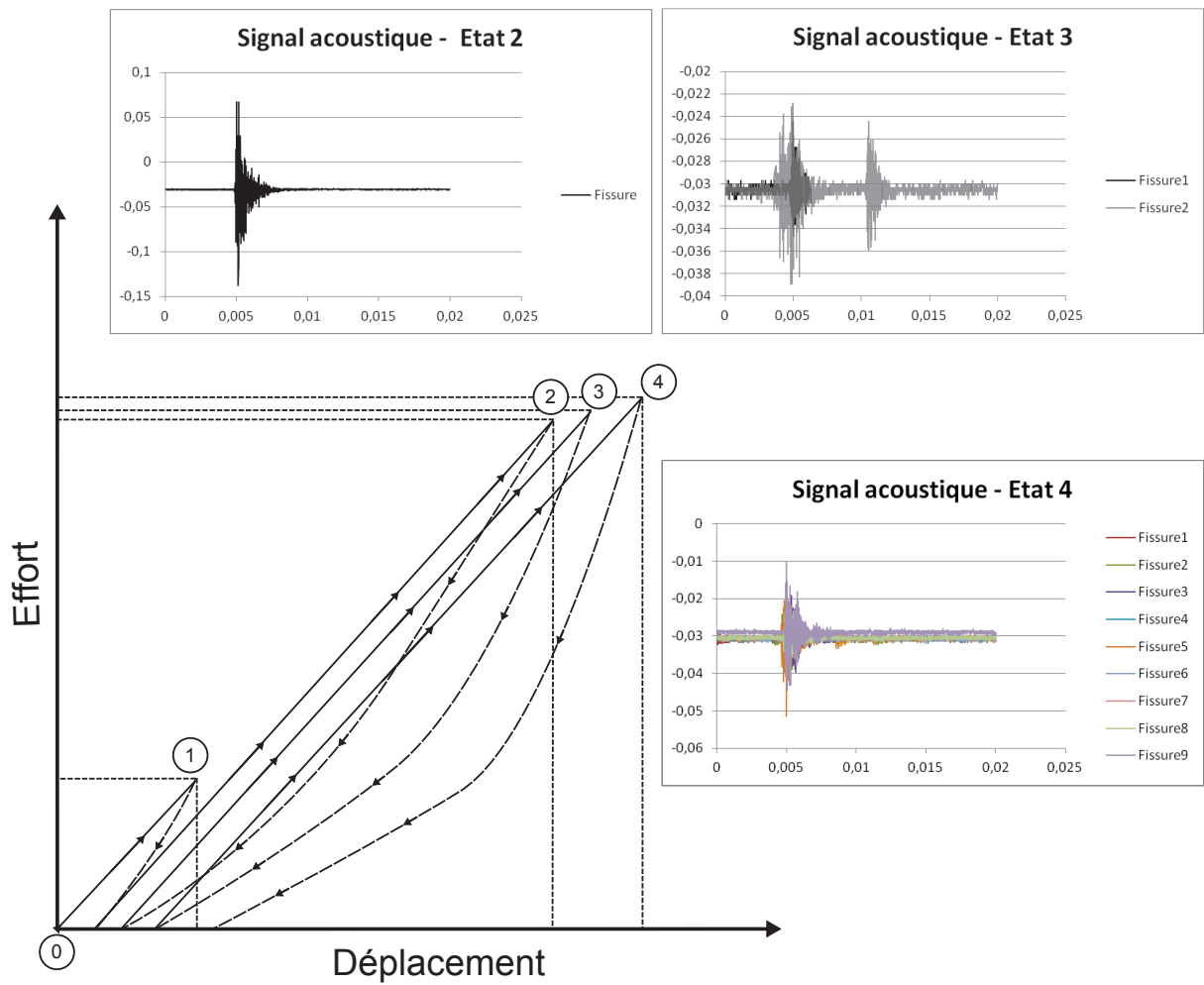
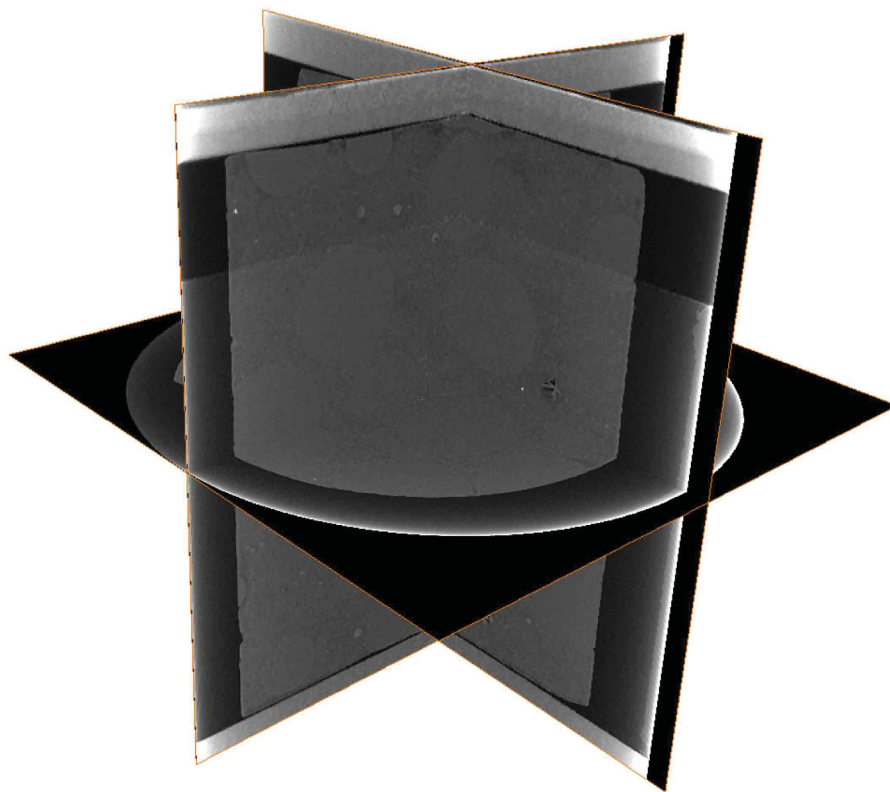
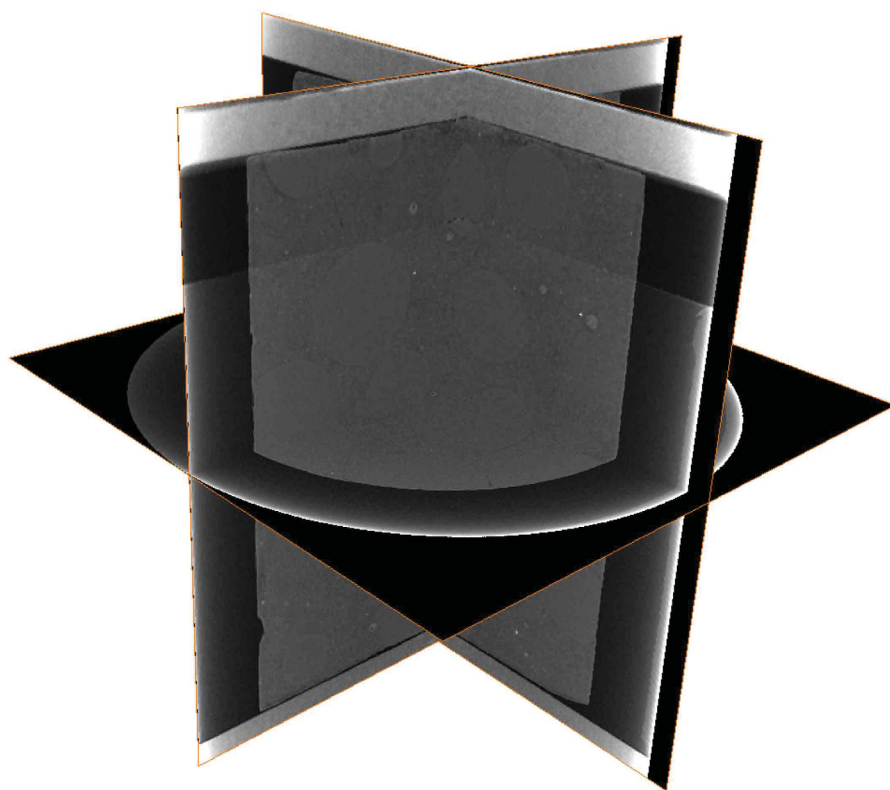


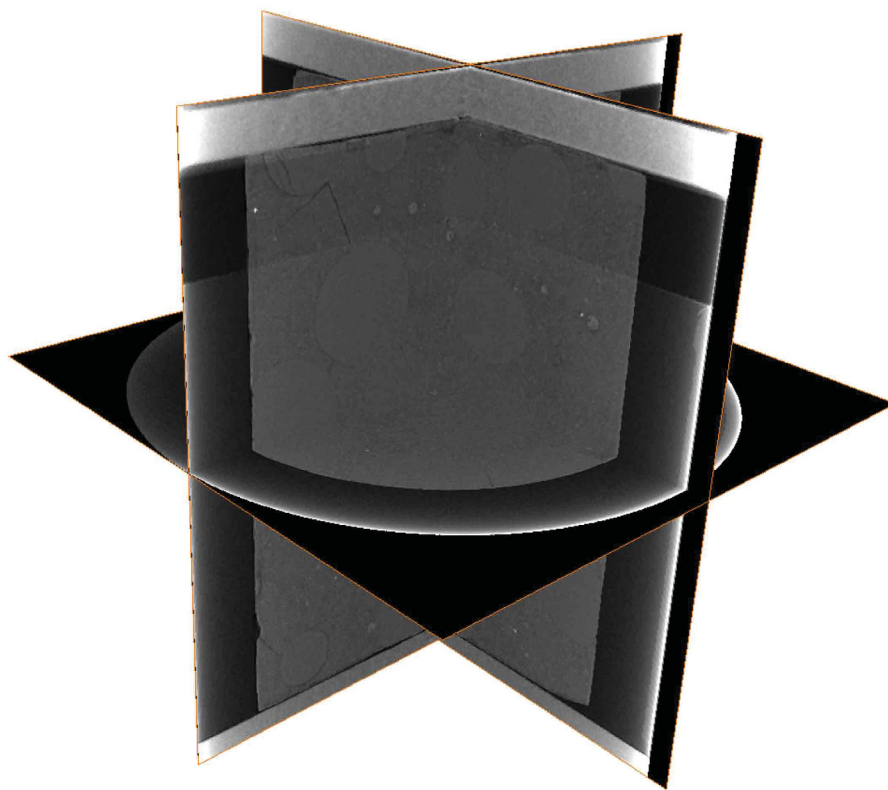
FIGURE 5.3 – Procédure expérimentale modifiée et signaux acoustiques captés. Les acquisitions sont faites après déchargement.



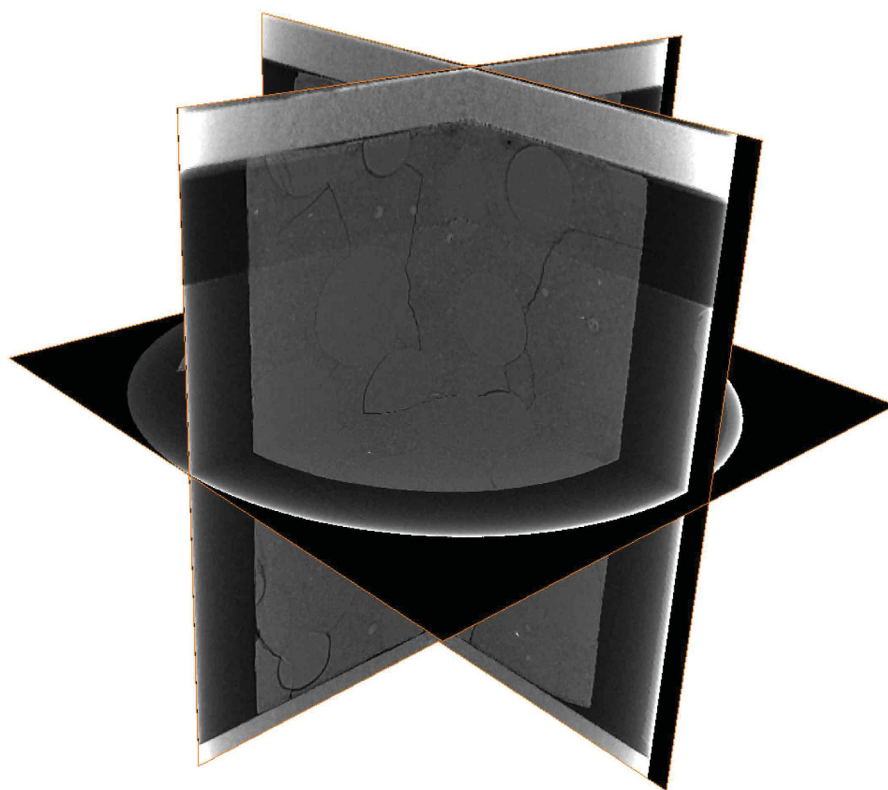
(a) Etat 0 - $F = 90 \text{ N}$



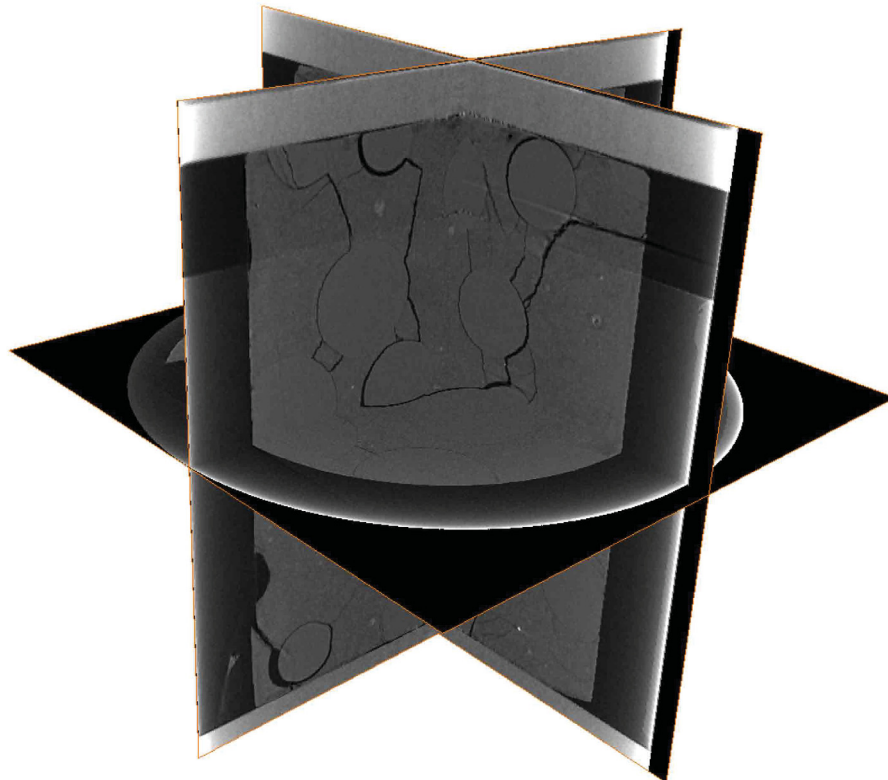
(b) Etat 1 - $F = 189.2 \text{ N}$



(c) Etat 2 - $F = 993.2 \text{ N}$



(d) Etat 3 - $F = 978.7 \text{ N}$



(e) Etat 4 - $F = 1112.7 \text{ N}$

FIGURE 5.4 – Visualisation de l'endommagement au cours de l'essai de compression. Les fissures de la matrice se propagent préférentiellement dans des plans parallèles à la direction de l'effort de compression et suivent le contour des billes (d), (e). La fissuration d'une bille en partie haute (c) est engendrée par les concentrations de contraintes dues aux défauts de planéité des faces de l'éprouvette.

5.1.3 Traitement des données avant reconstruction

La chaîne de traitement décrite dans le chapitre 4 (Fig. 4.4) pour l'amélioration des images issues d'un microtomographe de laboratoire est modifiée (Fig. 5.5). En effet, une étape supplémentaire d'élimination des points chauds est nécessaire dans la partie pré-reconstruction du traitement.

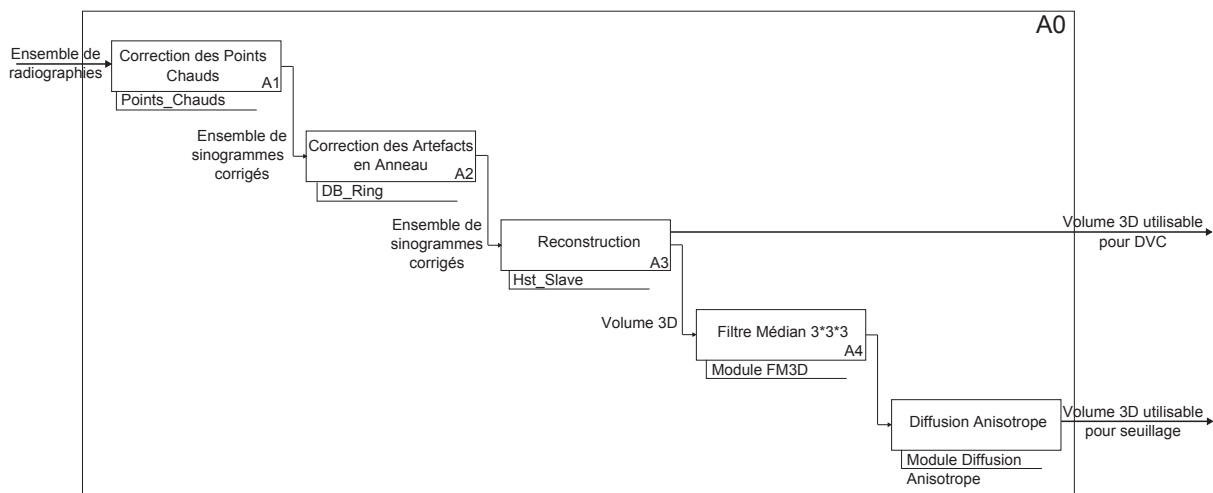
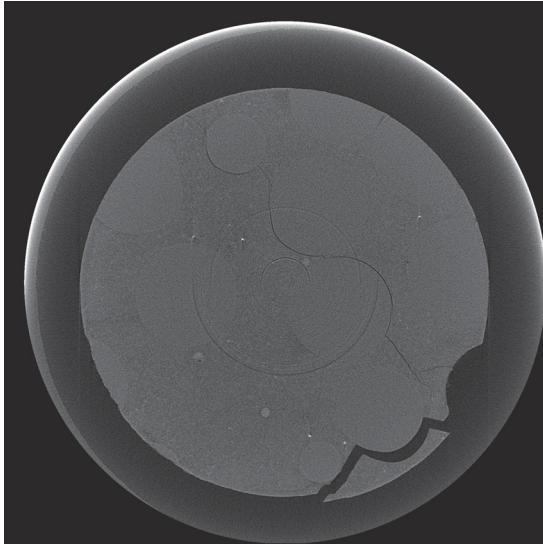


FIGURE 5.5 – Procédure de traitement adaptée pour des données synchrotron.

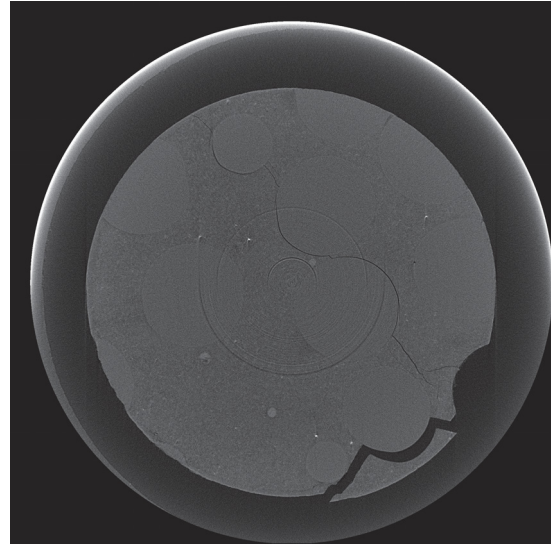
L'ensemble des traitements utilisés pour l'amélioration des images issues d'acquisitions synchrotron est tout d'abord décrit.

Correction des points chauds

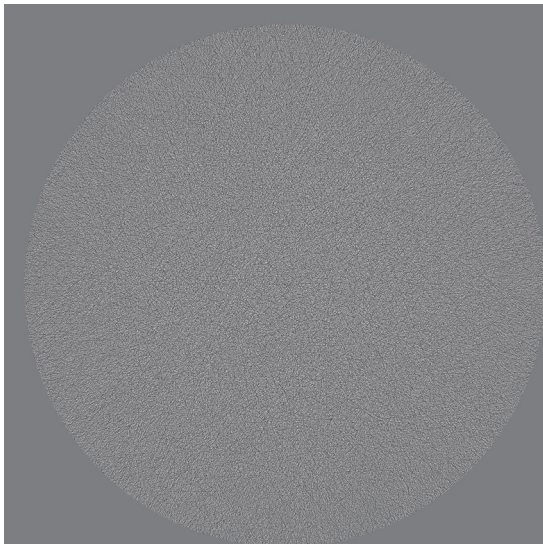
Le traitement des points chauds [1.3.3] est fait sur les données en champ proche et lointain avec le même coefficient correctif $V/V_{Median} = 1.05$ (Fig. 5.6).



