

Thèse

Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique : Estimation de la durée de vie restante

présentée devant
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

pour obtenir
le grade de docteur

Ecole doctorale : Matériaux de Lyon

.....
Spécialité : Génie des matériaux

Par

Hanane NECHAD

Soutenue le 20 Juillet 2004 devant la Commission d'Examen

Jury MM.

M. BENZEGGAGH	Professeur à l'UTC
G. CORNELOUP	Professeur à l'université de la méditerranée
R. EL GUERJOURA	Maître de conférence à l'INSA de Lyon-HDR
N. GODIN	Maître de conférence à l'INSA de Lyon
J-L. LATAILLADE	Professeur à l'ENSAM de Bordeaux
D. SORNETTE	DR CNRS Université de Nice, France et University of California at Los Angeles (UCLA) – USA

Thèse préparée au laboratoire GEMPPM à l'INSA de Lyon

<i>Introduction générale</i>	91
<i>CHAPITRE I : Matériaux et méthodologie</i>	14
1. Les matériaux composites	15
1.1 Les renforts	15
1.1.1 Les fibres de verre.....	16
1.1.2 Les propriétés mécaniques et thermiques.....	16
1.2 Les résines.....	17
1.2.1 Les résines thermodurcissables	17
1.2.2 Les résines thermoplastiques.....	17
1.2.3 Propriétés	17
1.3 Les interfaces	18
2. Etude du comportement des matériaux composites sous sollicitation mécanique	19
2.1. Modèles analogiques	19
2.2 Comportement en fluege	20
2.3. Comportement en fluege des composites	21
2.3.1. La viscoélasticité	22
2.3.2 La viscoplasticité.....	22
3. Les mécanismes d'endommagement	22
3.1. Fissuration matricielle	23
3.2 Rupture de fibre.....	24
3.3. Décohésion fibre-matrice	24
3.4 Délaminage	24
4. Caractérisation et contrôle nondestructif.....	25
4.1. Emission acoustique.....	25
4.1.1 Définition	25
4.1.2 Caractéristiques de l'émission acoustique.....	26
4.1.3 Les paramètres d'émission acoustique discrète.....	26
4.2.4 Acquisition des signaux d'émission acoustique	27
4.2.5 Localisation des sources d'endommagement	28
4.2 Caractérisation ultrasonore.....	28
4.2.1 Principe	28
4.2.2 Acquisition des données.....	29
4.2.2.1 Choix des transducteurs	29
4.2.2.2 Disposition des transducteurs	30
4.2.3 Détermination ultrasonore des vitesses de propagation dans un matériau viscoélastique anisotrope	30
4.3.3.1 Equation de propagation.....	30
4.3.5.2 Solution de l'équation de propagation.....	31
4.3.4 Définition classique de la variable d'endommagement ultrasonore	32
5. Matériaux étudiés	34
5.1 Composites à fibres longues.....	34
5.1.1 Constituants	34
5.1.1.1 Fibres	34
5.1.1.2 Résine	35
5.1.2 Elaboration	35
5.1.3 Propriétés	36
5.2 Composites à fibres courtes SMC	36
6. Conditions expérimentales	37
6.1 Essais mécaniques	37
6.2. Géométrie des éprouvettes	38
6.2.1 Echantillons composites à fibres longues	38
6.2.2 Echantillons des composites à fibres courtes	38
6.3 L'émission acoustique.....	39
Matériaux	40
6.4 Caractérisation ultrasonore.....	40

CHAPITRE II : Evaluation non destructive de l'endommagement et de la rupture	42
1. Identification des mécanismes d'endommagement et de la rupture	43
1.1 Rappels bibliographiques	43
1.2 Essais de fluage sur des composites unidirectionnels (UD) à fibres longues à 45° par rapport à l'axe de sollicitation	47
1.2.1 conditions d'essai	47
1.2.2 Essai de fluage : réponse en déformation et en EA	47
1.2.3 Identification des mécanismes d'endommagement	49
1.2.4 Observations microscopiques	52
1.3 Influence de l'orientation des fibres sur la réponse en fluage des composites unidirectionnels	54
1.3.1 Etude du taux de déformation et d'EA pour les UD27	54
1.3.2 Mécanismes d'endommagement : influence de l'orientation des fibres	55
1.4 Mécanismes d'endommagement en fluage des composites à plis-croisés [±62] (SPC[±62])	57
1.4.1 Conditions d'essai	57
1.4.2 Fluage des plis croisés [±62] : étude de la déformation et de l'EA	58
1.4.3 Analyse des signaux d'EA et identification des mécanismes d'endommagement	60
1.4.4 Caractérisation microscopique de l'endommagement	64
1.5 Influence de l'orientation des fibres sur la réponse en fluage des composites à plis croisés	65
1.5.1 Conditions d'essai sur SPC[90/35]	65
1.5.2 Etude du taux de déformation et d'EA pour les SPC[90/35]	66
1.5.3 Mécanismes d'endommagement : influence de l'orientation des fibres	68
1.5.4 Caractérisation microscopique de l'endommagement	70
1.6 Suivi par EA de l'endommagement en fluage des composites SMC	71
1.6.1 Conditions d'essai	71
1.6.2 Fluage des composites SMC : étude de la déformation et de l'EA	72
1.6.3 Caractérisation microscopique de l'endommagement	74
1.7 Approche globale non destructive pour la caractérisation de l'endommagement	76
1.7.1 Essai de traction suivi par EA et mesure de vitesse US sur des composites SMC	77
1.7.1.1 Evolution temporelle de la contrainte, de l'EA et la vitesse US sur les composites SMC	78
1.7.1.2 Caractérisation de l'endommagement	79
1.7.2 Essai de fluage suivi par EA et mesure de vitesse US sur des SPC[90/35]	81
1.7.2.2 Caractérisation de l'endommagement	85
CHAPITRE III : Analyse et modélisation du comportement critique et de la rupture en fluage	91
1. INTRODUCTION	88
2. Analyse expérimentale de l'endommagement et de la rupture en fluage	89
2-1 Comportement critique en déformation	90
2-2 Comportement critique en Emission Acoustique	92
2-3 Distribution des densités d'énergie	95
2-4 Corrélation fluage primaire-tertiaire et temps à rupture	96
3. Modélisation de la rupture des matériaux hétérogènes	100
3.1 Rappels bibliographiques et situation de la modélisation	100
3.2 Modèle 1 : Faisceau de fibres viscoélastiques de type Voigt-Kelvin à viscosité linéaire	103
3.2.1 Présentation du modèle	103
3.2.2 Conditions à la rupture	105
3.2.3 Propriétés du modèle	106
3.3 Modèle 2: Faisceau de fibres viscoélastiques à viscosité nonlinéaire pseudoplastique	109
3.3.1 Présentation du modèle	109
3.4 Modèle 3 : Faisceau de fibres viscoélastiques à viscosité nonlinéaire de type Eyring	113
3.4.1 Présentation du modèle	113
3.4.2 Propriétés du modèle : fluage primaire, fluage tertiaire	114
3.4.3 Conditions globales de la rupture	116

<i>Conclusion générale</i>	124
<i>Références bibliographiques</i>	128
<i>Annexes</i>	130

Introduction générale

Les matériaux composites trouvent de plus en plus d'applications dans la réalisation de pièces structurales de dimensions diverses dans de nombreux secteurs industriels tels que l'aéronautique, la construction automobile le nucléaire, le génie biomédical... En effet dans ces domaines d'application le remplacement des matériaux métalliques par les composites est motivé par l'allégement des structures à propriétés mécaniques égales voir supérieures. En raison du coût généralement élevé de ces matériaux, un effort particulier est fait en direction d'une réduction des coûts de fabrication afin d'optimiser les processus d'élaboration et les propriétés d'usage. Un autre point important est le comportement à long terme de ces matériaux. Un effort important a été fait ces dernières années pour prolonger la durée de vie des structures en matériaux composites et prévoir le cas échéant leur rupture. D'une façon générale, la durabilité de ces matériaux fortement hétérogènes et d'un grande complexité structurale n'est pas encore maîtrisée alors qu'elle est au cœur des problèmes de sécurité des grandes structures technologiques notamment aéronautiques, spatiales et nucléaire. Plus particulièrement, dans le cas ou les pièces soumises à des conditions d'utilisation impliquant des charges importantes sur de longues durée, une connaissance précise du comportement en fluage devient essentielle pour une conception et une durée de vie optimales.

Dans ce but, il est essentiel d'avoir la meilleure connaissance possible de ces matériaux, en terme de microstructure et de propriétés mécaniques de manière à pouvoir suivre ces propriétés sous sollicitations afin d'identifier les mécanismes d'endommagement mis en jeu, leur initiation et leur développement et ce jusqu'à rupture. Pour ce faire des modèles de comportement mécanique intégrant la microstructure et l'endommagement sont développés et présentent une grande utilité pour l'étude de ce phénomène. Cependant peu de travaux sont consacrés à l'aspect prédictif en terme de durée de vie. Parallèlement aux efforts de modélisation, de nombreux essais mécaniques sont menés sur les matériaux de structure pour évaluer les propriétés mécaniques, étudier la résistance des matériaux et valider les modèles. Là encore les essais non destructifs comme les ultrasons et l'émission acoustique sont peu utilisés notamment en terme de prédiction de la rupture. Notre contribution de situe dans ce cadre. Nous nous sommes fixés dans ce travail comme objectif l'analyse de l'endommagement et de la rupture des matériaux hétérogènes base polymère sollicités en fluage. Notre but étant d'obtenir une description la plus précise possible du comportement en fluage afin de mieux comprendre les processus qui mènent à la rupture. A travers une analyse de la déformation et de l'émission acoustique le comportement de matériaux composites unidirectionnels, à plis croisés et SMC (sheet Molding Compond), a été étudié expérimentalement et d'un point de vue théorique, depuis la mise en charge jusqu'à la

rupture. Les propriétés essentielles du comportement, notamment à rupture ont été mises en évidence et les possibilités de prédire la rupture ont été explorées.

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique, il comporte une présentation générale des matériaux composites objet de cette étude. Il expose les moyens non destructifs en terme d'émission acoustique et d'évaluation ultrasonore utilisées pour le suivi et la caractérisation de l'endommagement des matériaux. L'élaboration des matériaux qui font l'objet de la présente étude et la présentation des techniques expérimentales fait l'objet de la fin de ce chapitre.

Le deuxième chapitre concerne l'étude du comportement en fluage des composites à matrice polyester renforcée par des fibres de verre. La méthodologie utilisée a consisté à étudier tout d'abord l'endommagement des composites unidirectionnels du fait de leur relative simplicité. Une analyse conventionnelle des données d'EA nous a permis d'identifier les mécanismes d'endommagement élémentaires (microfissuration matricielle et décohésion fibre/matrice) observés au sein de ces matériaux, sollicités en fluage. Nous nous sommes ensuite intéressés à l'étude de l'endommagement de matériaux plus hétérogènes, des composites également à matrice polymère renforcée par des fibres de verre (stratifiés à plis croisés et SMC). Nous avons à partir des signaux d'émission acoustique, exploré les possibilités d'identifier les mécanismes d'endommagement. Parallèlement une étude microscopique au MEB a été menée. Pour ces matériaux, nous avons également montré l'intérêt et la pertinence d'une approche globale combinant l'émission acoustique et l'évaluation ultrasonore pour l'étude de l'endommagement. Cette approche novatrice a permis de très bien corrélérer la perte de rigidité à l'échelle macroscopique mesurée par ultrasons et l'activité acoustique témoin de l'endommagement à l'échelle microscopique. A ce propos, nous avons pointé les avantages et les faiblesses des deux approches et l'intérêt de les utiliser conjointement.

Enfin le dernier chapitre est consacré à l'analyse du comportement en fluage des composites à matrice polyester renforcée par des fibres de verre et d'obtenir une description complète des trois régimes de fluage. Les évolutions des taux de déformation et d'émission acoustique ont été étudiées en fonction du temps. Des corrélations intéressantes ont été observées sur ces deux grandeurs. Nous avons également mis en évidence une forte dépendance entre le temps à rupture et la durée du fluage primaire permettant d'envisager une

méthode originale de prédiction de la durée de vie restante des matériaux. De manière à mieux comprendre ces corrélations, une modélisation de type modèle démocratique du faisceau de fibre, democratic fibre bundle model (DFBM) a été développée. Ce modèle a permis de retrouver la plupart des caractéristiques du comportement en fluage primaire et tertiaire, en particulier l'évolution en loi d'Andrade pour le fluage primaire et en loi de puissance pour le fluage tertiaire avec des exposants du même ordre que ceux observés expérimentalement. Les très bonnes corrélations entre durée de vie et fluage primaire ont également été mise en évidence théoriquement.

CHAPITRE I

Matériaux et méthodologie

1. Les matériaux composites

Les premiers développements des composites ont été liés aux besoins de l'industrie aérospatiale en matériaux à caractéristiques mécaniques élevées associés à un faible poids. Actuellement, ils sont présents dans tous les secteurs industriels.

Les composites sont des matériaux solides, inhomogènes et généralement anisotropes constitués de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Cette association conduit à un matériau dont les performances sont supérieures à celles d'un matériau à un seul constituant. On appelle maintenant «matériau composite» des arrangements de deux phases distinctes : l'une dispersée et constituée d'un matériau résistant appelée renfort ; tandis que l'autre qui contient le renfort, est caractérisée par une résistance mécanique plus faible et est appelée la matrice, comme représenté sur la Figure 1.

En fonction de leurs natures, les matériaux composites sont classés en trois grandes gammes :

- Les composites à matrice organique, qui ne peuvent être utilisés que dans les cas où les températures ne dépassent pas 200 à 300°C,
- Les composites à matrice métallique qui sont utilisés jusqu'à 600°C,
- Les composites à matrice céramique qui peuvent être utilisés au-delà de 1000°C.

Plusieurs renforts peuvent être associés à ces matrices.

Dans cette étude nous travaillons sur un matériau composite à matrice organique, nous allons donc présenter de façon plus détaillée ce type de composite.

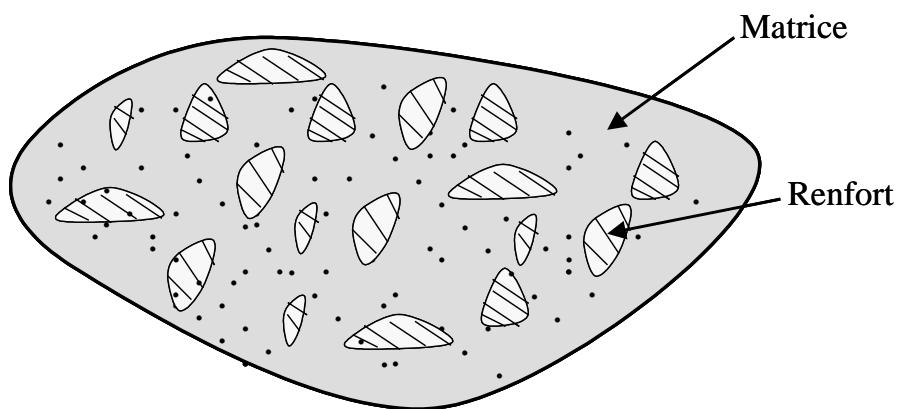


Figure 1 : Matériau composite en général

1.1 Les renforts

Le renfort a pour rôle de supporter l'essentiel de l'effort mécanique appliqué au matériau composite grâce à ses caractéristiques mécaniques élevées (modules et limite d'élasticité, résistance mécanique...) [Gay 1991]. Il se présente sous forme fibreuse ou particulaire selon les utilisations. La recherche de renforts performants s'oriente dans le cas des renforts fibreux, à quelques exceptions

prés, vers les verres, carbone, etc., du fait de leur hautes performances mécaniques et de la relative maîtrise quand à leur élaboration. D'autres fibres sont également commercialisées mais restent peu utilisées du fait de leur mise en œuvre plus complexe et de leur coût plus élevé : fibres multibrins de carbure de silicium, d'alumine et de silice,....

1.1.1 *Les fibres de verre*

L'excellent rapport qualité/prix des fibres de verre fait qu'ils sont les plus utilisés actuellement dans les composites à matrice polymère.

Le verre est un matériau très fragile du fait de sa forte sensibilité aux microfissures. Cette fragilité diminue lorsque le verre est sous forme de fibre puisque les microfissures sont moins nombreuses, ce qui lui confère de bonnes performances. D'une manière générale, elles présentent une résistance élevée à la rupture, une masse volumique faible (voisine de 2,5 g/m³) et une rigidité relativement plus faible que celles des autres renforts.

Il existe différents types de verres : le verre E, C, D, R ou S, de différentes propriétés dues à la différence de la composition du mélange de préparation.

Le verre de type E est employé pour les fibres de verre constituant le renfort du matériau composite faisant l'objet de ce travail.

1.1.2 *Les propriétés mécaniques et thermiques*

Il est de coutume de donner comme caractéristiques mécaniques de référence les caractéristiques mesurées sur des monofilaments prélevés à la sortie de la filière. Les mesures de la rupture des matériaux composites unidirectionnels donnent accès aux valeurs des contraintes et à celles de l'allongement des fibres à la rupture. Le tableau 1 donne les valeurs usuelles de ces grandeurs.

Aussi il est intéressant de noter que les fibres de verre conservent leurs caractéristiques mécaniques jusqu'à des températures assez élevées, avoisinant les 200°C pour les verres R, ce qui explique leur bonne adaptation au renforcement des résines à tenue thermique élevée.

Caractéristiques	Verre E	Verre A	Verre R ou S	Verre D
Masse volumique (kg/m ³)	2540	2460	2550	2160
Module d'Young (MPa)	72000	71000	86000	55000
Contrainte à la rupture (MPa)	3500	3100	4500	2500
Allongement à la rupture (%)	4.4	—	5.2	—

Tableau 1 : Caractéristiques mécaniques des verres types E, A, R, S et D mesurées sur filament vierge.

1.2 Les résines

La matrice est l'un des constituants de base des matériaux composites. C'est un matériau organique léger, facilement déformable, qui revêt trois fonctions principales : la répartition de la charge mécanique sur tous les renforts, la cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble et la protection des renforts vis à vis du milieu extérieur (chocs thermiques ou mécaniques) [Chevalier 19990]. La matrice doit avoir une masse volumique faible afin de conserver au composite des caractéristiques mécaniques élevées. Les résines polymères les plus employées dans les matériaux composites sont les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques.

Il existe d'autres catégories de résines : les résines thermostables et les polymères thermoplastiques qui peuvent résister à des sollicitations thermiques continues de 200°C et même plus. Toutefois l'usage de ces résines reste spécifique ce qui limite leur fabrication.

1.2.1 *Les résines thermodurcissables*

Ce sont des polymères, qui après traitement thermique se transforment en des produits essentiellement infusibles et insolubles. Ces résines ont la particularité de n'être mises en forme qu'une seule fois (processus irréversible). Ces résines sont exceptionnellement utilisées sans renforts du fait de leur fragilité. Aussi leurs caractéristiques thermomécaniques élevées font qu'elles sont les plus employées actuellement. Les principales résines thermodurcissables utilisées sont [Berthelot 1992] : les polyesters insaturés (polyester condensé, vinylesters, etc...), les résines de condensation (phénoliques, aminoplastes, furanique, etc...) et les résines époxydes.

1.2.2 *Les résines thermoplastiques*

Ce sont des résines qu'on appelle communément les plastiques, fréquemment utilisées sans renfort et qui possèdent la propriété de pouvoir être mises en forme plusieurs fois par chauffage et refroidissement dans un intervalle de température spécifique au polymère étudié. De plus, elles présentent une aptitude à l'état liquide à se mouler facilement par plasticité. Leur mise en œuvre se fait en général par injection à haute pression. Les principales résines thermoplastiques sont à base de polyamide, polyéthylène, polycarbonate et polychlorure de vinyle (PVC),...

1.2.3 *Propriétés*

Une comparaison entre quelques caractéristiques des résines thermodurcissables et celles des résines thermoplastiques est présentée dans le Tableau 2

La matrice constituant le matériau composite de cette étude est une résine thermodurcissable de polyester insaturée.

Critères essentiels	Matrices thermoplastiques	Matrices thermodurcissables
Etat de base	Solide (prêt à emploi : polymérisé)	Liquide visqueux à polymériser
Stockage matière de base	Illimité	Temps réduit (précaution à prendre)
Mouillabilité des renforts	Difficile	Aisée
Moulage	Chauffage (fusion + refroidissement de fixation)	Chauffage continu
Cycle	Plus long (refroidissement)	Court
Tenue en choc	Assez bonne	Limitée
Tenue thermique	Réduite	Meilleure
Chute et déchets	Recyclables	Perdus

Tableau 2 : Caractéristiques des résines thermoplastiques et des résines thermodurcissables [Berthelot 1992]

1.3 Les interfaces

L'interface renfort-matrice est souvent considérée comme une surface de contact, mais ce n'est pas une surface au sens géométrique du terme. Elle assure la compatibilité renfort-matrice, en transmettant les contraintes de l'un à l'autre, sans déplacement relatif (interphase).

A cause de sa structure, l'interface, peut être considérée d'un point de vue mécanique, comme un point faible du composite [Khavandi 1997]. Dans le transfert d'effort orienté dans le sens de l'axe de la fibre, l'interface est considérée comme une couche de cisaillement. Lorsqu'il n'y a pas de décohésion interfaciale, le comportement est élastique : le cisaillement interfacial est linéairement proportionnel à la différence de déplacement entre la matrice et la fibre au niveau de leur paroi interfaciale (figure 2).

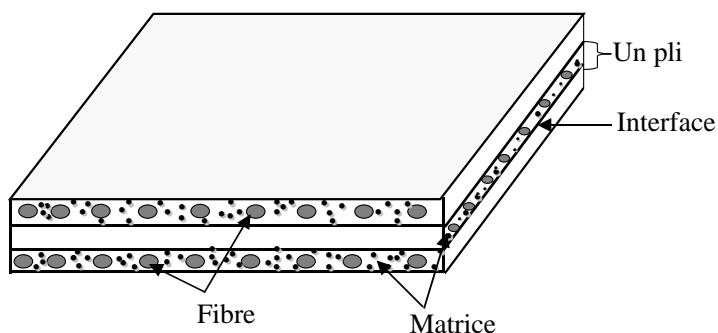


Figure 2 : Microstructure d'un composite

2. Etude du comportement des matériaux composites sous sollicitation mécanique

L'étude du comportement mécanique en statique et en dynamique des matériaux composites est un point primordial pour évaluer leur aptitude à être utilisés dans certains domaines. La plupart des matériaux utilisés, manifestent un comportement élastique lorsqu'ils subissent des petites déformations à température ambiante. Cependant un matériau peut adopter un comportement mixte dit viscoélastique présentant des caractéristiques d'un solide élastique et d'un liquide visqueux comme dans le cas des matériaux polymères. Lors de la mise en charge d'un matériau viscoélastique, la réponse se compose d'une partie instantanément réversible appelée déformation élastique (linéaire ou non) et d'une partie qui dépend du temps dite déformation non élastique. Lorsque la contrainte est maintenue constante, on constate une augmentation de la déformation. Cette dernière peut être subdivisée en une partie anélastique (ou encore viscoélastique) qui se recouvre progressivement pendant un temps en général supérieur à celui du fluage et qui dépend des conditions d'essais, et d'une partie permanente non recouvrable due aux déformations plastique et viscoplastique accumulées pendant l'essai statique [Risson 1998].

2.1. Modèles analogiques

Dans le domaine de la rhéologie, de nombreux modèles ont été proposés pour rendre compte de la déformation viscoélastique des matériaux polymères. Ces modèles décrivent les aspects phénoménologiques du comportement des matériaux et non ceux liés à la microstructure dont résultent les observations macroscopiques. A travers des systèmes simples constitués d'éléments élastiques (ressorts) et d'éléments visqueux (amortisseurs) mis en série ou en parallèle il est possible d'avoir une image concrète simplifiée des équations traduisant les lois de comportement générales. Le tableau 3 présentent quelques-uns de ces modèles :

Modèle	Modèle analogue	Particularités	Loi de comportement	Particularité
Ressort		Elasticité linéaire parfaite	$\sigma = E \varepsilon$ (loi de Hooke)	Elasticité linéaire
Amortisseur		Viscosité linéaire newtonienne	$\dot{\varepsilon} = \sigma/\eta$ (loi de la viscosité de Newton)	Comportement du fluage visqueux
Modèle Maxwell		Viscoélastique	$\varepsilon = \sigma/\eta t + \sigma/E$	Décrit la relaxation de contrainte, à déformation constante par une constante de temps
Modèle Kelvin – voigt		Viscoélasticité	$\varepsilon = \sigma/E(1 - e^{-E/\eta t})$	Décrit le fluage par une loi exponentielle
Modèle Burger		Déformation élastique+réponse retardée permanente	$\varepsilon = \sigma/\eta_2 t + \sigma/E_2 + \sigma/E_1(1 - e^{-E/\eta_1 t})$	Une réponse typique d'un matériau polymère soumis à un chargement

Tableau 3 : Présentation des différents modèles analogiques [Khavandi 1997]

Où E est le module de Young, η est la viscosité, σ est la contrainte et ε est la déformation.

2.2 Comportement en fluage

Le fluage qui est un synonyme savant d'écoulement, traduit la capacité de certains matériaux, à se déformer au cours du temps sous l'action d'une contrainte mécanique à une température constante [Journaux 1999]. L'essai de fluage manifeste très clairement le comportement viscoélastique des matériaux composites base polymère. La figure 3 illustre l'évolution typique de la déformation au cours d'un essai de fluage sur des composites base polymères.

La déformation se décompose en général en plusieurs parties distinctes

Zone I : L'application de la contrainte à l'instant $t = 0$ provoque une déformation instantanée élastique, suivie d'une déformation dépendant du temps (courbe concave vers le bas) il s'agit du fluage primaire ou transitoire. Cette zone s'étend sur un intervalle de temps d'autant plus réduit que les conditions de sollicitation sont sévères. Certains auteurs [Shen et al. 1972] expliquent ce phénomène comme suit : initialement, les liaisons du réseau macromoléculaire ne sont pas orientées, il y a donc peu de mouvement ce qui explique que la vitesse de fluage primaire est importante. Ensuite il y a une réorganisation du matériau

(alignement des fibres et orientation de la structure moléculaire de la matrice) qui a pour effet d'augmenter la résistance au fluage provoquant ainsi une baisse de la vitesse de déformation.

Zone II : C'est une zone très étalée dans le temps et donc la plus dominante durant tout l'essai de fluage, appelée zone de fluage secondaire ou stationnaire [Kennedy *et al.* 1994]. La déformation varie linéairement en fonction du temps en d'autres termes la vitesse de déformation est constante. Il est par ailleurs établi que les mécanismes d'endommagement qui se produisent dans cette zone contrôlent le fluage [Hugo *et al.* 1980].

Zone III : Zone de fluage tertiaire ou accéléré, caractérisée par une accélération brutale et continue de la vitesse de déformation (courbe convexe vers le bas). Elle est associée à l'apparition d'un endommagement croissant allant jusqu'à la ruine du matériau.

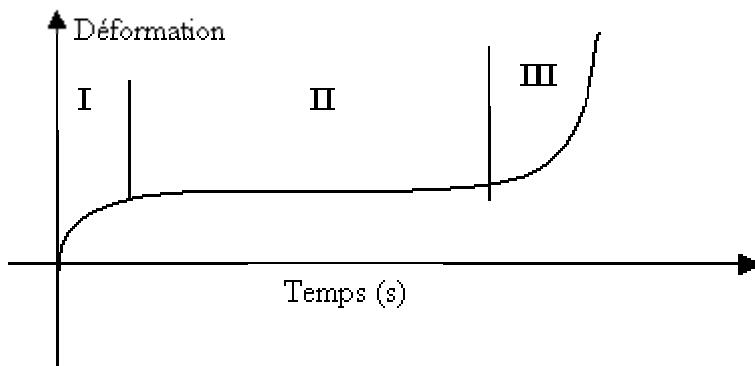


Figure 3 : Forme typique d'une courbe de fluage

La caractérisation des courbes de fluage est réalisée à l'aide de plusieurs paramètres :

- La température et la contrainte
- Le temps de rupture
- La déformation à la fin du fluage primaire
- La vitesse de déformation minimale définie par le minimum de la courbe

$$\varepsilon = F(t)$$

2.3. Comportement en fluage des composites

L'étude du comportement viscoélastique des matériaux composites a fait l'objet de nombreux travaux [Nielson *et al.* 1974, Sullivan 1990, Le Moal *et al.* 1994]. Les matériaux polymères sont en général des matériaux viscoélastiques. Ils peuvent posséder un caractère à la fois visqueux et élastique qui se manifeste par des phénomènes de fluage et de relaxation de contrainte [Sullivan *et al.* 1993, Sullivan *et al.* 1995]. Dans un essai de fluage, divers aspects du comportement du matériau sont envisagés. On peut distinguer : la viscoélasticité, la viscoplasticité et l'endommagement.

2.3.1. *La viscoélasticité*

La complexité du comportement viscoélastique de matériaux composite à base polymères conduit à définir plusieurs types de viscoélasticité :

- La viscoélasticité linéaire : Le comportement d'un matériau composite est dit «viscoélastique linéaire», lorsqu'il satisfait la condition d'homogénéité et le principe de superposition de Boltzmann [Turner 1973]

Dans ce contexte, on trouve que la déformation est proportionnelle à la contrainte appliquée. La différence entre la viscoélasticité linéaire et l'élasticité se traduit par la prise en compte de la variable temps au sens propre du terme et non seulement un moyen de classer les événements. En pratique cette condition de linéarité n'est satisfaite que dans le cas de très faible déformation (typiquement $\varepsilon < 0,01$).

- La viscoélasticité nonlinéaire : du point de vue physique, la non-linéarité est en général attribuée à un écoulement irréversible de la matrice et /ou de la déformation d'endommagement sous l'effet de l'application de la contrainte. Lorsque la contrainte appliquée dans un matériau devient importante, le comportement viscoélastique du polymère change et devient non-linéaire. Le principe de superposition de Boltzmann n'est plus applicable puisque la proportionnalité entre incrément de contrainte appliquée et déformation résultante n'est plus respectée [Kennedy and Wang 1994]. Dans les matériaux composites, c'est surtout la matrice et l'interface qui sont les sources les plus importantes non-linéarités.

2.3.2 *La viscoplasticité*

La viscoplasticité ou écoulement irréversible de la matrice est un phénomène qui se traduit par une déformation progressive en réponse d'une contrainte supérieure à celle de la limite d'élasticité du matériau appliquée instantanément. Cela a pour effet de créer une déformation permanente après relâchement de la contrainte. Cela est en général observé dans les plastiques soumis à un essai de flUAGE.

3. Les mécanismes d'endommagement

Lors d'une sollicitation quelconque sur un matériau composite, le développement de l'endommagement au sein du matériau commence assez tôt. Dans un composite les premiers endommagements détectés commencent à se développer à l'échelle microscopique lorsque l'effort localisé atteint la limite de rupture d'un des constituants ou celle de l'interface les reliant. Les microfissures qui se développent sont habituellement trop petites pour causer la

rupture finale du composite. Ainsi, un nombre important de ces microfissures s'accumulent dans le composite avant la rupture finale. Les paramètres, tels que la fraction volumique, l'orientation des fibres, l'épaisseur des plis et l'espacement entre fibres, jouent un rôle très important dans la progression de l'endommagement. En conséquence, le procédé global de la rupture dans les composites est souvent considéré comme un processus d'accumulation de différents types d'endommagements [YURIS 2001].

Les mécanismes d'endommagement potentiels d'un matériau hétérogène, notamment les composites base polymère soumis à une sollicitation mécanique, peuvent se regrouper en trois principaux modes différents selon le site où ils opèrent :

- Fissuration matricielle ;
- Rupture de l'interface fibre-matrice et déchaussement de fibre, délaminage (décohésion étendue intra plis);
- Rupture des fibres;
- Délaminage inter plis

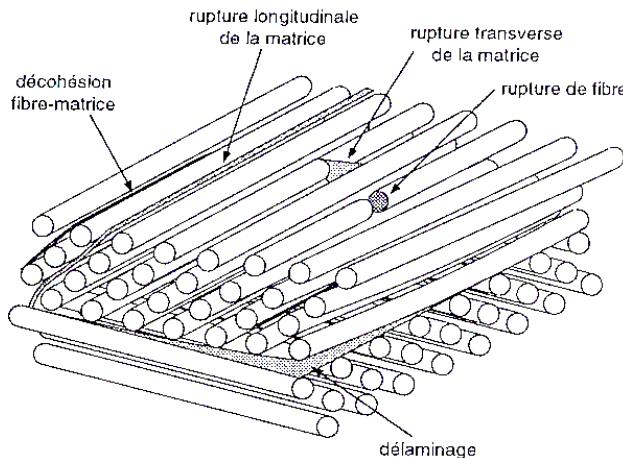


Figure 4 : Mécanismes d'endommagement observés dans un composite [Berthelot 1992]

3.1. Fissuration matricielle

La complexité des matériaux composites introduit plusieurs types d'endommagements à l'échelle microscopique. Les microfissures se produisant au sein de la matrice apparaissent aux niveaux des porosités et des inclusions soit par fissuration transverse soit par fissuration longitudinale. Ce dernier mode de rupture se produit lorsque la contrainte de décohésion est supérieure à celle de cisaillement. Cette fissuration se propage selon la direction perpendiculaire à la sollicitation et elle peut provoquer une décohésion fibre-matrice.

3.2 Rupture de fibre

La rupture de fibre intervient lorsque la contrainte de traction σ_f dans une fibre atteint la contrainte à la rupture σ_{fr} de la fibre. Elle se produit souvent dans les plis les moins désorientés par rapport à la direction de sollicitation. L'excès d'effort provoquera la rupture des constituants voisins, et ce de proche en proche jusqu'à la ruine du volume sollicité.

3.3. Décohésion fibre-matrice

C'est dans la zone de l'interface où s'effectue le transfert de charge de la matrice vers le renfort ou vice versa. Après initiation, la propagation de la rupture change suivant la nature de l'adhésion fibre-matrice. Dans le cas d'un composite à fibres unidirectionnelles sollicité parallèlement aux fibres, on peut distinguer les cas suivants :

- Cas d'une interface très forte : Si l'adhérence entre fibres et matrice est très forte, on aura une propagation de la fissure initiée soit par rupture de fibres, soit par rupture de la matrice comme si elle n'avait rencontré aucun obstacle, la rupture observée sera de type fragile.
- Cas d'une interface très faible : la fissuration matricielle est déviée à l'interface, la décohésion fibre-matrice s'étend sur une très grande distance.
- Cas d'une interface ayant des propriétés intermédiaires : la fissure au contact d'une fibre se dévie dans un plan perpendiculaire en provoquant un décollement de la matrice au niveau de l'interface.

3.4 Délaminage

Dans le cas de stratifiés, aux mécanismes décrits précédemment (fissuration matricielle, rupture de fibres, décohésion, etc...), s'ajoute un autre mécanisme d'endommagement entre couche appelé *délaminage*. Le processus de délaminage est le résultat d'une chronologie de divers types d'endommagement. Les propriétés mécaniques de la matrice et de la fibre ainsi que les propriétés adhésives et cohésives de l'interface gèrent cette chronologie en révélant des types d'endommagement fréquemment rencontrés comme la micro fissuration de la matrice, la rupture des fibres et la rupture des interfaces. Le délaminage progresse essentiellement par fissuration interlaminaire considéré comme le premier responsable du dédoublement de son épaisseur. A cela on associe un réseau très important de fissures intralaminaires qui sont eux aussi induites par les fissures interlaminaires par différents moyens (rupture de matrice, de fibre et d'interface) allant jusqu'au décollement total des deux plis. Ce type d'endommagement contribue largement à la dégradation des propriétés mécaniques de la structure.

4. Caractérisation et contrôle nondestructif

Le contrôle non destructif (CND) consiste à évaluer par une méthode physique (émission acoustique, ultrasons, radiographie X ...) l'intégralité d'une structure. Cela peut aussi s'effectuer en suivant les processus de dégradation mis en jeu au cours d'un essai mécanique et les identifier lorsque cela est possible. Afin d'éviter les pertes de matériau et le recours à des réparations onéreuses, l'intégration des méthodes non destructives dès la phase de conception et de fabrication des structures est devenue une nécessité qui trouve son utilité dans plusieurs domaines d'application : les infrastructures de transport (secteurs automobiles, ferroviaire, aérien) et d'habitat, les matériaux aéronautiques, etc.

Au cours de l'utilisation des matériaux plusieurs facteurs peuvent entraîner leur endommagement (vieillissement hygrothermique, fatigue thermique,...) servant de précurseurs à un endommagement qui va croître avec la répétition des sollicitations imposées à la structure en service et finalement conduire à la rupture totale. Il est donc indispensable de faire appel aux méthodes de contrôle non destructif depuis l'élaboration des matériaux jusqu'à la fin de leur service.

4.1. Emission acoustique

Le contrôle par émission acoustique (EA) est une méthode capable de surveiller l'endommagement en temps réel dans les composites [Yamaguchi *et al.* 1991, Ono 1994]. La technique d'émission acoustique est une technique très prometteuse à laquelle on accorde de plus en plus d'attention que ce soit pour le suivi de l'intégrité de structures en service ou pour l'étude des mécanismes de rupture.

4.1.1 Définition

L'émission acoustique est selon la norme française AFNOR, «un phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de microdéplacements internes dans un matériau » [Roget 1988, Jacquesson 2000]. La source de ces ondes élastiques étant le matériau lui-même. Lorsqu'il est sollicité, une partie de l'énergie emmagasinée est alors dissipée créant des microdéplacements de matière dont une fraction se retrouve sous la forme d'ondes élastiques : c'est l'émission acoustique. Lorsque ces ondes élastiques atteignent la surface, on peut les détecter grâce au capteur piézo-électrique. Ainsi, on peut détecter une fuite dans un conduit, et même localiser le défaut. Dans certains cas [Laksimi *et al.* 1999, Dalmas *et al.* 2001], le signal acoustique obtenu est audible, et l'on parle alors du "cri

du matériau", le plus connu en émission acoustique étant le "cri de l'étain". Ainsi en écoutant le matériau, on peut suivre son endommagement comme représentée sur figure 5.

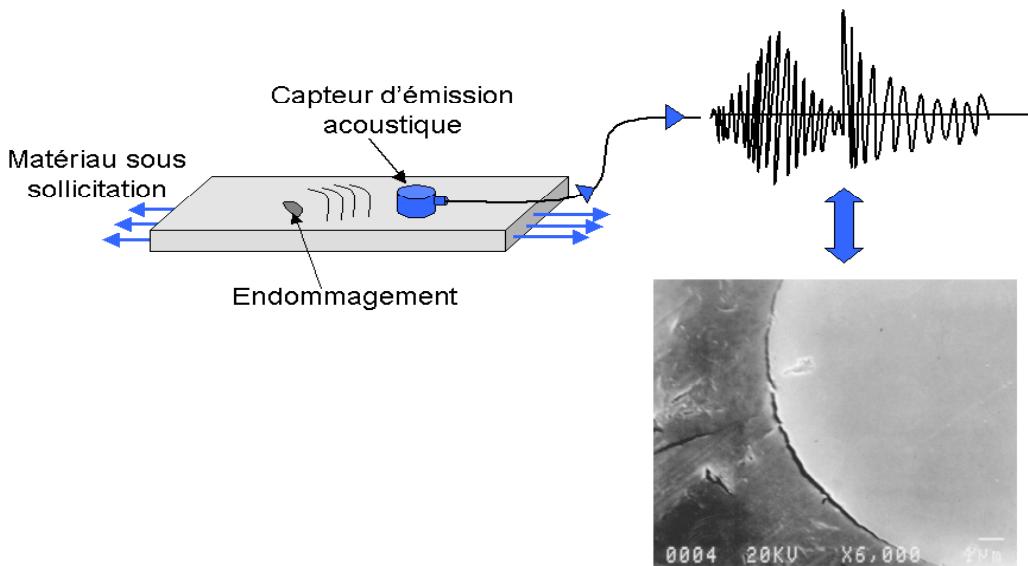


Figure 5 : Processus du contrôle non destructif par émission acoustique

4.1.2 Caractéristiques de l'émission acoustique

On peut distinguer deux types d'émission acoustique : l'émission acoustique continue et l'émission discontinue [Roget 1988]. Le signal issu de l'émission discrète se présente sous forme d'ondes sinusoïdales amorties, désignées sous le terme de salves ou d'événements. Ce type d'émission a pour origine des mécanismes très énergétiques comme les phénomènes de propagation de fissures conduisant à la rupture. L'émission dite continue est un ensemble d'émissions discrètes dont les salves sont très rapprochées et ne peuvent pas être séparées les unes des autres. Elle est principalement liée à des phénomènes de déformation plastique [Fleschmann 1979].

4.1.3 Les paramètres d'émission acoustique discrète

Chaque salve est liée à un événement d'endommagement dans le matériau. Ainsi pour pouvoir identifier le type d'événement physique produit au sein du matériau on analyse les paramètres qui caractérisent la salve. Une salve est définie par rapport à un seuil d'acquisition comme représenté sur la figure 6. Une salve est bornée par la première et la dernière arche dépassant le seuil. Les paramètres classiques qui peuvent être extraits du signal d'émission acoustique [Anastassopoulos *et al.* 1995, Hamstad *et al.* 1995, Huguet *et al.* 2002] sont les suivants :

- **Le nombre de coups** (Counts) c'est le nombre de fois où le signal dépasse le seuil sur toute sa durée,

- *L'amplitude maximale* du signal exprimée en décibels,
- *L'énergie* du signal,
- *La durée* de la salve exprimée en microsecondes ; elle correspond au temps qui sépare le premier et le dernier dépassement de seuil,
- *Le temps de montée* du signal (Rise Time) exprimé en microsecondes ; c'est le temps entre le premier dépassement de seuil et le pic d'amplitude du signal,
- *Le nombre de coups au pic* correspond au nombre de franchissement de seuil par le signal entre le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale,
- *La fréquence moyenne* est une valeur donnée par la plupart des systèmes d'acquisition. Elle ne correspond pas à la transformée de Fourier du signal mais au nombre de coups d'une salve divisé par sa durée.

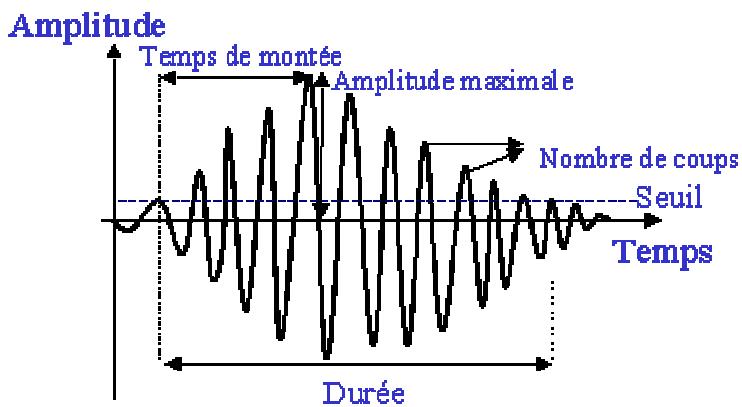


Figure 6 : Présentation schématique d'une salve d'émission acoustique et ses principaux paramètres.

