

Conception d'un essai multiaxial *in situ* pour caractériser le comportement thermomécanique de pièces en CMC

Design of an in-situ multi-axial test to characterise the thermo-mechanical behavior of CMC parts

Léonard Turpin^{1,2,3}, Olivier Caty¹, Stéphane Roux², Sébastien Denneulin³
et Éric Martin¹

1 : Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux
CNRS, CEA, SAFRAN, Univ. de Bordeaux
3, allée de la Boétie, 33 600 Pessac
e-mail : {turpin, caty, martin}@lcts.u-bordeaux.fr

2 : LMT
ENS Paris-Saclay, CNRS, Univ. Paris-Saclay
61, av. du Président Wilson, 94 235 Cachan Cedex
e-mail : stephane.roux@ens-paris-saclay.fr

3 : Safran Ceramics
105, av. Marcel Dassault, 33 700 Mérignac
e-mail : sebastien.denneulin@safrangroup.com

Résumé

Les Composites à Matrice Céramique (CMC) sont de bons candidats pour remplacer les super-alliages au sein des moteurs d'avion, réduire leur poids et augmenter leur température de fonctionnement afin d'améliorer leur rendement. Les composites SiC/SiC sont composés d'une préforme tissée et d'une matrice, toutes deux en carbure de silicium. L'armure est optimisée pour une géométrie donnée, souvent complexe, en fonction des chargements auxquels les pièces sont soumises. Notre objectif est de comprendre le lien entre la micro-structure et le comportement thermomécanique local afin de définir un critère d'endommagement multiaxial. Ce comportement dépend du tissage, de ses singularités et de la qualité de la matrice. Il est donc important d'observer, à une échelle assez fine, des zones difficilement accessibles. Une approche *in situ* sous tomographe a donc été choisie pour mettre en évidence l'endommagement. L'intégration des mesures par corrélation d'images volumiques (DVC) à un modèle basé images (reproduisant fidèlement la structure de l'éprouvette) fournit le champ de déplacement de la zone étudiée et le chargement thermomécanique identifié.

Abstract

SiC/SiC Ceramic Matrix Composites (CMCs) are promising candidates to replace super-alloys in aircraft engines to reduce weight and increase the operating temperature hence to improve engine efficiency. SiC/SiC CMCs are made up of both silicon carbide weaved preform and matrix. Plain weave is optimized both for its complex geometry and loading it is subjected to. Here, the aim is to understand the link between micro-structure and local thermo-mechanical behaviour to define a multi-axial first-damage criterion. This behaviour depends on the weaved pattern, its singularity and matrix quality. It requires to observe, at a fine spatial resolution, areas which are hardly accessible. Thus, an in-situ approach, using tomography has been chosen to assess damage. Integrating Digital Volume Correlation (DVC) to an image-based mechanical model, faithful to the true micro-structure, provides the displacement field of both the studied volume and the identified thermo-mechanical loading.

Mots Clés : Micro tomographie, Composite à Matrice Céramique, endommagement local, propriétés mécaniques locales, structure tissée complexe

Keywords : Micro-tomography, Ceramic Matrix Composite, local damage, local mechanical properties, complex weaved structure

1. Introduction

Les Composites à Matrice Céramique (CMC), notamment les SiC/SiC (fibres et matrice de carbure de silicium) étudiés ici, sont dits thermostructuraux car la variation de leurs propriétés mécaniques avec la température est limitée en comparaison de celle des métaux [1, 2, 3]. Leur utilisation en remplacement des super-alliages, dans les zones chaudes des turboréacteurs permettra une augmentation de leur température de fonctionnement et un gain de masse qui entrainera une augmentation significative de rendement. Ces composites sont tissés en trois dimensions et l'armature de leur renfort fibreux, composé de fils, dits torons, est conçue pour assurer leur bon comportement mécanique. Celui-ci, résultant d'une microstructure complexe, nécessite une caractérisation expérimentale fine en particulier pour la validation de modèles numériques.