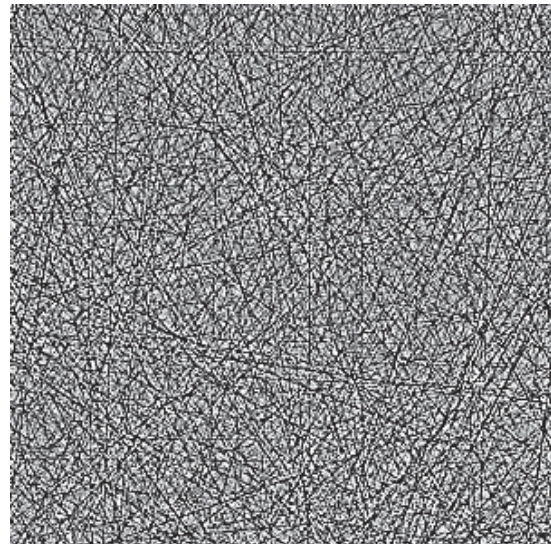
(a) Tranche reconstruite en champ proche



(b) Tranche reconstruite après correction des points chauds ($V/V_{Median} = 1.05$)



(c) Effets de points chauds supprimés - Représentation dans une tranche

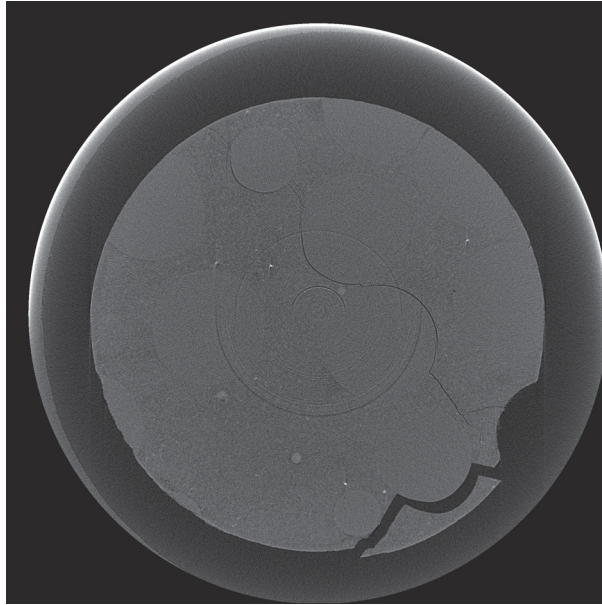


(d) Effets de points chauds supprimés - Zoom

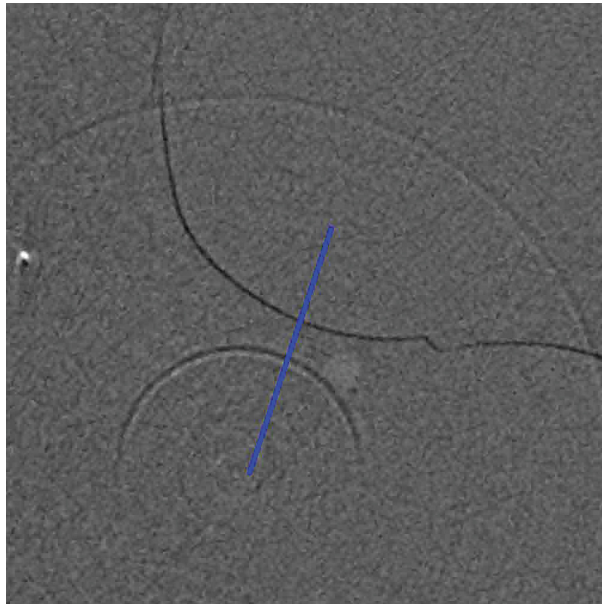
FIGURE 5.6 – Défauts de points chauds corrigés.

Correction d'artefact en anneau

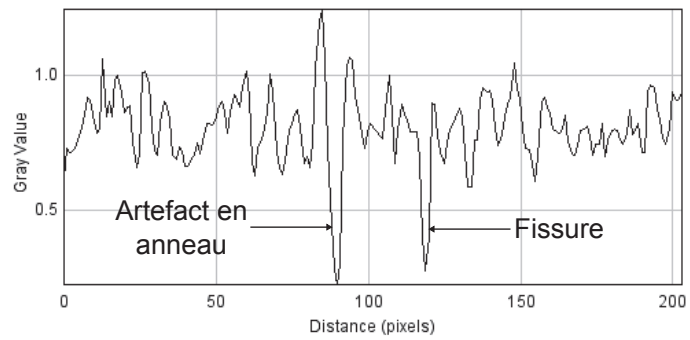
Des artefacts en anneau sont également présents. Le choix des paramètres de correction est orienté ici de manière à isoler au mieux l'espace fissuré (Fig. 5.7). En effet, une meilleure correction est obtenue quand l'écart entre la moyenne sur toutes les valeurs θ du sinogramme et la moyenne lissée, est considéré. Le paramètre L_m de la procédure de correction des artefacts en anneau décrite au chapitre 1 [1.3.4] est donc fixée à 0, valeur pour laquelle le calcul de moyenne est fait sur l'ensemble des positions angulaires. L'utilisation d'une moyenne glissante qui permet d'éliminer plus efficacement les anneaux partiels posait ici problème puisque certaines portions fissurées étaient alors considérées comme des défauts d'artefact en anneau. En effet, les portions de fissures proches de l'axe de rotation et orientées dans une direction tangente au rayon d'un cercle centré sur l'axe font apparaître sur la moyenne 2D des segments de droite ($U = Cste$) qui entraînent des écarts conséquents avec la moyenne lissée suivant U . Si ces écarts sont trop importants, la correction a lieu, et la portion de fissure est éliminée (Fig. 5.7e). En utilisant une moyenne complète sur θ ces portions de fissures sont conservées (Fig. 5.7h). Les profils des valeurs de voxels (Fig. 5.7c) illustrent l'influence d'un bon choix de paramètres pour le traitement des artefacts en anneau sur la qualité des images. Le traitement peut avoir des effets néfastes et atténuer de manière préjudiciable le signal de l'espace fissuré (Fig. 5.7f). Une bonne utilisation permet cependant d'éliminer les artefacts en anneau tout en préservant les fissures (Fig. 5.7i).



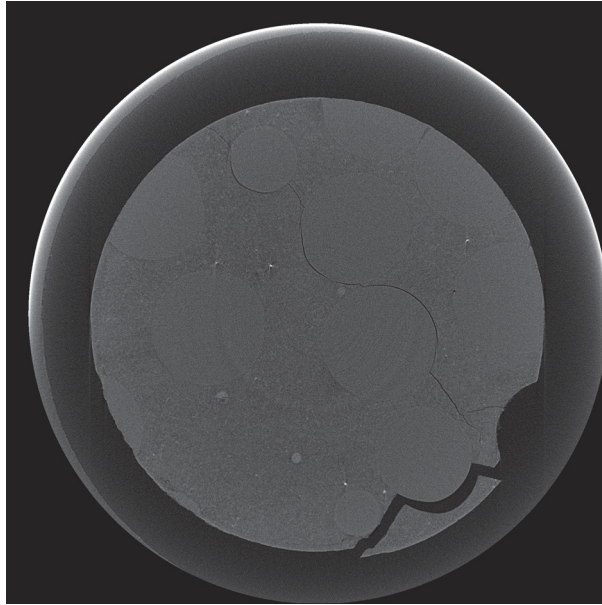
(a) Tranche reconstruite en champ proche



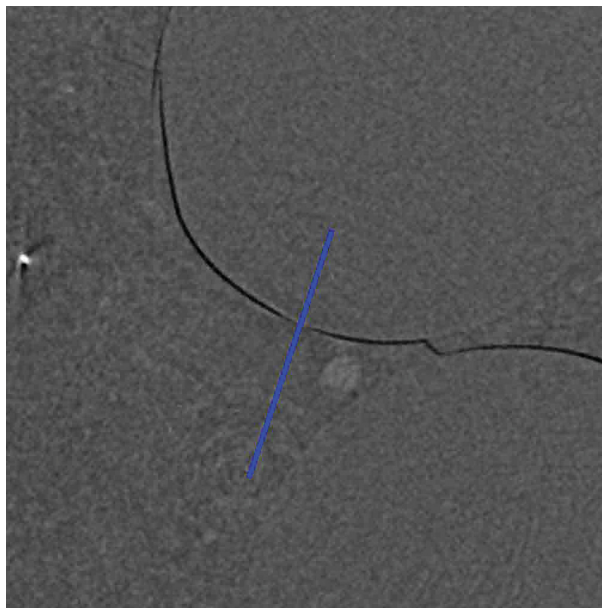
(b) Filtre médian 3*3*3 - Zoom sur la partie centrale



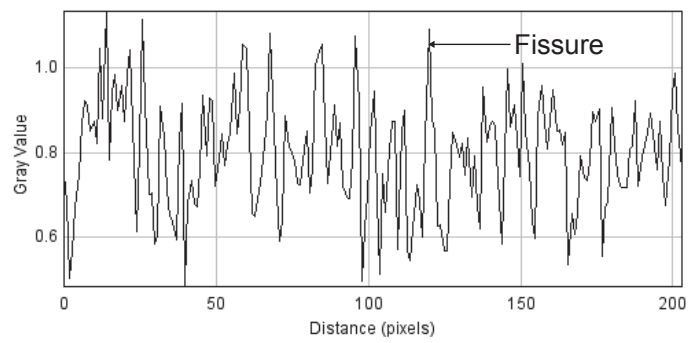
(c) Valeurs des voxels sur la ligne profil bleue



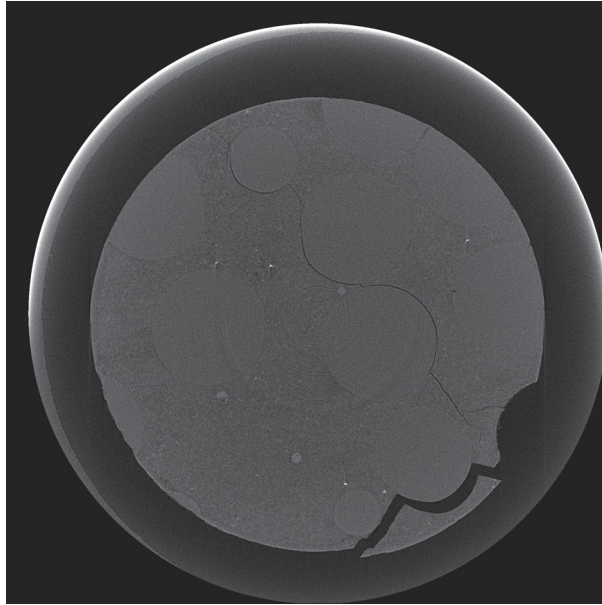
(d) Elimination des artefacts en anneau sur une moyenne glissante



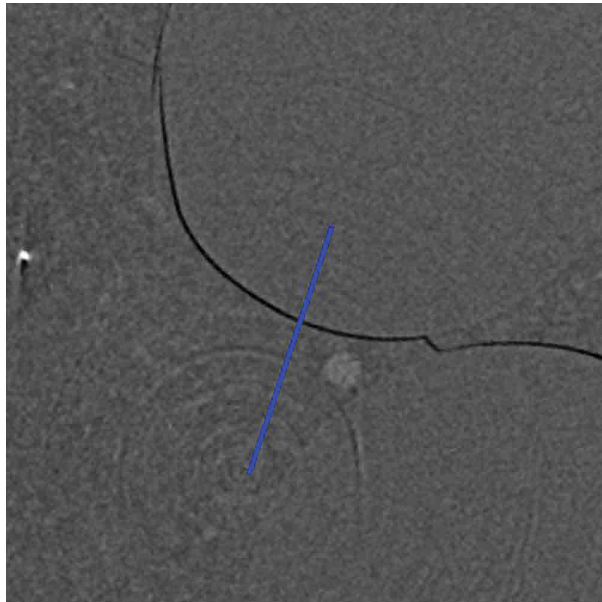
(e) Filtre médian 3*3*3 - Zoom sur la partie centrale



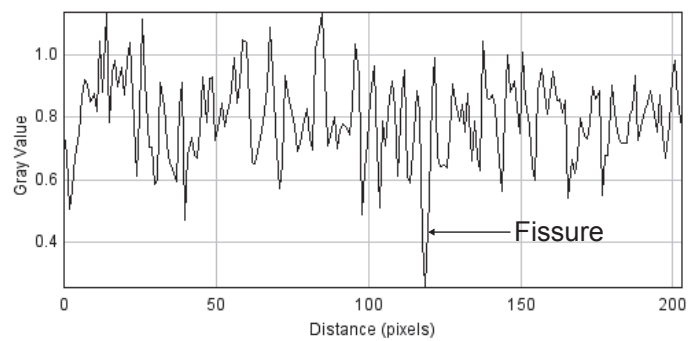
(f) Valeurs de gris sur la ligne profil bleue



(g) Traitement des artefacts sur une moyenne complète



(h) Filtre médian 3*3*3 - Zoom sur la partie centrale



(i) Valeurs de gris sur la ligne profil bleue

FIGURE 5.7 – Traitement des défauts d'artefacts en anneau. La correction sur une moyenne complète est plus adaptée pour isoler l'espace fissuré.

Après reconstruction, les filtres médian et de diffusion anisotrope sont appliqués aux volumes 3D. Ces traitements ont pour but, comme dans le cas d'images acquises en microtomographe de laboratoire, de transformer la dynamique des images en une dynamique idéale de matériau biphasique. Ainsi, leurs effets seront montrés sur l'allure des histogrammes et sur les mesures de surface et volume de l'espace poral pour chacune des acquisitions (champ proche puis champ lointain). Après ce traitement préliminaire, les valeurs de seuil sont définies via une méthode de maximisation d'entropie appliquée aux histogrammes des volumes dans l'état 4. Il est supposé que les valeurs de seuil isolant l'espace poral à l'état 4 isole également cette même porosité dans les états précédents : la position des pics caractéristiques ne varie pas d'un état à l'autre. La valeur établie à l'état 4 est donc appliquée sur les états précédents et l'espace poral est isolé. Une étape de filtrage des composantes connexes est également nécessaire car la présence de nombreuses microporosités est constatée après seuillage. Les composantes de petites dimensions sont alors éliminées et seul l'espace fissuré est conservé. Finalement, l'algorithme de bouchage de trou est utilisé pour maximiser la surface de fissure mesurée.

5.1.4 Méthode classique en transmission (champ proche) : Etude d'un sous-volume pour seuillage direct

Un sous-volume (Fig. 5.8) est traité dans un premier temps. Il y apparaît à la fois :

- Une évolution du front de fissure, qui constitue la partie la plus complexe à isoler
- Une décohésion d'inclusion en parties haute et basse
- Une fissure fine avec un embranchement visible dans l'état 4

Une rapide comparaison des histogrammes de l'éprouvette complète seule et du sous-volume (Fig. 5.9) permet d'affirmer que les valeurs de seuils qui seront identifiées ici pourront être exploitées de manière directe dans l'analyse du volume total. Les valeurs des pics de la porosité et de la phase cimentaire sont respectivement 0,12 et 0,81.

Deux remarques sont à faire au vu de ces premières analyses :

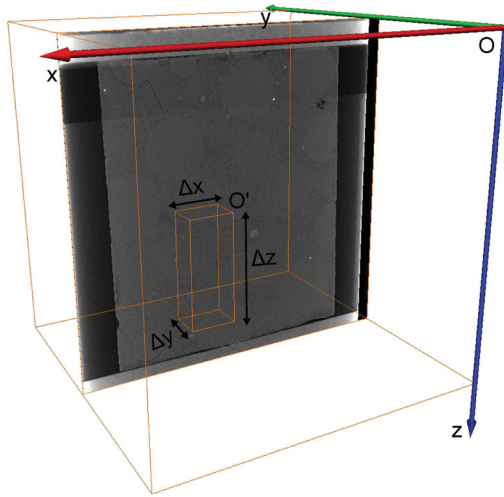
- La fissuration à l'intérieur du sous-volume n'est pas observable par la méthode de seuillage direct avant l'état 2 (Fig. 5.8). Le sous-volume sera donc étudié dans les états 2,3 et 4.
- Aucune variation n'est observée sur la position des pics (Fig. 5.9). Les volumes seront directement traités en 32 Bit c'est à dire sans repositionnement et recadrage des histogrammes en valeurs de gris.

L'effet des filtres utilisés sur la mesure de la surface et du volume de fissure est étudié (Fig. 5.11). En plus du filtre médian (FM3D) qui permet d'affiner les largeurs de pic, un filtre de diffusion anisotrope (AD) est également utilisé (Fig. 5.11a et 5.11b). Il permet d'uniformiser la phase matricielle et de réduire la présence d'îlots parasites.

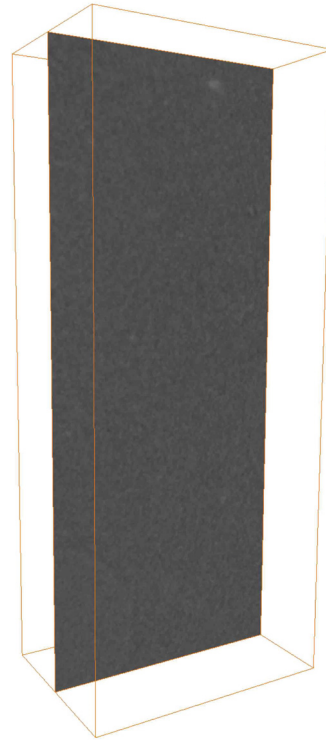
Le choix des paramètres du filtre de diffusion anisotrope est fait de manière à uniformiser au mieux la phase matricielle tout en conservant les sauts de niveau de gris aux interfaces matrice-porosité (Fig. 5.10). Le seuil de diffusion correspond à l'écart moyen par rapport à la valeur moyenne des voxels sur la ligne de profil. Le nombre d'itérations correspond à une certaine stabilité des effets du traitement. Il est commun d'utiliser un nombre d'itérations de 20. Le seuil de diffusion choisi est de 0,05.

Le filtre médian permet de seuller de manière plus stable la porosité en isolant des valeurs de voxel caractéristiques. Ceci se traduit par l'apparition du pic à 0,12 (Fig. 5.11b). Un autre effet est qu'il limite la présence d'îlots parasites de petites dimensions très néfastes à la mesure de surface. En effet, dans le cas du sous-volume brut, on constate que la surface de porosité est plus grande que celle du sous-volume après traitement alors que la tendance opposée est constatée sur la mesure du volume de porosité (Fig. 5.11g). Cet effet est représentatif d'une multitude de petites porosités présentes dans le sous-volume à l'état brut : les volumes cumulés sont faibles mais la surface cumulée est élevée. En cela, le filtre médian constitue une étape indispensable au traitement.

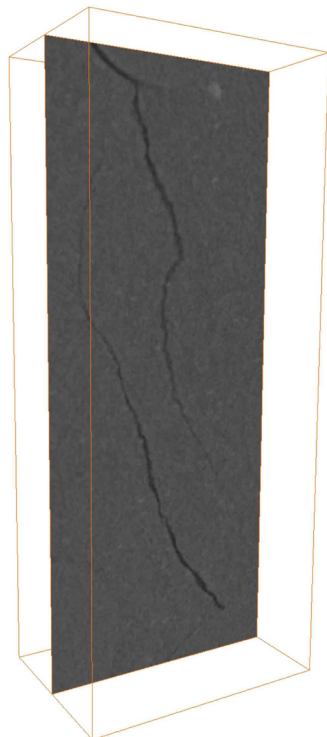
Les effets du filtre de diffusion anisotrope appliqué en suivant sont moins nets même s'il permet de mieux définir l'espace poral en uniformisant les phases en présence, et en éliminant quelques îlots isolés. Les surfaces mesurées sont proches et l'écart avec la mesure de surface utilisant un filtre médian n'excède pas 10 %. Son utilité principale est de rapprocher la dynamique de l'image d'une dynamique idéale de matériau biphasique (Fig. 4.6) et de limiter la dépendance des mesures à la valeur de seuil. Par comparaison avec les données issues d'une microtomographie en laboratoire (Fig. 4.7), les effets des filtres sont moins visibles car les sauts de valeur de voxel entre espace poral et matrice sont plus importants.



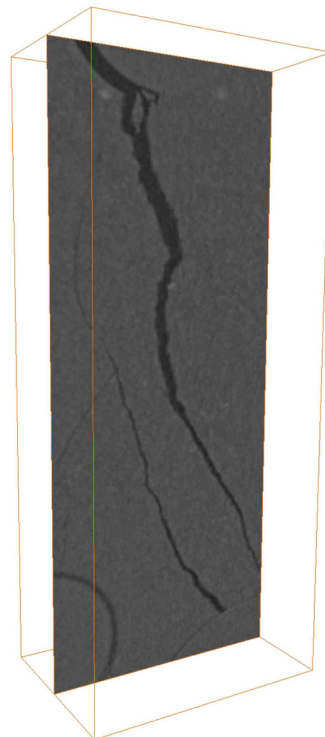
(j) Position du sous-volume dans le volume total :
 $O\vec{O}' = (1120, 890, 1060)$ et
 $(\Delta x, \Delta y, \Delta z) = (280, 200, 690)$



(k) Sous-volume dans un état non fissuré



(l) Sous-volume dans un état fissuré



(m) Sous-volume dans un état très fissuré

FIGURE 5.8 – Position du sous volume au cours de la fissuration. La taille de voxel est de $5 \mu m$. Un front de fissure est observable (c) ainsi qu'un embranchement de fissures fines et une décohésion d'inclusion (d).

