



HAL
open science

Etude par une approche expérimentale in situ de l'endommagement d'un composite à matrice céramique sous sollicitations multiaxiales

Léonard Turpin

► **To cite this version:**

Léonard Turpin. Etude par une approche expérimentale in situ de l'endommagement d'un composite à matrice céramique sous sollicitations multiaxiales. Mécanique [physics]. Université de Bordeaux, 2021. Français. NNT : 2021BORD0183 . tel-03336176

HAL Id: tel-03336176

<https://theses.hal.science/tel-03336176>

Submitted on 7 Sep 2021

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
POUR OBTENIR LE GRADE DE

**DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX**

ÉCOLE DOCTORALE DES
SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR
Mécanique

Léonard Turpin
Ingénieur Arts et Métiers

**Étude par une approche expérimentale *in situ*
de l'endommagement d'un composite à matrice céramique
sous sollicitations multiaxiales**

Soutenue le 16 juillet 2021

Membres du jury :

M. Zoheir ABOURA	Professeur, UTC	Président
Mme Nathalie LIMODIN	Directrice de Recherche, Univ. de Lille	Rapporteuse
M. Lionel GÉLÉBART	Ingénieur Chercheur, CEA Saclay	Rapporteur
M. Éric MAIRE	Directeur de Recherche, INSA Lyon	Examinateur
M. Jean-Noël PÉRIÉ	Maître de Conférences, Univ. de Toulouse	Examinateur
M. Éric MARTIN	Professeur, INP Bordeaux	Directeur de thèse
M. Stéphane ROUX	Directeur de Recherche, ENS Paris-Saclay	Encadrant
M. Olivier CATY	Maître de Conférences, INP Bordeaux	Encadrant
M. Sébastien DENNEULIN,	Ingénieur, Safran Ceramics, co-encadrant industriel, invité	

Étude par une approche expérimentale *in situ* de l'endommagement d'un composite à matrice céramique sous sollicitations multiaxiales

Dans les zones chaudes de moteur d'avion, les composites à matrice céramique SiC/SiC doivent remplacer les superalliages. L'armure 3D des SiC/SiC est conçue pour optimiser leur tenue mécanique en service. Elle dépend de la géométrie des pièces et de leurs chargements thermomécaniques. La mésostructure comporte alors des zones complexes, par exemple au niveau de coudes ou de jonctions. Une bonne compréhension du comportement thermomécanique dans ces zones est nécessaire pour modéliser, dimensionner et certifier les pièces aéronautiques.

Un essai thermomécanique *in situ*, suivi par tomographie X et par thermographie infrarouge, a été conçu afin de donner accès au comportement, et notamment aux premiers phénomènes d'endommagement, de zones critiques soumises à des chargements multiaxiaux. Pour exploiter au mieux la grande quantité de données obtenues, une procédure spécifique d'identification des paramètres matériaux a été développée. Les tomographies sont reconstruites grâce à un algorithme restaurant les sinogrammes incomplets. Elles sont notamment utilisées pour construire un maillage basé image de l'éprouvette. Après l'étalonnage du modèle projectif de la caméra infrarouge, le champ thermique est reprojecté sur ce maillage. Les champs mesurés (volume et température de surface) sont alors exprimés dans une base commune relative à la pièce. La mesure cinématique est enfin effectuée par corrélation d'images volumiques intégrée en couplant ces deux champs.

Cette démarche permet de lier intimement la mésostructure du matériau à son comportement macroscopique.

Mots clefs : Composite à Matrice Céramique, micro-tomographie, endommagement, chargement thermomécanique, chargement multiaxial, approche intégrée, corrélation d'images volumiques

In-situ experimental study of damage for a ceramic matrix composite submitted to multi-axial loadings

SiC/SiC ceramic matrix composites are expected to replace super-alloys in aircraft engine hot area. Their 3D-woven structure is designed to match part geometry and loading. The meso-structure includes complex zones, for instance in bend or in junction. A good understanding of the thermo-mechanical behaviour of those zones is needed to model, to design and to certify aeronautical parts.

An in-situ thermo-mechanical experiment is set up, instrumented with x-ray tomography and infrared camera. It provides the behaviour of critical zones submitted to multi-axial loadings and, namely, the first occurrences of damage. To efficiently exploit the (huge) amount of data provided by full-field measurement, a procedure is set up to identify material properties. Tomographies are reconstructed thanks to an algorithm which in-paints incomplete sinograms. They are namely used to build an image-based mesh of the sample. After pin-hole model calibration of the camera, the thermal field is re-projected into the mesh. The two measured fields (volume and surface temperature) are then put in a common referential relating to the part. Eventually, the kinematic measurement is made by integrated digital volume correlation coupling those two fields.

This procedure closely links material meso-structure to macroscopical behaviour.

Keywords: Ceramic Matrix Composite (CMC), micro-tomography, damage, thermo-mechanical loading, multi-axial loading, integrated approach, digital volume correlation

Unités de recherche

Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (UMR 5801)
CNRS — Univ. de Bordeaux — SAFRAN — CEA
3, allée de la Boétie, 33600 Pessac

Laboratoire de Mécanique et Technologie (UMR 8535)
Univ. Paris-Saclay — ENS Paris-Saclay — CNRS
4, av. des Sciences, 91190 Gif-sur-Yvette

« J'ai vidé comme toi la coupe empoisonnée ... »
Lamartine, *Méditations Poétiques*

Remerciements

Avant ma thèse, les céramiques m'évoquaient plutôt ces merveilles de la manufacture de Sèvres — des écuelles à bouillon de Marie-Antoinette, minuscules et impayable, aux gigantesques surtouts de table cynégéniques — ou, outre Rhin, les également impayables figurines de Meissen. Le matériau que j'ai découvert est non moins fascinant. La complexité des structures des pièces fabriquées par SAFRAN, leurs propriétés exceptionnelles, leur confèrent, aux yeux du mécanicien, une indéniable beauté. Je remercie tous ceux qui m'ont fait découvrir les CMC et qui m'ont permis d'en comprendre, au moins en partie, les subtilités.

J'ai eu la chance de passer deux ans de thèse en province. Et quelle province ! Certes Bordeaux est presque un petit Paris. Certes plus aucun véritable urbaniste n'y a exercé depuis le XVIII^e. Si c'est une plaie pour ces faubourgs, c'est une bénédiction pour le centre ville¹. La ville, avec ces façades de pierre de taille, classiques (je maintiens !), a un charme que je n'ai retrouvé nul part ailleurs, même à Paris. Sous Louis XVI, on avait meilleur goût que sous Napoléon III. Le climat est doux, la vie y est douce, elle aussi. Bref, j'ai aimé ces années bordelaises et je tiens à remercier ici tous ceux avec qui j'y ai pris du bon temps.

Faut-il en déduire que j'ai boudé la vie parisienne ? Loin s'en faut, bien qu'un certain virus ne m'ait pas aidé ... mais comme il n'aura pas échappé à l'aimable lecteur qu'il n'a pas entre les mains une thèse d'histoire de l'architecture, je me contenterai de remercier un peu plus sobrement mes comparses parisiens.

Zoheir Aboura, Éric Maire et Jean-Noël Périé m'ont fait l'honneur d'évaluer le projet de recherche que j'expose ici. Je remercie particulièrement Nathalie Limodin et Lionel Gélébart pour leur lecture approfondie de ce manuscrit composite et leurs nombreuses remarques et pistes de réflexion. Je suis fier d'avoir pu le présenter devant vous tous et très sensible à l'intérêt que vous y avez porté.

Ce travail n'aurait pu être mené sans l'aide d'Olivier Caty et Sébastien Denneulin qui m'ont laissé une très grande liberté d'action, de Stéphane Roux avec qui j'ai eu l'inestimable chance de collaborer — nos discussions, bien que souvent éreintantes, ont toujours été extrêmement enrichissantes — et, enfin, d'Éric Martin que je remercie pour son suivi discret mais bienveillant.

Merci à Thomas Philippe et Romain Nuñez pour la confiance et le temps qu'ils m'ont accordés. Merci à Patrick Cazabat, avec son œil aiguisé, une fois émergé de la sieste, et Arnaud Delahouze qui m'ont apporté une aide précieuse pour la conception du moyen d'essai. Merci à Guillaume Couégnat. Chef ! Tes conseils et ton flegme m'ont redonné plus d'une fois foi en la recherche scientifique ... Merci à toute l'équipe d'eikologie dont les réunions sont si riches et si variées. Je regrette néanmoins de n'avoir pas eu l'occasion d'y apporter les croissants. Merci à Bruno Humez, avec qui j'ai eu d'interminables discussions et que je reviendrais volontiers escagasser avec mes questions techniques ou métaphysiques, notamment sur l'inanité de complexifier les essais.

Cette thèse forme en quelque sorte un triptyque avec celles de Vincent et de Jean. Si passer après le sémillant duo de la salle calc. n'est pas tâche aisée, vous avez toujours fait en sorte de la faciliter. Il est précieux de pouvoir s'appuyer sur des bases aussi solides. Et, outre vos qualités humaines indéniables, je vous suis extrêmement reconnaissant pour ce que vous m'avez apporté scientifiquement.

¹Pour être tout à fait honnête, et anecdotique, on notera quelques essais d'architecture en béton au XX^e, une cité ouvrière à Mérignac et une étrange réhabilitation de la prison du Hâ.

Qu'aurais-je fait sans la calamiteuse *team* synchrotron ? Avec Capucine et André, nous formions un trio de choc qui peut se targuer d'une panne de plus de six mois. Malgré ces déboires, nous aurons bien rigolé et finalement mené à bien cette campagne. Merci aussi à Hugo et David, embarqués dans la galère, dont l'aide a été si précieuse. La réussite de nos essais doit évidemment énormément à Andrew King que je remercie pour sa patience, son investissement et l'intérêt qu'il a témoigné pour nos travaux.

Je veux aussi évoquer mes camarades de bureau : Xavier, Gaëtan, Cyril, Amaury, Marina ... et Caro, membre d'honneur. Le plus confortable du LCTS, notre bureau fut, et la liste n'est pas exhaustive, à la fois salon de thé, salle de culturisme, atelier pyrotechnique, vestiaire, cabinet de psychanalyse, salle de ping-pong, auditorium — dont la programmation légèrement monomaniaque faisait la part belle aux cantates de Bach — ou plus prosaïquement, centre de formation à TikZ ... Autant d'éléments qui me permettent aujourd'hui de vanter le caractère pluridisciplinaire de la formation doctorale.

N'oublions pas non plus, au LMT, les irréductibles réfractaires au télétravail ! Amélie, Xuyang et Xavier que j'avais le plaisir de retrouver à Gif tous les matins à huit heures pétantes pour faire le plein de café et de motivation. Sans vous, je pense que ma thèse aurait moins traîné mais elle aurait surtout été beaucoup moins aboutie. Merci aussi à Candide Hercule, Thomas-David et tous les quatrième année qui rédigeaient en même temps que moi, pour la bonne ambiance du CdC et pour vos encouragements.

Ils restent encore tant de membres du LMT et du LCTS à remercier. Je n'ai pas eu autant d'affinité avec chacun mais vous avez tous contribué à rendre ces années agréables. Au Titi, assidument, place Danton, un peu moins, et par delà les frontières ... ou à de pantagruéliques crêperies d'inspiration liverpuldiennne, perruque en cap.

Ces remerciements ne serait pas complet sans un petit mot à ma famille. Je remercie mes parents pour la confiance qu'ils m'ont toujours accordée et pour m'avoir permis d'arriver jusque là. Enfin, je souhaite à mes sœurs et à mon frère de ne vivre que des expériences professionnelles aussi passionnantes que celle que conclut ce mémoire — qui est, rassure-toi lecteur, moins confus et plus concis que les lignes qui précèdent ... c'est du moins ainsi qu'il se veut.

Maintenant, un seul mot d'ordre : Court !

RECTA EFFICTIO

```

          \\\|1111111111|///
           \ \  @ @  //
            ( @ @ )
          o00o-( )-o00o
          .000o  ( )
          ( )  ) /
          \ (  ( /
           \ )

```

Table des matières

Tables	11
Introduction	15
1 Élaboration, structure et propriétés du SiC/SiC-BN-MI	19
1 Élaboration et structure	20
1.1 Renfort tissé 3D	20
1.2 Interphase BN	20
1.3 Matrice	21
2 Propriétés thermomécaniques	21
2.1 Propriétés des constituants	21
2.2 Comportement mécanique macroscopique	23
2.3 Scénario local d'endommagement	26
2.4 Effets de l'environnement	27
2.5 Propriétés thermiques	28
3 Exemple d'une pièce de structure : la jonction tissée 3D	28
3.1 Comportement de la jonction tissée 3D	28
3.2 Approche de modélisation basée image	28
4 Conclusion	29
2 Moyen d'essai multiaxial <i>in situ</i>	31
1 Essais suivis par micro-tomographie par rayons X	32
1.1 Tomographie : géométrie et fonctionnement	32
1.2 Étude <i>in situ</i> du comportement des matériaux	34
2 Cahier des charges pour les essais multiaxiaux	35
3 Définition de l'essai	35
3.1 Chargements étudiés	35
3.2 Géométrie des éprouvettes	36
4 Conception du moyen d'essai	38
4.1 Structure générale	38
4.2 Chargement mécanique : système de mors	43
4.3 Chargement thermique	44
4.4 Instrumentation et pilotage	46
5 Essai préliminaire	49
5.1 Chargement mécanique <i>ex situ</i>	49
5.2 Limites	53

6	Conclusion	54
3	Protocoles d'exploitation des essais	55
1	Traitement des données brutes	56
2	<i>Tomographic reconstruction of incomplete sinogram</i>	57
2.1	<i>Introduction</i>	57
2.2	<i>Implementation of IRR</i>	59
2.3	<i>CMC sample</i>	61
2.4	<i>Beam hardening correction</i>	62
2.5	<i>Phase field regularization</i>	62
2.6	<i>Results</i>	65
2.7	<i>Conclusion</i>	66
2.8	Complément à l'article : Correction du <i>Metal Artefact</i>	69
2.9	Complément à l'article : Adaptation à la tomographie synchrotron	70
3	<i>Re-projection of the thermal field</i>	72
3.1	<i>Introduction</i>	72
3.2	<i>Methods: Calibration of projection matrix</i>	73
3.3	<i>Application</i>	79
3.4	<i>Result and discussion</i>	81
3.5	<i>Conclusion</i>	84
4	Conclusion	85
4	Identification des paramètres du modèle de l'éprouvette	87
1	Modèles basés image	88
1.1	Prise en compte de la mésostructure lors de la modélisation des composites tissés	88
1.2	Modèles géométriques utilisés	89
1.3	Modèle thermomécanique	91
2	Protocole d'identification	92
2.1	Corrélation d'images intégrée	92
2.2	Choix des paramètres à identifier	93
2.3	Étude de sensibilité	94
2.4	Évaluation des incertitudes	96
2.5	Exploitation d'un essai complet	99
2.6	Implémentation de la DVC	99
3	Considérations sur la qualité des résultats	102
3.1	Convergence	102
3.2	Champ de résidu	102
3.3	Exemple de résultat pour le modèle isotherme à température ambiante	103
4	Conclusion	103
5	Essais et exploitation : applications au pliage de cornière	107
1	<i>Introduction</i>	108
2	<i>Experiment, data processing and qualitative characterisation</i>	108
2.1	<i>Introduction</i>	108
2.2	<i>Experimental procedure</i>	109

2.3	<i>Processing tomographies</i>	112
2.4	<i>Experimental results and discussion</i>	114
2.5	<i>Conclusion</i>	117
3	<i>Quantitative characterisation by Integrated Digital Volume Correlation</i>	120
3.1	<i>Introduction</i>	120
3.2	<i>IDVC procedure</i>	121
3.3	<i>Results</i>	125
3.4	<i>Discussion</i>	126
3.5	<i>Towards a damage criterion</i>	130
4	<i>Conclusion</i>	130
	Conclusion	133
	Bibliographie	135
	Annexes	i
A	Caractéristiques de la cellule de chargement <i>in situ</i>	ii

Tables

Table des figures

1	Procédure d'exploitation des essais	17
1.1	Exemple d'armures 3D pour des plaques	20
1.2	Zone singulière d'une préforme de pièce aéronautique	21
1.3	Méso- et microstructure du SiC/SiC-BN-MI	22
1.4	Comportement d'un SiC/SiC-BN-MI en traction quasi-statique	24
1.5	Comportement d'un SiC/SiC 2D sous chargement cyclique	25
1.6	Comportement d'un tube de SiC/SiC sous sollicitation multiaxiale	25
1.7	Scénario local d'endommagement du SiC/SiC-BN-MI.	27
1.8	Essai sur jonction tissée 3D	29
2.1	Tomographie : Projections, sinogramme, reconstruction	32
2.2	Géométrie du tomographe	33
2.3	Cartographie schématique du chargement de la jonction tissée 3D	36
2.4	Géométrie des éprouvettes et conditions aux limites	37
2.5	Orientations idéalisées pour la simulation de la jonction tissée 3D	37
2.6	Simulation du comportement de l'éprouvette jonction tissée 3D	38
2.7	Simulation du comportement de l'éprouvette cornière	39
2.8	Cellule de traction <i>in situ</i> à chaud développée au LCTS	40
2.9	Cellule pour les essais <i>in situ</i> multiaxiaux	41
2.10	Influence des tubes et des poteaux sur la qualité des tomographies	42
2.11	Implantation de la cellule d'essai dans un tomographe de laboratoire	43
2.12	Machine multiaxiale, chargement mécanique	44
2.13	Machine multiaxiale, système de chauffe	45
2.14	Champ de température de la cornière	46
2.15	Déroulement prévu des essais	47
2.16	Essai préliminaire <i>ex situ</i>	49
2.17	Correction du déplacement	50
2.18	Courbe d'un essai sur jonction tissée 3D	51
2.19	Comportement de l'éprouvette	52
3.1	<i>Iterative Reconstruction-Reprojection algorithm principle</i>	60
3.2	<i>Beam hardening corrections</i>	61
3.3	<i>Scheme of the system in the horizontal plane</i>	62
3.4	<i>Joint distribution of projection gray level and path length</i>	63

3.5	<i>Example of phase field regularization</i>	64
3.6	<i>Definition of the missing-data domain</i>	66
3.7	<i>Example of IRR results for missing projections</i>	67
3.8	<i>Comparison between the IRR results with and without regularization</i>	68
3.9	<i>Example of IRR results for missing-data domain B</i>	68
3.10	<i>Metal Artefact, domaine où les données sont manquantes</i>	69
3.11	<i>Application de l'IRR régularisé au Metal Artefact</i>	69
3.12	<i>Correction du contraste de phase</i>	70
3.13	<i>Correction des effets de la tomographie locale</i>	71
3.14	<i>Scheme of the experimental configuration</i>	74
3.15	<i>Decomposition of the projection transformation into elementary ones.</i>	75
3.16	<i>Silhouettes of the sample are derived from either the thermograph or a 3D mesh</i>	76
3.17	<i>Blurred binarized thermograms used in the pyramidal approach</i>	78
3.18	<i>3D Mesh projection</i>	80
3.19	<i>Decomposition of a ray in the basis defined by a triangular element</i>	81
3.20	<i>Result of calibration and affectation of temperature values onto the surface mesh</i>	82
3.21	<i>Registration of thermal field in 3D mesh</i>	83
3.22	<i>Estimate of the uncertainty of the re-projected field</i>	84
3.23	<i>Residual: Difference between the projection of the 3D polynomial field and infra-red images evaluated for polynomials</i>	84
4.1	<i>Différentes sections de fil</i>	89
4.2	<i>Descripteurs textiles</i>	90
4.3	<i>Maillages basés image de la cornière</i>	91
4.4	<i>Conditions aux limites du modèle de la cornière</i>	95
4.5	<i>Spectre de la matrice Hessienne d'IDVC</i>	97
4.6	<i>Schéma de l'algorithme d'IDVC</i>	101
4.7	<i>Convergence du calcul d'IDVC</i>	102
4.8	<i>Algorithme d'IDVC : résidus de corrélation</i>	104
5.1	<i>Size of the sample</i>	109
5.2	<i>Experimental device</i>	110
5.3	<i>Thermo-mechanical loading of the sample</i>	110
5.4	<i>Evolution of the temperature during the rotation</i>	111
5.5	<i>Re-projection of the thermal field</i>	112
5.6	<i>Missing-data domain on the sinogram</i>	113
5.7	<i>Correction of ring artefact</i>	113
5.8	<i>Tomography of the sample</i>	114
5.9	<i>Corrected tomographic reconstruction</i>	115
5.10	<i>Sample micro-structure</i>	115
5.11	<i>Porosity of the sample</i>	116
5.12	<i>Force displacement curve of in-situ experiment</i>	117
5.13	<i>Crack path for the high temperature test</i>	118
5.14	<i>Re-adjustment of the punch displacement</i>	119
5.15	<i>Corner sample: meso-structure and macro-scale mesh</i>	121
5.16	<i>Temperature field in the sample</i>	122

5.17	<i>Scheme of exploitation procedure</i>	123
5.18	<i>Examples of sensitivity fields</i>	124
5.19	<i>Residual for the heating step</i>	127
5.20	<i>Residual field for the first loading step</i>	128
5.21	<i>Uncertainty ellipsoid for some two-parameter problems</i>	129
5.22	<i>Prediction of the crack localisation</i>	131
A.1	Schéma de la chaîne d'acquisition de la force.	iii

Liste des tableaux

4.1	Propriétés thermomécaniques initiales du fil	92
4.2	Propriétés thermomécaniques initiales de la matrice	92
4.3	Propriétés thermomécaniques pour les porosités	92
4.4	Normalisation des paramètres du problème d'IDVC	96
4.5	Résultat d'un affinement des paramètres pour un problème isotherme à l'ambiante	103
5.1	<i>DVC results for the test at high temperature</i>	125
A.1	Caractéristiques de la cellule d'essai <i>in situ</i>	ii

Introduction

L'industrie aéronautique est fortement engagée dans la diminution de l'impact du trafic aérien sur l'environnement. De son côté et dans l'objectif d'atteindre la neutralité carbone d'ici 2050, l'Union Européenne demande aux acteurs du secteur du transport de réduire de 90% leurs émissions [European Commission 2019]. Pour répondre à ces objectifs, les deux leviers principaux sont l'allègement des structures et l'augmentation du rendement des moteurs. Ce dernier peut être amélioré en accroissant la température de la chambre de combustion.

Aujourd'hui la température de la zone chaude d'un turboréacteur est limitée par les superalliages utilisés. Aussi les principaux motoristes travaillent sur des matériaux alternatifs : les composites thermostrostructuraux. Développés à partir du milieu des années soixante-dix [Christin *et al.* 1977], les composites à matrice céramique SiC/SiC sont des composites thermostrostructuraux prometteurs pour des utilisations dans des conditions extrêmes. Ils présentent en effet des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées qui restent stables à haute température. Déjà utilisés dans des moteurs militaires [Staeher et Zawada 2000], ils doivent être déployés plus largement dans l'aviation civile avec la nouvelle génération de turboréacteurs, notamment le LEAP (CFM), pour élever la température de la chambre de combustion de 1 300°C à 1 500°C [Naslain 2004].

Cette rupture technologique nécessite d'optimiser la structure de ces composites pour améliorer leurs performances et leur durée de vie [Zok 2016]. Le Cerasep A600®, dernière génération de SiC/SiC développée par Safran, est constitué de renforts tridimensionnels tissés et d'une matrice hétérogène. La complexité de sa microstructure rend la compréhension fine de son comportement mécanique difficile. Via le Projet de Recherche Concerté (PRC) MECA-COMP, dans lequel s'inscrit cette thèse, Safran et ses partenaires cherchent à améliorer leur connaissance de ce comportement et à le modéliser plus fidèlement. Ces modélisations doivent permettre de réduire de façon significative le nombre d'essais sur pièce et servir d'outil d'optimisation et de certification.

Le composite étudié est sensible aux phénomènes physico-chimiques. À haute température, la matrice protège les renforts de l'oxydation. L'apparition de fissures matricielles débouchantes a alors un impact important sur le comportement et la durée de vie du SiC/SiC. L'ouverture de fissure est critique car elle augmente sa vitesse de dégradation. Le seuil d'apparition des premières fissures doit donc être caractérisé avec précision. S'il est plutôt bien connu en traction unidirectionnelle, un des enjeux est de le déterminer sous sollicitations multiaxiales.

En effet, dans une turbine, l'état de chargement des pièces est majoritairement tributaire de leur environnement thermique [Chung *et al.* 2017]. Une pièce est soumise à d'importants gradients de température. Couplée avec sa géométrie et son implantation au sein du moteur, la dilatation thermique crée un champ de contrainte multiaxial et inhomogène.

Le caractère multi-échelle de la structure des matériaux composites complique la définition d'un volume élémentaire représentatif — à plus forte raison quand, comme pour le SiC/SiC, le diamètre des renforts fibreux n'est pas négligeable devant la taille de la pièce. Les capacités de calcul disponibles aujourd'hui permettent d'envisager une approche utilisant un matériau virtuel qui décrit explicitement la mésostructure du composite. Le développement d'un matériau virtuel pour les SiC/SiC tissés fait l'objet de travaux depuis une dizaine d'années [Couégnat 2008 ; Genet 2010 ; Mazars 2018 ; Bénézech 2019]. Le maillage suit la géométrie du tissage et de la matrice. Le

comportement des constituants élémentaires est décrit par des modèles simples. Pour modéliser des pièces de grandes dimensions, des procédures d'homogénéisation ont été développées.

Ces modèles comportent de nombreux paramètres. Outre la description géométrique conforme de la mésostructure, les propriétés matériaux de chaque phase sont utilisées. Certains paramètres matériaux sont difficiles à obtenir à partir d'essais élémentaires. Par exemple, la fabrication d'éprouvettes représentatives de la matrice est complexe. Comme le comportement local d'une pièce est indissociable de sa géométrie, il est important d'être capable d'observer et de le caractériser dans les zones singulières.

Une approche expérimentale par mesure de champ évalue l'expression du comportement du matériau. Le champ de déplacement, ou le champ thermique, auxquels ces méthodes donnent accès, permettent d'identifier les paramètres d'un modèle complexe. Les mesures de plusieurs champs peuvent être combinées, notamment pour exploiter des essais thermomécaniques [Berny 2020].

Cette thèse a pour objectif de développer une démarche d'observation et de caractérisation quantitative de l'endommagement sur des pièces en composite à matrice céramique sous des chargements représentatifs des conditions d'utilisation. Pour ce faire, des essais thermomécaniques *in situ* sont réalisés sur des éprouvettes complexes soumises à des sollicitations multiaxiales et localisées. Ils permettent d'observer le comportement du matériau afin d'établir les mécanismes d'amorçage et de propagation de l'endommagement. Ces données seront nécessaires pour compléter des modèles de comportement des pièces et établir des critères d'endommagement.

Le chapitre 1 présente le matériau étudié : la dernière génération de composite SiC/SiC développée par Safran Ceramics. Sa structure complexe lui confère un comportement dit *endommageable* qui est bien connu sous sollicitation uniaxiale.

C'est dans le but d'étendre ces connaissances à son comportement sous des sollicitations plus complexes que les essais *in situ* suivis par micro-tomographie à rayon X, présentés dans le chapitre 2, ont été développés. La tomographie est le moyen d'acquisition non destructif le plus pratique pour observer le cœur d'un matériau. Il est particulièrement adapté à l'étude de matériaux hétérogènes. Après un rapide état de l'art sur les cellules de chargement sous tomographe, l'essai choisi et les solutions technologiques mises en œuvre sont justifiées. Proche d'un essai technologique sur des éprouvettes de forme complexe, il est suivi en parallèle par tomographie et par thermographie. Ces deux modalités permettent d'accéder à des informations très locales.

L'exploitation complète et quantitative de l'importante quantité de données fournies par la tomographie lors des essais reste un challenge [Bale *et al.* 2012]. Deux algorithmes ont été développés pour rendre exploitables les données tomographiques et thermographiques. Ils ont chacun fait l'objet d'un article qui constituent le chapitre 3. Les données sont ensuite exprimées dans la même base pour alimenter une identification par approche inverse.

Le modèle à identifier est décrit dans le chapitre 4. Il généralise le modèle proposé par J. Bénézech [2019] en prenant en compte l'influence de la température. Ses paramètres sont identifiés par corrélation d'images volumiques intégrée, grâce à un algorithme dédié dont le principe est détaillé.

La figure 1 schématise l'articulation des éléments présentés dans les chapitres 2, 3 et 4.

Enfin, le chapitre 5 présente une application de cette procédure à un essai, dit *de pliage de cornière*, mené sous synchrotron et sous gradient thermique. Il est structuré autour de publications.

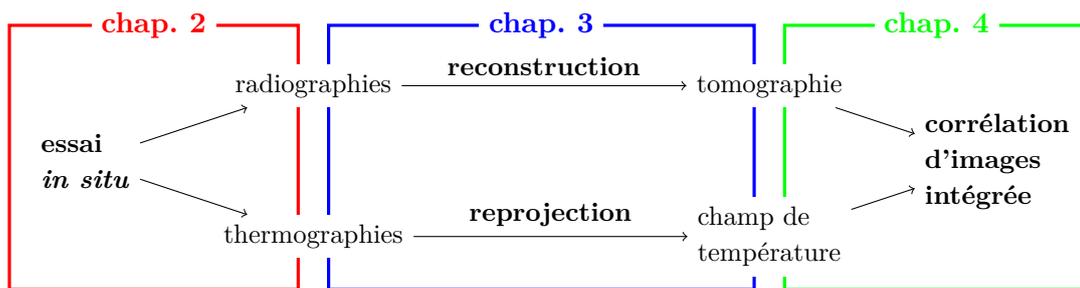


Figure 1 – Schéma de la procédure d’exploitation des essais et les chapitres correspondant.

Chapitre 1

Élaboration, structure et propriétés du SiC/SiC-BN-MI

Les propriétés locales des composites à matrice céramique sont intimement liées à leur structure complexe, engendrée elle-même par le procédé de fabrication. Ce bref chapitre, essentiellement bibliographique, présente le Cerasep A600®, matériau qui a servi de support d'étude.

Sommaire

1	Élaboration et structure	20
1.1	Renfort tissé 3D	20
1.2	Interphase BN	20
1.3	Matrice	21
2	Propriétés thermomécaniques	21
2.1	Propriétés des constituants	21
2.2	Comportement mécanique macroscopique	23
2.3	Scénario local d'endommagement	26
2.4	Effets de l'environnement	27
2.5	Propriétés thermiques	28
3	Exemple d'une pièce de structure : la jonction tissée 3D	28
3.1	Comportement de la jonction tissée 3D	28
3.2	Approche de modélisation basée image	28
4	Conclusion	29

1 Élaboration et structure

Les matériaux céramiques conservent de bonnes propriétés thermomécaniques à haute température. Leur faible tenacité sous forme monolithique peut être améliorée en y incorporant un renfort fibreux. On obtient ainsi un Composite à Matrice Céramique (CMC) [Naslain 2004 ; Bansal 2005 ; Camus *et al.* 2016]. Le CMC étudié ici est développé par le groupe SAFRAN pour des pièces destinées à fonctionner à des températures supérieures à 1 200°C sous environnement oxydant. Il s'agit d'un SiC/SiC : les fibres et la matrice sont constituées de carbure de silicium.

1.1 Renfort tissé 3D

Le renfort est constitué de fibres longues Hi-Nicalon S (NGS Advanced Fibers) d'un diamètre nominal de 12 μm . Les fils, regroupant environ 500 fibres, sont tissés suivant une armure tridimensionnelle pour former la préforme textile. Bien que complexe, le tissage 3D permet d'obtenir de bonnes propriétés hors plan, notamment par rapport aux matériaux stratifiés ou tissés 2D qui sont sensibles au délaminage [Boussu *et al.* 2015]. La figure 1.1 montre des exemples représentatifs des nombreuses armures 3D *interlock* utilisées pour la fabrication de plaques.

L'armure d'une pièce aéronautique est conçue spécifiquement afin de respecter sa géométrie et de reprendre au mieux les chargements auxquelles elle sera soumise en service (fig. 1.2). Dans les zones à géométrie complexe, la préforme peut comporter des variations de densité de renfort, des fils présentant de fortes courbures et des défauts. Ces zones singulières ont des dimensions proches de celles de la pièce, la définition rigoureuse d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) est donc souvent impossible.

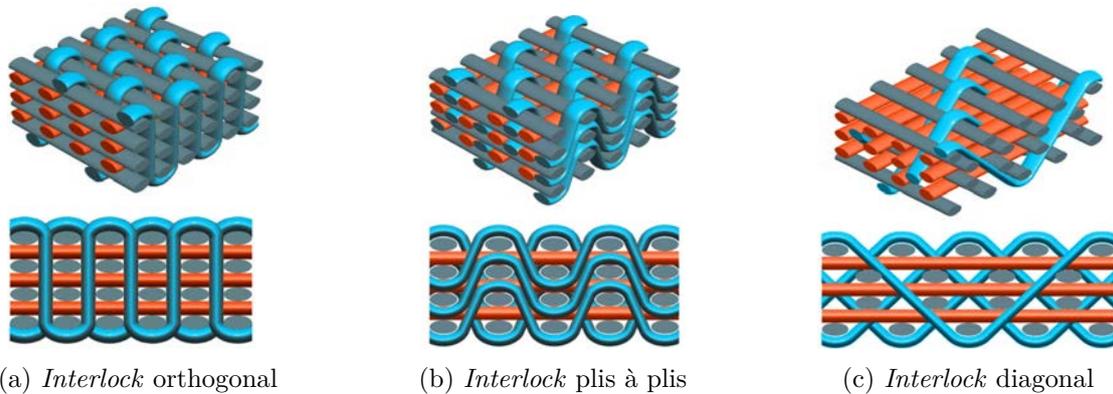


Figure 1.1 – Différentes armures 3D pour des plaques [Gereke et Cherif 2019]
 Les fils oranges et gris sont les fils de chaîne et de trame. Les fils bleus, d'*interlock*, lient les plans de tissage entre eux.

1.2 Interphase BN

L'interphase joue un rôle essentiel dans le comportement mécanique du CMC : elle assure la liaison entre les fibres et la matrice. Constituée de nitrure de bore (BN), elle est déposée autour des fibres par *Chemical Vapor Deposition*. La structure lamellaire et concentrique du BN crée une liaison mécaniquement faible à même de dévier la fissuration matricielle. Les fibres sont ainsi protégées et la rupture fragile est évitée. Cette liaison est toutefois suffisamment forte pour assurer un transfert progressif de la charge vers les fibres. C'est donc l'interphase qui confère au composite sa capacité à s'endommager de manière progressive [Lamon 2008].

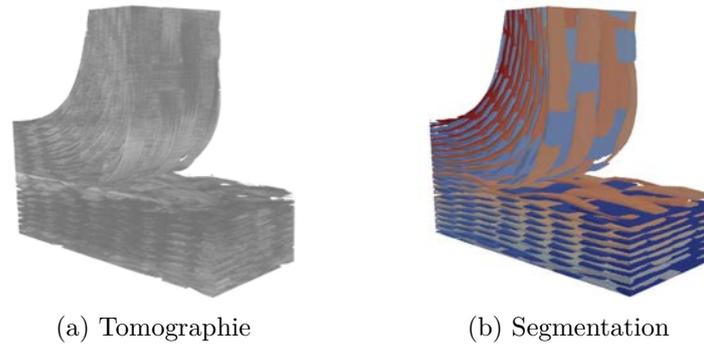


Figure 1.2 – Zone singulière d'une préforme de pièce aéronautique [Bénézech et Couégnat 2019].

1.3 Matrice

La matrice remplit deux rôles, assurer la cohésion globale du composite et ses propriétés dans le domaine élastique et protéger les fibres et l'interphase de l'environnement extérieur. L'élaboration de la matrice du SiC/SiC-BN-MI comporte trois étapes.

Une première matrice, dite SiC-CVI (pour *Chemical Vapor Infiltration*), est obtenue par infiltration de précurseurs gazeux. Plusieurs couches de SiC β d'une grande pureté sont ainsi déposées autour de la préforme et forment une matrice intra-fil et inter-fil qui la rigidifie. Outre son rôle mécanique, cette matrice est une barrière protectrice contre l'environnement extérieur, le SiC présentant une bonne résistance à l'oxydation jusqu'à 1500°C. Elle protège ainsi l'interphase BN des attaques chimiques auxquels la soumettraient l'étape de *melt-infiltration* [Corman et Luthra 2005]. La porosité résiduelle du composite à l'issue de cette étape est supérieure à une dizaine de pourcents.

Afin de combler ces porosités, une suspension de poudre de SiC y est infiltrée sous pression lors de l'étape de *slurry cast*. Des fissures de retrait apparaissent lors de l'évaporation de la barbotine. Ces fissures et les agrégats de poudre de SiC sont imprégnés de silicium liquide par capillarité (*melt-infiltration* : MI). La porosité est ainsi réduite à quelques pourcents, le domaine élastique du composite est plus grand que celui d'un composite CVI [Morscher et Gyekenyesi 1998] et sa conductivité thermique est meilleure. Toutefois la température maximale d'utilisation est limitée par la température de fusion du silicium (1414°C).

La figure 1.3 présente les différents constituants de ce matériau, désigné comme *BN-MI* dans la suite. L'hétérogénéité de la matrice aux échelles micro- et mésoscopique vient de sa structure même mais aussi de la présence de défauts, comme les porosités, les fissures de retrait, etc. qui apparaissent lors de la fabrication.

Les surfaces des pièces aéronautiques exposées à de hautes températures et à de forts flux oxydants sont protégées par une barrière environnementale et thermique en disilicate de terre rare qui ne sera pas étudiée ici [Eaton *et al.* 2000].

2 Propriétés thermomécaniques

2.1 Propriétés des constituants

Fibre Hi-Nicalon-S

Les fibres Hi-Nicalon-S ont un module d'Young longitudinal d'environ 420 GPa et une contrainte à rupture en traction de $2,6 \pm 0,7$ GPa [Ichikawa 2000 ; Bunsell et Piant 2006]. Leur allongement à rupture, 0,6%, est très supérieur à ceux de matériaux céramiques monolithiques (autour de 0,05%). Cet allongement important confère au composite un potentiel de déformation bien supérieur aux céramiques. Peu sensibles à l'oxydation du fait d'une faible teneur en carbone résiduel, leur module d'Young est stable jusqu'à 1400°C [Colin et Gélébart 2008].

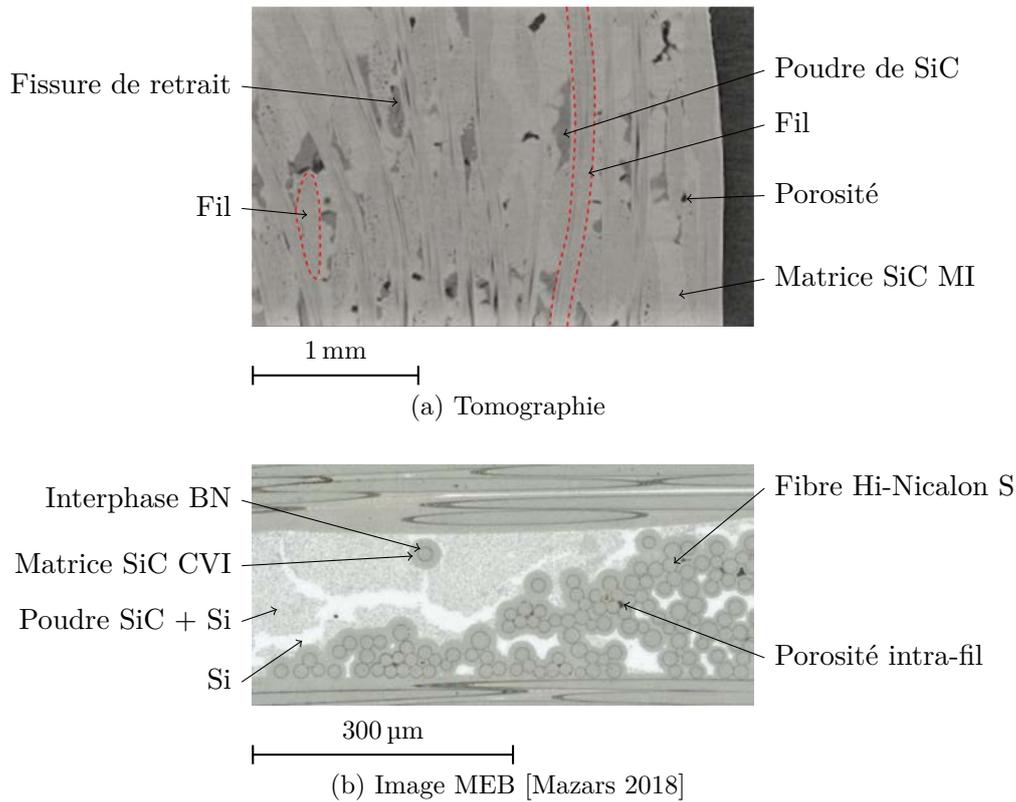


Figure 1.3 – Méso- et microstructure du SiC/SiC-BN-MI

(a) Image des variations de densité au sein du matériau, la tomographie permet de mettre en évidence la mésostructure : les poches de poudre de SiC mal infiltrées lors de l'étape de MI et les porosités dont les dimensions dépassent quelques pixels. Les fils ressortent peu lorsque la matrice est bien infiltrée, on devine seulement le motif de tissage.

(b) À l'échelle de la microstructure, l'hétérogénéité de la matrice est flagrante. La différence de nature entre les matrices CVI et MI conduisent à distinguer, notamment dans les scénarios d'endommagement, les matrices intra et inter-fil. La fraction volumique de l'interphase BN (cercle gris foncé) est très faible. On notera une certaine dispersion du diamètre des fibres.

Fil sec, fil infiltré

Lors du chargement en traction d'une mèche de fibres non infiltrée, dites sèche, les ruptures de fibres successives entraînent des reports de charge est conduisent finalement la ruine du fil. Pour prendre en compte les dispersions sur la contrainte à rupture et le diamètre des fibres et l'irrégularité du fil — plus ou moins tendues, les fibres ne sont pas toutes sollicitées de la même manière — un modèle de Weibull est utilisé [Callaway et Zok 2017; Lamon et R'Mili 2021].

On désigne généralement par minicomposite, un fil infiltré. Lors d'essais de traction sur minicomposites, de multiples fissures matricielles transverses se propagent du bord des fils vers le centre. Les fibres créent des pontages qui diminuent la contrainte en pointe de fissure et ralentissent la propagation [Budiansky *et al.* 1986; Zok et Hom 1990]. Après la saturation de la fissuration matricielle, les fibres rompent progressivement, d'abord de façon diffuse puis en se localisant autour de la zone de rupture [Chateau *et al.* 2011]. La rupture du minicomposite n'est pas fragile, l'interphase joue son rôle en déviant les fissures tout en assurant un report de charge vers les fibres qui chacune se fissure plusieurs fois.

Propriétés de la matrice

Si les propriétés des fibres ont donné lieu à de nombreuses études et sont bien connues, il est plus difficile de déterminer les propriétés mécaniques de la matrice seule. En effet, l'élaboration d'éprouvettes dont la microstructure soit représentative de celle obtenue au sein de la préforme est complexe. À partir d'essais sur des minicomposites, Colin et Gélébart [2008] ont déterminé le module d'Young de la matrice CVI qui enrobe les fibres (fig. 1.3b), 390 GPa, et montré qu'il pouvait être considéré comme constant jusqu'à 1 000°C. Les propriétés locales du reste de la matrice sont déterminées par des essais de nanoindentation qui permettent de remonter à la dureté et au module d'Young des différentes phases [Chollon *et al.* 2004].

2.2 Comportement mécanique macroscopique

L'anisotropie de la structure du CMC entraîne une anisotropie des propriétés thermomécaniques. Aussi, quelques soient les conditions de température et l'environnement, plusieurs types d'essai sont nécessaires pour caractériser pleinement leur comportement mécanique [Camus *et al.* 2016].

Traction uniaxiale

La figure 1.4 montre le comportement en traction d'un SiC/SiC-MI. Il présente un domaine élastique linéaire dans lequel la matrice et les fibres se déforment de la même manière et le chargement est principalement supporté par la matrice. Une des singularités des CMC, par rapport aux autres types de composites, est que la matrice est plus rigide que le système chaînes-trames. Lors du chargement, cela entraîne de la micro-fissuration matricielle à des efforts assez faibles [Marshall et Cox 1985]. Si la nature de l'interphase joue peu sur la rigidité initiale du matériau — particulièrement lorsque les fibres sont sollicitées dans le sens longitudinal — elle influence fortement sa limite élastique et son comportement au delà [Lamon 2005]. La fin du domaine élastique se traduit, macroscopiquement, par un assouplissement du matériau et une perte de linéarité sur la courbe force-déplacement. Traditionnellement, la limite élastique est définie par la limite de proportionnalité à $5 \cdot 10^{-5}$ [Kalluri *et al.* 2004].

Les CMC présentent un domaine non linéaire, dit *endommageable*. Les essais sous chargement cyclique (fig. 1.5) mettent en évidence une perte de raideur progressive et l'apparition de déformations résiduelles provoquées par la multi-fissuration matricielle [Morscher 2004]. L'énergie dissipée par les décohésions fibre-matrice et les frottements est déterminée à partir des boucles d'hystérésis. Evans *et al.* [1994] établissent un lien entre la forme de ces boucles et les phénomènes d'endommagement. Toutefois cette approche n'est pas suffisante pour décrire les mécanismes physiques et

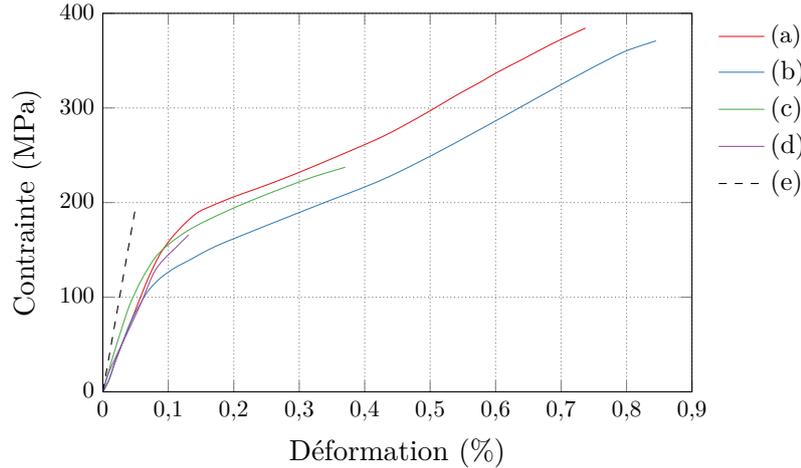


Figure 1.4 – Comportement d’un SiC/SiC-BN-MI en traction quasi-statique
 À température ambiante : (a) BN-MI, (b) SiC/SiC-CVI ; sous gradient thermique dans
 l’épaisseur : (c) BN-MI revêtu (1 230°C–1 070°C) ; (d) BN-MI non-revêtu
 (1 200°C–1 010°C) ; (e) Rigidité de la matrice CVI ($E \simeq 390$ GPa)
 (a) et (b) [Morscher et Gyekenyesi 1998], (c) et (d) [Appleby *et al.* 2015],
 (e) [Colin et Gélébart 2008].

leur chronologie. En compression, le comportement évolue peu au cours des cycles témoignant de la refermeture des fissures.

Macroscopiquement, les SiC/SiC sont généralement considérés comme orthotropes. Leur comportement dans le domaine endommageable est fortement dépendant de l’orientation de la direction de chargement par rapport au tissage (fig. 1.5).

Cisaillement

Une éprouvette sollicitée en traction hors axe, typiquement à 45°, est soumise localement à un chargement multiaxial comprenant une composante de cisaillement. De tels essais sont utilisés pour estimer le module de cisaillement dans le plan. Les fissures apparaissent dans les poches de matrice perpendiculairement au chargement et dans une gamme d’effort étroite [Morscher *et al.* 2007]. Ceci explique la perte de raideur plus rapide qu’on observe sur la figure 1.5.

Des essais spécifiques (Iosipescu ou *Double Notch Shear* (DNS)) favorisent localement l’effort tranchant par rapport à l’effort fléchissant et donc le cisaillement. Ils mettent en évidence un comportement d’abord linéaire puis endommageable [Camus *et al.* 2016]. Tableau [2014] a étudié le cisaillement plan et hors plan grâce à des essais de torsion sur barre rectangulaire. Les modules de cisaillement sont anisotropes et très dépendants du tissage, l’interlockage augmente significativement les propriétés en cisaillement hors plan. Le tissage 3D induit également, lors d’un chargement en traction suffisamment important, de la compression et du cisaillement hors plan [Legin *et al.* 2017]. Ce cisaillement, interprété comme du glissement au niveau des fissures, permet d’expliquer les déformations résiduelles observées lors d’essais cycliques.

Chargement plus complexe

Bernachy-Barbé *et al.* [2015a] proposent de soumettre des tubes de CMC à des combinaisons de traction–torsion ou de traction–pression interne pour étudier leur comportement multiaxial. Faire varier l’intensité relative des chargements permet de tracer les enveloppes des domaines élastiques et endommageables (fig. 1.6).

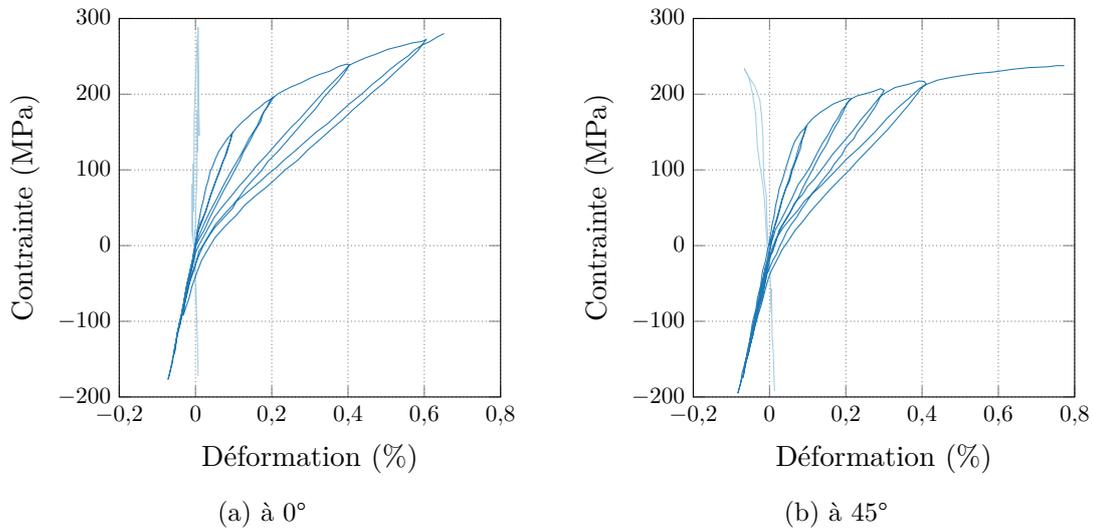


Figure 1.5 – Comportement d’un SiC/SiC 2D sous chargement cyclique quasi-statique à température ambiante [Camus 2000]
 En traction le module décroît au cours des cycles, alors qu’il reste constant en compression. Lors de l’essai hors axe (b), l’assouplissement dans le domaine endommageable est plus important.

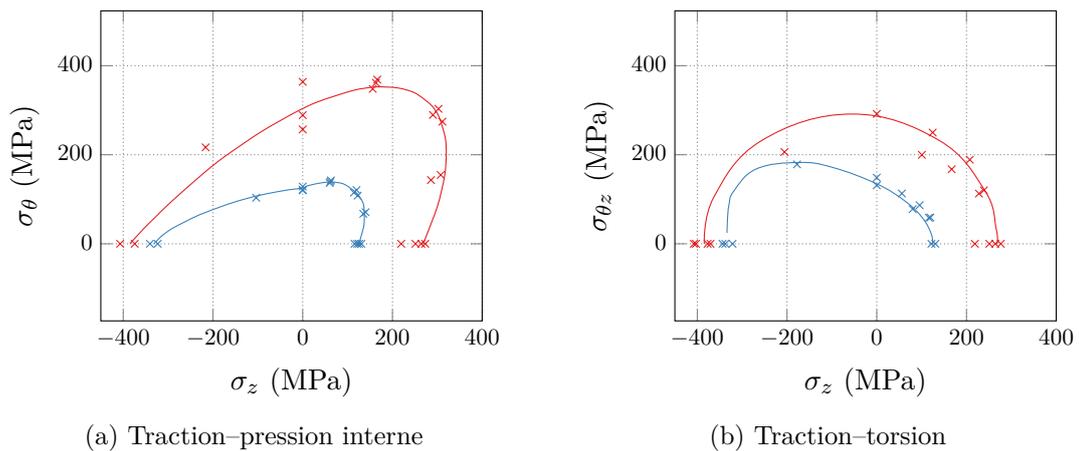


Figure 1.6 – Comportement d’un tube de SiC/SiC sous sollicitation multiaxiale
 Les chargements sont proportionnels et monotones [Bernachy-Barbé 2014] : seuil à 10% de l’énergie cumulée d’émission acoustique (×) et critère d’endommagement (—), rupture (×) et critère de rupture de Tsai et Wu [1971] (—).

Des essais de compression sur des éprouvettes de SiC/SiC-CVI en forme de C induisent un chargement de flexion au milieu du C [Saucedo-Mora *et al.* 2016]. La fissuration apparaît sur la surface extérieure, elle n'est pas localisée là où la géométrie induirait la plus forte contrainte mais au niveau des porosités présentes dans son entourage. Même sur le comportement d'éprouvettes de forme, l'influence de la mésostructure est forte.

2.3 Scénario local d'endommagement

La structure du CMC induit des mécanismes d'endommagement variés qui se produisent de manière séquentielle.

Amorçage

Lorsque le chargement suit une des directions du renfort, les fissures s'amorcent dans ce que Morscher et Pujar [2009] nomment *minimatrix* et qui est constituée de la matrices intra-fil et de la matrice CVI qui entoure les fils transverses. L'hétérogénéité des fils favorise les concentrations de contrainte et des décohésions fibre–interphase ou interphase–matrice ont lieu. Le seuil d'apparition de ces fissures est légèrement plus faible que la limite de proportionnalité [Sevener *et al.* 2017]. Ces fissures sont nombreuses, donnant à l'endommagement un caractère diffus, et se propagent très rapidement à la matrice interfil.

Lorsque le chargement ne suit pas une direction du renfort ou que la concentration de contrainte apparaît initialement dans une poche de matrice, les fissures s'amorcent dans la matrice, en surface ou proche des défauts. Les poches de silicium, les fissures de retrait, les porosités et des fissures préexistantes sont des zones d'amorçage privilégiées [Bénézech 2019, chap. 1]. Ces fissures sont localisées.

Dans des pièces de petites dimensions, les fissures peuvent déjà être traversantes mais n'ont pas d'influence sensible sur le comportement macroscopique.

Propagation

La fissuration de la matrice entraîne une redistribution des contraintes, une diffusion de l'endommagement et une diminution progressive du module longitudinal [Evans *et al.* 1994]. Autour des fibres longitudinales, l'interphase dévie les fissures matricielles du mode I vers le mode II. La fissuration matricielle atteint une saturation. Ces fissures continuent de s'ouvrir en mode I et provoquent du glissement interfacial et la décohésion des fils longitudinaux qui reprennent progressivement la charge. [Bernachy-Barbé *et al.* 2015b] ont observé une légère réorientation des fils dans le sens du chargement. Enfin la rupture des fils longitudinaux entraîne la ruine du matériau (fig. 1.7). Dans la plupart des modèles analytiques [Zok et Hom 1990 ; Morscher et Cawley 2002], la reprise d'effort par les fibres est supposée avoir lieu après la saturation de la fissuration matricielle. La rupture des fibres suit alors une loi de Weibull [Sutcu 1989].

Premier endommagement

Les premiers phénomènes physiques d'endommagement se produisent à des échelles très petites et sont difficilement détectables. La définition de la notion de *premier endommagement*, chère à l'industriel, n'est pas aisée. Il faut la comprendre comme un premier endommagement *admissible*, celui à partir duquel le comportement à l'échelle macroscopique est impacté.

Si la limite d'élasticité est généralement définie comme une limite de proportionnalité, le critère de premier endommagement est basé sur des mesures d'Émission Acoustique (EA). Ce choix est justifié en considérant que les événements d'EA sont provoqués par des fissurations ou des glissements. Morscher [2004] propose une déformation seuil d'apparition des premières fissures matricielles traversantes à partir de la courbe d'énergie cumulée. Ce seuil est plus faible que celui donné par la limite de proportionnalité.

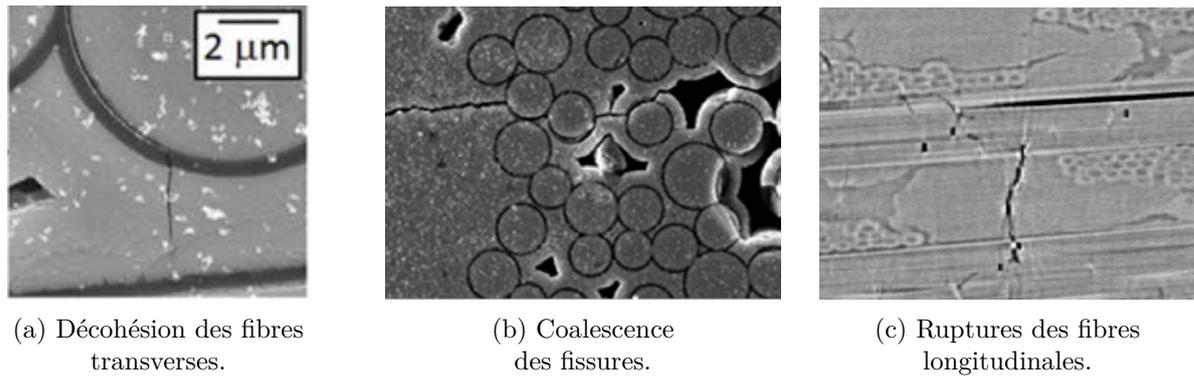


Figure 1.7 – Scénario local d’endommagement du SiC/SiC-BN-MI.

La décohésion des fibres longitudinales est difficile à observer, les fissures étant très peu ouvertes, elle est déduite du profil, discontinu, de la rupture des fibres (c).

(a) et (b) [Sevener *et al.* 2017], (c) [Mazars 2018].

