



N° d'ordre

Université des Sciences et Technologies de Lille

Mémoire en vue de l'obtention d'une

HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Discipline : Sciences Physiques

présenté par : **Salim BENMEDAKHENE**

Contribution à l'étude des mécanismes d'endommagement par émission acoustique dans le cas des matériaux composites et métalliques

Soutenance prévue le 16 décembre 2004, devant un jury composé de :

Rapporteurs :

M. Ky DANG VAN, Directeur de Recherche CNRS, Ecole Polytechnique Palaiseau,

M. Pavel MAZAL, Professeur, Brno University of Technology, Czech Republic.

Mme Michèle GUIGON, Professeur, Université de Technologie de Compiègne,

Examineurs :

Mme Françoise LENE, Professeur, Université de Jussieu,

M. Georges DUVAUT, Professeur, Pôle Léonard De Vinci,

M. Abdelouahed LAKSIMI, Professeur, Université de Technologie de Compiègne,

M. Moussa NAIT ABDELAZIZ, Professeur, Polytech'Lille

M. Abdellatif IMAD, Professeur, Polytech'Lille

Table de Matières

| | |
|---|-----------|
| <i>Mémoire en vue de l'obtention d'une</i> | 1 |
| <i>Introduction générale</i> | 1 |
| <i>Chapitre I : Analyse phénoménologique et modélisation de l'endommagement des matériaux et des structures composites</i> | 7 |
| I. 1 : Contrôle par émission acoustique de l'endommagement des structures composite anisotrope | 8 |
| I.1.1. Analyse de la propagation des ondes..... | 8 |
| I.1.2. Effet de la position de la source sur la nature des signaux d'émission acoustique générés..... | 10 |
| I.1.3. Effet de l'orientation des plis de stratification sur les modes de propagation des ondes..... | 11 |
| I.1.4. Analyse de la rupture par émission acoustique..... | 14 |
| I.1.5. Conclusions..... | 20 |
| I. 2. Analyse de l'endommagement de plaques composites orthotropes sous sollicitation du type impact à basse vitesse | 21 |
| I.2.1 : Analyse expérimentale de l'impact | 21 |
| I.2.2. Approche énergétique du comportement à l'impact : Modèle bilan d'énergie..... | 24 |
| I.2.3 : Approche énergétique du comportement à l'impact : Modèles masses ressorts..... | 29 |
| I.2.4. Modélisation phénoménologique de l'endommagement..... | 33 |
| I.2.5 : Conclusions..... | 38 |
| I. 3. Analyse et modélisation du comportement endommageable de matériaux composites polypropylène renforcés de fibres de verre courtes | 39 |
| I.3.1. Analyse Expérimentale..... | 39 |
| I.3.2. Analyse des mécanismes d'endommagement..... | 41 |
| I.3.3. Modélisation empirique de l'endommagement..... | 46 |
| I.3.4. Analyse de l'endommagement en fluage..... | 47 |
| I.3.5. Conclusions..... | 52 |
| <i>Chapitre II : Analyse et modélisation de l'endommagement des matériaux métalliques revêtus en surfaces et interfaces</i> | 53 |
| II.1. Application de l'émission acoustique à l'étude de l'adhérence et de l'endommagement de dépôts obtenus par projection thermique | 54 |
| II.1.1. Analyse des résultats expérimentaux | 55 |
| II.1.2. Modélisation de la multifissuration transverse..... | 57 |
| II.1.3. Conclusion..... | 61 |
| II.2. Caractérisation par émission acoustique de l'endommagement d'un système matériau/revêtement sous corrosion aqueuse | 62 |
| II.2.1. Méthodes expérimentales..... | 62 |
| II.2.2. Analyse phénoménologique de l'endommagement..... | 63 |
| II.2.3. Etude de l'activité acoustique durant la surprotection cathodique..... | 66 |
| II.2.4. Conclusion : | 71 |
| II.3. Analyse de l'oxydation à haute température du Nickel par émission acoustique | 72 |
| II.3.1. Analyse mécanique des systèmes Ni/NiO..... | 72 |
| II.3.2. Endommagement de l'oxyde en surface | 74 |
| II.3.3. Conclusion | 79 |
| <i>Chapitre III : Développement du contrôle non destructif par émission acoustique pour les équipements industriels</i> | 80 |
| III.1. Cas d'application à une sphère de stockage de GPL | 81 |
| III.1.1. Structure contrôlée et instrumentation..... | 81 |

| | |
|--|-----------|
| III.1.2. Présentation des résultats..... | 82 |
| III.1.3. Conclusions. | 85 |
| <i>Conclusions générales et perspectives.....</i> | 86 |
| <i>Références bibliographiques</i> | 87 |

Introduction générale

Au cours de ces dernières années, une approche systémique des matériaux est apparue avec, non seulement, la recherche d'indices de performances mais également la notion importante de durabilité. Il est bien évident qu'il n'existe aucune structure, aucun système qui fonctionne sans être affecté d'un certain taux d'endommagement. Alors, le problème qui est posé est celui de l'identification et de la quantification du dommage associé à la définition d'un coefficient de sécurité qui conduit à déterminer la durabilité de la structure ou du système concerné. Cette réflexion s'inscrit dans une démarche d'éco-conception dans laquelle la notion de durabilité est un facteur de productivité. En réalité, il faut anticiper pour ne pas subir de situations scientifiquement, techniquement et économiquement non rentables.

L'orientation que je me suis choisie pour mener à bien mes recherches consiste, à partir de divers protocoles expérimentaux, à réaliser l'identification du comportement mécanique d'un matériau avec ou sans revêtement sous sollicitations mécaniques et/ou contraintes environnementales complexes. La finalité de mes recherches commence par le choix de matériaux ou multimatériaux pour la conception de structures en relation avec leur procédé de mise en œuvre et se poursuit par la mise en évidence des phénomènes d'endommagement intervenant selon les différents cas de figures dans le but d'étudier ces processus de dégradation.

Par comportement, j'entends aussi bien le comportement mécanique d'un volume que de revêtements ou couches minces telles que les couches d'oxyde se formant lors des process à haute température. La notion de durabilité est plus complexe. Elle peut évoquer un endommagement physique sous sollicitations mécaniques (dégradation des propriétés mécaniques, ...) comme un vieillissement (effet d'un rayonnement, de la température, d'une oxydation ou corrosion...). Par ailleurs, le contrôle non destructif par Emission Acoustique des matériaux s'inscrit pleinement dans mes recherches fédérant ainsi les méthodes non destructives de contrôle et de caractérisation des matériaux.

L'émission acoustique (EA) est le phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires résultant des microdéplacements locaux internes au sein d'un matériau soumis à sollicitations (Norme AFNOR NFA 09350). L'avantage essentiel de cette technique est de donner une information en temps réel sur l'endommagement au cours d'une sollicitation mécanique, thermique, etc. Elle est, sans doute, l'une des techniques la mieux adaptée pour surveiller et étudier la cinétique de l'endommagement dans les matériaux et les structures. La méthode de contrôle par émission acoustique des matériaux et des structures s'appuie sur une grande connaissance des matériaux (propriétés physiques, mécaniques, etc.) et sur l'expérience en émission acoustique acquise à travers de nombreux travaux de recherche que j'ai mené dans le laboratoire en partenariat avec plusieurs équipes de recherches et en collaboration avec le milieu industriel.

L'intérêt de l'émission acoustique est d'autant plus remarquable qu'elle s'applique maintenant dans le cas de la corrosion sèche et humide (L. GAILLET, 2000 ; S. AMAMI, 2001), de l'oxydation à haute température, du contrôle des revêtements de surfaces (D. DALMAS, 2003). Utilisée avec précaution et rigueur, cette technique permet de détecter et de suivre la dégradation des matériaux. Les signaux recueillis et traités, en temps réel, permettent de détecter et d'identifier la nature des endommagements tout en suivant leur évolution (M. BENZEGGAGH, 1995 & S. Benmedakhene, 1999).

L'utilisation de l'émission acoustique (EA) dans le domaine des matériaux composites a permis une très nette avancée dans la compréhension de leur comportement à l'endommagement et à la rupture (X. L. GONG, 1998 ; F. MERAGHNI, 1995 ; K. AZAOUAOUI, 2002 & S. BENMEDAKHENE, 2004). Avec le temps, l'utilisation de cette technique est passée du stade du laboratoire à celui du contrôle non destructif sur sites. Les recherches effectuées sur les matériaux

composites ont permis d'établir des modèles schématiques et des signatures acoustiques d'endommagement qui décrivent les processus chronologiques de ruine des matériaux.

L'intérêt de l'émission acoustique réside également dans la localisation des sources d'émission acoustique et donc des endommagements, en mesurant les différences de temps d'arrivée d'une même onde à plusieurs capteurs disposés selon un maillage adéquat. Les possibilités de localisation qu'offre l'émission acoustique est un atout important à la surveillance des structures de grandes tailles (S. AMAMI & S. BENMEDAKHENE, 2004).

Après une classification des mécanismes selon leur nature, l'un des objectifs visé est d'introduire un paramètre d'émission acoustique lié à l'endommagement dans une démarche de modélisation du comportement endommageable des matériaux et des structures (E. SEGARD, S. BENMEDAKHENE, 2004).

Construction de mon projet de recherche :

Historiquement, mes travaux de recherches ont débuté avec ma thèse de Doctorat soutenue le 16 octobre 1996 dans le domaine de l'analyse phénoménologique et la modélisation du comportement à l'impact des matériaux composites (S. BENMEDAKHENE, 1996). En collaboration avec le professeur A. LAKSIMI, nous avons mis en place une équipe de recherche dont la thématique est **l'endommagement et le contrôle non destructif par émission acoustique des matériaux**, au sein du laboratoire ROBERVAL (UMR 6066 du CNRS). J'ai poursuivi mon activité de recherche dans le cadre de mon poste d'ingénieur de recherche auprès de la société DIVERGENT du groupe UTC. Dans ce cadre, j'ai concentré mes travaux de recherches principalement sur le thème de l'endommagement et la dégradation des matériaux, aussi bien dans le volume qu'en surface, avec l'idée permanente de valider l'outil d'identification et de diagnostic à savoir le contrôle non destructif par émission acoustique. Ces travaux de recherche se sont déroulés, en grande partie, dans le cadre de co-encadrements de travaux de thèses de doctorat et de DEA au sein du laboratoire et dans le cadre de multiples collaborations avec d'autres Laboratoires universitaires, CNRS et Industriels.

La préparation de mon Habilitation à Diriger des Recherches (HDR) représente, pour moi, une très bonne occasion de faire le bilan sur mes travaux de recherche, que je voudrais présenter sous trois principaux axes, mais aussi une occasion importante de tracer les perspectives de recherche dans une optique d'une mécanique au service du développement durable. Pour mettre en évidence l'ensemble de mes travaux de recherche, je propose de les décliner en trois parties principales :

Partie 1 : Analyse phénoménologique et modélisation de l'endommagement des matériaux et des structures composites.

L'identification du comportement de structures en matériaux composites sous sollicitations statiques ou dynamiques, en relation avec leur processus d'endommagement (délamination, dégradation de l'interface fibre/matrice), est effectuée grâce au suivi par émission acoustique, ce qui représente l'essentiel de ce chapitre.

Le travail de ma thèse, réalisée entre 1993 et 1996, présente l'analyse du comportement à l'impact et la modélisation du comportement endommageable impliquant la connaissance des mécanismes mis en jeu dans le transfert de l'énergie. Une modélisation de l'endommagement basée sur un bilan énergétique semble adéquate pour décrire l'impact à basse vitesse. En d'autres termes, un schéma d'évolution de l'endommagement est recherché par l'intermédiaire de variables susceptibles de permettre le calcul de l'énergie absorbée. Cette approche globale permet, à partir d'hypothèses simplificatrices, d'obtenir des résultats assez proches de l'expérience. Dans notre cas, les impacts sont à faible vitesse variant de 1 à 6 m/s et à énergie élevée : de 40 à 180J. Une analyse complémentaire liée au comportement mécanique statique post impact a permis de mettre en évidence l'interaction entre les dommages introduits par impact et la résistance résiduelle en fonction de la nature des sollicitations post impact.

Les travaux de thèse de L. BOUNOUAS et E. SEGARD que j'ai co-encadré avec le professeur A. LAKSIMI ont porté, en grande partie, sur une approche expérimentale et une modélisation phénoménologique de l'endommagement d'un composite en polypropylène renforcé par des fibres de verre courtes. Une collaboration avec A. IMAD, Professeur, a été mise en place dans le cadre de la thèse de L. BOUNOUAS.

Parmi les points abordés, on peut citer l'influence des paramètres d'injection et les paramètres structuraux sur le comportement mécanique du composite. On a développé cette approche aussi bien dans le cas des sollicitations monotones que lors de fluages et de relaxations. Par ailleurs, le contrôle par émission acoustique a donné des informations sur les différents mécanismes de la rupture du composite et a permis la mise en évidence d'un suivi quantitatif à travers des paramètres scalaires des différents mécanismes d'endommagement.

Dans le but d'améliorer les procédés de contrôle non destructif par émission acoustique des structures composites et dans un souci de passer de l'échelle de l'éprouvette à celle de la structure, j'ai encadré deux DEA : S. MECHRAOUI et EL. MOUDNI portant sur le thème des propagations des ondes ultrasonores dans les matériaux composites orthotropes et anisotropes. En effet, contrairement aux matériaux métalliques, les matériaux composites ont autant de vitesses de propagation que d'orientations de fibres. L'atténuation des ondes d'émission acoustique y est également plus complexe. Dans ce travail, la propagation des ondes d'émission acoustique a été étudiée en fonction de l'orientation des fibres. Les modèles de corrélation des signaux acoustiques aux mécanismes d'endommagements ont été corrigés en fonction des phénomènes d'atténuations pour les structures de grande envergure. Ceci a permis aussi de délimiter l'efficacité de cette méthode.

Actuellement, je participe aux travaux de la thèse de B. MOUHMI (soutenance prévue en 2006) encadré par le Professeur A. IMAD. Ces travaux de recherche portent sur l'étude du comportement à l'endommagement d'un polyamide PA66 chargé de fibres de verres courtes. Dans cette étude, nous abordons aussi bien l'influence des paramètres structuraux tels que le taux de renfort et la nature de l'ensimage sur le comportement mécanique, que l'influence de l'environnement dans lequel travaille le matériau. Par environnement on sous-entend principalement la vitesse de déformation, la température et l'humidité représentant un facteur important conditionnant le comportement du polyamide. L'exploitation du contrôle non destructif par émission acoustique conjointement à la microscopie électronique à balayage permet, dans le cadre de cette étude, de cerner de plus près l'amorçage et la propagation des mécanismes d'endommagement du matériau.

Partie 2 : Étude des phénomènes de dégradation des surfaces par émission acoustique.

Ce troisième axe de recherche est le fruit de nombreuses collaborations avec des équipes de « tribologues » et de « corrosionnistes » dans le but d'étudier, par émission acoustique, les phénomènes de dégradation et d'endommagement des matériaux métalliques revêtus.

La première étude liée à cet axe de recherche concerne les revêtements obtenus par projection thermique. Actuellement, dans l'industrie, on constate un accroissement de l'utilisation des matériaux revêtus par projection thermique (en particulier le WC-Co) en raison de leurs bonnes propriétés tribologiques (frottement, usure, etc.), spécialement dans l'industrie aéronautique. Les performances de ces matériaux dépendent d'un certain nombre de paramètres intrinsèques aux revêtements céramiques qui peuvent évoluer durant leur utilisation. Afin de mieux appréhender les mécanismes d'endommagement des revêtements, de nombreuses méthodes ont été développées, en particulier l'utilisation de l'émission acoustique.

Dans le cadre des revêtements projetés thermiquement, la fissuration au sein du revêtement et la fissuration interfaciale (délaminage) génèrent des événements acoustiques caractéristiques. Certaines études sur les mécanismes d'endommagement des matériaux revêtus montrent que sous certaines sollicitations, on génère une microfissuration au sein du revêtement qui n'altère quasiment pas ses propriétés d'usage. Par contre, on constate aussi, dans d'autres cas, la

propagation catastrophique d'une fissuration interfaciale entraînant une perte totale des propriétés du revêtement.

Dans le cadre d'une collaboration autour de la thèse de D. DALMAS [24], nous avons analysé les mécanismes d'endommagement d'éprouvettes revêtues par une couche de WC-Co projetées thermiquement par le procédé HVOF (High Velocity Oxy Fuel). L'enregistrement in situ de l'émission acoustique, ainsi que des observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) ont permis de mettre en évidence deux modes distincts de fissuration: une multifissuration transverse au sein du revêtement et une fissuration interfaciale (délaminage).

Une modélisation analytique mise en œuvre par la méthode des équations intégrales (ou méthode d'éléments frontières) nous a permis de modéliser la répartition des contraintes lors du processus de fissuration transverse jusqu'à l'obtention de fissures interfaciales considérées comme la limite d'exploitation de la structure revêtue.

La deuxième étude sur les décollements des revêtements porte sur les phénomènes de décollement des revêtements en présence d'une surprotection cathodique. Cette recherche est importante pour la maîtrise de l'endommagement des revêtements des structures extraterritoriales. J'ai réalisé ce travail en collaboration avec C. LEMAITRE, Professeur, dans le cadre de la thèse de S. AMAMI et du DEA de M. MALEK.

Ces structures sont généralement protégées contre l'action de leurs milieux d'exposition agressifs par l'application simultanée d'un système de revêtement et d'une protection cathodique. Le revêtement a pour rôle d'isoler le métal du milieu agressif. Il protège ainsi la majeure partie de la structure. Cependant, le revêtement seul ne peut pas garantir une protection totale de la structure : En effet, certaines zones sont souvent mal revêtues en raison de la difficulté de les atteindre lors de l'application du revêtement (ex : géométrie complexe de la structure), ou encore des parties de ce revêtement peuvent se décoller sous l'action des agressions mécaniques subies par la structure pendant son montage ou lorsqu'elle est en service. Pour augmenter l'efficacité de la protection et répondre à l'éventualité de voir le substrat se dénuder, une protection cathodique est généralement employée.

La principale imperfection de ce moyen de protection est qu'il conduit, dans certains cas, aux décollements (dit décollements cathodiques) du revêtement. Ce type de décollement est causé par la mauvaise répartition du courant cathodique, qui engendre localement des zones de surprotection cathodique responsables de ces décollements. L'analyse de ce type d'endommagement ainsi que son contrôle par émission acoustique nous révèle que le phénomène s'amorce par une phase d'incubation suivie d'une phase de grande activité acoustique, cette activité s'arrête dès que la phase de saturation commence. Ces résultats sont en parfaite concordance avec les observations métallographiques et permettent d'attribuer la phase de la grande activité acoustique aux étapes des naissances et croissances de la cloque. Quant à la phase de saturation caractérisée par une activité acoustique très faible, elle est reliée au stade ultime de l'endommagement. Ce travail constitue une première investigation ouvrant des perspectives intéressantes quant au contrôle des phénomènes de corrosion dans divers secteurs industriels.

Enfin, la troisième étude relative à cet axe de recherche est liée aux phénomènes d'endommagement des couches d'oxydes sous contrainte et à haute température. Ce travail a été réalisé en collaboration avec l'équipe corrosion sèche du professeur G. MOULIN et dans le cadre des deux thèses de L. GAILLET et R. EL TAHAN et de deux DEA.

Des expériences d'oxydation sous contrainte ont été effectuées dans une installation permettant à la fois la détermination des paramètres mécaniques, le suivi de la dégradation des strates d'oxyde par émission acoustique et l'analyse diffusionnelle. L'étude a porté sur divers systèmes de nickel oxydés (polycristaux, monocristaux, oxydes déposés) sollicités en fluage, sous oxygène, à 550°C.

La microstructure des films d'oxyde de NiO élaborés par voie thermique est duplex alors que celle des oxydes NiO déposés présente une seule strate. Dans tous les cas, un endommagement

(fissuration périodique, décollements) des films d'oxyde est constaté (Métallographie, Emission Acoustique) lorsqu'une contrainte en fluage est appliquée.

Une influence de la cristallographie du substrat monocristallin sur les mécanismes et les vitesses de déformation en fluage a été mise en évidence. De plus, l'influence du film d'oxyde NiO sur ces paramètres mécaniques a été aussi observée. Des expériences de relaxation de contrainte après le fluage ont permis de scinder la contrainte appliquée en deux types (relaxée $\Delta\sigma$ et interne σ_i). Les mêmes études ont été menées, pour une demande dans le domaine des circuits primaires (application nucléaire), sur du Zirconium et du Zircaloy.

Lors de ces études, j'ai mis en application le contrôle non destructif par émission acoustique qui a permis de mettre en évidence et d'identifier les signatures acoustiques des phénomènes d'incubation des couches d'oxydes, des fissurations interlaminaires et intralaminaires dans les différentes couches d'oxyde.

Partie 3 : Développement du contrôle non destructif par émission acoustique pour les équipements industrielles.

A l'origine, ce travail se base sur un important savoir-faire dans le domaine du contrôle non destructif par émission acoustique. L'industrie de la chimie et pétrochimie exploite un nombre très important d'équipements sous pression. Ces équipements construits, en grande partie, en acier au carbone, subissent des vieillissements liés aussi bien aux contraintes thermomécaniques que physico-chimiques. La plupart de ces structures sont soumises à la Directive Européenne DESP 97/23/CE imposant une épreuve hydraulique tous les 10 ans de service. Le problème est que la seule information que cette épreuve apporte est liée à la présence de fuite ou non dans la structure. Depuis plusieurs années, la méthode de l'émission acoustique apporte une solution relativement intéressante sur les plans de la sécurité en fonctionnement mais aussi économique pour la qualification de ces équipements. Pour mieux répondre à ce besoin et en collaboration avec le professeur A. LAKSIMI, j'ai co-encadré deux thèses de Doctorat El HAKIMI en collaboration avec S.HARIRI de l'école des Mines de Douai et Z.Zitouni de l'Université de Metz et S. MECHRAOUI qui se penchent sur cette problématique en empruntant l'approche mettant en avant aussi bien des aspect de mécanique de la rupture, que des corrélations entre la surveillance acoustique et le comportement mécanique et physico-chimique de ces structures.

Dans le domaine du développement des contrôles par émission acoustique des structures complexes, j'aborde dans ce chapitre une application de surveillance d'un riser flexible hybride en matériaux métalliques et composites sous sollicitations multiples de fatigue.

En conclusion de ce travail, il a été proposé des paramètres d'émission acoustique relativement pertinents pour attribuer un coefficient de sévérité caractérisant la dangerosité du mécanisme d'endommagement source.

En résumé, l'ensemble des ces travaux de recherche concerne la compréhension des phénomènes d'endommagement et de dégradation en respectant une démarche s'appuyant sur les quatre points suivants:

- **Les matériaux et leur environnement,**
- **La détection et l'identification des endommagements,**
- **La classification de ces endommagements,**
- **L'étude et l'analyse de leur interaction avec le comportement de la structure.**

Actuellement, je poursuis mes travaux de recherche, notamment à travers le co-encadrement des travaux de thèse de :

- *B. MOUHMID (soutenance prévue en 2006) encadré par A. IMAD, Professeur, qui porte sur l'étude des mécanismes d'endommagement d'un polyamide chargé de fibres de verres courtes. Ces travaux porte sur l'analyse de l'influence du taux de renfort, de la vitesse de sollicitation et de la température. L'émission acoustique permet de cerner les différentes étapes d'endommagement du polyamide chargé.*
- *H. Zejli (soutenance prévue en 2006) sur le développement de la surveillance et de l'occultation des câbles de précontraintes, utilisés dans les ouvrages d'arts (ponts à haubans et ponts suspendus) par la méthode de l'émission acoustique. Cette thèse est financée dans le cadre d'une collaboration par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC).*

Chapitre I

Chapitre I : Analyse phénoménologique et modélisation de l'endommagement des matériaux et des structures composites.

RESUME

Le premier chapitre est entièrement consacré à l'analyse et à la modélisation phénoménologique de l'endommagement dans le cas des matériaux et des structures composites. Il est traité en trois principales parties :

- La première partie de ce travail, relative aux recherches de deux DEA (1999 & 2002), concerne le développement du contrôle non destructif par émission acoustique des structures composites. Ce travail a porté sur l'effet d'échelle lié principalement au phénomène d'atténuation des ondes acoustiques entre les sources et la position des capteurs piézoélectriques dans le cas de grandes structures.
- La seconde partie de ce travail concerne mes travaux de thèse liés à l'analyse du comportement à l'impact des matériaux composites (thèse soutenue en 1996). La modélisation du comportement endommageable implique la connaissance des mécanismes mis en jeu dans le transfert de l'énergie. Une modélisation de l'endommagement basée sur un bilan énergétique semble adéquate pour décrire l'impact à basse vitesse des composites. En d'autres termes, un schéma d'évolution de l'endommagement est recherché par l'intermédiaire de variables susceptibles de permettre le calcul de l'énergie absorbée. Cette approche globale permet, à partir d'hypothèses simplificatrices, d'obtenir des résultats assez proches de l'expérience. Dans notre cas, les impacts sont à faible vitesse "1 à 6 m/s" et à forte énergie "40 à 180J".
- La troisième partie de ce travail, liée aux travaux de thèses de L. BOUNOUAS (2001) et E. SEGARD (2001), porte sur l'analyse et la modélisation du comportement d'un composite polypropylène renforcé de fibres de verre courtes. Dans ce travail nous avons mis en avant l'effet des paramètres de mise en œuvre ainsi que les paramètres structuraux sur le comportement mécanique du matériau. Une modélisation du comportement endommageable en statique et en fluage est réalisée en exploitant l'analyse de l'activité acoustique émise par ces phénomènes lors des mises sous contraintes.

I. 1 : Contrôle par émission acoustique de l'endommagement des structures composite anisotrope.

Depuis les travaux de Kaiser en 1950, l'émission acoustique est devenue une technique d'investigation présentant un intérêt croissant. La nature hétérogène des matériaux composites n'a permis l'application de l'émission acoustique qu'en 1961 (Noiret, 88). Les investigations dans le domaine des composites ont commencé au cours des années 70 en Europe à l'université britannique (University of Bath, Imperial College). En effet, les travaux de GUILD et al (1983) ont contribué, depuis les années 70, à l'amélioration de l'utilisation de l'EA pour mieux comprendre les mécanismes d'endommagement des matériaux composites. Les premières études publiées en France datent des années 80 avec les travaux de Valentin et al (82), BERTHELOT et al (83), BENZZEGAGH et al (92), LAKSIMI et al (99). Depuis, un nombre important de travaux de recherche ont permis de réaliser une avancée intéressante dans ce domaine. En l'occurrence, les travaux de GORMAN (1991) & PROSSER (1996), ont montré que les modes de propagation des ondes dans les plaques composites peuvent être regroupés en deux catégories : Le mode symétrique de Lamb S_0 (dilatation) et le mode antisymétrique de Lamb A_0 (flexion).

Il est très difficile de séparer les mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites avec une grande précision. D'après Ni et al. (2001), il existe une relation entre les fréquences des signaux et les différents mécanismes d'endommagement dans le cas d'un composite verre/époxy. Ils ont attribué les fréquences inférieures à 100kHz aux microfissurations de la résine, le délaminage à des fréquences entre 200 et 300 kHz et la rupture des fibres à des fréquences entre 400 à 450 kHz. Ces mêmes observations ont été confirmées par CALABRO et al. (1997) ainsi que DE GROOT et al, (1995).

Le but de ce travail est de lever l'ombre qui porte sur les phénomènes de propagations d'ondes dans des matériaux aussi complexes que les composites anisotropes stratifiés. Nous nous sommes intéressés à l'exploitation de ces résultats pour l'analyse de l'endommagement sur des plaques de grande envergure par émission acoustique.

I.1.1. Analyse de la propagation des ondes.

Deux types de matériaux composites verre/époxy ont été utilisés pour cette étude :

- Le premier est constitué d'une plaque sergé tramée à 40% (665×500×5 mm³).
- Le second est une plaque stratifiée [0/30/60]₁₀ de dimensions (500×200×12 mm³) (figures 1). La chaîne d'Emission Acoustique EA utilisée pour l'acquisition est constituée des éléments suivants :
 - Un système multivoie AMSY5 de Vallen-System
 - Préamplificateurs AEP4 ayant un gain fixe égal à 34 dB
 - Capteurs résonants, de type VS150-M avec une fréquence de résonance de 150kHz et une surface active de 20mm de diamètre.
 - Les mesures ont été faites à une température ambiante (20<T<25°)

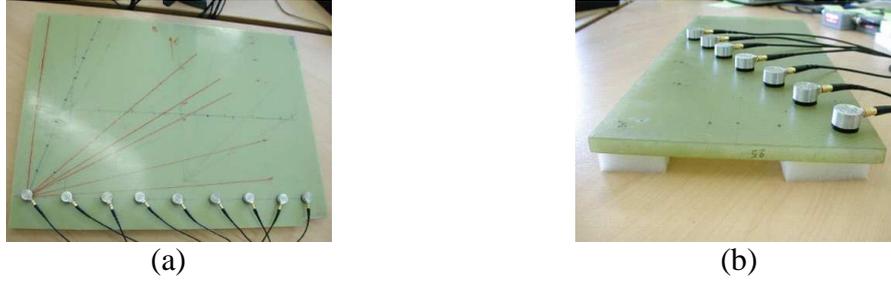


Figure 1. Dispositif des capteurs sur la plaque multicouche (a- Sergé, b- [0/30/60]₁₀)

Les seuils de détection employés au cours des essais ont été fixés entre 30 dB et 40 dB. Les sources d'EA ont été simulées par des sources de Hsu-Nielsen suivant la norme (EN 1330-9).

Comme il a été cité précédemment, il est important de connaître la vitesse de propagation des ondes d'émission acoustique dans les deux matériaux composites pour pouvoir localiser les différents mécanismes d'endommagement. Pour cela, un calcul de vitesse théorique reposant sur l'analyse modale est effectué pour chaque matériau. Les vitesses calculées seront comparées avec celles obtenues par l'étude expérimentale.

Pour un matériau composite stratifié ayant l'axe 1 dans la direction des fibres, l'axe 2 perpendiculaire aux fibres et l'axe 3 perpendiculaire au plan de la plaque, la relation contraintes déformations pour une seule couche est donnée par :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \tau_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{21} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \gamma_6 \end{bmatrix}$$

σ et τ représentent, respectivement, les contraintes normales et de cisaillement.

ε et γ représentent, respectivement, les déformations normales et de cisaillement.

Q_{ij} est la matrice de rigidité réduite, dans les axes principaux, exprimée en fonction des constantes d'élasticité :

$$\begin{aligned} Q_{11} &= E_1 / (1 - \nu_{12}\nu_{21}) \\ Q_{22} &= E_2 / (1 - \nu_{12}\nu_{21}) \\ Q_{12} &= \nu_{12}E_2 / (1 - \nu_{12}\nu_{21}) = \nu_{21}E_1 / (1 - \nu_{12}\nu_{21}) \end{aligned}$$

avec $Q_{ij} = Q_{ji}$

E_1 est le module de Young longitudinal, E_2 est le module de Young transversal, ν_{12} et ν_{21} sont les coefficients de Poisson reliés par la relation :

$$\nu_{21} = \frac{E_2}{E_1} \nu_{12}$$

les coefficients de rigidité A_{ij} pour la plaque entière sont obtenus en intégrant les coefficients Q_{ij} suivant l'épaisseur h de la plaque :

$$A_{ij} = \int_{-h/2}^{h/2} (Q'_{ij})_k dz, \quad i, j = 1, 2,$$

alors :

$$A_{ij} = \sum_{k=1}^n [(Q'_{ij})_k \cdot (h_k - h_{k-1})] \quad i, j = 1, 2,$$

où k est l'indice de la couche, n est le nombre des couches et le Q'_{ij} est la matrice de rigidité réduite tenant compte de l'orientation de chaque pli. Elle est donnée par :

$$\begin{aligned} Q'_{11} &= m^4 Q_{11} + n^4 Q_{22} + 2m^2 n^2 Q_{12} + 4m^2 n^2 Q_{66} \\ Q'_{22} &= n^4 Q_{11} + m^4 Q_{22} + 2m^2 n^2 Q_{12} + 4m^2 n^2 Q_{66} \\ Q'_{12} &= m^2 n^2 Q_{11} + m^2 n^2 Q_{22} + (m^4 + n^4) Q_{12} - 4m^2 n^2 Q_{66} \end{aligned}$$

$$m = \cos(\theta),$$

$$n = \sin(\theta),$$

$$(\dot{Q}_{11})_{0\text{deg}} = Q_{11}, \quad (\dot{Q}_{11})_{90\text{deg}} = Q_{22},$$

$$(\dot{Q}_{22})_{0\text{deg}} = Q_{22}, \quad (\dot{Q}_{22})_{90\text{deg}} = Q_{11},$$

$$(\dot{Q}_{12})_{0\text{deg}} = Q_{12}, \quad (\dot{Q}_{12})_{90\text{deg}} = Q_{12}.$$

avec

la vitesse du mode de dilatation pour la direction 0° est donnée par :

$$V_1 = \sqrt{\frac{A_{11}}{\rho h}}$$

et pour la direction 90° , elle est donnée par :

$$V_2 = \sqrt{\frac{A_{22}}{\rho h}}$$

h est l'épaisseur du matériau et ρ est sa densité tel que :

$$\rho = \rho_f V_f + \rho_m V_m$$

ρ_f : est la densité des fibres.

V_f : la fraction volumique des fibres

ρ_m : est la densité de la matrice.

V_m : la fraction volumique de la matrice

Les résultats des calculs de vitesse de propagation des ondes dans les principales directions ont été comparés aux mesures expérimentales. En général, les résultats sont plutôt concordants. Dans ce qui suit, nous allons étudier l'effet de :

- la position de la source sur la nature des signaux d'émission acoustique générés,
- l'orientation des plis de stratification sur les modes de propagation à travers la vitesse de propagation et l'atténuation des ondes.

1.1.2. Effet de la position de la source sur la nature des signaux d'émission acoustique générés

L'étude suivante porte sur l'influence de la nature de la source sur la forme d'onde, (une source surfacique appliquée sur la surface et une source volumique appliquée sur l'épaisseur). Les figures 2 et 3 représentent les deux formes d'onde enregistrées par un capteur à une distance de 150 mm de la source. On a identifié les deux modes de propagation (longitudinal et transversal) : Dans le cas des sources de surface, le mode longitudinal qui arrive en premier lieu est caractérisé par des faibles amplitudes et des hautes fréquences variant de 80 kHz à 220 kHz. Le mode transversal est caractérisé par des amplitudes élevées et de basses fréquences variant de 19 kHz à 80 kHz.

Dans le cas des sources de volume, le mode longitudinal arrive toujours en premier, il est caractérisé par des amplitudes plus importantes que le mode transversal. La FFT nous a montré que ce mode est caractérisé par de hautes fréquences qui varient de 80 kHz à 250 kHz. Le mode de flexion, quant à lui, est caractérisé par des amplitudes inférieures à celles du mode longitudinal et des fréquences qui varient de 20 kHz à 80 kHz.

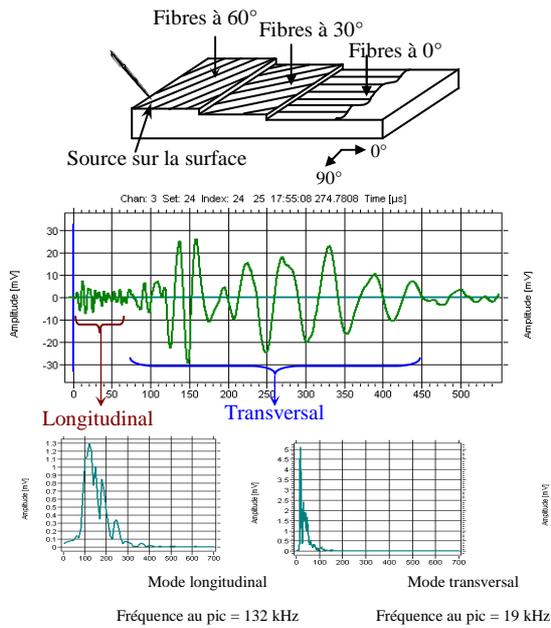


Figure 2. Signal généré par une source de surface

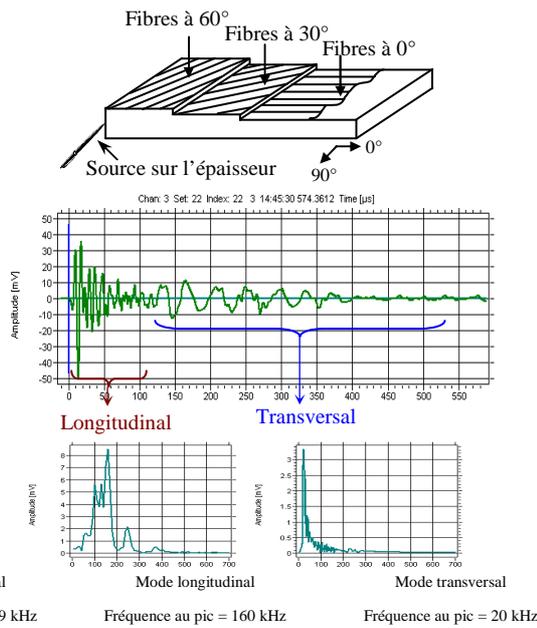


Figure 3. Signal généré par une source de volume

On note les mêmes constatations avec le matériau sergé. En faisant les calculs des longueurs d’ondes en utilisant les fréquences du signal et la vitesse de propagation, on retrouve le cas des ondes de Lamb.

1.1.3. Effet de l’orientation des plis de stratification sur les modes de propagation des ondes.

Le premier paramètre que l’on voudrait mettre en évidence dans cette recherche concerne l’effet de l’empilement des plis composites sur la vitesse de propagation des ondes.

Les figures 4-a et 4-b représentent la variation de la vitesse de propagation des ondes d’EA en fonction de l’orientation des fibres dans les deux cas (a)-source sur la face 0°, (b)-source sur la face 60°. Ces vitesses sont calculées à partir du capteur 1. Les vitesses les plus élevées sont obtenues suivant les orientations 30° et 45° avec des valeurs variant de 4200 à 4300 m/s. Suivant les directions 60° et 0°, les valeurs de ces vitesses sont un peu plus faibles, elles varient de 3800 à 4000 m/s.

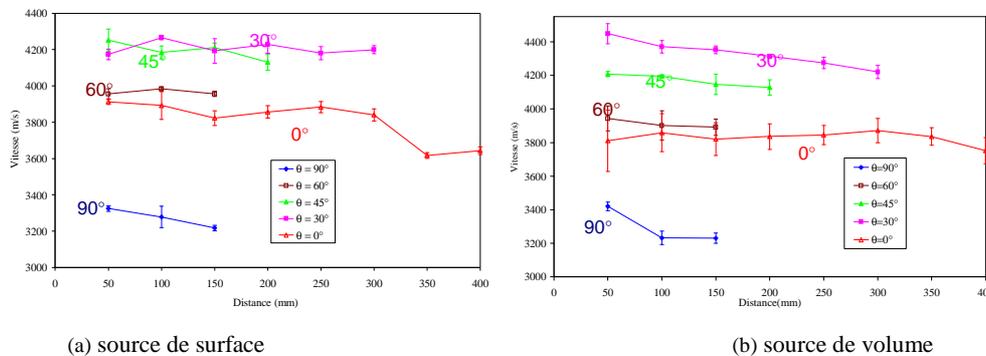


Figure 4. Vitesse de propagation en fonction de la distance et l’orientation des fibres

Les faibles valeurs de vitesses (3200 à 3400 m/s) sont obtenues pour une orientation des capteurs à 90°. Ces résultats montrent que les vitesses de propagation les plus élevées sont obtenues pour les

écart les moins important entre la direction moyenne des fibres et l'orientation des capteurs d'émission acoustiques (figure 5) et (tableau 1).

