Comportement mécanique de composites oxydes : Relations procédé-microstructure-propriétés

Nicolas Guel

▶ **To cite this version:**

Nicolas Guel. Comportement mécanique de composites oxydes : Relations procédé-microstructure-propriétés. Matériaux. Université de Lyon, 2018. Français. NNT : 2018LYSEI104 . tel-02061776

HAL Id: tel-02061776
https://theses.hal.science/tel-02061776

Submitted on 8 Mar 2019

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

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

N° d'ordre NNT : 2018LYSEI104

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
Présentée au sein de
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Ecole Doctorale n°34
Ecole Doctorale Matériaux de Lyon

Spécialité/discipline de doctorat :
Génie des matériaux

Soutenue publiquement le 07/12/2018, par :
Nicolas Guel

Comportement mécanique de composites oxydes : relations procédé-microstructure-propriétés

---

Devant le jury composé de :

Meraghni, Fodil	Professeur, Arts et Métiers ParisTech - Metz	Président
Aboura, Zoheir	Professeur, UTC Compiègne	Rapporteur
Laurin, Frédéric	Ingénieur de recherche (HDR), ONERA Châtillon	Rapporteur
Bahlouli, Nadia	Professeur, Université de Strasbourg	Examinatrice
Godin, Nathalie	Maître de conférences (HDR), INSA de Lyon	Directrice de thèse
Caty, Olivier	Maître de conférences, Bordeaux INP	Co-directeur de thèse
Reynaud, Pascal	Chargé de recherche CNRS (HDR), INSA de Lyon	Co-encadrant
Bouillon, Florent	Ingénieur, Safran Ceramics	Invité
Mahdi, Stéphane	Ingénieur, IRT Saint-Exupéry	Invité

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	**CHIMIE DE LYON** **http://www.edchimie-lyon.fr** Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage **secretariat@edchimie-lyon.fr** INSA : R. GOURDON	M. Stéphane DANIELE Institut de recherches sur la catalyse et l'environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 Avenue Albert EINSTEIN 69 626 Villeurbanne CEDEX **directeur@edchimie-lyon.fr**
E.E.A.	**ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE** **http://edeea.ec-lyon.fr** Sec. : M.C. HAVGOUDOUKIAN **ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr**	M. Gérard SCORLETTI École Centrale de Lyon 36 Avenue Guy DE COLLONGUE 69 134 Écully Tél : 04.72.18.60.97 Fax 04.78.43.37.17 **gerard.scorletti@ec-lyon.fr**
E2M2	**ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION** **http://e2m2.universite-lyon.fr** Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : H. CHARLES **secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr**	M. Philippe NORMAND UMR 5557 Lab. d'Ecologie Microbienne Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX **philippe.normand@univ-lyon1.fr**
EDISS	**INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ** **http://www.ediss-lyon.fr** Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : M. LAGARDE **secretariat.ediss@univ-lyon1.fr**	Mme Emmanuelle CANET-SOULAS INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1 Bâtiment IMBL 11 Avenue Jean CAPELLE INSA de Lyon 69 621 Villeurbanne Tél : 04.72.68.49.09 Fax : 04.72.68.49.16 **emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr**
INFOMATH	**INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES** **http://edinfomaths.universite-lyon.fr** Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 Fax : 04.72.43.16.87 **infomaths@univ-lyon1.fr**	M. Luca ZAMBONI Bât. Braconnier 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.26.23.45.52 **zamboni@maths.univ-lyon1.fr**
Matériaux	**MATÉRIAUX DE LYON** **http://ed34.universite-lyon.fr** Sec. : Marion COMBE Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.87.12 Bât. Direction **ed.materiaux@insa-lyon.fr**	M. Jean-Yves BUFFIÈRE INSA de Lyon MATEIS - Bât. Saint-Exupéry 7 Avenue Jean CAPELLE 69 621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.85.28 **jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr**
MEGA	**MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE** **http://edmega.universite-lyon.fr** Sec. : Marion COMBE Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.87.12 Bât. Direction **mega@insa-lyon.fr**	M. Jocelyn BONJOUR INSA de Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69 621 Villeurbanne CEDEX **jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr**
ScSo	**ScSo*** **http://ed483.univ-lyon2.fr** Sec. : Viviane POLSINELLI, INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.72.76 **viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr**	M. Christian MONTES Université Lyon 2 86 Rue Pasteur 69 365 Lyon CEDEX 07 **christian.montes@univ-lyon2.fr**

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Dans la vie il n'y a pas de grand, pas de petit ;
la bonne longueur pour les jambes c'est quand
les pieds touchent bien par terre.

Coluche (1944 – 1986)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Remerciements

Les 3 années de la thèse ont été pour moi, dans un premier temps, un objectif à atteindre. Au fil des mois, ce challenge s'est transformé en une expérience très formatrice, tant d'un point de vue scientifique que d'un point de vue humain. Les relations établies tout au long de ma thèse ont grandement contribué à l'aboutissement de ces travaux, matérialisés par le présent manuscrit.

Cette thèse, financée par l'IRT Saint-Exupéry et soutenue par Safran Ceramics, s'est effectuée au sein du laboratoire MATEIS (Matériaux : Ingénierie et Sciences) à Villeurbanne (69 – Rhône) ainsi qu'au LCTS (Laboratoire des Composites Thermostructuraux) à Pessac (33 – Gironde). Je remercie les directeurs de laboratoires Jérôme Chevalier (MATEIS) et Gérard Vignoles (LCTS) de m'avoir accueilli dans leurs locaux et ainsi de m'avoir permis de réaliser cette thèse dans un excellent cadre de travail. Je remercie également Xavier Aubard pour le formidable accueil que j'ai eu dans les locaux du site aquitain de l'IRT Saint-Exupéry.

Je souhaite remercier les membres du jury qui m'ont fait l'honneur de juger de mon travail. Zoheir Aboura (UTC – Compiègne) et Frédéric Laurin (ONERA – Châtillon) ont accepté d'évaluer ce manuscrit de thèse. J'ai pris un réel plaisir à lire les rapports qui me sont parvenus, et ainsi avoir un autre point de vue sur les études réalisées dans le cadre de cette thèse. Je tiens également à remercier Fodil Meraghni (Arts et Métiers ParisTech – Metz) d'avoir présidé mon jury de thèse, mais aussi Nadia Bahlouli (Université de Strasbourg) d'avoir examiné mon travail. Les discussions qui se sont établies à la suite de ma présentation de soutenance ont été très enrichissantes.

Je tiens tout particulièrement à remercier Nathalie Godin, ma directrice de thèse, pour ses conseils avisés et son implication au quotidien. Au-delà de sa grande connaissance du suivi par émission acoustique qu'elle a su me transmettre, Nathalie a été un soutien de chaque instant, notamment lors des moments compliqués que peuvent compter une thèse. Les nombreux points qui ont pu être faits tout au long de la thèse ont permis d'avoir des discussions très enrichissantes quant aux orientations à donner et aux analyses à en tirer. Je remercie Olivier Caty, pour son point de vue avisé concernant les essais in-situ mais aussi pour son soutien lors des différentes réunion d'avancement. Je tiens également à remercier Pascal Reynaud qui s'est impliqué dans la mise au point des essais de traction. De plus, sa connaissance accrue du comportement mécanique des matériaux composites a été d'un grand apport dans les analyses effectuées dans le cadre de cette thèse.

Je remercie également Florent Bouillon (Safran Ceramics) qui a suivi l'avancée des travaux de thèse tout au long de ces trois années. Les échanges que l'on a pu avoir ont permis de mieux comprendre le contexte et le rôle de cette thèse quant au développement des composites oxydes. Je remercie tout autant mes encadrantes de l'IRT Saint-Exupéry, Chloé Dupleix-Couderc ainsi qu'Isabelle Berdoyes, qui se sont assurées du bon déroulement de ma thèse et avec qui j'ai pu m'entretenir très régulièrement. Je les remercie pour leur investissement afin de garantir l'approvisionnement de matériaux en quantité. Je remercie par la même occasion Stéphane Mahdi (IRT Saint-Exupéry) d'avoir suivi l'avancement de la fin de ma thèse et d'avoir fait partie de mon jury de thèse.

La réalisation de cette thèse a été rendue possible par l'approvisionnement en matériau, je tiens à remercier tout particulièrement Aude Paillassa, Rémi Bouvier, Alexandre Lahutte (IRT Saint-Exupéry) et les équipes de Safran Ceramics de s'être efforcés à me fournir des matériaux de qualité tout au long de ma thèse. J'en profite également pour remercier Pascal Diss et Ramuntxo Etchart-Salas (Safran Ceramics) qui ont apporté un degré de compréhension supplémentaire quant à la mise en forme des composites oxydes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les diverses études menées dans cette thèse n'auraient pas pu être effectuées sans la mise en place de collaborations. Un Big Up tout particulier pour Vincent Mazars avec qui nous avons effectué la conception et l'amélioration des systèmes de traction in-situ au LCTS. On aura connu des moments de stress lorsque la machine de traction ne fonctionnait pas 4 jours avant le début de la première campagne d'essai au synchrotron SOLEIL, mais finalement on y est arrivé, une belle collaboration. Par la même occasion, je remercie les membres d'équipage des missions SOLEIL I (Vincent Mazars, Olivier Caty, Manon Fernandez, Julien Danet, Nicolas Lenoir, Sébastien Denneulin et Thomas Philippe) et SOLEIL II (rescapés de la première mission avec qui on a passé le weekend du 14 juillet sans trop voir le vrai Soleil : Vincent Mazars et Olivier Caty). Ces jours et ces nuits passées au synchrotron ont été un des grands moments de la thèse, tant pour l'ambiance que pour les résultats. Je souhaite remercier Bruno Humez pour les essais mécaniques minutieusement réalisés au LCTS, Julien Danet pour la mise en place des essais in-situ sous MEB et Laurine Lapuyade pour les analyses porosimétriques. Je remercie Adem Alia, Zeina Hamam et Gilbert Fantozzi pour les nombreux questionnements que l'on a pu avoir sur l'analyse de l'émission acoustique ainsi que sur le matériau. Je remercie également mes deux collègues doctorantes sur les composites oxydes Marion Broutelle et Orianne Sally pour les discussions fructueuses que l'on a eues autour du matériau.

Plus globalement, je tiens à remercier les membres que j'ai croisés à l'IRT (Gautier Mecuson et Laurent Ferres notamment), les secrétaires que j'ai sollicitées à maintes reprise (tout particulièrement Patricia Vandais, Corinne Payen, Liliane Quillot, Antonia Riccobene et Florence Croizier) ainsi que les permanents des deux laboratoires.

Enfin, une thèse, ce n'est pas uniquement des résultats, c'est aussi trois années d'une vie qui resteront inoubliables, qui sont grandement dues aux amitiés qui ont pu se nouer. Un gros *Grazie Mille* aux fratés, mes gars sûrs : Vince, Ben, Antho, Jeannot et Sim. Un grand merci aussi à tous les copains bordelais et lyonnais avec qui j'ai pu partager de très bons souvenirs, autour d'un ou plusieurs breuvages : Guillaume, Paulo, Ugo, Hélène, Clément, Ines, Laurine, Dadou, Buchette, Lucie, Fanfan, Etienne, Marwa, Floriane, Héloïse, Manon, Léonard, Ronan, Thomas, Nico, Malgo, Erik, Marie, J-P, Claire, Clémence, Xavier, Carole, Alex, Rémi, Adrien, Amandine ainsi que les stagiaires.

Et pour conclure une petite pensée à ma famille qui ne m'a vu que ponctuellement lors de ces trois années, me ressourcer à vos côtés m'a beaucoup aidé, un grand merci.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Résumé – Comportement mécanique de composites oxydes : relations procédé-microstructure-propriétés

Cette thèse a pour objectif la compréhension fine du rôle de la microstructure sur les propriétés mécaniques de CMC (Composites à Matrice Céramique) oxydes, en vue de l'introduction de ce type de matériau dans les futurs moteurs d'aviation civile. L'influence des hétérogénéités induites par la mise en forme de ce matériau est particulièrement investiguée. Ces hétérogénéités (fissures préexistantes, porosités) semblent favoriser l'apparition et la propagation de mécanismes d'endommagement conduisant à la ruine du matériau.

Réalisés dans le cadre du projet collaboratif « CMC oxyde voie liquide », les travaux présentés dans ce manuscrit sont le fruit d'une collaboration entre l'IRT (Institut de Recherche Technologique) Saint-Exupéry, Safran Ceramics ainsi que les laboratoires MATEIS (Matériaux : Ingénierie et Sciences) et LCTS (Laboratoire des Composites Thermostructuraux). Ces travaux bénéficient du soutien de l'ANR (Agence Nationale de Recherche).

L'étude est réalisée sur trois nuances de composites oxydes à tissage bidimensionnel générées à partir de trois procédés de fabrication différents. Ces procédés conduisent à la mise en place de trois types de microstructures. Des caractérisations morphologiques par porosimétrie et par µ-tomographie sont réalisées afin d'estimer la répartition des hétérogénéités et ainsi d'établir les microstructures représentatives de chaque nuance.

En se basant sur ces analyses, une étude du comportement mécanique des nuances d'étude est réalisée à plusieurs échelles représentatives du matériau. Dans un premier temps, une étude des propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique est effectuée à l'aide d'essais de traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres. En parallèle, des essais in-situ sous synchrotron, MEB et microscopie optique sont mis en place afin d'observer l'évolution de l'endommagement des microstructures. Ces observations permettent d'améliorer la compréhension du rôle des hétérogénéités sur l'activation des mécanismes d'endommagement. Le suivi de l'EA (Emission Acoustique) des essais est utilisé pour analyser la cinétique d'endommagement des nuances de composites oxyde. Ce suivi permet de relier les comportements mécaniques obtenus à l'échelle macroscopique avec les observations obtenues à l'échelle microscopique. En plus de l'analyse globale de l'activité acoustique, des classifications des signaux d'EA sont réalisées. Ces classifications se basent sur la détection de sources d'EA à l'aide de deux types de capteurs présentant des caractéristiques différentes. Les informations provenant des deux types de capteurs sont fusionnées, ce qui permet l'obtention de classifications de signaux d'EA plus robuste. Une labellisation des classes est proposée en confrontant les activités de ces classes aux mécanismes d'endommagement observés lors des essais in-situ. Le couplage des informations provenant des essais macroscopiques, des essais in-situ ainsi que de la labellisation des sources d'EA permet d'établir les scénarios d'endommagement de chaque nuance. Il est ainsi possible d'établir le rôle de chaque type d'hétérogénéités sur le comportement mécanique des composites oxydes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Abstract – Oxide composite mechanical behavior: process-microstructure-properties relations

The aim of this thesis is the fine understanding on the influence of the microstructure on oxide-based CMCs (Ceramic Matrix Composites) mechanical properties. These materials are good candidate for new generation of civil aircraft engines. The aim of this work is to establish a relationship between the microstructural defects generated by the manufacturing process (pre-existent cracks, porosities) and the mechanical behavior of the composite. These heterogeneities seem to influence the appearance and the propagation of damage mechanisms.

Realized within the collaborative project « CMC oxyde voie liquide », the work presented in this manuscript is the fruit of collaboration between the IRT (Institut de Recherche Technologique) Saint-Exupéry, Safran Ceramics as well as MATEIS (Matériaux : Ingénierie et Sciences) and LCTS (Laboratoire des Composites Thermostructuraux) laboratories. This work is supported by the ANR (Agence Nationale de Recherche).

This study is realized on three kinds of bi-dimensional oxide-based CMCs generated from three different manufacturing processes. These processes create three kinds of microstructure. Porosimetric and µ-tomographic analyses allow estimating the distribution of microstructural defects and establish typical microstructure of each oxide-based CMCs.

Based on these preliminary analyses, mechanical behavior of each kind of oxide-based CMCs is studied through several representative scales. On the one hand, mechanical tensile tests are carried out in order to estimate the mechanical properties of the studied materials in the fiber orientation and at ±45° regarding to textile orientation. On the other hand, the implementation of in-situ mechanical tests allows the visualization of damage mechanisms appearance and propagation. These observations improve the understanding of the role of microstructural defects on the activation of damage mechanisms. Damage kinetics of each mechanical test are inspected through AE (Acoustic emission) analysis. This monitoring helps to link mechanical behavior with microstructural damage. In parallel with global AE analysis, AE clustering is achieved. These classifications are based on two kinds of AE sensor with different properties. Data fusion from the two sensors is accomplished. This technique allows more robust AE clustering. Cluster labelling is proposed thanks to damage mechanisms observed during in-situ mechanical tests. Damage scenario are set up owing to macroscopic mechanical test, in-situ analysis and AE labelling. Thus, it is possible to establish the influence of each kind of microstructural defect on oxide-based CMCs mechanical behavior.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE **5**

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE **9**

I.1. Composites oxydes **10**

I.1.1. Constituants 10

I.1.2. Procédé de fabrication 14

I.1.3. Propriétés mécaniques 17

I.1.4. Scénarios d'endommagement proposés 21

I.2. Suivi de l'endommagement par émission acoustique **23**

I.2.1. Présentation de la technique de l'émission acoustique 23

I.2.2. Indicateurs d'endommagement 27

I.2.3. Analyse statistique multi-paramètre 30

I.2.4. Limites à l'identification de la signature acoustique des différents mécanismes d'endommagement 33

I.3. Suivi de l'endommagement par essais in-situ **36**

I.3.1. µ-tomographie par rayons-X 36

I.3.2. Microscopie électronique à balayage 38

I.3.3. Couplage essais in-situ – émission acoustique 39

I.3.4. Principales limites des essais in-situ 39

I.4. Bilan de la synthèse bibliographique et méthodologie choisie **40**

I.4.1. Faits marquants de la bibliographie 40

I.4.2. Démarche de travail choisie 41

CHAPITRE II : NUANCES D'ETUDE ET MOYENS DE CARACTERISATION **43**

II.1. Nuances de matériau étudiées **44**

II.1.1. Morphologie macroscopique des nuances 44

II.1.2. Morphologie microscopique des nuances 47

II.1.3. Représentation des microstructures 55

II.2. Essais mécaniques **56**

II.2.1. Présentation des éprouvettes 56

II.2.2. Essais de caractérisation mécanique 57

II.2.3. Essais de traction in-situ sous synchrotron 63

II.2.4. Essais de traction in-situ sous MEB 64

II.2.5. Bilan des essais réalisés 65

II.3. Protocole d'analyse des données d'émission acoustique **66**

II.3.1. Post-traitement 66

II.3.2. Localisation des sources d'émission acoustique 67

II.3.3. Analyse globale de l'activité acoustique 68

II.3.4. Analyse statistique multi-paramètre 68

II.4. Organisation de l'étude **75**

CHAPITRE III : ANALYSE MACROSCOPIQUE DU COMPORTEMENT MECANIQUE **77**

III.1. Propriétés en traction dans l'axe des fibres **78**

III.1.1. Propriétés mécaniques 78

III.1.2. Faciès de rupture 86

III.1.3. Activité acoustique 87

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

III.2. Propriétés en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 94
III.2.1. Propriétés mécaniques 94
III.2.2. Faciès de rupture 99
III.2.3. Activité acoustique 101
III.3. Visualisation de l'endommagement sur éprouvette macroscopique 106
III.3.1. Observation de l'endommagement de la nuance B 106
III.3.2. Observation de l'endommagement de la nuance C 110
III.4. Bilan de l'analyse macroscopique 113

CHAPITRE IV : ANALYSE MICROSCOPIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT 117
IV.1. Représentativité mécanique des essais in-situ 118
IV.1.1. Propriétés mécaniques en traction dans l'axe des fibres 118
IV.1.2. Propriétés mécaniques en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 122
IV.2. Suivi de l'endommagement en traction dans l'axe des fibres 123
IV.2.1. Endommagement de la nuance B en traction dans l'axe des fibres 123
IV.2.2. Endommagement de la nuance C en traction dans l'axe des fibres 129
IV.3. Suivi de l'endommagement en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 135
IV.3.1. Endommagement de la nuance B en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres . 135
IV.3.2. Endommagement de la nuance C en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres . 137
IV.4. Bilan des essais in-situ 140
IV.4.1. Scénario d'endommagement en traction dans l'axe des fibres 140
IV.4.2. Scénario d'endommagement en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 143

CHAPITRE V : IDENTIFICATION DE LA CHRONOLOGIE DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT VIA L'ANALYSE DES SOURCES D'EMISSION ACOUSTIQUE 145
V.1. Activité acoustique détectée par les deux types de capteurs 146
V.2. Classification non supervisée des sources d'émission acoustique 147
V.2.1. Choix des descripteurs pertinents et structuration des données 148
V.2.2. Caractéristiques des classes 152
V.3. Activité acoustique et labellisation des classes 155
V.3.1. Activité acoustique des différentes classes lors des essais de traction dans l'axe des fibres 155
V.3.2. Activité acoustique des différentes classes lors des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 158
V.3.3. Labellisation des classes 160
V.3.4. Influence du milieu de propagation d'un composite oxyde sur les caractéristiques des sources 162
V.4. Classification supervisée 164

CHAPITRE VI : RELATIONS MICROSTRUCTURE-PROPRIETES ETABLIES A PARTIR DE LA LABELLISATION DES SOURCES D'EMISSION ACOUSTIQUE 167
VI.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres 168
VI.1.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance A 168
VI.1.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance B 169
VI.1.3. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance C 171

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

VI.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres 172
VI.2.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance A 172
VI.2.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance B 173
VI.2.3. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance C 174

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES 177

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 181

TABLES DES ANNEXES 190

ANNEXE 1 : PROTOCOLE D'ANALYSE DES HETEROGENEITES PAR TRAITEMENTS D'IMAGES 191

ANNEXE 2 : DEFINITION DES DESCRIPTEURS DES SIGNAUX D'EMISSION ACOUSTIQUE 198

ANNEXE 3 : REPETABILITE DU CRITERE DE SEVERITE 200

ANNEXE 4 : EFFET DES CYCLES DE DECHARGE-RECHARGE SUR L'ACTIVITE ACOUSTIQUE 205

ANNEXE 5 : IDENTIFICATION DE LA SIGNATURE ACOUSTIQUE DES RUPTURES DE FIBRES LORS D'ESSAIS DE TRACTION SUR FIL 207

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Introduction générale

La réduction de consommation de carburant est l'un des axes majeurs de développement des principaux avionneurs que sont Airbus, Boeing et dorénavant Comac. L'allègement des structures des avions est la solution majeure à cette problématique. L'introduction de structures composites, plus légères que les pièces métalliques, a permis une diminution des masses structurales des avions. La mise en circulation ces dernières années des Boeing 787 et Airbus A350, composés à plus de 50% en matériaux composites, est le fruit de plus de 30 ans de développement des structures composites dans l'aéronautique. Ces avancées ont permis une réduction de 20% de consommation de carburant.

L'abaissement de la consommation de carburant impacte également les motoristes qui doivent proposer aux avionneurs des propulseurs de moins en moins gourmands en kérosène. La conception de nouveaux matériaux est au cœur de cette problématique. Encore une fois, l'introduction de structures composites constitue le principal axe de développement. L'introduction d'aubes de soufflantes en CMO (composites à matrice organique) à tissage tridimensionnel dans les moteurs LEAP de CFM International (coentreprise regroupant General Electric et Safran Aircraft Engines) en est le principal exemple.

La mise en place de matériaux composites ne se cantonne pas uniquement aux parties froides des moteurs d'aviation civile. En effet, les matériaux composites à matrice céramique (CMC) sont développés dans l'optique de remplacer les superalliages métalliques présents dans les parties chaudes des moteurs. Les CMC se caractérisent par d'excellentes propriétés thermomécaniques et des densités inférieures à celles des superalliages. Leur introduction doit permettre d'obtenir des températures de combustion plus élevées qui optimisent les performances des moteurs et diminuent leur consommation en carburant. Une des premières applications des CMC se trouvent aux niveaux des arrières corps des moteurs d'aviation civile. Notons l'introduction d'une tuyère en CMC composé de fibres de carbure de silicium et d'une matrice multi-séquencée [Si-B-C] dans un moteur d'aviation civile en service (programme ARCOCE mené par Safran). Le principal frein limitant le déploiement de ces pièces dans les moteurs est lié au coût de production dû à la complexité des procédés de fabrication mis en œuvre.

Les coûts de production des CMC base carbure ont poussé les motoristes à s'intéresser à une autre gamme de CMC pour les arrière-corps : les CMC composés de fibres et de matrice oxyde (appelés CMC oxyde ou composite oxyde). Ces matériaux se caractérisent par des propriétés thermomécaniques stables jusqu'à 1000°C, températures supérieures à celles présentes au niveau des arrière-corps. La mise en œuvre de ces matériaux est moins onéreuse que les CMC base carbure (appelé également CMC non oxyde), avec des procédés de fabrication similaires à ceux des CMO. Le développement de ces matériaux depuis les années 1990 a permis la réalisation de pièces d'arrière corps en CMC oxyde tels que des tuyères (projet CLEEN de Boeing) et des mélangeurs (Passport 20 de General Electric) (Figure 0-1). En plus de diminuer le poids et la consommation des moteurs, ces pièces peuvent permettre la réduction des nuisances sonores.

La mise en circulation de ces pièces nécessite une compréhension fine du comportement mécanique et de l'endommagement du matériau. En effet, le dimensionnement de ces pièces implique une compréhension de l'endommagement de la microstructure.

Ce contexte a amené l'IRT (Institut de Recherche Technologique) Saint-Exupéry de Talence (33 – Gironde) à lancer un projet collaboratif « CMC oxyde voie liquide » afin de mettre au point des composites oxydes avec un faible coût de production. Cette thèse, intitulée « Comportement mécanique de composites oxydes : relations procédé-microstructure-propriétés » est partie intégrante de ce projet, financé par l'ANR (Agence Nationale de Recherche) et par Safran Ceramics. Ce projet a pour objectif d'améliorer la compréhension du matériau, tant sur les paramètres influents de la mise en œuvre que sur la tenue mécanique de ces composites. La thèse se déroule à part égale entre le LCTS (Laboratoire des

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Composites Thermostructuraux) à Pessac (33 – Gironde) et le laboratoire MATEIS (Matériaux : Ingénierie et Sciences) à Villeurbanne (69 – Rhône).

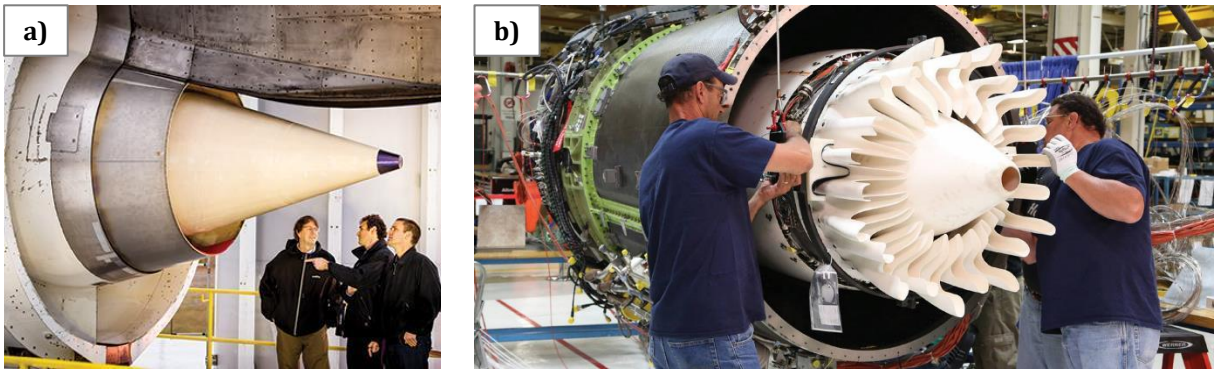

Figure 0-1 – Arrière-corps en CMC oxyde ; a) Tuyère développée lors du projet CLEEN de Boeing ; b) Mélangeur du Passport 20 de General Electric

Le but de cette thèse est de déterminer l'influence des hétérogénéités créées lors de la fabrication sur l'endommagement de composites oxydes à tissage bidimensionnel. Cette étude doit permettre de comprendre l'endommagement de plusieurs microstructures générées par différents procédés de fabrication.

Dans cette optique, des essais de traction dans l'axe des fibres ainsi qu'à ±45° par rapport à l'axe des fibres ont été effectués sur trois microstructures différentes. Les essais sont réalisés à température ambiante à trois échelles caractéristiques : l'échelle macroscopique représentative du matériau, l'échelle mésoscopique permettant la visualisation du tissage et l'échelle microscopique donnant accès aux éléments les plus fins de la microstructure. L'étude aux échelles mésoscopiques et microscopiques a été rendue possible par la réalisation d'essais in-situ qui permettent de visualiser l'évolution de la microstructure sous chargement. Des sollicitations in-situ sous synchrotron et sous MEB (Microscopie Electronique à Balayage) ont ainsi été effectuées. Les modes d'endommagement observés à ces échelles doivent enrichir la compréhension des propriétés du matériau observées à l'échelle macroscopique. Afin de suivre l'endommagement du matériau à l'échelle macroscopique, un suivi de l'Emission Acoustique (EA) est effectué lors de chaque essai. Cette méthode de suivi en temps réel et non destructive permet de quantifier le niveau d'endommagement du matériau en cours d'essai. La caractérisation des signaux d'émission acoustique permet de structurer les données en classes à l'aide d'analyses statistiques multi-paramètre afin de les associer à des mécanismes d'endommagement. La confrontation des résultats provenant des essais in-situ et des analyses des signaux d'EA doit permettre une identification et un suivi des mécanismes d'endommagement se produisant à l'échelle macroscopique.

Le Chapitre I a pour objectif d'établir un état de l'art des divers domaines abordés lors de cette étude. Les constituants, les techniques de mise en forme ainsi que les propriétés mécaniques des différentes nuances de composites oxydes présentes dans la littérature sont détaillés. Ce chapitre décrit les analyses permettant le suivi d'endommagement de structures composites par émission acoustique. La détermination des modes d'endommagement des matériaux composites par analyses in-situ est présentée. Les études alliant émission acoustique et essais in-situ sont également abordées.

Le Chapitre II présente les caractéristiques morphologiques et microstructurales des trois nuances de composites oxydes analysées dans le cadre de cette étude. Les nuances étudiées proviennent de trois procédés de fabrication permettant de générer des microstructures différentes afin d'analyser leur influence sur les propriétés mécaniques. Les procédures mises en place pour effectuer les sollicitations mécaniques aux différentes échelles sont détaillées. Ce chapitre présente également le protocole établi pour le suivi d'endommagement par émission acoustique, allant des conditions d'acquisition des signaux jusqu'aux algorithmes d'analyses statistiques multi-paramètre utilisés.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Le Chapitre III décrit les propriétés mécaniques de chacune des nuances suivant les deux modes de sollicitations étudiés : traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres. L'évolution globale de l'activité acoustique est comparée au comportement mécanique. En se basant sur les caractéristiques microstructurales présentées lors du précédent chapitre, des premières relations entre microstructure et comportement mécanique sont proposées.

Le Chapitre IV aborde les résultats obtenus suite aux essais de traction in-situ sous synchrotron et sous MEB. Dans un premier temps, une étude sur la représentativité de ces essais réalisés sur des éprouvettes de faibles dimensions est effectuée. Les mécanismes observés ainsi que leur chronologie sont détaillés ainsi que l'évolution de l'activité acoustique. Des hypothèses sur les scénarios d'endommagement des microstructures d'étude sont établies.

Le Chapitre V présente les analyses statistiques multi-paramètre mises en place afin de structurer les données en classes. La labellisation est basée sur les mécanismes d'endommagement observés lors des essais in-situ. La dissociation des différents mécanismes régissant l'endommagement de chaque nuance aboutit à une meilleure compréhension des relations entre endommagement de la microstructure et propriétés mécaniques.

Enfin, le Chapitre VI a pour objectif d'établir des scénarios d'endommagement pour chaque nuance de matériau et de les relier avec les propriétés mécaniques obtenues. Les relations obtenues permettent de proposer des pistes pour l'amélioration des propriétés des composites oxydes via la maîtrise de la microstructure et donc du procédé.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1. Composites oxydes 10
I.1.1. Constituants 10
I.1.2. Procédé de fabrication 14
I.1.3. Propriétés mécaniques 17
I.1.4. Scénarios d'endommagement proposés 21
I.2. Suivi de l'endommagement par émission acoustique 23
I.2.1. Présentation de la technique de l'émission acoustique 23
I.2.2. Indicateurs d'endommagement 27
I.2.3. Analyse statistique multi-paramètre 30
I.2.4. Limites à l'identification de la signature acoustique des différents mécanismes d'endommagement 33
I.3. Suivi de l'endommagement par essais in-situ 36
I.3.1. µ-tomographie par rayons-X 36
I.3.2. Microscopie électronique à balayage 38
I.3.3. Couplage essais in-situ – émission acoustique 39
I.3.4. Principales limites des essais in-situ 39
I.4. Bilan de la synthèse bibliographique et méthodologie choisie 40
I.4.1. Faits marquants de la bibliographie 40
I.4.2. Démarche de travail choisie 41

Ce chapitre a pour objectif de présenter une synthèse bibliographique des principaux sujets abordés lors de la thèse, à savoir les composites oxydes et les méthodes d'analyses de l'endommagement par émission acoustique (EA) et essais in-situ.

La première partie de ce chapitre s'attache à présenter un état de l'art sur les composites oxydes. Un tour d'horizon des différents constituants étudiés dans la bibliographie est effectué. Avant de détailler les propriétés mécaniques du matériau, les méthodes de mise en forme des composites oxydes sont dans un premier temps exposées.

La deuxième partie traite de l'émission acoustique. La technique d'émission acoustique est dans un premier temps décrite. Les méthodes d'analyse de l'EA sont ensuite présentées, celles-ci se décomposent en deux catégories : les analyses globales de l'activité acoustique et les analyses basées sur la caractérisation multi-descripteurs des signaux d'EA.

La troisième partie abordera les essais in-situ, avec la description des différentes méthodes de suivi in-situ ainsi que l'application de cette technique pour le suivi de l'endommagement microstructural de matériaux composites.

La conclusion de ce premier chapitre résume les principaux faits marquants de la bibliographie. Basée sur ces résultats, la méthodologie choisie pour l'analyse des relations entre propriétés mécaniques et procédé de fabrication des composites oxyde/oxyde est développée.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

I.1. Composites oxydes

Les matériaux analysés lors de cette étude font partie des composites à matrice céramique (CMC) qui se décomposent en trois familles : les composites à matrice vitrocéramique, les composites non oxydes et les composites oxydes. Les CMC ont été développés dans le but d'obtenir des matériaux résistants à l'endommagement avec des propriétés thermiques proches de celles des céramiques monolithiques. La résistance à l'endommagement est obtenue via la déviation de fissures au niveau de l'interface fibre-matrice. La différence de propriétés mécaniques entre deux constituants doit être suffisamment importante pour parvenir à la déviation de la fissure [Kerans 1989, Evans 1990]. Dans le cadre des CMC, deux catégories de matériaux existent pour obtenir la déviation de fissure. D'une part les CMC avec interphase faible [Davis 1993] où une interphase (module faible) est placée entre la fibre et la matrice (module élevé) (Figure I-1). D'autre part, les CMC avec une matrice de faible module où la déviation s'effectue directement au niveau de l'interface avec la fibre de module élevé (Figure I-1).

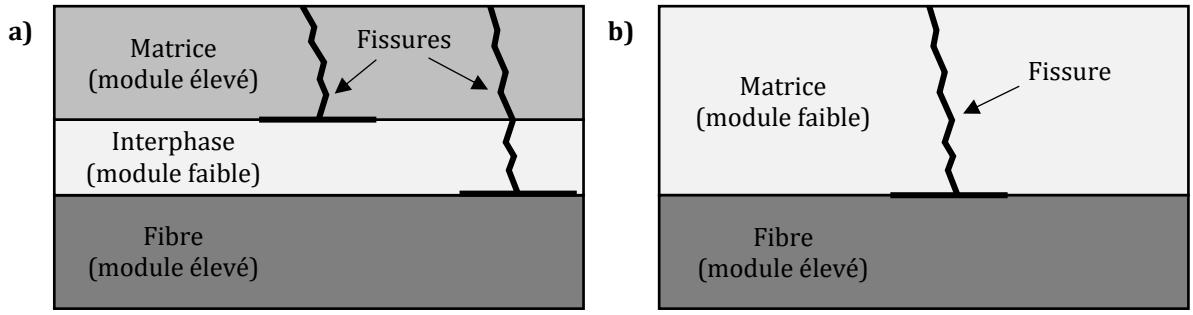

Figure I-1 – Schéma représentant la déviation de fissure dans les composites à matrice céramique ; a) CMC à interphase faible, déviation de la fissure à l'interface fibre-interphase ou à l'interface matrice-interphase ; b) CMC à matrice de faible module, déviation de la fissure à l'interface fibre-matrice

Les composites non-oxydes sont pour la plupart constitués d'interphases qui jouent également le rôle de barrière protectrice à l'oxydation des fibres [Naslain 1993]. Les composites oxydes sont majoritairement basés sur le concept de matrice à faible module [Lange 1995, Levi 1998, Zok 2001], ils sont constitués de fibres et de matrice présentant des systèmes unaire, binaire ou ternaire d'oxydes. Les oxydes en jeu sont principalement des oxydes d'aluminium, de silicium ou de zirconium. Bien qu'inférieures à celles des composites non-oxydes, les composites oxydes présentent des propriétés thermomécaniques intéressantes pour des températures allant jusqu'à 1000°C. De plus, la mise en forme des composites oxydes, se rapprochant des procédés utilisés pour les composites à matrice organique (CMO), est moins onéreuse.