4.2.4 Acquisition des signaux d'émission acoustique

La détection de l'onde élastique en surface d'un matériau, et sa conversion en un signal d'émission acoustique, sont assurées par un capteur le plus souvent de nature piézoélectrique. Il constitue l'élément clé de la chaîne d'émission acoustique [pas 1991, Ono 1994]. Il est placé en surface du matériau et il est couplé avec l'échantillon avec un couplant visqueux. On utilise le plus souvent la graisse silicone. Le rôle du couplant est d'assurer et d'améliorer la bonne transmission des ondes entre la surface de l'échantillon et le capteur.

Deux types de capteurs sont utilisés en émission acoustique. Les capteurs large bande, ils possèdent une bande de fréquence allant jusqu'au MHz. Ainsi, ils présentent l'avantage de peu modifier la forme réelle du signal, mais possèdent en revanche une faible sensibilité. Le deuxième type de capteurs dits « résonnantes », ont une bande passante moins large et présentent un pic de réponse au alentour d'une certaine fréquence. Cette caractéristique entraîne une modification de l'allure des signaux ainsi que de leur contenu fréquentiel.

cependant il est nécessaire de choisir un capteur d'émission acoustique avec une fréquence de résonance près de la fréquence du signal d'émission acoustique produit par la source à une contrainte donnée afin de détecter les sources d'émission acoustique, mêmes faibles [Moorthy *et al. 1995*].

4.2.5 Localisation des sources d'endommagement

La localisation a pour but de déterminer les coordonnées de la zone où s'est produit l'événement acoustique. Ainsi, l'utilisation des capteurs nous permet de localiser la source d'émission acoustique.

La méthode la plus utilisée consiste à mesurer les différences de temps d'arrivée (Δt) d'un même signal à plusieurs capteurs répartis sur la structure. La mesure des Δt est généralement déclenchée par l'arrivée de l'onde d'émission acoustique au premier capteur atteint, et clôturée par son passage au dernier capteur.

lorsque la différence de temps d'arrivée d'un même signal à deux capteurs donnés est connue, le lieu des points auquel appartient la source est défini par :

$$v \cdot \Delta t = \text{cte}$$

où v est la vitesse de propagation des ondes, supposée constante quelques soient la direction et la distance de propagation (matériau isotrope et homogène).

On peut aussi localiser les sources d'endommagement en utilisant l'atténuation des ondes acoustiques.

4.2 Caractérisation ultrasonore

Les techniques ultrasonores sont devenues l'outil privilégié pour le contrôle et l'évaluation non destructifs des propriétés mécaniques des matériaux [Moustachi *et al. 1995*, Royer *et al. 1996*, Ducret *et al. 2000*]. Ces techniques présentent l'avantage d'être adaptées à une très large gamme de matériaux. Pour des milieux hétérogènes à l'échelle microscopique comme par exemple les matériaux composites, l'outil acoustique autorise l'évaluation des propriétés mécaniques du milieu homogénéisé à l'échelle de la longueur d'onde. Les méthodes de caractérisation ultrasonores s'avèrent maintenant un outil essentiel et incontournable pour l'identification et l'évaluation du comportement mécanique du milieu à l'échelle macroscopique.

4.2.1 Principe

Les ultrasons sont des ondes sonores qui se propagent dans les milieux élastique à des fréquences supérieurs à 20 000 Hz. Les ondes ultrasonores possèdent toutes les propriétés

générales des ondes élastiques. Ils n'ont de propriétés remarquables que par l'interaction qu'ils peuvent avoir avec les milieux dans lesquels ils se propagent.

Le principe de base du contrôle ultrasonore consiste à envoyer une onde élastique pour l'intermédiaire d'un transducteur dans le matériau à contrôler. Il existe en général, deux modes principaux d'utilisation des ultrasons, au contact et en immersion:

- Contrôle par contact : Les transducteurs ultrasonores sont directement placés sur les faces de l'échantillon à contrôler, la bonne liaison acoustique est assurée par un agent de couplage qui est généralement l'air ou un fluide visqueux tel que l'eau, ainsi l'onde acoustique est générée et réceptionnée au contact direct de l'échantillon. L'épaisseur du couplant est de l'ordre du dixième de millimètre.
- Contrôle par immersion : Les transducteurs sont situés à une certaine distance de la pièce. Le couplage est assuré par un liquide, habituellement de l'eau.

Ces techniques sont largement mises en œuvre dans nombreuses applications parmi lesquelles on retiendra comme exemple la détermination de défauts microscopiques ou macroscopiques et la détermination des propriétés intrinsèques des matériaux **[Lhermitte et al., Yeh et al. 2003]**.

Les caractéristiques ultrasonores principales qui sont exploitées sont:

- La vitesse de propagation dans le milieu, qui est directement associée à la densité du matériau et ses propriétés élastiques.
- l'atténuation dans le matériau, qui est liée à la viscosité du matériau.

4.2.2 Acquisition des données

4.2.2.1 Choix des transducteurs

Puisque l'impulsion mécanique est elle-même due à une impulsion électrique, l'acquisition de l'information nécessite en principe deux transducteurs qui permettent de convertir, lors de l'émission, l'énergie électrique en énergie mécanique, et lors de la réception, l'énergie mécanique en énergie électrique. Ils sont constitués d'un élément piézo-électrique accolé à un amortisseur destiné à absorber les ondes émises par les faces latérales et arrière de l'élément actif et atténuer les vibrations propres à celui-ci, diminuant ainsi le temps de vibration de la pastille.

Nous avons donc appris à choisir les caractéristiques d'un transducteur en fonction du champ recherché :

- une fréquence assez élevée pour obtenir une bonne résolution
- un diamètre assez gros pour avoir un faisceau directif

4.2.2.2 Disposition des transducteurs

Une manière d'utiliser les transducteurs est de travailler par transmission (Figure 7), ce qui implique un accès à deux faces opposées de l'échantillon à contrôler. Le récepteur est alors disposé en face de l'émetteur et il recueille l'énergie qui a été transmise à travers la pièce.

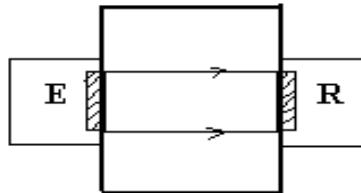


Figure 7 : Contrôle par transmission

4.2.3 Détermination ultrasonore des vitesses de propagation dans un matériau viscoélastique anisotrope

La réponse d'un matériau anisotrope à une sollicitation mécanique, aussi brève soit-elle, traduit le caractère viscoélastique d'un milieu. En acoustique ultrasonore, cette viscoélasticité se traduit par une dispersion et une atténuation des signaux ultrasonores.

Issue de la même équation de propagation déduite du principe fondamental de la dynamique et de la loi de comportement des matériaux, la caractérisation ultrasonore est basée sur l'exploitation des propriétés des ondes (vitesse de propagation et atténuation) liées par l'équation de propagation aux propriétés mécaniques du milieu étudié. Ainsi les mesures de la vitesse de propagation dans différentes directions permettent de déterminer toutes les composantes de la rigidité, et ainsi de suivre l'endommagement de la pièce étudiée.

4.3.3.1 Equation de propagation

Considérons, pour simplifier, le cas de l'onde plane dans un milieu isotrope et homogène. Le tenseur de déformation s'écrit en négligeant les termes du second ordre du champ de déplacement u :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (1)$$

L'équation constitutive d'un matériau élastique est exprimée classiquement par la loi de Hooke généralisée [Lemaitre et al. 1988] reliant les composantes du tenseur des contraintes et celles du tenseur de déformation :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (2)$$

Où C_{ijkl} sont les composantes du tenseur d'ordre quatre des rigidités du matériau, et où σ_{ij} représente les composantes du tenseur du second ordre des contraintes. Par la suite et ce

par souci de simplification des écritures tensorielles, on a utilisé une notation matricielle plus simple en appliquant au tenseur concerné (C_{ijkl}) la procédure de contraction des indices [Auld 1990, Hosten et al. 1992].

Le principe fondamental de la dynamique appliqué à un élément de volume de masse volumique ρ s'écrit en négligeant l'effet thermique ainsi que les efforts de volume :

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} \quad (3)$$

En substituant l'équation (2) dans l'équation (3), nous obtenons l'équation de propagation suivante :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} \quad (4)$$

4.3.5.2 Solution de l'équation de propagation

La solution de l'équation de propagation est sous la forme d'une onde plane progressive, de vecteur de polarisation se propageant à la vitesse V dans la direction \vec{n} où \vec{n} est un vecteur unitaire :

$$u_i = u_i^0 F\left(t - \frac{n_j x_j}{V}\right) \quad (5)$$

En remplaçant l'expression du déplacement (5) dans l'équation de propagation (4), on trouve alors :

$$\rho V^2 u_i^0 = \Gamma_{il} u_l^0 \quad (6) \quad \text{où } \Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k$$

Avec Γ_{il} : tenseur (symétrique) de Christoffel

Le système (6) admet au moins une solution non nulles si et seulement si le déterminant (7) est nul, avec δ_{ij} le symbole de Kronecker qui vaut 1 si $i = j$ et 0 si $i \neq j$.

$$(\Gamma_{il} - \rho V^2 \delta_{il}) \quad (7)$$

Cette équation cubique en ρV^2 est l'équation de CHRISTOFFEL. Elle a trois racines propres positives, qui correspondent aux vitesses de propagations V des trois modes du vecteur unitaire \vec{n} , on obtient une onde quasi longitudinale et deux ondes quasi transversale [Auld 1990, Hosten, Baste and Choqueuse 1992] comme représenté sur la Figure 8.

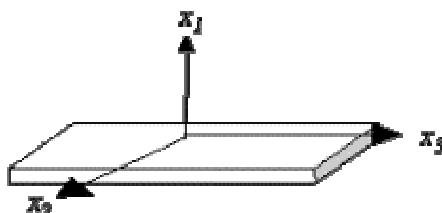


Figure 8 : Axes principaux du matériau composite

Ainsi, sachant les constantes élastiques d'un matériau, il est possible de calculer les vitesses pour n'importe quelle direction de propagation. Dans l'évaluation des matériaux hétérogènes, il s'agit de résoudre le problème inverse, qui est la détermination des constantes d'élasticité à partir des mesures de vitesses de propagation ultrasonores. Dans les directions principales, des relations simples peuvent être établies entre les constantes élastiques diagonales et les vitesses de propagations [Gerard 1981, El Guerjouma et al. 2002]. Considérons l'équation cubique (7) pour une onde se déplaçant dans les directions principales, pour un matériau orthotrope, le tenseur de propagation prend une forme simple dans chaque direction [El Guerjouma et al. 2002].

On trouve les expressions des vitesses de propagation en fonction des constantes d'élasticité suivantes [Auld 1990, Hosten, Baste and Choqueuse 1992]:

$$\left. \begin{array}{l} \rho V_{11}^2 = C_{11}; \rho V_{22}^2 = C_{22}; \rho V_{33}^2 = C_{33} \\ \rho V_{12}^2 = C_{66}; \rho V_{13}^2 = C_{55}; \rho V_{23}^2 = C_{44} \end{array} \right\} \quad (8)$$

Où V_{ij} désigne la vitesse de propagation selon la direction principale i et la polarisation j .

Ainsi les vitesses de propagation ultrasonores sont directement liées aux propriétés mécaniques du matériau et peuvent être de très bons indicateurs d'endommagement.

4.3.4 Définition classique de la variable d'endommagement ultrasonore

Le début de l'endommagement affecte, les propriétés physiques et mécaniques des matériaux. Par conséquent, la théorie de l'endommagement a pour but l'étude de l'évolution du comportement du matériau entre l'état vierge jusqu'à l'amorçage de fissurations macroscopiques de la taille de l'élément de volume **représentatif** [Chaboche 1988, Lemaître and Chaboche 1988].

La définition même d'une variable mécanique d'endommagement pose un problème difficile, du fait que l'on ne peut pas distinguer un élément de volume fortement endommagé d'un élément de volume vierge. Ainsi, on est dans l'obligation d'imaginer une variable interne représentative de l'état d'endommagement de la matière étudiée. Dans le cas d'un endommagement anisotrope, il a été montré que le suivi de la variation des coefficients d'élasticité peut être considéré comme un bon indicateur d'endommagement du matériau [Gerard 1982, Baste et al. 1989, Hosten, Baste and Choqueuse 1992, El Bouazzaoui et al. 1996, Ducret 2000]. La variation du tenseur de rigidité peut être décrit sous la forme :

$$\omega = C_0 - C \quad (9)$$

Avec C_0 est le tenseur de rigidité du matériau à l'état initiale vierge, et C est le tenseur de rigidité effective dû à l'endommagement. Comme le tenseur de rigidité initial C_0 , le tenseur ω est un tenseur symétrique d'ordre quatre. Traditionnellement, le paramètre

d'endommagement varie de 0 pour l'état non endommagé ou vierge à la valeur critique $D = 1$ à la rupture de l'élément de volume. A cet égard, les composants du tenseur d'endommagement sont normalisés par leur valeur maximale, de sorte que le tenseur reste un paramètre positif situé entre 0 et 1:

$$D_{ij} = 1 - \frac{C_{ij}}{C_{ij}^0}, i=j \quad (10)$$

On peut accéder aux mesures des constantes d'élasticité par la méthode ultrasonore, une mesure du temps de propagation des ondes planes dans une éprouvette endommagée peut nous conduire à la mesure de la vitesse de propagation et ainsi aux constantes d'élasticité. A chaque niveau de déformation, l'évolution de chaque composant du tenseur d'endommagement décrit clairement le phénomène d'endommagement anisotrope.

A titre indicatif, dans les directions principales, on obtient :

$$D_{11} = 1 - \frac{C_{11}}{C_{11}^0}; \quad D_{22} = 1 - \frac{C_{22}}{C_{22}^0}; \quad D_{33} = 1 - \frac{C_{33}}{C_{33}^0} \quad (11)$$

La partie suivant de ce chapitre est consacrée à présenter la procédure expérimentale que nous avons suivie au cours de cette étude. Nous insisterons particulièrement sur la réalisation des essais de traction uniaxiale, en fluage, et les températures d'essais, judicieusement choisies pour chaque matériau. Nous présentons également les méthodes non destructives utilisées pour le contrôle et la caractérisation de l'endommagement et la rupture mise en œuvre dans ce travail à savoir l'EA et la caractérisation ultrasonore. Nous commencerons tout d'abord par présenter les matériaux étudiés.

5. Matériaux étudiés

Dans le cadre de notre travail, deux grandes familles de matériaux composites ont été considérée. La première famille regroupe des composites réalisés à partir d'une matrice thermodurcissable pure de type polyester renforcée par des fibres de verre longue. Trois types de composites, un unidirectionnel et deux plis croisés, ont ainsi été élaborés selon des procédés similaires décrit plus bas. Le quatrième composite fait partie de la famille des composites à fibres courtes. Il diffère également par sa matrice plus hétérogène puisque constitué d'une résine de polyester chargé de carbonate de calcium. Le composite dénommé SMC (Sheet Moulding Compound) est constitué de cette matrice renforcée par des fibres de verre courtes d'une longueur de 25 mm en moyenne.

5.1 Composites à fibres longues

Les composites à fibres de verre continues étudiés ont été élaborés en collaboration avec le centre de IFREMER de Brest.

5.1.1 Constituants

5.1.1.1 Fibres

Les fibres longues utilisées sont de marque Vetrotex, type E 2400 TEX (2400 g/km) de diamètre 20 μm . Elles se présentent sous forme de tissus unidirectionnels (en rouleaux de 100 m x 25 cm). Ces fibres sont maintenues par des fils de colle de direction perpendiculaire aux premières, espacés de 4 cm en moyenne. Elles sont caractérisées comme illustré dans le tableau 4 :

Diamètre monofilament (μ)	10 à 20
Masse spécifique (kg/dm^3)	2,6
Contrainte à rupture en traction (GPa)	2,5
Contrainte à rupture en compression (GPa)	1 à 1,2
Module d'Young E (GPa)	72
Déformation à rupture (%)	4,5

Tableau 4: Caractéristiques moyennes des fibres de verre

5.1.1.2 Résine

En ce qui concerne la matrice, c'est une résine polyester de marque SCOTT BADER, de type CRYSTIC R 115 PA, obtenue par l'addition d'un Diol sur un Diacide, le mélange se faisant avec 1.5 % en masse de durcisseur Peroximon K1. Le durcissement du mélange se fait à une température ambiante. La température de transition vitreuse T_g de cette résine de polyester est d'environ 80°C. Elle est caractérisée comme illustré dans le tableau 5 :

Masse spécifique (kg/dm^3)	1,2
Résistance à la traction (GPa)	50 - 65
Module de flexion (GPa)	3
Température de transition vitreuse T_g ($^{\circ}C$)	120

Tableau 5 : Caractéristiques mécaniques et thermiques de la résine polyester

5.1.2 Elaboration

Les composites unidirectionnels et à plis croisés ont été élaborées par moulage au contact. Des feuilles de fibres pré-imprégnées de résine sont mises sous pression dans un moule pour le durcissement qui se fait à température ambiante. Les faces du moule en aluminium mesurent 350x240 mm²; elles sont enduites d'un démouleur MOLD-WIZ F57 NC. Douze feuilles de fibres 380 x 250 mm² sont pré découpées dans un rouleau pour chaque plaque à élaborer. La méthode de moulage consiste à déposer successivement sur une face du moule une couche de résine, puis une couche de renfort sous forme de couche de fibre. On réalise l'imprégnation du renfort par une opération manuelle à l'aide d'un rouleau à roues dentées en acier ou d'une brosse (débullage et roulage) afin d'éliminer les plus grosses bulles. Cette opération est répétée autant de fois qu'il y a de couches de renfort afin d'obtenir l'épaisseur de plaque désirée. Dans notre cas 12 plis ont été ainsi superposés. Le contre-moule est mis en place après la pose des 12 plis à l'autre face par vis disposées sur le pourtour (3 par côté). Les vis sont serrées à l'aide d'une clé dynamométrique en appliquant une force de 0,8 daN.

Les 12 couches nécessaires à l'élaboration des plaques unidirectionnelles sont alignées manuellement selon les directions souhaitées. Pour les plaques à plis croisés (Figure 9), les plis sont disposés à $\pm 62^{\circ}$ par rapport à l'axe de sollicitation pour le composite dénommée $[\pm 62^{\circ}]_{12}$ et à 90° et 35° par rapport à l'axe de sollicitation pour le composite dénommée $[90^{\circ}/35^{\circ}]_{12}$ comme indiqué sur la figure 2. Le durcissement des composites dure une dizaine d'heures et se fait à l'aire libre, à température ambiante.



Figure 9 : Plaques des composites à plis-croisés [$\pm 62^\circ$] et [$90^\circ/35^\circ$]

5.1.3 Propriétés

Le tableau 6 présente la masse volumique et le taux des fibres dans le composite unidirectionnel et le composites à plis croisés. Ceux-ci ont été calculés en fonction de la masse de fibres dans une plaque, des masses volumiques des fibres et de la résine et du volume final de chaque plaque; le taux de porosité étant faible est négligé. L'épaisseur finale des plaques est de 3 mm en moyenne pour le composite unidirectionnel et pour les plis croisés.

	UD	PC [$\pm 62^\circ$]	PC [$90^\circ/35^\circ$]
Taux volumique de fibres (%)	77	68	68
Masse volumique (g/cm^3)	1.83	1.84	1.78
Température de transition vitreuse Tg ($^\circ C$)	85	85	85

Tableau 6 : Caractéristiques des plaques composites à fibres longues

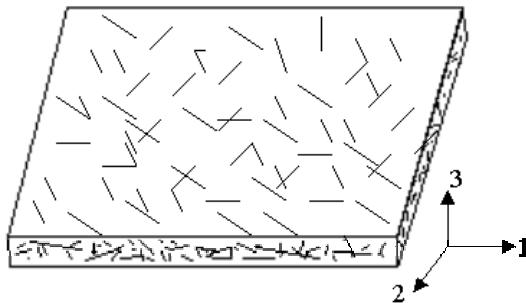
5.2 Composites à fibres courtes SMC

Les SMC sont couramment employés dans l'industrie automobile pour la réalisation de pièces de carrosserie en remplacement de certaines pièces métalliques en raison de ses bonnes propriétés mécaniques et physiques, ainsi que des avantages concernant sa production et sa mise en forme qui rendent son coût très compétitif [Aymerich *et al.* 1999].

Le composite SMC (Sheet Moulding Compound) étudié dans ce travail sont produits par calandrage à partir de renfort de fibres de verre courtes de longueur moyenne 25mm. Les couches primaires sont sous forme de mat, pré-imprégné de résine, les fibres étant orientées aléatoirement. La résine est de type polyester chargée de carbonate de calcium. La fraction volumique de fibres est relativement basse puisque de 30% environ [Jendlia *et al.* 2004]. Comme indiqué sur la figure 4, la distribution non contrôlée du carbonate de calcium et du renfort mènent à une structure fortement hétérogène.

Le tableau 7 présente les constantes d'élasticité du composite SMC. Les plaques ont pour épaisseur 2 mm (figure 10) et la masse volumique du matériau est de $\rho = 1926 \text{ kg/m}^3$.

C ₁₁	21.3
C ₁₃	6.5
C ₃₃	16.2
C ₄₄	4.3
C ₆₆	7.1

Tableau 7: Constantes d'élasticité du composite SMC**Figure 10 : Plaques des composites SMC**

6. Conditions expérimentales

6.1 Essais mécaniques

Les essais de fluage et de traction sur des éprouvettes de verre/polyester unidirectionnel et plis croisés ainsi que sur les éprouvettes de SMC, ont été réalisés sur une machine de traction MTS (Mechanical Testing System) ayant une capacité de chargement 5 KN, la mesure de charge s'effectue par l'intermédiaire d'une cellule dynamique à jauge de contraintes, situé dans la traverse mobile. Une chaîne de mesure à courant continu permet de traduire la force appliquée à la cellule en une tension électrique continue, convertie ensuite en une information numérique comme la déformation résultante. L'échantillon est maintenu par des attaches de serrages pneumatiques. Un four équipé d'un système de régulation thermique permet de travailler à température contrôlée.

De nombreux essais préliminaires ont permis de définir les conditions expérimentales optimales notamment en contrainte et température pour obtenir des essais de fluage avec des temps à rupture appréciables. Le tableau 8 résume ces conditions pour les différents matériaux.

Matériaux	Contrainte (MPa)	Température (°C)
UD 45°	23	60
UD 27°	9,5	60
PC [±62°]	15	60
PC [90°/35°]	22.1	60 et 53
SMC	41 et 48	90 et 100

Tableau 8 : Contraintes et températures d'essai pour chaque type de matériau

Le matériau composite SMC a été sollicité également en traction uniaxiale avec une vitesse de déplacement de 0,5 mm/min.

6.2. Géométrie des éprouvettes

6.2.1 Echantillons composites à fibres longues

Plusieurs éprouvettes de forme parallélépipédique, de longueur 120 mm, de largeur 14 mm et d'épaisseur 2 mm choisies en tenant en compte de l'épaisseur des plaques (3 mm) ont été réalisées. Les essais ont été effectués sur des éprouvettes unidirectionnelles à fibres orientées à 45° et 27° par rapport à l'axe de sollicitation ; et sur des éprouvettes à plis croisées dont les fibres sont orientées à +62° et -62° symétriquement, et aussi 90° et 35° par rapport à l'axe de sollicitation (Figure 11).

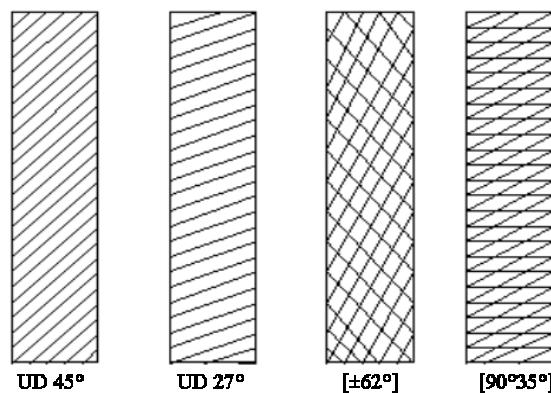


Figure 11 : Les différents types d'éprouvettes du composite UD et plis-croisés

6.2.2 Echantillons des composites à fibres courtes

Pour les composites SMC, des éprouvettes sous forme d'haltère ont été réalisées (Figure 12). Cette forme a été choisi afin de favoriser la concentration des contraintes dans la zone centrale de l'éprouvette et avoir une rupture finale dans cette zone. Aussi pour éliminer le glissement lors de la sollicitation mécanique, des fixations ont été positionnées dans des trous aménagés dans les éprouvettes au niveau des mors.

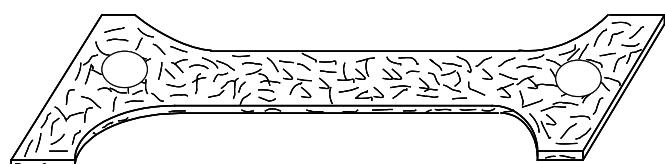


Figure 12 : Schéma des éprouvettes de SMC

6.3 L'émission acoustique

Le dispositif d'acquisition de l'émission acoustique est composé de deux capteurs résonnantes, de deux préamplificateurs d'un gain de 40 dB et d'une carte d'acquisition permettant également le traitement des données. L'acquisition et le traitement des données d'EA est effectué à l'aide du système MISTRAS 2001 développée par European Physical Acoustic (EPA).

Les deux capteurs résonnantes de type PAC micro80 ont une sensibilité qui varient entre 100 KHz et 1 MHz dont le pic de résonance est aux alentour de 300 KHz. Ils sont fixés sur la surface des éprouvettes permettant la localisation des sources d'endommagement.

Des réglages préliminaires du système d'acquisition sont effectués à l'aide de la procédure dite des ruptures de mine de crayons [Nielsen 1989]. Les paramètres de configuration permettent de déterminer les caractéristiques des salves acoustique parmi ces paramètres de réglage, on trouve les fenêtres d'acquisition temporelles glissantes nommées PDT, HDT et HLT qui signifient respectivement Peak Definition Time, Hit Definition Time, Hit lockout et sont définies comme suit

- PDT (Peak Definition Time) : elle permet la mesure du temps de montée et de l'amplitude maximale de la salve. Elle est fixée à 40 μ s.
- HDT (Hit Definition Time) : elle définit la durée d'acquisition d'une salve. Elle est utilisée pour individualiser les salves et les séparer d'éventuels échos. Le HDT doit être assez long pour assurer la mesure d'une salve entière et doit être le plus petit possible pour permettre l'acquisition d'un grand taux de salves et pour réduire le risque que deux événements séparés soit traités comme une seule salve. Elle est fixée à 80 μ s.
- HLT (Hit Lock-out Time) : fenêtre définissant le temps mort (temps d'aveuglement) après l'acquisition d'une salve. Sa fonction est d'empêcher toute mesure de réflexions ou d'activités tardives d'un événement d'EA. Elle est fixée à 300 μ s.

A cause des divers bruits indésirables (mécaniques, électriques...), ce système est équipé d'un seuil permettant de ne prendre en compte que les amplitudes des signaux d'un nivau assez élevé.

PDT	40 μ s
HDT	80 μ s
HLT	300 μ s
Seuil d'amplitude pour UD et PC	32 dB
Seuil d'amplitude pour SMC	40 dB

Tableau 9 : Fenêtres temporelles et seuil d'amplitude du système Mistras 2001

Un paramètre important pour la localisation des sources d'endommagement est la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans les différents matériaux (Tableau 10), cette vitesse a été mesurée à l'aide de rupture des mines de crayon à la surface du matériau [Nielsen 1989].

Matériaux	Vitesse de propagation moyenne (m/s)
UD 45°	3000
UD 27°	3300
PC [$\pm 62^\circ$]	2700
PC [90°/35°]	2800
SMC	2700

Tableau 10 : Vitesse de propagation des ondes selon le type d'échantillon

6.4 Caractérisation ultrasonore

La méthode de mesure ultrasonore consiste tout d'abord à mettre un échantillon de référence de même type que le composite à étudier entre un transducteur piézoélectrique ultrasonore (émetteur) excité par un générateur d'impulsion et un autre transducteur piézoélectrique (récepteur) pour avoir un signal de référence, ensuite on accolé ce matériau de référence à celui de mesure par une graisse de silicone et on l'excite par le générateur d'impulsion. Le signal obtenu est de la même forme temporelle que le signal de référence mais il est décalé de τ qu'on appelle temps de transit. Cet écart temporel est calculé directement par un programme développé sous Labview. La méthode de mesure est représentée sur la figure 5. Ainsi, connaissant le temps de transit et l'épaisseur de notre échantillon il est possible de calculer la vitesse de propagation et de remonter aux constantes d'élasticité qui sont liées aux propriétés élastiques du matériau C_{ij} et donc aux paramètres d'endommagement D_{ij} .

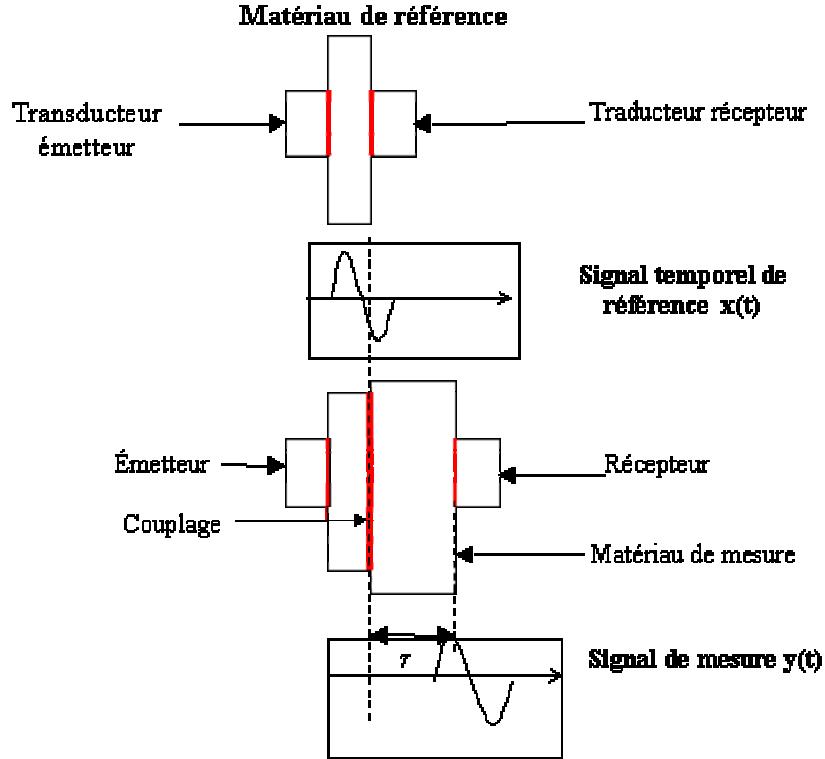


Figure 13 : Principe de mesure du temps de propagation

Durant les essais en fluage, l'émission acoustique est recueillie et la vitesse des ondes ultrasonores est mesurée dans le sens de l'épaisseur. Ainsi les événements acoustiques liés aux mécanismes microscopiques d'endommagement sont directement reliés à l'évolution des propriétés élastiques et à la perte de rigidité macroscopique du matériau. Le schéma général qui illustre les essais de traction suivi par émission acoustique et par les ultrasons est représenté dans la figure 6

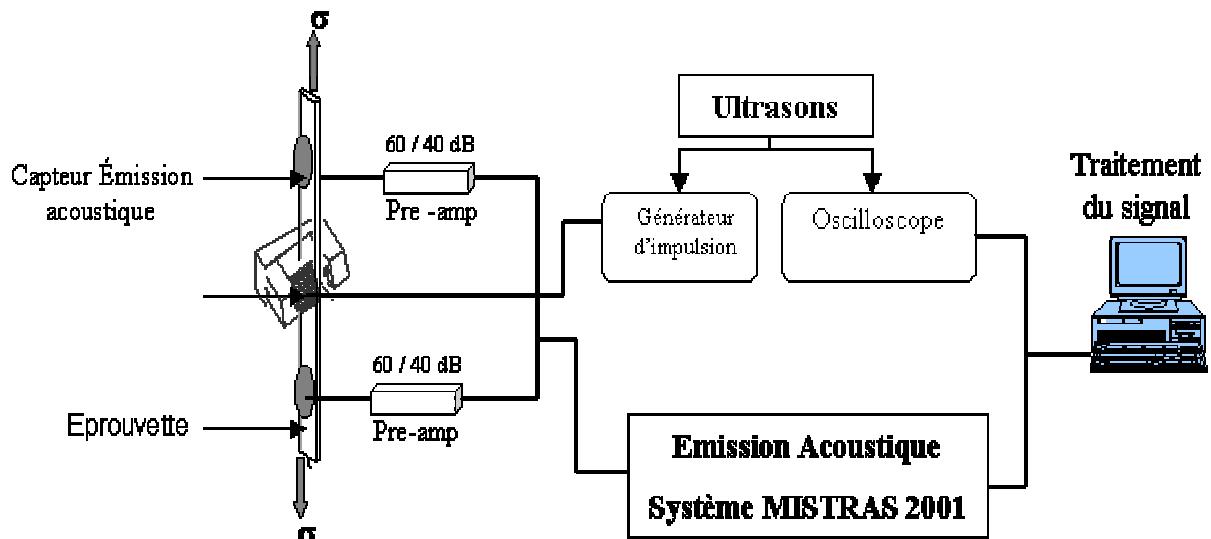


Figure 14 : Dispositif expérimental

CHAPITRE II

Evaluation non destructive de l'endommagement et de la rupture

1. Identification des mécanismes d'endommagement et de la rupture

1.1 Rappels bibliographiques

Motivées par les besoins d'applications de contrôle industriel nécessitant l'emploi de procédures simples, de nombreuses études ont tenté de mettre au point des méthodes de différenciation des mécanismes sources des signaux d'émission acoustique sur des composites chargés, par l'emploi d'un seul paramètre extrait des formes d'ondes. Le paramètre le plus utilisé à cette fin est l'amplitude des signaux d'émission acoustique. Une étude bibliographique assez conséquente a été faite à ce sujet par Huguet [Huguet 2002]. Nous en reprenons ci-après les principaux points.

Chen et al [Chen, Karandikar et al. 1992] ont étudié l'évolution de l'amplitude des signaux d'émission acoustique reçus lors d'essais de flexion et de traction monotone sur des composites à fibres courtes. Les résultats obtenus, comparés à des observations micrographiques à différents stades des essais, ont permis d'identifier deux zones d'amplitudes correspondant à des mécanismes différents: de 60 à 80 dB pour la fissuration de la matrice et de 70 à 90 dB pour les ruptures de fibres et le déchaussement (pull-out). Kim et Lee [Kim and Lee 1997] ont réalisé des essais de mises en charge successives sur des échantillons de composite carbone / polymère à plis croisés [0/90]. La fissuration matricielle a été reliée aux signaux de faibles amplitudes (40 à 70 dB) et les ruptures de fibres à ceux de fortes amplitudes (60 à 100 dB). Karger-Kocsis et al [Karger-Kocsis, Harmia et al. 1995] ont analysé l'amplitude des signaux d'émission acoustique provenant d'essais jusqu'à rupture sur des éprouvettes CT réalisées en composite à matrice polypropylène et fibres de verre longues ou courtes. L'évolution de l'amplitude au cours des essais a permis d'établir un classement des modes d'endommagement (fissuration matricielle / décohésions / pull-out / ruptures de fibres) en partant des amplitudes les plus faibles aux plus fortes.

Kotsikos et al. [Kotsikos, Evans et al. 1999; Kotsikos, Evans et al. 2000] ont étudié l'émission acoustique reçue lors d'essais de fatigue sur des échantillons de stratifiés [0/90] à fibres de verre et matrice polyester. La fissuration matricielle a été associée aux signaux d'amplitudes comprises entre 40 et 55 dB, le déclaminage de 55 à 70 dB et les ruptures de fibres aux signaux de plus de 80 dB. Ceysson et al. [Ceysson, Salvia et al. 1996] ont effectué différents types d'essais de flexion sur des stratifiés fibres de carbone / matrice époxy. Les distributions en amplitude étaient centrées sur la valeur de 50 dB pour la fissuration matricielle et sur la valeur de 62 dB pour le déclaminage. Ces distributions présentaient toutefois un assez fort recouvrement. Enfin plusieurs travaux de Benzeggagh et al.

[Benzeggagh, Barre et al. 1992; Barre and Benzeggagh 1994] ont porté sur l'étude de l'amplitude des signaux, sur différents types de composites. Quatre zones d'amplitudes ont été identifiées sur un composite à fibres de verre courtes et matrice polypropylène sollicité en fraction statique et en fatigue: de 40 à 55 dB pour la fissuration matricielle, de 60 à 65 dB pour les décohésions, de 65 à 85 dB pour le pull-out et de 85 à 95 dB pour les ruptures de fibres. Ce traitement de la distribution de l'amplitude des signaux a été utilisé dans des études réalisées sur des matériaux de nature différente (composite fibre de verre/matrice polyester, composite fibre de verre/matrice époxy) [Margueres, Meraghni et al. 2000; Scida, Aboura et al. 2002].

Plusieurs conclusions peuvent être tirées à partir de ces différents travaux qui ont été menés sur divers types de composites et dans des conditions (essais, acquisition de l'émission acoustique) très variable. Les résultats sont résumés sur le Tableau 1. Il apparaît qu'à partir de l'amplitude des signaux d'émission acoustique provenant des modes d'endommagement les plus fréquemment rencontrés dans les composites, un classement peut être fait. Ainsi par amplitude décroissante on peut classer les ruptures de fibres, les décohésions et délaminage et enfin la fissuration matricielle. Il est cependant clair que les valeurs absolues (en amplitude) des zones concernées varient d'un type d'essai à l'autre, d'un matériau à l'autre, etc. Cependant, il semble que, dans la plupart de ces études, les zones même bien identifiées par rapport à l'endommagement correspondant, présentent des recouvrements et rendent incertaine l'attribution d'un signal à un endommagement ayant réellement eu lieu, lorsque son amplitude se trouve dans une zone de recouvrement. Cette conclusion avait déjà été formulée par différents auteurs [Awerbuch and Ghaffari 1986; Eckles and Awerbuch 1988].

Mode d'endommagement	Chen et al	Kim Lee	Koysikos et al	Ceysson et al	Benzeggagh
Fissuration matricielle	60 - 80 dB	40 - 70 dB	40 - 55 dB	50 dB	40 - 55 dB
Décohésion, délaminage			55- 70 dB	62 dB	60 - 65 dB
Rupture de fibres	70-90 dB	60-100 dB	> 80 dB		85-95 dB

Tableau 1 : Synthèse des zones d'amplitudes associées aux différents modes de rupture dans la bibliographie

Une possibilité pour contourner ce problème est l'analyse simultanée de plusieurs paramètres. Ceci a été fait par Uenoya [Uenoya 1995] sur des stratifiés fibres de verre matrice époxy sollicités en flexion. Les signaux ont été analysés en fonction de leur amplitude et de leur temps de montée. Trois zones (fissuration matricielle, décohésions/délaminage,

ruptures de fibres) ont été identifiées, avec toutefois la persistance de recouvrements liés à la proximité spatiale de celles-ci.

Hill [Hill 1992; Hill, Walker II et al. 1996] a étudié, sur des cuves à pression en composite verre/époxy et carbone/époxy, les influences de l'énergie et de l'amplitude des signaux. Ces deux paramètres étaient utilisés dans un but de prévision de rupture de la cuve.

Les différents travaux indiquent clairement la nécessité d'analyser les signaux d'émission acoustique par, non pas un, mais plusieurs paramètres avec comme perspective d'étudier les évolutions des modes d'endommagement lors d'essais non triviaux sur des matériaux ou structures plus complexes que des échantillons «école », pour lesquels il est en revanche clair qu'une simple analyse en amplitude est, la plupart du temps, suffisante.

Outre les auteurs cités plus haut, des études récentes vont dans le sens de l'utilisation d'un analyse multiparamètre pour identifier les mécanismes sources d'EA. Citons les travaux de Dalmas et al [Dalmas, Benmedakhene et al. 2001; Dalmas, Benmedakhene et al. 2003], Dzenis et Qian [Dzenis and Qian 2001], Huguet et al [Huguet, Godin et al. 2002; Godin, Huguet et al. 2004].

Les travaux de Huguet et al. et Godin et al. ont été menés au laboratoire. Ils ont procédé à une analyse conventionnelle simultanée de plusieurs paramètres d'émission acoustique lors d'un essai de traction monotone sur des matériaux composites unidirectionnels à matrice polyester renforcée par des fibre de verre, de même nature que ceux objets de notre étude. Des échantillons 'écoles' ont été définis. Des essais en traction monotone ont été menés tout d'abord sur la matrice seule de manière à identifier les signaux caractéristiques de la microfissuration matricielle. D'autre essais ont été menés sur des éprouvettes unidirectionnelles avec une orientation des fibres à 90° et 45° de l'axe de sollicitation pour favoriser la décohésion fibre-matrice et identifier les signaux d'EA correspondant à ce mécanisme. Enfin des essais ont été conduit sur des composites monofilamentaires pour identifier les signaux correspondant à la rupture des fibres. L'analyse paramétrique des signaux d'EA a été effectuée en considérant leur l'amplitude, le temps de monté, la durée et l'énergie des signaux d'EA. Cette étude a permis d'identifier 3 types de signaux dénommés signaux de type A, B et C respectivement . Leur principales caractéristiques sont:

- Signaux de Type A : Leur amplitude est comprise entre 50 à 70 dB. Il sont caractérisés par des formes d'onde de faibles durée, un temps de monté assez lent et une énergie relativement faible.

- Signaux de Type B : Leur amplitude est comprise entre 70 à 100 dB. Leurs formes d'onde, différentes de celle du type A sont caractérisées par des temps de monté assez court et des énergies plus élevées.

- Signaux de type C : Ils ont des temps de montée ainsi que des temps de décroissance relativement court avec des amplitudes variées, couvrant toute les gammes d'amplitude. Ces signaux sont très proches des signaux type B.

Cette classification s'est néanmoins avérée insuffisante pour évaluer l'importance relative des modes d'endommagement identifiés et leur cinétique d'évolution en cours d'essai. Pour ce faire, un outil statistique multivariable de type réseau de neurones a été développé par ces auteurs. Cette approche a donné de très bon résultats sur les composites unidirectionnels et des résultats moins satisfaisants sur des matériaux plus complexes comme les composites à plis croisés. L'étude de S. Huguet a en effet porté sur des plis croisés polyester fibre de verre [± 55] et [± 35], les angles étant repérés par rapport à l'axe de sollicitation. Cependant l'application de la méthode des k-moyenne [Venkateswarlu and Raju 1992; Likas, Vlassis et al. 2002] appliquée aux nœuds de la carte de Kohonen [Hatori and Takahashi 1999] a permis d'identifier outre les signaux de type A et B de nouveaux signaux dits de type D. Ces signaux qui couvrent généralement toutes les gammes d'amplitude sont assez énergétiques. Ils ont des durées très longues et des temps de montée très lents. S. Huguet les a attribué au phénomène de délamination entre plis. Les différents signaux A, B, C et D et les mécanismes correspondants sont résumés sur le tableau 2.