Les caractères multi-échelle, inhomogène et anisotrope du matériau obligent à s'écarter des moyens expérimentaux conventionnels et à développer des essais innovants fortement instrumentés en mesure d'alimenter des modèles qui peuvent être eux-mêmes multi-échelles et fondés sur la structure réelle du matériau [4, 5]. Lors d'essais *in situ*, la tomographie par rayon X, alliée à la corrélation d'images volumiques (DVC) [6, 7], peut permettre de mesurer les champs de déplacement au sein de l'éprouvette. Il faut pour cela que le matériau présente des inhomogénéités qui permettent, dans de bonnes conditions, d'acquérir des tomographies suffisamment texturées. Des essais de tractions sous faisceau synchrotron ont déjà montré le potentiel d'une telle approche [8], notamment sur les CMC à haute température [9, 10]. Cet article présente un moyen d'essai développé pour étudier, à des températures de l'ordre de 1000°C, des chargements qui reproduisent ceux des pièces en service. La mesure de champs complets permet d'identifier avec un seul essai des propriétés dont l'obtention par une approche conventionnelle aurait nécessité de nombreux essais ou se serait montrée impossible. L'objectif est d'alimenter les modèles de comportement et d'étudier les phénomènes d'endommagement car le critère de dimensionnement de ces pièces est le "premier" endommagement.

2. Éprouvettes étudiées

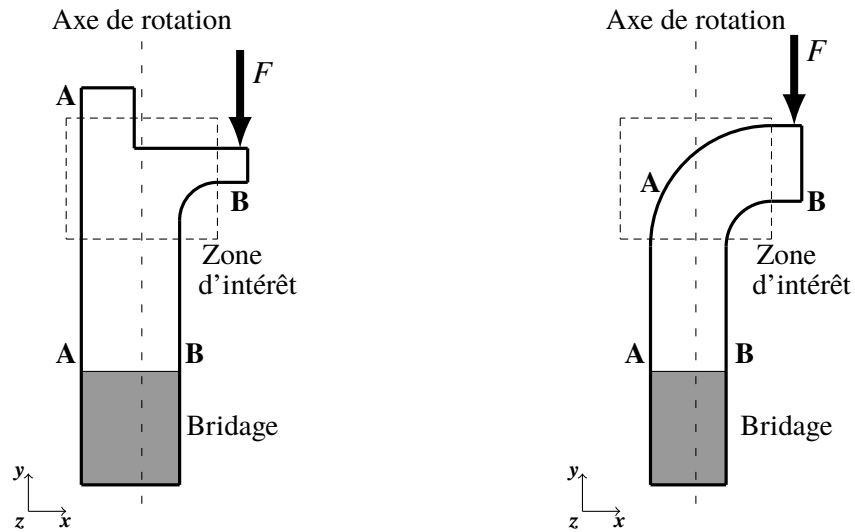
Il a été décidé de limiter ce travail à deux géométries d'éprouvettes (fig. 1) : la première (fig. 1a), complexe, est un raidisseur semblable à celui utilisé sur une pièce industrielle et présente un grand intérêt du fait de la complexité du tissage dans la zone d'étude ; la seconde (fig. 1b) est une cornière qui permettra essentiellement d'étudier des chargements hors plan. Plusieurs épaisseurs (suivant z) d'éprouvettes sont étudiées.

Des essais préliminaires ont mis en évidence que, qualitativement, le comportement des éprouvettes dépend peu de l'épaisseur. Elles présentent un scénario d'endommagement assez semblable à celui observé en traction [4]. La fissuration s'amorce dans les torons orientés selon z , proche de la zone d'application de l'effort, puis se propage à la matrice. Enfin, les torons suivant x sur lesquels l'effort est reporté rompent créant une fissure macroscopique partant en diagonale du point d'application de l'effort. Toutefois, il est nécessaire d'expliquer une variabilité importante des seuils d'endommagement macroscopique en les reliant aux singularités des éprouvettes étudiées.

3. Moyen d'essai multiaxial *in situ*

Des machines d'essai multiaxial *in situ* ont déjà été développées, par ex. des essais de double torsion [11] ou de traction biaxiale sur film mince [12]. L'essai dont il est question ici se rapproche plus d'un essai technologique. La figure 1 montre aussi l'implantation de ces éprouvettes au sein de la cellule d'essai qui est identique pour les deux types d'éprouvette.