I.1.1. Constituants

Les composites oxydes sont composés pour la plupart de fibres de faibles diamètres (10 – 16 µm) regroupées sous forme de fils. Les fils servent de base à la création de l'armure textile du composite. La structure fibreuse est entourée de matrice. Des pièces de géométries simples (plaques, cylindres) ou complexes (tuyères, mélangeurs de moteur d'aviation) peuvent ainsi être réalisées. Les matériaux étudiés dans la littérature sont composés de différents systèmes qui influent sur les caractéristiques du composite.

I.1.1.1. Fibres

La majeure partie des composites oxydes de la littérature sont constitués de fibres Nextel™ de la société 3M™. Ces fibres, obtenues par procédé sol-gel (solution-gélation), sont principalement composées d'alumine avec une faible granulométrie. Les nuances les plus utilisées sont les fibres Nextel™610, 650 et 720 dont les caractéristiques physico-chimiques sont présentées dans le Tableau I-1.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau I-1 – Caractéristiques physico-chimiques des fibres Nextel™610, 650 et 720 sous air [Wilson 1997, Deleglise 2001, Poulon-Quintin 2002, 2004, Wilson 2013]

Propriétés	Nextel™610	Nextel™650	Nextel™720
Composition chimique (% massique)	Al_2O_3 : > 99%	Al_2O_3 : > 89% ZrO_2 : 10% Y_2O_3 : 1%	Al_2O_3 : 85% SiO_2 : 15%
Phase cristalline	α-Al_2O_3	α-Al_2O_3 + Zircone cubique	α-Al_2O_3 + Mullite
Taille de grain (nm)	100	100 (Alumine) 5 – 30 (Zircone)	100 (Mullite) 50 à 100 (Alumine)
Masse volumique (g.cm^{-3})	3,9	4,1	3,4
Diamètre (µm)	11 – 13	10 – 12	12 – 14
Module d'Young (GPa)	380	358	260
Contrainte à rupture à température ambiante (MPa)	3300	2800	2100
Température maximale d'utilisation (déformation inférieure à 1%, charge constante à 69 MPa pendant 1000 h)	1000°C	1080°C	1150°C
Dilatation thermique (10^{-6}.K^{-1}) entre 100°C et 1100°C	7,9	8,0	6,0
Module de Weibull	10,9 – 12,1	5,7 – 8.0	7,1 – 8,1

Le succès des fibres Nextel™ est notamment dû à leur tenue mécanique, la faible granulométrie des fibres permet d'atteindre des niveaux élevés de contrainte [Deleglise 2001, Poulon-Quintin 2004]. De par leur teneur en alumine plus importante, les propriétés mécaniques à température ambiante des fibres Nextel™610 sont supérieures à celles des fibres Nextel™650 et 720.

La présence de systèmes binaires d'oxyde dans les fibres Nextel™650 et 720 favorisent néanmoins leur tenue en température [Wilson 2013]. Ces systèmes ralentissent les cinétiques de frittage qui apparaissent au-delà de 900°C dans le cas de l'alumine [Young 1970, Zeng 1999]. Les fibres Nextel™720 se caractérisent par une bonne résistance au fluage pour des températures dans le domaine 900°C – 1200°C. Cette caractéristique est notamment due à la présence de mullite ($3Al_2O_3$, $2SiO_2$) dans cette fibre (40% en masse) qui est naturellement plus résistante au fluage que l'alumine. L'évolution de la microstructure de la fibre Nextel™720 sous conditions de fluage à haute température vers des grains d'alumine allongés semble également améliorer la résistance au fluage des fibres [Deleglise 2001]. La présence de zircone avec une très faible granulométrie dans les fibres Nextel™650 améliore leur flexibilité et donc leur mise en œuvre dans des structures composites [Poulon-Quintin 2004].

Le choix de la fibre est donc dépendant de l'application visée. Les fibres Nextel™610 s'avèrent plus adaptées aux sollicitations mécaniques élevées (contrainte à rupture de 3,3 GPa) et des températures inférieures à 900°C, alors que les fibres Nextel™720 conviennent pour des sollicitations mécaniques moindres (contrainte à rupture de 2,1 GPa) à des températures allant jusqu'à 1150°C. La fibre Nextel™650, présente un compromis entre les nuances 610 et 720, elle reste cependant peu utilisée dans les CMC oxydes.

I.1.1.2. Matrice

Afin de permettre la déviation de fissures dans les composites oxydes, la mise en forme d'une matrice présentant des propriétés mécaniques inférieures à celles des fibres est nécessaire. Les propriétés de ténacité (en J.m^{-2}) et de module d'Young de la matrice nécessitent donc d'être abaissées afin d'obtenir un comportement endommageable au sein des composites oxydes (Figure I-2) [Evans 1990, Zok 2001]. Cependant, les propriétés mécaniques de la matrice doivent être suffisantes pour assurer une bonne tenue structurelle et mécanique au matériau composite. Ces critères contradictoires sont à prendre en compte lors de la mise en œuvre de composites oxydes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

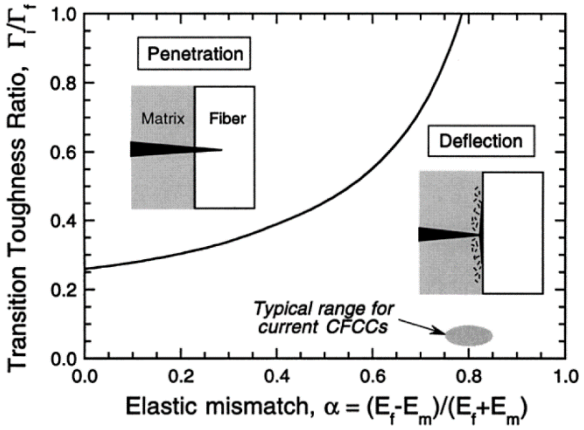

Figure I-2 – Schéma représentant la propagation d'une fissure matricielle au niveau d'une interface fibre-matrice en fonction des propriétés mécaniques des constituants ; (E_f: Module d'Young de la fibre ; E_m : Module d'Young de la matrice ; Γ_f ténacité de la fibre ; Γ_i ténacité de l'interface fibre-matrice ; CFCC : Continuous Fiber-reinforced Ceramic Composite) [Zok 2001]

La technique mise à profit pour abaisser les propriétés mécaniques de la matrice tout en conservant ses propriétés thermiques est d'insérer de la porosité dans la matrice [Lange 1995, Tu 1996]. La porosité matricielle doit être suffisamment fine et répartie de manière homogène afin de ne pas créer des sites préférentiels à la formation de fissures. La création de porosités submicroniques est principalement réalisée lors du frittage de poudre. Le frittage consiste à chauffer une poudre à une température inférieure à sa température de fusion. Plus la température exercée est élevée, plus les cinétiques de frittage sont importantes. Sous l'effet de la température, des ponts sont créés entre les grains, qui amènent à une densification progressive de la structure. Dans le cadre des composites oxydes, un frittage partiel est effectué afin d'obtenir un réseau matriciel interconnecté dans l'ensemble de la structure.

La détermination des propriétés mécaniques de matériaux céramiques obtenus par frittage est un domaine très étudié [Spriggs 1961, Nagarajan 1971, Green 1988, Boccaccini 1997, Asmani 2001]. Une baisse importante des propriétés élastiques est observée lorsque le matériau d'étude est partiellement fritté (Figure I-3). Dans le cadre des CMC oxydes, la porosité matricielle est comprise entre 35 et 50%. Des modélisations par éléments finis de poudre partiellement frittée donnent des estimations des propriétés mécaniques de la matrice via des techniques d'homogénéisations (Figure I-3) [Richter 2013]. Les valeurs de modules d'Young de la matrice sont estimées entre 20 et 50 GPa en fonction du niveau de la porosité et de la nature de la matrice, soit un ordre de grandeur inférieur au module des fibres (Tableau I-1).

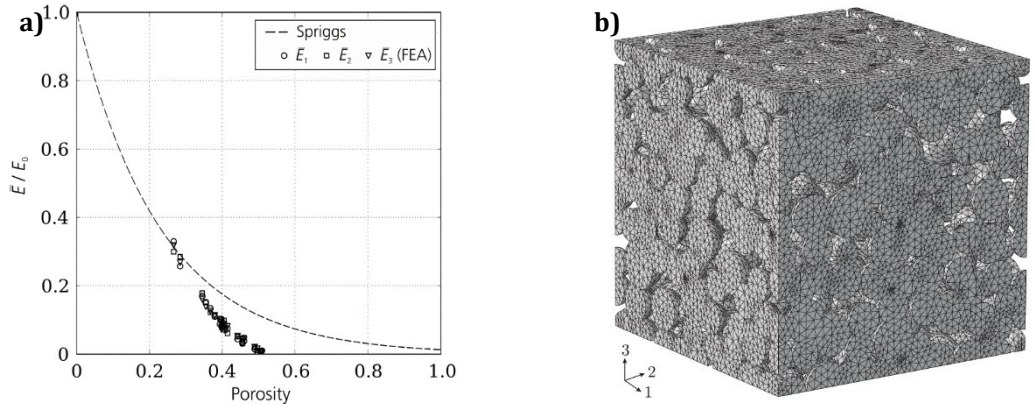

Figure I-3 – a) Evolution du module d'Young relatif en fonction de la porosité dans le cas d'une poudre d'alumine partiellement frittée (E_0 = 380 GPa) : modèle de Spriggs et valeurs obtenues via des modélisations par éléments finis [Richter 2013] ; b) Structures utilisées lors des modélisations par éléments finis [Richter 2013]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les systèmes utilisés pour constituer la matrice de composites oxydes nécessitent d'avoir des propriétés thermiques (dilatation thermique, température d'utilisation) similaires à celles des fibres. Une bonne stabilité chimique avec les fibres est indispensable du fait de l'absence d'interphase dans la plupart des composites oxydes. La mullite – qui possède de faibles taux de fluage, un module faible par rapport aux fibres et une bonne stabilité microstructurale jusqu'à 1200°C – est un candidat de choix pour son insertion dans la matrice des composites oxydes. Néanmoins, les cinétiques de frittage de la mullite sont relativement faibles pour des températures inférieures à 1300°C [Jeng 1993, Chen 2000]. Les niveaux de températures nécessaires au frittage de la mullite s'avèrent trop élevés au regard des températures de dégradation des fibres qui s'effectuent dès 1200°C [Mouchon 1995, He 1997, Schmücker 2006]. Une température de frittage trop élevée entraine une rupture prématurée du matériau [Kamino 1996, Carelli 2002]. Plusieurs techniques ont été mises en place pour pallier cet écueil, mais également pour obtenir des matériaux avec une meilleure résistance à la température. On distingue trois catégories :

- L'application d'un revêtement autour des fibres permet de protéger les fibres des températures supérieures à 1200°C. Le revêtement le plus utilisé pour les composites oxydes est la monazite de lanthane ($LaPO_4$) [Morgan 1995, Marshall 2001]. Ce composé, très réfractaire, possède une température de fusion supérieure à 2000°C [Hikichi 1987] (Figure I-4). La présence de $LaPO_4$ permet de limiter l'abaissement des propriétés mécaniques des composites au-delà de 1200°C [Keller 2003, Ruggles-Wrenn 2006, Jackson 2007] et ainsi augmenter les températures de frittage. L'hétérogénéité des dépôts obtenus est un frein à la réalisation de structures composites tissées avec des taux de fibres élevés [Fair 2008].
- Le frittage de poudre contenant de la mullite à des températures inférieures à 1300°C peut être réalisé via l'ajout de poudres plus fines. Des cinétiques de frittage plus importantes sont obtenues via des poudres avec une surface spécifique plus importante. Les fines particules s'intercalent entre les grains de mullite, le frittage de ces particules crée des ponts entre les grains de mullite. Des poudres bimodales d'alumine [Levi 1998, Carelli 2002], de zircone [Haslam 2000] ou bien de mullite [Simon 2005] sont utilisées (Figure I-4). Les composites obtenus se caractérisent par une stabilité mécanique pour des températures allant jusqu'à 1200°C [Levi 1998, Simon 2005].
- L'utilisation de constituants se caractérisant par une température de frittage plus faible (cinétique apparaissant dès 900°C) tels que des poudres d'alumine (Figure I-4) ou aluminosilicate [Jurf 2000] évite la détérioration des fibres lors de la mise en forme du composite. L'utilisation de poudres à forte teneur en alumine abaisse néanmoins les propriétés mécaniques du matériau pour des températures supérieures à 1000°C.

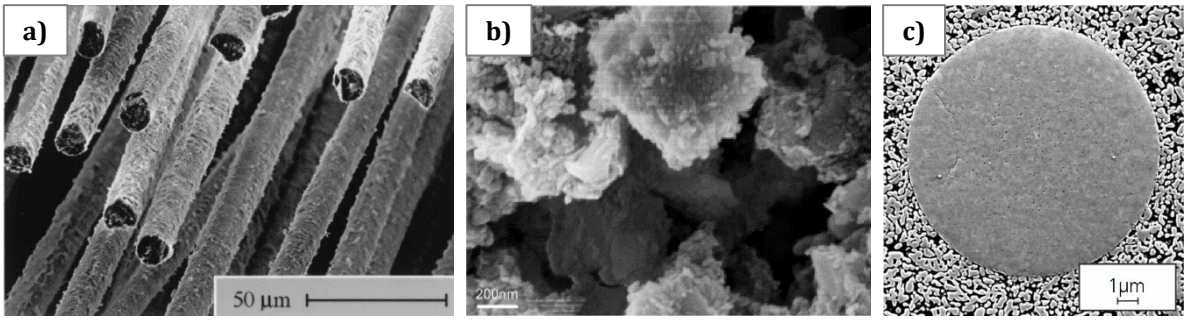

Figure I-4 – a) Fibres Nextel™610 revêtues de monazite de lanthane [Keller 2003] ; b) Matrice de mullite partiellement frittée à partir de poudres bimodales [Simon 2005] ; c) Fibre Nextel™610 entourée de matrice d'alumine partiellement frittée [Richter 2013]

Le choix de la composition du composite oxyde dépend de la température d'application du matériau : une utilisation à des températures supérieures à 1000°C nécessite la création de systèmes plus complexes (matrice nanostructurée, fibres revêtues) et donc plus onéreux.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

I.1.2. Procédé de fabrication

I.1.2.1. Etapes de fabrication d'un composite oxyde

La réalisation de composites oxydes nécessite plusieurs étapes allant de la mise en place de la structure fibreuse au frittage du matériau. Les principales étapes de fabrication sont décrites en Figure I-5, ces étapes sont inhérentes à la conception de la majeure partie des composites oxyde décrits dans la littérature.

La première étape consiste à mettre en place la texture fibreuse. La plupart des composites oxydes sont composés d'un empilement de plis à tissage bidimensionnel (2D) avec une armure en satin de 8. Il est néanmoins possible de réaliser des composites à structure fibreuse unidimensionnelle (UD, placement de bandes) ou tridimensionnelle (3D). Les motifs de tissage sont obtenus suite au regroupement de fibres sous formes de fils. Chaque fil contenant plusieurs centaines de fibres, usuellement entre 300 et 5000 fibres.

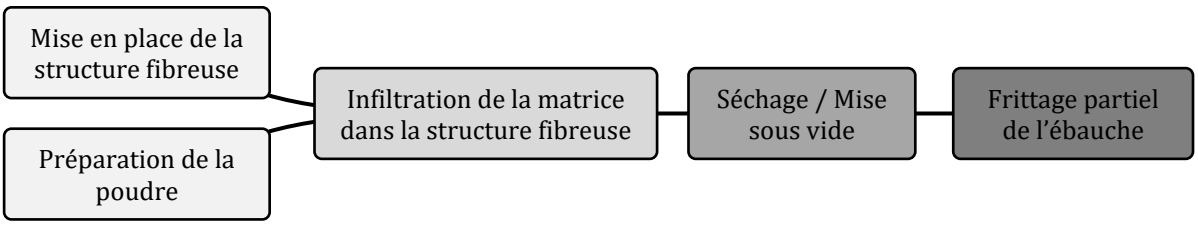

Figure I-5 – Schéma représentant les principales étapes de mise en forme d'un composite oxyde

L'obtention d'un matériau avec une matrice répartie de manière homogène nécessite la mise en solution des poudres céramiques. Parallèlement à la taille et la nature des poudres sélectionnées, la qualité de l'infiltration de la matrice est directement liée aux propriétés physico-chimiques de la suspension créée (pH, viscosité, potentiel Zeta, …) [Simon 2005]. Le contrôle de ces différents paramètres est géré par l'ajout de dopants : plastifiants, liants ou dispersants.

L'infiltration de la matrice dans la texture fibreuse est une étape clé de la réalisation d'un composite oxyde. Cette étape a pour objectif d'optimiser le remplissage de la structure fibreuse en matrice, à l'intérieur des fils (porosités intra-fil) et entre les fils (macroporosités). Plusieurs méthodes d'infiltration existent (cf. I.1.2.2), la plupart étant dérivées des composites à matrice organique (CMO). La structure est ensuite séchée sous vide afin d'extraire les gaz produits pendant la vaporisation du solvant. Les gaz créés peuvent se regrouper et ainsi engendrer des cavités et des fissures dans le matériau.

La dernière étape consiste à fritter partiellement l'ébauche pour obtenir une matrice microporeuse (cf. I.1.1.2). La structure est placée dans un four, une rampe de chauffe est effectuée jusqu'à des températures supérieures à 1000°C lorsque les cinétiques de frittage des poudres sont suffisamment importantes. Le frittage des poudres engendre une réduction de volume de la matrice. Le retrait de la matrice par rapport à l'architecture fibreuse génère la création de fissures, appelées fissures de retrait. La taille et le nombre de fissures de retrait présentes dans le matériau dépend de la nature de la poudre, des paramètres de frittage et de l'architecture textile. Dans le cas de structures composées d'un empilement de plis bidimensionnels, les fissures de retrait sont orientées perpendiculairement aux plis 2D (Figure I-6). Un tissage 3D fait apparaître des fissures parallèles à l'épaisseur des structures [Yang 2009]. Le retrait de la matrice peut être limité par l'ajout de particules de YAG (*Yttrium Aluminium Garnet* - $Y_3Al_5O_{12}$) dans la matrice [Cinibulk 2004].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

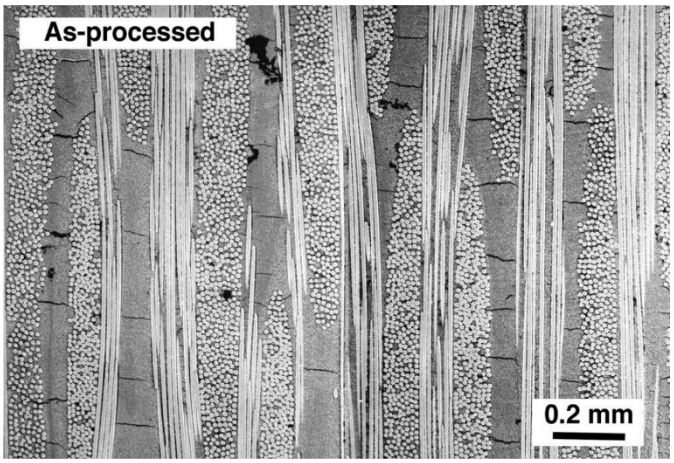

Figure I-6 – Microstructure d'un composite oxyde (Nextel™720 / Alumine-Mullite) à tissage bidimensionnel présentant plusieurs fissures de retraits [Carelli 2002]

A la suite des différentes étapes du procédé de fabrication, les composites oxydes sont constitués de fibres, de matrice et de vide, les proportions en volume varient en fonction du procédé appliqué. Il existe néanmoins des plages de proportions similaires à la plupart des nuances mises au point dans la littérature : taux volumique de fibre compris entre 40% et 50%, taux volumique de matrice entre 20% et 40%, taux de porosité entre 17% et 30% [Keller 2014].

I.1.2.2. Méthodes d'infiltration de la matrice

La mise en forme d'un composite oxyde performant nécessite un bon contrôle de l'infiltration de la suspension chargée en poudre dans la structure fibreuse. Plusieurs méthodes ont été mises au point, la plupart d'entre elles sont directement dérivées des procédés de fabrication des CMO.

I.1.2.2.1. Imprégnation

Lors d'un procédé d'imprégnation, les plis sont enduits en suspension, l'enduction est effectuée à chaque empilement d'un nouveau pli (Figure I-7). Les structures fibreuses utilisées par la méthode d'imprégnation sont des plis unidimensionnels ou bidimensionnels [Ben Ramdane 2014]. L'empilement des plis sur un support permet l'obtention de pièces de forme. L'insertion de la matrice par imprégnation est une méthode facile à mettre en place qui nécessite peu d'outillages. L'infiltration de la matrice est néanmoins difficile à contrôler par ce procédé. L'imprégnation est souvent suivie d'une étape d'autoclave afin d'obtenir une compaction de la structure satisfaisante.

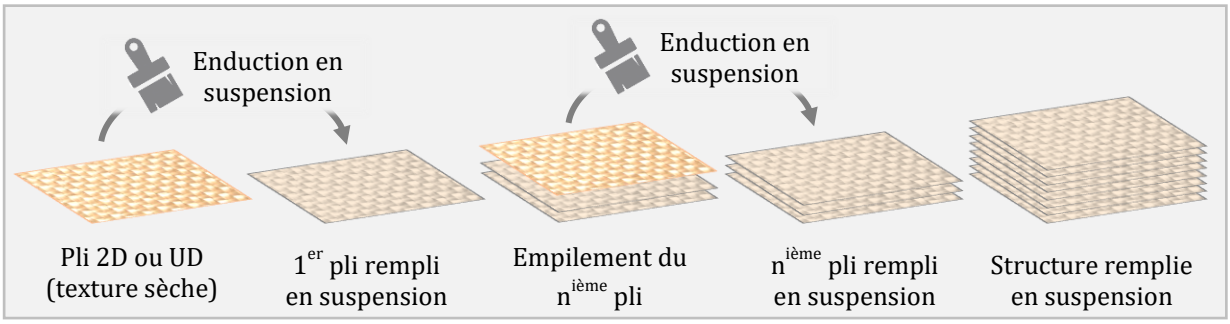

Figure I-7 – Etapes de l'infiltration de la suspension par imprégnation

I.1.2.2.2. Pré-imprégnation

La technique de pré-imprégnation se rapproche de la méthode d'imprégnation, la différence réside dans l'ajout de la suspension dans les plis avant empilement (Figure I-8) [Davis 1995]. Les plis sont plongés dans un bain rempli en suspension qui permet l'obtention de plis pré-imprégnés. Les plis obtenus sont

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

des produits semi-finis qui peuvent être stockés avant empilement. La pré-imprégnation permet une meilleure infiltration, notamment à l'intérieur des fils.

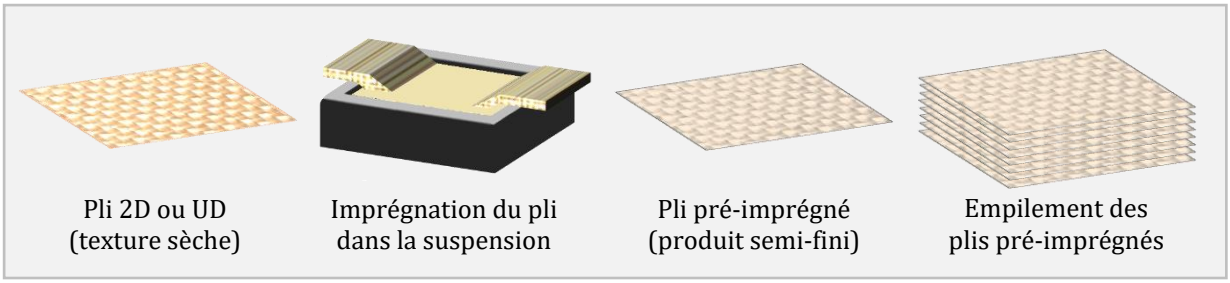

Figure I-8 – Etapes de l'infiltration de la suspension par pré-imprégnation

Ce procédé est le plus commun pour la création de composites oxydes avec la commercialisation de composites oxydes pré-imprégnés. A l'instar de la méthode d'imprégnation, ce procédé nécessite un outillage peu conséquent et permet la réalisation de pièces de forme. Un passage en autoclave est généralement réalisé après l'empilement des plis.

I.1.2.2.3. Injection

La méthode d'injection permet l'infiltration de la suspension dans l'ensemble de la structure fibreuse en une seule étape. La mise en place de l'architecture fibreuse (UD, 2D ou 3D) est effectuée initialement. Le composé fibreux est placé dans une enceinte, la suspension est injectée dans l'enceinte (Figure I-9). L'épaisseur et le taux de fibres du produit fini peuvent être fixés en contrôlant les paramètres de pression et de volume de l'enceinte. La méthode d'injection limite la création de vide entre les plis. Le contrôle de la pression dans l'enceinte évite le passage en autoclave. Le principal inconvénient de ce procédé est la nécessité de conception d'outillage pour chaque changement de forme de pièce.

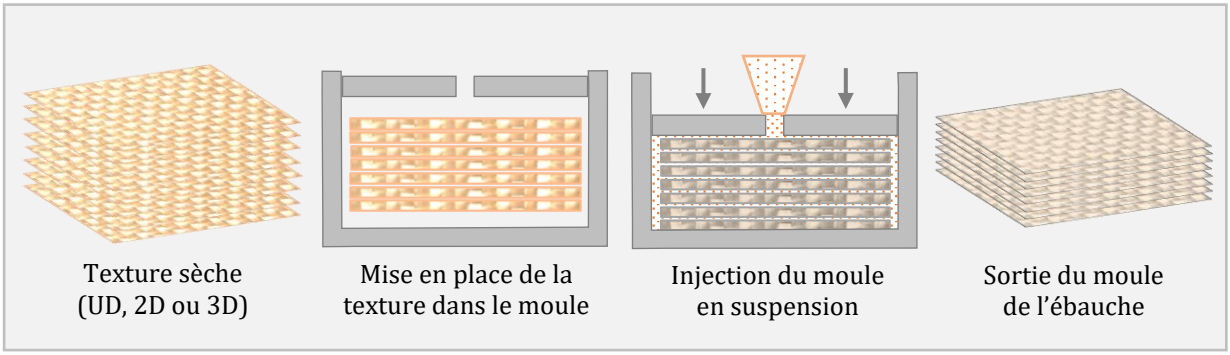

Figure I-9 – Etapes de l'infiltration de la suspension par injection

L'application d'une pression dans l'enceinte peut être remplacée par la mise en vibration sous vide de l'enceinte qui amène à une bonne répartition de la suspension dans la structure fibreuse [Yang 2009].

I.1.2.2.4. Freeze casting

Les procédés de *freeze casting* dérivés des méthodes sol-gel s'avèrent prometteurs dans le cas des composites oxydes [Russell-Floyd 1993, Mah 2015]. La solidification du solvant (eau ou camphène) extrait la poudre de la suspension. Le solvant est ensuite retiré par sublimation pour éviter les problèmes de pression capillaire qui induisent des contraintes dans la matrice favorisant sa fissuration. La porosité matricielle est générée par le volume libéré lors de la sublimation du solvant. Les freins de cette méthode résident dans l'uniformité de la disposition des poudres suite à la solidification-sublimation du solvant [Mah 2015].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

I.1.3. Propriétés mécaniques

Les composites oxydes possèdent des propriétés mécaniques élevées conférées par les constituants céramiques du matériau. Néanmoins, le concept de « matrice faible » inhérent aux CMC oxydes donne un comportement mécanique différent des CMC non-oxydes fréquemment étudiés dans la littérature. Les propriétés mécaniques des composites oxydes ainsi que les modes d'endommagement ont fait l'objet de plusieurs études [Levi 1998, Heathcote 1999, Zok 2001, Ben Ramdane 2017]. Ces études ont été menées à température ambiante, mais également à haute température [Ruggles-Wrenn 2014] avec des propriétés mécaniques conservées pour des températures pouvant dépasser les 1200°C. Les résultats présentés ci-dessous traitent d'essais mécaniques réalisés sur composites oxydes à tissage bidimensionnel (satin de 8) réalisés à température ambiante.

I.1.3.1. Comportement en traction dans l'axe des fibres

Le comportement mécanique des composites oxydes en traction dans l'axe des fibres est caractérisé par une importante linéarité (Figure I-10) [Levi 1998, Zok 2001, Ben Ramdane 2017].

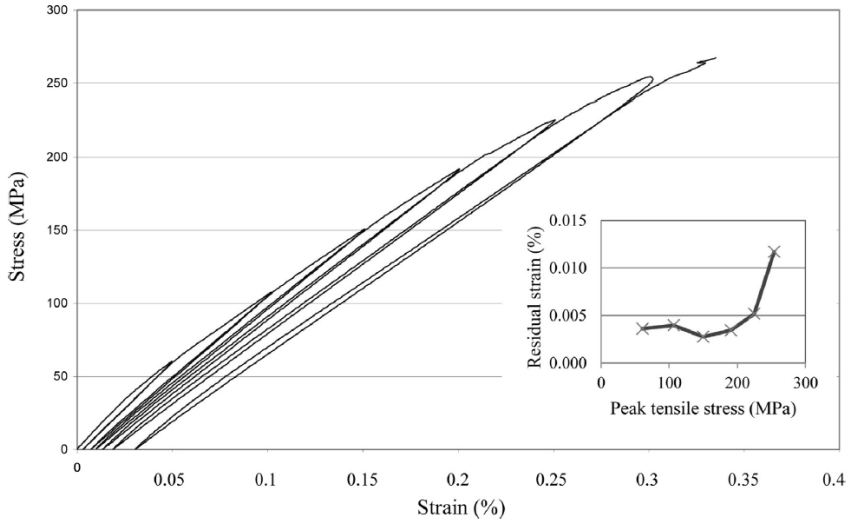

Figure I-10 – Courbe contrainte-déformation d'un composite oxyde (Nextel™610/Alumine) sollicité en traction cyclée dans l'axe des fibres et à température ambiante, diminution des propriétés mécaniques au-delà de 50 MPa et apparition de faibles déformations résiduelles [Ben Ramdane 2017]

Ce comportement s'explique par la différence de module entre les fibres et la matrice ($E_m/E_f < 0{,}2$) nécessaire à la conception de composites oxydes endommageables (Figure I-2) mais également par la présence de fissures de retrait qui limitent la prise d'effort par la matrice. Les efforts de traction sont donc principalement supportés par l'architecture fibreuse et plus précisément par les fils longitudinaux parallèles au sens de sollicitation [Heathcote 1999]. Les propriétés mécaniques sont ainsi fortement corrélées avec la nature et le taux de fibres du composite (Figure I-11). Les composites constitués de fibres Nextel™610 présentent des modules élastiques d'Young plus élevés que les matériaux renforcés avec des fibres Nextel™720, qui ont des caractéristiques mécaniques inférieures (Tableau I-1). Les tendances observées en Figure I-11 semblent peu influencées par la nature de la matrice qui joue un rôle secondaire sur les propriétés élastiques dans l'axe des fibres.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

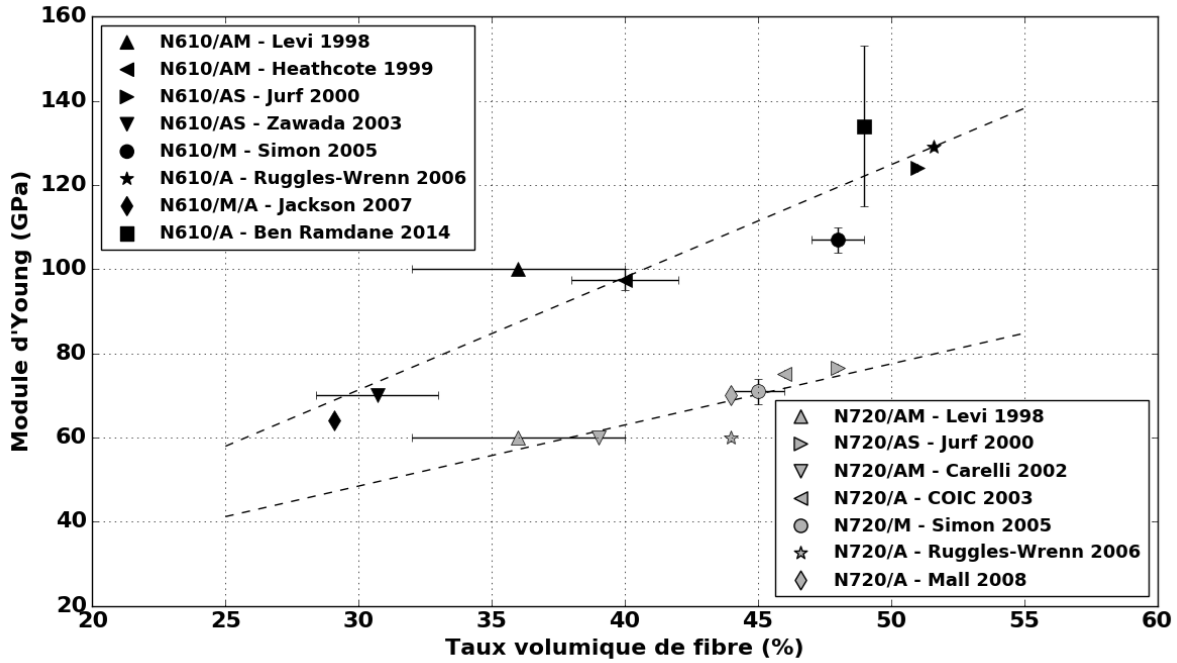

Figure I-11 – Evolution du module d'Young en fonction du taux de fibres de composites oxydes à tissage 2D déterminé lors de tractions monotones dans l'axe des fibres et à température ambiante ; fibres Nextel™610 (noir), fibres Nextel™720 (gris), (A – alumine ; AM – alumine-mullite ; AS – aluminosilicate ; M – mullite ; M/A – revêtement monazite, matrice alumine) valeurs extraites de la littérature [Levi 1998, Heathcote 1999, Jurf 2000, Carelli 2002, COI Ceramics Inc. 2003, Zawada 2003, Simon 2005, Ruggles-Wrenn 2006, Jackson 2007, Mall 2008, Ben Ramdane 2017]

De faibles déformations résiduelles, qui se traduisent par une diminution du module sont néanmoins observées pour de faibles niveaux de contrainte (Figure I-10) [Heathcote 1999, Ben Ramdane 2017]. Ces déformations résiduelles peuvent être expliquées par l'apparition de fissures transverses dans la matrice entre les plis 2D [Ben Ramdane 2017] qui abaissent légèrement les propriétés du matériau. Les déformations résiduelles ainsi que les boucles d'hystérésis observées lors d'essais cyclés sont relativement faibles, ce qui traduit d'un frottement intérieur assez faible. L'absence d'interphase combinée aux propriétés de la matrice est la cause de ces faibles transferts de charges au niveau des interfaces.