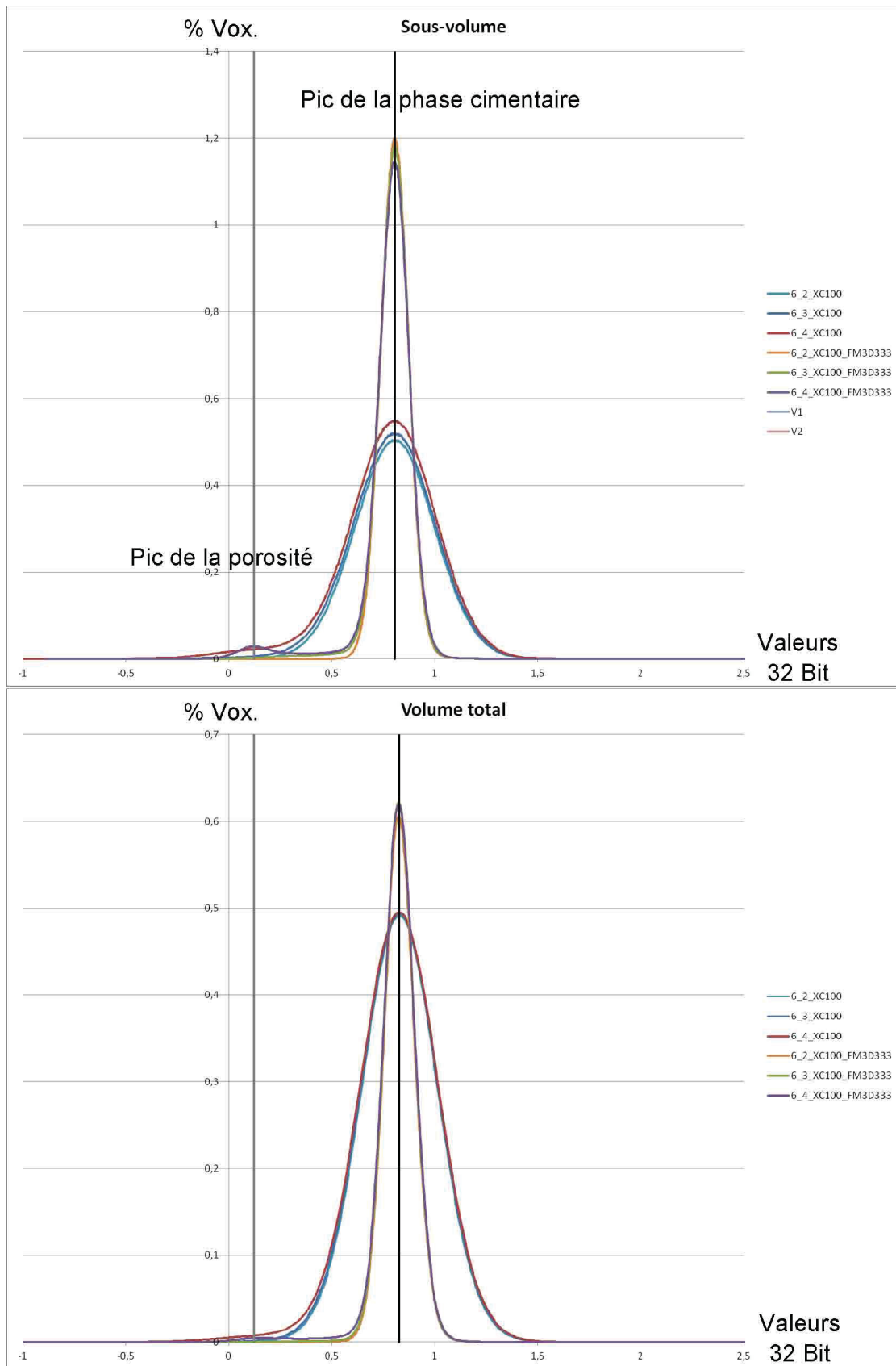
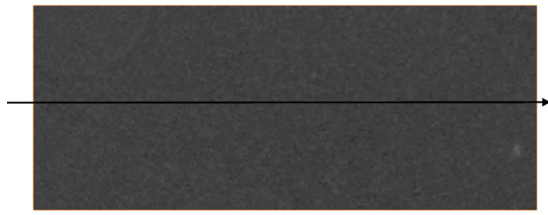
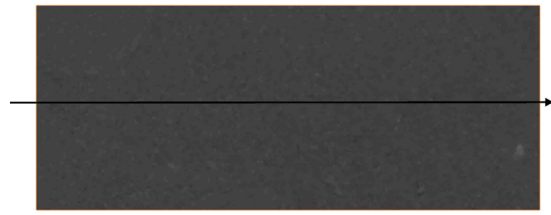


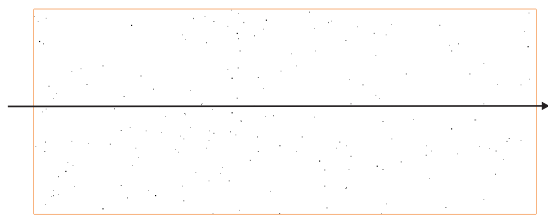
FIGURE 5.9 – Comparaison des histogrammes en valeurs réelles de l'éprouvette complète seule et du sous-volume - L'application d'un filtre médian amincit la largeur du pic de la phase cimentaire et fait apparaître celui de la porosité.



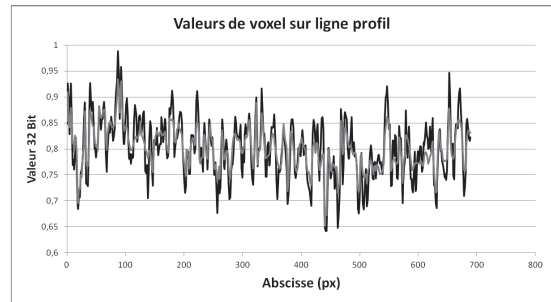
(a) Section du sous-volume (état 2) et ligne de profil



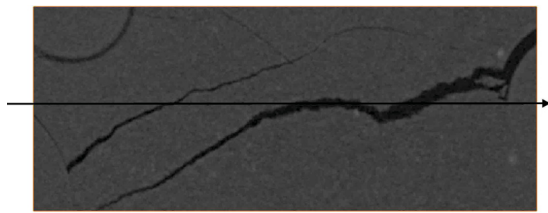
(b) Section du sous-volume (état 2) après diffusion anisotrope



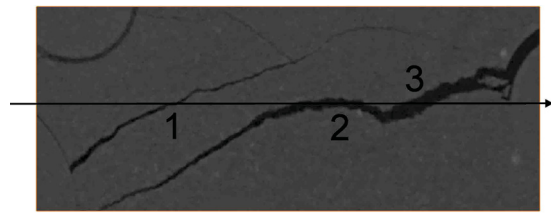
(c) Image binaire de correction - En blanc, les voxels corrigés par la diffusion - En noir, les voxels non affectés



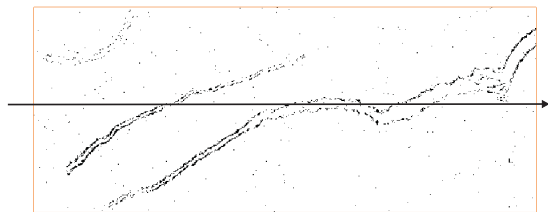
(d) Profil des valeurs de voxel avant (noir) et après diffusion (gris) - L'écart moyen sur les valeurs avant diffusion est de 0,05



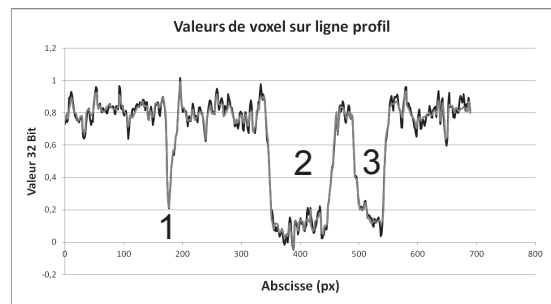
(e) Section du sous-volume (état 4) avant diffusion anisotrope



(f) Section du sous-volume (état 4) après diffusion anisotrope - La ligne de profil passe par 3 fissures

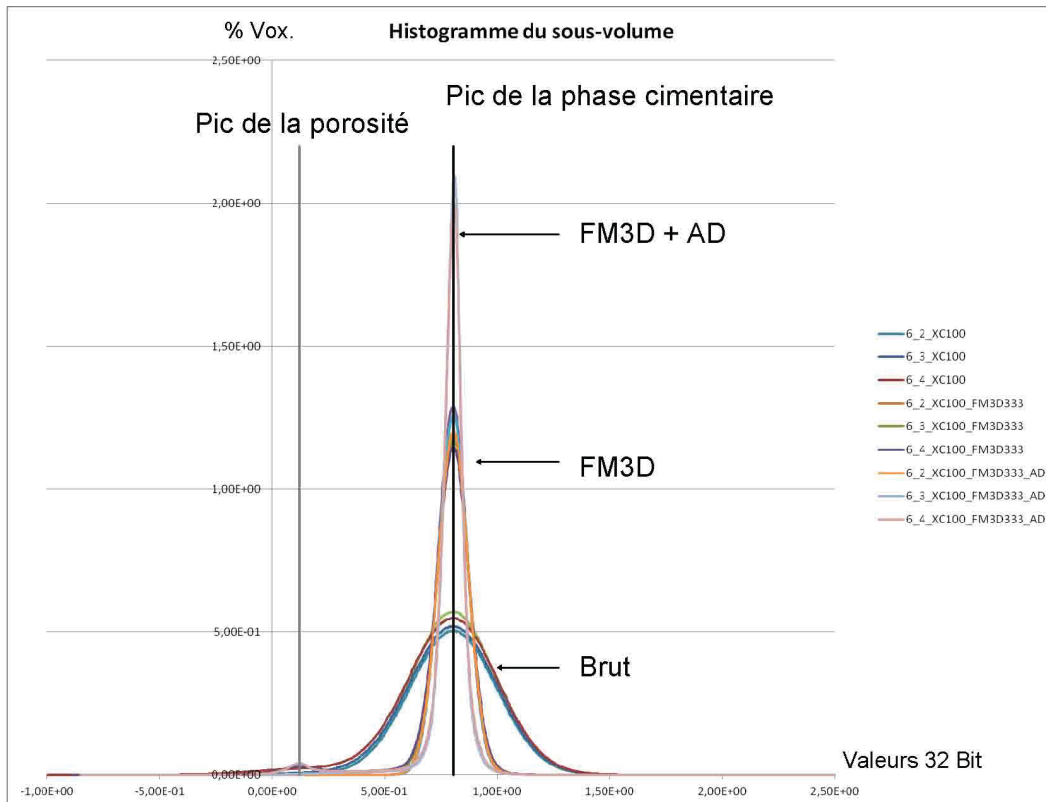


(g) Image binaire de correction

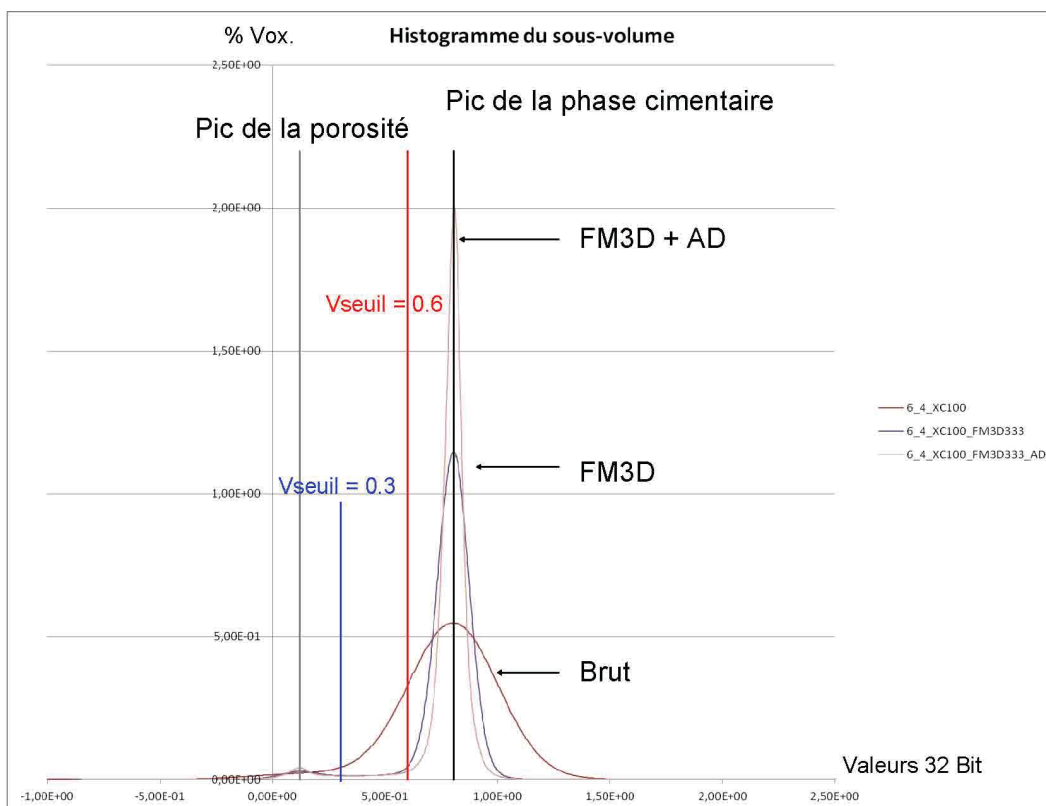


(h) Profil des valeurs de voxel

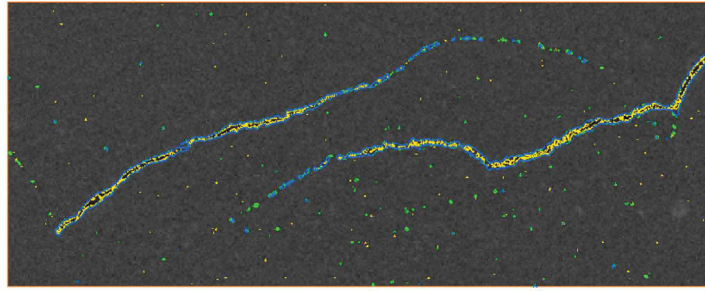
FIGURE 5.10 – Choix des paramètres de diffusion anisotrope - Illustration des effets sur une section - Les valeurs aux frontières des fissures sont globalement conservées (g).



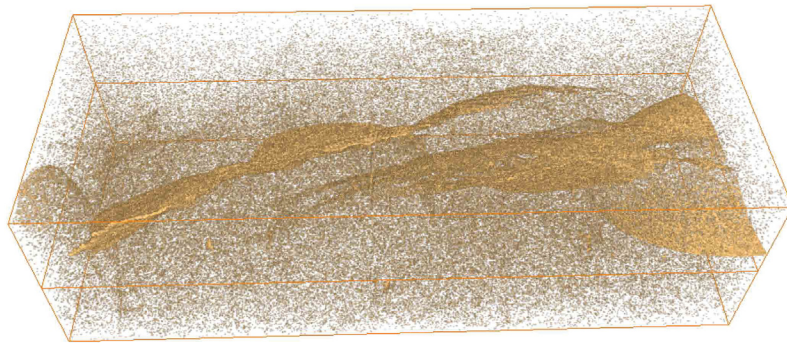
(a) Effet des filtres sur la dynamique du sous-volume



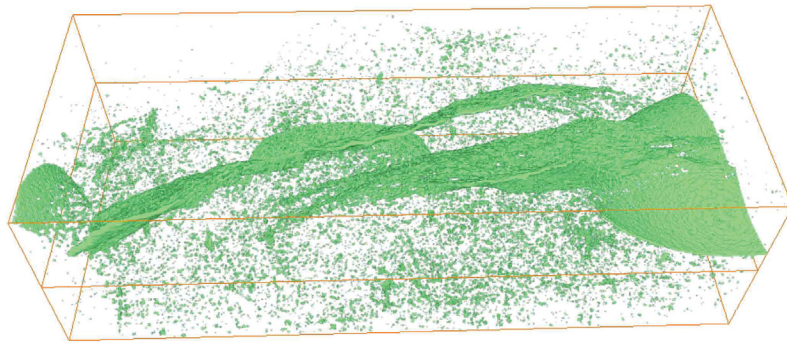
(b) Valeur de seuil définie à l'état 4



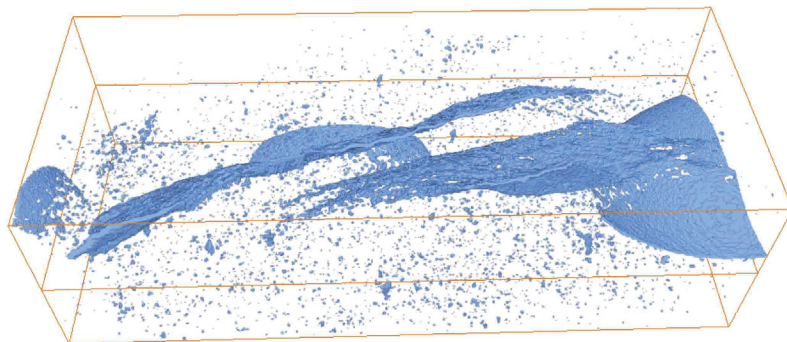
(c) Isocontours à la valeur seuil sur une section du sous-volume à l'état 3
 Orange : sans traitement ($V_{\text{seuil}} = 0,3$)
 Vert : filtre médian ($V_{\text{seuil}} = 0,6$)
 Bleu : Filtre médian puis diffusion anisotrope ($V_{\text{seuil}} = 0,6$)



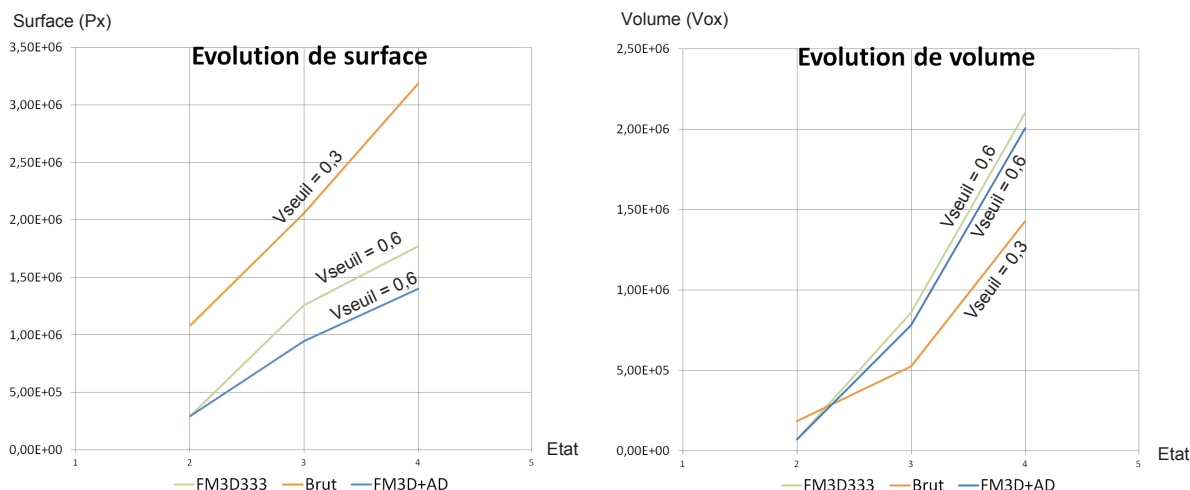
(d) Fissure isolée sans traitement ($V_{\text{seuil}} = 0,3$) - L'image est fortement bruitée



(e) Fissure isolée après application d'un filtre médian - Les microporosité parasites sont moins présentes



(f) Fissure isolée après application d'un filtre médian et d'une diffusion anisotrope



(g) Surface et volume de fissure

FIGURE 5.11 – Effet des traitements sur les mesures de surface et de volume de fissure

Après cette phase de traitement, une procédure de seuillage automatique est nécessaire. Il s'agit ici de définir la valeur de seuil de la façon la plus objective possible afin de pouvoir appliquer la méthode aussi bien aux données en champ proche, qu'en champ lointain. Après plusieurs tests, la méthode de seuillage la plus polyvalente et qui binarise le mieux nos images est la méthode de seuillage par maximisation de l'entropie [SSW88] utilisée ici dans sa version modifiée par Kapur et al. [KSW85].

Méthode de seuillage automatique : maximisation de l'entropie

La grande sensibilité des mesures aux valeurs de seuil [NZF⁺01] et notamment la mesure des surfaces de porosité impose le choix d'une méthode de seuillage la plus objective possible. La stratégie de binarisation utilisée consiste, ici, à établir un seuil automatique dans l'état le plus endommagé de l'éprouvette (état 4) et à appliquer cette valeur à l'ensemble des volumes dans les états précédents. La technique choisie est donc décrite et elle sera appliquée aux volumes reconstruits en plusieurs étapes du traitement. L'entropie d'une image est une variable qui définit le désordre à l'intérieur de celle-ci. Elle correspond numériquement au nombre de bits nécessaires pour coder l'image (Eq. 5.2). Plus une image est complexe, plus son entropie est grande. Ainsi, une image uniforme dont tous les voxels ont la même valeur, a une entropie de 0 car la probabilité d'occurrence d'un voxel de l'image à la valeur 1 est de 100 %. Dans le cas d'une image binaire affichant une équirépartition des valeurs de voxel, l'entropie est de 1. Le seuillage par maximisation d'entropie [KSW85, SSW88] consiste à établir la valeur de seuil pour laquelle l'entropie de l'image binaire correspondante est maximale. Cela revient à trouver la valeur seuil qui maximise la fonction S (Eq. 5.6) et qui transforme l'histogramme de l'image de départ ayant n classes de voxel en un histogramme d'une image binaire (Fig. 5.12).

$$S = - \sum_n p(i) \times \log_2 p(i) \quad (5.1)$$

$$p(i) = \frac{Ni}{N} \quad (5.2)$$

- n Nombre de classes des voxels
- i Numéro de classe des voxels
- $p(i)$ Probabilité d'occurrence d'un voxel appartenant à la classe i
- \log_2 Logarithme en base 2
- Ni Nombre de voxels appartenant à la classe i
- N Nombre total de voxels de l'image

$$S(V) = S(i \leq V) + S(i > V) \quad (5.3)$$

$$S(i \leq V) = - \sum_{i=1}^V \frac{p(i)}{P_s} \times \log_2 \frac{p(i)}{P_s} \quad (5.4)$$

$$S(i > V) = - \sum_{i=V+1}^n \frac{p(i)}{1 - P_s} \times \log_2 \frac{p(i)}{1 - P_s} \quad (5.5)$$

$$P_s = \sum_{i=1}^V p(i) \quad (5.6)$$

- V Valeur de la classe incluant la valeur seuil V_{Seuil}
- S Entropie de l'image seuillée à la valeur V_{Seuil}
- $S(i \leq V)$ Entropie de l'ensemble des voxels en deçà de la valeur seuil
- $S(i > V)$ Entropie de l'ensemble des voxels au dessus de la valeur seuil
- P_s Probabilité d'appartenance d'un voxel à une classe i telle que $i \leq V$

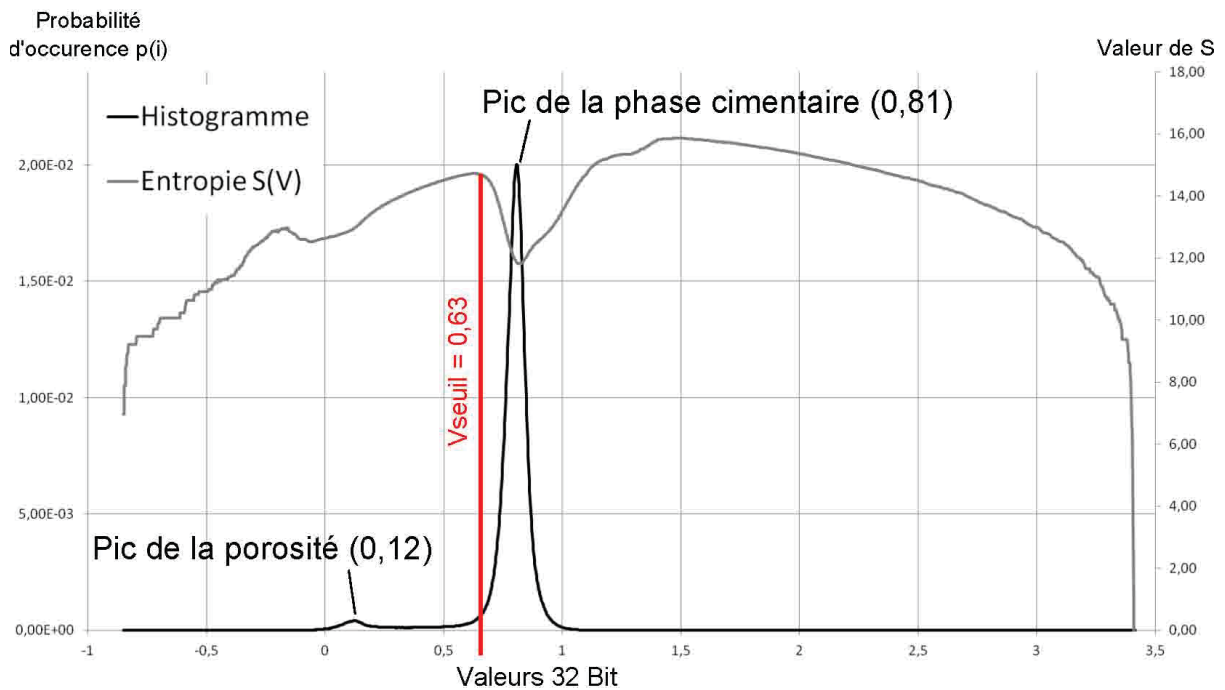


FIGURE 5.12 – Histogramme (noir) d'un sous-volume dans l'état 4 après traitement FM3D+AD et représentation de la fonction S (gris) - La valeur de seuil (0,63) est définie comme l'abscisse du maximum local de S pour un intervalle de valeurs de gris borné par les abscisses du pic de porosité (0,12) et de la phase cimentaire (0,81).