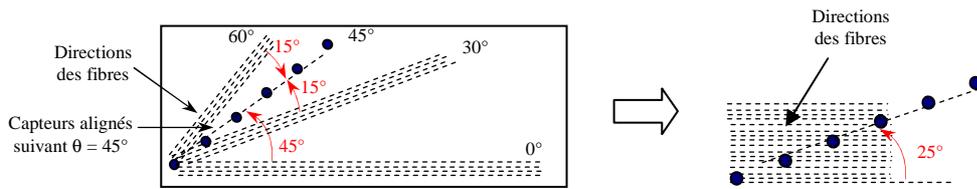


Figure 5. Écart entre l'alignement des capteurs et l'orientation des fibres

| Orientation de l'alignement des capteurs | Pourcentage de fibres | Direction moyenne |
|--|---|-------------------|
| 0° | (33% suivant 0°) + (33% suivant 30°) + (33% suivant 60°) | 30° |
| 30° | (33% suivant 30°) + (33% suivant 0°) + (33% suivant 30°) | 20° |
| 45° | (33% suivant 45°) + (33% suivant 15°) + (33% suivant 15°) | 25° |
| 60° | (33% suivant 60°) + (33% suivant 30°) + (33% suivant 0°) | 30° |
| 90° | (33% suivant 90°) + (33% suivant 60°) + (33% suivant 30°) | 60° |

Tableau 1 : Angle entre l'alignement des capteurs et l'orientation moyenne des fibres.

La figure 6 illustre une présentation de tous les résultats des essais réalisés sur la plaque stratifiés [0/30/60]₁₀. Elle représente la variation de la vitesse de propagation suivant l'alignement des capteurs pour les différentes orientations. On constate que les vitesses sont plus élevées suivant les directions 30° et 45° dans les deux cas (source surfacique ou volumique). Dans le cas des sources surfaciques, les essais sur les deux faces de la plaque ont donné des résultats proches.

Une bonne concordance est obtenue entre les vitesses expérimentales suivant la direction 90° et la vitesse théorique calculée par l'analyse modale. Quant à la direction 0°, on constate une différence entre les deux vitesses : théorique et expérimentale.

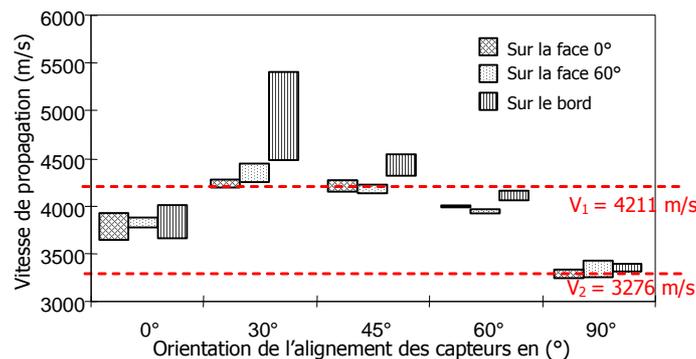


Figure 6. Variation de la vitesse en fonction de l'alignement des capteurs (matériau [0/30/60]₁₀)

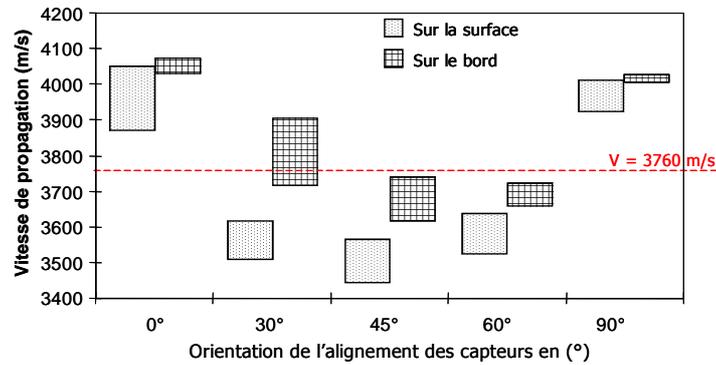


Figure 7. Variation de la vitesse en fonction de l'alignement des capteurs (matériau sergé)

Les essais sur le matériau tissé (figure 7) ont montré une différence remarquable entre les vitesses théoriques et expérimentales suivant les directions 0° et 90°.

Le deuxième paramètre important, intervenant dans la mise en place des contrôles des grandes structures en composites est l'atténuation des ondes en fonction des distances.

La figure 8 présente la variation des amplitudes (dB) en fonction des positions des capteurs suivant cinq orientations (0°, 30°, 45°, 60° et 90°) dans le cas d'une source de surface. Les amplitudes obtenues pour les différentes orientations (θ) diminuent sensiblement pour des distances inférieures à 200 mm. L'atténuation, dans cette zone, est d'environ 1dB/cm. Pour les distances supérieures à 200 mm, l'atténuation est moins importante (environ 0,1 dB/cm).

Dans le cas des sources de volume, l'atténuation est égale à environ 0,6 dB/cm pour une distance de 200 mm. Cette différence d'atténuation est due à la différence des modes d'EA. L'application de la source Hsu-Nielsen sur le bord génère des ondes qui s'atténuent moins vite que celles appliquées sur la surface.

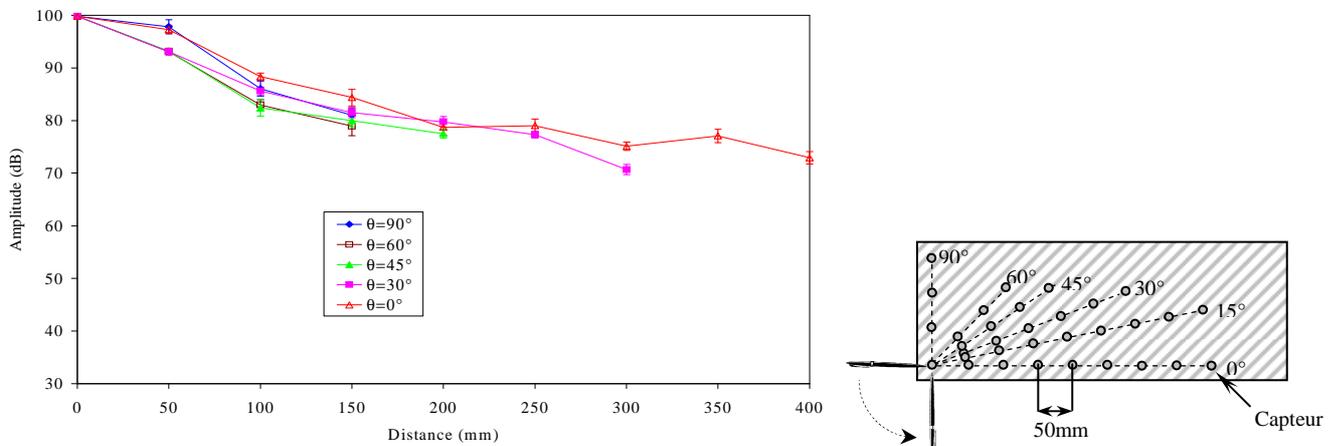


Figure 8. Atténuation des amplitudes en fonction de l'alignement des capteurs

Pour corriger les amplitudes enregistrées en tenant compte de l'atténuation, on utilise la norme Européenne EN 14584. Cette approche nous a permis d'obtenir les amplitudes des signaux sans atténuation. Pour cela, on a utilisé les courbes profils d'atténuations présentées sur la figure 50. La correction se fait dans deux zones distinctes :

a) si la distance source/capteur la plus proche (DST1 en cm) est inférieure à 20 fois l'épaisseur de la plaque (E20 en cm) on a d'après la norme EN 14584 :

$$A_c = A + DST1 \times (At20/E20)$$

b) Si cette distance (DST1) est supérieure à 20 fois l'épaisseur de la plaque (E20) ($DST1 \geq E20$) par rapport au capteur le plus proche, on a

$$A_c = A + A_{t20} + (DST1-E20) \times (A_{tmax} - A_{t20}) / (D_{max}-E20)$$

- Avec A_c : L'amplitude corrigée en (dB)
 A : L'amplitude mesurée en (dB)
 A_{t20} : L'atténuation à la distance 20E
 A_{tmax} : L'atténuation à la distance maximale de détection.

La figure 9 répertorie les différents paramètres utilisés pour cette correction. En effet, cette correction est utilisée lors des essais de flexion trois points.

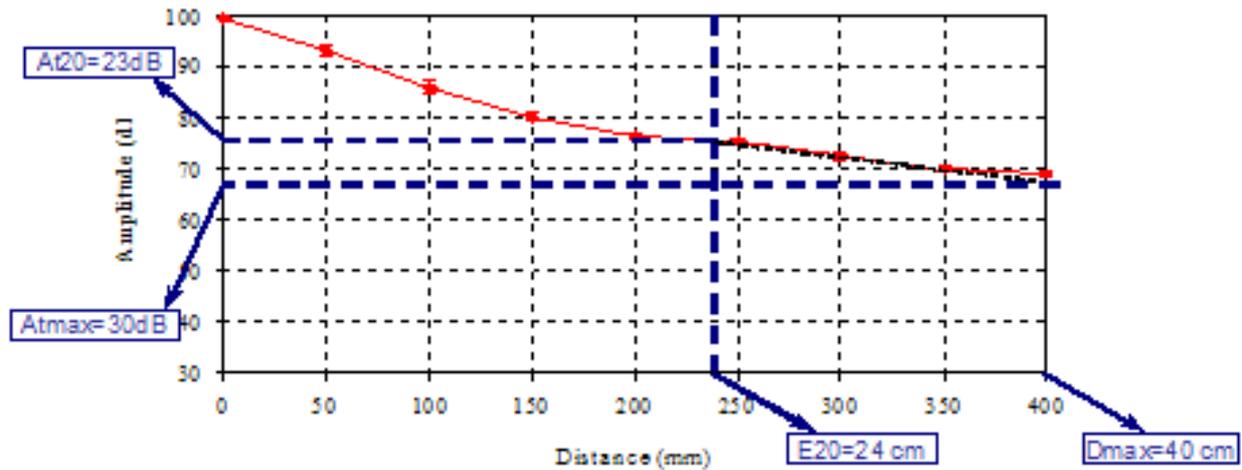


Figure 9. Allure de l'atténuation utilisée pour la correction des amplitudes.

Cette correction des amplitudes représente un élément important dans l'analyse et la classification des sources d'émission acoustique dans le cas de structures composites de grandes envergures. En effet, la correction d'amplitudes, voir des autres paramètres acoustiques en fonction des distances de localisation, va permettre une corrélation plus exacte des sources acoustiques avec les phénomènes physiques sources. La suite de ces travaux porte sur l'analyse de l'endommagement de ces mêmes plaques sous sollicitations quasi-statiques.

1.1.4. Analyse de la rupture par émission acoustique.

Les capteurs ont été fixés d'une façon rectangulaire (figure 10) sur la face supérieure des éprouvettes stratifiées $[0/30/60]_{10}$, permettant ainsi la localisation des sources d'émission acoustique. Les formes d'ondes sont numérisées et enregistrées en temps réel, ainsi que les autres paramètres relatifs aux signaux. Une première série de flexion trois points sous appuis libres avec chargement monotone et une deuxième série en charge-décharge ont été réalisées. Le seuil de détection employé au cours de ces essais a été fixé à 40 dB.

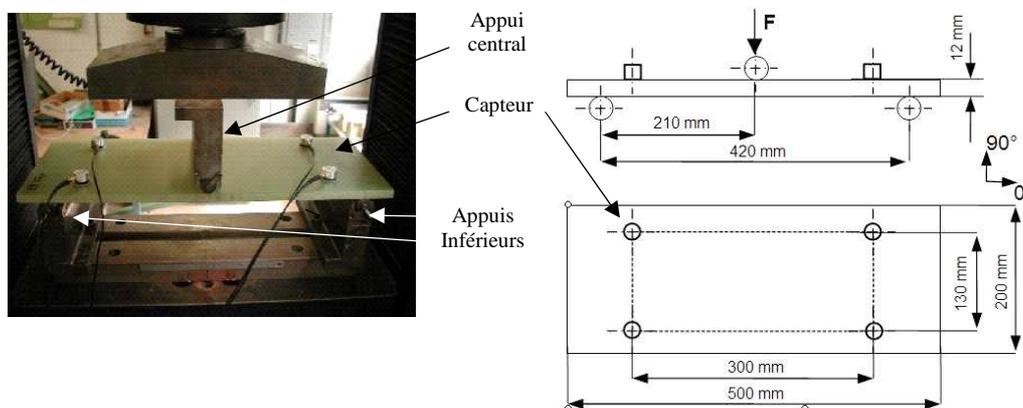


Figure 10. Dispositif de flexion instrumenté utilisant quatre capteurs d'émission acoustique.

La figure 11, présente l'évolution de l'activité acoustique à travers les amplitudes des signaux en fonction de la charge appliquée. Le seuil d'endommagement enregistré dans les deux cas de chargement monotone et charge- décharge est de l'ordre de 13 KN.

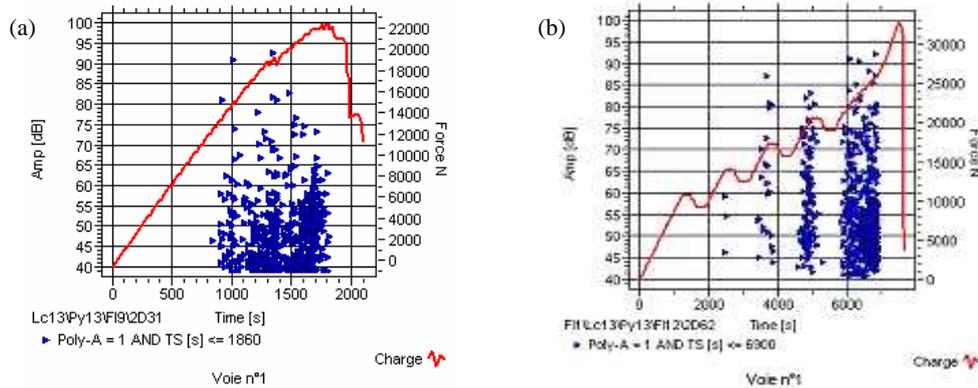


Figure 11. Amplitude donnée par le capteur 1 (a- essai monotone, b- essai charge-décharge)

L'analyse des phénomènes de propagation des ondes ultrasonores de la présente structure composite a permis de déterminer le profil d'atténuation moyen de l'amplitude des signaux en fonction de la distance entre la source et le capteur piézoélectrique. Ceci nous a permis de corriger les amplitudes des signaux enregistrés et de retrouver les valeurs à la source. Ces corrections d'amplitudes vont nous permettre d'appliquer notre modèle de corrélation des amplitudes d'émission acoustique aux mécanismes d'endommagement. Ce modèle se base sur les premiers travaux de recherche de WADIM (1978) et sur un nombre important de travaux propres à notre laboratoire.

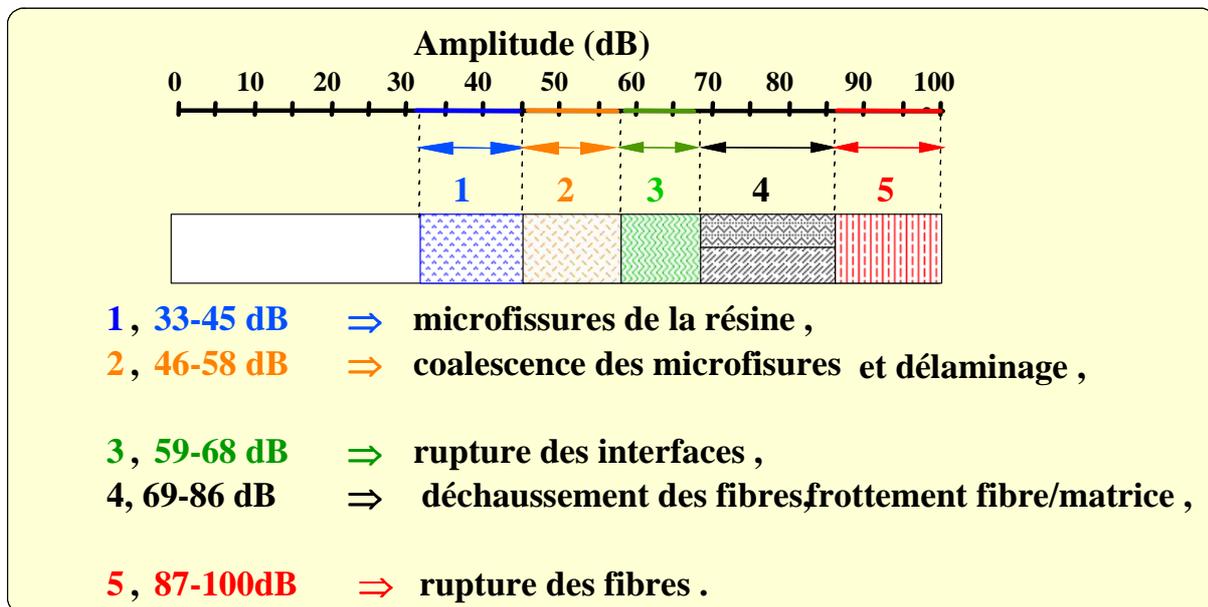


Figure 12. Modèle de distribution d'amplitude et corrélation avec l'endommagement.

D'après les résultats obtenus sur les courbes de correction des amplitudes (figure 13), on remarque des amplitudes aux alentours des 100dB, ces amplitudes correspondent à la rupture des fibres.

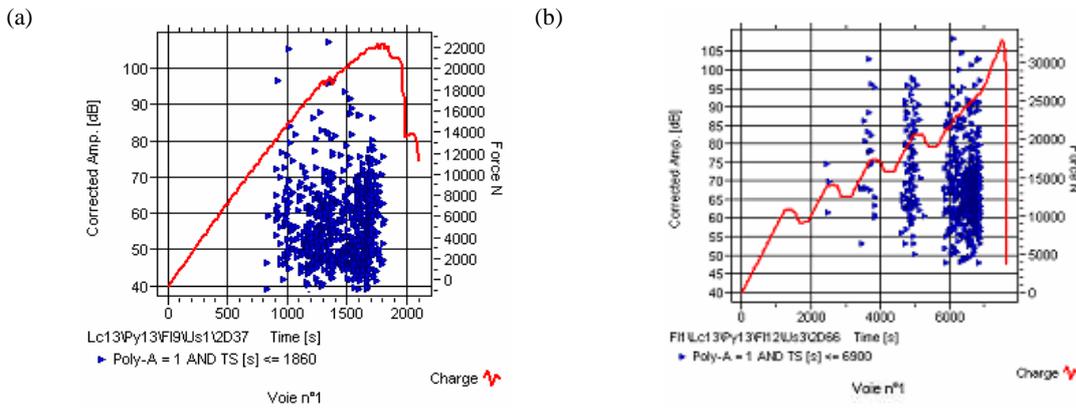


Figure 13. Amplitudes corrigées dans les deux cas : monotone et charge-décharge.

Les courbes du cumulé d'EA en fonction de la charge appliquée (figure 14) illustrent un phénomène de frottement source d'EA dans la phase de décharge, alors que l'EA obtenue lors de la reprise du chargement est plutôt liée à la propagation de l'endommagement. Les phénomènes de frottement sont liés au fait qu'à la décharge les fibres déchaussées reprennent rarement leur place initiale (Gong et al. 98).

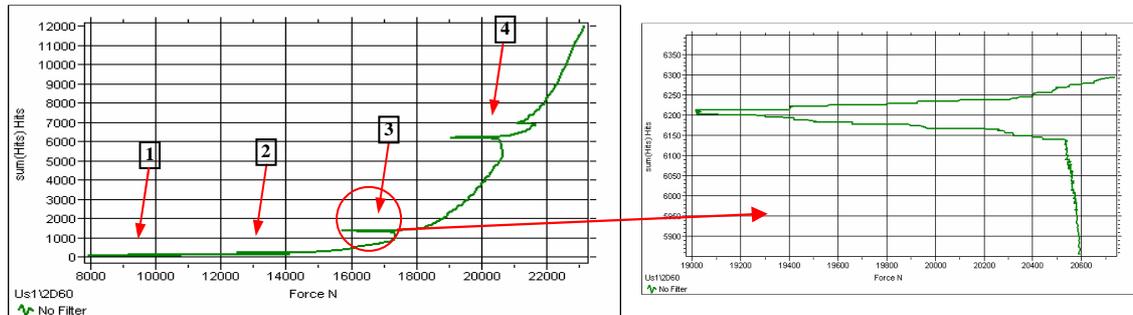


Figure 14. Courbe d'évolution du comptage cumulé en fonction de la charge (Effet Felicity)

Les deux premiers cycles de chargement montrent l'absence d'émission acoustique tant que l'on ne dépasse pas les charges précédemment atteintes (le rapport FELICITY $F=1$). Ceci traduit l'absence de fort endommagement dans la structure. Pendant le troisième et le quatrième cycle, l'EA reprend à des valeurs de charges inférieures à la charge maximale atteinte, ($F<1$). Ceci est expliqué par les différents mécanismes d'endommagement qui coexistent (fissuration matricielle, délaminage, rupture des fibres). La figure 15 présente la chronologie de la localisation des événements d'E.A au cours de l'essai charge-décharge. Il est remarquable que la rupture des fibres se produise au centre de la plaque à des charges importantes. La microfissuration de la matrice se produit dans la majorité de la surface centrale dès le dépassement du seuil d'endommagement. Les mêmes observations restent valables pour les essais monotones.

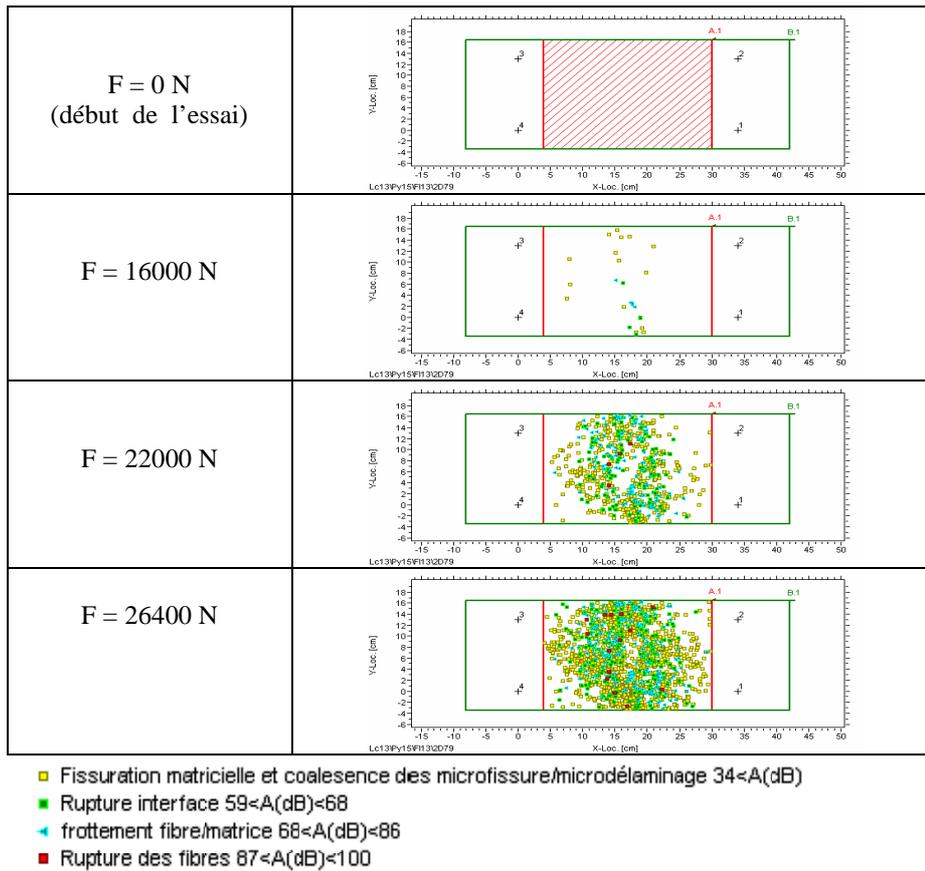


Figure 15. Chronologie de la localisation des sources d'EA.

En s'appuyant sur le modèle de distribution d'amplitude, un suivi chronologique de l'endommagement de la plaque (figure 15) au cours du chargement a permis d'identifier 3 périodes distinctes (figure 16 et 17) :

- La première période est caractérisée par un grand nombre d'événements acoustiques avec des durées assez faibles (durée $D < 500 \mu\text{s}$), correspondant majoritairement à la microfissuration de la résine.
- Une deuxième période caractérisée par un nombre d'événements moins importants avec des durées moyennes (500 à 1500 μs). Ces événements acoustiques correspondent à des phénomènes de délaminage et de l'endommagement interfaciale fibre/matrice.
- Une troisième période avec une faible activité caractérisée pas des durées plus importantes ($D > 1500 \mu\text{s}$) correspond majoritairement à la rupture des fibres.

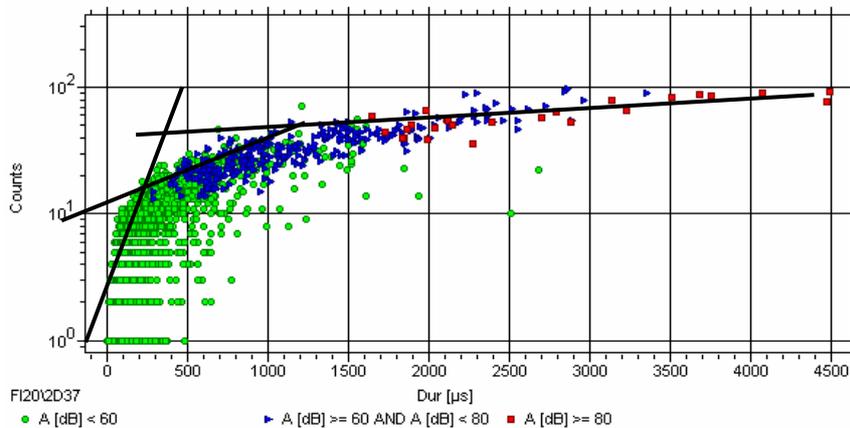


Figure 16. Comptage d'EA en fonction de la durée du signal (troisième cycle $t < 4800 \mu\text{s}$)

La figure 16 présente l'identification des trois populations en fin d'essai (microfissuration de la matrice, délaminage et rupture des fibres) par trois pentes différentes.

D'après PROSSER (1996), les modes de propagation des ondes dans les matériaux composites sous formes de plaque ou quasi-plaque peuvent être regroupés en deux catégories : Le mode symétrique S_0 (dilatation) et le mode antisymétrique A_0 (flexion). Les vitesses de propagation des ondes acoustiques dans les deux modes sont différentes. Dans le mode de dilatation, l'onde se propage généralement avec une vitesse plus grande et une nature non dispersive. Quant au mode de flexion, l'onde est dispersive et se propage avec une vitesse inférieure à celle de l'onde de dilatation.

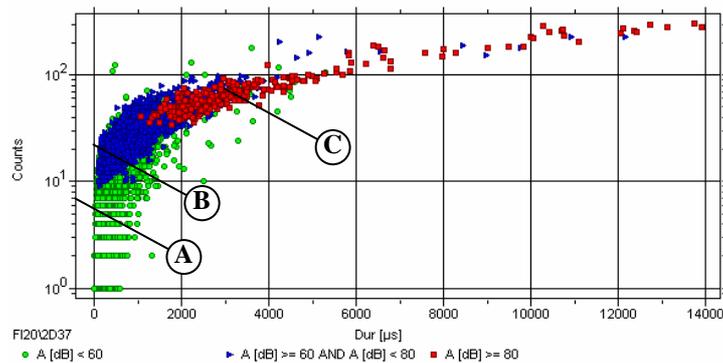


Figure 17. Comptage d'EA en fonction de la durée du signal (fin de l'essai) et la forme de signal

Dans notre étude, la microfissuration de la matrice et le délaminage sont caractérisés par des signaux ayant un mode de flexion dominant avec des amplitudes plus importantes que le mode de dilatation (figures 18a et 18b). La rupture des fibres a un mode de dilatation dominant (figure 18c) avec des amplitudes plus importantes que le mode de flexion. L'analyse fréquentielle des deux modes de propagation par la FFT nous a permis d'identifier la signature fréquentielle au pic de chaque mécanisme d'endommagement. La microfissuration de la matrice et le délaminage ont un mode de flexion caractérisé par des basses fréquences aux alentours de 25 kHz. La rupture des fibres a un mode de dilatation caractérisé par des hautes fréquences avoisinant 165 kHz.

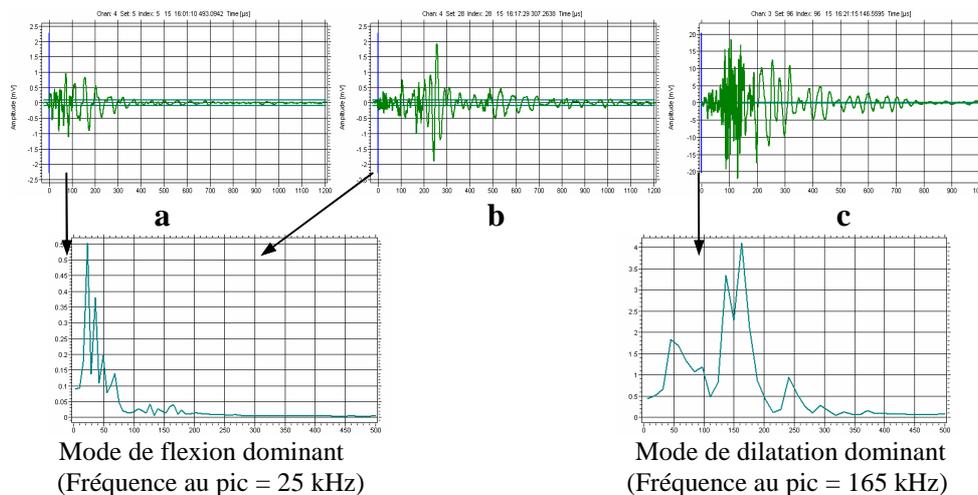


Figure 18. Forme du signal et son FFT

Une présentation énergétique en trois dimensions (figure 19) a permis de situer les événements à forte énergie au milieu de la plaque. Ces énergies correspondent à la rupture des fibres. Cette

attribution d'endommagement a été confirmée par les fortes amplitudes qui se situent aux mêmes endroits.

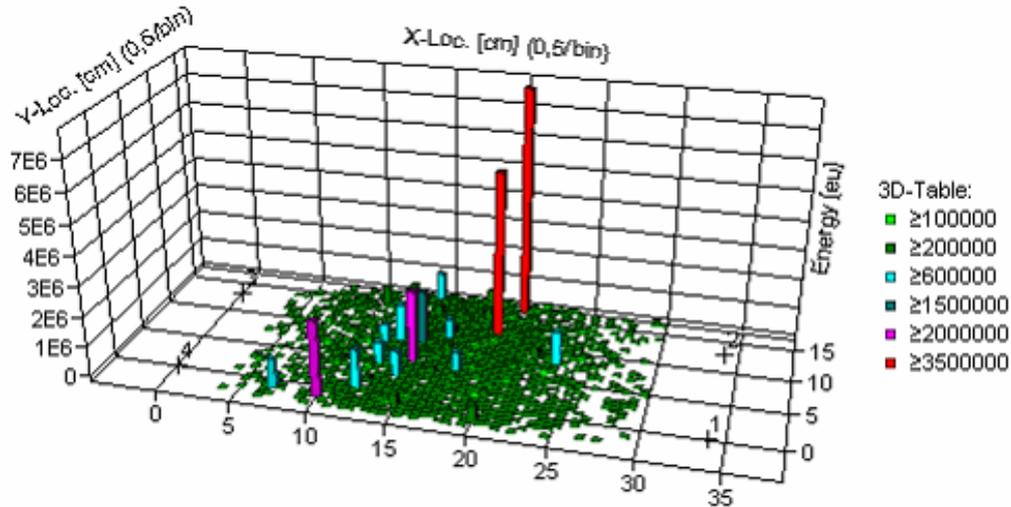


Figure 19. Energie des signaux des événements localisés sur la plaque.

La correction des amplitudes mesurées a permis d'améliorer l'analyse et la prise en charge de l'effet de l'atténuation sur les diagnostics établis sur les structures composites. La mesure du rapport de FELICITY a permis d'évaluer l'importance de l'EA dans les structures étudiées.

Les différents signaux acoustiques obtenus lors des essais mécaniques corrélés aux différents paramètres acoustiques ont permis d'attribuer le mode de propagation de dilatation à la rupture des fibres et le mode flexion à la microfissuration de la résine et au délaminage. Une distribution des durées des signaux a été établie suivant les mécanismes d'endommagement ; la microfissuration de la résine est caractérisée par des durées faibles (durée $D < 1500\mu\text{s}$). Les durées moyennes ($500\mu\text{s} < D < 1500\mu\text{s}$) correspondent au délaminage et au déchaussement des fibres. La rupture des fibres est caractérisée par des durées plus importantes ($D > 1500\mu\text{s}$). Cette distribution a été corrélée avec une étude énergétique.

I.1.5. Conclusions.

Le contrôle non destructif par émission acoustique des matériaux et structures composites commence en premier par la maîtrise des phénomènes de propagation des ondes ultrasonores dans ces matériaux. Le phénomène d'atténuation des ondes acoustiques est fondamental pour le contrôle des structures de grandes tailles. Les plus importantes conclusions qui ressortent de notre étude sont :

- La distinction des signaux acoustiques en provenance des surfaces et du cœur des matériaux permet une première classification entre les mécanismes d'endommagements internes et les phénomènes de frictions/frottement extérieurs que peuvent subir les structures.

- Dans le cas des matériaux composites, les vitesses de propagation sont plus élevées quand l'écart entre l'alignement des capteurs et la direction des fibres est minime.

- L'atténuation des ondes ne change pas la signature fréquentielle de leurs signaux EA. L'évaluation de cette atténuation a permis d'appliquer le modèle de distribution d'amplitude pour l'analyse des mécanismes d'endommagements.

- Les différents signaux acoustiques obtenus lors des essais mécaniques corrélés aux mécanismes d'endommagements ont permis d'attribuer les ondes de dilatation à la rupture des fibres et les ondes de flexion à la microfissuration de la résine ou au délaminage.

- Une distribution des durées des signaux acoustique a été établie : la microfissuration de la résine est caractérisée par de faibles durées ($D < 1500\mu s$). Le délaminage et au déchaussement des fibres est caractérisé par des durées moyennes allons de 500 à 1500 μs . La rupture des fibres, quant à elle, caractérisé par de plutôt forte durée supérieures à 1500 μs .

Enfin, l'originalité de ce travail de recherche réside dans l'extrapolation du savoir-faire en contrôle non destructif par émission acoustique sur éprouvette vers la notion de structures de grande envergure.

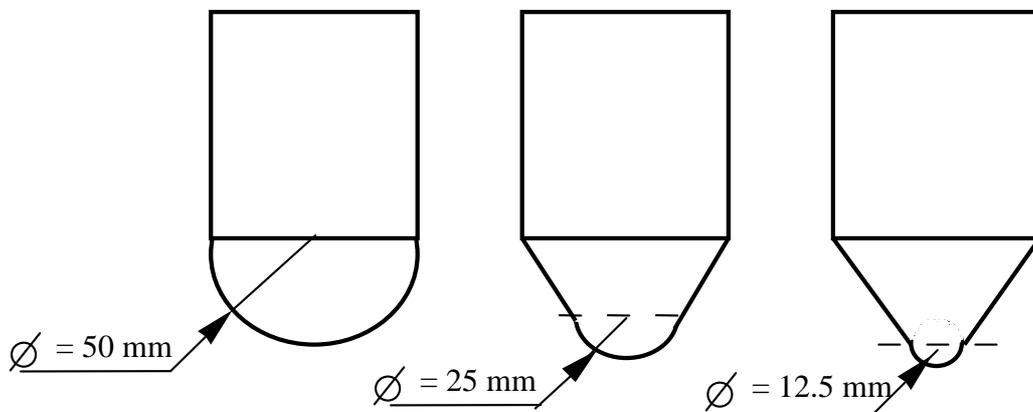
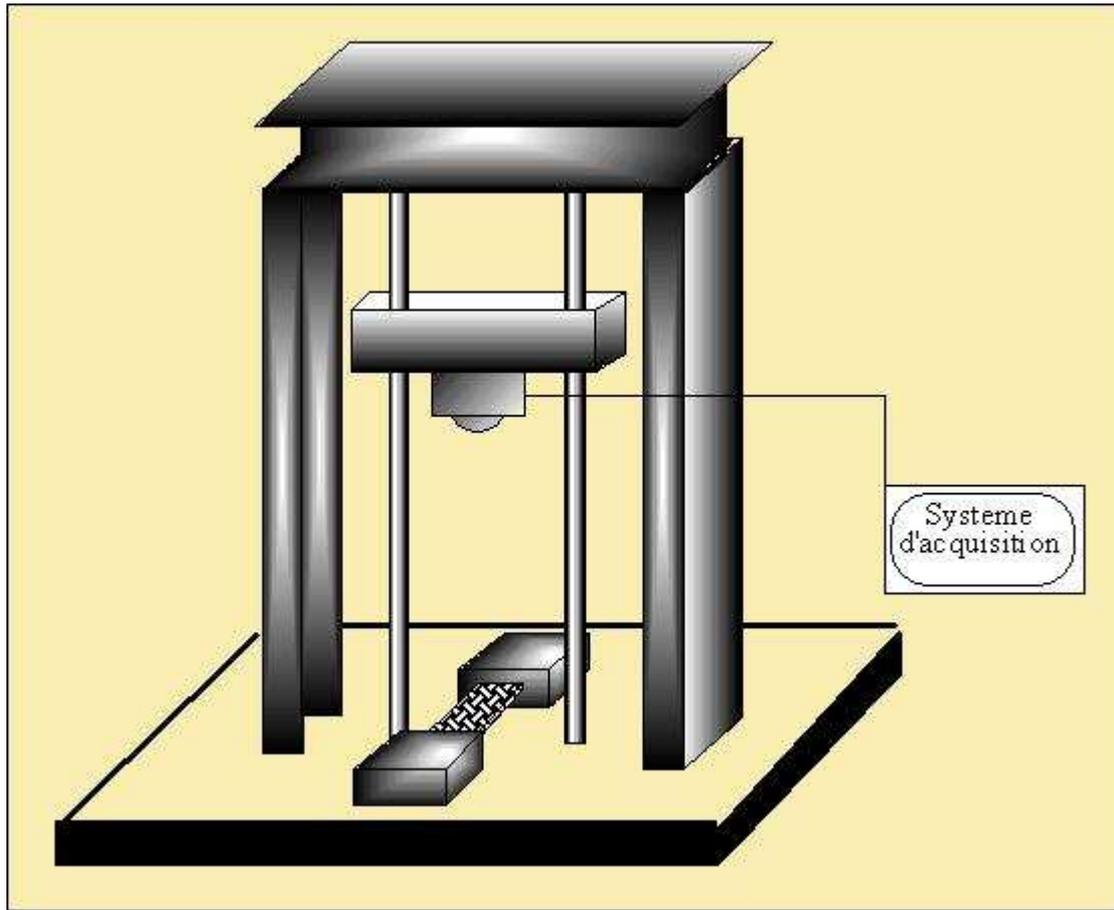


Figure.21. Différents impacteurs utilisés.

L'impacteur est équipé d'un accéléromètre piézo-électrique spécialement étudié pour mesurer des chocs sur structure à grande accélération "20000g". Un capteur de déplacement électromagnétique (Courants de Foucault, Variation du champ magnétique), linéaire jusqu'à 50 mm de la sonde, permet de mesurer les déplacements en statique et en dynamique avec précision.

Les observations réalisées sur les plaques impactées montrent que les impacts réalisés à une énergie inférieure à 130 joules ne présentent pas d'endommagement apparent sur les structures. Ceci reste valable quelque soit la vitesse d'impact, dans la limite maximale de 6 m/s. Au delà de cette énergie, les examens effectués sur les échantillons impactés ont permis de réaliser une analyse qualitative et quantitative des mécanismes d'endommagements (figure 22).