Les faibles propriétés mécaniques de la matrice permettent de concentrer les endommagements dans la matrice et au niveau des interfaces fibre-matrice, limitant l'endommagement des fibres. Les faciès de rupture des composites sont caractérisés par une forte extraction de fibres. La déviation de fissure nécessaire au comportement endommageable des CMC est donc acquise. La matrice dissipe l'énergie résultant d'une rupture de fibre (Figure I-12) qui explique les différences de longueur d'extraction entre les fibres (Figure I-12) et entre les fils (Figure I-12). Cette dissipation d'énergie est associée aux propriétés mécaniques de la matrice : une matrice trop dense conduit à un report de charge local suite à la rupture d'une fibre. La densification importante des composites oxydes exacerbent la dépendance à des défauts locaux qui provoquent des ruptures prématurées et de type fragiles [Mattoni 2001]. Ces assertions sont confirmées par des essais d'indentation de fibres entourées de matrice [Weaver 2006] : les ténacités interfaciales calculées sont inférieures de deux ordres de grandeur à celle des fibres qui expliquent les décohésions présentes en quantité (Figure I-12). La ténacité interfaciale augmente avec la densification de la matrice.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

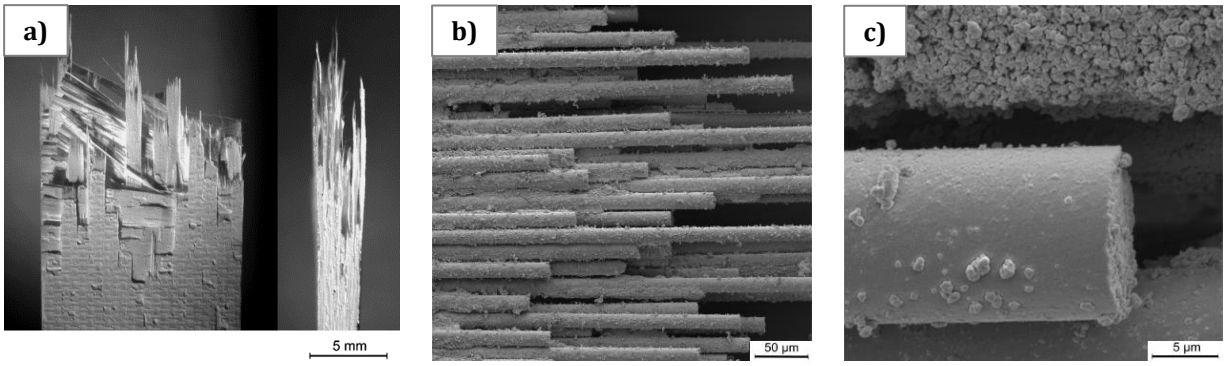

Figure I-12 – Faciès de rupture d'un composite oxyde (Nextel™720/Mullite) testé en traction dans l'axe des fibres et à température ambiante ; a) Extraction des fils et des plis, b) Différences de longueur d'extraction entre les fibres d'un même fil, c) Décohésion entre la fibre et la matrice [Simon 2005]

Les faciès de rupture des composites oxydes se caractérisent également par de grandes extractions de fils (Figure I-12). L'absence de renfort dans l'épaisseur (sens 3) des composites 2D amènent à l'apparition de grandes décohésions inter-pli, qui peut être associé à du délaminage.

A l'instar des CMC non-oxydes, les niveaux de déformation à rupture sont relativement faibles, inférieurs à 0,5%. Les contraintes à rupture sont directement liées au taux de fibres du matériau d'étude et à la qualité de la matrice, elles se situent entre 150 et 370 MPa [Keller 2014].

I.1.3.2. Comportement en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Les essais de traction, à ±45° par rapport à l'axe des fibres, engendrent des sollicitations en cisaillement et en traction, ils ne permettent pas de déterminer directement un module de cisaillement G_{12}. Les résultats sont ainsi donnés de manière similaire aux essais de traction dans l'axe des fibres via la formule du module d'Young (Eq. I-1) :

$$E_{45} = \sigma/\varepsilon \qquad \textit{Eq. I-1}$$

avec σ : Contrainte en traction
ε : Déformation longitudinale

Les essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres réalisés sur des composites oxydes sont complémentaires à ceux en traction dans l'axe des fibres avec une contribution plus importante de la matrice. Les interfaces fibre-matrice sont également sollicitées lors de ces essais hors axe qui introduisent du cisaillement plan dans le matériau. Compte-tenu des caractéristiques de la matrice, les propriétés à ±45° par rapport à l'axe des fibres sont nettement inférieures à celles obtenues dans l'axe des fibres (Figure I-13) [Levi 1998, Zok 2001].

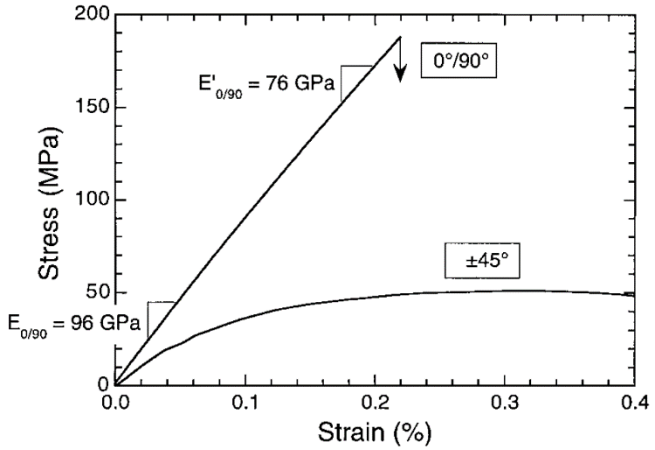

Figure I-13 – Courbes contrainte-déformation pour un composite oxyde (Nextel™610/Alumine-Mullite) sollicité en traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres [Zok 2001]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les modules élastiques E_{45} obtenus, entre 25 et 60 GPa [Heathcote 1999, Carelli 2002], sont du même ordre de grandeur que ceux de la matrice. L'apport de la texture fibreuse est donc limité en sollicitation hors axe. Les niveaux de contraintes obtenus – entre 30 et 100 MPa – sont inférieurs à ceux issus d'essais de traction dans l'axe des fibres. Le comportement mécanique à ±45° par rapport à l'axe des fibres est endommageable, la perte de linéarité apparaît pour des déformations inférieures à 0,05% [Heathcote 1999]. La contrainte maximale obtenue pour des déformations comprises entre 0,2 et 0,4% est consécutif à une localisation de l'endommagement dans une zone limitée [Heathcote 1999, Zok 2001].

La ruine des composites oxydes sollicités à ±45° par rapport à l'axe des fibres est majoritairement due à des décohésions fibre-matrice, peu de ruptures de fibres sont observées sur les faciès de rupture (Figure I-14). De manière similaire à ce qui est observé en traction dans l'axe des fibres (Figure I-12), les faciès de ruptures à ±45° par rapport à l'axe des fibres présentent d'importants délaminages qui provoquent une augmentation de l'épaisseur du composite (Figure I-14). Ce phénomène sera dénommé « foisonnement » dans la suite du document.

Les propriétés mécaniques à ±45° par rapport à l'axe des fibres sont corrélées avec la nature et les conditions d'élaboration de la matrice. Une densification plus importante de la matrice augmente les propriétés mécaniques en traction hors axes (en module et en contrainte). La tendance est inversée par rapport à l'influence de la matrice sur les propriétés dans l'axe des fibres. La réalisation d'un matériau performant nécessite d'effectuer un compromis entre propriétés hors axes et dans l'orientation des fibres [Carelli 2002].

Le comportement mécanique au-delà de la contrainte maximale est fortement relié à la géométrie des échantillons. Du fait de l'orientation textile à ±45° par rapport à l'axe des fibres, les frottements générés à l'extraction des fils sont liés à la largeur des éprouvettes [Levi 1998, Heathcote 1999]. Un échantillon de faible largeur va être caractérisé par une perte de charge rapide et inversement pour une éprouvette de grande largeur.

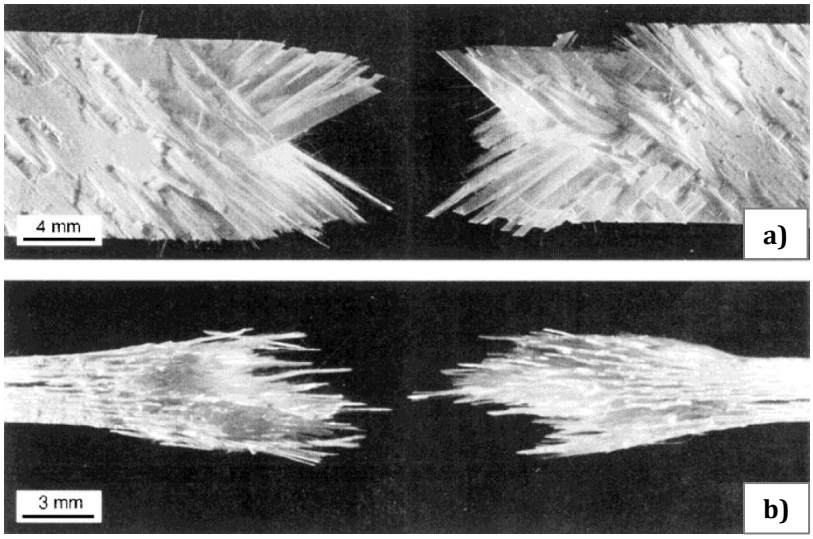

Figure I-14 – Faciès de rupture d'un composite oxyde (Nextel™610/Alumine) sollicité en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres ; a) Vue de dessus, peu de ruptures de fibre, b) Vue dans l'épaisseur, foisonnement important [Heathcote 1999]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

I.1.3.3. Autres modes de sollicitation

Les niveaux de contraintes atteints en compression sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus en traction dans l'axe des fibres. Le comportement observé est caractérisé par une linéarité plus importante et par une rigidité légèrement supérieure à celle obtenue en traction pour un même composite [Jackson 2007, Ben Ramdane 2017]. Cette légère augmentation de rigidité semble liée à une contribution de la matrice plus importante en compression qu'en traction.

De nombreux tests de flexion 3-points sur composites oxydes ont été réalisés dans la littérature car ils se rapprochent des sollicitations subies par les pièces pour les applications visées. Les contraintes à rupture obtenues sont légèrement supérieures à celles déterminées en traction dans l'axe des fibres. Dans le cas de la flexion, le couplage traction-compression explique cette rupture pour une contrainte supérieure [Keller 2014].

En ce qui concerne la résistance au cisaillement inter-laminaire, la matrice joue également un rôle prépondérant quant à la ruine des composites. Une matrice peu densifiée va conduire à une rupture par délaminage des plis (Figure I-15). A l'inverse, une matrice fortement densifiée amène à une rupture quasi-fragile (Figure I-15), avec des ruptures de fils et de matrice. Les meilleures tenues mécaniques sont obtenues pour des densifications intermédiaires (Figure I-15) [Mattoni 2001].

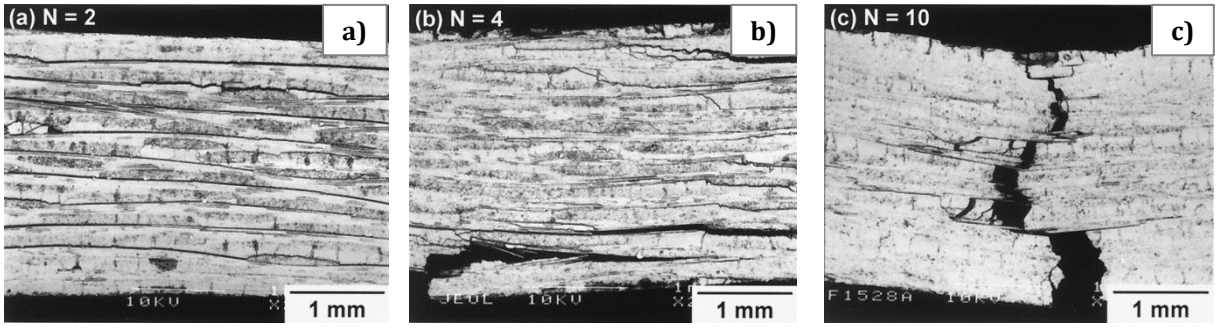

Figure I-15 – Facies de rupture de composites oxydes (Nextel™720/Alumine-mullite) sollicités en cisaillement inter-laminaire ; a) Matrice peu densifiée, rupture par délaminage, b) Matrice avec densification intermédiaire, mode de rupture mixte, c) Matrice fortement densifiée, rupture quasi-fragile [Mattoni 2001]

I.1.4. Scénarios d'endommagement proposés

Un nombre restreint de scénarios d'endommagement des composites oxydes sont présentés dans la littérature [Kostopoulos 2003, Kaya 2007, 2009, Ben Ramdane 2014]. Il semble acquis que la fissuration matricielle est le premier mécanisme activé dans le matériau [Zok 2001].

Kostopoulos a étudié l'endommagement d'un composite oxyde composé de fibres Nextel™720 et d'une matrice en aluminosilicate par émission acoustique (cf. I.2.1.1) dans le cas d'une traction dans l'axe des fibres [Kostopoulos 2003]. Des mécanismes d'endommagement sont associés à des classes de signaux en se basant sur la chronologie d'activation des classes, les caractéristiques des signaux ainsi que sur les faciès de rupture des éprouvettes. Le scénario proposé est le suivant : après l'apparition de fissures matricielles, des ruptures de fibres se produisent, générant des décohésions et des glissements aux interfaces fibre-matrice. Le nombre de ruptures de fibres croît fortement amenant à la ruine du matériau. L'apparition de l'ensemble des mécanismes est observée pour des niveaux de contraintes proches de la rupture macroscopique (supérieur à 65% de la contrainte maximale). Les caractéristiques des classes d'émission acoustique obtenues sont présentées dans la partie I.2.3.1.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Une investigation de l'influence du taux de porosité global sur le comportement mécanique a été menée par Kaya [Kaya 2007] sur un composite constitué d'une matrice alumine et de fibres Nextel™720. Le suivi de l'émission acoustique a notamment permis de relier les endommagements les plus critiques aux ruptures de fibres qui interviennent dans la seconde partie des essais. Les endommagements moins critiques sont associés à la fissuration matricielle et aux décohésions fibre-matrice [Kaya 2009]. Un composite présentant une meilleure densification semble conférer au matériau une meilleure résistance à l'endommagement. Compte-tenu des faciès de rupture obtenus (Figure I-16), il est supposé que les porosités de plus grandes tailles constituent des sites préférentiels à la propagation de fissures qui limite le caractère endommageable du matériau.

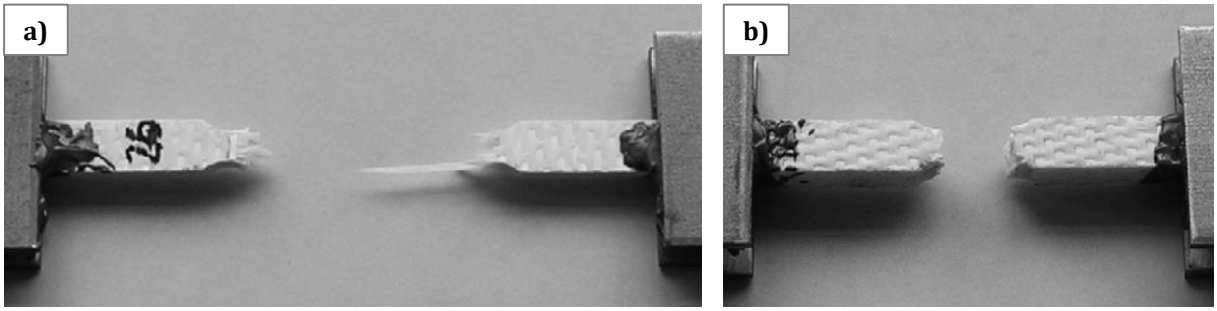

Figure I-16 – Faciès de rupture obtenus suite à des essais de traction de composites oxydes (Nextel™720/Alumine) dans l'axe des fibres ; a) Matériau composé de 20% de porosité globale, forte extraction de fibres, b) Matériau composé de 30% de porosité globale, faible extraction de fibres [Kaya 2009]

Un scénario d'endommagement plus complet a été proposé par Ben Ramdane [Ben Ramdane 2014] en prenant en compte les macroporosités ainsi que les fissures de retrait (Figure I-17). Ce scénario se base sur des essais-in-situ sous MEB ainsi que sur des observations d'éprouvettes endommagées lors d'essais interrompus. Le matériau d'étude est constitué de fibres Nextel™610 et d'une matrice alumine. Dans ce scénario, les premiers endommagements s'amorcent au niveau de la matrice via la fissuration et l'ouverture de fissures de retrait. Ces fissures se propagent au niveau des fils de chaîne et de trame où des décohésions fil-matrice apparaissent en frontière de fil (décohésions inter-fils). Enfin, des décohésions en intra-fil se produisent avant la ruine du matériau. On note l'absence de ruptures de fibres ainsi que la faible contribution des macroporosités dans le scénario proposé.

Bien que ces scénarios d'endommagement améliorent la compréhension du comportement des composites oxydes, les hétérogénéités liées au procédé de fabrication (fissures de retrait, porosités intra-fil et macroporosités) sont relativement peu prises en compte. Ce manque de connaissance de l'influence des hétérogénéités sur le comportement mécanique constitue la principale motivation de cette étude. La compréhension de ce domaine nécessite la mise en place de techniques de suivi d'endommagement en cours de sollicitation.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

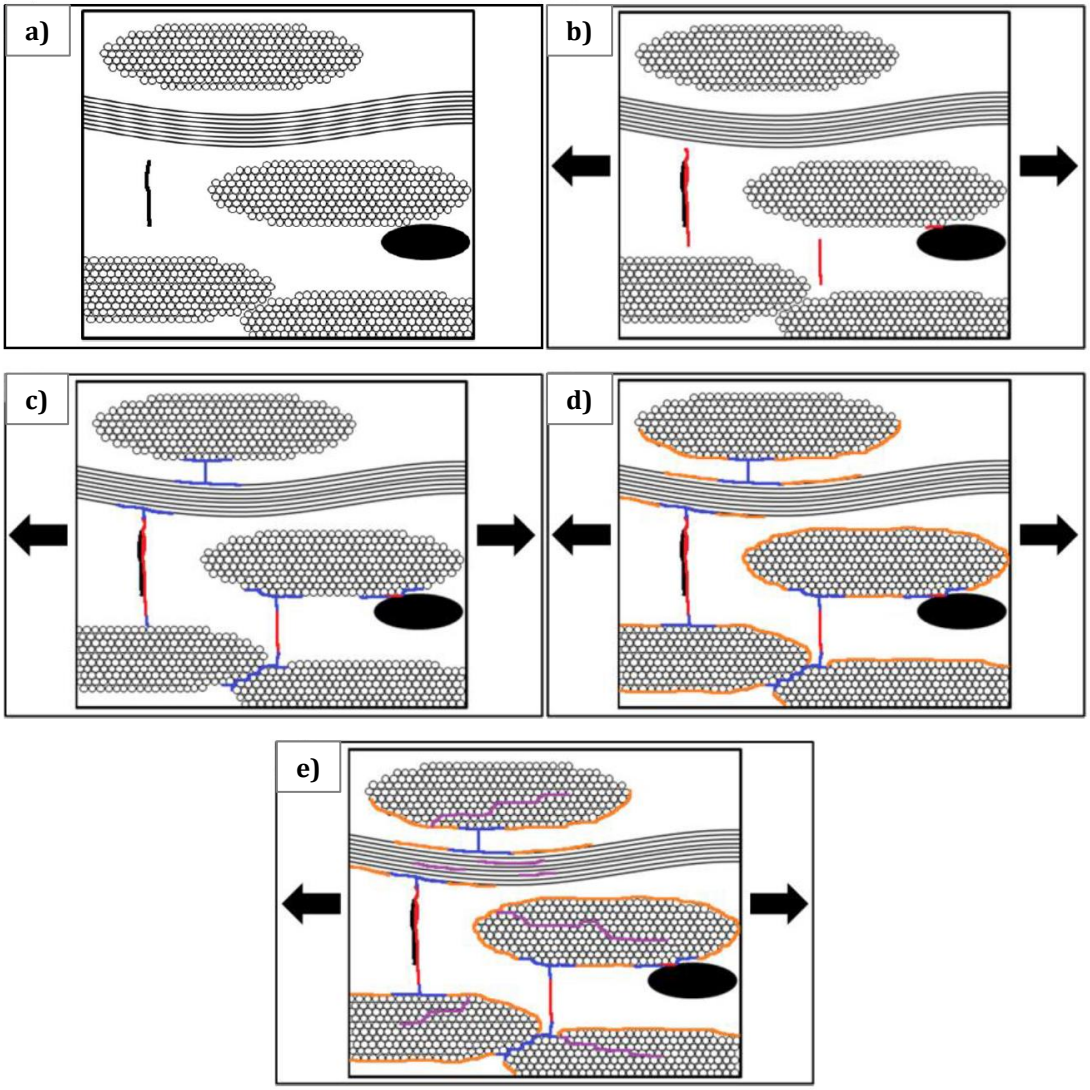

Figure I-17 – Scénario d'endommagement proposé dans le cas d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur composite oxyde à tissage bidimensionnel (Nextel™610/Alumine) ; a) Etat initial, b) Fissuration matricielle et ouverture des fissures de retrait, c) Propagation des fissures et premières décohésions fil-matrice, d) Propagation des décohésions fil-matrice, e) Décohésions intra-fil [Ben Ramdane 2014]

I.2. Suivi de l'endommagement par émission acoustique

L'émission acoustique (EA) est une technique non destructive qui permet de suivre en temps réel l'évolution de l'endommagement d'un matériau sous sollicitation (mécanique, thermique ou physico-chimique).

I.2.1. Présentation de la technique de l'émission acoustique

I.2.1.1. Principe

D'après la norme NF-EN-1330-9-2017, l'émission acoustique correspond à des « ondes élastiques transitoires engendrées par la libération d'énergie dans un matériau » [NF EN 1330-9 2017]. La sollicitation d'un matériau entraine des déformations à l'échelle microstructurale engendrant la création d'ondes élastiques qui se propagent dans le volume. Des capteurs piézo-électriques placés en surface du matériau convertissent ces vibrations en un signal électrique. Le signal est amplifié puis numérisé par le système d'acquisition afin d'analyser son contenu.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

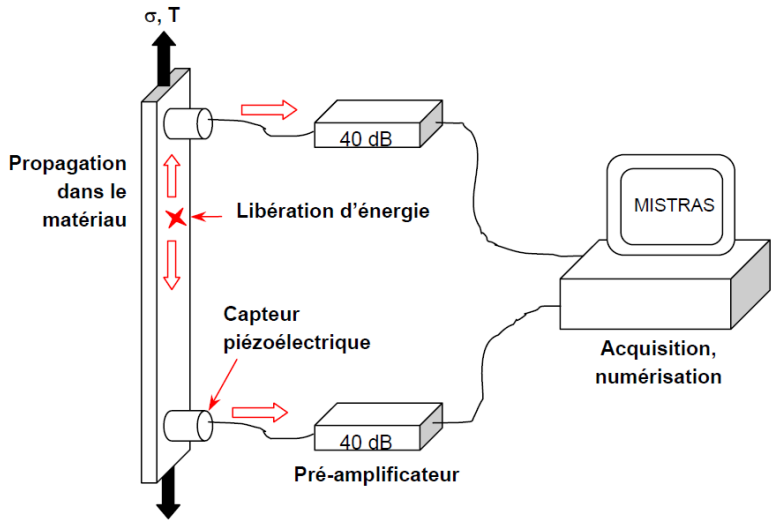

Figure I-18 – Dispositif de suivi d'un essai de traction par émission acoustique [Moevus 2007]

Deux types d'émission acoustique existent : l'EA continue et l'EA discrète. L'EA continue se caractérise par un signal de type « bruit » dû à de multiples salves qui se chevauchent. Elle peut être caractéristique des mouvements de dislocations lors de la déformation plastique des matériaux métalliques. L'émission acoustique discrète se présente sous la forme de salves limitées dans le temps. Elle est souvent associée à des endommagements tels que l'amorçage et la propagation de fissures, les ruptures de fibres, la corrosion sous contrainte, … En ce qui concerne les matériaux composites, l'activité acoustique consécutive à un endommagement est caractérisée principalement par une émission de type discrète. Dans la suite du manuscrit, nous aborderons uniquement l'émission acoustique de type discrète.

I.2.1.2. Acquisition des signaux d'émission acoustique

Outre le système d'acquisition et la préamplification, le choix du type de capteur piézoélectrique utilisé revêt une importance particulière. Les capteurs large-bande offrent l'avantage de peu modifier l'onde détectée lors de sa conversion en un signal électrique. Il est ainsi possible d'analyser les modes excités à l'aide de ces capteurs [Morscher 1999]. Le principal défaut de ces capteurs est leur faible sensibilité, seuls des endommagements très énergétiques peuvent être détectés. La deuxième catégorie de capteurs – les capteurs résonnants – offrent une meilleure sensibilité. La conversion de l'onde acoustique modifie le contenu du signal, notamment dans le domaine fréquentiel. En fonction des matériaux piézoélectriques présents dans le capteur, il est possible de détecter des fréquences allant de quelques dizaines de kHz à plusieurs MHz (Figure I-19). Des capteurs résonnants sont utilisés dans cette étude afin de privilégier la sensibilité du capteur.

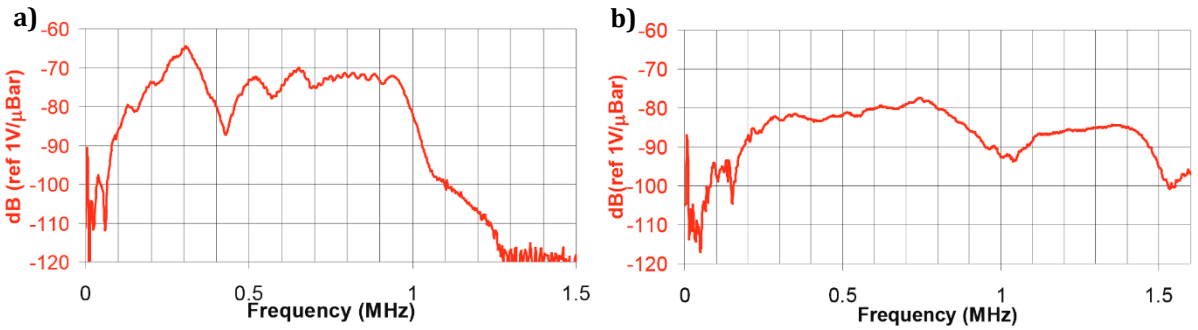

Figure I-19 – Plages de sensibilité dans le domaine fréquentiel de deux capteurs piézoélectriques ; a) Capteurs Micro80, b) Capteurs S9225 (données Mistras)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

La numérisation des signaux d'EA permet d'obtenir les formes d'onde de ces signaux, représentant l'évolution de la tension en fonction du temps. De manière classique, une salve est définie temporellement entre le premier et le dernier dépassement du seuil d'acquisition (Figure I-20). Ce seuil, déterminé par l'utilisateur, correspond à la tension minimale à partir de laquelle un signal est enregistré par le système d'acquisition. Il est défini en fonction du bruit environnant.

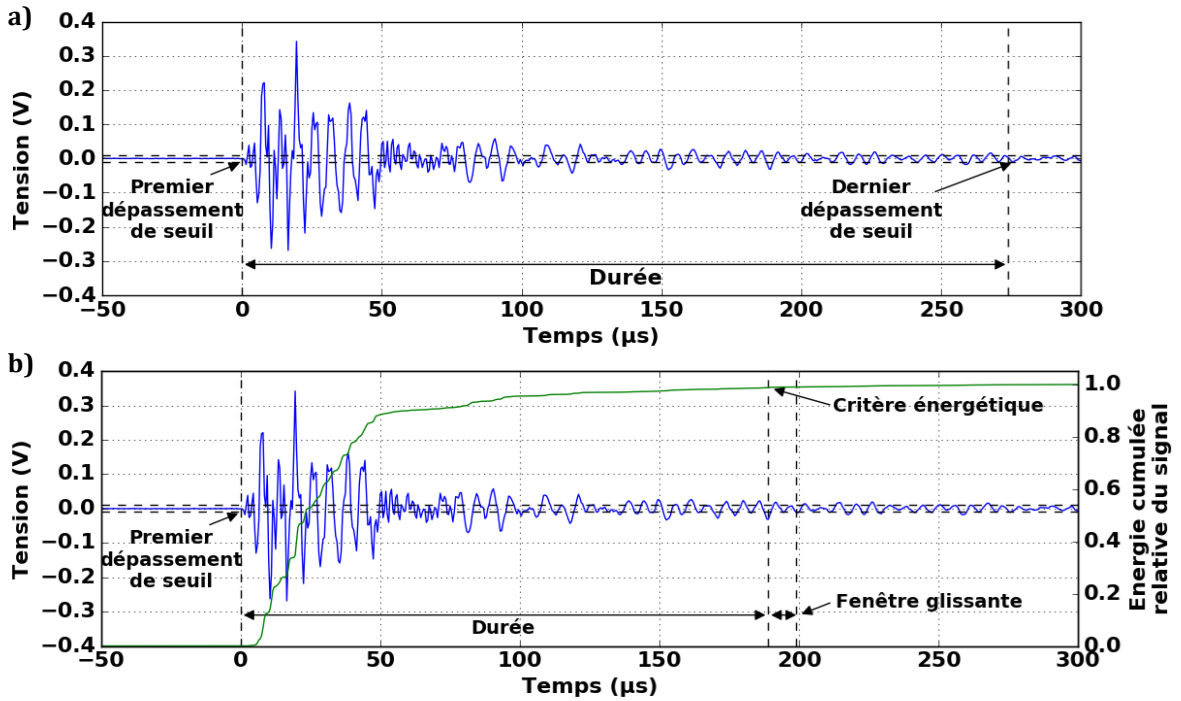

Figure I-20 – Forme d'onde obtenue à la suite de la numérisation d'un signal provenant d'un capteur résonnant ; a) Détermination de la durée de la salve par dépassement de seuil ; b) Détermination de la salve selon un critère énergétique [Morizet 2016]

La durée d'un signal peut également être déterminée selon un critère énergétique (Figure I-20) [Morizet 2016]. L'énergie[1] cumulée du signal jusqu'à l'instant t ($e_{cumulée}$) est comparée à l'énergie contenue dans une fenêtre glissante Δt ($e_{fenêtre}$). La fin du signal est déterminée lorsque le rapport d'énergie R (Eq. I-2) est inférieur à un seuil, par exemple 0,1%.

$$R = \frac{e_{fenêtre}}{e_{cumulée}} = \frac{\int_t^{t+\Delta t} u^2(t)dt}{\int_0^t u^2(t)\,dt} \qquad \textit{Eq. I-2}$$

avec u : tension du signal (V)
Δt : taille de la fenêtre glissante (s)

Une caractérisation des signaux peut être effectuée à partir des formes d'onde. Plusieurs caractéristiques, appelées descripteurs, peuvent être déterminées. Ces descripteurs sont calculés à partir du contenu du signal dans le domaine temporel (Figure I-20), dans le domaine fréquentiel via une transformée de Fourier rapide (*FFT – Fast Fourier Transform*) de la forme d'onde (Figure I-21) mais également dans le domaine temps-fréquence, par exemple en effectuant une décomposition en paquets d'ondelettes [Maillet 2012].

[1] Energie d'un signal : intégration de la tension du signal au carré divisé par la résistance de référence (10 kΩ).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

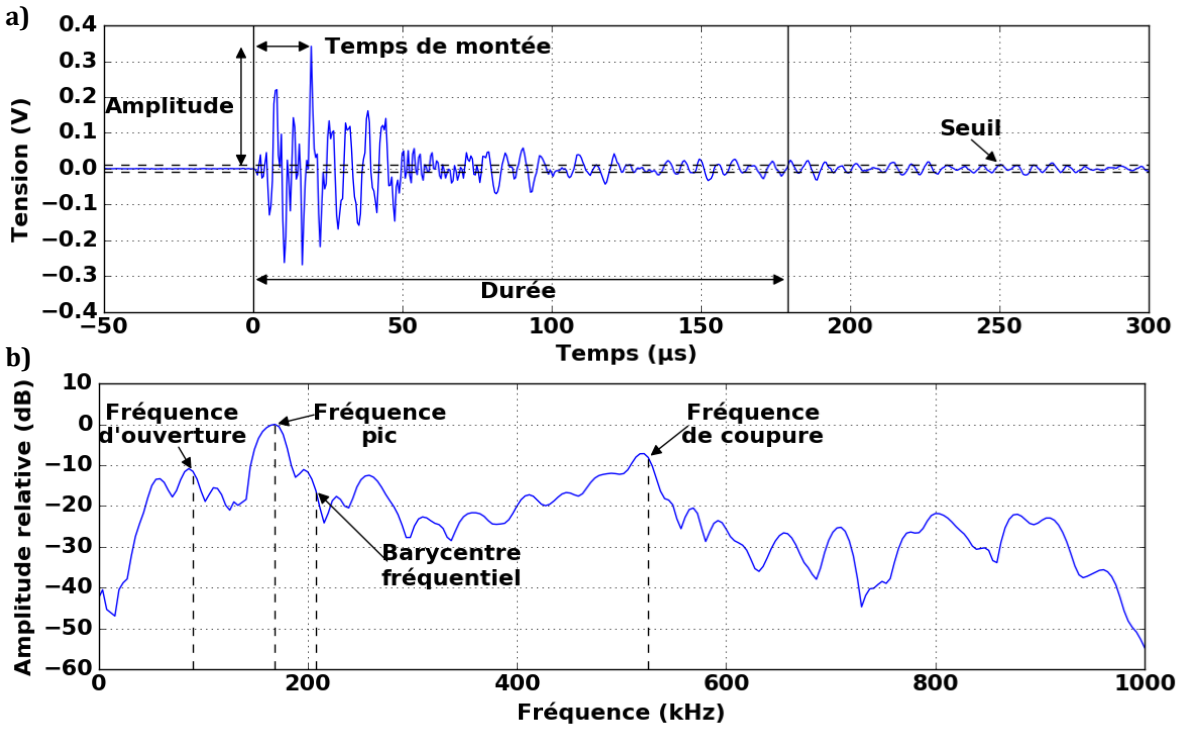

Figure I-21 – Visualisation d'un signal d'émission acoustique et des descripteurs associés ; a) Forme d'onde du signal ; b) Spectre fréquentiel obtenu par FFT de ce même signal

Les principaux descripteurs sont les suivants :

- Durée (en µs) : temps d'activation de la salve, peut être déterminée par dépassement de seuil fixe ou à l'aide d'un critère énergétique,
- Amplitude crête (en dB) de la forme d'onde, $A = 20.\log(V_s/V_{ref})$ avec V_s la tension maximale de la forme d'onde et V_{ref} la tension de référence (1µV),
- Temps de montée (en µs) : durée entre le début de la salve et le maximum de tension,
- Energie (en aJ) : la plupart du temps déterminée à partir de l'intégration de la forme d'onde élevée au carré,
- Nombre de coups : nombre de dépassements de seuil pendant la durée du signal,
- Barycentre fréquentiel (en kHz) : fréquence pour laquelle 50% de l'énergie du spectre est obtenue,
- Fréquence pic (en kHz) : fréquence correspondant au maximum d'intensité du spectre,
- Puissances partielles (en %) : proportions d'énergie contenue dans des plages de fréquence définies par l'utilisateur.

D'autres descripteurs ont également été mis en place dans la littérature afin de mieux caractériser les salves d'émission acoustique. Moevus a défini de nouveaux descripteurs en combinant les descripteurs classiques [Moevus 2007], par exemple les ratios durée/amplitude, amplitude/fréquence, amplitude/temps de montée ou bien temps de montée/durée. D'autres descripteurs, basés sur l'analyse de la parole [Peeters 2004], ont été transcrit lors du suivi de l'émission acoustique de phénomènes de corrosion [Morizet 2016]. Ces descripteurs permettent d'étoffer les données contenues dans les domaines temporels et fréquentiels : barycentre temporel, nombre de passage par zéro, étalement spectral, dissymétrie spectrale, fréquence d'ouverture et de coupure (Figure I-21).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

I.2.1.3. Localisation unidirectionnelle des sources d'émission acoustique

L'utilisation de plusieurs capteurs permet d'obtenir une information quant à la localisation des sources à l'origine de l'activité acoustique. Dans le cas d'une localisation en 1D entre deux capteurs, la position de la source est déterminée à partir de la vitesse de propagation d'une onde acoustique dans le matériau et des temps d'arrivée de l'onde au niveau de chaque capteur. La vitesse de propagation est classiquement déterminée via la méthode Hsu-Nielsen [Hsu 1981] qui consiste à simuler des sources d'émission acoustique en cassant des mines de crayon à la surface du matériau. La connaissance de la position des capteurs et de la source artificielle ainsi que la différence de temps d'arrivée aux capteurs permet d'obtenir la vitesse de propagation.