Dans le cas présent, la valeur de seuil sur les images traitées (FM3D+AD) est légèrement surestimée (Table. 5.1) et maximise donc la population de voxels de la phase poreuse une fois l'image binarisée. La dynamique du sous-volume étant la même que celle du volume total, les valeurs de seuils automatiques calculées seront conservées pour la binarisation des volumes totaux. Il est important de préciser que les valeurs définies par cette méthode sont proches des valeurs manuelles subjectives définies précédemment.

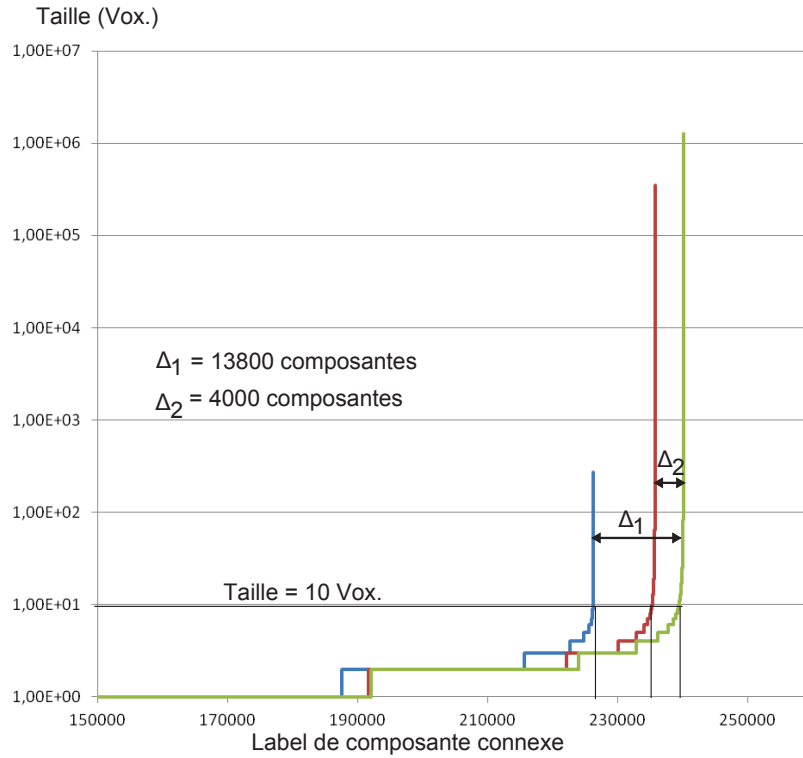
Méthode de calcul du seuil	Volume Brut	Volume FM3D	Volume FM3D+AD
Manuelle	0,3	0,6	0,6
Maximum d'entropie	0,33	0,59	0,63

TABLE 5.1 – Champ proche : valeurs de seuil définies manuellement et par seuillage automatique utilisant le principe de maximum d'entropie.

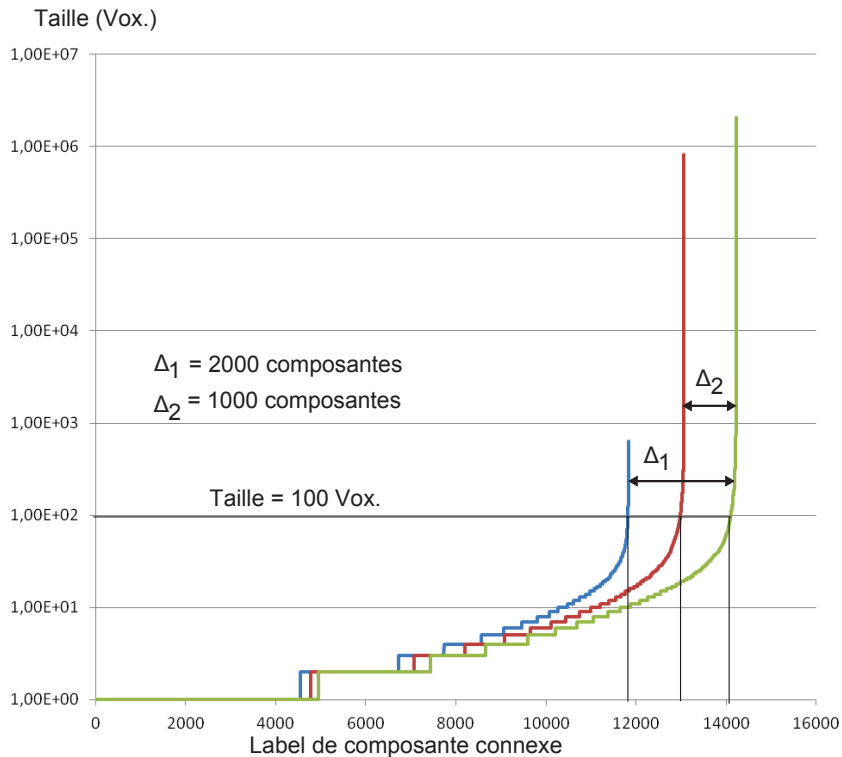
Impact du traitement sur les composantes connexes

La mesure des ensembles connexes est effectuée sur les données brutes et les données traitées après binarisation des volumes aux valeurs de seuils automatiques au cours de l'endommagement (Fig. 5.13). Le nombre de composantes de faibles tailles est largement réduit après l'application des filtres (FM3D+AD). Une diminution d'un facteur 20 est généralement observée. Il est important de noter que la population des composantes connexes de faibles dimensions varie entre les états d'endommagement notamment entre l'état sain (2) et les états endommagés (3 et 4) : plus le matériau est endommagé, plus le nombre de composantes de faibles dimensions croît comme en attestent les valeurs de Δ , différence entre le nombre de composantes connexes à l'état 4 et les états précédents. L'état 4 est choisi ici comme référence car c'est à partir de cet état que le calcul du seuil a été établi. Le traitement permet donc de réduire fortement les écarts en éliminant ou regroupant ces microporosités. La mesure de surface et son évolution sont ainsi grandement améliorées.

Une étape supplémentaire est introduite. L'objectif est d'éliminer l'ensemble des composantes connexes de faibles dimensions afin de n'isoler que l'espace de fissure.



(a) Répartition des composantes connexes dans le sous-volume non traité - Chaque composante est labélisée par ordre croissant de taille



(b) Répartition des composantes connexes dans le sous-volume après traitement (FM3D+AD)

FIGURE 5.13 – Effet des traitements sur les composantes connexes du sous-volume au cours de l'endommagement - Bleu : Etat 2, Rouge : Etat 3 et Vert : Etat 4.

Définition de l'espace fissuré : Conservation des composantes connexes de plus grandes dimensions (CC)

Contrairement aux données issues d'une acquisition en microtomographe de laboratoire (Fig. 4.7), la microporosité, même si fortement diminuée, reste sensiblement présente (Fig. 5.11f) après le traitement (FM3D+AD). L'espace poral et l'espace fissure ne sont dès lors plus confondus et une nouvelle définition de l'espace fissuré est donnée. L'espace fissuré correspond maintenant à l'ensemble des composantes connexes de plus grandes tailles. La limite est définie comme étant la composante connexe maximale de la porosité dans l'état non fissuré *i.e.* l'état 2. Toute composante connexe dont la taille est supérieure sera considérée comme une partie de la fissure (Fig. 5.14). Cette procédure qui tend à éliminer l'influence des composantes de petites tailles, notamment sur la mesure de l'évolution de la surface des flancs de fissures, définit ainsi une taille limite de détection. Tout défaut qui apparaîtra dans la suite de l'endommagement et dont la taille sera plus petite que la taille limite ne sera donc pas comptabilisé dans les mesures.

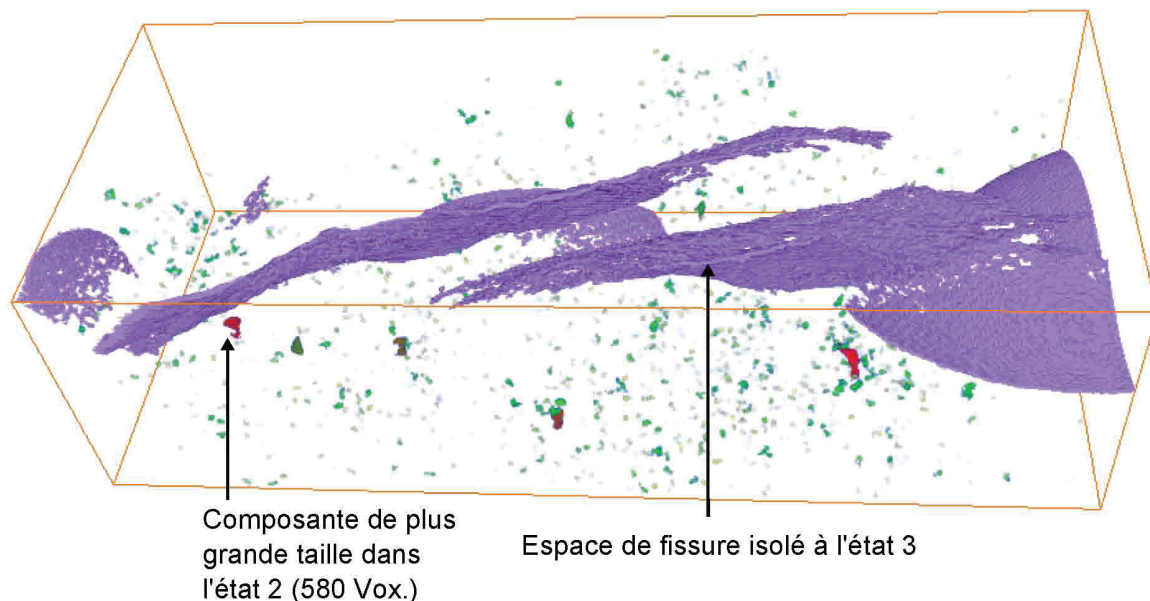


FIGURE 5.14 – Composantes connexes dans le sous-volume à l'état 2 après filtre médian 3*3*3 - La composante connexe de plus grande taille définit le seuil pour lequel les composantes seront représentatives de la fissure dans les états suivants - L'espace de fissure isolé à l'état 3 via cette méthode est représenté en violet.

Mesure de volume et de surface en cours d'endommagement

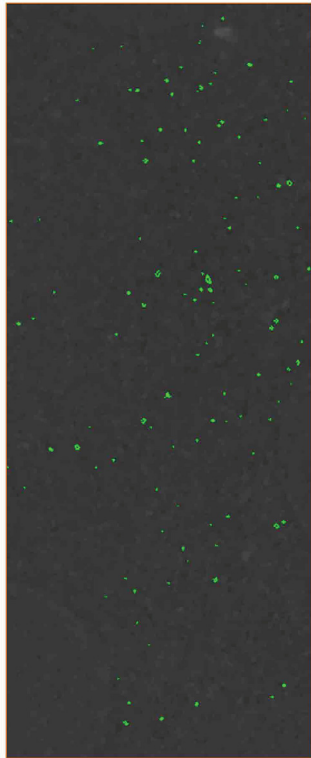
L'évolution de la fissure a été identifiée en utilisant les valeurs de seuil automatique (Fig. 5.15) et des mesures de surface (Fig. 5.16) et volume (Fig. 5.17) de l'espace poral ont été réalisées. On constate que le volume et la surface mesurés après la procédure (FM3D+AD) restent proches des valeurs mesurées après isolement des composantes connexes représentatives de la fissure. Leurs évolutions sont sensiblement les mêmes et on peut s'attendre à de faibles écarts sur la mesure des incréments entre porosité et fissure. Les valeurs issues des données sans traitement ne servent qu'à illustrer le caractère peu pertinent d'une étude directe sur l'évolution de surface puisque l'écart entre une mesure de surface après isolement des composantes connexes utiles et une mesure brute est d'environ 90 %. Cet écart tombe respectivement aux alentours de 25 % pour les données FM3D et (FM3D+AD). Concernant l'influence du traitement choisi sur les composantes massives de la phase poreuse, c'est à dire les fissures, une faible différence (de l'ordre de 6%) est constatée entre les données issues des différents traitements (FM3D+CC) et (FM3D+AD+CC).

Concernant la détection des pointes de fissures, le traitement peut être amélioré via l'utilisation de filtres directionnels qui favoriseraient la diffusion au sein de la fissure et regrouperait l'ensemble des

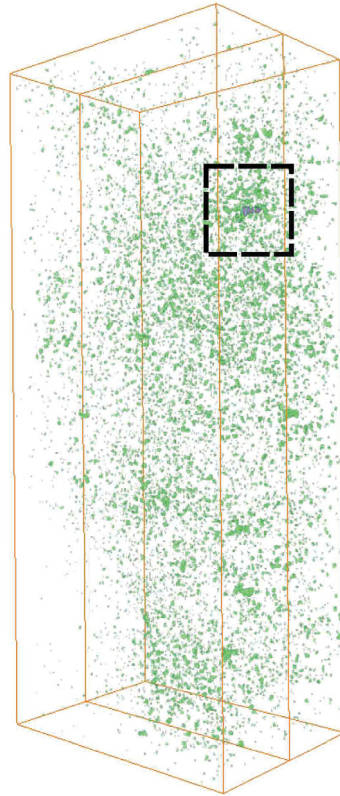
composantes connexes en front de fissure (Fig. 5.15c). Il serait également utile à la détection des fissures fines (Fig. 5.15e pour les mêmes raisons).

Ainsi, le traitement (FM3D+AD) des volumes permet, via une procédure de seuillage automatique d'estimer la surface de fissure avec une précision d'environ 25 % (Fig. 5.16). La précision sur la mesure de l'incrément de surface est de l'ordre de 10 %. Concernant la mesure du volume, une estimation correcte peut être faite dès la première phase du traitement. En effet, les volumes mesurés après l'application du filtre médian sont assez proches des valeurs références (FM3D+AD+CC) et une incertitude maximale de 10 % est observée.

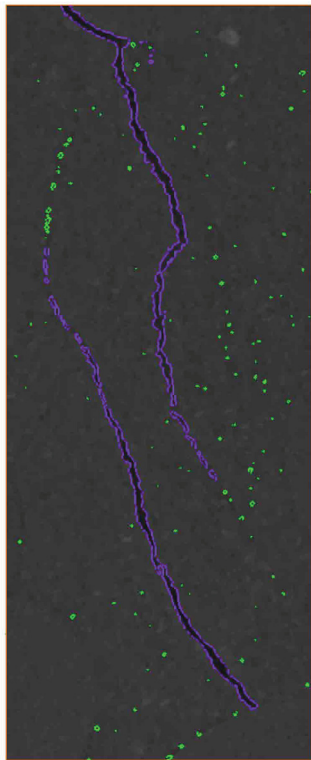
Au vu de ces résultats, les volumes suivants seront donc traités par un filtre médian suivi d'une diffusion anisotrope et les composantes connexes de faibles dimensions seront éliminées.



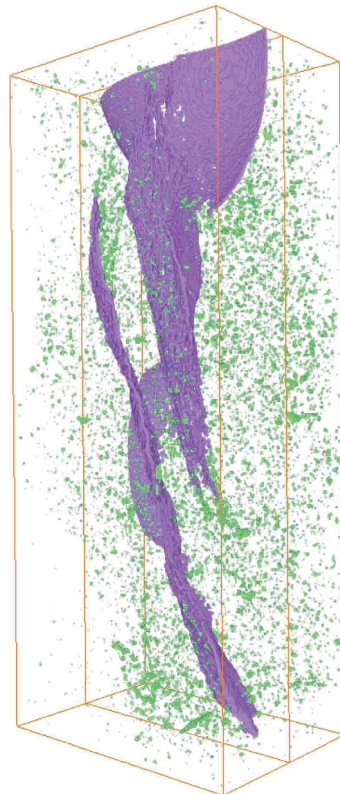
(a) Etat 2 (FM3D+AD) - Ligne de contours pour une valeur seuil automatique de 0,63



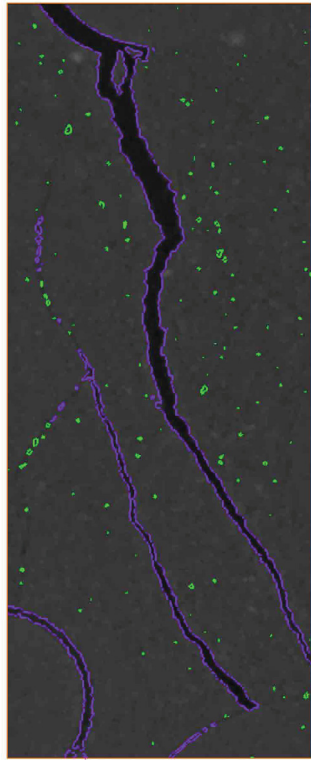
(b) Etat 2 (FM3D+AD) - Fissure isolée (violet) et ensemble de la porosité (vert)



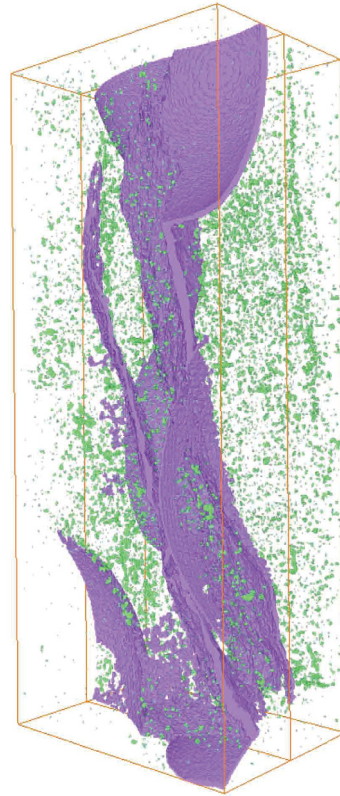
(c) Etat 3 (FM3D+AD) - Ligne de contours pour une valeur seuil automatique de 0,63



(d) Etat 3 (FM3D+AD) - Fissure isolée (violet) et ensemble de la porosité (vert)



(e) Etat 4 (FM3D+AD) - Ligne de contours pour une valeur seuil de 0,63

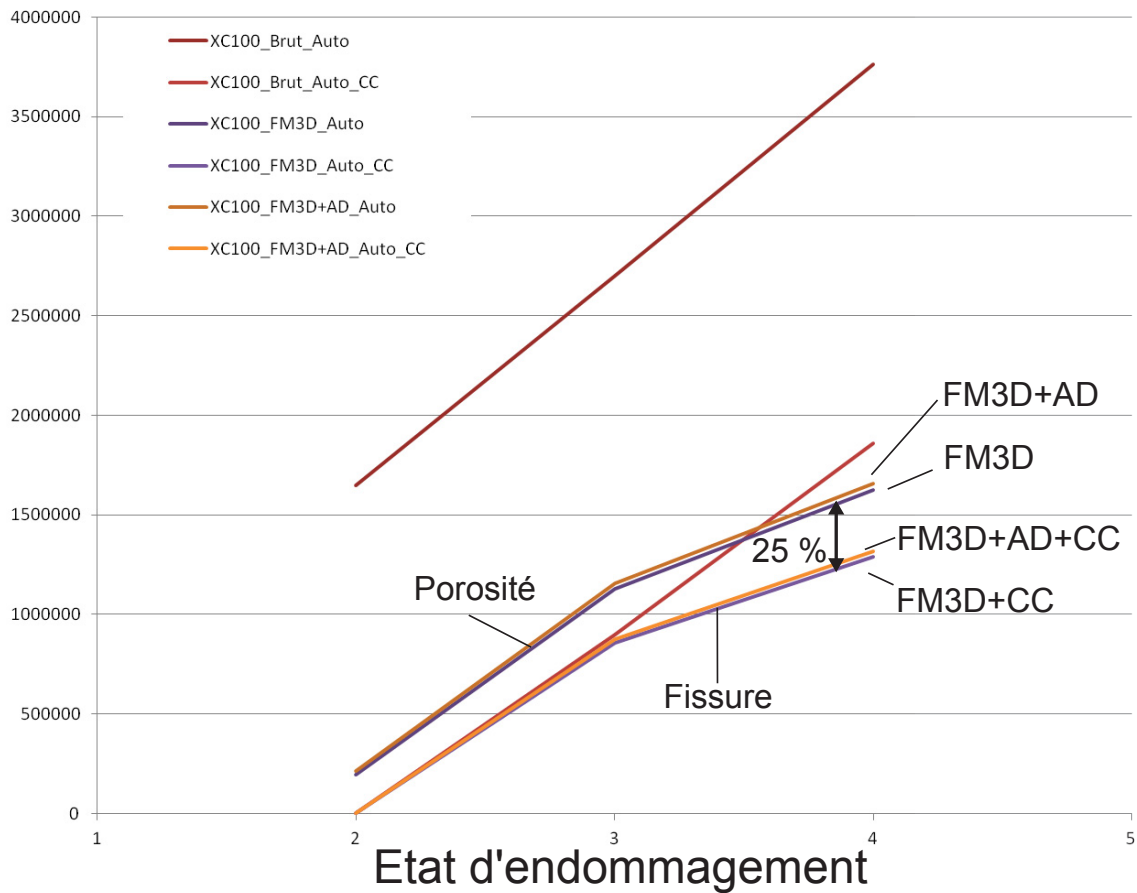


(f) Etat 4 (FM3D+AD) - Fissure isolée (violet) et ensemble de la porosité (vert)

FIGURE 5.15 – Evolution des fissures dans le sous-volume après traitement et binarisation par seuillage automatique.

Surface (Px.)