Maillet *et al.* [2019] établissent des corrélations entre l’évolution de descripteurs d’EA et des phénomènes liés à la propagation de l’endommagement. L’attribution des événements acoustiques aux différents phénomènes physiques nécessite toutefois une interprétation approfondie [Guel 2018]. Sur une éprouvette de géométrie simple, il est également possible de localiser les événements d’EA et donc les phénomènes d’endommagement [Maillet *et al.* 2014].

2.4 Effets de l’environnement

Effets de la température

Les variations des propriétés des constituants, en particulier du SiC monocristallin, avec la température sont faibles. Le module d’Young du SiC fritté décroît linéairement jusqu’à 1 000°C de 375 à 325 GPa, puis de manière convexe pour atteindre 300 GPa à 1 300°C ; le coefficient de Poisson de 0,16 à température ambiante est de 0,18 à 1 300°C [Sakaguchi *et al.* 1991].

De la même manière, le comportement du SiC/SiC sous vide (ou sous atmosphère neutre) évolue peu. La limite de proportionnalité reste quasiment constante sur la gamme d’utilisation (20°C–1 315°C), la contrainte à rupture diminue d’environ 25% [Corman et Luthra 2005]. À des températures intermédiaires, des phénomènes de relaxation sont observés lors de plateau de chargement. [Chermant *et al.* 2002] interprètent ce caractère visqueux comme la propagation lente des décohésions interfaciales. Au-dessus de 1 200°C, la viscosité des constituants du composite contribue au fluage qui peut entraîner des déformations de l’ordre de grandeur de la déformation à la limite de proportionnalité et explique en partie la diminution de la contrainte à rupture [Morscher et Pujar 2009].

Oxydation

Le SiC cristallin est stable chimiquement jusqu’à 1 400°C [Harris 1995]. La matrice CVI protège donc l’interphase et les fibres de l’environnement. Cependant, ses fissures sont autant de chemins pour les espèces oxydantes. Réduire la diffusion des espèces oxydantes a été un des axes majeurs de développement pour les CMC [Lamouroux *et al.* 1999] qui a conduit à l’élaboration de matrices auto-cicatrisantes. Le BN-MI n’est pas auto-cicatrisant, les espèces agressives pénètrent le matériau par les fissures débouchantes de la matrice CVI et consomment l’interphase.

Le BN s’oxyde dès 450°C en B₂O₃ [Mall et LaRoche 2006]. Les teneurs résiduelles en silicium et en carbone des fibres, bien qu’elles soient faibles, les rendent sensibles à l’oxydation. La silice est deux fois plus volumineuse que le SiC. Sa formation crée des concentrations de contraintes. L’oxydation du carbone présent aux joints de grains fragilise la fibre [Gauthier *et al.* 2009]. Liquide

à ces températures, le sesquioxyde de bore réagit avec la silice environnante pour former des verres borosilicatés, la fibre est en partie consommée au niveau de la fissure [Zok *et al.* 2020]. Lors d’essais entre 1000°C et 1200°C sous atmosphère corrosive, le domaine non linéaire d’un SiC/SiC non protégé par une barrière thermique est donc réduit de manière importante (fig. 1.4) : l’oxydation rend le matériau plus fragile [Appleby *et al.* 2015]. La décohésion fibre–matrice n’ayant pas lieu, le faciès de rupture est régulier.

Pour ces raisons, il est essentiel de limiter la fissuration matricielle en condition de fonctionnement.

2.5 Propriétés thermiques

Pour que les pièces aéronautiques puissent être refroidies efficacement et éviter de trop fortes dilatations thermiques différentielles lorsque le CMC est soumis à des gradients thermiques, il doit avoir une bonne conductivité thermique. La faible porosité du SiC/SiC-MI lui confère des conductivités de l’ordre de $30 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ dans le plan de tissage et de $25 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ hors plan [Nicolais et Ortona 2012]. Cette différence s’explique car les fibres sont plus conductrices que la matrices, la conductivité dépend donc de l’armure du matériau. L’endommagement, particulièrement la fissuration matricielle, entraîne une baisse de la conductivité thermique [El Yagoubi 2011].

Le coefficient de dilatation thermique est aussi anisotrope : à température ambiante, respectivement autour de $3,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et de $4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, dans le plan et hors plan [Nicolais et Ortona 2012]. Le coefficient de dilatation thermique du SiC augmente avec la température ($3,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à 20°C et $6,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à 125°C) [Touloukian 1977]. On s’attend à une évolution similaire pour le composite.

3 Exemple d’une pièce de structure : la jonction tissée 3D

L’influence de la géométrie des pièces, de la macrostructure, sur le comportement local a été mis en évidence sur différentes géométries d’éprouvettes en composite à matrice organique, notamment en L [Wood *et al.* 2009] et en T [Bigaud *et al.* 2018; Yan *et al.* 2018]. Pour illustrer cette influence sur le BN-MI, on présente brièvement les essais sur jonction tissée 3D réalisés par Bénézech [2019, chap. 1].

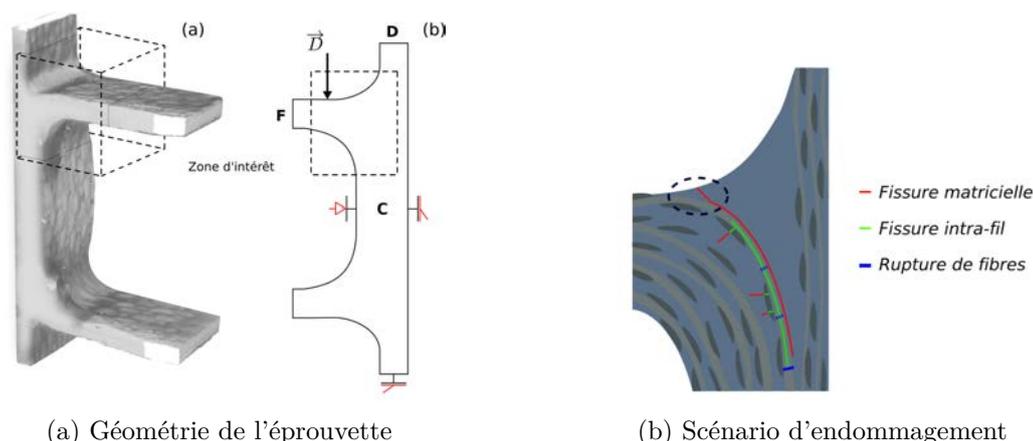
3.1 Comportement de la jonction tissée 3D

L’essai sur la jonction 3D (fig. 1.8a) a pour objectif de soumettre l’éprouvette à un chargement représentatif de ceux vus par les pièces en service. Il s’apparente à de la flexion sur poutre courte encastrée, la zone d’intérêt est la zone d’encastrement. L’endommagement dans cette zone (fig. 1.8b) s’amorce au sein de la poche de matrice ou sur ses bords. Il suit la mésostructure. Simultanément, de la fissuration dans le sens des fibres se produit dans les fils situés à la frontière de la poche de matrice. Ces fils, une fois désolidarisés, sont principalement sollicités en traction et on observe, comme sur des éprouvettes sollicitées en flexion, une déviation des fissures radialement par rapport au congé de la jonction tissée. Les fibres rompent d’abord dans ces fils qui sont les plus sollicités.

Ce scénario connaît des variations. Le lieu d’amorçage est influencé par la présence de défauts. Les fissures présentes à l’état initial sont des chemins de fissuration privilégiés. La géométrie et l’intégrité de la zone matricielle ont une incidence sur le comportement macroscopique de l’éprouvette dans le domaine endommageable mais aussi dans le domaine élastique : la variabilité de la rigidité apparente est grande.

3.2 Approche de modélisation basée image

Les défauts ayant une forte influence sur la localisation de l’apparition des fissures, il est important d’appuyer les modèles sur une étude morphologique réaliste des pièces. La tomographie est un



(a) Géométrie de l'éprouvette

(b) Scénario d'endommagement

Figure 1.8 – Essai sur jonction tissée 3D

L'éprouvette est bridée en son centre, le chargement est appliqué en \vec{D} (a), ce qui entraîne, dans la zone d'intérêt, la fissuration du matériau (b) [Bénézech 2019].

bon outil pour cataloguer, caractériser et quantifier ses défauts [Bale *et al.* 2012]. Une modélisation basée image qui permet de prendre en compte la mésostructure réelle de l'éprouvette est alors judicieuse : un modèle géométrique est construit à partir de la segmentation d'une tomographie [Bénézech 2019, chap. 2] (fig. 1.2). À l'échelle mésoscopique, il décrit explicitement l'architecture textile et il est possible d'y introduire l'endommagement initial.

4 Conclusion

La structure d'un CMC ralentit la propagation des fissures, induit des chemins de fissuration complexes et donne à l'endommagement un caractère progressif et diffus. Elle leur procure donc une certaine ténacité. Le point critique pour les pièces qui ont vocation à être utilisées à haute température sous atmosphère agressive est la fragilisation du CMC qui résulte de l'oxydation de l'interphase BN. C'est ce point qui nous pousse à définir le premier endommagement comme l'apparition de la première fissure dans la matrice inter-fil. Cette définition est d'autant plus pertinente que les fissures intra-fil, non débouchantes, n'ont pas d'influence sensible sur le comportement macroscopique de la pièce, elles peuvent donc être tolérées.

Ces considérations autorisent à travailler à une échelle plus grande que celle généralement choisie pour l'étude locale de l'endommagement. Des éprouvettes d'une dimension suffisante permettent d'étudier l'influence de la mésostructure sur la localisation de l'endommagement. Le chargement local est en effet fortement influencé par le tissage qui détermine en partie l'orientation des fissures matricielles [Tableau 2014] et par les défauts de la matrice. Les travaux de Cox *et al.* [2014] et de Bénézech [2019] ont montré l'importance de prendre en compte la mésostructure dans la modélisation du comportement de pièces ou de morceaux de pièce. Les modèles ainsi construits reproduisent qualitativement le comportement du matériau. Pour les valider et envisager d'utiliser des modèles similaires pour concevoir ou optimiser des pièces, il faut être capable d'en identifier les paramètres.

Dès lors, il est nécessaire de développer un protocole expérimental qui donne accès au comportement local de l'éprouvette, qui permette de mesurer les chargements inhomogènes et multiaxiaux induits par sa géométrie et sa structure. Une approche par mesures de champ s'impose naturellement. Elle s'appuie sur des essais *in situ*, sous tomographe et suivi par caméra infra-rouge, qui sont de bons moyens de caractériser les champs thermiques et les chargements à cœur.

Chapitre 2

Moyen d'essai multiaxial *in situ*

Les essais in situ, suivis par tomographie, sont précieux pour l'étude des CMC soumis à des sollicitations proches des conditions de fonctionnement. Ils permettent d'étudier localement le comportement du matériau et d'envisager des configurations de chargement complexes. La tomographie impose toutefois des contraintes qu'il convient de prendre en compte lors de leur conception.

Sommaire

1	Essais suivis par micro-tomographie par rayons X	32
1.1	Tomographie : géométrie et fonctionnement	32
1.2	Étude <i>in situ</i> du comportement des matériaux	34
2	Cahier des charges pour les essais multiaxiaux	35
3	Définition de l'essai	35
3.1	Chargements étudiés	35
3.2	Géométrie des éprouvettes	36
4	Conception du moyen d'essai	38
4.1	Structure générale	38
4.2	Chargement mécanique : système de mors	43
4.3	Chargement thermique	44
4.4	Instrumentation et pilotage	46
5	Essai préliminaire	49
5.1	Chargement mécanique <i>ex situ</i>	49
5.2	Limites	53
6	Conclusion	54

1 Essais suivis par micro-tomographie par rayons X

Tirant ses origines de l'imagerie médicale, la micro-tomographie par rayons X (μ -CT) consiste à reconstruire une image tridimensionnelle du coefficient d'absorption des rayons X (RX) d'un objet. Elle est la principale méthode de mesure non destructive qui donne accès à des informations volumiques. De nombreuses études ont montré son intérêt pour étudier le comportement des matériaux, notamment des composites, grâce à des essais *in situ* [Maire *et al.* 2004; Aroush *et al.* 2006; Yu *et al.* 2015; Mazars *et al.* 2017b].

1.1 Tomographie : géométrie et fonctionnement

Lors d'une tomographie, un grand nombre de radiographies d'un objet — c'est-à-dire d'images de l'atténuation du flux de RX transmis à travers cet objet — sont acquises alors qu'il effectue une rotation autour d'un axe fixe. Cette information brute est regroupée sous forme d'une matrice 3D, dont la troisième dimension est l'angle θ suivant lequel la projection a été acquise : le sinogramme. Après une étape numérique de reconstruction (détaillée dans le chapitre 3), ce sinogramme permet d'obtenir une image tridimensionnelle de l'objet dont les niveaux de gris sont proportionnels au champ de coefficient d'absorption des RX (fig. 2.1). Cette méthode est particulièrement bien adaptée à l'étude des matériaux constitués d'éléments légers car leur coefficient d'absorption est plutôt bas. Des objets de dimensions assez importantes (de l'ordre du mètre) peuvent alors être scannés avec des flux d'intensité raisonnable.

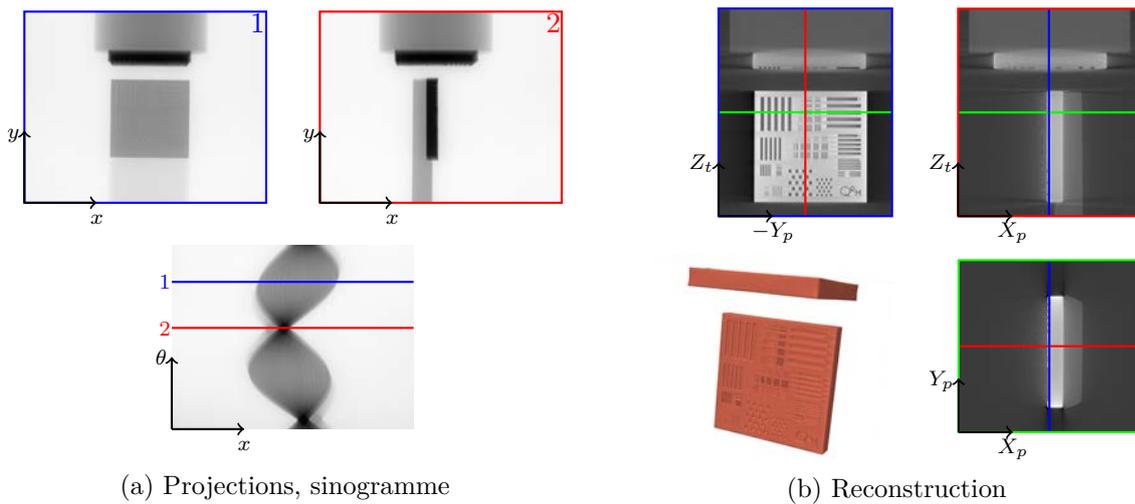


Figure 2.1 – Tomographie : Projections, sinogramme, reconstruction
Exemple d'une mire de calibration (*QRM*)

(a) Une série de radiographies (projections) est acquise pendant la rotation de l'éprouvette autour d'un axe parallèle à Z_t . (b) À partir du sinogramme, un algorithme permet de reconstruire une image 3D de l'objet.

La figure 2.2 schématise les trois éléments principaux d'un tomographe qui sont alignés selon l'axe optique (O, X_t) :

- la source de RX S ;
- la platine du tomographe qui tourne autour de l'axe de rotation (O, Z_t), sur laquelle l'échantillon est placé ;
- le détecteur C qui est constitué d'un scintillateur qui convertit les RX en lumière visible et d'un capteur CCD.

Le volume acquis correspond au cylindre centré sur l'axe de rotation et dont la projection est entièrement incluse dans l'écran. Le nombre de projections est calculé en fonction de la résolution de travail afin que le pas angulaire induise un déplacement d'un pixel au niveau de la paroi de

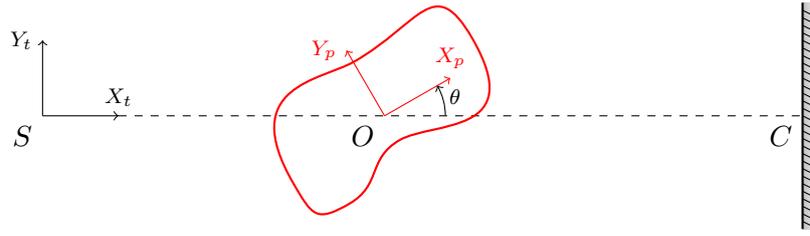


Figure 2.2 – Géométrie du tomographe dans le plan perpendiculaire à l’axe de rotation
 S désigne la source de RX, O , le centre de rotation et C , le centre du scintillateur.
 (O, X_t, Y_t, Z_t) est le repère, fixe, du tomographe ; (O, X_p, Y_p, Z_t) est le repère, tournant, de la platine. L’échantillon et la platine sont en rouge.

ce cylindre. Plutôt que d’immobiliser la platine lors de l’acquisition de chaque projection, il est préférable qu’elle ait une rotation continue pour réduire la durée du scan.

On distingue la tomographie de laboratoire et la tomographie synchrotron qui utilisent des sources différentes.

Le tomographe de laboratoire s’est démocratisé dans les unités de recherche. À titre d’exemples, on peut citer ceux des entités qui nous ont hébergé : *v/tome/x s* (GE) de la plateforme PLACAMAT à Pessac, *X50* (NSI) au LMT et *UltraTom* (RX Solutions) à Safran Ceramics. La source S est un tube à RX. Elle est ponctuelle et le faisceau est divergent et polychromatique. Ce caractère divergent permet de régler certains paramètres d’acquisition en modifiant les distances entre les trois éléments du tomographe. La résolution r des projections est proportionnelle au rapport des distances source-détecteur et source-objet. Le flux lumineux reçu par chaque pixel du détecteur, E , est inversement proportionnel au carré de la distance source-détecteur.

$$r \propto \frac{\overline{SC}}{\overline{SO}} \quad E \propto \frac{1}{\overline{SC}^2} \quad (2.1)$$

Pour travailler dans de bonnes conditions et à une bonne résolution, il faut donc placer l’objet le plus proche possible de la source. Suivant les paramètres choisis, un même tomographe peut scanner des pièces de plus d’une dizaine de centimètres ou de petits échantillons à de très hautes résolutions ($0,35 \mu\text{m px}^{-1}$ pour l’*UltraTom*¹). Le flux étant limité, pour acquérir des images ayant une dynamique convenable, le temps d’acquisition est de l’ordre de l’heure pour un échantillon de 10 mm de diamètre à une résolution de $8 \mu\text{m px}^{-1}$.

Le tomographe sous rayonnement synchrotron est installé sur une ligne d’un accélérateur de particules. Les deux accélérateurs français munis de lignes de tomographie sont le synchrotron SOLEIL à Saclay (PSICHE et ANATOMIX) et l’ESRF à Grenoble (ID06, ID11, ID15A, ID16A, ID17, ID19, ID31, BM5 et bientôt BM18). Le faisceau est collimaté à une grande distance de la source et apparaît comme parallèle. Le positionnement de l’objet n’a donc pas d’influence sur la résolution. Cela permet également de réaliser une acquisition complète sur 180° ou, pour scanner des éprouvettes plus larges, de décaler l’axe de rotation afin d’augmenter le rayon du volume acquis. Ce faisceau est rectangulaire et ses dimensions fixent la taille maximale de l’objet à scanner (quelques millimètres). Le grossissement est obtenu grâce à des systèmes optiques situés en aval du scintillateur.

Le rayonnement synchrotron est extrêmement brillant, il est filtré en amont de la source pour obtenir un faisceau monochromatique ou un faisceau rose. Un faisceau monochromatique permet de limiter les artefacts dus à la dépendance du coefficients d’absorption à la longueur d’onde. Un faisceau rose, plus énergétique permet de scanner des matériaux lourds ou de réduire le temps

¹rxsolutions.fr/ultratomp, consulté le 17/02/2020

d'acquisition. Typiquement, il est de quelques minutes mais il peut être réduit à quelques fractions de seconde [Maire *et al.* 2016 ; García-Moreno *et al.* 2019].

1.2 Étude *in situ* du comportement des matériaux

Ici et dans la suite *in situ* est entendu comme *in situ sous tomographe*.

Les essais *in situ* permettent d'étudier l'évolution volumique, à cœur, d'une éprouvette [Baruchel *et al.* 2000]. Elle peut être soumise à différents chargements : mécaniques, thermiques, environnementaux [Stock 2008 ; Buffière *et al.* 2010 ; Maire et Withers 2014 ; Maire *et al.* 2020]. Ces essais sont particulièrement justifiés dans des conditions non standards, typiquement lors d'études sous chargements hétérogènes, multiaxiaux ou à haute température. Donnant accès à la chronologie des événements, ils ont initialement été développés pour étudier la propagation de fissures [Guvenilir *et al.* 1997]. Si l'objectif le plus courant reste la compréhension des phénomènes d'endommagement, leurs applications se sont diversifiées. Par exemple, Carpentier [2021] reproduit sous synchrotron l'étape de *melt infiltration* de la fabrication du BN-MI.

Aujourd'hui les gammes de résolution, de temps d'acquisition et d'intensité de faisceau permettent d'étudier *in situ* le comportement de nombreux matériaux, à une échelle où ils sont hétérogènes :

- matériaux poreux : os [Bay *et al.* 1999], céramique poreuse [Leplay *et al.* 2011], mousse d'aluminium [Petit *et al.* 2017] ;
- alliages métalliques : alliage léger (aluminium [Terzi *et al.* 2009]) ou plus lourd (fonte à graphite nodulaire [Buljac *et al.* 2017]) ;
- autres matériaux granulaires : plâtre [Bouterf *et al.* 2014], béton léger [Chateau *et al.* 2018], matériau réfractaire [Jailin *et al.* 2019] ;
- composites : Composites à Matrice Organique (CMO) [Brault *et al.* 2013], Composites à Matrice Métallique (CMM) [Buffière *et al.* 2000], CMC [Chateau *et al.* 2011] ;
- autres matériaux architecturés et métamatériaux (pantographe [Auger *et al.* 2020]) ;
- poudres.

Ces matériaux sont utilisés dans différentes industries : le biomédical [Bay *et al.* 1999], l'aéronautique [Chateau *et al.* 2011 ; Bale *et al.* 2013 ; Mazars *et al.* 2017b], le génie civil [Bouterf *et al.* 2014 ; Chateau *et al.* 2018 ; Jailin *et al.* 2019], la métallurgie [Terzi *et al.* 2009], etc.

La plupart des matériaux étudiés sont légers ce qui permet de travailler avec des temps d'acquisition et des puissances de faisceau raisonnables. Sur une tomographie, le contraste est lié à la nature chimique et à la densité des milieux traversés. Le temps d'exposition doit être suffisamment long pour que le bruit des projections soit sensiblement inférieur à ce contraste qui peut être faible comme dans le cas du SiC/SiC. Lors d'essais *in situ*, il est donc nécessaire d'effectuer des paliers de chargement pendant les acquisitions. Étant donné leur durée, le nombre de paliers, c'est-à-dire le nombre d'états de chargement accessibles, est limité.

Lors des essais, les matériaux sont souvent soumis à de la compression [Bay *et al.* 1999 ; Salvo *et al.* 2003 ; Petit *et al.* 2017 ; Chateau *et al.* 2018] ou à de la traction [Chateau *et al.* 2011 ; Bale *et al.* 2013 ; Maire *et al.* 2016 ; Mazars *et al.* 2017b]. Le chargement est appliqué de manière monotone ou cyclique [Buffière *et al.* 2005], sur des éprouvettes à section cylindrique ou rectangulaire. Les études *in situ* ont un grand intérêt pour suivre l'influence de chargements mécaniques plus complexes. Brault *et al.* [2013] réalisent des essais de flexion trois points ; Auger *et al.* [2020], de torsion ; Leplay *et al.* [2011], de double torsion et Chen [2017], de traction sur tube. Plus originaux, des essais étudient l'indentation [Bouterf *et al.* 2014], le fendage [Jailin *et al.* 2019] ou des matériaux soumis à de très hautes pressions [Philippe *et al.* 2016]. Ebel *et al.* [2019] cherchent à montrer l'interaction entre différents phénomènes : le lien entre l'oxydation et l'endommagement.

Le choix des dimensions de l'éprouvette est un compromis entre des contraintes liées à leur représentativité et d'autres induites par la tomographie, entre les dimensions de la zone d'intérêt et la résolution de travail. Leur géométrie cherche généralement à concentrer le chargement dans la zone d'intérêt. Une éprouvette de traction présentera une réduction de section [Mazars 2018 ; Guel

2018]. Certaines géométries cherchent à provoquer des concentrations de contraintes, par exemple lors d’essais de traction sur éprouvette trouée [Buljac *et al.* 2017].

Pour suivre la propagation de fissure, des éprouvettes permettant de la localiser sont utilisées : entaillées [Guvenilir *et al.* 1997; Maire *et al.* 2016; Jailin *et al.* 2019], DCDC (*Double Cleavage Drilled Compression*) [Jailin *et al.* 2017]. L’évolution de fissure préexistante est également étudiée (fissures de *fretting* [Buffière *et al.* 2005]). À l’échelle des tomographies, la fissuration n’est pas toujours directement observable. La déformation des éprouvettes peut être calculée par corrélation d’images volumiques en utilisant comme support la texture des reconstructions tomographiques [Terzi *et al.* 2009; Rannou *et al.* 2010; Bouterf *et al.* 2014]. Les essais donnent alors accès aux champs d’endommagement.

Les essais *in situ* sont variés et fournissent des informations précieuses sur le comportement des matériaux. Lors de leur conception des contraintes propres à la tomographie doivent être prises en compte, notamment dans le choix de la géométrie et des dimensions de l’éprouvette.

2 Cahier des charges pour les essais multiaxiaux

L’objectif est de concevoir et de mettre en œuvre un essai qui permette d’étudier l’endommagement d’éprouvettes de BN-MI soumises à des chargements thermomécaniques multiaxiaux. Ces chargements doivent être représentatifs de ceux subis dans des zones singulières de pièces aéronautiques. Les éprouvettes seront fabriquées à partir de pièces standards. La partie 3 présente les deux types de chargement retenus pour être reproduits *in situ*.

Le moyen d’essai permettra de charger l’éprouvette jusqu’à rupture et de saisir finement la première partie de la courbe de chargement, notamment la transition entre le domaine élastique et le domaine endommageable. Le chargement thermique aura le même ordre de grandeur que celui vu par la pièce (température et gradient). Des essais à température ambiante et sous gradient thermique seront réalisés, sous air ambiant. L’instrumentation doit permettre de mesurer l’inhomogénéité du champ de déplacement ainsi que celle du champ de température. La connaissance de l’effort appliqué est nécessaire.

D’un point de vue pratique, les changements de configuration (types d’éprouvette, température) doivent être simples et rapides. La machine doit être compatible avec le tomographe de laboratoire de Safran Ceramics et celui de la ligne synchrotron PSICHE à SOLEIL avec des résolutions respectives de 8 et 3 $\mu\text{m px}^{-1}$.

3 Définition de l’essai

3.1 Chargements étudiés

Nos essais cherchent à reproduire des chargements proches de ceux subis localement, dans des zones singulières, par des pièces aéronautiques pour mettre en évidence l’effet du couplage de différents chargements.

La figure 2.3 schématise, d’après une modélisation à l’échelle macroscopique d’une pièce en service, l’allure du chargement typique auquel est soumise une jonction tissée 3D. Statique, le chargement mécanique est induit par la dilatation thermique de la pièce dans son système de fixation. Ces points fixes et l’inhomogénéité du champ thermique (fig. 2.3a), créent un champ de contrainte complexe dans la zone d’intérêt (fig. 2.3b).

Le champ de contrainte dans la patte **A** est essentiellement dû au gradient de température dans son épaisseur et induit une flexion accentuée par le bridage de la pièce. La surface chaude est alors sollicitée en traction σ_{zz} . La patte **C** est libre et ne présente pas de concentration de contrainte remarquable. Enfin, la patte **B** peut être assimilée à une poutre courte, encastrée et sollicitée en flexion dans la direction $(-z)$. Au niveau du congé entre les pattes **A** et **B** les champs de contrainte sont très hétérogènes et localement la pièce est soumise à des combinaisons de chargement. Proche

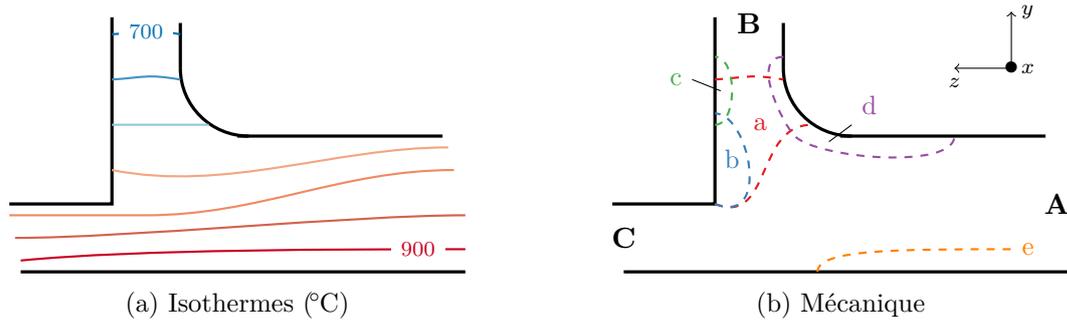


Figure 2.3 – Cartographie schématique du chargement de la zone singulière de la jonction tissée 3D. **A**, **B** et **C** désignent les trois pattes de la jonction tissée. Pour le chargement mécanique, la zone **a** est une poche de cisaillement σ_{yz} , **b** de traction σ_{yy} , **c** de compression σ_{zz} , **d** de compression σ_{yy} et σ_{zz} , enfin **e** de traction σ_{zz} .

de la zone de fixation qui correspond à la poche **c**, le chargement en traction σ_{yy} est le plus important (poche **b**), il s'agit de la zone où l'apparition de l'endommagement est attendue. Cette zone est aussi soumise à du cisaillement σ_{yz} dont le couplage avec le chargement de traction sera particulièrement étudié.

Un second essai, sur des cornières, doit mettre en évidence l'effet d'un chargement multiaxial avec une forte composante hors plan.

3.2 Géométrie des éprouvettes

Si la géométrie des éprouvettes est d'abord pensée pour mettre en évidence les phénomènes recherchés, elle doit être compatible avec des essais *in situ*. La zone d'intérêt doit être dégagée et accessible sous tous les angles. Les dimensions de l'éprouvette doivent être compatibles avec la résolution de l'étude et les variations de sections dans la zone imagée doivent rester limitées. Les éprouvettes sont donc assez minces et les chargements selon x (fig. 2.3b) ne sont pas reproduits.

De plus pour réduire l'encombrement de la machine, un seul actionneur sera utilisé pour appliquer le chargement mécanique.

Jonction tissée 3D

Nous avons rappelé dans le chapitre 1 que la fabrication des SiC/SiC est complexe. Ses étapes nécessitent des outillages spécifiques et nombreux, il n'est donc pas envisageable de concevoir et de fabriquer une éprouvette de forme dédiée à nos essais. Aussi, les éprouvettes dites *jonctions tissées 3D* sont extraites d'une pièce aéronautique.

La patte **A** (fig. 2.3b), la plus épaisse et donc la plus rigide, est encastrée et l'effort est appliqué selon $(-z)$ sur la patte **B**. La position du point d'application de l'effort peut varier pour obtenir différentes configurations de chargement. L'axe de rotation est vertical et positionné pour que la zone où les champs de contrainte sont hétérogènes soit contenue dans la fenêtre de RX (fig. 2.4a). Ainsi, le système de bridage ne traverse pas le champ de vue et l'axe d'application de l'effort F est parallèle à l'axe de rotation.

Pour fabriquer les éprouvettes, des tranches de jonction tissée 3D dont l'épaisseur (selon x) est de l'ordre de grandeur de la largeur (selon y) de la patte **A** sont débitées. La patte **A** est coupée de manière à conserver une longueur suffisante pour que le bridage n'ait pas un effet trop important sur le champ thermique dans la zone d'intérêt. La patte **B** est coupée au plus court : le congé est conservé, une petite marge en sus. En effet le rapport d'aspect des sections horizontales doit être limité pour que les longueurs traversées par le faisceau varient le moins possible. Enfin, la patte **C** est raccourcie pour des questions d'encombrement.

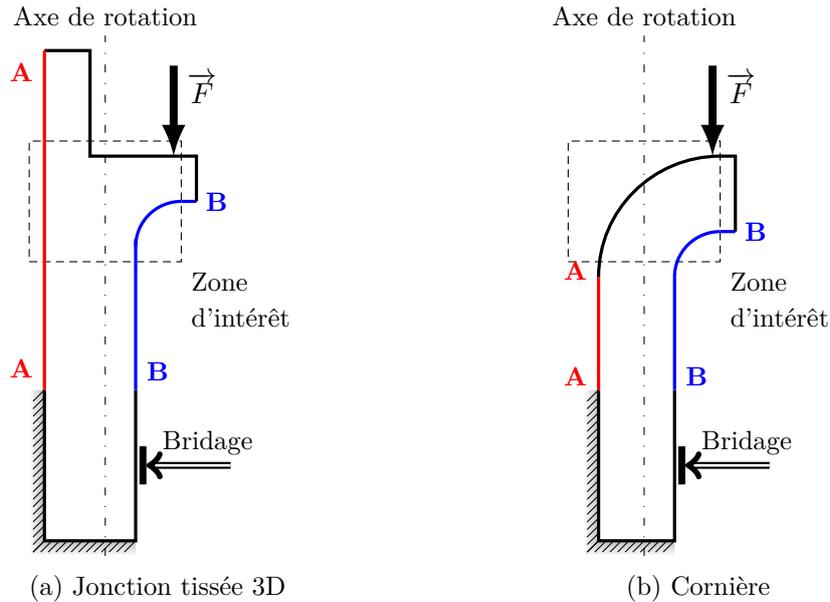


Figure 2.4 – Géométrie des éprouvettes et conditions aux limites

Les éprouvettes sont bridées dans leur partie basse et le chargement mécanique \vec{F} est appliqué de manière à concentrer les sollicitations dans la zone d'intérêt. Les faces A–A et B–B sont respectivement chaude et froide, créant ainsi un gradient thermique. La zone d'intérêt (en pointillés) correspond à la fenêtre de tomographie.

Le gradient thermique est produit en chauffant la face A–A de l'éprouvette. La convection libre dans l'air au niveau des autres faces et les interactions avec les mors créent un gradient thermique.

Un modèle éléments finis macroscopique de l'éprouvette permet de simuler l'influence de ces conditions aux limites. Il est utilisé pour réaliser des études paramétriques en faisant varier les conditions d'essai : température, zone d'application de l'effort, valeur de l'effort, épaisseur de l'éprouvette, etc.). Dans ce modèle simplifié, le matériau est élastique, homogène, anisotrope et orienté suivant des orientations idéalisées (fig. 2.5). L'éprouvette est soumise à un flux thermique forcé sur sa surface chaude et à du rayonnement et de la convection sur les surfaces en contact avec l'air qui suffisent pour obtenir un champ de température ayant l'allure souhaitée (fig. 2.6a). Les interactions avec les mors sont négligées. Comme les déformations restent petites, l'hypothèse d'un couplage faible nous autorise à utiliser ce champ thermique comme conditions aux limites pour des simulations mécaniques.

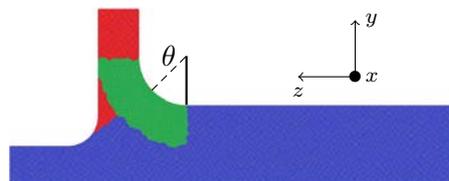


Figure 2.5 – Orientations idéalisées pour la simulation de la jonction tissée
En bleu, l'orientation principale est suivant z ; en rouge, suivant y et en vert, elle suit le congé.

La figure 2.6 présente un exemple de configuration retenue. La force est appliquée sur le haut de la patte B au niveau de la limite de la poche de traction qu'on distingue sur le champ de déformation σ_I . L'allure des champs de température et de déformation correspond aux attentes. Les champs σ_I et σ_{III} montrent le chargement de flexion autour de $(-x)$ qui est induit dans la patte

B par le couplage entre la dilatation thermique et le chargement mécanique. La patte **A** est aussi soumise à de la flexion². Enfin, une poche de cisaillement est présente sous la zone d'application de l'effort dans une bande qui suit le congé.

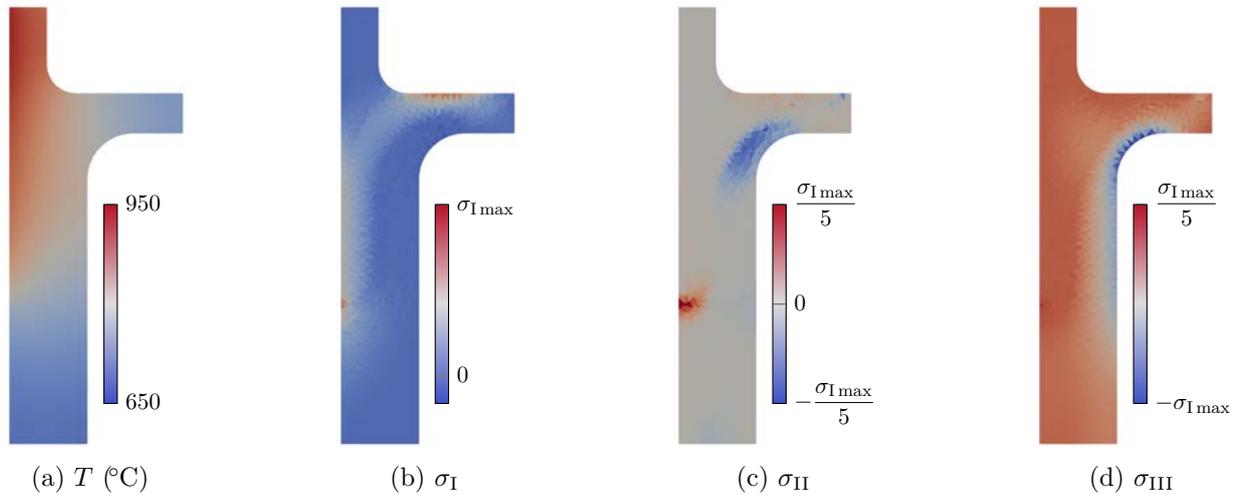


Figure 2.6 – Simulation du comportement de l'éprouvette jonction tissée.

Cette simulation montre que les conditions aux limites proposées permettent de reproduire de manière satisfaisante l'état de chargement visé. Les contraintes de traction se concentre notamment à la naissance de la surface supérieure de la patte **B**. La limite d'élasticité en traction du BN-MI peut être estimée à environ 150 MPa [Morscher et Gyekenyesi 1998]. Pour l'atteindre dans cette zone, il faut appliquer un effort de 600 N à froid et de 400 N à chaud. Dans la zone d'intérêt, le champ de chargement est multiaxial et inhomogène.

Cornière

Des essais de pliage et de dépliage de cornière permettent d'induire un chargement qui couple de la traction hors plan et du cisaillement [Charrier 2013, chap. 5].

Les conditions aux limites de l'essai de pliage de cornière proposé sont proches de celles de l'essai sur jonction tissée 3D (fig. 2.4b). La surface chaude est plus petite et l'éprouvette est moins épaisse, le gradient thermique a donc une allure différente et, dans la zone d'intérêt, il est principalement suivant z (fig. 2.7a).

Le couplage du gradient thermique et de l'effort appliqué très proche du coude de la cornière induit un champ de chargement complexe (fig. 2.7). Les déformations sont moins concentrées sous la zone d'application de l'effort. Au niveau de la surface extérieure du coude, le composite est bien soumis à un chargement de traction hors plan. Il est couplé avec un chargement de cisaillement.

Cet essai permet donc d'obtenir localement un chargement multiaxial avec une composante de traction hors plan.

4 Conception du moyen d'essai

4.1 Structure générale

L'annexe A reprend plus en détails quelques éléments de conception.

²Le pic de contrainte σ_{II} correspond à la limite de la zone encastrée, c'est un artefact de simulation.

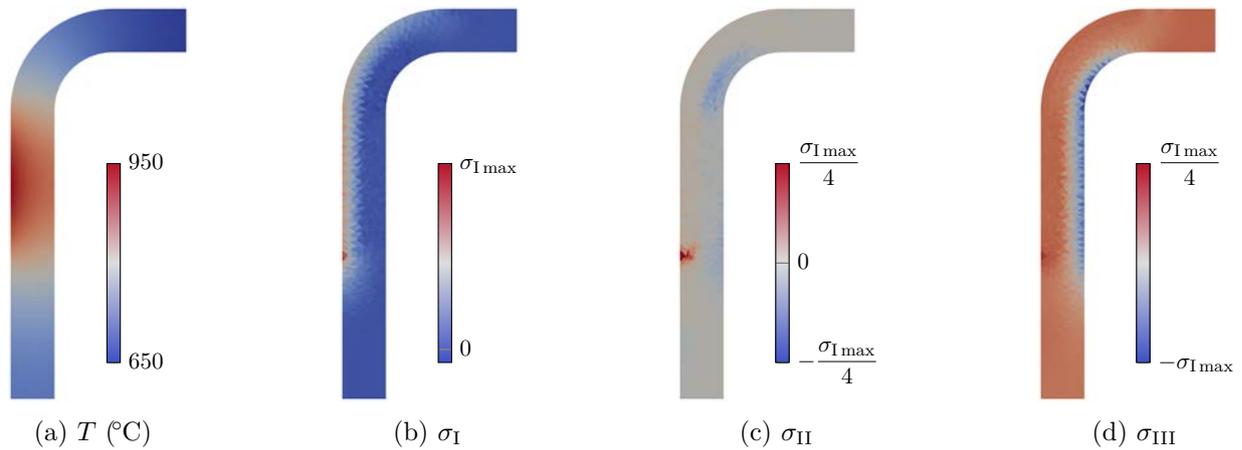


Figure 2.7 – Simulation du comportement de l'éprouvette cornière.

Spécificités des machines d'essai *in situ*

Une machine d'essai *in situ* doit gêner le moins possible l'acquisition tomographique, c'est-à-dire le passage du faisceau de RX pendant la rotation de l'échantillon. Une solution simple et élégante est de concevoir un essai où seule l'éprouvette traverse le faisceau [Leplay *et al.* 2011]. Cette solution n'est envisageable que dans des cas très particuliers, le plus souvent la zone d'intérêt se situe entre les points d'application du chargement. On peut alors distinguer deux catégories de machines *in situ* : les machines dont le bâti est solidaire de la platine du tomographe et les machines avec un bâti fixe.

Si l'éprouvette n'a pas besoin d'être maintenue dans une enceinte, une solution avec un bâti fixe est idéale pour l'acquisition des tomographies car aucune partie structurelle de la machine ne vient gêner l'acquisition [Philippe *et al.* 2016 ; Jailin *et al.* 2019 ; Auger *et al.* 2020]. Le bâti de la machine, fixe, peut avoir des dimensions conséquentes et donc une raideur importante. Cette solution est complexe à mettre en œuvre. En effet, lors de l'acquisition, les mors inférieur et supérieur doivent effectuer des mouvements de rotation identiques pour ne pas provoquer de chargement parasite (typiquement de la torsion). Ces machines sont constituées d'au moins trois actionneurs : une rotation pour chaque mors et une translation pour un des mors. La tolérance sur l'alignement des axes de rotations doit être très fine et l'asservissement de ces rotations, parfaitement maîtrisé. Généralement ces machines sont installées à demeure.

Une machine avec un portique fixe, solidaire du bâti du tomographe, est onéreuse et complexe à concevoir. La maîtrise de l'alignement des axes et l'asservissement des rotations des mors supérieur et inférieur sont autant de difficultés techniques, jugées rétrogrades étant donné le temps et les moyens impartis. Nous avons donc choisi de concevoir une machine dont le bâti est solidaire de la platine du tomographe.

Les machines dont le bâti est solidaire de la platine sont les plus courantes. En rotation lors des acquisitions, elles sont généralement axisymétriques. Leur encombrement et leur poids doit être réduit. Elles n'ont généralement qu'un seul actionneur et peuvent être facilement utilisées sur différents tomographes. Au niveau de la zone d'intérêt, la chaîne d'effort est fermée par un tube (fig. 2.8). Ce tube absorbe de façon identique les RX sous tous les angles, il ne génère donc pas d'artefact de reconstruction. Il est fabriqué en matériau peu absorbant, souvent des polymères pour les essais à température ambiante (polycarbonate [Bay *et al.* 1999], PMMA [Brault *et al.* 2013]), en aluminium [Buffière *et al.* 2010], voire en carbone [Jailin *et al.* 2017]. Pour les essais à haute température ce tube est plutôt en verre borosilicaté [Mazars 2018], en quartz [Ebel *et al.* 2019] ou en aluminium [Haboub *et al.* 2014]. En tomographie de laboratoire, le diamètre du tube est réduit pour rapprocher l'éprouvette de la source et obtenir des projections d'une meilleure résolution (tube en aluminium de 16 mm de diamètre pour des acquisitions à 3 μm [Petit *et al.* 2017]). Les

caractéristiques de l'essai n'autorisent pas toujours ces dimensions, par exemple lors d'essais à haute température où le tube doit être refroidi (80 mm pour des essais à 8 μm [Mazars 2018]).

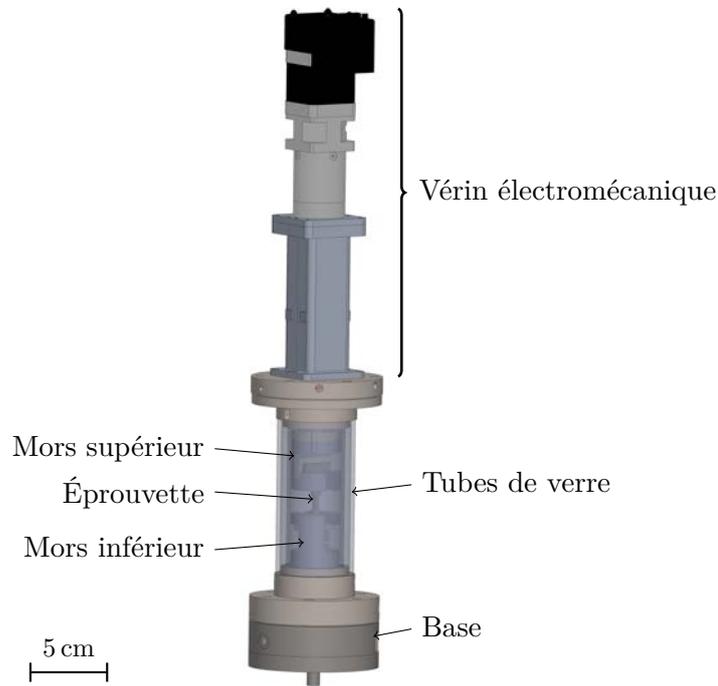


Figure 2.8 – Exemple de cellule de traction *in situ* [Mazars 2018]

La fermeture de la chaîne d'effort dans la zone d'intérêt est assurée grâce à deux tubes concentriques en verre qui sont refroidis par air. La forme des mors, dits à baïonnette, permet la mise en place de l'éprouvette malgré les difficultés d'accessibilité. La base qui contient le capteur d'effort est fixée à la platine du tomographe.

Le chargement mécanique est communément appliqué grâce à un actionneur unique — quelques machines en utilisent plusieurs pour générer des chargements complexes (compression-cisaillement [Philippe *et al.* 2016]). Il peut être appliqué manuellement [Chateau *et al.* 2011] ou, plus couramment, par un vérin électromécanique [Bay *et al.* 1999]. La machine développée par Mazars [2018] utilisait à l'origine un vérin hydraulique piloté manuellement mais la solution électromécanique a été préférée car elle permet de piloter la machine à distance et de maintenir fixe la position du mors mobile lors des paliers d'acquisition (fig. 2.8).

Une machine squelette renversée

La structure générale de la machine *in situ* est représentée sur la figure 2.9 à laquelle font références les mots en gras. Les deux tomographe pour lesquels elle est conçue ont une platine creuse ce qui permet de renverser la machine. L'actionneur est ainsi situé sous la platine pour dégager la zone d'acquisition. La machine est fixée à la platine au niveau de la **base**. Plus équilibrée, cette configuration permet de réduire le balourd lors des rotations. Toutes les pièces de structure sont fabriquées en aluminium. D'un poids raisonnable (environ 10 kg), la machine peut être portée à bout de bras et installée par un seul expérimentateur.

Cette structure est inédite à notre connaissance : l'effort est appliqué via un **portique de chargement** tournant.

En effet, en corrélation d'images, en faisant l'hypothèse que seul le bruit est limitant — autrement dit qu'il n'y ait pas d'erreur de modèle, comme un champ de déplacement trop complexe pour le maillage choisi — l'incertitude sur le champ de déplacement est proportionnelle au niveau

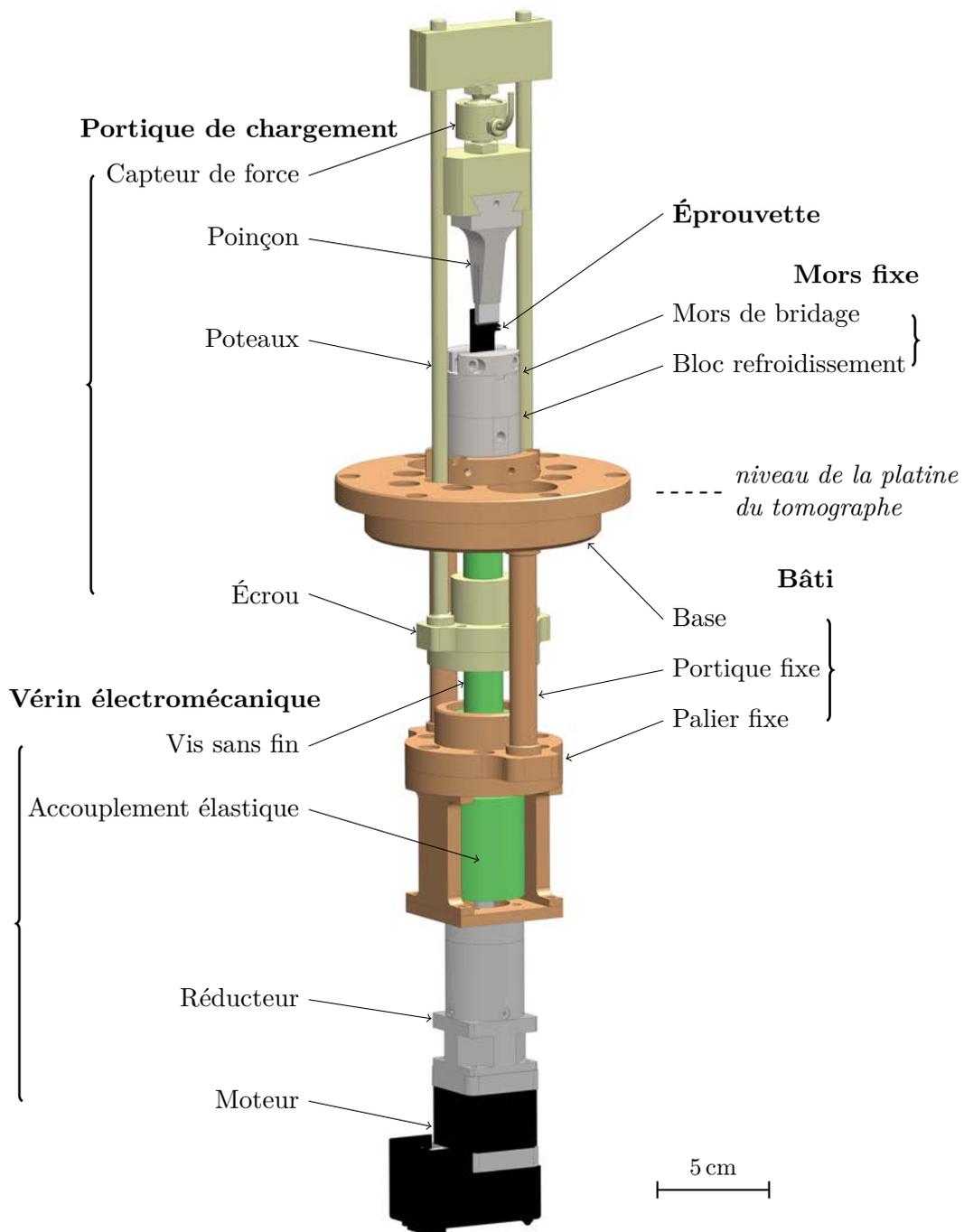


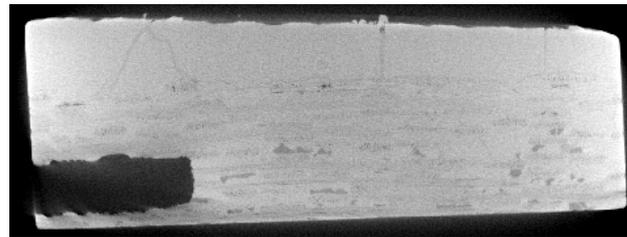
Figure 2.9 – Cellule pour les essais *in situ* multiaxiaux

La fenêtre tubulaire de la figure 2.8 est remplacée par un portique dont les poteaux ont une faible section. La machine est fixée à la platine du tomographe au niveau de la base, l'actionneur est déporté sous la platine du tomographe pour libérer la zone d'observation.

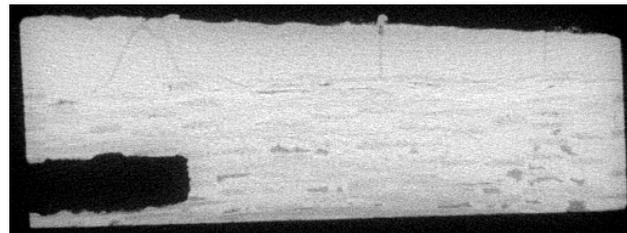
de bruit des images. L'influence du tube utilisé habituellement pour fermer la chaîne d'effort peut être mesurée en comparant des tomographies acquises avec et sans (fig. 2.10). Le tube absorbe une partie du rayonnement. Dans des conditions d'acquisition identiques, la dynamique des projections est donc moins grande. En faisant l'hypothèse que le bruit de la reconstruction est blanc et gaussien, on calcule le rapport signal sur bruit (SNR, pour *Signal to Noise Ratio*) comme le rapport entre le niveau de gris moyen de l'éprouvette et l'écart type des niveaux de gris dans l'air (eq. 2.2). Il est de 3,8 avec le tube contre 7,7 sans.

$$\text{SNR} = \frac{\langle f \rangle_{x \in E}}{\sigma_{f_{x \in A}}} \quad (2.2)$$

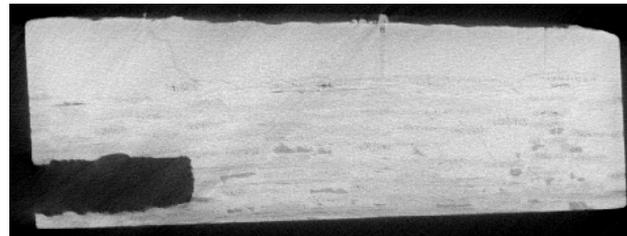
où f désigne l'image reconstruite, A un ensemble de points situés dans l'air et E un ensemble de points situés dans l'éprouvette.



(a) Sans tube, ni poteau



(b) Avec tubes



(c) Avec poteaux, après correction des artefacts

Figure 2.10 – Influence des tubes et des poteaux sur la qualité des tomographies

Les paramètres d'acquisition sont ceux des essais *in situ* sur un tomographe de laboratoire : (b) avec les tubes de la cellule de traction du LCTS (fig. 2.8) ; (c) avec les poteaux utilisés sur la cellule présentée ici (fig. 2.9) après une correction des artefacts grâce à l'algorithme d'IRR régularisé (chap. 3).

De plus, le tube complique l'installation de l'éprouvette, les mors ne sont pas accessibles. Des mors spécifiques, dits en baïonnette, sont généralement utilisés (fig. 2.8). Toutefois, la mise en position n'est pas vraiment maîtrisée et des défauts d'alignement peuvent avoir des effets sensibles [Mazars *et al.* 2017b]. Pour nos essais, la nature des conditions aux limites et la variabilité de la géométrie des éprouvettes rend difficilement envisageable une solution où les mors seraient inaccessibles. Enfin, le champ thermique doit être mesuré à la surface de l'éprouvette grâce à une caméra thermique, la présence d'un tube perturberait ces mesures. Le **portique de chargement** tournant, passant à travers la **base**, permet de s'affranchir de ces problèmes. Les **poteaux**, en acier, coupent

le faisceau dans certaines positions angulaires et créent des artefacts qu'il faut corriger (chap. 3). Une fois la correction effectuée, le SNR est de 6,7.

Le **portique de chargement** est mis en mouvement grâce à un **vérin électromécanique** ayant une course de 45 mm, une gamme de vitesse de 0,19 à 4,65 mm min⁻¹ et conçu pour supporter un effort maximal de 20 kN en traction/compression. Il est piloté en déplacement ou en vitesse, ce qui permet de maintenir fixe la position du **poinçon** lors des acquisitions. Plusieurs passages ont été aménagés dans la **base** pour pouvoir travailler avec différents écartements de **poteaux**. En tomographie de laboratoire, on réduira cet écartement et ainsi le diamètre de la machine dans la zone d'intérêt. Sous synchrotron, il est plus judicieux d'écarter les poteaux pour réduire le secteur angulaire masqué.

Implantation dans les tomographes

La figure 2.11 montre la cellule d'essai montée dans le tomographe de Safran Ceramics. Ce tomographe, de grande dimension, est installé dans un bunker pour confiner les RX. L'espace autour du bâti est suffisant pour que la platine soit facilement accessible et la mise en place de la machine est simple. Un expérimentateur seul peut la monter, installer l'ensemble de l'instrumentation et préparer l'éprouvette en deux heures.

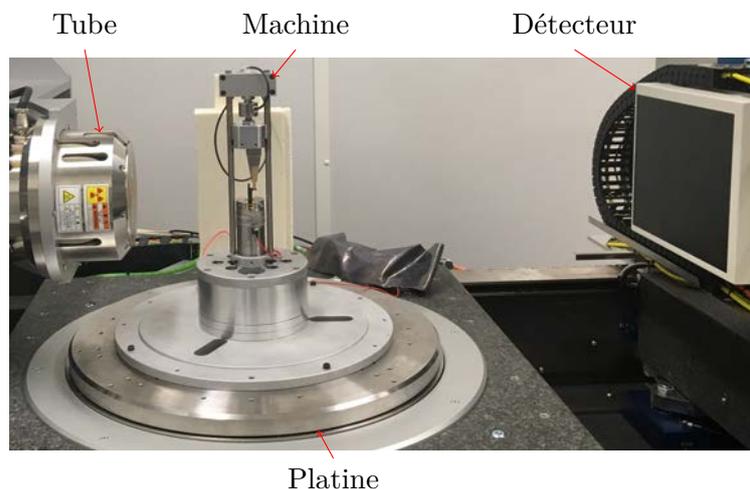


Figure 2.11 – Implantation de la cellule d'essai dans le tomographe de Safran Ceramics. L'actionneur est situé sous la platine (non visible). Pour s'adapter à la hauteur de travail un rehausseur cylindrique est placé entre la machine et la platine du tomographe. La photo a été prise pendant l'installation de la machine, pendant les essais, elle est placée au plus près du tube.