En plus d'évoluer en fonction de l'anisotropie du matériau, la vitesse de propagation des ondes dépend également du niveau d'endommagement [Morscher 2002]. Il existe une relation entre l'évolution du module élastique et la vitesse de propagation des ondes dans le matériau (Eq. I-3). La vitesse peut ainsi diminuer au cours d'un essai mécanique.

$$v(\varepsilon) = v_0 . \sqrt{\frac{E(\varepsilon)}{E_0}} \qquad \textit{Eq. I-3}$$

avec v_0 : vitesse de propagation des ondes dans le matériau à l'état initial
$v(\varepsilon)$: vitesse de propagation des ondes dans le matériau au niveau de déformation ε
E_o : module élastique du matériau à l'état initial
$E(\varepsilon)$: module élastique du matériau au niveau de déformation ε

I.2.2. Indicateurs d'endommagement

De nombreux critères d'analyse de l'activité acoustique ont été mis en place dans la littérature dans l'optique de caractériser l'endommagement. L'étude de l'évolution du nombre de sources au cours d'un essai est un critère simple à mettre en place. Néanmoins, l'endommagement des matériaux est souvent corrélé avec une augmentation de l'énergie des sources d'EA, notamment dans le cas de CMC non-oxyde où l'abaissement des propriétés mécaniques est lié à des phénomènes de fissuration matricielles (Figure I-22) [Morscher 2004].

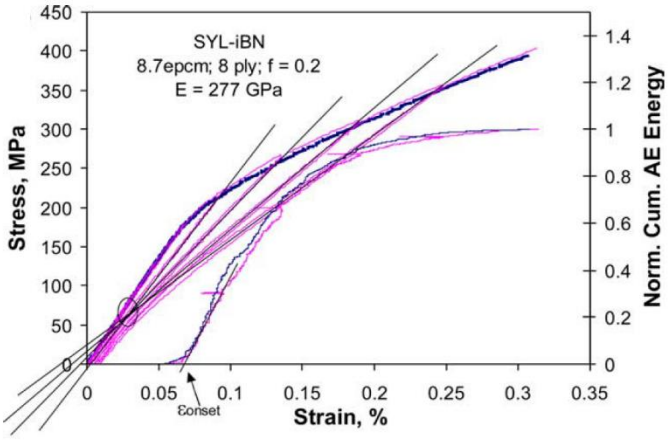

Figure I-22 – Courbe contrainte-déformation en traction monotone et cyclée d'un composite non-oxyde et évolution de l'énergie acoustique cumulée [Morscher 2004]

Fowler a mis en place deux indicateurs permettant d'évaluer la criticité des défauts sur des cuves métalliques [Fowler 1989] : la sévérité S_r et l'*Historic Index HI*. La sévérité correspond à la valeur moyenne de la force (*Signal Strength*[1]) des J signaux les plus énergétiques (Eq. I-4).

[1] *Signal Strength* : intégration de l'enveloppe en tension de la forme d'onde sur la durée du signal

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

$$S_r = \frac{1}{J}.\sum_{i}^{J} S_i \qquad \textit{Eq. I-4}$$

avec S_i : *Signal Strength* du i[ème] signal
J : nombre de signaux ayant les valeurs de *Signal Strength* les plus élevées

L'*Historic Index* compare l'intensité d'un signal i par rapport à l'intensité des K signaux précédents (Eq. I-5).

$$HI = \frac{N}{N-K}.\frac{\sum_{i=K+1}^{N} S_i}{\sum_{i=K}^{N} S_i} \qquad \textit{Eq. I-5}$$

avec N : nombre de signaux jusqu'au temps t
S_i : intensité du i[ème] signal
K : facteur empirique dépendant de l'activité acoustique et du type de matériau

Les valeurs de J et de K sont déterminées de manière empirique : $J = 10$, $K = 0{,}8.N$ pour les 100 premiers signaux et $K = N - 100$ par ailleurs. Ces valeurs peuvent être adaptées en fonction de l'étude. Dans le cadre de bétons renforcé par des CMO, l'augmentation de la sévérité et de l'*Historic Index* est reliée à des décohésions au niveau de l'interface béton-composite [Degala 2009].

Minak a mis en place un indicateur d'endommagement, appelé *Sentry-function* f (Eq. I-6), qui compare l'énergie mécanique à l'énergie acoustique [Minak 2009].

$$f(\varepsilon) = \ln\frac{U_s(\varepsilon)}{U_a(\varepsilon)} \qquad \textit{Eq. I-6}$$

avec $U_s(\varepsilon)$: énergie mécanique générée à la déformation ε, intégration de la courbe contrainte déformation
$U_a(\varepsilon)$: énergie acoustique générée à la déformation ε, somme cumulée de l'énergie de chaque signal

Une augmentation de la *Sentry-function* correspond à l'apparition de sources d'EA n'affectant pas ou peu le comportement mécanique du matériau (Figure I-23 - P_I). A l'inverse, une forte décroissance de la *Sentry-function* caractérise un endommagement ponctuel et sévère (Figure I-23 - P_{II}). Enfin, une stabilisation ou une baisse progressive de f est associée à une activité acoustique consécutive à une chute des propriétés mécaniques (Figure I-23 - P_{III} et P_{IV}).

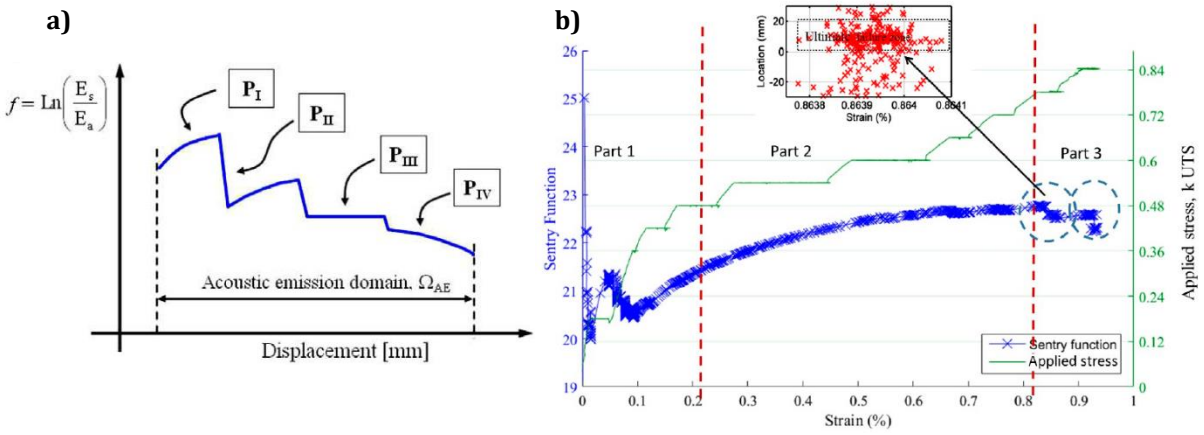

Figure I-23 – a) Evolution classique de la Sentry-function lors d'un essai de fatigue sur CMO [Minak 2009] ; b) Evolution de la Sentry-function lors d'un essai de fatigue statique incrémentale sur CMC non-oxyde [Racle 2017]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Ce critère a été appliqué pour des essais de fatigue statique et cyclique incrémentale sur CMC non-oxyde [Racle 2017]. Des chutes de la *Sentry-function* sont observées en fin d'essai, ces chutes sont reliées à des sources d'EA localisées dans la zone de rupture (Figure I-23), la *Sentry-function* permet donc de détecter les endommagements critiques précédant la rupture du matériau.

Le coefficient d'atténuation B permet d'estimer le niveau d'endommagement d'un matériau en se basant sur l'influence des endommagements l'atténuation dans le matériau [Maillet 2012, Godin 2018b]. Ce coefficient est calculé pour chaque source à partir du rapport des énergies acoustiques $X(n)$ enregistrées par chaque capteur (Eq. I-7). Le ratio A_1/A_2 prend en compte l'effet relatif de l'acquisition, qui est indépendant du milieu de propagation. Le second terme prend en considération l'effet de la position et de l'atténuation de la source sur l'énergie détectée (Figure I-24).

$$X(n) = ln\frac{E_1(n)}{E_2(n)} = ln\frac{A_1}{A_2} - 2.B.x(n) \qquad \textit{Eq. I-7}$$

avec
$X(n)$: rapport des énergies reçues par les deux capteurs pour une même source
$E_1(n)$: énergie acoustique enregistrée par le capteur 1
$E_2(n)$: énergie acoustique enregistrée par le capteur 2
A_1 : coefficient de couplage du capteur 1
A_2 : coefficient de couplage du capteur 2
B : coefficient d'atténuation
$x(n)$: position de la source n

Le coefficient B est identifié en traçant l'évolution de $X(n)$ pour un intervalle de temps donné en fonction de différents intervalles de position x. L'évolution du coefficient B en cours d'essai de fatigue statique a permis à Maillet d'associer l'augmentation de l'atténuation à la dégradation des interfaces dans les CMC non oxyde (Figure I-24).

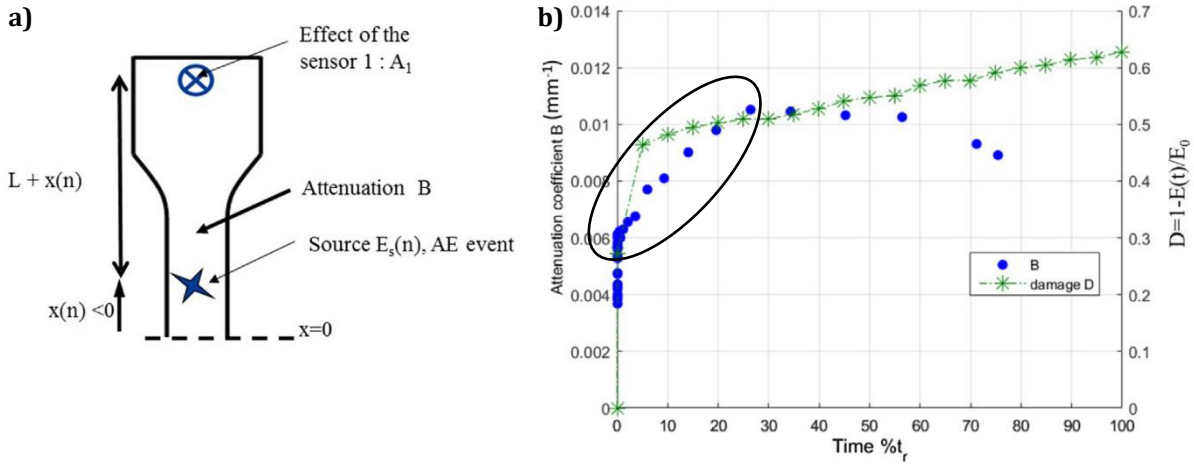

Figure I-24 – a) Représentation de l'effet de l'atténuation, de la propagation et du capteur sur l'énergie acoustique détectée (L : distance entre le capteur et le centre de l'éprouvette), b) Evolution du coefficient d'atténuation B lors d'un essai de fatigue statique sur CMC non-oxyde [Maillet 2012, Godin 2018b]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

I.2.3. Analyse statistique multi-paramètre

L'application des techniques de reconnaissance de forme basées sur des analyses multi-paramètres [Jain 1999] offre la possibilité d'associer les signaux à des classes qui peuvent être reliées à des mécanismes d'endommagement. Ces analyses présentent un intérêt quant à la compréhension des cinétiques d'endommagement amenant à la ruine des matériaux. Deux types de classifications des signaux d'EA se distinguent. D'une part, les classifications supervisées qui se basent sur des données labellisées préexistantes permettant l'association de signaux d'EA à des mécanismes. D'autre part les classifications non-supervisées qui partitionnent les jeux de données sans avoir d'*apriori* sur la segmentation des données. Les signaux ayant des caractéristiques (appelées descripteurs) similaires sont regroupés en classes, ces techniques ont notamment été utilisées pour le suivi de matériaux composites [Anastassopoulos 1995, Huguet 2002, Kostopoulos 2003, Godin 2004, Moevus 2008, Henry 2012, Maillet 2012, Racle 2015].

Les descripteurs calculés sur chaque forme d'onde permettent la caractérisation du signal dans un espace à n-dimensions, n représentant le nombre de descripteurs calculés. Ils servent de données d'entrée aux algorithmes de classification.

I.2.3.1. Classification non supervisée

L'objectif des classifications non-supervisées est de regrouper des signaux ayant des caractéristiques similaires sans avoir d'à priori sur la partition finale des classes de signaux. Une analyse préliminaire de corrélation entre les descripteurs est nécessaire afin de ne pas donner un poids trop important à certains descripteurs corrélés. Cette analyse, par exemple, se base sur la création de dendrogramme estimant la corrélation entre chaque descripteur, seuls les descripteurs ayant des niveaux de corrélation inférieurs à un seuil seront conservés (Figure I-25).

Une analyse en composante principale (ACP) est ensuite réalisée avec les descripteurs les moins corrélés [Johnson 2002, Moevus 2008]. Cette étape transforme l'espace de représentation afin de minimiser le nombre de dimensions tout en garantissant la majeure partie de la variance des jeux de données.

L'algorithme des k-moyennes est l'algorithme de classification non-supervisée le plus couramment utilisé de par sa simplicité [McQueen 1967]. L'algorithme initialise des centres de classes de manière aléatoire. Chaque signal est assigné à la classe qui présente le centre le plus proche à la suite d'une mesure de similitude. Cette mesure se base la plupart du temps sur des calculs de distance euclidienne (Eq. I-8) dans un espace à n-dimensions. Dans le cas de la classification des signaux d'EA, les vecteurs X et Y correspondent à des signaux dont chaque composante est un descripteur calculé sur ces signaux. Les n-dimensions de l'espace correspond au nombre de descripteur déterminé sur chaque signal.

$$d_{euc}(X,Y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n}(x_i - y_i)^2} \qquad \textit{Eq. I-8}$$

avec $d_{euc}(X,Y)$: distance euclidienne entre les vecteurs X et Y
x_i : composante du vecteur X
y_i : composante du vecteur Y
n : nombre de dimension

Les centres des classes sont recalculés après que tous les signaux soient assignés à une classe. L'algorithme se termine lorsque les centres des classes sont stables après plusieurs itérations. Cette méthode de classification a notamment été appliquée pour distinguer des endommagements sur des matériaux composites (Figure I-26) [Kostopoulos 2003, Godin 2004, Moevus 2008, Momon 2012].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

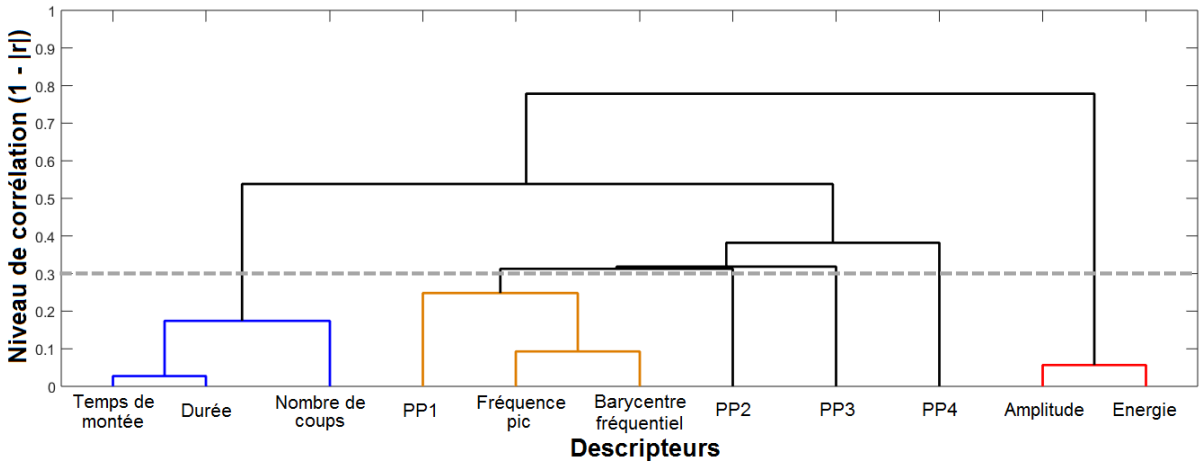

Figure I-25 – Représentation d'un dendrogramme avec 11descripteurs où les descripteurs présentant des niveaux de décorrélation 1-\|r\| inférieurs à 0,3 sont considérés comme corrélés (PP : Puissance Partielle)

Dans le cadre d'essais de traction sur composites oxydes, la classification des signaux d'EA par la procédure dendrogramme – k-moyennes a notamment permis à Kostopoulos de structurer les données enregistrées en classes [Kostopoulos 2003]. En fonction de l'apparition des classes et des facies de rupture obtenus, une labellisation des classes a été proposée afin d'associer des mécanismes d'endommagement à chaque classe : classe 1 – ruptures de fibres, classe 2 – fissurations matricielles, classe 4 – glissements-friction fibre-matrice, classe 5 – décohésions fibre-matrice (Figure I-26). Les classes 3 et 6 étant associées à des échos et/ou du bruit parasite. Cette décomposition a permis de proposer un scénario d'endommagement (cf. I.1.4). Les caractéristiques des classes obtenues par Kostopoulos sont présentées dans le Tableau I-2. Les résultats obtenus par Kaya (classification avec deux descripteurs par lecture graphique) [Kaya 2009] sont également montrés à titre de comparaison.

Tableau I-2 – Caractéristiques des classes de signaux obtenues lors du suivi de l'endommagement de composites oxydes par EA ; [Kostopoulos 2003] : classification par k-moyennes, 15 descripteurs ; [Kaya 2009] : par analyse de corrélation dans le plan amplitude-énergie

Mécanisme d'endommagement		**Rupture collective de fibres**	**Rupture individuelle de fibre**	**Fissuration matricielle**	**Friction des interfaces**	**Décohésion des interfaces**
Kostopoulos 2003	Energie (aJ)	–	200 - 15000	100 - 10000	50 - 1000	10 - 100
	Angle de descente[1] (°)	–	0,1 – 0,8	0,1 – 0,8	0,8 – 1,5	0,8 – 1,5
Kaya 2009	Energie (aJ)	> 100	20 - 60	5 - 30		
	Amplitude (dB)	> 70	> 70	< 70		
	Durée (µs)	> 1000	300 - 600	100 - 400		

Un des écueils de la méthode des k-moyennes est la possibilité de converger vers un minimum local qui est dépendant de l'étape d'initialisation de l'algorithme. Pour aller outre ce problème, une optimisation du calcul des k-moyennes est réalisée à l'aide d'un algorithme génétique qui s'appuie sur des techniques d'optimisation stochastiques [Holland 1975, Goldberg 1989]. Les principes utilisés sont dérivés de la génétique et de l'évolution naturelle (croisements, mutations, sélection). L'optimisation de la solution est effectuée par « bonds » successifs, génération après génération. L'utilisation de la méthode des k-moyennes optimisée par algorithme génétique dans le domaine de l'émission acoustique a notamment

[1] Angle de descente : tangente du ratio entre la tension maximale du signal et le temps de descente (temps de montée soustrait à la durée du signal)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

permis à Sibil de distinguer les macrofissurations apparaissant lors du refroidissement de matériaux réfractaires [Sibil 2012].

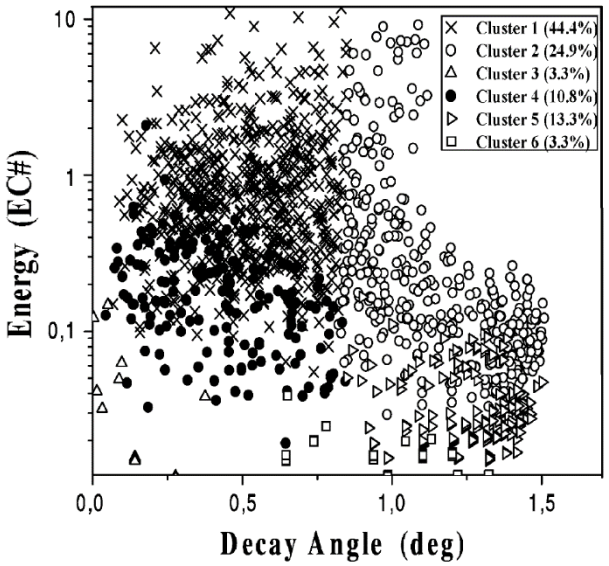

Figure I-26 – Visualisation dans un plan 2D d'une classification obtenue par classification non supervisée (dendrogramme – k-moyennes) lors d'un essai de traction sur composite oxyde (Nextel™720/aluminosilicate) [Kostopoulos 2003]

I.2.3.2. Classification supervisée

Le principe des classifications supervisées est d'utiliser un jeu de données labellisées appelé bibliothèque. Les bibliothèques sont créées à partir d'essais sur matériaux modèles ou via des classifications non-supervisées. Suivant la méthode de classification supervisée choisie, une phase d'apprentissage peut être nécessaire. Cette phase a pour but « d'entraîner » l'algorithme de classification à partir de la bibliothèque initiale afin d'identifier les différentes signatures acoustiques contenues dans la bibliothèque. Le principal avantage des classifications supervisées est de pouvoir associer des signaux d'EA aux mécanismes sources en temps réel.

La méthode des « K-plus proches voisins » est la plus fréquemment utilisée [Cover 1967] car elle ne requiert pas d'étape d'apprentissage. Elle consiste à attribuer un nouveau signal à la classe majoritaire parmi les K-plus proches voisins – issu de la bibliothèque – de ce signal dans l'espace à n-dimensions. La valeur de K est choisie par l'utilisateur, cette valeur doit être un compromis entre une information trop locale (valeur de K trop faible) ou trop globale (valeur de K trop élevée).

La méthode des « K-plus proches voisins » a été appliquée pour l'identification des mécanismes d'endommagement sur CMC non-oxyde lors d'essais de fatigue [Momon 2012]. Une bibliothèque a été créée à partir de signaux enregistrés lors d'essais de fatigue statique et cyclique pour des composites C_f/SiC. La labellisation de cette bibliothèque a été réalisée à la suite d'études sur le comportement mécanique, l'évolution de la microstructure et de l'activité acoustique de chacune des classes obtenues en classification non-supervisée. La labellisation obtenue est la suivante : classe A – rupture collective des fibres, classe B – fissuration matricielle en intra-fil, classe C – décohésion fibre/matrice, classe D – glissements aux interfaces. Des essais complémentaires ont permis de distinguer deux classes supplémentaires, et de les inclure à la bibliothèque : classe A' – rupture individuelle de fibres, classe C' – décohésions fil-fil. Les classifications supervisées ont été appliquées sur d'autres essais de fatigue statique et cyclique. Les partitions de données obtenues par classification supervisée (K-plus proches voisins) ont notamment permis d'identifier des mécanismes minoritaires (classe A' et C') qui n'étaient pas identifiables avec les algorithmes de classification non-supervisée (Figure I-27).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

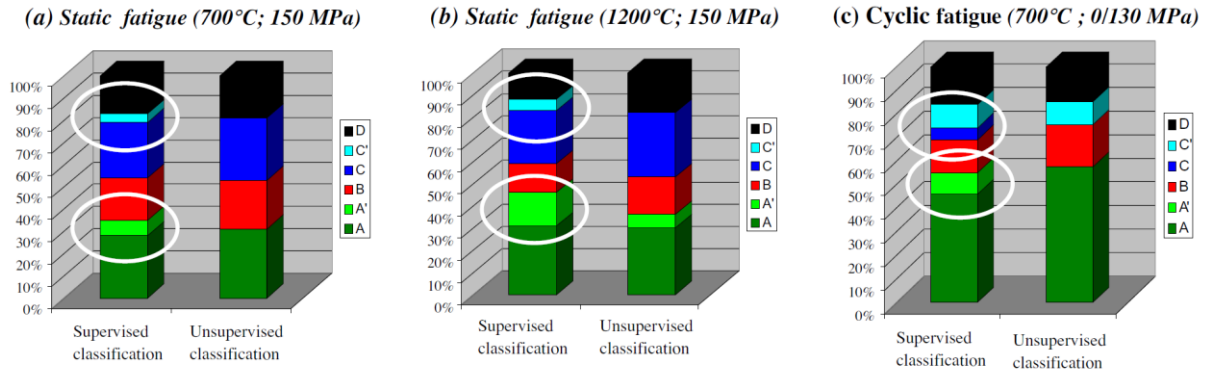

Figure I-27 – Comparaison entre classifications supervisées par méthode des « K-plus proches voisins » et classifications non-supervisées par méthode des k-moyennes dans le cas d'essais de fatigue sur CMC non-oxyde [Momon 2012]

La plupart des autres méthodes de classification supervisées nécessitent une phase d'apprentissage [Huguet 2002, Godin 2005, Morizet 2016]. Notons la méthode de classification par *Random Forest* [Breiman 2001], cette méthode se base sur une forêt d'arbres décisionnels qui subissent une phase d'apprentissage via la bibliothèque de signaux labellisés. Chaque nouveau signal parcourt l'ensemble des arbres qui décident de sa classe d'appartenance. Le signal est attribué à la classe ayant reçu le plus de votes de la part des arbres décisionnels. La classification par *Random Forest* a été comparée à la méthode des « K-plus proches voisins », cette méthode offre des taux de reconnaissance plus élevés avec des temps de calculs inférieurs en présence de signaux parasites dans la bibliothèque (Figure I-28) [Morizet 2016].

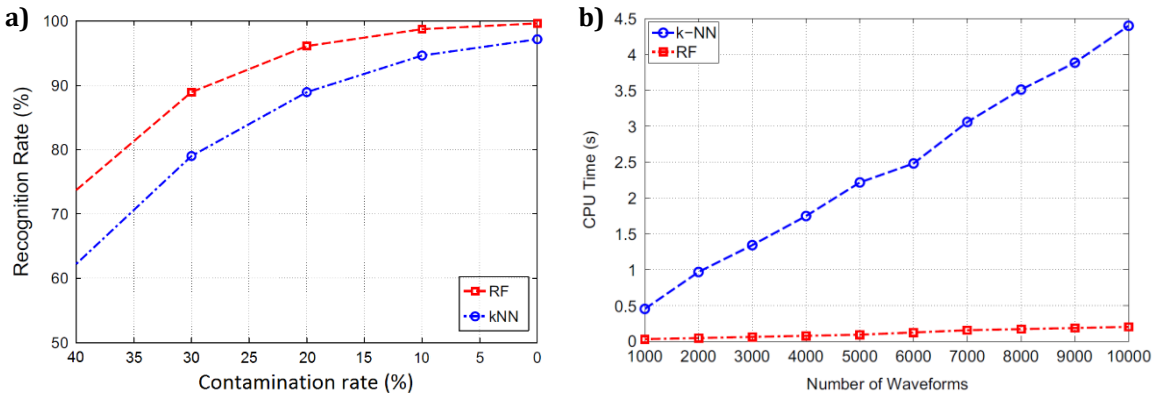

Figure I-28 – Comparaison entre deux méthodes de classifications supervisées, « K-plus proches voisins » (kNN) et Random Forest (RF) ; a) Evolution du taux de reconnaissance en fonction du taux de contamination de la bibliothèque, b) Evolution du temps de calcul lors de la classification de formes d'onde [Morizet 2016]

I.2.4. Limites à l'identification de la signature acoustique des différents mécanismes d'endommagement

L'identification de la signature acoustique des différents mécanismes d'endommagement présente néanmoins des limites. La technique d'émission acoustique est dépendante du matériel d'acquisition utilisé. Les caractéristiques des signaux enregistrés peuvent ainsi varier en fonction du capteur utilisé (Figure I-29).

Afin de comprendre l'influence du capteur sur les formes d'onde des signaux, Le Gall a mis en place des simulations par éléments finis permettant de modéliser la création de fissure, la propagation des ondes générées ainsi que l'effet du capteur piézoélectrique [Le Gall 2016a]. Les fissures sont générées à partir de dipôles de force, des fissures de traction (mode I) ou de cisaillement plan (mode II) sont créées. Les simulations se basent sur la propagation des ondes dans une éprouvette d'aluminium et les capteurs sont modélisés en se basant sur leur sensibilité en réception obtenue par la méthode de

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

réciprocité (cf. I.2.1.2). Les capteurs Mistras R15 (forte résonnance en basse fréquence) et Micro80 (large plage de sensibilité fréquentielle) sont modélisés. Les signaux détectés numériquement sont ensuite analysés, trois types de signaux sont récupérés : les signaux détectés à la surface de l'éprouvette sans prendre en compte l'effet du capteur, les signaux détectés par un capteur R15 et les signaux enregistrés par un capteur Micro80. Ce protocole est effectué sur trois types d'éprouvettes différentes afin de comprendre l'influence de la géométrie sur les ondes détectées : éprouvette EPL3 (largeur de 3 mm assimilable à une poutre), éprouvette EPL80 (largeur de 80 mm assimilable à une plaque) et éprouvette EPL16 dont les dimensions se rapprochent de celles utilisées lors d'essais de traction sur matériau composite (largeur de 16 mm). Il a été remarqué que l'utilisation de capteurs piézoélectriques (capteurs R15 notamment) restreint le domaine de fréquence des signaux enregistrés, qui a pour conséquence de limiter la dissociation de sources provenant de mécanismes différents [Le Gall 2016a].

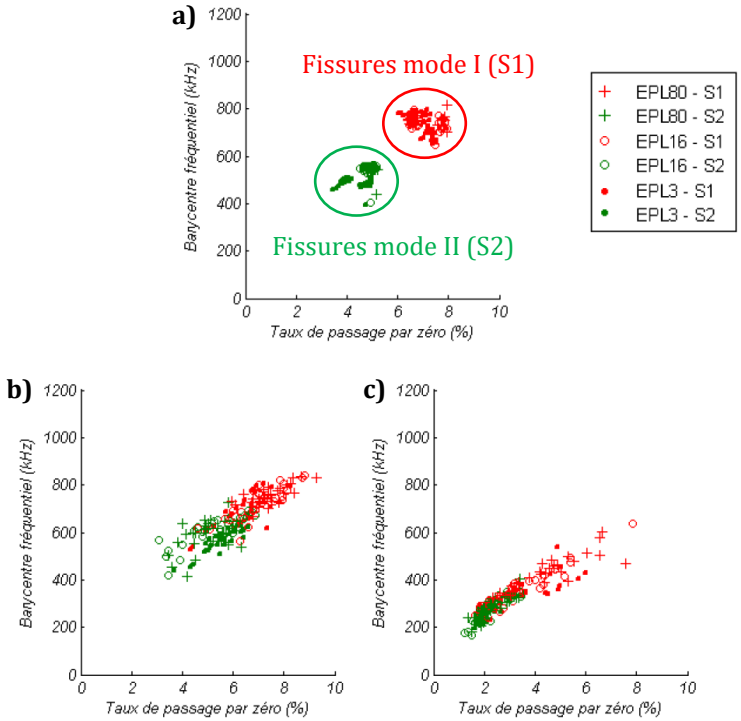

Figure I-29 – Caractéristiques de signaux d'émission acoustique générés numériquement – rouge : fissure mode I, vert : fissure mode II -; a) Effet capteur non pris en compte, b) Modélisation de l'effet du capteur Micro80, c) Modélisation de l'effet du capteur R15 [Le Gall 2016a]

Le milieu de propagation des ondes acoustiques peut également modifier les caractéristiques des signaux enregistrés dans le domaine temporel et fréquentiel [Sause 2010, Aggelis 2015, Maillet 2015]. L'étude des signaux localisés obtenus lors d'essais de flexion 4-points sur des bétons renforcés montrent l'influence de la distance entre la source et le capteur sur les caractéristiques des signaux [Aggelis 2015]. De manière classique, un phénomène d'atténuation en amplitude est obtenu (Figure I-30). Il est également observé une diminution de la fréquence moyenne en fonction de l'éloignement de la source au capteur (Figure I-30). Cette diminution du contenu fréquentiel due à la propagation des ondes a également été observée sur des CMO [Maillet 2015].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

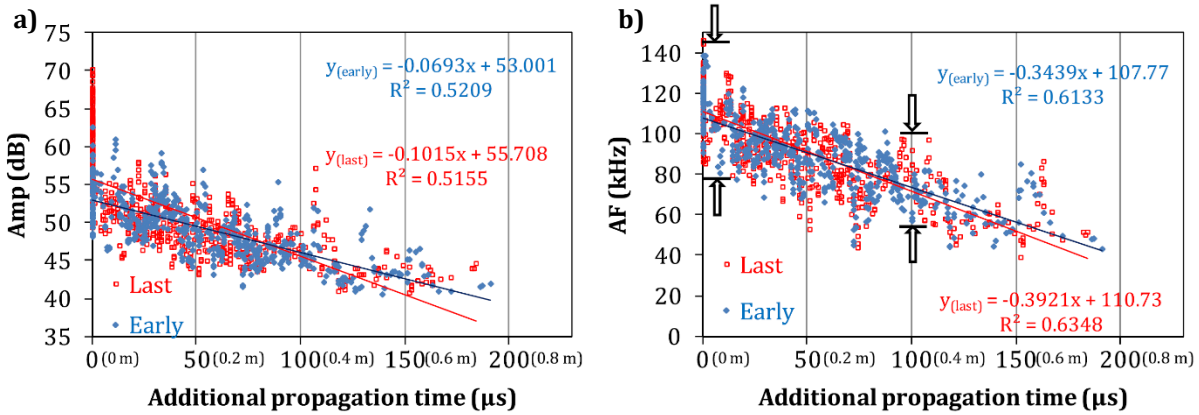

Figure I-30 – Influence de la distance des sources localisées sur les caractéristiques des signaux lors d'un essai de flexion 4-points sur béton renforcé par CMO en fonction du temps de propagation (équivalence en distance entre parenthèses) ; a) Evolution de l'amplitude ; b) Evolution de la fréquence moyenne (ratio nombre de dépassements de seuil / durée) [Aggelis 2015]

L'apparition d'endommagements dans le matériau peut également affecter les caractéristiques des ondes [Carpinteri 2013, Kharrat 2018]. Il a été remarqué une diminution du contenu fréquentiel, de l'amplitude et de la durée des signaux en fonction du niveau d'endommagement d'un CMO (Figure I-31) [Kharrat 2018]. Ces observations ont été obtenues suite à la génération de sources artificielles (ruptures de mines de crayon en surface de matériau, transducteur à ultrasons) à différents cycles lors d'essais de fatigue cyclique.

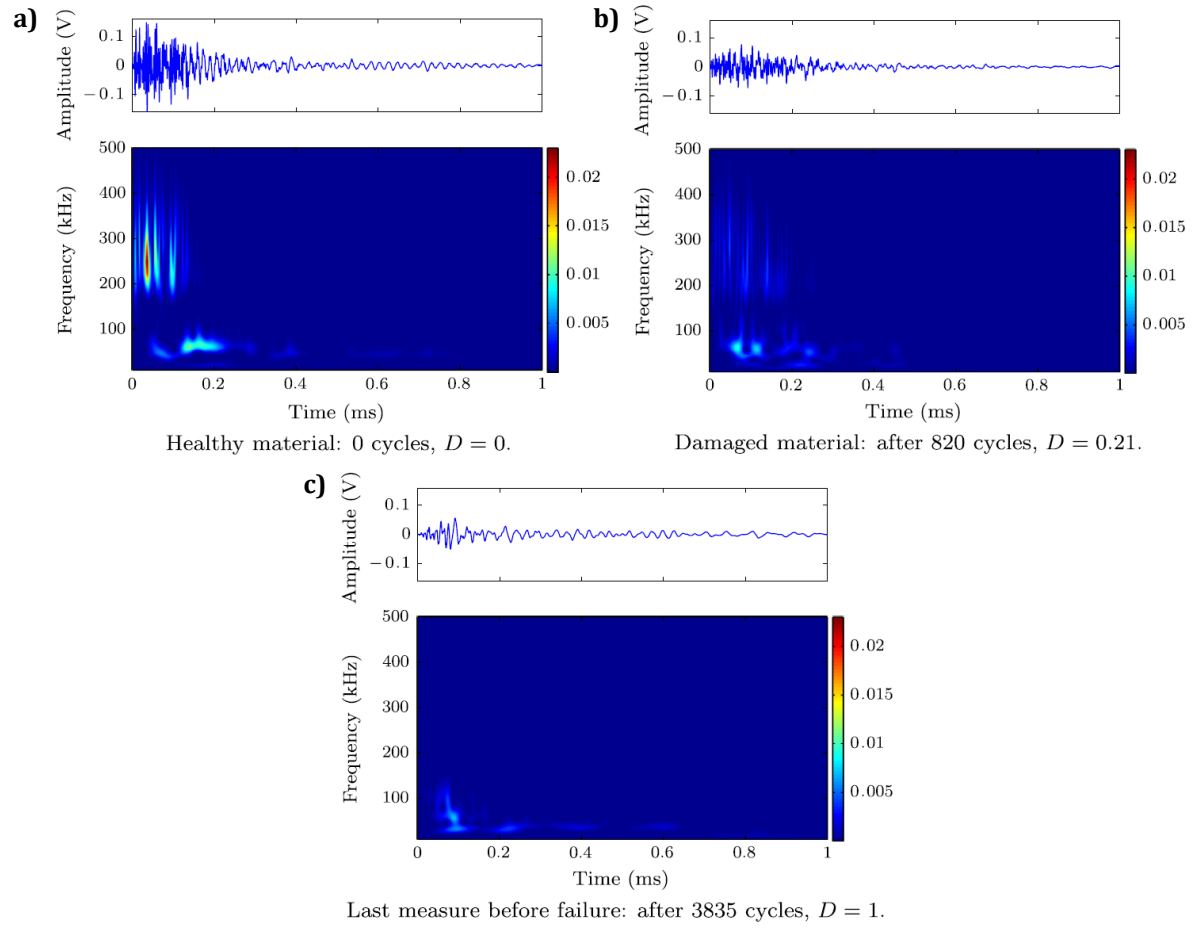

Figure I-31 – Représentation dans le domaine temporel et dans le domaine temps-fréquence d'ondes générées par ruptures de mine lors d'un essai de fatigue cyclique réalisé sur CMO ; a) Etat initial, b) Après 820 cycles, c) Avant rupture finale (3835 cycles) [Kharrat 2018]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

L'émission acoustique ne permet pas de dissocier des mécanismes d'endommagement sans l'utilisation d'une autre méthode d'analyse. La labellisation des classes de signaux nécessite de connaître les mécanismes d'endommagement présents dans le matériau d'étude ainsi que leur chronologie. Cette labellisation ne peut s'obtenir qu'avec des analyses complémentaires, la plupart du temps microstructurale. L'association des mécanismes d'endommagement avec des classes de signaux d'EA peut notamment s'obtenir à l'aide d'essais in-situ. En effet ces essais permettent la visualisation de l'endommagement de la microstructure à différents états qui amènent à établir une chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement.