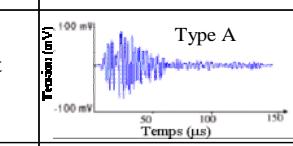
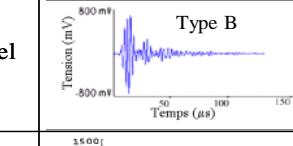
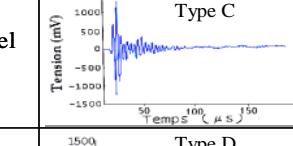
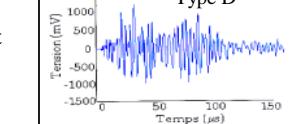
	Temps de montée	Durée du signal	Décroissance du signal	Type du signal	Forme du signal
Type A	Moyen	Moyenne	Lente	Résonnant	 <p>Type A</p>
Type B	Court	Moyenne	Courte	Impulsionnel	 <p>Type B</p>
Type C	Court	Courte	Courte	Impulsionnel	 <p>Type C</p>
Type D	Lent	Très longue	Lente	Résonnant	 <p>Type D</p>

Tableau 2 : Caractéristiques des types de signaux A, B, C et D

Ces différents travaux nous ont incité de faire une analyse multiparamétrique des signaux d'émission acoustique, afin d'identifier les différents mécanismes d'endommagement produits lors des essais de fluage en traction sur les composites Verre/polyester unidirectionnels et à plis croisés et SMC objet de notre étude, dans la continuité du travail de S. Huguet.

1.2 Essais de fluage sur des composites unidirectionnels (UD) à fibres longues à 45° par rapport à l'axe de sollicitation

1.2.1 conditions d'essai

Obtenir des essais de fluage conduisant à la rupture sur des composites à fibre n'est pas chose aisée, ainsi nous avons été amenés à réaliser de nombreux essais préliminaires qui nous ont permis de définir les conditions expérimentales optimales notamment en contrainte et température afin d'obtenir des essais de fluage avec des temps à rupture appréciables. Ces conditions d'essais (contrainte appliquée, température, durée totale de l'essai et déformation à rupture) sont résumées sur la tableau 3. Des essais ont été menés sur 6 éprouvettes prélevées sur la même plaque.

Eprouvette	Contrainte (MPa)	Température (°C)	Temps à rupture (s)	Déformation à rupture
1	23	60	1086	0.07
2	23	60	1851	0.08
3	23	60	2464	0.09
4	23	60	2700	0.09
5	23	60	3105	0.09
6	23	60	4912	0.09

Tableau 3 : Principales conditions des essais de fluage sur le composite UD 45°

Nous avons constaté lors de cette campagne d'essai que la déformation à rupture présentait peu de dispersion contrairement au temps à rupture qui lui est très variable. Cette dispersion des temps à rupture est certainement due aux défauts présents de manière hétérogène dans les différentes éprouvettes.

1.2.2 Essai de fluage : réponse en déformation et en EA

Classiquement, les réponses en fluage sont séparées en trois zones, le fluage primaire qui est caractérisé par une décroissance rapide de la vitesse de déformation, le fluage secondaire qui correspond à un état stationnaire pour lequel la vitesse de déformation est pratiquement constante suivi du fluage tertiaire caractérisé par une augmentation très rapide

de la vitesse de déformation culminant avec la rupture du matériau. Sur la figure 1 (a) est représenté un exemple typique (éprouvette N°1) de la réponse en déformation et en EA (nombre de coups cumulés) à une contrainte appliquée constante des composites UD45. Sur la figure 1 (b) est représenté l'évolution de la vitesse de déformation en fonction du temps ainsi que l'amplitude des salves d'EA au cours du temps. La réponse de l'UD45 est globalement conforme au courbes de fluage classique. Cependant si l'on observe très clairement une décroissance très rapide de la vitesse de déformation en début d'essai et une augmentation très rapide de cette même vitesse de déformation en fin d'essai correspondant respectivement aux fluages primaires et secondaires, la zone de fluage secondaire qui correspond à une vitesse de déformation nulle n'est pas clairement identifié. Il semble pour la plupart des essais que nous assistons graduellement au passage du fluage primaire au fluage tertiaire avec une zone de transition relativement longue que l'on peut associer au fluage secondaire (figure 1 (b)), cette zone de transition est caractérisée par le minimum du taux de déformation qui correspond au temps de transition notée t_{mdef} . Les t_{mdef} pour toutes les éprouvettes, sont présentés dans le tableau 4. En ce qui concerne la réponse en EA, comme cela est indiqué sur la figure 1 (a), cette réponse est très importante pendant la baisse rapide du taux de déformation. Pendant la zone de transition, l'activité acoustique est faible, elle redevient très importante en fin d'essai avec l'augmentation rapide du taux de déformation lors du fluage tertiaire. Ce régime engendre des signaux couvrant toutes les gammes d'amplitudes, correspondant visiblement à plusieurs mécanismes d'endommagement. L'étude de ces mécanismes d'endommagement et leur discrimination est menée dans le paragraphe suivant.

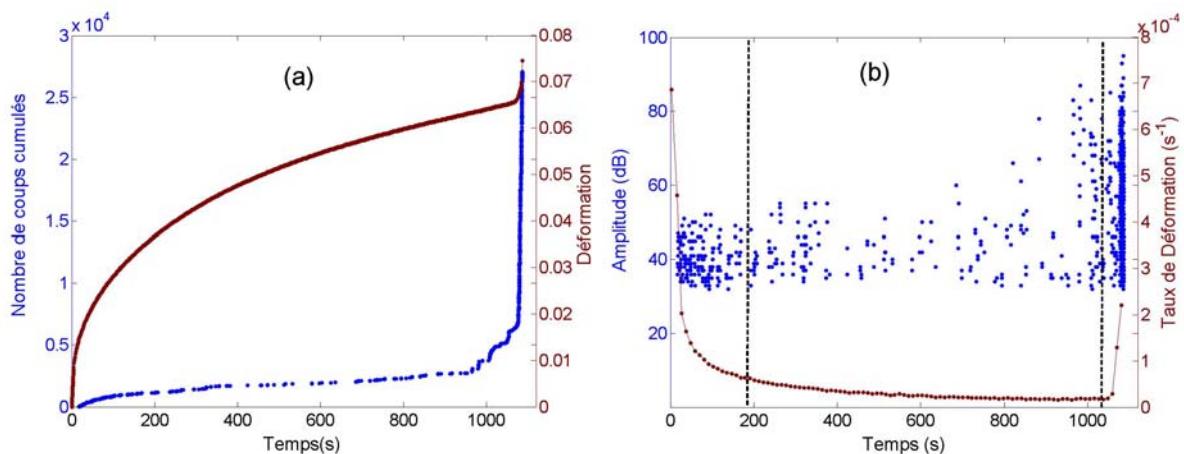


Figure 1 : (a) UD45 : Courbe de déformation avec suivi de l'EA, (b) UD45: Taux de déformation et amplitude des signaux d'EA.

Lors de ce travail, nous avons exploré la possibilité de caractériser le fluage de nos matériaux à partir du taux d'événements acoustiques et son évolution avec le temps. Un exemple de ce taux est donné sur la Figure 2. L'évolution de ce taux avec le temps est assez

similaire à celle du taux de déformation représenté sur la même figure. De la même façon que pour le taux déformation, nous avons déterminé le temps correspondant au minimum du taux d'événements acoustiques, appelé t_{mEA} . Ces résultats sont présentés sur le Tableau 4. On peut remarquer qu'en général les t_{mEA} sont inférieurs aux t_{mdef} . D'autres corrélations seront étudiés plus loin.

Eprouvette	t_{mdef} (s)	t_{mEA} (s)
1	929	560
2	1564	1223
3	2212	1153
4	2538	1649
5	2810	1323
6	3313	4682

Tableau 4 : Récapitulation des temps correspondants au minimum du taux de déformation t_{mDef} et du taux d'événements acoustiques t_{mEA} pour les UD45

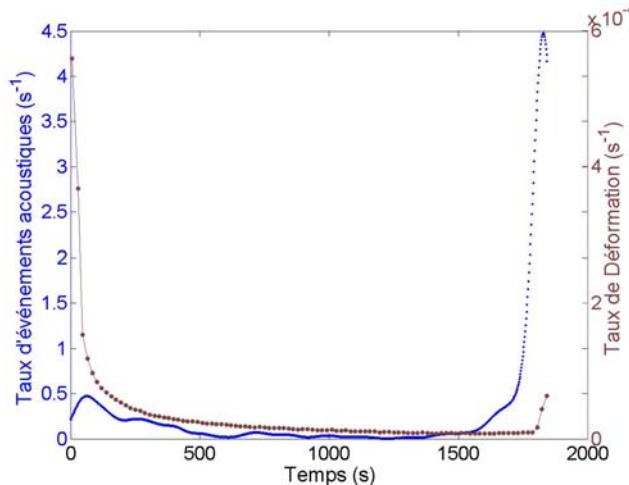


Figure 2 : Evolution du taux de déformation et du taux d'événements acoustiques dans un essai de fluage sur un UD45.

1.2.3 Identification des mécanismes d'endommagement

La distribution de l'amplitude des salves d'émission acoustique reçues lors des essais de fluage sur les éprouvettes unidirectionnelles UD45° est présentée sur la Figure 3. L'analyse des distributions d'amplitude de ces signaux montre la présence d'événements acoustiques dont les amplitudes sont situées entre 32 et 95 dB.

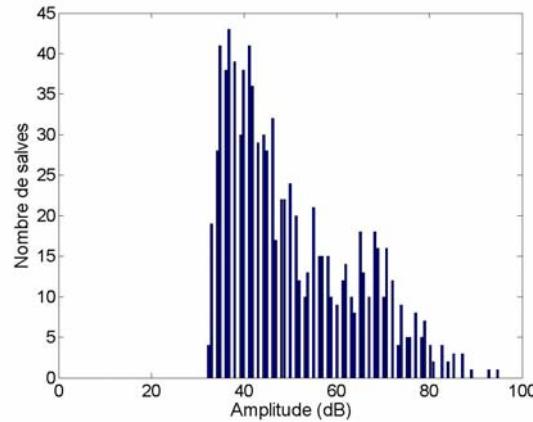


Figure 3 : Distribution d'amplitude des signaux d'EA lors d'un essai de fluage sur UD 45°

Pour affiner notre analyse, nous avons réparti chaque essai suivant les trois zones de fluage, primaire, secondaire et tertiaire (figure 5) déterminées précédemment. Rappelons que la zone de fluage secondaire correspondant ici à la zone où la vitesse de déformation varie le moins. Pour ce faire nous nous sommes basés sur l'étude conventionnelle faite par S. Huguet [Huguet 2002] sur des matériaux très similaires à ceux considérés dans ce travail (même résine, même fibres) sollicités à vitesse de déformation constante dans le cas de S Huguet. Cette étude a permis d'identifier la signature acoustique de la fissuration matricielle (type A) et la décohésion interfaciale fibre/matrice (Type B). Le tableau 5 résume les caractéristiques de ces deux mécanismes d'endommagement. La figure 4 montre la forme caractéristique des signaux associés.

	Amplitude (dB)	Energie (unité arbitraire)	Temps de monté (μs)	Type du signal
Type A	50 - 70	5	Moyen	Résonant
Type B	70 - 100	13	Court	Impulsionnel

Tableau 5 : Caractéristiques moyens des signaux type A et type B

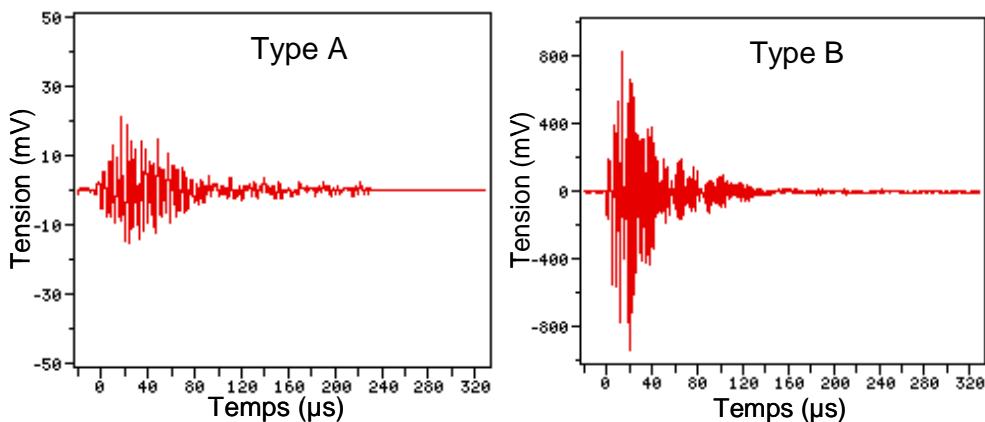


Figure 4 : Signaux de type A (a) et de type B (b) dans un essai de fluage sur composite

Afin de confirmer l'hypothèse de l'existence de ces deux mécanismes dans nos essais de fluage, nous avons tracé les évolutions en cours d'essais des distributions d'amplitudes de l'EA générée (Figure 5).

- Pendant le fluage primaire, ne sont détectés que des signaux d'amplitudes ne dépassant pas 55 dB. Ces signaux correspondent d'après notre classification aux signaux de type A caractéristiques de la microfissuration matricielle. Nous en concluons que, pendant le fluage primaire, le mécanisme dominant d'endommagement est la microfissuration matricielle;

- Pendant le fluage secondaire, nous détectons toujours des signaux de type A dont l'amplitude ne dépasse pas 55 dB (signaux de type A) avec apparition de signaux plus fort apparentés aux signaux de type B de notre classification. Ces signaux correspondent à la décohésion fibre/matrice. Ils représentent environ 8% des signaux reçus dans cette seconde étape. Ces signaux attestent du déclenchement d'un nouveau mécanisme d'endommagement à savoir le phénomène de décohésion fibre/matrice ;

- Dans le fluage tertiaire, nous détectons des signaux de toutes les gammes d'amplitude, apparentés aux signaux de types A et B, avec une augmentation des signaux de type B par rapport au régime précédent. Leur nombre devient plus importants à la fin de l'essai. Ils représentent environ 16% des signaux reçus entraînant probablement la rupture des matériaux.

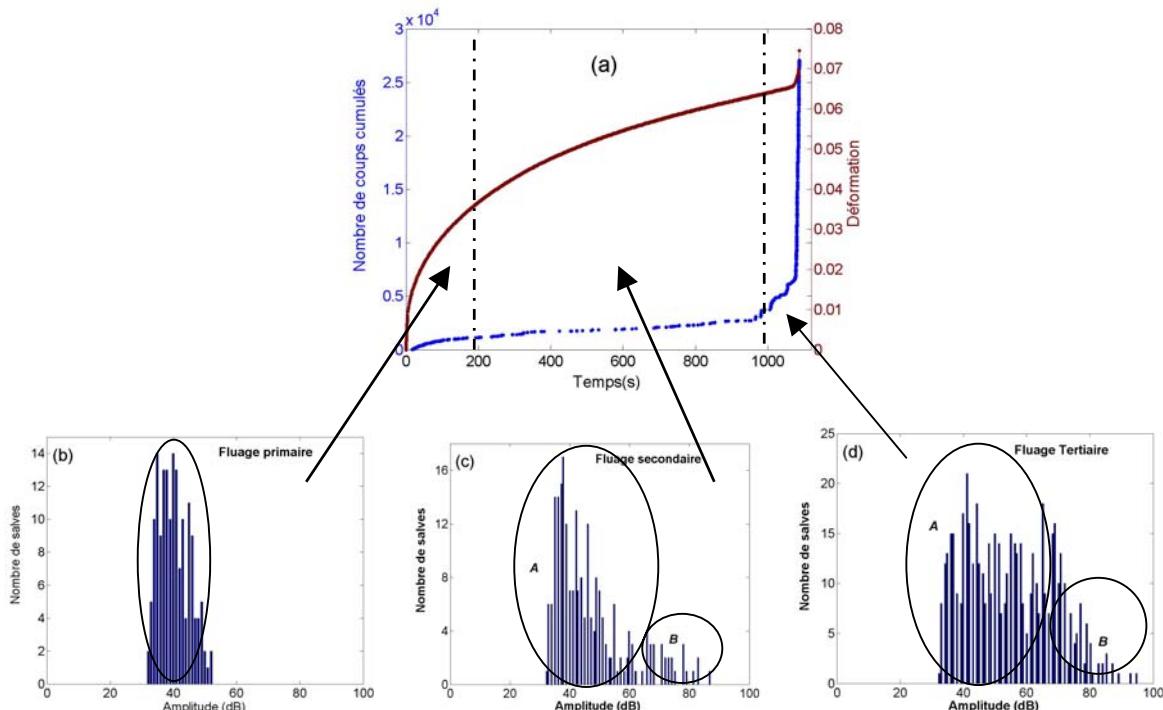


Figure 5 : Chronologie de la distribution en amplitudes le long dans des UD45° (a) réponse en déformation et en EA, (b) fluage primaire, (c) fluage secondaire, (d) fluage tertiaire

Pour mieux cerner l'existence de ces deux types de signaux, nous avons suivi l'évolution de l'énergie absolue et de la durée de chaque signal acoustique reçu en fonction de l'amplitude (Figure 6).

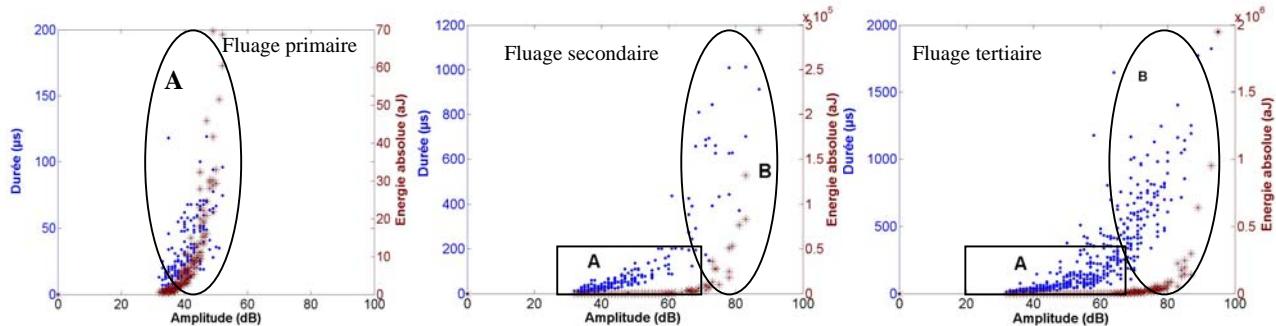


Figure 6 : La réponse acoustique de la durée et de l'énergie absolue des salves en fonction de l'amplitude dans UD45

Cette distribution corrobore bien nos conclusions précédentes. En effet dans la zone de fluage primaire il n'apparaît que des signaux de type A. Ces signaux sont caractérisés par une durée et une énergie absolue faibles. Dans le fluage secondaire, on retrouve des signaux de type A majoritairement mais il y a apparition de quelques signaux de *type B* qui ont une énergie qui dépasse 4000 aJ et une durée plus importante que ceux du type A. Enfin dans le fluage tertiaire les deux types de signaux A et B sont présents, ces derniers deviennent plus importants de plus en plus énergétiques en fin d'essai à l'approche de la rupture.

Cette analyse paramétrique nous permet de confirmer l'hypothèse que les mécanismes d'endommagement présents dans les composites UD45 sont la microfissuration matricielle et la décohésion fibre/matrice avec probablement un comportement critique du 2^{ème} mécanisme conduisant à la rupture.

1.2.4 Observations microscopiques

Dans le but de confirmer nos conclusions sur les mécanismes d'endommagement identifiés par EA pendant les essais de fluage des composites UD45, nous avons conduit une analyse microscopique à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB), sur des échantillons post-mortem.

Cette partie rassemble les observations effectuées sur les matériaux composites UD 45° dans la zone de rupture (Figure 7). Deux grossissements de cette vue sont présentés sur les figures 8 et 9. La figure 8 permet de distinguer la fissuration matricielle dans la zone utile de l'échantillon, une décohésion fibre /matrice peut être observée sur la figure 9. Il n'y a aucune rupture de fibres. Ces observations concordent parfaitement avec les résultats trouvés par l'analyse paramétrique des signaux d'émission acoustique.

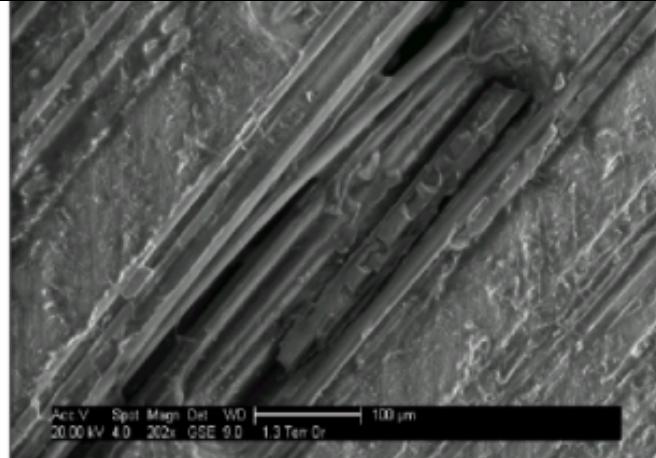


Figure 7 : Micrographie de la zone de rupture d'un échantillon UD45 après un essai de fluage.



Figure 8 : Micrographie d'une fissuration matricielle après un essai de fluage sur composite UD45



Figure 9 : Micrographie d'une décohésion fibre/ matrice dans un composite UD 45°

L'analyse conventionnelle des données d'EA nous a permis d'identifier la signature acoustique de la microfissuration matricielle et celle de la décohésion fibre-matrice émise par les composites UD45 sollicités en fluage. Nos résultats sont corroborés avec ceux de S.Huguet [Huguet 2002] sur les mêmes composites sollicités en traction uniaxiale à vitesse de déformation constante.

Une analyse microscopique à l'aide d'un microscope électronique environnemental à balayage (ESEM) sur nos éprouvettes post-mortem, nous a permis de valider l'existence des deux mécanismes sources identifiés par EA pendant les essais de fluage.

1.3 Influence de l'orientation des fibres sur la réponse en fluage des composites unidirectionnels

Pour les composites UD, l'angle que fait la direction de sollicitation avec la direction des fibres est un paramètre important. Ce paramètre conditionne la valeur des contraintes de cisaillement dans le matériau [Chamis and Sinclair 1977; Ducret, El Guerjouma et al. 2000] [Chamis and Sinclair 1977]. Concernant les composites unidirectionnel, ce paramètre a par le biais des contraintes de cisaillement un effet direct sur la sollicitation de l'interface fibre/matrice. L'activité acoustique qui en découle peut ainsi être considérablement modifiée. Ceci nous a conduit à étudier le comportement en fluage d'un composite unidirectionnel identique au précédent dont les fibres sont orientées à 27° par rapport à l'axe de sollicitation noté UD27.

1.3.1 Etude du taux de déformation et d'EA pour les UD27

La réponse en déformation en fluage des UD27 est relativement similaire à celle des UD45 comme on peut le constater sur la figure 10. Cependant sur la même figure il est clair que le comportement en émission acoustique est différent. De manière à mieux cerner ces différences nous avons représenté sur la figure 11 (a) l'évolution du taux de déformation et de l'amplitude des signaux acoustiques au cours du temps pendant un essai de fluage sur un UD27. De manière à pouvoir comparer d'un point de vue activité acoustique, le comportement des UD27 à celui des UD45, nous avons reproduit sur la figure 11 (b) l'évolution du taux de déformation et de l'amplitude des signaux acoustiques au cours du temps pendant un essai de fluage sur un UD45.

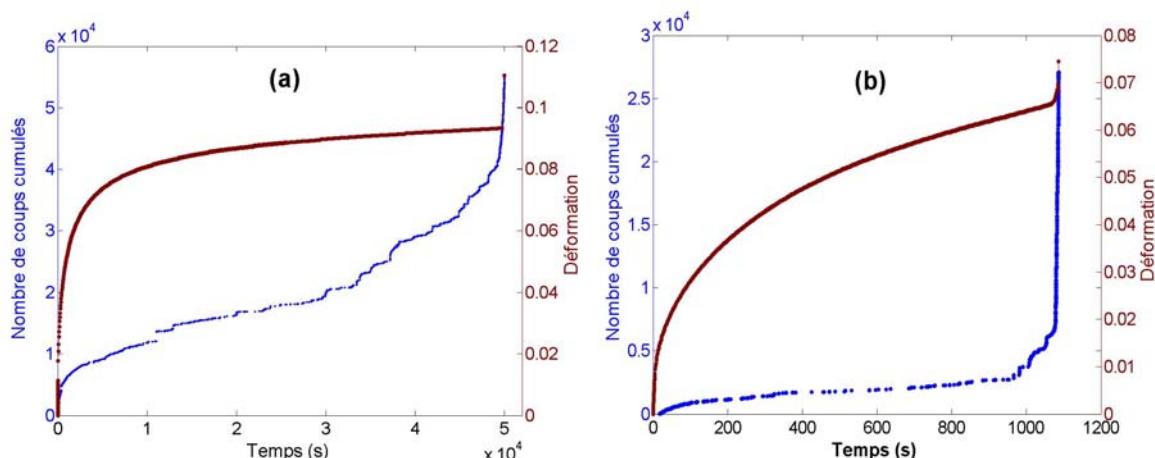


Figure 10 : Courbe de déformation et activité acoustique cumulée : UD27* (a) et UD45 (b)

Nous constatons que les UD27 ont une activité acoustique beaucoup plus importante, comme on peut le constater sur le nombre de coups cumulés (figure 10 (a) et (b)). On a par ailleurs des signaux de type B qui apparaissent sur les UD27 dès le fluage primaire (figure 11).

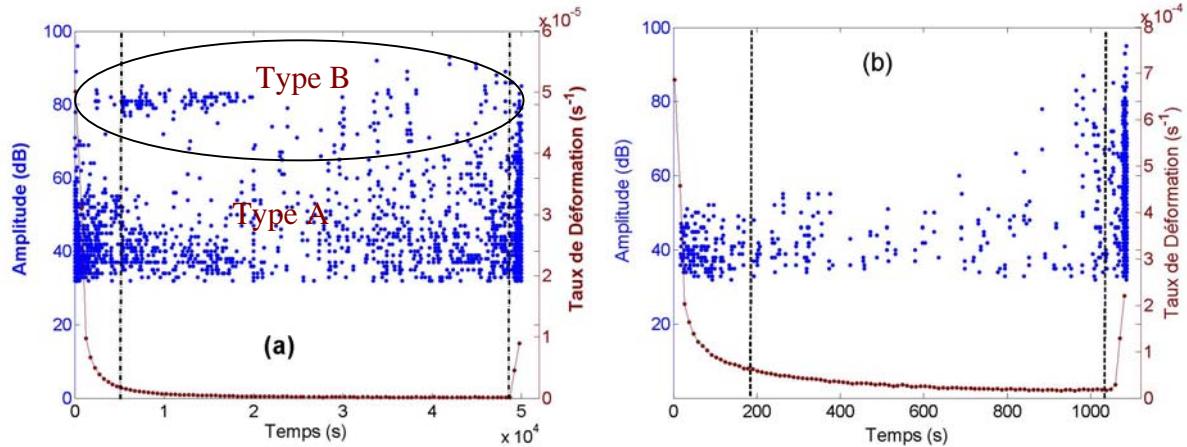


Figure 11 : Evolution du taux de déformation et de l'amplitude d'EA en fonction du temps (a) UD27, (b) UD45

1.3.2 Mécanismes d'endommagement : influence de l'orientation des fibres

Un exemple de la distribution de l'amplitude des salves d'émission acoustique reçues lors de la totalité des essais de fluage sur les éprouvettes unidirectionnelles UD27 est présenté sur la Figure 12. L'analyse des distributions d'amplitude de ces signaux montre clairement la présence de deux familles distinctes de signaux, ceux du type A et ceux du type B. Cette distinction n'était pas très claire pour les UD45. On remarque par ailleurs que le nombre de salves acoustiques est plus important pour l'UD27 que pour l'UD45.

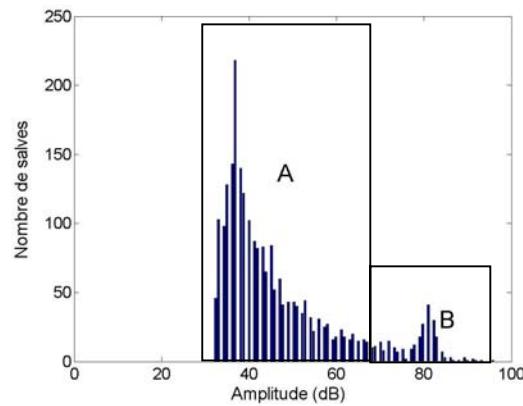


Figure 12 : Distribution d'amplitude des signaux d'EA reçus lors d'un essai de fluage sur un UD27

Afin de mieux cerner l'influence de l'orientation des fibres sur la réponse de l'activité acoustique témoin de l'endommagement, nous avons tracé les histogrammes des distributions d'amplitudes pour les trois zones de fluage (primaire, secondaire, tertiaire) pour les UD45 et les UD27 (Figure 13).

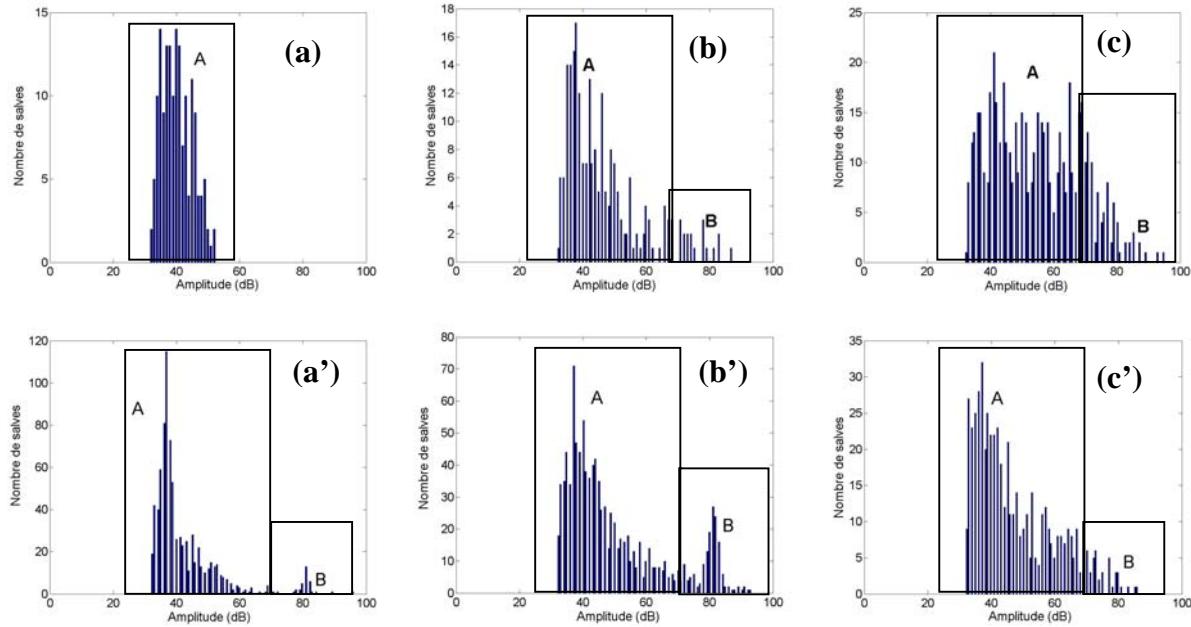


Figure 13 : Chronologie de la distribution en amplitudes dans des UD45 et UD27 : fluage primaire (a et a'), secondaire (b et b'), tertiaire (c et c').

A la lumière de ces histogrammes, il est clair que les signaux de type B sont présents sur les UD27 dès la fluage primaire, ce n'est pas le cas des UD45 (Figure 13 (a) et (a')). Pendant le fluage secondaire (Figure 13 (b) et (b')), les signaux type B commencent à apparaître sur les UD45 alors que leur nombre augmente significativement sur les UD27, toujours bien séparés des signaux de type A. Pendant le fluage tertiaire (Figure 13 (c) et (c')), il y a de plus en plus de recouvrement entre les deux types de signaux avec toujours plus d'émission acoustique pour les UD 27 que pour les UD45.

A partir des travaux antérieurs de S. Huguet et de nos expériences sur les matériaux école UD45 et UD27, nous avons pu dans une première étape bien comprendre et identifier les mécanismes d'endommagement élémentaires à partir de l'EA et de l'étude de la déformation en fluage : fissuration matricielle et décohésion fibre/matrice. Sachant que l'orientation des fibres par rapport à l'axe de sollicitation (même si nous n'avons considérés que deux directions, 45 et 27) est un paramètre très important, du fait qu'il a un effet direct sur la sollicitation de l'interface fibre/matrice. En effet plus on s'approche de la direction où le cisaillement est maximum plus les signaux de type B sont nombreux, dans notre cas on sollicite plus l'interface dans les UD27 que dans les UD45. Ce travail, limité à deux

directions, montre l'importance de la direction de sollicitation pour les composites unidirectionnels dans les processus d'endommagement. Notre travail aurait été plus complet si nous avions considéré plus de directions, ceci fait partie des suites à donner à ce travail.

Les matériaux composites unidirectionnels sont d'excellents matériaux école qui permettent de bien comprendre les mécanismes d'endommagement, ils ne sont cependant pas représentatifs des matériaux industriels à la microstructure plus compliquée et pour lesquels peu d'études ont été menés. Pour aller dans ce sens nous nous sommes intéressés à des matériaux composites stratifiés à plis croisés $[\pm 62]$ et $[90/35]$ et SMC (sheet moulding compound) plus proches de ceux utilisés en service dans les installations. Ces matériaux ont été présentés précédemment, notons cependant que les SMC sont réputés plus hétérogènes que les stratifiés à plis croisés, nous allons étudier à l'endommagement et la rupture de ces matériaux et nous intéressés à l'effet de l'hétérogénéité sur leur endommagement et leur rupture.

1.4 Mécanismes d'endommagement en fluage des composites à plis-croisés $[\pm 62]$ (SPC $[\pm 62]$)

1.4.1 Conditions d'essai

Pour obtenir des essais de fluage conduisant à la rupture des éprouvettes Stratifiés à Plis Croisés (SPC) $[\pm 62]$ dénommés SPC $[\pm 62]$, nous avons procédé de la même façon que pour les UD45 et UD27. Plusieurs essais préliminaires sur 14 éprouvettes nous ont permis de définir les conditions expérimentales optimales notamment en contrainte et température afin d'obtenir des essais de fluage avec des temps à rupture appréciables. Les composites SPC $[\pm 62]$ sont ainsi sollicités avec une contrainte de 15 MPa à 60°C. Les résultats présentés dans ce chapitre concernent 7 éprouvettes prélevées sur la même plaque. Les temps et déformations à rupture pour l'ensemble des éprouvettes sont présentés dans le Tableau 6.

Eprouvette	Temps à rupture (s)	Déformation à rupture
1	3358	0.35
2	6180	0.40
3	6617	0.39
4	8518	0.44
5	10215	0.31
6	13320	0.38
7	154400	0.36

Tableau 6 : Les temps et déformation à rupture pour les essais de fluage sur composites SPC $[\pm 62]$

Il apparaît sur ce tableau que la déformation à rupture présente peu de dispersion contrairement au temps à rupture qui lui est très différent d'une éprouvette à l'autre, variant de quelques heures à plusieurs jours. Cette dispersion des temps à rupture est là aussi certainement due à des défauts présents dans les différentes éprouvettes. En revanche, les déformations à rupture sont de 37% en moyenne avec une faible dispersion.

1.4.2 Fluage des plis croisés [± 62] : étude de la déformation et de l'EA

Sur la Figure 14 est représenté un exemple typique (éprouvette N°1) de la réponse en déformation et en EA (nombre de coups cumulés et amplitude en fonction du temps) à une contrainte appliquée constante, des composites SPC[± 62] (Figure 14 (a) et (b)).

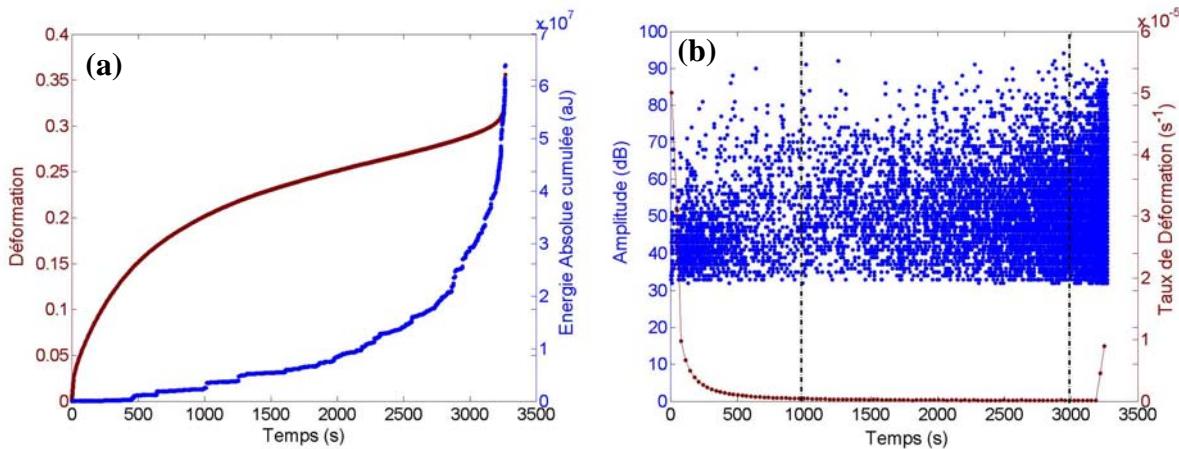


Figure 14 (a) PC[± 62] N°1: Courbe de déformation avec suivi de l'activité acoustique, (b) PC[± 62] N°1 : Taux de déformation et l'amplitude des signaux d'EA

La réponse des SPC[± 62] est à première vue globalement conforme aux courbes de fluage classiques. Cependant, comme cela a déjà été remarqué sur les composites UD, si l'on observe très clairement une décroissance très rapide de la vitesse de déformation en début d'essai et une augmentation très rapide de cette même vitesse de déformation en fin d'essai correspondant respectivement aux fluages primaire et tertiaire, la zone de fluage secondaire qui correspond à une vitesse de déformation nulle n'est pas clairement identifiée sur ces matériaux même s'il existe une zone où la vitesse de déformation varie assez peu. Il semble pour ce matériau également, que nous passons graduellement du fluage primaire au fluage tertiaire avec une zone de transition relativement longue que l'on peut associer éventuellement au fluage secondaire. Comme précédemment, nous avons caractérisé cette transition par le minimum du taux de déformation notée t_{mdef} . Les t_{mdef} pour toutes les éprouvettes, sont présentés sur le tableau 7.

Eprouvette	t_{mDef} (s)	t_{mEA} (s)
1	2315	887
2	3516	4565
3	4442	3848
4	5232	2913
5	7239	4673
6	8230	10900
7	102800	34277

Tableau 7 : Récapitulation des temps correspondants au minimum du taux de déformation et t_{mDef} du taux d'événements acoustiques t_{mEA} pour les SPC[±62].

En ce qui concerne la réponse en EA, comme cela est indiqué sur la figure 15 (a) et (b), cette réponse est là aussi très importante pendant la baisse très rapide du taux de déformation en début d'essai. Pendant la zone de transition, l'activité acoustique est faible, elle redevient très importante en fin d'essai avec l'augmentation rapide du taux de déformation lors du fluage tertiaire. Pour ces matériaux, ce régime engendre des signaux couvrant toutes les gammes d'amplitudes, correspondant visiblement à plusieurs mécanismes d'endommagement. L'étude de ces mécanismes d'endommagement et leur discrimination est menée dans le paragraphe suivant.

Dans le but de corréler la déformation et l'activité acoustique, nous avons là aussi, étudié l'évolution du taux d'événements acoustiques en fonction du temps. Nous avons remarqué une assez bonne similitude entre les évolutions des taux d'EA et les taux de déformation, l'évolution du taux d'EA reproduisant globalement la forme classique 'baignoire' constatées sur les taux de déformation comme indiqué sur les figures 15 (a) et (b) ou nous avons reporté les taux de déformation et les taux d'événements d'EA pour deux éprouvettes de SPC[±62] (éprouvette N°1 et N°4). Sur ces réponses, nous avons également déterminé les temps correspondants au minimum du taux d'événements acoustique t_{mEA} . Les résultats correspondant au t_{mDef} et t_{mEA} sont regroupés sur le tableau 7. Il faut remarquer que t_{mDef} et t_{mEA} présentent des différences pour certaines éprouvettes (figure 15 (a) par exemple). Cependant ce résultat est très important car, par les similitudes constatées entre le comportement en déformation et en EA, il montre la très bonne aptitude de l'EA à suivre en temps réel l'endommagement et la rupture de ces matériaux.

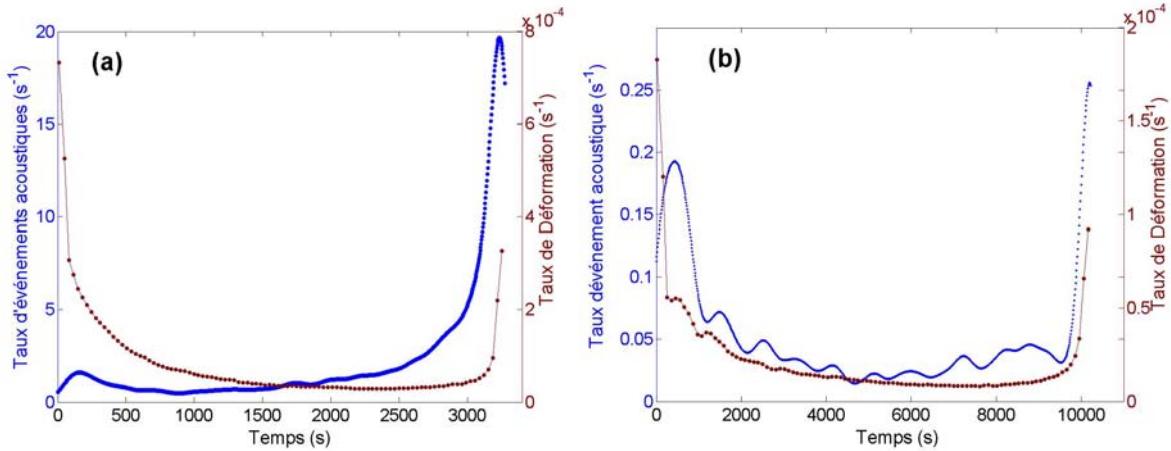


Figure 15 : Evolutions typiques des taux de déformation et d'émission acoustique dans un essai de fluage sur deux éprouvettes de SPC[±62] #1 et SPC[±62]# 4.

En ce qui concerne les mécanismes d'endommagement responsables de l'EA et de l'évolution de la déformation, nous avons constaté que pour ces matériaux, plus hétérogènes que les UD, des signaux couvrant toutes les gammes d'amplitudes, correspondant visiblement à des mécanismes d'endommagement plus compliqués, sont présents et ceci dès le début de l'essai. En effet, les fortes sollicitations mécaniques et la structure multicouche croisées de ces composites conduisent certainement à des mécanismes d'endommagement supplémentaires au sein de ces composites. L'étude de ces mécanismes au travers de l'EA est menée au paragraphe suivant.

1.4.3 Analyse des signaux d'EA et identification des mécanismes d'endommagement

La distribution des amplitudes des événements d'émission acoustique recueillis lors de l'essai est représentée sur la Figure 16.