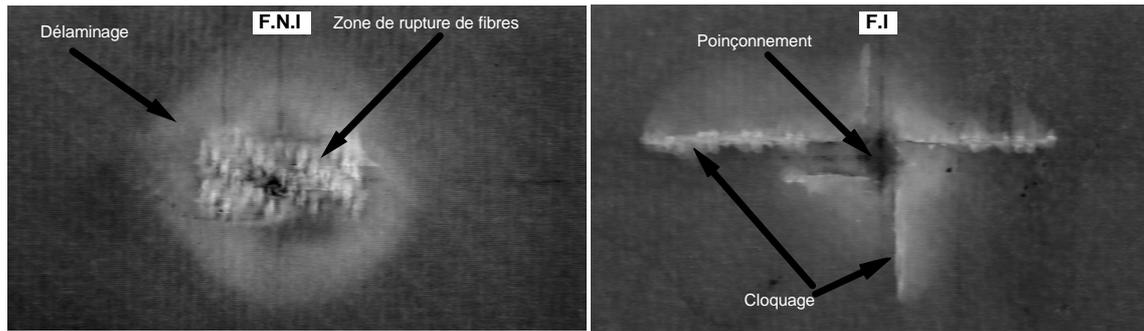


Figure. 22. Endommagements des plaques impactées
(FI= Face impactée, FNI = Face non impactée).

Sur les plaques impactées, on peut observer les différents types d'endommagement. Le délaminage est surtout observable sur la face non impactée. Les observations faites au microscope électronique à balayage (MEB) ont montré que ce délaminage est constitué d'un ensemble de pseudo-délaminages ou plus simplement, de fissurations interlaminaires.

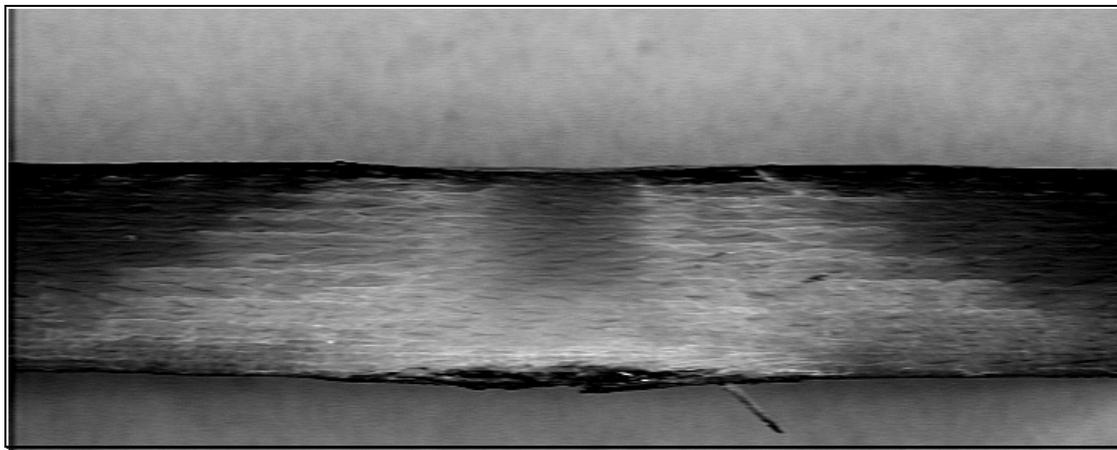


Figure. 23. Représentation des mécanismes d'endommagements d'une plaque impactée.

Le poinçonnement a laissé une trace, sous forme de cratère, sur la face impactée. Une fissuration par cloquage, due à la compression de cette face est visible sur la face impactée. Ce cloquage provoque une fissuration suivant la largeur et la longueur selon l'importance de chaque flexion. Une zone de rupture des fibres que l'on appellera "Z.F.R" apparaît sur la face non impactée, juste en dessous du point d'impact (Figure 23).

Cette fissuration est répartie dans l'épaisseur selon un schéma bien précis lié à la répartition des contraintes dans l'épaisseur de la plaque lors de l'impact. Pour mieux comprendre ce comportement, une observation plus profonde est nécessaire. Les plaques composites stratifiées peuvent être considérées comme étant des plaques anisotropes 2.D quand les contraintes sont faibles dans l'épaisseur. Ceci est manifestement faux pour l'impact normal (perpendiculaire). Nous devons donc considérer les plaques minces comme étant des structures 3.D dont le comportement est dicté par les contraintes du pli individuel et les contraintes sub-laminaires.

Le champ de contraintes internes est extrêmement complexe mais une première idée peut être obtenue en considérant le champ de contraintes internes statiques dû à une force normale concentrée " f ". Il a été montré qu'à faible vitesse d'impact les forces d'inertie sont relativement faibles (G.A.O. DAVIES et X. ZHANG, 1994). Dans le cas des plaques isotropes ou quasi-isotropes les déformations de flexion varient de manière linéaire à travers l'épaisseur. Elles varient comme $\ln(x)$ loin de la force d'impact (S. TIMOSHENKO, 1970). Les contraintes de cisaillement varient

approximativement de manière parabolique à travers l'épaisseur. Elles varient en $1/x$ loin de la force d'impact, (figure 24).

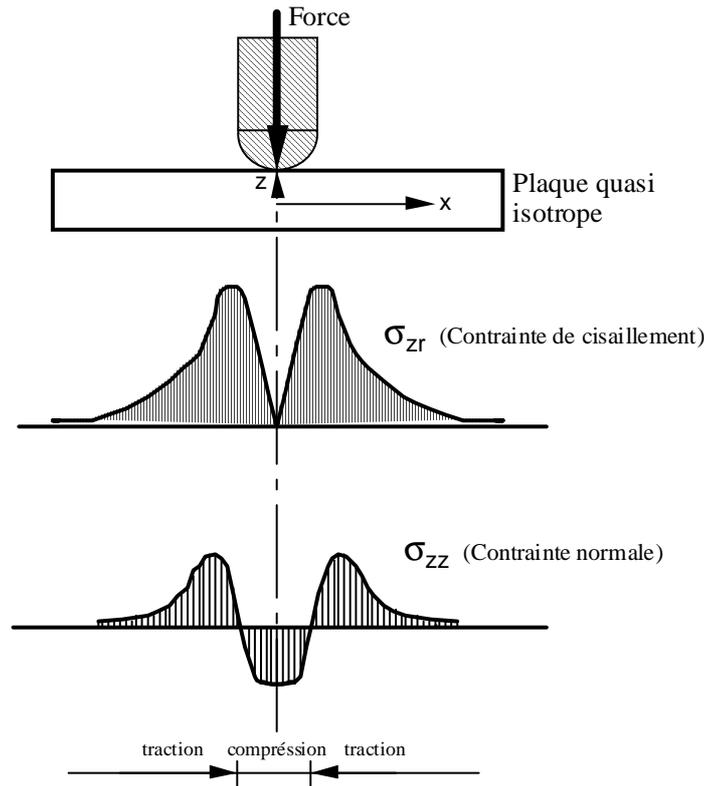


Figure.24. Répartition des contraintes dues à une force concentrée.

Les observations des plaques après impact montrent bien des endommagements répartis dans l'épaisseur suivant le schéma ci-dessus. Les résultats expérimentaux de cette étude nous ont permis de conclure que l'énergie incidente était le paramètre caractérisant du comportement à l'impact à basse vitesse situé en dessous de 10 m/s.

Pour étudier l'impact, nous avons choisi une approche énergétique nécessaire pour mettre en évidence les différents phénomènes physiques susceptibles d'absorber l'énergie cinétique de l'impacteur aussi bien dans le domaine du choc élastique que du choc endommageant.

1.2.2. Approche énergétique du comportement à l'impact : Modèle bilan d'énergie.

Un impact peut être représenté de manière globale par un bilan énergétique. L'avantage principal de ce type de présentation, comme pour les modèles masse/ressort, réside dans le fait que les paramètres d'entrée sont directement des paramètres caractéristiques de l'impact : vitesse incidente, propriétés géométriques et mécaniques de la plaque et de l'impacteur. Dans ses travaux, GRESZUK (1982) a modélisé l'impact en sommant l'énergie de contact à celle de flexion. L'exploitation de ce premier modèle, dans notre cas, a montré un décalage des résultats par rapport à l'expérimentation. Nous avons obtenu de meilleurs résultats en appliquant un modèle amélioré « SHIVAKUMAR ; 1985 » en couplant à la flexion une rigidité de cisaillement K_s et en introduisant une rigidité de membrane K_m dans le cas des plaques minces. Dans ce cas, l'énergie cinétique d'impact se décomposera de la manière suivante :

$$\frac{1}{2} M_1 V_0^2 = E_c + E_{bs} + E_m$$

Les énergies de contact E_c , de flexion et cisaillement E_{bs} et de membrane E_m sont calculées à partir des relations entre la force et le déplacement correspondant.

a) Energie de contact.

En considérant la masse et la vitesse de l'impacteur m_1 et v_1 et celles de la cible m_2 et v_2 au moment de l'impact, on aura :

$$m_1 \frac{dv_1}{dt} = -P \quad ; \quad m_2 \frac{dv_2}{dt} = -P$$

Dans ses travaux, RAYLEIGH (1906) montre que si la durée de contact entre les deux corps est très longue par rapport à leur fréquence propre, alors les vibrations sont négligeables. La loi de contact de HERTZ peut ainsi être appliquée:

$$P = n . \alpha^{3/2}$$

avec

$$n = \frac{4 \sqrt{R_1}}{3 \Pi (K_1 + K_2)}$$

R_1 le rayon de l'impacteur

$$K_1 = \frac{1 - \nu_1^2}{\Pi E_1}$$

$$K_2 = \frac{1 - \nu_2^2}{\Pi E_2}$$

E et ν représente le module de Young et le coefficient de Poisson. 1 et 2 désignent l'impacteur et la cible respectivement.

Dans ce cas de figure, la force d'impact peut être calculée par l'expression suivante :

$$P = n^{2/5} \left(\frac{5V^2}{4M} \right)^{3/5}$$

Et la distribution de la pression sur la surface de contact entre l'impacteur et la cible :

$$q_r = \left(\frac{3n}{2 \Pi R_1} \right) \left(\frac{5V^2}{4Mn} \right)^{1/5} \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right]^{1/2}$$

Dans le cas d'un choc entre un impacteur isotrope et une plaque isotrope transverse, l'expression de K_2 est modifiée pour donner K'_2 . L'expression de K'_2 est déduite des travaux de CONWAY (1955-56-67). Dans ce cas, CONWAY détermine K'_2 en appropriant une moyenne des propriétés (E_r et ν_r) dans le plan du matériau considéré comme semi-infini.

avec :

r = la direction radiale

z = la direction suivant l'épaisseur (direction de l'impact)

et E , G et ν représentent respectivement, le module de YOUNG, le module de cisaillement et le coefficient de POISSON de la plaque.

$$K'_2 = \frac{\sqrt{A_{22}} \left\{ \left(\sqrt{A_{11}A_{22}} + G_{zt} \right)^2 - \left(A_{12} + G_{zt} \right)^2 \right\}^{1/2}}{2 \Pi \sqrt{G_{zt}} \left(A_{11} A_{22} + A_{12}^2 \right)}$$

Bien que l'expression finale de K'_2 , pour des matériaux orthotropes, n'a pas été déterminée vu la complexité de sa dérivation, une solution numérique approximative montre que K'_2 est relativement insensible à l'orientation des fibres dans le plan GRESZUK et CHAO (1975).

Dans le cas d'une plaque orthotrope avec une anisotropie dans le plan ($E_l/E_t = 14,3$), impactée avec une sphère rigide isotrope, MOON (1972) montre que la surface de contact est elliptique. GRESZUK (1975) montre que les principales priorités qui influencent la valeur de K'_2 sont celles associées à l'épaisseur de la plaque dans la direction z .

A cause de la faible dépendance de K'_2 aux propriétés dans le plan, l'équation de K'_2 peut être une première approximation utilisée dans le cas d'un matériau général orthotrope en appropriant une moyenne des propriétés dans le plan (E_T et ν_T). En conclusion, l'énergie de contact est obtenue par l'intégration du produit de la force d'impact "P" et du déplacement de contact " α " :

$$E_c = \int_0^{\alpha_1} P d\alpha$$

En remplaçant la force P par sa fonction de α (4) et après intégration et simplification, on obtient l'énergie de contact E_c :

$$E_c = \frac{2}{5} \frac{p^{5/3}}{n'^{2/3}}$$

$$n' = \frac{4 \sqrt{R_1}}{3 \Pi (K_1 + K_2')}$$

avec

b) Energie de flexion.

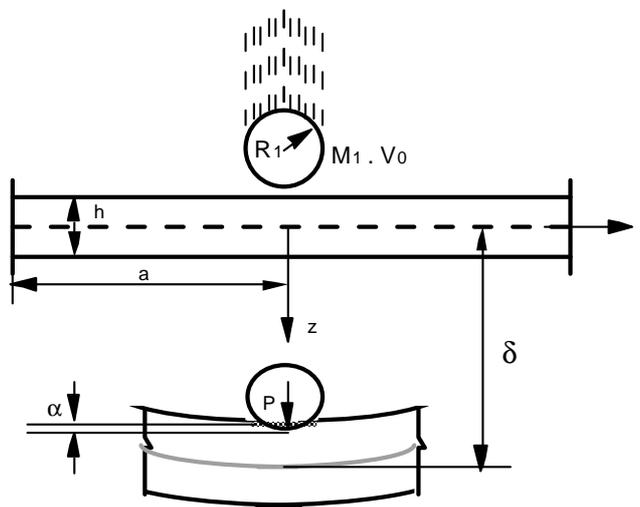


Figure 25. Impact transversal d'une plaque.

La réponse à l'impact d'un composite flexible peut être obtenue en considérant les déformations citées dans la figure précédente. Au point d'impact, la plaque subit une déformation due à un contact hertzien " α " en plus d'une flexion globale δ de la plaque. La relation hertzienne force-déformation liée au contact est décrite par :

$$P_c = n' \alpha^{3/2}$$

Quant à la relation force-déplacement d'une plaque sujette à une charge concentrée, elle est de la forme :

$$P_p = K_p \delta_p$$

Avec les indices c et p désignant respectivement le contact et la plaque, K_p est lié aux constantes du matériau et aux conditions aux limites. La plaque est considérée fixe et l'impacteur est animé d'une vitesse $V = V_1$. Dans ce cas, le bilan d'énergie du système peut être écrit :

$$\frac{1}{2} m_1 V^2 = \frac{1}{2} K_p \delta_p^2 + \frac{2}{5} n' \alpha_1^{5/2}$$

Sachant que $P_c = P_p = P$ et en reprenant les expressions de P et n' l'expression devient:

$$\frac{1}{2} m_1 V^2 = \frac{1}{2} \left(\frac{P^2}{K_p} \right) + \frac{2}{5} \left(\frac{P^{5/3}}{n'^{2/3}} \right)$$

Dans cette étude, la plaque impactée est considérée comme une poutre. En effet, la longueur de la plaque est deux fois plus grande que la largeur, avec un bridage suivant la longueur. Cette configuration favorise plus la flexion longitudinale aux autres déformations. Le comportement de la plaque est dans ce cas similaire à celui d'une poutre encastree à ses deux extrémités. Des essais de flexion statique, réalisés sur des plaques identiques à celles de l'impact, ont donné les mêmes rigidités que le calcul avec la théorie des poutres : de l'ordre de 1000 N/m. Ceci confirme que le comportement des plaques, dans ce cas, peut être modélisé par la théorie des poutres. Ainsi K_p prendra la forme suivante :

$$K_p = \frac{192 E_r b h^3}{12 l^3}$$

c) Energie de flexion cisaillement.

L'analyse d'une plaque orthotrope rectangulaire bridée sur deux côtés et libre sur les deux autres, sollicitée par une force concentrée au centre de la plaque est complexe à analyser. Pour celle-ci, l'hypothèse d'une poutre sera retenue.

Dans le cas d'une flexion simple et dans le cadre des hypothèses de la résistance des matériaux, la flèche au centre est donnée par FISCHER et AL 1981 :

$$\delta = \frac{P l^3}{4 E b h^3} \left[1 + \frac{6 E}{5 G} \left(\frac{h}{l} \right)^2 \right]$$

où $E = E_{XX}$ et $G = G_{XZ}$ sont respectivement les modules de rigidité de traction et de cisaillement. Cette relation montre bien que le terme correctif de cisaillement, habituellement négligeable, peut devenir significatif pour un composite où le rapport E/G est très grand. Le rapport L/h conditionne alors l'importance respective des effets de traction et de cisaillement.

Dans le cas d'une flexion encastree, le deuxième terme lié au cisaillement ne subit aucun changement mais l'encastrement rajoute des moments aux extrémités qui change le premier terme de l'équation de δ :

$$\delta = \frac{P l^3}{19 E I} + \frac{3 P l^2}{10 G b h}$$

La force P peut être déterminée à partir des relations force - déplacement :

$$P = K_{bs} \cdot \delta$$

où K_{bs} représente la rigidité effective due à la flexion K_b et au cisaillement K_s :

$$\frac{1}{K_{bs}} = \frac{1}{K_b} + \frac{1}{K_s}$$

$$\Rightarrow K_{bs} = \frac{K_b \cdot K_s}{K_b + K_s}$$

avec

$$K_b = \frac{19 E I}{l^3} = \frac{16 E b h^3}{l^3}$$

$$K_s = \frac{10 G b h}{3 l^2}$$

Dans ce cas, l'énergie de flexion-cisaillement E_{bs} du composite est obtenue par l'intégration de la force "P" par rapport au déplacement " δ " :

$$E_{bs} = \frac{1}{2} K_{bs} \delta^2$$

Dans notre cas, l'énergie de membrane est négligeable vu les fortes épaisseurs de nos plaques (6mm). En conclusion, le bilan énergétique de notre système d'impact est obtenu sous la forme suivante :

$$M_1 V_1^2 = K_{bs} \delta^2 + \frac{1}{5} \left[\frac{K_{bs}^5 \delta^5}{n'^2} \right]^{1/3}$$

La flèche " δ " est calculée en résolvant numériquement l'équation précédente, par la méthode de NEWTON-RAPHSON. La procédure inverse, pour le calcul de la vitesse d'impact, en choisissant une valeur de déplacement, peut être suivie. A partir de ce résultat, il serait intéressant de faire une étude paramétrique qui permettrait d'évaluer l'influence de chaque paramètre sur le comportement à l'impact.

d) Résultats du modèle.

L'impacteur choisi est une sphère de 12,5 mm de diamètre avec des masses et des vitesses variables en fonction des cas étudiés.

Les propriétés du matériau sont celles du tissu sergé 2*2. Toutes les propriétés dans les trois directions ont été déterminées par une analyse tridimensionnelle en éléments finis en utilisant la méthode d'homogénéisation périodique, C.S. CHOUCHAOU (1995). Le cas étudié est une plaque de 200*100 mm avec un encastrement suivant la longueur. Quant à l'épaisseur de la plaque, elle varie en fonction du choix des paramètres à étudier. Dans le cas général, elle est fixée à 5,5 mm (épaisseur réelle du matériau). La figure 26 illustre la corrélation établie entre les résultats du modèle et de l'expérimentation.

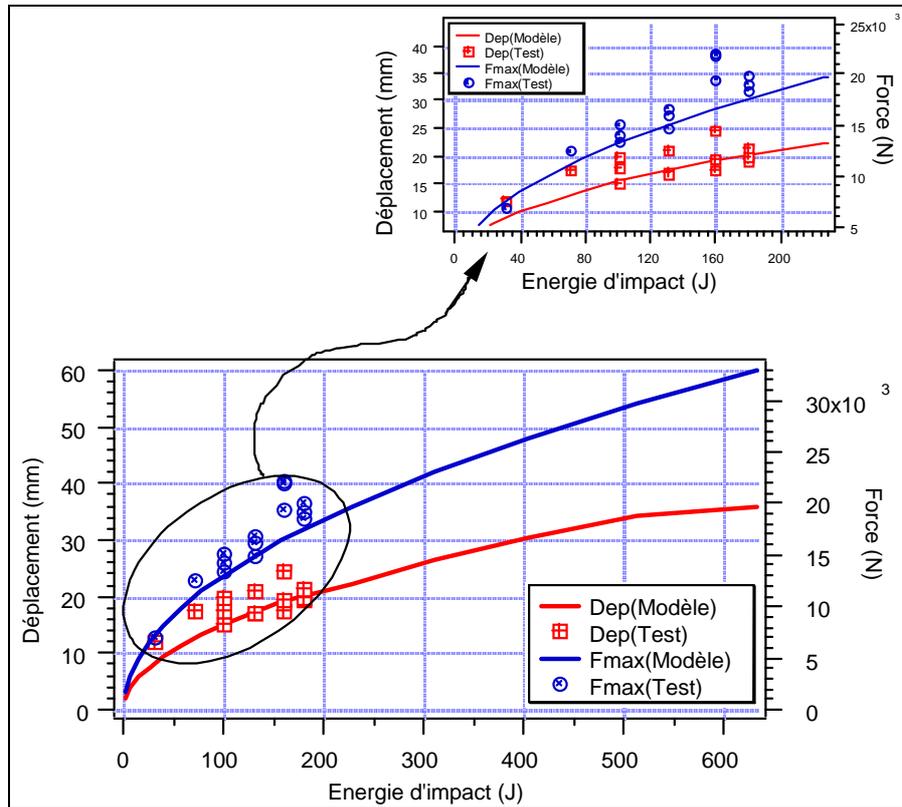


Figure 26. Prédiction des valeurs de déplacement et des charges maxi en fonction des énergies d'impact.

Le modèle est appliqué pour des énergies d'impact variant entre 0 et 600 Joules. Le but étant d'illustrer la tendance globale des résultats. La juxtaposition avec les résultats de l'expérimentation est faite jusqu'à une énergie d'impact de 180 Joules liée à la capacité maximale de la machine d'essai. Les résultats obtenus montrent une bonne convergence des résultats analytiques avec les résultats d'essai.

Ce type de modèle, basé sur le bilan d'énergie, permet de calculer les valeurs ultimes des déplacements et des forces mais ne permet pas de prédire l'histoire du chargement et du déplacement. C'est pour répondre à ce besoin de retracer les courbes de chargement que nous avons traduit ce modèle en un modèle masse/ressort qui permet de retracer toute l'histoire des différents paramètres de l'impact.

I.2.3 : Approche énergétique du comportement à l'impact : Modèles masses ressorts.

Différents types de modèles masse/ressort ont été développés pour modéliser l'impact à basse vitesse. La caractéristique principale de ce type de modèle consiste dans le fait qu'ils ne prennent en compte aucune localisation de la déformation. Ainsi, l'énergie incidente du projectile est absorbée sur tout le volume de la plaque.

Parmi les plus importants modèles présentés dans la littérature, celui de CAPRINO et al. (1984) représente l'impact par un seul degré de liberté. La rigidité du ressort K correspond à la rigidité statique de la plaque. Une bonne corrélation, entre la force calculée et mesurée, est constatée jusqu'à une vitesse de 2,5 m/s.

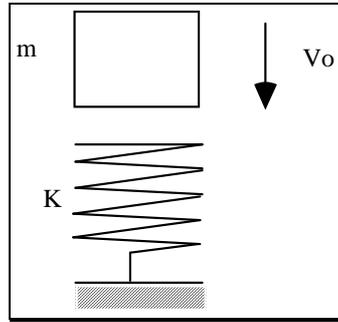


Figure 27. Modèle à un degré de liberté, CAPRINO et Al 1984.

Dans ce type de modèle, les effets de flexion et d'inertie de la plaque ne sont pas pris en considération, d'où les limites d'utilisation pour des vitesses plus importantes. SJOBLOM et Al (1988) ont alors suggéré un modèle à deux degrés de liberté qui permet d'intégrer la non linéarité au niveau du contact. Avec ce modèle, il est possible de découpler le contact et la rigidité de la plaque.

Néanmoins, les effets de cisaillement localisés autour du point d'impact, importants pour les plaques épaisses ou pour les vitesses très élevées, ne sont pas intégrés dans le calcul. C'est pourquoi LAL (LAL,1983) a développé un modèle à trois ressorts K_c , K_b et K_s représentant respectivement les rigidités de poinçonnement, de flexion et de cisaillement. Ce modèle reste valable dans le cas de petits déplacements, mais diverge pour les grands déplacements. La transformation du modèle de SHIVAKUMAR en un modèle masse/ressort permettrait de prendre en considération les effets de membrane en utilisant des modèles masses ressorts à un et deux degrés de liberté avec quatre ressorts de rigidité K_m , K_b , K_s et K_c . Les indices m , s , b et c représentent respectivement la membrane, le cisaillement, la flexion et le contact de la plaque avec l'impacteur.

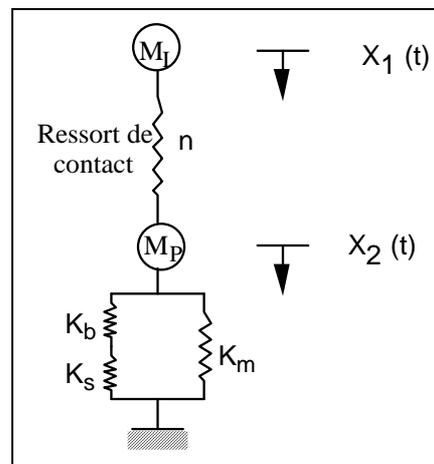


Figure 28. Modèle à deux degrés de liberté.

Dans ce modèle, les deux masses M_I et M_P sont connectées par un ressort hertzien représentant la loi charge-déformation du contact. Les propriétés force-déformation transversales sont représentées par la combinaison des ressorts de flexion, de cisaillement et de membrane. Les déplacements $x_1(t)$ et $x_2(t)$ représentent la réponse en déplacement des deux masses à chaque instant "t". Les vitesses correspondantes sont représentées par $\dot{x}_1(t)$ et $\dot{x}_2(t)$. Le déplacement transverse de la plaque est représenté par $\delta = x_2(t)$. La déformation de contact est représentée par $\alpha = x_1(t) - x_2(t)$. L'équilibre du projectile et de la plaque peut alors s'écrire :

$$M_I \ddot{x}_1(t) + \lambda n [x_1(t) - x_2(t)]^{3/2} = 0$$

$$M_P \ddot{x}_2(t) + K_b x_2(t) + K_m x_2^3(t) - \lambda n [x_1(t) - x_2(t)]^{3/2} = 0$$

avec :

$\lambda = 1$ pour $x_1 > x_2$

$\lambda = -1$ pour $x_1 < x_2$

Les conditions initiales sont :

$$x_1(0) = 0, \quad \dot{x}_1(0) = V_i \text{ et } x_2(0) = 0 = \dot{x}_2(0) = 0$$

Ces deux équations sont couplées, non linéaires et résolues par une méthode d'intégration numérique jusqu'à ce que $X_2(t)$ devienne nul ou négatif.

La force d'impact et les déplacements des plaques sérge 2*2 sont calculés par le modèle masse ressort. Le rayon de l'impacteur est choisi comme précédemment, égal à 12,5 mm. La première analyse faite est une comparaison des courbes calculées avec celles des expériences dans différents cas de vitesses et d'énergies d'impact.

Les figures 29 et 30 présentent l'évolution de la force et du déplacement obtenue par les deux méthodes.

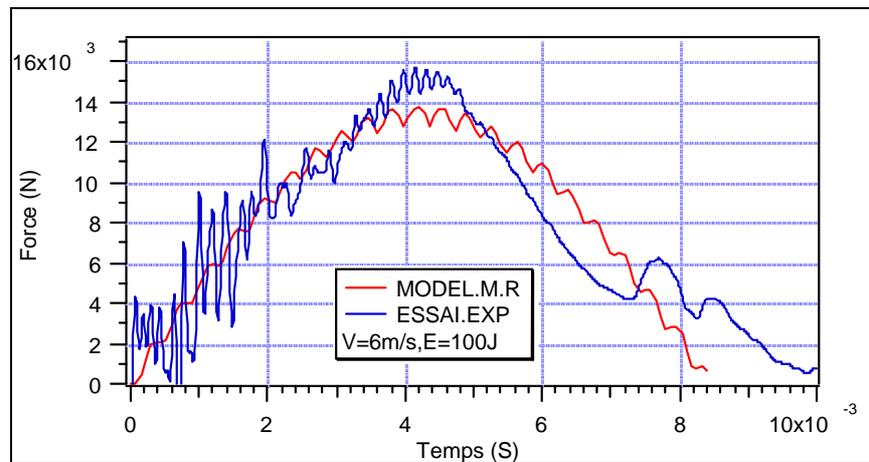


Figure 29. Courbes de charges obtenues avec les deux méthodes (test et modèle).

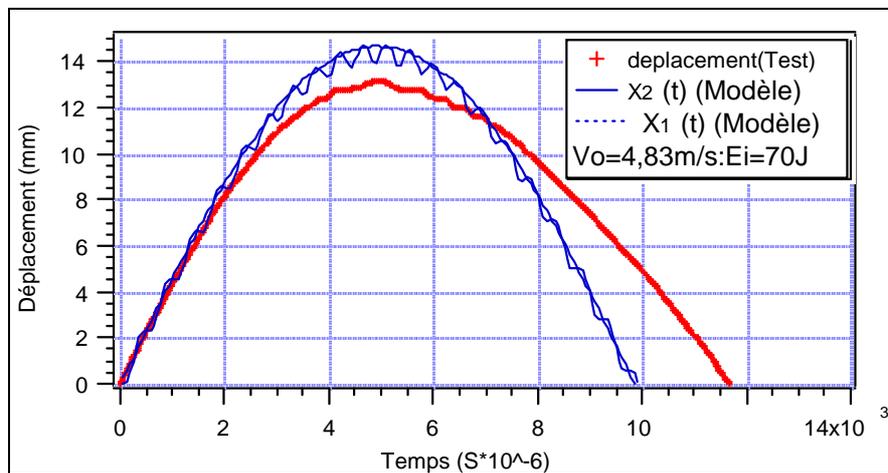


Figure 30. Courbes de déplacements obtenues avec les deux méthodes (test et modèle).

Les énergies, ainsi que les vitesses choisies dans ce cas, sont assez faibles. Ceci, dans le but de produire des impacts qui restent globalement élastiques malgré la présence locale de quelques endommagements. En effet, le modèle étant élastique, une bonne corrélation entre le modèle et l'expérience est obtenue.

Sur la figure 31, les pentes à l'origine sont identiques. Par contre, un petit décalage est observé sur l'amplitude des deux courbes. Quant à la durée du chargement ainsi que le temps correspondant à la charge maximale, le modèle donne les mêmes résultats que les tests. Sur la figure suivante sont

présentées les courbes de charges obtenues par le modèle pour les cas de vitesses de 6 m/s et d'énergies de 100 et 180 Joules.

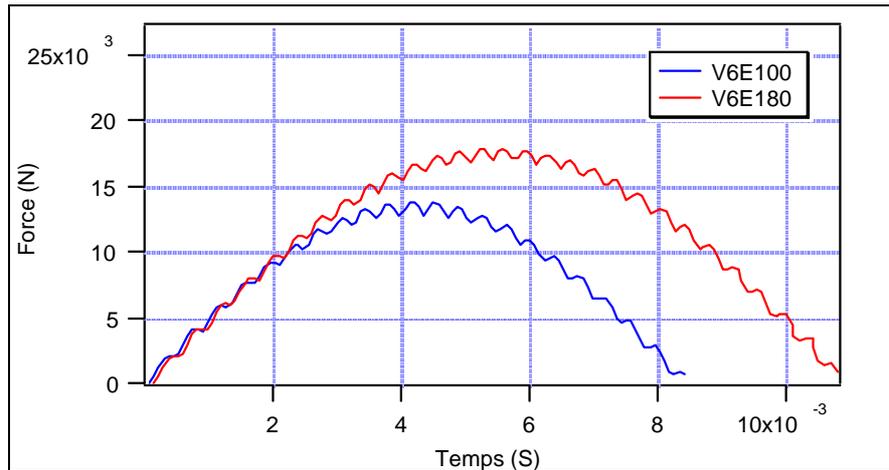


Figure 31. Influence de l'énergie d'impact sur le comportement du sergé.

Le but de cette manipulation est d'observer l'évolution de la loi de chargement en fonction des conditions de sollicitation. On remarque, comme dans l'expérience, que l'augmentation de l'énergie d'impact à iso-vitesse provoque un changement dans l'histoire des chargements : dans la charge maximale, dans la durée de l'impact et dans le temps correspondant à la charge maximale. Ceci est directement lié à une énergie élastique plus importante qui augmente en particulier l'énergie de flexion et de cisaillement "E_{bs}".

Dans le but de vérifier la validité du modèle dans le cas d'impacts fortement endommageant, une simulation d'impact à vitesse égale à 5 m/s et à 180 Joule a été réalisée.

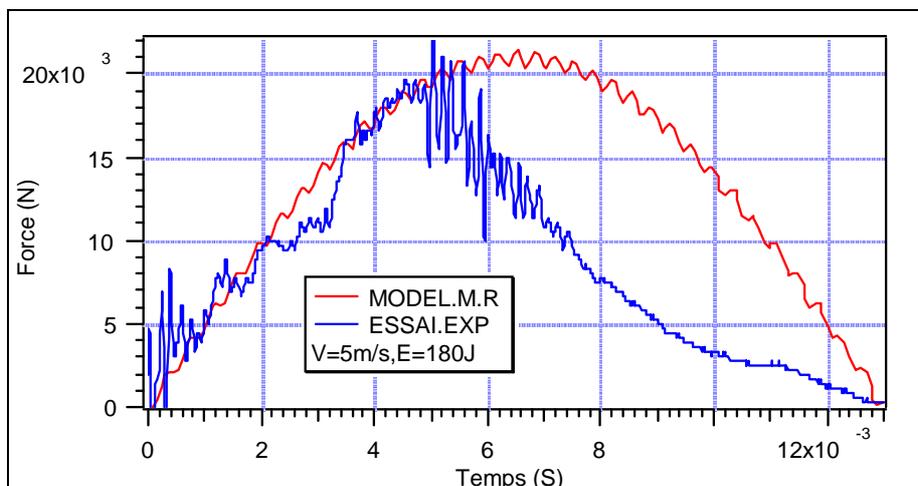


Figure 32. Modélisation dans le cas d'impact endommageant.

Une première montée en charge identique entre le modèle et l'expérience est observée sur la figure 32. La courbe expérimentale subit une décharge autour de 18000 N alors que le modèle arrive jusqu'à une valeur de 21000 N.

Cette chute de charge est liée à une importante rupture au sein de la plaque lors de l'impact. La propagation rapide de délaminage et des fissures de cloquage font que la courbe de charge subit une histoire différente par rapport au modèle élastique. Dans le cas d'impact avec endommagements, les courbes de charges sont différentes après le maximum de charge, en fonction de l'importance de l'endommagement.

La partie de l'énergie élastique dissipée par ces endommagements est représentée par la différence des aires entre le choc élastique du modèle et le choc expérimental.

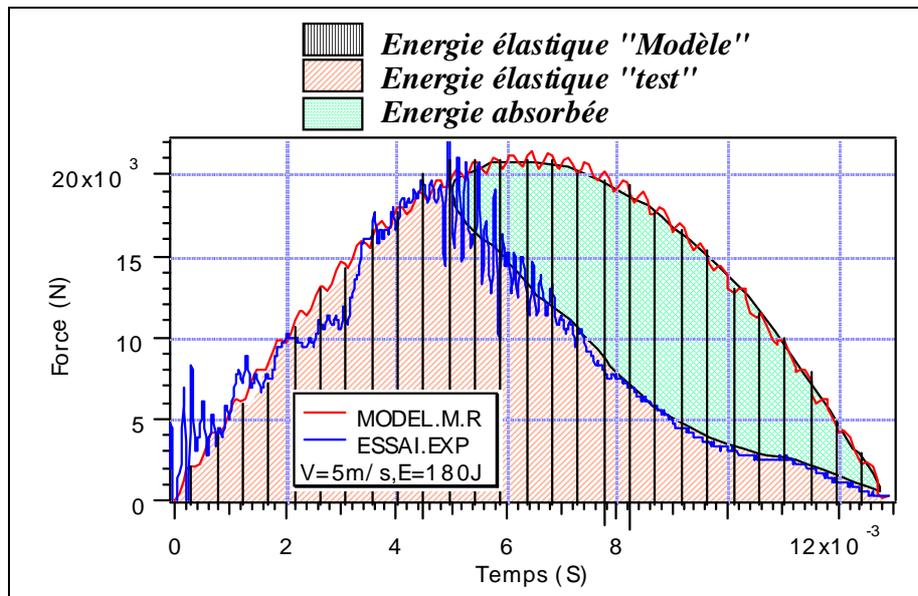


Figure 33. Analyse du partage d'énergie dans les cas d'impacts endommageant.

La partie «en vert» représente l'énergie absorbée par la rupture interne du matériau. Cette énergie n'a pu être restituée à l'impacteur.

Les modèles masse/ressort sont bien adaptés aux impacts à basses vitesses car la plaque absorbe une grande part de l'énergie incidente en déformations élastiques. Par contre, dans le cas d'impacts à vitesses et énergies plus élevées, les mécanismes d'absorption irréversibles deviennent importants. Ces modèles sont alors moins appropriés. Une analyse de l'endommagement des plaques composites impactées s'impose alors pour pouvoir modéliser l'impact dans sa globalité.

1.2.4. Modélisation phénoménologique de l'endommagement.

Comme présenté précédemment, les observations réalisées sur les échantillons impactés ont permis de cerner les principaux mécanismes d'endommagements et de ruptures intervenant dans le cas de l'impact des composites.

Ces résultats permettent de mettre en évidence chaque mécanisme d'endommagement, son évolution, ainsi que sa quantification en fonction des énergies et des vitesses incidentes. Différents auteurs ont montré que le mécanisme le plus absorbant est le délaminage. ESPINOSA (1991), CANTWELL & MORTON (1985) et D.DELFOSSE & AL (1995), ont constaté dans leurs travaux que le délaminage absorbait jusqu'à 50 % de l'énergie absorbée lors de l'impact. Il reste délicat de préciser le mode de propagation du délaminage pendant l'impact. L'analyse des faciès décèle des ruptures du type Mode I, ainsi que des languettes de cisaillement du type Mode II. Il faut toutefois émettre beaucoup de réserves quant aux conclusions que l'on peut faire à partir d'observations post-impact. Mais il est clair que le délaminage se propage en Mode I + II. Ceci étant, il reste délicat de préciser la valeur du rapport modal.

Les sollicitations mécaniques susceptibles de générer du délaminage en Mode I et en Mode II dans un matériau composite sont respectivement l'onde de choc, l'écaillage dans le premier cas et la flexion dans le second cas. En général, l'énergie absorbée par les plaques impactées est consommée par le délaminage mais en plus, par la fissuration de la matrice, la rupture de fibres, le poinçonnement ainsi que d'autres mécanismes difficiles à quantifier.

Un bilan énergétique des mécanismes d'endommagement les plus absorbants permet de remonter aux énergies absorbées. En effet, une énergie calculée équivalente à l'énergie absorbée peut être évaluée à partir de la sommation de l'énergie consommée par chaque mécanisme rapportée à des surfaces endommagées.