L'encombrement de la cellule (fig. 2) est limité par l'utilisation sous tomographe de laboratoire. Aussi le chargement mécanique est appliqué par un seul actionneur et c'est la conjugaison de la géométrie des éprouvettes et d'un champ thermique inhomogène qui confère au chargement son caractère multiaxial. La face chaude est chauffée par effet Joule ou par une résistance constituée d'un wafer de silicium de faible épaisseur (absorption des rayons X comparable à celle du SiC), la face froide est soumise à



(a) Géométrie de l'éprouvette extraite d'une pièce aéronautique

(b) Géométrie de l'éprouvette "cornière"

Fig. 1.: Géométrie des éprouvettes étudiées. Elles sont bridées dans leur partie basse et le chargement mécanique F est appliqué de manière à solliciter la zone d'intérêt. Les faces **A-A** et **B-B** sont resp. chaude et froide, créant ainsi un gradient thermique. La zone d'intérêt (en pointillés) correspond à la fenêtre de tomographie.

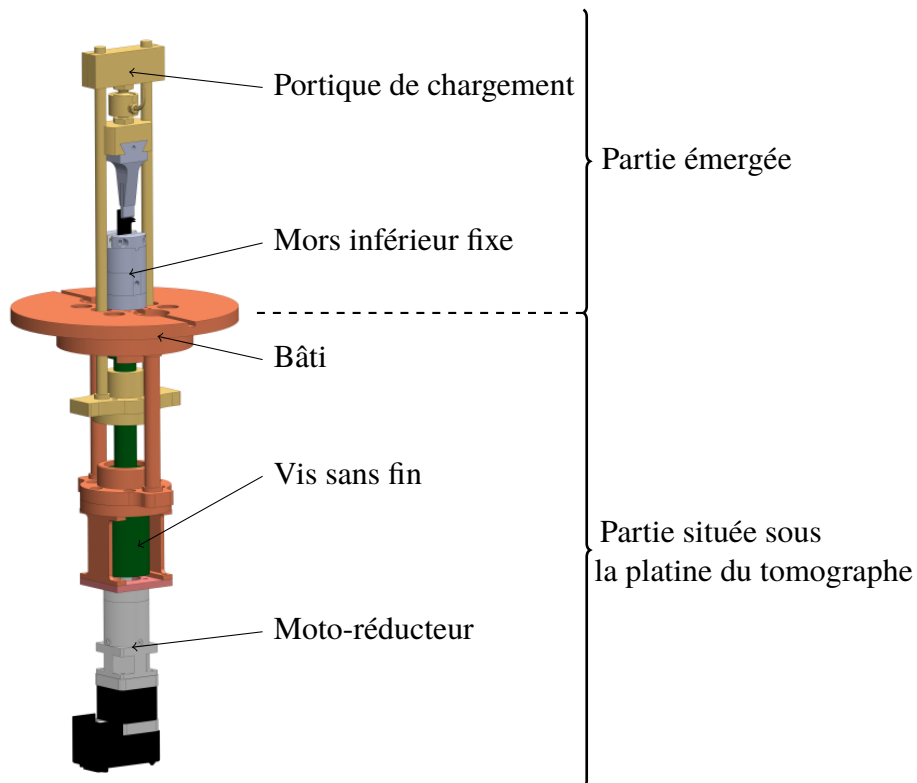


Fig. 2.: Schéma de la solution proposée pour la cellule de chargement. La fenêtre cylindrique des versions précédentes est remplacée par un portique de faible section. L'actionneur est déporté sous la platine du tomographe pour libérer la zone d'observation.

une convection forcée, permettant ainsi de maîtriser le gradient thermique généré. On se limite, dans un premier temps, à des études à l'équilibre thermique car la mesure du champ thermique lors de l'acquisition tomographique présente des difficultés d'instrumentation. Le champ thermique est mesuré grâce à une caméra et un thermocouple.