Cette configuration est très proche de celle des essais sous synchrotron. La plaque d'adaptation et les pièces de rehaussement sont différentes.

4.2 Chargement mécanique : système de mors

L'éprouvette est encastrée dans le **mors de bridage** (fig. 2.12). Sa structure est celle d'un petit étau serré par deux vis. L'éprouvette est en butée sur sa face inférieure et bridée au niveau des deux faces latérales qui sont brutes et les pièces en contact avec l'éprouvette sont en alumine. La mise en position est donc imparfaite : le contact ne se fait effectivement que sur quelques points. Bien que les mors soient durs, ce système est simple et fiable et les glissements observés restent limités que ce soit à température ambiante ou à chaud. Par ailleurs, il réduit sensiblement le pivotement de l'éprouvette autour de l'axe y qui est systématiquement présent avec le montage utilisé précédemment [Bénézech 2019]. Lors d'essais *in situ*, les dimensions de la fenêtre d'acquisition sont limitées. Un mouvement

de corps rigide trop important réduirait encore celles de la zone observable tout au long de l'essai. Sous les **mors de bridage** sont fixés un **bloc de refroidissement** et des éléments pour rehausser l'éprouvette, l'ensemble forme le **mors bas**. Il est posé sur la **base** et maintenu grâce à quatre vis de pression qui permettent de régler la position de l'éprouvette dans la fenêtre d'acquisition.

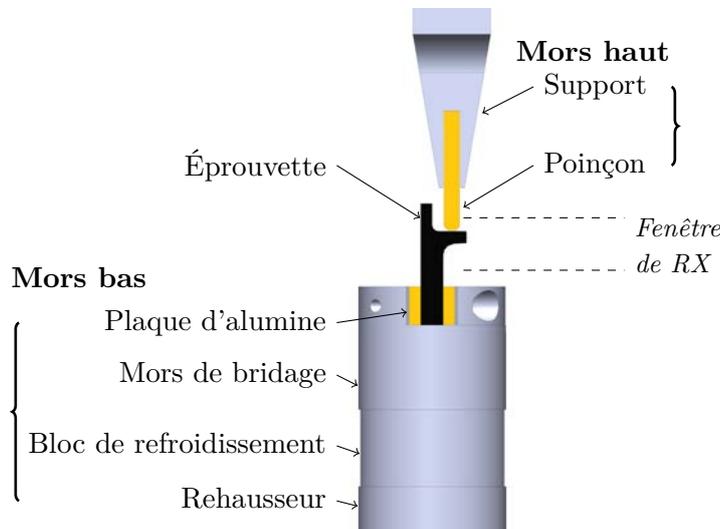


Figure 2.12 – Chargement mécanique.

Le **vérin électromécanique** entraîne le **portique mobile** dans un mouvement de translation verticale. Le déplacement est transmis via le **capteur de force** au mors haut qui est constitué d'un **support** en acier refroidi à l'air sur lequel est collé, avec de la colle alumine, un **poinçon** en alumine. Dans cet essai, où le chargement est appliqué très proche de la zone d'intérêt, le **poinçon** traverse le champ de vue. Il est constitué d'un matériau léger, peu absorbant. Il doit aussi résister à de hautes températures. L'alumine répond à ces deux critères et sa fabrication est assez bien maîtrisée pour obtenir des pièces avec une bonne précision géométrique et une bonne résistance mécanique. Ce **poinçon** a été pensé comme une pièce d'usure. En pratique, il n'a pas été remplacé durant la thèse. Le **poinçon** et le **support** sont montés dans une glissière à queue d'aronde qui permet de régler la position du point d'application de l'effort.

Le **mors bas** et le **mors haut** sont facilement démontables. Une fois la machine installée sur la platine du tomographe, le changement d'éprouvette est simple et rapide. Cela permet de s'assurer, sur table, de la bonne mise en place de l'éprouvette dans le mors bas avant son installation dans le tomographe. Ils ont été fabriqués en plusieurs exemplaires pour permettre de préparer les éprouvettes en parallèle des essais.

Le bon fonctionnement de ce système de mors a été testé sur une machine d'essai conventionnelle, un exemple est présenté dans la partie 5.1.

4.3 Chargement thermique

Pour appliquer un chargement thermique, des solutions de chauffage variées ont été développées. Dans le four conçu par Carpentier [2021], le silicium est maintenue à l'état liquide grâce à un système inducteur-suscepteur, c'est le creuset de graphite contenant le métal qui sert de suscepteur. Des éprouvettes métalliques peuvent être chauffées par induction [Terzi *et al.* 2009]. Les matériaux qui sont conducteurs électriques peuvent être chauffés directement par effet Joule [Mazars 2018]. Enfin, un four à lampe permet d'obtenir des températures jusqu'à 1750°C [Bale *et al.* 2013].

La plupart des essais sont réalisés sous air ambiant. Cependant, certaines machines, notamment pour les essais à haute température, ont une enceinte hermétique qui permet de maîtriser l'atmosphère, soit pour éviter l'oxydation (vide [Haboub *et al.* 2014; Carpentier 2021], gaz neutre [Billard 2021]), soit pour la provoquer (air humide [Ebel *et al.* 2019]).

Chauffage par une résistance de SiC/SiC

La matrice MI du Cerasep A600[®] qui contient du silicium est conductrice. Mazars [2018] a utilisé l'effet Joule comme moyen de chauffe. Présentant une forte réduction de section dans la zone d'intérêt, ses éprouvettes s'y prêtent particulièrement bien. La température y est homogène et atteint 1 100°C.

Ici, on étudie le comportement d'une éprouvette soumise à un gradient thermique de 100 à 200 K cm⁻¹ dans une zone d'intérêt dont la géométrie est imposée. Une résistance est apposée contre la surface chaude (fig. 2.13). Elle traverse le faisceau, il n'est donc pas envisageable d'utiliser un matériau métallique. La première solution considérée a été d'utiliser des wafers de silicium mais leur fragilité rend leur utilisation difficile. Serrés contre une surface rugueuse, la moindre dilatation thermique les fait éclater. Comme matériau de substitution, on utilise des résistances de SiC/SiC découpées dans des plaques de Cerasep A600[®], elles ont une épaisseur d'environ 1 mm. Des électrodes de cuivre serrées en haut et en bas de l'**épreuve** permettent d'y amener le courant. Le contact cuivre-SiC/SiC est assuré par de la laque d'argent. Des fils partent de ces électrodes vers un générateur de courant continu situé en dehors du tomographe. Un tel dispositif permet d'obtenir une température de l'ordre de 1 200°C au niveau de la résistance. Lors de l'essai, le **poignon** et le **mors de bridage** sont refroidis à l'air. Ils jouent un rôle de puits thermique suffisant pour induire, couplés avec la convection libre ambiante, le gradient visé.

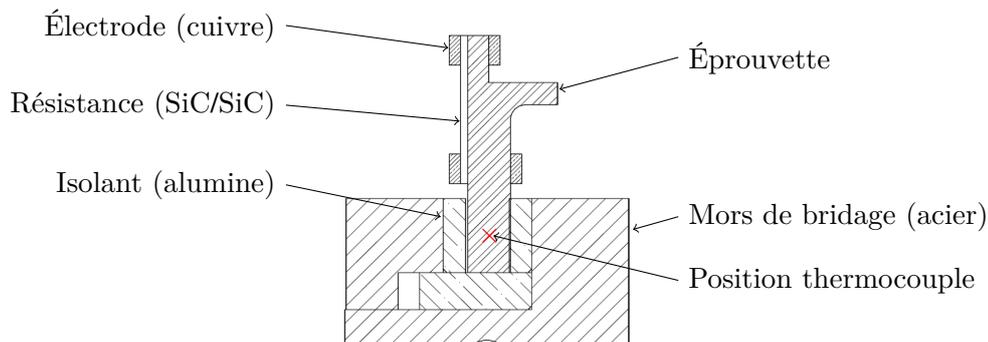


Figure 2.13 – Système de chauffe

Pour maîtriser le gradient thermique, l'éprouvette est chauffée par une résistance de SiC/SiC ($R \approx 2 \Omega$ à 20°C). Le mors de bridage joue le rôle d'un puits thermique. Les mors d'alumine isolent thermiquement et électriquement l'éprouvette du reste de la machine.

Champ thermique obtenu

Le système de chauffe a été testé sur les deux types d'éprouvette, *in situ* et *ex situ*. Ces essais préliminaires ont démontré son bon fonctionnement et permis de régler les paramètres d'acquisition de la caméra thermique. La figure 2.14 présente un profil de température d'une cornière. Au niveau de la surface chaude la température est d'environ 500°C. Sur le profil A-A, le gradient moyen est de 130 K cm⁻¹. Il est dans le fourchette visée. Dans cet exemple, la résistance est à un peu moins de 1 000°C. Les températures sont donc plus faibles que celles que verraient les pièces en service. Comme le comportement du SiC/SiC varie peu avec la température, la priorité est d'obtenir un gradient de température stable pour générer des dilatations thermiques différentielles.

Sur une jonction tissée, la surface de contact étant plus grande, les transferts thermiques avec la résistance sont plus importants. En élevant sa température à 1 200°C, la surface chaude atteint 750°C et le gradient est plus prononcé.

L'élément chauffant a une résistance de $2,0 \pm 0,5 \Omega$. L'incertitude vient principalement de la qualité des contacts électrode-résistance mais aussi de l'hétérogénéité du SiC/SiC. La résistance reste plutôt constante jusqu'à environ 800°C où elle diminue légèrement. On suppose qu'à cette

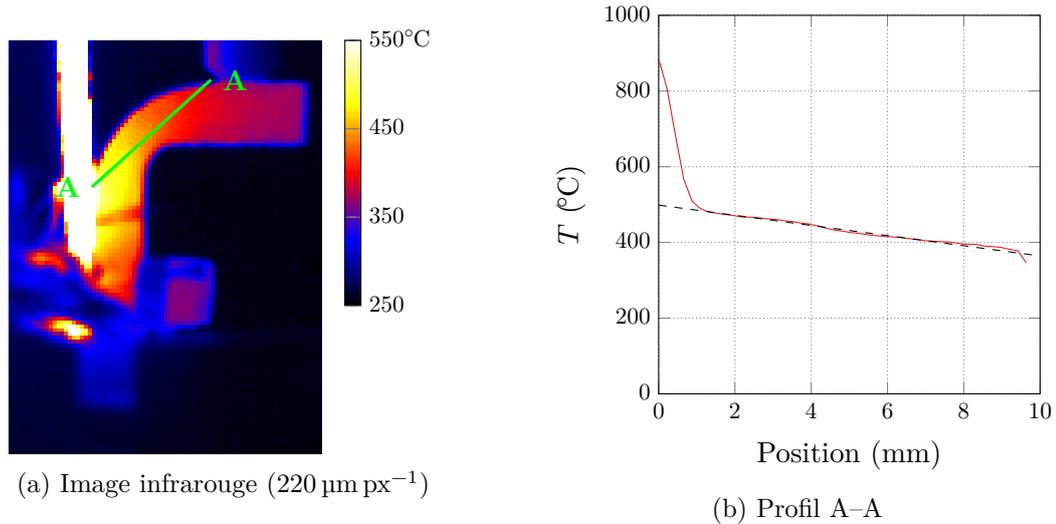


Figure 2.14 – Champ de température de la cornière

Pour la cornière, le transfert thermique entre la résistance et l'éprouvette n'est pas optimal. Si on atteint un gradient thermique de l'ordre grandeur souhaité, la température moyenne de l'éprouvette est plus faible que celle visée initialement.

température les électrodes de cuivre se dilatent et s'amollissent augmentant la surface de contact avec la résistance. Au maximum, elle peut être portée à $1\,400^\circ\text{C}$. Au-delà, le silicium contenu dans le SiC/SiC, seul élément conducteur, fond et sue en dehors de la résistance entraînant une perte de contact électrique. Un étalonnage permet d'obtenir une estimation de la température de la résistance en fonction de la puissance électrique fournie.

Ce système, après une mise en place soignée, permet de maintenir l'éprouvette en température de manière stable pendant plusieurs heures.

4.4 Instrumentation et pilotage

Que tirer d'un essai *in situ* ?

La tomographie permet d'observer, directement ou indirectement, les évolutions microstructurales du matériau. L'objectif de certains essais est de localiser, de suivre et de compter les fissures [Chateau *et al.* 2011 ; Mazars 2018]. Le champ de déplacement entre deux paliers d'acquisition peut être obtenu par corrélation d'images volumiques (DVC, pour *Digital Volume Correlation*) (cf. chap. 4). Les calculs de DVC s'appuie sur la texture, c'est-à-dire le champ de coefficient d'absorption des RX. Quand cette texture n'est pas suffisante, des inclusions peuvent être ajoutées (comme des particules de cuivre dans la résine d'un CMO [Brault *et al.* 2013]). Il est toutefois probable que ces inclusions aient une influence, au moins localement, sur le comportement du matériau.

Pour étudier les phénomènes de façon plus approfondie des essais multi-échelle ont été développés. Sur tomographe de laboratoire, changer la distance entre l'éprouvette et la source permet de changer la résolution (eq. 2.1) et d'étudier une mousse à différentes échelles [Petit *et al.* 2017]. Sous synchrotron, la résolution est modifiée en changeant l'optique entre le scintillateur et la caméra. La ligne PSICHE, par exemple, a été récemment équipée d'un système qui permet de changer facilement ces optiques et de travailler à deux résolutions. On peut ainsi obtenir des images à basse résolution ($3,14 \mu\text{m}$) de l'ensemble de la zone d'intérêt pour un calcul de DVC et une image à haute résolution ($0,6 \mu\text{m}$) d'une partie de cette zone pour suivre la fissuration [Ebel *et al.* 2019].

La DVC permet de calculer les conditions aux limites à appliquer à un modèle de l'éprouvette [Hild *et al.* 2016].

Lors d'essais *in situ*, le nombre de paliers d'acquisition et donc la résolution temporelle de l'essai restent souvent limités (rarement plus d'une dizaine). Pour réduire la durée des paliers d'acquisition, on se contente souvent d'une petite zone d'intérêt : par exemple, sur un fil de 14 mm, seule une zone de 1,65 mm est tomographiée, le reste est simplement radiographié [Chateau *et al.* 2011]. Deux approches sont envisagées pour pouvoir effectuer des essais en continu. La tomographie ultra-rapide consiste à augmenter significativement la fréquence d'acquisition (20 tomographies par seconde [Maire *et al.* 2016]). Le faible temps d'exposition implique une diminution de la dynamique et de la taille des projections. Une autre approche, la P-DVC (*Projection-based DVC*), utilise dans le calcul de corrélation quelques projections judicieusement choisies plutôt que la reconstruction complète [Jailin *et al.* 2019]. Il est alors nécessaire de prévoir *a priori* les projections sur lesquelles le phénomène à observer a le plus d'influence.

Outre la tomographie la plupart des machines d'essai mécanique sont équipées d'une mini-cellule de force [Bay *et al.* 1999], plus rarement de capteurs d'EA (notamment pour les CMC [Guel 2018 ; Chen 2017]). La température est mesurée avec des thermocouples [Haboub *et al.* 2014], un pyromètre [Mazars 2018] ou une combinaison des deux [Ebel *et al.* 2019].

Déroulement des essais, pilotages et acquisition

Typiquement les essais *in situ* sont programmés indiqués comme sur la figure 2.15. Les paliers d'acquisition sont définis à partir d'une estimation de la force à rupture F_r de l'éprouvette. Pour nos essais sur tomographe de laboratoire, le nombre de paliers est limité. La durée de l'essai ne doit pas excéder une journée de travail. Pour les essais sous synchrotron, les paliers étant plus courts, la durée de l'essai est moins limitante. On vise donc dix paliers par essais.

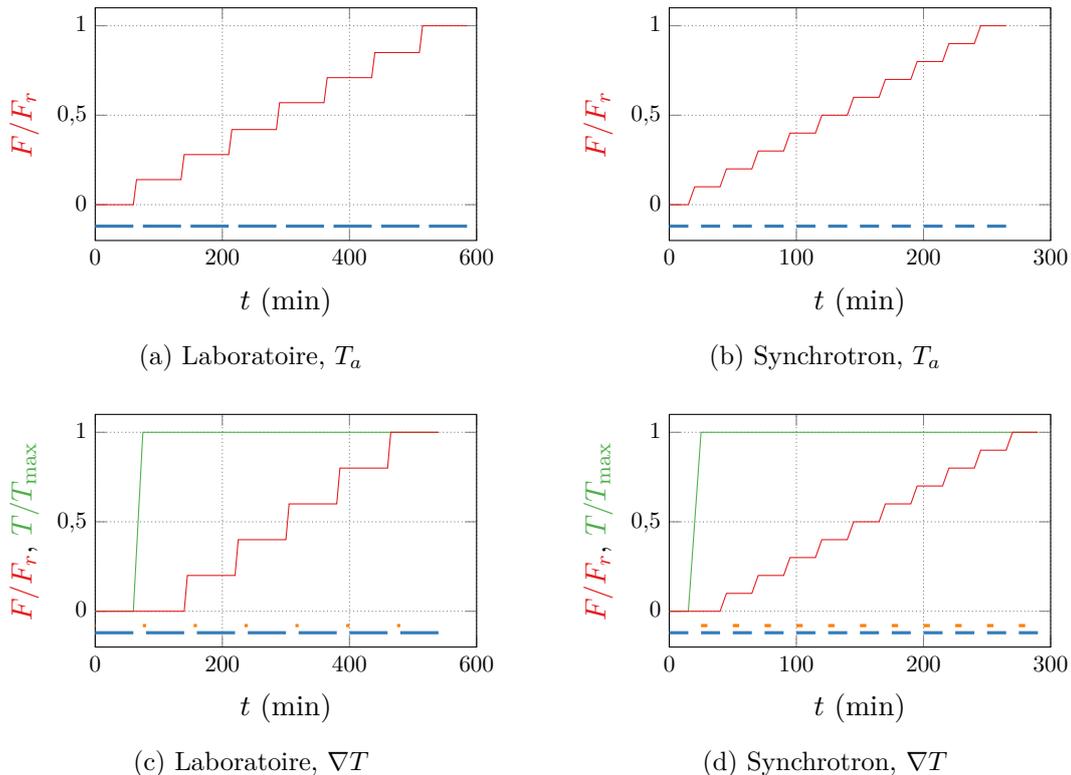


Figure 2.15 – Déroulement prévu des essais

Évolutions des chargements au cours de l'essai. Les acquisitions tomographique (—) et thermique (—) ont lieu pendant les plateaux.

Le programme de pilotage de la machine a été développé sur LabView. Il permet de piloter le moteur pas-à-pas du **vérin** en position ou en vitesse. Lors des essais à température ambiante,

les phases de chargement et les paliers d'acquisition tomographique sont alternés. Le déplacement du **poignon** est piloté, jusqu'à ce que la valeur de force définissant un palier soit atteinte. Il est immobile pendant les acquisitions.

Le programme de pilotage gère les acquisitions en continu :

- position moteur ;
- vitesse moteur ;
- force ;
- température au point de référence ;
- grandeurs d'EA.

Les acquisitions des images thermiques et des tomographies sont lancées indépendamment. Un protocole de communication entre le programme de pilotage de la cellule *in situ* et celui du tomographe de Safran Ceramics permet d'automatiser l'essai.

La position théorique du **poignon** est connue grâce au compteur incrémental du moteur pas-à-pas. Cette position est dite théorique car elle ne prend pas en compte la complaisance de la machine.

La force est acquise par un capteur de force U9C (HBM) de force nominale 20 kN. La force mesurée est celle appliquée verticalement par le **poignon**. Dans ce type de minicapteur, très rigide, le corps d'éprouve est une membrane qui n'est pas conçue pour supporter les efforts hors-axe. Aussi le capteur utilisé a été dimensionné en fonction de ces efforts hors-axe. Seule une petite part de la gamme de mesure est utilisée. Pour pouvoir obtenir un signal exploitable, la chaîne d'acquisition a été choisie avec soin (cf. an. A). Un filtre de Bessel analogique (100 Hz) est notamment utilisé avant l'enregistrement des données.

Un capteur d'EA Micro30 est positionné sur le **Mors de bridage**. Le signal est transmis à l'ordinateur de pilotage grâce à un boîtier d'acquisition avec amplificateur intégré Mistras AE-USB-nodes. L'EA est utilisée, de façon qualitative, pour définir en cours d'essai de nouveaux paliers d'acquisition. Les tomographies doivent permettre d'identifier les phénomènes d'endommagement responsables des fortes manifestations acoustiques. Seule l'énergie cumulée et le nombre de coups cumulés sont enregistrés.

Lors des essais avec gradient thermique, deux états initiaux sont acquis. Un premier à température ambiante, un second à chaud. Une caméra thermique, placée perpendiculairement à l'axe du tomographe permet d'acquérir le champ de température lors d'une rotation de l'éprouvette. Cette acquisition est effectuée soit pendant l'acquisition d'une tomographie (synchrotron), soit juste avant (laboratoire). En tomographie de laboratoire, on fait d'abord tourner rapidement l'éprouvette pour l'acquisition thermique puis lentement pour l'acquisition tomographique. Sous synchrotron, la vitesse de rotation durant l'acquisition tomographique est suffisamment rapide pour faire l'acquisition thermique en parallèle.

Pour chaque tomographie à chaud, la série correspondante d'images infrarouges des surfaces de l'éprouvette est disponible.

La caméra thermique utilisée est une FLIR SC7210-7500. Avec l'objectif disponible et à la meilleure résolution, l'épaisseur des éprouvettes est de plusieurs dizaines de pixels. Elle est jugée suffisante pour saisir les gradients. La distance focale est alors assez grande pour que la caméra soit implantée dans les tomographies.

La température d'un point de référence, situé dans la zone de bridage, est acquise en continu grâce à un thermocouple (type K). Le signal est filtré avec une moyenne glissante sur un petit intervalle de temps (cinq fois la période d'acquisition).

Protection de l'instrumentation

Dans la mesure du possible, l'électronique est installée à l'extérieur du bunker pour éviter que l'exposition répétée au RX ne l'endommage. L'amplificateur du capteur d'EA et le DAC utilisé pour les thermocouples sont placés à l'intérieur car les longueurs de câbles en sortie de capteur sont limitées. Ils sont enveloppés de feuilles de plomb.

Lors d'essais préliminaires, les signaux mesurés, notamment de la force, sont perturbés au moment de la mise en route du tomographe. Ces perturbations sont probablement dues aux champs électromagnétiques générés par les actionneurs du tomographe. Pour les réduire, la terre de la machine *in situ* est découplée de celle du tomographe et des câbles blindés sont utilisés pour les signaux analogiques.

Pour les essais sous gradient thermique, la caméra infrarouge est installée dans le bunker, elle est fixée sur le bâti de telle sorte que son axe optique soit perpendiculaire à l'axe du tomographe et coupe l'axe de rotation. Elle est protégée dans une caisse en plomb et pilotée par un PC situé en dehors du bunker.

5 Essai préliminaire

5.1 Chargement mécanique *ex situ*

Une campagne d'essais *ex situ* a été conduite sur une machine de traction électromécanique INSTRON 4505 avec le système de mors et la géométrie d'éprouvette des essais *in situ* (fig. 2.16). L'objectif est d'obtenir un ordre de grandeur de l'effort à rupture afin de pouvoir définir les paliers de chargement (fig. 2.15). Bien que la mésostructure de la jonction 3D étudiée soit différente, ces essais sont comparés aux essais réalisés par Bénézech [2019] et désignés dans la suite comme *essais JTJB*.

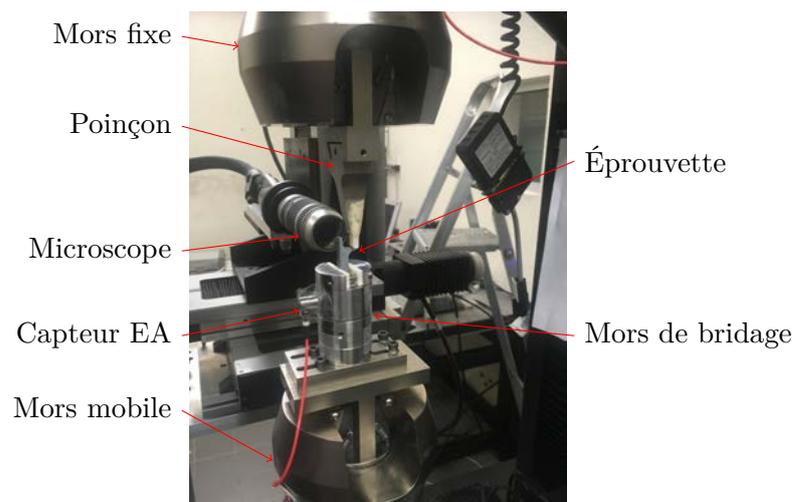


Figure 2.16 – Essai préliminaire *ex situ*

Le système de mors de la machine *in situ* est monté sur une machine conventionnelle INSTRON 4505. L'essai est instrumenté avec un microscope, de la corrélation d'images et un capteur d'EA.

Le champ de déplacement d'une des faces est suivi par corrélation d'images numériques (DIC, pour *Digital Image Correlation*), l'autre face est observée au microscope (Keyence). Lors de paliers, des cartographies sont acquises avec un zoom $\times 200$. Elles sont complétées par une acquisition en continu avec un zoom $\times 30$. Ces micrographies permettent d'observer directement la fissuration. La position des fissures et le champ de déplacement permettent de vérifier que l'endommagement se concentre dans la zone d'intérêt. Un capteur d'émission acoustique placé sur le mors inférieur détecte l'apparition de phénomènes d'endommagement. La force est mesurée via la cellule de l'INSTRON et un extensomètre mesure le déplacement de la traverse.

Différentes configurations ont été testées. On présente ici un essai sur jonction tissée à température ambiante.

Un important pivotement de l'éprouvette parasite les essais JTJB car, pour ne pas endommager localement l'éprouvette, le montage utilisé est très souple. Du fait de cette rotation, le chargement appliqué est mal maîtrisé. Le système de **mors de bridage** proposé pour les essais *in situ* est plus rigide. La rotation de corps rigide maximale mesurée expérimentalement est de 2° . L'éprouvette subit toutefois un glissement vertical, notamment au début de l'essai. À cause de ces mouvements parasites, le déplacement de la traverse ne fournit pas une bonne estimation de celui auquel est soumise l'éprouvette. La DIC permet de vérifier comment sont appliqués les conditions aux limites et le cas échéant de corriger la manière dont elles sont modélisées [Bouvet *et al.* 2002]. Bénézech [2019, chap. 1] utilise le déplacement moyen calculé par DIC proche des zones où sont appliquées les conditions aux limites. Pour pouvoir comparer nos résultats, on adapte son protocole. Comme la rotation de corps rigide est limitée, seul le déplacement vertical de la zone C est calculé (fig. 2.17a). Pour améliorer le protocole, un algorithme de DIC simplifié est utilisé. Il impose que le déplacement de la zone C soit une translation de corps rigide. Le résultat est plus précis qu'une moyenne du champ de déplacement et le champ de résidu correspondant permet d'évaluer la pertinence de l'hypothèse sur la nature du déplacement.

Ces calculs préliminaires donnent le lien entre les déplacements théorique et corrigé (fig. 2.17b). Si le pivotement de l'éprouvette est beaucoup plus limité que lors des essais JTJB, le glissement au début de l'essai est du même ordre de grandeur. L'éprouvette et l'alumine étant très dures, ce glissement s'explique d'autant plus que les surfaces de serrage sont brutes et que le contact ne se fait qu'en quelques points. Une fois le déplacement corrigé, la courbe de l'essai avec le système de mors *in situ* est comparée au faisceau des courbes JTJB. Les éprouvettes ayant des épaisseurs variées, la force est ramenée à cette épaisseur puis normalisée (fig. 2.18).

L'éprouvette testée ici est environ deux fois moins épaisse que celle des essais JTJB et l'armure est différente. Le comportement macroscopique reste toutefois assez proche. La raideur apparente est du même ordre de grandeur. L'effort à rupture se situe dans la fourchette basse, la différence est trop peu significative pour avancer des justifications.

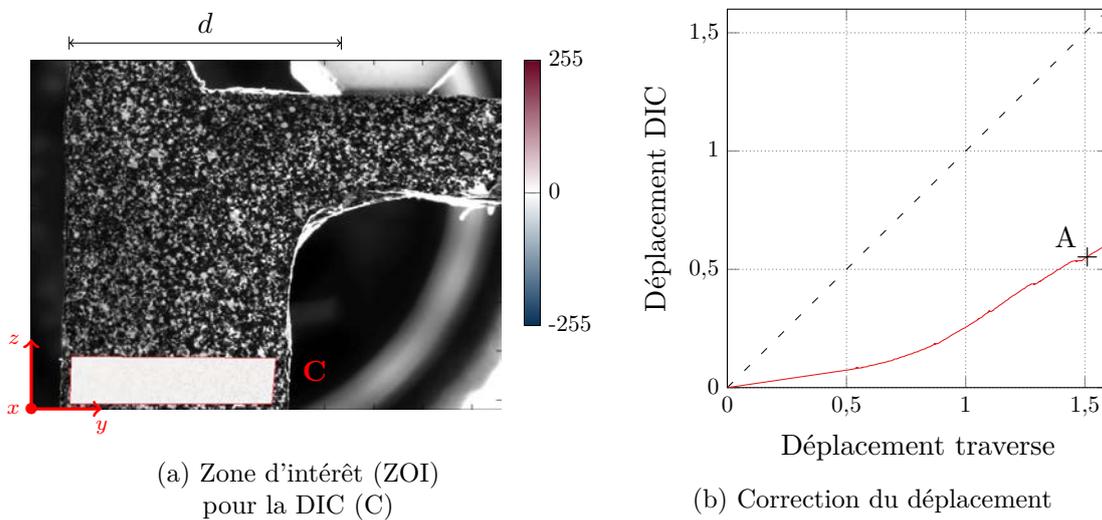


Figure 2.17 – Correction du déplacement

Dans la ZOI on a représenté le champ de résidu au point A. d est la distance qui permet de caractériser la position du poinçon.

Qualitativement, on distingue plusieurs phases lors du chargement (fig. 2.19). Comme pour les essais JTJB, l'éprouvette se relaxe pendant les paliers. Une poche de compression, sous le poinçon est très rapidement détectable (point (a)) sur les résultats de DIC (Correli). Suit une phase assez linéaire durant laquelle le poinçon ne glisse plus. Peu après le point (b) qui correspond à l'apparition de cisaillement autour de la poche de compression, on observe une inflexion de la courbe qui témoigne du début de l'endommagement. Elle correspond au premier saut significatif

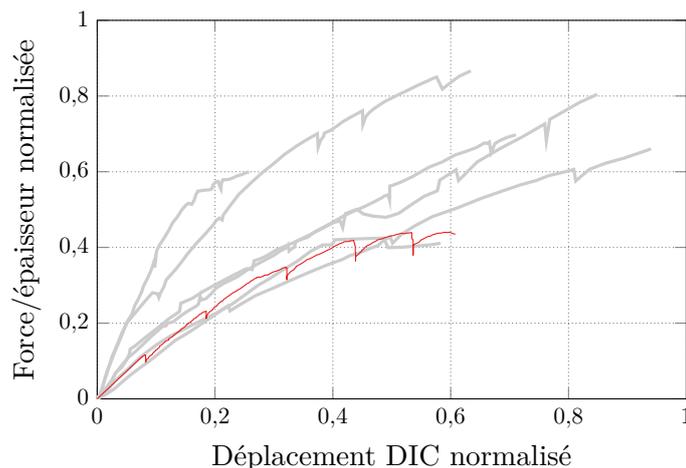


Figure 2.18 – Courbe d’un essai sur jonction tissée 3D
 En rouge, courbe de l’essai présenté ici ; en gris, celles des essais JTJB
 [Bénézech 2019, chap. 1].

d’énergie cumulée d’EA et donc à l’apparition probable de fissures. À partir de ce point, la relaxation est plus importante. Les deux derniers paliers, (c) et (d), sont effectués au moment de forts sauts d’énergie cumulée d’EA qui, chronologiquement, les précèdent légèrement. Au niveau du point (c), les déformations en cisaillement se localisent sous le point de contact avec le poinçon et de la traction ε_{11} apparaît dans la même zone. Les déformations restent concentrées dans une poche sous le point de contact (point (d)). L’éprouvette rompt finalement au point (e), la position de la fissure principale est entourée en vert, il s’agit de la fissure la plus longue et la plus ouverte visible sur les microscopies. Elle est déjà détectable, au niveau du point de contact avec le poinçon, sur la cartographie acquise lors du palier (c). Elle se propage lentement jusqu’au moment de la rupture où elle s’ouvre brutalement et double de longueur.

Malgré son comportement endommageable, le matériau est sensible aux concentrations de contrainte et la fissure s’amorce sous le poinçon. Elle est orientée à environ 45° par rapport à la direction d’application de l’effort. Cette orientation qui apparaît dès l’amorçage rappelle celle d’un cône de Hertz qui correspond à la bordure de la poche de compression situé sous le poinçon, où le matériau est sollicité en cisaillement. La mésostructure ralentit la propagation et diffuse l’endommagement. Jusqu’à la rupture finale, la propagation se fait par étape. La fissure se propage entre deux fils orientés suivant e_1 . Au moins en surface, le chemin de fissuration passe par les fils orientés suivant e_3 et traverse assez peu de matrice. Autour de la fissure principale, des fissures secondaires, souvent limitées entre deux fils parallèles à e_1 apparaissent. Elles sont peu nombreuses et localisées dans les fils voisins de ceux que traverse la fissure principale. La mésostructure semble donc avoir assez peu d’influence sur la localisation et l’orientation de la fissure. La concentration de contrainte est située dans la zone attendue macroscopiquement et la fissure n’est pas déviée au cours de l’essai.

En dehors de cette zone, les déformations, et donc les contraintes, sont limitées. Le choix de la zone d’observation est donc pertinent.

De plus cette campagne d’essais a permis de valider le choix du système de mors de la machine *in situ*. Les glissements en début d’essai, bien que détectables sont suffisamment faibles pour ne pas réduire les dimensions la région acquise lors des essais *in situ*. Le pivotement de l’éprouvette lors des essais est toujours inférieur à 2° . Enfin, les doutes sur la tenue mécanique et l’écaillement du poinçon sont écartés.

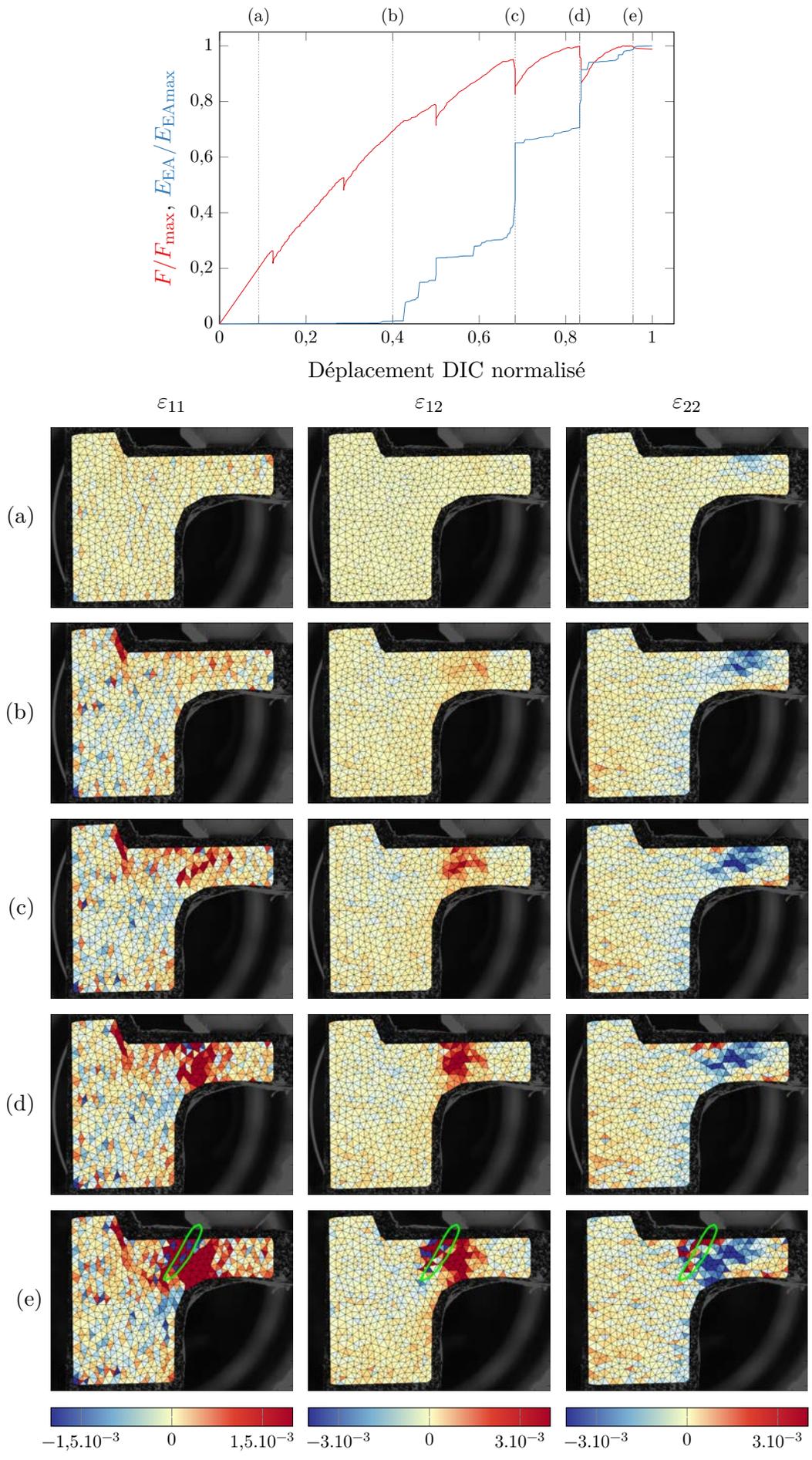


Figure 2.19 – Comportement de l'éprouvette.

5.2 Limites

Reproductibilité des essais

Les conditions aux limites sont appliquées très proches de la zone d'intérêt, leurs imperfections ont une influence importante sur le comportement observé. Le mors bas et le poinçon sont en contact avec des surfaces brutes dont la rugosité a la même échelle que le tissage. Les efforts sont donc appliqués différemment d'un essai à l'autre.

Pour estimer grossièrement l'influence de la position l du poinçon le long de la patte **B** de la jonction tissée, on suppose qu'elle est une poutre encastrée libre. Sa raideur K est le rapport entre la force F et la flèche f au point d'application :

$$K = \frac{F}{f} = \frac{3EI}{l^3} \quad (2.3)$$

La dépendance de la raideur apparente à l est en $1/l^3$, elle est donc très forte. Il est nécessaire de mesurer précisément ce paramètre. La sensibilité à un écart δl est d'autant plus grande que l est petit (toutefois si l est trop petit le modèle de poutre perd sa pertinence) :

$$\frac{\delta K}{K} = -3\frac{\delta l}{l} \quad (2.4)$$

Or la position du poinçon diffère d'un essai à l'autre à cause d'erreurs de positionnement et du glissement en début d'essai. Ainsi, il est difficile de comparer quantitativement deux essais à l'échelle macroscopique. Ceci explique, au moins en partie, les différences observées, dans le domaine élastique, sur les courbes force-déplacement (fig. 2.18).

Les paliers d'acquisition sont donc amenés à être redéfinis en cours d'essai à partir des inflexions de la courbe force déplacement et des événements d'EA.

Représentativité des essais

Lors des essais à chaud, la génération du gradient thermique a été favorisée. En effet, une des originalités de ce travail est de chercher à mesurer les effets de la dilatation thermique différentielle. La température des éprouvettes est inférieure d'environ 200°C à celle vue par les pièces en service. Jusqu'à 1 000°C les propriétés élastiques du BN-MI varient peu avec la température. Étendre cette hypothèse au domaine endommageable n'est pas trivial, notamment à cause des phénomènes d'oxydation. Comme l'étude porte sur les premiers phénomènes d'endommagement, on suppose que les observations à chaud pourront être étendues.

La question de la représentativité des éprouvettes est plus difficile à écarter. Le SiC/SiC étudié présente des défauts parmi ceux évoqués dans le chapitre 1. Les éprouvettes disponibles ont été préalablement tomographiées et classées en fonctions de leurs défauts. Comme le nombre d'essais *in situ* est limité, les éprouvettes ayant la meilleure santé matière ont été utilisées en priorité. Cette précaution ne permet néanmoins pas d'assurer que le comportement des éprouvettes testées soit représentatif.

Elles ont des dimensions sensiblement inférieures à celle du VER que définirait un motif de tissage. Aussi, lors des essais *ex situ*, le comportement macroscopique de l'éprouvette n'a pas été généralisé à des pièces de plus grandes dimensions.

On peut s'affranchir du problème de représentativité des éprouvettes en considérant l'échelle mésoscopique. La modélisation explicite de la mésostructure et des défauts rend compte, en partie, de la variabilité observée [Bénézech 2019]. L'accès, grâce à des mesures *in situ*, aux déformations à cœur des éprouvettes et à une échelle compatible avec cette modélisation permet d'affiner cette approche.

6 Conclusion

Le moyen d'essai est conçu afin de réaliser des essais sur des éprouvettes jonctions tissées 3D et des éprouvettes cornières. Des essais préliminaires permettent de montrer qu'il répond au cahier des charges à l'exception des niveaux de température. Les gradients thermiques voulus sont néanmoins obtenus, ce qui a été jugé suffisant. Le choix d'un portique de chargement mobile implique de pouvoir corriger les artefacts tomographiques liés au passage des poteaux dans le champ. Un algorithme de reconstruction spécifique a été développé. Une autre originalité de ces essais est d'effectuer des acquisitions thermographiques en parallèle des tomographies. Pour pouvoir utiliser ces informations dans la modélisation, il est nécessaire de projeter le champ thermique sur un maillage 3D de l'éprouvette. Pour ce faire, un algorithme de calibration de modèle de caméra adapté aux images thermiques est utilisé. Ces deux programmes qui permettent de traiter les données brutes font l'objet du chapitre 3.

Chapitre 3

Protocoles d'exploitation des essais

Ce chapitre reprend deux articles qui détaillent chacun un protocole de prétraitement des données brutes acquises lors des essais in situ. Le premier est un algorithme de reconstruction tomographique qui permet de corriger les artefacts liés aux colonnes de la machine. Le second permet de reprojeter le champ thermique mesuré sur un modèle 3D de l'éprouvette.

Sommaire

1	Traitement des données brutes	56
2	<i>Tomographic reconstruction of incomplete sinogram</i>	57
2.1	<i>Introduction</i>	57
2.2	<i>Implementation of IRR</i>	59
2.3	<i>CMC sample</i>	61
2.4	<i>Beam hardening correction</i>	62
2.5	<i>Phase field regularization</i>	62
2.6	<i>Results</i>	65
2.7	<i>Conclusion</i>	66
2.8	Complément à l'article : Correction du <i>Metal Artefact</i>	69
2.9	Complément à l'article : Adaptation à la tomographie synchrotron	70
3	<i>Re-projection of the thermal field</i>	72
3.1	<i>Introduction</i>	72
3.2	<i>Methods : Calibration of projection matrix</i>	73
3.3	<i>Application</i>	79
3.4	<i>Result and discussion</i>	81
3.5	<i>Conclusion</i>	84
4	Conclusion	85

1 Traitement des données brutes

Les poteaux du portique de notre machine d'essai (fig. 2.9) absorbent la totalité des RX les traversant. Leur ombre sur les projections ne contient donc aucune information sur les éléments traversés dans la zone correspondante où elles sont saturées à 0. L'algorithme de reconstruction le plus courant, la rétro-projection filtrée (FBP, pour *Filtered Back-Projection*), est fondé sur la loi de Beer-Lambert, c'est à dire l'hypothèse que la valeur en un point d'une projection est l'intégrale des coefficients d'absorption des milieux traversés sur le rayon correspondant. Cette hypothèse est fautive pour les zones correspondant à l'ombre des poteaux. La seconde hypothèse de la FBP est que les projections sont équiréparties angulairement, considérer uniquement les projections non affectées est donc impossible.

La formulation mathématique de la FBP est simple et son implémentation est particulièrement efficace, nous avons donc choisi de l'utiliser en l'adaptant, en *restaurant* les zones où les données sont manquantes. En effet, le problème de reconstruction est redondant et, malgré les artefacts, les niveaux de gris de chaque point de la tomographie comportent des informations issues des points correspondant sur les zones non saturées du sinogramme. Or si on reprojette les données de cette reconstruction, on obtient un sinogramme complet. Il est de moins bonne qualité que le sinogramme initial sauf dans la zone où les données sont manquantes. La Reconstruction Re-projection Itérative (IRR, pour *Iterative Reconstruction Re-projection*) consiste à affecter ces valeurs reprojettées au sinogramme initial puis à renouveler cette opération afin de le restaurer de manière itérative [Nassi *et al.* 1982].

L'efficacité de l'IRR est limitée mais elle peut être grandement améliorée en corrigeant le volume reconstruit à chaque itération. Avec l'hypothèse que le nombre de phases contenues dans l'éprouvette est limité et qu'à chaque phase correspond une valeur de coefficient d'absorption, la tomographie de l'éprouvette ne devrait comporter qu'un nombre limité de niveaux de gris. La régularisation proposée consiste donc à favoriser les niveaux de gris les plus représentés en accentuant les pics de l'histogramme. Cette régularisation est implémentée dans une IRR qui utilise les fonctions de projection et de retroprojection du logiciel ASTRA [van Aarle *et al.* 2016]. L'exemple présenté dans l'article est construit à partir d'un sinogramme complet dont une partie des données a été artificiellement supprimée (jusqu'à 28%). Cela permet de comparer la reconstruction avec des données complètes à celle issue de l'IRR. L'algorithme proposé permet en quelques itérations de réduire suffisamment les artefacts pour que les tomographies soient exploitables. Une application en présence de *Metal Artefact*, utilisant un sinogramme vraiment dégradé, est présentée en complément.

Parallèlement aux tomographies, des images infrarouges de l'éprouvette sont acquises. Pour pouvoir utiliser le champ de température, elles sont reprojettées sur un maillage éléments finis 3D de l'éprouvette grâce à un modèle projectif de la caméra. La calibration de ce modèle est généralement réalisée en utilisant un algorithme de corrélation d'images qui s'appuie sur la texture (typiquement le mouchetis) de l'éprouvette. Pour pouvoir exploiter les thermographies, les éprouvettes doivent avoir une émissivité homogène. Elles ne peuvent donc pas être texturées. Le champ thermique étant régulier, il est inenvisageable d'utiliser un algorithme de calibration standard.

Le nombre de paramètres d'un modèle de projection est limité. Dans notre cas particulier, la caméra est fixe par rapport au tomographe, la géométrie est donc particulièrement simple. Par conséquent, le nombre d'informations nécessaires à la calibration est réduit. La connaissance de la position des arrêtes saillantes sur les thermographies est suffisante.

L'algorithme de calibration développé calcule les paramètres du modèle par corrélation d'images intégrées entre la silhouette de l'éprouvette sur les thermographies et celle de la projection du maillage 3D dans le plan des images. Le modèle ainsi construit est utilisé pour reprojeter le champ thermique sur le maillage 3D. L'incertitude sur le champ de température due au bruit des thermographies est évaluée. Du fait de la redondance d'information, cette incertitude est très faible. Le champ de température est approximé par un champ polynomial 3D, l'écart entre cette approximation et le champ mesuré est évalué et jugé acceptable.

2 Reconstruction tomographique d'un sinogramme incomplet

Tomographic reconstruction of incomplete sinogram

Reproduced from

TURPIN, L. ROUX, S. CATY, O. et DENNEULIN, S. (2020). A Phase Field Approach to Limited-angle Tomographic Reconstruction. *Fundamenta Informaticae*, 172 : 203–219.

The tomography of an object with limited angle can be addressed through Iterative Reconstruction Reprojection procedure, wherein a standard reconstruction procedure is used together with a “filtering” of the image at each iteration. It is here proposed to use as a filter a phase-field — or Cahn-Hilliard — regularization interlaced with a filtered back-projection reconstruction. This reconstruction procedure is tested on a cone-beam tomography of a 3D woven ceramic composite material, and is shown to retrieve a reconstructed volume with very low artifacts in spite of a large missing angle interval (up to 28%).

2.1 Introduction

Most of tomographic reconstruction commercial software are based on FBP algorithm (including Feldkamp-Davis-Kress variant for cone-beam geometry used in lab-scale tomographs) [Kak et Slaney 2001]. Indeed, FBP is efficient and can be implemented on GPU's so that computation is very fast. However, to use this method, projection angles have to sample 360° (or 180° for a parallel beam) with an equi-angular spacing. In some cases, such as transmission electron microscopy tomography [Hayashida et Malac 2016] or some specific applications of X-ray μ -CT [Siltanen *et al.* 2003], the experimental gantry does not permit the acquisition of a complete set of projection angles, a situation referred to as “limited-angle”. This difficulty has led to the development of algebraic algorithms (such as ART, SART, SIRT, MART, etc. [Kak et Slaney 2001]). As early as in 1982, it was smartly proposed that FBP algorithms could also be used in such cases, at the expense of using the algorithm iteratively instead of just once when all angles are accessible. This last method was named IRR by Nassi *et al.* [1982].

The spirit of the IRR method is to perform an FBP reconstruction initially based on arbitrary projection data (e.g. blank image) for missing angles. The reconstructed volume is then filtered so as to get rid of the nonphysical data (such as negative absorption coefficients). The resulting volume is then re-projected providing synthetic projections in the missing angle orientations. Using the latter, complemented with the originally acquired projections, as input to FBP allows an enhanced quality reconstruction to be obtained. Through iterations, this procedure provides a more and more accurate reconstruction which by construction matches the recorded projections, and provides plausible projection data for the missing angles.

The importance of taking into account *a priori* information to clean out nonphysical data in the reconstructions given by FBP, has been noted early. Incorporation of those priors can be considered as a form of regularization that provides a more likely substitute for the missing data and speeds up convergence.

- Medoff *et al.* [1983] give examples of constraints which are split into two categories: (i) constraints on the value of the reconstructed volume data f or of its sinogram s (e.g. positivity of f and s , the fact that all gray levels are in a known range or that a part of f is known), and (ii) constraints on the geometry of the image (e.g. the image is confined within known boundaries).
- Heffernan et Robb [1983] have shown on artificial images that a regularization which sets to zero negative values of f and all the pixels of f located outside known boundaries, improves the reconstruction quality.

- Riddell *et al.* [1992] also use constraints on the positivity and on the contour of the image and extrapolate sinogram data to missing angles to initialize IRR. They employ attenuated Radon transform to ensure the quantitative reconstruction.
- Ollinger [1990] proposes a regularization based on expectation maximization to improve the robustness of IRR with respect to noise. The Poisson character of the noise affecting the projection is taken into account, thereby giving a fair estimate of the weight given to each data point of the projection data based on its uncertainty.
- Duan *et al.* [2009] add a Total Variation (TV) minimization on the image domain. This procedure introduced in Ref. [Candès et Romberg 2005] aims at concentrating gray level variations onto a sparse support, leading to a small number of phases (discrete histogram). The key feature of TV minimization, is that convexity is preserved, and hence the minimizer is unique, and not dependent on the pathway used to the solution, thus allowing for efficient and robust implementation.

Up to now, most studies have been carried out on artificial images (such as the famous Shepp-Logan phantom) in 2D parallel or fan-beam geometry. Using such algorithms on experimental data, requires to account for (and correct) image imperfections and artifacts because the reprojection step has to provide data that is fully consistent with the reconstruction. In the present study, based on lab-scale tomography, the use of wide distribution of energies in the X-ray source produces naturally a significant artifact known as “Beam Hardening” (BH). As the absorption coefficient of materials is generally higher for low energy X-rays, the beam spectrum concentrates on higher energies as it travels through the part, and the Beer-Lambert law (used to interpret the radiography) appears to be only a rough approximation. A usual remedy to account for BH, is to identify an effective Beer-Lambert attenuation law, so that the projection data can be preprocessed with a non-linear grey level correction, from which a standard reconstruction algorithm can be run.

For complex materials and industrial parts, the geometry of the object to scan is often quite complex and generally only a model of the geometry (say a CAD description) is known and, due to the fabrication or elaboration processes, it has to be considered as no more than an approximation. It is often safer to base the regularization on the microstructure, say the homogeneous phases composing the object of interest (which are often just a few). An original regularization approach based on a phase field model is presented in this article.

Phase field models were initially developed to describe the physics of phase separation by free energy minimization [Cahn et Hilliard 1958; Allen et Cahn 1979]. This global method has also demonstrated its efficiency in image segmentation [Li et Kim 2011] where the “free energy” now incorporates some known features or properties of the image itself. For instance, the grey level of a pixel can be considered as a parameter which characterizes its phases. In this context, phase field models can be used to very efficiently de-noise images, based on a prior knowledge which is included in the very definition of the free-energy. Regularization is expected to lower noise, filtering out high frequencies, however, it is desirable that it does not blur boundaries. Thus ideally, one would anticipate domains of constant grey levels separated by sharp interfaces according to regularization parameters. Those considerations were the motivation for TV filtering, however the latter approach does not exploit the existence of a limited number of phases with say a well defined absorption coefficient. The phase field regularization approach has this potential, from the flexibility offered by the very definition of the “free energy”. It is proposed here to use a form of the free energy that includes a phase information enriched by a gradient term for boundaries. Let us stress that such a filtering of images requires that no spurious gradients are produced by say BH artifacts, and hence such phenomena have to be cleared from the projection data prior to reconstruction.

If tomography was first developed for medical imagery, today its usage has diffused to a much broader scope of applications, including materials science. X-ray μ -CT is a valuable tool to study the microscopical structure and understand the behaviour of complex materials, such as composites. It is today a technique of choice for non-destructive evaluation. The sample chosen to illustrate this analysis is a CMC [Naslain 2004; Cox *et al.* 2014] whose outstanding thermo-mechanical properties

make it a very promising key material to be used in hot regions of an aircraft engine. Matrix and fibers are made of the same material and to distinguish the texture, an excellent quality tomography is imperatively needed. Moreover, *in situ* thermo-mechanical testing is extremely desirable to detect the first fore-signs of damage to assess the performance of such parts [Mazars *et al.* 2017b]. A mechanical testing machine requires to balance say a tensile force on the sample by an equivalent compressive one that has to be sustained by a rigid frame around the object. For heavy loads, a steel frame is well suited mechanically, but it will partly mask the specimen as it rotates in front of the beam, its shadow on the detector renders inexploitable a domain of the sinogram and thus induces reconstruction issues equivalent to those encountered in “limited-angle” tomography. Therefore, IRR is used to alleviate the difficulty of these missing data, yet imaging faithfully the faint contrast of the material microstructure is very demanding, and thus BH corrections and a rich prior filter (based on phase-field approach) are needed to extract an accurate 3D reconstruction. The present paper aims at exploring the ultimate performance of such an approach.

The principle of IRR implementation is recalled in Section 2.2 where notations are defined. In Section 2.3, the sample used as support is presented. Section 2.4 explains the BH correction strategy. Section 2.5 details the regularization step based on a phase field model. In Section 2.6, a reconstruction computed from real experimental data is discussed to illustrate the capacity of the algorithm to provide quality reconstruction with low limited-angle artifacts. Finally, conclusions and further possible improvements are proposed.

2.2 Implementation of IRR

For lab-tomography, radiographies of a specimen rotating for a full 360° rotation between an X-ray source considered as punctual, and a detector are acquired. The intensity of these radiographies is denoted as $I(\mathbf{r}, \theta)$, where \mathbf{r} is the 2D detector coordinates, θ is the sample rotation. The intensity of the beam $I_0(\mathbf{r})$ without sample is also recorded. From these data, the “projections” defined as

$$p(\mathbf{r}, \theta) = \log(I_0(\mathbf{r})) - \log(I(\mathbf{r}, \theta)) \quad (3.1)$$

can be obtained, and they correspond to the line integral of the specimen X-ray attenuation $f(\mathbf{x})$ along the ray hitting the detector at position \mathbf{r} , for a sample rotation of θ . Ideally, all rotation angles, $0 \leq \theta < 2\pi$, and all relevant detector positions r are accessible, so that a reconstruction algorithm \mathcal{R} acting on p provides the reconstructed volume $f(\mathbf{x})$, where \mathbf{x} stands for 3D coordinates of voxels

$$\mathcal{R}[p] = f \quad (3.2)$$

Mathematically, \mathcal{R} is a mere linear operator, which in practice is never written explicitly because of its huge size, and a numerical procedure such as the Filtered Back-Projection algorithm is used as equivalent to \mathcal{R} . The inverse operator, is the projection \mathcal{P}

$$\mathcal{P}[f] = p \quad (3.3)$$

In the case of obstruction, only some pairs of (\mathbf{r}, θ) are accessible forming a set Σ^m for which $p(\mathbf{r}, \theta) = p^m(\mathbf{r}, \theta)$ where the superscript m stands for “measured”.

The IRR algorithm is based on the following scheme illustrated in Figure 3.1:

- p^m is complemented by say null data, $p(\mathbf{r}, \theta) = 0$ for $(\mathbf{r}, \theta) \notin \Sigma^m$;
- A reconstructed volume is computed $f = \mathcal{R}[p]$;
- When the missing data has been complemented with inconsistent data, the resulting f usually contains unphysical features such as negative absorption coefficients. Moreover, the effect of the missing angle data is spread out over the entire reconstruction domain. A filtering operation \mathcal{F} is introduced that makes the data more acceptable, by projecting negative values of f to 0, and cancelling f to 0 outside a known or guessed support. The cleaned reconstruction is denoted as $g = \mathcal{F}[f]$;

- Projecting the cleaned reconstruction provides the computed projection $s(\mathbf{r}, \theta) = \mathcal{P}[g]$;
- Because of the filter, and the fake data used in the missing domain, s does not coincide with p^m on the measured points. However, in the complementary domain, s is much more satisfactory than the initial guess. Thus, the complement operation \mathcal{S} is introduced so that

$$p(\mathbf{r}, \theta) = \begin{cases} p^m(\mathbf{r}, \theta) & \text{for } (\mathbf{r}, \theta) \in \Sigma^m \\ s(\mathbf{r}, \theta) & \text{for } (\mathbf{r}, \theta) \notin \Sigma^m \end{cases} \quad (3.4)$$

- As shown in Figure 1, these four operations define a cycle, that produce a physically more consistent missing data in p . This full cycle can thus be repeated as a fixed point algorithm until the filtering or complement operations do not change appreciably their output data.