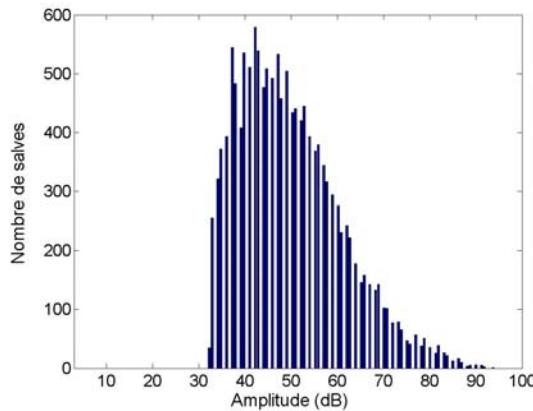


Figure 16 : Distribution d'amplitude des salves acoustiques reçues sur SPC[±62]

L'analyse de cet histogramme montre la présence de toutes les gammes d'amplitude avec une prédominance des signaux situés entre 32 et 70 dB.

Le suivi de l'apparition des salves acoustiques en fonction du temps permet de visualiser les différentes gammes d'amplitude dans chacune des zones de fluage (primaire, secondaire et tertiaire). Cette répartition est représentée sur la Figure 17.

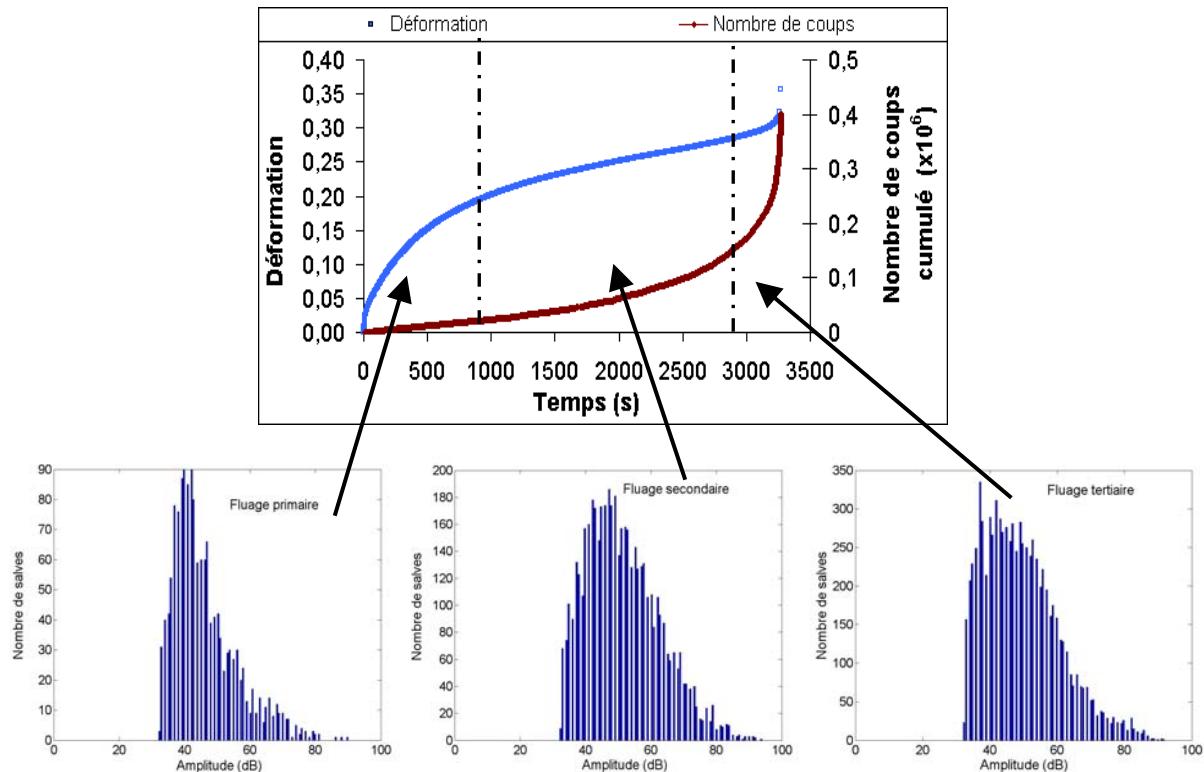


Figure 17 : Distribution des amplitudes pour les SPC[±62] dans les trois zones de fluage.

D'après cette figure, il apparaît clairement que contrairement aux UD et notamment l'UD45, l'EA présente des signaux couvrant toutes les gammes d'amplitudes, et ce dès le fluage primaire, avec une activité acoustique très importante pendant le fluage primaire et le fluage tertiaire par rapport à la durée de ces zones, on note également un élargissement net vers des signaux de plus grande amplitude pendant le fluage tertiaire laissant supposé, l'apparition ou l'accentuation d'un nouveau mécanisme d'endommagement dans cette zone. L'identification des mécanismes d'endommagement sur ces matériaux est très délicate étant donnée la complexité de la microstructure et de l'anisotropie du matériau. Les signaux d'EA recueillis rendent compte des mécanismes sources mais également de la propagation dans le milieu dont la microstructure est plus compliquée que celle de UD par exemple. La mise en relation entre ces signaux et les mécanismes sources susceptibles de les avoir créés n'est donc pas chose aisée comme cela fut le cas pour les UD. Cette difficulté à identifier les mécanismes d'endommagement à partir de l'EA pour les plis croisés a également été notée par S. Huguet [Huguet, 2002]. Dans sa contribution, dédiée à des plis croisés [±55] et [±35] sollicités en

traction uniaxiale à vitesse de déplacement imposée, S. Huguet a identifié des signaux de type *A* et *B*. Ses signaux ne se trouvent pas exactement dans les mêmes gammes d'amplitudes que celles des signaux de type *A* et *B* identifiés sur les composites UD, mais ils gardent les mêmes caractéristiques citées précédemment (tableau 2), il n'est plus possible de les séparer avec uniquement l'amplitude. Outre ces deux types de signaux (*A* et *B*), S. Huguet a noté l'apparition de nouveaux signaux référencé Type *D*, ses signaux ont été clairement attribués au phénomène de déclamination entre plis. Ces signaux couvrent toutes les gammes d'amplitude, ils sont assez énergétiques et ont un amortissement assez lent, ce qui entraîne des durées importantes, un exemple typique de ces signaux de type *D* est donné sur le tableau 8.

Dans la poursuite de notre objectif, qui consiste à mettre en relation les signaux d'EA et les mécanismes sources, nous sommes inspirés des travaux de S. Huguet [Huguet 2002]. Ainsi, concernant les SPC[±62] sollicités en fluage, nous avons également identifié des signaux de type *A* et *B* qui effectivement ne sont pas dans la même gamme d'amplitude que les signaux de type *A* et *B* des composites unidirectionnels. Ces signaux sont par ailleurs très similaires à ceux de S. Huguet. Ces signaux comme indiqué sur le tableau 8 ont les mêmes caractéristiques : une forme de signal résonnant, un temps de monté moyen et un amortissement assez lent pour les signaux le type *A*. Pour les signaux de type *B*, on observe que la forme du signal est plutôt de type impulsionnel, avec des temps de montée courts. Toujours pour les SPC[±62] nous avons également observé sur tous les essais, des signaux ne correspondant ni à ceux du type *A* ni à ceux de type *B*. Ces nouveaux signaux apparaissent (en faible nombre) dès le début de l'essai et sont surtout présents en fin d'essai. Une comparaison de ces signaux avec les signaux de type *D* identifiés par S. Huguet sur les plis croisés [±55] et [±35], montre une grande similitude (tableau 8). Nous les avons également appelés signaux de type *D*.

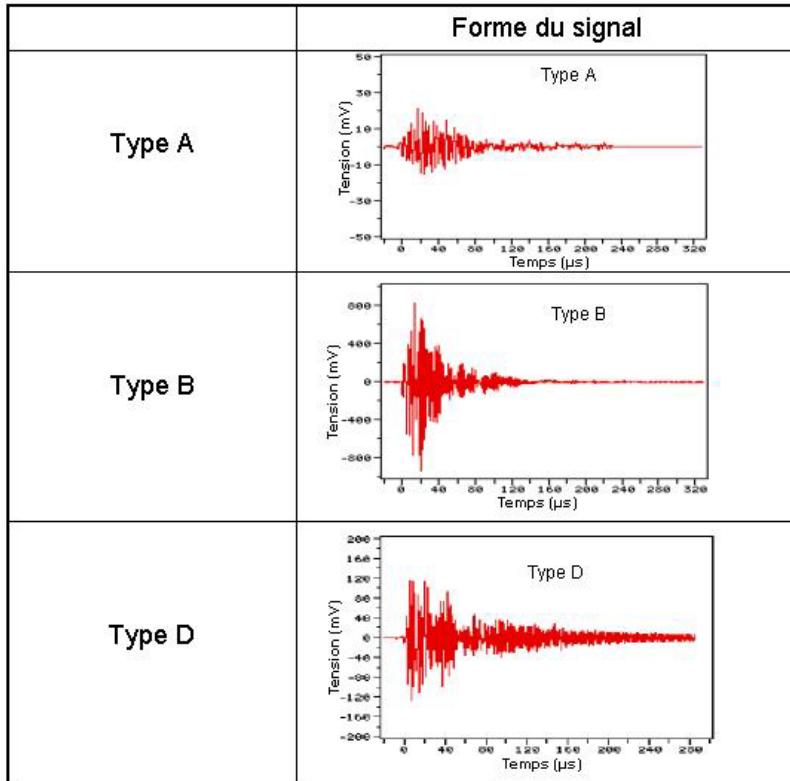


Tableau 8 : Forme des trois types de signaux A, B et D d'EA dans le SPC [±62]

En ce qui concerne l'endommagement des SPC[±62] , nous nous sommes contentés d'une analyse qualitative des mécanismes. Ainsi, nous avons identifié des signaux de type A et B en grand nombre dès le fluage primaire. Ces signaux correspondent à de la microfissuration matricielle et à la décohésion fibre matrice. Dans cette même zone (fluage primaire), nous avons aussi observé la présence de quelques signaux de type D. Ainsi le déclaminage s'initie dès le début de l'essai. L'initiation de ce mécanisme est ainsi détectée par EA. Dans la zone de fluage secondaire, nous observons que l'activité acoustique se ralentie avec toujours néanmoins des signaux de type A et B majoritaires et assez peu de signaux de type D . Dans la zone de fluage tertiaire nous avons une augmentation très importante de l'activité acoustique avec notamment des signaux de type D de plus en plus nombreux conduisant à la rupture du matériaux par déclaminage.

En ce qui concerne l'initiation et la progression du phénomène de déclaminage, nous avons identifié et suivi les signaux Type D tout au long de l'essai. Ce suivi a été effectué à partir de l'évolution de la durée des signaux au cours du temps et aussi en fonction de l'amplitude des salves d'EA comme indiqué dans la Figure 18 (a) et (b). D'après ces deux graphes, on distingue clairement la présence des signaux type D caractérisés par une durée importante des salves acoustique qui dépassent les 500 µs et ceci dès le début des essais, il sont manifestement beaucoup plus nombreux à la fin des essais (figure 18 (a)).

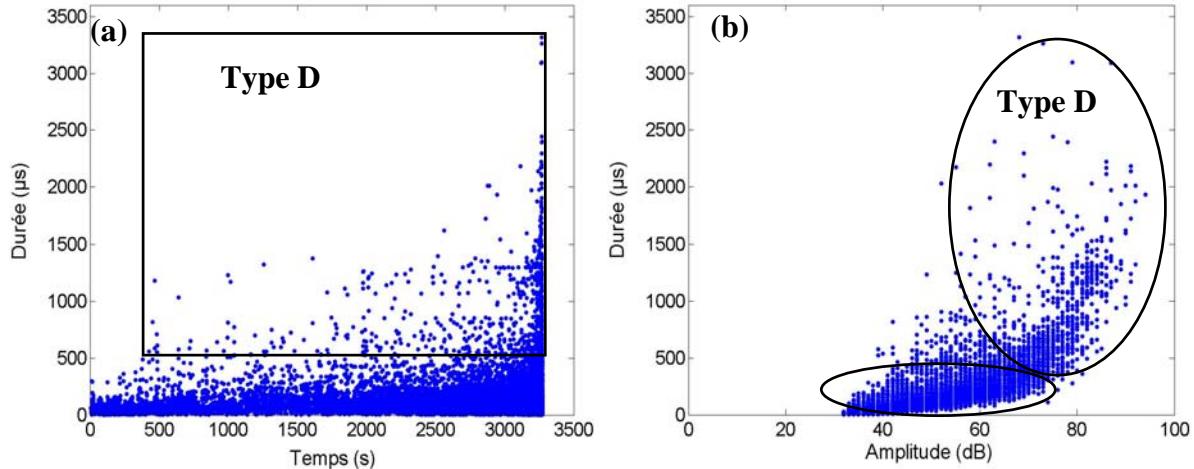


Figure 18 : (a) SPC[\pm 62]: Réponse de la durée des signaux acoustique au cours de l'essai, (b) SPC[\pm 62]: Evolution de la durée d'EA en fonction de l'amplitude des salves.

1.4.4 Caractérisation microscopique de l'endommagement

Dans le but de confirmer nos conclusions sur les mécanismes d'endommagement identifiés par EA pendant les essais de fluage des composites SPC[\pm 62], notamment sur le déclaminage inter/plis nous avons conduit une analyse microscopique à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB), sur des échantillons post-mortem. La figure 19 montre une micrographie obtenue en microscopie ESEM de la zone de rupture après un essai de fluage des composites SPC[\pm 62]. Sur cette figure apparaît clairement une déclaminage entre plis.

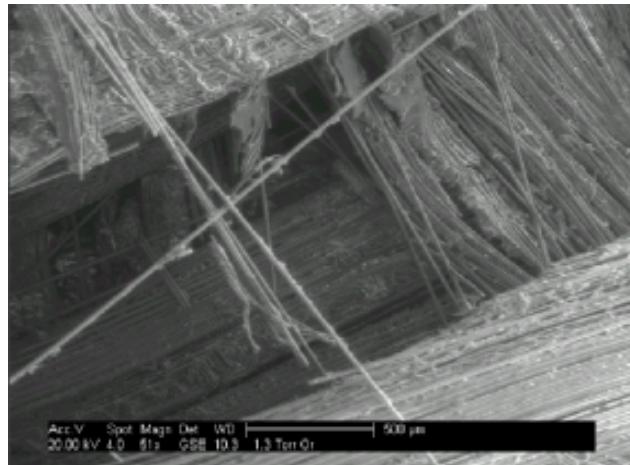


Figure 19 : Micrographie de la zone de rupture dans un composite SPC[\pm 62] sous sollicitation en fluage.

De manière à pouvoir identifier tous les modes d'endommagement, nous avons représenté sur la figure 20 un grossissement de la zone de rupture de la figure 19. Sur cette figure apparaît clairement la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice. Cependant, le fait marquant pour les plis croisés [\pm 62] est l'existence de déclaminages inter plis comme cela est clairement mis en évidence sur la même figure.

De notre étude nous pouvons conclure que pour ces matériaux, la rupture finale des échantillons se fait par délaminaison. Nous remarquons également sur ces clichés, qu'il n'y a aucune rupture de fibre. Ainsi les mécanismes d'endommagement identifiés par EA sont confirmés par les observation microscopiques.

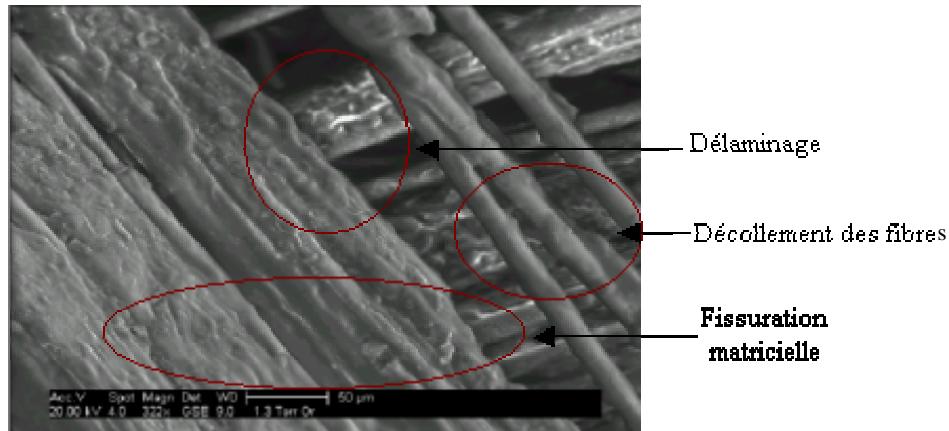


Figure 20 : Identification des trois types d'endommagement dans un échantillon SPC [±62]

L'importance de l'orientation des fibres sur les processus d'endommagement a été clairement mise en évidence sur les matériaux composites unidirectionnels par notre étude sur les UD45 et les UD27. Nous avons également étudié l'orientation des fibres sur les plis croisés. Dans ce but d'autres composites à plis croisés d'orientation différente notamment [0/55] et [90/35] ont été considérés. Ces matériaux ont également été sollicités en fluage à la même température. Malgré plusieurs essais, les plis croisés [0/55] ne se sont pas rompus et ceci en dépit de temps d'attente très long. Nous n'avons donc pas observé de zone de fluage tertiaire sur ces matériaux le matériau évoluant vers une état stationnaire. Les résultats correspondants ne seront pas présentés ici. Les plis croisés SPC[90/35] se sont par contre rompus dans des temps plus ou moins courts et de ce fait, nous avons étudier leurs mécanismes d'endommagement et leur comportement à rupture de manière à le comparer à ceux des SPC[±62]. Ce travail est présenté dans le paragraphe suivant.

1.5 Influence de l'orientation des fibres sur la réponse en fluage des composites à plis croisés

1.5.1 Conditions d'essai sur SPC[90/35]

Pour obtenir des essais de fluage conduisant à la rupture des éprouvettes SPC[90/35], plusieurs essais préliminaires nous ont permis de définir les conditions expérimentales optimales notamment en contrainte et température afin d'obtenir des essais de fluage avec des temps à rupture appréciables. Au départ nous avons sollicité ce matériau avec la même contrainte et à la même température que celle appliquée sur les SPC[±62] (15 MPa et 60°C), mais la rupture ne s'est pas manifestée, le matériau évoluant vers un état stationnaire. Alors

nous avons augmenté la contrainte en gardant la même température de manière à déclencher la rupture des éprouvettes dans des temps raisonnables. Les composites SPC[90/35] sont ainsi sollicités avec une contrainte de 22 MPa. Comme les SPC[\pm 62], nous observons une grande dispersion dans les temps à rupture. En revanche, les déformations à rupture sont relativement stables (0.28 en moyenne) comparables à celles des composites SPC[\pm 62].

Les résultats présentés dans cette partie concernent trois éprouvettes. Les temps et déformations à rupture pour l'ensemble de ces trois éprouvettes sont présentés dans le Tableau 9.

Eprouvette	Temps à rupture (s)	Déformation à rupture
1	740	0.27
2	2117	0.30
3	2320	0.29

Tableau 9 : Récapitulatif des temps et déformations à rupture pour les essais de fluage sur SPC[90/35].

1.5.2 Etude du taux de déformation et d'EA pour les SPC[90/35]

La réponse en fluage de la déformation sur les SPC[90/35] est relativement similaire à celle des SPC[\pm 62], comme on peut le constater sur les figures 21 (a) et (b), l'émission acoustique en énergie absolue cumulée des deux matériaux ne semble à priori pas très différentes. Notons cependant que la réponse des SPC[\pm 62] semblent plus régulière.

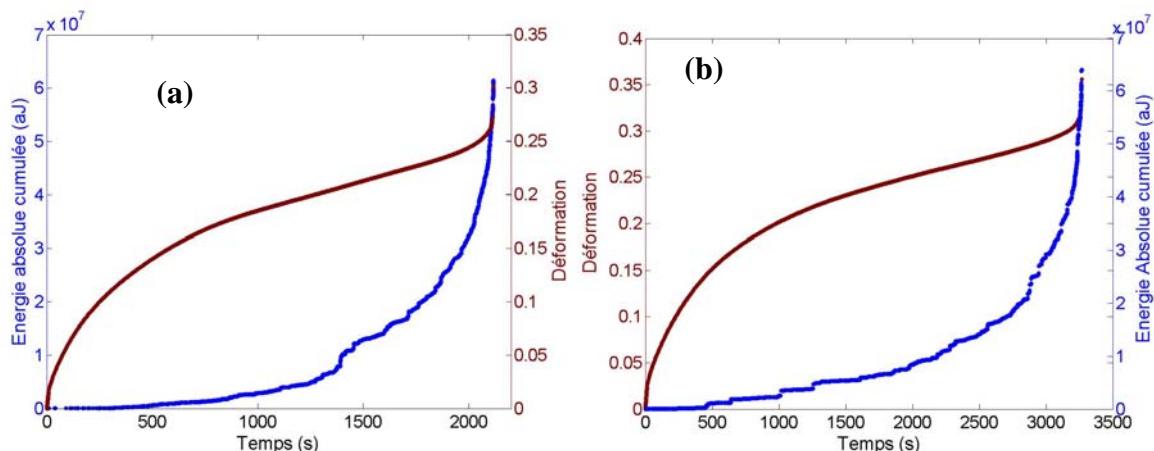


Figure 21 : Courbe de déformation et activité acoustique cumulée : (a) SPC[90/35] et (b) SPC[\pm 62]

De manière à mieux cerner le comportement en EA et le comportement en fluage des SPC[90/35] et le comparer à celui des SPC[\pm 62], nous avons représenté sur la figure 22 (a) et (b) l'évolution du taux de déformation et la réponse de l'amplitude des signaux acoustiques en fonction du temps pour les deux matériaux.

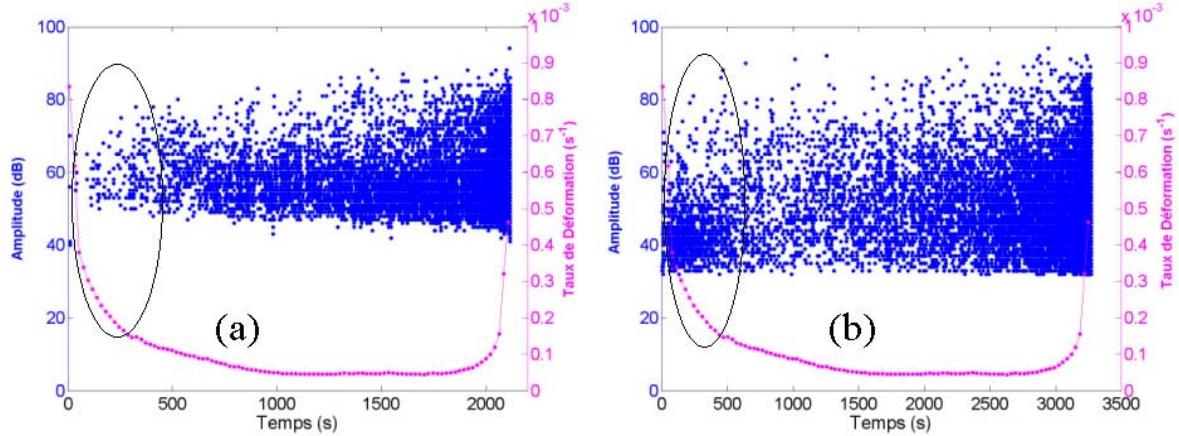


Figure 22 : Taux de déformation et distribution des amplitudes en fonction du temps, (a) SPC[90/35] et (b) SPC[±62].

On retrouve pour la déformation l'allure classique du taux de déformation en forme de « baignoire » pour les SPC[90/35] et pour les SPC[±62]. Concernant l'activité acoustique, on constate sur la figure 22 des différences importantes notamment par rapport aux amplitudes. En effet, les gammes d'amplitude mises en jeu dans les SPC[±62] sont beaucoup plus large et ceci dès le début de l'essai, ainsi dès le début de l'essai sont générés des signaux dont les amplitudes sont situées entre 35 et 80 dB avec une prédominance pour ceux situés entre 35 et 60 dB. Pour les SPC[90/35] le comportement est assez différents puisque l'activité acoustique est moins importante avec au début de l'essai des signaux dont les amplitudes sont centrées sur 60 dB. L'amplitude des signaux s'élargie au fur et à mesure que l'essai se déroule avec une large maximale au voisinage de la rupture. Signalons par ailleurs que les signaux émis par les SPC[90/35] même s'ils sont moins nombreux que ceux émis par les SPC[±62] sont plus énergétiques comme cela apparaît clairement sur la figure 21 donnant l'évolution des l'énergie cumulée. Un autre point de différence entre les deux matériaux est relatif à l'existence d'un régime de fluage primaire en EA. Nous n'avons observé sur aucune des éprouvette testées de régime primaire pour l'EA comme cela est montré sur les figures 23. En effet sur ces figures le taux d'activité acoustique ne présente pas de décroissance rapide au début de l'essai révélateur du fluage primaire par analogie avec le taux de déformation qui lui présente bien une zone de décroissance rapide comme cela apparaît clairement sur la figure 23. Pour ces matériaux, la transition du régime primaire/secondaire au régime tertiaire ne peut être observée et localisée dans le temps que par le minimum du taux de déformation t_{mDef} . Les résultats correspondant au t_{mDef} sont regroupés sur le tableau 10.

Eprouvettes	t_{mDef} (s)
1	632
2	1690
3	1330

Tableau 10 : Récapitulation des temps correspondants au minimum du taux de déformation et t_{mDef} du taux d'événements acoustiques t_{mEA} pour les SPC[90/35].

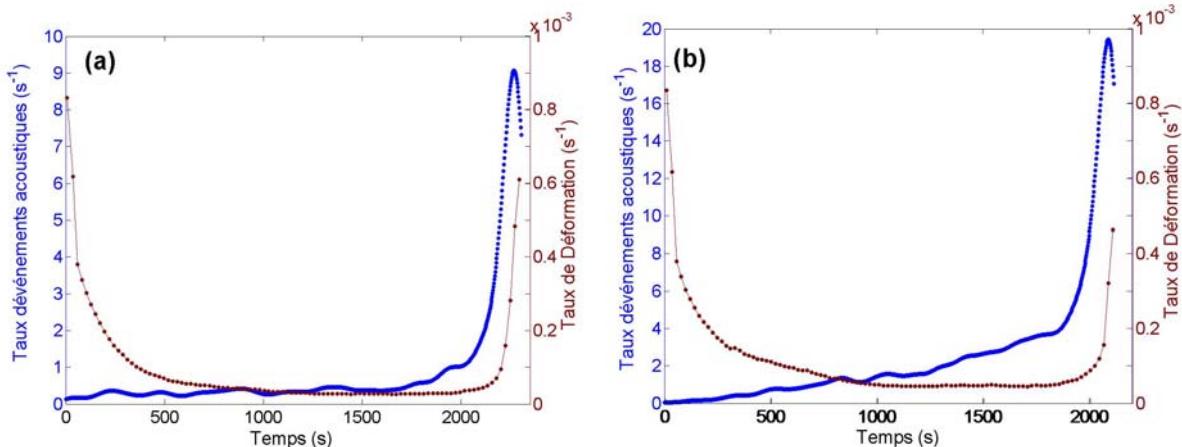


Figure 23 : Evolutions typiques des taux de déformation et d'EA dans un essai de fluage sur deux éprouvettes de SPC[90/35]#3 et SPC[90/35]#2.

1.5.3 Mécanismes d'endommagement : influence de l'orientation des fibres

Un exemple de la distribution de l'amplitude des signaux d'EA recueillis lors des essais sur les composites SPC[90/35] est représenté sur la Figure 24. L'analyse de cet histogramme montre la présence d'une plage d'amplitude variant entre 40 et 95 dB, mais elle ne donne pas d'informations exploitables permettant d'identifier les mécanismes sources d'endommagement du matériau.

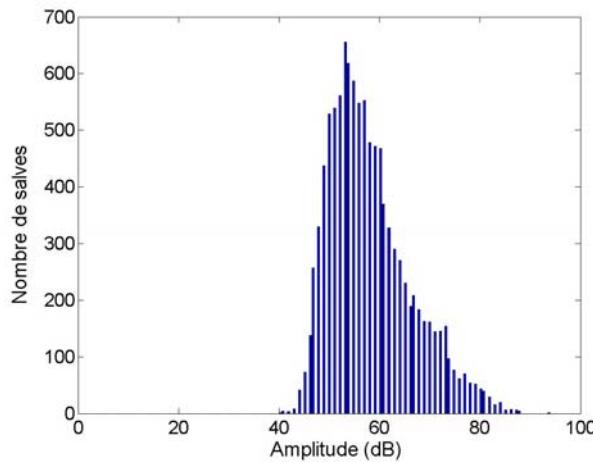


Figure 24 : Histogramme d'amplitude des salves acoustiques détectées sur les SPC[90/35]

Afin de mieux cerner l'influence de l'orientation des fibres sur la réponse de l'activité acoustique témoin de l'endommagement, nous avons suivi la même procédure mise en oeuvre pour les SPC[± 62], nous allons analyser tous les signaux d'EA pour vérifier la présence des signaux de types A, B et D qui caractérise respectivement la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice et le déclaminage entre plis. Nous avons suivi l'évolution de la durée des signaux d'émission acoustiques lors des essais pour les SPC[± 62] et SPC[90/35] (figure 25). Il semble d'après cette figure qu'il y a moins de signaux de type A et B dans la réponse des SPC[90/35] que dans celle des SPC[± 62]. On voit par ailleurs sur les SPC[90/35], apparition en plus grand nombre par rapport au SPC[± 62] de signaux de type D et ceci dès le début de l'essai. Remarquons par ailleurs que les deux matériaux ne sont pas sollicités à la même contrainte, 22 MPa pour les SPC[90/35] et 15 MPa SPC[± 62]. La contrainte plus élevée appliquée au SPC[90/35] peut expliquer le déclenchement de mécanismes de déclaminage plus tôt et en plus grand nombre pour les SPC[90/35] que pour les SPC[± 62].

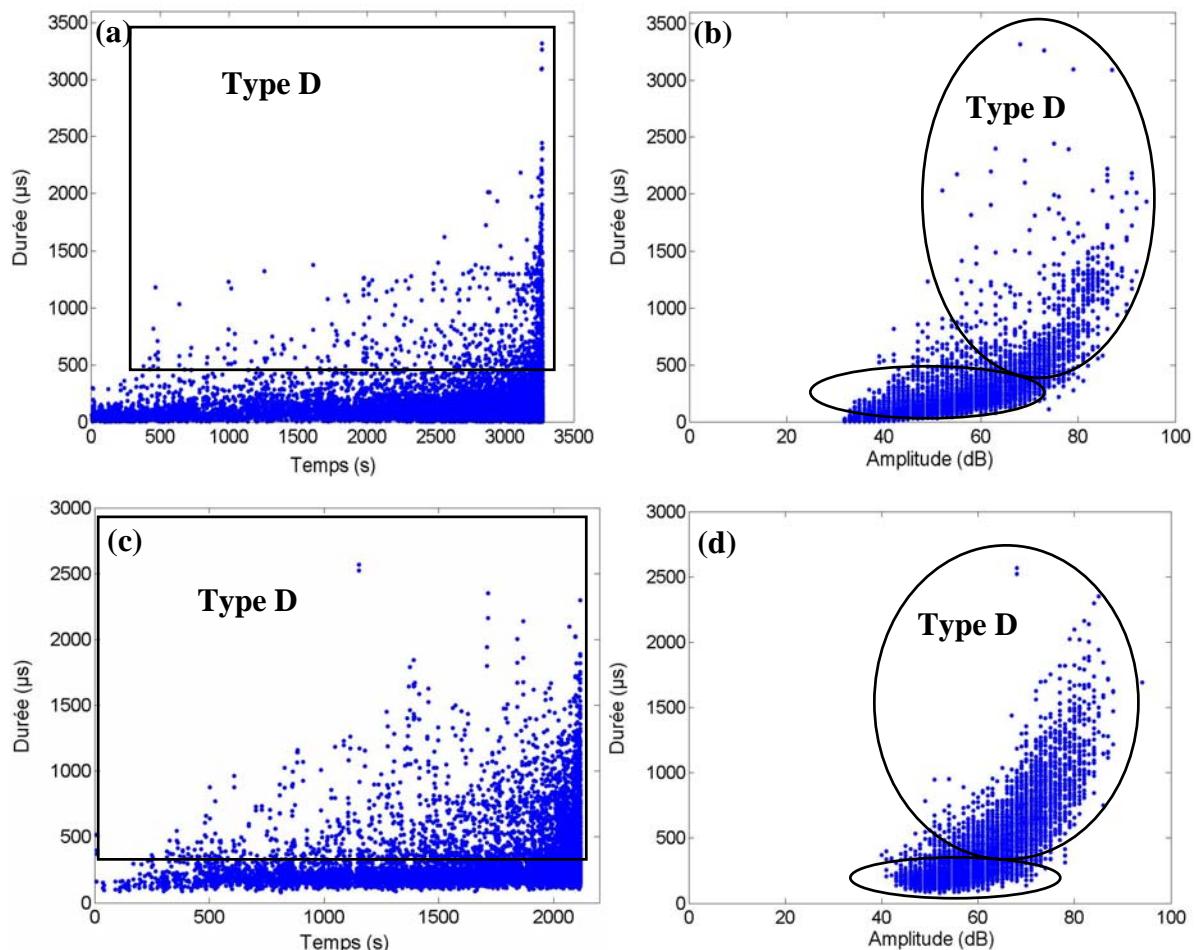


Figure 25 : Evolution de la durée des signaux détectés en fonction du temps et de l'amplitude (a,b) pour SPC[± 62] et (c,d) pour SPC[90/35]

A partir des travaux antérieurs de S. Huguet et de nos expériences sur les matériaux SPC[\pm 62] et SPC[90/35], nous avons pu identifier les mécanismes d'endommagement élémentaires à partir de l'EA et de l'étude de la déformation en fluage : fissuration matricielle, décohésion fibre/matrice et délaminage inter-plis. Nous avons constaté que le mécanisme de délaminage inter-plis est plus prononcé dans les SPC[90/35] que dans les SPC[\pm 62], ce qui nous amène à conclure que l'orientation des fibres par rapport à l'axe de sollicitation est un paramètre très important dans les mécanismes élémentaires l'endommagement et leur évolution dans les matériaux à plis croisés au même titre que les composites UD.

1.5.4 Caractérisation microscopique de l'endommagement

Dans le but de valider nos résultats sur les mécanismes d'endommagement à partir de l'analyse des signaux d'émission acoustique lors des essais de fluage sur les composites SPC[90/35], nous avons procédé de la même façon que pour les autres matériaux composites étudiés. Nous avons conduit une observation microscopique à l'aide d'un microscope électronique à balayage, sur des échantillons post-mortem. La figure 26 montre une micrographie obtenue en microscopie ESEM d'une surface de rupture sur un échantillon de composites SPC[90/35]. Cette observation fait apparaître des fissures orientées dans le sens des fibres pour chaque pli (figure 26). Ces fissures sont par ailleurs observables à l'œil nu. A plus fort grossissement, sur la figure 27 nous observons de la microfissuration matricielle et de la décohésion fibre/matrice et de manière très claire du délaminage inter-plis.

Ainsi nous pouvons conclure que pour ces matériaux, la rupture finale des échantillons se fait par délaminage. Nous remarquons également sur ces clichés, qu'il n'y a aucune rupture de fibre. Ainsi les mécanismes d'endommagement identifiés par EA sont confirmés par les observations microscopiques.

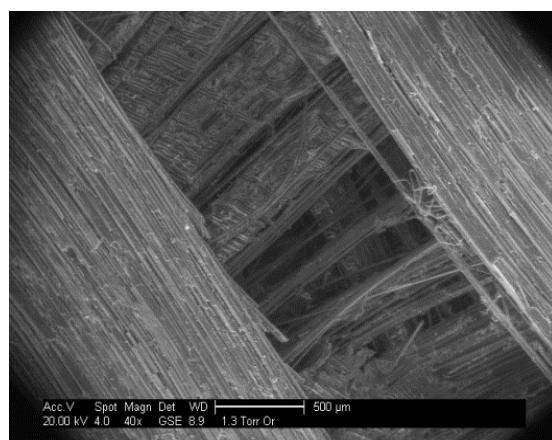


Figure 26 : Micrographie de zone de rupture du SPC[90/35] après sollicitation en fluage.

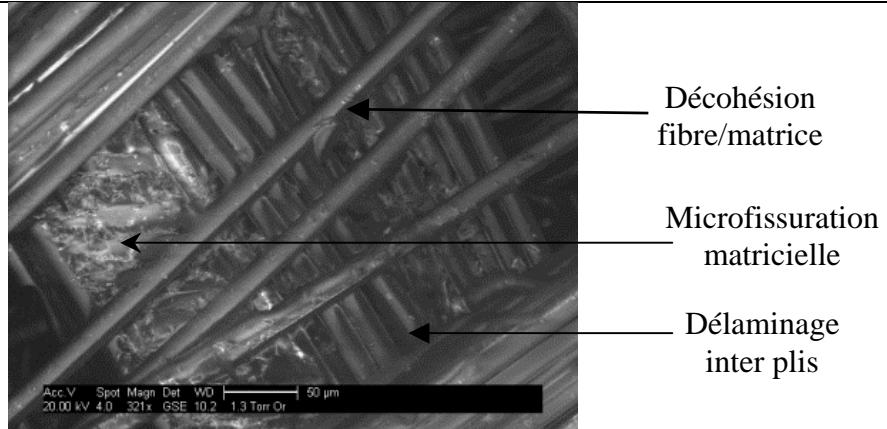


Figure 27 : Micrographie de la fissuration matricielle, la décohésion fibre-matrice et le délamination inter plis du SPC[90/35]

Dans la partie suivante nous allons étudier l'endommagement des composites SMC (sheet molding compound) qui sont caractérisés par un degré d'hétérogénéité beaucoup plus élevé en comparaison avec les composites à plis croisés. En effet, ce composite est constitué de fibres courtes aléatoirement réparties dans une résine polyester chargée de carbonate de calcium. Nous allons grâce à ce composite pouvoir étudier l'effet du degré d'hétérogénéité sur le comportement à rupture.

1.6 Suivi par EA de l'endommagement en fluage des composites SMC

1.6.1 Conditions d'essai

Pour obtenir des essais de fluage conduisant à la rupture des éprouvettes SMC avec des temps à rupture appréciables. Les composites SMC sont sollicités avec une contrainte de 48 MPa, à une température de 100°C. La charge est augmentée progressivement et atteint une valeur constante après environ 17 s. Les résultats présentés dans cette partie concernent cinq éprouvettes. Les temps et les déformations à rupture pour l'ensemble de ces éprouvettes sont présentés dans le Tableau 11.

Eprouvette	Temps à rupture (s)	Déformation à rupture
1	221	0.03
2	238	0.05
3	340	0.04
4	687	0.05
5	33540	0.06

Tableau 11 : Récapitulatif des temps et des déformations à rupture des essais de fluage sur composites SMC.

D'après le tableau 11, il apparaît que nous avons une grande dispersion dans les temps à rupture qui sont très différents d'une éprouvette à l'autre. Cependant la déformation présente

peu de dispersion, mais reste très faible par rapport aux plis croisés puisque les valeurs de déformation à rupture ne dépasse les 6% de la longueur initiale des éprouvettes. Du fait de la constitution de ces matériaux notamment la présence de charges minérales de carbonate de calcium et en dépit de la température de sollicitation, il semble que ces matériaux aient un comportement beaucoup plus fragile que les plis croisés étudiés précédemment.

1.6.2 Fluage des composites SMC : étude de la déformation et de l'EA

Sur la figure la figure 28 est représenté un exemple typique (éprouvette N° 5) de la réponse en déformation et en EA (nombre de coups cumulés et amplitude) à une charge appliquée constante en fonction du temps des composites SMC (figure 28 (a) et (b)).

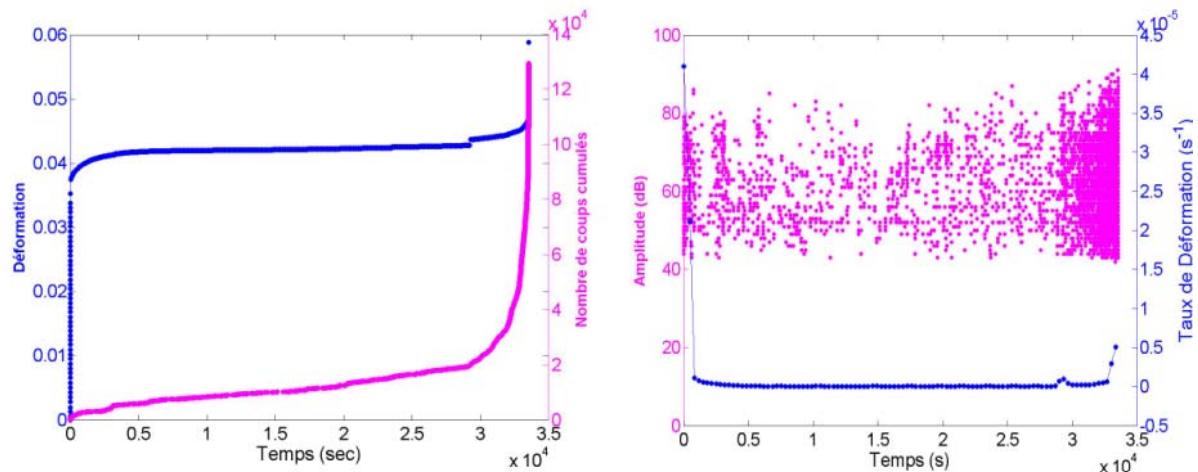


Figure 28 : SMC N 5: (a) déformation et EA (nombre de coups cumulés) en fonction du temps, (b) ; taux de déformation et distribution amplitude de l'EA en fonction du temps .

La réponse des SMC est à première vue globalement conforme aux courbes de fluage classique. On observe une décroissance très rapide de la vitesse de déformation dès le début de l'essai. Cette décroissance du taux de déformation est accompagnée par une activité acoustique importante attestant que le matériau s'endommage dès le début de l'essai comme indiqué sur la figure 28 (b). Cette zone, assez courte, que l'on peut associer au fluage primaire représente en moyenne 8% de la totalité de l'essai. Le fluage primaire est suivi par une zone où le taux de déformation est quasiment nulle, ainsi, contrairement aux plis croisés, une zone de fluage secondaire peut être clairement identifiée pour les SMC. Cette région a une durée importante puisqu'elle représente environ 87% de la totalité du temps de l'essai. Elle est accompagnée d'une activité acoustique faible et qui commence à s'intensifier à la fin de ce stade (figure 28 (b)). Néanmoins dans un souci de cohérence, comme pour les plis croisés, nous avons caractérisé la transition entre les fluages primaire/secondaire et le fluage tertiaire par le temps correspondant au minimum du taux de déformation t_{mdef} . En ce qui concerne le taux d'EA, représenté sur la figure 29 pour deux éprouvettes, il existe également un temps ou

le taux d'EA est minimum, ce temps est notée t_{mEA} . Les t_{mDef} et les t_{mEA} , pour toutes les éprouvettes testées, sont présentés sur le tableau 12. Dans le but de corréler la déformation et l'activité acoustique, nous avons étudié l'évolution du taux d'événements acoustiques en fonction du temps. Le petit saut que nous observons au début de l'essai est probablement dû au fait que la charge n'atteint pas immédiatement sa valeur constante, mais augmente progressivement pendant environ 17 s après le début de l'essai. Là aussi, nous avons remarqué une bonne similitude entre les évolutions des taux d'EA et les taux de déformation comme indiqué sur les figures 29 (a) et (b) pour deux éprouvettes de SMC (éprouvette N° 2 et N° 5).