Surface

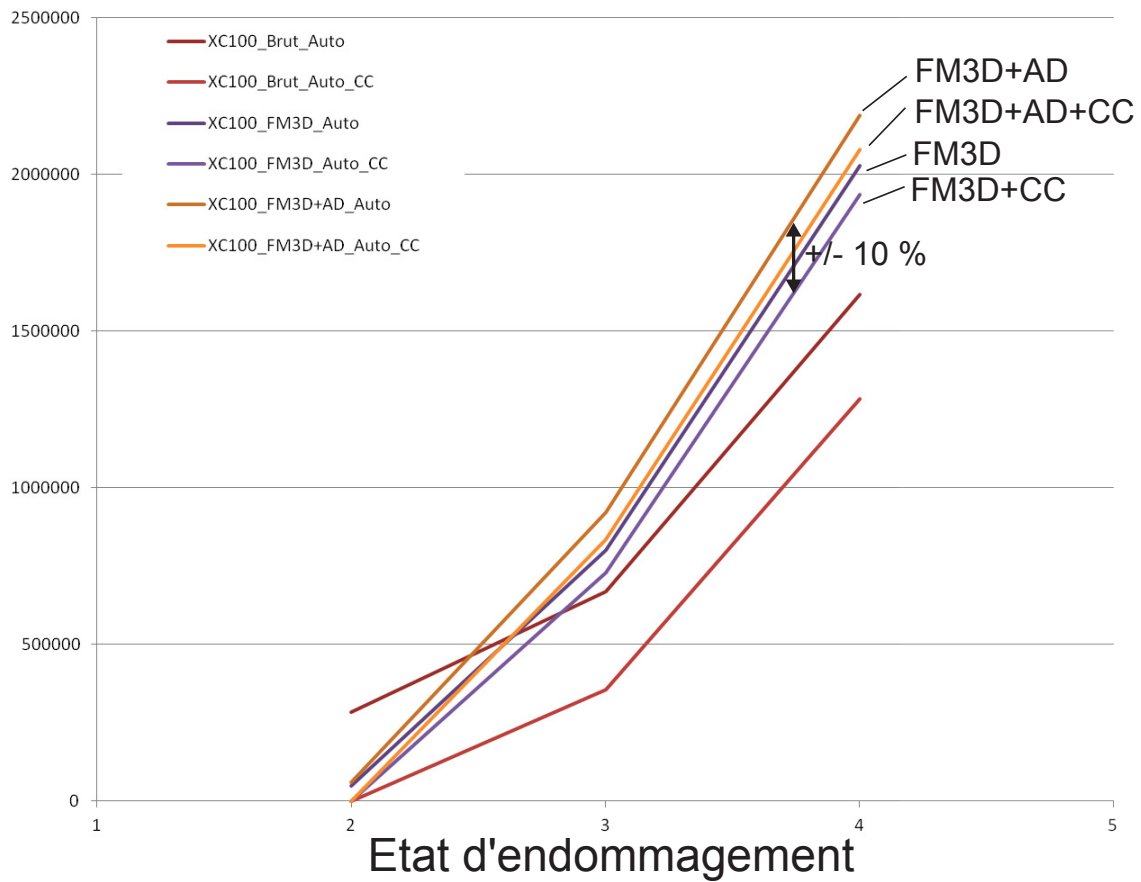


Etat	Traitement	Surface (Px.)	Evolution Surface (Px.)
2	Brut	1647130	X
3	Brut	2700602	1053472
4	Brut	3761110	1060508
2	Brut + CC	832	X
3	Brut + CC	898500	897668
4	Brut + CC	1859102	960602
2	FM3D	192866	X
3	FM3D	1126598	933732
4	FM3D	1623684	497086
2	FM3D+CC	816	X
3	FM3D+CC	857414	856598
4	FM3D+CC	1288108	430694
2	FM3D+AD	213450	X
3	FM3D+AD	1157444	943994
4	FM3D+AD	1654964	497520
2	FM3D+AD+CC	828	X
3	FM3D+AD+CC	876614	875786
4	FM3D+AD+CC	1316734	440150

FIGURE 5.16 – Evolution de la surface fissurée calculée avec les valeurs de seuil automatique.

Volume (Vox.)

Volume



Etat	Traitement	Volume (Vox.)	Evolution Volume (Vox.)
2	Brut	283428	X
3	Brut	667449	384021
4	Brut	1616525	3761110
2	Brut + CC	272	X
3	Brut + CC	354684	354412
4	Brut + CC	800235	929954
2	FM3D	47504	X
3	FM3D	800235	752731
4	FM3D	2027827	1207019
2	FM3D+CC	556	X
3	FM3D+CC	729715	729159
4	FM3D+CC	1936734	1207019
2	FM3D+AD	60921	X
3	FM3D+AD	921193	860272
4	FM3D+AD	2189042	1267849
2	FM3D+AD+CC	633	X
3	FM3D+AD+CC	834247	833614
4	FM3D+AD+CC	2080165	1245918

FIGURE 5.17 – Evolution du volume fissuré calculée avec les valeurs de seuil automatique.

5.1.5 Acquisition en contraste de phase (champ lointain) : Etude d'un sous-volume pour seuillage direct

Les mêmes techniques de correction (artefact en anneau et points chauds) qu'en champ proche sont utilisées. Les paramètres de correction étant sensiblement les mêmes, cette étape ne sera pas détaillée ici. Un repositionnement préalable des volumes par rapport aux volumes en champ proche a été effectué manuellement et le même sous-volume est extrait.

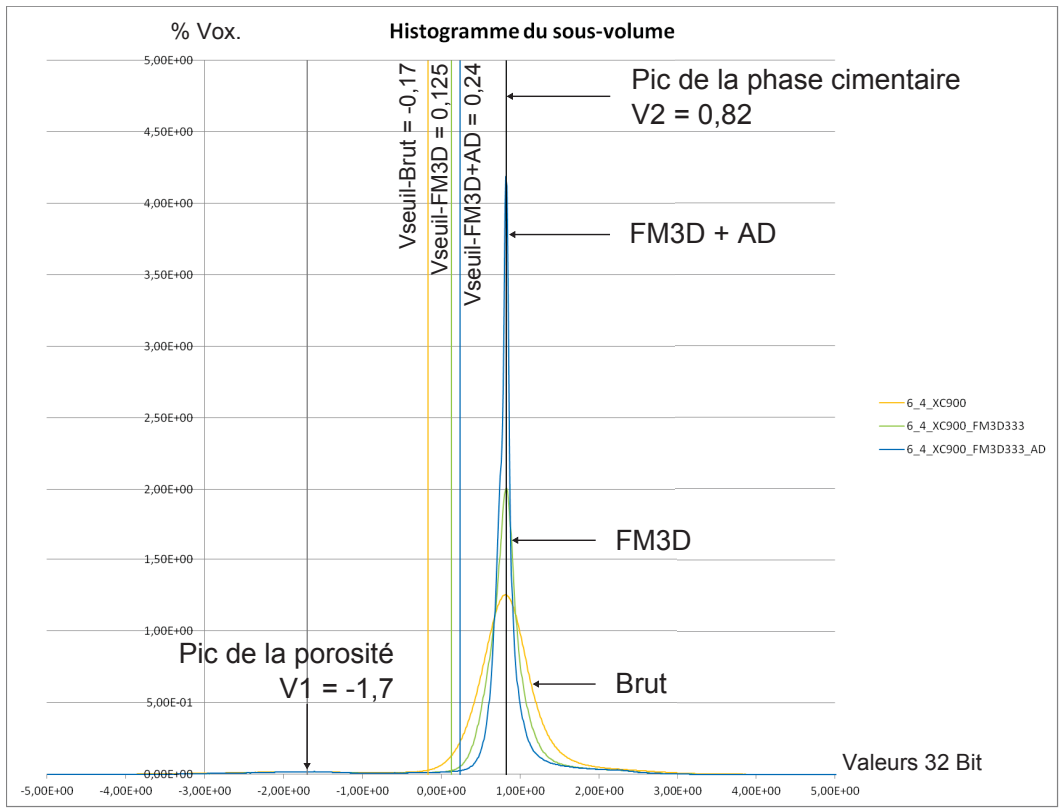
La procédure de traitement par filtre médian 3*3*3 suivi d'une diffusion anisotrope (FM3D+AD) est appliquée (Seuil de diffusion à 0,15 et 20 itérations). Les effets du traitement sur la dynamique de l'image sont constatés (Fig. 5.18) et la porosité est directement isolée avec les valeurs de seuils automatiques définies par maximisation de l'entropie (Tableau. 5.2).

Méthode de calcul du seuil	Volume Brut	Volume FM3D	Volume FM3D+AD
Maximum d'entropie	- 0,17	0,125	0,24

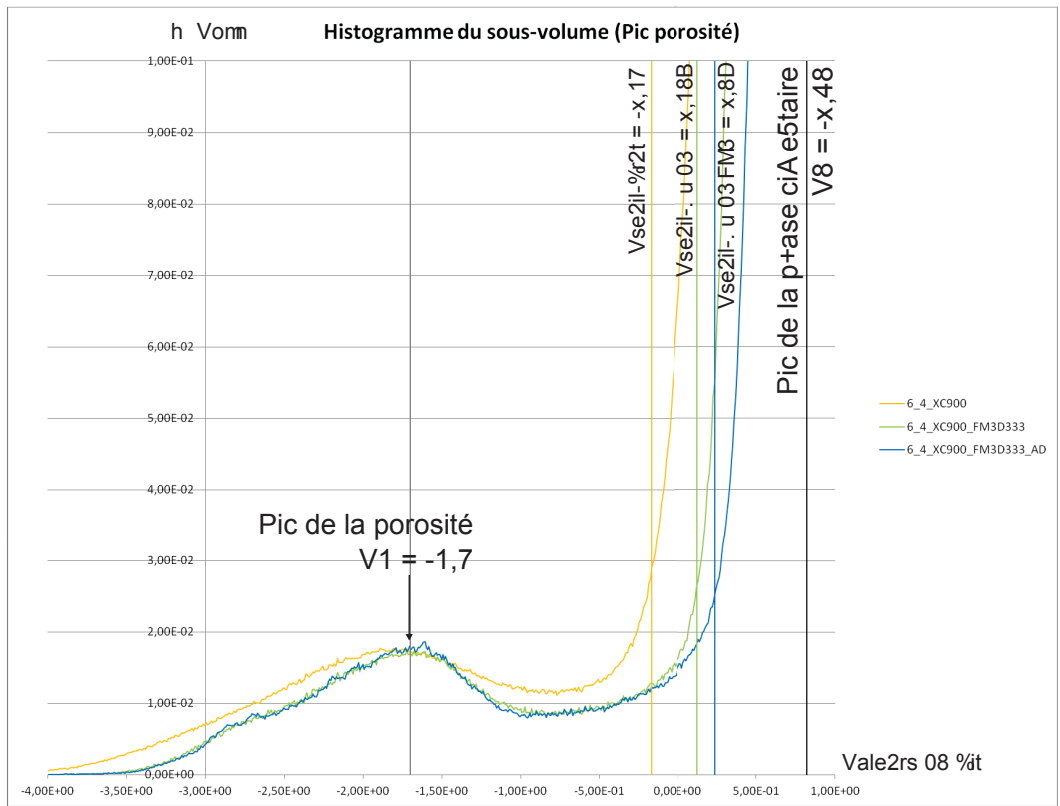
TABLE 5.2 – Champ lointain : valeurs de seuil calculées par seuillage automatique utilisant le principe de maximum d'entropie.

L'évolution de la fissuration est donc observable (Fig. 5.19) et des mesures sont réalisées sur l'espace poral (Fig. 5.19). Les fissures fines deviennent identifiables et constituent une partie non négligeable de la surface de fissure mesurée (10 % de surface mesurée en plus par rapport à une mesure en champ proche dans l'état 4).

La détection de la pointe de fissure est bien meilleure que dans le cas d'une acquisition en transmission et la présence de microporosités sur le front de fissure est limitée (Fig. 5.19c). Les fissures fines sont également bien mieux isolées (Fig. 5.19c) mais un filtre directionnel aurait ici son utilité pour propager plus en avant le front de fissure qui semble ici être étêté par le seuillage.

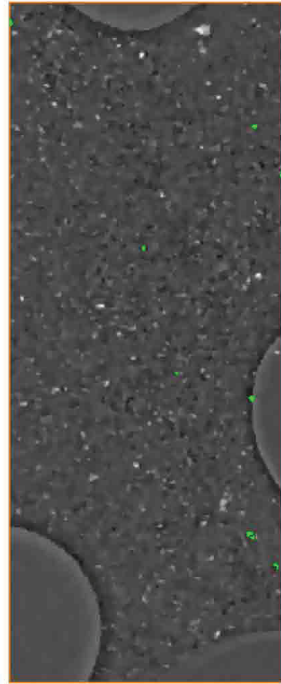


(a) Histogrammes du sous-volume dans l'état 4 en champ lointain - Les valeurs de seuils automatiques pour chaque traitement sont indiquées

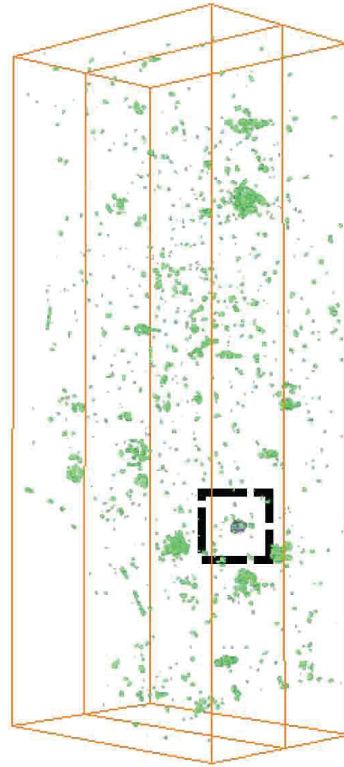


(b) Agrandissement sur le pic de la porosité

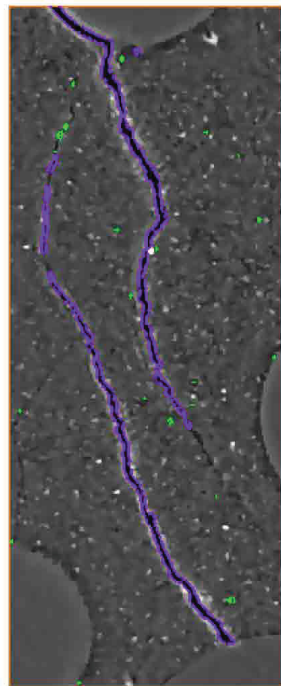
FIGURE 5.18 – Effets du traitement sur la dynamique du sous-volume.



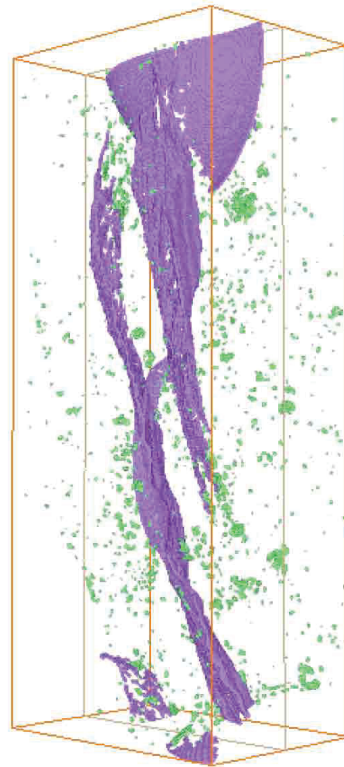
(a) Etat 2 (FM3D+AD) - Ligne de contours pour une valeur seuil de 0,24



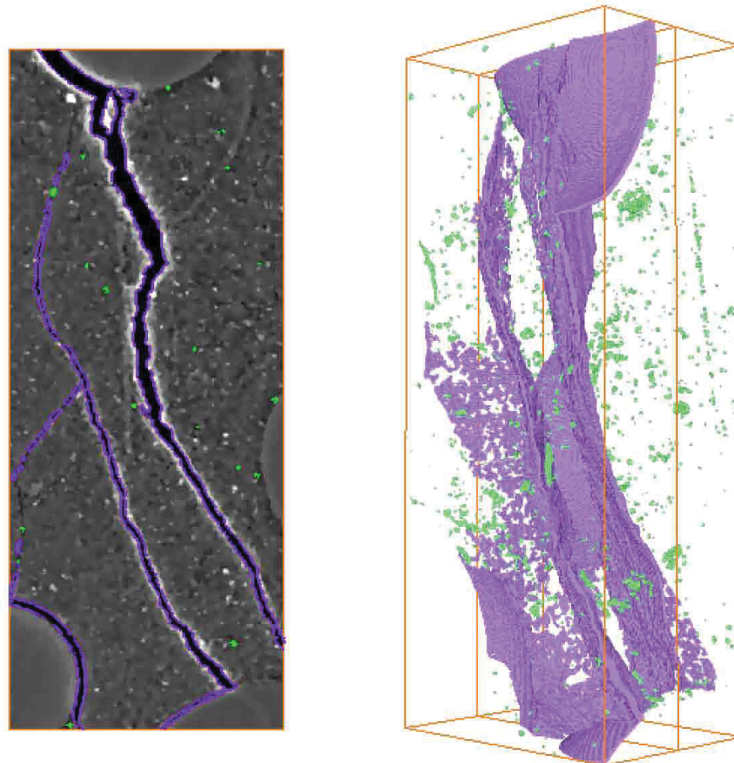
(b) Etat 2 (FM3D+AD) - Fissure isolée (violet) et ensemble de la porosité (vert)



(c) Etat 3 - Ligne de contours pour une valeur seuil de 0,24



(d) Etat 3 (FM3D+AD) - Fissure isolée (violet) et ensemble de la porosité (vert)



(e) Etat 4 (FM3D+AD) - Ligne de contours pour une valeur seuil de 0,24

(f) Etat 4 (FM3D+AD) - Fissure isolée (violet) et ensemble de la porosité (vert)

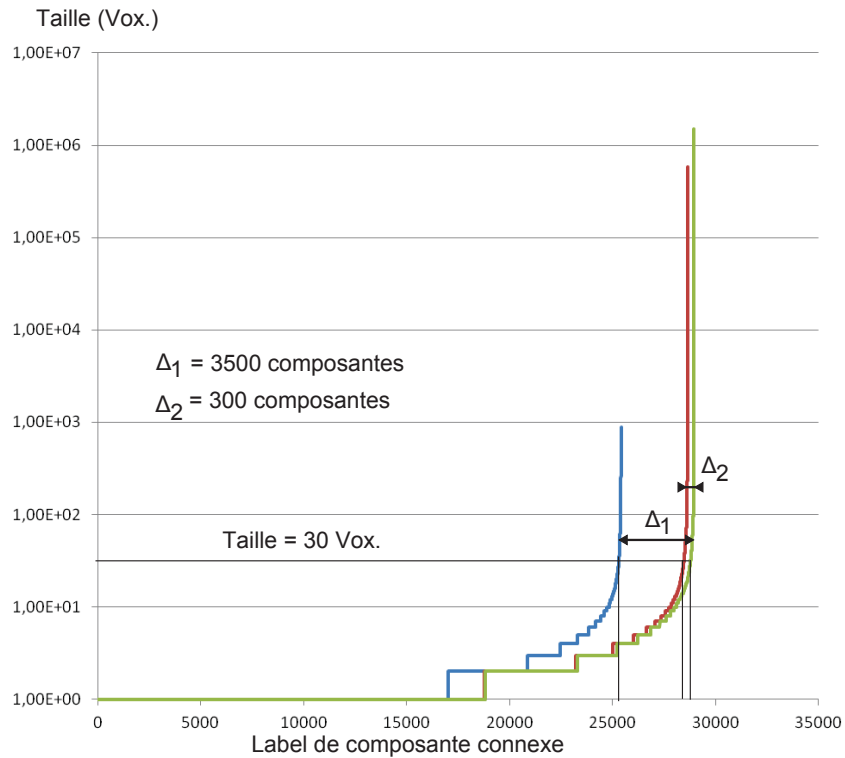
FIGURE 5.19 – Evolution des fissures dans le sous-volume après traitement et binarisation par seuillage automatique.

Impact du traitement sur les composantes connexes

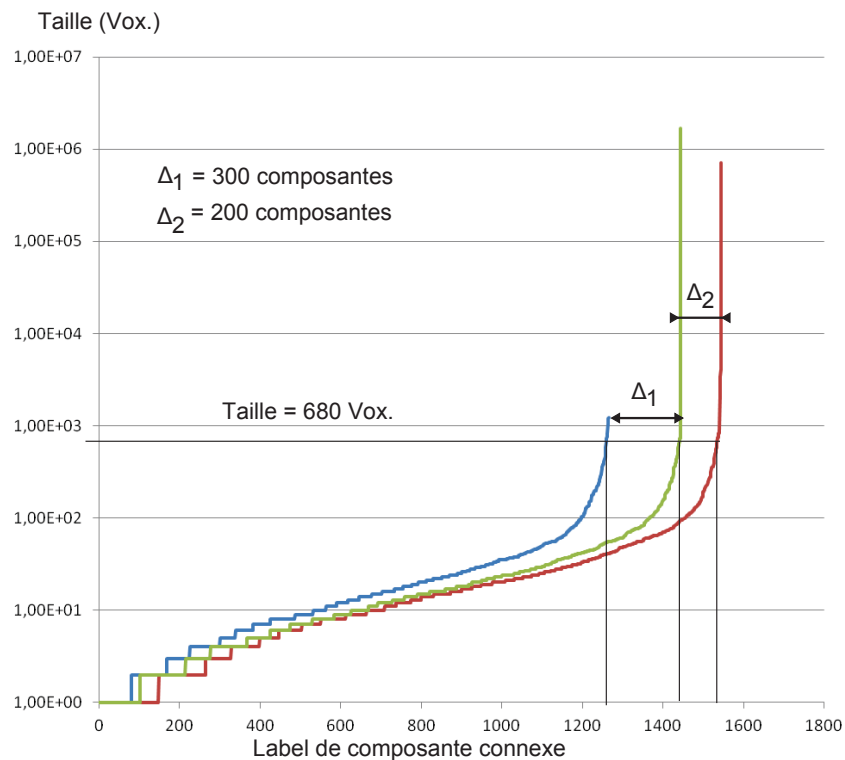
Comme dans le cas de l'acquisition en champ proche, la mesure des composantes connexes est effectuée sur les données brutes et les données traitées après binarisation des volumes aux valeurs de seuils automatiques (Fig. 5.20). Les effets constatés sont globalement les mêmes :

- Le nombre de composantes de faibles tailles est fortement réduit après l'application des filtres (FM3D+AD) et une diminution d'un facteur 20 est également observée sur le nombre de composantes.
- La population des composantes connexes de faibles dimensions varie entre les états d'endommagement notamment entre l'état sain (2) et les états endommagés (3 et 4). Ce phénomène est atténué une fois le traitement appliqué.