Dans leurs travaux, D DELFOSSE et A. POURSAITIP remontent aux énergies absorbées à travers un bilan énergétique regroupant le délaminage et la rupture de fibres, qu'ils considèrent comme les mécanismes les plus absorbants.

$$E_{\text{absorbée}} = G_{\text{delam}} \cdot A_{\text{delam}} + G_{\text{fibre rupture}} \cdot A_{\text{fibre rupture}}$$

Dans notre cas, l'analyse précédente de l'endommagement a permis de mettre en évidence les principaux mécanismes de rupture, à savoir : le délaminage, la rupture de fibres, la rupture de la résine en face non impactée, le poinçonnement. Ce qui donne le bilan énergétique suivant :

$$E_{\text{abs}} = G_D \cdot A_D + G_{fr} \cdot A_{fr} + G_m \cdot A_m + E_p$$

Le tableau 2 présente les moyennes de toutes les énergies des mécanismes d'endommagement, ainsi que le bilan final d'énergie.

| $E_{\text{imposé}}$ (J) | E_{impact} (J) | E_D (J) | E_{fr} (J) | E_m (J) | E_p (15% E_{abs}) | E_{abs} Mesurée | E_{abs} Calculée |
|----------------------------|----------------------------|--------------|-----------------|--------------|----------------------------------|-----------------------------|------------------------------|
| 30 | 30 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0 | 0 | 0 |
| 50 | 50 | 5,6 | 0,00 | 0,00 | 1,35 | 10 | 6 |
| 70 | 65 | 15,6 | 0,00 | 0,00 | 3,3 | 21 | 18,9 |
| 100 | 95 | 28,79 | 6,89 | 0,60 | 8,25 | 55 | 44,5 |
| 130 | 110 | 42,07 | 6,38 | 0,64 | 9 | 60 | 58,09 |
| 160 | 150 | 50,34 | 20,07 | 1,68 | 13,8 | 92 | 86 |
| 180 | 163 | 59,79 | 27,67 | 3,19 | 15 | 100 | 105 |

Tableau.2. Résultats des calculs des énergies d'endommagement par le modèle.

La figure 34 représente l'évolution des énergies absorbées mesurées en fonction des énergies absorbées calculées. Une bonne corrélation des résultats du modèle par rapport à l'expérience est obtenue.

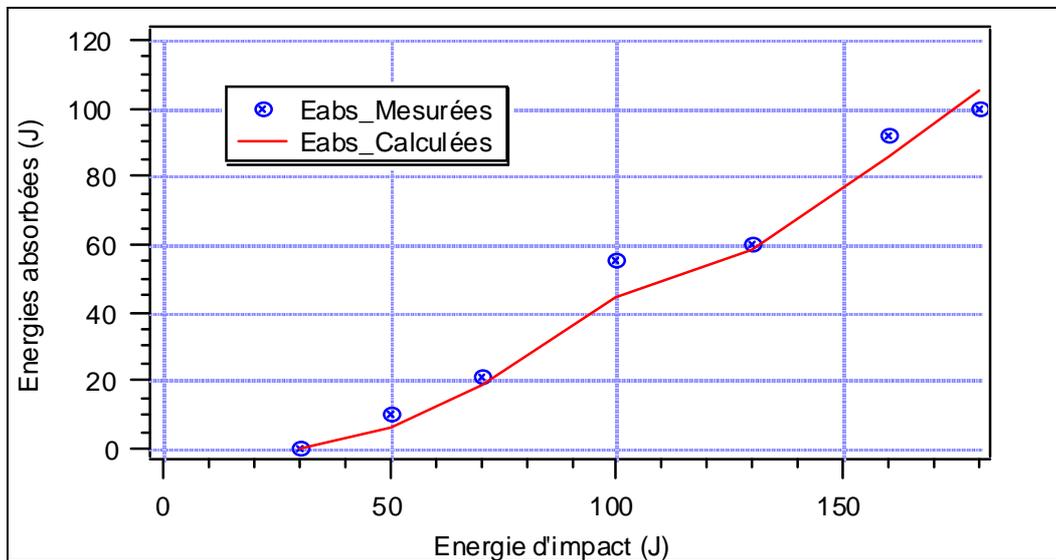


Figure 34. Modélisation de l'endommagement du sergé 2*2.

Dans le cas du satin, l'énergie de délaminage est égale à 1,8 KJ/m². Quant aux autres énergies de rupture, elles restent identiques à celles du sergé étant donné que se sont les mêmes constituants. Les résultats de la modélisation sont présentés dans la figure 35 qui illustre le bilan énergétique de l'endommagement du satin lors de l'impact.

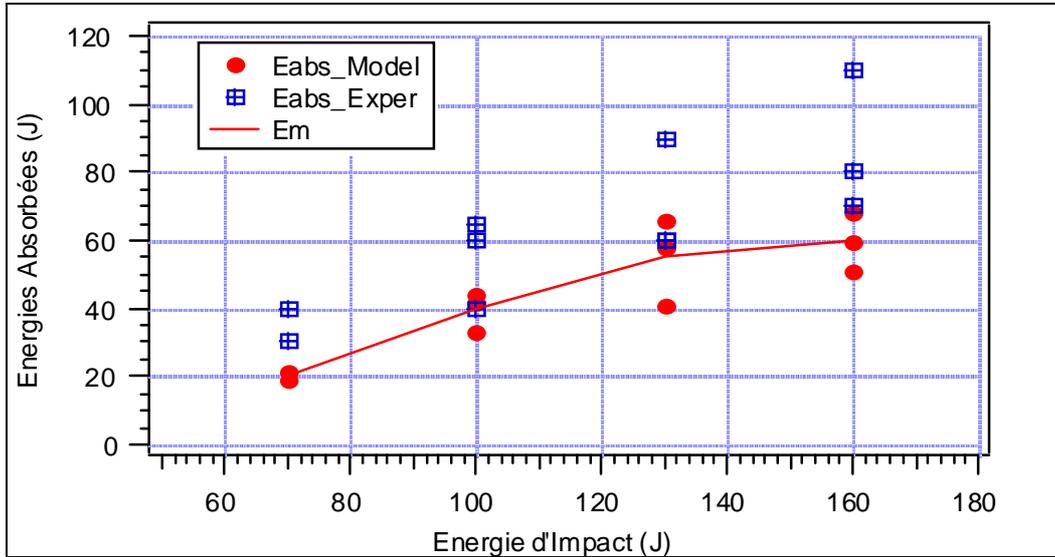


Figure 35. Modélisation de l'endommagement du satin de 8.

Dans le cas du satin de 8, les observations des micrographies et des faciès de rupture montrent des délaminages importants et difficiles à mesurer le long des fissures de cloquage. Ces délaminages n'ont pas été pris en compte dans le bilan d'énergie, d'où le décalage des valeurs du modèle par rapport à celles mesurées.

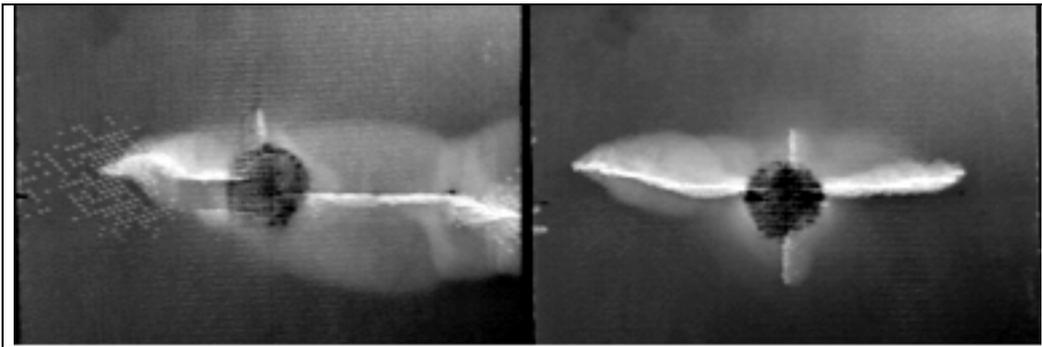


Figure 36. Fissures de cloquage du satin de 8 (F.I).

Les plaques composites sergés de 2, impactées à isovitesse et isoénergie, sont reprises en traction résiduelle afin d'analyser les interactions entre les endommagements existants et le comportement post-impact.

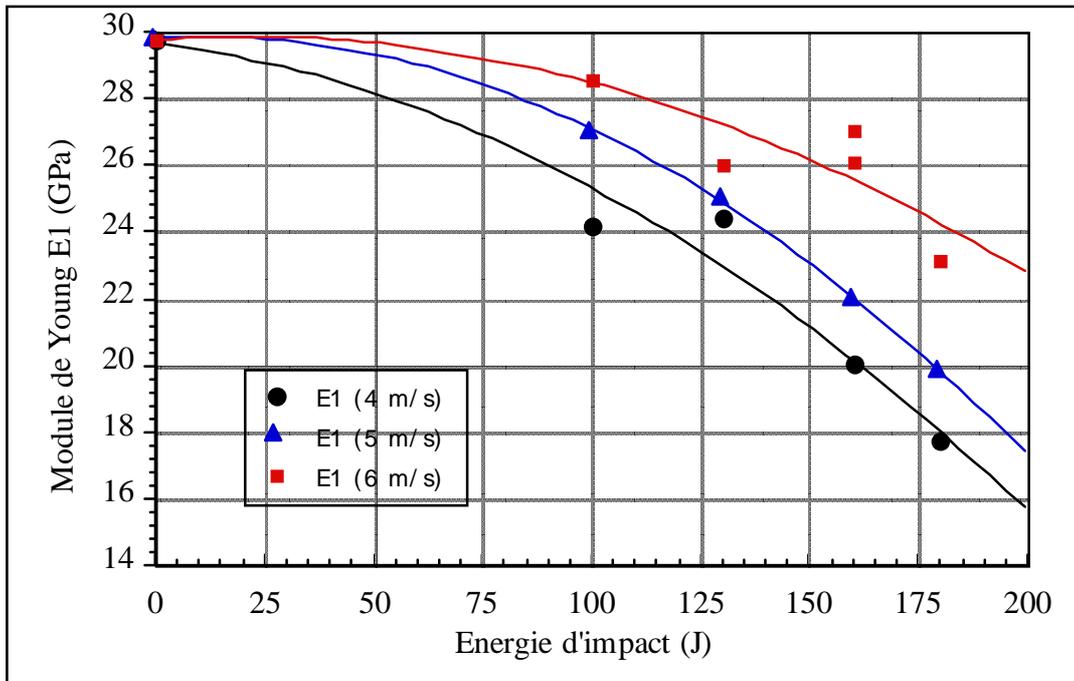


Figure 37. Evolutions des propriétés élastiques après impacts.

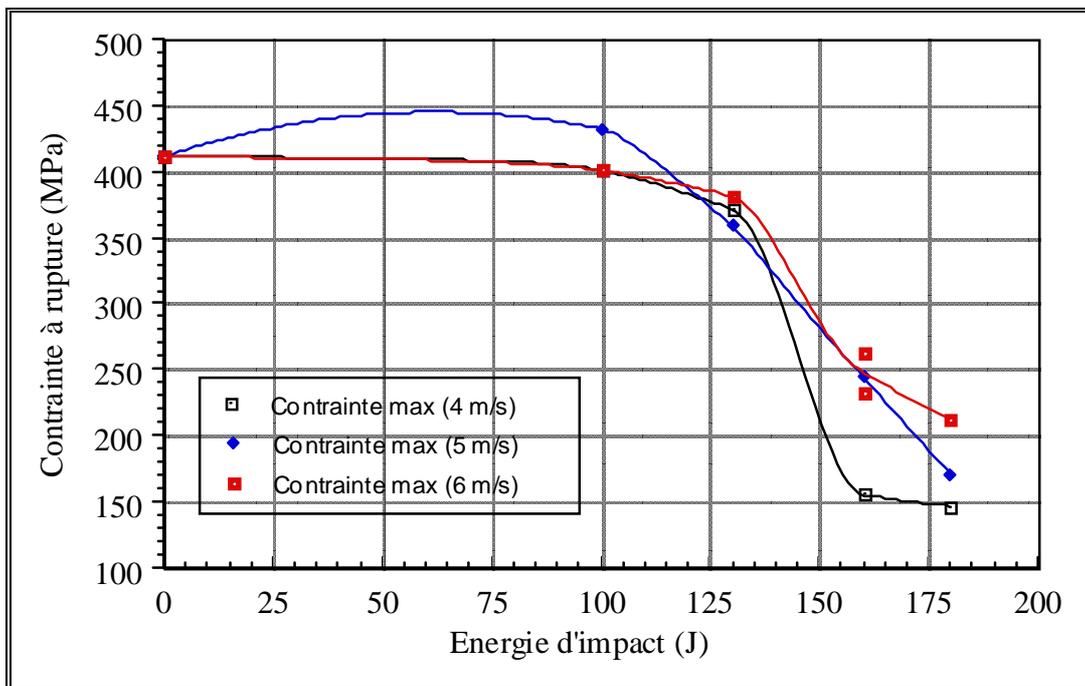


Figure 38. Evolutions des propriétés à ruptures après impacts.

L'évolution des propriétés résiduelles présente une progression en deux étapes. Dans la première partie, les propriétés n'évoluent pas par rapport à celles des plaques vierges. Dans la seconde, les propriétés chutent brutalement en fonction de l'importance de l'impact à partir d'une énergie de l'ordre de 130 J.

L'analyse faite précédemment sur les mécanismes d'endommagement des plaques impactées montre que cette énergie frontière (130 J) est celle à partir de laquelle les ruptures des fibres deviennent importantes. Pour un chargement de traction, la présence du délaminage n'est pas particulièrement pénalisante pour le matériau. Le contraire pourrait se produire pour un chargement en compression. La fissuration transverse avec rupture des fibres des plaques impactées au centre des plaques crée une discontinuité très pénalisante dans le cas d'une

contrainte normale de traction σ_{11} . Les figures 39 et 40 montrent l'évolution des modes de rupture en fonction des tailles de ces fissures.

Limites des fissures de cloquage

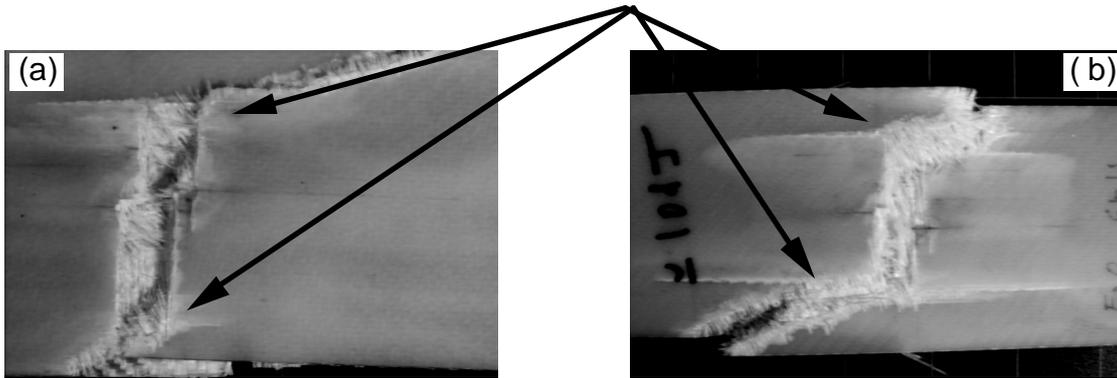


Figure 39. Rupture en traction résiduelle des plaques impactées.

a) 130 J, 4 m/s

b) 130 J, 6 m/s

Limites des fissures de cloquage

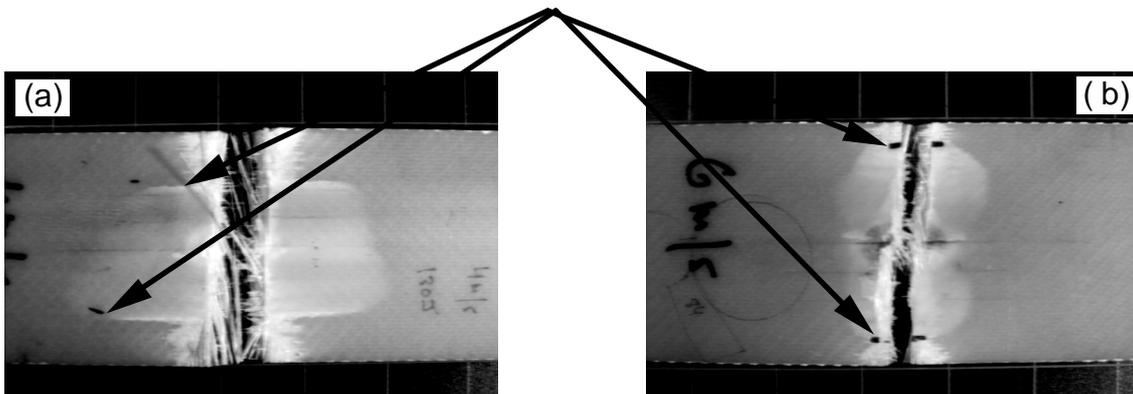


Figure 40. Rupture en traction résiduelle des plaques impactées.

a) 180 J, 4 m/s

b) 180 J, 6 m/s

La rupture, dans le cas des plaques impactées à 130 J, est amorcée au niveau des fissures de cloquage. Elle se propage sur une partie importante de la longueur des plaques. Pour les plaques impactées à 180 J, la rupture est localisée au centre. A ce niveau, les fibres sont rompues sur toute l'épaisseur des plaques. Ainsi, la rupture est nettement visible au centre de la plaque.

I.2.5 : Conclusions.

Les deux modèles, bilan d'énergie et masse/ressort, sont principalement basés sur le principe de la conservation de l'énergie. Le modèle bilan d'énergie reste simple et précis pour le calcul de la force maximale ainsi que le déplacement. Inversement, le modèle masse/ressort est moins simple à mettre en œuvre pour le calcul de l'histoire du chargement. Leurs comparaisons avec les valeurs obtenues lors des tests expérimentaux montre une concordance dans le cas des impacts peu ou pas du tout endommageant. Inversement, dans le cas d'impact avec rupture, une perte importante d'information sur les différents paramètres est observée.

La modélisation de l'endommagement basée sur un bilan énergétique semble adéquate pour décrire l'impact à basse vitesse. Elle représente une approche globale qui décrit l'endommagement tout en restant dans le cadre de la mécanique des milieux continus. En d'autres termes, un schéma d'évolution de l'endommagement est recherché par l'intermédiaire de variables susceptibles de permettre le calcul de l'énergie absorbée à travers un bilan énergétique. Cette approche globale ne prétend pas expliquer la micromécanique du phénomène. Mais, à partir d'hypothèses simplificatrices, elle permet d'obtenir des résultats assez proches de l'expérience.

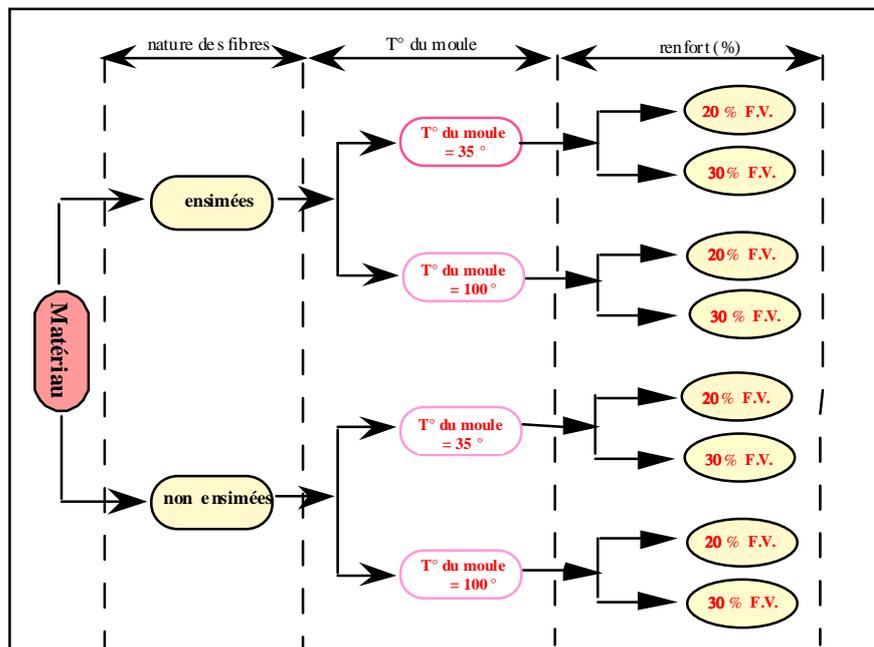
L'étude du comportement résiduel des plaques impactées met en évidence l'interaction des endommagements et des ruptures dans le matériau avec le type de sollicitations résiduelles. En effet, la présence de ruptures de fibres ou de délaminages peut influencer différemment le comportement post-impact selon le type de sollicitation. Les résultats des essais obtenus par le choc CHARPY et le poids tombant sont en parfaite corrélation. En effet, à partir du moment où l'endommagement se situe dans une structure de géométrie finie, la zone endommagée peut être schématisée par un maillon faible d'une chaîne. Ce dernier contrôle directement la rupture.

I. 3. Analyse et modélisation du comportement endommageable de matériaux composites polypropylène renforcés de fibres de verre courtes.

Dans ce chapitre, nous aborderons le comportement mécanique des matériaux composites thermoplastiques. Dans notre cas, le matériau étudié est un polypropylène chargé de fibres de verre courtes. Le but principal de cette recherche est d'apporter des éléments de réponse sur l'influence des paramètres structuraux tels que le taux de fibre, et la qualité des interfaces fibre matrice sur le comportement mécanique. Le deuxième objectif que l'on s'était fixé dans cette recherche concerne l'influence des paramètres de mise en œuvre, dans le cas de l'injection, sur le comportement mécanique de ces matériaux. La notion d'endommagement est dans ce contexte largement abordée. En effet, le processus de ruine dans les composites thermoplastiques lors d'une sollicitation mécanique, généralement s'opère en premier par la microfissuration de la résine suivie de la rupture des interfaces fibre/matrice et de la rupture de fibres. L'utilisation d'une méthodologie expérimentale, basée sur les techniques de l'émission acoustique associée aux observations microscopiques, permet l'identification des différents mécanismes d'endommagement de ces matériaux. Dans cette étude, nous abordons le comportement du matériau sous des sollicitations monotones de traction et des sollicitations à long terme de fluage. Une modélisation empirique de l'endommagement à travers un paramètre scalaire « D » basé sur l'activité acoustique liée à l'endommagement du matériau est proposée.

I.3.1. Analyse Expérimentale

Le matériau de l'étude est un composite thermoplastique à matrice polypropylène renforcé par des fibres de verre courtes de type E. Plusieurs paramètres de ce matériau ont été étudiés. La figure suivante présente une synoptique de ces paramètres.



Le protocole expérimental proposé consiste à fixer les différents paramètres ci-dessus en faisant varier le seul paramètre étudié. Cette approche sera appliquée pour les cas suivants :

- Etude de l'influence de l'interface fibre matrice,
- Etude de l'influence du taux de renfort (20 et 30 % en masse),
- Effet de la température du moule d'injection (35 et 100°C).

Les éprouvettes utilisées sont en forme d'haltère, moulées par injection (conformément à la norme NF T57-101).

Les figures 41 et 42 illustrent l'écart de comportement entre deux matériaux où le seul paramètre qui change est la qualité de l'interface.

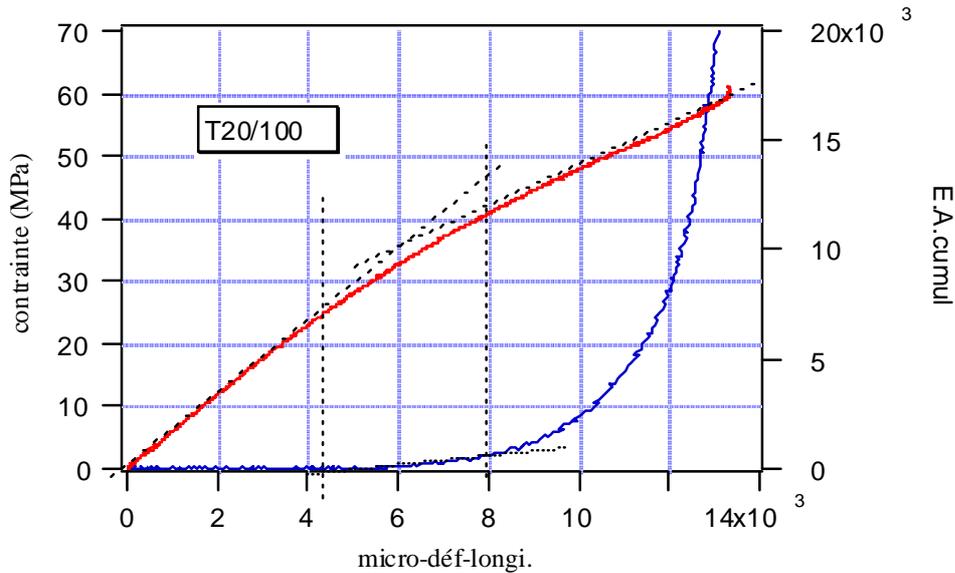


Figure 41. Evolution de la contrainte et de l'émission acoustique en fonction de la déformation du matériau ensimé chargé à 20% de fibre en masse.

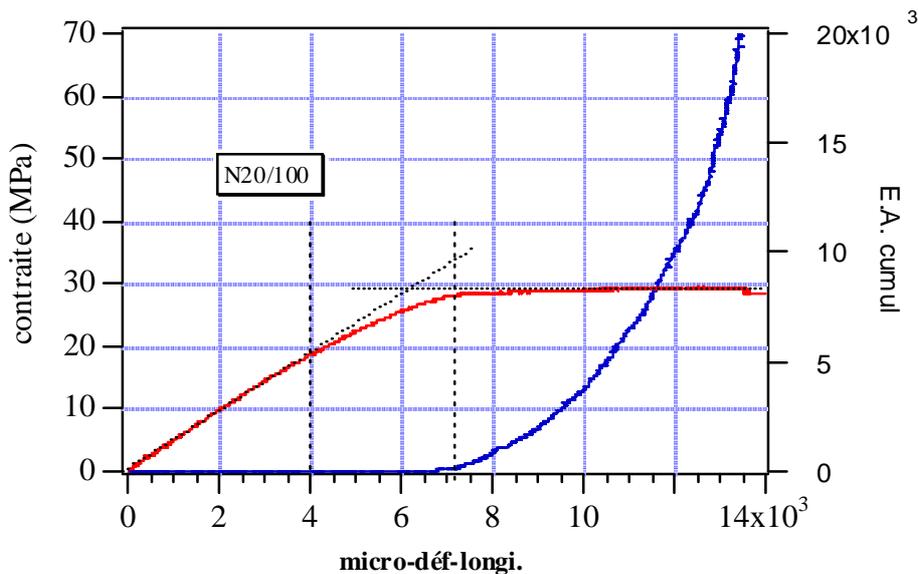


Figure 42. Evolution de la contrainte et de l'émission acoustique en fonction de la déformation du matériau non ensimé chargé à 20% de fibre en masse.

Une différence importante de comportement mécanique est observée entre les courbes « Contrainte-Déformation ». La qualité de l'interface, améliorée par l'ajout d'un ensimage à base d'un copolymère, joue un rôle très important dans le comportement élastique et à rupture du composite. L'ensimage des fibres permet de doubler la contrainte à rupture du matériau composite. Par contre, le module d'élasticité n'est pas affecté par ce paramètre. Le tableau 3 fournit les différents résultats expérimentaux pour les deux taux de renfort et les deux températures, dans le cas des fibres traitées ou non traitées.

| Taux de renfort | TRAITEES | | | | NON TRAITEES | | | |
|-------------------|----------|-------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------|
| | 20 % | | 30 % | | 20 % | | 30 % | |
| Température moule | 100 | 35 | 100 | 35 | 100 | 35 | 100 | 35 |
| E (GPa) | 5,15 | 5,58 | 6,81 | 6,67 | 5,43 | 5,00 | 6,88 | 7,24 |
| σ_r (MPa) | 62,87 | 73,35 | 70,46 | 68,83 | 33,09 | 32,83 | 32,70 | 30,36 |

Tableau.3. Tableau récapitulatif des différents résultats expérimentaux

E = Module d'élasticité, σ_r = contrainte à rupture, ϵ_r = déformation à la rupture

Une différence notable est observée sur le comportement des matériaux ensimés et non ensimés. Les mesures des constantes de l'ingénieur indiquent une nette différence de ce paramètre qu'est la qualité d'interface, sur la résistance du composite. Ceci est principalement lié au rôle que joue l'interface dans le transfert de la charge de la matrice vers la fibre, et en particulier pour les composites à fibres courtes.

Dans le cas du matériau ensimé, on observe trois phases importantes sur la courbe:

- Une première phase élastique linéaire et silencieuse sans émission acoustique EA,
- Une deuxième phase non linéaire liée au début de la phase plastique avec endommagement. A ce niveau, on observe l'apparition des premières émissions acoustiques générées par le matériau,
- Une troisième phase, caractérisée par un changement de pente de la courbe contrainte-déformation. Ce changement est accompagné d'une forte activité acoustique comme l'illustre la courbe du cumul. Une évolution exponentielle est observée sur le cumulé d'EA indiquant un fort endommagement aboutissant à la rupture finale de l'éprouvette.

Dans le cas du matériau non ensimé, le comportement du matériau est caractérisé par trois phases différentes du cas précédent :

- Une première phase élastique linéaire qui permet de mesurer les propriétés élastiques du matériau. Cette phase est aussi caractérisée par une absence de l'émission acoustique,
- Une phase non linéaire, où aucune émission acoustique n'est détectée, donc une phase de déformation plastique sans endommagement,
- Une troisième phase où la courbe contrainte-déformation aboutit à un plateau de fluage où la déformation évolue sous contrainte constante. Au niveau de ce plateau, on observe une forte activité acoustique. Dans ce cas de figure, le plateau de fluage traduit l'absence de transfert de charge entre la matrice et la fibre de verre.

L'ensimage des fibres permet de doubler la contrainte à rupture du matériau composite. Par contre, le module d'élasticité n'est pas affecté par ce paramètre.

I.3.2. Analyse des mécanismes d'endommagement.

Pour mieux cerner les différents mécanismes d'endommagement du composite, nous avons eu recours à deux techniques d'analyse qui s'avèrent complémentaires :

- Contrôle non destructif par EA au cours des essais de traction
- Observations des faciès de rupture à l'aide du MEB.

Dans le cadre de l'analyse des mécanismes d'endommagement, une corrélation continue est établie entre l'émission acoustique et les observations au microscope électronique à balayage (M.E.B.).

L'analyse des résultats d'émission acoustique, dans le cas présent, se fera à travers l'application du modèle des distributions d'amplitude présent.

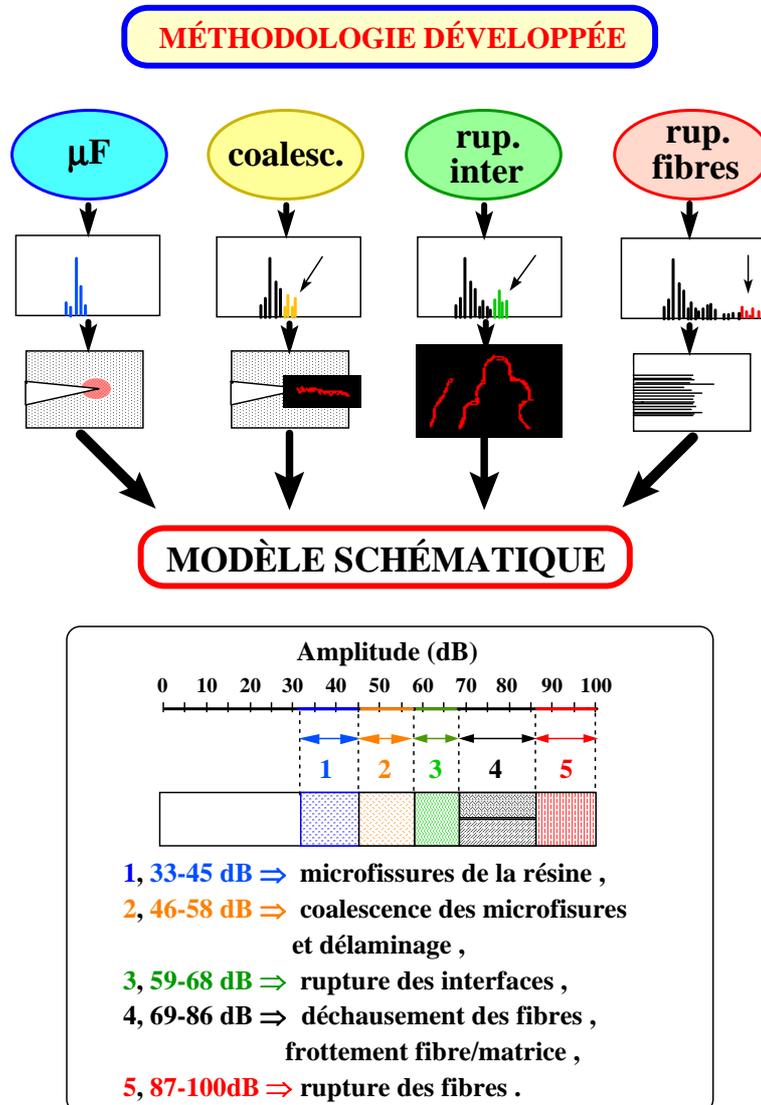


Figure. 43. Méthodologie expérimentale d'identification des mécanismes d'endommagement

L'évolution des distributions d'amplitude permet de remarquer, d'une manière globale, que le nombre d'événements enregistrés provenant des éprouvettes chargées de fibres ensimées est plus important que dans le cas des fibres non ensimées. Ceci traduit une activité d'endommagement plus importante liée à un transfert de charge plus conséquent vers les fibres. Dans le cas du matériau non ensimé (figure .44), les distributions d'amplitude sont très étalées. En effet, dans le cas des fibres non ensimée, une activité acoustique autour des 65 dB illustre les phénomènes de rupture d'interfaces et de déchaussement des fibres. Les différents pics constatés sur ces courbes sont caractéristiques des différents types de mécanismes d'endommagement (microfissuration, coalescence, rupture d'interfaces, frottement fibres/matrice et quelques ruptures de fibres). Cela se remarque d'autant plus que le taux de renfort est faible.

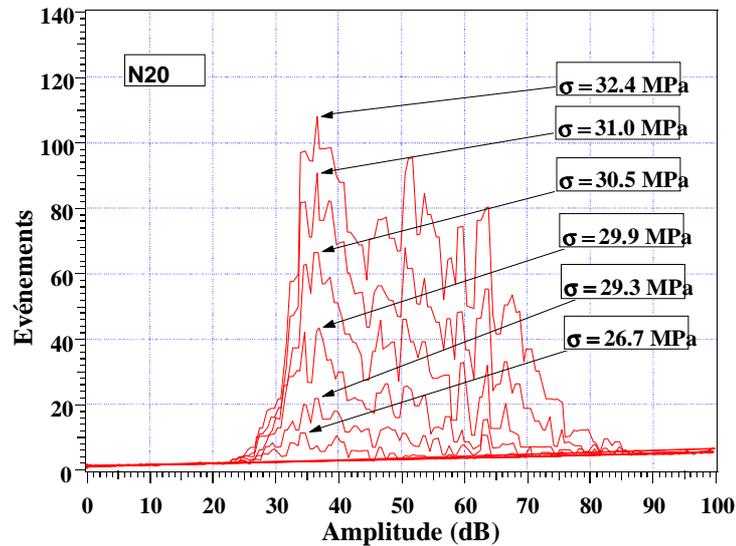


Figure 44. Distribution d'amplitudes du matériau non ensimé chargé à 20% de fibres.

Dans le cas des fibres ensimées, la distribution d'amplitude est plus étroite (figure 45). L'évolution des endommagements est plus faible entre 60 et 80 dB, car il y a moins de ruptures d'interfaces et de déchaussements de fibres, donc une meilleure adhérence fibres/matrice et par conséquent une plus grande résistance mécanique.

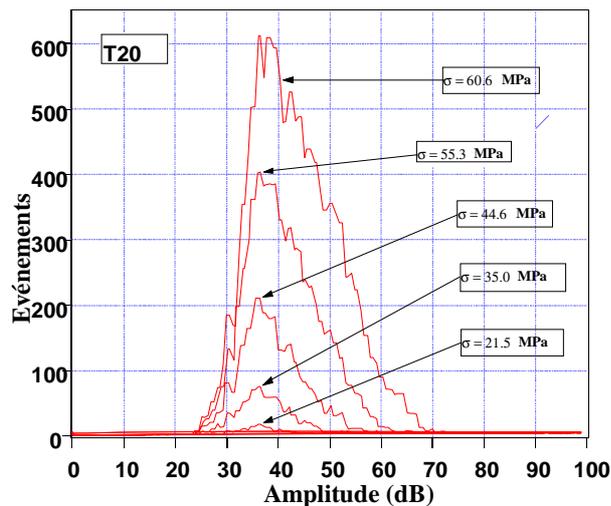


Figure 45. Distribution d'amplitudes du matériau ensimé chargé à 20% de fibres.

L'examen des faciès de rupture révèle la nature de l'adhésion au niveau de l'interface fibre/matrice pour le matériau ensimé (figure.46). La rupture de nature cohésive se traduit par des fibres complètement enrobées de résine, ce qui montre bien que la rupture se produit dans la matrice à proximité de l'interface fibre/matrice. Ceci prouve que le transfert de charge est effectif entre la matrice et le renfort.

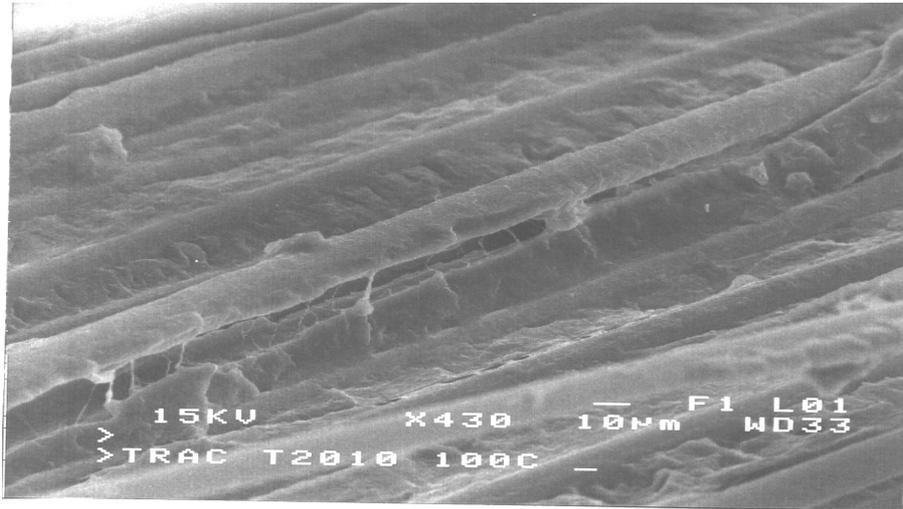


Figure 46. Faciès de rupture cohésive pour les fibres ensimées.

Dans le cas des fibres non traitées, celles-ci présentent une surface lisse qui témoigne d'une rupture adhésive liée à la mauvaise qualité de l'interface (figure 47). Le déchaussement important des fibres montre que le transfert de charge entre la matrice et le renfort est très faible. D'ailleurs, ce processus confirme bien les constatations faites au niveau des courbes représentatives des distributions d'amplitude

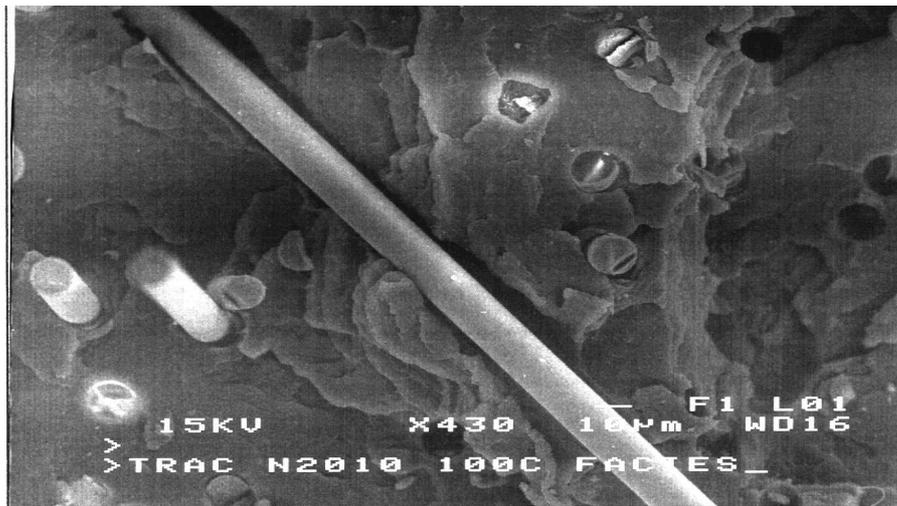


Figure 47. Faciès de rupture dans le cas des fibres non ensimées.