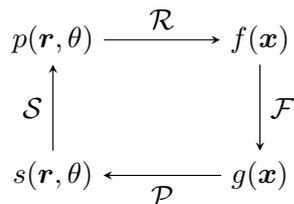


Figure 3.1 – Iterative Reconstruction-Reprojection algorithm principle: Starting from projection data $p(\mathbf{r}, \theta)$, the FBP reconstruction algorithm \mathcal{R} provides a reconstructed volume $f(\mathbf{x})$. The latter is filtered through a regularization procedure, \mathcal{F} , to obtain the volume $g(\mathbf{x})$. The projection operator, \mathcal{P} , gives projections $s(\mathbf{r}, \theta)$. The procedure \mathcal{S} restores the projections for the known angles, and leaves $s(\mathbf{r}, \theta)$ for the missing angles.

This loop corresponds to one iteration of the IRR algorithm, which is repeated until convergence to a fixed point

For this algorithm to converge, it is essential that the filter \mathcal{F} provides a physically realistic information that is consistent with the known projections. The positivity of f or the prescription of its support are very generic filters that were introduced very early. They do not constraint much the reconstruction f and hence the convergence rate is quite slow.

It is worth noting an interesting parallel that can be drawn with regularization. In a seminal paper, Candès et Romberg [2005] proposed to perform tomography with a very coarse angular sampling. They showed that a drastic reduction in the number of projections could be performed without loss on the quality of the reconstruction for the Shepp-Logan phantom. This can be seen also as a kind of missing information on the angles not used as an input. The algorithm they proposed can be cast into the scheme of Figure 1, where the “filter” they proposed was a Total Variation (TV) minimization. The latter promotes uniform absorption coefficient within domains and the sparsity of the support of the non-zero gradient of f is the key underlying assumption to complement the missing information. It is to be noted that the example chosen for illustration was a numerical example deprived of any artifact.

Thus filtering or regularization can be considered as a very powerful lever to extend the performance of tomography, and in the following a novel phase-field regularization will be used. However, it is essential that no model error is present which would render the regularization assumption invalid, ruining the convergence of the IRR procedure.

IRR makes use of two standard primitives for tomography: FBP reconstruction \mathcal{R} and (re-)projections \mathcal{P} . Here, the free software ASTRA [van Aarle *et al.* 2015; 2016] is chosen. It offers a Python and Matlab toolbox with many such flexible primitives wrapped in an efficient GPU-implementation [Palenstijn *et al.* 2011]. The two transformations \mathcal{R} and \mathcal{P} are resp. the ASTRA functions FKD3D and FP3D.

A tomographic scan often represents a huge amount of data (more than 10^9 pixels for the full sinogram). To reduce the size of the problem, the spatial resolution of projection can be degraded,

so that the computation is faster. Reconstruction and sinogram obtained at the coarse scale is then used as initialization for finer resolution computation. Finally a multiscale algorithm may be designed by a recursive use of this coarsening step, in a pyramidal approach [Frese *et al.* 1999].

2.3 CMC sample

To illustrate the addressed problem, a SiC/SiC CMC sample is chosen. It has a rather faint texture with short wavelength details corresponding to the 3D woven fabric, and some Si inclusions. This rather weak contrast makes the problem quite difficult to handle. Moreover, because the chemical species are light elements the X-ray absorption is low and gives rise to a significant beam-hardening. The sample (Fig. 3.2a) has a rectangular section with both machined and rough surfaces so that the capacity of the algorithm to reconstruct edges can be demonstrated. For the same reason, a groove was added on one side leaving a very thin wall. This case is thus quite challenging.

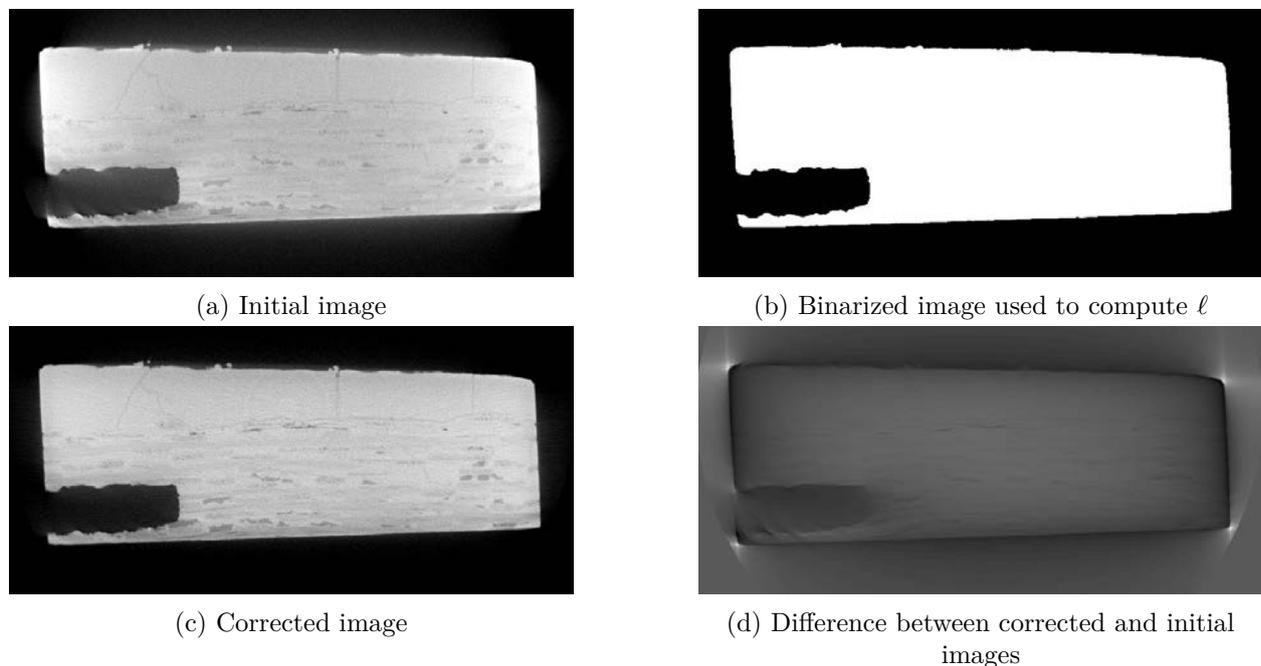


Figure 3.2 – (a) Sample cross-section as reconstructed from a complete acquisition and no BH corrections; (b) Binary mask obtained with an Otsu filter [Otsu 1979] used to compute the actual length ℓ traversed by each ray; (c) Reconstruction after BH correction where a much more uniform texture is observed; (d) Difference between (c) and (a) showing the net effect of BH corrections: the texture is not much impacted, however the correction produces a better uniformity close to the edges.

The composite sample is placed in a mechanical testing device which presents two columns on the side of the sample (Fig. 3.3). Those columns (that withstand the compressive load balancing the tensile one applied to the sample) cross the beam line during the tomographic acquisition. Thus angular data are missing to perform the reconstruction.

To quantify the ability of the proposed algorithm results to match the scanned sample, the projections used in the following were taken without the columns. Missing data are numerically suppressed on the measured sinogram to initialize the computation. Hence the ground truth reconstruction is known and errors can be trustfully quantified.

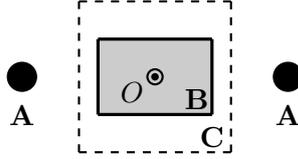


Figure 3.3 – Scheme of the system in the horizontal plane. **B** is the scanned sample, **C** the reconstruction area (dashed) and **A** are the columns of the experimental device which cut the X-ray beam during the rotation of tomograph plate around O .

2.4 Beam hardening correction

Principle

As earlier mentioned, in a lab-tomograph, the broad spectrum of energy of the X-ray source alters the effective absorption of the beam as it passes through the sample. However, when the nature of the constitutive phases of the studied sample is comparable in terms of attenuation, then the original projection data p can be corrected by a non-linear function of the path length ℓ in the material, and hence of p itself to restore an effective Beer-Lambert law.

Algorithmically, one can infer this correction in the following way. Starting from uncorrected projection data, a first reconstruction is performed and a binary mask $h(\mathbf{x})$ of the studied sample is created (with an Otsu filter [Otsu 1979]) where $h = 1$ within the material, and 0 elsewhere. The projection of this binary mask $\mathcal{P}[h]$ gives precisely the length of the intersection of the beam with the sample $\ell(\mathbf{r}, \theta)$. Collecting data for all (\mathbf{r}, θ) , a large collection of (p, ℓ) data points is obtained from which a non-linear regression can be made to estimate the correspondence

$$p = \psi(\ell) \quad (3.5)$$

Then, applying the reverse transformation $p^{\text{eff}} = \psi^{-1}(p)$, restores the validity of Beer-Lambert law for p^{eff} .

Application of BH correction

In the studied example, because the material is made mostly of a single phase, SiC, such a beam correction is well justified. Figure 3.4 shows the raw data points and their fit with the following expression that revealed adequate, $\psi(\ell) = \ell(1 + a\sqrt{\ell})$.

In the reconstruction, beam hardening appears as an halo around the sample as shown in figure 3.2a and an overestimate of X-ray absorption near the edge. This artifact is particularly detrimental for image processing based on gray levels such as TV regularization or the approach proposed in the following that would tend to display several phases according to the distance to boundary. After correcting the projection data, the reconstruction shown in (Fig. 3.2c) is obtained. As compared to the raw reconstruction (Fig. 3.2a), a much more uniform texture is obtained as could have been anticipated from the large scale homogeneity of the material.

2.5 Phase field regularization

In the regularization formulation, prior knowledge about the microstructure is to be inserted to help reaching a physically admissible reconstructed volume. For instance, TV aims at reducing the number of phases (i.e. gray levels in the reconstruction) but only through a penalization of phase boundaries. In fact, no information is provided on the nature of the different phases. Such an approach can easily be generalized through the formulation of a free energy density $\phi[g(\mathbf{x})]$, so that the minimization of the total free energy, $\Phi[g] = \int \phi[g(\mathbf{x})] \, d\mathbf{x}$, aims at bringing the reconstruction closer to the actual microstructure. The free energy can be designed so that the microstructure lies at or close to a minimum. Thus for a known initial reconstructed volume, $f(\mathbf{x})$, the filtered image,

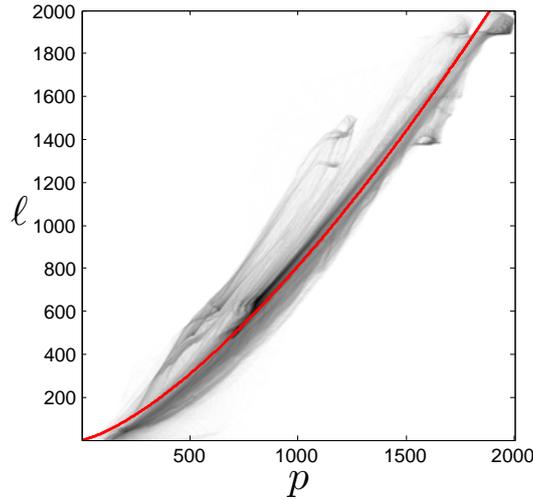


Figure 3.4 – Joint distribution of projection gray level p and path length ℓ plotted as thin black dots in the background. Superimposed on the data points, the bold red curve shows the regression that provides the BH correction ψ^{-1} function.

$g(\mathbf{x})$, is such that it minimizes

$$\chi[g] = (1/2) \int (f(\mathbf{x}) - g(\mathbf{x}))^2 d\mathbf{x} + \Phi[g] \quad (3.6)$$

where the first part of the functional is an “attachment to data” term designed to maintain a close connection between f and g , whereas the second term embodies the prior knowledge on g .

For instance, if the free energy density is simply the L_1 norm of the gradient of g , then plain TV regularization is recovered. Another very generic model in this description introduces a double well potential $\phi(g) = (g - \gamma_1)^2(g - \gamma_2)^2$ together with a L_2 norm of the gradient of g . The former term favors two “pure phases”, $g = \gamma_1$ or $g = \gamma_2$, and the latter through the gradient term induces a smooth transition (resulting from surface tension) between those values wherever needed. Actually such a form is a standard “phase-field”, or Cahn-Hilliard model, introduced in the context of statistical physics [Cahn et Hilliard 1958], and then frequently used to describe phase morphologies [Anderson *et al.* 1998]. It has been exploited more recently very successfully in image processing (for denoising or inpainting) [Li et Kim 2011 ; Bertozzi *et al.* 2007] that is quite close to the presently proposed usage.

The general form of Φ offers much more flexibility than the above cited examples and allows one to tailor the potential to suit the specimen at hand. A natural strategy is to perform an expansion of ϕ based on the assumption that the regularity of g is mostly local. At dominant, or 0th order, ϕ depends of the local value of g only. At first order, a local nearest neighbor information can be formulated by introducing the gradient of g . Order after order, higher derivatives can be inserted. When inserted into a multiscale approach, non-local information about features having a specific shape can be introduced.

Gray level corrections based on histogram

A very first exploitation of this technique is based on a 0th order free energy density. In order to limit the introduction of a prior knowledge, (the absolute value of the coefficient of absorption is fragile as discussed in Section 2.4), a first determination of the reconstructed image f may be used to estimate the values of favored phases through the histogram of gray levels. Let $n(f)$ be the

histogram of f values, a natural idea is to propose a free energy density defined as

$$\phi(f) = -\mu n(f) \quad (3.7)$$

where μ is a free parameter to tune the regularization term.

Minimizing the free energy defined from this density tends to favor gray values that are already well represented in f . Indeed, all maxima of n will remain invariant under the transformation, and will behave as attractors for the corrected value g , whereas minima of n will be repulsive fixed points (as it can be seen on an example in Fig. 3.5a).

Because of this observation, the binning of the histogram is very important. For too fine a binning, spurious peaks will hamper the regularization effect, and for a too coarse one, information may be lost by artificially grouping different phases into one. The ideal bin size is given by the noise (or artifact) level which limits the identification of the different phases.

As ϕ only depends on the gray level value, it is straightforward to solve Eq. 3.6. In fact, it leads to a correction that only depends on the gray value and not on the voxel location. More precisely, differentiating Eq. 3.6 leads to

$$g + \phi'(g) = f \quad (3.8)$$

The solution to this equation can be written as $g = \omega(f)$ and is seen as a color correction where the initial gray level f is re-encoded with a different value, $\omega(f)$, that solves the above equation. Thereby, a mere look-up table can be written to represent efficiently this filter. In practice, the weight μ is adjusted so that the correspondence $\omega(f)$ fulfills a stable convergence towards the minima of n and hence $-1 < d\omega/df < 1$ at those points, or $\mu < 2/(\max(|n''|))$.

This regularization actually reinforces the peaks of the histogram and depletes the population of other gray values, thereby selecting stable phases. One may also note that such an effect can easily be strengthened by iterating the gray level mapping, $g = \omega^\alpha(f)$, with $\alpha > 1$. In the limit of a very large α , only “pure” phases are obtained.

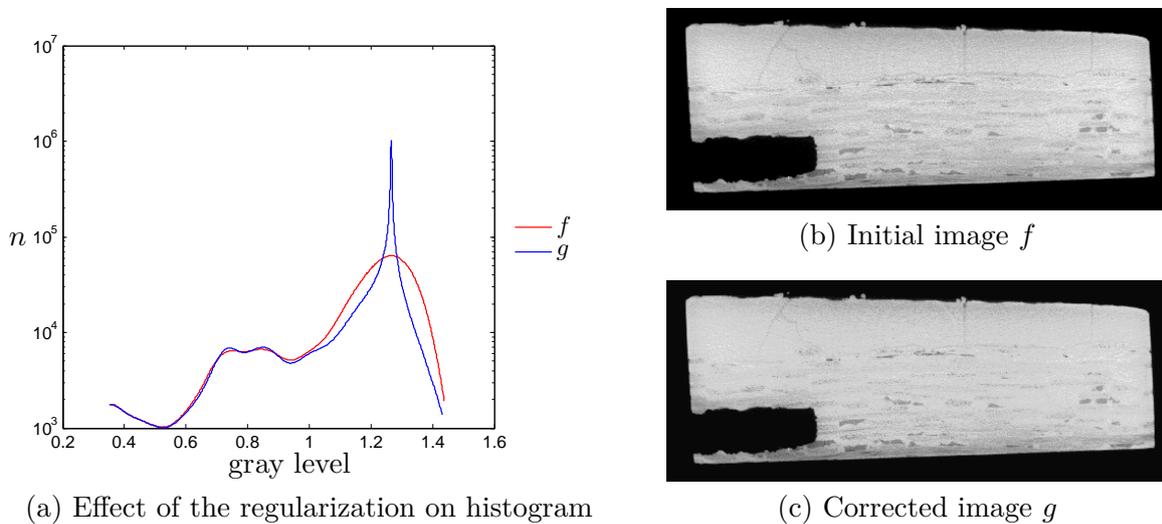


Figure 3.5 – (a) Example of phase field regularization for $\alpha = 1$ and $\mu = (1/2)\mu_{\max}$. The histogram peak sharpens around the maximum. Voxels corresponding to void are not considered in the regularization and hence only pixels with a gray level higher than a threshold (here 0.33) are used to compute the histogram; (b) Initial cross-section image; (c) Effect of the regularization on the image.

Gradient term

The free energy can also be enriched by a gradient term such as the addition of $\xi^\beta |\nabla f|^\beta$ where ξ and β are tunable parameters. ξ is homogeneous to a length scale, to be interpreted as the width

over which the transition between two stable gray levels takes place. A large value of ξ will smooth out (or “blur”) boundaries, and a small one will keep transitions rather sharp. The exponent β also plays a role on the sharpness of the transition: When $\beta \leq 1$ discontinuous transitions are encouraged through a localization instability (instability is due to a loss of convexity of this part of the potential when $\beta < 1$), while $\beta = 1$, aka TV regularization, is just the marginal case, allowing sharp interfaces, but still being convex, a unique combination that made the success of this form).

Here $\beta = 2$ is chosen, and equation 3.8 can be generalized to

$$g + \phi'(g) - 2\xi^2 \Delta g = f \quad (3.9)$$

This equation is to be solved after each reconstruction. Adding this gradient term allows new peaks to emerge in the histogram and to discriminate phases with neighboring gray levels.

2.6 Results

Regularized IRR computation

To provide a reference, a first computation is performed on the complete sinogram. Only one IRR loop is performed because, as there is no missing domain, the sinogram is not updated during transformation \mathcal{S} (see Fig. 3.1). Parameters of regularization α and ξ are chosen such that they lower noise without altering the texture of the material. This choice is made by studying the difference between the corrected and the original images, and targeting parameters that give rise to mostly noise in this difference, and no feature that could be read as microstructure. The same parameters will be used to perform IRR on missing-data sinogram so that the results can be compared. Parameters $\alpha = 3$, $\mu = 0.2\mu_{\max}$ and $\xi = 1vx$ are a good compromise for the studied image.

The proposed regularization scheme has been implemented in Matlab environment to test the feasibility and the performance of the approach, and hence it would not be meaningful to consider actual computer time. However, the filtering step is much faster than the reconstruction step, and hence a fair evaluation of the required computation time with missing angles is basically the cost of a classical “filtered back-projection” reconstruction times the number of iterations (less than ten in the following examples). Although this is a significant extra-cost, it should be balanced with the new opportunities offered by the tolerance to missing angle data.

Limited-angle

On the sinogram, the traces of the columns of a mechanical testing machine are now inserted as shown in Figure 3.6a, and two scenarii are considered to deal with the data they hide. First, referred to as missing data domain A, all radiographs where at least one column can be seen are rejected. The resulting mask is shown in Figure 3.6b, ($\theta \in [15^\circ; 64^\circ] \cup [205,25^\circ; 258,75^\circ]$, or 28% of the data from the complete sinogram are lost). If only the region obscured by the columns is masked, missing data domain B, as shown in Figure 3.6c, only 9% of the data is discarded. Both of these strategies can be handled with IRR, and the results are shown thereafter.

Missing-data domain A Figure 3.7 shows the result of IRR with missing domain A for the first, second and fourth iterations. We observe that progressively the missing domain in the sinogram is filled with an increased fidelity. After the fourth iteration changes in the reconstructed volume becomes negligible, showing a very fast convergence. When compared to the reference volume where no obscuration takes place, it can be observed that gray levels are spatially modulated (left part is slightly darker). Some streaks aligned in the direction of the missing angles are also visible.

The norm of the difference between reconstructed volumes with full or limited angle, (resp. f_0 and f_A), normalized by the norm of the reconstructed volume, is $\|f_A - f_0\|/\|f_0\| = 5,5\%$.

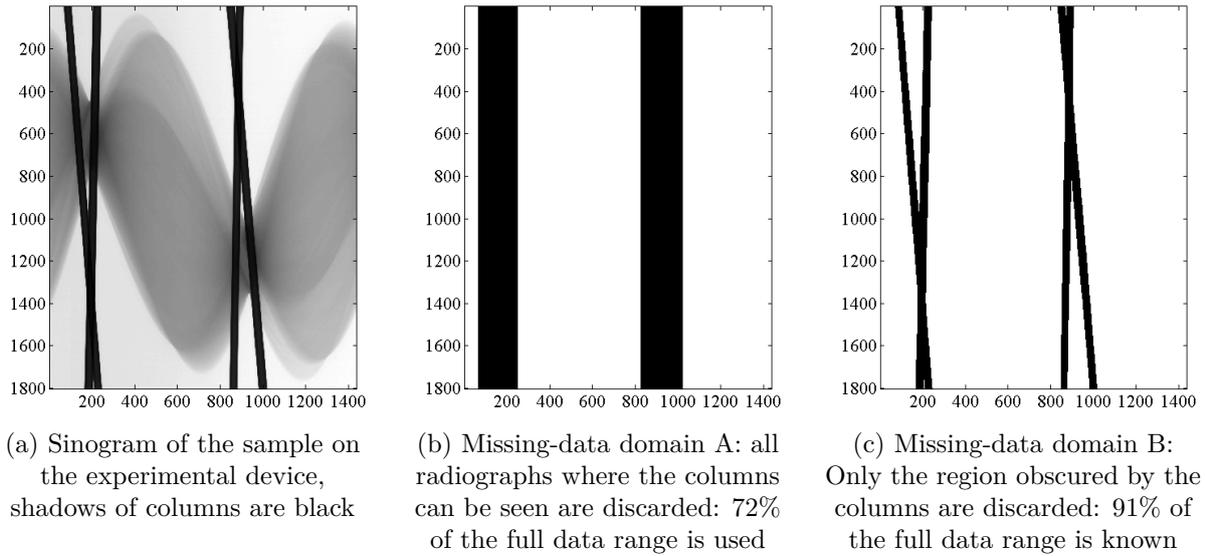


Figure 3.6 – Definition of the missing-data domain.

These results can also be compared with non-regularized IRR (Fig. 3.8). In this case convergence is reached in six iterations, and the residual relative error is $r = 12,7\%$. Fig. 3.8b shows that missing angles are responsible for marked streaks that cannot be erased. Because of the filtering stage, each iteration is more costly for the phase field filter, but this is compensated by a faster convergence, and a better quality of the result.

Missing-data domain B In the considered problem, one can easily exploit all the projection data that is not masked by the columns of the testing machine, as illustrated in Figure 3.6c. The IRR algorithm is quite similar to the previous case. Only the shape of the sinogram missing-data domain is needed, to define which part is updated and which part, Σ_m , is preserved along iterations.

The results of regularized IRR (shown in Fig. 3.9), are very close to the reconstruction with the complete sinogram data. A relative error of $r = 2,8\%$, is reached after three iterations.

2.7 Conclusion

A new and efficient regularization, based on a phase field approach, has been implemented in IRR algorithm and has proven its ability to correctly reconstruct volume with large missing-data domains. The few parameters (μ , α , β , ξ) of this phase-field-based regularization are all means to adapt this algorithm to the specificity of the scanned object and can be set to values optimized from a limited volume where they can be tuned at low cost. The counterpart of the missing data is the additional computational time of the regularization step and of the needed iterations. Computation costs were not reported here since the phase field filter was not optimized, but this regularization is essentially a very short range problem so that a GPU implementation should provide very efficient solutions, so that the incurred cost of the missing angle should reach almost the number of iterations times the cost of a full reconstruction.

As explained in part 2.6, the proposed formulation for IRR is versatile enough to take into account a missing-data domain of arbitrary shape. For instance, the proposed IRR scheme is directly applicable for any metal artifact corrections.

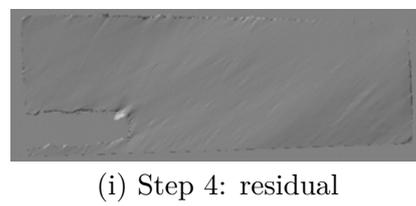
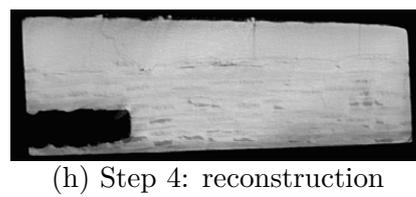
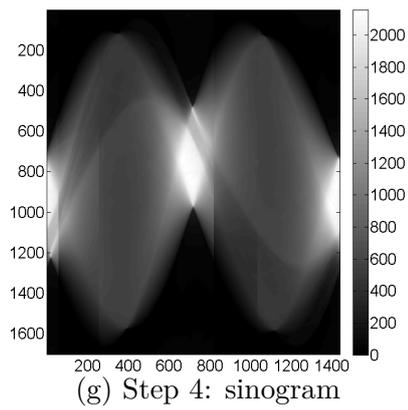
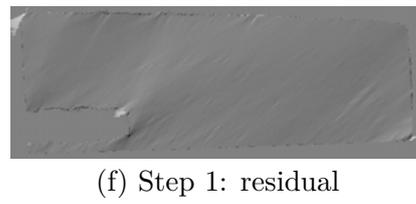
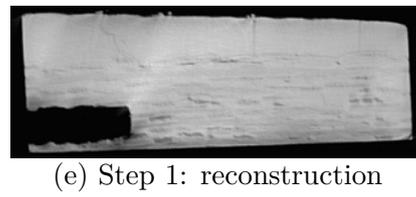
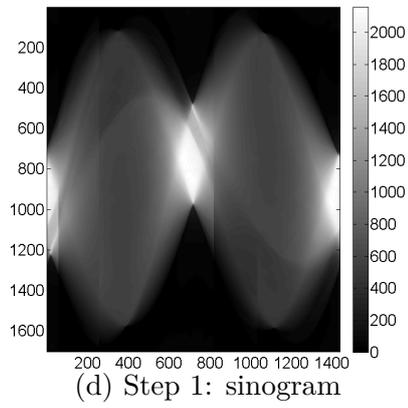
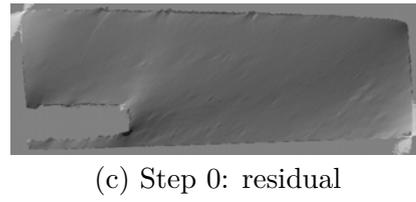
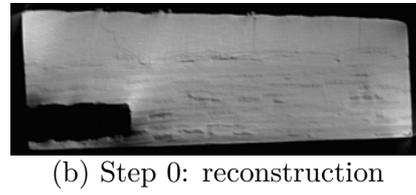
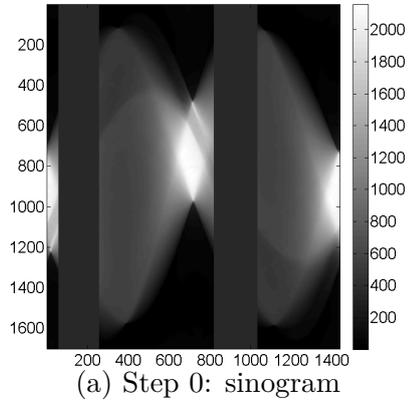


Figure 3.7 – Example of IRR results for missing projections. Step 4 is the final step when a stationary solution is reached. The residual is the difference between the considered step of the reconstruction and the one without missing data (after BH correction).

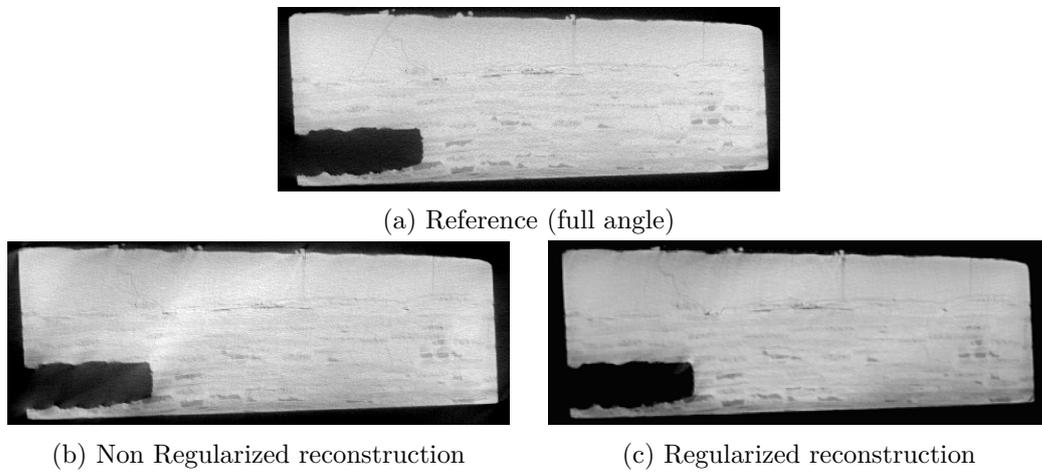


Figure 3.8 – Comparison between the IRR results for 28% of missing angles with and without regularization. Convergence is reached in 4 (resp. 6) iterations with (resp. without) regularization.

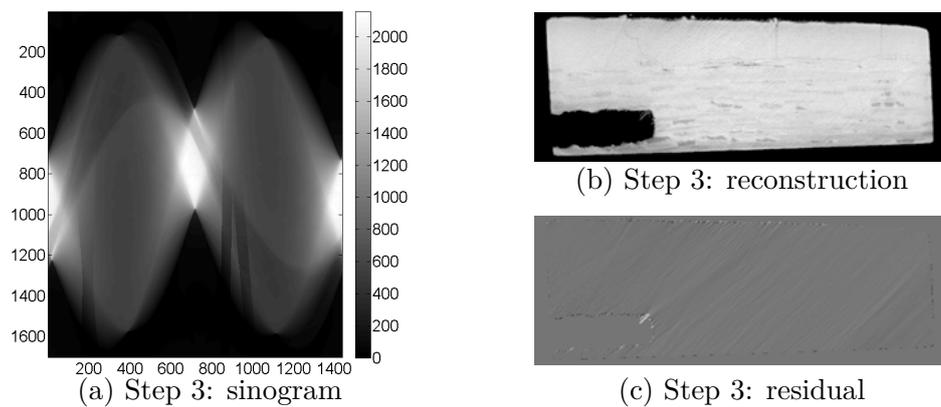


Figure 3.9 – Example of IRR results for missing-data domain B. Step 3 is the final one.

2.8 Complément à l'article : Correction du *Metal Artefact*

Le *Metal Artefact* est, comme son nom l'indique, dû à la présence d'élément métallique lourd, ou plus généralement de tout matériau absorbant fortement les RX. Ici on a choisi comme exemple un petit échantillon de SiC/SiC fixé par un fil de platine¹. Dans la zone correspondant à l'ombre du fil, le sinogramme est saturé (en blanc sur la fig. 3.10). En appliquant l'algorithme d'IRR régularisé, avec comme paramètres $\alpha = 10$, $\mu = 0.7\mu_{\max}$ et $\xi = 0.1$ vx, l'effet des artefacts est fortement atténué (fig. 3.11).

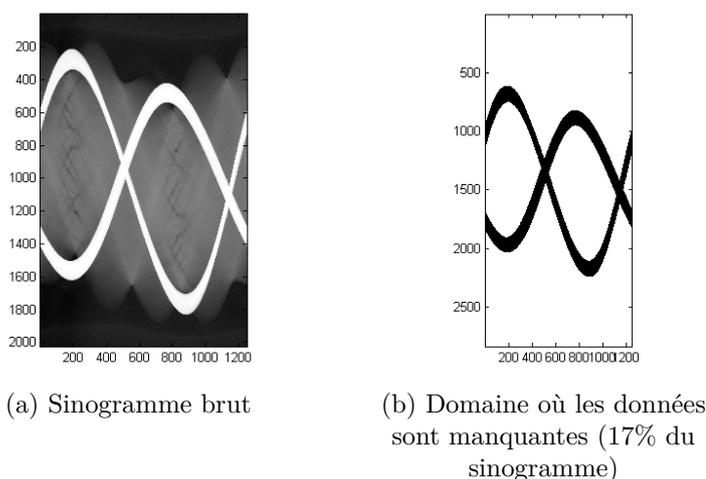


Figure 3.10 – *Metal Artefact*, domaine où les données sont manquantes
Contrairement au cas précédent, l'élément très absorbant (ici un fil de platine) est inclus dans le domaine reconstruit.

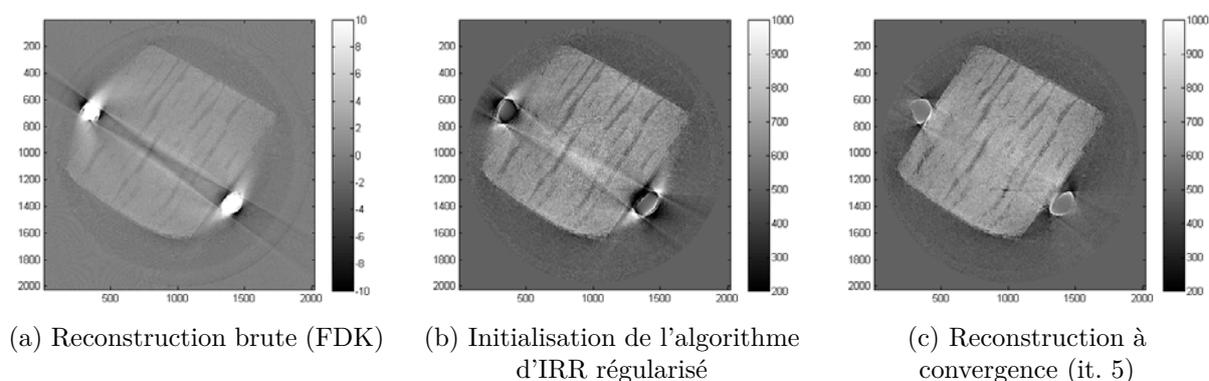


Figure 3.11 – Exemple d'application de l'IRR régularisé à la correction du *Metal Artefact*
Une éprouvette de SiC/SiC est maintenue par un fil de platine, en blanc sur l'image (a).
(b) Le calcul d'IRR est initialisé en affectant au domaine où les données sont manquantes la moyenne des niveaux de gris du sinogramme.

¹Les images ont été acquises par André Ebel dans le cadre de l'ANR VISCAP (LCTS, INRIA, LAMA, Safran Ceramics).

2.9 Complément à l'article : Adaptation à la tomographie synchrotron

Contraste de phase

Lors des acquisitions sous synchrotron, la gamme chromatique est réduite. Le durcissement de faisceau est généralement absent et la loi de Beer-Lambert décrit convenablement l'atténuation du faisceau. Le faisceau synchrotron est aussi très cohérent spatialement. Lors de la traversée de milieux différents, des déphasages apparaissent. Les modulations de ces déphasages induisent, avec la distance entre l'objet et le détecteur, des variations d'intensité au niveau des interfaces nommées contraste de phase. Le contraste de phase peut être supérieur (voire très supérieur) au contraste d'absorption, notamment pour les matériaux légers. Pour notre application, on cherche à le limiter.

En prenant les hypothèses d'un faisceau parallèle, d'un matériau homogène et de très faibles gradients de phase, Paganin *et al.* [2002] proposent un filtre G tel que :

$$\mathcal{F}\{G\} = \frac{1}{1 + \zeta^2 \|\mathbf{k}\|^2} \quad (3.10)$$

où $\mathcal{F}(\mathbf{k})$ désigne la transformée de Fourier et ζ un paramètre homogène à une longueur. La convolution de l'intensité mesurée et de G permet de réduire les effets du contraste de phase. La valeur de ζ pour laquelle ils sont supprimés peut être déterminée empiriquement en observant une interface. Si ζ est trop petite, la discontinuité sera accentuée et si elle est trop grande, la discontinuité sera lissée. Sur la figure 3.12, cette transition se fait entre $\zeta = 3.10^{-2}$ mm et $\zeta = 1.10^{-1}$ mm.

Ce filtre a été implémenté et la correction est effectuée sur les radiographies avant l'étape d'IRR. Cette étape remplace celle de correction du durcissement de faisceau. Préalablement, on affecte au domaine où les radiographies sont saturées, le niveau de gris moyen du reste du sinogramme. Le contraste de phase permet de faire ressortir les interfaces et donc certains détails de texture, il peut être intéressant de ne pas corriger complètement ses effets. On a choisi d'utiliser $\zeta = 3.10^{-2}$ mm qui permet de conserver une partie de ces informations (fig. 3.12b).

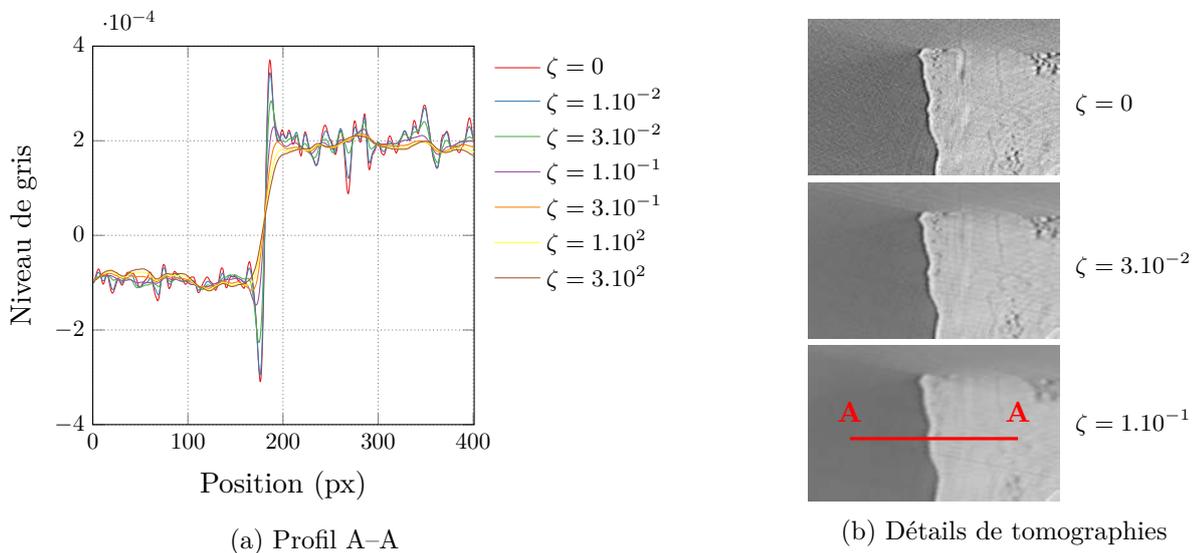


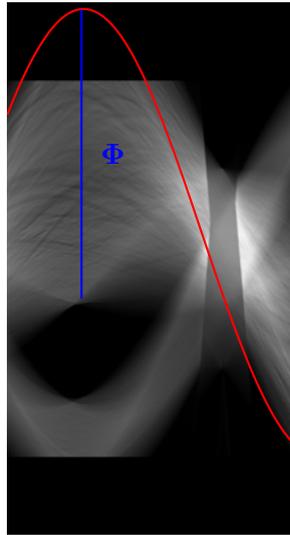
Figure 3.12 – Correction du contraste de phase.
Effet du filtre de Paganin pour différentes valeurs de ζ (mm).

Tomographie locale

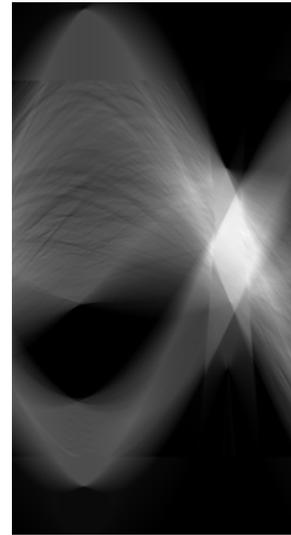
On parle de tomographie locale lorsque la fenêtre d'acquisition tomographique est plus petite que l'objet à scanner. Seule une partie de l'objet est donc présente sur toutes les projections. Malgré tout, les algorithmes classiques (FBP par exemple) permettent généralement une reconstruction

satisfaisante. La difficulté dans le cas de l'IRR apparait au moment de la reprojexion. En effet, lors de l'acquisition le faisceau traverse aussi la partie de l'éprouvette située hors de la zone d'acquisition alors que lors de la reprojexion du volume reconstruit, seule la zone comprise dans la fenêtre d'acquisition est prise en compte. Le sinogramme reprojété ne correspond donc pas à celui mesuré (fig. 3.13a).

La façon la plus naturelle de restaurer correctement le sinogramme est de construire artificiellement les zones manquantes de l'éprouvette autour du volume reconstruit. Dans le plan horizontal, l'éprouvette a une section rectangulaire. La dimension manquante du rectangle peut être déduite à l'aide du sinogramme. Sur le sinogramme chaque point physique de l'éprouvette dessine une sinusoïde. Si on prolonge ces sinusoïdes dans une fenêtre plus large, l'épaisseur maximale de l'enveloppe qui les contient toutes correspond à la diagonale de l'éprouvette (Φ sur la figure 3.13a). Cette méthode permet d'obtenir un sinogramme plus proche de celui attendu (fig. 3.13b).



(a) À partir du volume brut



(b) À partir du volume complété artificiellement

Figure 3.13 – Correction des effets de la tomographie locale, sinogramme restauré après une itération d'IRR.

Implémentation du code pour la reconstruction de grand volume

Si la reconstruction de grands volumes est problématique en faisceau divergent, en faisceau parallèle il est possible de décomposer facilement le calcul d'une tomographie complète en sous-problèmes. En effet, la reconstruction de chaque plan horizontal est indépendante. D'ailleurs, dans ASTRA l'algorithme de FPB en faisceau parallèle n'est codé que pour des images 2D. On a choisi d'enregistrer le sinogramme et la reconstruction comme deux séquences d'images 2D et de les lire à la volée. Des tomographies de grandes dimensions sont alors traitées sans rencontrer de problème de mémoire. Toutefois, cette méthode est loin d'être optimale et les temps de reconstruction sont assez longs.

Pour améliorer l'efficacité de l'algorithme, une approche pyramidale a été mise en place, en réduisant la résolution. Cela permet de se rapprocher de la solution réelle avec des images suffisamment petites pour être complétement chargées en mémoire. Dans la zone où les données sont manquantes, lors du passage à une résolution plus fine, le sinogramme restauré est interpolé. Selon la qualité désirée, il n'est pas toujours nécessaire d'itérer à haute résolution.

3 Reprojection du champ thermique

Re-projection of the thermal field

Reproduced from

TURPIN, L. ROUX, S. CATY, O. et DENNEULIN, S. (2021). Coupling tomographic and thermographic measurements for in-situ thermo-mechanical tests. *Meas. Sc. Technol.*, 32.

In order to determine the thermo-mechanical properties of a complex 3D woven ceramic composite material, an experiment at high and inhomogeneous temperature and its dedicated full-field measurement procedure is developed. 3D tomographic images of the tested sample are captured at different stages of loading in a synchrotron beamline, and an infrared camera captures a side view of the sample as it rotates in the X-ray beam. A pin-hole projective model of the thermographic camera allows one to map the thermal field measured under numerous orientations onto a 3D mesh of the sample built from an initial tomographic image or a model. The projective model has to be calibrated, and an original procedure is proposed thanks to an integrated digital image correlation algorithm based on the “silhouette” of the sample (as only the protruding edges outlining the sample shape can be seen clearly). This procedure is illustrated with an experimental case study.

3.1 Introduction

The use of in-situ mechanical tests in material science has substantially increased during past three decades. It consists in performing experimental tests (such as a mechanical test) inside a sophisticated piece of equipment delivering full field measurements, e.g. Transmission or Scanning Electron Microscopy (TEM or SEM) [Legros *et al.* 2010], Electron BackScatter Diffraction (EBSD) [Wright *et al.* 2011] or tomograph [Merrifield *et al.* 2011 ; Maire *et al.* 2020]. Such experiments are quite complex to set up. Most of the time, a dedicated experimental device has to be developed. Providing exceptionally rich and highly resolved in space or time information about evolutions of the sample, they are among the most invaluable tools to understand and describe quantitatively material behaviour when subjected to a variety of different loadings including extreme conditions. The very last improvement consists in using multi-modality to further broaden in-situ measurement [Tudisco *et al.* 2017].

This work is focused on thermo-mechanical behaviour of thermo-structural composite materials [Bansal 2005]. Those materials are used at very high temperatures (more than 1 000°C), under severe thermal gradients, and yet, they are expected to preserve their structural qualities. Their very complex micro-structure produces anisotropic 3D thermal and mechanical fields calling for full-field measurements. Testing materials at such high temperatures is challenging and development of new experimental methodologies is needed [Mazars *et al.* 2017b ; Berny *et al.* 2018].

The originality of our experiments is that they are carried out using tomography *and* thermography. An in-situ loading device was designed to perform multi-modal experiments on complex-shaped samples. The sample is heated externally in a range from 1 000°C to 1 200°C with a non-homogenous thermal field to induce elastic stress from kinematic incompatibilities so that damage induced by extreme thermal and/or mechanical loadings can be studied.

Tomography provides volume images of the sample. It is particularly relevant to study micro-structured materials or samples submitted to complex localized loading [Baruchel *et al.* 2000]. In-situ tomographic observation has first been developed to study damage and crack propagation [Guvencilir *et al.* 1997]. It is the focus of most of those tests including the present study where the occurrence of damage is investigated.

Due to acquisition time, a set of tomograms is generally acquired at pre-defined loading steps. The acquisitions were done on steady states. After the thermal and mechanical loadings are applied, few minutes are waited for to let the temperature and damage fields reach a stationary state before the acquisition is ran. The comparison between two steps provides information on the evolution of

the bulk of the sample. The bulk displacement field taking place between two acquisition steps can be computed from tomography using Digital Volume Correlation (DVC) [Bay *et al.* 1999; Buljac *et al.* 2018a]. In the global approach, DVC computation may be based on a Finite-Element (FE) mesh which can be built from a tomogram to reproduce accurately the sample geometry.

Infra-red (IR) thermography imaging is used in parallel to tomography. The thermal field emitted by sample surfaces is measured as the sample is rotated for the tomographic scan. Emissivity of the surfaces is uniform, and hence digital levels of the IR camera can be converted into temperatures. Moreover, because the tomographic scan is fast, the thermal inertia of the sample ensures that the temperature field is steady. Thus the temperature of the sample surface over most of the sample height can be estimated safely.

In order to exploit tomography and thermography jointly, it is necessary to associate the acquired raw data in a common framework. This requires a geometrical *calibration* of the IR camera that will account quantitatively for the sample geometry, described in 3D with a finite element (FE) mesh built from an initial tomogram, and captured at any rotation angle as a 2D image with the IR camera.

Such a geometrical calibration appears to share some similarities with that used in stereovision. The latter, a modern evolution of photogrammetry [Wrobel 1991], consists in determining the 3D geometry of a scene from two (or more) 2D images, usually photographs, taken under several angles [Faugeras *et al.* 1993]. Calibration is a needed first step that aims to determine the optical parameters of the acquisition devices and their position on the scene. Calibration is typically performed thanks to a dedicated Digital Image Correlation (DIC) procedure using a textured (speckled) sample [Chen *et al.* 2020a]. If the sample cannot be speckled, the calibration can be performed projecting a pattern on the object (e.g. fringe pattern [Gai *et al.* 2019]).

One specific difficulty of our experiment is that very few details of the sample surface can be tracked. Indeed, no speckle was used as a uniform emissivity allows an easy evaluation of temperature. Moreover, even edges between two visible surfaces cannot be clearly distinguished on the IR images. Hence only the sample protruding edges, namely the sample *silhouette*, can be trusted to calibrate the projective model. This very severe constraint leads to the development of an original methodology designed to be robust and accurate, to perform the geometrical calibration based solely on the sample silhouette.

Once the camera parameters are known, the projection operation is standard and can be used backward to transport the measured temperature field onto the mesh surface. Care has to be exercised to identify the visible surfaces — and to discard hidden ones — so that the thermal field can be mapped onto the visible parts of the sample surface.

An original procedure is proposed to couple those two full-field measurement modalities. After a brief presentation of the experimental setup, Section 3.2 details the formulation of the projective model problem and its calibration based only on the information available in thermographic images. In Section 3.3, this method is implemented and illustrated in an actual experimental case study. The filtering of the hidden sample surfaces is explained. The application is discussed in Section 3.4 together with the evaluation of the uncertainty of the thermal field. Finally, Section 3.5 sums up the main results and presents some future perspectives.

3.2 Methods: Calibration of projection matrix

Experimental setup

A loading device was developed to perform tests on T-shaped or L-shaped samples of ceramic matrix 3D-woven composite materials. It can be used both in laboratory or synchrotron tomography. The thermograms presented here were acquired during an experimental campaign at PSICHE beamline at synchrotron SOLEIL [King *et al.* 2016]. The mechanical quasi-static loading is applied step by step, alternating loading and tomographic acquisition (which takes about 15 min). The geometry of the experimental configuration is schematized in Figure 3.14. The (O, X_t) axis is the

optical axis of the tomograph. The loading device and the sample are fixed on the tomograph rotating plate. They rotate with respect to the tomograph about (O, Z_t) axis. During a tomographic acquisition, a large number of radiographs at different angles θ are taken. The angular step is sufficiently small so that the rotation of the plate can be continuous without degradation of the radiograph quality (no motion blur).

During the tomography, a series of thermograms is acquired with an IR camera which is positioned so that its optical axis (T, Z_c) is oriented perpendicularly to (O, X_t) . This procedure provides a large set of view angles.

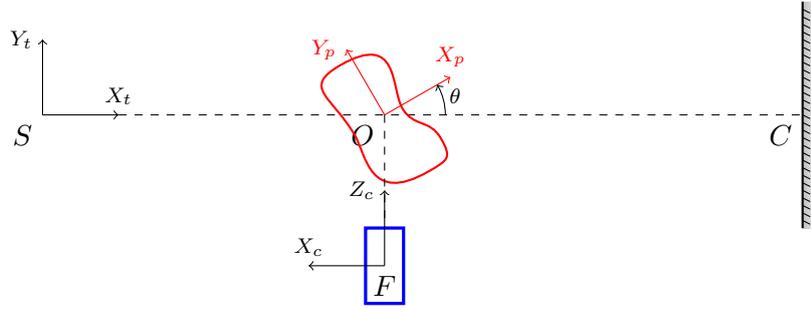


Figure 3.14 – Scheme of the experimental configuration. The sample and the rotating stage are in red and the camera, in blue. S is the X-ray source, O , the center of rotation and C , the center of the scintillator. (O, X_t, Y_t, Z_t) is the coordinate system of the tomograph frame of reference. (O, X_p, Y_p, Z_t) is the rotating plate frame. Finally (F, X_c, Y_c, Z_c) denotes the frame of reference of the IR camera.

The objective is to use the information acquired by the IR camera as boundary conditions of a 3D FE model of the sample. The thermal field will be “reprojected” onto the 3D mesh surface using a pin-hole projective model. However, prior to this exploitation, it is necessary to calibrate the projective geometry, as detailed below.

Stereo-correlation matrix decomposition

The projection from the real space to the image space can be written as a projection matrix $[M]$ which links the 3D homogeneous spatial coordinates of a point, $\{\mathbf{X}\}$, to the 2D homogeneous coordinates of its corresponding point, $\{\mathbf{x}\}$, in the image [Sutton *et al.* 2009].

$$\begin{pmatrix} sx \\ sy \\ s \end{pmatrix} = [M] \begin{pmatrix} X \\ Y \\ Z \\ 1 \end{pmatrix} \quad (3.11)$$

This formulation, where s is a scale factor (which is the expression of the perspective effect), enables writing the projection as a linear problem. $[M]$ is an *a priori* unknown 3×4 matrix. Due to s , $[M]$ is defined up to a global magnification factor, so that eleven parameters remain to be determined.

This matrix has to be identified for the whole set of n images. Without assumptions on the respective displacement of the object and the camera, n projection matrices have to be computed. During the test, the camera is fixed and the sample, clamped to the tomograph rotating stage, undergoes only a rotation about the vertical axis. The stage movement is assumed to be accurate enough to rewrite the projection matrix $[M^i]_{1 \leq i \leq n}$ for each angular position θ_i , as

$$[M^i] = [M] [R^i] \quad (3.12)$$

where $[\mathbf{R}^i]$ is the rotation matrix of angle θ_i around the tomograph axis. $[\mathbf{M}]$ has 11 parameters. The position and the orientation of the rotation axis of $[\mathbf{R}^i]$ is fully set with 5 parameters. The angular position of the first image can be arbitrarily set to $\theta_1 = 0$ (thus $[\mathbf{M}^1] = [\mathbf{M}]$), only $(n - 1)$ unknown angular positions remain. For n images, $n + 15$ parameters are to be determined.

Any 3×4 matrix does not represent an admissible projection matrix. A way to take into account the constraints obeyed by $[\mathbf{M}^i]$ consists in decomposing it in elementary transformations (Fig. 3.15) which can easily be written as linear transformations, and thus as matrices. Only $\mathcal{R}(\theta_i)$ depends on the considered image. \mathcal{P} gathers *intrinsic* parameters which stand for camera optics. *Extrinsic* ones (i.e. related to the position of the object with respect to the camera) are decomposed to match the geometry of the considered experimental set-up.

$$\{\mathbf{X}\} \xrightarrow{\mathcal{T}_1} \underbrace{\{\mathbf{X}_p\} \xrightarrow{\mathcal{R}(\theta_i)} \{\mathbf{X}_t\}}_{[\mathbf{R}^i]} \xrightarrow{\mathcal{T}_2} \underbrace{\{\mathbf{X}_c\}}_{[\mathbf{M}]} \xrightarrow{\mathcal{P}} \{sx\}$$

Figure 3.15 – Decomposition of $[\mathbf{M}^i]$ into elementary transformations. \mathcal{T}_1 and \mathcal{T}_2 correspond respectively to the transformation from the 3D mesh frame to the tomograph rotating stage frame and from the tomograph frame to the camera frame. $\mathcal{R}(\theta_i)$ corresponds to the rotation of the stage. And \mathcal{P} represents the projection onto the image plane.

This decomposition increases the number of parameters of the problem. Transformation \mathcal{T}_1 and \mathcal{T}_2 have six degrees of freedom (d.o.f.) (three rotations and three translations). For \mathcal{T}_1 , as it just consists in aligning one of the basis axis with the tomograph rotation axis (O, Z_t), 1 translation is irrelevant. $\mathcal{R}(\theta_i)$ has only one d.o.f. θ_i . And, without further assumption on the camera optics, \mathcal{P} has 11 parameters. Finally $5 + 6 + n + 11 = 22 + n$ parameters have to be evaluated.

As all the transformations \mathcal{T}_1 , $\mathcal{R}(\theta_i)$, \mathcal{T}_2 and \mathcal{P} do not change during the experiment, calibration can be performed only once. Moreover, because a very stiff ceramic material was tested, the displacement of the sample under the mechanical load turned out to be very small (lower than thermogram resolution). Would the deformation of the sample be significant, it could be computed by DVC on tomographic images. The positions of 3D mesh (surface) nodes would then account for the deformed geometry. In fact, the only case which may be troublesome is when the sample slips out of its grip. If the sample requires a pre-loading for a good positioning, it is recommended to perform calibration only after the pre-loading step.

A gross projection matrix is first computed assessing the values of parameters. This matrix is used as an initialization for the digital image correlation procedure presented below.

Shared information between 3D mesh and thermograms

Calibration consists in computing the projection matrix parameters in a given configuration (cameras and their respective positions and orientations). Usually this procedure operates on couples of images acquired by two different cameras [Faugeras *et al.* 1993; Gai *et al.* 2018]. When images are not sufficiently textured for DIC, a preliminary step using a dedicated calibration target is used. Such an approach determines the transformation between two images (1 and 2), $[\mathbf{M}_2][\mathbf{M}_1]^{-1}$ which is not sensitive to some parameters which have to be set arbitrary as the 3D basis axes and a scale factor.

Here the exact transformations from the 3D frame used for the sample mesh and the image planes are sought. To make the correlation possible, data have to be pre-processed to be comparable (2D images). Moreover, thermography implies a homogeneous emissivity and grey levels are susceptible to vary in time so conventional calibration methods (based on sample texture) reveal

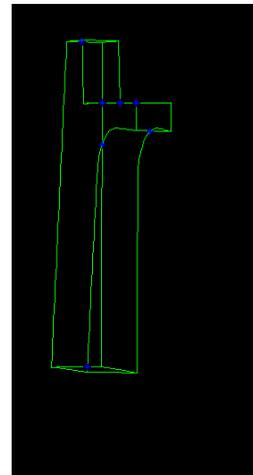
improper [Archer *et al.* 2019]. The common information between the 3D mesh and the thermograms is thus the sample silhouette geometry. The projection of the protruding 3D mesh edges on 2D images (the silhouette) is compared to edges of the sample on the IR images. To do so, for each image, Integrated-DIC (IDIC) is performed between the silhouette of the mesh on the image plane and the binarized thermograms (Fig. 3.16).

As the sample temperature is very high, the contrast between sample and surrounding is quite high, and binarization is easy. The grey level threshold is determined with an Otsu filter [Otsu 1979] but it could equally well be determined manually over a significant range without noticeable changes. This simple and classical procedure revealed satisfactory. In more complicated cases, images can be pre-processed to apply any needed correction (e.g. mask, more than one threshold, etc.).