I.3. Suivi de l'endommagement par essais in-situ

Les matériaux composites à matrice céramique présentent d'excellentes propriétés mécaniques. Cependant, les niveaux de déformation à rupture sont relativement faibles, la plupart du temps à 1% de déformation. L'observation de l'amorçage et de la propagation des endommagements dans ces matériaux est difficile. La visualisation de ces endommagements nécessite un maintien en charge du matériau afin de ne pas refermer les fissures créées. Enfin, dans le cas des composites oxydes, la présence de fissures de retrait à l'état non endommagé nécessite une bonne connaissance de l'état initial afin de localiser les fissures apparues lors du chargement mécanique.

Les approches in-situ permettent de visualiser les modes d'endommagement à des échelles microscopiques. L'observation de l'endommagement de la microstructure est assurée par les avancées – technologique et/ou de miniaturisation – dans le domaine de la microscopie : microscopie optique digitale, microscopie électronique à balayage (MEB) environnementale, µ-tomographie par rayonnement X de laboratoire et synchrotron. Ces méthodes de suivi sont d'un grand intérêt quant à la compréhension de l'évolution de l'endommagement dans les matériaux.

I.3.1. µ-tomographie par rayons-X

I.3.1.1. Principe

La µ-tomographie par rayons-X donne accès à une information tridimensionnelle de l'objet d'étude. Cette technique se base sur l'acquisition de plusieurs radiographies X d'un même objet. L'acquisition des radiographies s'effectuent en absorption, la projection de la source à rayons-X obtenue via un détecteur donne accès à des cartographies bidimensionnelles de l'absorption de l'objet (Figure I-32). Ces radiographies sont obtenues pour plusieurs orientations du matériau à l'aide d'une platine de rotation. L'ensemble de ces radiographies permet la reconstruction volumique de l'objet étudié via des algorithmes de rétroprojection.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

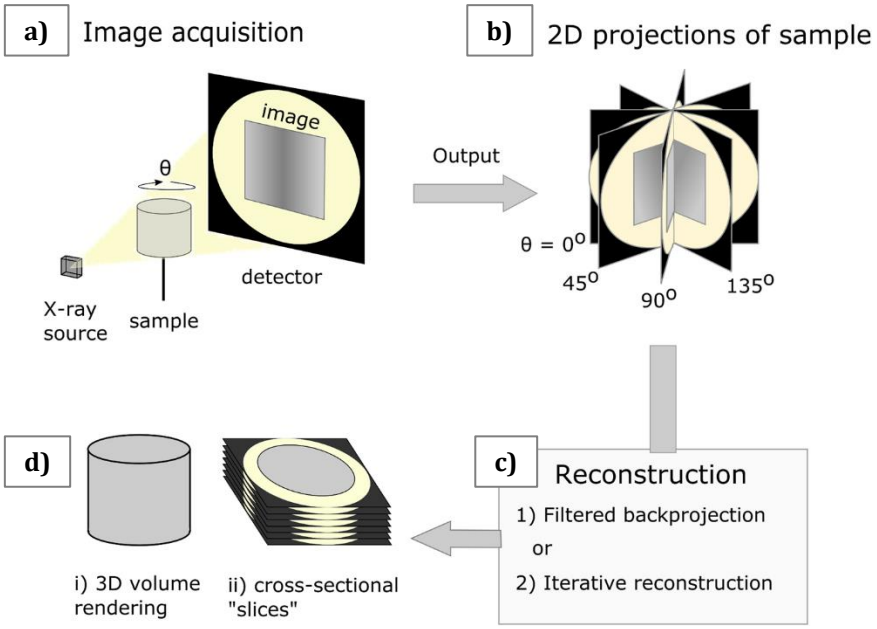

Figure I-32 – Représentation d'une acquisition en µ-tomographie par rayons-X [O'Sullivan 2017]

Les images 3D obtenues permettent d'observer des gradients de densité dans le matériau conduisant à une information volumique sur la microstructure. La qualité des images dépend du nombre d'acquisitions, un angle réduit entre les acquisitions minimise les sources d'erreur lors de la reconstruction volumique. La résolution spatiale des images (exprimée en voxel : équivalent du pixel en 3D) est dépendante de nombreux paramètres tels que la longueur d'onde des rayons-X, la distance de l'échantillon par rapport à la source, la composition de l'échantillon et le temps d'acquisition des radiographies. Une diminution de la longueur d'onde couplée à une distance source-échantillon élevée et une distance échantillon-détecteur faible amène à des résolutions pouvant être inférieures au micromètre [Maire 2016]. Ces résolutions sont notamment obtenues lorsque la source des rayons-X est générée par un accélérateur de particule, on parle alors de µ-tomographie par rayonnement X synchrotron. Des acquisitions tomographiques sont également réalisables avec des moyens moins conséquents via des µ-tomographes de laboratoire. La résolution spatiale des images volumiques est cependant moins bonne, de l'ordre de quelques micromètres.

La µ-tomographie par rayons-X est utilisée dans le suivi d'endommagement de microstructure. Des moyens d'essais – principalement des systèmes de traction – spécialement conçus à cet effet sont mis en place sur la platine de rotation. Des acquisitions à différents états de déformation sont réalisées. Le plus souvent, les temps des acquisitions nécessitent d'effectuer des paliers de chargement afin d'avoir des reconstructions représentatives d'un état de sollicitation. Des réseaux de fissurations en 3D sont ensuite obtenus grâce à des traitements d'images.

I.3.1.2. Résultats sur matériaux composites

La microstructure des matériaux composites présente de grandes hétérogénéités avec la texture fibreuse, la matrice et dans certains cas des porosités. La compréhension de l'endommagement de ces matériaux architecturés passe par une visualisation en 3D de la propagation de fissures. Les essais de traction in-situ par µ-tomographie présentent ainsi un grand intérêt dans le cadre des matériaux composites.

Les mécanismes d'endommagement se produisant à l'intérieur des matériaux composites sont visualisés tels que la fissuration matricielle [Schilling 2005], des décohésions intra-fil [Wright 2010, Garcea 2015, Pomarède 2018], des délaminages [Schilling 2005, Scott 2011, Pomarède 2018] voire des ruptures de fibres [Mazars 2017, Pomarède 2018]. La visualisation en 3D des endommagements (Figure I-33) offre une meilleure compréhension du rôle de la microstructure sur le comportement mécanique.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

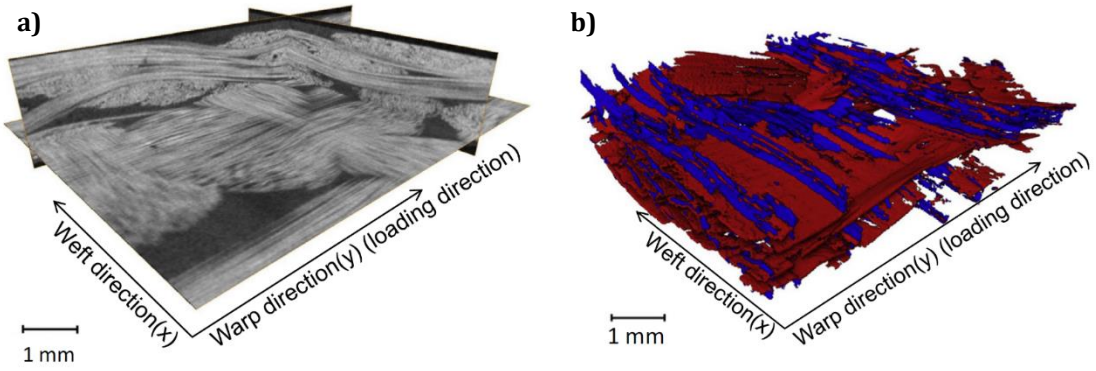

Figure I-33 – Visualisation tomographique d'un composite 3D verre-époxy sollicité en fatigue ; a) Reconstruction volumique de la microstructure à l'état initial, b) Représentation des endommagements présents dans le matériau à l'état sollicité : bleu – fissurations transverses, rouge : décohésions fibre-matrice [Yu 2016]

L'observation de ces phénomènes à différents états de sollicitation donne des indications sur l'évolution des phénomènes de fissurations dans la matériau [Yu 2016, Mazars 2017]. L'utilisation de cette technique peut être intéressante dans le cadre de l'étude de l'influence des hétérogénéités sur l'endommagement de la microstructure des composites oxydes.

I.3.2. Microscopie électronique à balayage

I.3.2.1. Principe

La microscopie électronique à balayage (MEB) est également utilisée pour des analyses in-situ de l'endommagement. Pour ce faire, un système de sollicitation miniature est placé dans l'enceinte du MEB. L'endommagement de la microstructure est observé en surface d'échantillon, à des résolutions pouvant être inférieures à la centaine de nanomètres.

I.3.2.2. Résultats sur matériaux composites

La possibilité d'atteindre des échelles d'un ordre inférieur au diamètre des fibres offre la possibilité d'observer des phénomènes locaux. Dans le cas des CMC, cette technique peut s'avérer complémentaire aux analyses in-situ sous µ-tomographe pour des endommagements de faibles dimensions. Des analyses MEB in-situ ont notamment permis d'observer la propagation de réseaux de fissuration matricielle [Dalmaz 1996] dans le cas de composites C/SiC. Des décohésions interphase-matrice ont été observées sur des CMC non-oxyde [Sevener 2017]. Enfin, en ce qui concerne les composites oxydes, l'évolution de la fissuration matricielle a pu être observée lors de sollicitation en traction [Ben Ramdane 2017].

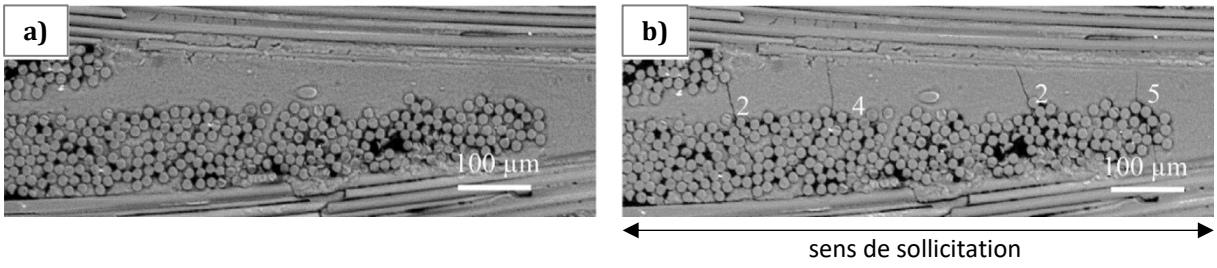

Figure I-34 – Visualisation de fissurations matricielles lors d'un essai de traction in-situ sous MEB d'un composite oxyde (Nextel™610/Alumine) ; a) Etat initial, b) Etat sollicité à 287 MPa ; Les chiffres correspondent à l'état auquel chaque fissure matricielle est apparue (état 1 : 63 MPa, état 2 : 112 MPa, état 3 : 128 MPa, état 4 :192 MPa, état 5 : 223 MPa) [Ben Ramdane 2017]

Les essais in-situ offrent la possibilité d'observer les mécanismes d'endommagement activés lors de la sollicitation de matériaux composites. L'acquisition de plusieurs états permet de comprendre les cinétiques d'endommagement. Les méthodes d'acquisition par MEB et via µ-tomographie par rayons-X s'avèrent complémentaires quant aux échelles d'études. La discrimination des différents phénomènes d'endommagement présents dans les composites oxydes est étudiée, les informations obtenues peuvent alimenter les analyses de l'émission acoustique.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

I.3.3. Couplage essais in-situ – émission acoustique

La mise en place de suivi de l'émission acoustique lors d'essais in-situ a été réalisée au cours de précédentes études [Deschanel 2007, Maire 2007, Carmona 2009, Racle 2015]. Ce couplage permet d'avoir une information acoustique et microscopique de manière simultanée. Cette méthode permet de faciliter la labellisation des classes de signaux d'EA.

Des relations ont pu être établies entre l'apparition de fissures (décohésions intra-fil et délaminages) et l'augmentation de l'énergie acoustique grâce au couplage émission acoustique – microscopie optique mis en place lors d'un essai de flexion 4-points sur cornière en CMO [Huchette 2015]. Ce couplage microscopie optique – EA a permis à Racle [Racle 2015] de visualiser trois mécanismes d'endommagement d'un échantillon de CMC non oxyde : fissuration matricielle, fissuration des fils transversaux et longitudinaux (Figure I-35). Les mécanismes d'endommagement ont pu être associés à des classes de signaux d'EA suite à des analyses non-supervisées. La labellisation est la suivante : classe 1 – fissuration matricielle inter-fils, classe 2 et 4 – fissuration des fils transversaux, classe 3 - fissuration des fils longitudinaux (Figure I-35).

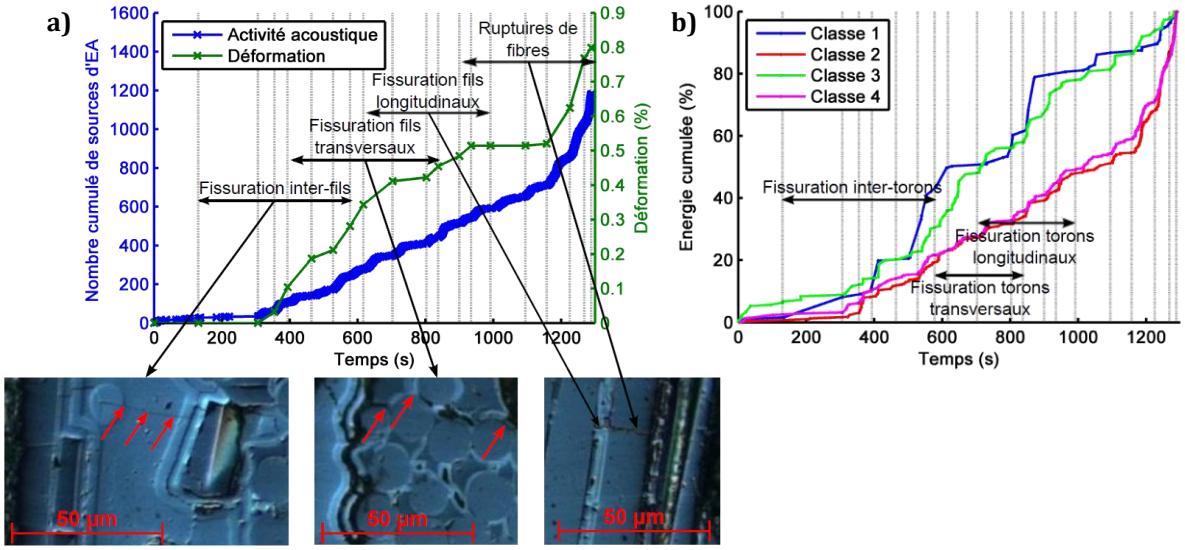

Figure I-35 – Essai in-situ sous microscope optique d'un CMC non oxyde avec suivi de l'émission acoustique ; a) Chronologie d'apparition des endommagements en fonction du temps, du nombre de sources d'EA et de la déformation, b) Evolution de l'énergie acoustique cumulée de chaque classe en fonction du temps [Racle 2015]

Le suivi de l'EA d'essais in-situ sous µ-tomographe de laboratoire a permis de corréler l'activité acoustique avec la fissuration de particules céramiques dans le cadre de traction d'un alliage d'aluminium renforcé en zircone/silice [Maire 2007]. L'énergie des signaux enregistrés a notamment pu être reliée à la taille des particules fissurées.

I.3.4. Principales limites des essais in-situ

Les essais in-situ sont réalisés sur des échantillons de petites dimensions. Dans le cadre de matériaux composites, ces dimensions sont la plupart du temps inférieures au volume élémentaire représentatif (VER) textile. La transposition des résultats d'essais in-situ à des échelles supérieures n'est pas triviale et nécessite de prendre en compte les effets d'échelle.

De plus, les contraintes liées à l'espace restreint durant les acquisitions limitent le suivi des essais. Il est compliqué d'avoir une information précise sur la déformation des éprouvettes et ainsi connaître le comportement mécanique des éprouvettes testées. Pour l'analyse des signaux d'EA, compte-tenu des dimensions des éprouvettes in-situ, les ondes acoustiques ne se propagent pas de la même manière que dans des éprouvettes massives. Le Gall a notamment montré l'influence de la géométrie sur les modes excités générés à la surface d'éprouvettes à l'aide de travaux de modélisation [Le Gall 2016b].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

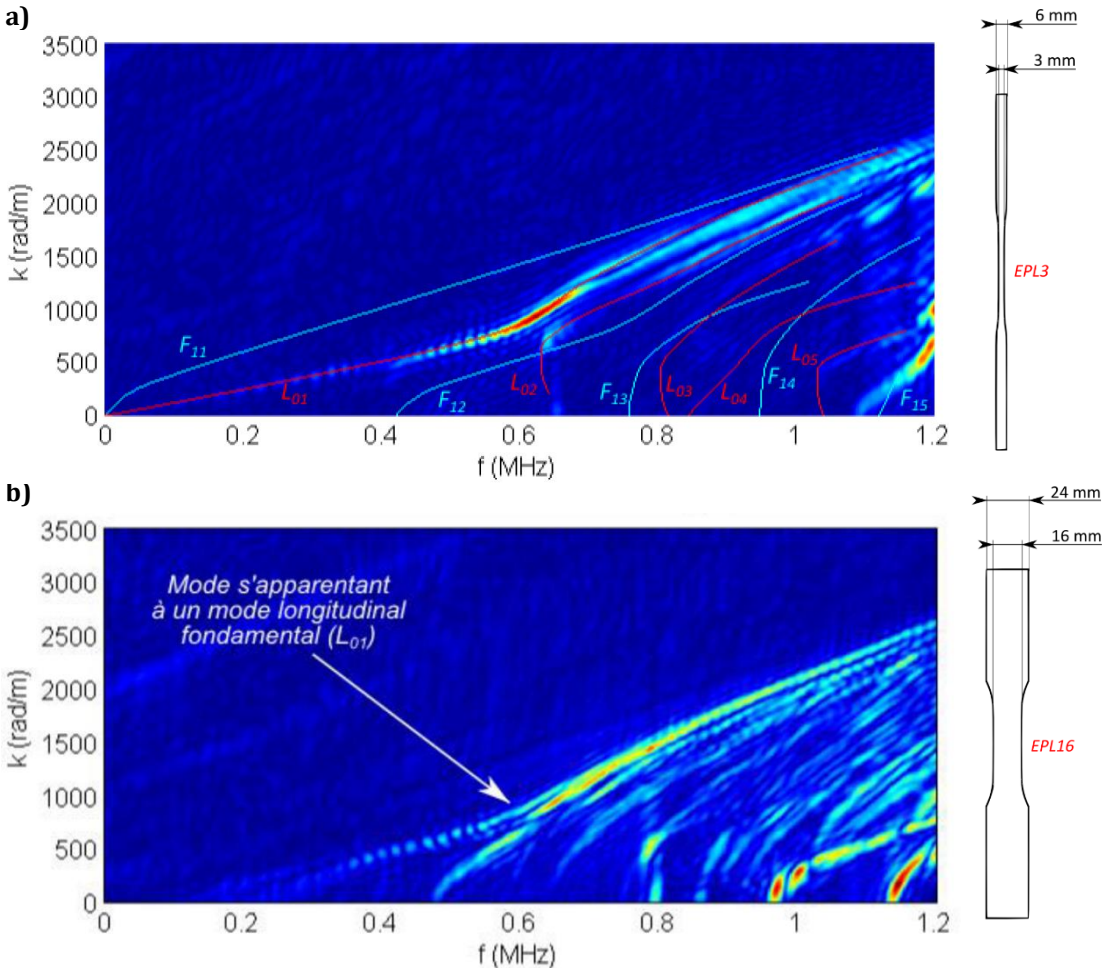

Figure I-36 –Influence de la géométrie sur modes excités sans prise en compte de l'effet capteur, la source émise est représentative d'une fissure de mode I générée en centre d'éprouvette, visualisation des modes de propagation (L : mode longitudinal, F : mode de flexion) à l'aide de FFT2D (Fast Fourrier Transform 2D) ; a) FFT2D de l'onde se propageant dans une éprouvette de géométrie EPL3, b) FFT2D de l'onde se propageant dans une éprouvette de géométrie EPL16 [Le Gall 2016b]

La source émise est représentative d'une fissure de mode I générée en centre d'éprouvette, le milieu de propagation étudié est de l'aluminium. Les modes excités dans l'éprouvette EPL3 (dont les dimensions se rapprochent d'une éprouvette in-situ) sont similaires aux modes excités dans le cas d'une poutre (Figure I-36). La propagation des ondes dans une éprouvette dont les dimensions se rapprochent des éprouvettes massives (EPL16 - Figure I-36) excite des modes mixtes, issus de la combinaison des modes excités dans le cas d'une poutre et dans le cas d'une plaque.

La comparaison des signaux obtenus en essais in-situ et sur éprouvettes massives est donc à réaliser avec précaution.

I.4. Bilan de la synthèse bibliographique et méthodologie choisie

I.4.1. Faits marquants de la bibliographie

Les composites à matrice céramique oxydes se caractérisent par la présence de fibres avec d'excellentes propriétés thermomécaniques entourées d'une matrice microporeuse. La matrice présente des propriétés mécaniques inférieures à celle des fibres qui confère le comportement endommageable du matériau via la déviation de fissures aux interfaces fibre-matrice. Le matériau obtenu est caractérisé par de bonnes propriétés thermomécaniques jusqu'à 900°C.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Du fait de la différence de propriétés mécaniques entre les fibres et la matrice, les composites oxydes à tissage bidimensionnel ont un comportement mécanique fortement dépendant de l'axe de sollicitation. Dans le cas d'une sollicitation dans l'axe des fibres, les courbes contrainte-déformation obtenues sont caractérisées par une importante linéarité. Les propriétés mécaniques observées en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres se distinguent par une perte de linéarité précoce et un endommagement progressif du matériau. Les propriétés mécaniques obtenues sur composites oxydes sont également fortement corrélées avec les conditions de frittage de la matrice.

Les procédés de mise en forme des composites oxydes sont dérivés de ceux permettant la fabrication de CMO. Ces procédés sont considérés comme peu onéreux comparés aux procédés de mise en forme des CMC non-oxyde. La fabrication de CMC oxydes engendre néanmoins des hétérogénéités à différentes échelles dans le matériau (macroporosités, fissures de retrait et porosités intra-fil). Ces hétérogénéités sont principalement dues à la méthode d'infiltration de la matrice dans la texture fibreuse et au séchage. L'influence des hétérogénéités sur l'endommagement des composites oxydes n'a été que peu étudié dans la littérature [Ben Ramdane 2014].

Ce chapitre a permis d'aborder la technique d'émission acoustique. Ce moyen de suivi offre la possibilité d'avoir une information volumique en temps réel sur l'endommagement d'un matériau sollicité mécaniquement. De nombreux indicateurs sur l'activité globale de l'émission acoustique ont été mis en place dans la littérature afin de relier l'EA à des niveaux d'endommagement. Les analyses statistiques multi-paramètres permettent de regrouper les signaux en classes. La connaissance de l'endommagement de la microstructure offre la possibilité de labelliser les classes en y associant des mécanismes d'endommagement. Les analyses de l'activité apportent des informations à l'échelle macroscopique qui sont complémentaires des propriétés mécaniques.

Les essais in-situ donnent accès à des informations sur l'endommagement du matériau à l'échelle microscopique. Les essais in-situ en µ-tomographie par rayons-X permettent de visualiser l'évolution de la microstructure en 3D, à cœur de matériau, à des résolutions de l'ordre du micromètre. L'observation d'endommagements submicroniques peut être réalisée en surface via la microscopie électronique à balayage. Ces deux méthodes complémentaires sont des outils intéressants pour caractériser l'influence des hétérogénéités des composites oxydes à différentes échelles.

I.4.2. Démarche de travail choisie

Au regard des caractéristiques des composites oxydes et des moyens de suivi d'endommagement que sont l'émission acoustique et les essais in-situ, la démarche suivante a été mise en place dans le cadre de cette étude.

L'analyse du comportement mécanique de composites oxydes porte sur des matériaux provenant de plusieurs procédés de fabrication. Les matériaux d'études sont des composites bidimensionnels (0/90°) composés de fibres Nextel™610 non revêtues. Trois nuances de matériau issues de différents procédés de fabrication sont étudiées. Les matrices utilisées sont basées sur des poudres d'alumine afin que les cinétiques de frittage n'altèrent pas les propriétés des fibres. Les conditions de frittage des différentes nuances sont fixes, l'influence du taux de frittage sur le comportement mécanique n'est pas étudiée.

Des caractérisations morphologiques, principalement porosimétriques, sont mises en place afin de quantifier la répartition des différentes catégories d'hétérogénéités dans chaque nuance de matériau. Cette étude doit mener à établir des liens entre procédé de fabrication et microstructure.

L'étude de l'évolution de l'endommagement est effectuée à trois échelles différentes : macroscopique, mésoscopique et microscopique. Les nuances d'étude sont sollicitées dans le plan, en traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Ces sollicitations se caractérisent par des comportements mécaniques très différents qui offrent deux points de comparaisons entre les nuances de matériau. De plus, ces essais peuvent être mis en place aisément pour des analyses in-situ et ainsi de mieux comparer les résultats obtenus aux diverses échelles.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

A l'échelle macroscopique, des essais mécaniques sont réalisés sur éprouvettes massives, représentatives du matériau : les dimensions de la partie utile des éprouvettes sont supérieures au VER textile. Des essais de traction monotone et cyclée sont réalisés pour déterminer les propriétés mécaniques de chacune des nuances. Chaque essai est suivi en émission acoustique afin d'obtenir des indications sur l'endommagement du matériau. Une analyse globale de l'activité acoustique est dans un premier temps mise en place.

Des essais in-situ en µ-tomographie par rayons-X sont mis en place afin de comprendre l'évolution des endommagements à l'échelle mésoscopique. Des traitements d'images sont réalisés pour extraire les réseaux de fissurations en 3D. En complément des études mésoscopiques, des essais de traction in-situ sous MEB sont effectués afin de visualiser les mécanismes mis en jeu à l'échelle microscopique, avec notamment l'endommagement de la matrice et des interfaces. Les moyens de traction in-situ sont adaptés afin de pouvoir effectuer un suivi de l'activité acoustique des essais in-situ.

Les observations obtenues lors des essais in-situ permettent d'alimenter les analyses de l'émission acoustique. Des capteurs résonnants sont utilisés afin d'avoir une bonne sensibilité lors de la réception des signaux acoustiques. Deux types de capteurs avec des plages de sensibilité en fréquence différentes sont utilisés pour limiter l'influence du capteur lors de l'analyse du contenu fréquentiel des signaux. Les données provenant des deux types de capteurs servent de données d'entrée aux algorithmes de classification. Des classifications non-supervisées sont réalisées à l'aide d'une combinaison de plusieurs classificateurs : dendrogramme, ACP et k-moyennes optimisées par algorithme génétique. Les classifications obtenues servent de base à la création de la bibliothèque pour la classification supervisée par le logiciel RF-CAM (*Random Forest Classification for Acoustic emission Monitoring*).

Du fait des dimensions des éprouvettes in-situ, des précautions sont prises quant à la transposition des résultats provenant d'essais in-situ vers l'échelle macroscopique. Le suivi d'endommagement sur éprouvette massive, la détermination des propriétés mécaniques des éprouvettes in-situ et le suivi acoustique de l'ensemble des essais doivent permettre de consolider l'approche « multi-échelle expérimentale » de cette étude.

L'ensemble de ces analyses doit aboutir à une compréhension des diverses relations entre les procédés de fabrication, les microstructures générées, leur endommagement et l'influence sur les propriétés mécaniques.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre II : Nuances d'étude et moyens de caractérisation

II.1. Nuances de matériau étudiées 44
II.1.1. Morphologie macroscopique des nuances 44
II.1.2. Morphologie microscopique des nuances 47
II.1.3. Représentation des microstructures 55
II.2. Essais mécaniques 56
II.2.1. Présentation des éprouvettes 56
II.2.2. Essais de caractérisation mécanique 57
II.2.3. Essais de traction in-situ sous synchrotron 63
II.2.4. Essais de traction in-situ sous MEB 64
II.2.5. Bilan des essais réalisés 65
II.3. Protocole d'analyse des données d'émission acoustique 66
II.3.1. Post-traitement 66
II.3.2. Localisation des sources d'émission acoustique 67
II.3.3. Analyse globale de l'activité acoustique 68
II.3.4. Analyse statistique multi-paramètre 68
II.4. Organisation de l'étude 75

Ce second chapitre est dédié aux protocoles expérimentaux mis en place dans le cadre de cette étude.

Les nuances des composites oxydes étudiés sont détaillées dans une première partie. Les procédés de fabrication utilisés sont décrits dans un premier temps. Les caractéristiques morphologiques – tant macroscopiques que microscopiques – de chacune des nuances sont détaillées.

La deuxième partie se consacre aux dispositifs mis en place pour le suivi d'endommagement des composites oxydes. Les procédures de réalisation des essais macroscopiques et in-situ sont détaillées. Les moyens développés lors de cette étude pour le suivi des essais in-situ sont également énoncés.

La troisième partie de ce chapitre expose les démarches d'analyse de l'émission acoustique mises en place. La procédure d'acquisition, les méthodes de post-traitements des résultats ainsi que les algorithmes de classifications sont présentés.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

II.1. Nuances de matériau étudiées

Afin de comprendre l'influence du procédé de fabrication sur les caractéristiques morphologiques et mécaniques des composites oxydes, trois nuances de composites sont étudiées. La principale différence entre la mise en forme de chacune des nuances réside dans la méthode d'infiltration de la matrice dans la texture fibreuse. Les différentes nuances sont appelées respectivement A, B et C dans la suite du document. Il est important de noter que les trois procédés d'élaboration ne présentent pas le même niveau de maturité. Le procédé relié à la nuance A est en cours de développement alors que celui de la nuance B a atteint un niveau de développement plus élevé. L'objectif n'est pas de comparer les méthodes de mise en œuvre mais de produire des microstructures différentes. La caractérisation des microstructures générées est essentielle à la compréhension du comportement mécanique des composites oxydes.

II.1.1. Morphologie macroscopique des nuances

L'architecture fibreuse de chacune des nuances est constituée de plis 2D avec un tissage en satin de 8. Le tissage est obtenu via le regroupement de 400 fibres sous forme de fil (tissage DF11 [3M 2016]). Le volume élémentaire représentatif (VER) de ce tissage est de 7,2 mm par 7,2 mm multiplié par l'épaisseur du matériau. Les plis 2D sont empilés avec l'axe des fibres dans la même direction afin d'obtenir des plaques de types $[0/90]_x$ avec x le nombre de plis. Cette valeur varie entre les nuances (Tableau II-1) de sorte à optimiser l'infiltration des structures en matrice. Ce mode d'empilement permet d'obtenir un comportement mécanique principalement dominé par les fibres dans l'axe des fibres et un comportement régi par la matrice et les interfaces fibre-matrice en sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres (cf. I.1.3).

Les caractéristiques des suspensions chargées en poudre sont également optimisée pour chaque procédé afin d'obtenir des structures convenablement remplies. Les poudres utilisées sont principalement constituées d'alumine (tailles de grains supérieures à 100 nm) afin d'éviter un frittage à des températures trop élevées qui dégraderaient les fibres (cf. I.1.1). Les suspensions des nuances A et C sont constituées de poudre d'alumine, l'infiltration de la nuance B s'effectue via une suspension bimodale de poudre aluminosilicate.

A la suite de l'infiltration de la matrice, les structures obtenues sont placées dans une bâche à vide et séchées dans un four afin d'extraire les solvants de l'ébauche. Dans l'optique d'obtenir un procédé de fabrication peu onéreux, le passage en autoclave des structures n'est pas effectué. Les ébauches subissent ensuite une étape de frittage afin d'obtenir la matrice microporeuse. Les rampes de montées, les températures et durées de paliers sont similaires entre les nuances, elles ont néanmoins été légèrement adaptées pour la nuance B du fait de la différence de nature de poudre.

L'ensemble des caractéristiques de fabrication des nuances étudiées est résumé en Tableau I-1.

Tableau II-1 – Caractéristiques des procédés de fabrication des nuances d'étude

Nuances	Nuance A	Nuance B	Nuance C
Tissage des plis 2D	Satin de 8 (DF11)		
Empilement textile	$[0/90]_{4S}$ et $[0/90]_{8S}$	$[0/90]_{6S}$	$[0/90]_7$
Nature de la poudre	Alumine - monomodale	Aluminosilicate - bimodale	Alumine - monomodale
Autoclave	Non		
Dimensions des plaques (mm)	150 (chaîne) * 90	320 (chaîne) * 320	210 (chaîne) * 220
Epaisseur (mm)	1.7 ± 0.1 (8 plis) 3.0 ± 0.1 (16 plis)	2.5 ± 0.1	1.5 ± 0.1

Lors des différentes étapes de fabrication, plusieurs contrôles sont effectués afin de s'assurer de la qualité du matériau obtenu. Les masses des structures sont mesurées : masse des plis secs, masse de suspension infiltrée, masse après séchage et masse après frittage. A la suite du frittage, l'épaisseur de la plaque est mesurée en plusieurs points. Un contrôle de l'homogénéité des plaques est réalisé par

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

thermographie infrarouge, cette technique permet de s'assurer de la répartition globale de la matrice dans la structure [Ben Ramdane 2014]. Seules les plaques présentant des thermographies infrarouges homogènes sont analysées dans le cadre de cette étude. Un usinage conventionnel est réalisé sur les plaques homogènes afin d'extraire les échantillons : éprouvettes de traction macroscopique, éprouvettes de traction in-situ et échantillons de caractérisation morphologique.