L'examen de la figure 48 montre l'aspect de la rupture ductile dans le cas de ce matériau. En effet, nous remarquons une plastification de la résine aux alentours des fibres. En atteignant l'interface fibre/matrice cette plastification provoque une rupture de cette dernière suivie par un phénomène de déchaussement de la fibre de son logement. On peut dire que l'interface ne joue pas son rôle essentiel qui est le transfert des contraintes entre les deux composants.

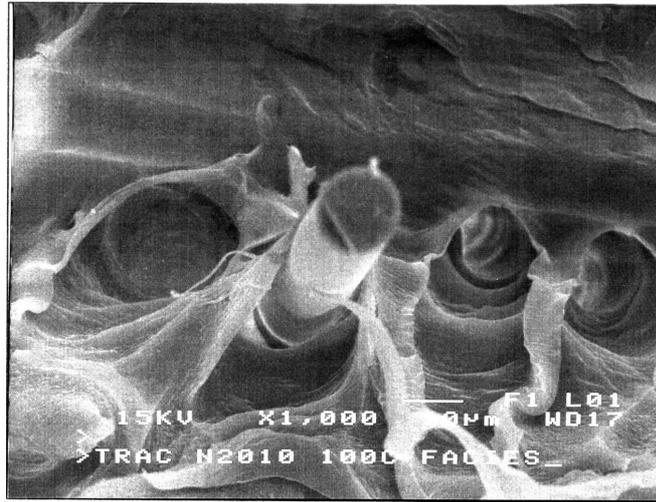


Figure 48. Ductilité de la résine au voisinage des fibres non ensimées.

Dans le cas du matériau non ensimé, l'apparition de bandes blanches est observée en surface au fur et à mesure du chargement. Ce blanchiment est plus marqué dans le composite à fibres de verre non traitées que dans le composite à fibres traitées. Ce phénomène est observable pendant la déformation du matériau et apparaît sous forme de bandes perpendiculaires à la direction de la sollicitation. Au fur et à mesure que la charge augmente, le blanchiment gagne l'ensemble de l'éprouvette (Figure 49).

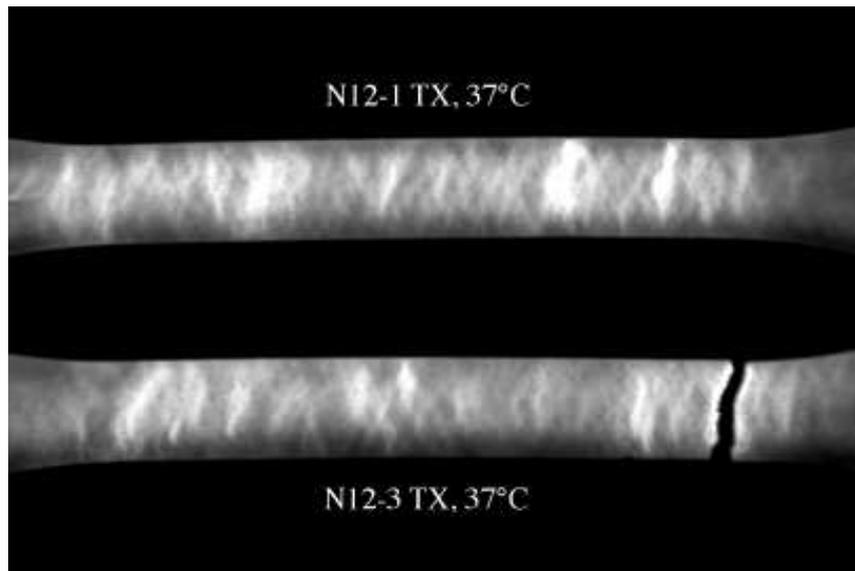
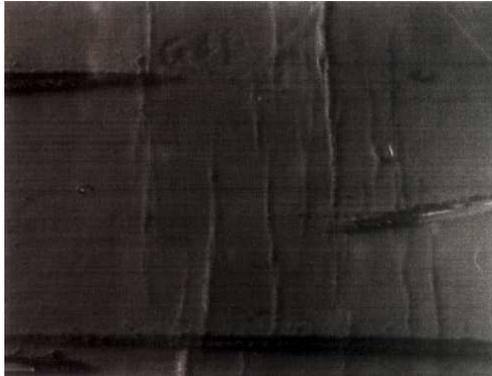


Figure 49. Epreuve chargée de fibres de verre non traitées avant et après rupture.

En général, la rupture se produit dans une zone où la densité de bandes de blanchiment est élevée. Grâce à la complémentarité du microscope optique et du microscope électronique à balayage, on a pu identifier certaines zones où la présence de ces bandes de blanchiment était nettement visible. Ces bandes de blanchiment représentent bien des déformations plastiques locales sous formes de crevasses.

Le polypropylène (polymère semi cristallin) soumis à une traction uniaxiale, subit des déformations impliquant des lamelles cristallines séparées par des zones interlamellaires amorphes. Sous l'effet de la contrainte, ces lamelles subissent un glissement les unes par rapport aux autres créant ainsi des bandes de cisaillement. Ces microbandes constituent un mécanisme élémentaire de déformation plastique. Leur multiplication et leur propagation longitudinale permettent d'accommoder la déformation macroscopique qui, sous l'effet de la lumière du

microscope optique est représenté par des crevasses et un blanchiment de l'éprouvette (figures 50 a). L'examen de ces mêmes sites par le microscope électronique à balayage a révélé que ce blanchiment et ces crevasses correspondent bien à des déformations plastiques (figure 50 b) et des microfissurations de la matrice. Il est surtout constitué par un amas de chaînes macromoléculaires étirées, formant ainsi des strictions locales visibles dans la partie de l'éprouvette subissant la déformation. Les strictions importantes conduisent à des craquelures (crazes) dans la matrice.

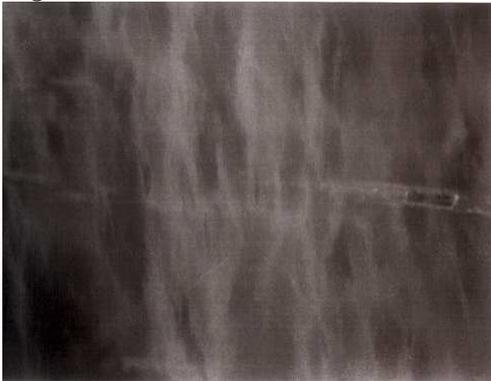


a)



b)

Figure 50. Mise en évidence du blanchiment par microscopie optique a) et au MEB b).



a)



b)

Figure 51. Mise en évidence du blanchiment par microscopie optique a) et au MEB b).

M. F. ASHBY attribue ce phénomène de blanchiment à la formation d'un grand nombre de craquelures qui envahissent l'ensemble de l'éprouvette au fur et à mesure que la charge augmente.

1.3.3. Modélisation empirique de l'endommagement.

Dans le but de quantifier l'endommagement dans ces matériaux, nous avons procédé à des essais de charge-décharge pour suivre la dégradation en fonction de la contrainte appliquée (A. Laksimi & al, 2001). Les cycles charge-décharge permettent de suivre l'évolution du module élastique E. L'endommagement du composite est évalué par le paramètre D calculé par la relation suivante :

$$D=1 - (E_d/E)$$

D : paramètre de dommage, E et E_d respectivement le modules élastiques du matériau vierge et endommagé. La figure 52 montre que l'évolution du paramètre D en fonction de la déformation normalisée peut être décrite en première approximation par une fonction du type linéaire qui s'écrit sous la forme suivante:

$$D=\alpha. (\epsilon / \epsilon_r)$$

Avec,

$\alpha=0.19$ dans le cas de N20 ($r^2=0.82$)
 $\alpha=0.16$ dans le cas de N30 ($r^2=0.97$)
 $\alpha=0.079$ dans le cas de T20 ($r^2=0.98$)
 $\alpha=0.08$ dans le cas de T30 ($r^2=0.98$)

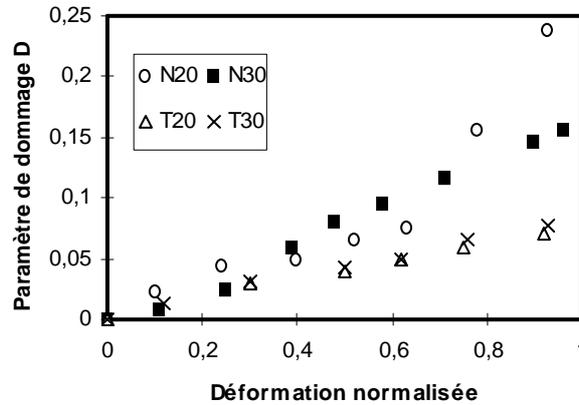


Figure 52. Evolution du dommage D en fonction de la déformation normalisée ϵ/ϵ_r (cas des quatre matériaux)

Il faut noter la mise en évidence de deux tendances ayant des coefficients du même ordre de grandeur et qui correspondent au traitement ou non des fibres. Cela signifie que l'effet du traitement l'emporte sur celui du taux volumique du renfort et confirme que l'opération du traitement des fibres contribue à atténuer l'endommagement du composite.

1.3.4. Analyse de l'endommagement en fluage.

Dans le cadre des travaux de thèse d'Eric SEGARD, nous avons développé une approche similaire pour la modélisation de l'endommagement sous sollicitation du type fluage qui est une sollicitation fréquemment rencontrée dans les applications industrielles utilisant des matériaux composites.

Dans ce cas d'application, nous avons exploité les courbes de cumulé d'émission acoustique, représentant la somme des événements acoustiques en fonction de la charge imposée. Cette activité étant liée aux seuls phénomènes d'endommagement du matériau, nous avons décidé de l'exploiter pour en déduire un paramètre expérimental d'endommagement global du matériau.

$$D_{\text{exp}} = \frac{\text{comptage cumulé à un temps "t"}}{\text{comptage cumulé total}}$$

Cette variable d'endommagement est égale à 0 lorsque le matériau est vierge d'endommagement, comprise entre $0 < D_{\text{exp}} < 1$ lorsqu'il s'endommage, et égale à 1 lorsqu'il y a rupture. Le tracé des courbes de déformation longitudinale et du paramètre d'endommagement montre la concordance de ces deux paramètres.

Dans le cas des fibres non ensimées, on observe un seuil d'endommagement en déformation de 0,17%, en dessous duquel aucun événement acoustique n'est émis. Trois stades distincts apparaissent sur chacune des courbes de déformations traduisant le fluage primaire, secondaire puis tertiaire. Les phases d'endommagement primaire, secondaire et tertiaire pour la variable d'endommagement D sont présentées en fonction du temps.

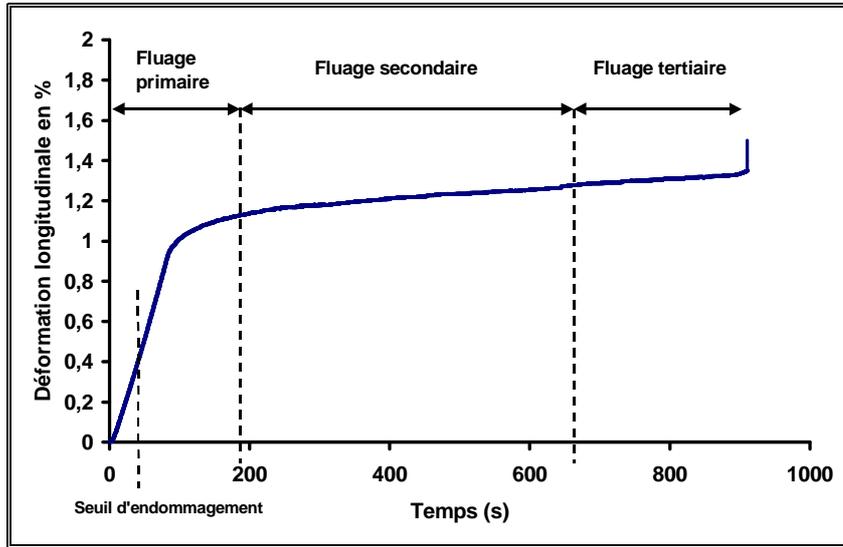


Figure 53. Courbe de fluage jusqu'à rupture pour matériau avec fibres traitées soumis à une contrainte de 66 MPa

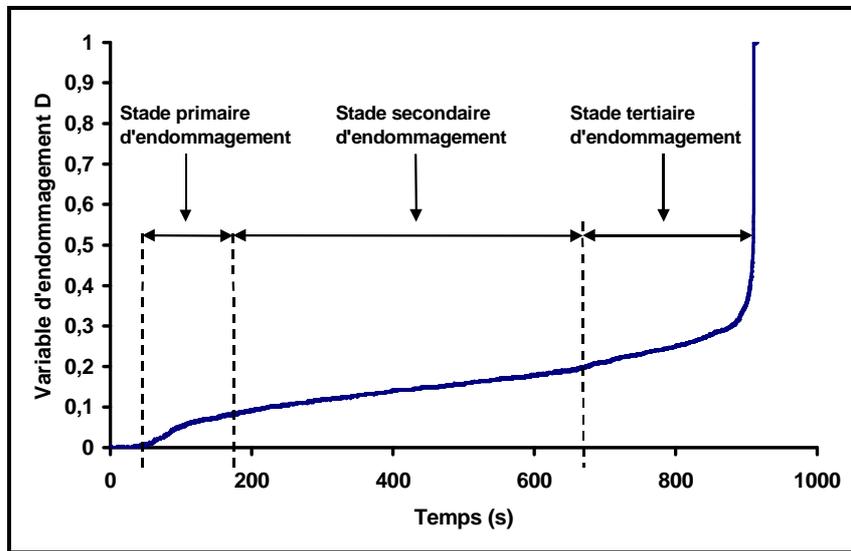


Figure 54. Courbe d'endommagement pour le matériau avec fibres traitées soumis à une contrainte de 66 MPa

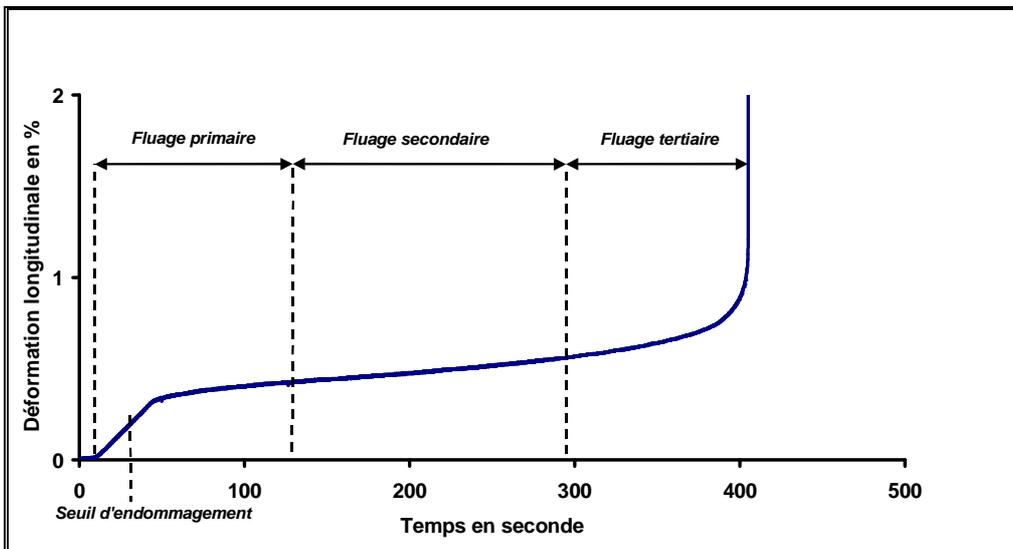


Figure 55. Courbe de fluage jusqu'à rupture pour matériau avec fibres non-traitées soumis à une contrainte de 31 MPa

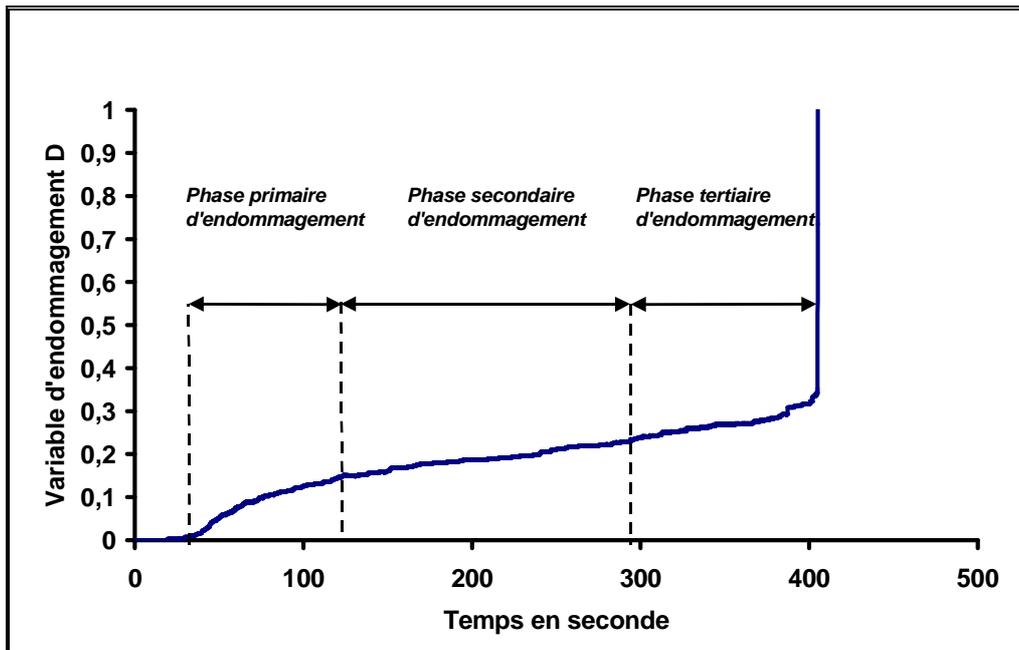


Figure 56. Courbe d'endommagement pour le matériau avec fibres non-traitées soumis à une contrainte de 31 Mpa

Dans un premier temps, il est possible d'identifier les trois stades de fluage à l'aide du taux de déformation, qui caractérise la vitesse de déformation. Il y a tout d'abord le fluage primaire caractérisé par une diminution de la vitesse de déformation. Ensuite, cette vitesse de déformation devient constante, correspondant au fluage secondaire, pour finalement augmenter jusqu'à ce que le matériau rompe, ce qui correspond au fluage tertiaire.

Dans un deuxième temps, on procède à l'identification des différents stades d'endommagement lors du fluage, en utilisant le taux d'endommagement, qui peut être représenté par la vitesse d'endommagement. Il y a tout d'abord le stade primaire d'endommagement, caractérisé par une diminution de la vitesse d'endommagement. Ensuite, la vitesse d'endommagement devient constante, correspondant au stade d'endommagement secondaire, pour finalement augmenter jusqu'à ce que le matériau rompe, ce qui correspond au stade d'endommagement tertiaire. Il y a donc un lien entre la vitesse de déformation et la vitesse d'endommagement car comme on le constate sur les courbes figures 53 et 54 ainsi que 55 et 56, l'évolution de la courbe d'endommagement et celle de la variable d'endommagement est concordante. Ce constat nous permet de conclure que le comportement du matériau dans ces conditions est principalement contrôlé par l'endommagement du composite. Nous avons, pour cela, exploité la loi non linéaire proposée par KIRSCH (1998), pour modéliser l'évolution de cet endommagement.

$$D(t) = a \frac{t_N^b}{1 - t_N^c}$$

Comme on le constate, l'expression de la variable d'endommagement est fonction du temps normalisé t_N défini par :

$$t_N = \frac{t}{t_r}$$

où t_r est le temps de rupture.

Les coefficients sont les suivants (E. SEGARD, 2001) :

| Paramètres d'endommagement | a | b | c |
|-----------------------------------|------|------|---------|
| Matériau avec fibres traitées | 0,51 | 0,58 | 1447,51 |
| Matériau avec fibres non-traitées | 0,62 | 0,45 | 689,81 |

Tableau 4 : Valeurs moyennes des paramètres d'endommagement a , b et c pour le matériau avec fibres traitées et non-traitées

A partir de l'équation suivante, on détermine l'expression de la cinétique d'endommagement (E. Segard & All, 2003) :

$$\dot{D} = \frac{dD}{dt_N} = \frac{a \left[b(1 - t_N^c) t^{b-1} + c t_N^{c-1} t_N^b \right]}{(1 - t_N^c)^2}$$

Les courbes suivantes présentent l'évolution de l'endommagement ainsi que la vitesse d'endommagement calculée en fonction du temps normalisé.

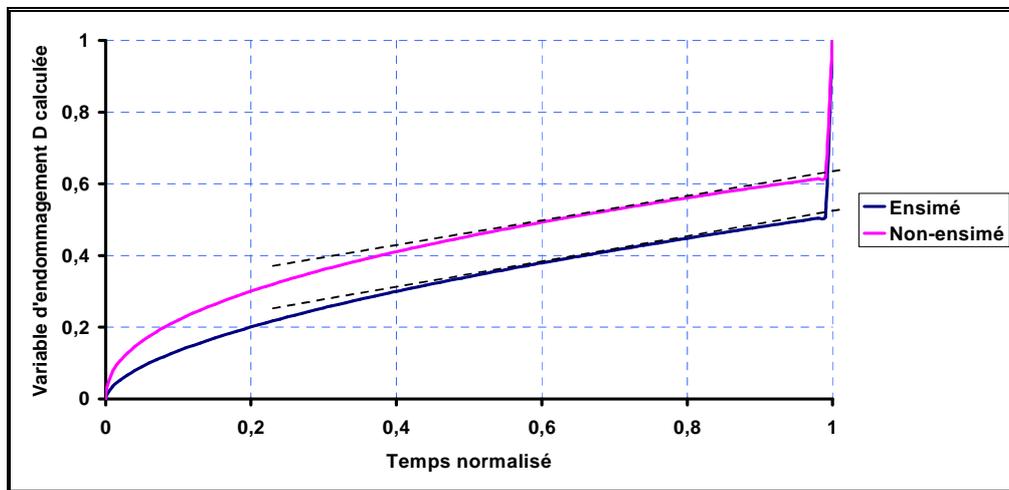


Figure 57. Courbes de la variable d'endommagement D pour le matériau avec fibres traitées et non-traitées obtenues à partir des valeurs moyennes des paramètres d'endommagement

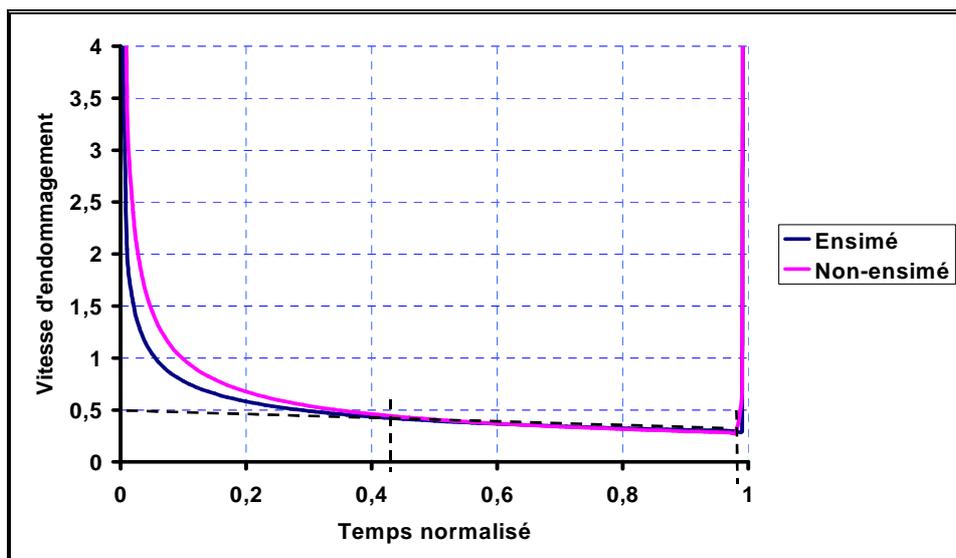


Figure 58. Courbes du taux d'endommagement pour le matériau avec fibres traitées et non-traitées.

Les courbes du taux d'endommagement montrent, pour les deux matériaux, que la vitesse d'endommagement décroît de manière asymptotique jusqu'à un temps normalisé de l'ordre de 0,43. Cette frontière délimite le stade primaire d'endommagement du stade secondaire. La vitesse d'endommagement est plus élevée pour le matériau avec fibres non-traitées. Cette différence disparaît au delà de cette frontière.

Au-delà du temps normalisé de 0,43, on constate que la vitesse d'endommagement est quasiment constante pour les deux matériaux jusqu'au temps normalisé de 0,98. On considère que cette phase est le stade d'endommagement secondaire. Enfin, la vitesse d'endommagement croît pour les deux matériaux jusqu'à atteindre l'infini lorsque $t_N=1$. La variable d'endommagement D est alors égale à 1, correspondant à la phase de rupture.

On conclut que la qualité de l'interface a une influence sur le stade d'endommagement primaire et sur le temps normalisé délimitant le stade d'endommagement secondaire et tertiaire.

I.3.5. Conclusions

L'analyse du comportement mécanique permet de mettre en évidence l'influence de quelques paramètres structuraux et de mise en œuvre sur les propriétés élastiques et de rupture d'un matériau composite renforcé de fibres de verre. Il ressort de cette investigation que le rôle de l'ensimage est déterminant dans l'amélioration des performances mécaniques. En effet, la contrainte à rupture est deux fois plus importante lorsque les fibres sont ensimées. L'évolution de l'endommagement peut être étudiée mécaniquement par la mesure du module élastique avec charge-décharge. L'émission acoustique constitue un outil d'analyse qui permet de détecter l'apparition de l'endommagement (contrainte seuil) et de suivre son évolution au cours de la sollicitation.

Dans le cas de sollicitation du type fluage, la qualité d'interface joue un rôle très important dans l'apparition et la chronologie de l'endommagement. Pour cela, l'exploitation du contrôle par émission acoustique a permis de proposer des paramètres quantifiant l'endommagement de ces matériaux. Les résultats de la modélisation de l'endommagement, dans ce cas, montrent que le comportement de ces matériaux, sous forte contrainte de fluage, est principalement contrôlé par l'endommagement du matériau.

Chapitre II

Chapitre II : Analyse et modélisation de l'endommagement des matériaux métalliques revêtus en surfaces et interfaces

RESUME

Ce deuxième chapitre est consacré à l'étude des phénomènes d'endommagement des matériaux métalliques en surfaces et interfaces. Le développement du contrôle non destructif par émission acoustique a systématiquement été mis en œuvre pour l'identification et le suivi de l'avènement des mécanismes d'endommagement physico-chimique et mécanique ainsi que leur chronologie. Ce chapitre est le fruit de multiples collaborations et participations à des travaux de recherches avec des équipes de « tribologues » et de « corrosionnistes ».

La première étude réalisée dans le cadre de la thèse de D. DALMAS (2001) concerne les revêtements obtenus par projection thermique. Il s'agit d'étudier le comportement mécanique de ce type de revêtement et notamment leur tolérance à l'endommagement et à l'adhérence.

La deuxième étude réalisée dans le cadre de la thèse de S. AMAMI (2001) et du DEA de M. MALEK (2002) porte sur les phénomènes de décollements des revêtements en présence d'une surprotection cathodique. L'apport de l'émission acoustique dans ce domaine a permis la mise en place d'un système expert d'alarme pour la surveillance, en temps réel, de l'endommagement des revêtements de ce type de structures dans des conditions industrielles.

Enfin, la troisième étude est liée aux phénomènes d'endommagement des couches d'oxydes sous contrainte et à haute température. Ce travail a été réalisé en collaboration avec l'équipe du Professeur G. MOULIN dans le cadre des deux thèses de L. GAILLET et R. EL TAHAN et de deux DEA. Lors de ces études, nous avons mis en application le contrôle non destructif par émission acoustique, permettant ainsi de mettre en évidence et d'identifier les signatures acoustiques des phénomènes d'incubation des couches d'oxydes, des fissurations interlaminaires et intralaminaires dans les différents systèmes oxydes/substrat étudiés.

II.1. Application de l'émission acoustique à l'étude de l'adhérence et de l'endommagement de dépôts obtenus par projection thermique

Dans le domaine des revêtements et des traitements de surface, pris au sens large, les notions de surfaces et d'interfaces ont un rôle majeur (G. BERANGER, 1998). En fonction de leurs caractéristiques, ces deux notions conditionnent les propriétés fonctionnelles d'une pièce en service: résistance à la fissuration, à la corrosion, à la fatigue mécanique ou thermique, à l'usure et au frottement, dureté, aspect extérieur, etc. La science des surfaces a connu un important essor au cours de ces dernières décennies. Le développement de nouvelles méthodes de caractérisation, qui sont devenues de plus en plus sensibles et performantes, a permis de faire d'énormes progrès sur la connaissance des surfaces, notamment, en permettant d'établir des relations entre les caractéristiques d'une surface et les propriétés d'emploi (adhésion, tribologie, fatigue de contact, corrosion...).

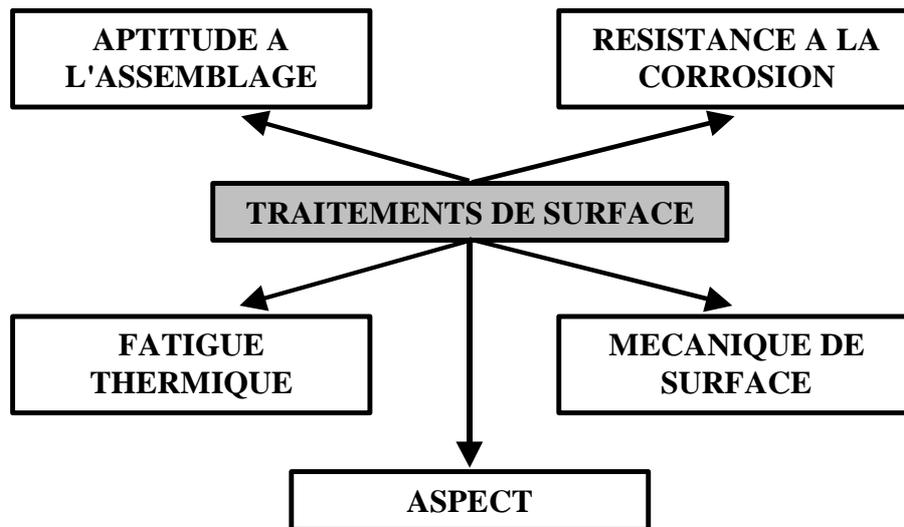


Figure 59. Anoblissement d'une surface et de ses propriétés fonctionnelles [BER98].

Les scientifiques et les industriels ont à leur disposition une gamme très large de traitement de surfaces : transformations structurales, traitements par diffusion, revêtement, conversion. Parmi tous ces procédés, les méthodes de projection ne représentent qu'une partie des possibilités offertes pour l'anoblissement d'une surface. Le développement actuel de la projection thermique est dû essentiellement aux industries de pointe (aéronautique et automobile, biomédicale, microélectronique...). Il est, d'ailleurs, de plus en plus difficile de trouver un secteur industriel où l'on n'a pas recours à l'utilisation de ce procédé. Citons par exemple le cas de l'industrie informatique qui utilise la projection thermique pour protéger contre l'usure les paliers de disques durs et celui du secteur biomédical où l'on utilise de plus en plus fréquemment des implants revêtus de titane et/ou d'hydroxyapatite.

Ces travaux de recherche réalisés dans le cadre de la thèse de D. DALMAS 2002 ont abordé le sujet dans sa globalité. Ma contribution a porté principalement sur la mise en place d'une méthode de caractérisation par émission acoustique de l'adhérence d'un revêtement sur son substrat. Des mesures in situ de l'émission acoustique, exploitées en terme d'amplitude, d'énergie absolue et de position de sources, ont été réalisées sur des éprouvettes revêtues par HVOF de WC-Co lors de tests de flexion quatre points. L'observation microscopique des éprouvettes a montré la présence de deux types de fissuration : une fissuration transverse (régulièrement espacées à la surface) et une fissuration interfaciale. Les résultats d'émission acoustique ont mis en évidence deux types différents d'événements en termes d'amplitude et d'énergie qui sont représentatifs des deux modes de fissuration.

II.1.1. Analyse des résultats expérimentaux

Les éprouvettes revêtues d'une couche de WC-Co ont été préparées en utilisant le procédé HVOF couplé à un système de refroidissement par jet d'azote liquide autour du canon de projection. La projection a été réalisée sur un substrat en acier 35NCD16. La taille des éprouvettes est $100 \times 9 \times 5 \text{ mm}^3$ (figure 60). L'épaisseur du revêtement était de $100 \mu\text{m}$.

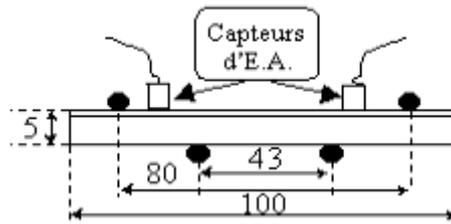


Figure 60. Schéma des éprouvettes.

Les essais de flexion quatre points ont été réalisés à une vitesse de mise en charge de 1 mm/min. La distance entre les appuis supérieurs du montage de flexion quatre points est de 80 mm, celle entre les appuis inférieurs est de 43 mm (figure 60). Cette configuration permet de tester le revêtement en traction et le substrat en compression. Les mesures d'émission acoustique (E.A.) ont été réalisées grâce à une chaîne munie du logiciel MISTRAS 2001. L'émission acoustique est détectée par des capteurs résonnants à 450 KHz de type PICO placés sur la surface du revêtement.

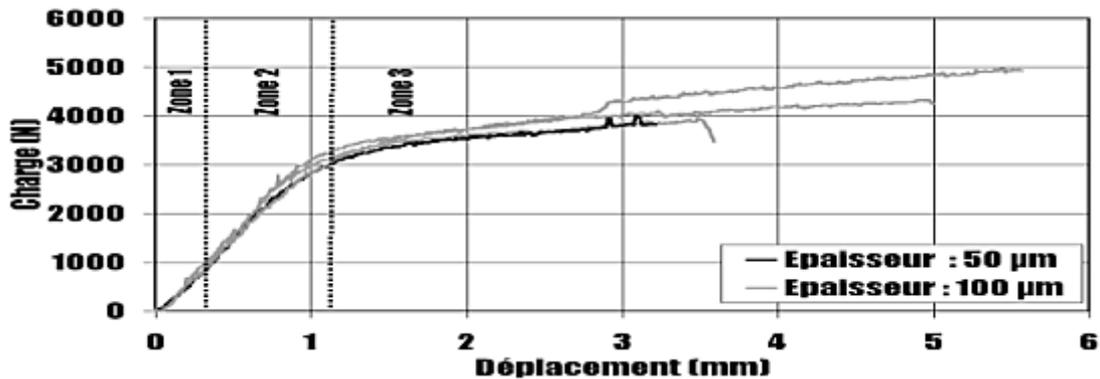


Figure 61. Courbes charge/déplacement pour les deux types d'éprouvettes (épaisseur 50 et $100 \mu\text{m}$)

Sur la figure 61, on constate que les courbes charge/déplacement, dites courbes de charge, montrent la présence d'un changement de pente qui se situe à environ 3000 N. Bien qu'en présence d'un matériau multicouche, ce point peut être assimilé à une pseudo limite d'élasticité du substrat. De plus, sur cette figure, on peut définir trois zones :

- La zone 1, qui est caractérisée par une partie linéaire de la courbe, correspond à un comportement élastique de l'éprouvette (substrat et revêtement). La limite supérieure de cette zone correspond au début de l'endommagement du revêtement (détection des premiers événements acoustiques).
- La zone 2 correspond à un comportement élastique du substrat associé à un endommagement du revêtement. Etant donné la faible épaisseur du revêtement comparée à l'épaisseur totale de l'éprouvette, c'est le comportement élastique du substrat qui prédomine. Ainsi, dans cette zone, la courbe conserve une allure linéaire. La limite supérieure de cette zone correspond à la pseudo limite d'élasticité du substrat. Aucune différence ne semble être observable entre les deux épaisseurs de revêtement qui ont été testées.
- La zone 3 correspond à un comportement plastique du substrat et à un endommagement important du revêtement (décollement). D'ailleurs, après essai, on observe la présence d'une flèche résiduelle de l'ordre du mm.

L'observation des éprouvettes avant sollicitation montre la présence d'un réseau de microfissures sur la surface du revêtement avant sollicitation. Ce réseau de fissures qui s'apparente à du faïencage semble être confiné à la surface du revêtement.

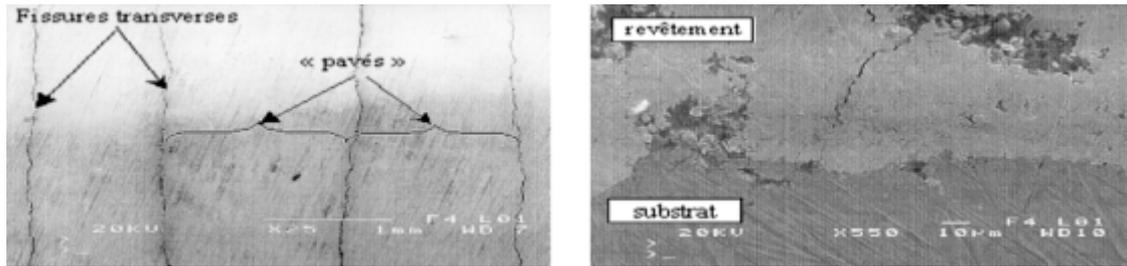


Figure 62. Vue de la multifissuration transverse sur la surface du revêtement (à gauche) et de la pénétration d'une fissure transverse dans l'épaisseur du revêtement (à droite).

Les photos de la figure 62 montrent la surface du revêtement après sollicitation à une charge inférieure à la limite d'élasticité (zone 2 sur la courbe de charge). A gauche, on observe la présence d'un réseau de macrofissures transverses (observables à l'œil nu) toutes parallèles les unes aux autres et perpendiculaires à la direction de la sollicitation. On a ainsi la création d'une série de pavés (zone entre deux fissures) dont la taille varie de 0.2 à 1mm suivant l'endroit de l'éprouvette considéré. Sur la photo de droite de la figure 62, on constate que la fissuration transverse pénètre dans l'épaisseur du revêtement jusqu'à atteindre l'interface substrat/revêtement. Toutefois sur cette éprouvette, on ne distingue aucun décollement du revêtement (pas de fissuration à l'interface).

Ainsi, on constate que l'apparition de la fissuration transverse se fait durant la zone 2 sur la courbe de charge. Le comportement de l'éprouvette, durant la montée en charge précédant le point d'inflexion de la courbe, n'est donc pas purement élastique puisqu'il y a apparition d'un endommagement dans le revêtement. Le comportement du matériau est donc la superposition du comportement élastique du substrat et de l'endommagement du revêtement, ce qui expliquerait l'écart par rapport à la linéarité parfaite des différentes courbes de charge.

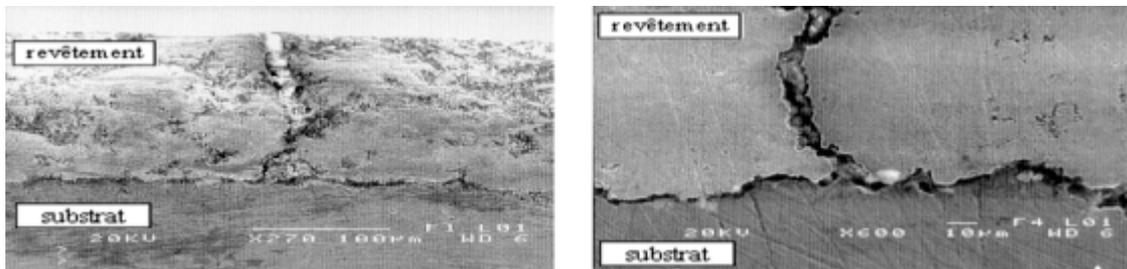


Figure 63. Vue de la fissuration transverse et du décollement du revêtement.