Les effets du traitement sont appréciables et permettent de mieux caractériser l'espace poral. Une remarque est à faire cependant sur la qualité initiale des données brutes qui présentent une microporosité bien inférieure à celle des données brutes acquises en champ proche (Fig. 5.13). De plus, l'écart entre les composantes de faibles dimensions Δ est du même ordre voire inférieur à celui mesuré sur les données acquises en transmission. Ainsi, les effets de la procédure d'élimination des composantes connexes de petites tailles aura des répercussions moins probantes sur les mesures de surface. Les écarts de mesures entre espace poral issu du traitement (FM3D+AD) et espace fissuré issu du traitement (FM3D+AD+CC) seront donc plus faibles que dans le cas d'une acquisition en champ proche.



(g) Répartition des composantes connexes dans le sous-volume non traité - Chaque composante est labélisée par ordre croissant de taille



(h) Répartition des composantes connexes dans le sous-volume après traitement (FM3D+AD)

FIGURE 5.20 – Effet des traitements sur les composantes connexes du sous-volume au cours de l'endommagement - Bleu : Etat 2, Rouge : Etat 3 et Vert : Etat 4.

Mesure de volume et de surface en cours d'endommagement

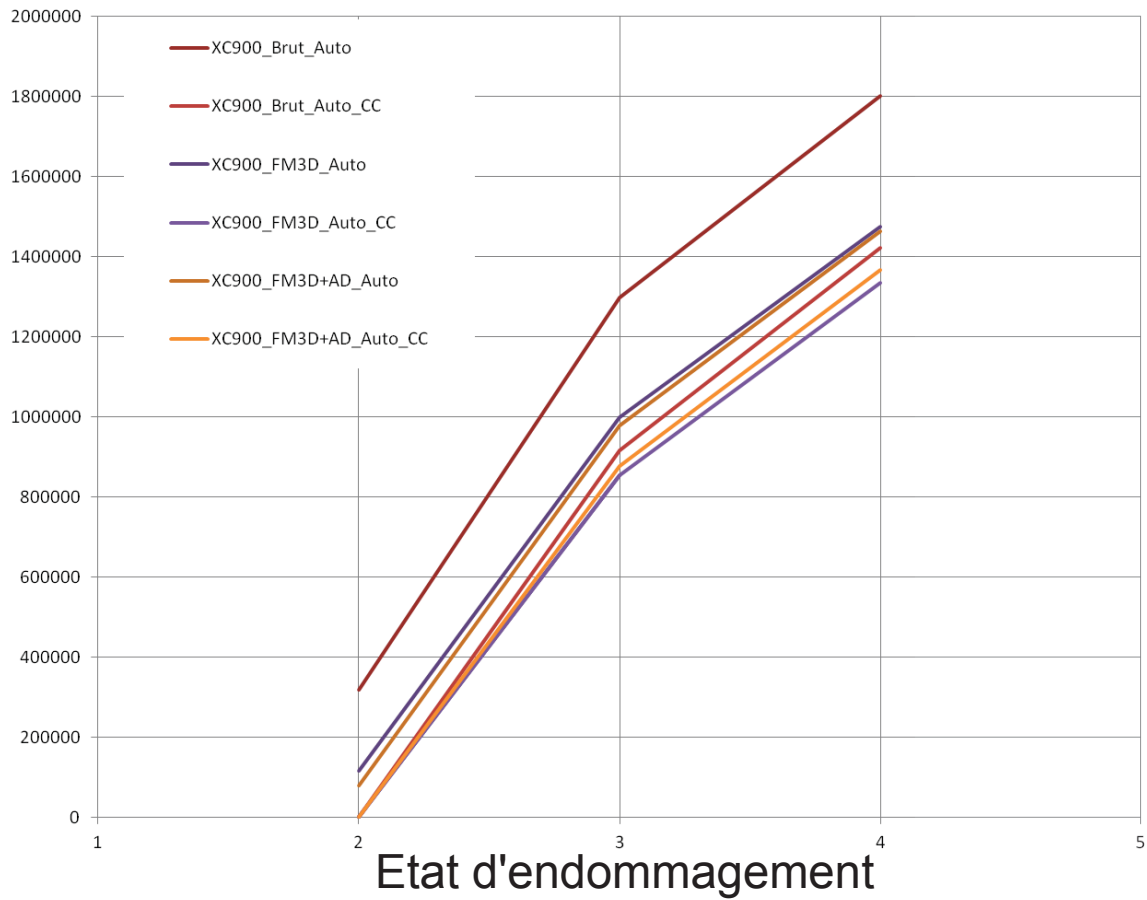
Après élimination des composantes connexes de petites tailles, l'espace fissuré de référence est défini et des mesures sont effectuées sur l'évolution de la surface (Fig. 5.21) et du volume (Fig. 5.22).

Là encore, l'effet du traitement est observé sur la mesure. Même si les écarts sur les incréments de surface de l'ordre de 10% restent acceptables entre la valeur référence (FM3D+AD+CC) et la valeur brute, un simple filtre médian permet de faire tomber l'écart à moins de 3%. Les mesures de surface de l'espace poral, hormis le cas des mesures sur les données brutes, restent dans une tolérance de 10 % autour des valeurs de surface de la fissure.

Ici, la mesure des volumes peut se faire directement sur les données brutes car l'écart constaté reste dans un intervalle raisonnable de 5 %. Le traitement consistant à utiliser un filtre médian suivi d'une diffusion anisotrope et une élimination des composantes connexes est cependant conservé afin de comparer les techniques d'acquisition de manière équivalente.

Surface (Px.)

Surface

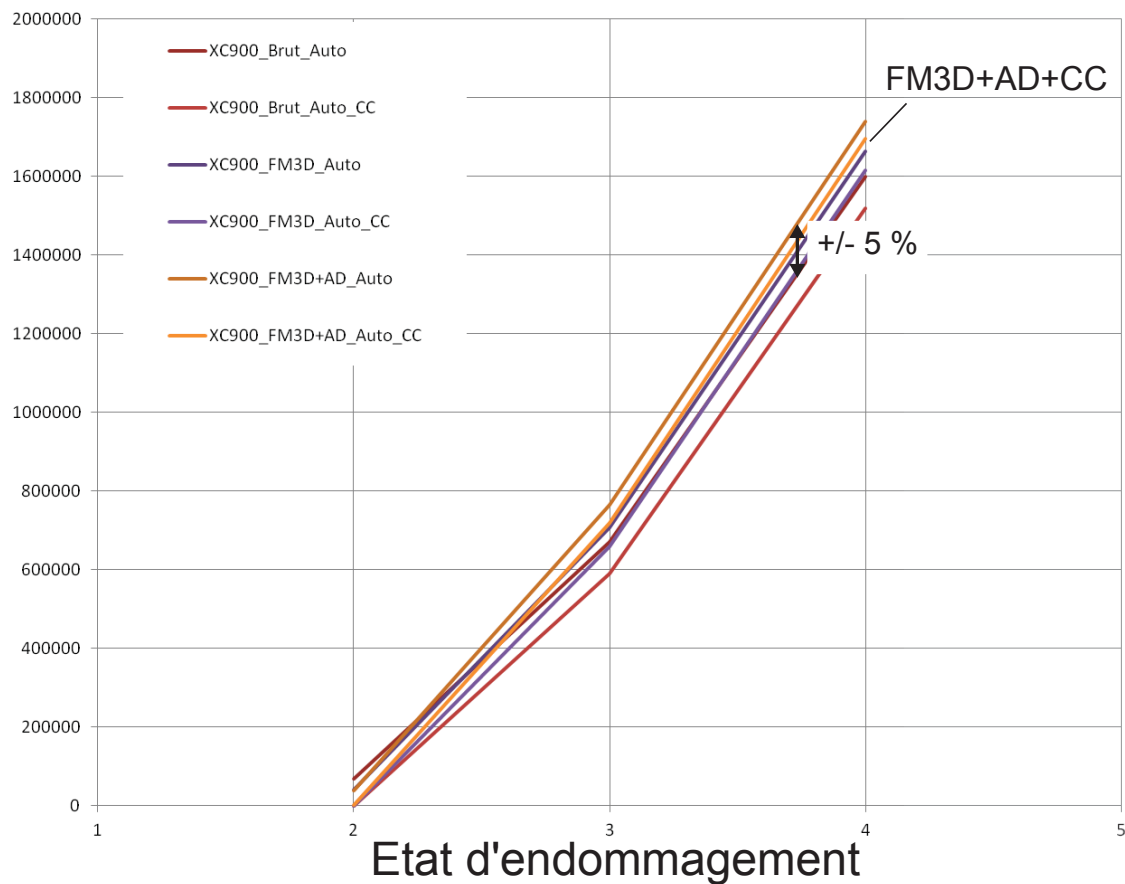


Etat	Traitement	Surface (Px.)	Evolution Surface (Px.)
2	Brut	317880	X
3	Brut	1297736	979856
4	Brut	1801692	503956
2	Brut + CC	1564	X
3	Brut + CC	915782	914218
4	Brut + CC	1422082	506300
2	FM3D	115196	X
3	FM3D	997824	882628
4	FM3D	1474108	476284
2	FM3D+CC	1526	X
3	FM3D+CC	854058	852532
4	FM3D+CC	1333398	479340
2	FM3D+AD	79886	X
3	FM3D+AD	978048	898162
4	FM3D+AD	1463120	485072
2	FM3D+AD+CC	1550	X
3	FM3D+AD+CC	877416	875866
4	FM3D+AD+CC	1366254	488838

FIGURE 5.21 – Evolution de la surface fissurée calculée avec les valeurs de seuil automatique.

Volume (Vox.)

Volume



Etat	Traitement	Volume (Vox.)	Evolution	Volume
2	Brut	69051	X	
3	Brut	671320		602269
4	Brut	1600901		928581
2	Brut + CC	899	X	
3	Brut + CC	590020		589121
4	Brut + CC	1520626		956184
2	FM3D	41087	X	
3	FM3D	707809		666722
4	FM3D	1663993		956184
2	FM3D+CC	1055	X	
3	FM3D+CC	659411		658356
4	FM3D+CC	1616655		957244
2	FM3D+AD	38933	X	
3	FM3D+AD	765156		726223
4	FM3D+AD	1740147		974991
2	FM3D+AD+CC	1196	X	
3	FM3D+AD+CC	719914		718718
4	FM3D+AD+CC	1696559		976645

FIGURE 5.22 – Evolution du volume fissuré calculée avec les valeurs de seuil automatique.

5.1.6 Comparaison des volumes issus d'acquisition en champ proche et en champ lointain

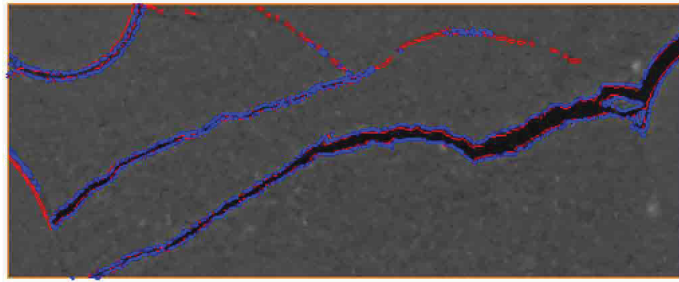
Comparaison sur les sous-volumes

Les volumes issus des acquisitions en champs proche et lointain sont finalement comparés après traitement (FM3D+AD+CC). La supériorité de l'acquisition en contraste de phase est constatée sur :

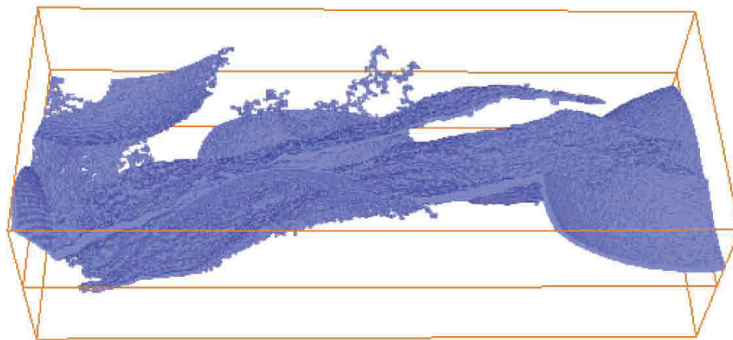
- La détection des fissures fines et des fronts de fissure (Fig. 5.23). La mesure de la surface de fissure est augmentée de 10% par rapport à une acquisition en transmission et l'incrément de surface mesurée entre l'état 3 et l'état 4 est 10% supérieur.
- Le suivi du front de fissure (Fig. 5.24). Le front de fissure est bien mieux identifié même si visuellement, une perte est constatée (Fig. 5.24b).

Les différences sur les mesures de volume et de surface sont également estimées dans le sous-volume après traitement global (Fig. 5.25). La surface mesurée est supérieure dans le cas d'une acquisition en contraste de phase alors que le volume mesuré est plus faible. Ceci est révélateur d'une détection d'éléments de faible épaisseur qui ont un facteur de forme élevé comme les fissures fines.

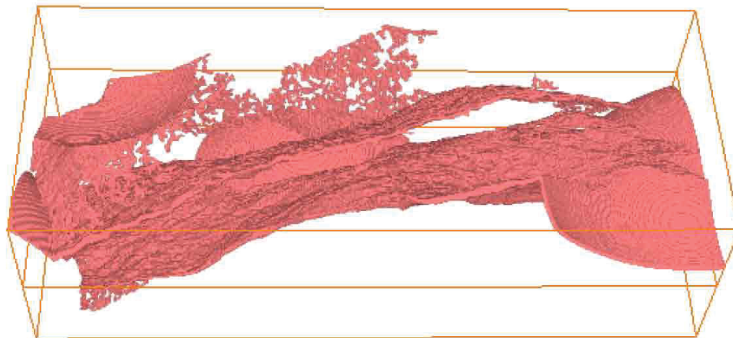
Afin de mieux caractériser les front de fissures, l'algorithme de bouchage de trou a été appliqué sur les volumes (Fig. 5.26). Une taille de trou de 10 voxels a été choisie et permet de remplir convenablement les trous. Ces effets au niveau de la mesure de surface et du volume sont faibles : la mesure de surface est augmentée d'environ 3 %, celle du volume moins de 1 %. Le front de fissure n'est pas étendu mais les fissures fines sont largement remplies par cet algorithme. Cette étape est relativement utile si la perspective d'un amincissement homotopique est envisagée car elle permet de transformer une surface trouée en une surface unie. Les mesures de surface seraient alors largement influencées par cet algorithme.



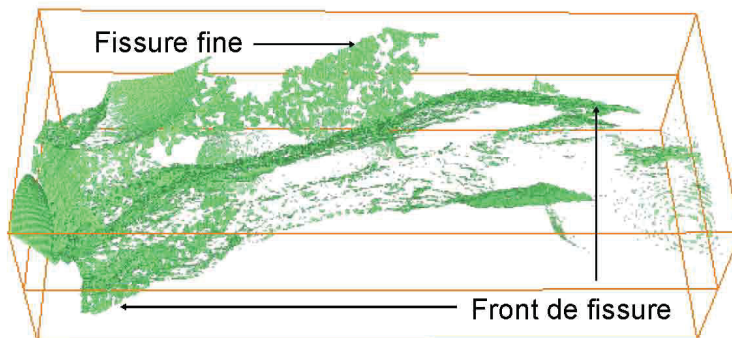
(a) Etat 4 (FM3D+AD+CC) - Lignes de contours pour une acquisition en champ proche (bleu) et lointain (rouge)



(b) Etat 4 (FM3D+AD+CC) - Fissure isolée en champ proche

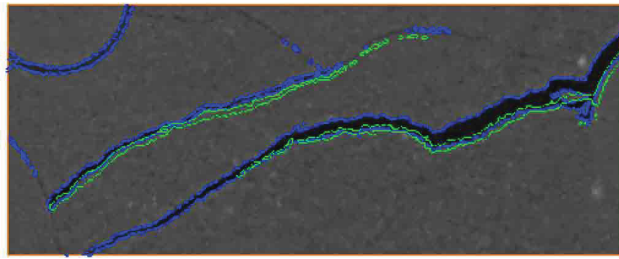


(c) Etat 4 (FM3D+AD+CC) - Fissure isolée en champ lointain

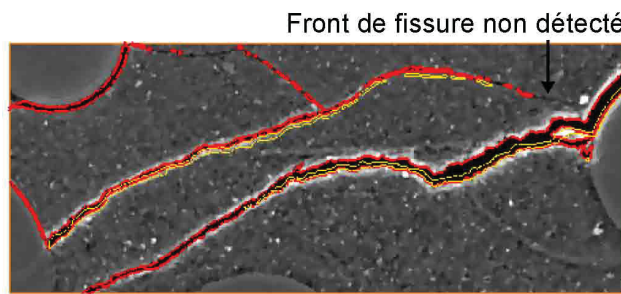


(d) Etat 4 - Différence entre les volumes issus d'acquisition en champ proche et champ lointain

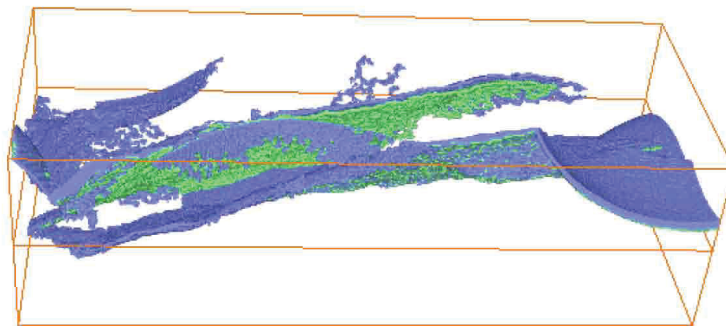
FIGURE 5.23 – Comparaison des acquisitions en champ proche et lointain pour la détection des fissures fines - Les fissures fines et les fronts de fissure sont facilement isolés en contraste de phase.



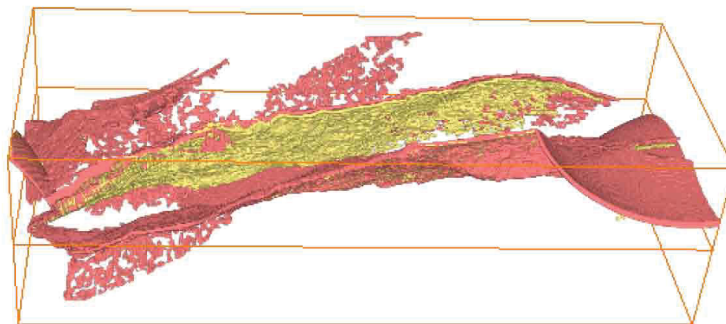
(a) Champ proche (FM3D+AD+CC) - Lignes de contours aux états 3 (vert) et 4 (bleu)



(b) Champ lointain (FM3D+AD+CC) - Lignes de contours aux états 3 (jaune) et 4 (rouge)

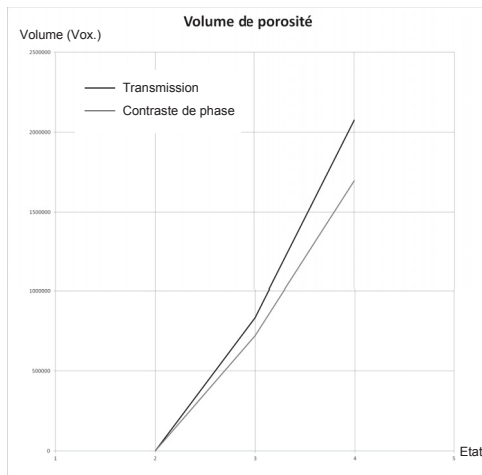


(c) Champ proche (FM3D+AD+CC) - Evolution de la fissure entre les états 3 et 4

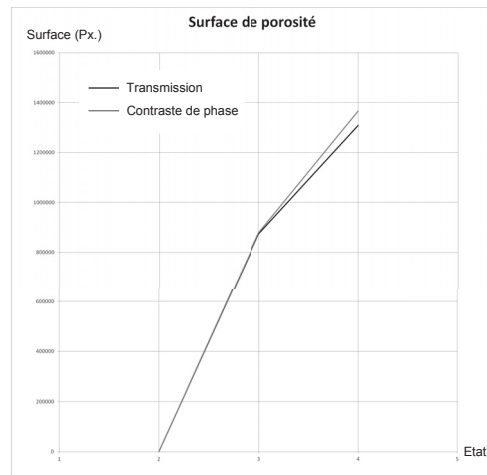


(d) Champ lointain (FM3D+AD+CC) - Evolution de la fissure entre les états 3 et 4

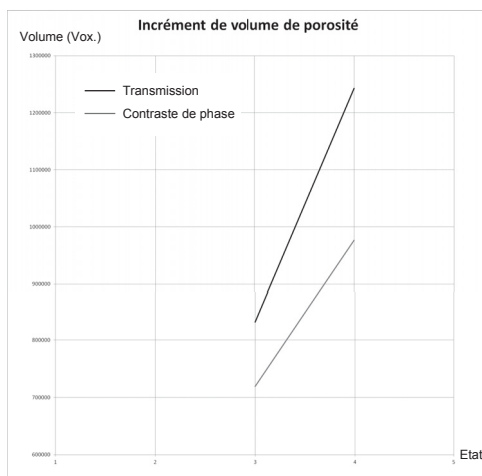
FIGURE 5.24 – Comparaison des acquisitions en champ proche et lointain pour le suivi du front de fissure - Le contraste de phase permet un suivi plus fin du front de fissure.



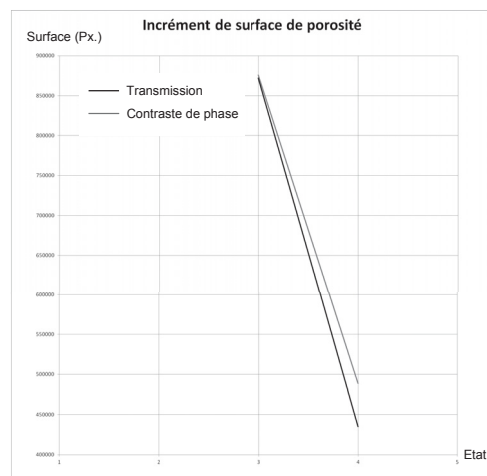
(a) Mesure du volume de porosité



(b) Mesure de surface

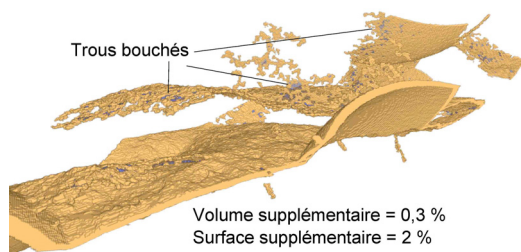


(c) Incrément de volume entre deux états consécutifs - Calculé comme la différence de volume mesuré entre l'état i et l'état $i-1$

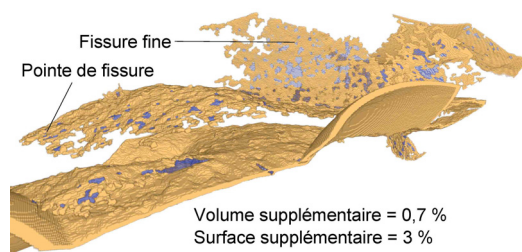


(d) Incrément de surface entre deux états consécutifs - Calculé comme la différence de volume mesuré entre l'état i et l'état $i-1$

FIGURE 5.25 – Différence de mesure entre acquisition en transmission et contraste de phase.