Lors de l'acquisition de la tomographie, une acquisition du flux rayonné par l'éprouvette est réalisée grâce à une caméra thermique. On envisage de développer un algorithme de reconstruction qui permette d'obtenir, avec ces mesures, les champs thermiques des surfaces de l'éprouvette.

Cette machine d'essai est conçue pour être utilisée à la fois au sein d'un tomographe de laboratoire et sous rayonnement synchrotron. La principale difficulté sous tomographe de laboratoire résulte du temps d'acquisition des images (de l'ordre de 90 min) qui oblige à limiter le nombre de paliers de chargement et, ainsi, à prendre le risque de ne pas observer les phénomènes recherchés comme l'apparition et la propagation de fissures. Un suivi de l'activité acoustique de la pièce permet de redéfinir les paliers de chargement au cours de l'essai. Du fait du bruit ambiant important et des petites dimensions des éprouvettes on se concentre sur les occurrences de nombreux événements fortement énergétiques pour détecter l'apparition de phénomène d'endommagement. Pour réduire la résolution de travail tout en conservant un flux suffisant on cherche à rapprocher le plus possible l'éprouvette de la source de rayon X. La machine présentée ici, avec son encombrement radial limité, permet de travailler dans de bonnes conditions à une résolution d'env. $8 \mu\text{m}/\text{px}$.

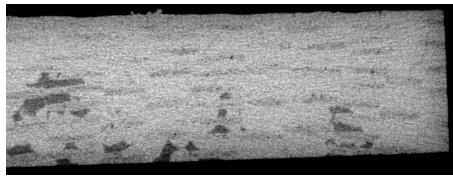
Le rayonnement synchrotron permet de s'affranchir des problématiques liées au temps d'acquisition (qui est de quelques minutes) et à l'encombrement de la machine. En effet, la résolution de travail ne dépend plus de la distance de l'éprouvette à la source. On cherche alors à trouver un compromis entre les dimensions de l'éprouvette (que l'on souhaite les plus grandes possibles pour plus de représentativité) et la résolution souhaitée pour la tomographie (env. $2 \mu\text{m}/\text{px}$) pour générer un volume de données raisonnable lors de chaque essai. Ces images permettent de mettre en évidence des phénomènes à des échelles trop fines pour être observés à $8 \mu\text{m}/\text{px}$, notamment les événements ayant lieu au sein des torons. Ces informations permettent aussi de mettre en place plus facilement la corrélation d'images.

4. Exploitabilité des tomographies

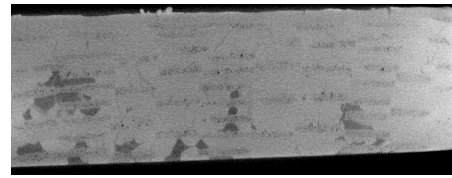
Les éprouvettes étudiées ici sont d'une section de l'ordre de 100 mm^2 . Elle est plus importante que celles étudiées précédemment [10]. Il est essentiel de s'assurer de l'exploitabilité de ces tomographies par DVC. En corrélation d'images, l'information utilisée est la texture de l'image qui dans notre cas est celle du matériau. Celle-ci est moins contrastée lorsque l'épaisseur de matériau traversée par les rayons X augmente, ce qui devient un facteur limitant. L'incertitude du champ de déplacement calculé est directement liée à son niveau de bruit.

Deux solutions sont généralement utilisées pour fermer la chaîne d'effort des machines *in situ* dans la zone traversée par le faisceau. La première est l'utilisation d'un portique fixe : seuls les mors de la machine sont tournants lors de l'acquisition. Il s'agit de la solution idéale mais elle est difficile à mettre en œuvre car il faut assurer un asservissement très précis entre les mors inférieur et supérieur. Elle doit être conçue pour une ligne de tomographie spécifique et est donc peu polyvalente. La seconde est une machine en rotation, fixée sur la platine du tomographe et munie d'une fenêtre cylindrique [9, 10]. Cette solution est plus simple. La fenêtre a toutefois comme effet de diminuer le flux qui traverse l'éprouvette et donc d'augmenter le rapport signal sur bruit de l'image. Elle ajoute également un bruit supplémentaire par ses imperfections (fig. 3).