The information supported by the edges of the silhouette of the sample is very poor for DIC, yet suitable for global DIC. Not using directly grey level field and hence being compatible with grey level changes expected for the thermographic images, it implies an enhanced robustness.



(a) Thermograph



(b) Projection of 3D mesh outlines



(c) Silhouette from the thermograph



(d) Silhouette from the 3D mesh

Figure 3.16 – Silhouettes of the sample are derived from either the thermograph (a) or a 3D mesh (b). From the thermograph, binarization is used to determine the silhouette from the thermograph (c), and edges extraction provides that of the mesh (d).

IDIC procedure to determine matrix parameters

DIC, is a full-field measurement procedure consisting in computing a displacement field $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ between two images: the reference image, f , and a deformed one, g . Assuming grey level conservation, $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ minimizes the residual field, $\rho(\mathbf{x})$,

$$\rho(\mathbf{x}, \mathbf{u}) = f(\mathbf{x}) - g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \quad (3.13)$$

The global formulation consists in finding the field \mathbf{u} minimizing the quadratic norm of the residual on the whole Region of Interest (ROI) [Gao *et al.* 2002].

$$\Gamma(\mathbf{u}) = \int_{\text{ROI}} \rho(\mathbf{x}, \mathbf{u})^2 d\mathbf{x} \quad (3.14)$$

To do so, the displacement field \mathbf{u} is progressively corrected by elementary corrections $\delta\mathbf{u}$ which minimize the linearization of $\Gamma(\mathbf{u})$ about the current point.

The main interest of such a formulation lies in the fact that \mathbf{u} can be decomposed within any kinematic basis $\varphi(\mathbf{x})$ ($\mathbf{u}(\mathbf{x}) = \varphi_i(\mathbf{x}) a_i$) — commonly, $\varphi(\mathbf{x})$ is a FE basis [Roux *et al.* 2008]. Finding a is a non-linear problem which is classically solved from iterative corrections, computed for the tangent (and hence linear) problem. The incremental correction δa minimizes $\tilde{\Gamma}$

$$\tilde{\Gamma}\{\delta a\} = \frac{1}{2} {}^t\{\delta a\} [H] \{\delta a\} - {}^t\{\delta a\} \{b\} \quad (3.15)$$

where $[H]$ is the Hessian matrix

$$\begin{cases} [H] &= \int {}^t\varphi {}^t\nabla f \nabla f \varphi d\mathbf{x} \\ \{b\} &= \int {}^t\varphi {}^t\nabla f \rho d\mathbf{x} \end{cases} \quad (3.16)$$

The above minimization corresponds to solving the following linear system

$$[H] \{\delta a\} = \{b\} \quad (3.17)$$

and the correction $\{\delta a\}$ is to be combined with the current determination of the displacement $\{a\}$.

The displacement field \mathbf{u} can depend on several parameters $\{p\}$. For each of them, p_i , the sensitivity field S_i is defined as the ratio of the variation of displacement induced by an infinitesimal variation of p_i .

$$S_i = \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial p_i} \quad (3.18)$$

Integrated-DIC consists in directly computing a vector containing the sought unknowns $\{p\}$. Instead of solving Eq. 3.17, the problem is reformulated as

$${}^t[S] [H] [S] \{\delta p\} = {}^t[S] \{b\} \quad (3.19)$$

where $[S]$ is the matrix concatenating all sensitivity fields of $\{a\}$ with respect to the parameters $\{p\}$ of $[\mathbf{M}]$. Passing through the intermediate basis $\{a\}$ is not mandatory but it simplifies the writing of the problem.

In the considered case, the unknowns are the geometrical parameters of $[\mathbf{M}^i]$ decomposition (Fig. 3.15). The links between \mathbf{u} and the parameters are explicitly known and the derivatives can easily be computed analytically. As an example, using the decomposition of Figure 3.15, $[S_{\mathcal{T}_2}]$ is

$$[S_{\mathcal{T}_2} \{\mathbf{X}_t\}] = \left[\frac{\partial \{\mathbf{X}_c\}}{\partial \{p_{\mathcal{T}_2}\}} \right] = \left[\frac{\partial \{\mathcal{T}_2 \mathbf{X}_t\}}{\partial \{p_{\mathcal{T}_2}\}} \right] \quad (3.20)$$

The sensitivity of $[M^i]$ w.r.t. the set of parameters of elementary matrix is written as a composition of elementary sensitivity matrix

$$[S_{M^i} \{X\}] = \left[\mathcal{P}\mathcal{T}_2\mathcal{R}\mathcal{S}\mathcal{T}_1 \{X\} \quad \mathcal{P}\mathcal{T}_2\mathcal{S}\mathcal{R} \{\mathcal{T}_1 X\} \quad \mathcal{P}\mathcal{S}\mathcal{T}_2 \{\mathcal{R}\mathcal{T}_1 X\} \quad \mathcal{S}\mathcal{P} \{\mathcal{T}_2\mathcal{R}\mathcal{T}_1 X\} \right] \quad (3.21)$$

and the global sensitivity matrix, considering the full set of images is naturally

$$[S_M] = \begin{bmatrix} S_{M^1} \\ \vdots \\ S_{M^N} \end{bmatrix} \quad (3.22)$$

Support of sensitivity fields As explained in section 3.2, the relevant information for DIC is located at the edges of the sample: in the area where the gradient of images (see Fig. 3.16c-3.16d) is not null. So only the edges which lines up the silhouette (outline of the indicator function) are to be exploited. Moreover, to compute the sensitivity matrix, the coordinates of the corresponding points in the 3D domain have to be known. Thus only the projection of the protruding edges of the 3D mesh is to be considered.

Pyramidal approach to DIC The registration of the silhouette onto the thermographic image using DIC cannot be performed directly with binary images. Indeed, as seen in Eqs. 3.16-3.17, images are used only through their gradients, which are sparse and ill-behaved. The abrupt variations of grey levels at boundaries induce a “short-sightedness” of the algorithm. Intermediary steps to fix it consist in first blurring images using a convolution with a Gaussian of width σ (Fig. 3.17). In a pyramidal approach, several decreasing lengths, σ , allows one to solve Eq. 3.19 even if the initialization is quite far from the solution. Using first a large width σ makes registration robust with respect to large displacements and then, at the end of the process, exactness is secured by not using any filter ($\sigma = 0$ px). It speeds up the resolution without prejudice to accuracy.



Figure 3.17 – Blurred binarized thermograms used in the pyramidal approach, $\sigma = [3, 2, 1, 0$ px] from left to right.

Two different convergence criteria are defined. The first one is based on the ∞ -norm of incremental nodal displacement vector. When this criterion is met, the value of σ is decreased to sharper gradients (and hence better accuracy) once the current registration is close to the sought solution. The second is the 2-norm of the residual decrease rate and is only used at the end of the computation, at the lower floor of the pyramidal approach, where $\sigma = 0$.

Conditionning improvement

With a single projection, it is obviously not possible to determine the parameters of the projective model. The problem is ill-posed. As for stereo-vision, one has to consider at least two different points of view. But even so, in our case because of the poor information content of the silhouette, the problem defined by Eq. 3.19 appears as ill-conditioned.

The definition of parameters $\{p\}$ involves the choice of parameters expressed in a specific frame. Although a mere translation and/or rotation does not change the nature of the problem, and hence not the conditioning of the Hessian, the inherent singularity of the Euler angles for an axis oriented close to the “north” pole is susceptible to make the problem artificially singular (the azimuth direction is undefined at the north pole). This is especially true in the present problem where the rotation axis of the tomograph appears to be a natural choice for the frame of reference. Hence it revealed convenient to rotate the frame within which the sample is described by a large angle to keep safe from this singularity.

Most of the parameters are rotations and translations. A second step is to normalize all rotation parameters (angles) with a characteristic length so that all variations of those parameters have about the same magnitude. Typically, this characteristics length is chosen equal to half the sample diameter.

Finally, when the above procedures are not sufficient, a Tikhonov regularization can be used [Tikhonov et Arsenin 1977]. It consists in adding the identity matrix scaled by a very small parameter to the Hessian. Here, this parameter is chosen to truncate the condition number (i.e. the ratio of maximal and minimal eigenvalues) at 10^6 .

3.3 Application

Simplifying assumptions

Additional assumptions on the problem geometry may help reducing the number of d.o.f. with no loss of accuracy. First, as the rotation speed of tomograph plate and the IR camera acquisition frequency are kept constant, the angular step between images is accurately known and so is θ_i , for all i . The set of rotation transformations $\mathcal{R}(\theta_i)$ is fully determined. With this assumption, all parameters can be determined using two images. More images can be used to improve accuracy, computation time and the conditioning of the problem.

\mathcal{T}_1 and \mathcal{T}_2 cannot be simplified further and require respectively five and six d.o.f.

At the resolution of thermograms, optical distortions are assumed to be negligible. Thus \mathcal{P} depends only on three parameters: the focal length, λ , and a possible translation offset if the centre of the camera sensor is not centered on the optical axis.

$$\mathcal{P} = \begin{bmatrix} \lambda & 0 & 0 & t_x \\ 0 & \lambda & 0 & t_y \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.23)$$

Optical distortions are linked to intrinsic parameters of the camera. If they were not negligible, they could be determined once and for all before experiments with a dedicated calibration setup (as in [Yang *et al.* 2016] for example).

Eventually, 14 parameters are to be determined. In the hereafter discussed case study, eight images are used to perform the calibration.

Mesh projection

On the thermograms, only well-oriented surfaces (i.e. facing the camera) are visible. Building the projected mesh, the scalar product between the outgoing normal of each 3D surface element and the vector connecting the barycentre of the considered element to the focal point of the camera

is computed (Fig. 3.18b). Only elements for which this product is positive are considered (the other ones being obviously hidden).

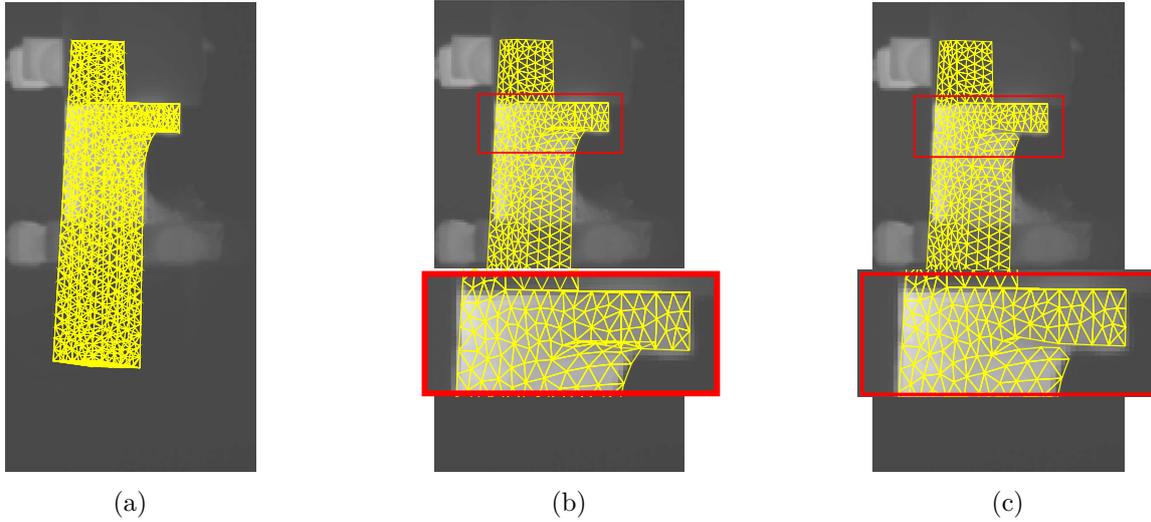


Figure 3.18 – 3D Mesh projection (a) before filtering, (b) only well-oriented elements, (c) after filtering of hidden elements.

Because the considered sample is not convex, this criterion is not sufficient to decide whether a surface element is visible or not because parts of the object can hide some well-oriented elements. All elements whose barycentre is hidden are considered to be hidden themselves. If the line segment connecting a barycentre N of the 3D mesh element to its projection P on the image plane crosses a 3D surface element then it is hidden. Efficient algorithms to compute the intersection of a segment line and a triangle have been developed for ray tracing. The approach followed here is a simplified version of the algorithm proposed by Möller et Trumbore [1996].

Let ABC be a 3D surface element and I the intersection point of a ray (PN) with the plane defined by ABC (Fig. 3.19), the vector \overrightarrow{PI} can be decomposed as

$$\overrightarrow{PI} = \lambda \overrightarrow{PN} = \overrightarrow{PA} + \xi \overrightarrow{AB} + \chi \overrightarrow{AC} \quad (3.24)$$

Using Cramer's rule

$$\begin{cases} \lambda = \frac{\overrightarrow{PA} \cdot \vec{n}}{\overrightarrow{PN} \cdot \vec{n}} \\ \xi = -\frac{(\overrightarrow{PA} \wedge \overrightarrow{AC}) \cdot \overrightarrow{PN}}{\overrightarrow{PN} \cdot \vec{n}} \\ \chi = \frac{(\overrightarrow{PA} \wedge \overrightarrow{AB}) \cdot \overrightarrow{PN}}{\overrightarrow{PN} \cdot \vec{n}} \end{cases} \quad (3.25)$$

where $\vec{n} = \overrightarrow{AB} \wedge \overrightarrow{AC}$.

The node N is hidden by the element ABC iff I lies in ABC and $I \in [PN]$. This provides five conditions on the parameters

$$\begin{cases} 0 \leq \xi \text{ and } 0 \leq \chi \\ \xi + \chi \leq 1 \\ 0 < \lambda < 1 \end{cases} \quad (3.26)$$

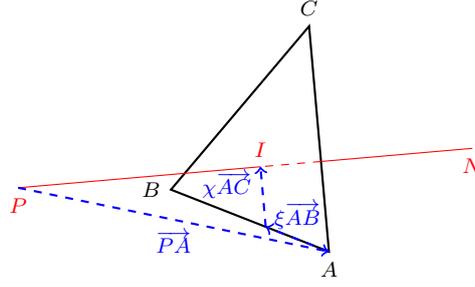


Figure 3.19 – Decomposition of PI in the basis defined by the triangular element ABC .

Not to be sensitive to computational errors, a tolerance ε is integrated such that $0 < \varepsilon \ll 1$

$$\begin{cases} \varepsilon < \xi \text{ and } \varepsilon < \chi \\ \xi + \chi < 1 - \varepsilon \\ \varepsilon < \lambda < 1 - \varepsilon \end{cases} \quad (3.27)$$

This system has to be solved for each couple node-element, its crude implementation needs two nested loops. To easily bypass this problem and to drastically reduce computation time, the projection on the focal plane of the camera is considered. The projection of every node coincides with the focal point: $\forall N, P = F$. Decoupling the vectors linked to the nodes and the ones linked to the element, the computation of coefficients λ , ξ and χ is reduced to matrix products. The three matrices (nb. of nodes \times nb. of el.), corresponding to the three coefficients enable to find all the nodes which respect the conditions given in Eq. 3.27. Figure 3.18c shows remaining elements.

Thermal field mapping

Using a prior black body calibration, the thermogram grey levels are converted to an equivalent temperature. This temperature field can then be re-projected onto the visible surfaces of the 3D mesh, and affected to the mesh nodes. Assuming the temperature field to be stationary in time, each nodal temperature value is averaged in time (over the frames where the node is visible).

Assuming further the temperature field to be spatially smooth enough to be faithfully described by a 3D polynomial field, the previous determination is projected onto such a polynomial field thanks to a least squares regression,

$$T(\mathbf{X}) = \operatorname{argmin} \sum \left(T(\mathbf{X}) - \frac{\sum_{\theta} \delta(\theta, \mathbf{X}) f(\mathbf{x}(\theta))}{\sum_{\theta} \delta(\theta, \mathbf{X})} \right)^2 \quad (3.28)$$

where $\{\mathbf{x}(\theta)\} = [\mathbf{M}(\theta)]\{\mathbf{X}\}$, $\delta(\theta, \mathbf{X})$ is equal to 1 or 0, respectively when the node \mathbf{X} is visible in the image under the angle θ or not. This additional step further filters out small fluctuations that resulted from the previous mapping. The difference between the two temperature fields allows one to assess the unphysical nature of the filtered fluctuations, and its very small magnitude.

3.4 Result and discussion

“Re-projecting” thermal field

Figures 3.20a and 3.20b present the projection of the 3D mesh in a thermogram with, respectively, the initial estimation of parameters and their fine calibration. In this example, the initialization of parameters is estimated from the nominal position of the sample with respect to tomograph rotating stage (i.e. the sample is vertical and centered on the rotation axis), and the

position of the camera (as in figure 3.14). The scale of the sample is rather well-estimated. The calibration algorithm efficiently corrects angular and positioning errors. After calibration, projected (2D) meshes fit accurately the sample in the IR images.

Camera calibration problem is ill-conditioned and the convergence is typically very slow (a fortiori when the calibration is based only on few reference points, as in manual procedure). So the number of iterations at convergence depends much on the value of convergence criterion. Here the conditioning improvement (part 3.2) and the relevant amount of data provided using the full edges of the sample and 8 images for calibration drastically reduce the number of iterations (22 iterations for the presented case). Each iteration is more complex and more time-consuming but the overall procedure remains fast without any computational optimisation.

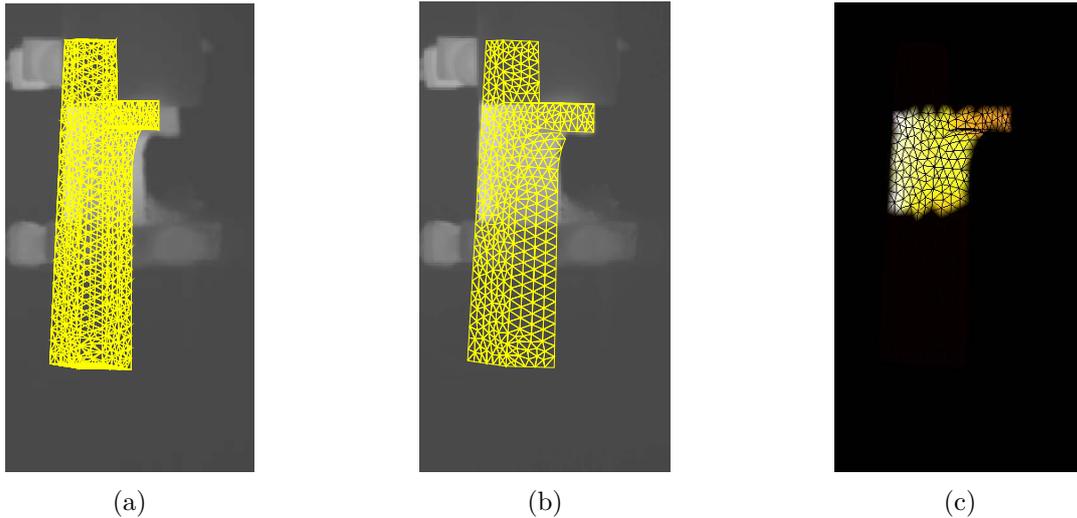


Figure 3.20 – Result of calibration and affectation of temperature values onto the surface mesh (a) before calibration, (b) after calibration, (c) temperature mapping.

The temperature field is expressed at the nodes of the 2D mesh (Fig. 3.20c). Due to interpolation, the temperature close to the protruding edges is distorted. During the computation of 3D field, the nodes of those edges are omitted. However, the information provided by the whole set of images is redundant enough to allow for the determination of a 3D polynomial fit (here a degree 2 revealed sufficient) of the temperature data to be performed accurately, and hence the full 3D surface temperature map can be obtained (Fig. 3.21a).

After calibration, the temperature was followed in time over the observed surfaces. Even if the temperature field is not strictly stationary — as the sample is rotated on the tomographic turn-table — the temperature change revealed hardly measurable because of the thermal inertia of the sample. Regarding the uncertainty on the measured field, the thermal field can be considered stationary.

This 3D field can effortlessly be mapped from a mesh to another. As an illustration, the mesh of Figure 3.21b corresponds to the part of the sample where the interpolation is relevant (that is the part which is visible on IR images). Setting the thermal field re-projection procedure within the wider framework of inverse measurement, the field should be mapped on the mesh used for DVC.

Considerations about errors and uncertainties

Diffuse emissivity assumption The thermal field is diffuse, indeed the edges between two visible faces of the sample cannot be distinguished in any IR image. Moreover the grey level value of a physical point of the sample does not vary from one frame to the next. The emissivity of the

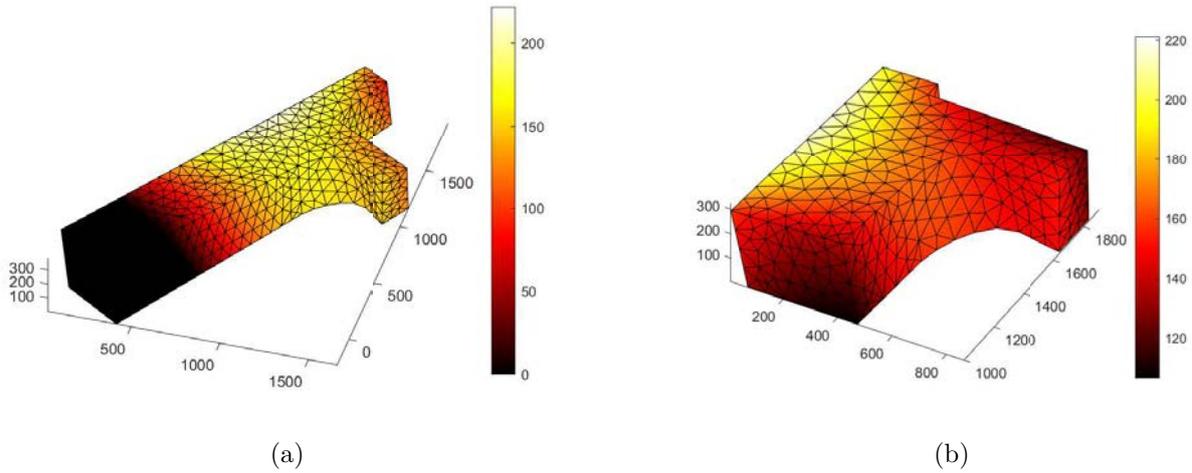


Figure 3.21 – Registration of thermal field in 3D mesh (digital level) (a) on calibration mesh, (b) on another (finer) mesh.

sample seems not to depend on the view angle, thus, it is legitimate to use the camera software to convert the luminance data of the camera to temperatures.

Uncertainty induced by thermograms noise The uncertainty on the re-projected thermal field induced by IR images noise can be estimated empirically. IR-image noise level η is computed as one half of the standard deviation of the difference between two images of the same scene. $(I_i)_{i=1\dots n}$ denotes the original set of IR images. A new set of images $(J_i)_{i=1\dots n}$ is built adding a Gaussian white noise of intensity η to each images I_i . The two 3D thermal fields, T_I and T_J , corresponding respectively to set (I_i) and (J_i) are computed. The error field E is the difference

$$E = T_J - T_I \quad (3.29)$$

The uncertainty is characterized by the standard deviation of E . It is dependent on the artificial noise realizations. A large number of samples has to be used to estimate the average standard deviation e .

In our images, the noise level is $\eta = 0,25\%$ (of the full range of grey level). The 3D fields are computed onto the visible (meshed) surface of the sample (Fig. 3.21b). Figure 3.22a shows an example of error field whose intensity remains low. It is quite smooth because it is the difference between two polynomial fields. The uncertainty e is computed over 100 realizations. The graph (Fig. 3.22b) presents the influence of the number of images used for the computation on the average uncertainty e (the minimum and maximum uncertainties on the samplings are plotted in dotted lines). As expected, e decreases with the number of images used. When the full set (48 images) is used, the uncertainty, induced by the noise affecting the IR images, is about 0,01%.

Residual fields To evaluate the relevance of the 3D polynomial interpolation, residual fields are computed. They are a set of 2D images defined as the difference between the projection of the 3D polynomial field and the IR images (Fig. 3.23). Their intensities are low (a few percent of image dynamic). As expected, the polynomial approximation smoothens the field and some differences are visible, namely near the edges of the sample. The luminance data on the thermograms can be affected by the environment of the sample. Taking into account the whole set of images, this effect is averaged out in the 3D field.

Residuals were computed for several polynomial fields of different order. All three have the same order of magnitude. For degree 2, 3 and 4 their norms are respectively 1,20%, 1,22% and

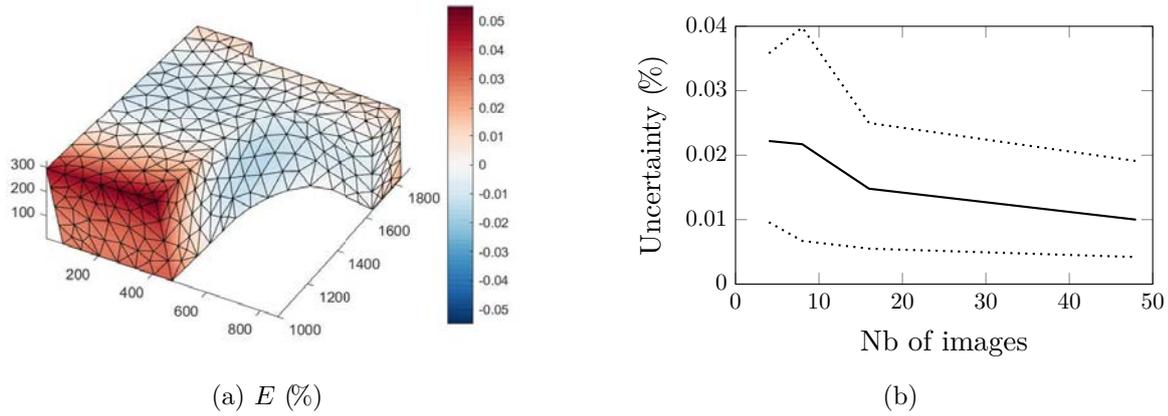


Figure 3.22 – Estimate of the uncertainty of the re-projected field: (a) an error field; (b) average uncertainty e is shown as a solid curve, whereas minimum and maximum uncertainties on the 100 independent samplings are indicated as dotted curves.

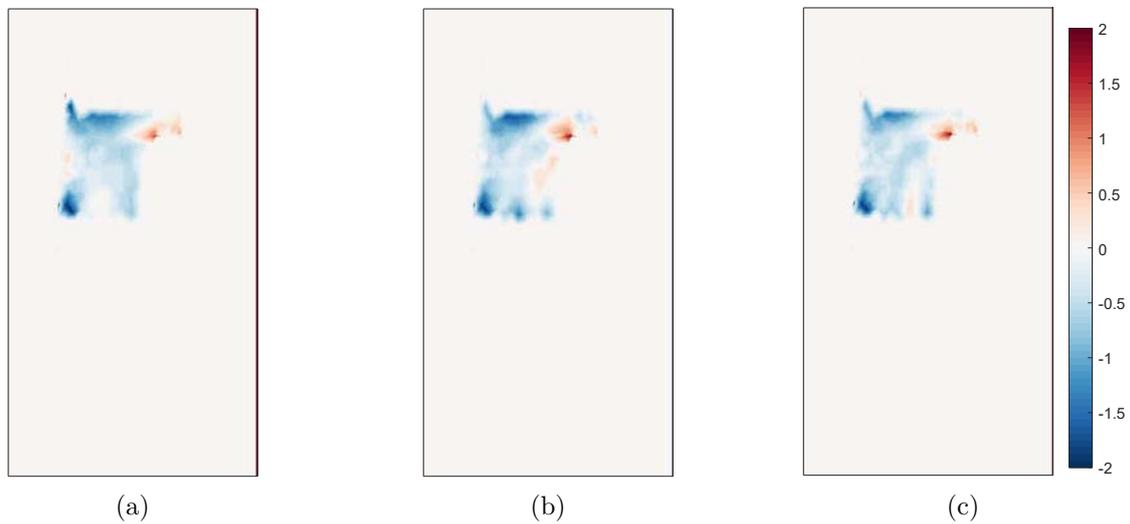


Figure 3.23 – Residual (%): Difference between the projection of the 3D polynomial field and infra-red images evaluated for polynomials of degrees 2, 3 and 4, respectively for (a), (b) and (c).

1,12%. The assumption on the smoothness of the temperature field to be described by a low order polynomial approximation is deemed validated.

3.5 Conclusion

To draw an intimate connection between two full-field measurement modalities, a new calibration procedure is introduced. In order to allow a direct use of the IR image intensity to infer the temperature value, the sample is not speckled. Hence, the calibration has to rely only on the silhouette of the sample. The proposed procedure is based on the correspondence of the protruding edges of the 3D mesh projected on the IR-camera image plane, and the outline of the sample extracted from the thermograms. The use of the calibrated projective model allows the temperature field to be mapped onto the surface of the 3D mesh of the sample, and to be readily accessible for any further thermo-mechanical modelling.

Up to now, in-situ thermo-mechanical tests within a tomograph, were carried out either at room or at high temperatures, but most of the times with a spatially uniform temperature field. However,

for ceramic materials and especially ceramic composites it is very important to assess the material resistance to extreme temperature gradients potentially combined to mechanical loads. Moreover samples with a complex shape (such as T- or L-shaped woven composites) is required to obtain meaningful results, representative of extreme conditions that industrial parts have to sustain in service.

The proposed procedure allows to quantify thermal fields on the actual sample 3D geometry. Coupled with tomography and DVC, both temperature and displacement field can now be accessed with a consistent description, that of a 3D mesh of the sample, directly amenable to quantitative comparison with a numerical modelling. This opens up the possibility to validate complex thermo-mechanical model of complex micro-structures with local highly anisotropic properties.

The presented procedure is quite generic and can be extended to other acquisition modalities. It can provide different fields, mapped onto the same frame, such as the temperature field in the present case, but it is also applicable to multiscale or multi-resolution acquisitions.

•
• •

4 Conclusion

Les deux algorithmes présentés dans ce chapitre permettent de maîtriser toutes la chaîne d'exploitation, en partant directement des données expérimentales brutes.

L'algorithme d'IRR régularisé est un outil peu intrusif qui permet de corriger les artefacts liés aux colonnes de la cellule *in situ*. L'IRR a été appliqué dans différentes configurations (tomographie de laboratoire, tomographie synchrotron, correction du *metal artefact*). Le temps nécessaire à la reconstruction est allongé mais comme le nombre d'itérations reste limité, ce surcoût reste acceptable. D'autres corrections doivent être mises en œuvre pour corriger d'autres artefacts, certaines dépendent de la modalité d'acquisition (durcissement de faisceau, contraste de phase). Les tomographies ainsi reconstruites permettent de calculer les champs de déplacement par corrélation d'images volumiques.

En parallèle des tomographies, des films infrarouges sont acquis. Le champ mesuré est reprojété sur un modèle 3D de l'éprouvette. Le modèle optique utilisé pour cette reprojektion est calibré en s'appuyant sur la silhouette de l'éprouvette. Le choix d'approximer le champ thermique par un champ polynomial permet d'obtenir un champ 3D qui est facilement transférable d'un maillage à l'autre et notamment sur le maillage basé image prenant en compte la micro-structure de l'éprouvette.

Les tomographies et les thermographies sont exprimées dans un référentiel commun afin de les utiliser comme données d'entrée pour la corrélation d'images volumiques intégrée proposée dans le chapitre 4.

Chapitre 4

Identification des paramètres du modèle de l'éprouvette

On utilise le modèle basé image qui a été développé au cours de sa thèse par J. Bénézech. Il est étendu pour prendre en compte l'influence de la température. L'identification est effectuée par corrélation d'images intégrée dont le principe est rappelé et dont l'implémentation est détaillée dans notre cas particulier. Le fonctionnement de ce protocole est illustré pour un palier de chargement isotherme à température ambiante.

Sommaire

1	Modèles basés image	88
1.1	Prise en compte de la mésostructure lors de la modélisation des composites tissés	88
1.2	Modèles géométriques utilisés	89
1.3	Modèle thermomécanique	91
2	Protocole d'identification	92
2.1	Corrélation d'images intégrée	92
2.2	Choix des paramètres à identifier	93
2.3	Étude de sensibilité	94
2.4	Évaluation des incertitudes	96
2.5	Exploitation d'un essai complet	99
2.6	Implémentation de la DVC	99
3	Considérations sur la qualité des résultats	102
3.1	Convergence	102
3.2	Champ de résidu	102
3.3	Exemple de résultat pour le modèle isotherme à température ambiante	103
4	Conclusion	103

1 Modèles basés image

1.1 Prise en compte de la mésostructure lors de la modélisation des composites tissés

Pour pouvoir prendre en compte l'effet de la mésostructure, particulièrement dans les zones singulières, sur les propriétés mécaniques, une approche par matériau homogène équivalent, à l'échelle de la pièce, est inadaptée. Pour répondre à ce problème, il est aujourd'hui envisageable de décrire explicitement la structure tissée [Wielhorski *et al.* 2021].

Les modèles fondés sur une structure idéale à partir de descripteurs géométriques, comme le plan de tissage et la section des fils, sont généralement assez éloignés de la structure des pièces réelles. Ils ne permettent pas de considérer les variations de section des fils qui résultent du tissage. Pour obtenir une description plus fine, l'état initial du tissage peut être simulé. Grail *et al.* [2013] proposent une modélisation avec une représentation surfacique des fils dans laquelle sont prises en compte les interactions de contact. Les fils ont une section variable, leur compaction et les interpénétrations sont ainsi gérées. Durville *et al.* [2018] vont plus loin en modélisant la mise en forme du composite à l'échelle microscopique, c'est-à-dire en modélisant explicitement des *macro-filaments* (eux-mêmes composés d'environ 2000 fibres). En partant d'un plan de tissage simplifié, une simulation par éléments finis permet de remonter à l'arrangement des fils. Ces calculs permettent de modéliser des volumes de tissage assez grands (5×8×8 fils) et la déformation des préformes textiles dans leur moule.

Dans les approches basées image, le modèle géométrique est obtenu à partir de tomographies et décrit donc la structure réelle du matériau. Les modèles voxélisés sont issus directement d'une segmentation de la tomographie [Potter *et al.* 2012 ; Straumit *et al.* 2015]. La structure est maillée avec des éléments cubiques qui correspondent aux voxels. Si la taille d'élément est suffisamment petite et que les fractions volumiques des constituants sont respectées, un modèle voxélisé décrit correctement le comportement élastique et l'endommagement du matériau. Un grand nombre d'éléments est cependant nécessaire et ce type de modèle est inenvisageable pour décrire le comportement d'une éprouvette complète. De plus, les *marches d'escaliers* créés par la discrétisation des surfaces provoquent des concentrations de contraintes qui n'ont pas de réalité physique [Doitrand et Fagiano 2015]. Ces artefacts de simulation peuvent être corrigés en lissant le maillage mais la qualité du maillage lissé reste dépendante de la résolution du voxel initial.

Une modélisation basée image peut également utiliser des descripteurs géométriques. Mendoza Quispe *et al.* [2019] corrigent un modèle idéalisé en utilisant la corrélation d'images volumiques entre une tomographie et une image construite à partir de ces descripteurs. Le modèle obtenu décrit la structure réelle du matériau. Cette approche offre aussi des informations métrologiques puisque l'écart entre la structure idéale et la structure réelle est calculé. Quand le plan de tissage n'est pas disponible, un modèle peut être construit directement à partir de la tomographie [Bénézech et Couégnat 2019]. Une structure tissée initiale est identifiée manuellement sur les images. Elle est affinée par une *relaxation basée image* qui consiste à minimiser une fonctionnelle prenant en compte la ressemblance entre l'image et le modèle (niveau de gris), la cohérence entre les directions et le tenseur de structure de l'image et un terme pénalisant les interpénétrations. La structure est décrite par la ligne moyenne des fils et leurs sections (décrites par des polygones). C'est cette dernière modélisation qui est utilisée pour les éprouvettes jonction tissée 3D.

À partir de ces descripteurs un modèle géométrique est construit, puis maillé. Enfin les propriétés locales sont attribuées à chaque élément (fils, matrice, etc.) [Lomov *et al.* 2007].

1.2 Modèles géométriques utilisés

Modèle mésoscopique basé image

Après la relaxation basée image [Bénézech 2019, chap. 3], la structure tissée est caractérisée par les lignes moyennes des fils et une série de sections polygonales optimisées. L'utilisation de polygones permet de gérer plus facilement les problèmes d'interpénétration et de décrire plus finement des formes plus irrégulières qu'une section elliptique (fig. 4.1). La géométrie réelle de la matrice (surface extérieure et macropores) est obtenue à partir d'une segmentation de la tomographie de l'éprouvette. Elle est ajoutée autour de la préforme. Le maillage éléments finis est construit avec le logiciel CGal qui utilise un raffinement de Delaunay [Alliez *et al.* 2020]. Il est dit conforme car il représente fidèlement la morphologie du modèle géométrique. Dans un modèle conforme, l'affectation des propriétés est directe car chaque élément est constitué d'un seul matériau. Elles sont affectées à partir d'une image labélisée par fils. Une seconde image, labélisée par tronçons de fils, est construite lors de la segmentation. Elle est reliée à une table d'orientation qui permet d'affecter à chaque élément des fils leur orientation matériau.

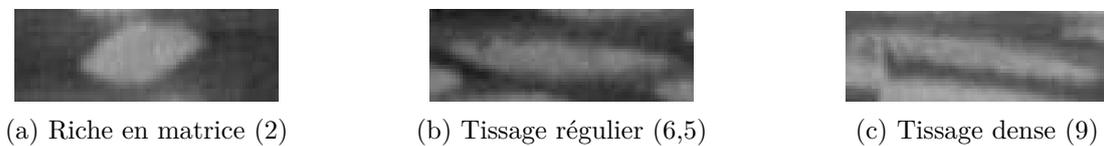


Figure 4.1 – Trois sections de fils dans différentes zones d'une même pièce, tomographie de la préforme (rapport de forme indicatif).

Les fils sont considérés comme isotropes transverses et la matrice comme isotrope. Mazars [2018] a montré que l'influence de la compaction des fils (variation de l'aire de leur section) sur les propriétés est faible pour les CMC. Elle est donc négligée.

L'échelle mésoscopique est suffisante pour décrire le comportement élastique et endommageable de la jonction tissée 3D et particulièrement la localisation des fissures [Bénézech 2019].

Modèle mésoscopique idéalisé

On ne dispose pas de tomographies de la préforme des éprouvettes cornière. Les modèles utilisés pour les cornières sont donc obtenus à partir d'une préforme idéalisée, elle-même tirée d'une modélisation de mise en forme à partir d'un motif de tissage (fournie par Safran Ceramics). La préforme est alors le résultat d'un calcul éléments finis. Le maillage déformé est utilisé pour construire des descripteurs textiles en utilisant le même formalisme que pour le modèle basé image (fig. 4.2). Les autres étapes de construction du modèle sont identiques.

D'un point de vue industriel, il est intéressant de pouvoir exprimer les structures idéalisées et les structures réelles avec le même formalisme [Mendoza Quispe 2019]. Des études comparatives peuvent alors facilement être menées et permettre, dans chaque cas particulier, de déterminer la nécessité d'utiliser un modèle basé image — plus couteux qu'un modèle idéalisé en terme de temps utilisateur mais aussi en terme de logistique — et de déterminer l'erreur induite par l'idéalisation de la structure. De plus, dans une optique de conception, la modélisation précède la fabrication. Un modèle mésoscopique idéalisé mais utilisant les mêmes descripteurs qu'un modèle basé image autorise les mêmes degrés de liberté. Il est donc possible d'y introduire artificiellement des défauts ayant des caractéristiques similaires à ceux observés couramment.

Modèle macroscopique enrichi

Dans le modèle mésoscopique la taille maximale des éléments est imposée par la structure du matériau. Il y a donc peu de leviers pour réduire la taille du problème (le nombre de degrés de liberté). Des calculs sur pièce avec un modèle mésoscopique nécessiteraient la mise en place de

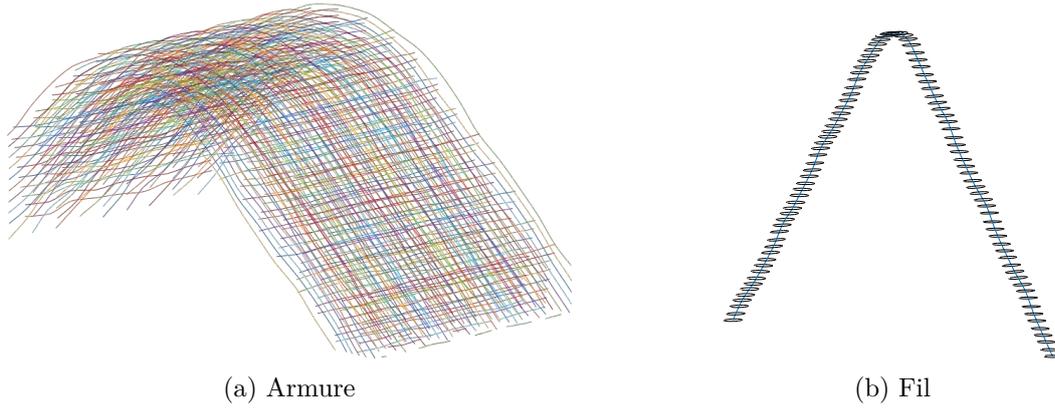


Figure 4.2 – Descripteurs textiles d'une cornière.

L'armure est décrite par l'enchevêtrement des fibres neutres et chaque fil est décrit par sa fibre neutre (en bleu) et un certain nombre de sections polygonales (en noir).

moyens de calcul haute performance [Bénézech 2019, chap. 4]. L'objectif d'un modèle macroscopique enrichi est d'offrir un compromis prenant en compte à la fois une description fine de la géométrie et les dimensions des pièces à simuler.

Une approche multi-échelle — où seule la zone d'intérêt est simulée à l'échelle mésoscopique et le reste de l'éprouvette l'est à l'échelle macroscopique — n'a ici qu'une efficacité limitée car les dimensions de la zone d'intérêt sont proches de celles de l'éprouvette.

Dans un modèle enrichi, une homogénéisation locale est effectuée [Yvonnet et Bonnet 2014]. La nouvelle taille d'élément est sensiblement plus grande que celle des éléments du modèle mésoscopique mais doit rester inférieure à une longueur caractéristique liée au gradient de chargement. Cette longueur est difficile à déterminer *a priori*, particulièrement pour les matériaux fragiles ou quasi-fragiles pour lesquels on cherche à mettre en évidence les zones de localisation de l'endommagement. Dans notre cas, réaliser une homogénéisation locale de manière numérique présente peu d'intérêt : outre les difficultés liées aux conditions aux limites, il faut effectuer un calcul d'homogénéisation pour chaque élément. Le temps de calcul pour la construction de ces modèles est donc rédhibitoire surtout si le problème est non-linéaire.

Les propriétés des éléments macroscopiques peuvent être calculées en assimilant chaque élément à un stratifié équivalent [Halpin *et al.* 1971]. On fait l'hypothèse que chaque élément peut contenir quatre constituants : la matrice, des fils de chaîne, des fils de trame et des porosités. Le tenseur de rigidité équivalent, \mathbb{C}_{eff} , est alors la moyenne des tenseurs des constituants (exprimés dans le repère global) pondérés par leur fraction volumique τ_i .

$$\mathbb{C}_{\text{eff}} = \tau_i \mathbb{C}_i \quad (4.1)$$

Cette formulation permet de prendre en compte plusieurs orientations de fil et plusieurs propriétés et d'intégrer des lois d'endommagement.

Le maillage macroscopique est construit avec CGal, à partir d'une tomographie binarisée de l'éprouvette (air/matière).

Bénézech [2019, chap. 4] a déterminé empiriquement la taille optimale des éléments macroscopiques en effectuant des simulations avec différentes tailles de mailles et en comparant les résultats avec une simulation à l'échelle mésoscopique. Il a utilisé une gamme de tailles allant de une à cinq fois celle des éléments mésoscopiques ($\times 1$; $\times 1,66$; $\times 2,5$ et $\times 5$). Dans cette gamme, l'influence sur le comportement global dans le domaine linéaire (courbe force/déplacement) est négligeable. Cependant, un écart de l'ordre de 10% existe sur l'effort à l'apparition de l'endommagement. Dans le domaine élastique, le champ est plutôt bien décrit mais les zones de concentration de contrainte sont plus diffuses avec l'augmentation de la taille de maille. La localisation est moins fine mais toujours dans la bonne zone. La position de l'amorçage de l'endommagement est bien décrite avec

des mailles jusqu'à $\times 2,5$. Au dessus, la localisation s'apparente plus à celle observée avec un modèle homogénéisé : la géométrie semble avoir plus d'influence que la mésostructure. La zone endommagée est aussi de moins en moins bien décrite au fur et à mesure que la taille de maille croît. Elle est plus étalée et surtout moins profonde. Par contre la propagation de l'endommagement est correctement restituée et l'influence de la structure tissée est manifeste à toutes les échelles. La fissure est déviée par le tissage même pour une taille de $\times 5$ malgré un point d'amorçage légèrement décalé. Les écarts observés semblent liés, non pas à des erreurs lors de l'homogénéisation locale mais à des erreurs de discrétisation. Cela conforte l'utilisation d'un modèle stratifié équivalent. La taille de maille préconisée est de $\times 2,5$ ($225 \mu\text{m}$), soit environ une fois et demi l'épaisseur d'un fil. La figure 4.3, présente le maillage mésoscopique, dont les mailles sont de $90 \mu\text{m}$, d'un bras de l'éprouvette et le maillage macroscopique ($\times 2,5$) qui sera utilisé pour la suite.

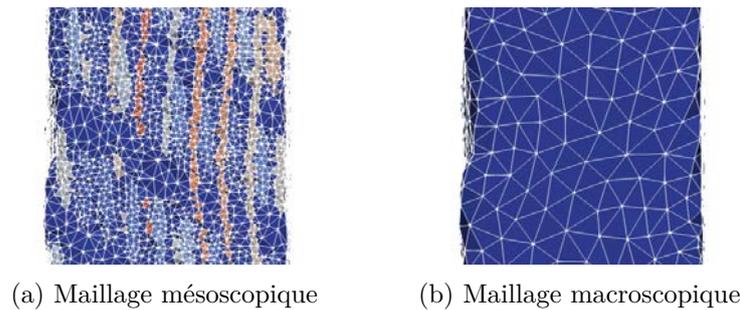


Figure 4.3 – Tailles de maille des maillages basés image de la cornière
Les maillages méso- et macroscopique ont des tailles de maille respectives de $90 \mu\text{m}$ ($\times 1$)
et $225 \mu\text{m}$ ($\times 2,5$). (a) Les couleurs représentent les phases.

1.3 Modèle thermomécanique

Avant l'apparition de l'endommagement, on fait l'hypothèse que le matériau a un comportement thermoélastique linéaire

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\mathbb{C}}} : \left(\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{k}} \cdot (T - T_0) \right) \quad (4.2)$$

où $\underline{\underline{\mathbb{C}}}$ et $\underline{\underline{k}}$ sont respectivement les tenseurs de rigidité et de dilatation thermique effectifs (eq.4.1). Tous deux dépendent de la température.

Lors des essais à chaud, le champ thermique auquel est soumise l'éprouvette est inhomogène. Il faut donc prendre en compte les variations de propriétés par rapport à la température. Par analogie avec le SiC monolithique [Sakaguchi *et al.* 1991], on fait l'hypothèse que dans la gamme d'intérêt (de 20 à 1200°C), les variations des modules d'Young et de cisaillement et des coefficients de Poisson sont affines. Il suffit donc de connaître les valeurs des paramètres à deux températures pour les définir sur toute la gamme.

Les propriétés effectives utilisées pour le modèle initial sont calculées à partir de propriétés des constituants tirées de la littérature et rappelées ci-dessous.

Propriétés des fils

Dans le domaine élastique, les fils sont considérés isotropes transverses. Le tableau 4.1 reprend les propriétés thermoélastiques qui seront utilisées pour l'initialisation du protocole d'identification des paramètres.

Propriétés de la matrice

La matrice est supposée isotrope (tableau 4.2).

	E_{11}	$E_{22}=E_{33}$	$G_{12}=G_{13}$	G_{23}	$\nu_{12}=\nu_{13}$	ν_{23}	k_{11}	$k_{22}=k_{33}$	λ_{11}	$\lambda_{22}=\lambda_{33}$
T_{amb}	320	149	59,6	64,8*	0,176	0,15	4,6	4,7	45,4	22,1
1 200°C	306	120	47,6	64,8†	0,175	0,137	8,5	8,8	21,6	9,0

Tableau 4.1 – Propriétés thermomécaniques initiales du fil (modules en GPa, coefficients de dilatation en 10^{-6}K^{-1} et conductivités en $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$) [Mital *et al.* 2009] et *[Bénézech 2019] († : extension de la valeur à T_{amb})

Porosités

Les macroporosités de la matrice sont prises compte dans le modèle si elles ont un diamètre supérieur à celui d'un élément mésoscopique (soit $90 \mu\text{m}$). Elles restent trop petites pour être maillées explicitement. Elles sont donc modélisées, à l'échelle mésoscopique, par un matériau à la rigidité très faible. Lors de l'homogénéisation locale, ce quatrième matériau est pris en compte (tableau 4.3).

	E	ν	k	λ
T_{amb}	310	0,17	4,7	68
1 200°C	276	0,17	9	25

Tableau 4.2 – Propriétés thermomécaniques initiales de la matrice (en GPa, 10^{-6}K^{-1} et $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$) [Mital *et al.* 2009]

	E	ν	k	λ
T_{amb}	1.10^{-3}	0	0	0
1 200°C	1.10^{-3}	0	0	0

Tableau 4.3 – Propriétés thermomécaniques pour les porosités (en GPa, 10^{-6}K^{-1} et $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)

Des micropores apparaissent dans la matrice intrafil lors de l'étape de CVI. Ils sont très allongés et parallèles aux fibres. À notre échelle de travail, l'effet de cette microporosité est considéré comme diffus et homogène. Il est pris en compte dans les propriétés transverses des fils qui peuvent être obtenues en simulant la microstructure [Gélébart et Colin 2009].

2 Protocole d'identification

Pour exploiter de manière quantitative des essais complexes, une approche par méthode inverse s'impose. Elle consiste, connaissant les entrées et les sorties d'un modèle à en déterminer les paramètres, notés $\{p\}$. Plusieurs classes de méthode inverse sont définies par Avril *et al.* [2008]. Elles s'appuient toutes sur des mesures de champ et cherchent à minimiser une fonctionnelle qui traduit l'écart entre un champ simulé et un champ mesuré [Roux et Hild 2020]. Le champ comparé est couramment le champ de déplacement [Lecompte *et al.* 2005]. La minimisation peut toutefois porter sur d'autres champs comme le champ thermique [Dilhaire *et al.* 2004], voire sur une combinaison de plusieurs champs [Pottier 2010; Berny 2020]. Le choix du champ de déformation est possible [Lecompte *et al.* 2007] mais il n'est pas optimal [Roux et Hild 2020].

Dans la suite, les sigles suivant sont abondamment utilisés :

- DIC, pour la corrélation d'images 2D classique ;
- IDIC, pour la corrélation d'images 2D intégrée ;
- DVC, pour la corrélation d'images 3D classique ;
- IDVC, pour la corrélation d'images 3D intégrée.

2.1 Corrélation d'images intégrée

Roux et Hild [2020] ont comparé les différentes méthodes d'identification. Ils ont montré que les méthodes optimales — celle dont la sensibilité au bruit des champs mesurés est la plus faible — sont, de façon équivalente, la FEMU (*Finite Element Method Updating*) avec une pondération hétérogène résultant de la corrélation d'images et l'IDIC. La FEMU consiste à calculer au préalable le champ de

déplacement par corrélation d'images, puis à calculer de manière itérative les paramètres du modèle éléments finis qui minimise l'écart, au sens des moindres carrés pondérés, entre le champ obtenu par la simulation et le champ calculé par DIC. L'IDIC couple la mesure de champ cinématique et l'identification des paramètres sans passer explicitement par le calcul du champ de déplacement [Hild et Roux 2006a;b; Hild *et al.* 2016]. Ses principes mathématiques sont expliqués dans le chapitre 3, partie 3.

En corrélation d'images classique, la taille de maille résulte d'un compromis qui cherche à minimiser l'incertitude sur la mesure du champ de déplacement. Deux sources d'erreur sont en effet concurrentes : l'erreur liée au bruit des images et l'erreur de modèle. L'erreur de modèle est liée à une mauvaise description spatiale (discretisation) du champ, pour l'éviter on préférera un maillage plus fin. Le bruit des images à une forte influence sur la qualité des résultats si le conditionnement du problème est mauvais. Pour minimiser l'erreur induite, on cherchera à réduire la taille du problème et donc à augmenter la taille de maille (*a fortiori* lors de l'utilisation de tomographies, dont le niveau de bruit est généralement assez élevé). L'IDIC est moins sensible à la taille de maille [Mathieu *et al.* 2015]. Cette plus faible dépendance au maillage nous a conduit à préférer ce formalisme. La taille de maille peut alors être choisie en fonction de critères issus de l'homogénéisation lors de la construction du modèle macroscopique enrichi.

2.2 Choix des paramètres à identifier

Un problème inverse est généralement mal posé, certains de ses degrés de liberté étant potentiellement indéterminés. Lorsqu'il est inversible, un mauvais conditionnement le rend extrêmement sensible au bruit de mesure. Pour obtenir une bonne approximation de la solution il est nécessaire que le nombre de paramètres à identifier soit sensiblement inférieur à la quantité de données expérimentales disponibles. Les hypothèses suivantes visent à limiter le nombre de paramètres à déterminer.

Hypothèses liées à la morphologie du SiC/SiC

La première hypothèse, forte, consiste à considérer que la géométrie et la structure tissée de l'éprouvette sont bien décrites par le modèle basé image. Quand ce dernier est construit à partir de tomographie de l'éprouvette, il prend déjà en compte les irrégularités du tissage. Les études précédentes ont montré qu'il permettait de reproduire qualitativement le comportement observé lors d'essais [Bénézech 2019]. Par ailleurs, ce type de modèle comporte un très grand nombre de paramètres géométriques (typiquement, 5 000 tronçons pour décrire l'armure d'une éprouvette jonction tissée 3D) qui rend inenvisageable leur identification par une approche inverse.

Pour les fils, on suppose que leurs propriétés thermomécaniques sont constantes le long d'un fil et qu'elles sont identiques d'un fil à l'autre. L'effet de la compaction est jugé négligeable. L'orientation matériau des fils est issue du modèle géométrique et considérée comme exacte.

La matrice, enfin, est supposée homogène à l'échelle macroscopique. L'endommagement éventuellement présent à l'état initial est négligé.

Hypothèses liées au chargement thermique

Comme les déformations du SiC/SiC sont faibles, on fait l'hypothèse d'un couplage thermomécanique faible. La simulation mécanique est donc conduite une fois que le champ thermique a été déterminé.

Pour obtenir le champ thermique, le protocole d'identification proposé dans le chapitre 3, partie 3, est utilisé. Le chargement thermique n'est donc pas simulé, les propriétés purement thermiques ne seront donc pas identifiées ici. En effet, une partie des paramètres du modèle thermique ne sont pas intrinsèques (paramètres de convection et de conduction) et on a jugé que l'on était pas en mesure de les déterminer.

Endommagement

Le modèle utilisé ne prend pas les phénomènes d'endommagement en compte.

L'identification de paramètres d'un modèle d'endommagement par IDIC a déjà été réalisée dans des configurations assez simples, comme de la flexion trois points sur des éprouvettes pré-entaillées pour des matériaux fragiles. L'initiation de la fissure est conditionnée par un critère en contrainte sur un calcul purement élastique puis la propagation est caractérisée par une ténacité. Ces paramètres peuvent être déduits en identifiant une projection du champ de déplacement sur des modes bien choisis [Roux et Hild 2006]. La méthode des éléments finis étendus peut aussi être utilisée pour décrire la fissuration, un champs de déplacement élastique avec des discontinuités est alors proposé [Réthoré *et al.* 2009]. Ces protocoles permettent de déterminer les facteurs d'intensité des contraintes et la position de la pointe de fissure.

Dans le SiC/SiC, l'endommagement est assez progressif. Les premiers phénomènes d'endommagement sont diffus à l'échelle d'observation. Dans leur modélisation, Bénézech et Couégnat [2019] utilisent donc une description continue où l'endommagement est décrit par un champ scalaire. Or, une telle approche autorise trop de degrés de liberté pour assurer l'unicité d'une solution au problème d'IDVC.

L'endommagement est donc évalué à partir du champ de résidu à la dernière itération d'IDVC. Sur le résidu les zones dont le comportement s'écarte d'un comportement élastique linéaire sont mises en évidence. Un seuillage permet de les isoler. On cherche seulement à déterminer les seuils d'apparition de l'endommagement. En étudiant l'état de contrainte des éléments qui contiennent les zones endommagées, à l'étape où l'endommagement est apparu et à l'étape précédente, on obtient deux bornes qui encadrent l'état de chargement à l'occurrence de l'endommagement.

Conditions aux limites

La zone modélisée de l'éprouvette se limite à la zone tomographiée, les conditions aux limites sont donc appliquées aux frontières de cette zone (fig. 4.4). On suppose que la surface inférieure du maillage, Σ , n'est soumise qu'à des mouvements de corps rigides et de la dilatation soit trois rotations ($\alpha_\Sigma, \beta_\Sigma, \gamma_\Sigma$) et trois translations ($r_\Sigma, s_\Sigma, t_\Sigma$). La dilatation est laissée libre. Le chargement appliqué par le poinçon est modélisé comme un champ de déplacement réparti sur une bande de largeur $e_{\text{poinçon}}$. Il est caractérisé par la position du centre de la bande $d_{\text{poinçon}}$, deux angles ($\gamma_{\text{poinçon}}$ autour de z et $\theta_{\text{poinçon}}$ son inclinaison) et par l'intensité u du déplacement appliqué.

Les conditions aux limites mécaniques sont ainsi décrites par onze paramètres.

Les valeurs initiales de ces conditions aux limites sont déterminées à partir des tomographies. La position et l'orientation du poinçon sont mesurées à chaque plateau de chargement (comme il a une forme régulière, ces mesures sont simples). On en déduit le déplacement du poinçon. Pour les conditions aux limites sur Σ , un calcul préliminaire de DVC est effectué sur une ZOI autour de ce plan, en n'autorisant que les mouvements de corps rigide et de la dilatation.

Ces estimations assez fines des conditions aux limites sont utilisées comme état de référence pour les calculs des champs de résidu.

2.3 Étude de sensibilité

Le modèle complet comporte 33 paramètres :

- 2×8 propriétés matériau pour les fils (à température ambiante et à chaud) ;
- 2×3 propriétés matériau pour la matrice (idem) ;
- 11 paramètres pour décrire les conditions aux limites.