(a) Champ proche - Etat 4



(b) Champ lointain - Etat 4

FIGURE 5.26 – Comparaison des pointes de fissures et des fissures fines après bouchage des trous - L'algorithme semble plus utile sur les données issues de l'acquisition en contraste de phase (b).

Comparaison sur les volumes entiers

L'étude des sous-volumes a permis de préciser la procédure de traitement post-reconstruction qui est maintenant appliquée aux volumes complets. Une étape supplémentaire de construction d'un masque est néanmoins nécessaire pour isoler correctement la porosité interne du matériau.

Les résultats du traitement sont donc constatés sur les volumes entiers en champ proche (Fig. 5.27) et champ lointain (Fig. 5.28) et l'étude se fera cette fois sur les états 1 à 4, l'état 2 étant déjà un état fissuré du matériau. La supériorité de l'acquisition en contraste de phase est constatée visuellement au niveau de la détection des frontières entre billes de verres et ciment dans l'état initial (Fig. 5.28a).

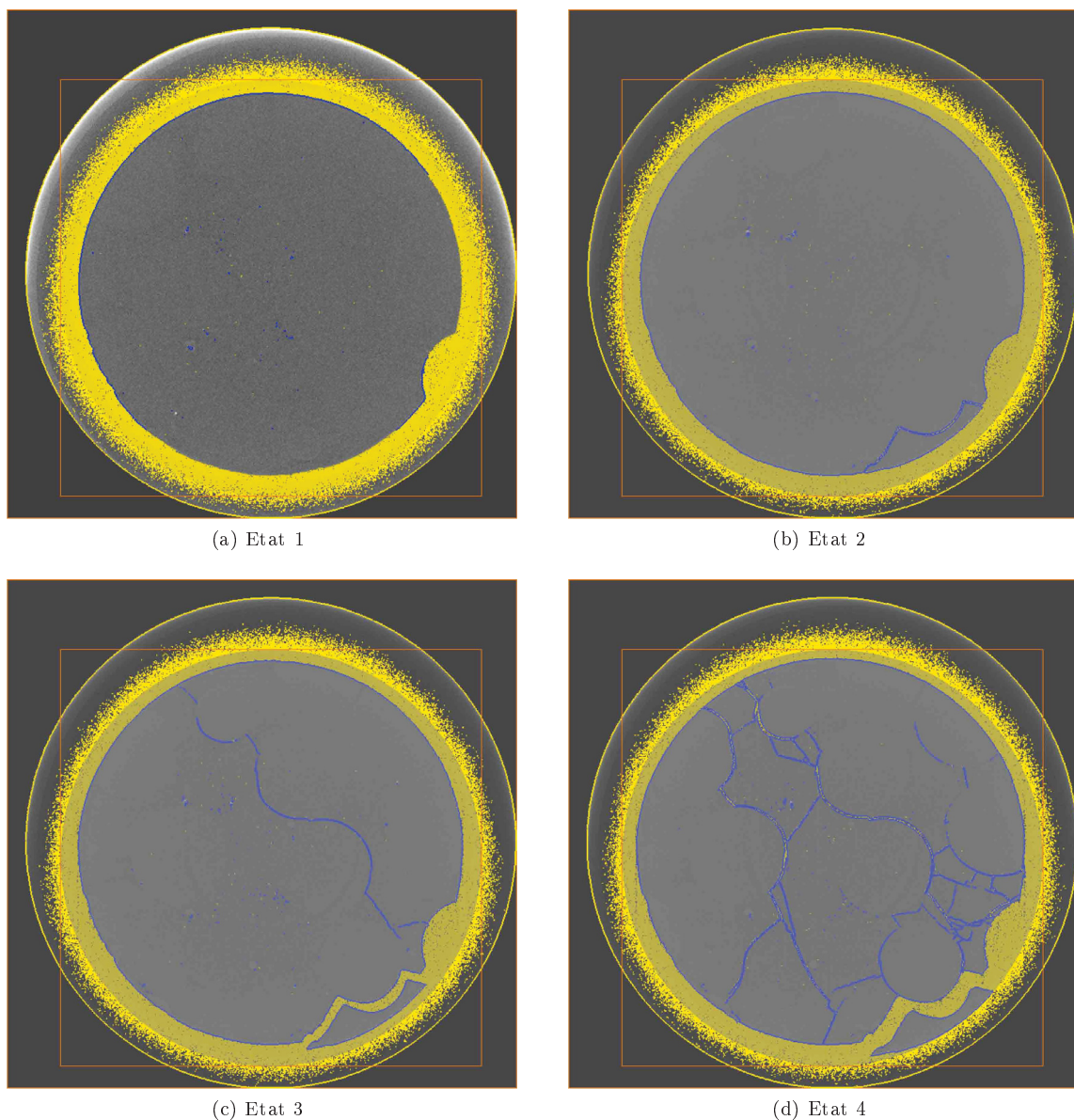


FIGURE 5.27 – Transmission : section centrale au cours de l'endommagement. Les lignes isocontour aux valeurs de seuils automatiques pour les données brutes et post-traitement (FM3D+AD) sont illustrées respectivement en jaune et bleu.

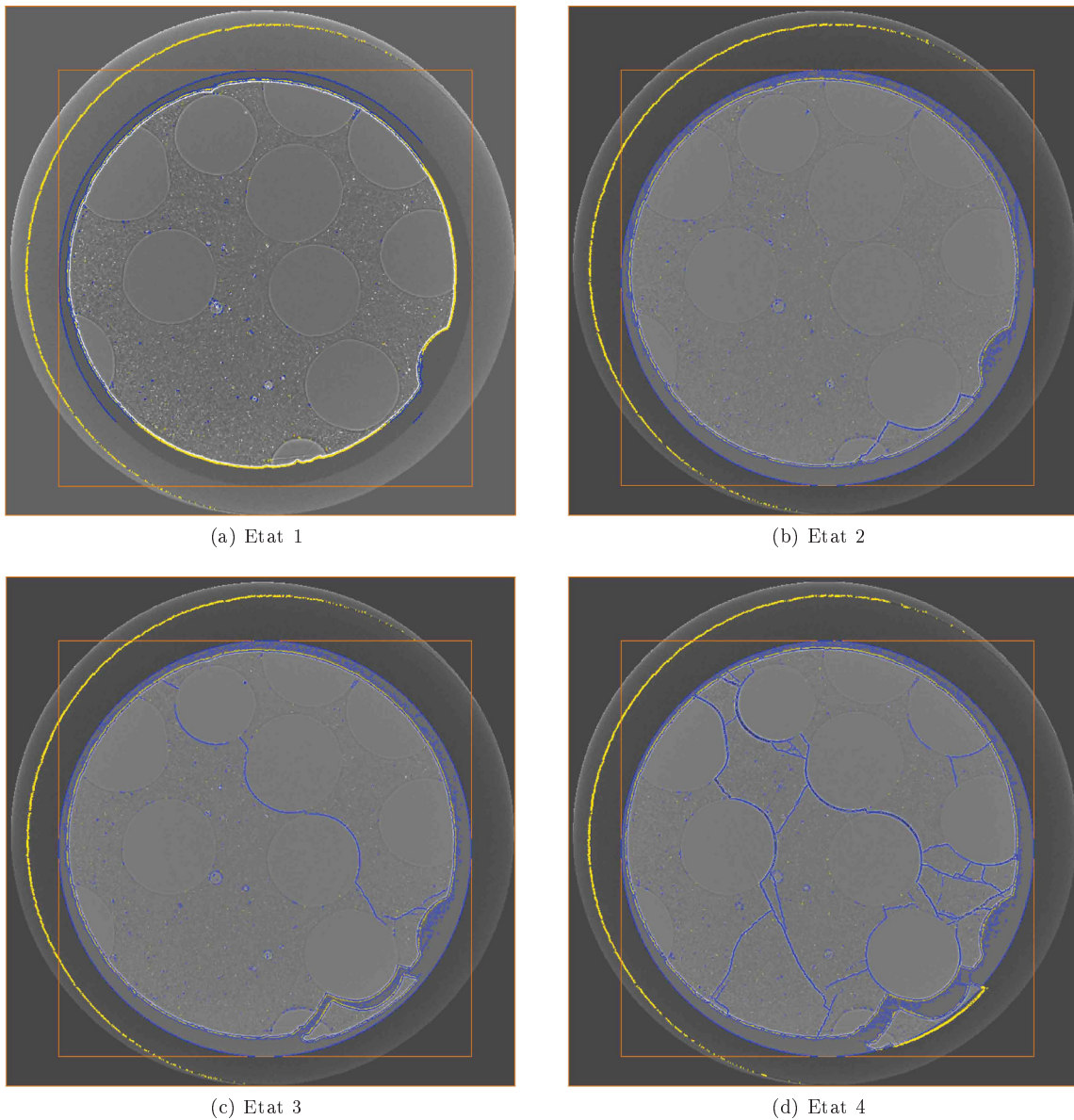
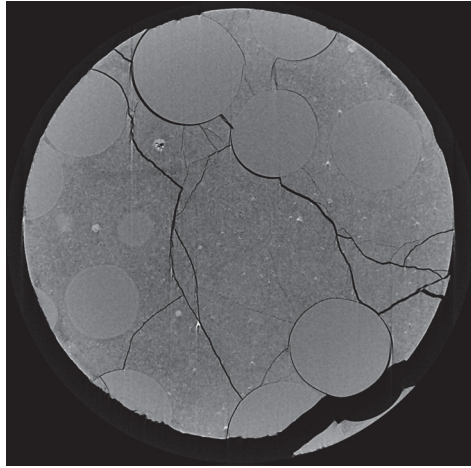
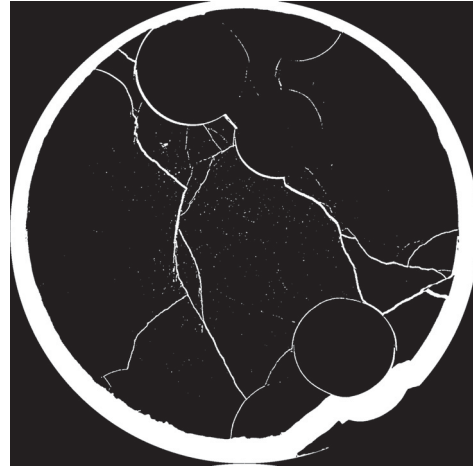


FIGURE 5.28 – Contraste de phase : section centrale au cours de l'endommagement. Les lignes isocontour aux valeurs de seuils automatiques pour les données brutes et post-traitées (FM3D+AD) sont illustrées respectivement en jaune et bleu.

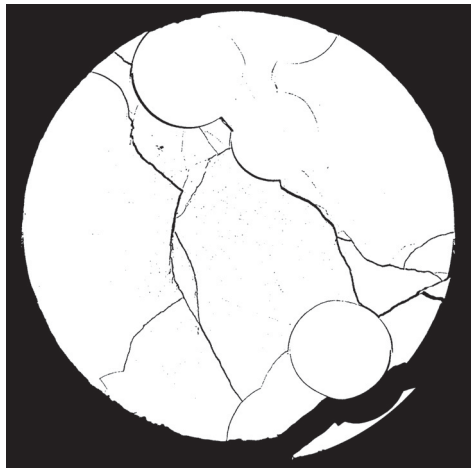
Le traitement permet effectivement de mieux isoler l'espace fissuré même si ses effets sont beaucoup moins nets en contraste de phase. Dans ce cas, il permet d'épaissir certaines fissures et de rendre continue des fissures discontinues mais ceci reste visuellement peu discriminant par rapport aux données brutes. Les images sont néanmoins inexploitable en l'état pour des mesures de surface et volume. Il faut en effet définir la frontière avec l'extérieur et établir une zone globale dans laquelle la porosité isolée sera étudiée. Pour ce faire, un masque est créé puis appliqué sur les données traitées (Fig. 5.29). Ce masque, créé à partir des images en champ proche traitées (FM3D+AD) exclut la frontière avec l'extérieure de la zone d'étude. L'évolution de la fissure est donc véritablement estimée à l'intérieur de l'éprouvette et les effets d'augmentation de surface induits par le détachement de certaines parties en périphérie sont minimisés.



(a) Section de départ après traitement (FM3D+AD)



(b) Seuillage de la phase poreuse



(c) Seuillage de la phase solide



(d) Remplissage des fissures internes par n_1 dilations successives suivies de n_1 érosions ($n_1 = 10$)



(e) Diminution du contour extérieur par n_2 érosions ($n_2 = 10$)



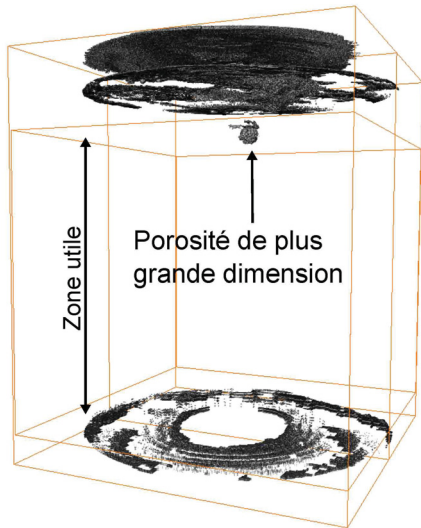
(f) Application du masque par simple multiplication avec les données seuillées

FIGURE 5.29 – Création d'un masque d'élimination de frontière - Les porosités situées à une distance n_2 de la frontière initiale sont rejetées par ce traitement.

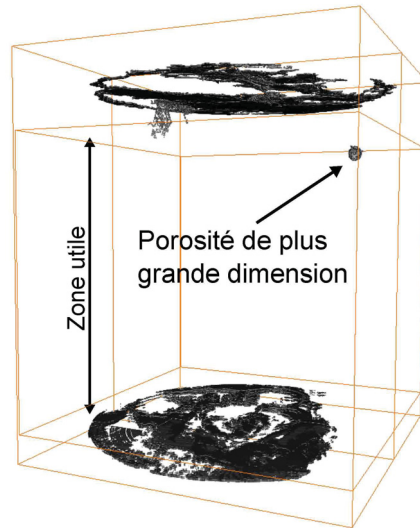
Après application du masque, les volumes sont finalement exploitables et les composantes parasites de petites dimensions sont éliminées. Comme sur les sous-volumes, la taille limite de détection est définie par l'analyse de l'état non fissuré (état 1). Les composantes connexes apparaissant à l'interface éprouvette-appui ne sont pas prises en compte dans la définition de la taille limite de détection et le volume d'étude a été restreint à une zone utile. La porosité initiale du matériau est complètement négligée dans l'estimation de la géométrie de la fissure. Certaines zones de la fissure se trouvent cependant affectées par ce processus d'élimination et une étude plus poussée sur le choix de la taille limite est susceptible d'améliorer considérablement les mesures. Un critère objectif reste à définir. L'évolution du réseau de fissures est donc caractérisée (Fig. 5.30). La porosité de plus grande dimension qui sert à la définition de la taille limite de détection est indiquée sur les images de l'éprouvette à l'état initial (état 1). Ces porosités sont effectivement prises en compte tout le long de la fissuration. Sa disparition constatée à partir de l'état 3 en champ lointain est attribuée à une diminution de son volume sous les efforts de pression qui font décroître son volume en deçà de la taille de détection. Une autre porosité apparaissant à l'état 2 disparaît dans les états suivants pour les mêmes raisons. Son apparition peut être attribuée à des variations de volumes de composantes induit par la non adaptabilité de la valeur de seuil au cours de l'endommagement. En effet, la sensibilité à la valeur seuil peut engendrer un léger surplus du volume de cette porosité qui devient alors plus grande que la taille de détection limite. Cette remarque reste également valable pour expliquer la disparition de ces porosités. La visualisation des fissures permet de préciser qualitativement le déroulement de la rupture de ce type de matériau :

- Une fissure principale se crée et se propage de part en part de l'éprouvette.
- D'autres fissures apparaissent alors avec des orientations différentes mais toujours avec une propagation dans le sens préférentiel de l'application de l'effort.
- Finalement le réseau de fissures s'étend et l'ensemble fissuré est entièrement connecté.

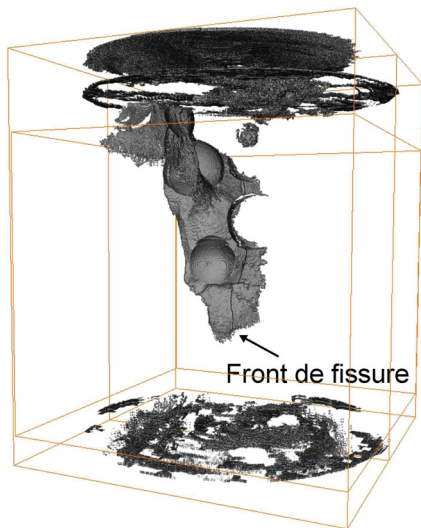
Des mesures de surface et volume sont finalement réalisées dans la zone utile. Une comparaison est faite entre les données issues d'une microtomographie en transmission et contraste de phase avant et après élimination de la porosité interne (Fig. 5.31). Contrairement aux sous-volumes, la surface mesurée tend à croître de plus en plus au cours de l'endommagement. Cet aspect est révélateur de l'apparition de nouvelles fissures hors du champ de vue du sous-volume et d'une propagation peu contrôlée. En effet, les conditions expérimentales modifiées à la suite de la défaillance du capteur optique n'ont pas permis d'utiliser le système dans des conditions normales. Ainsi, la régulation de la propagation de la fissure s'est faite manuellement, l'opérateur stoppant le chargement à chaque signal acoustique détecté. Ces conditions ont favorisé le caractère instable de la fissuration et donc l'apparition de fissures conséquentes entre deux états. L'évolution du volume est cohérente avec les observations faites sur le sous-volume : le volume de fissure augmente de plus en plus au cours de l'endommagement. Par contre, la surface mesurée dans le cas d'une acquisition en transmission est du même ordre que celle mesurée avec une acquisition en contraste de phase. Les écarts étaient déjà faibles dans l'étude du sous-volume mais, comme attendu, la surface mesurée en contraste de phase dans l'état 4 restait supérieure à celle mesurée en transmission. Ici, les écarts sont relativement faibles mais la tendance opposée est constatée. Ceci peut être imputé à l'élimination de certaines composantes connexes de tailles très proches de la taille limite de détection dans les volumes issus d'acquisition en contraste de phase. Ainsi, même si les acquisitions en contraste de phase permettent d'être localement plus précis sur la description géométrique des fissures (Fig. 5.30), la mesure de données macroscopiques telle la surface de fissure ne reflète pas pour autant la supériorité de la méthode par rapport à des acquisitions en transmission. Les effets du traitement sur les images acquises en transmission sont donc positifs puisqu'il permet de rapprocher l'estimation de la surface et du volume de l'espace fissuré de mesures issues d'acquisition en contraste de phase décrivant mieux la fissure localement.



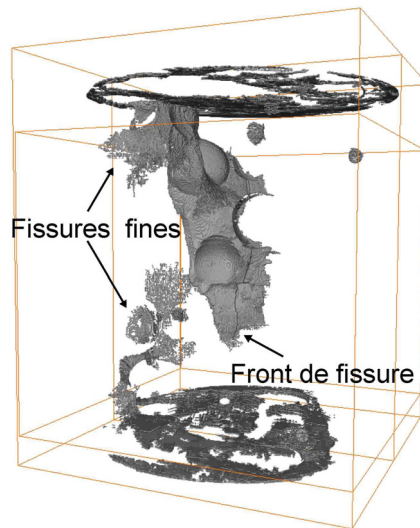
(a) XC = 100 - Etat 1



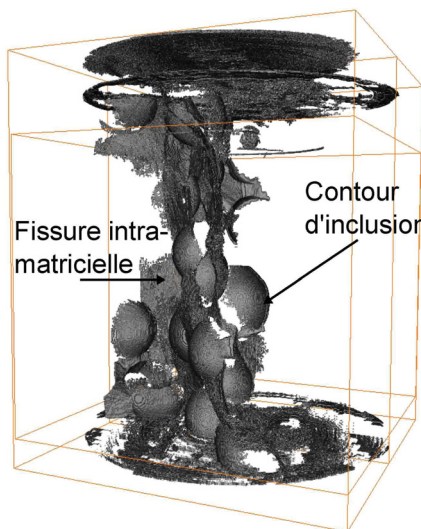
(b) XC = 900 - Etat 1



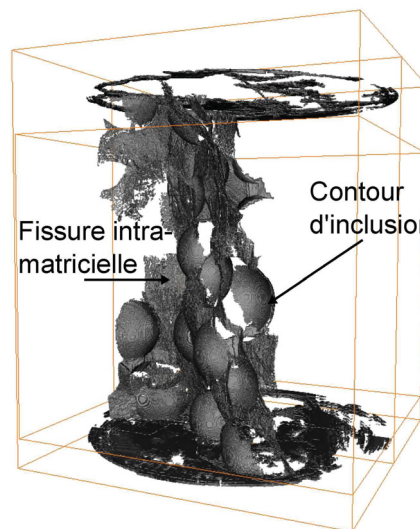
(c) XC = 100 - Etat 2



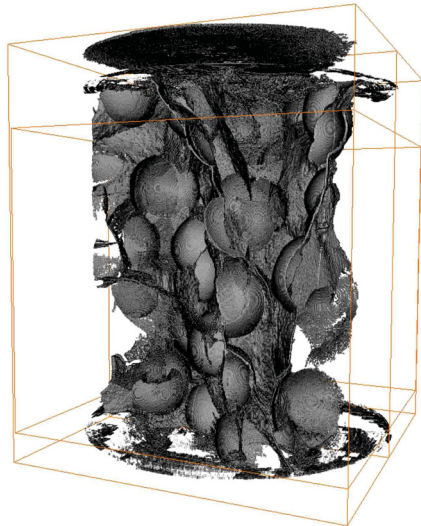
(d) XC = 900 - Etat 2



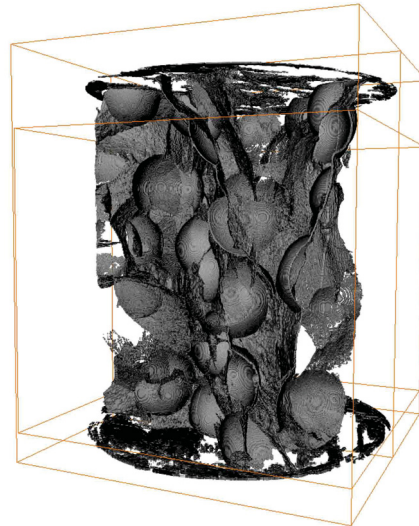
(e) XC = 100 - Etat 3



(f) XC = 900 - Etat 3

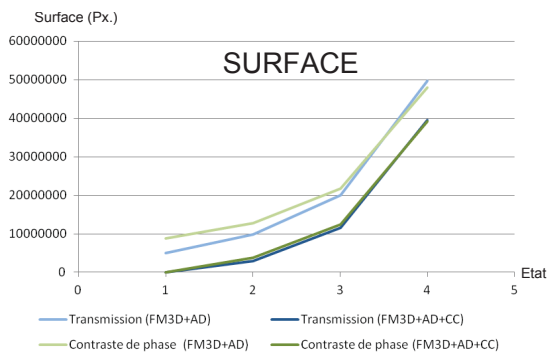


(g) $XC = 100$ - Etat 4

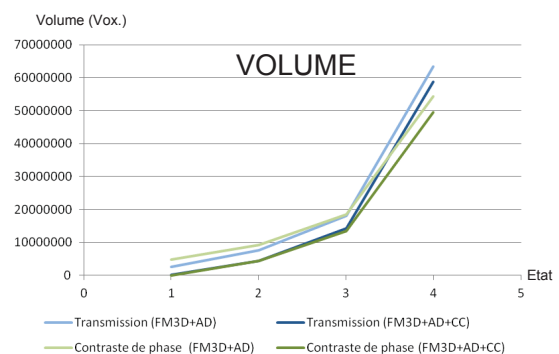


(h) $XC = 900$ - Etat 4

FIGURE 5.30 – Evolution du réseau de fissures après traitement (FM3D+AD+CC). En champ lointain ($XC = 900$), les fissures fines sont caractérisées plus tôt qu'en champs proche ($XC = 100$).