Eprouvette	t_{mDef} (s)	t_{mEA} (s)
1	140	64
2	170	72
63	186	63
4	411	457
5	14850	14893

Tableau 12 : Composites SMC : t_{mDef} : temps correspondants au minimum du taux de déformation ; t_{mEA} : temps correspondants au minimum du taux d'EA

Sur ce tableau nous constatons que les t_{mEA} sont généralement plus petits que les t_{mDef} . Nous avons tracé les t_{mDef} en fonction des t_{mEA} et nous avons trouvé une très bonne corrélation entre ces deux temps puisque qu'en moyenne $t_{mDef} \sim 0.99 t_{mEA}$. Ce résultats remarquables en comparaison avec ceux obtenus pour les plis croisés, montre la très bonne aptitude de l'EA à suivre en temps réel l'évolution de la déformation et la progression de l'endommagement et la rupture de ces matériaux. Ceci est certainement du à leur plus grande hétérogénéité.

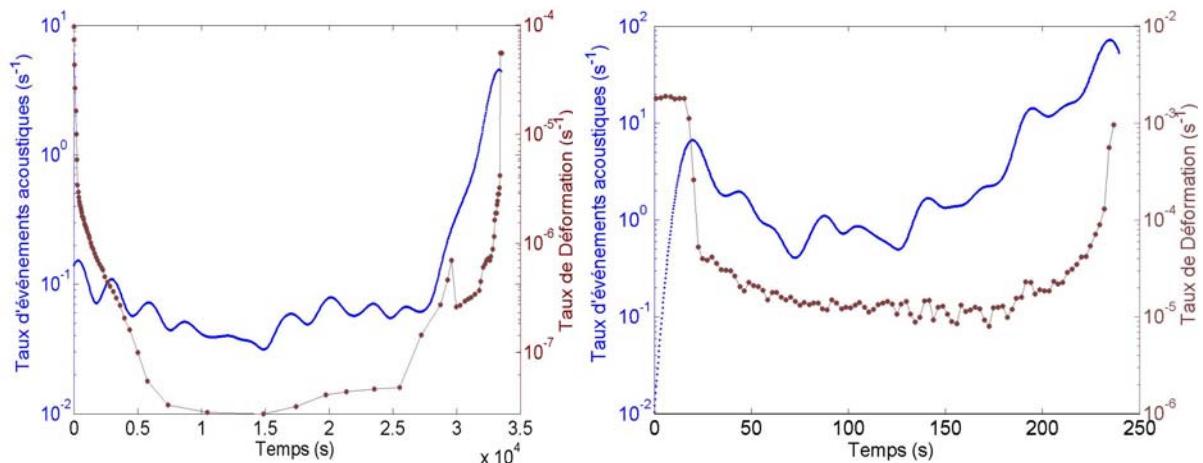


Figure 29 : Evolutions typiques des taux de déformation et d'émission acoustique dans un essai de fluage sur deux éprouvettes SMC.

La distribution des amplitudes des événements acoustiques recueillis lors de l'essai est représentée sur la figure 30. A partir de cet histogramme d'amplitude, nous observons la présence de toutes les gammes d'amplitude des signaux, situées entre 40 et 90 dB.

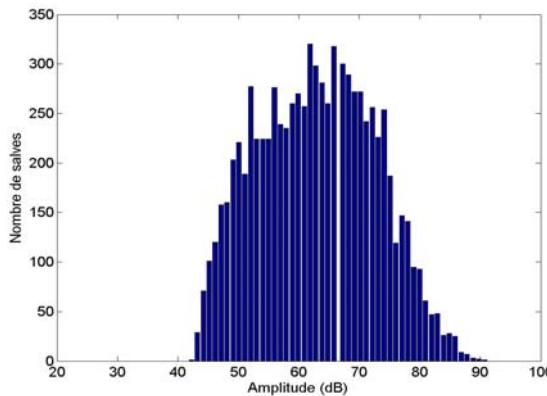


Figure 30 : Histogramme d'amplitude des salves acoustiques reçues sur SMC

Nous avons essayé de caractériser les mécanismes d'endommagement à partir de l'EA en utilisant une analyse multiparamètre notamment sur l'amplitude, la durée et le temps de montée, en procédant de la même façon que pour les plis croisés. Pour ce faire nous avons considéré les zones de fluage primaire, secondaire et tertiaire séparément. Ce travail, non relaté ici, n'a pas permis d'identifier et de séparer les mécanismes d'endommagement. Ceci est certainement du à la très grande hétérogénéité du matériau conduisant à un recouvrement des paramètres en question. En dépit de cette impossibilité, nous avons pu grâce à des observations au MEB des échantillons rompus pu identifier les mécanismes majeurs d'endommagement des SMC. Le résultat de ce travail est présenté dans la paragraphe suivant.

1.6.3 Caractérisation microscopique de l'endommagement

La caractérisation microscopique a été menée de la même façon que pour les autres matériaux composites étudiés. Nous avons conduit une observation microscopique à l'aide d'un microscope électronique à balayage, sur des échantillons post-mortem. La figure 31 montre une micrographie d'une zone de rupture sur un échantillon de composites SMC obtenue en microscopie ESEM. Cette figure fait apparaître des fissures orientées dans toute les directions. A plus fort grossissement, sur la figure 32 nous constatons de la microfissurations matricielle et de la décohésion fibre/matrice et de manière très claire des fibres totalement déchaussées.

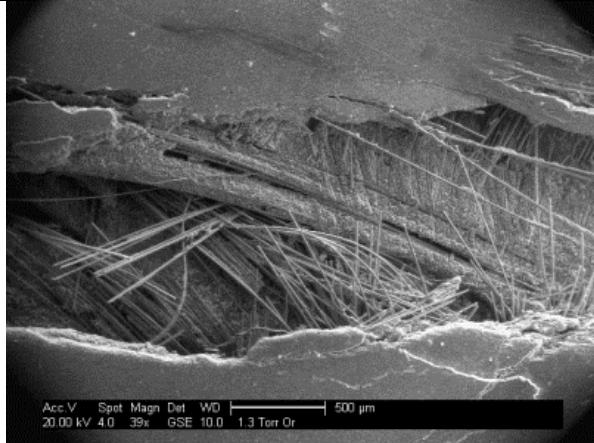


Figure 31 : Micrographie de la zone de rupture d'un échantillon SMC

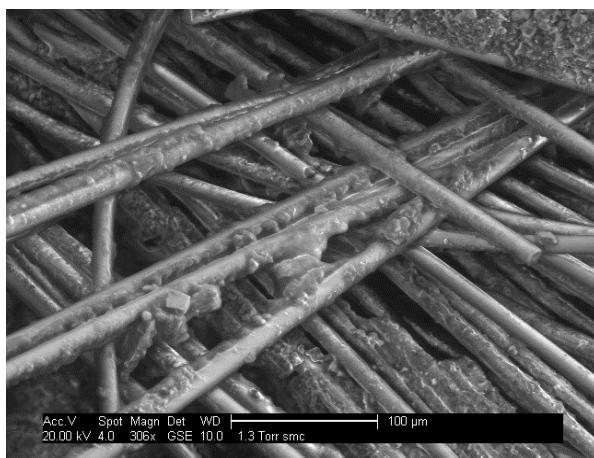


Figure 32 : Micrographie de la fissuration matricielle et la décohésion fibre-matrice au sein d'un composite SMC

Nous observons également très clairement des ruptures de fibre comme en atteste la figure 33.

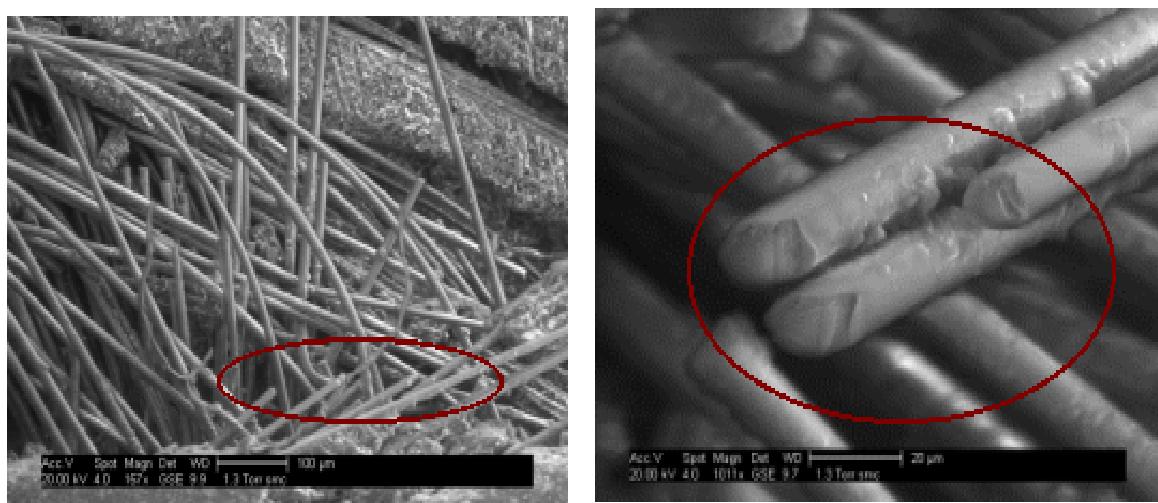


Figure 33 : Micrographie de la rupture des fibres dans un composite SMC

Ces observations montrent bien que les processus d'endommagement dans ces matériaux sont beaucoup plus compliqués que ceux des plis croisés par exemple. Ceci est la

raison principale de la complexité des signaux d'EA générés. Il est clair que dans ce cas et sans information sur les signaux des mécanismes sources, il est très difficile de les identifiés au sein du composite. Sur ces matériaux, notamment concernant la caractérisation de l'endommagement par EA, une étude spécifique devraient être menée. Une application possible des classificateurs à savoir les k-plus proches voisins et la carte auto-organisatrice de Kohonen permettra de dissocier et identifier les différents types de signaux d'EA recueillis lors des essais de fluage sur les composites à plis croisés et les SMC.

Pour ce qui nous concerne, nous avons privilégié une autre voie de caractérisation à savoir l'évaluation ultrasonore sous charge. En effet, l'évaluation ultrasonore est une technique susceptible de fournir des informations *in situ* sur la perte de rigidité des matériaux depuis leur état vierge ou initial jusqu'à la rupture. Dans le paragraphe suivant, c'est cette voie que nous avons exploré en mettant en œuvre une approche globale combinant évaluation ultrasonore et EA. Cette approche novatrice est développée sur deux matériaux, un composite SMC sollicité en traction uniaxiale à vitesse de déplacement constante et sur un SPC[90/35] lors d'un essai de fluage.

1.7 Approche globale non destructive pour la caractérisation de l'endommagement

L'approche globale que nous proposons pour la caractérisation de l'endommagement des matériaux combine EA et Evaluation ultrasonore. Dans cette approche l'intérêt est de corrélérer les mécanismes d'endommagement à l'échelle microscopique révélés par l'EA et la perte de rigidité à une échelle plus macroscopique mesurée grâce à l'évaluation ultrasonore. Nous avons vu dans le chapitre 1 que les vitesses de propagation ultrasonores sont directement liées aux constantes d'élasticité C_{ij} du matériau et aux paramètres d'endommagement D_{ij} . Dans l'approche globale mise en œuvre dans ce travail, nous avons instrumenté les éprouvettes à leurs extrémités pour recueillir l'EA et en leur centre avec des transducteurs US (l'un jouant le rôle de récepteur le second celui d'émetteur) de manière à pouvoir mesurer simultanément la vitesse ultrasonore dans le sens de l'épaisseur. La méthode de mesure de la vitesse ultrasonore et le dispositif expérimentale ont été présentés au chapitre 2. Dans le but d'effectuer le suivi *in situ* de l'endommagement, nous avons dans un premier temps mesuré les vitesses de propagation et les propriétés élastiques initiales des matériaux dans le sens de l'épaisseur. Ces propriétés ont ensuite été suivies sous sollicitation et corrélées à l'EA.

1.7.1 Essai de traction suivi par EA et mesure de vitesse US sur des composites SMC

Nous avons sollicité les éprouvettes SMC en traction uniaxiale avec une vitesse de déplacement de 0,5 mm/min. L'EA a été recueillie et les vitesses de propagation ultrasonore ont été mesurées simultanément. Le tableau 13 récapitule les temps à rupture des quatre éprouvettes de SMC qui ont été testées. Comme pour les essais de fluage sur les composites SMC, là aussi nous constatons une dispersion des temps de rupture.

Eprouvette	Temps de rupture (s)
1	370
2	991
3	1136
4	1315

Tableau 13 : Temps à rupture en traction sur composite SMC suivi par EA et par US.

Les vitesses ultrasonores longitudinales et transversales (Direction 1) ont été mesurées dans le sens de l'épaisseur. Les résultats sont présentés dans le tableau 14 pour l'éprouvette 1. La masse volumique que nous avons mesurée pour les composites SMC est de 1980 Kg/m³. Comme indiqué sur la figure 34, ce matériau, du fait de sa microstructure exhibe un comportement mécanique isotrope transverse avec comme axe de symétrie l'axe 1 et le plan 23 comme plan d'isotropie. Ce plan contenant des fibres courtes qui sont aléatoirement réparties.

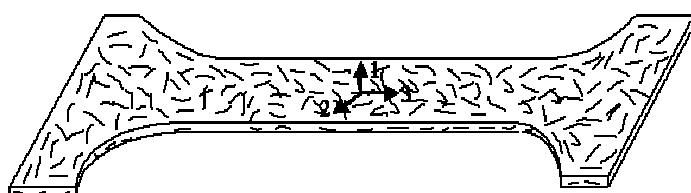


Figure 34 : Repère géométrique lié aux éprouvettes de SMC

A partir des vitesses de propagation ultrasonores mesurées et de la masse volumique, nous avons identifié deux constantes d'élasticité, C_{11} constante de traction compression dans le sens de l'épaisseur et C_{55} constante de cisaillement.

Vitesse longitudinale V_L (m/s)	2967
Vitesse transversale V_T (m/s)	1600
C_{11} (GPa)	17.4
C_{55} (GPa)	5.1

Tableau 14 : Vitesses de propagation ultrasonores et constantes d'élasticité C_{11} et C_{55} du composite SMC

1.7.1.1 Evolution temporelle de la contrainte, de l'EA et la vitesse US sur les composites SMC

L'activité acoustique recueillie et l'évolution de la propagation ultrasonore longitudinale sur un composite SMC au cours d'un essai de traction uniaxiale à vitesse de déplacement constante sont présentés sur la figure 35 (a) et (b).

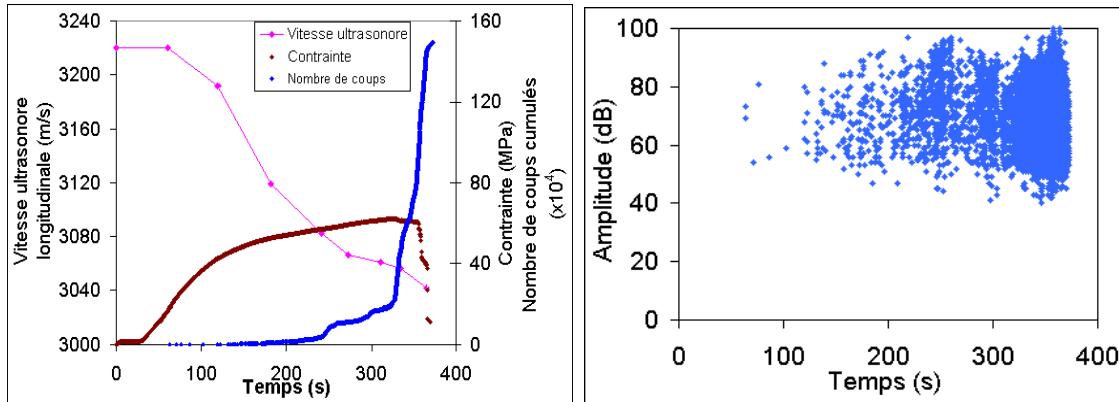


Figure 35 : (a) SMC : Evolution de la contrainte, l'EA en cumulée et la vitesse de propagation longitudinale, (b) SMC : Evolution de l'amplitude des salves acoustiques

Sur cette figure, nous pouvons distinguer 3 zones de comportement. Ainsi il apparaît clairement qu'au début de l'essai, jusqu'à environ 80 secondes, que nous ne détectons aucune activité acoustique (figure 35 (a) et (b)), et que la vitesse de propagation longitudinale dans ce cas ne varie pratiquement pas (figure 35 (a)). On peut donc en conclure que dans cette zone, il n'y a aucun endommagement et que l'on se trouve probablement dans le domaine élastique. La seconde zone commence après 80 secondes, les premiers événements acoustiques sont alors détectés, ceci coïncide avec le début de la chute de vitesse. On peut remarquer que la chute de vitesse est relativement importante, ceci contraste avec le peu d'événements acoustiques détectés. Notons néanmoins le bonne corrélation entre ces deux indicateurs qui permettent de situer avec une bonne précision le seuil d'endommagement, à savoir le moment précis où le phénomène se déclare. Cette seconde étape se poursuit avec la chute progressive et de plus en plus importante de la vitesse, activité acoustique augmentant elle aussi progressivement, englobant toute les gammes d'amplitude (figure 35 (b)). Ce résultat, très important, montre la très nette corrélation qui existe entre perte de rigidité macroscopique, progressive du matériau au centre de l'éprouvette et l'activité acoustique témoin de cette dégradation à l'échelle microscopique. Il est à noter que dans cette zone la chute de vitesse est relativement importante alors que l'activité acoustique est modeste, montrant la grande sensibilité de la vitesse de propagation à l'endommagement dans cette zone. Dans le dernier stade d'endommagement précédent la rupture du matériau qui commence à peu près vers 250 secondes, nous observons une chute importante de la vitesse de propagation, accompagnée

par une accélération très prononcée de l'émission acoustique jusqu'à la rupture du matériau.

Dans cette zone, malgré la chute de vitesse constatée, il apparaît que l'EA est extrêmement sensible. Ces résultats montrent tout d'abord que la vitesse ultrasonore s'avère très sensible au processus de l'endommagement au même titre que l'EA, surtout dans les deux premières zones, que l'EA est très sensible au voisinage de la rupture. Nous avons par ailleurs mis en évidence la très bonne corrélation entre la perte de rigidité du matériau évaluée en terme de vitesse de propagation ultrasonore et l'EA témoin de l'endommagement à l'échelle microscopique.

Des résultats similaires ont été obtenus sur d'autres échantillons sur lesquels ont été mesurée la vitesse de propagation transversale comme représenté sur la figure 36. Elle montre aussi une très bonne corrélation entre la chute de la vitesse transversale au même titre que la vitesse de propagation longitudinale et l'activité acoustique.

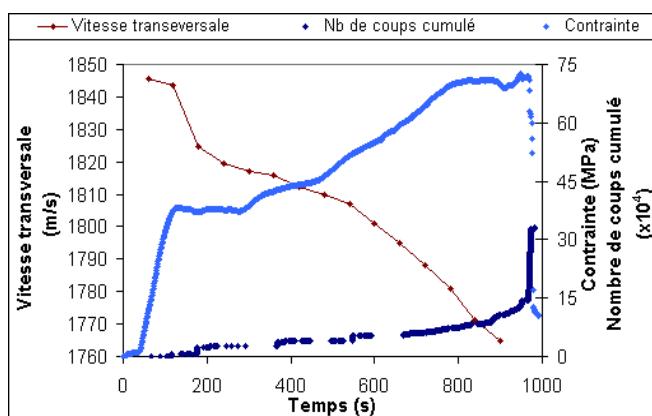


Figure 36 : Evolution de la contrainte, du nombre de coups cumulé et la vitesse de propagation transversale dans un essai de traction sur composite SMC

1.7.1.2 Caractérisation de l'endommagement

Une manière plus quantitative pour étudier l'évolution de l'endommagement est d'introduire les variables d'endommagement D_{ij} définies au chapitre 1. Dans notre cas il est possible de suivre deux paramètres D_L lié à la vitesse longitudinale et D_T lié à la vitesse transversale. Leurs expressions respectives sont rappelées ci-après :

$$D_L = 1 - \frac{C_{11}}{C_{11}^0} \quad \text{paramètre d'endommagement ultrasonore longitudinal}$$

$$D_T = 1 - \frac{C_{55}}{C_{55}^0} \quad \text{paramètre d'endommagement ultrasonore transversal}$$

C_{11} : Constante d'élasticité dans le sens de propagation longitudinale à l'instant t

C_{11}^0 : Constante d'élasticité dans le sens de propagation longitudinale à l'état initial.

C_{55} : Constante d'élasticité dans le sens de propagation transversale à l'instant t

C_{55}^0 : Constante d'élasticité dans le sens de propagation transversale à l'état initial

Rappelons qu'à l'état vierge, les variables d'endommagement sont nulles et qu'au voisinage de la rupture elles tendent vers 1.

Sur la figure 38 nous avons représentés les évolutions de ces deux paramètres pour deux essais différents. On voit clairement apparaître les seuils d'endommagement. Ce résultat montre par ailleurs la bonne sensibilité des deux paramètres.

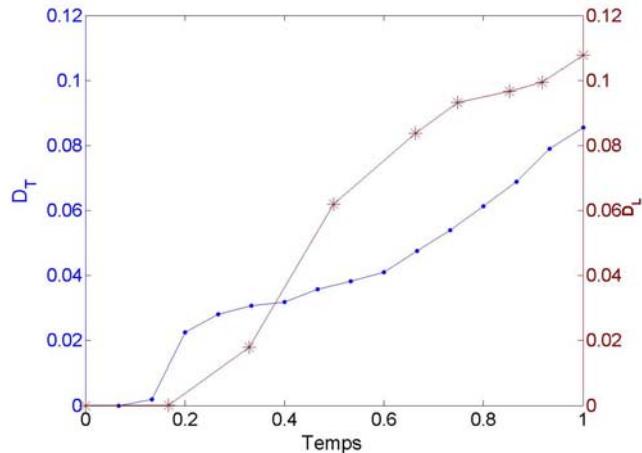


Figure 37 : Evolution en fonction du temps des deux paramètres d'endommagement mécaniques transversal D_T et longitudinal D_L .

Parallèlement, nous pouvons définir une variable d'endommagement pour l'EA [Segard, Benmedakhene et al. 2003]. Cette variable D_{EA} est définie comme suit :

$$D_{EA} = \frac{N}{N_t}$$

Où N est le nombre de coups à l'instant t et N_t , le Nombre de coups total durant l'essai. Nous obtenons ainsi une variable évoluant entre 0 et 1 tout à fait comparable à la variable d'endommagement mécanique D_L et D_T . Ainsi ce paramètre d'endommagement est égal à 0 quand le matériau est vierge, et tend vers 1 à la rupture du matériau.

Dans les trois essais de traction jusqu'à rupture des échantillons SMC, l'évolution des deux variables d'endommagement ultrasonore et d'émission acoustique que nous obtenons sont globalement très bien corrélées entre elles comme cela est indiqué sur la Figure 38.

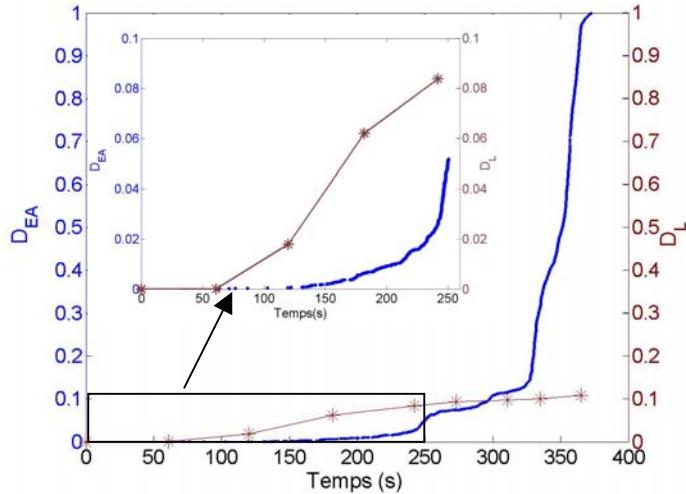


Figure 38 : Evolution temporelle de la variable d'endommagement ultrasonore et du paramètre d'endommagement lié à l'EA.

Cependant comme cela a été pressenti précédemment, il apparaît clairement sur la figure 39 qui représente un zoom de la figure 38 limitée aux deux premières zones identifiées (jusqu'à 250 secondes), que la variable mécanique est plus sensible que la variable liée à l'EA dans cette zone. Il en va autrement au voisinage de la rupture où l'accélération de l'endommagement est beaucoup plus prononcé par la variable d'endommagement liée à l'EA.

Ces résultats montrent l'intérêt de l'approche globale non destructive par EA et par ultrasons pour la caractérisation du processus d'endommagement sur les composites SMC. En effet, il est clair au travers des résultats sur les composites SMC que les deux indicateurs ultrasonore et Emission acoustique sont complémentaires. Pour les deux premiers stades de l'endommagement l'évaluation ultrasonore est la plus sensible. Ce résultat n'est pas si surprenant, car pour s'affranchir du bruit environnant, un seuil d'acquisition de l'EA est utilisé. Ceci limite certainement le nombre de salves détectées particulièrement en début d'essai. A contrario, lorsque le phénomène d'endommagement s'accélère, l'EA augmente dramatiquement jusqu'à la rupture, montrant sa très grande sensibilité dans cette zone.

Dans le paragraphe suivant, nous allons appliquer la même démarche de caractérisation globale pour la caractérisation de l'endommagement de fluage sur des plis croisés.

1.7.2 Essai de fluage suivi par EA et mesure de vitesse US sur des SPC[90/35]

Pour obtenir des essais de fluage conduisant à la rupture des éprouvettes SPC[90/35] avec des temps à rupture appréciables, nous avons sollicité ce matériau avec la même contrainte que celle appliquée sur les SPC[90/35] (22 MPa) mais avec une température de

55°C, la température de l'essai devant être inférieure à la température maximale de fonctionnement des transducteurs ultrasonores utilisés pour la mesure de la vitesse, cette température étant de 60°C. De ce fait, nous avons conduit nos essais à 55°. A cette température et la contrainte de 22 MPa, nous n'avons pas obtenu de rupture, le matériau évoluant vers un état stationnaire. Dans le but d'observer la rupture dans des temps raisonnables sans détériorer les transducteurs ultrasonores, nous avons dû augmenter la contrainte en gardant la même température. Les composites SPC[90/35] ont ainsi été sollicités à une contrainte de 32 MPa. L'EA a été recueillie et les vitesses de propagation ultrasonore ont été mesurées simultanément. Le tableau 15 récapitule les temps et les déformations à rupture des trois éprouvettes de SPC[90/35] qui ont été testées. Là aussi nous constatons une grande dispersion des temps à rupture. En revanche, les déformations à rupture sont relativement stables (0.30 en moyenne).

Eprouvette	Temps de rupture (s)	Déformation à rupture
1	920	0.29
2	21386	0.33
3	416150	0.29

Tableau 15 :Temps et déformations à rupture des SP [90/35]

Pour les matériaux composites SPC[90/35] (figure 39), les vitesses ultrasonores sont mesurées dans le sens de l'épaisseur comme indiqué sur la figure 39 (direction 3) avec une incertitude de $\Delta V = 14 \text{ m/s}$. Les résultats en ondes longitudinales sont présentés dans le tableau 14. La masse volumique du matériau est de 1785 Kg/m^3 . A partir des vitesses mesurées et de la masse volumique, la constante d'élasticité C_{11} a été déterminée (tableau 16) tout au long de l'essai parallèlement à l'acquisition de l'EA.

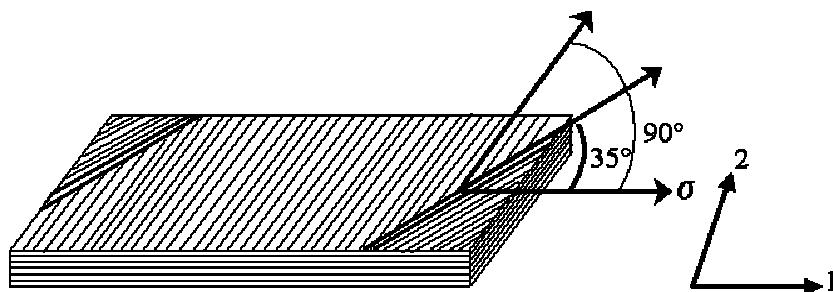


Figure 39 : : Repère géométrique lié aux éprouvettes de SPC[90/35]

Vitesse longitudinale $V_L (\text{m/s})$	2877
Vitesse transversale $V_T (\text{m/s})$	1461
$C_{11} (\text{GPa})$	14.8

Tableau 16 : Vitesses ultrasonores et constante d'élasticité du composite SPC [90/35]

1.7.2.1 Evolution temporelle du fluage émission acoustique et la vitesse ultrasonore

Sur les figures 40 (a) et (b) sont représentés des exemples typiques (éprouvette N°2) des évolutions temporelles du taux de déformation du composite SPC[90/35], de l'EA et de la vitesse de propagation ultrasonore au cours d'un essai de fluage. Comme pour les essais précédents, nous observons les trois stades classiques du fluage (primaire, secondaire et tertiaire).

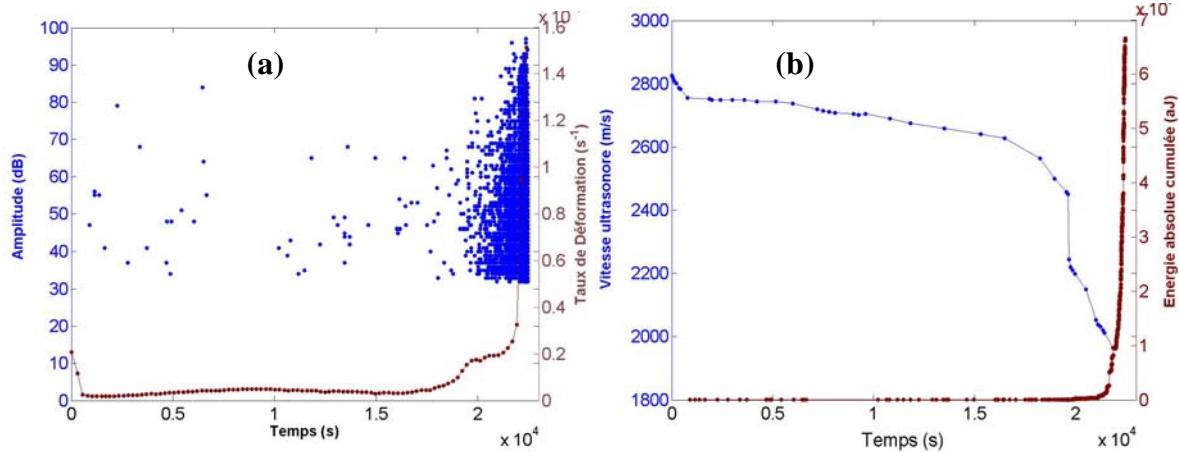


Figure 40 : SPC[90/35]N°2 : (a): Taux de déformation et distribution des amplitudes de l'EA en fonction du temps, (b): variation de la vitesse ultrasonore et EA (Energie absolue cumulée) en fonction du temps.

Une décroissance rapide du taux de déformation est constatée dès le début de l'essai. A ce stade et jusqu'à 1890 secondes environ; aucune activité acoustique significative n'est détectée (figure 40 (a) et (b)), ce qui laisse supposer qu'il n'y a pas d'endommagement au sein du matériau à ce stade de l'essai. Cependant nous observons une variation significative de la vitesse longitudinale mesurée dans le sens de l'épaisseur comme cela apparaît clairement sur la figure 40 (b). Cette décroissance de la vitesse traduit une perte de rigidité liée à l'endommagement. Cette contradiction apparente entre l'information donnée par l'EA et l'évaluation ultrasonore a déjà été remarquée au paragraphe précédent pour les essais de traction à vitesse de déformation imposée sur des SMC. Nous avions alors remarqué que, du fait de l'existence d'un seuil pour l'acquisition de l'EA les premiers événements d'EA, du reste peu énergétiques, étaient certainement en dessous du seuil et de ce fait ne sont détectés par les capteurs d'EA. Ce résultat confirme le fait que l'US serait plus sensible que l'EA au tout premier stade de l'endommagement. Le fluage primaire est suivi par une zone de fluage secondaire où le taux de déformation est quasi nulle, cette zone a une durée assez importante puisqu'elle représente environ 70% de la totalité du temps de l'essai. Cette zone est accompagnée par une activité acoustique significative mais assez faible avec une gamme

d'amplitude des signaux située entre 34 et 70 dB. Parallèlement, nous observons une décroissance continue de la vitesse de propagation ultrasonore. Ceci nous amène à constater que pendant cette zone de fluage secondaire, il y a une perte progressive de la rigidité du matériau, traduisant un endommagement lent mais progressif du matériau. Cette perte de rigidité est tout à fait en accord avec l'activité acoustique recueillie pendant cette zone. En ce qui concerne le fluage tertiaire qui représente environ 28% de la totalité de l'essai, il est caractérisé par une accélération très importante du taux de déformation, avec une chute brutale et très importante de la vitesse de propagation ultrasonore. En effet, nous observons une diminution de vitesse de près de 1000 m/s au voisinage de la rupture. Ce régime est accompagné par une activité acoustique avec une accélération extrêmement importante qui culmine avec la rupture du matériau. Cette activité acoustique intense engendre des salves acoustiques couvrant toutes les gammes d'amplitudes.

Concernant le taux d'EA, comme cela a été observé sur les composites SPC90/35, il n'apparaît pas de régime primaire pour l'EA comme est montré sur la figure 41. Par contre nous observons très nettement un régime tertiaire qui semble assez bien corrélé à celui du taux de déformation (figure 41). Du fait de l'absence de régime primaire en EA pour ces matériaux, la transition du régime primaire/secondaire au régime tertiaire ne peut être observée et localisée dans le temps que par le minimum du taux de déformation t_{mDef} . Les résultats correspondant aux différents t_{mDef} des trois éprouvettes testées sont regroupés sur le tableau 17.

Eprouvette ^o	t_{mDef} (s)
1	97
2	1686
3	201250

Tableau 17 : Temps correspondants au minimum du taux de déformation

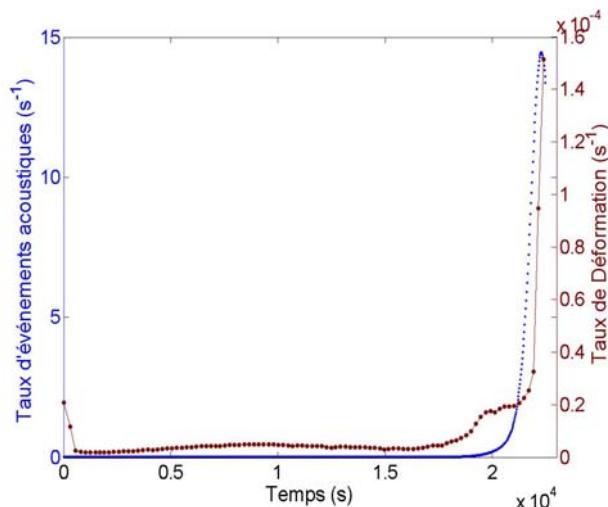


Figure 41 : Evolutions typiques des taux de déformation et d'EA dans un essai de fluage sur une éprouvette de SPC[90/35].

Ces résultats montrent la très bonne corrélation entre la perte de rigidité à l'échelle macroscopique, la vitesse ultrasonore étant directement reliée à la rigidité, et l'EA témoin de l'endommagement à l'échelle microscopique. Les résultats montrent par ailleurs que la vitesse ultrasonore est très sensible à cet endommagement, notamment au début du processus. Elle apparaît à ce titre et pour les endommagements précoce comme un très bon indicateur complémentaire à l'EA. Par contre au voisinage de la rupture, l'EA est un indicateur incontournable.

1.7.2.2 Caractérisation de l'endommagement

Les évolutions des deux variables d'endommagement ultrasonore et d'émission acoustique sont représentées sur la figure 42. Sur les trois essais de fluage jusqu'à la rupture effectuée sur les 3 éprouvettes composites SPC[90/35], les évolutions des deux variables d'endommagement présentées sur la figure 42 corroborent les observations effectuées précédemment en terme de vitesse de propagation (figure 42). Ces résultats sont par ailleurs conformes aux observations en EA relevées par Ségard et al sur des matériaux composites base polymère à fibres courtes sollicités en fluage. [Segard, Benmedakhene et al. 2003].

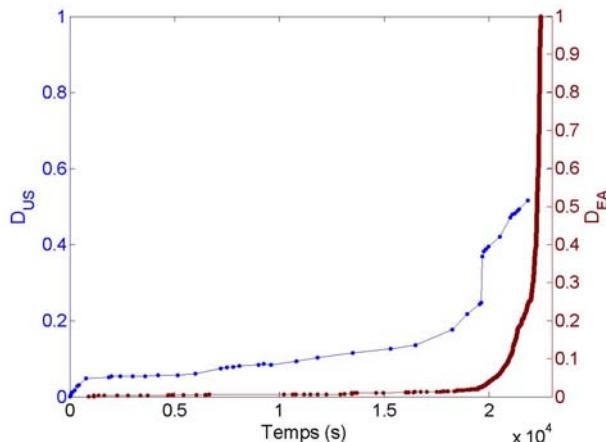


Figure 42 : Courbes d'endommagement pour un composite SPC[90/35]

En terme de variable d'endommagement, nous remarquons que conformément aux évolutions de vitesse, nous observons une très bonne corrélation globale entre le paramètre d'endommagement ultrasonore et celui de l'émission acoustique durant les trois stades de fluage. Notons que pendant le fluage primaire, le paramètre d'endommagement ultrasonore D_{US} est plus sensible que la variable d'endommagement liée à l'EA, pour les mêmes raisons que celles que nous avons évoquées au paragraphe précédent lié au seuil de détection de l'EA. En ce qui concerne le fluage secondaire on remarque une bonne réponse pour les deux

variables d'endommagement. Dans le fluage tertiaire, la variable d'endommagement la plus sensible est celle d'EA qui accélère très vite et diverge à l'approche de la rupture.

L'analyse conventionnelle des signaux d'EA recueillis dans les composites UD ont permis de définir les principales signature acoustiques des modes d'endommagement prépondérants dans les matériaux composites. Une application possible des classificateurs à savoir les k-plus proches voisins et la carte auto-organisatrice de Kohonen permettra de dissocier et identifier les différents types de signaux d'EA recueillis lors des essais de fluage sur les composites à plis croisés et les SMC.

CHAPITRE III

Analyse et Modélisation du comportement critique et de
la rupture en fluage

1. INTRODUCTION

La connaissance du comportement à rupture des matériaux, notamment l'étude des processus qui y mènent est très importante du fait de l'utilisation croissante des matériaux de structure dans des conditions de plus en plus sévères. Dans ces applications, les matériaux hétérogènes notamment composites occupent une place de plus en plus grande dans des secteurs aussi divers que le génie civil, le transport, l'aérospatial ou le biomédical. Ces matériaux sont le plus souvent soumis à des charges constantes sur des temps relativement longs. Sous l'effet des contraintes ainsi créées, le matériau se déforme. Cette déformation de fluage peut évoluer de manière catastrophique vers la rupture. Etudier les mécanismes conduisant à la rupture en fluage dans une démarche prédictive est l'un des problèmes les plus importants en mécanique des matériaux. Ainsi, depuis plusieurs années de nombreux travaux ont été consacrés à l'étude des phénomènes de rupture en fluage des matériaux hétérogènes soit par des expériences directes [**AGBOSSOU 1995, LIU et al. 1996, ANDERSEN et al. 1997, LOCKNER 1998, GUARINO et al. 2002**] aussi bien que par différents modèles [**VUJOSEVIC et al. 1997, CILIBERTO et al. 2001, HIDALGO et al. 2002, MIGUEL et al. 2002, POLITI et al. 2002, SAICHEV et al. 2003, SHCHERBAKOV et al. 2003, TURCOTTE et al. 2003, PRADHAN et al. 2004**]. Parmi les matériaux objets de ces études, les composites base polymère occupent une place importante. La déformation viscoélastique et la rupture en fluage sont parmi les propriétés critiques requises pour évaluer la durée de vie de ces matériaux. Dans ces matériaux hétérogènes, les mécanismes microscopiques fondamentaux de la rupture en fluage sont très complexes. Ainsi, au-delà du développement de modèles analytiques et numériques, qui permettent d'étudier l'histoire de l'endommagement en terme de paramètres spécifiques des constituants et des microfissures présentes dans les matériaux, une approche novatrice est celle qui consiste à étudier la rupture de ces matériaux à travers sa similitude avec des phénomènes de transitions de phase. De nombreux travaux récents ont montré la pertinence de cette voie [**SORNETTE et al. 1992, ANDERSEN, SORNETTE and LEUNG 1997, CILIBERTO, GUARINO and SCORRETTI 2001, SAMMIS et al. 2002, SAICHEV and SORNETTE 2003**].

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, le fluage est souvent divisé en trois régimes:

- (i) Le fluage primaire qui correspond à un affaiblissement du taux de déformation lors de l'application d'une charge constante selon une loi de type loi d'Andrade [**ANDRADE 1910**].

-
- (ii) Le régime secondaire ou stationnaire qui rend compte d'un stade quasi constant en terme de taux de déformation.
 - (iii) Le fluage tertiaire où l'on assiste à une accélération en loi de puissance du taux de déformation jusqu'à la rupture du matériau.

La loi d'Andrade est similaire à la relaxation en loi de puissance de l'activité séismique (tremblement de terre) déclenchée par le changement statique de la contrainte induite par un grand tremblement de terre, connu sous le nom de la loi d'Omori **[OMORI 1894]**. Une accélération en loi de puissance de la séismicité a été souvent observée avant certains grands tremblements de terre. Les expériences de rupture effectuées à un taux de déformation ou à un taux de contrainte constant peuvent également produire une accélération en loi de puissance de l'émission acoustique avant la rupture **[DANIEL 1945]**

Notre objectif dans ce chapitre est d'analyser l'endommagement et la rupture en fluage sur des matériaux hétérogènes aux propriétés mécaniques bien contrôlées. Il s'agit de ceux étudiés précédemment à savoir des composites à matrice polyester renforcée par des fibres de verre (plis croisés SPC[±62] et SPC[90/35] et composites SMC). Notre but, dans un premier temps est, au travers d'expériences de fluage bien maîtrisées, d'obtenir une description la plus complète possible des trois régimes de fluage afin de mieux comprendre les processus qui mènent à la rupture. Dans un deuxième temps, pour expliquer les observations expérimentales en particulier, l'évolution en loi de puissance du taux de déformation et du taux de l'émission acoustique dans le régime du fluage primaire et tertiaire, nous proposons une modélisation dérivée du modèle démocratique des fibres dit DFBM (Democratic fibre bundle model). Ce modèle rend bien compte du comportement mécanique, notamment de l'endommagement et de la rupture des matériaux hétérogènes et s'applique à priori bien aux matériaux objet de ce travail.