La figure 63 représente, à deux grossissements différents, la section transverse d'une éprouvette ayant subi un essai complet (zone 3 sur la courbe de charge). Dans ce cas, la quantité d'énergie fournie a été suffisante pour permettre à la fissuration de se propager le long de l'interface dans les deux directions. Ainsi, il semble que la fissuration interfaciale (délaminage) n'apparaisse qu'après le point d'inflexion de la courbe de charge. Le délaminage semble donc lié au comportement plastique de l'éprouvette.

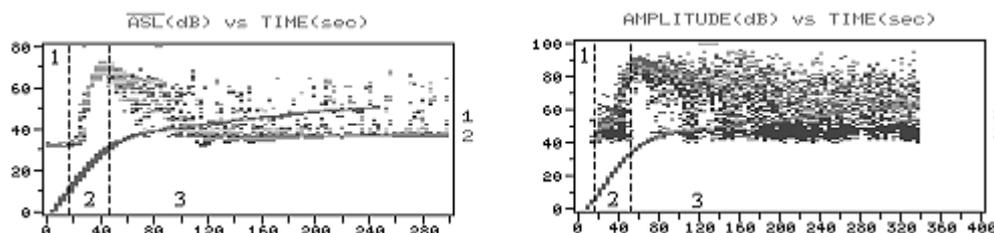


Figure 64. ASL en dB (à gauche) et Amplitude des événements acoustiques en dB (à droite) en fonction du temps (sec.) et courbes de charge associées.

Sur la figure 64, on constate que l'évolution de l'ASL (average signal level) est similaire à celle de l'amplitude. Ainsi, ces deux paramètres permettent une description relativement simple de la cinétique d'endommagement du revêtement. Sur les deux graphes, nous avons représenté les trois zones précédemment décrites pour la courbe de charge :

- Dans la zone 1, aucun événement acoustique n'est détecté, donc il n'y a aucun endommagement. Cela confirme le comportement élastique du matériau.
- Dans la zone 2, on détecte une activité acoustique liée à l'endommagement du revêtement. D'après les observations au MEB, cette activité est liée à l'amorçage et à la propagation de la multifissuration transverse. La chute de l'ASL, en fin de cette zone, correspond à un phénomène de saturation dû à la fissuration transverse.
- Dans la zone 3, on détecte une activité liée au délaminage. L'amplitude montre une distribution uniforme où les hautes valeurs correspondent à la fissuration interfaciale et où les faibles valeurs correspondent à des phénomènes de frottement entre le substrat et le revêtement.

La bonne reproductibilité de l'ASL permet d'obtenir une signature standard de l'endommagement de ce type de matériau. Ainsi, il devient possible de comparer cette signature avec d'autres types de matériaux soumis aux mêmes sollicitations.

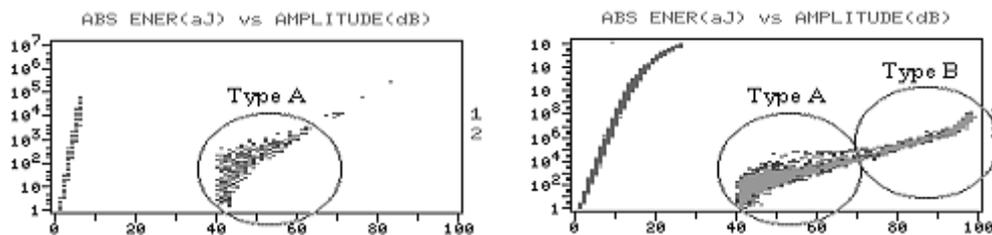


Figure 65. Energie absolue en attojoules des événements acoustiques en fonction de leur amplitude en dB pour deux niveaux de charge et courbes de charge associées.

La figure 65 représente la réponse acoustique (énergie absolue en fonction de l'amplitude) de la même éprouvette à deux niveaux de charge différents. Ainsi, la figure de gauche montre la présence d'un seul type d'événement (type A) ayant une faible énergie (10^2 - 10^4 attojoules = 10^{-18} joules) et une faible amplitude (40-70dB). D'après les observations microscopiques, la plupart de ces événements sont liés à la multifissuration transverse qui est l'endommagement principal à ce niveau de charge et les autres sont liés à des phénomènes de frottement interne au matériau. La figure de droite montre la présence d'un nouveau type d'événement (type B) en plus de celui précédemment observé (type A). Ces événements sont représentatifs du délaminage et sont caractérisés par une forte amplitude (70-100 dB) et une forte énergie absolue (10^4 - 10^8 attojoules)

II.1.2. Modélisation de la multifissuration transverse

On trouve actuellement dans la littérature de nombreux travaux sur la modélisation numérique de la ruine des matériaux (initiation + propagation) (KEBIR, 1998, VAL, 2000). Ces travaux ont souvent débouché sur la constitution d'outils de calcul plus ou moins complexes. A chaque étape de l'évolution de la structure étudiée, l'application des critères d'amorçage et de propagation nécessite le calcul de deux grandeurs caractéristiques locales en différents lieux :

- La contrainte principale maximale en chaque site non fissuré,
- Les facteurs d'intensité de contraintes en tête de chaque fissure.

Une analyse fine du problème nécessite le calcul de ces grandeurs avec beaucoup de précision, en tenant compte notamment des effets d'interaction, que ce soit en amorçage ou en propagation. Plusieurs méthodes de calcul existent pour l'évaluation de ces grandeurs. Les deux méthodes les plus répandues sont la méthode des éléments finis & la méthode des équations intégrales (ou méthode d'éléments frontières). Dans cette étude nous avons modélisé, en flexion 4 points, le comportement à la fissuration d'une éprouvette revêtue grâce au logiciel Crack-kit© développé par

H. KEBIR (1998). Ce logiciel est basé sur une approche déterministe et probabiliste, pour la prévision de la durée de vie de structures aéronautiques à l'aide de la méthode des équations intégrales duales. Il permet la simulation du phénomène de multifissuration, observé notamment dans les assemblages boulonnés. Ce logiciel est exploité industriellement par EADS.

Le maillage de l'éprouvette a été défini de telle sorte qu'il y ait 1000 éléments sur la surface du revêtement. La simulation de sollicitation en flexion plane simple de la totalité de l'éprouvette s'est faite en imposant une rotation de ses faces latérales. La figure 66 montre le maillage et la déformée de la zone centrale d'une éprouvette en flexion. Sur cette figure, tous les éléments n'ont pas été représentés pour des raisons de lisibilité. On notera que ce modèle n'est pas parfaitement représentatif de la zone centrale d'un essai de flexion quatre points. En effet, la présence de bords libres modifie l'état de contrainte dans le matériau à chaque extrémité de l'éprouvette modélisée. Dans le cas d'un essai réel, les bords libres sont situés à l'extérieur des appuis externes. Néanmoins, au centre de l'éprouvette la modélisation est tout à fait satisfaisante.

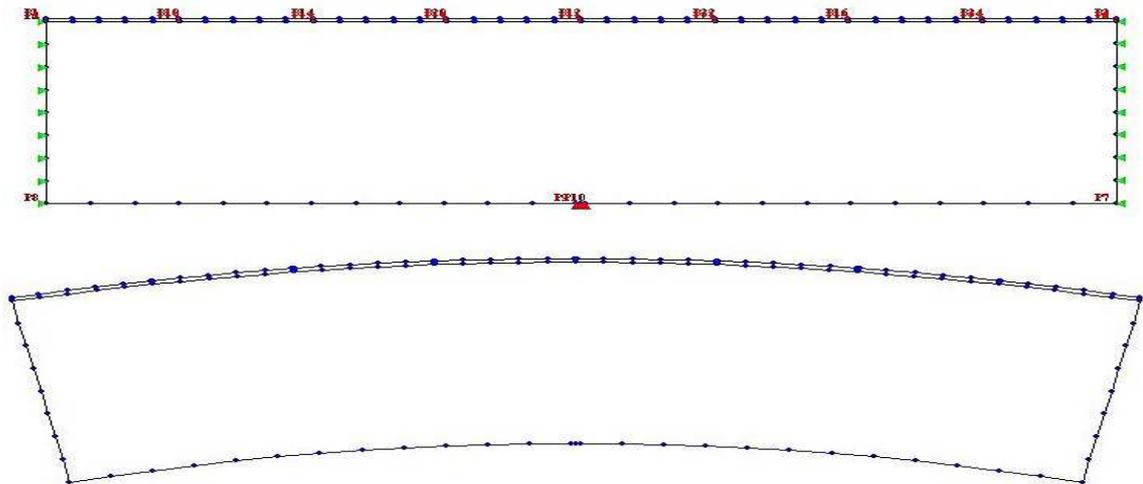


Figure 66. Maillage et déformée de la zone centrale d'une éprouvette en flexion.

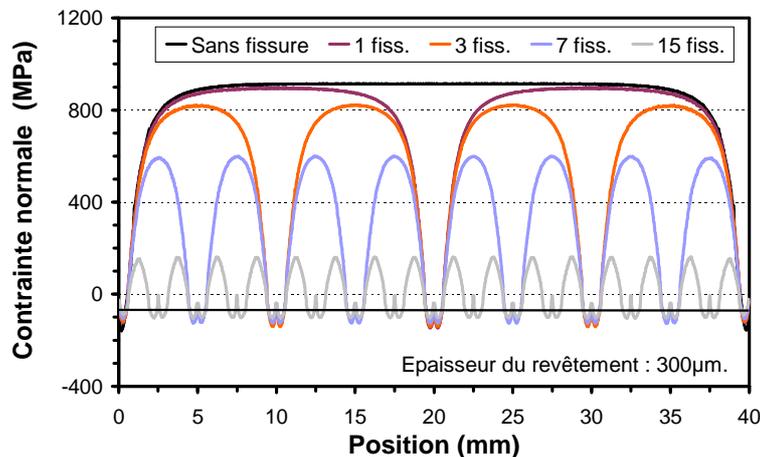


Figure 67. Valeurs de la contrainte normale en surface d'un revêtement d'épaisseur 300 μm en fonction du nombre de fissures pour un moment de flexion correspondant à la limite d'élasticité du substrat.

Une fois ce maillage défini, le modèle permet de calculer la valeur théorique de la contrainte normale de traction en surface du revêtement (σ_{11}) pour différents niveaux de sollicitations en fonction du nombre de fissures présentes dans le revêtement. La figure 67 illustre le cas d'une éprouvette dont le revêtement a une épaisseur de 300 μm soumise à un moment de flexion correspondant à la limite élastique du substrat. Ce moment correspond au moment maximum de validité du modèle car la méthode des équations intégrales n'est pas valable en plasticité.

Il faut noter que cette figure est la superposition théorique de cinq distributions de contraintes de surface et qu'elle n'est pas représentative d'un cas réel. En effet, lors d'un essai, pour un moment de flexion donné, il y a une seule et unique configuration de fissuration donc une seule distribution de contrainte. Néanmoins, la comparaison entre les résultats théoriques donnés par ce modèle et les essais de flexion quatre points réalisés sur les éprouvettes WA va permettre, après une étude de l'influence de l'épaisseur du dépôt, d'établir un critère d'apparition de fissure en fonction de la contrainte normale de surface. En appliquant ce critère, nous pourrions ainsi tenter de prédire le nombre de fissures en fonction du moment appliqué à l'éprouvette.

Toutes les courbes ont la forme classique qui a été observée dans d'autres études similaires (N. VALLINO, 2000 ; AGRAWAL, 1989 ; M. NAGL & al, 1994). Lorsque l'on se place dans un pavé (zone entre deux fissures), la contrainte en surface est symétrique par rapport au centre. Comme nous pouvions nous y attendre, la valeur de cette contrainte est nulle sur les surfaces libres. Quand on s'éloigne de la position exacte d'une fissure, on tend vers une valeur maximale de la contrainte en surface; on définit ainsi un maximum qui se situe au centre du pavé. Dans la zone relaxée (au bord d'une fissure), la contrainte commence par diminuer (compression) pour ensuite remonter vers des valeurs positives (traction) jusqu'à atteindre son niveau maximal.

Dans un second temps, on observe, dans la zone centrale, que le maximum de la contrainte de surface est dépendant de l'épaisseur pour un moment de flexion identique. La figure 67 illustre cette observation en présentant l'évolution de la contrainte maximale en surface d'une éprouvette modélisée en l'absence de fissures en fonction de l'épaisseur du revêtement. On constate que la courbe passe par un maximum pour une épaisseur de 1mm et qu'elle prend des valeurs nettement moins importantes pour les épaisseurs supérieures.

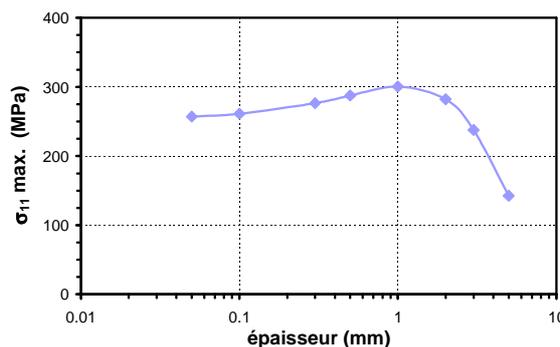


Figure 68. Valeurs théoriques maximales de la contrainte normale en surface d'un revêtement en fonction de son épaisseur pour un moment de flexion donné.

Le graphique de la figure 68 est très intéressant car il permet d'appréhender l'influence de l'épaisseur du dépôt sur sa fragilité. En effet, pour un même moment de flexion, plus l'éprouvette présente une contrainte de surface maximale élevée, plus son revêtement est susceptible de se fissurer. Donc, le revêtement le plus fragile est, non pas celui de plus faible épaisseur comme on aurait pu l'imaginer, mais celui dont l'épaisseur vaut 1mm. Ce résultat est très intéressant pour tous les problèmes de conception de pièces mécaniques revêtues car il permet de montrer que, sous certaines conditions, diminuer la fragilité d'un dépôt peut se faire en augmentant ou en diminuant son épaisseur.

En se basant à la fois sur la modélisation et sur les résultats expérimentaux des essais de flexion quatre points réalisés sur les éprouvettes revêtues de cermet WC-Co, il est possible d'établir un critère d'apparition de fissuration en contrainte de surface (σ_{fc}). Les résultats expérimentaux ont montré que la première fissure apparaissait pour un moment critique de flexion (M_{fc}) dont la valeur moyenne est 9 N.m pour des dépôts dont l'épaisseur est très proche de 100 μ m (90 et 120 μ m). Le critère peut donc s'écrire sous la forme suivante :

$$\sigma_{fc} = \max(\sigma_{11}) \text{ pour } M = M_{fc}$$

Ainsi, pour déterminer σ_{fc} , il suffit de tracer la courbe de contrainte de surface (σ_{11}) d'un dépôt de $100\ \mu\text{m}$ non fissuré pour un moment de flexion (M) égale à M_{fc} et d'en déterminer son maximum. Sur la figure 68, précédemment décrite, toutes les courbes ont été obtenues pour un moment de flexion égal à M_{fc} . Sur celle qui représente la contrainte pour un dépôt de $100\ \mu\text{m}$ d'épaisseur, on voit que le maximum est obtenu au centre de l'éprouvette et que :

$$\sigma_{fc} = 260\ \text{MPa}.$$

En se basant sur une hypothèse mécaniquement admissible mais qui reste à vérifier dans notre cas, on peut dire que ce critère est intrinsèque au matériau et qu'il n'est donc pas dépendant de son épaisseur. Ainsi, nous allons pouvoir l'appliquer à l'étude d'un revêtement de $300\ \mu\text{m}$ d'épaisseur afin d'établir une prédiction du nombre de fissures en fonction du moment de flexion appliqué à l'éprouvette comme le montre la figure 69.

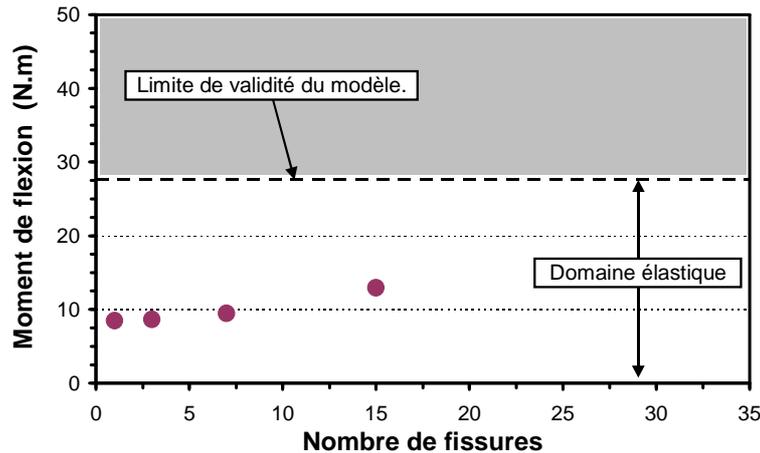


Figure 69. Prédiction du nombre de fissures en fonction du moment de flexion pour un revêtement de $300\ \mu\text{m}$.

Ce graphique est obtenu en comparant, pour un moment donné, les maxima locaux de la contrainte de surface obtenus d'après le modèle avec la contrainte critique définie ci dessus. Lorsque l'un de ces maxima, qui se situe au centre d'un pavé, atteint la valeur critique, on a création d'une nouvelle fissure au centre du pavé. En étudiant successivement les différents cas de fissuration présentés sur la figure 68, on obtient le graphique de la figure 69 qui représente la prédiction du nombre de fissures dans le revêtement en fonction du moment de flexion appliqué à l'éprouvette. Ainsi, il est possible, pour un moment donné, d'avoir une idée sur le nombre de fissures présentes dans le revêtement tout en gardant bien à l'esprit que cette prédiction est uniquement valable dans le domaine élastique du fait de l'utilisation d'un modèle basé sur les équations intégrales.

II.1.3. Conclusion.

Dans cette étude, il a été mis au point une méthode de caractérisation de l'adhérence et des phénomènes d'endommagement des revêtements, basée sur une double analyse des résultats d'essai de flexion quatre points réalisés sur des éprouvettes revêtues thermiquement (procédé HVOF) par un cermet WC-Co. L'utilisation conjointe de la mesure in-situ de l'émission acoustique et de l'observation au MEB a permis d'identifier les différents modes de fissuration mis en jeu lors d'essais de flexion quatre points. Trois zones distinctes du comportement élastique et endommageable ont été mises en évidence :

Dans la zone 1, le comportement de l'éprouvette est purement élastique (aucune activité acoustique n'est visible).

Dans la zone 2, caractérisée par un comportement élastique global de l'éprouvette, on constate l'apparition d'une multifissuration transverse à la surface du revêtement qui génère des événements acoustiques de faible amplitude (40-70 dB) et de faible énergie absolue ($1-10^4$ aJ).

Dans la zone 3, on observe la combinaison de trois phénomènes : l'apparition du délaminage (fissuration interfaciale) qui engendre des événements acoustiques de forte amplitude (70-100 dB) et de forte énergie absolue (10^4-10^8 aJ), la densification de la multifissuration et la plastification du substrat qui jouent un rôle très important. En effet, nous avons montré que cette plastification, trop souvent ignorée dans les autres études actuelles et passées, influençait fortement les résultats de mesure de l'E.A. car elle génère beaucoup d'événements qu'il ne faut en aucun cas attribuer à un mode de fissuration du revêtement. De plus, l'utilisation d'une méthode de validation statistique par réseau de neurones a permis de confirmer la séparation des événements acoustiques en deux populations distinctes.

Ainsi, pour l'instant, notre méthode de caractérisation des modes d'endommagement par émission acoustique semble correctement applicable aux revêtements dont l'adhérence est suffisante pour permettre la création d'une fissuration périodique.

La modélisation du phénomène de multifissuration par une méthode basée sur les équations intégrales, permet d'obtenir des résultats relativement intéressants; ceci laisse entrevoir de nombreuses perspectives notamment pour l'optimisation de l'épaisseur des dépôts. Grâce à ce modèle, il a été possible de définir un critère d'apparition de fissures transverses en fonction de la contrainte normale en surface du revêtement. Les résultats de modélisation, précédemment décrits, sont issus d'un modèle très simplifié qui néglige beaucoup de facteurs ayant une influence sur les mécanismes de fissuration. Par exemple, le revêtement est considéré comme un matériau homogène isotrope ce qui bien entendu est loin d'être le cas. Ainsi, on néglige l'influence de la porosité, de la préexistence de défauts dans le dépôt (microfissures, décollements locaux, inclusions, etc.), de la microstructure, des contraintes résiduelles et de nombreux autres facteurs d'influence.

II.2. Caractérisation par émission acoustique de l'endommagement d'un système matériau/revêtement sous corrosion aqueuse.

Les matériaux métalliques industriels sont des alliages qui ont spontanément tendance à revenir à l'état de minerai, le plus souvent par oxydation. Dans les sols comme dans les milieux aqueux, cette oxydation des métaux prend la forme d'une corrosion électrochimique. L'alliage se dissout dans le milieu et les caractéristiques de l'installation sont modifiées. Il y a donc deux façons pour combattre la corrosion : la ralentir ou la détourner. Ces deux modes de prévention peuvent être utilisés ensemble. C'est ce qui est mis en œuvre sur la plupart des équipements industriels. Pour cela, on met en place autour des pièces à protéger, un revêtement de surface qui établit une barrière aux échanges possibles entre le métal et le milieu, et de plus, on applique un courant électrique continu qui s'oppose à la corrosion spontanée du substrat.

Le revêtement a ainsi l'avantage de protéger la pièce sur le chantier lors de la mise en place de l'installation. Mais il peut malgré tout être abîmé. C'est alors que l'autre mode de protection – la protection cathodique – intervient pour contrecarrer la dissolution du métal qui se trouverait localement mis à nu. Ce double mode de protection est en place sur de très nombreuses conduites enterrées ou immergées, mais on le trouve aussi sur d'autres installations comme les plates-formes « off-Shore », des installations portuaires et des bacs de stockage.

Toutefois, la simultanéité de ces deux modes de protection peut poser des problèmes au niveau de leur cohabitation. Ainsi, pour que la protection cathodique ait un effet sur de grandes surfaces, on est amené à « surprotéger » les zones situées au voisinage des sources de courant. Alors, on peut provoquer des réactions chimiques qui favorisent à leur tour le décollement du revêtement. C'est pour mieux comprendre cet endommagement et surtout pour mieux le suivre que ce travail a été entrepris. Il s'applique au revêtement de galvanisation, choisi pour une première approche du problème.

II.2.1. Méthodes expérimentales

Le milieu d'exposition choisi pour effectuer cette étude est le milieu marin. Cependant, l'environnement marin varie en fonction de l'emplacement géographique et des saisons. De plus, pour un même emplacement géographique, l'environnement marin peut être partagé en cinq zones d'agressivité distincte: Zone atmosphérique, zone d'éclaboussures, zone de marnage, zone d'immersion et zone de boues.

Dans ces différentes zones superposées, l'eau de mer est présente à des taux variables. En particulier, l'interface atmosphère/eau de mer est un milieu de transition où les phénomènes de corrosion sont importants, et où se mettent en place de multiples transferts d'énergie entre l'état liquide et l'état gazeux.

Pour s'affranchir des problèmes liés à la présence des bactéries dans l'eau de mer naturelle, le milieu utilisé dans le cadre de cette étude est une eau de mer synthétique préparée selon la norme ASTM D114152-1971. L'emploi de cette norme permet en plus la reproductibilité de ce milieu entre différentes études. La composition de ce milieu est reportée dans le tableau 4. Le pH de cette solution est ajusté à 7 par addition de l'acide chlorhydrique.

| | NaCl | MgCl ₂ | Na ₂ SO ₄ | CaCl ₂ | KCl | Na ₂ HCO ₄ | KBr | SnCl ₂ |
|--------|-------|-------------------|---------------------------------|-------------------|-------|----------------------------------|-------|-------------------|
| C(g/l) | 24,53 | 5,2 | 4,07 | 1,16 | 0,625 | 0,201 | 0,027 | 0,025 |

Tableau 4 : Composition de l'eau de mer synthétique utilisée comme milieu d'exposition

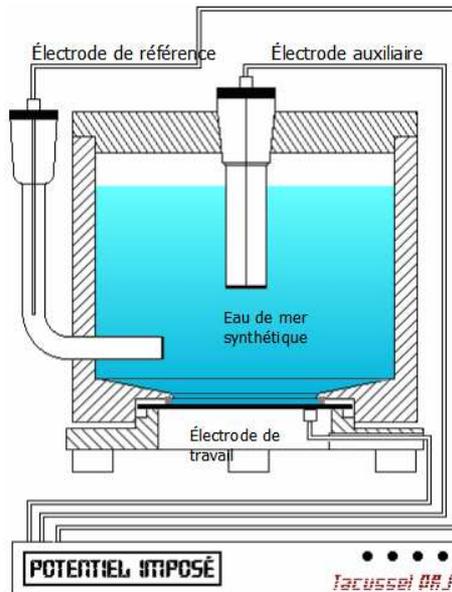


Figure 70. Dispositif expérimental utilisé pour polarisation cathodique

Un dispositif expérimental, tel que celui schématisé dans la figure 70 a été mis en place. Il est composé d'une cellule électrochimique à trois électrodes. L'échantillon, qui constitue l'électrode de travail, est une plaquette d'acier galvanisé de dimension 50mm x 50mm. Ce dernier est fixé horizontalement au fond de la cellule de sorte qu'une seule face soit exposée au milieu d'immersion. L'électrode de référence au calomel saturé (E.C.S.) plonge latéralement dans le milieu et permet d'approcher la surface de l'échantillon et de lui imposer un potentiel fixe de -1600 mV/ECS. Cette cellule permet d'assurer la reproductibilité des conditions d'exposition : les positions relatives des électrodes ne changent pas d'un essai à l'autre, et le milieu marin est préparé en respectant la composition donnée plus haut.

II.2.2. Analyse phénoménologique de l'endommagement.

Nous avons observé l'évolution des surfaces revêtues en fonction de la durée d'immersion sous protection cathodique renforcée à -1600 mV/ECS. Pour cela, nous avons extrait les échantillons de leur milieu après différentes durées d'immersion afin d'examiner l'état de surface à l'aide du microscope électronique à balayage.

Avant 15 heures, peu de dégradations sont observées, et au bout de 15 heures, les échantillons examinés présentent des bosses de formes hémisphériques manifestant une perte d'adhérence de la couche de revêtement (figures 71 A et 71 B). Aucune des bosses (qui s'avèrent être des cloques) observées n'est ouverte.

Au bout de 40 heures d'immersion, des fissures sont apparues dans la quasi totalité des cloques observées. Ces fissures sont traversantes pour le dépôt, mais la cloque reste recouverte par le revêtement (figure 72 A et 72 B).

Au bout de 80 heures d'exposition, le revêtement recouvrant les cloques est écaillé mettant à nu le substrat. Cet écaillage peut être total (figure 71 C) ou partiel (figure 72 A et 72 B).

A la suite de chacune de ces immersions, la présence de rouille blanche a été systématiquement observée. La quantité de cet hydroxyde de zinc présent augmente avec la durée d'immersion.

Pour les observations métallographiques du cloquage et des fissures, il a été nécessaire d'éliminer cet hydroxyde, par l'utilisation de solution d'acide chlorhydrique dilué en veillant à ne pas dissoudre le revêtement de zinc lui-même.

Ces observations ont montré que les cloques apparaissent durant les 15 premières heures de l'exposition. Elles restent pour la plupart fermées.

Après 40 heures, l'observation au MEB montre que certaines cloques sont fissurées.

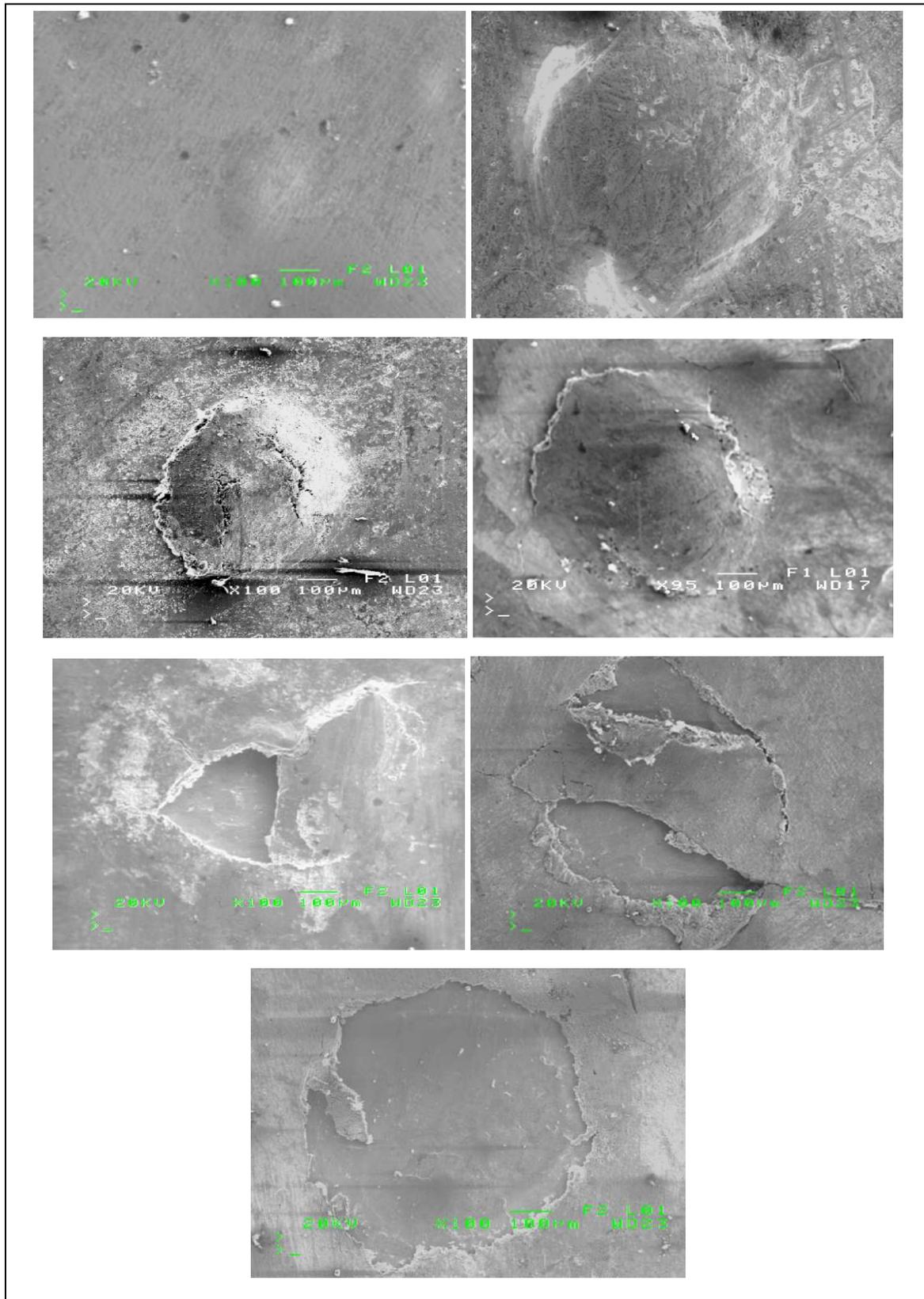
L'observation après 80 heures (figure 6) montre que le revêtement est écaillé.

On peut alors considérer que l'endommagement du revêtement s'effectue sur plusieurs stades comme le montre les figures suivantes :

- Stade A : Apparition des cloques et amorces des fissures non traversantes.
- Stade B : Fissures traversantes et percement des cloques.
- Stade C : Revêtement écaillé.

La présence d'hydroxyde constitué à l'issue des immersions met en évidence qu'une alcalinisation du milieu s'est produite dans les cloques, à la suite de l'échappement probable de l'hydrogène qu'elles contenaient. En effet, le pH 7 ajusté à l'origine ne peut pas justifier la précipitation de $Zn(OH)_2$ au potentiel choisi pour les essais.

Dans ce cas, il est nécessaire d'envisager la présence d'hydrogène gazeux dans les cloques. Cet hydrogène provient alors de la réaction cathodique. L'hydrogène, produit sous forme de protons, est neutralisé par des électrons du métal (revêtement ou substrat). Alors il s'adsorbe puis peut diffuser dans le métal conduisant à sa fragilisation, mais surtout il peut être piégé par l'interface substrat-revêtement, où il se concentre. Cette concentration conduit ensuite à la recombinaison des atomes en molécules de gaz. La pression engendrée provoque ainsi le décollement du revêtement, puis sa rupture.



**Figure 71. A et B : Cloques observées après 15 h d'immersion
 C et D : Cloques observées après 40 h d'immersion
 E , Fet G : Cloques observées après 80 h d'immersion**

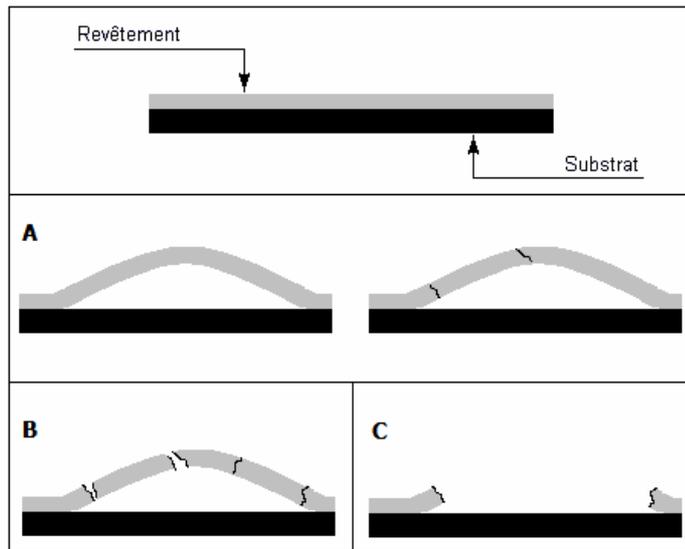


Figure 72. Les différentes étapes d'endommagement

Ces observations montrent que les dégradations du revêtement sont dues à des phénomènes localisés, et que l'évolution dans le temps de ces dégradations s'effectue selon plusieurs étapes successives qui peuvent être classées dans un premier temps de la façon suivante :

1. Incubation et formation des cloques
2. Fissuration locale du revêtement
3. Écaillage et mise à nu du substrat

Pour étudier ces étapes et mettre en évidence leur influence respective sur l'endommagement du revêtement, plusieurs techniques peuvent être utilisées :

- L'émission acoustique qui devrait être sensible au décollement ainsi qu'à la fissuration.
- La spectroscopie électrochimique d'impédance qui rend compte de la capacité et de la résistance du système interfacial matériau-milieu, et en particulier l'adhérence du revêtement. Les résultats de cette technique de mesure ne seront pas présentés dans le cadre du présent document mais sont consultables sur nos publications sur le sujet.

II.2.3. Etude de l'activité acoustique durant la surprotection cathodique

Dans notre étude, la technique d'EA a été utilisée pour déterminer la chronologie de l'endommagement occasionné par la surprotection cathodique et pour identifier les différentes étapes de ce mécanisme.

Un capteur d'EA piézoélectrique est fixé sur la face non exposée de l'échantillon. Le couplage acoustique est assuré par l'application d'une mince couche de graisse siliconée entre l'échantillon et le capteur et par un dispositif de rappel de position évitant toute perte de contact et assurant le maintien d'un couplage acoustique parfait pendant toute la durée de l'essai. Chaque essai d'EA est complété par l'observation de l'échantillon au microscope électronique à balayage, ainsi qu'un comptage du nombre des cloques formées.

Les essais ont été réalisés durant 80 h à un potentiel constant de -1600mV/ECS . Les courbes donnant, en fonction du temps d'immersion, le nombre cumulé des événements enregistrés et l'activité acoustique, sont représentées sur la figure 8. Elles mettent en évidence quatre périodes de temps successives:

- Une période d'incubation (zone I): elle dure environ 2h30 min et se caractérise par l'absence de toute activité acoustique.
- Une période d'accélération (zone II) durant environ 5 heures et pendant laquelle l'activité acoustique augmente progressivement.
- Une période quasi linéaire (zone III), durant laquelle on a une croissance proportionnelle au temps du nombre cumulé des événements, jusqu'à 43 heures d'immersion.

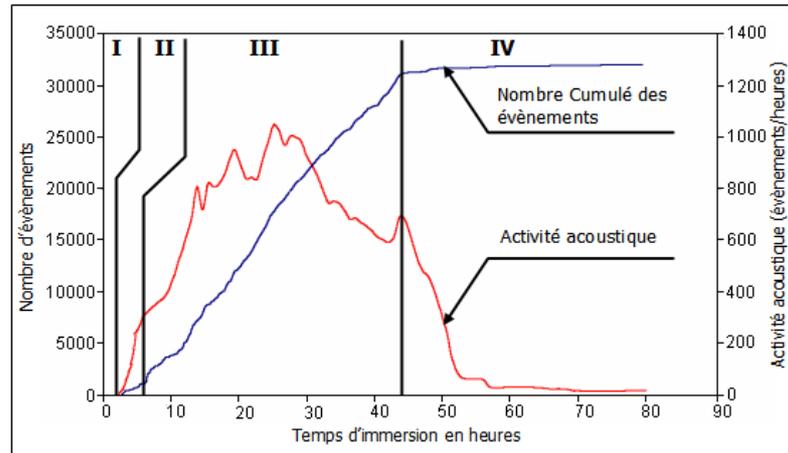


Figure 73. Variation du nombre cumulé des événements enregistrés et de l'activité acoustique en fonction du temps d'immersion

- Une période d'inactivité (zone IV), où l'activité acoustique est très faible et le nombre cumulé de ces événements reste approximativement constant.

On constate que la représentation du nombre de coups en fonction de la durée permet, cependant, de distinguer aussi trois classes d'événements grâce à l'existence de trois nuages de points. Ces classes sont visibles sous forme de nuages de points représentés par des couleurs différentes sur la figure 74. Cette dernière a été obtenue après un essai de 80h. Cette présentation semble ainsi très intéressante pour l'interprétation des phénomènes physiques.

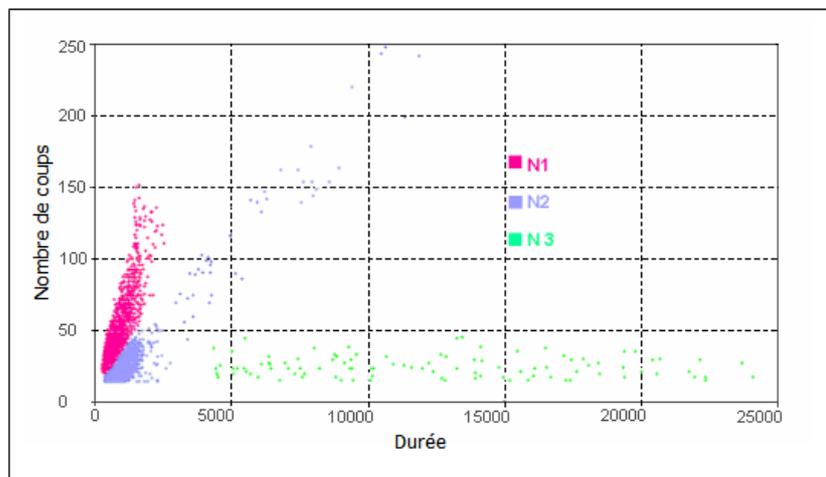


Figure 74. Représentation du nombre de coups en fonction de la durée après 80 h d'exposition.

En prenant en considération le temps d'immersion, l'évolution de la figure, obtenue concernant le nombre de coups en fonction de la durée de la salve, montre que les trois nuages de points respectent une certaine chronologie. On trouve successivement :

- Les premiers points apparus appartiennent au nuage N2 (figure 75-A).
- Le nuage N2 continue à croître, mais simultanément le nuage N1 se forme (figure 75-B).
- Le nuage N3 commence à se manifester en dernier lieu (figure 75-C).
- Les trois nuages continuent simultanément leurs croissances.
- La croissance du nuage N1 est plus rapide que celle des deux autres, figure 74.