Les liens entre le champ mesuré et ces paramètres sont trop complexes pour être exprimés analytiquement. Les champs de sensibilité sont donc obtenus numériquement. Pour chacun des paramètres, le champ de sensibilité est la différence entre le champ calculé pour une variation

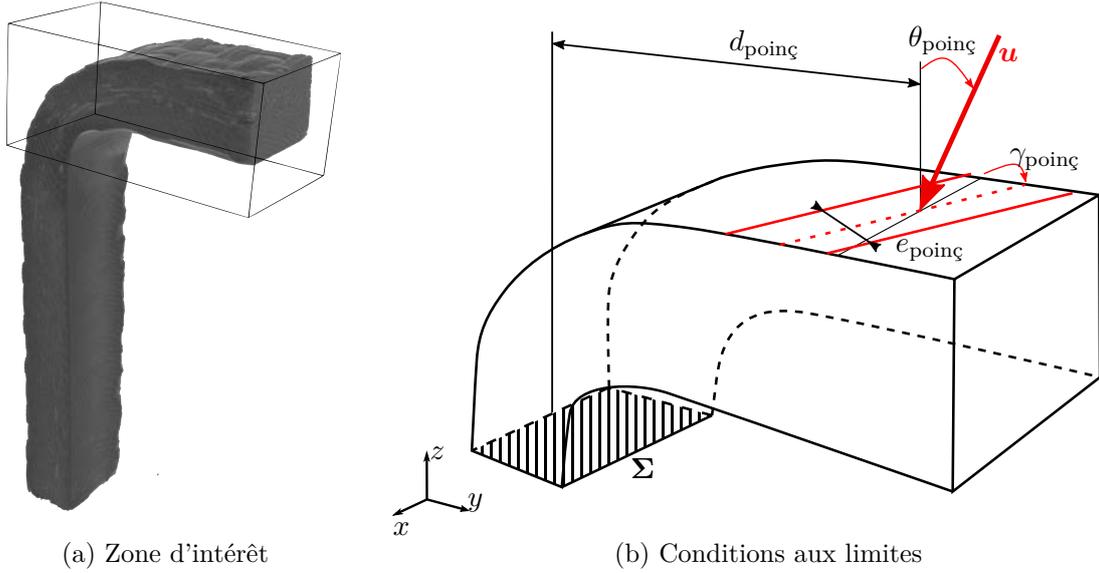


Figure 4.4 – Conditions aux limites mécaniques appliquées sur la zone tomographiée pour une éprouvette cornière.

infinitésimale du paramètre considéré et celui calculé avec les paramètres initiaux rapporté à l'incrément du paramètre.

Les calculs sont effectués sur Abaqus, avec le modèle éléments finis présenté précédemment. Les champs d'intérêt et quantités d'intérêt (déplacement et force au niveau du poinçon) sont extraits pour être utilisés dans le code d'IDVC.

Paramétrage du problème

Les éléments de $\{p\}$ sont de nature et d'ordre de grandeur variés (distances, angles, modules, etc.). Une variation δp identique pour tous les paramètres entraînerait des variations sur le champ de déplacement qui auraient des ordres de grandeur très différents. L'approche la plus naturelle n'est donc pas de calculer la sensibilité à une variation absolue des paramètres mais à une variation relative aux paramètres nominaux. On identifie alors $\{\tilde{p}\}$, tel que

$$\tilde{p}_i = \frac{p_i}{p_{\text{nom},i}} \quad (4.3)$$

où $\{p_{\text{nom}}\}$ est le vecteur contenant les paramètres nominaux. Ainsi, si l'estimation des paramètres nominaux est suffisamment proche des paramètres réels, tous les termes $\{\tilde{p}\}$ sont proches de 1.

Toutefois cette définition de \tilde{p}_i , n'est pas adaptée à tous les paramètres. Certains ont en effet des valeurs nominales nulles. L'objectif est alors de se ramener à des paramètres qui, soumis à une variation infinitésimale, induiront des champs de sensibilité dont les ordres de grandeur ne seront pas trop éloignés. On propose donc une normalisation différente suivant la nature du paramètre p_i . Pour calculer les pondérations du tableau 4.4, la longueur ℓ et le déplacement u_{ref} doivent être choisis pertinemment en fonction du paramètre considéré. Pour l'angle de rotation autour de x (en radian) de la surface Σ , α_Σ , par exemple, ℓ correspond au diamètre de la zone d'intérêt dans le plan perpendiculaire à x et u_{ref} au maximum du champ de déplacement nominal projeté suivant z . Une variation ε de $\tilde{\alpha}_\Sigma$ correspondra alors à un déplacement de l'ordre de $\varepsilon u_{\text{ref}}$ au niveau de l'extrémité du petit bras de l'éprouvette. La même philosophie est appliquée aux coefficients de dilatation thermique, pour lesquels ℓ est le même que précédemment, $\Delta T = 500^\circ\text{C}$ et u_{ref} est le maximum de l'intensité du champ de déplacement nominal.

Le problème est résolu avec $\{\tilde{p}\}$.

nature	paramètres concernés, p_i	\tilde{p}_i
angle	$\gamma_{\text{poing}}, \theta_{\text{poing}}$	p_i
	$\alpha_\Sigma, \beta_\Sigma, \gamma_\Sigma$	$\frac{\ell}{u_{\text{ref}}} p_i$
longueur	$d_{\text{poing}}, e_{\text{poing}}$	$\frac{p_i}{p_{\text{nom},i}}$
	$r_\Sigma, s_\Sigma, t_\Sigma, u$	$\frac{1}{u_{\text{ref}}} p_i$
déplacement	$E, E_{11}, E_{22}, G_{12}, G_{23}$	$\frac{p_i}{p_{\text{nom},i}}$
	coefficient de Poisson	ν, ν_{12}, ν_{23}
coefficient de dilatation	k, k_{11}, k_{22}	$\frac{\Delta T \ell}{u_{\text{ref}}} p_i$

Tableau 4.4 – Normalisation des paramètres du problème d’IDVC
 ΔT désigne l’amplitude de température balayée lors de l’essai, u_{ref} un déplacement de référence et ℓ une longueur caractéristique.

La figure 4.5 illustre l’intérêt d’utiliser ces pondérations dans le cas particulier d’un problème où ne sont considérés que les paramètres matériaux d’un problème isotherme à température ambiante. À gauche, sont tracés le spectre et les vecteurs propres de la matrice Hessienne sans appliquer de pondération. À droite, sont présentés ceux du problème avec les pondérations proposées. Le conditionnement du problème est réduit de $8,2 \cdot 10^{12}$ à $1,3 \cdot 10^9$, soit presque quatre ordres de grandeur.

Écriture du problème d’IDVC

Dans la simulation, on a choisi d’imposer le déplacement plutôt que l’effort pour être au plus proche des conditions aux limites réelles. Néanmoins, quand seules des conditions aux limites en déplacement sont imposées, la sensibilité du champ de déplacement à certains paramètres (typiquement le module d’Young) est nulle. Il faut donc intégrer au calcul des sensibilités celles par rapport à la force appliquée.

Le problème de corrélation d’images s’écrit comme l’équation 3.17 (chap. 3, partie 3)

$$[H] \{\delta a\} = \{b\} \tag{4.4}$$

où $\{\delta a\}$ est l’incrément à appliquer pour corriger le champ de déplacement.

La matrice de sensibilité $[S]$ du problème complet est la concaténation des champs de sensibilité du champ de déplacement $[S_U]$ et de celui de la composante verticale de la force $[S_F]$. Le problème intégré est alors

$$[M] \{\delta \tilde{p}\} = \begin{matrix} {}^t \\ \left[\begin{array}{c} S_U \\ S_F \end{array} \right] \end{matrix} \left[\begin{array}{cc} \frac{H}{\sigma_f^2} & 0_{(N \times 1)} \\ 0_{(1 \times N)} & \frac{1}{\sigma_F^2} \end{array} \right] \left[\begin{matrix} S_U \\ S_F \end{matrix} \right] \{\delta \tilde{p}\} = \begin{matrix} {}^t \\ \left[\begin{array}{c} S_U \\ S_F \end{array} \right] \end{matrix} \left\{ \begin{array}{c} b \\ \frac{\sigma_f^2}{F_{\text{mes}} - F_{\text{EF}}} \end{array} \right\} \tag{4.5}$$

avec $0_{(1 \times N)}$, la matrice nulle de dimension $(1 \times N)$, où N est le nombre de degrés de liberté du modèle éléments finis. Chaque ligne de la matrice $[S]$ est obtenue par une simulation éléments finis sur Abaqus. La matrice $[H]$ et le vecteur $\{b\}$ sont calculés en utilisant Correli. σ_f et σ_F sont respectivement l’écart type du bruit du volume de référence f et l’incertitude sur la force mesurée. Ces pondérations permettent d’équilibrer les contributions de chaque terme de telle sorte que l’incertitude sur les paramètres identifiés soit minimale.

2.4 Évaluation des incertitudes

Pour calculer l’incertitude sur les paramètres induite par le bruit qui affecte les tomographies, on fait l’hypothèse que le bruit est blanc, gaussien, de moyen nulle et de variance σ^2 [Buljac *et al.*

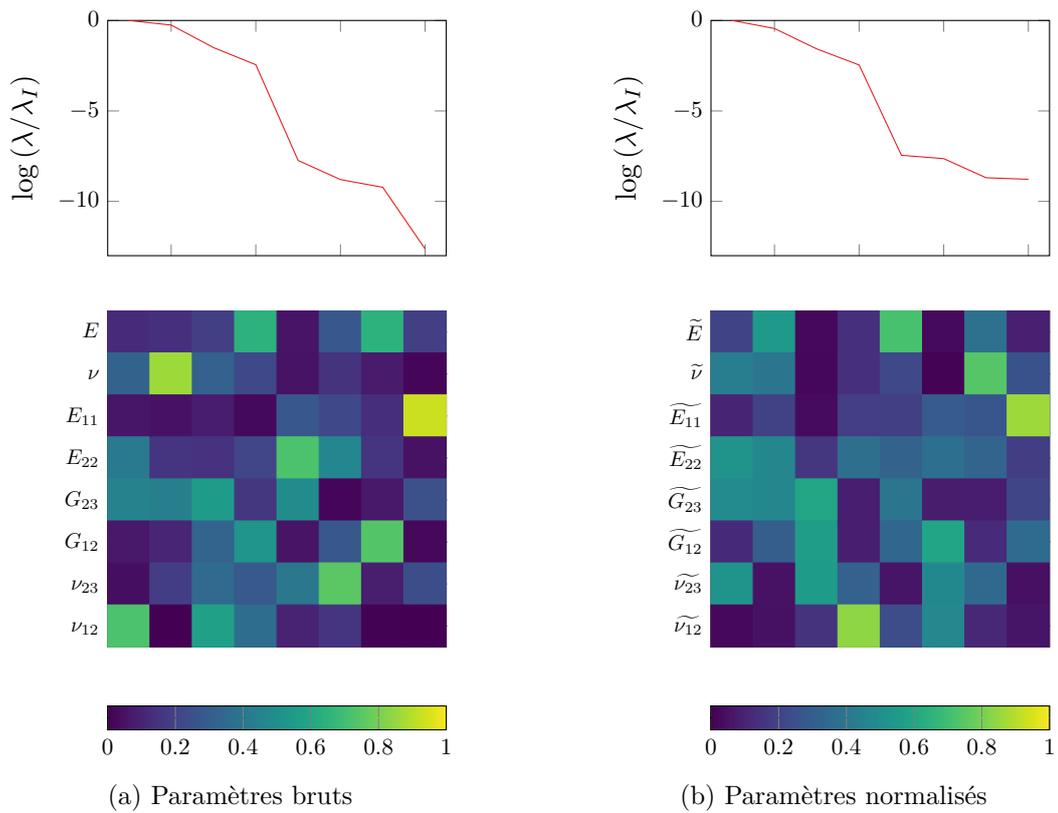


Figure 4.5 – Spectre et vecteurs propres correspondant (valeur absolue terme à terme) de la matrice Hessienne du problème d’IDVC en ne considérant que les propriétés matériaux d’un problème isotherme à température ambiante. La normalisation permet de réduire le conditionnement de façon drastique.

2018b]. On montre alors que l'impact $\delta\tilde{p}$ de ce bruit sur les paramètres calculés a une moyenne nulle et que la matrice de covariance s'écrit [Roux et Hild 2006] :

$$\begin{cases} \langle \delta\tilde{p} \rangle &= 0 \\ \langle \delta\tilde{p}_m \delta\tilde{p}_n \rangle &= M_{mn}^{-1} \end{cases} \quad (4.6)$$

En deux dimensions, le niveau de bruit des images est habituellement calculé à partir de deux images de référence ou plus. En tomographie, le surcoût que représente l'acquisition de deux états de référence est assez important. La variance du bruit est donc calculée comme la moitié de la variance du niveau de gris de la différence entre deux tomographies dans une zone ne contenant que de l'air.

Cette méthode est utilisée pour calculer les incertitudes, $\sigma_{\tilde{p},n} = \sqrt{\langle \delta\tilde{p}_n \delta\tilde{p}_n \rangle}$, affichées dans la suite.

Amélioration du conditionnement et paramètres identifiables

Quand la sensibilité d'un paramètre est trop faible (si elle tend vers zéro), deux cas de figure sont possibles :

- soit le second membre correspondant à cet élément est lui aussi très faible et le paramètre en question n'a pas d'influence significative dans la configuration étudiée ;
- soit le second membre n'est pas nul ce qui traduit une erreur de modèle.

Dans les deux cas, il ne peut être déterminé avec une incertitude raisonnable (eq. 4.6) et dégrade considérablement le conditionnement du problème. Les paramètres en question sont identifiés en étudiant le spectre de la matrice Hessienne du problème. S'ils peuvent être déterminés précisément d'une autre manière, leur valeur est considérée comme exacte et n'intervient plus dans le problème d'IDVC. Il suffit de supprimer la ligne concernée de la matrice de sensibilité.

Les sensibilités aux conditions aux limites e_{poing} , d_{poing} et γ_{Σ} sont très faibles. L'influence de e_{poing} et de d_{poing} est très locale, il est assez naturel que leur sensibilité globale soit faible. Le poignon apparaît sur les tomographies, il a une géométrie régulière. Ces paramètres peuvent donc être déterminés par une mesure directe sur les images. La valeur de γ_{Σ} obtenue lors de la DVC au niveau de Σ est jugée suffisamment précise. La suppression des paramètres peu sensibles permet d'améliorer grandement le conditionnement du problème.

Certains paramètres ne peuvent pas être mesurés précisément *a priori* et néanmoins avoir une faible sensibilité. Pour plus de robustesse, une régularisation de Tikhonov est utilisée [Gras *et al.* 2015].

$$[M]_{\text{reg}} \{\delta\tilde{p}\} = \{b\}_{\text{reg}} \quad (4.7)$$

avec

$$\begin{cases} [M]_{\text{reg}} &= [M] + \omega \lambda_I [I] \\ \{b\}_{\text{reg}} &= \{b\}_{\text{IDIC}} + \omega \lambda_I \{\tilde{p}_{\text{nom}} - \tilde{p}\} \end{cases} \quad (4.8)$$

où $[I]$ est la matrice identité, λ_I la plus grande valeur propre de $[M]$ et ω un coefficient de pondération, tel que $\omega \ll 1$. Le conditionnement de la matrice régularisée $[M]_{\text{reg}}$ est de l'ordre de grandeur de ω^{-1} . La régularisation a pour effet de pénaliser les écarts aux valeurs nominales pour les paramètres dont la norme de la sensibilité est inférieure à $\sqrt{\omega \lambda_I}$. Ces valeurs nominales, notamment pour les paramètres matériaux qui sont issues de précédents travaux (ou de base de données industrielles), sont considérées comme fiables et on ne s'attend pas à ce que les valeurs identifiées s'en écartent trop.

2.5 Exploitation d'un essai complet

Le modèle à identifier est élastique. Certains paramètres de l'essai, typiquement les propriétés matériaux, sont supposés ne pas varier d'un palier à l'autre. Seules les conditions aux limites évoluent. Il est alors pertinent de n'inverser qu'un seul problème d'IDIC qui intègre l'ensemble des paliers de l'essai. Cette approche spatiotemporelle permet de réduire encore l'incertitude sur les paramètres matériaux.

Le vecteur de paramètres $\{p\}$ est alors la concaténation des vecteurs contenant les paramètres liés aux conditions aux limites à chaque palier et des paramètres liés aux propriétés matériaux

$$\{p\} = \begin{Bmatrix} p_{\text{CL},1} \\ p_{\text{CL},2} \\ \vdots \\ p_{\text{mat}} \end{Bmatrix} \quad (4.9)$$

La matrice sensibilité correspondant à ce nouveau paramétrage est calculée. La matrice $[M]$ est construite comme dans l'équation 4.5 mais la matrice hessienne et le second membre de l'équation à résoudre sont la concaténation des problèmes à chaque état de chargement. La taille du problème à inverser reste très limité. La construction des champs de sensibilité est l'étape la plus longue et le nombre de champs de sensibilité à calculer pour exploiter l'essai complet est identique qu'on utilise cette approche temporelle ou qu'on effectue le calcul étape par étape.

2.6 Implémentation de la DVC

Approche pyramidale

Afin de diminuer le temps de calcul et de faciliter la gestion de la mémoire, le calcul d'IDVC est effectué dans un premier temps sur des images dont la résolution est dégradée. On réduit alors les dimensions de l'image dans chaque direction d'un facteur k entier, en affectant à chaque pixel de l'image dégradée la moyenne des pixels contenus dans le cube $k \times k \times k$ correspondant. Cette réduction de résolution est simple, efficace et permet de réduire la taille du calcul de manière substantielle. Elle diminue aussi le niveau de bruit de l'image d'un facteur $k^{3/2}$. Le maillage et les matrices de sensibilité restant identiques, tant que la taille de maille est supérieure à la longueur caractéristique de la texture, l'incertitude de mesure est proportionnelle au rapport signal sur bruit et inversement proportionnelle à la racine carrée du nombre de pixels contenus dans un élément [Hild *et al.* 2016]. En première approximation, un tel changement d'échelle a donc peu d'effet sur l'incertitude.

Dans une approche pyramidale complète, la résolution de l'image serait restaurée graduellement, après avoir atteint un certain critère de convergence pour finir par un calcul à pleine résolution. Ici, on a choisi de ne calculer les paramètres qu'avec des images à la résolution dégradée, prenant $k = 4$. Une optimisation fine, en utilisant les tomographies à l'échelle 1, pourra être conduite par Safran sur ses serveurs de calcul.

Traitement des bords de la pièce

Une des originalités de cette implémentation est l'utilisation d'un maillage basé image comme support du calcul de corrélation. Les bords du maillage sont donc confondus avec les bords de l'éprouvette sur l'image. En DVC classique, des problèmes de convergence apparaîtraient au niveau des surfaces extérieures et il aurait fallu envisager des développements supplémentaires, dans l'esprit de ceux présentés dans le chapitre 3 partie 3, pour traiter les bords de l'éprouvette. Le modèle intégré à l'IDVC peut être vu comme une régularisation extrêmement contraignante qui n'autorise pas de divergence locale car sont déterminés des paramètres globaux. De plus comme le nombre de nœuds intérieurs du maillage est sensiblement supérieur à celui des nœuds surfaciques, l'influence de ces derniers est très limitée.

Correction des variations de brillance et de contraste

Dans la formulation standard de la DIC, le résidu est calculé en supposant la conservation des niveaux de gris (eq. 3.13). Or les conditions d'acquisition ne permettent pas toujours d'assurer cette conservation. En tomographie, l'énergie du faisceau incident peut ainsi varier légèrement d'une acquisition à l'autre. Pour ne plus dépendre de ces variations les tomographies sont normalisées au préalable afin qu'elles aient une moyenne nulle et un écart type de un.

Itérations d'IDVC

La schéma (fig. 4.6), reprend la procédure décrite précédemment et illustre l'articulation des différentes étapes. Le problème d'IDVC est résolu de manière itérative.

Lors d'itérations, dites *courtes*, le champ de déplacement et la force sont mis à jour.

$$\begin{cases} \{a_{n+1}\} = \{a_n\} + \{\delta a_n\} \simeq \{a_n\} + [S_U] \{\delta \tilde{p}\} \\ F_{FE,n+1} = F_{FE,n} + \delta F_{FE,n} \simeq F_{FE,n} + [S_F] \{\delta \tilde{p}\} \end{cases} \quad (4.10)$$

Le second membre de l'équation 4.5 est ensuite calculé pour l'itération $n + 1$. Cette approximation implique que $\{\tilde{p}\}_n$ reste aux alentours du point $\{\tilde{p}\}_{\text{init}}$ où $[S]$ a été linéarisée.

Si l'écart entre les valeurs des paramètres à l'incrément n et leurs valeurs initiales est trop grand, les champs de sensibilité, de déplacement initial et le vecteur $\{\tilde{p}\}_{\text{init}}$ sont remis à jour avec les nouvelles valeurs de paramètres. Ces itérations sont coûteuses en temps de calcul, elles sont dites *longues*¹.

Comme les termes de $\{\tilde{p}\}$ n'ont pas les mêmes dimensions, ni les mêmes sens physiques, une norme pondérée, \mathcal{N} , est utilisée pour définir les critères

$$\mathcal{N}(\{\tilde{p}\}) = \sqrt{{}^t\{\tilde{p}\} [\text{Cov}(\tilde{p})]^{-1} \{\tilde{p}\}} \quad (4.11)$$

où $[\text{Cov}(\tilde{p})]$ est la covariance de \tilde{p} , ici $[\text{Cov}(\tilde{p})] = [M]^{-1}$.

Si $\mathcal{N}(\{\tilde{p}\}_n - \{\tilde{p}\}_{\text{init}})$ est trop grande, une itération *longue* est effectuée. Le critère de convergence porte lui sur l'incrément de paramètre à l'itération n .

$$\mathcal{N}(\{\delta \tilde{p}\}) < 1 \quad (4.12)$$

Il implique que chaque incrément de paramètre $\delta \tilde{p}_i$ est inférieur à l'incertitude associée. Ce critère assure la stationnarité de la solution.

Pour réduire la durée de résolution, il faut chercher à optimiser la balance entre les itérations *courtes* et *longues*, en ajustant le critère de déclenchement des itérations *longues*. Une initialisation suffisamment précise du calcul permet de réduire le nombre d'itérations *longues*. Cela montre l'importance de la qualité de l'estimation initiale des conditions aux limites et justifie l'étape préliminaire de DVC.

À l'issue des itérations d'IDVC, les paramètres du modèle ont été identifiés finement. Une nouvelle simulation éléments finis est effectuée. Le champ de déplacement obtenu est utilisé pour calculer le résidu final avec les tomographies en pleine résolution. C'est sur ce dernier qu'on cherchera à détecter la présence d'endommagement.

¹Les calculs des champs de sensibilité sont indépendants et donc facilement parallélisables. Ici, on utilise les fonctions de parallélisation de Matlab. Tant que le nombre de paramètres est inférieur au nombre de processeurs disponibles, la durée d'une itération *longue* est proche de celle du calcul d'un champ de sensibilité.

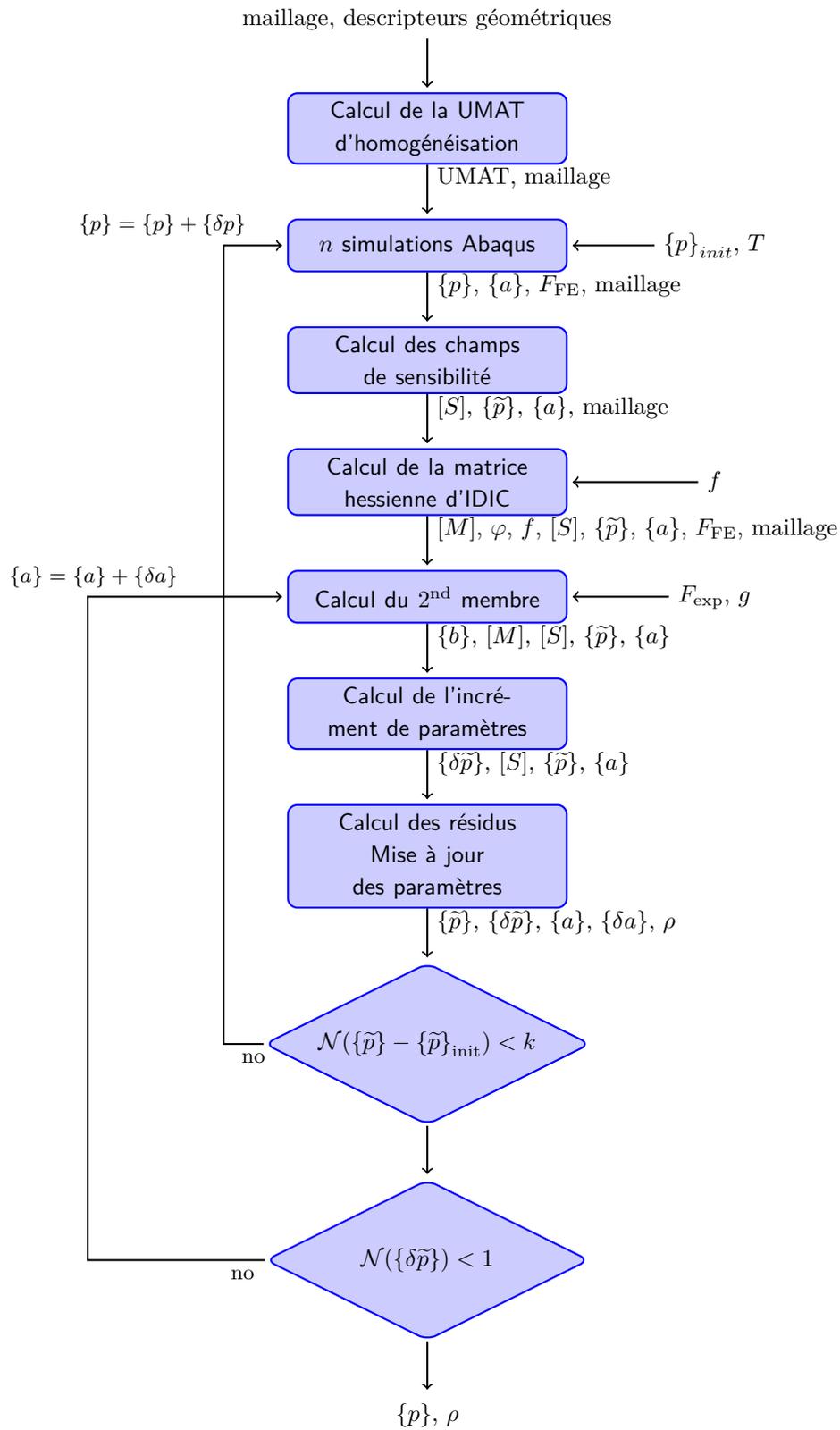


Figure 4.6 – Schéma du déroulement de la corrélation d'images intégrée.

3 Considérations sur la qualité des résultats

Dans cette partie, le protocole est illustré pour un palier de chargement avec un modèle isotherme à température ambiante. Il y a alors seize paramètres à déterminer :

- 6 propriétés matériau pour les fils (E_{11} , E_{22} , G_{12} , G_{23} , ν_{12} , ν_{23}) ;
- 2 propriétés matériau pour la matrice (E , ν) ;
- 8 paramètres pour décrire les conditions aux limites (si e_{point} , d_{point} et γ_{Σ} ne sont pas considérés).

3.1 Convergence

Le graphique (fig. 4.7) montre l'évolution des critères de convergence au cours d'un calcul. La courbe bleue représente l'évolution de la norme de l'écart aux paramètres nominaux. Le critère pour les itérations *longues* est fixé à 1.10^4 . Ici, deux mises à jour des champs de sensibilité sont effectuées (aux itérations 7 et 13). Le critère de convergence des itérations *courtes* est 1, la norme de l'incrément de paramètres est tracée en vert. La norme du résidu (en rouge), ainsi que l'écart aux valeurs initiales sont stationnaires après l'itération 40. La norme du résidu à convergence est assez importante. Ceci est majoritairement dû aux artefacts présents sur les tomographies mais aussi à une erreur de modèle (fig. 4.8). Pour plus de lisibilité, on a en effet choisi d'illustrer le fonctionnement de l'algorithme avec un modèle simplifié (isotherme à température ambiante). Toutefois, deux paliers d'un essai à chaud ont été utilisés. Bien que les variations de température entre ces deux paliers soient faibles, les valeurs numériques présentées dans ce chapitre sont à considérer avec réserve. L'essai en question est exploité proprement dans le chapitre 5. La comparaison de ces deux résultats d'identification permet de mettre en évidence l'importance du choix du modèle.

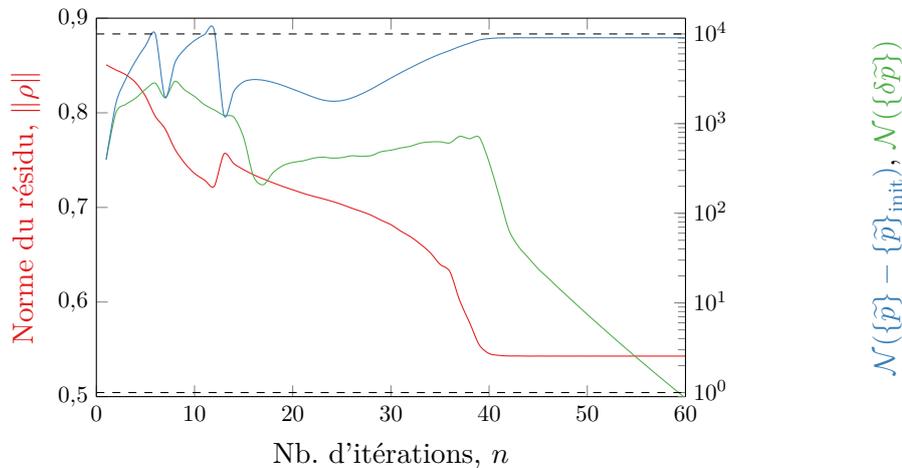


Figure 4.7 – Évolution des critères de convergence pour le calcul isotherme à température ambiante. En pointillé, les deux critères de convergence.

3.2 Champ de résidu

La figure 4.8 représente des coupes du champ de résidu à l'étape initiale et après convergence, dans les trois directions de l'espace. L'estimation initiale des paramètres est relativement précise, l'écart entre l'image de référence et l'image déformée recalée est assez faible. La déformation globale de l'éprouvette est bien estimée après convergence. Le résidu reste assez élevé, principalement à cause d'artefacts qui ressortent, notamment le *ring artefact* qui est très marqué proche de l'axe de rotation. La bande horizontale qui apparaît sur la coupe dans le plan perpendiculaire à Y est due à une différence de niveau de gris lors du *stitching* des tomographies (une fois la déformation appliquée, la frontière entre les scans ne coïncide plus).

On peut encore deviner la mésostructure de l'éprouvette sur les résidus à convergence. Les artefacts faussent sans doute légèrement le calcul du champ de déplacement mais, dans cet exemple, cette différence est probablement due à une erreur de modèle.

3.3 Exemple de résultat pour le modèle isotherme à température ambiante

À convergence, on dispose d'une identification fine des paramètres du modèle (tab. 4.5). Mis à part le module d'Young transverse, E_{22} , et le module de cisaillement, G_{12} , des fils, les valeurs identifiées sont proches des valeurs initiales. Dans le tableau, les incertitudes sont absolues. Les paramètres dont l'incertitude relative est la plus élevée sont les deux modules de cisaillement des fils et leur module d'Young transverse.

	valeur initiale	valeur fine	incertitude
u (mm)	$9,0 \cdot 10^{-2}$	$9,02 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$\gamma_{\text{point}} (\circ)$	0	0,00	$2 \cdot 10^{-6}$
$\theta_{\text{point}} (\circ)$	0	$1,63 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-7}$
$\alpha_{\Sigma} (\circ)$	0	$-2,03 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-6}$
$\beta_{\Sigma} (\circ)$	0	$1,54 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-6}$
r_{Σ} (mm)	$1 \cdot 10^{-1}$	$8,88 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-6}$
s_{Σ} (mm)	$8 \cdot 10^{-2}$	$3,95 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-5}$
t_{Σ} (mm)	$-8 \cdot 10^{-2}$	$-4,37 \cdot 10^{-2}$	$7 \cdot 10^{-6}$
E (GPa)	310	315,9	$2 \cdot 10^1$
ν	0,17	0,165	$7 \cdot 10^{-2}$
E_{11} (GPa)	320	324,4	$2 \cdot 10^1$
E_{22} (GPa)	146	101,2	$2 \cdot 10^1$
G_{12} (GPa)	59,6	23,0	7
G_{23} (GPa)	64,8	70,9	7
ν_{12}	0,176	0,169	$7 \cdot 10^{-2}$
ν_{23}	0,15	0,147	$7 \cdot 10^{-2}$

Tableau 4.5 – Résultat d'un affinement des paramètres pour un problème isotherme à température ambiante, pour un palier de chargement.

4 Conclusion

À partir de la grande quantité de données acquises lors de nos essais, la procédure d'IDVC identifie de manière optimale les paramètres d'un modèle éléments finis complexe.

Pour que l'identification de ces paramètres par une approche par mesures de champ soit efficace, il faut que le modèle puisse décrire fidèlement la réalité. Un soin particulier a donc été apporté à la construction du modèle géométrique et à la modélisation des conditions aux limites (zone d'application, degrés de liberté concernés, etc.).

Une autre difficulté inhérente à ce type de problèmes est liée à leur mauvais conditionnement. Le vecteur de paramètres à déterminer contient des éléments de nature et d'ordre de grandeur très différents. Une pondération limite le conditionnement. Il faut parfois renoncer à affiner la valeur de certains paramètres trop peu sensibles. Ici, cela ne concerne que des paramètres liés aux conditions aux limites. Ce point est doublement positif, cela signifie que l'essai permet de déterminer finement l'ensemble des propriétés matériaux et que de petites variations des conditions aux limites concernées n'ont qu'une influence réduite sur le résultat de l'essai.

Pour des raisons de temps de calcul et de gestion de mémoire, on travaille sur des tomographies dont la résolution est réduite pour déterminer les paramètres du modèle (qui sont globaux).

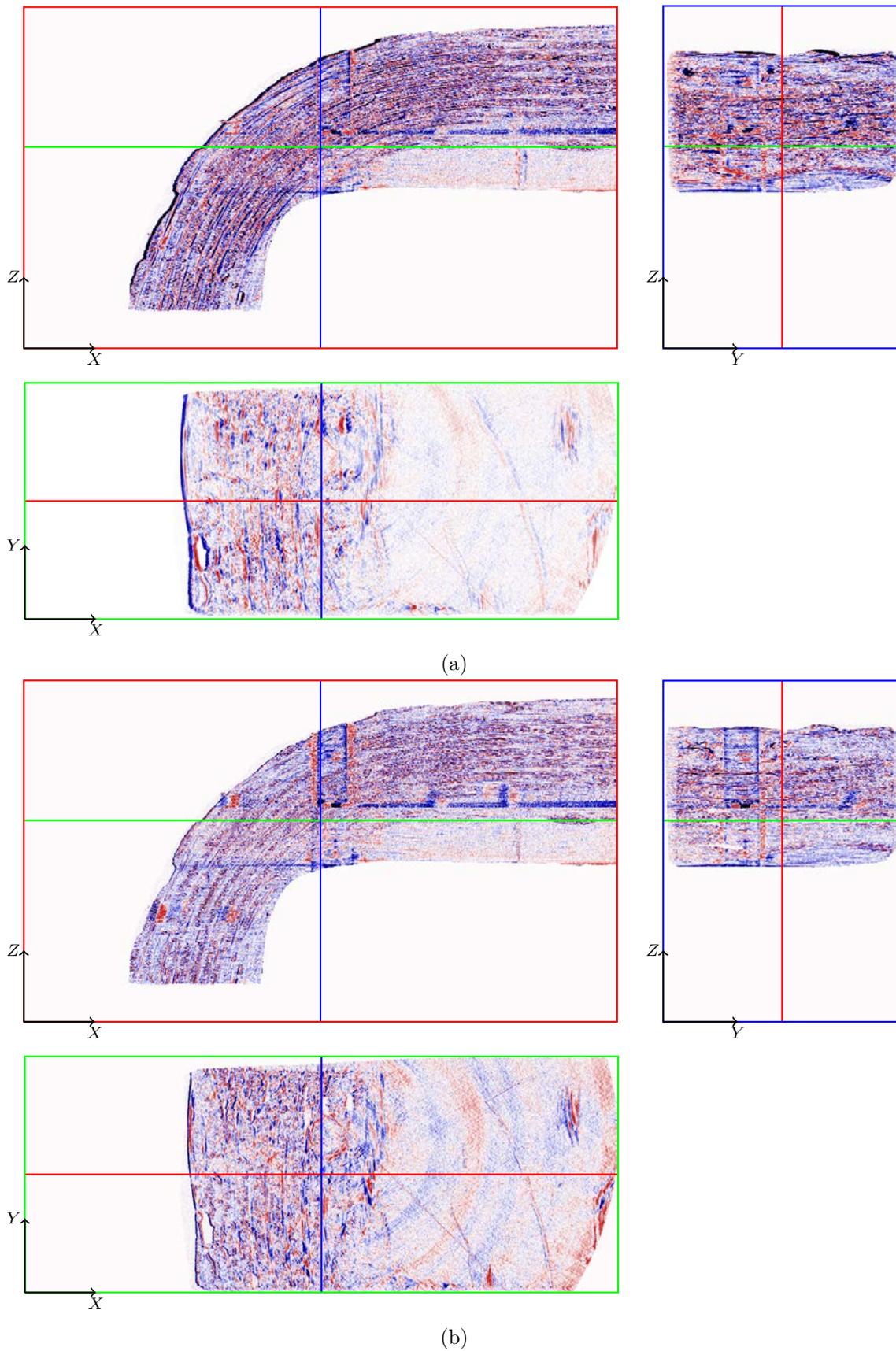


Figure 4.8 – Coupe des résidus de corrélation pour le cas isotherme à température ambiante : (a) état initial et (b) état convergé.

Pour étudier l'endommagement, le résidu de corrélation peut être calculé avec les volumes à leur résolution optimale. La fissuration est alors localisée au pixel près (ici à $3,14\ \mu\text{m}$).

La mise en place d'une telle procédure est assez lourde mais le problème à inverser conserve une taille très limitée. Si la modélisation n'induit pas d'erreurs, l'incertitude sur les grandeurs mesurées est raisonnable.

Le dernier chapitre présente une application de l'ensemble de la procédure à l'exploitation d'un essai de pliage de cornière. Pour des raisons de confidentialité, l'exploitation des essais sur jonction tissée 3D n'a pas été présentée.

Chapitre 5

Essais et exploitation : applications au pliage de cornière

Ce chapitre reprend deux articles portant sur l'exploitation d'un essai de fermeture de cornière réalisé lors d'une campagne sur la ligne PSICHE du synchrotron SOLEIL en novembre 2019. Chaque étape du protocole d'exploitation est reprise succinctement et appliquée, résumant ainsi l'ensemble des chapitres précédents.

Sommaire

1	<i>Introduction</i>	108
2	<i>Experiment, data processing and qualitative characterisation</i>	108
2.1	<i>Introduction</i>	108
2.2	<i>Experimental procedure</i>	109
2.3	<i>Processing tomographies</i>	112
2.4	<i>Experimental results and discussion</i>	114
2.5	<i>Conclusion</i>	117
3	<i>Quantitative characterisation by Integrated Digital Volume Correlation</i>	120
3.1	<i>Introduction</i>	120
3.2	<i>IDVC procedure</i>	121
3.3	<i>Results</i>	125
3.4	<i>Discussion</i>	126
3.5	<i>Towards a damage criterion</i>	130
4	<i>Conclusion</i>	130

1 Introduction

3D-woven ceramic matrix composites (CMCs) made with silicon carbide matrices reinforced by silicon carbide fibers are expected to replace super-alloys in the hot parts of next generation aircraft engines, namely for GE/SAFRAN LEAP. Their outstanding structural properties at very high temperatures make them very promising materials [Murthy *et al.* 2008]. Due to its complex microstructure, a 3D-woven composite part is more resistant to delamination and impacts [Boussu *et al.* 2015]. Its architecture is designed to comply with the overall part geometry and loading. A precise and reliable quantitative characterisation of the thermo-mechanical behaviour, in particular for the complex geometries encountered in real components, is needed to design, to model and to certify aeronautical parts [Zok 2016].

Damage mechanisms of SiC/SiC have been studied experimentally. At room temperature, loaded in uniaxial tension, matrix cracks occur in transverse tows or in matrix-rich areas [Morscher 2004]. Within tows, cracks initiate as a coalescence of micro-debondings at the interface between fibre and matrix [Sevener *et al.* 2017]. Cracks then propagate in tows, until they eventually percolate into larger through-the-thickness matrix cracks [Maillet *et al.* 2019]. When oxidation phenomena are negligible, damage behaviour at high temperature is qualitatively similar [Mazars *et al.* 2017a]. Bernachy-Barbé *et al.* [2015a] carried out tests on tubes under combined internal pressure and traction. Since the composite is subjected to multi-axial loading, cracks mainly propagate perpendicularly to the maximum principal stress. If load is applied off-axis from the main fiber direction, there is no tow oriented transversely, and the matrix cracking stress is higher than for in-axis loading [Morscher *et al.* 2007]. Cracks initiate in the matrix-rich area, in the vicinity of free surfaces and then propagate within the tows where they are deviated generating fiber debonding and fiber ruptures [Mazars 2018].

2 Experiment, data processing and qualitative characterisation

Reproduced from

TURPIN, L. ROUX, S. KING, A. CATY, O. DENNEULIN, S. et MARTIN, É. (soumis). In-situ thermo-mechanical study of 3D-woven SiC/SiC composite part.

2.1 Introduction

To observe and understand the influence of the meso-structure of complex parts on their macroscopic behaviour, heavily instrumented experiments are required. X-ray tomography performed on in-situ thermomechanical tests offers invaluable information for the study of complex structural parts as damage can be observed (provided spatial resolution is high enough) as well as its relation to the local 3D microstructure [Maire *et al.* 2020]. The effect of the woven structure of the CMC is thus revealed.

To carry out in-situ experiments, dedicated devices are generally designed to be used in a tomograph. The sample has to be accessible within the largest possible angular range for tomography (ideally 180/360°). Moreover, in the present study, heating to elevated temperatures required the presence of a heater (up to 1000°C) facing the sample, and additionally, sufficient accessibility is needed to position a thermographic camera to determine the sample surface thermal field. Finally, for mechanical testing, the loading device was designed to be very stiff and, as a consequence, required the use of columns which partially mask some projection directions during acquisitions.

Tomography consists in computing a volume (3D) image from a collection of 2D radiographs. The latter are often affected by numerous artefacts, which in turn become also visible in the reconstructed volume. Hence image processing may be exercised with great care to attenuate artefacts, without altering the microstructure. Obscured regions in the radiographs can be seen as

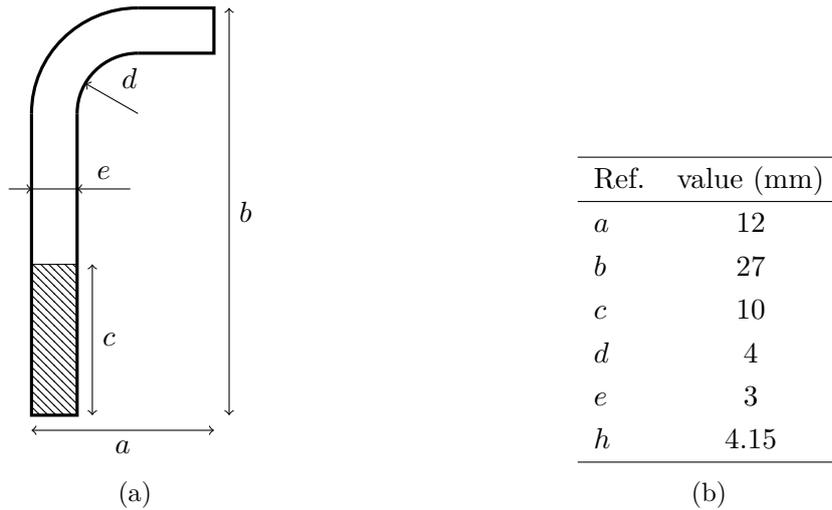


Figure 5.1 – Size of the sample. (a) The hatched area is the clamping zone. (b) h is the sample width in the direction perpendicular to the view in (a).

a very strong artefact, which requires a specific handling in the reconstructions. In the present case, a dedicated reconstruction algorithm initially designed to address incomplete data tomographic reconstruction was used.

The aim of the present paper is to show that in spite of the above mentioned difficulties, finely resolved tomographic images can be obtained during such challenging thermo-mechanical tests. A quantitative exploitation of the images for validating its mechanical modelling will be the focus of part 3. In Section 2.2, the dedicated testing machine is introduced, together with its limitations for tomographic acquisitions. Section 2.3 is devoted to the processing of radiographs, in order to achieve exploitable tomographic reconstructions. In section 2.4, tomograms computed at different stages of the test are shown to provide very rich and resolved information, providing a new insight in the capacity of these complex shaped parts to sustain the extreme loading of their service conditions. After summarizing the main steps of the experiment, a conclusion section draws some perspective for the quantitative exploitation of these data for mechanical modelling.

2.2 Experimental procedure

This study focuses on corner sample bending tests which aim to study a structural element under coupled shear and flexion loading in a region where the woven preform has been strongly strained to accommodate its final shape. Two in-situ tests were carried out: one at room temperature, the other one under a severe thermal gradient.

The overall corner geometry is detailed in Figure 5.1. It is made out of the last generation of SiC/SiC composite developed by Safran: Cerasep A600[®]. This corner is built from a 3D-woven plane shaped in a “mold”. Therefore the tows are respectively in tension (or compression) in the outer (resp. inner) free surface of the bent part. During forming, yarns also tend to get misaligned in the arms of the corner. The fiber density is thus not homogeneous. The matrix is then fabricated in several stages, including two major processing steps: chemical vapor infiltration (CVI) [Naslain *et al.* 1989] and melt infiltration (MI) [Corman *et al.* 2005].

The dedicated in-situ testing device is shown in Figure 5.2a. The frame (d) is anchored onto the tomograph rotating plate. The sample (b) is clamped to the lower clamping jaw (c). The loading gantry (a) moves up and down thanks to an actuator which is located under the rotating plate of the tomograph (worm screw (e) and geared motor (f)). The long arm of the sample is clamped in the region hatched in Figure 5.1 and the short arm is loaded thanks to an alumina punch (Fig. 5.3).

The load is measured thanks to a force sensor (HBM-U9C). The magnetic environment of the tomograph generates noise in the force signal which has thus to be filtered using an analog 100 Hz-Bessel filter before being recorded.

A SiC/SiC resistor is set in contact with the face of the sample to be heated through Joule effect (Fig. 5.3). It remains in a fixed position with respect to the sample during the tomographic scan. Coupled with radiative and convective cooling of other free surfaces as well as the contact with the punch, it induces a strong thermal gradient within the sample. The thermal field is stationary and is applied before the first mechanical loading step.

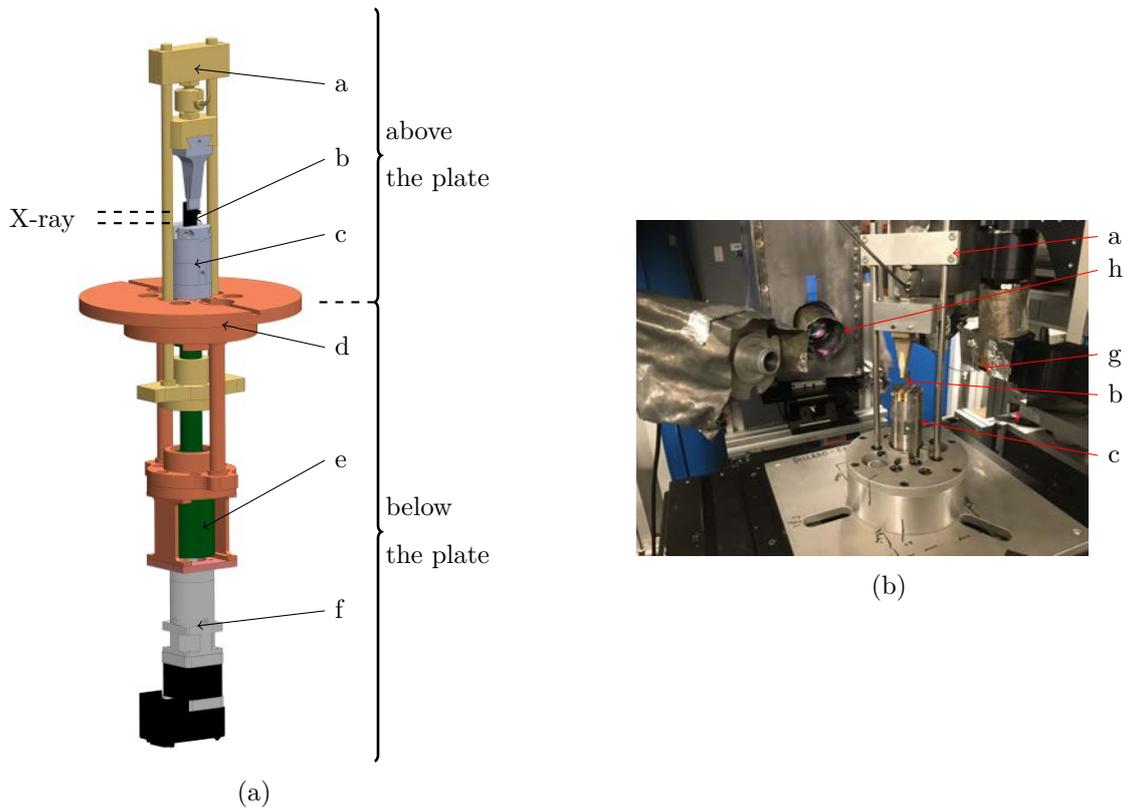


Figure 5.2 – Experimental device: (a) CAD; (b) implementation in PSICHE tomograph. Load is applied by a gantry which passes through the tomograph rotating plate so that the actuator is deported under the plate to reduce unbalance and free the observation zone.



Figure 5.3 – Thermo-mechanical loading of the sample.

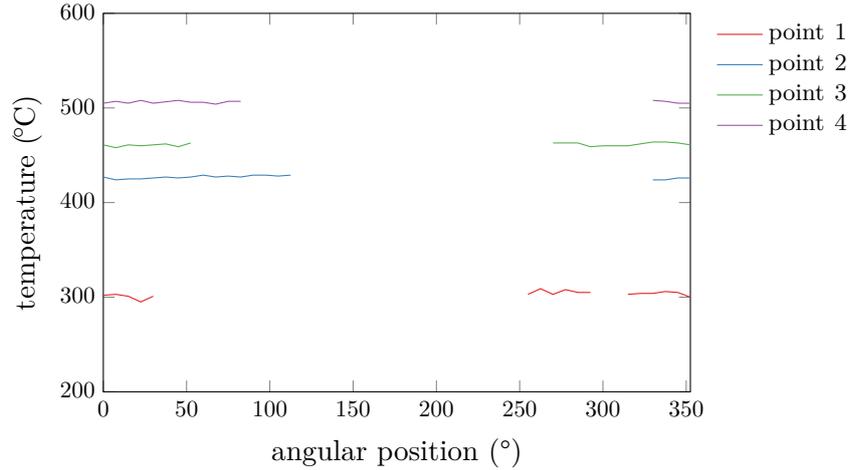


Figure 5.4 – Evolution of the temperature during the rotation at several points on the sample. Each point is hidden during one half of the rotation and by the columns and value at grazing angles are not considered.

The test is controlled in displacement. Stepwise loading is necessary to perform tomographic acquisitions which require about 15 min each. When the tensile force reaches prescribed values, the displacement is held constant and the tomographic scan is acquired. Between two steps, the loading is applied monotonically and quasi-statically ($0,2 \text{ mm min}^{-1}$). The implementation of the loading device in synchrotron tomograph is illustrated in Figure 5.2b. The X-ray beam axis (from the the source to the detector (g)) and the infra-red camera (h) optical axis are perpendicular to each other.

The tests were carried out at PSICHE beamline at synchrotron SOLEIL [King *et al.* 2016]. A pink beam centered around 40 keV is used. The working distance was about 120 mm, a 1,05 mm thick copper filter and an x-ray mirror (as a low-pass filter) were used to define the beam spectrum. Acquisitions are performed at $3,14 \mu\text{m}$ voxel size over 360° with an offset rotation axis, for a reconstructed field of view of $12.40 \times 12.40 \times 3 \text{ mm}^3$. Three overlapping acquisitions were stitched together along the vertical direction to increase the field of view to 7,1 mm. Each acquisition required about 5 min.

The thermal field is measured thanks to an infra-red camera (FLIR SC7210-7500). Thermo-grams and tomographic scans are acquired simultaneously. The rotation of the sample provides the thermal field under the full angular range assuming that the temperature field is stable in time. The camera memory is sufficient to acquire one and a half turns. The stability assumption is first experimentally tested computing the difference between the same angular position images of each turn and checking it remains negligible. Then, the stability during the rotation is validated following the temperature of several material points during this rotation as confirmed in Figure 5.4. To check and monitor the value of the temperature, a bi-chromatic pyrometer measures the temperature of a hot spot on the resistor surface. This temperature is also used to calibrate the temperature field acquired by infra-red camera.

A pin-hole projective model of the infra-red camera is calibrated and used to re-project the measured thermal fields onto a 3D mesh of the sample (chap. 3 part. 3). Figure 5.5 shows the thermal field in the initial state. Even if the thermal field is expected to be stationary, it is measured at each tomographic acquisition step and its potential variation from one step to the next is taken into account. The imposed rotation during the scan is trusted to re-position the sample in the frame of reference of the IR camera. As the deformation and rigid body motion of the sample are low, the calibration can be performed once for all steps.

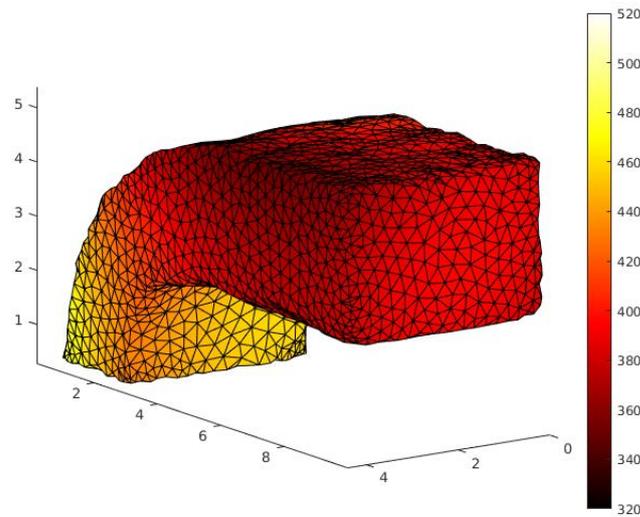


Figure 5.5 – Re-projection of the thermal field.

2.3 Processing tomographies

The raw tomographic data were polluted by several artefacts which have to be corrected for an optimum exploitation.

The steel columns of the loading gantry absorb the X-ray beam almost completely. In some projections, a part of the information is missing as shown in Figure 5.6. Here the missing-data area represents 13% of the projections. It induces artefacts during reconstruction (i.e. the computation of the 3D image from the acquired radiographs) and interferes with pre-reconstruction corrections. In order to master the transformations from the raw sinogram to the reconstructed tomography, the whole image processing workflow was implemented.

The synchrotron beam is very spatially coherent. The dephasing generated passing through material interface creates phase contrast. Phase contrast is characterised by very sharp and exaggerated variations of grey level at interfaces. This effect can be very helpful in increasing the visibility of weakly contrasting structures. However, the fringes may interfere with the quantitative interpretation of the reconstructed images. The fringe intensity can be reduced, and image contrast increased, by using a Paganin filter [Paganin *et al.* 2002]. Here, the filter is applied on projections where the grey level missing-data area is set to the mean grey level of the known area (Fig. 5.6a) and the used filter length is 30 μm .

In parallel-beam tomography, the acquisition window can be widened by moving the rotation axis away from the beam centre and performing the acquisition over 360° . The first half turn provides the projection of one half of the sample, the second half turn provides the other one. Those half projections are then stitched to get back in the standard (axis-centered) tomographic geometry. Their relative positions are determined pixel-wise from the known acquisition geometry. Indeed a more accurate positioning would have imposed to interpolate one side of the projection which is computationally-expensive and useless in the present case. The continuity of the microstructure in the reconstruction proves that this precision can be considered as sufficient. As the beam intensity can vary a little during the acquisition, an overlap area (around the axis position) is used to balance the grey level between the two sides of stitched projections.

The imperfections and soiling on the optical chain of the tomograph (scintillator, lens, mirror, detector, etc.) form spots on the projections. Those spots create ring artefacts on the reconstruction. As they are always present at the same position on the projections, they can be revealed and corrected summing the sinogram along θ -axis. On this profile, the position of defect appears

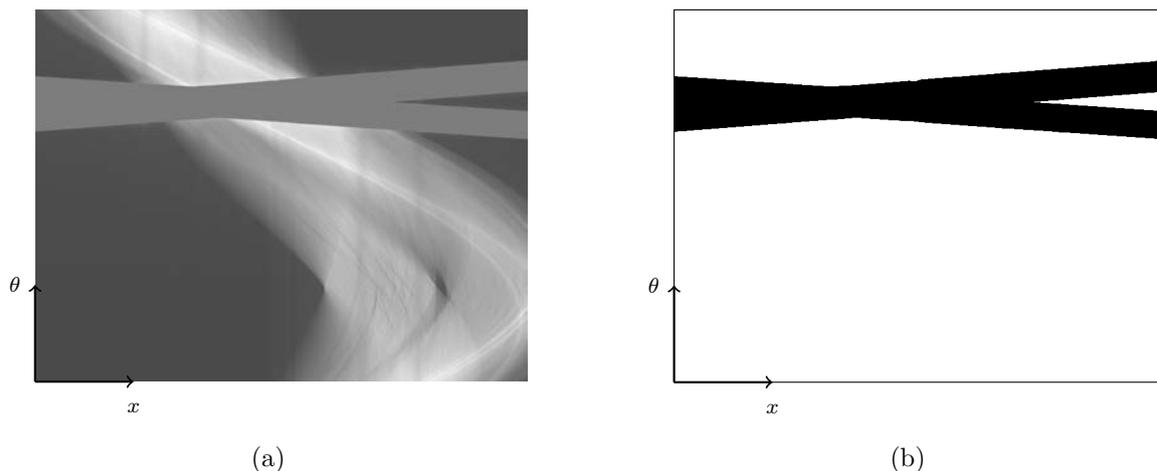


Figure 5.6 – Missing-data area on the sinogram due to the columns of the loading gantry. (a): sinogram slice; (b): missing-data area (in black). In the sinogram (a) the grey level of the missing-data area is set to the mean of the one of the rest of the sinogram.