La solution sélectionnée est un portique tournant. Cinématiquement, elle est équivalente à la solution avec une fenêtre tubulaire, les mors n'ont donc pas à être asservis en rotation. Toutefois, ce portique traverse le faisceau. Il existe donc certains secteurs angulaires où les informations sur l'objet scanné sont absentes. Pour les réduire, la section du portique doit être la plus petite possible, l'ensemble des actionneurs est donc déporté sur la partie basse de la machine dont on trouvera la structure générale en figure 2. L'éprouvette est accessible, ce qui permet d'assurer simplement une bonne mise en position.



(a) Tomographie d'une éprouvette entourée d'une fenêtre de verre. Le rapport signal sur bruit est, $SNR = 30.8$



(b) Tomographie d'une éprouvette sans fenêtre de verre. $SNR = 51.9$

Fig. 3.: Influence de la présence de la fenêtre cylindrique pour fermer la chaîne d'effort. Pour obtenir de meilleurs résultats par corrélation d'images, il est important de réduire le bruit des tomographies en faveur de la texture de l'image.

Avec la structure choisie pour la machine *in situ*, le chargement est appliqué par l'intermédiaire d'un portique à deux colonnes d'acier. Ces colonnes rendent inexploitable certains secteurs angulaires lors de la tomographie. Cette problématique est courante en tomographie électronique. Un outil de reconstruction, utilisant la toolbox ASTRA [13], a été développé pour implémenter un algorithme de reconstruction reprojction itératives avec une régularisation par champ de phases [14].

Nassi *et al.* [15] ont proposé un algorithme nommé Iterative Reconstruction Reprojection dès 1982. Il consiste à remplacer les données manquantes du sinogramme par une valeur arbitraire puis à les retroprojetés avec un algorithme de type Feldkamp. Une première reconstruction de l'éprouvette scannée est ainsi obtenue. Elle présente d'assez forts artéfacts qui sont dus aux valeurs affectées arbitrairement.

Lors de l'étape de régularisation, on considère que l'éprouvette n'est constituée que d'un nombre réduit de phases. Ces phases doivent se traduire sur la tomographie par un nombre limité de niveaux de gris. Sur l'histogramme, elles devraient donc se manifester par des pics bien distincts, l'étalement autour des pics est considéré comme étant dû au bruit et aux artéfacts de reconstruction. Cette régularisation consiste à faire tendre l'histogramme de l'image filtrée vers l'histogramme discret idéal correspondant. L'image régularisée est ensuite reprojctée, ce qui permet d'obtenir un nouveau sinogramme. Celui-ci est de moins bonne qualité que le sinogramme initial dans la zone mesuré mais, dans la zone manquante, l'information est plus réaliste que les valeurs affectées arbitrairement. Les valeurs dans la zone manquante sont donc mises à jour itérativement jusqu'à l'obtention d'une solution stationnaire. Ainsi, une reconstruction correcte de l'éprouvette scannée est obtenue.

5. Conclusion et perspectives

La complexité de la structure des composites SiC/SiC ainsi que le désir de modéliser les zones singulières ont amené à développer un nouveau moyen d'essai *in situ* pour réaliser, à haute température, des essais multiaxiaux. La spécificité de ces essais a conduit à la proposition d'une solution originale et polyvalente. Elle fournit, grâce à la corrélation d'images intégrée, des données pour des modèles basés images complexes [5] qui seront utilisées à des fins de validation et d'identification des propriétés locales et de mise en place d'un couplage au sein de ces modèles de la thermique et de la mécanique. C'est le principal objet du développement des algorithmes à venir. La souplesse du moyen d'essai et l'appropriation de l'ensemble de la chaîne de traitement des images permettra l'implémentation d'approches innovantes comme la DVC fondée sur les projections [16].

Remerciements

Ce projet est financé par Safran Ceramics dans le cadre du Projet de Recherche Concerté (PRC) MECACOMP et par l'ANRT dans le cadre d'un contrat CIFRE.