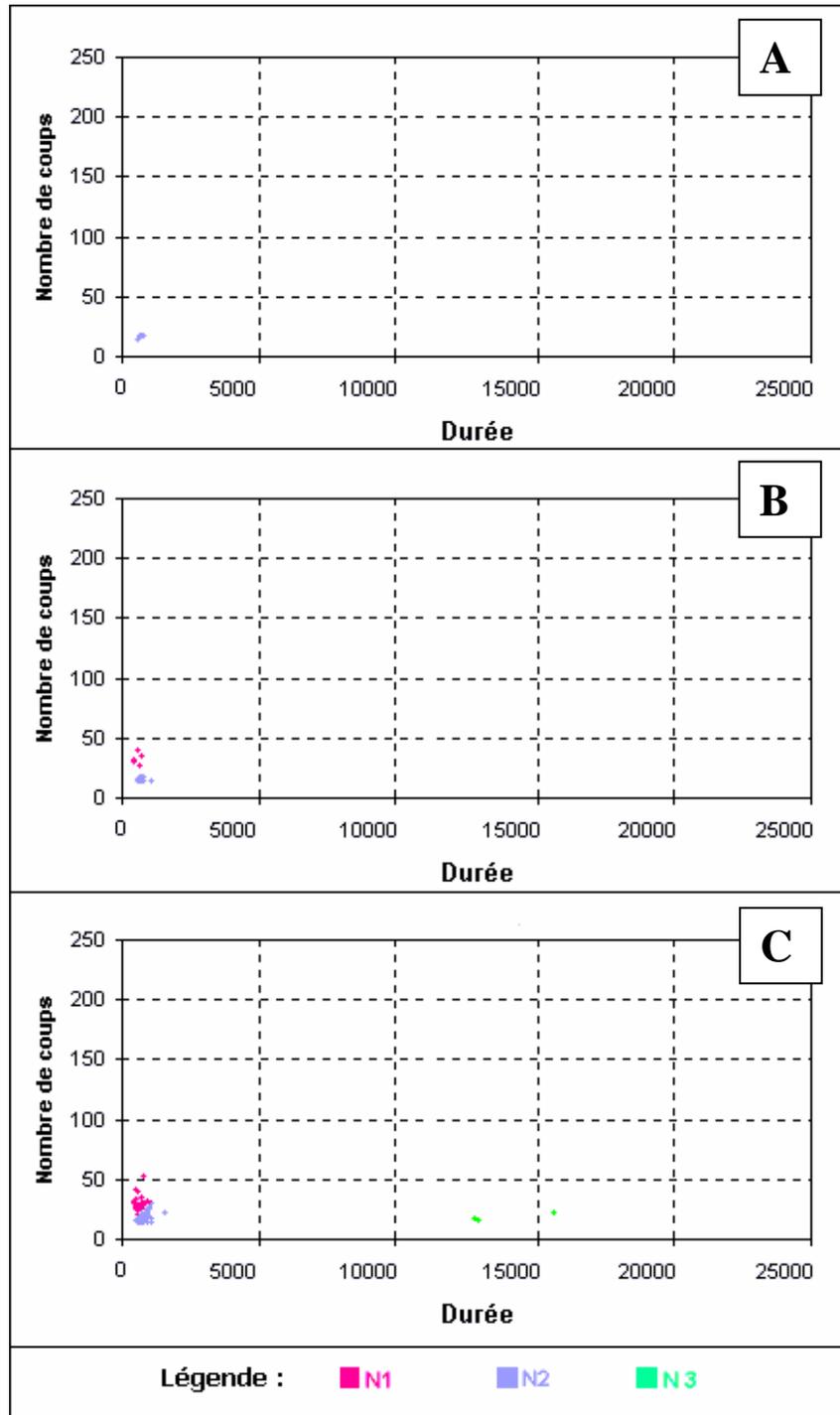


Figure 75. Croissance dans le temps des nuages de points dans le plan nombre de coups/durée.

Les deux premiers nuages sont beaucoup plus denses que le troisième et ils sont formés autour de deux axes de pentes différentes. Les points qui forment le troisième nuage sont caractérisés par un faible nombre d'alternances, mais de durées très variables. Cependant, on remarque que pour tous les essais qui ont été faits, le nombre d'évènements qui composent ce nuage est toujours légèrement supérieur au nombre total des cloques comptées à la fin de l'essai comme le montre la figure 76.

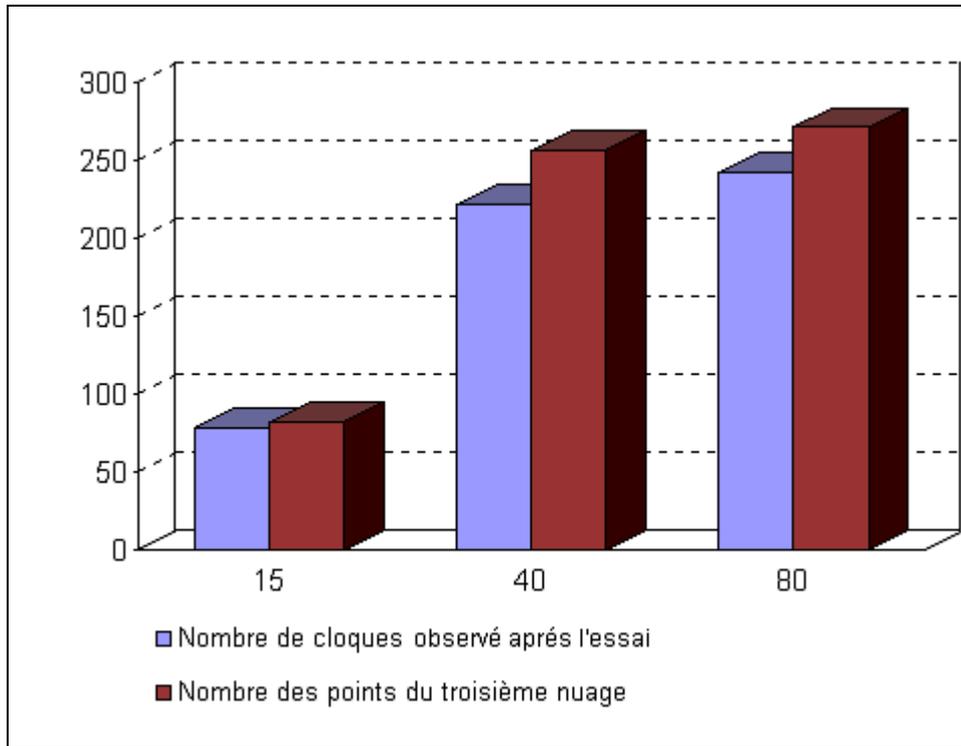


Figure 76. Comparaison des nombres des évènements du nuage N3 et du nombre des cloques formées pour différentes durées d'exposition

L'activité acoustique met en évidence des évènements se produisant avec une certaine chronologie. Cette chronologie a pu être associée, avec les observations au microscope électronique à balayage, comme étant composée de quatre stades depuis l'incubation jusqu'à l'écaillage des cloques.

Une analyse de signaux d'EA par la méthode de l'Analyse des Composantes Principales (ACP) et par les réseaux neuronaux en comparaison avec leur chronologie a mis en évidence trois nuages de points dont chacun a pu être associé à une classe d'endommagement :

- Le décollement des revêtements (nuage N2)
- La fissuration des cloques (nuage N1)
- La première fissure débouchante (nuage N3)
- L'absence d'événements au début des essais ne constitue pas un nuage de points. Cependant elle met en évidence une période d'incubation, sensiblement constante lors de chaque mesure, qui justifie l'existence de quatre stades.

L'émission acoustique a ainsi montré son utilité pour l'étude de l'endommagement des revêtements lors de la surprotection cathodique. Une activité acoustique importante est l'indice d'un endommagement du revêtement. Chronologiquement, l'évolution de ce paramètre fait apparaître plusieurs phases de temps (appelées « zones ») avec, à la suite de l'incubation, une phase d'accélération, puis une phase de croissance linéaire, suivie enfin d'une phase de décroissance rapide jusqu'à l'inactivité. Ainsi, après 50 heures d'exposition l'endommagement s'est arrêté. Cette technique ne permet pas de différencier, toutefois, la nature des phénomènes physiques détectés.

Pour identifier la nature des évènements enregistrés, il s'est avéré nécessaire d'analyser les signaux obtenus. Les méthodes statistiques utilisées ont permis de mettre en évidence l'existence de trois classes d'évènements.

Ces trois classes ont été confrontées avec les constatations chronologiques issues de l'observation de métallographie et de l'activité acoustique. Il en ressort qu'il est possible d'associer à chaque classe d'évènements des phénomènes physiques recensés : Cloquage, fissuration, écaillage.

La comparaison des résultats de l'activité acoustique avec les résultats des mesures électrochimiques d'impédance traduite sous forme de taux d'endommagement a permis de conforter les mesures réalisées. L'établissement d'une telle comparaison conduit à une présentation des résultats sous la forme suivante :

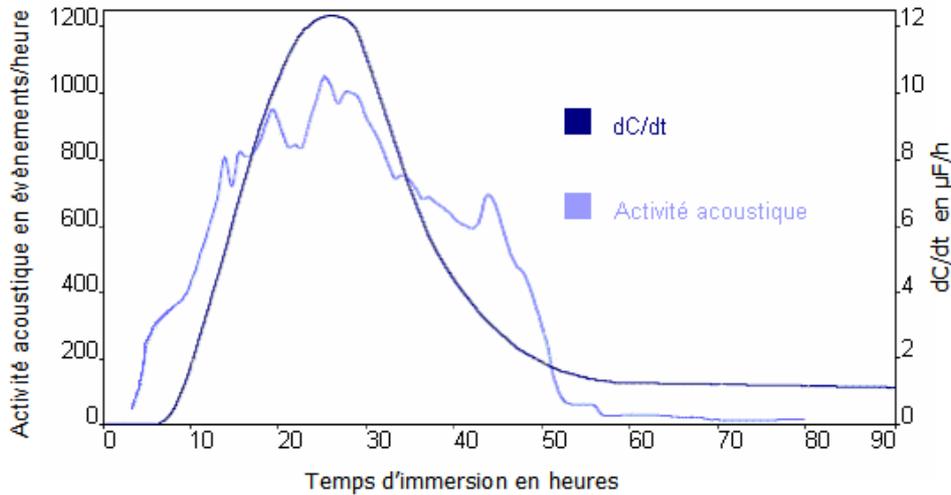


Figure 77. Comparaison des évolutions de l'activité acoustique et de la vitesse d'endommagement « dC/dt » en fonction du temps.

Sur cette figure 77, il apparaît une nette correspondance entre les deux courbes représentant l'activité acoustique et la vitesse d'endommagement en fonction du temps. Les périodes A, B et C définies à l'aide des mesures électrochimiques (S. AMAMI 2001) sont donc assimilables aux zones (I+II), III, et IV définies à l'aide de l'activité acoustique.

II.2.4. Conclusion :

Une double protection contre la corrosion appliquée à un acier en milieu marin ne manque pas d'intérêt quant à la durabilité des structures, mais possède des limites surtout dans le cas d'un excès éventuel de protection.

Les mesures que nous avons effectuées confirment qu'une surprotection cathodique endommage le revêtement galvanisé appliqué au matériau. Notre objectif était de modéliser cet endommagement et aussi de proposer une méthode de contrôle in-situ de l'état du revêtement. Il s'agissait donc bien de mieux comprendre l'endommagement et de mieux le suivre. Trois méthodes ont été comparées et ont pu fournir des résultats complémentaires concordants. Les développements concernant l'analyse des signaux d'émission acoustique confèrent à cette dernière technique les avantages de la spectroscopie d'impédance et de l'observation au microscope à balayage.

Cette étude a porté sur un cas particulier, concernant un seul système matériau/revêtement. Il serait intéressant de confirmer cette approche en l'appliquant à d'autres systèmes souvent plus complexes, notamment avec des revêtements à plusieurs couches, aux peintures, etc. L'approche pratiquée au cours de ce travail a montré tout l'intérêt de l'émission acoustique appliquée à des événements localisés dans les études et le suivi des phénomènes de corrosion. La superposition des résultats de cette étude, tableau 5, donne une meilleure visibilité sur l'intérêt que présente le contrôle non destructif par émission acoustique dans le cas de la caractérisation de l'endommagement en présence de corrosion.

| Technique utilisée | Microscope Electronique à Balayage. | Emission Acoustique. | Spectroscopie d'Impédance Electrochimique |
|--------------------|-------------------------------------|----------------------|---|
| Appellation | Stades | Zones | Périodes |
| Incubation | A | I | A |
| Clocage | | II | |
| Fissuration | B | III | B |
| Ecaillage | C | IV | C |

Tableau 5 : Aspect majoritaire de l'endommagement en fonction de la chronologie

La généralisation de ces résultats devrait conduire à préconiser, dans l'avenir, une méthode de contrôle de l'endommagement d'installations industrielles immergées ou enterrées, et qui sont protégées cathodiquement. Cette méthode pourrait être appliquée près des sources de courant. La mise en pratique de cette technique devrait permettre un suivi en continu, grâce à un système expert.

II.3. Analyse de l'oxydation à haute température du Nickel par émission acoustique.

Dans cette étude relative aux travaux de thèse de L. Gaillet (2002), nous nous sommes intéressés à la mise en œuvre du contrôle par émission acoustique dans le cas d'oxydation du Nickel à haute température. Des travaux similaires ont été reconduits sur du Zirconium et du Zircaloy pour des applications nucléaires et en particulier concernant les circuits primaires (Thèse de R. El TAHAN 2003).

Des expériences d'oxydation sous contrainte ont été effectuées dans une installation permettant à la fois la détermination des paramètres mécaniques, le suivi de la dégradation des strates d'oxyde par émission acoustique et l'analyse diffusionnelle (^{18}O). L'étude a porté sur divers systèmes de nickel oxydés (polycristaux, monocristaux, oxydes déposés) sollicités en fluage, sous oxygène, à 550°C. La microstructure des films d'oxyde de NiO élaborés par voie thermique est duplex alors que celle des oxydes NiO déposés présente une seule strate. Dans tous les cas, un endommagement (fissuration périodique, décollements) des films d'oxyde est constaté (Métallographie, Emission Acoustique) lorsqu'une contrainte en fluage est appliquée. Une influence de la cristallographie du substrat monocristallin sur les mécanismes et les vitesses de déformation en fluage a été mise en évidence. De plus, l'influence du film d'oxyde NiO sur ces paramètres mécaniques a été aussi observée. Des expériences de relaxation de contrainte après le fluage ont permis de scinder la contrainte appliquée en deux types (relaxée $\Delta\sigma$ et interne σ_i). On remarque également une absence d'influence de la cristallographie du substrat, pour les oxydes déposés, avec des lois et des vitesses de fluage quasiment identiques.

Dans ce travail, notre étude a été concentrée sur la mise en œuvre du contrôle par émission acoustique et sur la proposition de multiples protocoles expérimentaux qui ont permis d'établir une corrélation entre les phénomènes de fissurations transversales et interfaciales sur plusieurs systèmes de substrat/oxyde. Une analyse poussée des phénomènes de propagation d'ondes à travers un guide d'ondes en alumine a été nécessaire à la mise en œuvre de cette technique.

II.3.1. Analyse mécanique des systèmes Ni/NiO

Les oxydes ont été élaborés par voie thermique classique préalablement à l'essai de sollicitation mécanique ou obtenus par un dépôt résultant d'une ablation laser d'une cible NiO (Dans le seul cas des monocristaux). Dans tous les cas, la procédure expérimentale se divise en plusieurs d'étapes rappelées ci-dessous:

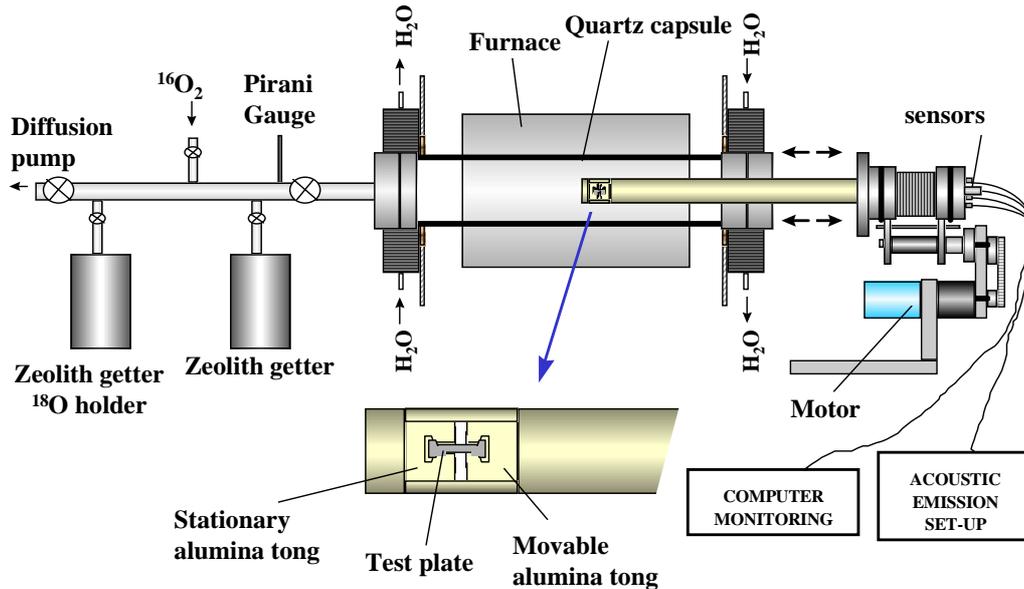


Figure 78. Schéma du montage de test d'oxydation à haute température sous contrainte avec une instrumentation à émission acoustique.

- En premier lieu, les échantillons sont oxydés sans sollicitation sous $^{16}\text{O}_2$ pendant 4 heures ou sont recuits sous vide pendant la même durée de 4 heures dans le cas des essais sous vide.
- Les éprouvettes sont ensuite mises sous charge, toujours à 550°C , sous la même atmosphère (c'est à dire soit sous $^{16}\text{O}_2$, soit sous vide) et maintenues ainsi durant l'étape de fluage primaire, puis de fluage secondaire.
- A un moment donné, sans modifier la température, l'oxygène 16 est pompé et remplacé par l'oxygène 18 *in situ*, durant l'étape de fluage secondaire.
- Le maintien à allongement constant à la fin de l'étape précédente permet de suivre, ensuite, la relaxation des contraintes en fonction du temps. Ces diverses étapes sont reportées sur la figure suivante :

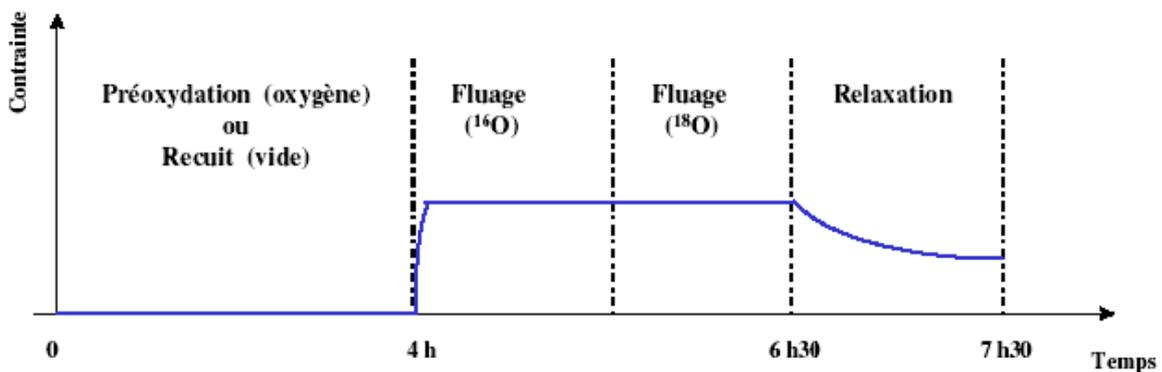


Figure 79. Les différentes étapes lors des expériences de fluage.

Après toutes ces étapes, on effectue une remise à la température ambiante de l'éprouvette avec une vitesse de refroidissement de $100^\circ\text{C}/\text{h}$. Le système Ni/NiO (film thermique) sous oxygène ou le nickel seul sous vide se déforme suivant le même mécanisme de fluage. Une loi de fluage en puissance est identifiée avec un exposant « n » variant de 3.4 (oxygène) à 3.2 (vide). Une telle loi

de type puissance est en bon accord avec un mécanisme de déformation impliquant une montée et un glissement de dislocations. La faible valeur de l'exposant de puissance « n » peut être facilement attribuable à la nature cristalline du nickel car la plupart des monocristaux ont effectivement des exposants faibles d'après la littérature (J.P. POIRIER, 1976 ; M.T. SPARCKLING, 1976). Les vitesses de fluage mesurées sous oxygène sont du même ordre de grandeur que celles déduites des cartes de déformation de la littérature. Au niveau des vitesses de déformation, la présence de la couche d'oxyde a comme effet majeur d'augmenter la vitesse de fluage (X 4) par rapport aux essais de fluage sous vide. L'analyse des taux de déformation nous indique qu'à faibles contraintes, la déformation obtenue sous vide est la plus grande. Puis à partir de 35 MPa, c'est la déformation sous oxygène qui devient la plus importante. Ces deux constatations nous montrent bien que le film d'oxyde joue un rôle dans la déformation en fluage mais sans altérer le mécanisme lui-même. Son influence serait à rechercher au niveau de la zone interfaciale métal/oxyde.

II.3.2. Endommagement de l'oxyde en surface

Les systèmes Ni/NiO se déforment plastiquement, en cours de fluage, mais un endommagement est constaté dans la strate externe de NiO, principalement sous la forme d'une fissuration de morphologie particulière.

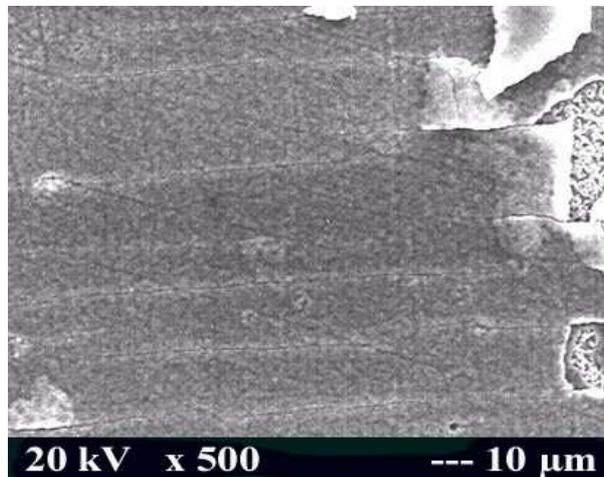
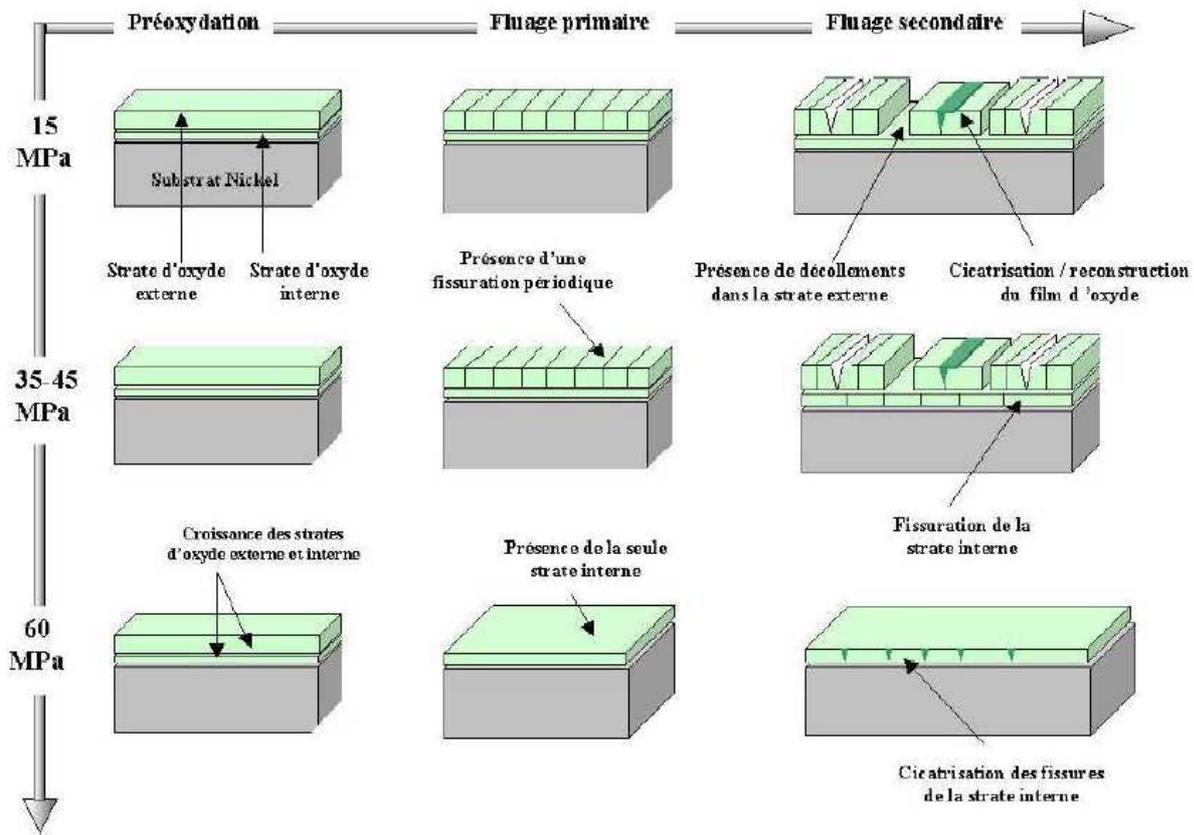


Figure 80. Morphologie de l'endommagement de la couche duplexe d'oxyde de Nickel testé en fluage à 25 MPa (microscopie électronique à balayage).

Cet endommagement pourrait exercer un effet sur les mécanismes de déformation de ces systèmes. En effet, la précision des processus de fissuration a été possible à l'aide de la technique d'émission acoustique. Rappelons qu'il y a eu mise en évidence de la présence d'endommagement au cours du fluage (stades primaire et secondaire), c'est à dire vraiment lors de essais en température et non pas au cours du refroidissement. La modélisation incorporant la présence de fissures dans NiO sur Ni montre, en fait que la couche d'oxyde de NiO initialement en tension, évolue vers un état de compression (malgré l'application d'une contrainte externe de tension). Cet état favorable de contrainte pour les films oxydés explique l'arrêt de la fissuration périodique assez rapidement.

La couche d'oxyde soumise à une contrainte appliquée en fluage s'endommage par fissuration périodique. A la fois les contraintes seront amenées à se relaxer mais aussi à se régénérer par suite de réoxydations possibles à l'aplomb des zones endommagées (figure 80), d'où une dégradation des strates de surfaces selon le modèle schématisé suivant :



D'après plusieurs auteurs, la formation des fissures est associée à des contraintes de cisaillement, τ . Ce sont ces contraintes qui maintiennent l'oxyde en contact avec le métal et une équation simple relie ces contraintes aux contraintes présentes dans le film d'oxyde (J.R. NICHOLLS, 1997 ; M. NAGL & al, 1993):

$$\tau \cdot \lambda = k \cdot t \cdot \sigma_{ox}$$

Il est intéressant de représenter la variation de la distance entre les fissures λ en fonction de l'épaisseur de la couche d'oxyde t , cela pour une même contrainte appliquée de 25 MPa. En imposant une valeur de k comprise entre 2 et 4, la pente de ce graphe devrait être proportionnelle au rapport σ_{ox} / τ (Figure 81).

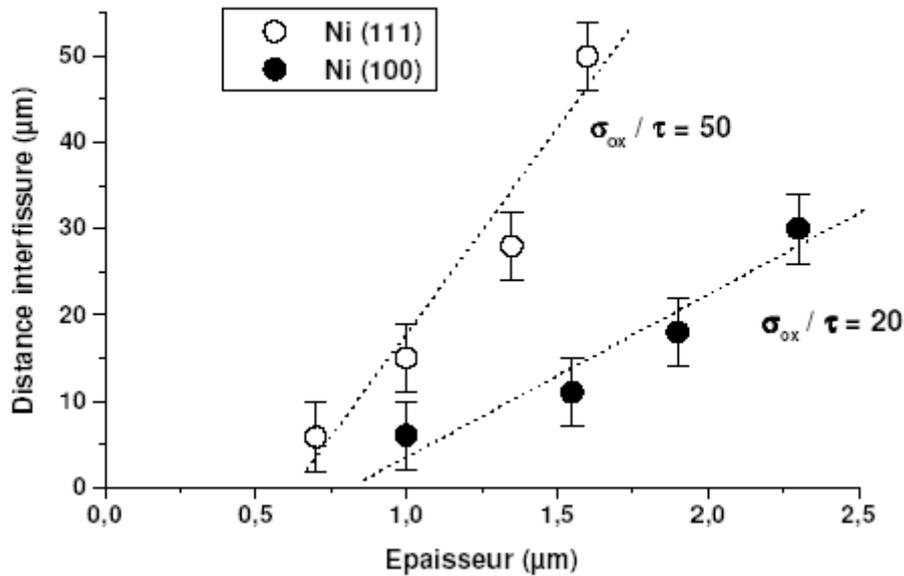


Figure 81. Evolution des distances entre fissures en fonction de l'épaisseur de NiO pour deux nuances cristallographiques du nickel.

Nous avons été amenés à utiliser l'émission acoustique pour détecter les processus d'endommagement. Nous avons mis en évidence une activité acoustique des éprouvettes oxydées ou non en cours de fluage sous oxygène ou sous vide à l'aide de capteurs placés sur le montage prototype d'oxydation sous contrainte. Une activité typique d'émission acoustique enregistrée au cours d'une expérience de fluage est représentée sur la figure suivante (Figure 83).

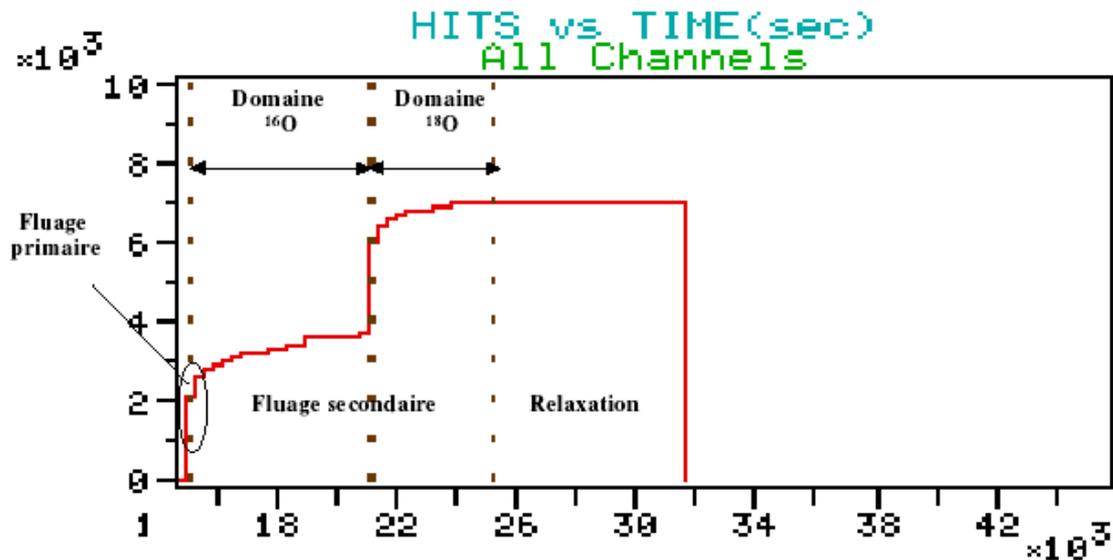


Figure 82. Spectre typique d'émission acoustique au cours d'une expérience de fluage avec une contrainte appliquée de 35 MPa sous oxygène à 550°C d'un système Ni polycristal/NiO.

L'activité acoustique, lors du fluage, change suivant la nature de l'atmosphère (vide/oxygène). Sous vide, le nombre d'événements relatifs au métal est très faible et négligeable. Sous oxygène, on assiste à une génération importante d'émission acoustique lors du fluage primaire, puis à un fort ralentissement de cette activité acoustique en fluage secondaire, beaucoup moins forte en terme de nombre d'événements et d'amplitude. Ceci est vrai quelque soit la nature polycristalline ou monocristalline du substrat nickel (Figure 83).

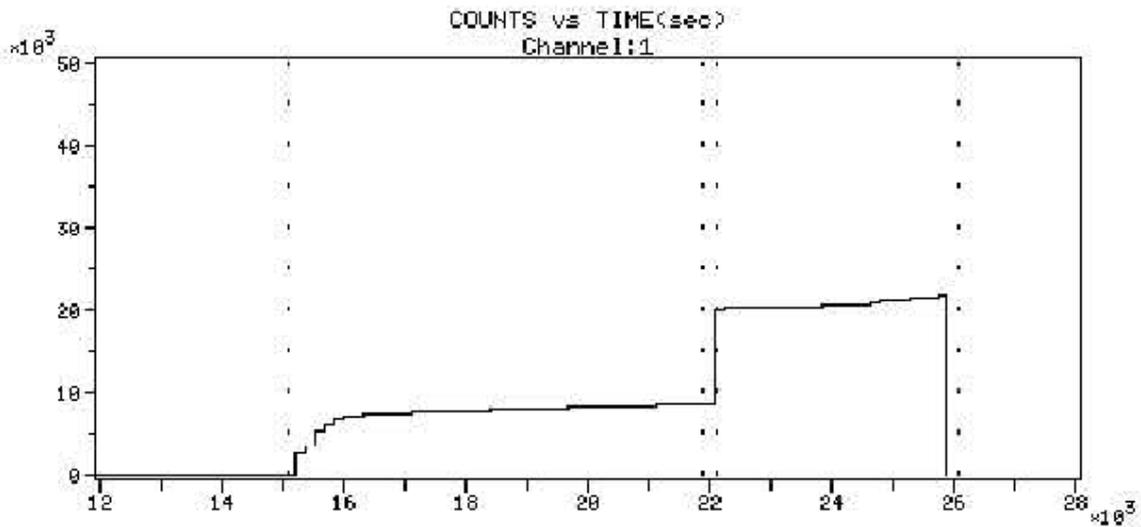


Figure 83. Nombre d'événements cumulés en fonction du temps dans la phase de fluage pour Ni polycristal/NiO en fluage sous oxygène à 35 MPa.

La durée comprise entre 12 et 15 10^3 s est la fin de la phase de préoxydation, puis suit le fluage en ^{16}O (15 à 22 10^3 s) et en ^{18}O (22 à 26 10^3 s). L'expérience se termine par une relaxation des contraintes qui ne crée pas d'activité acoustique. Du fait qu'on ne recueille quasiment pas d'E.A sous vide, il est fortement probable que cette génération d'événements acoustiques est liée à l'évolution de la couche d'oxyde en cours de fluage ou à celles des interactions interfaciales métal/oxyde. En effet, on a pu mettre en évidence par d'autres techniques, qu'une fissuration accompagnée de phénomènes de dégradation dans la couche d'oxyde NiO externe intervient durant le fluage du système oxydé. D'après les premiers résultats en émission acoustique, ces fissures en zone externe se créaient aux premiers instants du fluage puis évolueraient au cours de la déformation dynamique. Après le fluage avec endommagement de la couche d'oxyde externe, il y a une étape de relaxation où l'échantillon est maintenu à allongement constant et où on enregistre l'émission acoustique. Durant cette étape de relaxation des contraintes, il n'y a pas (ou très peu) d'émission acoustique pour toutes les nuances de nickel oxydé étudiées (Figure 84). La raison de cette constatation expérimentale n'a pas encore été clairement explicitée mais la strate déjà fortement endommagée pourrait ne subir que très peu de nouvelles destructions lors de cette étape.

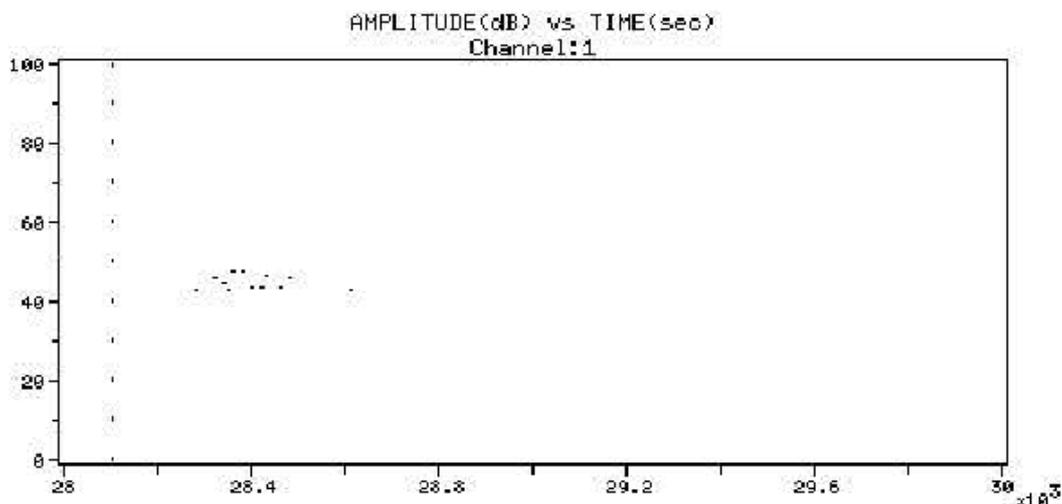


Figure 84. Distribution en amplitude des événements en fonction du temps dans la phase de relaxation pour Ni polycristal en fluage à 15 MPa sous oxygène.

Pour terminer avec cette première analyse globale de l'activité acoustique des échantillons au cours des expériences de fluage, on a mis en évidence une relation presque linéaire entre l'activité acoustique et l'intensité de la charge appliquée dans le strate secondaire du fluage (Figure 85), dans le cas des éprouvettes polycristallines oxydées. L'évolution de la détérioration de la couche d'oxyde externe, avec l'apparition de nouveaux phénomènes d'endommagements importants ou encore l'aggravation des défauts existants pour des charges de plus en plus élevées, pourrait expliquer l'augmentation de cette activité acoustique en fonction de la contrainte. Dans le cas des monocristaux oxydés, puis flués sous oxygène, cette relation linéaire n'existe pas avec notamment un nombre d'événements cumulés plus important à 35 MPa qu'à 60 MPa.

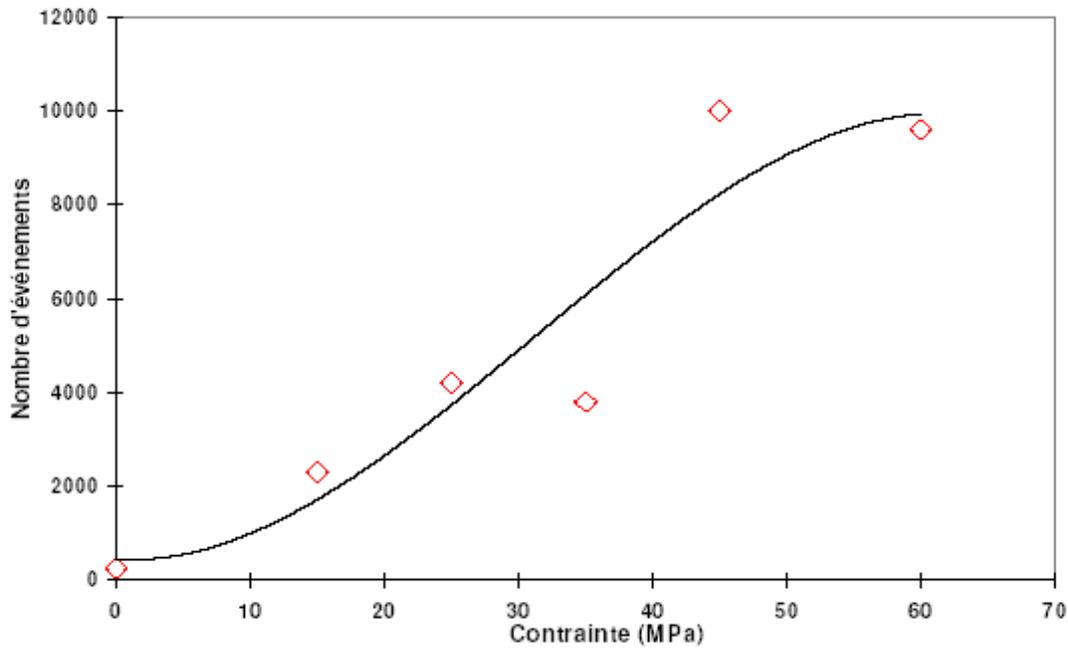


Figure 85. Nombre d'événements en Emission Acoustique en fonction de la contrainte appliquée pour Ni polycristal.