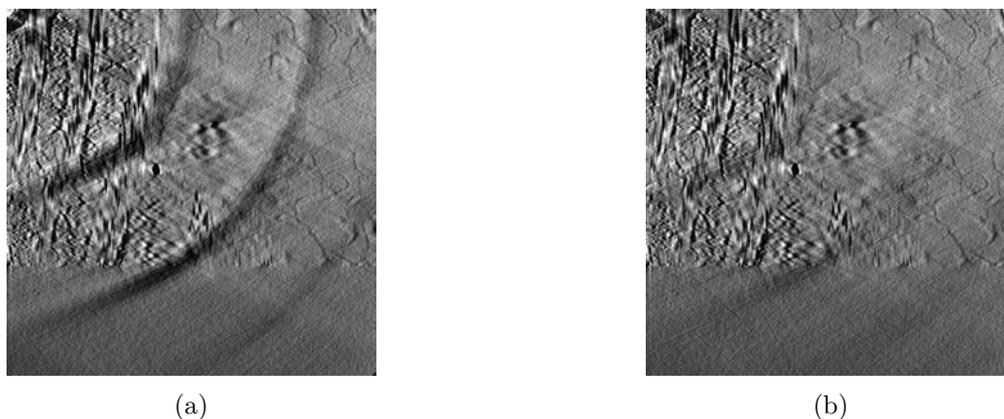


Figure 5.7 – Correction of ring artefact, zoom on a horizontal slice of the reconstruction: the center of rotation is on the upper left corner. The spots on the projections create dark rings in the gross reconstruction (a) which almost vanish on the corrected one (b).

as peak. Sinogram grey levels are re-adjusted using an x -dependant correction which smooths this profile. Figure 5.7 shows a reconstruction before and after correction.

The most commonly used and effective reconstruction algorithm is called filtered back-projection [Kak et Slaney 2001]. Nevertheless, this algorithm needs equi-angular full projections. Missing-data problem can be addressed by iterative reconstruction re-projection (IRR) [Nassi *et al.* 1982]. This procedure consists in first reconstructing the raw sinogram affecting an arbitrary value to the missing-data area. The reconstruction is then filtered and re-projected. The measured sinogram is completed in the missing-data area using the re-projection of the previously reconstructed volume. This loop is repeated as many times as needed. The efficiency of IRR depends a lot upon the quality of the filtering applied on the reconstruction. Recent work proposes a phase-field regularisation based on the assumption that the sample is composed of a finite number of phases. Using this regularisation, the number of IRR iterations to reach convergence is as low as three. The filter parameters are (with the notations of chap. 3 part 2): $\alpha = 5$, $\mu = 0.05\mu_{max}$ and $\xi = 1vx$.

To enlarge the field of view on the vertical direction, three scans are acquired. They are stitched along the Z -axis. The position of each scan is known pixel-wise from experimental set-up data. For each stitching, one image is scaled such as the mean grey level on the overlap area is the same for each image, so the grey level continuity is ensured.

To increase acquisition speed, a pink beam — rather than a monochromatic one — is used. The result of regularised-IRR is presented in Figure 5.8. Some beam hardening occurs and is perceptible where the sample cross section varies abruptly. To correct this last artefact, the SiC/SiC resistor is used as it is expected to have a quite homogeneous grey level. The mean grey level of each horizontal slice of a region within the resistor is computed. The curve obtained (mean against Z), is smoothed with a moving mean providing the corrective factor to applied slice by slice to restore homogeneity. In practice, the correction is made on the middle scan before the vertical stitching.



Figure 5.8 – Tomography of the sample where the beam hardening is noticeable: the part of the sample where the length crossed by the X-ray is higher appears darker.

The processed tomographic reconstruction of the sample in its initial state is shown on Figure 5.9. The entire zone of interest is visible here: the small arm and the elbow.

The signal to noise ratio (SNR) can be defined from the image as the ratio between the mean grey level value inside the sample and the standard deviation of the grey level in an area outside from the sample. The SNR of the initial step tomography is 12,3.

During pre-processing, some steps have to be done carefully (e.g. stitching) not to create additional artefacts not to deteriorate the data. The bias taken here is to avoid any over-correction on the zone of interest (i.e. in the material). The ring artefacts do not totally vanish. For the phase contrast, a global correction as Paganin's one tends to degrade the sharpness of images, thus the applied correction is light. Moreover, the phase contrast can reveal some under-resolved details, such as intra-tow pores (Fig. 5.10). After the corrections, signature of artefacts present in the projections has been considerably reduced so that they will not have a relevant influence on further exploitation (threshold determination, digital volume correlation, etc.).

2.4 Experimental results and discussion

Micro- and meso-structural integrity of the samples at the initial step

Tomography can be used to characterize material integrity of the samples to be tested. Figure 5.10 points out salient features of the tested CMC. Its complex woven structure and multi-phase matrix appears. In the current acquisition conditions, tomography describes the meso-structure well, namely the arrangement of the tows, and allows to surmise some elements of the micro-structure (e.g. tow section geometry or tow micro-porosity), even though their precise geometry cannot be determined. Beside tows and SiC matrix, defects are visible. Although the skin of the sample is well-infiltrated (matrix is dense and scarcely discriminated from the tows), infiltration is not perfect in the bulk. Matrix pores are numerous as well as ill-infiltrated MI-matrix areas — which are in fact zones filled with SiC powder. Infiltration deficiencies concentrate in the elbow

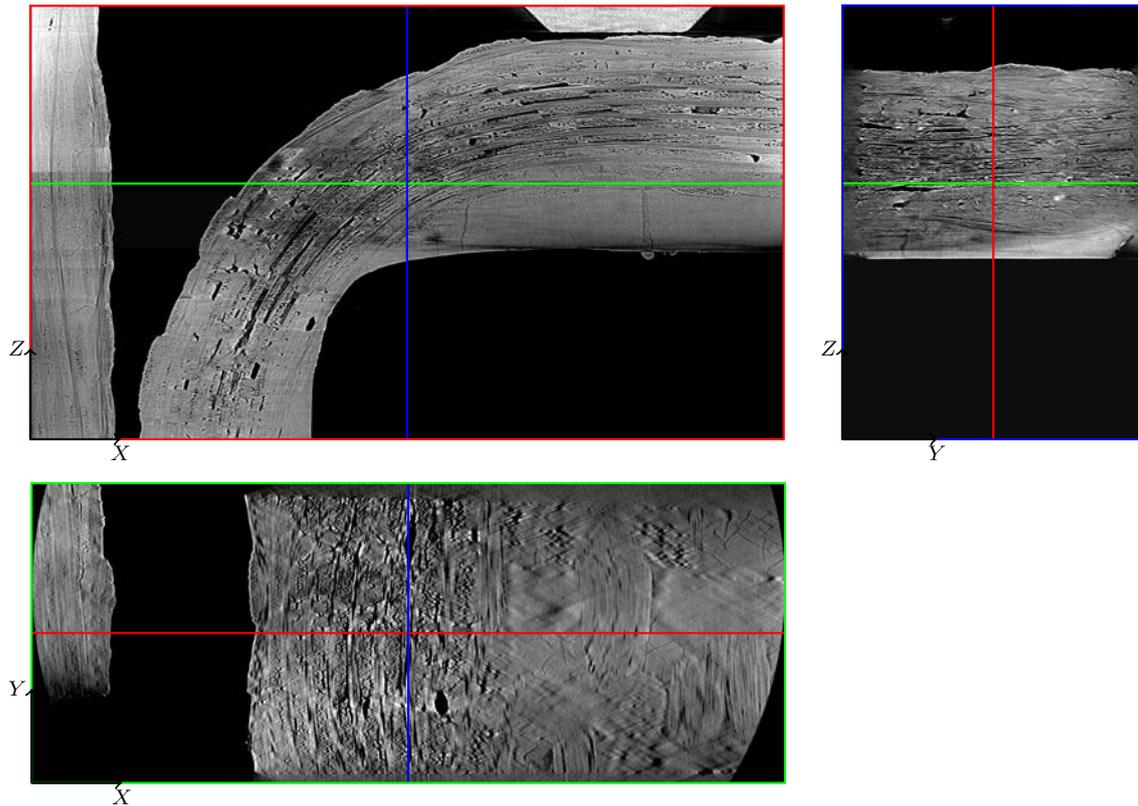


Figure 5.9 – Tomographic reconstruction of the initial step after all artefact corrections.

area, where the weave density is higher¹. Those defects are expected to lower the rigidity of the sample. No supplementary coating was applied on the machined surfaces during the fabrication of the sample, so these pores could be very problematic in operating conditions for which oxidation may occur. The temperature used in this test is lower than the highest temperatures encountered in service, where oxidation might occur.

The resolution of tomography is not sufficient to measure intra-tow porosity (fibre diameter is $12\ \mu\text{m}$ and pixel size is $3,14\ \mu\text{m}$). Their shapes are not correctly determined but they are observable on most of the tows in Figure 5.10.

A gross estimate of the porosity can be obtained cropping and thresholding the reconstructed volumes. It also provides pore map as the one depicted in Figure 5.11. The choice of the threshold

¹The sample micro- and meso-structure should be compared to the one of a plan sample displayed in Figure 1.3a: the weave density is regular and the quality of the infiltration is better.

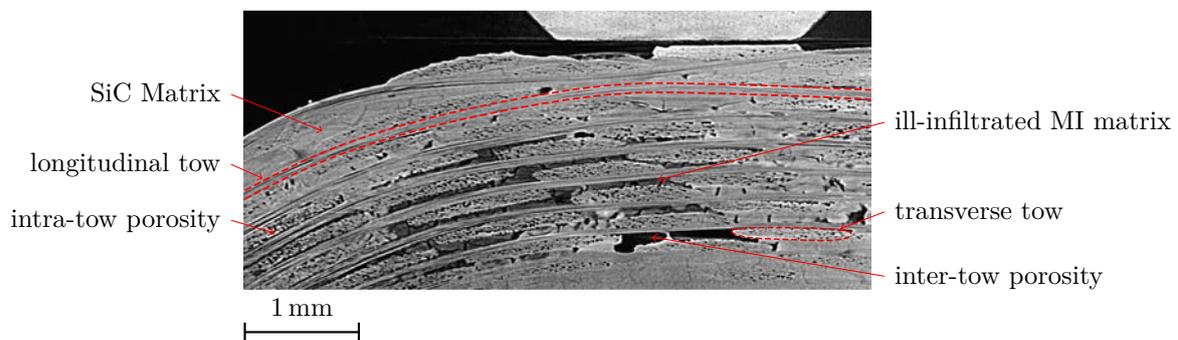


Figure 5.10 – Sample micro-structure: zoom on an XZ slice of the tomography in the initial state.

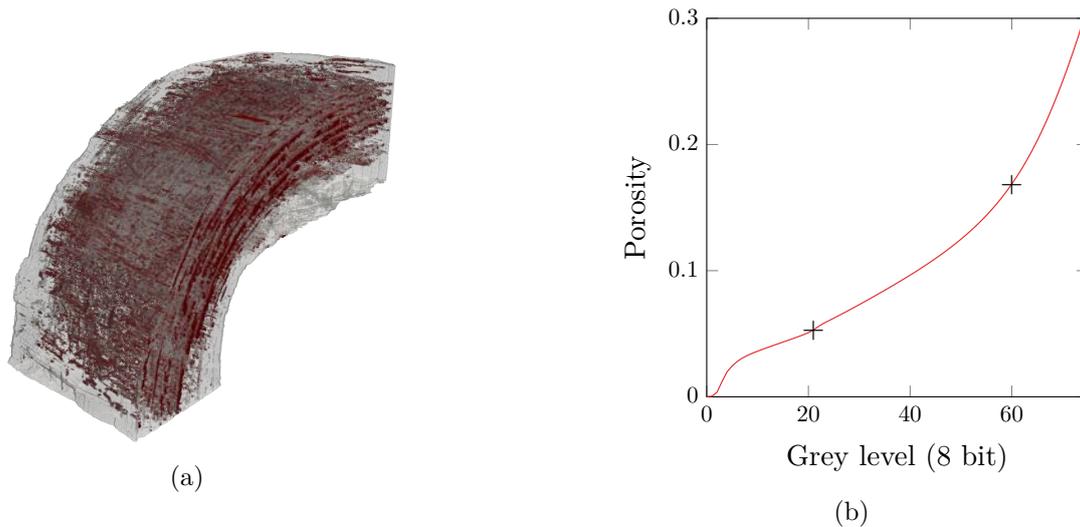


Figure 5.11 – Porosity of the sample, pore map (a) Effect of the threshold on the determined porosity (b).

has a huge influence on the porosity. In the present case, two values are interesting. The first one focusing on true pores at the voxel level provides a lower bound on the porosity. The second one, in contrast, is based on ill-infiltrated matrix, and can be used as an upper bound. The second one makes sense mechanically as the agglomerates of SiC powder are not expected to have a significant influence on mechanical behaviour. Moreover, some open pores of the sample were ill-infiltrated matrix zones before machining. The curve (Fig. 5.11b) provides an estimate of the uncertainty which can be defined as the porosity variation induced by the variation of the threshold of one grey level. Porosity values are $5,3\% \pm 0,3\%$ without taking into account SiC powder zones and $17,5\% \pm 0,6\%$ taking them into account for the High Temperature (HT)-test sample.

Overall behaviour

The incremental sensor of the punch actuator and the load cell provide a hereafter called *macroscopic response* of the sample. To take into account the compliance of the loading cell, the incremental sensor displacement is re-adjusted using tomographic data as explained in the appendix.

During the test at room temperature (Fig. 5.12a), four loading steps are performed (in addition to the initial acquisition (a)). A slight relaxation is observed during each acquisition step. The response is close to linear up to step (d). A macroscopic crack suddenly occurs and propagates between step (d) and step (e). After step (e), the force continues to increase with the displacement, showing that the sample exhibits a residual mechanical resistance because the crack does not propagate throughout the entire thickness. A post-mortem observation of the sample reveals that the main crack starts from the outer surface of the corner elbow and propagates radially.

During the test under thermal gradient, the resistor is maintained at about 1100°C while the cold point of the sample remains at about 300°C . Five acquisition steps are performed. The rupture of the sample occurs abruptly during step (f). Relaxation phenomena are initially of small amplitudes, quite comparable to the test performed at room temperature. They increase, after step (d), when a loss of rigidity is observed. The apparent rigidity is lower than the one observed at room temperature. Such a difference is unexpected. Indeed, SiC/SiC mechanical properties do not vary much with temperature and the two samples were machined from the same part and were selected because they exhibited an equivalent meso-structure (same type and equivalent distribution of defects).

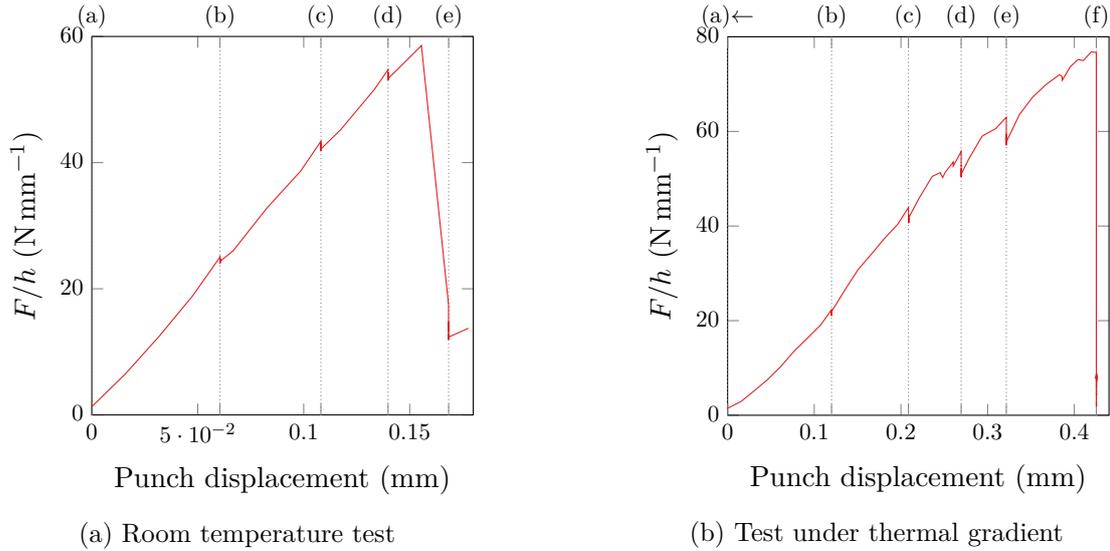


Figure 5.12 – Force displacement curve of in-situ experiment. Tomographic and thermographic acquisitions are indicated by letters. The punch displacement is re-adjusted as detailed in appendix.

Observation of damage

The combination of the geometry of the sample, its structure and the load tends to concentrate the stress in a given area. Contrary to more regular loading (e.g. tensile test), cracking is localised and occurs rather abruptly. No network of micro-cracks is observed on the volume. The main crack initiates in the outer skin of the elbow and it is located close to its junction with the clamped arm (Fig.5.13). It coincides with the area where a macro-scale thermo-elastic finite-element simulation (i.e. considering an homogeneous, orthotropic material) predicts that the maximum principal stress is maximal. The part geometry thus plays a first order role in damage localisation. Then the crack propagates within the bulk of the sample, being deviated by the woven-structure as shown from its irregular path.

The crack propagates mainly within tows or at the interface between tows and matrix. From Figure 5.13, one may infer that the main crack initiates from the outer skin of sample, breaking through transverse and longitudinal tows. In bulk transverse tows, the crack divides in offshoots which are connected at each end. Crossing longitudinal tows, it is deviated and leads to fibre debonding within the tows or at the tow-matrix interface. The cracks also follow the porosities surrounding tows. All observed damaged longitudinal tows broke at a single position.

Outside of the damaged area, no evidence of damage is visible in the reconstructed volume (besides the breakage of a longitudinal tow on a machined edge, just under the punch, which had already occurred at step (e) and did not seem to propagate after that). Within the spatial resolution, failure appears to be sudden, and hence the overall behaviour, brittle. This is in line with the design of such parts where ultimate loads coincide with the “first damage” that can be detected.

2.5 Conclusion

An experiment was carried out to characterize a sample with a non-conventional geometry submitted to complex loading. The SiC/SiC samples presented here have a corner shape. On such samples, the failure location is driven at the first order by the geometry which induces stress concentration. The failure is brittle as the propagation of a main crack without any evidence of a network of diffuse micro-cracks.

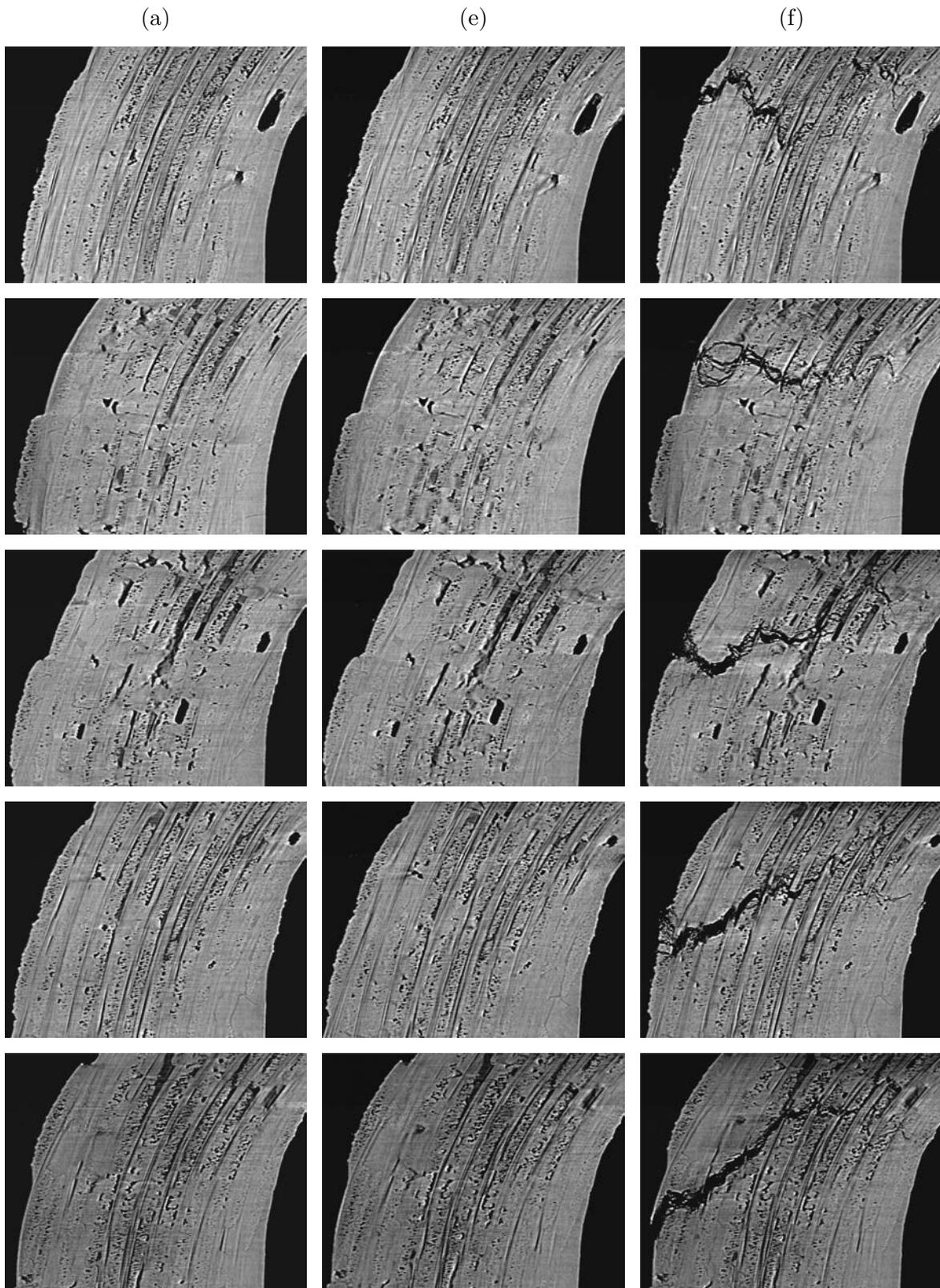


Figure 5.13 – Crack path for the high temperature test for slices taken every 630 μm : (a) initial state, (e) at last step before failure, (f) after failure.

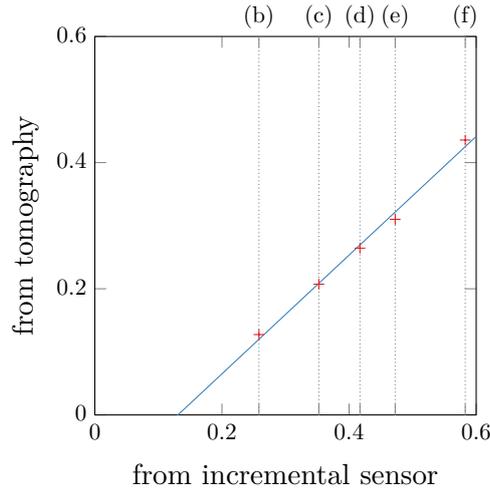


Figure 5.14 – Re-adjustment of the punch displacement (mm).

Experimental constraints lead to difficult tomographic acquisition conditions which in turn require a careful processing of images for tomographic reconstructions (namely regularised-IRR) so that missing data and artefacts can be circumvented. However, the required image processing provides high quality reconstructed volumes.

The in-situ tomographic study gives keys to understand the physical phenomena leading to the sample mechanical behaviour. The present article focuses on qualitative considerations. Nonetheless, the quality of the volumic images allows for their quantitative exploitation using Digital Volume Correlation (DVC). A thermo-mechanical integrated-DVC was developed to identify the material properties of the meso-scale model of the sample and will be discussed in part 3.

The experimental device was designed to be versatile enough to be used with other sample geometries. It was used to test T-shaped samples or corners under four points bending. The processing protocol remains the same. Future thermo-mechanical tests may be designed either:

- to validate modelling, so that geometry or thermo-mechanical loading are optimized to be as sensitive as possible to parameters whose access is difficult; or,
- to investigate ultimate loads, for an experimental validation of the admissible service (or extreme) conditions.

Both of these two orientations aim to understand the material behaviour and to check the reliability of such complex parts for multi-axial thermo-mechanical loading.

Appendix

The displacement of the punch is not directly measured during the experiment. Only the incremental sensor of the motor is recorded continuously. More accurate data are available at each acquisition step: the position of the punch is known from tomography. Its position can be plotted against the estimated one (Figure 5.14). Assuming the error on the sensor displacement is mainly due to the compliance of the loading machine, the transformation from sensor to tomographic displacement can be adjusted to an affine law. It is determined from a linear regression on the few available points. This transformation is used to correct the entire displacement curve.

The displacement data used in the graphs of Figure 5.12 were corrected using the above calibration.

Moreover, the displacement of the visible part of the long arm of the sample can also be computed using a simplified Digital Volume Correlation on a small region of interest allowing only for rigid body motion. It should be used to assess the absence of sample slip in the grips. In the present case, no evidence of significant slip was found. The zone of interest moves as it is located 1 cm above the clamped zone. The vertical displacement in this area is one order of magnitude

lower than the punch displacement and is nearly proportional to it (considering acquisition steps (b) to (e) for the high temperature experiment, Fig. 5.12b).

3 Quantitative characterisation by Integrated Digital Volume Correlation

Reproduced from

TURPIN, L. ROUX, S. BÉNÉZECH, J. COUÉGNAT, G. CATY, O. DENNEULIN, S. et MARTIN, É. (soumis). Quantitative thermo-mechanical characterisation of 3D-woven SiC/SiC composites from in-situ tomographic and thermographic imaging.

3.1 Introduction

The meso-structure has a determining influence on the overall behaviour of the material. Recent studies aimed to link the micro- and meso-structures to the macroscopic behaviour of the composite [Mazars 2018; Mendoza Quispe 2019; Bénézech 2019; Sherman *et al.* 2019]: the structure of the part (or the sample) is explicitly described thanks to an image-based geometrical model. Those models are able to reproduce qualitatively the observed behaviour of the material, up to the onset of damage localisation. One of the great advantage of such an approach is that one can investigate not only regular sample extracted from a periodic weaving pattern, but also parts that have been shaped to a specific design, thereby possibly exhibiting specific properties induced by the deformation of the weave. To highlight such a benefit, a dedicated quantitative characterisation is proposed hereafter.

The multi-scale, inhomogeneous and anisotropic nature of the material requires innovative and heavily instrumented tests that can feed models based on a genuine description of the micro- or meso-structure. To access the material meso-structure in the bulk, X-ray tomography is a well suited tool. It provides a volume (3D) image of the X-ray absorption coefficient. A local damage due to loading can be observed and measured carrying out *in-situ* experiments instrumented by tomography [Maire *et al.* 2020]. It is especially efficient to observe cracking (localisation, morphology, etc.). Tensile tests have already shown the capability of such an approach for the study of CMCs at high temperatures [Mazars *et al.* 2017a; Bale *et al.* 2013]. During in-situ tests, X-ray tomography coupled with Digital Volume Correlation (DVC) gives access to displacement field in the bulk of the sample [Roux *et al.* 2008; Hild *et al.* 2016]. The displacement field is computed relying on the texture of the volume which is nothing but the meso-structure of the woven sample. The latter limits the accuracy and resolution of the DVC-computed displacement field [Chen *et al.* 2020b]. A relevant way to bypass this limitation is to take into account the sample model during DVC computation performing *integrated-DVC* (IDVC) [Roux *et al.* 2008]. For thermo-mechanical experiments, temperature field can be measured by infra-red thermography to be used as thermal boundary condition for IDVC [Archer *et al.* 2020].

The present paper details the identification of material parameters of an image-based model which conforms to the actual meso-structure using in-situ experiments. The purpose is to better understand CMC parts behaviour under complex loading. These experiments were carried out on a dedicated thermo-mechanical testing machine on the PSICHE beam-line at synchrotron SOLEIL and are described in a chap. 5 part 2. The sample was subjected to severe thermal gradients and multi-axial loading. Infra-red measurements are cast on the surfaces of the sample 3D finite element mesh based on a self-calibrated projective model. The testing machine, for load capacity, had stiff columns that obscured in part the projections (radiographs). Nevertheless, using a tailored reconstruction procedure, and artefact corrections, one could successfully reconstruct high quality 3D images. It is those images that the present study exploit through the IDIC procedure.

An efficient exploitation of the huge amount of data provided by full-field measurements is quite challenging. An original procedure was developed to identify parameters of a model enabling in turn its validation.

The IDVC procedure is described in section 3.2 in which the construction of the model is detailed and the identification method is discussed. Section 3.3 presents the results of an identification on a high-temperature test on corner samples. In the section 3.4, the quality of results and the relevance of the chosen model are discussed. Concluding remarks and perspectives are proposed in section 4.

3.2 IDVC procedure

Thermo-mechanical model

As already proposed by Bénézech et Couégnat [2019], the sample woven structure is described explicitly by textile descriptors: neutral fibres and several sections (with a polygonal geometry) of tows. Thanks to those descriptors an image is built, its grey levels refer to tow section labels and are linked to a table of properties (containing phase and orientation). Those textile descriptors can be obtained from tomography. Needless to say that in SiC/SiC composites there is a lack of contrast between matrix and fibres because they are both made of silicon carbide. The segmentation of the woven structure is thus difficult on fully elaborated materials, Bénézech and Couégnat proposed to do it before the infiltration of the matrix (on the so-called woven preform). However, tomographies of the preforms of the studied samples were not available. Instead, a simulation of the preform shaping was used in order to generate the model. Let us emphasize that even if the model does not match the actual meso-structure perfectly, the possibility to use a simulated model instead of the actual sample micro-structure is an additional attractive feature of the proposed methodology. In addition to the identification of the constitutive parameters, the simulation of preform shaping may by itself be (in)validated. This side exploitation however will not be further explored in the present study. The overall shape of the infiltrated sample is determined thanks to the tomography, so does the meso-pores repartition. The pores are taken into account in the model if they do not intersect the idealised woven structure.

The used macro-scale mesh is non-conform: it does not describe explicitly the meso-structure (Fig. 5.15). The properties of each element are computed from the properties of the phases it contains using an equivalent-laminate model (meaning the properties of each element is the weighted “mean” of the properties of its phases), thanks to a dedicated Abaqus UMAT [Bénézech 2019].

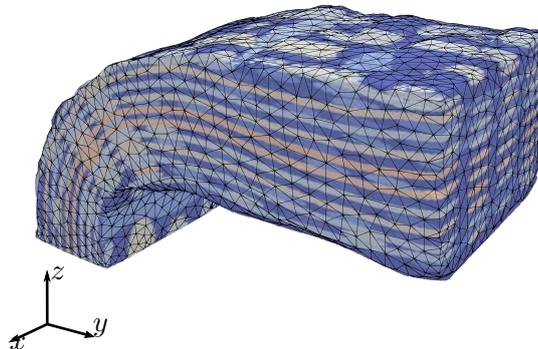


Figure 5.15 – Corner sample: meso-structure and macro-scale mesh of the sample (mesh size 0,252 mm), the color of the tows refers to their labels.

It has been decided to identify the properties of the macro-scale model assuming the composite elementary constituents have a linear thermo-elastic behaviour in the range of temperature and strain experienced in the test. The matrix is isotropic and the tows are modelled as transverse

isotropic material. They are both considered homogeneous and the properties of all tows are identical.

As the thermal gradient in the sample is important, the variation of the properties with temperature has to be taken into account. In the considered temperature range (from room temperature to 1200°C), the SiC properties vary linearly with the temperature [Sakaguchi *et al.* 1991]. This observation is extended to tows properties. The properties of each component at the two extreme temperatures are listed in Table 5.1, resulting in 2×9 parameters to be identified. The two expansion coefficients of the tows k_{11} and k_{22} have a very low sensibility and deteriorate the conditioning of the problem. As the anisotropy of the expansion coefficient of tows is low and its value is close to the matrix one, we consider that the expansion coefficient of the tows is equal to the matrix one $k_{11} = k_{22} = k$.

The sample is clamped in its lower part. In the model, the lower section of the mesh is assumed to be subjected only to rigid body displacement and to thermal dilatation. Those parameters are determined by standard Digital Volume Correlation (DVC) over a zone of interest surrounding this surface. The load is applied on the horizontal arm with a punch. The geometry of the punch — a flat punch rather than a half-cylinder — was chosen for manufacturing reason. To model the boundary condition, it is assumed at first that the entire lower surface of the punch is in contact with the sample.

The temperature field is re-projected from multi-view infra-red acquisition (Fig. 5.16). It is used as thermal boundary conditions.



Figure 5.16 – Temperature field in the sample, cut at the middle plane (°C).

Identification procedure

DVC consists in computing the displacement field between two tomographic images based on their texture and assuming grey level conservation [Buljac *et al.* 2018a]. With global DVC, the displacement field is expressed on a kinematic basis, itself supported by a finite element mesh. The exploited image texture is directly the contrast of the micro-structure without any further alteration. In SiC/SiC composites, the structure is not uniformly distributed and tow major axes have the same order of magnitude as the thickness of the part. In classical DVC, the mesh should be very coarse. A more tailored basis can be used: Integrated-DVC (IDVC) directly uses a kinematic basis composed of the sensitivity fields with respect to the parameters of the sample model [Hild et Roux 2006a]. Sensitivity fields are defined as the displacement fields that result from an infinitesimal change of one parameter, keeping all other parameters as fixed. Among full-field measurement based methods, IDVC proves to be the best identification procedure to minimise the uncertainty on the identified parameters provided the model is a faithful description of the sample and its boundary conditions [Roux et Hild 2020].

Bertin *et al.* [2016b] detailed the IDVC procedure. The DVC residual is the difference between the reference volume and a deformed one corrected by the current determination of the displacement field. IDVC thus aims at finding the set of parameters which minimises the norm of this residual. First the sensitivity fields of the parameters to identify are computed, then the residuals

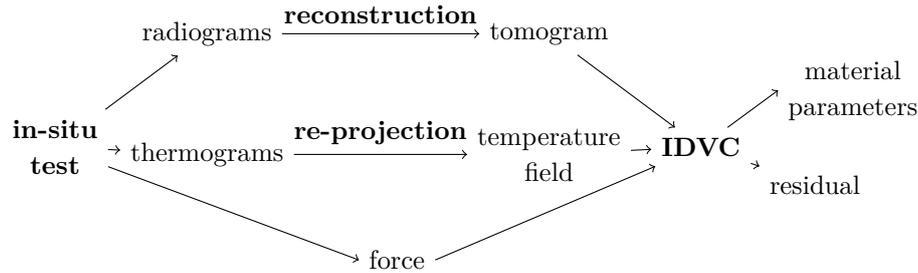


Figure 5.17 – Scheme of the exploitation procedure for measured data

are projected onto space generated by the sensitivities (i.e. using a Newton-Raphson algorithm). The amplitude of the projection along each individual sensitivity field gives an estimate of the correction of the corresponding parameter. As the problem is non-linear, the sensitivity fields are to be re-computed after each iteration. The convergence criterion is defined using the norm of the correction increment of parameters, ensuring the stationarity of the solution.

However, the computation of the sensitivity field is a time-consuming step. To speed up the IDVC convergence, in between actual updates of all sensitivity fields (“outer iterations”), they are kept fixed for several “inner iterations”. It is important to find a good balance between outer and inner iterations. The criterion to update sensitivity fields is based on the gap between the value of the parameter when the corresponding sensitivity was computed, and the current value.

While the sample is considered as linear elastic, material properties do not vary from an acquisition step to another. It is therefore relevant to perform only one minimisation embracing all the steps in a so-called spatio-temporal approach.

In practice, sensitivity fields are numerically computed with the finite element model of the sample and using Abaqus. IDVC is performed using Correli².

The Figure 5.17 illustrates the chaining of the experimental exploitation sub-processes.

Examples of sensitivity fields

The sensitivity of the displacement field with respect to the variation of parameters is considered here. To appreciate the influence of one parameter some examples of sensitivity fields are shown in Figure 5.18. Even if the material properties are not spatially homogeneous, the corresponding sensitivity fields are rather smooth. Sensitivities along z -axis is about zeros for most of the parameters. Indeed, the sample displacement in this direction is constrained by the boundary conditions. In return, the sensitivity fields along z on those boundary conditions are very high.

The uncertainty of global DVC, in good conditions is about a tenth of pixel (here about $1\ \mu\text{m}$). All the considered parameters must have a maximal sensitivity magnitude at least higher than $1\ \mu\text{m}$ for a relative variation of 1%. This observation suggests that one should be able to identify these parameters. For instance, the sensitivity on the thermal expansion coefficient, k , is rather low, it reaches the limit of the measurement capacity.

From one parameter to the next, the intensity of the sensitivity field can vary by more than one order of magnitude. Moreover some fields have quite the same general shape (room temperature E and high temperature E) and only distinguish by their intensity and can lead to indetermination. Those two points result in a very poor conditioning of the identification problem.

²Correli is LMT’s DIC and DVC toolbox.

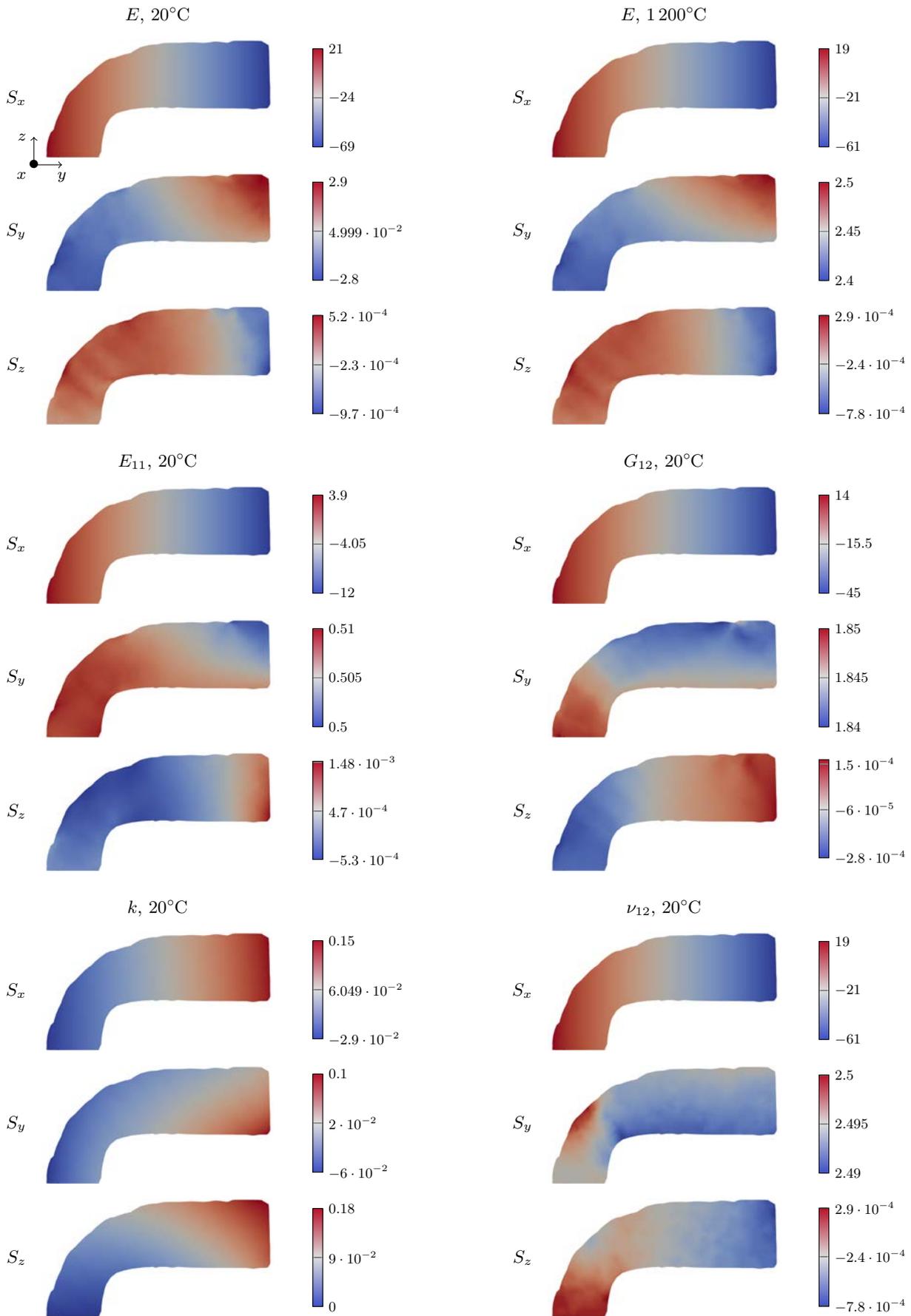


Figure 5.18 – Some sensibility fields cut in the middle plane of the sample: displacement (μm) induced by a relative variation of parameter of 1%.

	description	T (°C)	initial	estimated	uncertainty
E (GPa)	matrix Young modulus	20	310	304	2
		1 200	276	202	5
ν	matrix Poisson ratio	20	0,17	0,17	1.10^{-4}
		1 200	0,17	0,17	6.10^{-5}
k (K $^{-1}$)	matrix coefficient of thermal expansion	20	$4,7.10^{-6}$	$4,16.10^{-6}$	1.10^{-8}
		1 200	9.10^{-6}	$8,74.10^{-6}$	3.10^{-8}
E_{11} (GPa)	tow longitudinal Young modulus	20	320	320	3
		1 200	306	303	5
E_{22} (GPa)	tow transverse Young modulus	20	146	127	2
		1 200	120	122	2
G_{12} (GPa)	tow shear modulus	20	59,6	60	5
		1 200	47,6	54	6
G_{23} (GPa)	tow shear modulus	20	64	47	2
		1 200	64,8	44	4
ν_{12}	tow Poisson ratio	20	0,176	0,17	3.10^{-2}
		1 200	0,175	0,17	3.10^{-2}
ν_{23}	tow Poisson ratio	20	0,15	0,12	4.10^{-2}
		1 200	0,137	0,12	4.10^{-2}

Table 5.1 – DVC results for the test at high temperature. Initial values are from [Mital *et al.* 2009] and [Bénézech 2019].

3.3 Results

Model validation

The identification procedure is initialised with material properties issued from the literature. The displacement fields determined by the first finite element simulation are used to compute the initial residual. This residual field is relevant as long as the thermo-elastic model is. Our analysis is so performed over all data collected prior to a first visible sign of damage.

Figure 5.19a corresponds to the heating step (before any mechanical loading), Figure 5.20a to the first mechanical loading step. Those initial residual fields are very satisfactory because the visible gaps are small. The chosen model and properties are thus relevant as they are already able to reproduce well the behaviour of the sample. The aim of the identification procedure is to find the material properties which minimise this gap.

Identification of the material parameters

The results of the identification of thermo-elastic material properties for an high temperature test are shown in Table 5.1. Inner iterations take about twenty seconds and outer one, ten minutes (using parallel computation for sensitivity fields).

In general, the differences between final and initial values are rather low. The initial value of the matrix Young modulus is overestimated and that of its thermal expansion coefficient is underestimated. These differences would be explained by the micro-scale porosity which remains after the matrix elaboration. Indeed, due to shaping of the woven structure some area of the matrix may become difficult to infiltrate. Furthermore, the estimation of the meso-scale porosity is imperfect: as an ideal woven structure was used to build the model (which does not match perfectly the actual one), the porosity map obtained from tomography intersects some tow. Not to break the continuity of tow, those pores were not considered. So the porosity of the model is lower than the one of the sample.

The initial values of tow properties are the effective parameters proposed in [Mital *et al.* 2009] which stem from the homogenisation of a unidirectional tow. The final longitudinal values of tow properties remain close to the initial values. Although homogenization is very crude, the results appear to be accurate. The transverse properties, namely shear modulus G_{23} , are a little overestimated. Micro-mechanical simulations of tows show its porosity has a huge impact on their transverse properties [Gélébart et Colin 2009]. The initial overestimate of the traverse properties could be induced by the underestimation of porosity. As pointed out in the part 2, the infiltration of our samples is not complete. The tows porosity may be a little higher in bulk than on the skin of the specimen in the bent regions.

Uncertainties are discussed in part 3.4.

3.4 Discussion

Capability of the present test

Using a quite complex test, as the proposed corner bending test, is a good way to have access to a large set of material properties. As the loading state of the sample vary from one area to the next, most constitutive parameters influence the observed displacement fields.

The influence of each parameter can be evaluated considering the diagonal terms of the Hessian matrix of the sensitivity matrix. The good conditioning of the Hessian matrix allows one to judge the relevance of the considered test for the identification of considered parameters. Indeed, the conditioning quantifies the relative influence of the less sensitive parameter with respect to the one of the most sensitive parameter.

Comments on the errors

The remaining errors at the end of the identification is measured by the final residual. Two types of error can be distinguished:

- the model error;
- the measurement uncertainty.

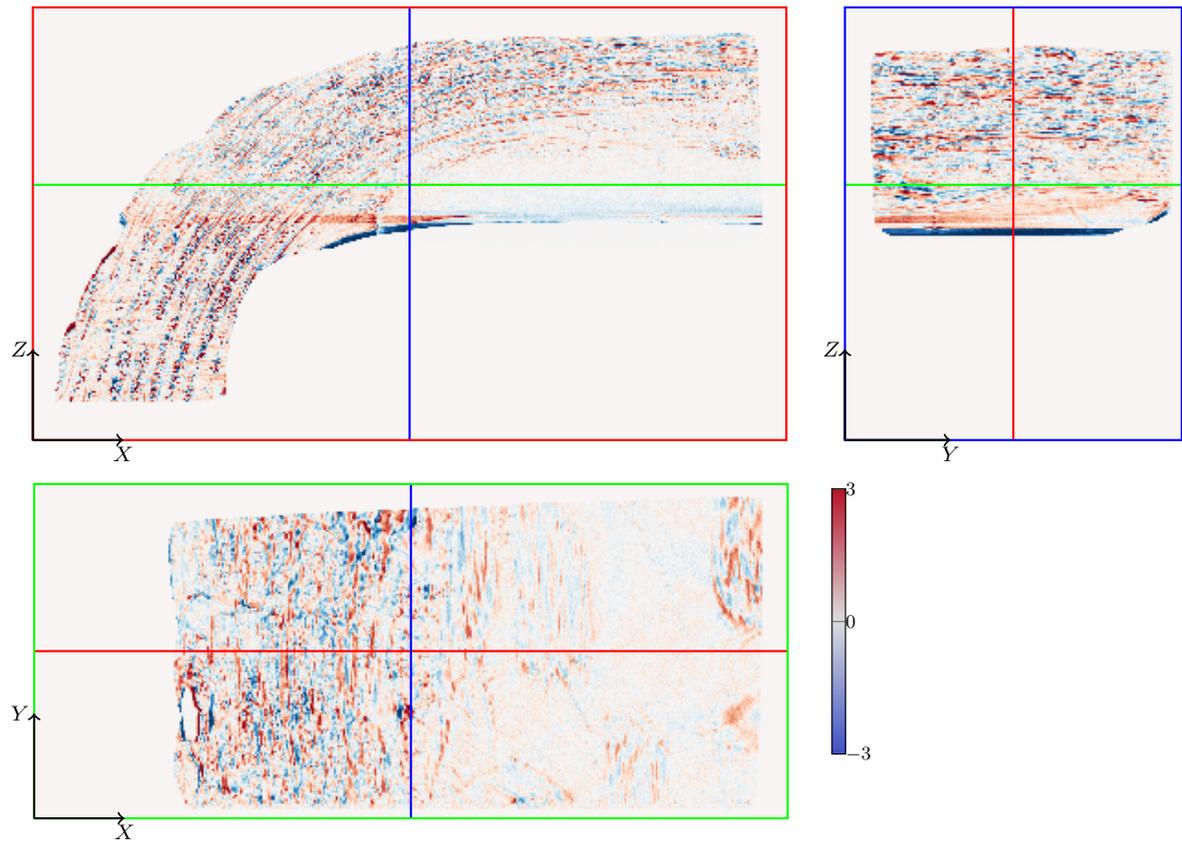
The model error is the gap between the real sample behaviour and its simulated behaviour. It induces an error on the converged displacement estimation which appears distinctly in residual fields. In the present case, model error can be, at least partly, explained by the use of an ideal woven structure to build the enriched macro-scale model of the sample instead of the actual one.

Tomography artefacts are an additional source of model error. Indeed, a polluted tomographic images does not trustfully reproduce the sample micro-structure and can affect DVC computation. To perform DVC the grey levels of the image are assumed to be an intrinsic property of each sample voxel. Typically, the grey level of a physical point is assumed not to vary during the test. Most of tomographic artefacts are static in the detector frame, so they affect different material points from one step to the following. It is important to reduce them by pre-processing the volume images. As they do not entirely vanish, some of them remain visible in the residual. For instance, some ring artefacts are visible in Figure 5.19 and 5.20, in the (X, Y) -plane.

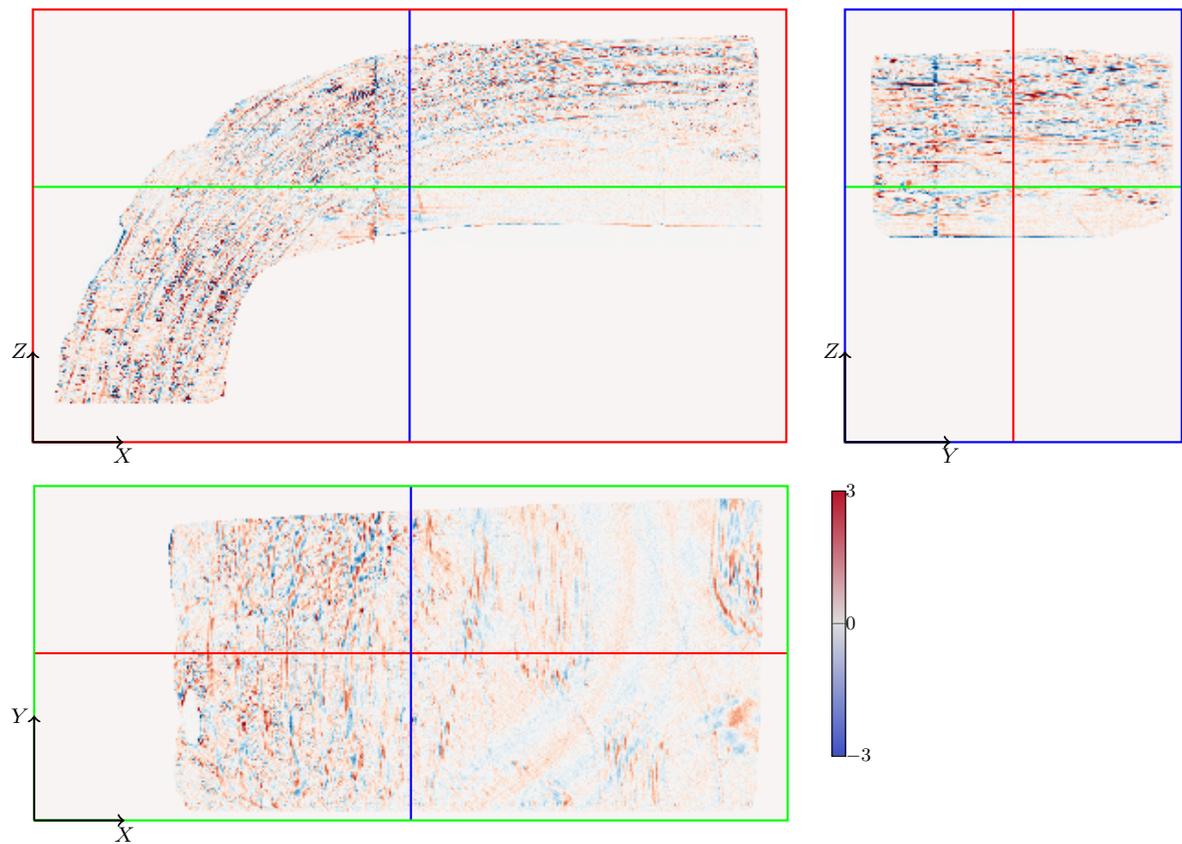
Figure 5.19 shows the residual of the heating step at the beginning of the test. The displacement field induced by the thermal expansion is properly reproduced by the model as the residual almost exclusively reveals out noise and tomographic artefacts.

Figure 5.20 corresponds to the first loading step. If the displacement field is globally well estimated (the sample borders almost vanish), the woven structure appears in the residual. Although those results are less satisfactory, the model with identified parameters reproduces well the global deformation field of the sample.

Some estimates of the measurement uncertainty is displayed in Table 5.1. It is the one induced by the noise on the raw measured fields (i.e. the noise level of tomography and that of the force) fixing all other parameters. The variance of given parameter is the diagonal term of the inverse

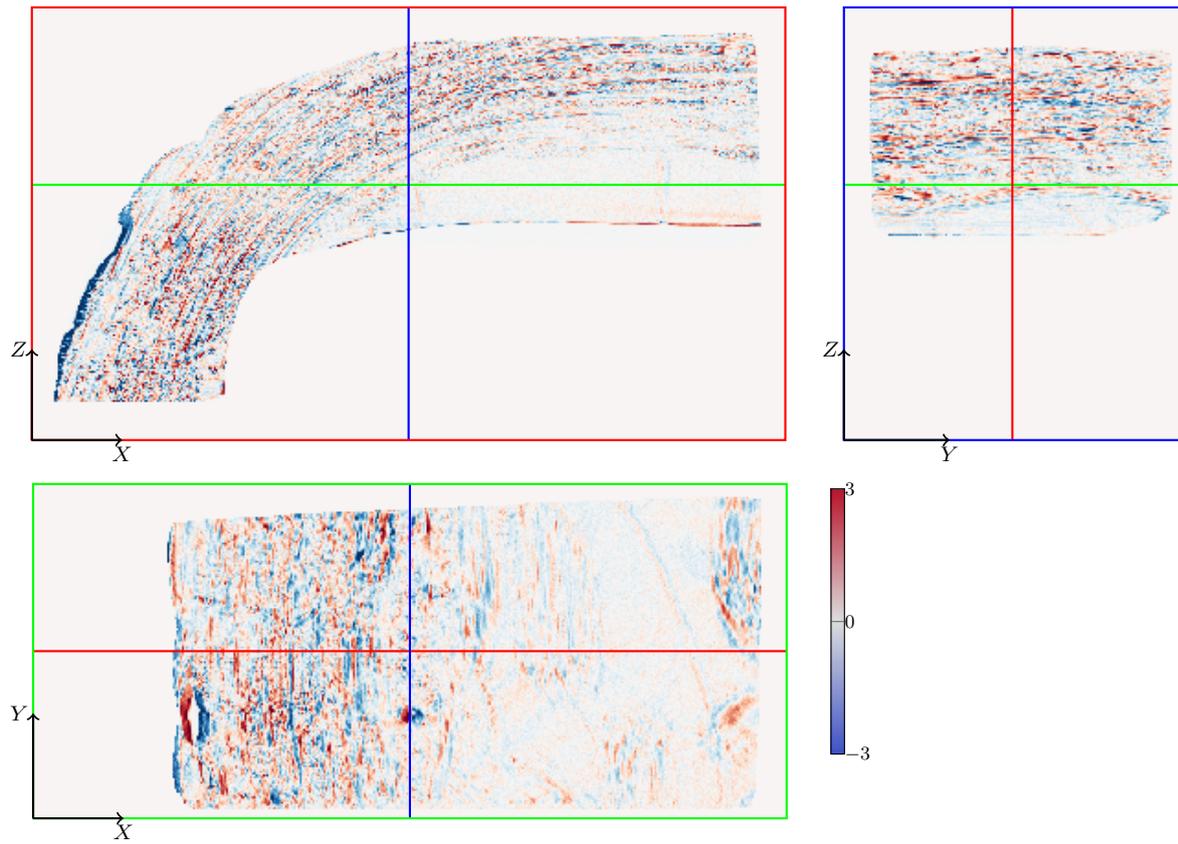


(a)

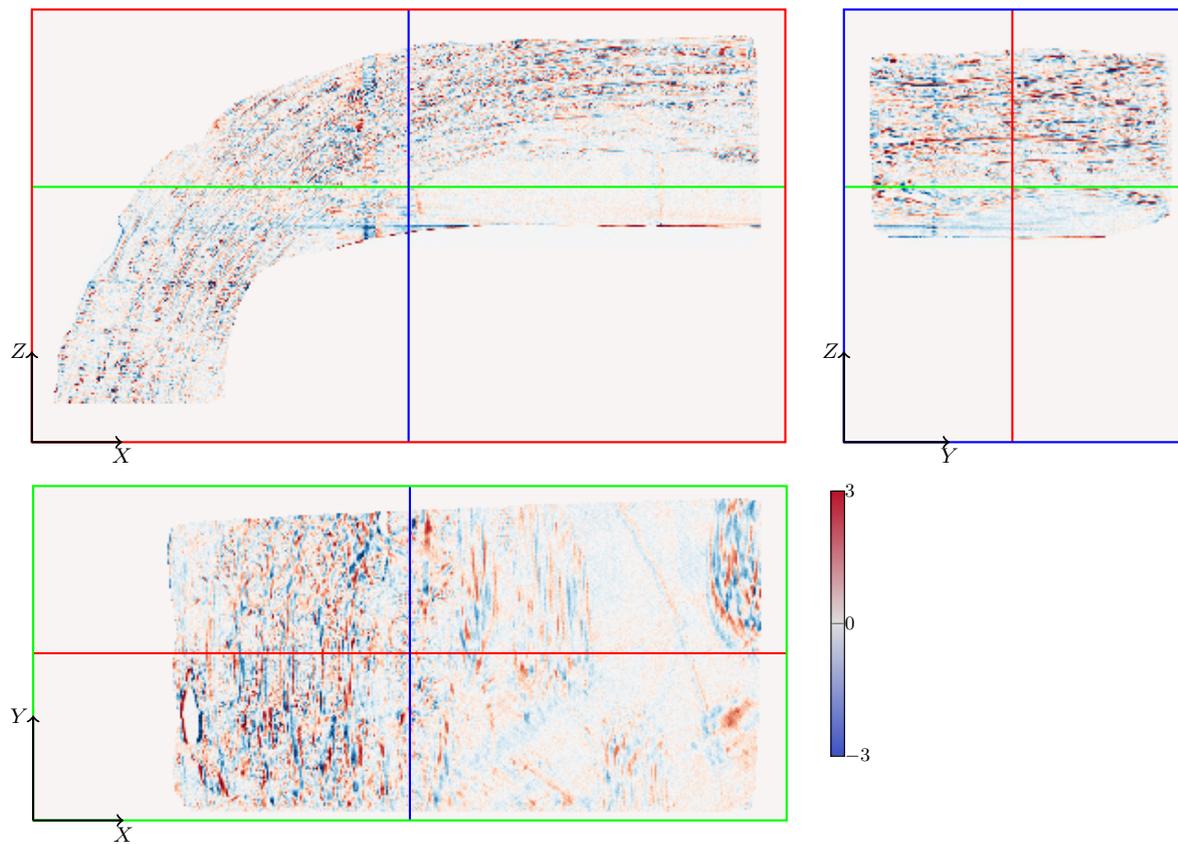


(b)

Figure 5.19 – Residual field, ρ , for the heating step: (a) initial state $\|\rho\| = 5,54.10^3$; (b) converged state $\|\rho\| = 4,28.10^3$.