2. Analyse expérimentale de l'endommagement et de la rupture en fluage

Dans la suite logique de l'étude sur l'identification des mécanismes d'endommagement menée au chapitre précédent, l'étude des processus d'endommagement et de rupture des composites considérés, les plis croisés SPC[±62], SPC[90/35] et SMC, a été conduite en suivant l'évolution en fluage, dans le temps de la déformation et l'émission acoustique.

Cette analyse expérimentale du comportement jusqu'à rupture, en déformation et en EA sur les matériaux objet de ce travail a été menée en collaboration avec Agnès Helmstetter de l'institut de géophysique et physique des planètes de l'université de Californie à Los Angeles.

2-1 Comportement critique en déformation

Le suivi de la déformation et du taux de déformation jusqu'à rupture a été effectué pour toutes les éprouvettes des trois composites. Les régimes de fluage ont été observés pour tous les matériaux. Des exemples d'évolution des taux de déformation sont montrés sur les figures 1 (a) et 2 (a) pour les SPC[90/35] et les SMC. Sur toutes les éprouvettes, nous observons un régime de relaxation en loi de puissance dans le fluage primaire comme cela est représenté en échelle logarithmique sur les figures 1 (b) et 2 (b). Nous avons également observé pour tous les échantillons des accélérations en loi de puissance pendant le régime tertiaire jusqu'à la rupture comme cela est illustré sur les figures 1 (c) et 2 (c) où apparaît clairement cette accélération en fonction du temps en échelle logarithmique.

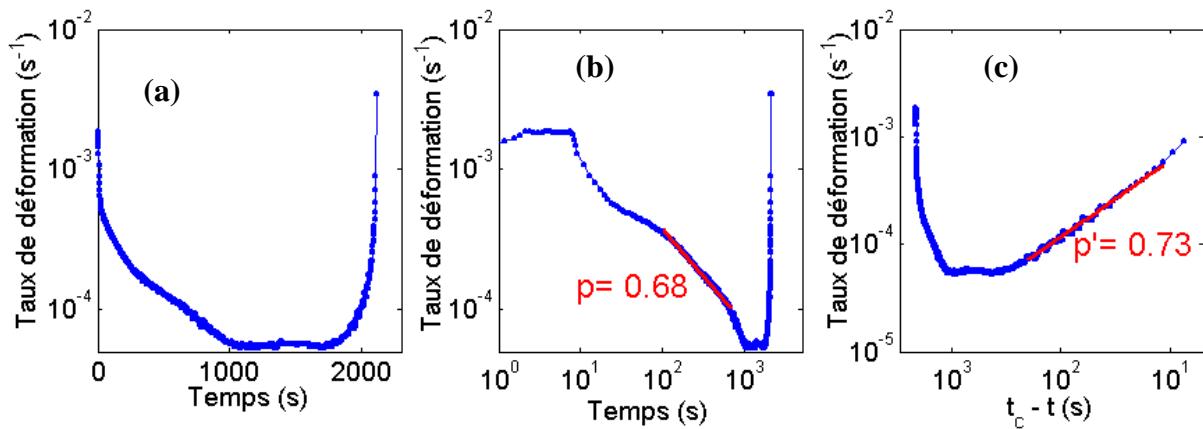


Figure 1 : (a) Taux de déformation du composite SPC[90/35] n°3, (b) régime de relaxation en loi puissance du fluage primaire en échelle logarithmique; (c) accélération en loi puissance du régime tertiaire en échelle logarithmique.

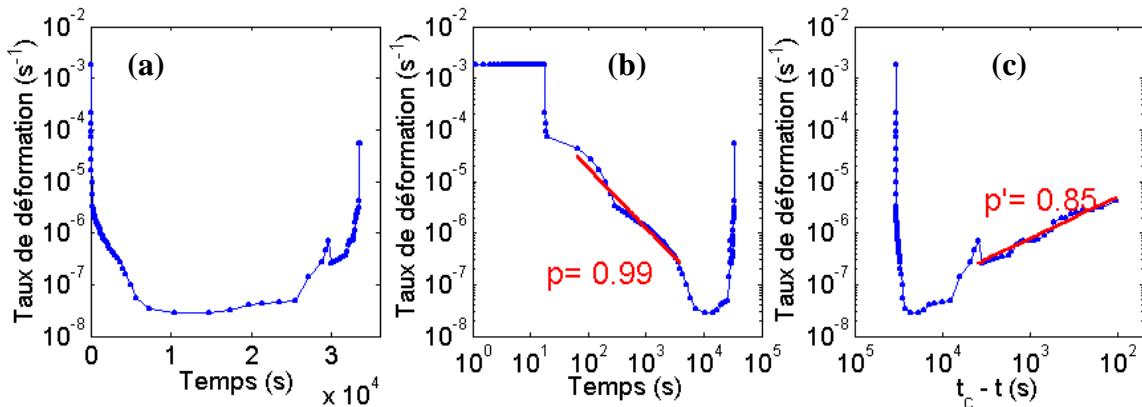


Figure 2 : Taux de déformation du composite SMC n°5, même légende que la figure 1.

Pour le fluage primaire la diminution rapide et continue du taux de déformation $(\frac{de}{dt})$ peut être décrite par la loi d'Andrade [ANDRADE 1910] et comme nous le verrons plus loin selon la loi d'Omori [OMORI 1894] pour le taux d'émission acoustique:

$$\frac{de}{dt} \sim \frac{1}{t^p} \quad (1)$$

Dans cette relation p est un exposant généralement inférieur à 1 le plus souvent égal à 1/3 pour les matériaux métalliques [KONG *et al.* 1997, KONG *et al.* 1997]. Pour l'ensemble des éprouvettes des matériaux étudiés dans ce travail, les exposants p ont été déterminés par ajustement des courbes expérimentales avec la loi d'Andrade, comme cela est représenté sur les figures 1 et 2. L'ensemble des résultats de ces ajustements sont regroupés sur le tableau 1. Les exposants p identifiés sont généralement inférieurs ou égaux à 1. Du fait du faible nombre de points dans le fluage primaire pour certaines éprouvettes, les exposants p ne sont généralement pas obtenus avec une bonne précision. Le recouvrement observé au tout début de l'essai, pendant les temps courts est probablement dû au fait que la charge n'atteint pas immédiatement sa valeur constante, mais augmente progressivement pendant environ 10 s après la mise en charge. Pendant le fluage secondaire, le taux de déformation est quasi constant, les fluages primaire et secondaire sont observés sur une grande partie de l'essai de fluage. Ces régimes sont suivis par le fluage tertiaire pendant lequel on observe une accélération en loi de puissance du taux de déformation qui culmine avec la rupture du matériau. Cette accélération qui est également observée pour l'EA comme nous le verrons plus loin correspond bien à une singularité en loi de puissance que l'on peut écrire comme suit [Jaumé *et al.* 1999, SAMMIS and SORNETTE 2002] :

$$\frac{de}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{p'}} \quad (2)$$

p' étant un exposant critique et t_c le temps critique qui correspond en principe à la rupture du matériau. Pour tous les matériaux, les exposants p' ont été déterminés grâce à la relation (2) par ajustement des courbes expérimentales comme cela est représenté sur les figures 1 (c) et 2 (c). L'ensemble des résultats est regroupé sur le tableau 1. Les exposants p' du taux de déformation sont généralement inférieurs ou égaux à 1. Ils sont généralement obtenus avec une assez bonne précision comparativement aux exposants p du régime primaire, les ajustements se faisant sur un plus grand nombre de points. Généralement, le temps critique t_c qui est déterminé à partir de l'ajustement des données avec l'expression (2) est très voisin du temps à rupture t_{end} . Les valeurs de t_c sur le tableau 1 ont été ajustées pour obtenir le meilleur fit du taux de déformation par l'équation (2). Les intervalles de temps $[t_{min} - t_{max}]$ sont ceux utilisés pour estimer les exposants p et p' , ils sont représentés dans les colonnes 4 et 6 du tableau 1. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 3, le temps de transition t_m entre le fluage primaire et tertiaire est déterminé à partir du minimum du taux de déformation repéré sur les courbes d'évolution des taux de déformation avec le temps.

		P _{Def}	[t _{min} - t _{max}]	P' _{Def}	[t _{min} - t _{max}]	t _{end}	t _c	t _{mDef}
SPC [±62]	1	0.84	500-3000	0.62	20-500	6617	t _{end} -12	4409
	2	0.79	700-8000	0.76	30-800	10214	t _{end} -3	7313
	3	0.99	400-2000	0.84	15-200	3267	t _{end}	2332
	4	1.3?	8000-30000	0.93	2000-10000	154398	t _{end}	95478
	5	0.91	500-5000	0.35	40-400	8517	t _{end}	4933
	5			0.7	400-2000	8517	t _{end}	
	6	0.97	500-3000	0.48	100-2500	6154	t _{end}	3436
	7	1.11	1500-7000	0.96	50-1000	13309	t _{end}	8313
Moyenne		0.99		0.71				
Ecart type		0.16		0.21				
SPC[90/35]	1	1.04	150-1100	0.81?	20-200	2307	t _{end} -40	1490
	2	0.27	20-300	0.45?	1-50	737	t _{end} -5	615
	3	0.68	100-700	0.73	10-200	2117	t _{end}	1214
Moyenne		0.66		0.66				
Ecart type		0.31		0.15				
SMC	1	0.74	20-100	0.96	1-20	221	t _{end} -1.5	140.9
	2	0.92	25-150	1.03	0.5-80	339	t _{end}	186.5
	3	0.9	25-100	1.07	0.5-70	238	t _{end}	152.2
	4	0.87	25-400	0.69	1-100	686	t _{end} -2	411.8
	5	0.99	25-4000	0.85	100-4000	33539	t _{end} -30	14850
Moyenne		0.88		0.92				
Ecart type		0.08		0.13				

Tableau 1 : Taux de déformation : temps critique t_c, temps à rupture t_{end}, temps de transition t_m entre le fluage primaire et tertiaire, valeurs des exposants p et p'.

Dans ce tableau, les points d'interrogation (?) devant certaines valeurs d'exposants, signifient qu'il y a une grande incertitude sur ces valeurs, incertitude due soit à l'intervalle de temps limité utilisé pour l'ajustement, soit aux grandes fluctuations du taux de déformation.

2-2 Comportement critique en Emission Acoustique

Généralement nous obtenons la même évolution temporelle pour le taux d'activité d'EA que celle obtenue pour le taux de déformation pour les composites SPC[±62] et SMC comme cela est représenté sur les figure 4 (a) et 5 (a) avec une relaxation en loi de puissance du taux d'émission acoustique au tout début de l'essai. Cette évolution peut être décrite par la loi d'Omori [OMORI 1894] :

$$\frac{dN}{dt} \sim \frac{1}{t^p} \quad (3)$$

Ici, N représente le nombre d'évènements acoustiques. Signalons par ailleurs que comme cela est indiqué sur la figure 4 (a), que les échantillons de SPC[90/35] ne montrent aucune relaxation de l'activité d'EA pendant le régime primaire alors que cette relaxation est bien présente pour les taux de déformation comme cela apparaît clairement sur la figure 1 (a). Pour les échantillons de SPC[90/35], il semble que la cause de cette absence de relaxation de

l'activité acoustique soit due au fait que pour ces matériaux, seul l'ensemble des fibres orientées à 35° soit effectivement soumis à la contrainte appliquée. Par conséquent, le manque d'activité d'EA dans les échantillons SPC[90/35] est probablement dû au fait que l'EA dans le régime de fluage primaire reflète plus une réorganisation entre les couches voisines que de l'endommagement. A partir de l'ajustement des courbes expérimentales par la relation (3), nous avons identifié les exposants p de la loi d'Omori pour les SPC[± 62] et les SMC. Ces résultats sont regroupés sur le tableau 2. Comme pour le taux de déformation, les exposants de la relaxation du taux d'EA ne sont pas obtenus avec une très bonne précision, du fait du faible nombre de points en EA dans le fluage primaire. En ce qui concerne le comportement à rupture, on assiste également lors du fluage tertiaire à une accélération en loi de puissance du taux d'EA menant à la rupture, comme cela apparaît clairement sur les figures 3 (c), figure 4 (c) et 5 (c) où nous avons représenté l'évolution du taux d'EA en échelle logarithmique. Cette accélération a lieu pour tous les matériaux. Notons que pour certains échantillons notamment de SPC[± 62] et de SMC, cette loi de puissance s'étale sur plus de quatre décades. A notre connaissance ce sont les premiers résultats qui montrent de telles évolutions sur un nombre de décades aussi important.

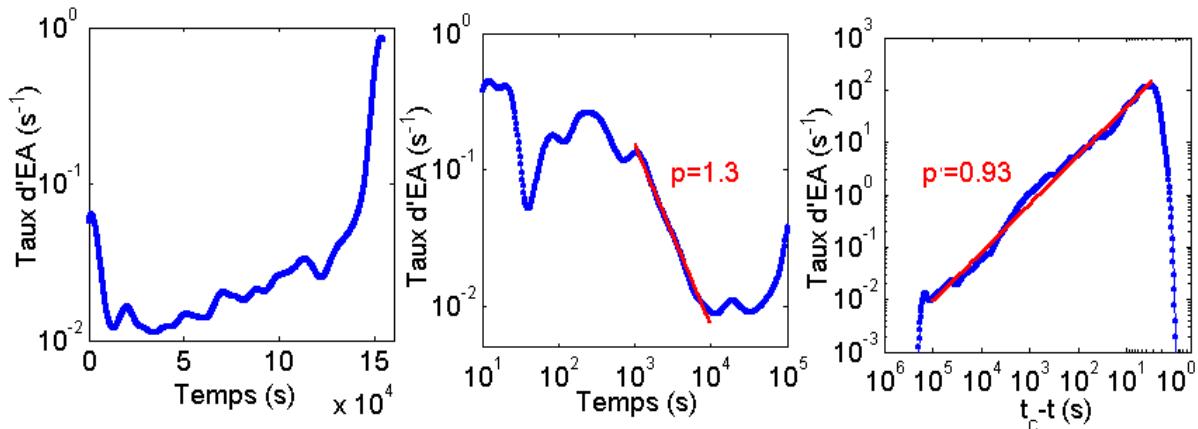


Figure 3 : (a) Taux d'événement d'EA du composite SPC[$\pm 62^\circ$] n°4, (b) régime de relaxation en loi puissance en échelle logarithmique; (c) accélération en loi puissance du régime tertiaire en fonction du temps réduit en échelle logarithmique.

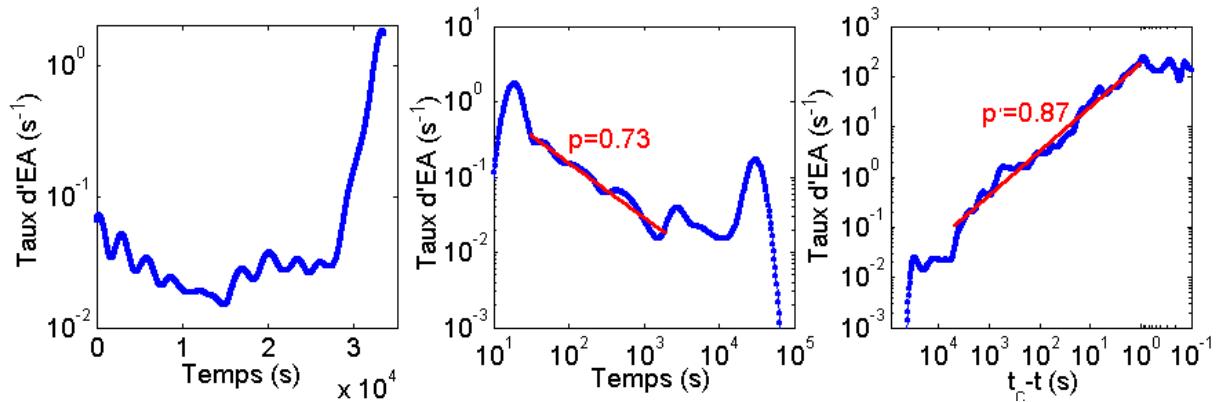


Figure 4 : Taux d'événement d'EA du composite SMC n°5, même légende que la figure 3.

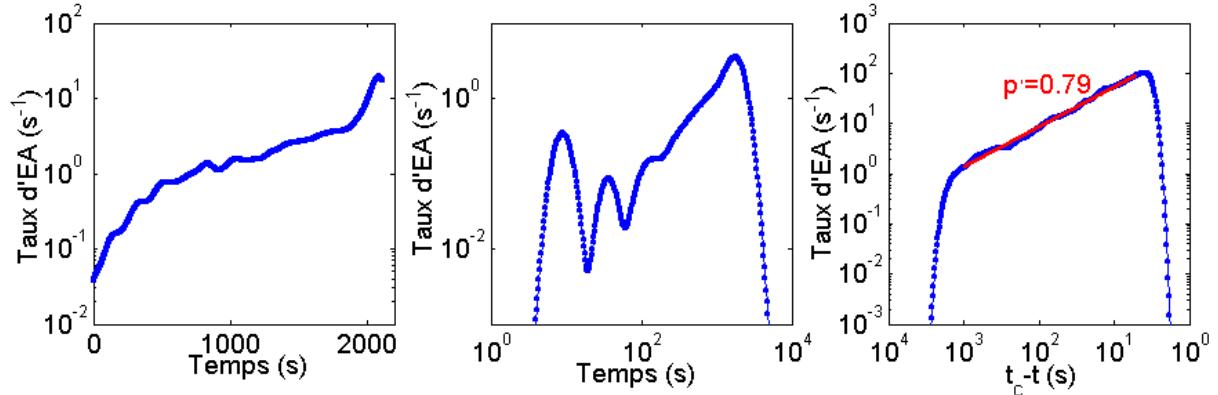


Figure 5 : Taux d'événement d'EA du composite SPC[90/35] n°3, même légende que la figure 3.

Comme pour le taux de déformation, cette accélération correspond bien à une singularité en loi de puissance que l'on peut, là aussi, écrire comme suit [Jaumé and Sykes 1999, SAMMIS and SORNETTE 2002] :

$$\frac{dN}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{p'}}$$

Les valeurs des exposants p' pour l'EA ont également été déterminées par ajustement des courbes expérimentales. Elles sont regroupées sur le tableau 2. Nous avons vérifié que l'évolution du taux d'événement d'EA a la même allure que celle du taux d'énergie d'EA, cependant en raison de la grande distribution des énergies d'EA, nous avons remarqué des fluctuations plus importantes pour le taux d'énergie que pour le taux d'événements, par contre le temps de transition entre le fluage primaire et le fluage tertiaire, et les valeurs de p et p' sont semblables pour le taux d'événement d'EA et pour le taux d'énergie d'EA.

		p_{EA}	$[t_{min} - t_{max}]$	p'_{EA}	$[t_{min} - t_{max}]$	t_{end}	t_c	t_{mEA}
SPC [± 62]	1	0.2	100-3000	0.37	1-3000	6624	$t_{end}-9$	3848
	2	0.57	100-3000	1.06?	1-300	10226	$t_{end}-12$	4673
	3	0.72	100-1000	0.91	10-3000	3273	t_{end}	887
	4	1.3	1000-10000	0.93	3-100000	154799	$t_{end}-400$	34277
	5	0.41	100-3000	0.48	0.2-100	8518	t_{end}	2913
	6	0.37	100-3000	Pas de fluage	tertiaire	6083	t_{end}	4565
	7	0.47	500-8000	1.13?	1-100	13417	$t_{end}-106$	10900
Moyenne		0.58		0.81				
Ecart type		0.33		0.28				
SPC [90/35]	1	Pas de fluage	primaire	0.84	10-3000	2307	$t_{end}-50$	
	2			0.85	2-300	737	t_{end}	
	3			0.79	5-1000	2117	$t_{end}+3$	
Moyenne				0.83				
Ecart type				0.02				
SMC	1	0.41 ?	20-120	0.87	1-50	221	$t_{end}+0.5$	64
	2	1.05 ?	15-80	0.91	1-300	339	t_{end}	72
	3	1.63 ?	15-80	1.10	2-100	238	$t_{end}-1$	63
	4	0.77	25-500	0.94	4-100	688	$t_{end}-25.1$	457
	5	0.73	30-2000	0.87	1-5000	33539	t_{end}	14893
Moyenne		0.92		0.94				
Ecart type		0.4		0.08				

Tableau 2 : Taux d'EA : temps critique t_c , temps à rupture t_{end} , et les valeurs des exposants p et p' . Intervalles de temps utilisés pour estimer p et p' .

Comme pour le taux de déformation, dans ce tableau, les points d'interrogation (?) devant certaines valeurs d'exposant, signifient qu'il y a une grande incertitude sur ces valeurs pour les mêmes raisons que celles évoquées précédemment.

2-3 Distribution des densités d'énergie

Les distributions des densités d'énergie pour toutes les éprouvettes (SPC[± 62], SPC[90/35], SMC) sont montrées sur la figure 6. Cette énergie absolue est mesurée en intégrant le rapport du carré de l'amplitude du signal sur la durée de la salve acoustique. Nous avons trouvé que toutes les éprouvettes ont des distributions d'énergie semblables et suivent des lois de puissance avec un exposant r de la fonction densité de probabilité (**pdf**), proche de 1.5. Cette valeur n'est pas loin 1.6 valeur souvent trouvé pour les tremblements de terre [KAGAN 1999, PISARENKO et al. 2003]. Pour les échantillons SMC et SPC[90/35], il y a un décroissance rapide en loi de puissance pour les grandes énergies. La figure 7 montre que la distribution d'énergie ne dépend pas du temps, puisque les événements les plus énergétiques ne se produisent pas seulement à la rupture, ils sont observés aussi durant le

fluage primaire, ce qui semble en contradiction avec la théorie du point critique [SORNETTE and VANNESTE 1992, JOHANSEN *et al.* 2000].

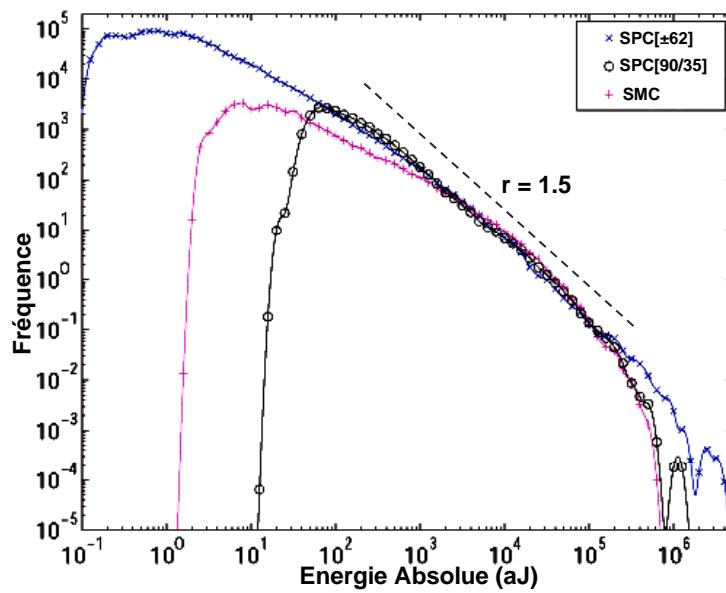


Figure 6 : Distribution de l'énergie pour les SPC[±62], SPC[90/35] et SMC

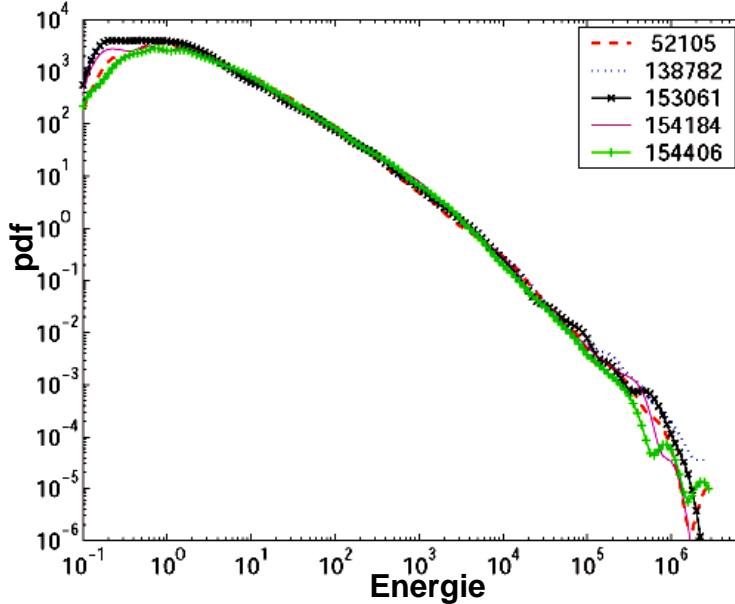


Figure 7 : Distribution de l'énergie pour le SPC[±62] n°4 pour différents temps, pour 5 fenêtres de temps avec 3400 événements.

2-4 Corrélation fluage primaire-tertiaire et temps à rupture

A travers les tableaux 1 et 2 il est facile de constater que les temps à ruptures relatifs à chaque série d'éprouvettes du même matériau varient considérablement alors que la contrainte appliquée reste la même. Cela montre l'impossibilité de prévoir le temps de rupture d'un matériau en utilisant une relation empirique entre la contrainte appliquée et le temps de rupture. Cela nous a amené à chercher l'existence d'une corrélation entre les

différentes caractéristiques traduisant l'évolution du taux de déformation ainsi que celle du taux d'événements acoustiques précédent la rupture.

Dans le fluage primaire comme représenté sur la figure 8 (a), nous n'observons aucune corrélation entre les exposants du taux de déformation p_{Def} et ceux du taux d'événements acoustiques p_{EA} . Cependant, en raison de l'importante incertitude sur la valeur de l'exposant p (déterminée pour un intervalle de temps limité et pour une faible activité acoustique), il est difficile de s'assurer que les exposants p du taux de déformation et d'EA sont différents. En revanche, dans le fluage tertiaire comme représenté sur la figure 8 (b), nous notons une assez bonne corrélation entre les deux exposants critiques du taux de déformation et du taux d'EA p'_{Def} et p'_{EA} . Aussi une faible corrélation entre les exposants (p_{Def}, p'_{Def}) et (p_{EA}, p'_{EA}) a été également constatée (figures 8 (c) et (d)). Finalement, nous observons une assez bonne corrélation entre l'exposant d'Andrade p_{Def} et le temps de rupture t_c , qui est plus significative que celle entre l'exposant d'Omori p_{EA} et le t_c (figure 8 (e)). Mais, il n'y a aucune corrélation entre le temps de rupture t_c et les deux exposants p'_{Def} et p'_{EA} (figure 8 (f)).

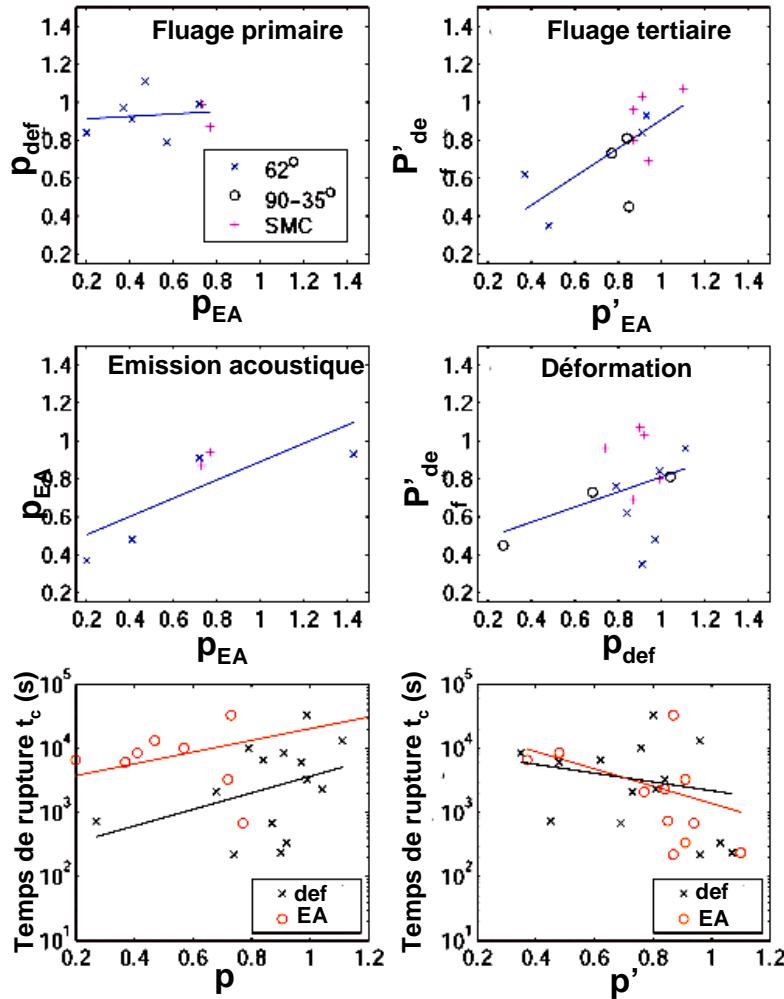


Figure 8 : Corrélation entre les différents paramètres du taux de déformation et du taux d'EA.

La bonne corrélation qui existe entre le temps de rupture t_c à l'exposant d'Andrade p_{Def} nous laisse supposer qu'il y a un seul mécanisme responsable de la relaxation du taux de déformation au cours du fluage primaire et de l'accélération de l'endommagement pendant le fluage tertiaire, sinon si les mécanismes sources sont différents, l'endommagement qui se produit dans le fluage primaire influe certainement sur son évolution dans le fluage secondaire et tertiaire et par la suite sur le temps de rupture t_c . D'une manière complémentaire cette corrélation pourra nous fournir une information sur le temps de rupture par l'observation du taux de déformation ou de l'EA mesurée durant le fluage primaire: plus la valeur de l'exposant p est petite, plus le temps avant la rupture est court. Une observation similaire a été rapportée dans [KUHN *et al.* 1993].

Nous suggérons une autre approche pour corrélérer le fluage primaire/secondaire et le temps de rupture comme représenté sur la figure 9, cette figure montre la corrélation entre le temps de transition t_m correspondant au minimum du taux de déformation et le temps de rupture $t_c \approx t_{end}$ pour tous les matériaux que nous avons étudiés durant ce chapitre (SPC[±62], SPC[90/35] et les SMC), nous avons même introduit dans cette corrélation les t_m et les t_c des composites unidirectionnels les UD45 et les UD27. La figure 9 montre une très bonne corrélation entre le t_m et le t_c . Elle montre que le temps de transition t_m représente environ 2/3 du temps de rupture t_c .

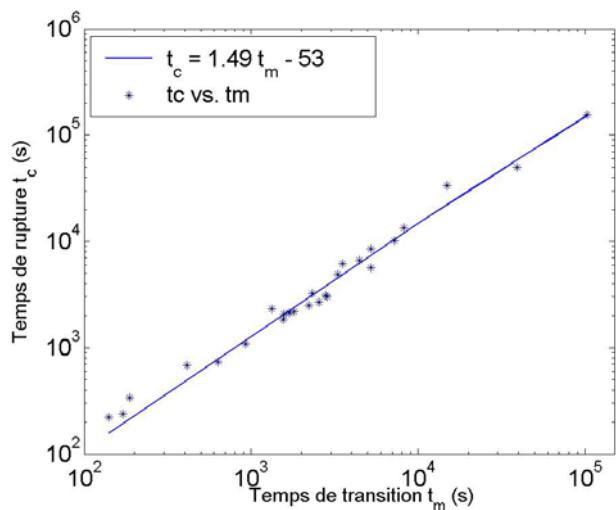


Figure 9 : Corrélation globale entre le temps de transition t_m et le temps de rupture t_c , pour tous les matériaux.

Cela nous a amené à voir le degré de corrélation entre t_m et t_c pour chaque type de matériau séparément comme représenté sur la figure 10. Dans cette figure 10 nous observons que la corrélation est plus importante dans les composites SMC réputés par un degré de désordre plus important que dans les SPC et les UD, le temps t_m pour les SMC représente

plus de la moitié du temps t_c , et de même les SPC sont mieux corrélés que les UD 45 et les UD 27. cela est sûrement dû au fait que les UD sont les matériaux les moins hétérogènes et les moins désordonnés puisque les fibres sont alignées dans une seule direction. Cela nous mène à conclure que plus le degré de désordre et d'hétérogénéité est important plus tôt pourrait être anticipée la rupture.

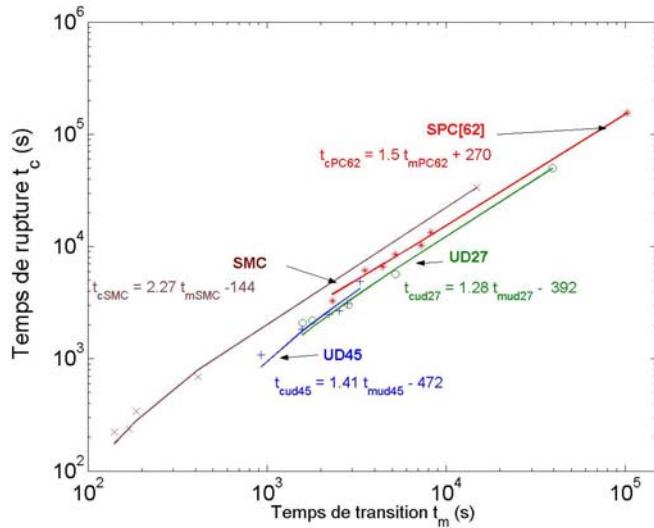


Figure 10 : Corrélations entre le temps de transition t_m et le temps à rupture t_c , pour les différentes classes de matériaux prises séparément.

Ainsi, nous pouvons prévoir le temps de rupture, en suivant l'évolution du taux de déformation durant le fluage primaire et secondaire, et avant l'accélération de l'endommagement pendant le fluage tertiaire qui nous conduit à la rupture de l'échantillon, dès que nous observerons le minimum du taux de déformation, nous pourrons mesurer le temps de transition t_m et enfin déduire le t_c par la relation montrée sur la figure 9. Cependant, il y a quelques cas où le minimum n'est pas bien défini, comme celui représenté sur la figure 5 pour le composite SPC[90/35] n°3 dans lequel le premier minimum est suivi d'un deuxième minimum qui lui est similaire. Ceci limite la possibilité de prédition de la rupture.

Par ailleurs, la corrélation entre l'exposant p et t_c constatée sur la figure 8, peut être considérée comme une information additionnelle à la corrélation entre t_c et t_m représentée sur la figure 9. La combinaison des deux corrélations pourrait permettre d'améliorer la prévision de la durée de vie.

3. Modélisation de la rupture des matériaux hétérogènes

De manière à comprendre le comportement en fluage, depuis la mise en charge jusqu'à la rupture, nous avons construit un certain nombre de modèles en partant du plus simple décrivant globalement les phénomènes observés au plus affiné. Cette construction a été menée en étroite collaboration avec Didier Sornette de l'université de Nice et de l'institut de géophysique et physique des planètes de l'université de Californie à Los Angeles. Ces modèles sont dérivés du modèle du faisceau de fibres, fibre bundle model (FBM). Ce modèle est un modèle générique, très utilisé en géophysique et qui représente assez bien l'endommagement et la rupture des matériaux hétérogènes. Il consiste à considérer le matériau comme un ensemble de fibres parallèles soumises à la même charge. Quand une fibre casse, la contrainte est répartie sur les fibres survivantes, la contrainte est répartie sur les fibres survivantes imposant une augmentation de la contrainte et ainsi de suite. Cet aspect cumulatif est représenté sur la figure 11. Lorsque la charge est répartie démocratiquement sur toutes les fibres survivantes, le modèle est dit démocratique (democratic fibre bundle model, DFBM) cette répartition est également dite de partage global de la charge (global load Scarring), sinon le partage est dit local (local load Scarring) et donc non démocratique. Nous exposons ci-dessous les principales étapes de la modélisation en partant de l'approche la plus simple à celle qui paraît la plus accomplie, reproduisant la plupart des observations expérimentales. Avant de présenter cette modélisation, nous allons brièvement rappeler les différentes approches récentes développées dans la littérature.

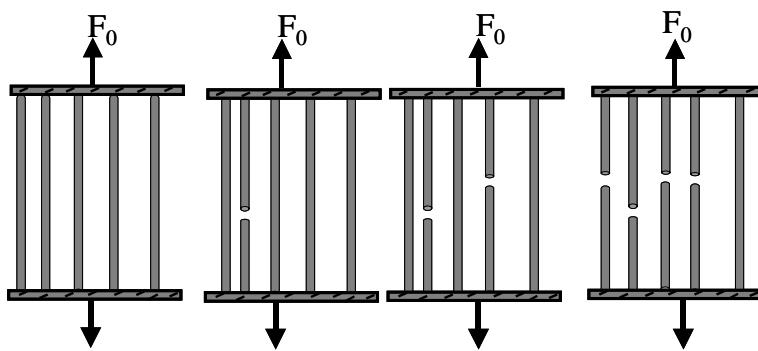


Figure 11 : Modèle du faisceau de fibres (fibre bundle model, FBM)

3.1 Rappels bibliographiques et situation de la modélisation

Dans ce cadre, citons les travaux de [AGBOSSOU 1995, VUJOSEVIC and KRAJCINOVIC 1997, PRADHAN *et al.* 2003, SHCHERBAKOV and TURCOTTE 2003, TURCOTTE, NEWMAN and SHCHERBAKOV 2003] qui utilisent des modèles DFBM de type probabiliste avec une loi de probabilité de rupture de fibre fonction de la

contrainte appliquée. **Turcotte et al. [TURCOTTE, NEWMAN and SHCHERBAKOV 2003]** obtiennent une singularité en loi de puissance du taux de déformation et du taux d'émissions acoustiques au voisinage de la rupture en supposant une distribution des seuils de rupture qui suit une loi de puissance en fonction de la contrainte appliquée. Shcherbakov et Turcotte **[SHCHERBAKOV and TURCOTTE 2003]** ont utilisé le même modèle que Turcotte et al **[TURCOTTE, NEWMAN and SHCHERBAKOV 2003]**. Ces auteurs ont considéré des cas de chargement à déformation constante ou croissante et à charge constante. Dans le premier cas, ce modèle prévoit, une loi d'Andrade pour le régime primaire, ce régime stable ne conduit pas à la rupture. Pour le cas à charge constante, ces auteurs prévoient une singularité en loi de puissance du taux de déformation et du taux d'EA au voisinage de la rupture avec un exposant critique p' égal à $4/3$. Cette valeur n'est pas corroborée par des essais et est supérieure aux valeurs que nous avons trouvées sur nos matériaux. Vujosevic et Krajcincovic **[VUJOSEVIC and KRAJCINOVIC 1997]** trouvent également cette accélération en loi de puissance à partir d'un modèle de type DFBM bidimensionnel. Ces auteurs n'obtiennent cependant pas de loi d'Andrade dans le régime du fluage primaire. Ainsi, les modèles décrits ci-dessus ne reproduisent pas en même temps une loi d'Andrade pour le régime primaire et une singularité en loi puissance avant la rupture.

Plusieurs modèles de fluage ont considéré le modèle démocratique des fibres (DFBM) avec des ruptures des fibres thermiquement activées. Citons à ce propos les travaux de Pradhan et Chakrabarti **[PRADHAN and CHAKRABARTI 2004]** qui considèrent le modèle DFBM et ajoutent une probabilité de rupture pour chaque fibre, cette probabilité dépend du niveau de bruit thermique et de la contrainte appliquée. Ils calculent le temps de rupture en fonction du niveau de la contrainte appliquée et du niveau de bruit mais ils ne discutent pas l'évolution temporelle du taux de déformation. Ciliberto et al **[CILIBERTO, GUARINO and SCORRETTI 2001]** et Politi et al **[POLITI, CILIBERTO and SCORRETTI 2002]** considèrent le modèle DFBM dans lequel une force de fluctuation aléatoire est ajoutée sur chaque fibre pour reproduire les effets des fluctuations thermiques. Ciliberto et al ont démontré que ce modèle simple prévoit un temps à rupture caractéristique donné par une loi d'Arrhenius avec une température effective fonction du taux de désordre traduit par une certaine distribution des seuils de rupture des fibres. Saichev et Sornette **[SAICHEV and SORNETTE 2003]** montrent que le modèle DFBM prévoit la loi d'Andrade et aussi une singularité en loi de puissance au voisinage de la rupture avec des exposants $p = p' = 1$. Ces auteurs précisent que des corrections logarithmiques peuvent donner des exposants p et p' inférieurs à 1.

D'autres modèles ont reproduit une relaxation en loi de puissance dans le fluage primaire et une singularité dans le régime tertiaire. Main [MAIN 2000] montre une relaxation du taux de déformation en loi de puissance de type loi d'Andrade suivie d'une singularité en loi de puissance du taux de déformation avant la rupture. Lockner [LOCKNER 1998] donne une expression empirique pour l'évolution du taux de déformation en fonction de la contrainte appliquée sur des roches, Cette loi une reproduit une loi d'Andrade dans le fluage primaire avec un exposant $p=1$ et une singularité au voisinage de la rupture.

Kun et al [KUN *et al.* 2003] Hidalgo et al [HIDALGO, KUN and HERRMANN 2002] ont construit des modèles plus adaptés aux composites base polymère puisqu'ils considèrent un ensemble de fibres viscoélastiques représentant le composite. Ils considèrent par ailleurs deux types d'interactions pouvant intervenir entre les fibres, à savoir celle dite du partage démocratique des charges entre toutes les fibres ou celle dite du partage local des charges ou non démocratique. A l'aide de cette approche Kun et al [KUN, MORENO, HIDALGO and HERRMANN 2003] ont montré qu'il existait deux classes d'universalité de la rupture dans les matériaux hétérogènes. Ces auteurs ont introduit une contrainte critique en dessous de laquelle, le matériau, partiellement endommagé, était dans un état stationnaire qui ne conduit pas à la rupture. Au delà de cette contrainte, il y a rupture globale du matériau, caractérisée par une divergence en loi de puissance du taux de rupture des fibres. Ce travail a été complété par une étude sur les distributions des intervalles de temps entre chaque rupture de fibre. Les résultats ont montré une évolution en loi de puissance de la distribution de ces intervalles de temps avec un exposant b dont la valeur dépend de la contrainte critique σ_c . Plus exactement, pour des contraintes inférieures à σ_c l'exposant de la distribution est $b=1.95\pm0.05$, tandis qu'au-delà de σ_c l'exposant vaut $b = 1.5\pm0.05$. Notons la bonne concordance de cette valeur avec celle que nous avons trouvée pour nos matériaux. Par ailleurs, Hidalgo et al [HIDALGO, KUN and HERRMANN 2002] ont établi une expression analytique décrivant l'évolution du taux de déformation en fonction du temps. Bien que ce modèle ait pu reproduire une singularité en loi de puissance du taux de déformation avant la rupture avec un exposant critique $p'=1/2$, il n'a cependant pas pu reproduire la loi d'Andrade dans le fluage primaire dans le cas d'une distribution uniforme des forces. Aussi, le dit modèle ne donne une loi d'Andrade dans le fluage primaire que si la contrainte est égale à la valeur critique. Avec un exposant $p=2$ très supérieur aux valeurs trouvées expérimentalement dans nos travaux ou dans la littérature.

Dans notre approche, nous nous sommes inspirés des travaux de Kun et al et Hidalgo et al. Nous sommes partis du modèle le plus simple que nous avons complété au fur et à mesure,

de manière à retrouver les comportements observés sur nos échantillons depuis la mise sous charge jusqu'à la rupture. Ce faisant notre but étant d'expliquer les observations expérimentales au mieux et d'identifier les ingrédients nécessaires pour reproduire les évolutions en loi de puissance du taux de déformation dans les fluages primaires et tertiaires avec comme but ultime l'étude des possibilités de prédiction de la rupture.