II.3.3. Conclusion

Le but de ce travail était d'identifier d'éventuels effets de synergie entre les mécanismes de déformations et les aspects diffusionnels pour un système Ni/NiO soumis à une contrainte en fluage sous oxygène à 550°C. Un autre objectif était d'étudier l'influence de la cristallographie du substrat sur ces phénomènes par l'utilisation de monocristaux et polycristaux de nickel, mais également le rôle de la nature de l'oxyde de NiO (élaboré par voie thermique ou par dépôt) sur le comportement mécanique et diffusionnel de ces systèmes métal/oxyde.

La microstructure des films d'oxyde élaborés par voie thermique est duplex avec une couche externe (grains colonnaires) et une couche interne (grains équiaxes) alors que la microstructure des oxydes déposés présente une seule strate de grains équiaxes. Par contre, les épaisseurs de ces deux types de strates oxydées sont similaires, hormis le cas de Ni(100)/NiO. Ces couches d'oxydes s'endommagent lorsqu'elles sont sollicitées en fluage, principalement par une fissuration périodique, plus ou moins importante suivant les systèmes oxydés. Lorsque l'intensité de la contrainte appliquée devient importante, une reconstruction/cicatrisation du film d'oxyde associée à une évolution microstructurale (élimination puis création de défauts) est possible. On a également noté que l'intégrité des films d'oxyde pour NiO déposé est mieux préservée pour les fortes contraintes. L'émission acoustique a permis de vérifier, quant à elle, la présence de fissures et de desquamations lors du fluage en température et de déterminer chronologiquement leur apparition.

Chapitre III

Chapitre III : Développement du contrôle non destructif par émission acoustique pour les équipements industriels

RESUME

Nos projets de recherche sont généralement orientés vers des besoins industriels. C'est dans ce sens qu'il m'a paru intéressant de prévoir un chapitre de mon HDR réservé aux applications industrielles des différents sujets développés en amont en laboratoire.

Les principales applications que peuvent intéresser l'émission acoustique concernent le contrôle de l'intégrité des équipements sous pression simples ou complexes dans les secteurs de la chimie, pétrochimie et parapétrolier. Les équipements sous pression sont fabriqués en mettant en œuvre des méthodes de conception, de calculs, des techniques de construction et de contrôle qui ont fait, par expérience, la preuve de leur fiabilité. Pour maîtriser, dans le temps, l'état de ces équipements et assurer leur sûreté de fonctionnement, des suivis en service sont réalisés périodiquement ou en continu dans le respect d'exigences réglementaires ou de règles internes de surveillance. Au cours de ces suivis, des essais non destructifs, dont le choix est conditionné par la nature des informations recherchées, sont mis en œuvre.

L'émission acoustique, technique à laquelle je porte un grand intérêt, est actuellement la seule technique d'essai qui, lorsqu'elle est appliquée selon une méthodologie adaptée, permet de contrôler de façon globale un équipement. Réalisée lors d'un essai de pressurisation, elle permet de localiser les sources émissives en provenance de l'ensemble de la structure, certaines de ces sources peuvent provenir de défauts évolutifs au cours de l'essai. Le contrôle par émission acoustique présente de nombreux avantages, entre autres celui d'être un moyen de contrôle passif, applicable sur une structure en service, y compris dans des conditions environnementales difficiles. Les installations étant naturellement sous contraintes, la technique d'émission acoustique peut aisément être utilisée sans exiger une infrastructure lourde.

III.1. Cas d'application à une sphère de stockage de GPL.

Le présent sous chapitre concerne l'examen par Emission Acoustique (EA) d'une sphère, lors d'une épreuve hydraulique. Les caractéristiques relatives à la conception et à la fabrication de la sphère sont données ci dessous :

III.1.1. Structure contrôlée et instrumentation.

- Volume intérieur : 2009 m³
- Diamètre moyen de la sphère : 15660 mm
- Epaisseur de la virole : 35,3 à 36,7 mm
- Matériaux : Acier à grain fin 54-36 (E26-2 ; E24-2)
- La sphère est supportée par 10 poteaux équidistants.

Cet examen par émission acoustique est réalisé dans le cadre d'une épreuve hydraulique pour la réhabilitation d'une sphère. Jusqu'à 110% PMA (pression maximale admissible), la surveillance par émission acoustique permet de vérifier la présence de défauts. Entre 110 % PMA et 150% PMUS, le contrôle par EA permet de confirmer l'absence de défauts et de s'assurer de la non génération de défauts lors de la pressurisation jusqu'à 150% PMUS (18 bars). La figure 96 montre la disposition des capteurs d'émission acoustique sur la sphère.

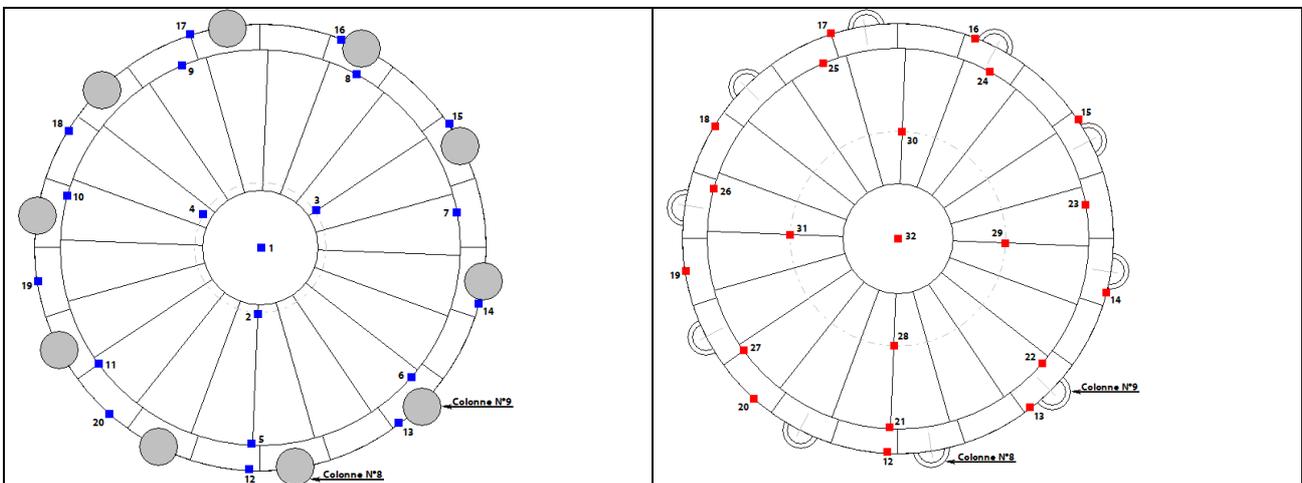


Figure 86. Position des capteurs d'émission acoustique sur la sphère.

Le remplissage de la sphère est réalisé en plusieurs étapes en utilisant l'eau de mer. L'eau de mer étant agressive, une activité acoustique due à la corrosion de la surface intérieure de la sphère a été enregistrée. Un temps de stabilisation a été nécessaire avant que le bruit de fond acoustique baisse pour atteindre un niveau acceptable. La figure suivante montre une baisse progressive de l'amplitude des signaux acoustiques.

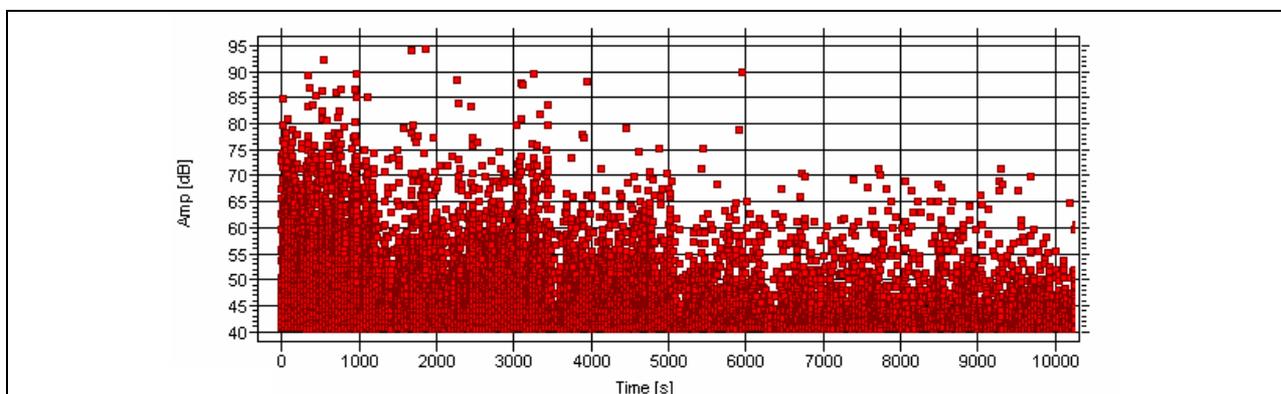
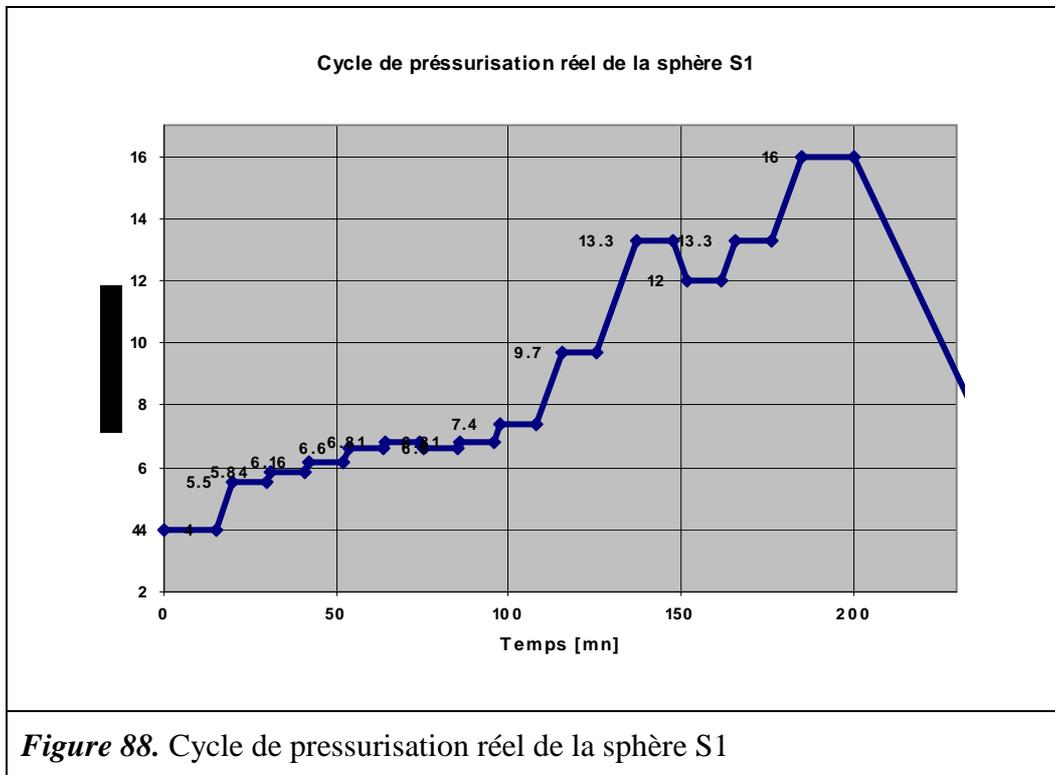


Figure 87. Amplitude de l'émission acoustique lors des trois premières heures de stabilisation

La figure 98 présente le cycle de pressurisation appliqué à la structure. Il comporte deux parties : la première s'étend jusqu'à la pression de 7.4 bars (114 % PMA) et est destinée à vérifier la présence

de défauts dans la structure de la sphère. La deuxième partie du cycle de pressurisation s'arrête, conformément à la réglementation en vigueur régissant les réépreuves hydrauliques, à 150% PMUS, ce qui représente une pression de 18 bars. La décision de poursuivre le contrôle par émission acoustique est prise. Ce contrôle par émission acoustique permet de confirmer l'absence de défauts et de s'assurer de la non génération de défauts lors de la pressurisation jusqu'à 150% PMUS (18 bars) en bas de la sphère.



III.1.2. Présentation des résultats.

Première partie : 114% PMA

La figure 99 présente l'évolution de l'amplitude pendant cette première partie de pressurisation.

Rappel des critères d'émission acoustique :

N_{1s} : nombre de salves d'amplitude supérieure ou égale au seuil d'évaluation (50 dB)

N_{2s} : nombre de salves d'amplitude supérieure ou égale au seuil critique de référence (65 dB)

N_{3s} : nombre de salves en palier

Les résultats d'Emission Acoustique montrent que toutes les sources sont mineures et ne nécessitent pas d'action complémentaire.

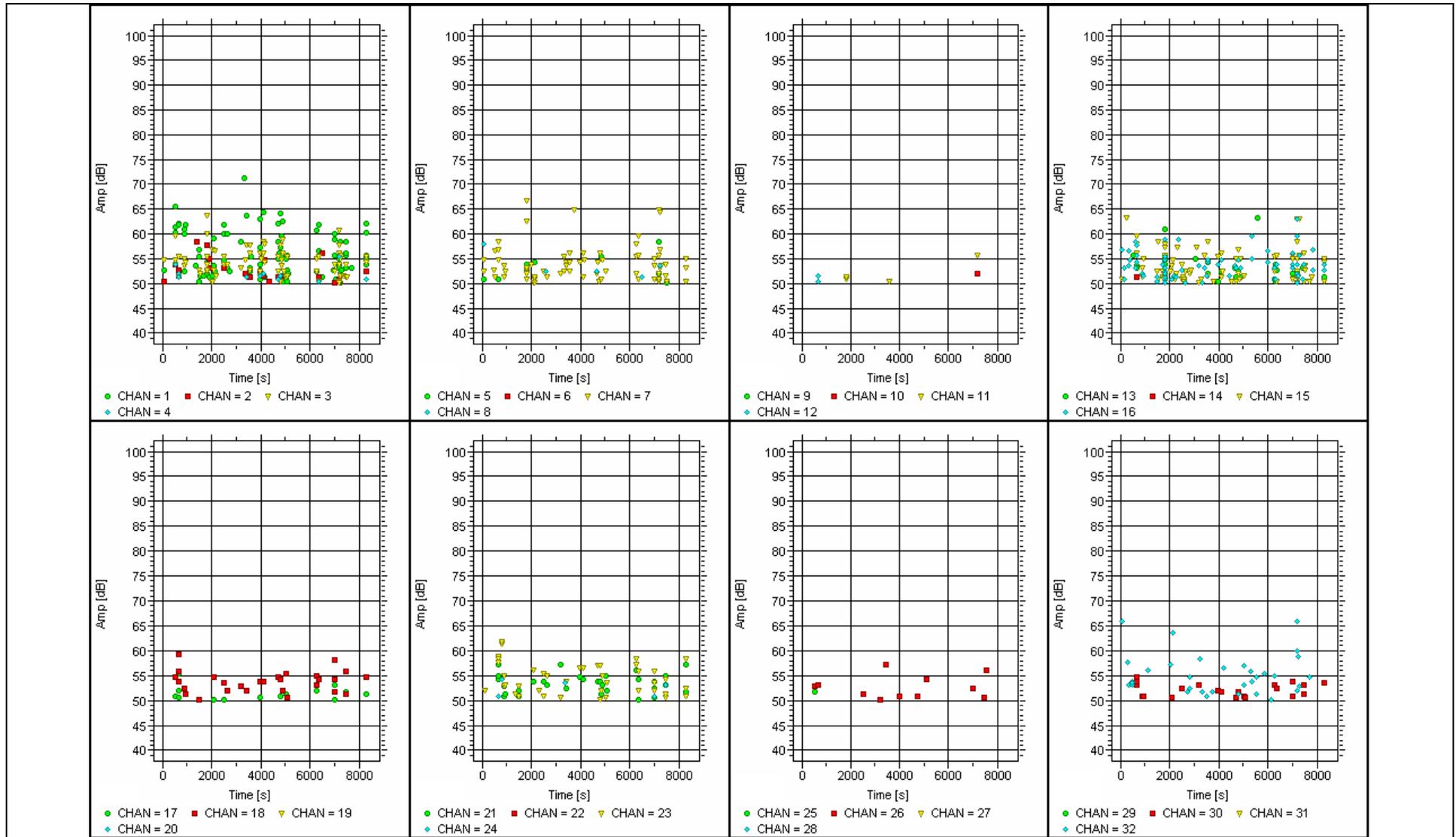


Figure 89. Amplitude en fonction du temps des 32 capteurs d'émission acoustique

Toutes les sources acoustiques présentes à ce stade de l'essai sont classées dans la catégorie I. Il s'agit donc de sources mineures ne nécessitant pas d'action complémentaire. A l'issue de cette première évaluation, la sphère ne présente aucune source majeure d'émission acoustique. A ce stade du test, la sphère est saine de tout défaut évolutif.

Deuxième partie : 150% PMUS

Le cycle de pressurisation imposé à la structure entre 7.4 bars (114 % PMA) et 18 bars (150% PMUS) en bas de la sphère dans le cadre de la réglementation en vigueur et correspondant à une pression de 16 bars au sommet de la sphère est appliqué. Les résultats obtenus montre que à la fin de ce palier, 5 alarmes se sont déclenchées respectivement pour les capteurs 3, 15, 16, 26 et 32. Quatre de ces capteurs présentaient déjà une activité importante au début de l'essai. Il s'agit des capteurs 15, 16, 26 et 32. Le capteur 3 se trouve dans une zone très sollicitée de la structure et de forte concentration de cordons de soudure.

A l'issue du palier de 13.3 bars, prenant en considération les alarmes et afin de s'assurer de l'absence de défauts, il a été décidé de procéder à une dépressurisation de 2 bars suivie d'un palier de 10 minutes à cette même pression et d'une re-pressurisation jusqu'à 13.3 bars.

L'activité acoustique obtenue à la suite de cette dépressurisation ne présente aucune alarme à la pression de 13.3 bars. Ce qui confirme l'absence de défaut détectable à ce stade de l'essai. En l'absence de défaut, il a été décidé de poursuivre la pressurisation jusqu'à 16 bars (valeur de pression maximale d'essai au sommet de la sphère). La localisation planaire montre la présence d'une activité acoustique faible et dispersée avec la présence de quelques clusters avec moins de 10 événements. Cette activité ne donne pas lieu à des déclenchements d'alarme et confirme l'absence de concentration d'activité acoustique susceptible d'être affectée à un défaut dans la structure.

Les figures ci-dessous présentent les différentes vues de la sphère avec la localisation des sources d'EA et les clusters déclenchés à partir de 3 événements localisés. Le diamètre du cluster est fixé à 600 mm. La figure 100 présente les résultats de localisation des différentes sources d'émission acoustique.

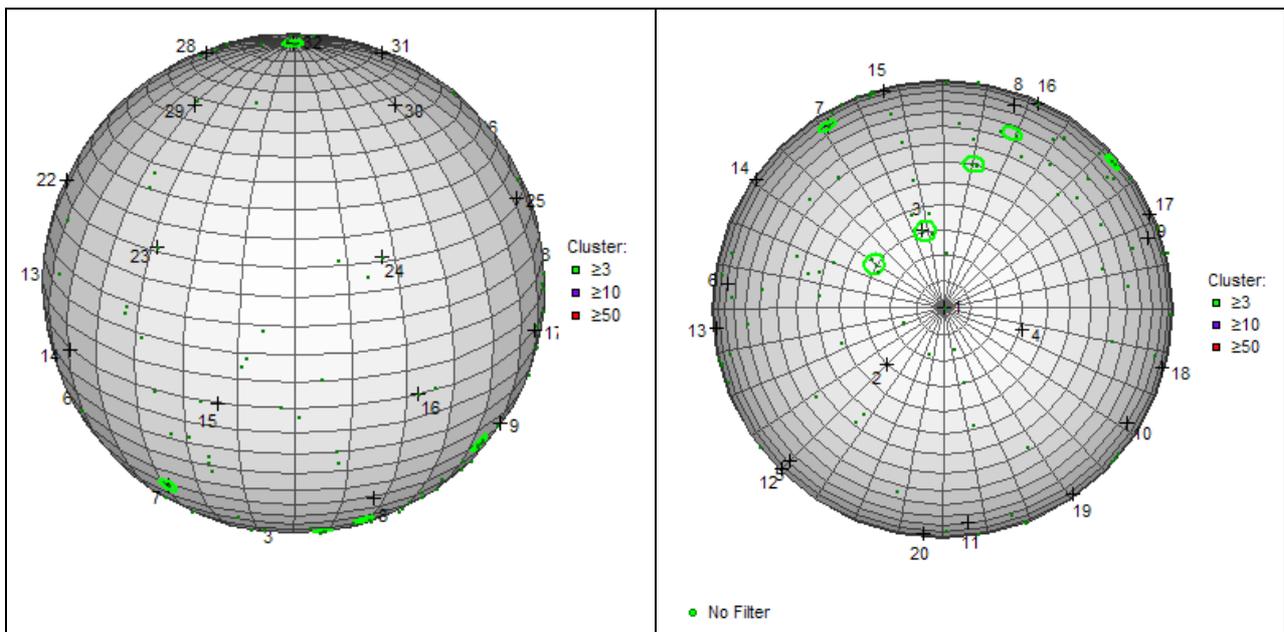


Figure 90. Localisation planaire des sources d'émission acoustique.

III.1.3. Conclusions.

Le bilan de l'activité acoustique à la fin de la épreuve hydraulique permet de distinguer six capteurs émissifs. Il s'agit respectivement des capteurs 1, 3, 7, 15, 16, 26, 32. L'observation de l'évolution des différents critères permet de classer les sources 1, 3, 7 et 15 dans la catégorie I (sources mineures ne nécessitant pas d'action complémentaire) et les sources 16, 26 et 32 dans la catégorie II (sources actives).

Concernant les sources 16 et 26, vue l'activité acoustique de ces sources avant l'essai et l'emplacement de la source 26 sous les conduits longeant la sphère, aucun contrôle non destructif complémentaire n'est recommandé pour ces sources.

En revanche, pour la source 32 et afin de lever le doute quant à la nocivité de l'indication, l'origine de la source doit être éclaircie par une analyse plus poussée : prise en compte de données complémentaires, examen complémentaire par Contrôle non destructif. Nous avons recommandé, pour cela, un contrôle des cordons de soudures sur un rayon de deux mètres au sommet de la sphère (vérification des cordons de soudures et des piquages).

Ces vérifications ne remettent pas en cause l'état de santé de la sphère. Nous concluons, aux vues de cet examen, que la sphère ne présente pas de sources d'émission acoustique majeures ni de défauts évolutifs. Aux vues de tous ces éléments, l'exploitation de la sphère a pu reprendre dans les conditions préconisées par le constructeur et les autorités légales.

Conclusions générales et perspectives

Au vu des différents travaux de recherche présentés dans ce document, il ressort qu'une approche multiple des phénomènes d'endommagements et de ruptures nous ont doté d'outils pour une meilleure prise en charge de ces phénomènes dans des approches typiques d'éco-conception.

En termes de perspectives, il me semble intéressant et important de poursuivre ces travaux de recherche dans la même lignée afin d'apporter aux concepteurs et aux exploitants, des diverses structures mécaniques, des outils d'aide à la décision basés sur des approches aussi bien scientifiques que sur des retours d'expériences relatifs à l'exploitation de ces équipements. Tous ces éléments sont nécessaires lors de la phase de la modélisation des phénomènes de l'endommagement des matériaux et des structures.

Compte tenu de ces résultats prometteurs nous poursuivons nos travaux de recherche autour des trois axes suivants :

1. L'analyse et la modélisation du comportement mécanique endommageable des matériaux composites polyamides chargés de fibres de verres courtes. Ces travaux, en cours de réalisation, dans le cadre de la thèse de Monsieur B. MOUHMI (soutenance prévue en 2006) encadrée par le Professeur A. IMAD, portent sur l'analyse de l'influence du taux de renfort, de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique. L'émission acoustique représente, dans cette approche, un réel outil de suivi in-situ et de quantification des mécanismes d'endommagement.
2. Le deuxième axe de recherche porte sur le développement de la surveillance et de l'auscultation des câbles de précontraintes, utilisés dans les ouvrages d'arts (ponts à haubans et ponts suspendus) par la méthode de l'émission acoustique. Ces recherches sont menées dans le cadre de la thèse de Mademoiselle H. Zejli (soutenance prévue en 2006) sous la direction du Professeur A. Laksimi et de moi-même. Cette thèse est financée dans le cadre d'une collaboration avec le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Nantes (LCPC).
3. L'utilisation de l'EA constitue une voie intéressante en vue de détecter les défauts dans les pièces mécaniques dans l'objectif de mettre en place un système de classification : taille des défauts, localisation, etc. Cette démarche devrait permettre d'utiliser les concepts de la mécanique de la rupture dans un souci de prédiction de la durée de vie des structures mécaniques. Ce travail s'inscrit dans l'optique de la mise en place d'outils fiables d'inspection et d'expertise dans le cas des applications industrielles. Ces recherches sont menées dans le cadre de la thèse de S. Mechraoui, codirigée avec A. Laksimi (UTC), en collaboration avec un groupe de travail que je co-anime au titre de la société AETech et qui est composé de l'école Polytechnique de Lille, la DRIRE et le Syndicat National de la Chaudronnerie, Tôlerie et Tuyauterie Industrielle.

Références bibliographiques

- Cantwell W.J., Curtis P., Morton J. (1986)** "An assessment of the impact performance of CFRP reinforced with high-strain carbon fibres" *Comp. Sci. Tech*, 25, 2, 1986, pp 133-148.
- Cantwell W.J., Morton J. (1985a)** "Ballistic perforation in CFRP" *Proc. Conf. Impact. Polym. Mat*, Guildford, Surrey, England, 1985, 17/1-17/6.
- Cantwell W.J., Morton J. (1985b)** "Detection of impact damage in CFRP laminates" *Comp. Struct*, 3, 1985, pp 241-257.
- Cantwell W.J., Morton J. (1989)** "Geometrical effects in the low velocity impact response of CFRP" *Comp. Struct*, 12, 1, 1989, pp 39-60
- Caprino G., Crivelli-Visconti I., Di Ilio A. (1984)** "elastic behavior of composite structures under low velocity impact" *Composites*, 15, 3, 1984, pp 231-234.
- Chouchaoui C.S. (1995)** "Modélisation du comportement des matériaux composites à renforts tissés et à matrices organiques" Thèse de docteur de l'Université de Technologie de Compiègne, 1995.
- Conway H.D (1956)**, *Z. Angew. Math. Phys*, 7, 460.
- Conway H.D. (1967b)** "The indentation of an orthotropic half-plane having inclined principal axes" *Jour. Appl. Mech*, 34, 1967, 1031-1032.
- Conway H.D. (1955)** "The indentation of an orthotropic half plane" *Jour. Appl. Math. Phys (ZAMP)*, 6, 1955, pp 402-405.
- Conway H.D., Farnham K.A., Ku T.C. (1967a)** "The indentation of transversely isotropic half-space by a rigid sphere" *Jour. Appl. Mech*, 34, 2, 1967, pp 491-492.
- Davies G.A.O., Zhang X., Edlung A. (1994)** "Predicting damage in composite aircraft structures due to low velocity impact" *Aerotech 1994, Structure & Materials Seminar*, Birmingham, UK, Jan 1994.
- Delfosse, D., Poursartip, A., Coxon, B-R., Dost, E-F.**, "Non-Penetrating Impact Behavior of CFRP at Low and Intermediate Velocities". *Composite Materials: Fatigue and Fracture-Fifth Volume*, ASTM STP 1230, R. H. Martin, Ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, pp. 333-350, (1995).
- Espinosa, C. (1991)** "Contribution à l'étude du comportement sous impact localisé basse vitesse de plaques stratifiées à base d'unidirectionnels composites à fibres longues" Thèse de doctorat à l'Université de Bordeaux I, 1991.
- Grezczuk L.B (1975)** "Response of isotropic and composite materials to particle impact" *ASTM STP 568*, pp 183-211.
- Grezczuk L.B (1982)** "Damage in composite materials due to low velocity impact" *Impact dynamics*, ZA Zukas et al (eds), Wiley, New York, 1982, pp 55-94.
- Grezczuk L.B, Chao H. (1975)**, U.S. Army Air Mobility R and D Center, USAAMRDL-TR-75-15.
- Grezczuk L.B, Chao H. (1977)** "Impact damage in graphite fiber reinforced composites" *ASTM STP 617*, pp 389-408.
- Hertz H. (1881)** "Über die berührung fester Elastischer Körper" *Journal für die reine und angewandte Mathematik (Crelle)*, Vol 92, 1881, pp 156-171.

- Lal K.M. (1983)** "Residual strength assessment of low velocity impact damage of graphite-epoxy laminates" Jour. Reinf. Plast. Comp, 2, pp 226-238.
- Moon F.C (1972)**, National Aeronautics and Space Administration, NASA CR-121110.
- Shivakumar K.N., Elber W., Ilg W. (1985a)** "Prediction of impact force and duration due to low-velocity impact on circular composite laminates" Jour. Appl. Mech, 52, pp 674-680.
- Shivakumar K.N., Elber W., Ilg W. (1985b)** "Prediction of low-velocity impact damage in thin circular laminates" AIAA J, 23, 3, pp 442-449.
- Sjoblom P. (1987)** "Simple design approach against low velocity impact damage" Proc 32nd SAMPE Symp, Anaheim, CA, 1987, pp 529-539.
- Sjoblom P., Harteness J., Cordell T. (1988)** "On low-velocity impact testing of composite materials" Jour. Comp. Mat, 22, 1, pp 30-52.
- Timoshenko S. (1934)** "Theory of Elasticity" Mc Graw-Hill, New-York.
- Timoshenko S.P., Goodier J.N. (1970)** "Theory of elasticity" McGraw-Hill, New York.
- Ashby M.F., Jones D.R.H.**, Polymères et composites dans Matériaux, Dunod, 2 (1991) 197-236.
- Laksimi A, Benmedakhene S, Bounouas L**, Monitoring acoustic emission during tensile of thermoplastic composites materials, ICCM12,1999, Paris.
- Bounouas L, Benmedakhene S, Laksimi A, Villoutreix G, Ildrissi A**, Influence des paramètres structuraux et de mise en oeuvre sur le comportement mécanique des composites, Revue des composites et des matériaux avancés, vol.8, n°2,1998
- Ségard E.** Experimental and theoretical study of fibre/matrix interface quality influence on the creep behaviour of a polypropylene reinforced with short glass fibres, PHD Thesis, Université de Technologie de Compiègne (France), 2001.
- J.F. Maire**, « Etudes théorique et expérimentale du comportement de matériaux composites en contraintes planes », Thèse de Doctorat de l'Université de Franche-Comté, 1992
- Schapery, R.A.**, « On the characterization of nonlinear viscoelastic materials », Polymer engineering and science, vol.9 (1969), p295-310
- S. Lebuffe**, "Propriétés optiques d'un composite endommagé : modèles, comparaisons expérimentales et applications au contrôle non-destructif", Thèse de l'Université de Franche-Comté, juin 1990.
- P. Jeggy**, "Modélisation des dégradations dans les plaques trouées en carbone/epoxy sous chargements biaxiaux quasi-statiques", Thèse de Doctorat, O.N.E.R.A., Châtillon, 1990.
- D. Perreux**, "Prévision de la durée de vie des matériaux composites verre-epoxy unidirectionnels, stratifiés et tissés en contraintes complexes", Thèse de l'Université de Franche-Comté, 1989.
- J. Lemaître et J. L. Chaboche**, "Mécanique des matériaux solides", Editions Dunod, 1996
- E. Segard, S. Benmedakhene, D. Lai, A. Laksimi**, " Influence of the fibre-matrix interface on the behaviour of polypropylene reinforced by short glass fibres above glass transition temperature", Composite Science and Technology, v. 62, 2002, pp 2029 - 2036

- J.E.Ghazi**, "Contribution à l'analyse par émission acoustique des mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites", Thèse de doctorat de l'université du Maine, 1987
- S.Barré, M.I. Benzeggagh**, "On the use of acoustic emission to investigate damage mechanics in glass-fibre-reinforced polypropylene", *Composites Science and Technology*, v. 52. pp. 369-376, 1994
- M. L. Benzeggagh et S. Benmedakhene**, "Residual strength of a glass/polypropylene composite material subjected to impact", *Composites Science and Technology*, Elsevier Science, v. 55. pp. 1-11, 1995
- F. Kirsch**, "Fatigue-fluage du bois", Thèse de Doctorat de l'Université de Metz, juillet 1998
- E. Segard, S. Benmedakhene, D. Lai; A. Laksimi**, "Damage analysis and the fibre-matrix effect in polypropylene reinforced by short glass fibres above glass transition temperature", *Composite Structures*, v.60, pp 67 – 72, 2003
- Benzeghagh M., Gong X. L., Laksimi A.**, "Méthodologie expérimental d'analyse de l'endommagement de plaque trouée en verre/époxy", *JNC 8*, Palaiseau, pp. 425-436, Nov 1992.
- Berthelot J.M., Billaud J.**, "analyse of fracture mechanisms in discontinuous fibre composites using acoustic emission" 1st int. symp. on acoustic emission from reinforced plastics. SanFrancisco-california, juillet 1983.
- Gorman M.R.**, "Plate Wave Acoustic Emission" *Journal of the Acoustical Society of America*, 90(1), 358-364, (1991).
- Guild F.G., Ackerman F.J., Philips M.G., Harris B.**, "Amplitude distribution analysis of acoustic emission from composites: the development of data collection and processing system", 1st Int. Symp on acoustic emission from reinforced composites, San Francisco, juillet 1983.
- Laksimi A., Benmedekhene S., Bounouas L.**, "Monitoring Acoustic Emission During Tensile Loading of the Thermoplastic Composites Materials", *Proceeding of ICCM 12 Europe-1999*.
- Noiret D.**, "Contribution à l'analyse de l'émission acoustique et de la propagation des ondes de plaques dans les composites unidirectionnels", thèse de doctorat à l'UTC, 1988.
- Prosser W. H.**"Advanced AE Techniques in composites materials research", *Journal of acoustic emission*, Vol.14(3-4), pp.S1-S11. 1996.
- Seal M. D., Prosser W. H., Smith B. T.**, "Lamb wave assessment of fiber volume fraction in composites", *Acoustical Society of America*, 1998.
- Surgeon M., Wevers M.**, "Modal analysis of acoustic emission signals from CFRP laminates ", *NDT&E International* 32, (311-322), 1999.
- Valentin D., Bunsell A.R.**, "A study of damage accumulation in carbon fibre reinforced epoxy resin structures during mechanical loading reinforced by acoustic emission" *Jnl reinforced plastics and composites*, vol 1, Oct 1982, pp 314-334.
- Vallen H.**, "Acoustic Emission Testing, Fundamentals, Equipment, Applications", *Documentation du logiciel Vallen*, 2002.

- Calabro A., Esposito C., Lizza A., Giordano M., D'Amore A., Nicolais L.,** "Analyse of the acoustic emission signals associated to failure modes in CFRP laminates", 8th European Conference on Composite Materials (ECCM-8), Naples Italy 1997. 444P.
- Ceysson O., Salvia M., Vincent L.,** "Damage mechanisms characterisation of carbon fibre/epoxy composite laminates by both electrical resistance measurements and acoustic emission analysis", *Scripta Materialia*, 1996, vol.34, n°8, pp. 1273-1280.
- Chen O., Karandikar, Takeda P. N., T. Kishi,** "Acoustic emission characterization of a glass-matrix composite. *Nondestructive Testing and Evaluation*", 1992, vol.8-9, PP. 869-878.
- De Groot P. J., Wijnen P. A. M., Janssen R. B. F.,** "Real-time frequency determination of acoustic emission for different fracture mechanisms in carbon/epoxy composites", *Composites Sciences and Technology*, 1995, vol.55, pp.405-412.
- Gong X. L., Laksimi A., Benzeghagh M.,** "Nouvelle approche de l'E.A. et son application à l'identification des mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites et dans des matériaux avancés", Vol 8, n°1, Sept. 1998.
- Kim S. T. Lee Y. T.,** "Characteristics of damage and fracture process of carbon fibre reinforced plastic under loading-unloading test by using AE method", *Materials Science and Engineering*, 1997, vol. A234-236, pp. 322-326.
- Kotsikos G., Evans J. T, Gibson A. G., J. Hale,** Use of acoustic emission to characterize corrosion fatigue damage accumulation in glass fibre reinforced polyester laminates, *Polymer Composites*, 1999, vol. n°5, pp 689-696.
- Mechraoui S., Benmedakhene S., Amami S., Laksimi S.,** "Propagation des ondes d'émission acoustique dans les structures composites anisotrope Verre/Epoxy", 2004, JNC14.
- Ni Q. Q., M. Iwamoto,** "Wavelet transform of acoustic emission signals in failure of model composites", 2001, *E.F.M.* 69 (2002) 717-728
- Prosser W. H.** "Advanced AE Techniques in composites materials research", *Journal of acoustic emission*, Vol.14(3-4), pp.S1-S11. 1996.
- Seal, M. D., Medaras E. I.** "Lamb Wave Evaluation of the Effect of Thermal-Mechanical Aging on Composite Stiffness, 2000, *Journal of Composite Materials*, vol. 34. No.01/2000
- Wadim J.R., 1978.** "Acoustic Emission Applications", Dunegan Enevco, San Juan Capistrano, CA, 1978.
- Agrawal D.C., Raj R.,** "Measurement of the ultimate shear strength of a metal-ceramic interface", *Acta Metallurgica*, Vol. 37, n°4, 1989, 1265-1270.
- Béranger G.,** "surfaces et interfaces : définition, concepts et critères", Ecole thématique du CNRS, paru dans *Revêtements et Traitement de Surface*, Presses polytechniques et universitaires romandes, 1998, 3-35.
- Dalmas D., Benmedakhene S., Richard C., Laksimi A., Béranger G., Gregoire T.,** "Characterization of cracking within WC-Co coated materials by an acoustic emission method during four points bending tests", proceedings of the 1st International Thermal Spray Conference (ITSC 2000), Ed. C.C. Berndt, Montréal, Québec, 2000, 1335-1341.
- Dalmas D., Benmedakhene S., Richard C., Laksimi A., Béranger G., Gregoire T.,** "Indentation fracture toughness and interfacial indentation tests associated with acoustic emission on WC-Co coated specimens", *Proceeding of SMT14*, Ed. sudarshan T.S. et Jeandin M., Paris, 2000, 57-63.

Dalmas D., Benmedakhene S., Richard C., Laksimi A., Béranger G., Gregoire T., "Caractérisation par émission acoustique de l'adhérence et de l'endommagement d'un revêtement : cas d'un revêtement WC-Co sur acier", C.R. Acad. Sci. Paris, 4, 2001, 345-350.

Kebir Hocine, "Approche déterministe et probabiliste de la prévision de la durée de vie de structures aéronautiques à l'aide de la méthode des équations intégrales duales." Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Dec. 1998.

Nagl M.M., Evans W.T., Hall D.J., Saunders S.R.J., "An in-situ investigation of the tensile failure of oxide scales", Oxidation of Metals, Vol. 42, n°5-6; 1994.

Vallino N., "Modèle thermo-mécanique pour l'analyse du comportement des interfaces métal-oxyde. Etude du phénomène de fissuration périodique." Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Mai 2000.