(a)



(b)

Figure 5.20 – Residual field, ρ , for the first loading step: (a) initial state $\|\rho\| = 5,66.10^3$; (b) converged state $\|\rho\| = 4,95.10^3$.

IDVC Hessian matrix [Roux et Hild 2006]. It corresponds to the uncertainty on the parameter if there were no model error and if all other parameters were set to their values. It is in fact the lower bound of the uncertainty. To fully characterise the uncertainty it is necessary to take into account the coupling between parameters and to consider the full covariance matrix of the problem (or its invariants, e.g. its eigenvalues). The coupling of parameters can be illustrated considering a sub-problem with two degrees of freedom, in Figure 5.21 two couples of parameters have been chosen : (a) room temperature E and E_{11} (matrix and tow young moduli respectively) and (b) room temperature G_{12} and G_{23} (tow shear moduli). For the latter, the ellipse axes are almost parallel to the parameters basis axes, G_{12} and G_{23} are only slightly correlated and hence, the previous conservative estimates do coincide with the true uncertainty. In contrast, for the former, the two parameters are very much correlated, the estimation of the uncertainty should take into account the coupling.

Let us consider the degenerated case where the variance of one parameter is zero and the variance of the second one is infinity (i.e. a problem including an undetermined parameter). If there were no coupling between those two parameters, the ellipsoid become a line parallel to the corresponding axis and the true uncertainty of the first parameter is actually null. And if the parameters are coupled, the line is tilted and the true uncertainty of both parameters is infinity. Undetermined parameters have so to be determined *a priori* using any other measuring instrument to set their value and their uncertainty before resolving the inverse problem.

For the full problem the uncertainty hyper-surface is a 22-dimension hyper-ellipsoid whose full knowledge is necessary to assess the uncertainty of any property which depends on any arbitrary combination of parameters. From an engineering point of view, such a determination is impractical and difficult to communicate. In practice, one generally aims to determine one parameter considering all other as known. The uncertainty on that parameter is then the intersection of the ellipsoid with the line describing the quantity of interest.

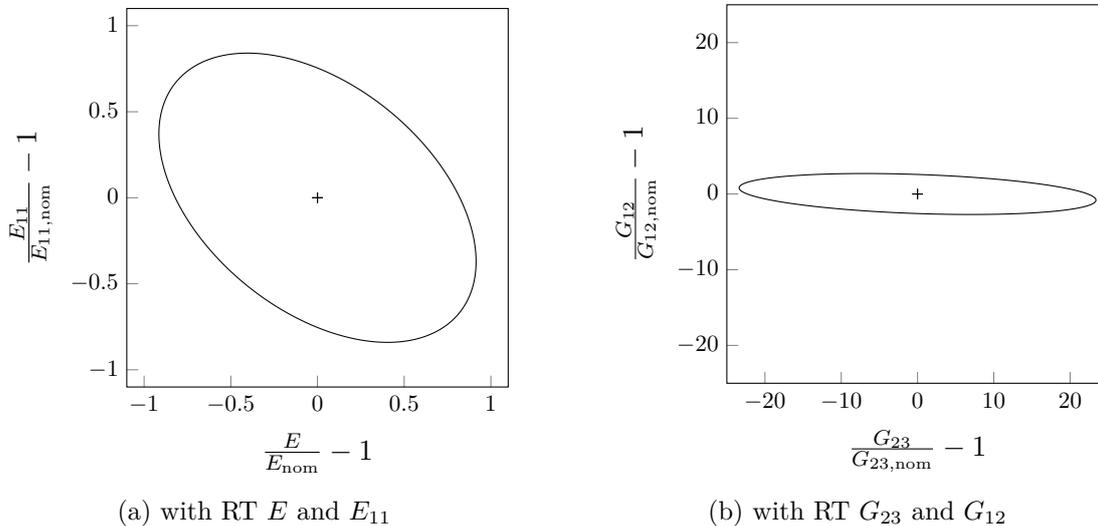


Figure 5.21 – Uncertainty ellipsoid (%) for some two-parameter problems.

In a given experimental condition, this error is directly related to the ratio between the values to identify and the amount of experimental data. With that in mind, the proposed spatio-temporal approach is relevant as material parameters are determined once for the full test rather than independently for each step. The overall number of parameters to be identified is so substantially reduced and so does the uncertainty. This uncertainty obviously depends on the sensibility of the displacement field on the corresponding parameter. Here relative uncertainties vary from 0,24% for room temperature expansion coefficient (k) to 33% for the tow ν_{23} Poisson ratio. The uncertainty can be used to characterize the capacity of the IDVC procedure to identify a parameter. For

instance, as an arbitrary convention, one could consider that all parameters with an uncertainty lower than 10% are determinable (in the current case all Poisson ratio and tow shear modulus G_{12} would be excluded). For E_{11} and room temperature E_{22} , the initial value are included within the uncertainty range.

Here the temperature field is treated as exact, so the error on the temperature measurement is not included in the uncertainty but rather in the model error.

Limitation of the IDVC algorithm

Such an approach is demanding in term of computation time. The convergence is slow. The IDVC itself requires about two hours for the high temperature test. The limiting step is the determination of sensitivity fields which necessitates as many FE-simulations as parameters to identify. So increasing the number of parameters of the model implies higher computation times. A relatively complex thermo-elastic model is used here and each FE-simulation takes about one minute. The use of a more complex model, e.g. including damage, could require high performance computation setups.

3.5 Towards a damage criterion

During the test, the overall response of the sample was observed to be brittle.

By nature, the onset of the first damage is described from a linear elastic stress state. The inhomogeneity of the geometry and loading is thus a very discriminating test for the formulation of a local damage criterion. A criterion based on the maximal principal stress is among the simplest one for brittle materials.

Figure 5.22 compares the tomography (a) and the simulation at the last step before failure (b) highlighting the crack position. The agreement between the predicted damage area and the measured crack position is excellent. The threshold which was chosen here for the maximum principal stress can be used as an estimate for the local onset of damage: 274 MPa. As any threshold based value, the uncertainty and the user error is high. The lowest value which selects the concerned elements was chosen.

4 Conclusion

An experimental procedure was developed to exploit complex thermo-mechanical experiments. Two full-field measurement modalities, tomography and thermography, are coupled to quantitatively characterise the last generation of SiC/SiC CMC using a sample machined from a real aeronautical part. It was shown that one could access high quality data from such complex high-temperature in-situ thermo-mechanical test. In particular, finely resolved volume data could be retrieved in spite of significant obscuration on the radiograph. The present study, has highlighted that this quality was sufficient to recalibrate a linear thermo-mechanical modelling exploiting a model of shaped woven pattern. Finally, this entire experiment could successfully estimate a criterion for the onset of the first damage. This work opens the way to a full characterisation of industrial parts, rather than samples of material which lack the complexity of the shaping procedure. This identification step is crucial for the deployment of image-based model for industrial purpose. IDVC provides model validation, better identification of material parameters and uncertainty estimations.

A simulated micro-structure was used to feed the image-based model, and hence one may also explore additional parameters from this shaping simulation (tow friction, transverse compressibility, permeability, etc.) to be optimized using a similar procedure.

A corner bending test is exploited and proves to be well-suited to identify all the thermo-elastic parameters of an image-based model. This model properly depicts the elastic behaviour of the sample and it naturally brings out maximum principal stress concentration in the area where cracking occurs. The interplay between sample geometry and heterogeneous loading offers a very

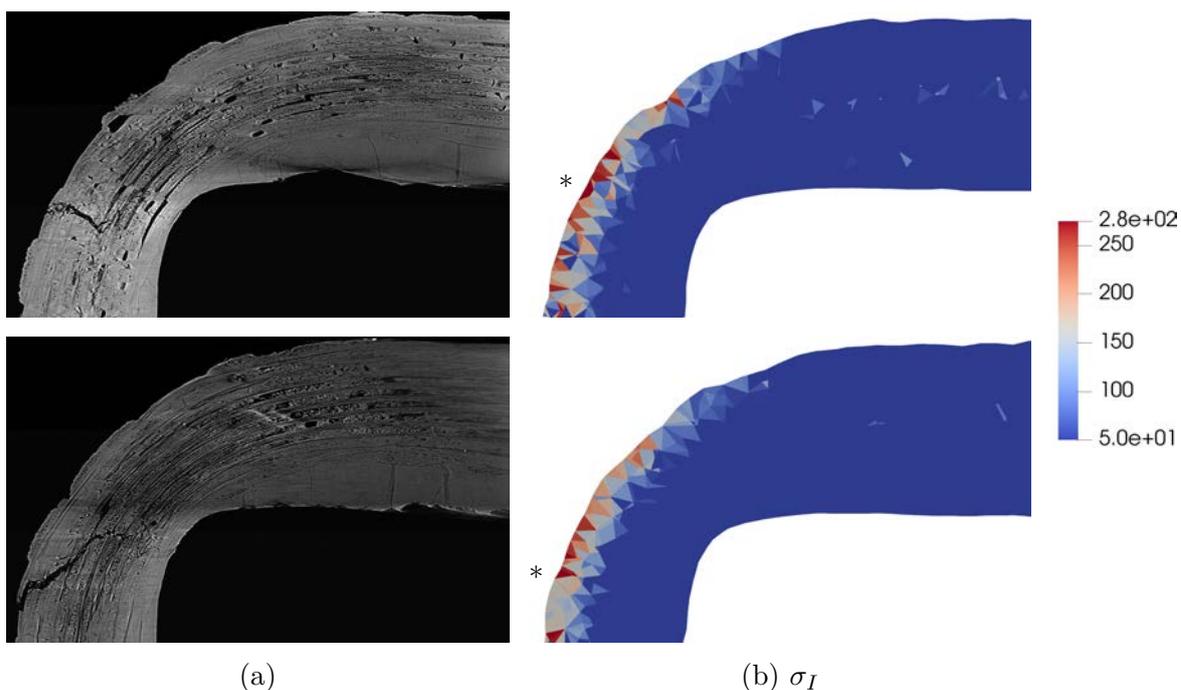


Figure 5.22 – Prediction of the crack localisation. The crack position observed on slices of the tomography (a) matches the position * of the elements where the maximum principal stress is the highest in the corresponding cuts of the simulation (b).

discriminating test to assess a first damage criterion. The meso-structure then governs the crack path.

As suggestion which could angle further works, a way to determine damage parameters is evoked. A simple criterion based on the elastic maximal principal stress reveals able to enlighten the position of the crack initiation. In further development, cracks could namely be isolated and as the stress state around it is available, the parameters of fracture model could be identified.

In closing, one mutli-axial test performed at high temperature and instrumented with both synchrotron tomography and infra-red thermography reveals able to identify a full set of thermo-elastic material parameters and to validate the capability of a model to quantitatively reproduce the observed behaviour of a 3D-woven CMC part.

Conclusion

Les CMC SiC/SiC sont des matériaux prometteurs. Leur structure comporte de nombreux leviers pour optimiser leur performance vis-à-vis de leur utilisation à chaud sous atmosphère oxydante. Pour que ces optimisations soient efficaces, il faut comprendre finement la relation entre micro-structure et propriétés thermomécaniques. C'est dans cette optique qu'une approche expérimentale fortement instrumentée a été mise en œuvre. Un essai thermomécanique *in situ*, suivi par tomographie et par thermographie, a été conçu pour des pièces dont la géométrie est complexe. Les choix de conception ont permis de coupler les deux modalités de mesure. La fermeture de la chaîne d'effort est réalisée par un portique tournant. La cellule d'essai est pensée pour être modulaire et la zone où est située l'éprouvette est accessible. Elle est donc assez polyvalente et a par exemple été utilisée pour des essais de flexion quatre points sur cornière [Vanacker 2020].

La structure de la cellule d'essai, si elle facilite la mise en place des éprouvettes et permet l'acquisition des champs thermiques, crée des artefacts sur les tomographies. Un algorithme qui utilise la reconstruction-reprojection itérative avec une régularisation par champ de phase a été développé. Il peut être généralisé à de nombreux cas de tomographies dégradées à cause de sinogrammes incomplets. Pour rendre exploitable et faire communiquer entre eux les champs mesurés lors de l'essai, les thermographies sont projetées sur un modèle par éléments finis construit à partir des tomographies. Le modèle de caméra est calibré par corrélation d'images intégrée de manière originale, en s'appuyant sur la silhouette de l'éprouvette.

L'ensemble des données expérimentales sont réunies pour alimenter une identification par corrélation d'images volumiques intégrée. Les paramètres d'un modèle thermoélastique macroscopique enrichi — c'est-à-dire, dont les propriétés de chaque élément dépendent de ses constituants — de l'éprouvette sont identifiés. L'essai de pliage de cornière, qui est utilisé comme illustration, est particulièrement intéressant puisqu'il permet d'identifier avec une incertitude raisonnable toutes les propriétés du matériau intervenant dans le modèle.

Avec les paramètres identifiés, le modèle enrichi décrit de façon satisfaisante le comportement élastique du matériau. L'exploitation quantitative de l'essai permet d'utiliser ce modèle pour proposer une ébauche de critère d'endommagement. La zone d'apparition de la fissure sur les tomographies coïncide avec celle où la contrainte principale maximale locale est la plus élevée dans la simulation. Un critère d'apparition du premier endommagement fondé sur la contrainte principale maximale est donc compatible avec l'expérience et son exploitation.

La démarche expérimentale proposée permet d'étudier des éprouvettes à la géométrie complexe, soumises à un gradient thermique et des champs de contraintes multiaxiaux et hétérogènes. En partant des données brutes (radiographies, images infrarouges et force), elle intègre toutes les étapes. Elle permet d'estimer les paramètres d'une modélisation de l'éprouvette. La méthode de détermination de l'endommagement mériterait toutefois d'être plus approfondie.

À court terme, il serait pertinent d'étudier plus en profondeur certaines des hypothèses simplificatrices. L'identification du champ thermique, notamment, pourrait être affinée en intégrant un modèle thermique à l'étape d'identification [Berny 2020]. Seuls les champs thermiques surfaciques seraient utilisés pour calculer la température à l'intérieur des éprouvettes par modélisation, au lieu d'utiliser, comme ici, une simple interpolation.

Des réflexions doivent être menées sur la manière de modéliser et de mesurer l'endommagement pour pouvoir identifier les paramètres correspondants. On suggère une approche fondée sur la mécanique de la rupture et l'usage d'un critère couplé [Martin *et al.* 2016 ; Li *et al.* 2018]. En effet le résidu de corrélation donne accès à la géométrie et donc à la surface de la fissure et l'IDVC, au champ de chargement autour de celle-ci. En isolant une zone autour d'une amorce de fissure, tous les éléments sont disponibles pour remonter à la contrainte critique et à l'énergie de fissuration. Cette approche nécessite néanmoins une géométrie où la croissance de la fissure est contrôlée.

Pour résoudre le problème de la faible résolution temporelle des essais *in situ*, Jailin *et al.* [2018] ont développé un algorithme de DVC fondé sur les projections (P-DVC). Il s'appuie sur une tomographie de l'état initial de l'éprouvette puis sur des mesures réalisées quasiment en continu de quelques projections tout au long de l'essai. La résolution temporelle obtenue permettrait alors de détecter précisément l'occurrence de l'endommagement. Si seules quelques projections sont acquises, l'influence du portique de chargement ne pose plus de problème. La structure de la machine permet même d'envisager des acquisitions à haute résolution sur un tomographe de laboratoire (tant que l'amplitude angulaire entre les projections acquises reste faible). L'application de la P-DVC à des éprouvettes de géométrie complexe, avec une texture peu contrastée et une géométrie de fissuration difficile à prédire, présente des avantages évidents mais aussi des défis importants.

Il est également envisageable de généraliser cette approche à d'autres types de chargements ainsi qu'à l'étude d'autres zones, d'autres pièces. On cherchera alors à optimiser l'essai suivant les paramètres à déterminer [Bertin *et al.* 2016a]. L'étape d'identification sera mise en place dès le départ. Un modèle, construit avec une structure idéale, pourra être utilisé pour mener une étude de sensibilité préalable. Des essais plus standards, avec des géométries de pièce plus simples pourraient alors s'avérer aussi pertinents que des essais complexes pour déterminer certaines propriétés (sans forcément être suffisants). Par exemple, comme le procédé de fabrication des SiC/SiC est mieux maîtrisé pour des plaques, des essais de traction biaxiale observés en laminographie seraient probablement intéressants.

À plus long terme, on pourra s'inspirer de l'approche mise en place par Neggers *et al.* [2019]. Ces auteurs appliquent une procédure d'IDVC à un ensemble d'essais, pour identifier des paramètres matériaux de manière optimale — un seul problème est inversé pour exploiter une campagne complète. Cette approche serait particulièrement intéressante pour un CMC car la variabilité du matériau est assez importante et peu d'éprouvettes sont disponibles. La combinaison d'essais différents, peu nombreux mais bien choisis pourrait permettre l'identification de modèles avec des incertitudes très faibles.

La quantité de données obtenues pour un seul essai est déjà très conséquente. La mise en place et l'analyse d'une campagne d'essais *in situ* nécessite une gestion des données efficace et rigoureuse [Proudhon *et al.* 2020]. Dans notre cas particulier, la multimodalité des mesures complique encore cette gestion. Ce point doit être résolu pour pouvoir automatiser plus facilement l'exploitation, les transferts et le stockage des données.

Bibliographie

- ALLEN, S. M. et CAHN, J. W. (1979). A Microscopic theory for antiphase boundary motion and its application to antiphase domain coarsening. *Acta Metall.* 27(6):1085–1095. (cité p. 58)
- ALLIEZ, P. *et al.* (2020). 3D mesh generation. In *CGAL user and reference manual (5.1)*. (cité p. 89)
- ANDERSON, D. M. MCFADDEN, G. B. et WHEELER, A. A. (1998). Diffuse-interface methods in fluid mechanics. *Annu. Rev. Fluid Mech.* 30:136–165. (cité p. 63)
- APPLEBY, M. P. ZHU, D. et MORSCHER, G. N. (2015). Mechanical properties and real-time damage evaluations of environmental barrier coated SiC/SiC CMCs subjected to tensile loading under thermal gradients. *Surf. Coatings Technol.* 284:318–326. (cité pp. 24 et 28)
- ARCHER, T. *et al.* (2019). Use of laser spot thermography for the non-destructive imaging of thermal fatigue microcracking of a coated ceramic matrix composite. *Quant. Infr. Therm. J.* 0:1–18. (cité p. 76)
- ARCHER, T. *et al.* (2020). Creep behavior identification of an environmental barrier coating using full-field measurements. *J. Eur. Ceram. Soc.* 40(15):5704–5718. (cité p. 120)
- AROUSH, D. R. B. *et al.* (2006). A Study of fracture of unidirectional composites using in situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography. *Compos. Sci. Technol.* 66(10):1348–1353. (cité p. 32)
- AUGER, P. *et al.* (2020). Poynting effects in pantographic metamaterial captured via multiscale DVC. *J. Strain Anal. Eng.* 0:0. (cité pp. 34 et 39)
- AVRIL, S. *et al.* (2008). Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements. *Exp. Mech.* 48(4):381–402. (cité p. 92)
- BALE, H. A. *et al.* (2012). Characterizing three-dimensional textile ceramic composites using synchrotron X-ray micro-computed-tomography. *J. Am. Ceram. Soc.* 95(1):392–402. (cité pp. 16 et 29)
- BALE, H. A. *et al.* (2013). Real-time quantitative imaging of failure events in materials under load at temperatures above 1,600°C. *Nature Mater.* 12(1):40–46. (cité pp. 34, 44 et 120)
- BANSAL, N. P. (2005). *Handbook of ceramic composites*. Kluwer Academic Publishers, Boston. (cité pp. 20 et 72)
- BARUCHEL, J. *et al.* (2000). *X-ray tomography in material science*. Hermes. (cité pp. 34 et 72)
- BAY, B. K. *et al.* (1999). Digital volume correlation : Three-dimensional strain mapping using X-ray tomography. *Exp. Mech.* 39(3):217–226. (cité pp. 34, 39, 40, 47 et 73)
- BÉNÉZECH, J. (2019). *Modélisation aux échelles méso- et macroscopique du comportement mécanique de zones singulières de pièces de structure en CMC*. Thèse de doctorat, Univ. de Bordeaux. (cité pp. 15, 16, 26, 28, 29, 43, 49, 50, 51, 53, 89, 90, 92, 93, 120, 121 et 125)
- BÉNÉZECH, J. et COUÉGNAT, G. (2019). Variational segmentation of textile composite preforms from X-ray computed tomography. *Compos. Struct.* 230:111496. (cité pp. 21, 88, 94 et 121)
- BERNACHY-BARBÉ, F. (2014). *Caractérisation des mécanismes d’endommagement et modélisation du comportement mécanique sous chargements multi-axiaux de tubes composites SiC/SiC*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. (cité p. 25)
- BERNACHY-BARBÉ, F. *et al.* (2015a). Anisotropic damage behavior of SiC/SiC composite tubes : Multiaxial testing and damage characterization. *Compos. Part A* 76:281–288. (cité pp. 24 et 108)
- BERNACHY-BARBÉ, F. *et al.* (2015b). Characterization of SiC/SiC composites damage mechanisms using digital image correlation at the tow scale. *Compos. Part A* 68:101–109. (cité p. 26)
- BERNY, M. (2020). *High-temperature tests for ceramic matrix composites : from full-field regularised measurements to thermomechanical parameter identification*. Thèse de doctorat, Univ. Paris-Saclay. (cité pp. 16, 92 et 133)

- BERNY, M. *et al.* (2018). On the Analysis of heat haze effects with spacetime DIC. *Opt. Lasers Eng.* 111:135–153. (cité p. 72)
- BERTIN, M. HILD, F. et ROUX, S. (2016a). Optimization of a cruciform specimen geometry for the identification of constitutive parameters based upon full-field measurements. *Strain* 52:307–323. (cité p. 134)
- BERTIN, M. *et al.* (2016b). Integrated digital image correlation applied to elastoplastic identification in a biaxial experiment. *J. Strain Anal. Eng.* 51(2):118–131. (cité p. 122)
- BERTOZZI, A. L. ESEDOGLU, S. et GILLETTE, A. (2007). Inpainting of binary images using the Cahn-Hilliard equation. *IEEE Trans. Image Process.* 16(1):285–291. (cité p. 63)
- BIGAUD, J. *et al.* (2018). Analysis of the mechanical behavior of composite T-joints reinforced by one side stitching. *Compos. Struct.* 184:249–255. (cité p. 28)
- BILLARD, C. (2021). *Comportement mécanique d'un composite 3D Carbone/Carbone : Caractérisation et modélisation du comportement de l'ambiante jusqu'à haute température*. Thèse de doctorat, Univ. de Bordeaux. (cité p. 44)
- BOUSSU, F. CRISTIAN, I. et NAUMAN, S. (2015). General definition of 3D warp interlock fabric architecture. *Compos. Part B* 81:171–188. (cité pp. 20 et 108)
- BOUTERF, A. *et al.* (2014). Digital volume correlation applied to X-ray tomography images from spherical indentation tests on lightweight gypsum. *Strain* 50(5):444–453. (cité pp. 34 et 35)
- BOUVET, C. CALLOCH, S. et LEXCELLENT, C. (2002). Mechanical behavior of a Cu-Al-Be shape memory alloy under multiaxial proportional and nonproportional loadings. *J. Eng. Mater. Technol.* 124:112–124. (cité p. 50)
- BRAULT, R. *et al.* (2013). In-situ analysis of laminated composite materials by X-ray micro-computed tomography and digital volume correlation. *Exp. Mech.* 53(7):1143–1151. (cité pp. 34, 39 et 46)
- BUDIANSKY, B. HUTCHINSON, J. W. et EVANS, A. G. (1986). Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics. *J. Mech. Phys. Solids* 34(2):167–189. (cité p. 23)
- BUFFIÈRE, J.-Y. *et al.* (2010). In-situ experiments with X-ray tomography : An Attractive tool for experimental mechanics. *Exp. Mech.* 67:289–305. (cité pp. 34 et 39)
- BUFFIÈRE, J.-Y. *et al.* (2005). Three dimensional imaging of damage in structural materials using high resolution micro-tomography. *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. B* 238:75–82. (cité pp. 34 et 35)
- BUFFIÈRE, J.-Y. SAVELLI, S. et MAIRE, E. (2000). Characterisation of MMCp and cast aluminium alloys. In BARUCHEL, J. (éd.). *X-ray tomography in material science*. (cité p. 34)
- BULJAC, A. *et al.* (2018a). Digital volume correlation : Review of progress and challenges. *Exp. Mech.* 58(5):661–708. (cité pp. 73 et 122)
- BULJAC, A. *et al.* (2017). Numerical validation framework for micromechanical simulations based on synchrotron 3D imaging. *Comput. Mech.* 59(3):419–441. (cité pp. 34 et 35)
- BULJAC, A. *et al.* (2018b). Evaluation of measurement uncertainties of digital volume correlation applied to laminography data. *J. Strain Anal. Eng.* 53(2):49–65. (cité p. 96)
- BUNSELL, A. R. et PIANT, A. (2006). A Review of the development of three generations of small diameter silicon carbide fibres. *J. Mater. Sci.* 41(3):823–839. (cité p. 21)
- CAHN, J. W. et HILLIARD, J. E. (1958). Free energy of a nonuniform system. I. Interfacial free energy. *J. Chem. Phys.* 28(2):258–267. (cité pp. 58 et 63)
- CALLAWAY, E. B. et ZOK, F. W. (2017). Strengths of ceramic fiber bundles : Theory and practice. *J. Am. Ceram. Soc.* 100(11):5306–5317. (cité p. 23)
- CAMUS, G. (2000). Modelling of the mechanical behavior and damage processes of fibrous ceramic matrix composites : Application to a 2-D SiC/SiC. *Int. J. Solids Struct.* 37(6):919–942. (cité p. 25)
- CAMUS, G. *et al.* (2016). Matériaux composites à matrice céramique et à renfort par fibres longues. *Techniques de l'ingénieur* (N4803 V2). (cité pp. 20, 23 et 24)
- CANDÈS, E. J. et ROMBERG, J. K. (2005). Signal recovery from random projections. In *Electronic Imaging 2005*, San Jose, California, USA. (cité pp. 58 et 60)
- CARPENTIER, H. (2021). *Compréhension de l'ascension capillaire du silicium liquide lors de l'élaboration d'un composite CMC (SiC)f/(SiC-Si)m*. Thèse de doctorat, Univ. de Bordeaux. (cité pp. 34 et 44)
- CHARRIER, J.-S. (2013). *Développement de méthodologies dédiées à l'analyse robuste de la tenue de structures composites sous chargements complexes tridimensionnels*. Thèse de doctorat, ENSAM Paris. (cité p. 38)

- CHATEAU, C. *et al.* (2011). In-situ X-ray microtomography characterization of damage in SiCf/SiC mini-composites. *Compos. Sci. Technol.* 71(6):916–924. (cité pp. 23, 34, 40, 46 et 47)
- CHATEAU, C. *et al.* (2018). DVC-based image subtraction to detect microcracking in lightweight concrete. *Strain* 54(5):1–18. (cité p. 34)
- CHEN, B. *et al.* (2020a). Calibrating stereo-digital image correlation system using synthetic speckle-pattern calibration target. *Meas. Sci. Technol.* 31(9). (cité p. 73)
- CHEN, Y. (2017). *Mécanismes d'endommagement des tubes composites SiC/SiC : Analyse tridimensionnelle couplée par imagerie tomographique et simulation numérique*. Thèse de doctorat, Univ. Paris Est. (cité pp. 34 et 47)
- CHEN, Y. *et al.* (2020b). 3D Detection and Quantitative Characterization of Cracks in a Ceramic Matrix Composite Tube Using X-Ray Computed Tomography. *Exp. Mech.* 60(3):409–424. (cité p. 120)
- CHERMANT, J. L. *et al.* (2002). The creep mechanism of ceramic matrix composites at low temperature and stress, by a material science approach. *J. Eur. Ceram. Soc.* 22(14-15):2443–2460. (cité p. 27)
- CHOLLON, G. *et al.* (2004). Analysis of the local mechanical behaviour of ceramics and composites through nanoindentation/scratching and Raman microspectroscopy. *Key Eng. Mater.* (264):937–940. (cité p. 23)
- CHRISTIN, F. *et al.* (1977). Pièce poreuse carbonée densifiée in-situ par dépôt chimique en phase vapeur de matériaux réfractaires autres que le le carbone et procédé de fabrication. Brevet n°77/26979 , France. (cité p. 15)
- CHUNG, H. *et al.* (2017). Thermo-structural analysis of cracks on gas turbine vane segment having multiple airfoils. *Energy* 118:1275–1285. (cité p. 15)
- COLIN, C. et GÉLÉBART, L. (2008). Behaviours of SiC fibers and SiC CVI matrix. In *ECCM 13*, Stockholm, SE. (cité pp. 21, 23 et 24)
- CORMAN, G. S. et LUTHRA, K. L. (2005). Silicon melt infiltrated ceramic composites (HiPerCompTH). In BANSAL, N. P. (éd.). *Handbook of Ceramic Composites*. (cité pp. 21, 27 et 109)
- COUÉGNAT, G. (2008). *Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé*. Thèse de doctorat, Univ. de Bordeaux. (cité p. 15)
- COX, B. N. *et al.* (2014). Stochastic virtual tests for high-temperature ceramic matrix composites. *Annu. Rev. Mater. Res.* 44(1):479–529. (cité pp. 29 et 58)
- DILHAIRE, S. *et al.* (2004). Thermal parameters identification of micrometric layers of microelectronic devices by thermorefectance microscopy. *Microelectronics J.* 35:811–816. (cité p. 92)
- DOITRAND, A. et FAGIANO, C. (2015). Experimental characterization and numerical modeling of damage at the mesoscopic scale of woven polymer matrix composites under quasi-static tensile loading. *Compos. Sci. Technol.* 119:1–11. (cité p. 88)
- DUAN, X. *et al.* (2009). Few-view projection reconstruction with an iterative reconstruction-reprojection algorithm and TV constraint. *IEEE Trans. Nucl. Sci.* 56(3):1377–1382. (cité p. 58)
- DURVILLE, D. *et al.* (2018). Determining the initial configuration and characterizing the mechanical properties of 3D angle-interlock fabrics using finite element simulation. *Int. J. Solids Struct.* 154:97–103. (cité p. 88)
- EATON, H. E. *et al.* (2000). EBC protection of SiC/SiC composites in the gas turbine combustion environment. In *ASME Turbo Expo*, Munich, DE. (cité p. 21)
- EBEL, A. CATY, O. et REBILLAT, F. (2019). X-ray microtomography characterization of damage and crack healing mechanisms in SiCf/Si-B-Cm composites during static fatigue. In *HTCMC10*, Bordeaux. (cité pp. 34, 39, 44, 46 et 47)
- EL YAGOUBI, J. (2011). *Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multiéchelle*. Thèse de doctorat, Univ. de Bordeaux I. (cité p. 28)
- EUROPEAN COMMISSION (2019). The European Green Deal. Rapport technique COM(2019) 640 final. (cité p. 15)
- EVANS, A. G. DOMERGUE, J. M. et VAGAGGINI, E. (1994). Methodology for relating the tensile constitutive behavior of ceramic-matrix composites to constituent properties. *J. Am. Ceram. Soc.* 77(6):1425–1435. (cité pp. 23 et 26)
- FAUGERAS, O. D. *et al.* (1993). Real time correlation-based stereo : Algorithm, implementations and applications. Rapport technique, INRIA, Sophia Antipolis, France. (cité pp. 73 et 75)

- FRESE, T. BOUMAN, C. A. et SAUER, K. (1999). Multiscale Bayesian methods for discrete tomography. In HERMAN, G. T. (éd.). *Discrete Tomography*. (cité p. 61)
- GAI, S. DA, F. et DAI, X. (2018). A novel dual-camera calibration method for 3D optical measurement. *Opt. Laser Eng.* 104(March 2017):126–134. (cité p. 75)
- GAI, S. DA, F. et TANG, M. (2019). A flexible multi-view calibration and 3D measurement method based on digital fringe projection. *Meas. Sci. Technol.* 30(2). (cité p. 73)
- GAO, Z. *et al.* (2002). A Global approach for digital speckle correlation. In *Annu. Conf. Expo. Exp. Appl. Mech.* (cité p. 77)
- GARCÍA-MORENO, F. *et al.* (2019). Using X-ray tomography to explore the dynamics of foaming metal. *Nat. Commun.* 10(1). (cité p. 34)
- GAUTHIER, W. *et al.* (2009). Oxidation of silicon carbide fibers during static fatigue in air at intermediate temperatures. *J. Am. Ceram. Soc.* 92(9):2067–2073. (cité p. 27)
- GÉLÉBART, L. et COLIN, C. (2009). Effects of porosity on the elastic behaviour of CVI SiC/SiC composites. *J. Nucl. Mater.* 386-388(C):82–85. (cité pp. 92 et 126)
- GENET, M. (2010). *Vers un matériau virtuel pour les composites céramiques*. Thèse de doctorat, ENS Cachan. (cité p. 15)
- GEREKE, T. et CHERIF, C. (2019). A Review of numerical models for 3D woven composite reinforcements. *Compos. Struct.* 209:60–66. (cité p. 20)
- GRAIL, G. *et al.* (2013). Consistent finite element mesh generation for meso-scale modeling of textile composites with preformed and compacted reinforcements. *Compos. Part A* 55:143–151. (cité p. 88)
- GRAS, R. *et al.* (2015). Identification of a set of macroscopic elastic parameters in a 3D woven composite : Uncertainty analysis and regularization. *Int. J. Solids Struct.* 55:2–16. (cité p. 98)
- GUEL, N. (2018). *Comportement mécanique de composites oxydes : relations procédé-microstructure-propriétés*. Thèse de doctorat, INSA Lyon. (cité pp. 27, 34 et 47)
- GUVENILIR, A. *et al.* (1997). Direct observation of crack opening as a function of applied load in the interior of a notched tensile sample of Al-Li 2090. *Acta Mater.* 45(5):1977–1987. (cité pp. 34, 35 et 72)
- HABOUB, A. *et al.* (2014). Tensile testing of materials at high temperatures above 1700°C with in situ synchrotron X-ray micro-tomography. *Rev. Sci. Instrum.* 85(8). (cité pp. 39, 44 et 47)
- HALPIN, J. C. JERINE, K. et WHITNEY, J. M. (1971). The Laminate analogy for 2 and 3 dimensional composite materials. *J. Compos. Mater.* 5:36–49. (cité p. 90)
- HARRIS, G. L. (1995). *Properties of silicon carbide*. INSPEC. (cité p. 27)
- HAYASHIDA, M. et MALAC, M. (2016). Practical electron tomography guide : Recent progress and future opportunities. *Micron* 91:49–74. (cité p. 57)
- HEFFERNAN, P. B. et ROBB, R. A. (1983). Image reconstruction from incomplete projection data : Iterative reconstruction-reprojection techniques. *IEEE Trans. Biomed. Eng.* BME-30(12):838–841. (cité p. 57)
- HILD, F. *et al.* (2016). Toward 4D mechanical correlation. *Adv. Model. Simul. Eng. Sci.* 3(1). (cité pp. 46, 93, 99 et 120)
- HILD, F. et ROUX, S. (2006a). Digital image correlation : From displacement measurement to identification of elastic properties — A Review. *Strain* 42:69–80. (cité pp. 93 et 122)
- HILD, F. et ROUX, S. (2006b). Measuring stress intensity factors with a camera : Integrated digital image correlation (I-DIC). *Comptes Rendus Mécanique* 334:8–12. (cité p. 93)
- ICHIKAWA, H. (2000). Recent advances in Nicalon ceramic fibres including Hi-Nicalon type S. *Ann. Chim. Sci. Mat.* 25:523–528. (cité p. 21)
- JAILIN, C. *et al.* (2017). In situ μ CT-scan mechanical tests : Fast 4D mechanical identification. *Exp. Mech.* 57:1327–1340. (cité pp. 35 et 39)
- JAILIN, C. *et al.* (2019). Sub-minute in-situ fracture test in a Lab CT-scanner. *Integr. Mater. Manuf. Innov.* 8(3):413–422. (cité pp. 34, 35, 39 et 47)
- JAILIN, C. *et al.* (2018). Fast 4D tensile test monitored via X-CT : Single projection based digital volume correlation dedicated to slender samples. *J. Strain Anal. Eng.* 53(7):473–484. (cité p. 134)
- KAK, A. et SLANEY, M. (2001). *Principle of computerized tomographic imaging*. Society of Industrial and Applied Mathematics, 2nd edition. (cité pp. 57 et 113)

- KALLURI, S. CALIMINO, A. M. et BREWER, D. N. (2004). An assessment of variability in the average tensile properties of a melt-infiltrated SiC/SiC composite. *In 28th ICBCEACC*, Cocoa Beach, FL. USA. (cité p. 23)
- KING, A. *et al.* (2016). Tomography and imaging at the PSICHE beam line of the SOLEIL synchrotron. *Rev. Sci. Instrum.* 87(9). (cité pp. 73 et 111)
- LAMON, J. (2005). Chemical vapor infiltrated SiC/SiC composites (CVI SiC/SiC). *In BUNSELL, A. R. (éd.). Handbook of Ceramic Composites.* (cité p. 23)
- LAMON, J. (2008). Interfaces and interphases. *In KRENKEL, W. (éd.). Ceramic Matrix Composites.* (cité p. 20)
- LAMON, J. et R'MILI, M. (2021). Investigation of flaw strength distributions from tensile force-strain curves of fiber tows. *Compos. Part A* 145:106262. (cité p. 23)
- LAMOUREUX, F. *et al.* (1999). Oxidation-resistant carbon-fiber-reinforced ceramic-matrix composites. *Compos. Sci. Technol.* 59(7):1073–1085. (cité p. 27)
- LECOMPTE, D. *et al.* (2007). Mixed numerical-experimental technique for orthotropic parameter identification using biaxial tensile tests on cruciform specimens. *Int. J. Solids Struct.* 44:1643–1656. (cité p. 92)
- LECOMPTE, D. *et al.* (2005). Identification of elastic orthotropic material parameters based on ESPI measurements. *In SEM Annual Conference and Exposition on Experimental and Applied Mechanics.* (cité p. 92)
- LEGIN, B. *et al.* (2017). Caractérisation de l'endommagement des matériaux Composites à Matrice Céramique tissés 3D sous diverses sollicitations mécaniques. *In JNC20*, Champs-sur-Marne. (cité p. 24)
- LEGROS, M. GIANOLA, D. et MOTZ, C. (2010). Quantitative in-situ mechanical testing in electron microscopes. *MRS Bulletin* 35:354–360. (cité p. 72)
- LEPLAY, P. *et al.* (2011). Analyse d'un test in situ de double-torsion par tomographie X et corrélation d'images 3D. *In CSMA 2011*, Giens. (cité pp. 34 et 39)
- LI, J. *et al.* (2018). A finite fracture model for the analysis of multi-cracking in woven ceramic matrix composites. *Compos. Part B* 139:75–83. (cité p. 134)
- LI, Y. et KIM, J. (2011). Multiphase image segmentation using a phase-field model. *Comput. Math. with Appl.* 62(2):737–745. (cité pp. 58 et 63)
- LOMOV, S. V. *et al.* (2007). Meso-FE modelling of textile composites : Road map, data flow and algorithms. *Compos. Sci. Technol.* 67:1870–1891. (cité p. 88)
- MAILLET, E. *et al.* (2014). Damage monitoring and identification in SiC/SiC minicomposites using combined acousto-ultrasonics and acoustic emission. *Compos. Part A* 57:8–15. (cité p. 27)
- MAILLET, E. *et al.* (2019). Combining in-situ synchrotron X-ray microtomography and acoustic emission to characterize damage evolution in ceramic matrix composites. *J. Eur. Ceram. Soc.* 39(13):3546–3556. (cité pp. 26 et 108)
- MAIRE, E. ADRIEN, J. et WITHERS, P. J. (2020). *In-situ X-ray tomographic study of materials*. MDPI. (cité pp. 34, 72, 108 et 120)
- MAIRE, E. *et al.* (2016). 20Hz X-ray tomography during an in-situ tensile test. *I. J. Fract.* 200:3–12. (cité pp. 34, 35 et 47)
- MAIRE, E. *et al.* (2004). Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux. *Techniques de l'ingénieur* (IN20V1). (cité p. 32)
- MAIRE, E. et WITHERS, P. J. (2014). Quantitative X-ray tomography. *Int. Mater. Rev.* 59(1):1–43. (cité p. 34)
- MALL, S. et LAROCHELLE, K. J. (2006). Fatigue and stress-rupture behaviors of SiC/SiC composite under humid environment at elevated temperature. *Compos. Sci. Technol.* 66(15):2925–2934. (cité p. 27)
- MARSHALL, D. B. et COX, B. N. (1985). The mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fiber composites. *Acta Metall.* 33(11):2013–2021. (cité p. 23)
- MARTIN, E. LEGUILLON, D. et CARRÈRE, N. (2016). Finite fracture mechanics : A Useful tool to analyze cracking mechanisms in composite materials. *In BEAUMONT, P. W. R. (éd.). The Structural Integrity of Carbon Fiber Composites.* (cité p. 134)
- MATHIEU, F. *et al.* (2015). Estimation of elastoplastic parameters via weighted FEMU and integrated-DIC. *Exp. Mech.* 55(1):105–119. (cité p. 93)

- MAZARS, V. (2018). *Etude des endommagements sur CMC par une approche de modélisation micro-méso alimentée par des essais in-situ*. Thèse de doctorat, Univ. de Bordeaux. (cité pp. 15, 22, 27, 34, 39, 40, 44, 45, 46, 47, 89, 108 et 120)
- MAZARS, V. *et al.* (2017a). Etude des endommagements sur composites à matrice céramiques par des essais in-situ sous microtomographie. In *JNC20*, Champs-sur-Marne. (cité pp. 108 et 120)
- MAZARS, V. *et al.* (2017b). Damage investigation and modeling of 3D woven ceramic matrix composites from X-ray tomography in-situ tensile tests. *Acta Mater.* 140:130–139. (cité pp. 32, 34, 42, 59 et 72)
- MEDOFF, B. P. *et al.* (1983). Iterative convolution backprojection algorithms for image reconstruction from limited data. *J. Opt. Soc. Am.* 73(11):1493. (cité p. 57)
- MENDOZA QUISPE, A. (2019). *Image correlation for textile descriptors*. Thèse de doctorat, Univ. Paris-Saclay. (cité pp. 89 et 120)
- MENDOZA QUISPE, A. *et al.* (2019). The Correlation framework : Bridging the gap between modeling and analysis for 3D woven composites. *Compos. Struct.* 229:111468. (cité p. 88)
- MERRIFIELD, D. R. *et al.* (2011). A novel technique combining high-resolution synchrotron X-ray microtomography and X-ray diffraction for characterization of micro particulates. *Meas. Sci. Technol.* 22:115703. (cité p. 72)
- MITAL, S. K. *et al.* (2009). Modeling of melt-infiltrated SiC/SiC composite properties. Rapport technique, NASA/TM. (cité pp. 92, 125 et 126)
- MÖLLER, T. et TRUMBORE, B. (1996). Fast, minimum storage ray/triangle intersection. *J. Graph. Tools* 2(1):21–28. (cité p. 80)
- MORSCHER, G. N. (2004). Stress-dependent matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites. *Compos. Sci. Technol.* 64(9):1311–1319. (cité pp. 23, 26 et 108)
- MORSCHER, G. N. et CAWLEY, J. D. (2002). Intermediate temperature strength degradation in SiC/SiC composites. *J. Eur. Ceram. Soc.* 22:2777–2787. (cité p. 26)
- MORSCHER, G. N. et GYEKENYESI, J. Z. (1998). Room temperature tensile behavior and damage accumulation of Hi-Nicalon reinforced SiC matrix composites. In *ACCACMS22*, Cocoa Beach, Fl. USA. (cité pp. 21, 24 et 38)
- MORSCHER, G. N. et PUJAR, V. V. (2009). Design guidelines for in-plane mechanical properties of SiC fiber-reinforced melt-infiltrated SiC composites. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 6(2):151–163. (cité pp. 26 et 27)
- MORSCHER, G. N. YUN, H. M. et DICARLO, J. A. (2007). In-plane cracking behavior and ultimate strength for 2D woven and braided melt-infiltrated SiC/SiC composites tensile loaded in off-axis fiber directions. *J. Am. Ceram. Soc.* 90(10):3185–3193. (cité pp. 24 et 108)
- MURTHY, P. L. N. *et al.* (2008). Probabilistic analysis of a SiC/SiC ceramic matrix composite turbine vane. *Compos. Part B* 39(4):694–703. (cité p. 108)
- NASLAIN, R. (2004). Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors : An overview. *Compos. Sci. Technol.* 64(2):155–170. (cité pp. 15, 20 et 58)
- NASLAIN, R. LANGLAIS, F. et FEDOU, R. (1989). The CVI-processing of ceramic matrix composites. *Journal de Physique* 50(C5):191–207. (cité p. 109)
- NASSI, M. *et al.* (1982). Iterative reconstruction-reprojection : An algorithm for limited data cardiac-computed tomography. *IEEE Trans. Biomed. Eng.* BME-29(5):333–341. (cité pp. 56, 57 et 113)
- NEGGERS, J. *et al.* (2019). Simultaneous full-field multi-experiment identification. *Mech. Mater.* 133:71–84. (cité p. 134)
- NICOLAIS, L. et ORTONA, A. (2012). Ceramic matrix composites : Reaction bonded. In *Wiley Encyclopedia of Composites*. (cité p. 28)
- OLLINGER, J. M. (1990). Iterative reconstruction-reprojection and the expectation-maximization algorithm. *IEEE Trans. Med. Imag.* 9(1):94–98. (cité p. 58)
- OTSU, N. (1979). A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE Trans. Syst., Man, Cybern. Syst.* SMC-9(1):62–66. (cité pp. 61, 62 et 76)
- PAGANIN, D. *et al.* (2002). Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object. *J. Microsc.* 206(1):33–40. (cité pp. 70 et 112)

- PALENSTIJN, W. J. BATENBURG, K. J. et SIJBERS, J. (2011). Performance improvements for iterative electron tomography reconstruction using graphics processing units (GPUs). *J. Struct. Biol.* 176(2):250–253. (cité p. 60)
- PETIT, C. *et al.* (2017). Two-scale study of the fracture of an aluminum foam by X-ray tomography and finite element modeling. *Mater. Des.* 120:117–127. (cité pp. 34, 39 et 46)
- PHILIPPE, J. *et al.* (2016). Rotating tomography Paris–Edinburgh cell : a novel portable press for micro-tomographic 4D imaging at extreme pressure/temperature/stress conditions. *High Pressure Res.* 36(4): 512–532. (cité pp. 34, 39 et 40)
- POTTER, E. *et al.* (2012). Mesh generation and geometrical modelling of 3D woven composites with variable tow cross-sections. *Comput. Mater. Sci.* 51:103–111. (cité p. 88)
- POTTIER, T. (2010). *Identification paramétrique par recalage de modèles d'éléments finis couplés à des mesures de champs cinématiques et thermiques*. Thèse de doctorat, Univ. de Savoie. (cité p. 92)
- PROUDHON, H. *et al.* (2020). In situ 4D mechanical testing of structural materials : The data challenge. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 24(4):100834. (cité p. 134)
- RANNOU, J. *et al.* (2010). Three dimensional experimental and numerical multiscale analysis of a fatigue crack. *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* 199:1307–1325. (cité p. 35)
- RÉTHORÉ, J. ROUX, S. et HILD, F. (2009). An extended and integrated digital image correlation technique applied to the analysis of fractured samples. *Eur. J. Comput. Mech.* 18:285–306. (cité p. 94)
- RIDDELL, C. *et al.* (1992). Iterative reprojection Reconstruction algorithm with attenuation correction applied to truncated projections in SPECT. *In IEEE EMBC 14*, Paris. (cité p. 57)
- ROUX, S. et HILD, F. (2006). Stress intensity factor measurements from digital image correlation : Post-processing and integrated approaches. *Int. J. Fract.* 140:141–157. (cité pp. 94, 98 et 129)
- ROUX, S. et HILD, F. (2020). Optimal procedure for the identification of constitutive parameters from experimentally measured displacement fields. *Int. J. Solids Struct.* 184:14–23. (cité pp. 92 et 122)
- ROUX, S. *et al.* (2008). Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam. *Compos. Part A* 39(8):1253–1265. (cité pp. 77 et 120)
- SAKAGUCHI, S. *et al.* (1991). The Poisson's ratio of engineering ceramics at elevated temperature. *J. Mater. Sci. Lett.* 10(5):282–284. (cité pp. 27, 91 et 122)
- SALVO, L. *et al.* (2003). X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science. *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. B* 200:273–286. (cité p. 34)
- SAUCEDO-MORA, L. *et al.* (2016). In-situ observation of mechanical damage within a SiC/SiC ceramic matrix composite. *J. Nucl. Mater.* 481:13–23. (cité p. 26)
- SEVENER, K. M. *et al.* (2017). Crack opening behavior in ceramic matrix composites. *J. Am. Ceram. Soc.* 100(10):4734–4747. (cité pp. 26, 27 et 108)
- SHERMAN, S. SIMMONS, J. et PRZYBYLA, C. (2019). Mesoscale characterization of continuous fiber reinforced composites through machine learning : Fiber chirality. *Acta Mater.* 181:447–459. (cité p. 120)
- SILTANEN, S. *et al.* (2003). Statistical inversion for medical X-ray tomography with few radiographs : I. General theory. *Phys. Med. Biol.* 48(10):1437–1463. (cité p. 57)
- STAEHLER, J. M. et ZAWADA, L. P. (2000). Performance of four ceramic-matrix composite divergent flap inserts following ground testing on an F110 turbofan engine. *J. Am. Ceram. Soc.* 83(7):1727–1738. (cité p. 15)
- STOCK, S. R. (2008). Recent advances in X-ray microtomography applied to materials. *I. Mater. Rev.* 53(3):129–181. (cité p. 34)
- STRAUMIT, I. LOMOV, S. V. et WEVERS, M. (2015). Quantification of the internal structure and automatic generation of voxel models of textile composites from X-ray computed tomography data. *Compos. Part A* 69:150–158. (cité p. 88)
- SUTCU, M. (1989). Weibull statistics applied to fiber failure in ceramic composites and work of fracture. *Acta Metall.* 37(2):651–661. (cité p. 26)
- SUTTON, M. A. ORTEU, J.-J. et SCHREIER, H. W. (2009). *Image correlation for shape, motion and deformation measurements*. Springer. (cité p. 74)
- TABLEAU, N. (2014). *Étude du comportement en cisaillement plan et hors plan des CMC SiC-SiBC à renfort tissé 3D, à température ambiante*. Thèse de doctorat, Univ. de tech. de Compiègne. (cité pp. 24 et 29)

- TERZI, S. *et al.* (2009). In situ X-ray tomography observation of inhomogeneous deformation in semi-solid aluminium alloys. *Scripta Mater.* 61(5):449–452. (cité pp. 34, 35 et 44)
- TIKHONOV, A. N. et ARSENIN, V. Y. (1977). *Solutions of ill-posed problems*. V. H. Winston & Sons. (cité p. 79)
- TOULOUKIAN, Y. S. (1977). Thermal expansion : Nonmetallic solids. *In Thermophysical properties of matter*. (cité p. 28)
- TSAI, S. W. et WU, E. M. (1971). A General theory of strength for anisotropic materials. *J. Compos. Mater.* 5(1):58–80. (cité p. 25)
- TUDISCO, E. *et al.* (2017). An extension of digital volume correlation for multimodality image registration. *Meas. Sci. Technol.* 28(9). (cité p. 72)
- van AARLE, W. *et al.* (2016). Fast and flexible X-ray tomography using the ASTRA toolbox. *Opt. Express* 24(22):25129. (cité pp. 56 et 60)
- van AARLE, W. *et al.* (2015). The ASTRA toolbox : A Platform for advanced algorithm development in electron tomography. *Ultramicroscopy* 157(2015):35–47. (cité p. 60)
- VANACKER, A. (2020). Conception et mise en place d'un essai de flexion 4 points in-situ sur des CMC. Rapport technique, Safran Ceramics. (cité p. 133)
- WIELHORSKI, Y. *et al.* (2021). Numerical modeling of 3D woven composite reinforcements : A review. *Compos. Part A* (soumis). (cité p. 88)
- WOOD, M. D. K. *et al.* (2009). Failure of stitched composite L-joints under tensile loading : Experiment and simulation. *J. Reinf. Plast. Compos.* 28(6). (cité p. 28)
- WRIGHT, S. I. NOWELL, M. M. et FIELD, D. P. (2011). A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. *Microsc. Microanal.* 17(3):316–329. (cité p. 72)
- WROBEL, B. P. (1991). The evolution of digital photogrammetry from analytical photogrammetry. *Photogramm. Rec.* 13(77):765–776. (cité p. 73)
- YAN, S. ZENG, X. et LONG, A. (2018). Experimental assessment of the mechanical behaviour of 3D woven composite T-joints. *Compos. Part B* 154:108–113. (cité p. 28)
- YANG, J. *et al.* (2016). Precision calibration method for binocular vision measurement systems based on arbitrary translations and 3D-connection information. *Meas. Sci. Technol.* 27(10). (cité p. 79)
- YU, B. *et al.* (2015). 2D and 3D imaging of fatigue failure mechanisms of 3D woven composites. *Compos. Part A* 77:37–49. (cité p. 32)
- YVONNET, J. et BONNET, G. (2014). A Consistent nonlocal scheme based on filters for the homogenization of heterogeneous linear materials with non-separated scales. *Int. J. Solids Struct.* 51:196–209. (cité p. 90)
- ZOK, F. W. (2016). Ceramic-matrix composites enable revolutionary gains in turbine engine efficiency. *Am. Ceram. Soc. Bull.* 95(5):22–28. (cité pp. 15 et 108)
- ZOK, F. W. et HOM, C. L. (1990). Large scale bridging in brittle matrix composites. *Acta Metall. Mater.* 38(10):1895–1904. (cité pp. 23 et 26)
- ZOK, F. W. *et al.* (2020). Degradation of a SiC/SiC composite in water vapor environments. *J. Am. Ceram. Soc.* 103(3):1927–1941. (cité p. 28)

Annexes

Table

A	Caractéristiques de la cellule de chargement <i>in situ</i>	ii
---	---	----

A Caractéristiques de la cellule de chargement *in situ*

Caractéristiques globales		
	<i>Config. SCe</i>	<i>Config. PSICHE</i>
Poids total	10 kg	10 kg
Hauteur immergée	260 mm	310 mm
Hauteur émergée	380 mm	330 mm
Diamètre de la zone utile	58 mm	84 mm
Actionneur		
Ref. moteur	MIDI INGENIERIE uMAC17	
Ref. réducteur	Nanotec GPLE40-2S-32	
Ref. vis à bille	Michaud Chailly B41-VBSCE-2005-176-EF-ZLN10+RRB11	
Rapport du réducteur	32	
Pas vis à bille	5 mm tr ⁻¹	
Réduction totale de la chaîne	0,16 mm tr ⁻¹	
Vitesse max.	4,65 mm min ⁻¹	
Vitesse min.	0,19 mm min ⁻¹	
Débattement	45 mm	
Chaîne d'effort		
Ref. capteur	HBM K-U9C-20K0-03M0-F-T	
Effort max.	20 kN	
Sensibilité du capteur	1 mV V ⁻¹	
	<i>Config. SCe</i>	<i>Config. PSICHE</i>
Tare typique	0 N	-652 N
Système de chauffe		
Résistance typique	2,0 ± 0,5 Ω	
Courant max.	17 A	
Température max.	1 400°C	
Débit refroidissement	50 L min ⁻¹	
Pilotage et acquisition		
<i>Connectique</i>		
Capteur d'effort	Ethernet	
Moteur	USB	
<i>Ref. des cartes d'acquisition et de pilotage</i>		
Capteur d'effort	HBM ClipX1-BM40	
Moteur	MIDI INGENIERIE C148-137	

Tableau A.1 – Caractéristiques de la cellule d'essai *in situ*

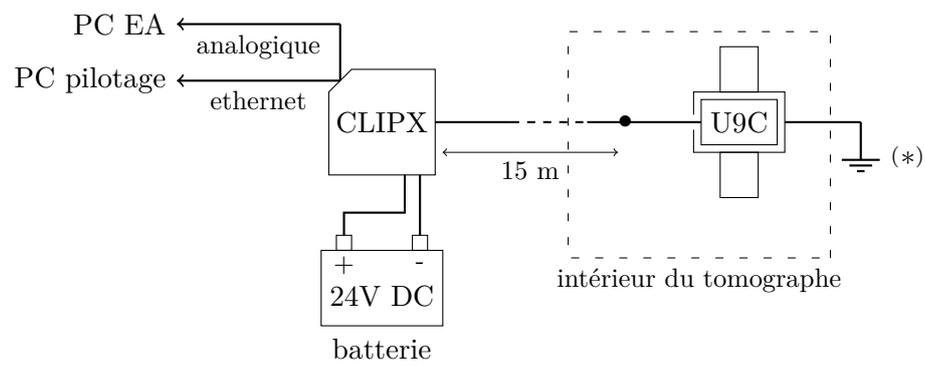


Figure A.1 – Schéma de la chaîne d'acquisition de la force. La terre du capteur (*) est déconnectée de celle du tomographe.