La composition volumique des plaques est déterminée à partir des mesures de masse et de porosité (porosimétrie à l'eau). Le taux volumique de fibre T_{vf} est déterminé dans un premier temps (Eq. I-2).

$$T_{vf} = 100 * \frac{\overline{m_{surf}^{pli}} * N_{pli}}{\rho_{N610} * e} \qquad \textit{Eq. II-1}$$

avec
T_{vf} : taux volumique de fibre (%)
$\overline{m_{surf}^{pli}}$: masse surfacique moyenne des plis (g.cm^{-2})
N_{pli}: nombre de plis
ρ_{N610} : masse volumique des fibres Nextel™610 (g.cm^{-3})
e : épaisseur de la plaque (cm)

Le taux de porosité est calculé par porosimétrie à l'eau, basée sur la poussée d'Archimède. Cette méthode permet de déterminer le taux volumique de porosité T_{vp} via plusieurs mesures de masses (Eq. II-2) [Pinot 2015]. L'échantillon est dans un premier temps pesé à l'état sec (m_{sec}), une seconde mesure est réalisée lors de son immersion dans l'eau (m_{imm}). Enfin, une dernière mesure de l'échantillon saturé en eau est effectuée dans l'air (m_{sat}). Des porosités de l'ordre d'une molécule d'eau (> 1 nm) peuvent être détectées via cette méthode. Cette taille de pore est d'ordre inférieur aux poudres utilisées pour l'élaboration de la matrice (> 100 nm), il est ainsi possible de détecter la porosité matricielle via cette mesure. La porosimétrie à l'eau ne permet pas d'accéder à la porosité fermée d'un échantillon, une légère sous-estimation des taux de porosité est induite.

$$T_{vp} = 100 * \frac{m_{sat} - m_{sec}}{m_{sat} - m_{imm}} \qquad \textit{Eq. II-2}$$

avec
T_{vp} : taux volumique de porosité (%)
m_{sec} : masse sèche de l'échantillon (g)
m_{imm} : masse de l'échantillon immergé dans l'eau (g)
m_{sat} : masse de l'échantillon saturé en eau (g)

Les mesures de taux volumiques de fibre et de porosité permettent de déterminer la proportion volumique de matrice T_{vm} présente dans les plaques (Eq. II-3).

$$T_{vm} = 100 - T_{vf} - T_{vp} \qquad \textit{Eq. II-3}$$

avec
T_{vm} : taux volumique de matrice (%)

Les mesures de taux volumiques ont été réalisées sur chacune des plaques étudiées, mais également sur les éprouvettes macroscopiques après usinage. Bien qu'une variabilité entre les plaques d'une même nuance existe, on peut distinguer des taux volumiques de porosités différents entre les nuances (Figure II-1).

La proportion de fibres de la nuance C est légèrement inférieure à celle des deux autres nuances, elle a été ajustée afin d'obtenir une bonne infiltration de la matrice. La nuance A se démarque par son faible remplissage en matrice, la méthode d'infiltration n'est pas optimale pour introduire la matrice dans la structure. A l'inverse, la nuance B offre une bonne infiltration de la matrice avec un réseau fibreux plus dense. Ces différences de proportions de fibres et de matrice entre les nuances induisent une dispersion sur les taux de porosité.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

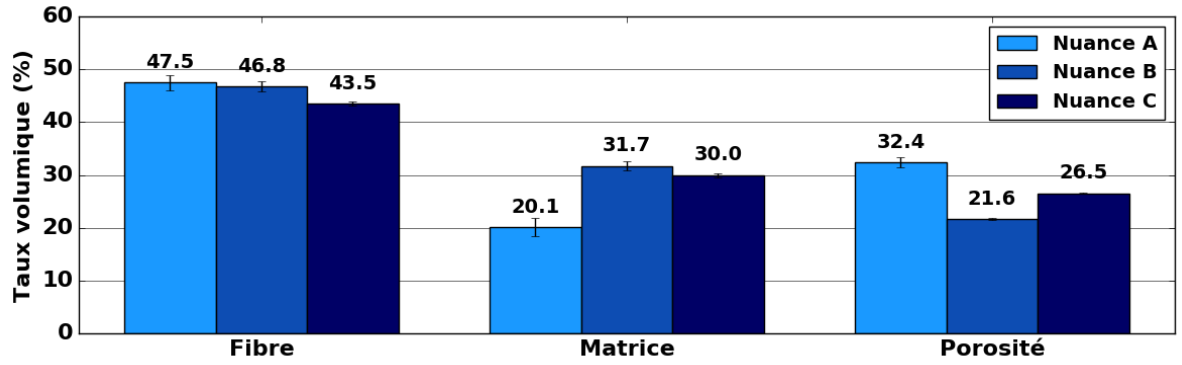

Figure II-1 – Taux volumiques moyens de fibre, matrice et porosité et variabilité inter-plaque pour chaque nuance ; valeurs obtenues via calculs de masse et de porosité (porosimétrie à l'eau)

Les taux de porosités calculés sont relativement élevés (> 20%), néanmoins, la matrice est composée entre 35 et 50% de porosité (cf. I.1.1.2). Une part importante de la porosité calculée est contenue dans la matrice, une estimation du taux volumique de la porosité matricielle peut être réalisée (Eq. II-4).

$$T_{\mu poro} = T_{vm} * \frac{T_{poro}^{matrice}}{1 - T_{poro}^{matrice}} \qquad \textit{Eq. II-4}$$

avec $T_{\mu poro}$: taux volumique de porosité matricielle (%)
T_{vm} : taux volumique de matrice (%)
$T_{poro}^{matrice}$: taux de porosité dans la matrice (généralement entre 0.35 et 0.5, cf. I.1.1.2)

Il est ainsi possible d'estimer la proportion de porosité non matricielle (Eq. II-5) : macroporosités, porosités intra- fil et fissures de retrait.

$$T_{poro}^{*} = T_{vp} - T_{\mu poro} \qquad \textit{Eq. II-5}$$

avec T_{poro}^{*} : taux volumique de porosité non matricielle (%)
T_{vp} : taux volumique de porosité (%)
$T_{\mu poro}$: taux volumique de porosité matricielle (%)

Compte-tenu de l'incertitude sur le taux de porosité dans la matrice et du taux de porosité mesuré par poussée d'Archimède, le taux volumique de porosité matricielle ne peut être interprété que comme un simple indicateur. Si l'on considère un taux de porosité dans la matrice $T_{poro}^{matrice}$ de 40%, on obtient les valeurs suivantes (Tableau II-2).

Tableau II-2 – Estimation des taux de porosité matricielle et non matricielle à partir des valeurs moyennes de taux volumiques de matrice et de porosité mesurées

Nuances	Nuance A	Nuance B	Nuance C
Taux volumique de porosité T_{vp} (%)	32,4	21,6	26,5
Taux volumique de porosité matricielle $T_{\mu poro}$ (%)	13,4	21,1	20
Taux volumique de porosité non-matricielle T_{poro}^{*} (%)	19	0,5	6,5

Les disparités entre les nuances sont exacerbées lorsque l'on se focalise sur les porosités non matricielles, la nuance A est constituée d'une part importante de porosité non matricielle. A l'inverse,

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

la majeure partie de la porosité de la nuance B est contenue dans la matrice. La nuance C est constituée d'une part modérée de porosité non-matricielle.

L'étude de la morphologie à l'échelle macroscopique permet de mettre en évidence des disparités entre les différentes nuances, notamment en termes de porosité. Il est cependant nécessaire de s'intéresser plus finement à la distribution de la porosité dans chacune des microstructures.

II.1.2. Morphologie microscopique des nuances

La répartition des hétérogénéités présentes dans le matériau est examinée via deux méthodes : la porosimétrie à intrusion de mercure et la µ-tomographie par rayons-X. L'objectif est de dissocier puis quantifier les hétérogénéités présentes dans les nuances d'étude : macroporosités, porosités intra-fil, fissures de retrait et microporosités.

II.1.2.1. Analyses par porosimétrie à intrusion de mercure

La porosimétrie à intrusion de mercure est une méthode destructive permettant de déterminer la répartition des pores contenus dans un échantillon. Cette méthode se base sur l'infiltration progressive de mercure dans l'échantillon placé dans une cuve. La taille de pores accessible par le mercure est dépendante de la pression appliquée dans la cuve. L'évolution du volume de mercure introduit dans l'échantillon en fonction de la pression appliquée permet de déterminer la distribution de la taille des pores allant d'une dizaine de nanomètres à plusieurs centaines de micromètres [Washburn 1921, Saleh 2009]. La détermination du diamètre des pores se base sur l'approximation de pores cylindriques (Eq. II-6).

$$P = -\frac{2 * \tau_{Hg} * \cos\theta}{r_p} \qquad \textit{Eq. II-6}$$

avec
P : pression appliquée dans la cuve (Pa)
τ_{Hg} : tension superficielle du mercure (0,485 N.m^{-1} à 298 K)
θ : angle de contact entre le mercure et l'échantillon (fixé à 130°)
r_p : rayon équivalent des pores (en m)

La méthode de porosimétrie à intrusion de mercure a été appliquée sur chaque nuance de matériau. Des échantillons de 15 mm *13 mm (environ 4 VER textile) ont été découpés. Les mesures ont été effectuées sur deux échantillons par nuance. Les distributions de pores moyennes de chaque nuance sont présentées en Figure II-2. Les valeurs sont obtenues en termes de volume relatif incrémental qui correspond au ratio entre le volume introduit à l'incrément de pression et le volume géométrique de l'échantillon. Les valeurs de tailles de pores sont données à titre indicatif compte-tenu de la forme des porosités présentes dans les composites oxydes qui peuvent s'éloigner de l'approximation cylindrique de la formule donnée en Eq. II-6.

Les distributions observées font apparaître différentes populations de porosités que l'on peut regrouper en trois catégories : les microporosités inférieures à 300 nm, les mésoporosités entre 300 nm et 20 µm et les macroporosités supérieures à 20 µm (Figure II-2). Si l'on compare ces catégories de porosités aux hétérogénéités générées lors de la mise en forme de CMC oxydes (cf. I.1.2.1), on a les correspondances suivantes [Ben Ramdane 2014] :

- la porosité matricielle correspond à la microporosité,
- la porosité intra-fil et les fissures de retrait correspondent aux mésoporosités,
- la porosité inter-fils correspond aux macroporosités.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

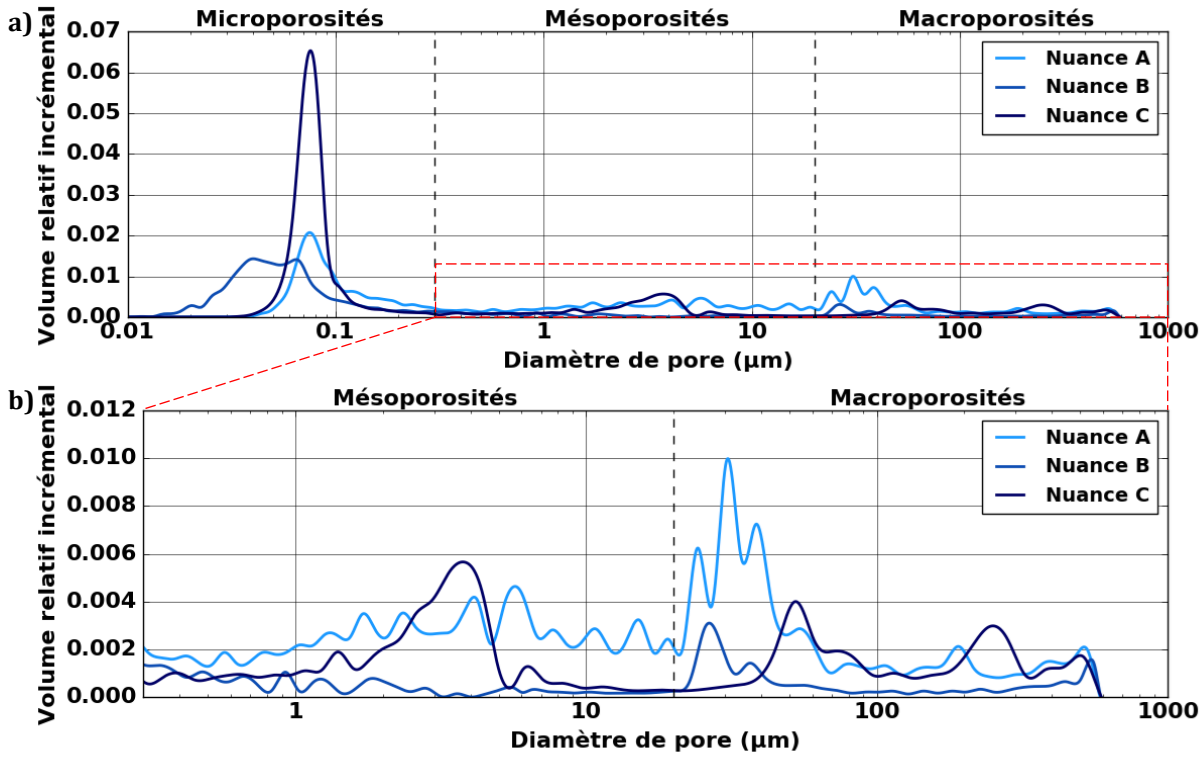

Figure II-2 – Répartition des diamètres de pores obtenus par porosimétrie à intrusion de mercure ; a) Répartition de l'ensemble des porosités ; b) Répartition des porosités non matricielles

Les taux de porosités obtenus par porosimétrie à intrusion de mercure sont cohérents par rapport à ceux obtenus par poussée d'Archimède (Tableau II-2). On observe que la majeure partie de la porosité est contenue dans la matrice (Figure II-2). La taille moyenne des microporosités est similaire entre les nuances A et C qui possède des matrices provenant du frittage de poudres identiques. La microporosité de la nuance B se caractérise par la présence de deux populations de taille de pores. Ce constat est dû à l'utilisation d'une poudre bimodale d'aluminosilicate avec deux tailles de grains.

Les distributions des porosités non matricielles montrent des tendances similaires aux estimations effectuées à partir des études macroscopiques (cf. II.1.1). La nuance A est caractérisée par de nombreuses mésoporosités et macroporosités qui témoignent d'une difficulté d'infiltration de la matrice dans la structure. A l'inverse, la nuance B possède de faibles taux volumiques de porosité non matricielles, la nuance C possède des valeurs intermédiaires de taux de mésoporosités et de macroporosités.

Tableau II-3 – Taux volumiques obtenus en porosimétrie à infiltration de mercure

Nuances	Nuance A	Nuance B	Nuance C
Taux volumique de porosité T_{vp} (%)	30,6	20,1	27,9
Taux volumique de microporosité (%)	14,1	16,9	20,2
Taux volumique de mésoporosité (%)	9,4	1,3	4,6
Taux volumique de macroporosité (%)	7,1	1,8	3,1

On note cependant un taux de microporosité plus faible pour la nuance B avec cette méthode porosimétrique par rapport aux valeurs obtenues en porosimétrie par poussée d'Archimède. Bien que

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

plus globale, la valeur obtenue en poussée d'Archimède se base sur un taux de microporosité théorique $T_{poro}^{matrice}$ de 40%, les valeurs obtenues en porosimétrie mercure sont donc privilégiées.

II.1.2.2. Analyses µ-tomographiques

En complément des analyses porosimétriques présentées ci-dessus, des échantillons de chaque nuance ont été observés via µ-tomographie par rayons-X de laboratoire. Cette technique permet de visualiser la microstructure en 3D à des échelles de l'ordre du micromètre (cf. I.3.1.1). L'étude a été réalisée à l'aide d'un µ-tomographe *Phoenix v-tome-x* de General Electric. Un compromis entre représentativité des échantillons et résolution des tomographies est nécessaire. Il a été choisi d'analyser des échantillons de dimensions correspondant à 1 VER textile (7,2 mm * 7,2 mm * épaisseur) à une résolution de 5 µm. Cette taille de voxel permet la visualisation des macroporosités ainsi qu'une bonne partie des mésoporosités (Figure II-2), les microporosités ne sont pas détectables à cette résolution. Cette étude a été réalisée sur un échantillon de chaque nuance provenant des mêmes plaques que celles analysées en porosimétrie à infiltration de mercure. Elle a pour but d'établir des tendances quant à la répartition des hétérogénéités pour chaque procédé. Ces répartitions peuvent varier entre plusieurs plaques, mais également au sein d'une même plaque.

Des traitements d'images sont réalisés sur les reconstructions tomographiques afin de pouvoir discerner les hétérogénéités présentes dans les composites oxydes : macroporosités, fissures de retrait et porosités intra-fil. Un protocole a été mis en place afin d'uniformiser les traitements d'images et ainsi pouvoir comparer les différentes nuances. Ce protocole est appliqué sur un volume aux dimensions inférieures à celles de l'échantillon afin de s'affranchir des effets de bord des images. Le volume analysé est de dimension fixe – 5 mm * 5 mm * 1,25 mm – qui correspond à la moitié d'un VER textile. Bien que les épaisseurs des échantillons varient entre les nuances, une épaisseur correspondant environ à 6 plis est prise pour les analyses tomographiques, toujours dans une démarche de comparaison.

Le protocole mis en place est appliqué sur des images 3D encodées en 8 bits, il a été réalisé avec l'aide du logiciel ImageJ et d'outils de traitements d'images tridimensionnelles [Iannuccelli 2010, Ollion 2013]. Le protocole est composé en 4 étapes principales, détection des porosités par seuillage, localisation des macroporosités par détection de contours, isolement des porosités intra-fil par filtre gaussien et détermination des fissures de retrait par superposition d'images. Toutes les étapes du protocole sont détaillées en Annexe 1. A la suite des post-traitements, trois images 3D correspondant aux trois catégories d'hétérogénéités détectables par tomographie sont obtenues (visualisation 2D en Figure II-3, 4 et 5). Les résultats sont obtenus pour les trois nuances de matériau.

Une quantification des taux volumiques d'hétérogénéités est réalisée (Tableau II-4), les valeurs présentées servent uniquement de comparaison entre les nuances compte-tenu des faibles volumes analysés. Une barre d'erreur est déterminée à la suite du protocole de post-traitement. De plus, les tailles des fissures de retrait et des porosités intra-fil étant proches de la résolution des images 3D, les valeurs obtenues peuvent être sous-estimées.

Tableau II-4 – Estimation des taux volumiques des hétérogénéités par traitements d'images tomographiques

Nuances	Nuance A	Nuance B	Nuance C
Taux volumique de porosité (%)	11,7 ± 1,0	2,7 ± 0,3	3,5 ± 0,6
Taux volumique de macroporosités (%)	8,2 ± 0,7	1,8 ± 0,3	0,3 ± 0,1
Taux volumique de porosités intra-fil (%)	3,5 ± 1,2	0,3 ± 0,2	2,2 ± 1,0
Taux volumique de fissures de retrait (%)	< 0,1	0,6 ± 0,4	1,0 ± 0,6

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

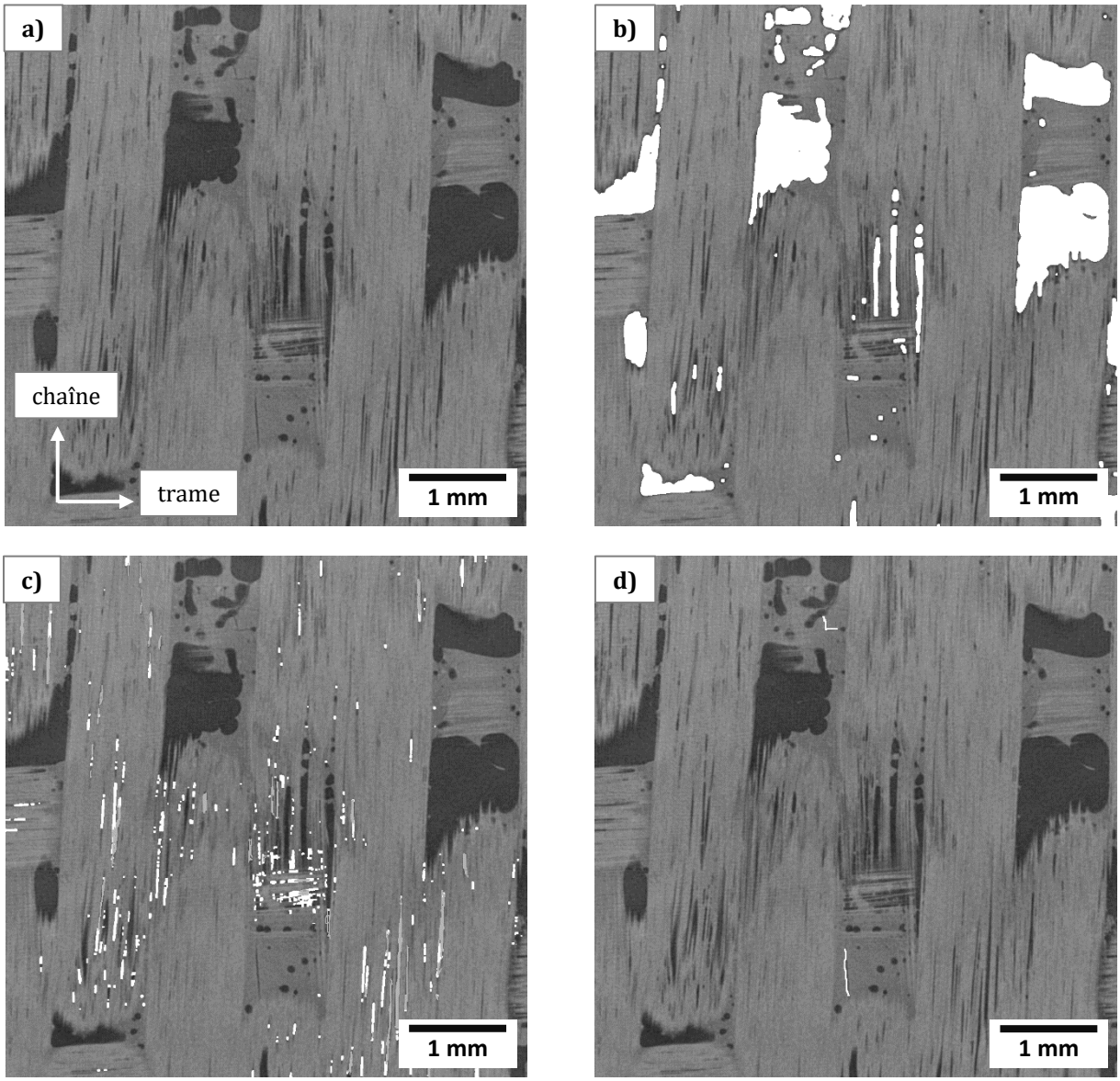

Figure II-3 – Visualisation des différentes catégories d'hétérogénéités (en blanc) suite à l'application du protocole d'analyse tomographique mis en place, reconstruction tomographique 2D en vue de dessus d'un échantillon de la nuance A ; a) Image initiale, b) Visualisation des macroporosités, c) Visualisation des porosités intra-fil, d) Visualisation des fissures de retrait

En ce qui concerne les macroporosités, on observe de fortes disparités entre les trois nuances de matériaux. L'analyse de la forme des macropores permet de quantifier ces différences entre les nuances (Tableau II-5). Le volume médian est calculé via le nombre de voxel compris dans chaque macroporosité. La sphéricité Ψ d'une porosité est déterminée via son volume et sa surface (Eq. II-7), ce critère est défini entre 0 et 1, la valeur maximale caractérisant une sphère parfaite.

$$\Psi = \frac{\sqrt[3]{\pi} * \left(6V_p\right)^{\frac{2}{3}}}{S_p} \qquad \textit{Eq. II-7}$$

avec Ψ : sphéricité de la porosité
V_p : volume de la porosité (en µm^3)
S_p : surface de la porosité (en µm^2)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

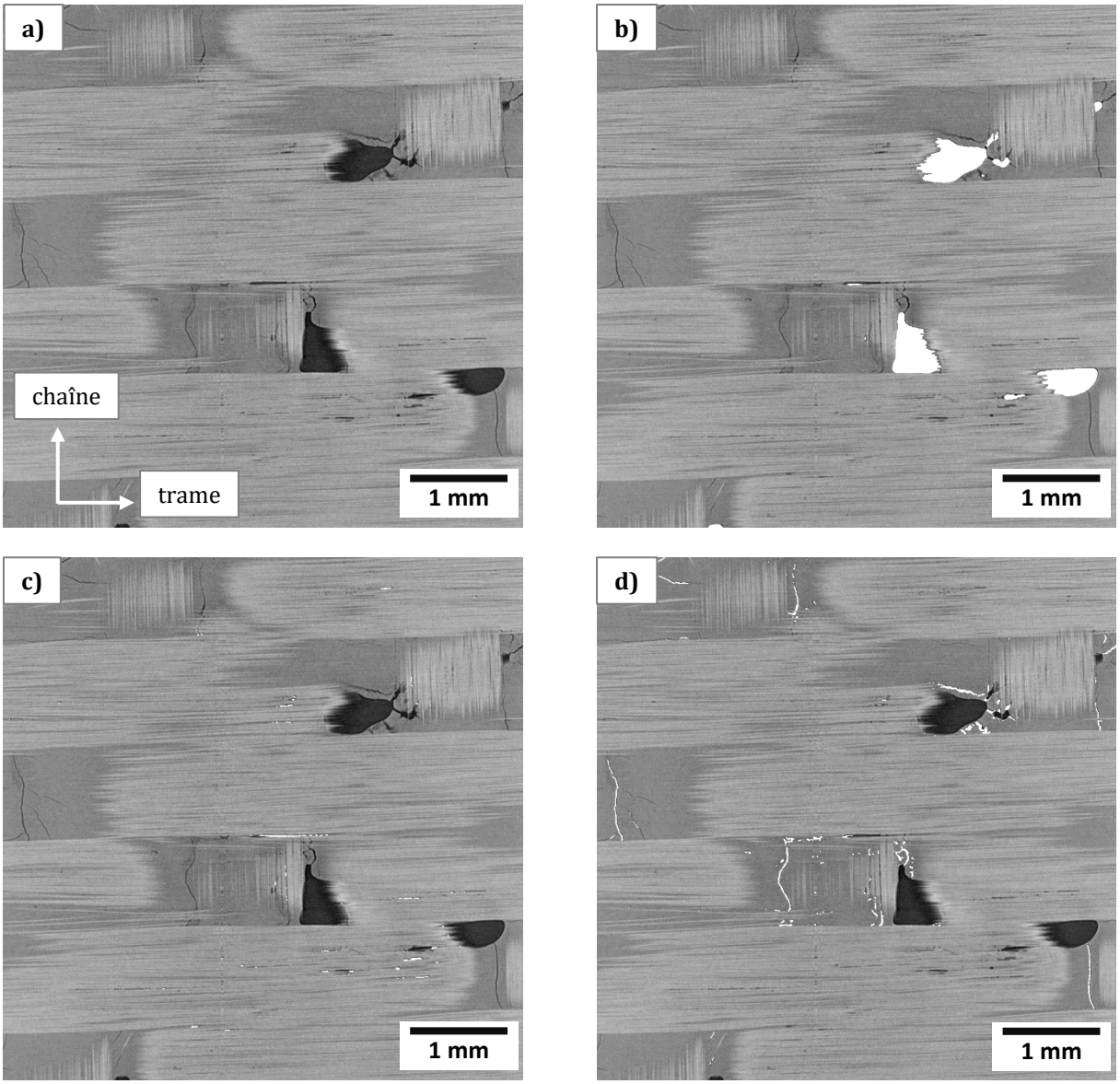

Figure II-4 – Visualisation des différentes catégories d'hétérogénéités (en blanc), reconstruction tomographique 2D en vue de dessus d'un échantillon de la nuance B ; a) Image initiale, b) Visualisation des macroporosités, c) Visualisation des porosités intra-fil, d) Visualisation des fissures de retrait

L'aplatissement f de chaque macroporosité est calculé en faisant l'approximation d'une porosité de forme ellipsoïde définie par trois demi-axes a, b et c ; a étant le plus grand demi-axe et c le plus petit demi-axe (Eq. II-8). Ce critère est défini entre 0 et 1, un ellipsoïde aplati va se caractériser par une valeur se rapprochant de 1.

$$f = 1 - \frac{2 * c}{a + b} \qquad \textit{Eq. II-8}$$

avec f : aplatissement d'un ellipsoïde
a : premier demi-axe
b : deuxième demi-axe
c : troisième demi-axe

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

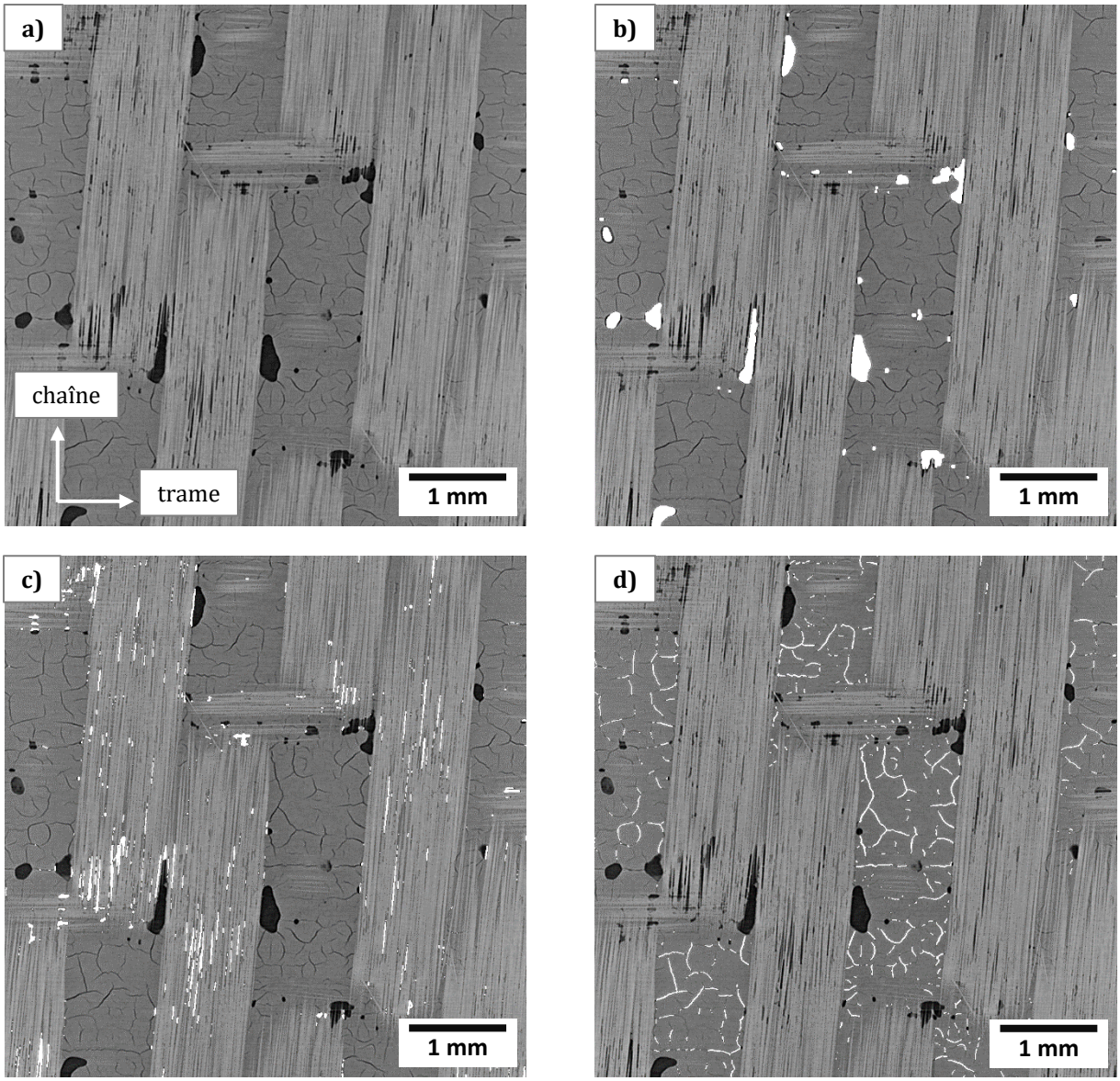

Figure II-5 – Visualisation des différentes catégories d'hétérogénéités (en blanc), reconstruction tomographique 2D en vue de dessus d'un échantillon de la nuance C ; a) Image initiale, b) Visualisation des macroporosités, c) Visualisation des porosités intra-fil, d) Visualisation des fissures de retrait

Compte-tenu des disparités entre les porosités, les valeurs médianes des caractéristiques sont présentées. Seules les porosités qui ne sont pas en contact avec les bords de l'image sont analysées.

Tableau II-5 – Caractéristiques morphologiques des macroporosités détectées par traitements d'images 3D

Nuances	Nuance A	Nuance B	Nuance C
Nombre de porosités	987	391	679
Volume médian (µm³)	31 000	35 600	19 100
Sphéricité médiane Ψ	0,814	0,772	0,850
Aplatissement ellipsoïde médian f	0,676	0,662	0,601

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

La nuance A se caractérise par un nombre important de macroporosités de grandes tailles, des macropores du même ordre de grandeur sont observés sur la nuance B mais en quantité plus faible. La nuance C se caractérise quant à lui par des macropores de plus faibles dimensions (Tableau II-5). Ces résultats sont concordants avec les analyses en porosimétrie à intrusion de mercure pour les nuances A et B (Figure II-2). Ils diffèrent cependant pour la nuance C, un nombre plus important de macroporosités est détecté par porosimétrie à intrusion de mercure (Tableau II-3).

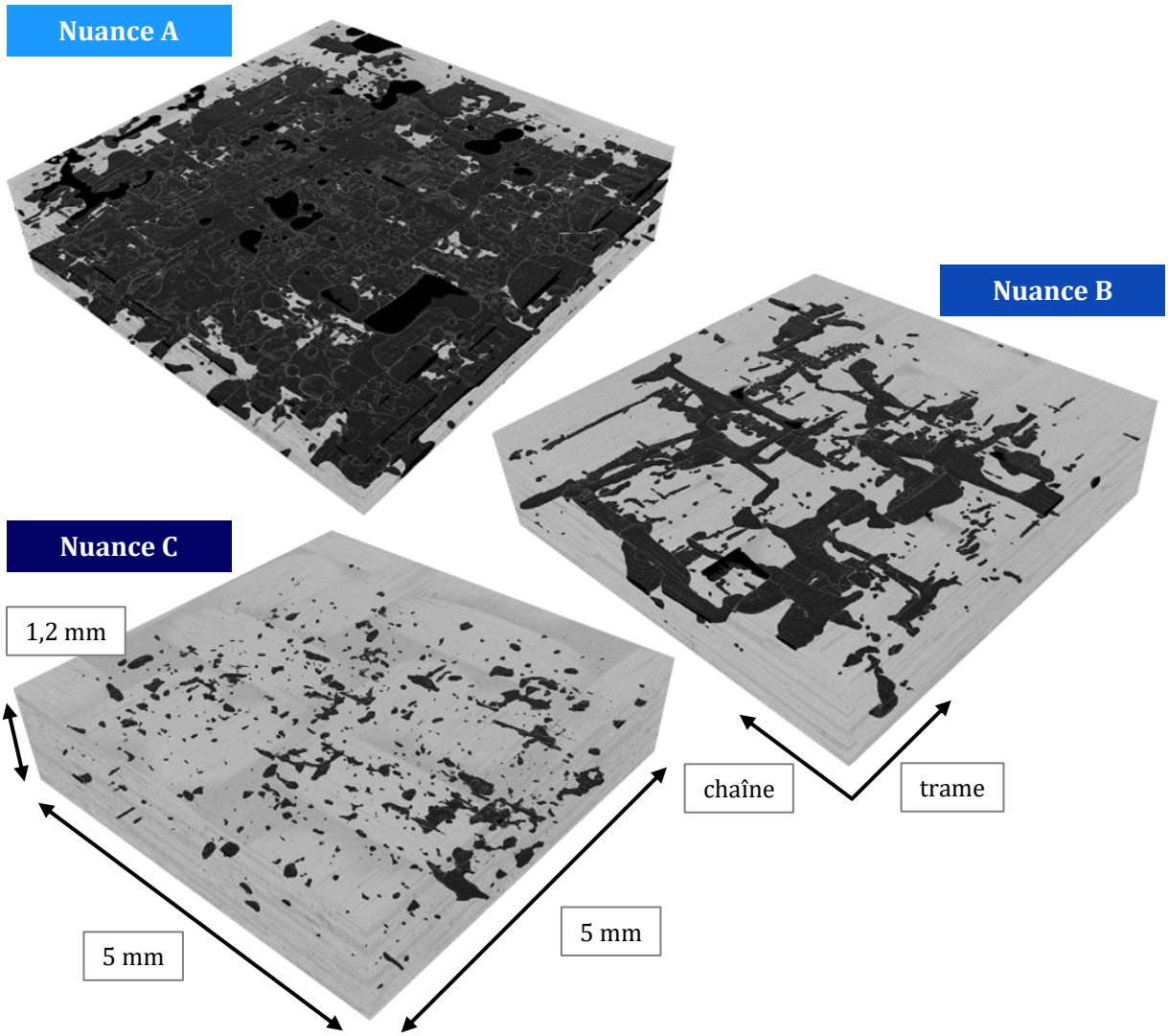

Figure II-6 – Visualisation en 3D de la répartition des macroporosités pour les trois nuances étudiées

En ce qui concerne la forme des macroporosités (Figure II-6), la nuance C se différencie des deux autres nuances avec des pores présentant une sphéricité plus importante et des formes moins aplaties (Tableau II-5). Il a été remarqué que le demi-axe le plus petit de la plupart des macropores se trouve dans l'épaisseur, les macropores sont aplatis dans l'épaisseur. Ceci correspond à des macroporosités résultant d'un enfermement de poches gazeuses entre les plis. La forme des macroporosités est donc dépendante de l'espace entre les plis : plus un macropore est grand, plus il va être aplati.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

La différence de microstructure entre les nuances se distingue également au niveau des porosités contenues à l'intérieur des fils (Figure II-7). La nuance B ne comporte que peu de porosités intra-fil alors que les nuances A et C en présentent une quantité élevée. Ces porosités ont des tailles de l'ordre des fibres, soit quelques micromètres. Les résultats sont concordants avec les analyses en porosimétrie à intrusion de mercure où seules les nuances A et C sont constituées de mésoporosités en quantité importante (Figure II-2). La meilleure infiltration de la matrice à l'intérieur des fils pour la nuance B peut provenir de la nature de la matrice, différente pour cette nuance. En plus de l'ajout de dopants (cf. I.1.2.1), la poudre aluminosilicate bimodale utilisée présente des grains de taille inférieure à ceux de la poudre alumine des nuances A et C (cf. II.1.2.1). Ces grains de taille inférieure peuvent ainsi s'insérer plus facilement entre les fibres d'un même fil et ainsi combler les porosités intra-fil.