3.2 Modèle 1 : Faisceau de fibres viscoélastiques de type Voigt-Kelvin à viscosité linéaire

3.2.1 Présentation du modèle

Dans cette première approche, comme nous avons affaire à des matériaux composites fibres de verre matrice polymère au comportement viscoélastique, nous les avons représentés dans le cadre du modèle DFBM comme un ensemble d'éléments de Voigt-Kelvin en parallèles, chaque élément représentant un ensemble de fibres et la matrice associée (figure 12). Les éléments de Voigt-Kelvin sont représentés par un ressort de rigidité E monté en parallèle avec un amortisseur de viscosité b comme indiqué sur la figure 12.

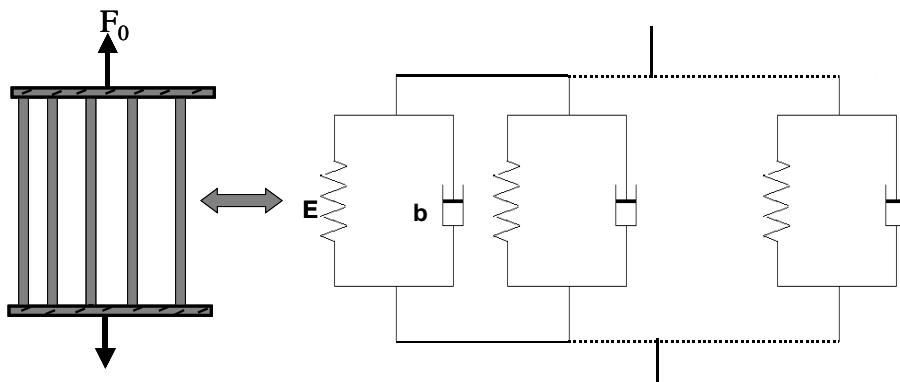


Figure 12 : Modèle 1, faisceau de fibres viscoélastiques de type Kelvin-Voigt

Ces paramètres qui caractérisent chaque élément n'évoluent pas au cours du temps. Conformément au modèle DFBM, nous considérons un nombre N d'éléments constituant le matériau et nous supposons que la charge appliquée est partagée démocratiquement entre ces différents éléments: chacun d'eux est soumis à la même contrainte qui est égale à la force totale appliquée F_0 divisée par le nombre de fibres non rompues. Cette formulation en champ moyen nous permet de faire des calculs analytiques et d'obtenir une meilleure compréhension de la physique du phénomène de rupture. Signalons que cette approche dite également de partage démocratique de la charge s'est avérée une assez bonne approximation de la charge

réellement partagée dans les matériaux hétérogènes [ROUX *et al.* 2002, REURINGS *et al.* 2004].

Dans notre configuration, nous supposons que chaque élément se casse quand sa déformation e atteint un certain seuil. Les seuils de rupture sont répartis selon une distribution cumulée $P(e)$ variant entre 0 et 1. lorsque $P(e)=0$ aucune fibre n'est rompue, à $P(e)=1$ toutes les fibres sont cassées et le matériau est rompu. $P(e)$ peut être assimilée à la densité de fibres rompues. Ce modèle 1 est le modèle de base des modèles de type DFBM. Il est utilisé en fluage par Hidalgo et al, Kun et al [Hidalgo, Kun et al. 2002; Kun, Moreno et al. 2003] avec des seuils de rupture variables. Nous supposons que la distribution des seuils de rupture de chaque élément correspond à une distribution de type Pareto [HOGG and KLUGMANN 1984] qui est :

$$P(e)=1-\left(\frac{e_{01}}{e+e_{02}}\right)^\mu \quad (4)$$

Où e_{01} et e_{02} sont deux déformations constantes avec $e_{01} \leq e_{02}$. $1-\left(\frac{e_{01}}{e_{02}}\right)^\mu$ est la fraction de fibres qui se brisent dès que la contrainte est appliquée, ce qui est en accord avec les expériences puisqu'on détecte des signaux d'émission acoustique et donc des microfissures juste après la mise en charge. L'exposant $\mu > 0$ rend compte de l'hétérogénéité de la résistance à la rupture des différents éléments. Plus μ est grand et moins le système est hétérogène.

Si N est le nombre total des éléments à l'état l'initial, $s = F/N$ est la contrainte initiale pour chaque élément avant l'initiation de l'endommagement. L'équation contrôlant la déformation $e(t)$ en fonction du temps pour chaque élément est alors:

$$b\frac{de}{dt}+Ee=\frac{s}{1-P(e)}=s\left(\frac{e+e_{02}}{e_{01}}\right)^\mu \quad (5)$$

A l'état initial $e(t = 0) = 0$. Le côté droit de cette équation représente la contrainte pour chaque élément pour une déformation e . $NP(e)$ est le nombre total de ER rompu et ainsi $1-P(e)$ est la fraction des éléments non rompus. Notons que lorsque $P(e) = 0$, nous retrouvons l'équation de fluage classique.

3.2.2 Conditions à la rupture

Le système défini par l'équation (5) a un régime stable et instable en fonction de la contrainte appliquée s . Le système est stable si l'équation (5) a une solution stationnaire $\frac{de}{dt}=0$ avec $e > 0$. Dans ces conditions l'équation (5) devient :

$$\left(\frac{e+e_{02}}{e_{01}}\right)^{\mu} = \frac{E}{s}e \quad (6)$$

La considération de cette équation permet d'étudier globalement l'évolution du système. Sur la figure 13, nous avons 'représenté' l'évolution de $\left(\frac{e+e_{02}}{e_{01}}\right)^{\mu}$ en fonction de e . Sur la même figure nous avons représenté $\left(\frac{e+e_{02}}{e_{01}}\right)^{\mu} = \frac{E}{s}e$ pour différentes valeurs de s , illustrant les cas limites. Ainsi pour des contraintes faibles (s petit), deux solutions correspondant au régime stationnaire, $\frac{de}{dt}=0$, sont possibles comme indiqué sur la figure 13. Pour la solution stable, le système évolue à déformation constante e sans rupture. Sur la figure 13 nous pouvons voir qu'il existe une contrainte seuil s^* , au dessus de laquelle, il n'y a pas de solution pour l'équation 5, puisqu'il n'existe pas d'intersection entre les droites de pentes $\frac{E}{s}$ et l'évolution de $\left(\frac{e+e_{02}}{e_{01}}\right)^{\mu}$ en fonction de e . cela veut dire que $\frac{de}{dt} > 0$ et e croît continûment jusqu'à la rupture.

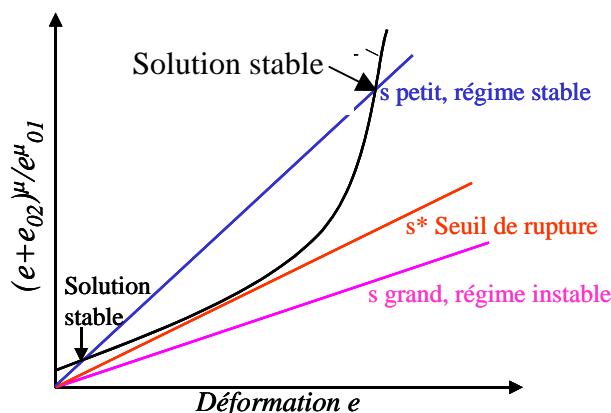


Figure 13 : Conditions de rupture du système en fonction de la contrainte appliquée

3.2.3 Propriétés du modèle

- Aux temps courts durant lesquels la déformation est petite, nous avons $e \ll e_{02}$. Dans ce premier régime, nous pouvons écrire que $(e+e_{02})^\mu \approx e_{02}^\mu \left(1 + \frac{\mu e}{e_{02}}\right)$. Ainsi l'équation (5) peut être réécrite comme suit :

$$b \frac{de}{dt} + Ee = s \left(\frac{e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu \left(1 + \frac{\mu e}{e_{02}} \right) \quad (7)$$

qui s'écrit

$$\frac{de}{dt} + e \left(\frac{E}{b} - \frac{s\mu}{be_{02}} \left(\frac{e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu \right) = \frac{1}{b} \left(\frac{e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu \quad (7')$$

En tenant compte de la condition initiale $e(t=0) = 0$, la solution générale de l'équation (7') s'écrit :

$$\frac{de}{dt} = \frac{s}{b} \left(\frac{e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu e^{-t \left(\frac{E}{b} - \frac{s\mu}{be_{02}} \left(\frac{e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu \right)} \quad (8)$$

Après un saut à $t = 0$, le taux de déformation décroît exponentiellement avec le temps si la contrainte est petite. Dans le cas où la contrainte est suffisamment élevée ou si le rapport e_{02}/e_{01} est assez grand, le taux de déformation s'accélère sans fluage primaire faisant en sorte que le terme dans l'exponentiel de l'équation (8) soit positif.

- Dans le régime instable quand la contrainte au delà de la contrainte seuil s^* définie sur la figure 13 ($s > s^*$), le taux de déformation accélère avant la rupture. Au voisinage de la rupture, $e \gg e_{02}$, ce qui fait que $(e+e_{02})^\mu \approx e^\mu$, nous pouvons alors récrire l'équation (4) comme suit :

$$b \frac{de}{dt} + Ee = s \left(\frac{e}{e_{01}} \right)^\mu \quad (9)$$

Quand la déformation augmente, le terme de viscosité domine. Ainsi la déformation élastique Ee devient négligeable devant ce terme, l'équation (9) se réduit à :

$$b \frac{de}{dt} = s \left(\frac{e}{e_{01}} \right)^\mu \quad (10)$$

qui a pour solution

$$e^{\mu-1} = \frac{be_{01}^\mu}{s(\mu-1)(A-t)}, \text{ A étant une constante à déterminer}$$

ce qui conduit à

$$e=B \frac{1}{(A-t)^m} \text{ avec } B=\left(\frac{be_{01}^{\mu}}{s(\mu-1)}\right)^m \text{ avec } m=\frac{1}{\mu-1} \quad (11)$$

Pour déterminer A, on peut remarquer que pour t voisin de t_c , la déformation e diverge : $e(t=t_c)$ tend vers l'infini donc $1/e$ tend vers 0 ce qui donne donc $A=t_c$

ainsi la solution générale est

$$\frac{de}{dt} \sim \frac{1}{(t_c-t)^{m+1}} \sim \frac{1}{(t_c-t)^{p'}} \text{ avec } p'=\frac{\mu}{\mu-1} \quad (12)$$

Nous obtenons au voisinage de la rupture une divergence en loi de puissance du taux de déformation $\frac{de}{dt}$. En effet l'expression de $\frac{de}{dt}$ donnée par la relation (12) a la même forme que celle postulée dans notre analyse des résultats expérimentaux développée au paragraphe précédent à savoir $\frac{de}{dt} \sim \frac{1}{(t_c-t)^{p'}}$. Si nous nous intéressons de plus près à l'expression théorique de p' , il est facile de remarquer que dans notre cas $p'=\frac{\mu}{\mu-1} > 1$, l'exposant μ étant supérieur à 1. Ce résultat est en contradiction avec les résultats expérimentaux obtenus et représentés dans le tableau 1 du paragraphe précédent.

De manière à mieux cerner le comportement en fluage donné par le modèle 1, des simulations numériques ont été menées. Elles sont résumées sur les figures 14 (a, b, c). Sur ces figures sont représentées les solutions numériques de l'équation différentielle (5) pour différentes valeurs de la contrainte, le temps t_{max} utilisé pour normaliser les courbes dans les figures (a) et (c) est le temps de rupture. Dans la figure (14) (a) est représentée l'évolution du taux de déformation avec les paramètres suivants : $E=20\text{GPa}$, $\mu=1.78$, $e_{01}=0.003$, $e_{02}=0.015$ et $b=5\times10^{11}\text{ Pa.sec}$. Ces paramètres correspondent globalement à ceux des matériaux que nous avons étudiés. Ces résultats montrent que ce modèle simple permet de retrouver les grandes tendances du comportement en fluage des matériaux étudiés, notamment en terme de comportement à rupture. Ainsi la figure (14) (c) illustre l'accélération en loi de puissance du taux de déformation avant la rupture dans le fluage tertiaire, mettant par ailleurs en évidence la transition en terme de contrainte. Ainsi en dessous de la contrainte seuil, pour $s=4\text{Mpa}$, il n'y a pas de divergence en loi de puissance. Pour des contraintes $s=4.9\text{MPa}$ et $s=8\text{MPa}$ au delà de s^* , le taux de déformation évolue bien en loi de puissance mais avec un exposant asymptotiquement égal à $p'=\mu/\mu-1=2.25$ bien supérieur à 1. Ces résultats sont par ailleurs en bon accord avec les solutions approchées (8) pour le fluage primaire et (12) pour le fluage tertiaire.

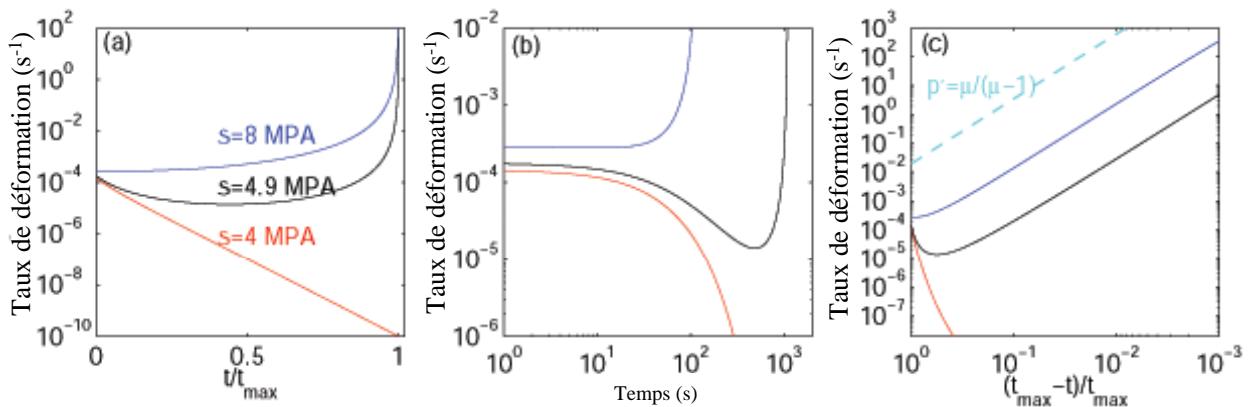


Figure 14 : Evolution du taux de déformation estimé par la solution numérique de l'éq (5) (a) pour différentes valeurs de la contrainte, et des paramètres (b) fluage primaire. (c) fluage tertiaire.

Un autre écart par rapport aux résultats expérimentaux provient du fait que ce modèle ne permet pas de retrouver l'évolution en loi d'Andrade du taux de déformation observé aux temps courts. La figure (14) (b) illustre ce fait. Au niveau expérimental, nous enregistrons la déformation mais également l'EA. Il est alors intéressant de voir si à partir de ce modèle, il est possible de retrouver les évolutions expérimentales obtenues au paragraphe précédent. Pour ce faire, nous avons supposé que le taux d'événements acoustiques était proportionnel au taux de rupture des Eléments Représentatifs du modèle. Ainsi il est possible au voisinage de la rupture d'écrire le taux d'émission acoustique N, qui représente ici le nombre de coups, sous la forme :

$$\frac{dN}{dt} = \frac{dP}{dt} = \frac{dP}{de} \frac{de}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{1-m_\mu}} \sim (t_c - t)^{1/\mu - 1} \quad (13)$$

Ce résultat prévoit une décroissance du taux d'EA à l'approche de la rupture. Ceci est en désaccord avec les observations expérimentales qui donnent la même évolution temporelle pour le taux de déformation de/dt et pour le taux d'événements acoustiques dN/dt. En conclusion, alors que ce modèle 1 rend bien compte de certaines propriétés qualitatives rapportées dans nos expériences (décroissance initiale du taux de déformation et accélération en loi de puissance du taux de déformation jusqu'à la rupture), il ne reproduit pas la loi d'Andrade dans le fluage primaire puisque nous trouvons une loi exponentielle au lieu d'une loi de puissance. Nous observons par ailleurs que l'exposant p' obtenu par ce modèle lors de l'accélération critique du taux de déformation est supérieur à la valeur 1 ce qui est en contradiction avec les résultats expérimentaux. Ce modèle simple n'est donc pas adapté pour reproduire le comportement en EA. Par conséquent dans la suite de cet effort de modélisation, nous allons introduire de nouveaux ingrédients pour essayer de mieux représenter la réalité physique des phénomènes.

3.3 Modèle 2: Faisceau de fibres viscoélastiques à viscosité nonlinéaire pseudoplastique

3.3.1 Présentation du modèle

De manière à mieux cerner le comportement en fluage des matériaux viscoélastiques objet de cette étude, nous allons considérer une rhéologie non newtonienne pour les fibres viscoélastiques représentatives du matériau. Ce choix est motivé par le fait que cette rhéologie en loi de puissance est susceptible de représenter à l'échelle microscopique, un comportement pseudoplastique dû à la microfissuration matricielle et à la décohésion fibre/matrice qui se développent dès la mise sous charge des matériaux étudiés. Pour ce faire nous allons prendre un amortisseur visqueux non newtonien à rhéofluidifiante ou pseudoplastique (shear thinning rheology) [**Astarita and marrucci 1974**]. Cette modification consiste à remplacer le coefficient b par un coefficient visqueux non linéaire $b_0 \left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1}$, avec

$n < 1$. Ainsi, en remplaçant dans l'équation (4) le coefficient b par $b_0 \left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1}$ on obtient l'équation:

$$b_0 \left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1} \frac{de}{dt} + Ee = s \frac{1}{1 - P(e)} \quad (13)$$

3.3.2 Propriétés du modèle : fluage primaire, fluage tertiaire

- Au temps court, nous avons $e \ll e_{02}$ et l'expression (13) se réduit à :

$$b_0 \left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1} \frac{de}{dt} + Ee = s \left(\frac{e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu \left(1 + \frac{\mu e}{e_{02}} \right) \quad (14)$$

La solution de cette équation en taux de déformation est:

$$\frac{de}{dt} = \left(\frac{1-n}{n} \right)^{1/(n-1)} \left[\frac{n g b e_{02} (n-1)}{n b e_{02} + g (n-1) (E e_{02} - s f \mu) t} \right]^{1/(1-n)} \quad (15)$$

Les détails du calcul permettant de passer de (14) à (15) sont donnés dans l'annexe 1.

Les constantes f et g sont définies comme suit : $f = \left(\frac{e_{02}}{e_{01}}\right)^\mu$ et $g = \left(\frac{sf}{b}\right)^{(1-n)/n}$. En posant

$\tau^* = \frac{e_{02}bn}{g(1-n)(Ee_{02}-sf\mu)}$ et en remplaçant dans l'équation (15) on trouve :

$$\frac{de}{dt} \sim \left[\frac{g\tau^*}{\tau^*+t} \right]^{1/(1-n)} \sim \frac{1}{(\tau^*+t)^{1/(1-n)}} \quad (16)$$

τ^* est un temps caractéristique du système. Ainsi pour t très supérieur à τ^* , on obtient une évolution en loi de puissance du taux de déformation du type loi d'Andrade : $\frac{de}{dt} \sim 1/t^p$.

Nous remarquons que l'exposant p ne dépend pas de l'exposant de la distribution des seuils de rupture c'est à dire de μ . Par exemple, si nous changeons la distribution en loi de puissance des seuils de rupture par une distribution exponentielle en supposant qu'il n'y a aucune rupture des éléments pour $e < e_{01}$, le comportement du taux de déformation en fluage primaire ne sera pas modifié. Ce qui va changer c'est le temps caractéristique τ^* .

Ainsi ce modèle 2 est plus représentatif de nos résultats par rapport à la relaxation exponentielle (7) donnée par le modèle précédent, puisque nous trouvons aux temps courts une évolution en loi de puissance de type loi d'Andrade du taux de déformation. Notons cependant que l'exposant $p=1/(1-n)$ qui intervient dans cette loi reste supérieur à 1 puisque $n < 1$. Nous pouvons dire que pour les temps courts, cette nouvelle modélisation représente mieux le comportement du matériau, mais il subsiste cette contradiction avec les résultats expérimentaux en terme d'exposant p qui reste supérieur à 1.

- Aux temps longs quand la contrainte est au delà de la contrainte seuil s^* ($s > s^*$), le taux de déformation s'accélère avant la rupture. Au voisinage de la rupture, $e \gg e_{02}$, ce qui fait

que $\left(\frac{e+e_{02}}{e_{01}}\right)^\mu \approx \left(\frac{e}{e_{01}}\right)^\mu$.

Nous pouvons alors récrire l'équation (13) comme suit :

$$b_0 \left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1} \frac{de}{dt} + Ee = s \left(\frac{e}{e_{01}} \right)^\mu \quad (18)$$

Quand la déformation augmente, la déformation visqueuse est plus importante que la déformation élastique Ee , l'équation (9) se réduit à :

$$b_0 \left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1} \frac{de}{dt} = s \left(\frac{e}{e_{01}} \right)^\mu \quad (19)$$

Ce qui donne

$$\frac{de}{dt} \approx \left(\frac{s}{b_0 e_{01}^\mu} \right)^{1/n} e^{\mu/n} \quad (20)$$

Ce qui conduit à

$$e \sim (a-t)^{\frac{1}{1-\mu}} \text{ , } a \text{ étant une constante}$$

Pour déterminer cette constante, nous pouvons remarquer que pour t voisin de t_c , la déformation e diverge : $e(t_c)$ tend vers l'infini donc $1/e$ tend vers 0 ce qui donne donc $a = t_c$

Ainsi la déformation est

$$e \sim \frac{1}{(t_c - t)^{\frac{1}{\mu/n}-1}} \sim \frac{1}{(t_c - t)^m} \quad \text{avec } m = \frac{1}{(\mu/n)-1} \quad (21)$$

La solution générale est alors

$$\frac{de}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{\frac{\mu/n}{(\mu/n)-1}}} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{1+m}} \quad (22)$$

Cette expression permet de dire que nous obtenons au voisinage de la rupture une divergence en loi de puissance du taux de déformation $\frac{de}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{1+m}} = \frac{1}{(t_c - t)^{p'}}$. Si nous nous intéressons de plus près à l'expression théorique de $p' = 1 + m$, il est facile de remarquer que p' est supérieur 1. Ce résultat est en contradiction avec les résultats expérimentaux obtenus et représentés dans le tableau 1.

Comme pour le modèle précédent, nous avons effectué quelques simulations numériques de manière à mieux cerner le comportement en fluage donné par le modèle 2 aux temps courts et aux temps longs au voisinage de la rupture. Ces résultats sont résumés sur les figures 16 (a, b, c). Sur ces figures sont représentées les solutions numériques de l'équation différentielle (13) pour différentes valeurs de la contrainte, le temps t_{max} utilisé pour normaliser les courbes dans les figures (a) et (c) est le temps de rupture. Dans la figure (16) (a) est représentée l'évolution du taux de déformation avec les paramètres suivants: $E=20\text{GPa}$, $\mu=1.78$, $e_{01}=0.003$, $e_{02}=0.015$, $b=10^{11} \text{ Pa.sec}^n$. Ces valeurs sont assez représentatives des matériaux composites base polymère. La figure 16 (b) illustre la loi d'Andrade dans le régime primaire avec un exposant $p = 1/(1-n) = 1.25$. La figure 16 (c) montre l'accélération en loi de puissance du taux de déformation avant la rupture pour $s=5 \text{ MPa}$ et $s=6 \text{ MPa}$ avec un exposant critique p' égal à $(\mu/n)/[(\mu/n)-1]$. Pour les valeurs choisies pour la simulation, $p' = 1.125$. L'exposant p' est donc supérieur à 1. Nous

remarquons néanmoins que ces résultats numériques sont en bon accord avec les solutions approchées (16) pour le fluage primaire et (22) pour le fluage tertiaire.

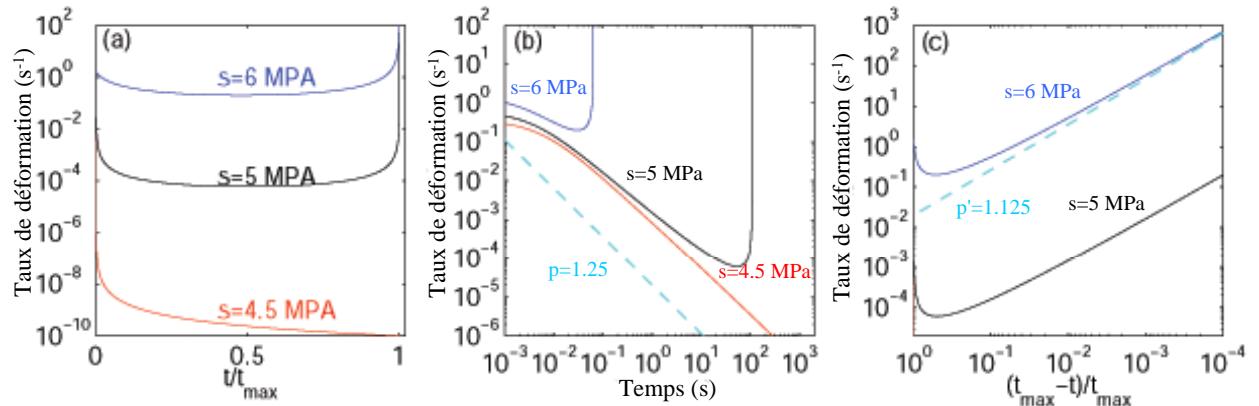


Figure 15 : (a) *Evolution du taux déformation* $\frac{de}{dt}$ *pour différents niveaux de contrainte, solutions approchée (traits discontinus) et solution numérique (traits pleins), (b) fluage primaire, (c) fluage tertiaire*

Ainsi, la rhéologie pseudoplastique en loi de puissance choisie pour l'amortisseur, apporte incontestablement un plus par rapport au modèle 1 puisque nous retrouvons le comportement global observé expérimentalement, en particulier l'évolution en loi d'Andrade pendant le fluage primaire nous a fournit les propriétés principales des expériences. Cependant dans ce modèle, les valeurs des exposants p et de p' restent supérieures à 1 ce qui est en désaccord avec les valeurs trouvées expérimentalement.

Le modèle 2 que nous avons exposé, ne tient pas compte du rôle de l'orientation des fibres dans la matrice par rapport à la direction de sollicitation. Ceci est particulièrement important pour les composites à plis croisés. Ainsi, les fibres ont tendance à se réorienter sous l'effet de la charge locale. Afin de tenir compte de cet effet, une solution serait de modifier la représentation employée jusqu'ici pour les fibres viscoélastiques représentatives, modélisées par des éléments de Kelvin-Voigt, en leur rajoutant en série un amortisseur également à viscosité non linéaire [AGBOSSOU 1995]. Les deux amortisseurs auraient donc des rhéologies différentes, le premier à viscosité nonlinéaire pseudoplastique, pour tenir compte des non linéarités dues à l'endommagement, le second possédant un comportement non-linéaire selon une loi de Bingham-Norton avec un coefficient visqueux b_2 et un exposant $n_2 > 1$. Cette rhéologie est censée rendre compte de la réorientation locale des fibres sous l'effet de la charge. Un modèle proche de ce que nous proposons a été utilisé pour modéliser le comportement des composites à fibres unidirectionnelles par Agbossou [AGBOSSOU 1995]. Les résultats relatifs à ce modèle sont donnés dans l'annexe 4.

3.4 Modèle 3 : Faisceau de fibres viscoélastiques à viscosité nonlinéaire de type Eyring

3.4.1 Présentation du modèle

Ce modèle se compose d'un amortisseur de viscosité non linéaire de type Eyring, associé en parallèle à un élément purement élastique de rigidité E comme représenté sur la figure 18. La rhéologie d'Eyring est habituellement utilisée pour les composites base polymère à fibres [Agbossou et al., 1995 ; Liu and Ross, 1996]. Le modèle a été appliqué avec succès pour étudier l'endommagement et la rupture des composites base polymère par Agbossou [Agbossou et al.].

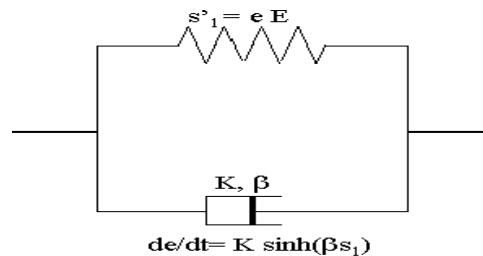


Figure 16 : Modèle rhéologique d'Eyring

La déformation de l'élément d'Eyring est régie par les équations suivantes :

$$\begin{aligned}
 \frac{de}{dt} &= K \sinh(\beta s_1) \\
 s'_1 &= Ee \\
 S &= s_1 + s'_1 = \frac{s}{(1 - P(e))} \\
 \frac{de}{dt} &= K \sinh(\beta(S - s'_1)) = K \sinh\left(\beta\left(\frac{s}{(1 - P(e))} - Ee\right)\right) \\
 \frac{de}{dt} &= K \sinh(\beta(S - s'_1)) = K \sinh\left(\beta\left(\frac{s(e + e_{02})^\mu}{e_{01}^\mu} - Ee\right)\right)
 \end{aligned} \tag{23}$$

Nous allons dans ce qui suit résoudre l'équation (23), de manière approchée (pour les temps courts et les temps longs respectivement) puis analytiquement. Nous comparerons et discuterons ces solutions en relation avec les résultats expérimentaux.

3.4.2 Propriétés du modèle : fluage primaire, fluage tertiaire

- Aux temps courts, pendant le fluage primaire pour $\beta s_1 \gg 1$ et $e \ll e_{02}$, nous avons :

$$\sinh(\beta s_1) = \frac{e^{\beta s_1} - e^{-\beta s_1}}{2} \sim \frac{\exp(\beta s_1)}{2} \text{ et } (e + e_{02})^\mu \sim e_{02}^\mu \left(1 + \mu \frac{e}{e_{02}}\right)$$

On peut écrire (23) sous la forme :

$$\frac{de}{dt} = \frac{K}{2} \exp\left(\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \left(1 + \mu \frac{e}{e_{02}}\right) - \beta E e\right) \quad (24)$$

Ainsi le taux de déformation est

$$\frac{de}{dt} = \frac{K e_{02}}{2 e_{02} \exp\left(-\beta s \left(\frac{e_{02}}{e_{01}}\right)^\mu\right) + t K \beta \left(E e_{02} - \mu s \left(\frac{e_{02}}{e_{01}}\right)^\mu\right)} \quad (25)$$

Le passage de (24) à (25) détaillé est dans l'annexe 2.

Dans les temps courts, l'expression (25) prévoit que, si la contrainte appliquée n'est pas très grande, le terme dans l'exponentiel de (24) est négatif, le taux de déformation de/dt évolue en suivant une loi d'Andrade $de/dt \sim 1/t^p$, avec un exposant $p = 1$. Ce modèle donne donc bien une loi d'Andrade pour le fluage primaire indépendamment de μ et donc de la distribution des seuils de rupture comme pour le modèle précédent. Notons que l'exposant p obtenu avec ce modèle est celui qui se rapproche le plus des résultats expérimentaux par rapport au modèle 2.

- Pour les temps longs, dans le fluage tertiaire, une solution analytique approximative de (23) est obtenue en négligeant le terme e_{02} par rapport à e . Ainsi, près de la rupture, pour e grand, le terme linéaire Ee est petit par rapport à $s_2 = \frac{s}{e_{01}^\mu} (e + e_{02})^\mu$.

Ceci mène à l'équation

$$\frac{de}{dt} \approx \frac{K}{2} \exp\left(\frac{\beta s e^\mu}{e_{01}^\mu}\right) \quad (26)$$

La solution approchée de cette équation donne :

$$e(t) = A \left[-\ln(t_c - t) \right]^{1/\mu} \quad (27)$$

$$\frac{de}{dt} = A \left[-\ln(t_c - t) \right]^{\frac{1}{\mu}-1} \frac{1}{t_c - t} \quad (28)$$

avec $A = e_{01} (\beta s)^{-1/\mu}$

La solution de (28) est de la même forme que la solution de l'équation obtenue par un modèle de type Langevin avec $p' = 1$ par Saichev et Sornette [Saichev and Sornette, 2003].

La figure 18 montre en traits discontinus les solutions approchées du problème, au temps courts (figure 18 (b)) et aux temps longs (figure 18 (c)), représentées par les équations (25) et (28) respectivement. Ces solutions pour lesquelles p et p' sont égaux à 1 sont obtenues avec les mêmes paramètres que ceux utilisés précédemment pour les modèles 1 et 2 à savoir $E = 20$ GPa, $\mu = 1.2$, $e_{01} = 0.003$, $e_{02} = 0.015$, $\beta = 50$ GPa⁻¹ et $K = 10^5$ sec⁻¹. Sur les mêmes figures sont également reportées les solutions numériques de (23).

Pour le régime primaire, la figure 18 (b) représente la solution numérique qui illustre la loi d'Andrade avec un exposant $p \approx 1$ pour une contrainte $s=22$ MPa et $p \approx 0.8$ pour une contrainte $s=25$ MPa. On remarque que l'exposant p dépend de la contrainte. Ces résultats sont relativement proches de ceux trouvés expérimentalement. Notons par exemple que pour les SPC[±62] $p \approx 0.99$; pour les SPC[90/35] $p \approx 0.66$ et pour les SMC $p \approx 0.88$.

Pour le régime tertiaire, la figure 18 (c) montre les solutions numériques de l'équation (37) pour différentes valeurs de la contrainte appliquée $s=25$ MPa et $s=33$ MPa. Ces évolutions montrent bien l'accélération en loi de puissance du taux de déformation avant la rupture avec un exposant p' légèrement inférieur à 1. Ces résultats sont là aussi relativement proches de ceux trouvés expérimentalement. Notons que pour les SPC[±62] $p' \approx 0.72$; pour les SPC[90/35] $p' \approx 0.66$ et pour les SMC $p' \approx 0.92$.

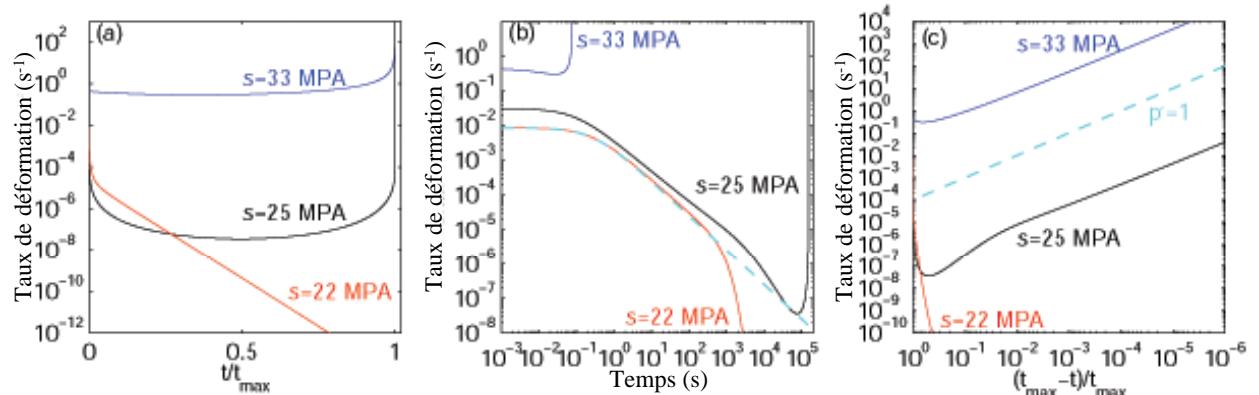


Figure 17 : (a) Evolution temporelle du taux de déformation (b, loi d'Andrade dans le régime primaire (c), accélération en loi puissance du taux de déformation avant la rupture.

3.4.3 Conditions globales de la rupture

Dans cette section nous allons discuter des conditions de la rupture globale en fonction de la contrainte. Pour ce faire, nous allons procéder comme dans la section 3.2.2 pour le modèle 1. à partir de l'équation 23, il est possible de définir une contrainte seuil s^* à partir de laquelle le matériau peut rompre en fluage. Cette équation différentielle que nous rappelons ci-après met en équation la déformation en fonction des données du problème, notamment la contrainte:

$$\frac{de}{dt} = K \sinh(\beta(S - s_1)) = K \sinh\left(\beta\left(\frac{s(e + e_{02})^\mu}{e_{01}^\mu} - Ee\right)\right)$$

Ainsi, il apparaît au travers de cette équation que la rupture ne peut avoir lieu que si le terme $B = \frac{\beta s}{e_{01}^\mu} (e + e_{02})^\mu - \beta Ee$ argument de \sinh ne s'annule jamais quelque soit la valeur de $e > 0$. Dans ces conditions le taux de déformation évolue continûment et le matériau se rompt au bout d'un temps fini t_c . Les conditions qui annulent B permettent alors de définir la contrainte seuil s^* . Ainsi, l'équation $B = 0$ a deux solutions et le matériau ne se rompt pas. Si $s > s^*$, B ne s'annule pas et le système se rompt dans au bout de t_c . Aussi le terme B peut être développé de la façon suivante :

$$B = c_1(s - s^*) + c_2(e - e^*(s))^2 \quad (29)$$

$e^*(s)$ est la déformation qui rend B nulle et c_1 et c_2 sont deux constantes positives. Pour s voisin de s^* et e voisin de e^* , nous pouvons développer au premier ordre $\sinh(B) \approx B$ ce qui permet de réécrire (23) comme suit :

$$\frac{de}{dt} = K[c_1(s - s^*) + c_2(e - e^*(s))^2] \quad (30)$$

En effectuant le changement de variable $t \rightarrow \tau = t(s - s^*)^{1/2}$ et $e \rightarrow x = e(s - s^*)^{-1/2}$ on peut réécrire la relation (30) sous la forme :

$$\frac{dx}{d\tau} = K[c_1 + c_2(x - x^*(s))^2]$$

On a alors accès au temps de vie du matériau en effectuant l'intégrale suivante :

$$\tau_c \approx \int_0^{+\infty} dx \frac{1}{(dx/d\tau)}$$

Ce qui permet d'identifier le temps à rupture :

$$t_c \sim (s - s^*)^{1/2} \quad (31)$$

Ce résultat (31) est également valable pour le modèle 1 [Hidalgo, Kun et al. 2002; Kun, Moreno et al. 2003], car il est basé uniquement sur l'équation (29) qui est une équation

générique. Pour le modèle 2, du fait de la rhéologie non-linéaire pseudoplastique, l'expression (30) est devient:

$$\left(\frac{de}{dt}\right)^n \sim [c1(s - s^*) + c2(e - e^*(s))^2] \quad (32)$$

De la même façon, en effectuant le changement de variable $t \rightarrow \tau = t(s - s^*)^{\frac{-1+1}{2-n}}$ et

$e \rightarrow x = e(s - s^*)^{-1/2}$ il est possible d'identifier t_c qui vaut alors $t_c \sim 1/(s - s^*)^{\frac{1-1}{n-2}}$ pour le modèle 2.

Ce résultat est important puisqu'il montre que le temps t_c dépend de la contrainte s . Cette dépendance de t_c vis à vis de s pour des contraintes évidemment supérieures à s^* peut être déduite analytiquement de l'équation (23). En effet : le temps à rupture t_c est contrôlé par les régimes primaire/secondaire qui durent plus longtemps que le régime tertiaire. Ainsi la réécriture de l'équation (23) donne :

$$\frac{de}{dy} \approx \exp(\alpha e) \quad (33)$$

où $\alpha = \frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu e_{02}} \mu - \beta E$ et $y = t \frac{K}{e} \exp(\gamma s)$ avec $\gamma = \frac{\beta e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu}$. t_c peut être déduit par intégration de 0 à l'infini de l'équation (33). On obtient alors y_c tel que :

$$y_c = \int_0^{+\infty} \frac{1}{de} dy = \int_0^{+\infty} \exp(-\alpha e) de = \frac{-1}{\alpha} \quad \text{ou encore} \quad y_c = t_c \frac{K}{2} \exp(\gamma s) = \frac{-1}{\alpha}.$$

De cette expression de y_c , il

est alors possible d'identifier le temps à rupture t_c :

$$t_c \sim \exp(-\gamma s) \quad (34)$$

Ce résultat montre que contrairement à la loi d'Andrade observée au fluage primaire, la loi de puissance observée au voisinage de la rupture dépend de l'hétérogénéité du matériau et de la distribution des seuils de rupture à travers $\gamma = \frac{\beta e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu}$. Par ailleurs ; le cheminement vers la

rupture est dû à l'effet de rétroaction des éléments rompus qui fait que la contrainte sur les éléments intacts augmente conduisant à la rupture globale du matériau.

La figure 20 montre l'évolution du temps de rupture t_c , en fonction de la contrainte appliquée. Ainsi t_c présente une singularité en loi puissance pour $s \approx s^*$ puisque $t_c \sim (s - s^*)^{-1/2}$. Ce résultat confirme celui de Hidalgo et al et Kun et al [HIDALGO, KUN and HERRMANN 2002, KUN, MORENO, HIDALGO and HERRMANN 2003], obtenu avec un similaire au modèle 1 de ce travail utilisant un amortisseur linéaire. En intégrant numériquement l'équation (23) pour $s > s^*$, nous avons trouvé que le temps de transition t_m correspondant au minimum du taux de déformation est tout le temps égal à $t_c/2$. Le modèle confirme donc la proportionnalité entre t_c et t_m mais prédit une durée plus courte pour le fluage primaire $t_c/2$ alors qu'expérimentalement cette durée est de $2t_c/3$ comme cela est

indiquée sur la figure 9. Par ailleurs ces mêmes résultats expérimentaux semblent montrer que ce coefficient de proportionnalité dépend de la nature du matériau et plus particulièrement de son degré d'hétérogénéité (figure 10).

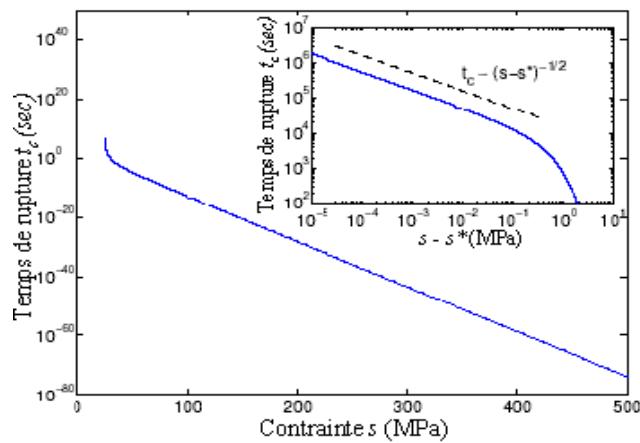


Figure 18 : Evolution du temps à rupture t_c en fonction de la contrainte appliquée.

Ce modèle explique qualitativement la décroissance en loi de puissance du taux de déformation pendant le fluage primaire et la singularité en loi de puissance pour le fluage tertiaire. Il explique également la valeur de l'exposant p du fluage primaire, qui varie dans le modèle selon l'effort appliqué entre 0 et 1. Plus l'effort est important, plus la valeur de l'exposant p est petite, et plus le temps de rupture et la durée du fluage primaire sont petits. Si la contrainte est très importante, nous n'observons pas de fluage primaire et le taux de déformation accélère sans interruption jusqu'à la rupture. Le modèle explique la corrélation observée entre la valeur de p et le temps de rupture représentés sur la figure 10 (e) et la proportionnalité observée entre t_m et t_c . Il permet par ailleurs de retrouver les résultats de la littérature notamment ceux d'Hidalgo et al et Kun et al pour ce qui concerne la contrainte seuil s^* et la dépendance du temps à rupture t_c vis à vis de la contrainte.