Références

- [1] R. Naslain, “Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors : an overview,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 64, pp. 155–170, 2004.
- [2] G. Camus, C. Lorette, R. Pailler, F. Rebillat, B. Reignier, and F. Teyssandier, “Matériaux composites à matrice céramique et à renfort par fibres longues,” *Techniques de l’Ingénieur*, vol. N4803 V2, 2016.
- [3] B. N. Cox, H. A. Bale, M. Begley, M. Blacklock, B.-C. Do, T. Fast, M. Naderi, M. Novak, V. P. Rajan, R. G. Rinaldi, R. O. Ritchie, M. N. Rossol, J. H. Shaw, O. Sudre, Q. Yang, F. W. Zok, and D. B. Marshall, “Stochastic virtual tests for high-temperature ceramic matrix composites,” *Annu. Rev. Mater. Res.*, 2014.
- [4] V. Mazars, *Étude des endommagements sur CMC par une approche de modélisation micro-méso alimentée pas des essais in-situ*. PhD thesis, Université de Bordeaux, France, 2018.
- [5] J. Benezech, *Modélisation du comportement thermomécanique à l’échelle mésoscopique de zones singulières de pièces aéronautiques en CMC*. PhD thesis, Université de Bordeaux, France, en cours.
- [6] S. Roux, F. Hild, P. Viot, and D. Bernard, “Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam,” *Composites Part A*, vol. 39, pp. 1253–1265, 2008.
- [7] F. Hild, A. Bouterf, L. Chamoin, H. Leclerc, F. Matthieu, J. Neggers, F. Pled, Z. Tomičević, and S. Roux, “Toward 4D mechanical correlation,” *Advanced Modeling and Simulation in Engineering Sciences*, vol. 3 (1), pp. 1–26, 2016.
- [8] E. Maire, L. Salvo, P. Cloetens, and M. Di Michiel, “Tomographie à rayon X appliquée à l’étude des matériaux,” *Techniques de l’Ingénieur*, vol. IN20 V1, 2004.
- [9] H. A. Bale, M. Blacklock, M. R. Begley, D. B. Marshall, B. N. Cox, and R. O. Ritchie, “Characterizing three-dimensional textile ceramic composites using synchrotron X-ray micro-computed-tomography,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 95, pp. 392–402, 2012.
- [10] V. Mazars, O. Caty, G. Couégnat, A. Bouterf, S. Roux, S. Denneulin, J. Pailhès, and G. L. Vignoles, “Damage investigation and modeling of 3D woven ceramic matrix composites from X-ray tomography in-situ tensile tests,” *Acta Mater.*, vol. 140, pp. 361–371, 2017.
- [11] P. Leplay, J. Réthoré, S. Meille, M.-C. Baietto, J. Adrien, and r. Maire, “Analyse d’un test in situ de double-torsion par tomographie X et corrélation d’images 3D,” *10^e colloque national en calcul des structures*, Giens, France, May 2011.
- [12] G. Géandier, S. Djaziri, P. Goudeau, E. Le Bourhis, P.-O. Renault, D. Thiaudière, F. Hild, and D. Faurie, “Development of a synchrotron biaxial tensile device for *in-situ* characterization of thin films mechanical response,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 81, 2010.
- [13] W. Van Aarle, W. J. Palenstijn, J. De Beenhouwer, T. Altantzis, S. Bals, K. J. Batenburg, and J. Sijbers, “The ASTRA Toolbox : a platform for advanced algorithm development in electron tomography,” *Ultramicroscopy*, vol. 157, pp. 25–47, 2015.
- [14] L. Turpin, S. Roux, O. Caty, and S. Denneulin, “A phase field approach to limited-angle tomographic reconstruction,” (submitted).

- [15] M. Nassi, W. R. Brody, B. P. Medoff, and A. Macovsky, “Iterative reconstruction-reprojection : An algorithm for limited data cardiac-computed tomography,” *IEEE Trans. Biomed. Eng.*, vol. BME-29(5), pp. 331–341, 1982.
- [16] C. Jailin, A. Bouterf, M. Poncelet, and S. Roux, “*In-situ* μ CT-scan mechanical tests : Fast 4D mechanical identification,” *Exp. Mech.*, 2017.