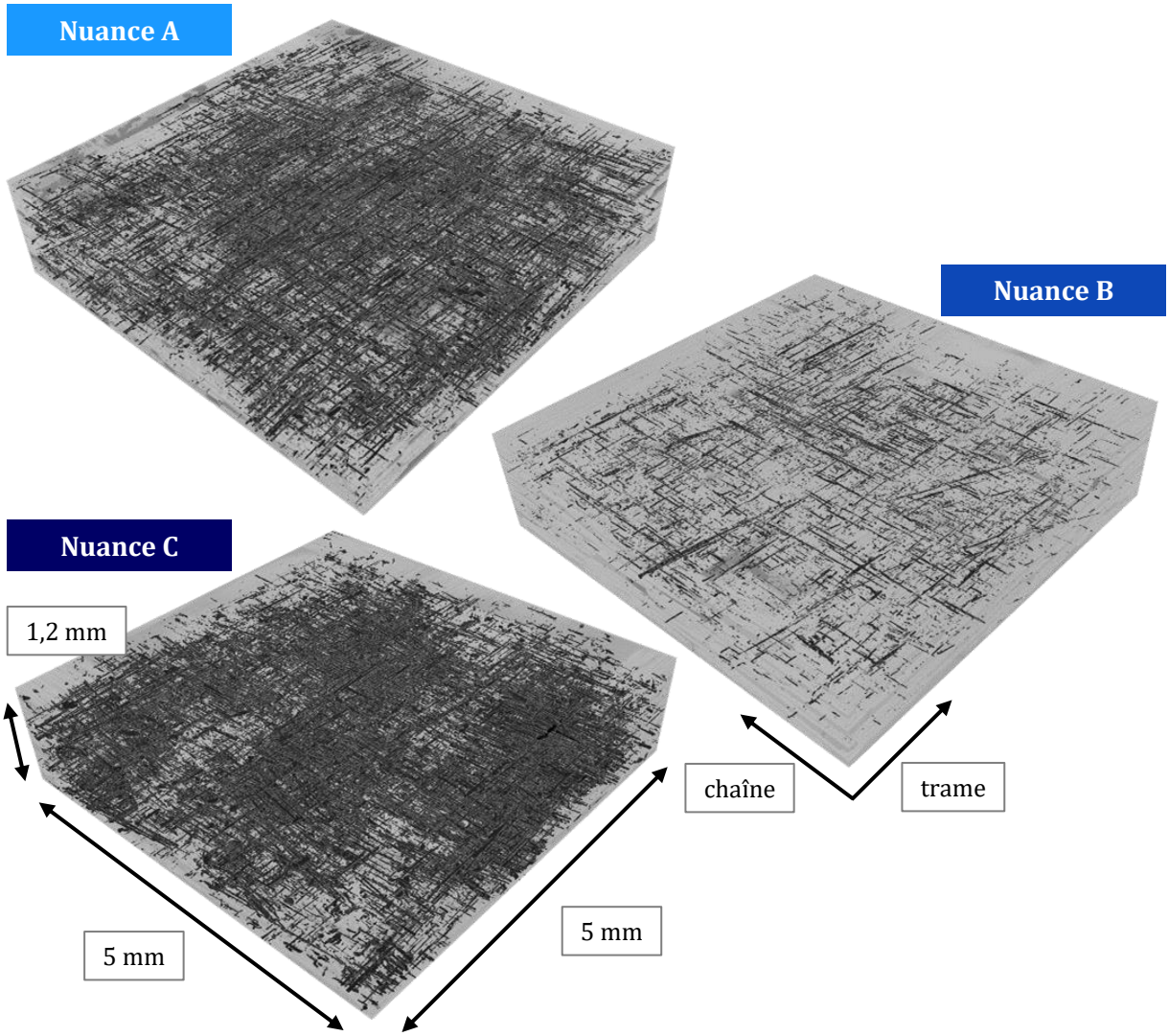

Figure II-7 – Visualisation en 3D de la répartition des porosités intra-fil pour les trois nuances étudiées

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Des variations sont observées entre les réseaux de fissures de retrait présents dans chaque échantillon étudiés en µ-tomographie (Figure II-8). Peu de fissures sont observées pour la nuance A, ce résultat est la conséquence de la proportion relativement faible de matrice infiltrée dans cette nuance (Figure II-1). La forte présence de macroporosités dans cette nuance atténue les contraintes résiduelles générées dans la matrice (et donc sa fissuration) lors des étapes de séchage et de frittage. La nuance C présente le réseau de fissures le plus dense qui peut s'expliquer par la faible présence en macropore constatée pour cet échantillon (Figure II-6).

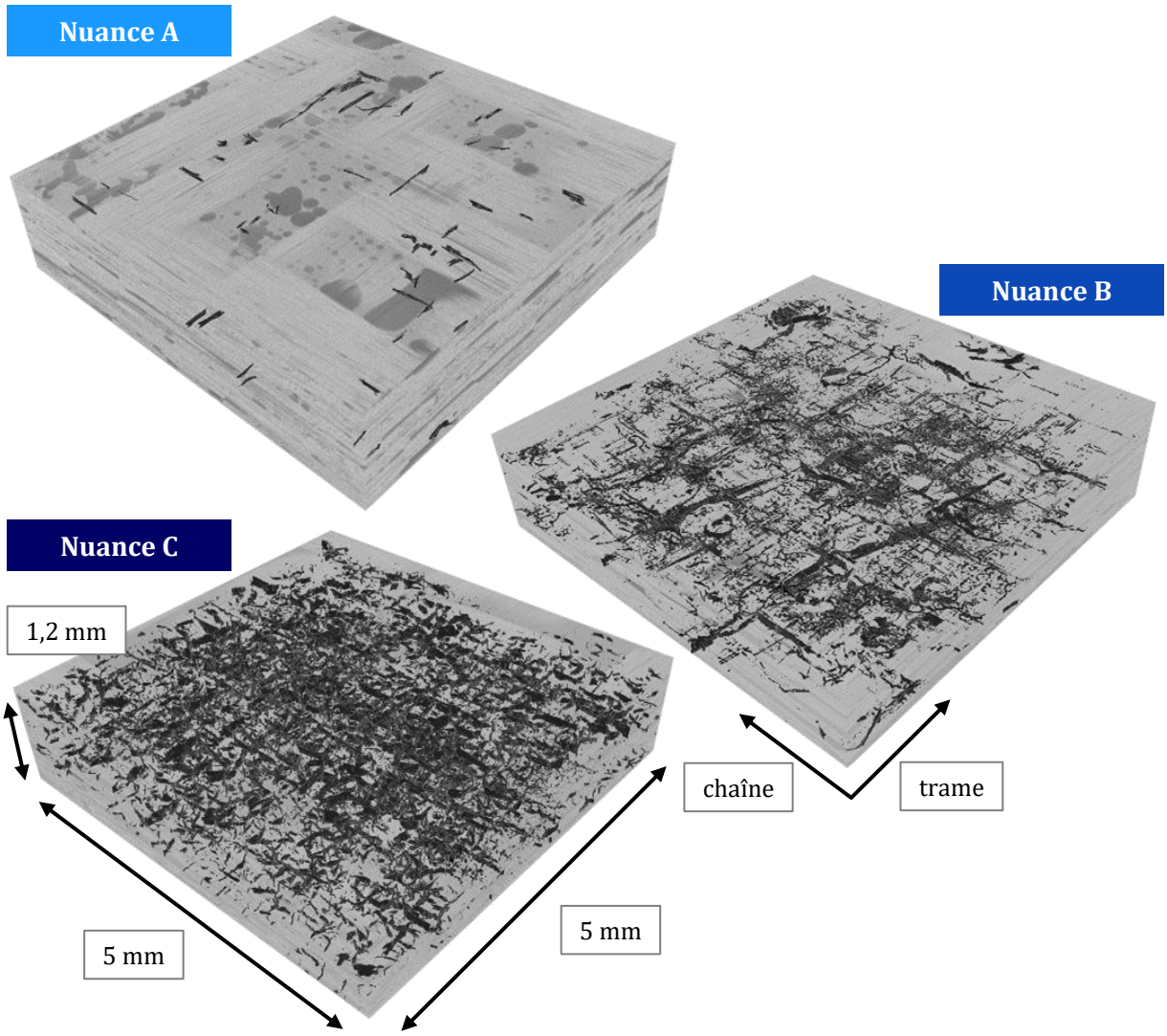

Figure II-8 – Visualisation en 3D de la répartition des fissures de retrait pour les trois nuances étudiées

II.1.3. Représentation des microstructures

Bien que des variations de microstructures puissent exister au sein d'une même nuance, les analyses de caractérisation morphologiques, notamment en µ-tomographie, ont permis d'établir les microstructures caractéristiques de chaque nuance. Ces microstructures, schématisées en Figure II-9 servent à la compréhension des endommagements dans la suite du manuscrit.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

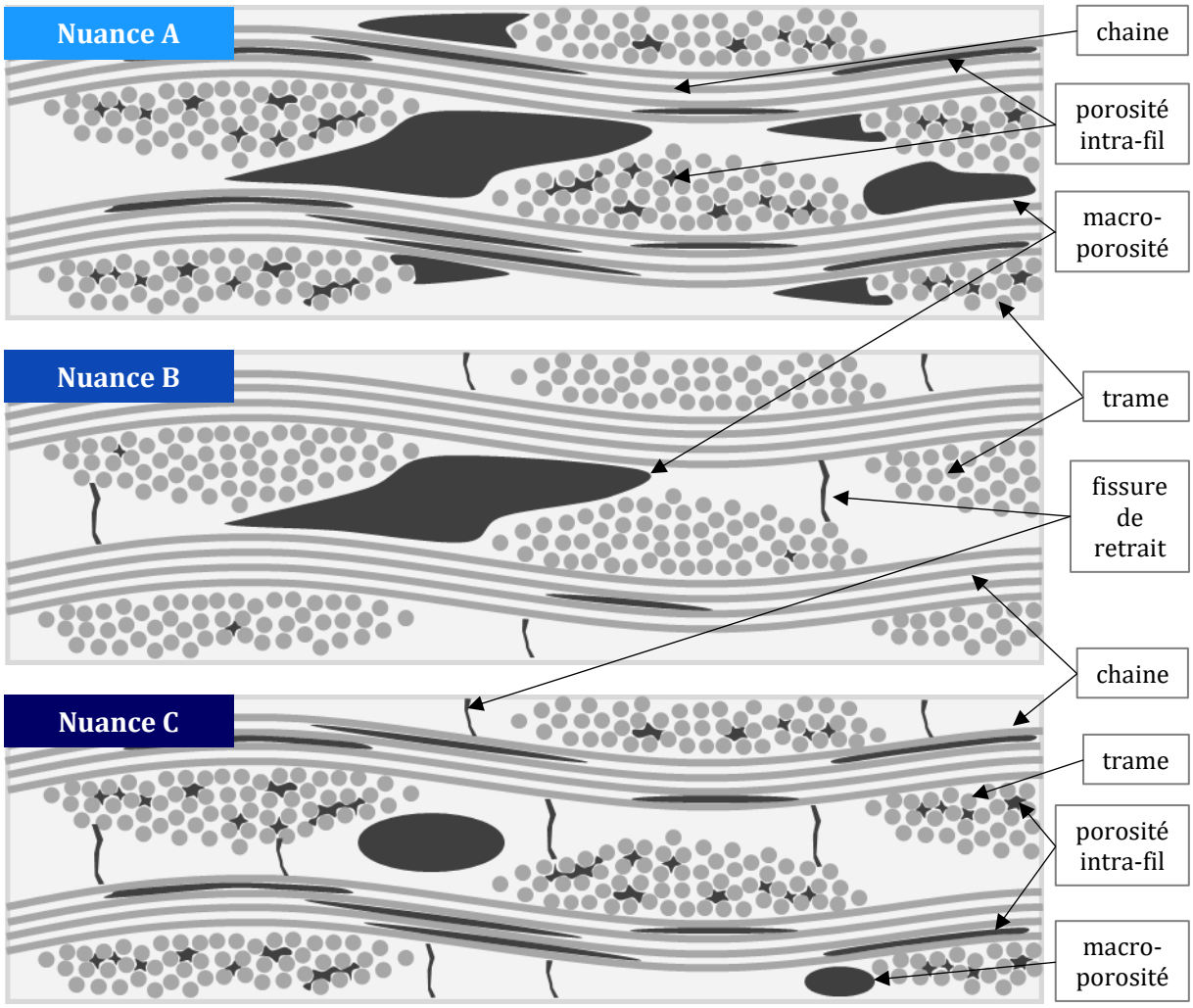

Figure II-9 – Représentation schématique de la microstructure de chaque nuance

II.2. Essais mécaniques

Des essais de traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres ont été réalisés sur chaque nuance à température ambiante. Compte-tenu du faible embuvage du tissage et de l'iso-proportion des fils de chaîne et de trame, les tractions dans l'axe des fibres sont effectuées uniquement dans le sens des fils de chaîne. Ces essais sont réalisés à trois échelles caractéristiques du matériau : échelle macroscopique (traction sur éprouvettes massives), échelle mésoscopique (traction in-situ sous synchrotron) et échelle microscopique (traction in-situ sous MEB). Chaque essai est suivi par émission acoustique pour avoir une information sur le niveau d'endommagement.

II.2.1. Présentation des éprouvettes

Les dimensions des éprouvettes de traction varient en fonction de l'échelle d'analyse et du moyen d'observation (Figure II-10). Les éprouvettes macroscopiques se caractérisent par une partie utile ayant des dimensions supérieures au VER textile. Les éprouvettes macroscopiques avec visualisation microscopique sont des barreaux afin de pouvoir facilement observer la tranche. Les éprouvettes in-situ possèdent des dimensions plus petites afin de pouvoir être insérées dans des systèmes d'acquisition microscopique (MEB et synchrotron). Les parties utiles de ces éprouvettes sont inférieures au VER textile avec des largeurs de zone utile de 4 mm pour les éprouvettes in-situ sous synchrotron et de 2 mm pour les éprouvettes in-situ sous MEB. Des calculs par éléments finis ont été réalisés afin de s'assurer de la concentration des contraintes dans les parties utiles des éprouvettes in-situ.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

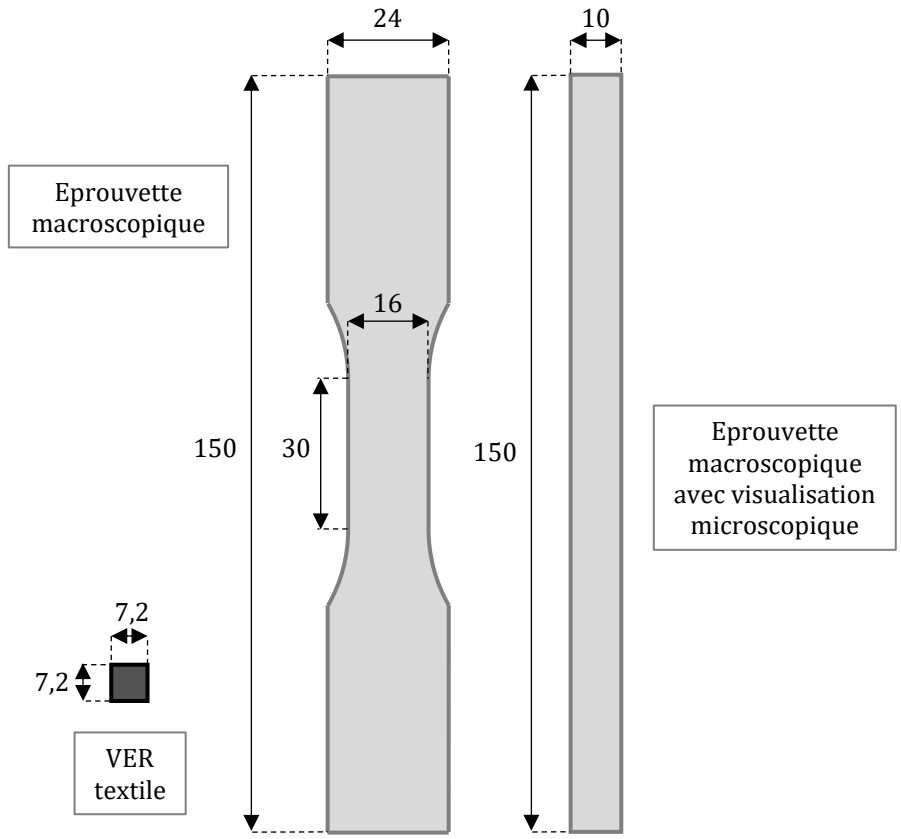

Figure II-10 – Dimensions en millimètres des éprouvettes macroscopiques utilisées au cours de cette étude (échelle 2:3), les épaisseurs sont données dans le Tableau II-1

Les épaisseurs (Tableau II-1) des éprouvettes sont déterminées à l'aide d'un palmer. Pour les éprouvettes macroscopiques, une moyenne sur trois mesures en partie utile est effectuée. Pour les éprouvettes in-situ, seule une mesure est effectuée compte tenu des faibles dimensions de la partie utile.

II.2.2. Essais de caractérisation mécanique

Ces essais ont pour but de déterminer les propriétés mécaniques des nuances d'études et d'avoir des informations sur le niveau d'endommagement à une échelle représentative du matériau. Un protocole a été mis en place pour la plupart des essais macroscopiques, en traction monotone et cyclée. Le protocole a été adapté afin de suivre l'endommagement des éprouvettes par microscopie, mais également pour déterminer les propriétés mécaniques d'éprouvettes in-situ.

II.2.2.1. Configuration standard

Un protocole standard de réalisation des essais macroscopiques a été mis en place. Il permet de s'assurer de la répétabilité des résultats, tant sur les propriétés mécaniques que sur l'activité acoustique.

Les essais de traction monotone et cyclée sont réalisés en grande partie sur une machine de traction hydraulique MTS 810 du laboratoire MATEIS (Figure II-12). La cellule de force utilisée pour ces essais est de 100 kN avec une amplification à 25 kN. Le pilotage des essais est effectué en déplacement imposé. Ce choix est justifié par le comportement fortement endommageable en fin d'essai des composites oxydes, notamment en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres (cf. I.1.3.2). La vitesse de déplacement du vérin choisie est très faible (0,05 $mm.min^{-1}$) compte-tenu des faibles déformations à rupture (inférieure à 1%). Dans le cas des essais de traction cyclée, des niveaux de déplacement croissants sont obtenus à chaque cycle. Les incréments de déplacement sont déterminés en fonction des propriétés mécaniques obtenues lors des tractions monotones sur des éprouvettes provenant de plaques identiques. L'objectif étant d'obtenir entre 4 et 10 cycles de décharge-recharge –avant la rupture finale. Les montées en charge sont donc réalisées en déplacement imposée à 0,05 $mm.min^{-1}$, les décharges sont

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

effectuées en force imposée : -3000 N.min^{-1} en traction dans l'axe des fibres et -1200 N.min^{-1} en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. La fin des décharges s'effectue à 20N afin d'éviter le passage en compression des éprouvettes.

Plusieurs propriétés mécaniques sont déterminées à la suite des essais cyclés. Le module élastique sécant E_{sec}, la déformation résiduelle ε_{res} et le frottement intérieur sont déterminés à partir des cycles de décharge-recharge (Figure II-11). Le frottement intérieur $\Delta W/W$ (Eq. II-9) correspond au ratio entre l'énergie dissipée au cours d'un cycle (Figure II-11 – zone bleue) et l'énergie élastique stockée au cours d'un cycle (Figure II-11 – zone jaune). Le frottement intérieur permet de caractériser la quantité d'énergie liée aux frottements générés lors des cycles de décharge-recharge [Reynaud 1998]. La déformation résiduelle sera déterminée en faisant le ratio entre la déformation résiduelle ε_{res} et la déformation maximale ε_{max} atteinte lors d'un cycle (Eq. II-10).

$$\left(\frac{\Delta W}{W}\right)_N = \frac{\int \sigma^N_{recharge} d\varepsilon - \int \sigma^N_{décharge} d\varepsilon}{\frac{1}{2} E_{sec} * \left(\varepsilon^N_{max} - \varepsilon^N_{rés}\right)^2} \qquad \textit{Eq. II-9}$$

avec
- $\left(\frac{\Delta W}{W}\right)_N$: frottement intérieur lors du cycle N
- $\sigma^N_{recharge}$: contrainte lors de la recharge du cycle N
- $\sigma^N_{décharge}$: contrainte lors de la décharge du cycle N
- E_{sec} : module élastique sécant
- $\varepsilon_{rés}$: déformation résiduelle du cycle N
- ε_{max}: déformation maximale atteinte lors du cycle N

Le module élastique sécant théorique E^{th}_{sec} est également déterminé à partir des courbes de traction monotone, il peut être mesuré tout au long des essais de traction monotone. Ce module est calculé en faisant l'hypothèse d'une déformation résiduelle nulle (Figure II-11). Les essais cyclés permettront d'évaluer la pertinence de cette hypothèse. Ce module est notamment utilisé lors des essais de traction dans l'axe des fibres compte-tenu du comportement fortement linéaire (cf. I.1.3.1). Il est déterminé à partir de 0,01% de déformation afin de s'affranchir du bruit sur la mesure présent en début d'essai. Les modules élastiques sont calculés sur chaque point des courbes contrainte-déformation. La valeur de module au point de mesure M est déterminée en moyennant sur 20 points, allant de M-10 à M+10. Les modules élastiques d'Young E_0 sont déterminés entre 0 et 0,01% de déformation, en faisant l'hypothèse que le comportement des éprouvettes est linéaire durant cette plage de déformation.

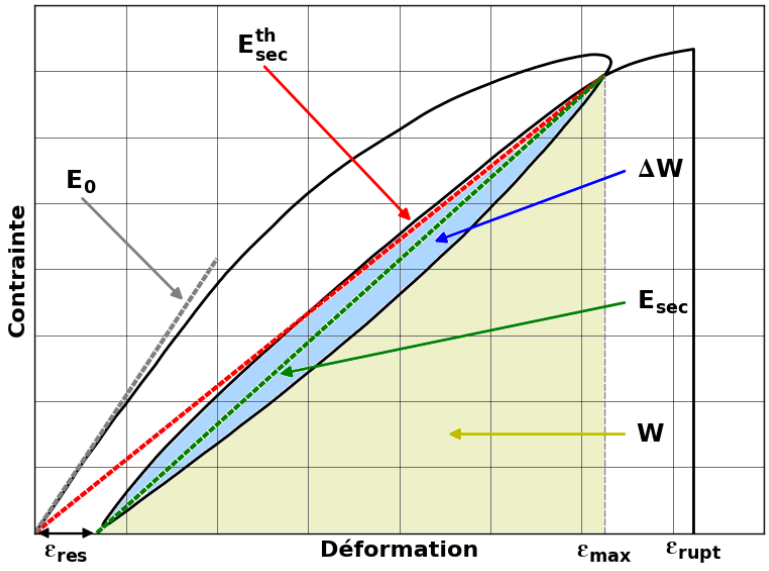

Figure II-11 – Propriétés mécaniques déterminées à partir des courbes contrainte-déformation

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

$$\overline{\varepsilon_{rés}} = \frac{\varepsilon_{rés}}{\varepsilon_{max}} \qquad \textit{Eq. II-10}$$

avec $\overline{\varepsilon_{rés}}$: déformation résiduelle relative du cycle i
$\varepsilon_{rés}$: déformation résiduelle du cycle i
ε_{max}: déformation maximale atteinte lors du cycle i

Le serrage des éprouvettes est réalisé avec des mors hydrauliques auto-serrant qui garantissent un bon alignement des éprouvettes avec l'axe de sollicitation. La prise dans les mors s'effectue sans talon. Des mâchoires à faible rugosité sont utilisées pour obtenir un serrage uniforme (Figure II-12). La pression de serrage des éprouvettes est adaptée en fonction des nuances sollicitées afin de ne pas pré-endommager les éprouvettes. Les nuances B et C sont serrées avec une pression de 4 MPa et la nuance A est serrée à 2,5 MPa. Les essais de traction sont réalisés lorsqu'il n'y a plus d'activité acoustique résultant du serrage dans les mors.

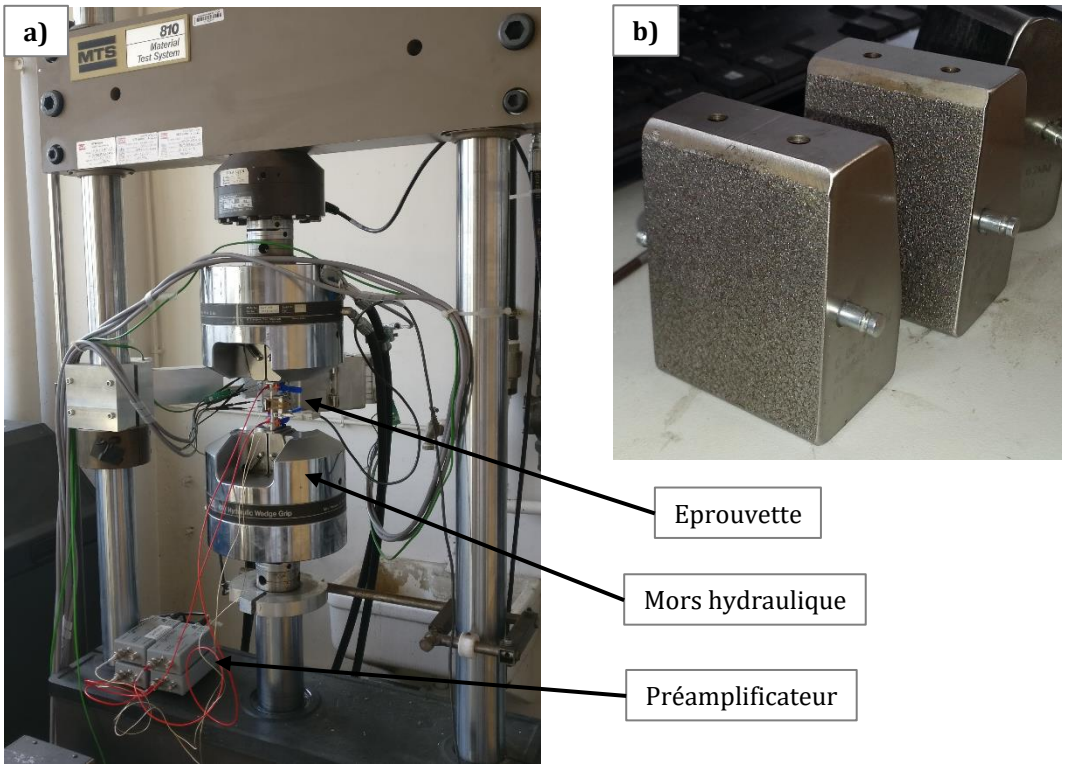

Figure II-12 – a) Machine de traction hydraulique MTS 810 utilisée en condition standard ; b) Mâchoires à faible rugosité

La mesure de déformation est obtenue par un extensomètre à couteaux positionné sur une face de l'éprouvette au niveau de la partie utile. La distance entre les couteaux est de 25 mm. Les couteaux sont fixés à l'éprouvette à l'aide d'une colle cyanoacrylate afin de ne pas avoir de glissement des couteaux pendant les essais.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Le suivi de l'émission acoustique est opéré avec deux jeux de deux capteurs : deux capteurs Nano30 et deux capteurs PicoHF de Mistras. Ces capteurs ont des plages de sensibilité fréquentielle différentes, les capteurs Nano30 ont une bonne sensibilité dans la gamme 150 – 750 kHz (Figure II-13.a), alors que les capteurs PicoHF possèdent une bonne sensibilité dans la gamme 500 – 1850 kHz (Figure II-13.b). Chaque jeu de capteurs est placé sur une face de l'éprouvette (Figure II-14). Les capteurs Nano30 et PicoHF sont distants de 50 mm (à ±25 mm du centre de l'éprouvette) respectivement afin de pouvoir localiser les sources d'émission acoustique dans la partie utile de l'éprouvette. Dans la suite du manuscrit, la numérotation suivante sera utilisée : capteur n°1 en bas et capteur n°2 en haut. De la graisse à vide est utilisée pour le couplage entre les capteurs et le matériau. Les capteurs Nano30 et PicoHF sont maintenus sur l'éprouvette à l'aide de pinces à ressort. Une mesure par AST (*Auto Sensor Test*) est réalisée avant essai. Cette technique permet d'envoyer une onde par un capteur et de la détecter par le second capteur afin de s'assurer de la reproductibilité du couplage des capteurs.

Des préamplificateurs 20H de Mistras sont utilisés, ils ont une bande passante dans la gamme de fréquence 10-1200 kHz au système d'acquisition. Les signaux obtenus sont préamplifiés avec un gain de 40 dB. La numérisation des signaux d'EA est effectuée par deux systèmes d'acquisitions PCI2 de Mistras, un pour chaque type de capteur.

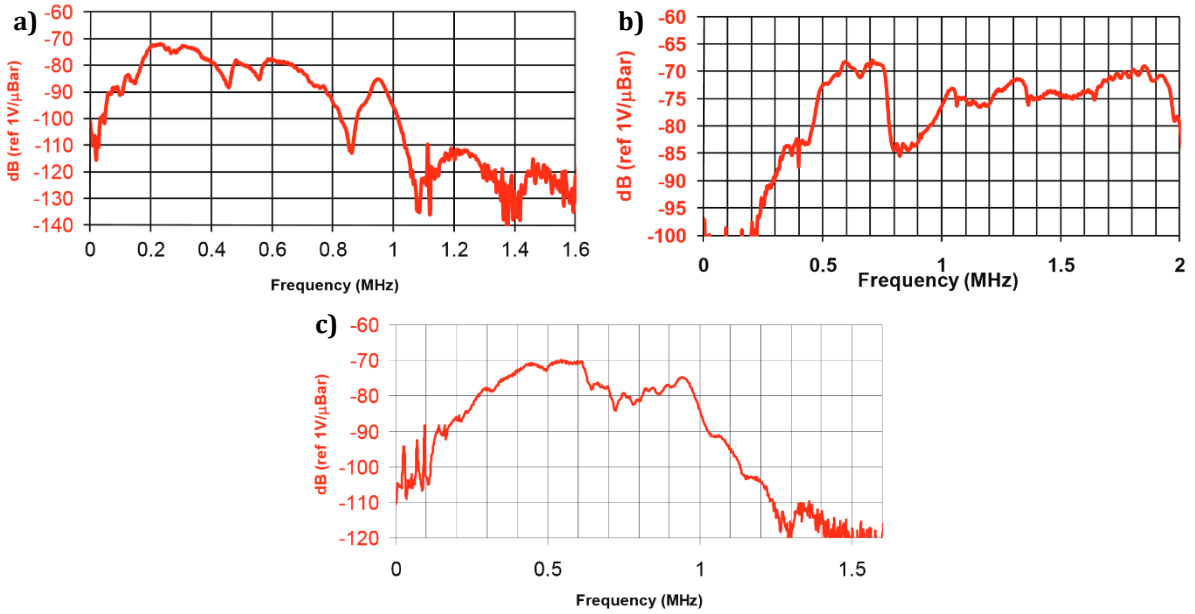

Figure II-13 – Plages de sensibilité des capteurs utilisés dans le cadre de cette étude ; a) Capteurs Nano30, b) Capteurs PicoHF, c) Capteurs Pico (utilisés lors des essais in-situ) ; Données Mistras

Le seuil d'acquisition est fixé à 40 dB afin de s'affranchir du bruit environnant. La numérisation des formes d'onde est effectuée pour l'ensemble des signaux acquis au-delà de ce seuil. La fréquence d'échantillonnage des signaux varie en fonction du type de capteur : elle est de 2 MHz pour les capteurs Nano30 et de 5 MHz pour les signaux obtenus avec les capteurs PicoHF. Ces valeurs sont déterminées à partir du théorème de Shannon qui définit la fréquence maximale f_{max} d'un signal comme étant la moitié de la fréquence d'échantillonnage. On a donc une fréquence f_{max} égale à 1 MHz et 2,5 MHz pour les capteurs Nano30 et PicoHF respectivement. Ces fréquences maximales sont supérieures aux plages de sensibilité des capteurs.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

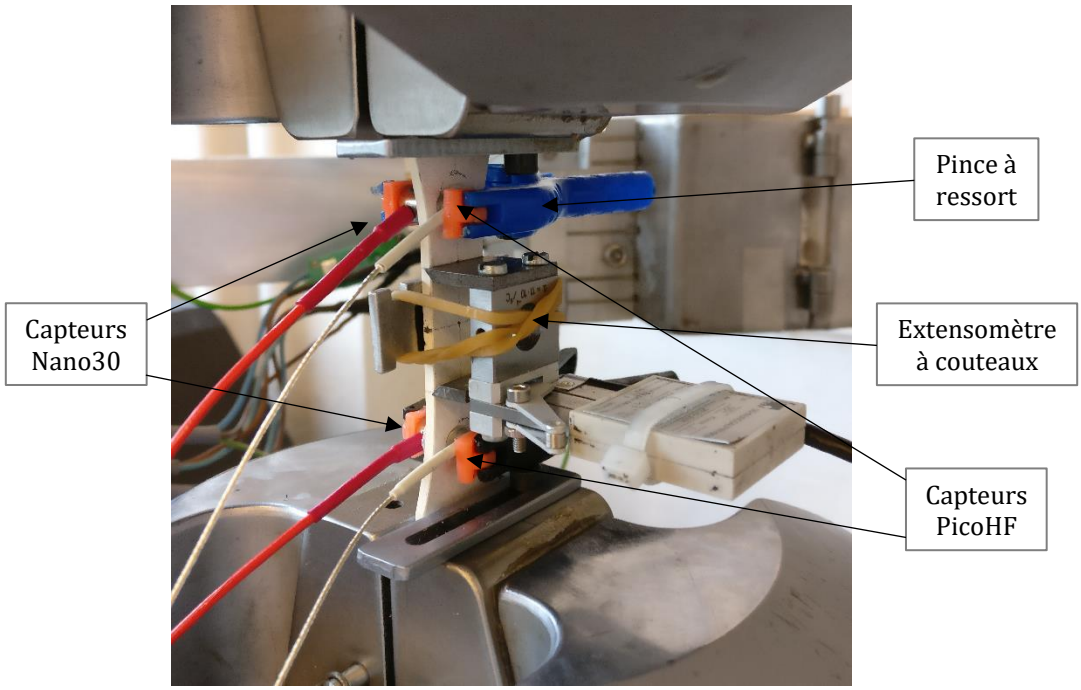

Figure II-14 – Instrumentation réalisée en configuration standard lors des essais à l'échelle macroscopique

II.2.2.1. Traction avec suivi microscopique

Afin de s'assurer de la concordance entre les endommagements observés lors des essais in-situ et ceux ayant lieu sur des éprouvettes macroscopiques, des essais de traction cyclés avec suivi microscopique ont été réalisés. Des barreaux sont utilisés afin de pouvoir aisément polir la tranche observée par microscopie (Figure II-10), le polissage s'effectue à l'aide de papier SiC. Des paliers à des niveaux de déplacement croissants sont effectués afin de visualiser l'évolution de la microstructure. Un microscope optique Keyence VHX-6000 est disposé sur une platine motorisée permettant de balayer différentes hauteurs de la tranche du matériau. Pendant un palier, plusieurs acquisitions sont réalisées à un grossissement x200.