Conclusion générale

La connaissance de la durabilité de pièces de structures composites est essentielle à la généralisation de leur utilisation dans des secteurs de pointe tels que l'aéronautique et l'aérospatiale. Plus particulièrement, l'étude de leur comportement en fluage devient primordiale lorsqu'elles sont soumises en service à de hauts niveaux de contrainte et des conditions de sollicitation environnementales (température, humidité...) sévères. Or, cet aspect est encore loin d'être maîtrisé en raison du développement récent de ces matériaux et du manque de retour d'informations sur du long terme que cela implique. Ainsi l'étude de l'endommagement et des conditions qui mènent à la rupture de ces matériaux est devenue une préoccupation majeure, en raison des risques d'accidents catastrophiques que cela peut entraîner. Un effort particulier est fait actuellement pour mieux comprendre le phénomène de rupture. La similitude de ce phénomène avec les transitions de phase a poussé certains chercheurs à s'inspirer de ce formalisme pour étudier la rupture.

Ces approches alliées à des méthodes de caractérisation non destructive notamment en émission acoustique ont montré leurs potentialités. Notre travail qui s'est fait en étroite collaboration avec Didier Sornette et Agnes Helmstetter de l'Université de Californie à Los Angeles (UCLA) rentre dans ce cadre.

Le travail présenté dans cette thèse avait pour objectif l'étude par des moyens non destructifs de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes, sollicités en fluage. Ainsi nous avons suivi par émission acoustique et par ultrasons l'endommagement de matériaux composites base polymère dans le but d'obtenir une description la plus fine possible du fluage de ces matériaux, afin de mieux comprendre les processus d'endommagement qui mènent à la rupture globale.

Pour cette étude nous avons considéré des matériaux base polymère aux microstructures contrôlées et au degré d'hétérogénéité croissant allant de matériaux unidirectionnels aux SMC (fibres courtes aléatoirement réparties) en passant par des multicouches à plis croisés. La méthodologie utilisée a tout d'abord consisté à étudier l'endommagement de composites unidirectionnels à partir de l'analyse des signaux d'émission acoustique émis en fluage. L'effet de l'orientation des fibres par rapport à la direction de sollicitation a été étudié. Sur ces matériaux l'analyse conventionnelle des données d'EA nous a permis d'identifier les mécanismes d'endommagement élémentaires à savoir la microfissuration matricielle et la décohésion fibre/matrice. Une analyse microscopique sur nos éprouvettes post-mortem, nous a permis de valider l'existence de ces deux mécanismes d'endommagement identifiés par émission acoustique.

Nous nous sommes ensuite intéressés à des matériaux plus hétérogènes les composites stratifiés à plis croisés [± 62] et [90/35]. Nous avons étudié l'endommagement et la rupture de ces matériaux. Nous avons remarqué une assez bonne similitude entre les évolutions des taux d'EA et les taux de déformation tant pendant le fluage primaire que le fluage tertiaire au voisinage de la rupture. Toujours dans la poursuite de notre objectif de mise en relation des signaux d'EA et des mécanismes d'endommagement, l'EA recueillie lors de ces essais s'est avérée difficile à interpréter. Nous nous sommes contentés d'une analyse qualitative des mécanismes sources. Nous avons identifié des signaux de type A et B correspondant respectivement à la microfissuration matricielle et la décohésion fibre/matrice. Ces signaux ne sont pas dans la même gamme d'amplitude que les signaux de type A et B des composites unidirectionnels, mais ils ont les mêmes caractéristiques. Nous avons également observé, sur tous les essais relatifs aux plis croisés, des signaux ne correspondant ni au type A ni au type B. Ces signaux ont été attribués au phénomène de délaminaison inter plis. Dans le but de confirmer ces résultats nous avons conduit une analyse microscopique à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB), sur des échantillons post-mortem. Cette analyse a confirmé les résultats obtenus à partir de l'émission acoustique notamment en ce qui concerne le délaminaison. Concernant la rupture de ces matériaux des corrélations très intéressantes entre le temps à rupture et les temps correspondant aux minima du taux de déformation et du taux d'émission acoustique respectivement ont été observées. Cette bonne corrélation permet lorsque les minima en question sont bien définis d'envisager un moyen fiable de prédiction de la rupture par le suivi de la déformation et de l'émission acoustique

Par la suite nous avons étudié l'endommagement et la rupture de composites SMC (sheet molding compound) qui sont caractérisés par un degré d'hétérogénéité plus élevé que les composites à plis croisés. En ce qui concerne l'identification des mécanismes sources, étant donné la complexité des signaux d'EA recueillis, nous n'avons pas pu identifier et séparer les mécanismes d'endommagement présents dans le SMC. Ceci est certainement dû à la très grande hétérogénéité du matériau. Ainsi nous nous sommes contenté d'observations au MEB. Nous avons constaté la présence de microfissuration matricielle, de décohésion fibre/matrice et de rupture des fibres. Pour ces matériaux, nous avons également montré l'intérêt et la pertinence d'une approche globale combinant l'émission acoustique et l'évaluation ultrasonore pour l'étude de l'endommagement. Cette approche novatrice qui consiste à mesurer les propriétés élastiques à partir de la vitesse ultrasonore simultanément avec le recueil de l'EA a permis de très bien corrélérer la perte de rigidité à l'échelle macroscopique mesurée par ultrasons et l'activité acoustique témoin de l'endommagement à

l'échelle microscopique. A ce propos, nous avons pointé les avantages et les faiblesses de ces deux approches et l'intérêt de les utiliser conjointement. Nous avons ainsi défini deux variables d'endommagement l'une liée aux propriétés élastiques l'autre à l'émission acoustique. Nous avons observé une très bonne corrélation globale entre ces deux paramètres. Notons que ce soit en fluage ou lors d'un essai à vitesse de déformation constante, que pendant le premier stade, le paramètre d'endommagement ultrasonore est plus sensible que la variable d'endommagement liée à l'EA. En revanche au dernier stade d'endommagement, la variable d'endommagement est la plus sensible. Cette étude a mis en évidence le fait qu'au voisinage de la rupture, l'EA est un indicateur incontournable.

Toujours sur l'aspect analyse de l'endommagement et de la rupture de ces matériaux composites, nous avons pu établir expérimentalement, dans le fluage primaire l'existence des relaxations en loi d'Andrade pour le taux de déformation, et en loi d'Omori pour le taux d'EA. Nous avons également observé pendant le fluage tertiaire une singularité en loi de puissance du taux de déformation et d'EA qui culmine avec la rupture des matériaux. Pour tous les matériaux étudiés, les exposants critiques sont inférieurs ou égaux à 1. Notons que dans le régime tertiaire, l'évolution du taux d'EA est très intéressante : Elle s'étale sur un nombre de décades très important pour de nombreux échantillons. Nous avons aussi trouvé que les distributions des énergies acoustiques suivaient une loi de puissance avec un exposant proche de 1.5, valeur similaire à celle trouvée pour certains tremblements de terre. Des corrélations intéressantes ont été observées entre certains paramètres des fluages primaire et tertiaire, notamment entre le temps à rupture t_c et le temps de transition fluage primaire, secondaire et fluage tertiaire t_m . Ce résultat important montre les liens entre les deux régimes et permet d'envisager un moyen de prédiction de la rupture. Ces résultats expérimentaux sont étayés par un modèle dérivé du modèle démocratique des fibres dit DFBM (Democratic fibre bundle model). Ce modèle relativement simple, rend bien compte du comportement mécanique, de l'endommagement et de la rupture des matériaux hétérogènes. Trois modélisations sont proposées partant du plus simple qui fixe les idées au plus achevé. Celui qui rend compte de la plupart des observations expérimentales consiste à représenter le matériau par une série d'éléments constitués d'un ressort monté en parallèle avec un amortisseur de viscosité non linéaire de type Eyring. Ce modèle permet d'expliquer la corrélation entre t_c et t_m et permet de retrouver les relaxations en loi d'Andrade dans le fluage primaire, et la singularité en loi de puissance dans le fluage tertiaire. Les exposants prévus par ce modèle sont par ailleurs voisins de ceux trouvés expérimentalement..

Références bibliographiques

- AGBOSSOU, A. "Effects of interphase and impact strain rates on tensile off-axis behaviour of unidirectional glass fiber composite: experimental results." *Engineering Fracture Mechanics*, 1995, vol **52**, n°5, pp 923-934.
- ANASTASSOPOULOS, A. A. and PHILIPPODIS, T. P. "Culstering Methodology for the evaluation of acoustic emission from composites." *Journal of Acoustic Emission*, 1995, vol **13**, pp 11-22.
- ANDERSEN, J. V., SORNETTE, D. and LEUNG, K.-T. "Tri-critical behavior in rupture induced by disorder." *Phys. Rev. Lett*, 1997, vol **78**, pp 2140-2143.
- ANDRADE, E. N. d. C. "the viscous flow in metals, and allied phenomena." *Pro.R. Soc.A*, 1910, vol **84**, pp 1-12.
- AULD, B. A. *Acoustic fields and waves in solids*, Florida, Robert E.Krieger Publishing Company.1990.
- AWERBUCH, J. and GHAFFARI, S. *Tracking progression of matrix splitting during static loading through acoustic emission in notched unidirectional graphite/epoxy cimposites*. 6th International Symposium on Acoustic Emission from Composite Materials.1986.
- AYMERICH, F. and MEILI, S. "Damage assessment in an SMC composite by means of ultrasonic techniques." *NDT.NET*, 1999, vol **4**, n°3.
- BARRE, S. and BENZEGGAGH, M.-L. "on the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene." *Composites science and Technology*, 1994, vol **52**, pp 369-376.
- BASTE, S., El GUERJOUMA, R. and GERARD, A. " Mesure de l'endommagement anisotrope d'un composite céramique-céramique par une méthode ultrasonore." *Revue de physique appliquée*, 1989, vol **24**, pp 721-731.
- BENZEGGAGH, M.-L., BARRE, S., ECHALIER, B., et al. *Etude de l'endommagement de matériaux composites à fibres courtes et à matrice thermoplastique*. Paris, IN: AMAC journées Nationales composites. 1992, pp 703-714.
- BERTHELOT, J. M. *Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures*. Paris, Masson, 1992, 615 p.
- CEYSSON, O., SALVIA, M. and VINCENT, L. "damage" mechanisms charachterisation 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.
- CHABOCHE, J. L. *Phenomelogical aspects of continuum damage mechanics*. 17 th international congress of theoretical applied mechanics, Grenoble.1988.
- CHAMIS, C. and SINCLAIR, J. *Ten-deg off-axis test for shear properties in fiber composites*. *Expl Mech*.1977, pp 339-346.
- CHEN, C.-H. and WANG.Y-CH. "An extended nonlinear mechanical model for solid-filled Mooney-Rivlin rubber composites." *Polymer composites*, 1997, vol **38**, n°3, pp 571-576.
- CHEN, O., KARANDIKAR, P., TAKEDA, N., et al. "Acoustic emission characterization of a glass-matrix composite." *Nondetective Testing and Evaluation*, 1992, vol **8-9**, pp 869-878.
- CHEVALIER, Y. *Comportement élastique et viscoélastique des composites*. In : Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et composites, vol. A7. Paris Techniques de l'ingénieur, 1990.
- CILIBERTO, S., GUARINO, A. and SCORRETTI, R. "The effect of disorder on the fracture nucleation process." *Physica D*, 2001, vol **158**, n°1-4, pp 83-104.
- DALMAS, D., BENMEDAKHENE, S., KEBIR, H., et al. "Investigation of failure mechanisms in WC-Co coated materials." *Surface and Coatings Technology*, 2003, vol **173**, pp 130-143.

- DALMAS, D., BENMEDAKHENE, S., RICHARD, C., et al. *Caractérisation par émission acoustique de l'adhérence et de l'endommagement d'un revêtement : cas d'un revêtement WC-Co sur acier.* Chemistry 4, Paris, Académie des sciences.2001.
- DANIEL, Y. A. *The statistical theory of the strength of bundles of thread*, Proc. Soc. London, Ser. A.1945, vol 183, pp 405-435.
- DENRY, I. L. and HOLLOWAY, J. A. "Elastic constants, Vickers hardness, and fracture toughness of fluorricherite-based glass-ceramics." *Dental Materials*.2004, vol.20, n°3, pp 213-219.
- DUCRET, D. *Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composites : caractérisation ultrasonore et modélisation micromécanique.* thèse à Institut des Sciences Appliquées de Lyon. 2000, 150 p.
- DUCRET, D., EL GUERJOUAMA, R., GUY, P., et al. "Characterisation of anisotropic elastic constants of continuous alumina fibre reinforced aluminium matrix composite processed by medium pressure infiltration." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2000, vol **31**, n°1, pp 45-55.
- DZENIS, Y. A. "Cycle-based analysis of damage and failure in advanced composites under fatigue I. Experimental observation of damage development within loading cycles." *International Journal of Fatigue*, 2003, vol **25**, pp 499–510.
- DZENIS, Y. A. and QIAN, j. "Analysis of microdamage evolution histories in composite." *International Journal of Solids and Structures*, 2001, vol **38**, pp 1831-1854.
- ECKLES, W. and AWERBUCH, J. "Monitoring acoustic emission in cross-ply graphite/epoxy laminates during fatigu loading." *Journal of Reinforced Plastics Composites*, 1988, vol **7**, pp 265-283.
- EL BOUAZZAOUI, R., BASTE, S. and CAMUS, G. "Development of damage in a 2D woven C/SiC composite under mechanical loading: II. Ultrasonic characterization." *Composites science and Technology*, 1996, vol **56**, pp 1373-1382.
- EL GUERJOUAMA, R., GOUJON, L., NECHAD, H., et al. "Linear and nonlinear ultrasonics for material damage evaluation and health monitoring." *Revue Matériaux et Techniques*, 2002, pp 48 - 50.
- FLEISCHMANN, P. *Etude par émission acoustique des propriétés dynamiques des dislocations. Application à la déformation plastique de l'aluminium.* thèse à INSA de Lyon. 1979, 141 p.
- GARCIMARCIN, A., GUARINO, A., BELLON, L., et al. "Statistical of fracture precursors." *Physical Review Letters*, 1997, vol **79**, pp 3202-3205.
- GAY, D. *Matériaux composites*. Paris, Hermès, 1991.
- GERARD, A. *Mesure de l'endommagement par méthodes ultrasonores*. Journée GAMAC, Poitiers.1981.
- GERARD, A. " an ultrasonic pulse-echo method for estimating three-dimensional isotropic damage produced by metal forming processes." *NDT International*, 1982, pp 257-261.
- GODIN, N., HUGUET, S., GAERTNER, R., et al. "Clustering of emission acoustic signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers,." *NDT & E international : independent nondestructive testing and evaluation*, 2003, vol.37, n°4, pp 253-265
- GUARINO, A. *Propriétés statistiques des précurseurs de la fracture.* thèse à Ecole Normale Supérieure de Lyon. 1999, pp 140.
- GUARINO, A., CILIBERTO, S. and GARCIMARCIN, A. "Failure time and microcrack nucleation." *Europhysics Letters*, 1999, vol **47**, pp 456-461.
- GUARINO, A., CILIBERTO, S., GARCIMARCIN, A., et al. "Failure time and critical behaviour of fracture précurseurs in heterogeneous materials." *The European Physical Journal B*, 2002, vol **26**, pp 141-151.

- GUARINO, A., CILIBERTO, S., GARCIMARCI, A., et al. "Failure time and critical behaviour of fracture precursors in heterogeneous materials." THE EUROPEAN PHYSICAL JOURNAL B, 2002, vol **26**, pp 141-51.
- GUARINO, A., GARCIMARCI, A. and CILIBERTO, S. "An experimental test of the critical behaviour of fracture precursors." The European Physical Journal B, 1998, vol **6**, pp 13-24.
- HAMSTAD, M. A. and DOWNS, K. S. Journal of Acoustic Emission, 1995, vol **13**, pp 31-41.
- HATORI, k. and TAKAHASHI, M. "A new nearest-neighbor rule in the pattern classification problem." Pattern Recognition, 1999, vol **32**, 425-432.
- HIDALGO, R. C., KUN, F. and HERRMANN, H. J. "Creep rupture of viscoelastic fiber bundles." PHYSICAL REVIEW E, 2002, vol **65**, 032502.
- HILL, E. V. K. "Predicting burst pressures in filament-wound composite pressure vessels by acoustic emission data." Materials Evaluation, 1992, vol **5**, 12, pp 1439-1445.
- HILL, E. V. K., WALKER II, J. L. and ROWELL, G. H. "Burst pressure prediction in graphite/epoxy pressure vessels using neural networks and acoustic emission amplitude data." Materials Evaluation, 1996, vol **54**, 6, pp 744-748.
- HOSTEN, B., BASTE, S. and CHOQUEUSE, D. *Suivi par ultrasons du vieillissement hydrolyque de matériaux composites à matrices organiques*. AMAC.1992.
- HUGO, J., SOVA, M. and CIZINSKY, J. "Creep and creep damage of glass fibre reinforced polypropylene." Composite structures, 1980, vol **4**, pp 233-244.
- HUGUET, S. *Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère*. thèse à Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. 2002, pp 153.
- HUGUET, S., GODIN, N., GAERTENER, R., et al. "Use acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester." Composites Science and Technology, 2002, vol **62**, pp 1433-1444.
- JACQUESSON, M. *Mécanismes d'endommagement sous sollicitations monotone et cyclique de composites quasi-UD à fibres longues et à matrice base Aluminium. Apport de l'émission acoustique*. thèse à Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. 2000, pp 231.
- JAUME, S. C. and SYKES, L. R. "Evolving towards a critical point: A review of accelerating seismic moment/energy release prior to large and great earthquakes." Pure Appl. Geophys, 1999, vol **155**, pp 279-306.
- JENDLIA, Z., MERAGHNIB, F., FITOUSSIA, J., et al. "Micromechanical analysis of strain rate effect on damage evolution in sheet molding compound Composites." Composites: Part A: applied science and manufacturing, 2004, vol.35, n°7, pp 779-787
- JOHANSEN, A. and SORNETTE, D. "Critical ruptures." Eur. Phys. J. B, 2000, vol **18**, n°1, pp 163-81.
- JOURNAUX, J. *Evaluation de l'endommagement de pièces métalliques par analyse d'images: endommagement par piqûres de corrosion, endommagement par fluage*. thèse à université de Bourgogne. 1999, pp.
- KAGAN, Y. Y. "Universality of Seismic Moment-frequency Relation." Pure Appl. Geophys, 1999, vol **155**, pp 537-573.
- KARGER-KOCSIS, J., HARMIA, T. and CZIGANY, T. "Comparison of the fracture and failure behavior of polypropylene composites reinforced by long glass fibers and by glass mats." Composites science and Technology, 1995, vol **54**, pp 287-298.
- KENNEDY, T. C. and WANG, M. "Three-dimensional, nonlinear viscoelastic analysis of laminated composites." Journal of Composite Materials, 1994, vol **28**, pp 902-925.

- KhAVANDI, A. *Etude de la déformation non élastique de composite unidirectionnel verre-résine époxyde: Prévision du comportement mécanique.* thèse à Institut des Sciences Appliquées de Lyon. 1997, pp 187.
- KIM, S.-T. and LEE, Y.-T. "Characteristics of damage and fracture process of carbon fiber reinforced plastic under loading-unloading test by using AE method." Materials Science and Engineering, 1997, vol **A 234-236**, pp 322-326.
- KIOUA, H., MASLOUHI, A. and ROY, C. "AE Monitoring of free edge Delamination in Graphite Epoxy Laminates Under Fatigue Loading." Canadian Aeronautics and Space Journal, 1995, vol **41**, 1, pp 21-27.
- KIRSH, F. *Fatigue -fluage du bois.* thèse à Université de Metz. 1998, pp 155.
- KOTSIKOS, G., EVANS, J. T., GIBSON, A. G., et al. "Use of acoustic emission to characterise corrosion fatigue damage accumulation in glass fiber reinforced polyester laminates." Polymer composites, 1999, vol **20**, 5, pp 689-696.
- KOTSIKOS, G., EVANS, J. T., GIBSON, A. G., et al. "Environmentally enhanced fatigue damage in glass fiber reinforced composites characterised by acoustic emission." composites Part A, 2000, vol **31**, pp 969-977.
- KUHN, M. R. and MITCHELL, J. K. "New perspective on soil creep." J. Geotechnical Engineering, 1993, vol **119**, 3, pp 507-524.
- KUN, F., MORENO, Y., HIDALGO, R. C., et al. "Creep rupture has two universality classes." EUROPHYSICS LETTERS, 2003, vol **63**, 3, pp 347-353.
- LAKSIMI, A., BENMEDAKHENE, S. and BOUNOUAS, L. *Monitoring acoustic emission during tensile loading of thermoplastic composite materials.* International Conference on Composites Materials (ICCM12), CD-Rom, Paris, Juillet 1999
- LE MOAL, P. and PERREUX, D. "Evaluation of creep compliances of unidirectional fibre-reinforced composites." Composites Science and Technology, 1994, vol **51**, n°4, pp 469-477.
- LEMAITRE, J. and CHABOCHE, J. L. *Mécanique des matériaux solides*, 1988.
- LHERMITTE, T. and al, a. *Nouvelle méthode de mesure de vitesse ultrasonore- application à la détermination de l'ensemble des constantes élastiques des composites carbone / Epoxy unidirectionnels.* 1er de congrès COFRED sur les essais non destructifs, Nice, 1990.
- LIKAS, A., VLASSIS, N. and VERBEECK, J. *Note on constrained k-means clustering algorithm.* Pattern Recognition. 2002.
- LIU, J. Y. and ROSS, R. J. "Energy Criterion for Fatigue Strength of Wood structural Members." Journal of Engineering Materials and Technology, 1996, vol **118**, n°3, pp 375-378.
- LOCKNER, D. A. "A generalized law for brittle deformation of Westerly granite." J. Geophys. Res, 1998, vol **103**, n°B3, pp 5107-5123.
- LUO, J.-J., WOOH, S.-C. and M, D. I. "Acoustic emission study of failure mechanisms in ceramic matrix composite under longitudinal tensile loading." NDT & E International, 1997, vol **30**, n°2, pp 108.
- MAIN, I. G. "A damage mechanics model for power-law creep and earthquake aftershock and foreshock sequences." Geophys. J. Int, 2000, vol **142**, n°1, pp 151-161.
- MARGUERES, P., MERAGHNI, F. and BENZEGGAGH, M.-L. "Comprison of stiffness measurements and damage investigation techniques for a fatigued and post-fatigued GFRP composite obtained by RTMprcess." composites: Part A, 2000, vol **31**, pp 151-163.
- MESZAROS, C., FARKAS, I. and BALINT, A. "A new application of percolation theory for coupled transport phenomena through porous media." Mathematics and Computers in Simulation, 2001, vol **56**, pp 395-404.

- MIGUEL, M.-C., VESPIGNANI, A., ZAISER, M., et al. "Dislocation jamming and Andrade creep." *Physical Review Letters*, 2002, vol **89**, n°16, pp 165501-1 -165501-4.
- MOORTHY, V., JAYAKUMAR, T. and RAJ, B. "Acoustic emission technique for detecting micro- and macroyielding in solution -annealed AISI type austenitic stainless steel." *Int. J. Ves. & Piping*, 1995, vol **64**, pp 161-168.
- MOURA, A. and YUKALOV, V. I. "Self-similar extrapolation for the law of acoustic emission before failure of heterogeneous materials." *Int. J. Fract*, 2002, vol **118**, n°3, pp 63-68.
- MOUSTACHI, A., EL GUERJOURA, R. and BABOUX, J. C. "Non destructive ultrasonic evaluation of fibrous metal matrix composites." *Applied composite materials*, 1995, vol **1**, pp 387-393.
- NAKANO, H. and NAGAI, S. "Microcomputer-assisted system for measurement of ultrasonic velocity." *Ultrasonics*, 1988, vol **26**, pp 256.
- NIELSEN, A. "Acoustic emission from steel structures." *Journal of Acoustic Emission*, 1989, vol **8**, n°1-2, pp 557-561.
- NIELSON, E. and LANDEL, R. F. *Mechanical properties of polymers and composites*. New York: Dekker M. Inc. 1974, pp 343.
- OMORI, F. "On the aftershocks of earthquakes." *J. Coll. Sci. Imp. Univ. Tokyo*, 1894, vol **7**, pp 111-120.
- ONO, K. "Trends of recent acoustic emission literature." *Journal of Acoustic Emission*, 1994, vol **12**, pp 177-198.pas, j. n. s. "Acoustic emissions determine strength and stability of composites." *Reinforced plastics*, 1991, vol **35**, n°5, pp 22-25.
- PISARENKO, V. F. and SORNETTE, D. "Characterization of the Frequency of Extreme EarthquakeEvents by the Generalized Pareto Distribution." *Pure Appl. Geophys*, 2003, vol **60**, pp 2343-2364.
- PLUVINAGE, G. and RAGUET, M. *Physical and mechanical measurements of damage in low-cycles fatigue application for two-level tests. Fatigue mechanics: advanced in quantitative measurement of physical damage*. ASTM, 1992, vol 811.
- POLITI, A., CILIBERTO, S. and SCORRETTI, R. "Failure time in the fiber-bundle model with thermal noise and disorder." *PHYSICAL REVIEW E*, 2002, vol **66**, n°22, pp 026107/1-026107/6.
- PRADHAN, S. and CHAKRABARTI, B. K. *Failure properties of fiber bundle models [en ligne]*, disponible à http://arxiv.org/PS_cache/cond-mat/pdf/0307/0307734.pdf. 2003, **18** p.(consulté le 6/07/2004)
- REURINGS, F. and ALAVA, M. J. *Damage Growth in Random Fuse Networks [en ligne]*, disponible à <http://arXiv.org/abs/condmat/0401592>. 2004. (consulté le 6/07/2004)
- REURINGS, F. and ALAVA, M. J. *Damage Growth in Random Fuse Networks [en ligne]*, disponible à <http://arXiv.org/abs/condmat/0401592>. 2004. (consulté le 6/07/2004)
- RISSON, T. *Comportement en fluage de composite à renfort carbone et matrice époxyde et peek*. thèse à Ecole Centrale de Lyon. 1998, pp 170.
- ROGERS, L. M. *structural and engineering monitoring by acoustic emission methods-fundamentals and application*. Technical investigation department. 2001, pp 80.
- ROGET, J. *Essais non destructif l'émission acoustique. Mise en œuvre et application*. Collection AFNOR-CETIM, CETIM Centre technique des industries mécaniques. 1988, pp 196.
- ROUX, S. and HILD, F. "On the Relevance of Mean Field to Continuum DamageMechanics." *International Journal of Fracture*, 2002, vol **116**, n°3, pp 219-229.
- ROYER, D. and DIEULESAINT, E. *Ondes élastiques dans les solides, Tome 1 propagation libre et guidée*, Paris, Masson, 1996, 328 p.

- SAICHEV, A. and SORNETTE, D. *Andrade, Omori and Time-to-failure Laws from Thermal Noise in Material Rupture [en ligne]*, disponible à, http://arxiv.org/PS_cache/cond-mat/pdf/0311/0311493.pdf. 2003. (consulté le 6/07/2004)
- SAMMIS, S. G. and SORNETTE, D. *Positive Feedback, Memory and the Predictability of Earthquakes*. Proceedings of the National Academy of Sciences USA vol.99.2002, 2501-2508 pp.
- SCIDA, D., ABOURA, Z. and BENZEGGAGH, M.-L. "The effect of ageing on the damage events in woven-fibre composite materials under different loading conditions." Composites science and Technology, 2002, vol **62**, pp 551-557.
- SEGARD, E., BENMEDAKHENE, S., LAKSIMI, A., et al. "Damage analysis and the fibre-matrix effect in polypropylene reinforced by short glass fibres above glass transition temperature." Composite structures, 2003, vol **60**, pp 67-72.
- SHCHERBAKOV, R. and TURCOTTE, D. L. "Damage and self-similarity in fracture." Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 2003, vol **39**, pp 245-258.
- SHEN, H. K. and RUTHERFOD, J. L. "flow behavior of nylon epoxy adhesive." Mat.Sci.EN, 1972, vol **9**, pp 323-331.
- SORNETTE, D. and VANNESTE, C. "Dynamics and memory effects in rupture of thermal fuse networks." Phys. Rev. Lett, 1992, vol **68**, n°5, pp 612-615.
- SULLIVAN, J. L. "Creep and physical aging of composites." Composites science and Technology, 1990, vol **39**, pp 207-232.
- SULLIVAN, J. L., BLAIS, E. J. and HOUSTON, D. "Physical aging in the creep behaviour of thermosetting and thermoplastic composites." Composites Science and Technology, 1993, vol **47**, pp 389-403.
- SULLIVAN, J. L., WEN, Y. F. and GIBSON, A. G. "Universal aspect of composite viscoelastic behaviour." Polymer composites, 1995, vol **16**, n°1, pp 3-9.
- TURCOTTE, D. L., NEWMAN, W. I. and SHCHERBAKOV, R. "Micro and macroscopic models of rock fracture." Geophys. J. Int, 2003, vol **152**, pp 718-728.
- TURNER, S., Ed. (1973). *Creep in glassy polymers*. The physics of glassy polymer. London, Applied Science Publishers.
- UENOYA, T. "Acoustic emission analysis on interfacial fracture of laminated fabric polymer matrix composites." Journal of Acoustic Emission, 1995, vol **13**, n°3/4, pp S95-S102.
- VENKATESWARLU, N. B. and RAJU, P. S. S. K. *Fast isodata clustering algorithms. Pattern recognition*. Pattern recognition. 1992, vol **25**, pp 335-342.
- VUJOSEVIC, M. and KRAJCINOVIC, D. "Creep rupture of polymer-a statistical model." ht. J Solid Structures, 1997, vol **34**, n°9, pp 1105 1122.
- YAMAGUCHI, K., OYAIZU, H., JOHKAJI, J., et al. *Acoustic Emission: Current Practice and Future Directions*. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.1991.
- YEH, H.-Y. and CHENG, J.-H. "NDE of metal damage: ultrasonics with a damage mechanics model." International journal of solids and structures, 2003, vol: 40, Issue: 26, pp 7285-7298
- YUKALOV, V. I., MOURA, A. and NECHAD, H. "Self-similar law of energy release before materials fracture." J. Mech. Phys. Solids, 2004, vol **52**, pp 453-465.

Annexe 1

$$b_0 \left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1} \frac{de}{dt} + Ee = s \frac{1}{1-P(e)}$$

L'expression (13) se réduit à :

$$f = \left(\frac{e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu$$

$$b_0 \left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1} \frac{de}{dt} + Ee = sf \left(1 + \frac{\mu e}{e_{02}} \right)$$

$$\left| \frac{de}{dt} \right|^{n-1} \frac{de}{dt} + e \underbrace{\left(\frac{E}{b_0} - \frac{sf\mu}{b_0 e_{02}} \right)}_{\mathbf{A}} = \underbrace{\frac{sf}{b_0}}_{\mathbf{B}}$$

$$\left(\frac{de}{dt} \right)^n = B - Ae \quad (14')$$

On pose $X = B - Ae$

$$\text{Donc } e = \frac{1}{A}(B - X) \text{ et } de = \frac{de}{dX} dX = -\frac{1}{A} dX$$

L'équation (14') donne $\frac{dX}{dt} = -AX^{1/n}$,

$$X = \left(\frac{1-n}{n} \right)^{n/(n-1)} A^{1/(n-1)} (t+c)^{1/(n-1)}$$

$$\text{d'où } e = \frac{B}{A} - \left(\frac{1-n}{n} \right)^{n/(n-1)} A^{1/(n-1)} (t+C)^{1/(n-1)}$$

à $t = 0$ on a $e(0) = 0$

$$C = B^{1/n} A^{-1} \left(\frac{1-n}{n} \right)^1 = \frac{1}{A} \left(\frac{n}{1-n} \right) \quad \text{avec } g = \left(\frac{sf}{b} \right)^{(1-n)/n}$$

$$C = \frac{nbe_{02}}{g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)}$$

$$\frac{de}{dt} = \left(\frac{1-n}{n} \right)^{1/(n-1)} A^{1/(n-1)} (t+c)^{1/(n-1)}$$

$$(t+C)^{1/n-1} = \left[\frac{nbe_{02} + g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)t}{g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)} \right]^{1/n-1} = \left[\frac{g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)}{nbe_{02} + g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)t} \right]^{1/1-n}$$

$$A^{1/n-1} = \left(\frac{be_{02}}{(Ee_{02} - sf\mu)} \right)^{1/1-n}$$

$$A^{1/n-1}(t+C)^{1/n-1} = \left[\frac{g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)}{nbe_{02} + g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)t} \right]^{1/1-n} \left(\frac{be_{02}}{(Ee_{02} - sf\mu)} \right)^{1/1-n} = \left[\frac{gbe_{02}(n-1)}{nbe_{02} + g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)t} \right]^{1/1-n}$$

$$\frac{de}{dt} = \left(\frac{1-n}{n} \right)^{1/n-1} A^{1/n-1}(t+C)^{1/n-1} = \left(\frac{1-n}{n} \right)^{1/n-1} \left[\frac{ngbe_{02}(n-1)}{nbe_{02} + g(n-1)(Ee_{02} - sf\mu)t} \right]^{1/1-n}$$

Annexe 2

En ce qui concerne le taux d'événements acoustiques dN/dt , le modèle prévoit :

$$\frac{dN}{dt} = \frac{dP}{de_1} \frac{de_1}{dt}$$

On sait que la distribution des seuils de rupture est $P(e_1) = 1 - \left(\frac{e_{01}}{e_1 + e_{02}}\right)^\mu$

- **Au temps court** $(e_1 + e_{02})^\mu \approx e_{02} \left(1 + \mu \frac{e_1}{e_{02}}\right)$

Le taux d'EA devient :

$$\frac{dN}{dt} \sim \left(1 - \frac{\tau^*^p}{(t + \tau^*)^p}\right)^\mu \frac{1}{(t + \tau^*)^{1+p}}$$

$$\left(1 - \frac{\tau^*^p}{(t + \tau^*)^p}\right)^\mu = \exp\left[\mu \ln\left(1 - \frac{\tau^*^p}{(t + \tau^*)^p}\right)\right] \approx \exp\left[-\mu \frac{\tau^*^p}{(t + \tau^*)^p}\right] \approx \exp\left[-\mu \tau^*^p \exp(-p \ln(t + \tau^*))\right]$$

En utilisant le développement limité de $\exp(x) = 1 + x + x^2/2! + \dots$

On trouve que $\exp(-p \ln(t + \tau^*)) \approx 1 - p \ln(t + \tau^*)$

$$\left(1 - \frac{\tau^*^p}{(t + \tau^*)^p}\right)^\mu \approx \exp\left[-\mu \tau^*^p (1 - p \ln(t + \tau^*))\right] \approx \exp[-\mu \tau^*^p] (t + \tau^*)^{p \mu \tau^* p}$$

L'expression (32) devient :

$$\frac{dN}{dt} \sim \frac{1}{(t + \tau^*)^{1-p(\mu \tau^* p - 1)}} \quad (35)$$

Ce qui a en effet un exposant efficace plus petit que 1 à condition que $\mu \tau^*^p > 1$. Ceci prévoit que l'exposant de la loi d'Andrade n'est pas universel puisqu'il dépend du coefficient τ^* .

- **Aux temps longs**

La déformation e_1 est plus importante que e_{02} :

$$(e_1 + e_{02})^\mu \approx e_1^\mu$$

Le taux d'EA devient :

$$\frac{dN}{dt} \sim e_1^{-\mu-1} \frac{de_1}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{1-\mu m}} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{\frac{\mu(\frac{1-n_1}{n_1}-1)}{\mu-1}}} \quad (36)$$

Annexe 3

$$\frac{de}{dt} = \frac{K}{2} \exp \left(\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \left(1 + \mu \frac{e}{e_{02}} \right) - \beta E e \right)$$

$$\frac{de}{dt} = \frac{K}{2} \exp \left(\underbrace{\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu}}_b - e \underbrace{\left(\beta E + \mu \frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu e_{02}} \right)}_a \right)$$

$$\frac{de}{dt} = \frac{K}{2} \exp(b - ae) = \frac{K}{2} \exp(b) \exp(-ae)$$

$$\frac{1}{a} \exp(ae) = \frac{K}{2} \exp(b) t + C$$

On a à $t = 0$ $e(0) = 0$ d'où $C = \frac{1}{a}$

$$\exp(ae) = \frac{Ka}{2} \exp(b) t + 1$$

$$e = \frac{1}{a} \ln \left(\frac{Ka}{2} \exp(b) t + 1 \right)$$

$$\frac{de}{dt} = \frac{1}{a} \frac{\frac{Ka}{2} \exp(b)}{\frac{Ka}{2} \exp(b) t + 1}$$

$$\frac{de}{dt} = \frac{1}{\left(\beta E - \mu \frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu e_{02}} \right) \frac{K}{2} \exp \left(\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right)} \frac{\frac{K}{2} \exp \left(\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right)}{\left(\beta E - \mu \frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu e_{02}} \right) \frac{K}{2} \exp \left(\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right) t + 1}$$

$$\frac{de}{dt} = \frac{1}{\exp \left(\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right)} \frac{\frac{K}{2} \exp \left(\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right)}{\frac{K}{2} \exp \left(\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right) t + \exp \left(-\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right)}$$

$$\frac{de}{dt} = \frac{\frac{K}{2}}{\left(\beta E - \mu \frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu e_{02}} \right) t + \exp \left(-\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right)} = \frac{K}{2 \exp \left(-\frac{\beta s e_{02}^\mu}{e_{01}^\mu} \right) + \frac{K \beta}{e_{02}} t \left(E e_{02} - \mu s \left(\frac{e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu \right)}$$

Le taux de déformation dans les temps courts est

$$\frac{de}{dt} = \frac{Ke_{02}}{2e_{02}\exp\left(-\beta s\left(\frac{e_{02}}{e_{01}}\right)^\mu\right) + tK\beta\left(Ee_{02} - \mu s\left(\frac{e_{02}}{e_{01}}\right)^\mu\right)} \quad (39)$$

Annexe 4

Modèle 3: Faisceau de fibres de Kelvin-Voigt en série avec un amortisseur non linéaire de Bingham-Norton

Le modèle 2 que nous avons exposé, ne tient pas compte du rôle de l'orientation des fibres dans la matrice par rapport à la direction de sollicitation. Ceci est particulièrement important pour les composites à plis croisés. Ainsi, les fibres ont tendance à se réorienter sous l'effet de la charge locale. Afin de tenir compte de cet effet, nous proposons de modifier la représentation employée jusqu'ici pour les fibres viscoélastiques représentatives modélisées par des éléments de Kelvin-voigt, par des éléments de type Kelvin-Voigt en série avec un amortisseur également à viscolisté non linéaire [Agbossou, 1996]. Les deux amortisseurs ont donc des rhéologie différentes. Le premier est à viscosité nonlinéaire pseudoplastique, pour tenir compte des nonlinéarités dues à l'endommagement, le second possède un comportement non-linéaire selon une loi de Bingham-Norton avec un coefficient visqueux b_2 et un exposant $n_2 > 1$ comme représenté sur la figure 16. Cette rhéologie est sensée rendre compte de la réorientation locale des fibres sous l'effet de la charge. Un modèle proche de ce que nous proposons a été utilisé pour modéliser le comportement des composites à fibres unidirectionnelles par Agbossou [AGBOSSOU 1995].

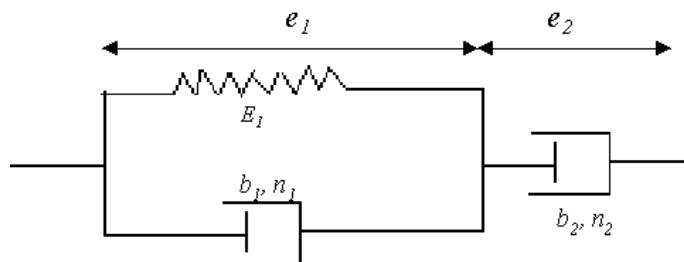


Figure 1 : Modèle 3

Dans ce modèle, les équations du comportement sont :

$$b_1 \left| \frac{de_1}{dt} \right|^{n_1-1} \frac{de_1}{dt} + E_1 e_1 = s \left(\frac{e_1 + e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu \quad (23)$$

$$b_2 \left| \frac{de_2}{dt} \right|^{n_2-1} \frac{de_2}{dt} = s \left(\frac{e_1 + e_{02}}{e_{01}} \right)^\mu \quad (24)$$

$$e = e_1 + e_2 \quad (25)$$

e_1 et e_2 sont les déformations des éléments du modèle comme représenté sur la figure 16, e étant la déformation totale. Nous remarquons que l'équation (23) est similaire à l'équation (14). Nous allons suivre la même méthode de résolution de cette équation que celle effectuée au paragraphe 2.2 en effectuant un simple changement de e par e_1 pour déterminer l'évolution en fonction du temps de e_1 et de_1/dt , ainsi:

- pour les temps courts :

$$e_1 \sim \frac{s}{E_1} \left(1 - \frac{\tau^*}{(t + \tau^*)^p} \right) \quad (26)$$

$$\frac{de_1}{dt} \sim \frac{s}{E_1} \frac{p \tau^*}{(\tau^* + t)^{p+1}}. \quad (27)$$

- Pour les temps longs :

$$e_1 \sim \frac{1}{(t_c - t)^m} \quad (28)$$

$$\frac{de_1}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{1+m}} \quad (29)$$

Nous allons nous intéresser à la résolution de l'équation 24 pour trouver la solution de la déformation e_2 . Puisque la déformation e_1 est toujours positive, le taux de déformation de_2/dt est toujours positif, ceci nous permet de récrire (24) comme suit:

$$\frac{de_2}{dt} = \left(s/b_2 \right)^{\mu/n_2} \left(\frac{e_1 + e_{02}}{e_{01}} \right)^{\mu/n_2} \quad (30)$$

- Ainsi, aux temps courts

$$\frac{de_2}{dt} \sim \left(s/b_2 \right)^{\mu/n_2} \left(\frac{s}{E_1} \right)^{\mu/n_2} \left(1 - \frac{\tau^*}{(t + \tau^*)^p} \right)^{\mu/n_2}, \text{ avec } p = \frac{n_1}{1 - n_1} \quad (31)$$

- Aux temps longs

$$\frac{de_2}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{m\mu/n_2}}, \text{ avec } m = \frac{1}{(\mu/n_1) - 1} \quad (32)$$

- Au temps court, l'évolution du taux de déformation de/dt est la somme des deux équations (27) et (31). Ce modèle prévoit que l'exposant d'Andrade n'est pas universel

- Dans les temps longs :

$$\frac{de}{dt} = \frac{de_1}{dt} + \frac{de_2}{dt} \sim \frac{1}{(t_c - t)^{1+m}} + \frac{1}{(tc - t)^{m\mu/n_2}}, \text{ avec } m = \frac{1}{(\mu/n_1) - 1} \quad (33)$$