(i) Surface de fissure



(j) Volume de fissure

FIGURE 5.31 – Mesure du volume et la surface dans le volume total après traitement (FM3D+AD) et (FM3D+AD+CC).

Ainsi, la géométrie tridimensionnelle du réseau de fissures a pu être identifiée dans des éprouvettes en cours d'endommagement grâce à l'utilisation d'un traitement simple et reproductible. L'automatisation des valeurs de seuil permet en effet de rendre les mesures moins subjectives et l'utilisation de modules simples rend la procédure facilement accessible. Dès lors, les mesures de surface et de volume de l'espace fissuré ont pu être faites et des comparaisons ont pu être réalisées sur les résultats obtenus par deux méthodes d'acquisition : la transmission et le contraste de phase. Les mesures sur les volumes complets ont permis de constater les faibles écarts sur les mesures macroscopiques de volume et de surface entre une acquisition en transmission et une acquisition en contraste de phase. L'algorithme de bouchage de trou, utilisé sur les sous-volumes serait un moyen de mieux préciser ces mesures notamment dans le cas d'acquisition en contraste de phase. La supériorité des acquisitions en champ lointain pour la description locale du phénomène de fissuration fait qu'elles doivent être privilégiées si une description fine du phénomène de fissuration est souhaitée, comme par exemple, dans le cas d'une implémentation de la géométrie endommagée réelle dans un modèle type éléments finis.

Conclusion

Un dispositif de compression in-situ ayant une résolution inférieure à $5 \mu\text{m}$ a été conçu et a permis de caractériser l'évolution du réseau de fissures au cours de l'endommagement d'éprouvettes par microtomographie X. Une procédure de traitement augmentant à la fois la qualité des images issues d'acquisition synchrotron en transmission ou en contraste de phase a été implémentée et les possibilités de techniques d'identification alternatives comme la DVC ont été présentées. La procédure de traitement choisie a permis de caractériser plus finement l'espace fissuré en éliminant les perturbations de mesure dues à la présence de composantes connexes de petites dimensions dans les images seuillées. La mesure de l'évolution de la surface et du volume de fissure a donc été possible au cours de l'endommagement d'un échantillon cylindrique de mortier ciment - billes de verre sous compression. Les mesures ont été réalisées en synchrotron via deux techniques d'acquisition différentes :

- La microtomographie en transmission qui fournit une cartographie 3D des coefficients d'absorption linéaires du matériau.
- La microtomographie en contraste de phase qui exploite les phénomènes d'interférence aux niveau des interfaces entre phase de composition différentes.

Une comparaison a été faite entre les deux techniques sur un sous-volume ainsi que sur le volume total et la géométrie 3D du réseau de fissure a été caractérisée.

Cependant, aucune donnée n'a encore pu être acquise en microtomographe de laboratoire. En effet, les problèmes liés à la sensibilité du capteur optique au rayonnement X imposent quelques changement dans la géométrie du système. Lors des acquisitions synchrotron, le flux intense de photons énergétiques traversant le capteur avait noirci l'ensemble des lentilles optiques le composant, le rendant inutilisable. Des éléments de protection en plomb seront donc implantés dans la version future du dispositif de compression afin de protéger ce capteur. Des solutions alternatives utilisant d'autres types de capteurs sont également à l'étude.

Le problème de décalage sur les mesures d'effort et de déplacement est également à examiner. L'explication proposée au chapitre 3 doit être vérifiée et une solution technologique trouvée.

Finalement, les techniques alternatives de caractérisation du réseau de fissures, décrites dans le chapitre 4, et qui n'ont pas pu être utilisées dans la présente étude pourront être appliquées sur les données acquises. Ces données pourront donc être traitées par corrélation d'image volumique afin de caractériser encore plus finement le réseau de fissures. Les mesures de surface et de volume seront alors plus pertinentes car la méthode se défait des imprécisions engendrées par le choix de la valeur seuil ainsi que des perturbations engendrées par la présence de la porosité initiale de l'éprouvette. De plus, les fronts de fissures seront *a priori* mieux caractérisés par cette méthode car le calcul du champ de déplacement effectué sur un nombre conséquent de voxels permet d'atteindre des résolutions en deçà de la précision d'acquisition. Les fissures sont donc détectables au plus tôt et décrites de manière plus précise. Les outils topologiques comme l'algorithme de bouchage de trou et les techniques d'amincissement homotopiques permettront alors de mesurer la surface du réseau de fissures et des estimations de l'énergie de fissuration pourront être faites. La géométrie du réseau pourra alors faire l'objet d'une implémentation dans des modèles de calcul dans l'optique de définir un modèle comportemental plus fin pour ce type de matériau.

Bibliographie

- [ABP02] Z. Aktouf, G. Bertrand, and L. Perroton. A three-dimensional holes closing algorithm. *Pattern Recognition Letters*, 23(5) :523–531, 2002.
- [AG89] G.S.T. Armer and F.J. Grimer. On the use of full stress-strain characteristics in structural analysis. *Materials and Structures*, 22(1) :48–52, 1989.
- [BBM⁺00] J. Baruchel, J.-Y. Buffière, E. Maire, P. Merle, and G. Peix. *X-ray tomography in material science*. HERMES Science Publication, 2000.
- [BC06] D. Bernard and A. Chirazi. *Advances in X-ray Tomography for Geomaterials*, chapter Numerically Enhanced Microtomographic Imaging Method Using a Novel Ring Artefact Filter, pages 119–124. ISTE Ltd, 2006.
- [Ber94] G. Bertrand. Simple points, topological numbers and geodesic neighborhoods in cubic grids. *Pattern Recognition Letters*, 15(10) :1003–1011, 1994.
- [BGCP11] D. Bernard, O. Guillon, N. Combaret, and E. Plougonven. Constrained sintering of glass films : Microstructure evolution assessed through synchrotron computed microtomography. *Acta Materialia*, 59(16) :6228–6238, 2011.
- [BKK12] M. Beister, D. Kolditz, and W.A. Kalender. Iterative reconstruction methods in X-ray CT. *Physica Medica*, 28(2) :94–108, 2012.
- [BPUK10] M.A. Beltran, D.M. Paganin, K. Uesugi, and M.J. Kitchen. 2D and 3D X-ray phase retrieval of multi-material objects using a single defocus distance. *Optics Express*, 18(7) :6423–6436, 2010.
- [BR90] J.M. Berthelot and J.L. Robert. Damage evaluation of concrete test specimens related to failure analysis. *Journal of Engineering Mechanics*, 116 :587–604, 1990.
- [BSFS99] B.K. Bay, T.S. Smith, D.P. Fyhrie, and M. Saad. Digital volume correlation : Three-dimensional strain mapping using X-ray tomography. *Experimental Mechanics*, 39(3) :217–226, 1999.
- [CEM⁺93] J. Cazaux, D. Erre, D. Mouze, J.M. Patat, S. Rondot, A. Sasov, P. Trebbia, and A. Zolfaghari. Recent developments in X-ray projection microscopy and X-ray microtomography applied to materials science. *Journal De Physique*, 3(C7) :2099–2104, 1993.
- [CFF⁺05] H. Cubero, J.-P. Fauvarques, G. Farizy, J.-C. Sangleboeuf, and J.-L. Chermant. Essais de traction in-situ de composites à matrices céramiques. *Annales de chimie - Science des matériaux*, 30(6) :637–647, 2005.
- [CGB⁺11] C. Chateau, L. Gélébart, M. Bornert, J. Crépin, E. Boller, C. Sauder, and W. Ludwig. *In situ* X-ray microtomography characterization of damage in SiC(f)/SiC minicomposites. *Composites Science and Technology*, 71(6) :916 – 924, 2011.
- [Chr84] G. Christ. Exact treatment of the dual-energy method in CT using polyenergetic X-ray spectra. *Physics in Medicine and Biology*, 29(12) :1501–1510, 1984.
- [CLB⁺99] P. Cloetens, W. Ludwig, J. Baruchel, D. Van Dyck, J. Van Landuyt, J.P. Guigay, and M. Schlenker. Holotomography : Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation X-rays. *Applied Physics Letters*, 75(19) :2912–2914, 1999.
- [CLG⁺00] P. Cloetens, W. Ludwig, J.-P. Guiga, J. Baruchel, M. Schlenker, and D. Van Dyck. *X-Ray Tomography in Material Science*, chapter 2. Phase contrast tomography, pages 29–44. HERMES Science Publication, 2000.

- [Cor63] A.M. Cormack. Representation of a function by its line integrals, with some radiological applications. *Journal of Applied Physics*, 34(9) :2722–2727, 1963.
- [Cor64] A.M. Cormack. Representation of a function by its line integrals, with some radiological applications. ii. *Journal of Applied Physics*, 35(10) :2908–2913, 1964.
- [CPSB⁺97] P. Cloetens, M. Pateyron-Salomé, J.-Y. Buffière, G. Peix, J. Baruchel, F. Peyrin, and M. Schlenker. Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *Journal of Applied Physics*, 81(9) :5878–5886, 1997.
- [Des83] J. Desrue. Sur l’application de la stéréophotogrammètrie à la mesure des grandes déformations. *Revue Française de Mécanique*, 3 :55–63, 1983.
- [EGP⁺07] K. Elaqua, N. Godin, G. Peix, M. R’Mili, and G. Fantozzi. Damage evolution analysis in mortar, during compressive loading using acoustic emission and X-ray tomography : Effects of the sand/cement ratio. *Cement and Concrete Research*, 37(5) :703–713, 2007.
- [FDK84] L. A. Feldkamp, L. C. Davis, and J. W. Kress. Practical cone-beam algorithm. *J. Opt. Soc. Am. A*, 1(6) :612–619, Jun 1984.
- [FPVS⁺07] H. Follet, F. Peyrin, E. Vidal-Salle, A. Bonnassie, C. Rumelhart, and P.J. Meunier. Intrinsic mechanical properties of trabecular calcaneus determined by finite-element models using 3D synchrotron microtomography. *Journal of Biomechanics*, 40(10) :2174–2183, 2007.
- [GPM⁺06] T.E Gureyev, D.M. Paganin, G.R. Myers, Y. Nesterets, and S.W. Wilkins. Phase-and-amplitude computer tomography. *Applied Physics Letters*, 89(3), 2006.
- [Gri21] A.A. Griffith. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character*, 221(582-593) :163–198, 1921.
- [Ham77] R. W. Hamming. *Digital filters*. Prentice Hall, 1977.
- [Her87] H. Hertz. Ueber einen Einfluss des ultravioletten Lichtes auf die elektrische Entladung. *Annalen der Physik*, 267 :983–1000, 1887.
- [HIG⁺04] L. Holzer, F. Indutnyi, P. Gasser, B. Münch, and M. Wegmann. Three-dimensional analysis of porous BaTiO₃ ceramics using FIB nanotomography. *Journal of Microscopy*, 216(1) :84–95, 2004.
- [HM98] P. Hammersberg and M. Mangard. Correction for beam hardening artefacts in computerised tomography. *Journal of X-Ray Science and Technology*, 8 :75–93, 1998.
- [Hou73] G.N. Hounsfield. Computerized transverse axial scanning (tomography) : I. description of system. *British Journal of Radiology*, 46(552) :1016–1022, 1973.
- [HSSW63] T.T.C. Hsu, F.O. Slate, G.M. Sturman, and G. Winter. Microcracking of plain concrete and the shape of the stress-strain curve. *Journal of american concrete institut*, 60(2) :209–224, 1963.
- [Irw57] G.R. Irwin. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24 :361–364, 1957.
- [JCB10] M. Janaszewski, M. Couprie, and L.>About. Hole filling in 3D volumetric objects. *Pattern Recognition*, 43(10) :3548–3559, 2010.
- [JTV09] H.M. Jennings, J.J. Thomas, and I. Vlahinic. Can nano-models lead to improved concrete ? Materials science as the intersection of chemistry and mechanics. *Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and Concrete Structures - Proceedings of the 8th Int. Conference on Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and Concrete Structures*, 1 :11–23, 2009.
- [KR89] T.Y. Kong and A. Rosenfeld. Digital topology : Introduction and survey. *Computer Vision, Graphics and Image Processing*, 48(3) :357–393, 1989.
- [KS88] A.C. Kak and M. Slaney. *Principles of Computerized Tomographic Imaging*. IEEE Press., 1988.
- [KSW85] J.N. Kapur, P.K. Sahoo, and A.K.C. Wong. A new method for gray-level picture thresholding using the entropy of the histogram. *Computer Vision, Graphics, and Image Processing*, 29(3) :273–285, 1985.

- [Lan99] E.N. Landis. Micro-macro fracture relationships and acoustic emissions in concrete. *Construction and Building Materials*, 13(1) :65–72, 1999.
- [Lan06] E.N. Landis. Toward a physical damage variable for concrete. *Journal of Engineering Mechanics*, 132(7) :771–774, 2006.
- [LB09] E.N. Landis and J.E. Bolander. Explicit representation of physical processes in concrete fracture. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 42(21), 2009.
- [LGS00] C.C. Lim, N. Gowripalan, and V. Sirivivatnanon. Microcracking and chloride permeability of concrete under uniaxial compression. *Cement and Concrete Composites*, 22(5) :353–360, 2000.
- [LN00] E.N. Landis and E.N. Nagy. Three-dimensional work of fracture for mortar in compression. *Engineering Fracture Mechanics*, 65(2) :223 – 234, 2000.
- [Loo95] Y.H. Loo. Propagation of microcracks in concrete under uniaxial compression. *Magazine of Concrete Research*, 47(170) :83–91, 1995.
- [LPRH11] H. Leclerc, J.-N. Périé, S. Roux, and F. Hild. Voxel-scale digital volume correlation. *Experimental Mechanics*, 51(4) :479–490, 2011.
- [LR83] J. Lierse and M. Ringkamp. Investigations into cracked reinforced concrete structural elements with the aid of photoelastic methods. *Developments in Civil Engineering*, pages 95–111, 1983.
- [LRA⁺11] N. Limodin, J. Réthoré, J. Adrien, J.-Y. Buffière, F. Hild, and S. Roux. Analysis and artifact correction for volume correlation measurements using tomographic images from a laboratory X-ray source. *Experimental Mechanics*, 51(6) :959–970, 2011.
- [LZN⁺07] E.N. Landis, T. Zhang, E.N. Nagy, G. Nagy, and W.R. Franklin. Cracking, damage and fracture in four dimensions. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*, 40(4) :357–364, 2007.
- [Max73] J.C. Maxwell. *A treatise on electricity and magnetism*. Macmillan and co., 1873.
- [MHD⁺94] J.O. Milewski, A.B. Hmelo, K.L. D’Amico, J.H. Dunsmuir, and S.R. Ferguson. Using synchrotron X-ray microtomography to detect defects. *Welding Journal (Miami, Fla)*, 73(2) :45–49, 1994.
- [MTMS09] B. Münch, P. Trtik, F. Marone, and M. Stampanoni. Stripe and ring artifact removal with combined wavelet - Fourier filtering. *Optics Express*, 17(10) :8567–8591, 2009.
- [NZF⁺01] G. Nagy, T. Zhang, W.R. Franklin, E.N. Landis, E. Nagy, and D. Keane. Volume and surface area distributions of cracks in concrete. In C. Arcelli, L. Cordella, and G. di Baja, editors, *Visual Form 2001*, volume 2059 of *Lecture Notes in Computer Science*, pages 759–768. Springer Berlin / Heidelberg, 2001.
- [OW01] M. Ohtsu and H. Watanabe. Quantitative damage estimation of concrete by acoustic emission. *Construction and Building Materials*, 15(5-6) :217–224, 2001.
- [PDF00] G. Peix, P. Duvauchelle, and N. Freud. *X-Ray Tomography in Material Science*, chapter 1. General principles, pages 15–27. HERMES Science Publication, 2000.
- [PR82] W.H. Peters and W.F. Ranson. Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Optical Engineering*, 21(3) :427–431, 1982.
- [Pud98] C. Pudney. Distance-ordered homotopic thinning : A skeletonization algorithm for 3D digital images. *Computer Vision and Image Understanding*, 72(3) :404–413, 1998.
- [RDN89] M.E. Raiss, J.W. Dougill, and J.B. Newman. *Fracture of concrete and rock - Recent Developments*, chapter Observation of the development of fracture process zones in concrete, page 243. Elsevier Applied Science, London, 1989.
- [RHVB08] S. Roux, F. Hild, P. Viot, and D. Bernard. Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(8) :1253–1265, 2008.
- [Sei04] J.A Seibert. X-ray imaging physics for nuclear medicine technologists. Part 1 : Basic principles of X-ray production. *Journal of Nuclear Medicine Technology*, 32(3) :139–147, 2004.

- [SRSS99] P. Spanne, C. Raven, I. Snigirev, and A. Snigirev. In-line holography and phase-contrast microtomography with high energy X-rays. *Physics in Medicine and Biology*, 44(3) :741–749, 1999.
- [SSK⁺95] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, and I. Schelokov. On the possibilities of X-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation. *Review of Scientific Instruments*, 66(12) :5486–5492, 1995.
- [SSW88] P.K. Sahoo, S. Soltani, and A.K.C. Wong. A survey of thresholding techniques. *Computer Vision, Graphics and Image Processing*, 41(2) :233–260, 1988.
- [Str73] P. Stroeven. *Some aspects of the micromechanics of concrete*. PhD thesis, Delft University of Technology - The Netherlands, 1973.
- [SWP⁺83] M. Sutton, W. Wolters, W. Peters, W. Ranson, and S. McNeill. Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing*, 1(3) :133–139, 1983.
- [TDBB91] J.M. Torrenti, J. Desrues, E.H. Benaija, and C. Boulay. Stereophotogrammetry and localization in concrete under compression. *Journal of Engineering Mechanics*, 117(7) :1455–1465, 1991.
- [vM97] J.G.M. van Mier. *Fracture processes of concrete*, chapter 3. Mechanical behaviour of concrete, pages 55–154. CRC Press, Inc., 1997.
- [Von92] R.A. Vonk. *Softening of Concrete Loaded in Compression : Proefschrift*. Technische Universiteit Eindhoven, 1992.
- [Wei98] J. Weickert. *Anisotropic diffusion in image processing*. 1998.
- [WFBVH03] L.B. Wang, J.D. Frost, G.Z. Voyiadjis, and T.P. Harman. Quantification of damage parameters using X-ray tomography images. *Mechanics of Materials*, 35(8) :777–790, 2003.

Résumé :

L'étude de l'endommagement des matériaux à comportement pseudo-fragile fait l'objet de nombreuses études et la caractérisation du réseau de fissures constitue une étape nécessaire pour une meilleure compréhension de leur comportement. L'objectif principal est ici d'identifier de manière la plus fine possible cet espace fissuré en trois dimensions grâce à la technique d'imagerie nommée microtomographie X. Pour ce faire, une machine d'essai in-situ a été développée et une procédure d'analyse des images 3D a été validée. L'objectif du dispositif in-situ est de maintenir l'échantillon dans différents états fissurés pour rendre possible les acquisitions microtomographiques. Une fois les images 3D reconstruites, la procédure de traitement est appliquée et l'espace fissuré est identifié. Des mesures sont alors réalisées sur l'évolution du réseau de fissures au cours de l'endommagement. Ce travail constitue la première étape d'un traitement plus général qui a pour objectif de simuler numériquement le comportement mécanique de ces matériaux en se basant sur leur géométrie réelle.

Mots clés :

- Microtomographie X
 - Béton
 - Réseau de fissures
 - Compression *in situ*
 - Maximum d'entropie
 - Composante connexe
-

Abstract :

Materials displaying a pseudo-brittle behavior have been well studied over the past decade and the characterization of the cracks network has become nowadays an important step for the understanding of their damaging behavior. The aim of this work is to characterize, in the finest available way, this crack space in 3D using X-ray computed microtomography. This was achieved: 1) by designing an in-situ compressive device which maintains a sample in a cracked state during microtomographic data acquisition and, 2) by processing the images with relevant image filtering techniques for a better cracks network characterization. Two parameters of choice are then measured: the cracks network surface and volume. This work is the first step of a global procedure which aims to numerically model the mechanical behavior of pseudo-brittle materials by using real 3D crack geometry.

Keywords :

- X-ray microtomography
- Concrete
- Cracks network
- *In situ* compression test
- Maximum entropy
- Connected component