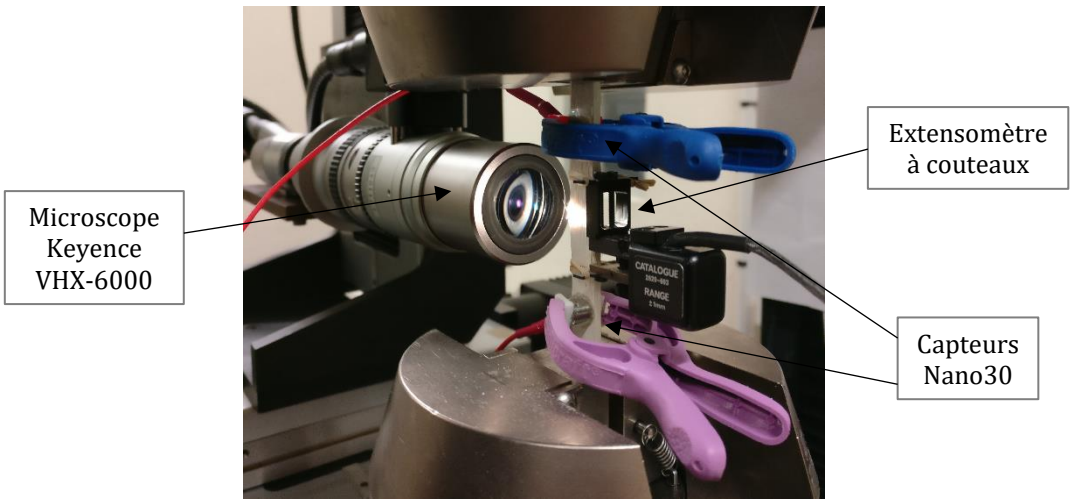

Figure II-15 – Dispositif des essais de traction avec suivi microscopique

Les essais sont réalisés sur une machine de traction électromécanique Instron 4505 du laboratoire LCTS. Dans cette configuration, des talons en aluminium de 30 mm de longueur sont collés au niveau des extrémités des éprouvettes afin de pouvoir avoir une bonne prise dans des mors à rugosité élevée. Un serrage de 6 MPa est appliqué à l'aide de mors auto-serrant. De manière identique à la configuration standard, les essais sont réalisés en déplacement imposé à 0,05 $mm.min^{-1}$. Des cycles de décharge-

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

recharge sont effectués entre chaque acquisition avec la même vitesse de déplacement. L'acquisition de la microstructure à chaque état est réalisée après un cycle de décharge recharge afin de stabiliser la microstructure (Figure II-16).

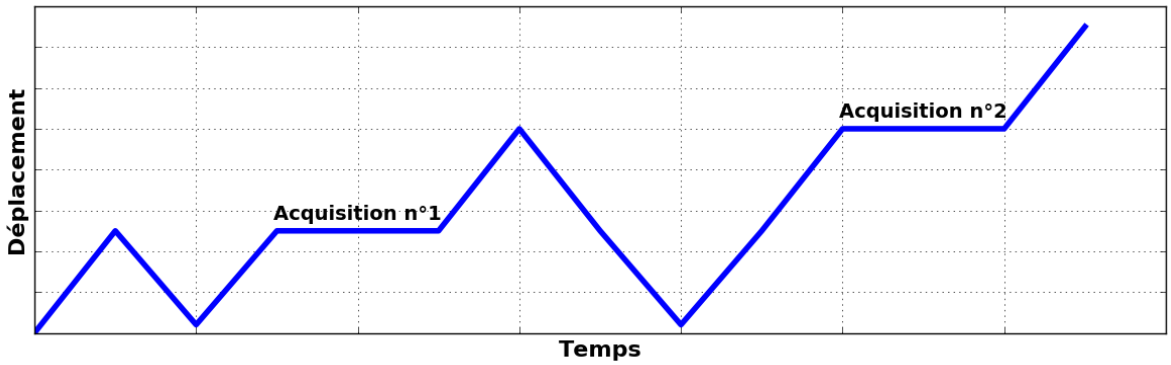

Figure II-16 – Procédure d'acquisition des micrographies lors des essais de traction macroscopiques avec suivi microscopique

La mesure de la déformation longitudinale est obtenue à l'aide d'un extensomètre à couteaux de 25 mm positionné sur la tranche opposée à celle observée par microscopie (Figure II-15). Le suivi de l'EA est opéré à l'aide de deux capteurs Nano30 distants de 50 mm (Figure II-15). La procédure de mise en place et d'acquisition de l'activité acoustique est similaire à celle présentée lors de la partie II.2.2.1.

II.2.2.2. Traction sur éprouvettes in-situ

Afin de déterminer les propriétés mécaniques des éprouvettes in-situ et ainsi d'estimer la représentativité des endommagements observés, des essais de traction sur la machine de traction électromécanique Instron 4505 du LCTS sont effectués sur ces éprouvettes. En effet, les systèmes de traction in-situ ne permettent pas la mesure des déformations en continu. Des tractions monotones en déplacement imposé à 0,025 mm.min^{-1} sont réalisées sur des éprouvettes in-situ pour MEB et pour synchrotron. La vitesse de déplacement est plus faible afin d'avoir une vitesse de déformation similaire aux éprouvettes macroscopiques.

De manière similaire aux essais de traction avec visualisation microscopique, la prise dans les mors s'effectue à l'aide de talons collés sur les têtes des éprouvettes, un serrage de 6 MPa est également appliqué. Le suivi de la déformation de ces éprouvettes est effectué de deux manières, par extensométrie et par corrélation d'images numérique (CIN). Du fait des faibles dimensions de la partie utile, deux extensomètres à couteaux de 10 mm sont placés sur les deux faces de l'éprouvette. Les champs de déformations de la tranche sont établis à l'aide du logiciel CorreliQ4 du Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT – ENS Cachan).

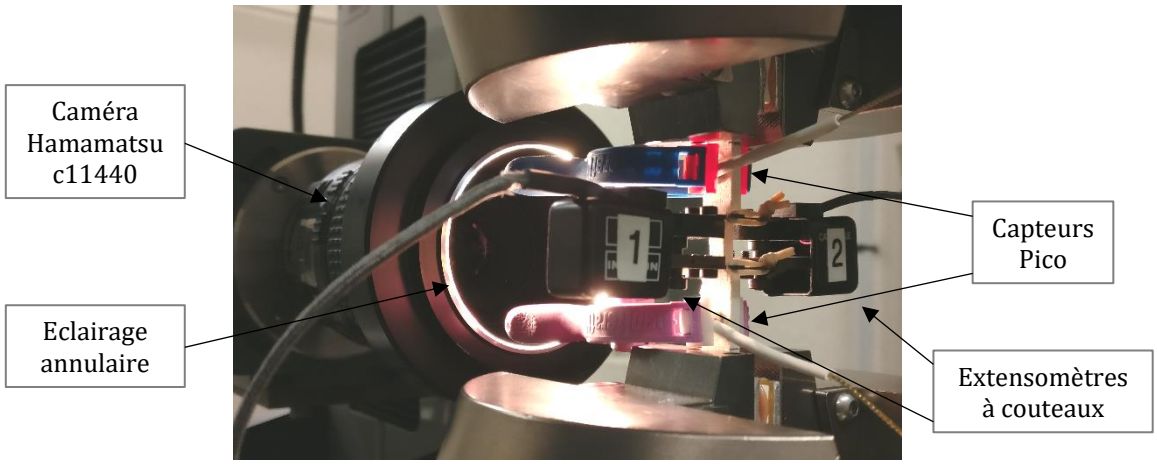

Figure II-17 – Dispositif de suivi des essais de caractérisation mécanique des éprouvettes in-situ

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

La corrélation d'images est effectuée à l'aide d'une caméra Hamamatsu c11440 (Figure II-17), la fréquence d'acquisition est de 1 image par seconde. Le suivi en corrélation d'image de ces essais permet de déterminer la déformation longitudinale, mais également la déformation dans l'épaisseur.

Deux capteurs Pico de Mistras distants de 25 mm sont utilisés pour le suivi de l'émission acoustique, la plage de sensibilité de ces capteurs est comprise entre 200 et 750 kHz (Figure II-13). Cette configuration est similaire à celle utilisée lors des essais in-situ (cf. II.2.3 et II.2.4). Le protocole de mise en place et de suivi de l'EA est basé sur la configuration standard (cf. II.2.2.1) avec une fréquence d'échantillonnage des formes d'onde de 2 MHz.

II.2.3. Essais de traction in-situ sous synchrotron

Deux campagnes d'essais de traction in-situ sous synchrotron ont été réalisées au cours de cette étude.

II.2.3.1. Acquisition des données

La visualisation d'endommagement à l'échelle mésoscopique a été rendue possible par la réalisation d'essais in-situ au synchrotron SOLEIL[1] à Saint-Aubin (91 – Essonne). Cet accélérateur de particules permet la création d'un faisceau d'électrons d'une énergie de 2,75 GeV. Cette source d'énergie est ensuite envoyée dans un anneau de stockage puis dirigé dans les lignes de lumière, dans notre cas il s'agit de la ligne PSICHÉ[2]. La source projetée sur l'échantillon en mode faisceau « rose » avec une énergie de 29 keV permet l'acquisition de tomographies avec des résolutions de 2,6 µm. Le volume de chaque image est de 5,5 mm * 5,5 mm * 2,7 mm. Pour chaque état, cinq acquisitions sont réalisées à différentes hauteurs afin d'obtenir l'ensemble de la partie utile des éprouvettes in-situ. La détection des endommagements est effectuée par différence d'images à l'aide du logiciel Avizo de FEI™.

II.2.3.2. Essais de traction

Les essais in-situ sous synchrotron ont été réalisés avec un système de traction pilotable en déplacement imposé. Ce système a été conçu dans le cadre de cette étude, conjointement avec Vincent Mazars du LCTS. Le système de traction conçu devait satisfaire plusieurs critères techniques : être peu bruyant pour le suivi de l'EA, pouvoir supporter des efforts allant jusqu'à 5 kN, pouvoir effectuer des déplacements d'une vitesse inférieure à 0,02 $mm.min^{-1}$ et être insérable dans un µ-tomographe de laboratoire. Ce système de traction est assemblé à une cellule de traction ayant été conçue auparavant [Vecina 2014, Mazars 2017]. Cette cellule est équipée d'un capteur de force qui permet de suivre l'évolution de la contrainte pendant l'essai.

La mise en position de l'éprouvette est effectuée en procédant à un quart de tour du mors relié au système de traction puis en prenant appui sur l'autre mors en activant le système de traction. L'ensemble de la machine de traction est ensuite retourné pour être installé sur la platine creuse de rotation de la ligne (Figure II-18). Les essais de traction s'effectuent à une vitesse de déplacement de 0,025 $mm.min^{-1}$, plusieurs paliers d'acquisition sont réalisés à différents niveaux de contraintes.

Le suivi de l'EA est effectué à l'aide de deux capteurs Pico distants de 25 mm. Ces capteurs sont utilisés du fait de leur faible taille qui permet leur insertion dans le système de traction. La fixation des capteurs sur l'éprouvette se fait à l'aide de ruban de téflon. Le couplage entre le capteur et l'éprouvette est obtenu grâce à de la graisse à vide. Ces étapes sont réalisées préalablement à l'insertion de l'éprouvette dans la cellule de traction.

[1] Source Optimisée de Lumière d'Energie Intermédiaire du LURE (Laboratoire d'Utilisation du Rayonnement Électromagnétique)
[2] Pression Structure Imagerie par Contraste à Haute Énergie

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

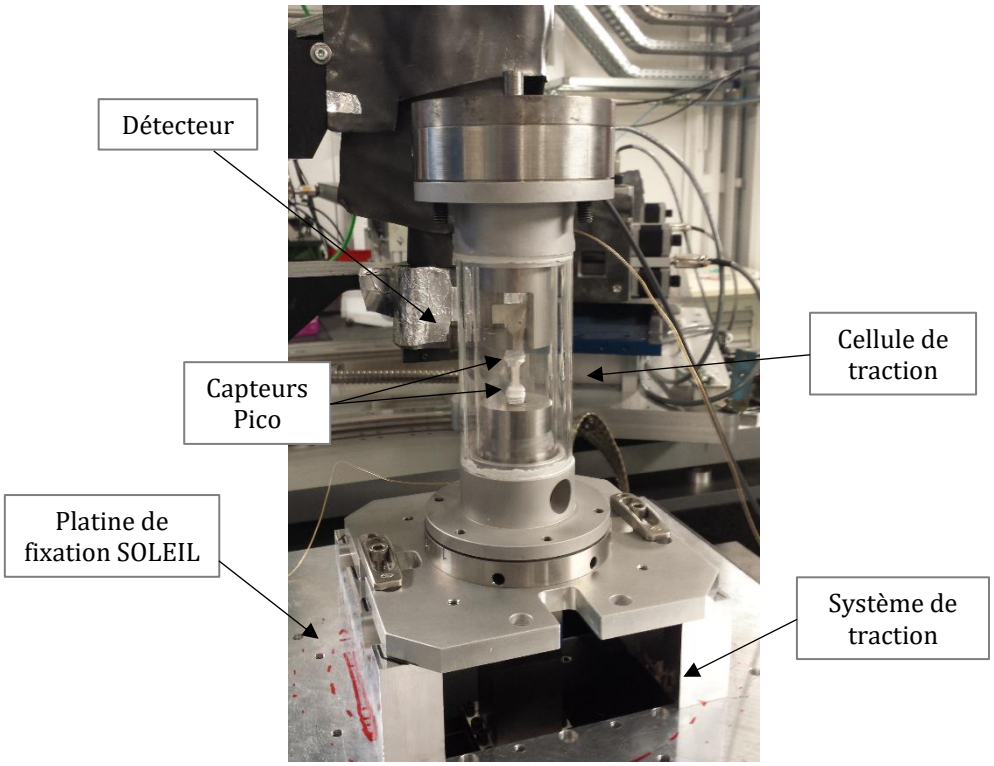

Figure II-18 – Mise en place de la machine de traction sur la ligne PSICHÉ

II.2.4. Essais de traction in-situ sous MEB

II.2.4.1. Acquisition des données

La visualisation de l'endommagement des composites oxydes à l'échelle microscopique a été effectuée à l'aide d'un MEB Quanta™ 400 FEG de FEI™. Ce microscope possède un mode environnemental qui autorise l'acquisition de clichés sur matériaux isolants tels que l'alumine. Cette technique se base sur l'introduction dans la chambre du MEB de vapeur d'eau, un vide primaire est appliqué dans la chambre (environ 100 Pa). Dans notre cas, les acquisitions sont réalisées en émission secondaire et la tension du faisceau d'électrons est comprise entre 15 et 30 kV.

Les endommagements sont visualisés au niveau de la tranche de la partie utile des éprouvettes. La tranche observée est préalablement polie au papier SiC. Plusieurs niveaux de grossissement sont réalisés à chaque état, allant de x20 à x20 000.

II.2.4.2. Essais de traction

Les essais in-situ sous MEB sont réalisés avec une platine de traction MT5000 de Deben avec une cellule de force de 5 kN. Le moyen fourni a été modifié lors de cette étude afin de visualiser la tranche de l'éprouvette (Figure II-19). La prise dans les mors est effectuée en prenant appui sur les têtes des éprouvettes. Les essais sont réalisés en déplacement imposé à une vitesse de 0,02 $mm.min^{-1}$.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Comme pour les essais in-situ sous synchrotron, le suivi de l'émission acoustique est effectué avec deux capteurs Pico distants de 25 mm, couplés au matériau avec de la graisse à vide et fixés à l'aide de ruban de téflon. Les signaux d'EA sont transférés hors de la chambre sous vide du MEB à l'aide d'un passe-paroi. La préamplification des signaux est réalisée en dehors de la chambre compte-tenu du manque de place nécessaire à l'introduction des préamplificateurs dans la chambre du MEB.

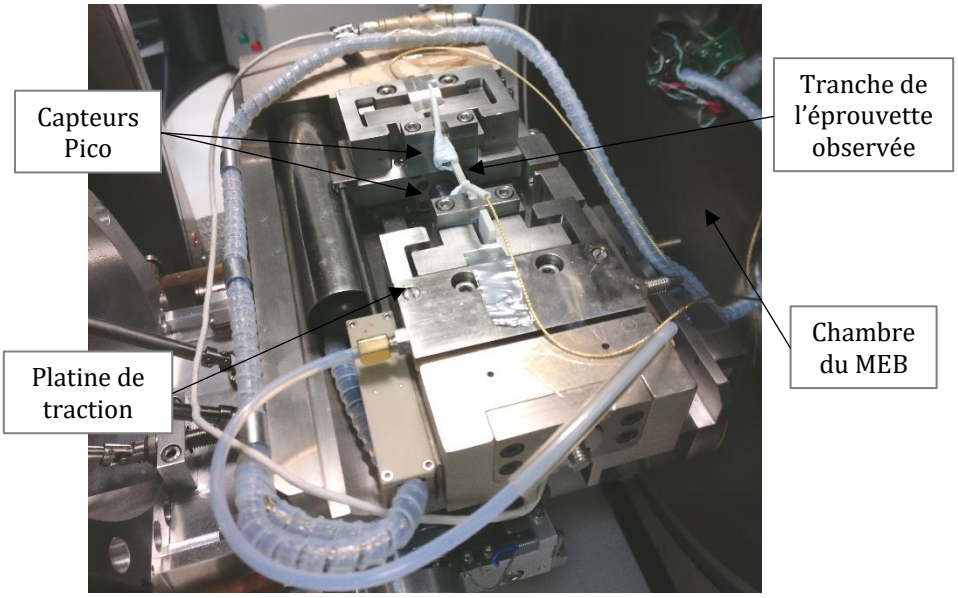

Figure II-19 – Dispositif de traction in-situ sous MEB

II.2.5. Bilan des essais réalisés

L'ensemble des essais réalisés dans le cadre de cette étude sont répertoriés dans le Tableau II-6. Les essais in-situ se sont concentrés sur les nuances B et C qui présentent une meilleure stabilité mécanique. Compte-tenu des faibles dimensions de la partie utile des éprouvettes in-situ sous MEB, les essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres n'ont pas été retenus en analyse in-situ sous MEB.

Tableau II-6 – Récapitulatif des essais réalisés

Type d'essai	Orientation	Nuance A	Nuance B	Nuance C
Traction monotone (Mo)	0/90°	5	4	3
	±45°	4	4	1
Traction cyclée[1] (Cy)	0/90°	3	2	2
	±45°	3	3	–
Traction avec visualisation microscopique[1]	0/90°	–	1	1
Traction sur éprouvette in-situ (Is)	0/90°	2	2	–
	±45°	2	3	1
Traction in-situ sous synchrotron (Sy)	0/90°	–	1	1
	±45°	–	1	1
Traction in-situ sous MEB (Me)	0/90°	–	2	2
TOTAL		**19**	**22**	**11**

[1] Les essais de traction avec visualisation microscopique sont inclus dans les essais cyclés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Dans la suite du document, la nomenclature suivante sera utilisée pour distinguer les différents essais mécaniques :

$$N - T - O - X$$

avec N : Nuance testée
- A, B ou C

T : Type d'essai
- Mo : Traction macroscopique monotone
- Cy : Traction macroscopique cyclée
- Is : Traction sur éprouvette in-situ sur machine de traction électromécanique
- Sy : Traction in-situ sous synchrotron
- Me : Traction in-situ sous MEB

O : Orientation de sollicitation
- 0 : Traction dans l'axe des fibres
- 45 : Traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

X : Numéro de l'essai

Par exemple, l'essai B-Cy-45-3 correspond au 3ème essai de traction cyclée à ±45° par rapport à l'axe des fibres réalisé sur la nuance B.

II.3. Protocole d'analyse des données d'émission acoustique

Une démarche allant de l'enregistrement des données jusqu'aux algorithmes de classification a été mise en place dans le cadre de cette étude. Cette démarche facilite la comparaison des activités acoustiques enregistrées lors des différents essais.

II.3.1. Post-traitement

Deux types d'analyses de l'activité acoustique sont réalisés, d'une part les analyses globales basées sur la détermination d'indicateurs d'endommagement, d'autre part les analyses statistiques multi-paramètres basées sur la caractérisation des signaux d'émission acoustique.

Dans un premier temps, les valeurs des paramètres de détection des salves d'EA par le système d'acquisition, régis par des fenêtres temporelles glissantes, ont été définies. Ces paramètres sont établis à partir de cassés de mines de crayon sur le matériau d'étude. Les paramètres retenus sont ceux qui minimisent la dispersion des valeurs des descripteurs des signaux enregistrés. Les valeurs de PDT (*Peak Definition Time*), HDT (*Hit Definition Time*) et HLT (*Hit Lockout Time*) ont été fixées respectivement à 25, 50 et 1000 µs. A la suite de l'enregistrement des signaux, un premier filtrage des données d'EA est réalisé de sorte à ne pas prendre en compte les signaux peu significatifs. Les signaux présentant un nombre de dépassement de seuil inférieur à 2 sont supprimés, il en est de même pour les signaux ayant une énergie inférieure à 20 aJ.

Les données issues de ce premier filtrage sont utilisées pour les analyses globales. En ce qui concerne les analyses basées sur les caractéristiques des signaux, un deuxième filtrage est effectué afin d'analyser uniquement les signaux présentant des formes d'onde correctement numérisées. Les signaux dont les durées sont supérieures à 2000 µs ou ceux dont les temps de montée sont supérieurs à 100 µs ne sont pas pris en compte. Ce filtrage permet de supprimer les formes d'onde présentant plusieurs salves.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

II.3.2. Localisation des sources d'émission acoustique

La localisation des sources en fonction de la déformation est étudiée. Les vitesses de propagation des ondes ont été auparavant estimées en effectuant des ruptures de mines de crayons en surface des différentes nuances étudiées. La vitesse de propagation dans l'axe des fibres est de 6800 $m.s^{-1}$ et de 4200 $m.s^{-1}$ à ±45° par rapport à l'axe des fibres par rapport à l'orientation des fibres. Peu de variations des vitesses de propagation ont été observées entre les nuances. En effet, les fibres opèrent comme des guides d'ondes qui facilitent leur propagation au sein du matériau. Les vitesses de propagation sont adaptées en cours d'essai en fonction du niveau d'endommagement (Eq. I-3 et Figure II-20).

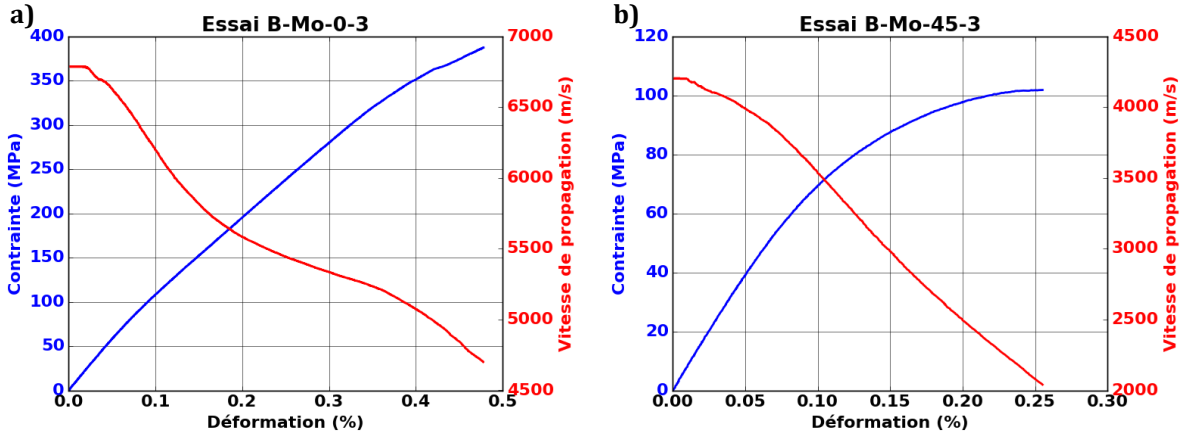

Figure II-20 – Evolution de la contrainte et de la vitesse de propagation des ondes en fonction de la déformation lors d'essai de traction monotone ; a) Essai de traction dans l'axe des fibres (essai B-Mo-0-3), b) Essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres (essai B-Mo-45-3)

Afin de tenir compte de l'incertitude sur la localisation des sources, seuls les événements situés à plus de 5 mm des capteurs pour les essais macroscopiques (distance inter-capteur : 50 mm) et à plus de 2,5 mm des capteurs pour les essais in-situ (distance inter-capteur : 25 mm) sont pris en compte. Afin de rendre compte des niveaux d'énergie des sources localisées tout en limitant les effets liés à la propagation des ondes, Deschanel a proposé un critère permettant d'estimer l'énergie d'une source indépendamment de sa position à l'aide de l'équation suivante (Eq. II-11) [Deschanel 2007].

$$e_{loc}^{i} = \sqrt{e_{c1}^{i} * e_{c2}^{i}} \qquad \textit{Eq. II-11}$$

avec e_{loc}^{i} : estimation de l'énergie acoustique de la source i
e_{c1}^{i} : énergie de la source i détectée par le capteur 1
e_{c2}^{i} : énergie de la source i détectée par le capteur 2

Pour l'ensemble des essais réalisés, on s'aperçoit qu'une part minoritaire (entre 5 et 20% des signaux) des sources sont localisées (Figure II-21). Cette observation est valable autant pour des essais dont la rupture macroscopique est obtenue entre les capteurs d'EA qu'en dehors des capteurs. L'hypothèse sous-jacente à ce constat est que certains endommagements libèrent une énergie trop faible pour être détectés par les deux capteurs compte-tenu de l'atténuation des ondes acoustiques dans le matériau. Des essais de traction ont été réalisés avec 3 capteurs Nano30 distants de 25 mm afin de diminuer l'effet de l'atténuation des ondes acoustiques sur la localisation des sources. Hormis en fin d'essai, à partir de 0.22% de déformation, la réduction de la distance inter-capteur ne semble pas améliorer la localisation des sources d'EA (Figure II-21) associés aux premiers endommagements.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

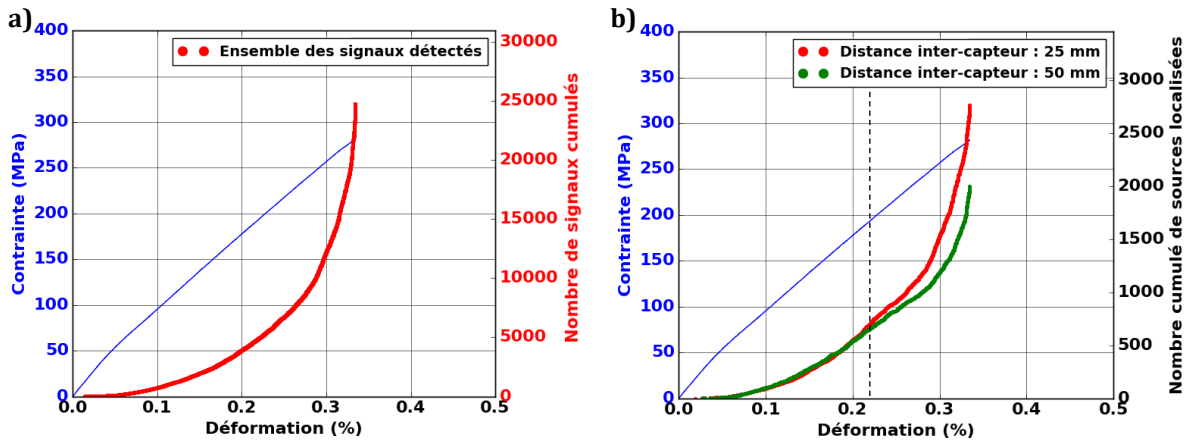

Figure II-21 – Evolution de l'activité acoustique en nombre de signaux cumulé de l'essai C-Mo-0-3 ; a) Ensemble des signaux d'EA enregistrés, b) Sources localisées dans une même zone ([-20 mm ;-5 mm] ou [+5 mm ; +20 mm]) et avec deux distances inter-capteur différentes – capteurs Nano30

En plus de l'analyse des sources localisées, une étude de l'activité acoustique basée sur les signaux localisés et sur l'ensemble des signaux est effectuée.

II.3.3. Analyse globale de l'activité acoustique

Les analyses globales de l'EA se basent sur l'activité acoustique détectée par les capteurs Nano30 en configuration standard. Plusieurs indicateurs d'activité acoustique globale sont utilisés dans cette étude. En plus de l'évolution du nombre de signaux et de l'énergie cumulée en fonction de la déformation, l'indicateur de sévérité mis en place par Fowler est utilisé. Dans le cadre de cette étude, le *Signal Strength* est remplacé par l'énergie des signaux (Eq. II-12). Cet indicateur permet de caractériser l'apparition de signaux ayant une énergie fortement supérieure à ceux enregistrés auparavant. La valeur de J est fixée à 10.

$$S_e = \frac{1}{J}.\sum_{i}^{J} e_i \qquad \textit{Eq. II-12}$$

avec S_e : sévérité acoustique basée sur l'énergie
J : nombre de signaux les plus énergétiques (fixé à 10)
e_i : énergie du i^{ème} signal le plus énergétique

II.3.4. Analyse statistique multi-paramètre

II.3.4.1. Filtrage des formes d'onde

En complément des filtrages opérés après l'acquisition des signaux (cf. II.3.1), un filtrage à partir des formes d'onde est réalisé. Les signaux composés de dépassement de seuil dans le *pre-trigger*[1] sont supprimés (Figure II-22), ces signaux proviennent d'une mauvaise détection du début du signal par le système d'acquisition. Les signaux conservés à la suite des filtrages représentent la majeure partie des signaux détectés en cours d'essai, soit environ 90% du nombre total de signaux.

[1] Période fixée par l'utilisateur précédant le début du signal, dans notre cas, cette période est fixée à 50 µs.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

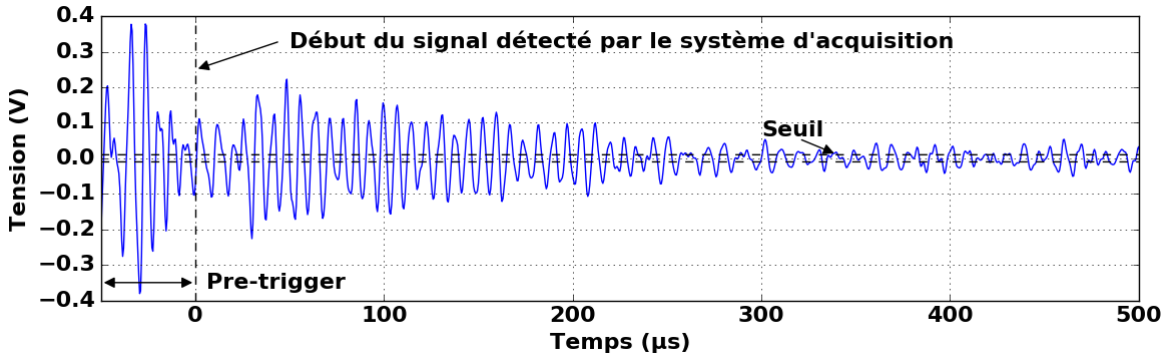

Figure II-22 – Forme d'onde d'un signal présentant des dépassements de seuil dans le pre-trigger

Les formes d'onde sont ensuite traitées de sorte à ne conserver que l'information pertinente pour le calcul des descripteurs. La procédure décrite a été mise en place par Morizet (Figure II-23) [Morizet 2016]. La première étape consiste à enlever les points du *pre-trigger* (Figure II-23) et ceux au-delà de la fin du signal déterminée à l'aide du critère énergétique (Figure II-23). La fin du signal est obtenue lorsque la fenêtre glissante contient moins de 0,1% de l'énergie totale cumulée depuis le premier dépassement de seuil (cf. I.2.1.2).

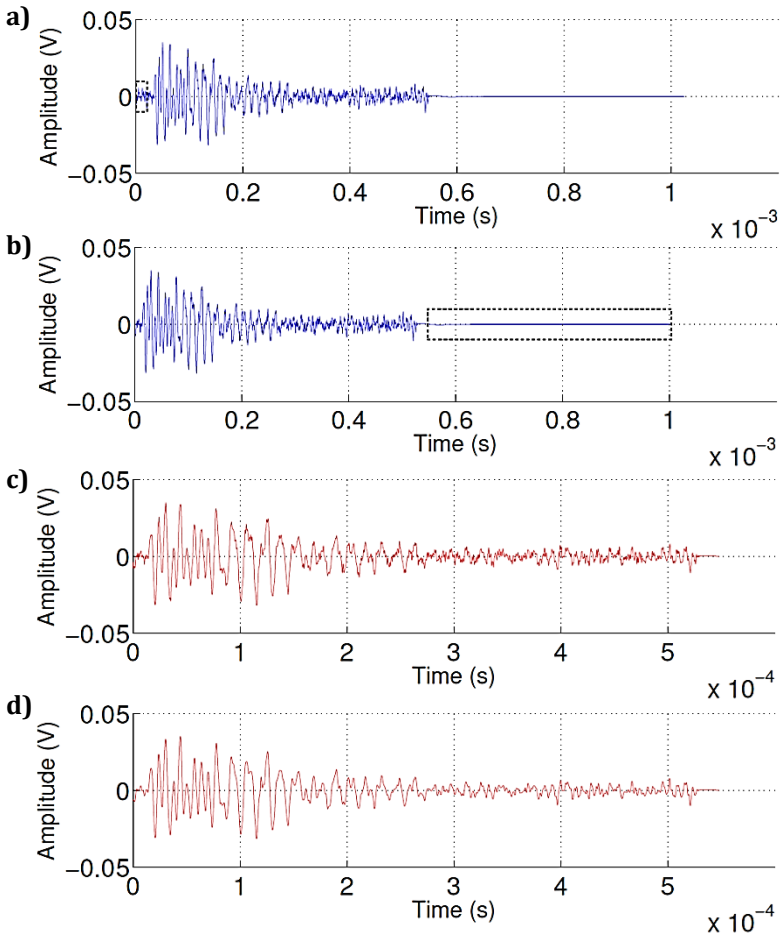

Figure II-23 – Etapes de traitement des formes d'onde en vue de leur caractérisation ; a) Suppression du pre-trigger, b) Détermination de la fin du signal, c) Ré-échantillonnage, d) Débruitage en ondelettes [Morizet 2016]

Un ré-échantillonnage des formes d'onde est ensuite appliqué (Figure II-23) : des points supplémentaires sont rajoutés par interpolation polynomiale (méthode PCHIP – *Piecewise Cubic Hermite Interpolating Polynomial*) [Fritsch 1980] entre les points existants. Cette méthode permet d'avoir le même nombre de points pour tous les signaux et ainsi obtenir une meilleure détermination des

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

descripteurs fréquentiels. Dans notre cas, les signaux sont ré-échantillonnés de sorte à avoir 2^{12} = 4096 points afin d'effectuer le calcul des transformées de Fourrier discrètes. Enfin, le bruit parasite des formes d'onde est supprimé par débruitage en ondelettes (Figure II-23) [Donoho 1994]. Le débruitage est réalisé suite à une décomposition en ondelettes de la forme d'onde au niveau 3 à partir d'une ondelette mère de type Symmlet 8 [Daubechies 1992].

II.3.4.2. Calculs des descripteurs

Les formes d'ondes sont caractérisées dans les domaines temporels et fréquentiels à l'aide de 25 descripteurs. Les formules des descripteurs non conventionnels sont données en Annexe 2. Les plages de fréquence ont été définies en fonction des plages de sensibilité des capteurs (Figure II-13) et des contenus fréquentiels des signaux enregistrés lors des différents essais. Le jeu de descripteurs établi par [Moevus 2007, Maillet 2012, Morizet 2016] a été complété par deux nouveaux descripteurs dans le cadre de cette étude (Tableau II-7) : l'entropie du signal et le ratio amplitude sur entropie. Ces descripteurs sont basés sur l'entropie de Shannon d'un signal (Eq. II-13).

Tableau II-7 - Descripteurs calculés à partir des formes d'onde dans le cadre de cette étude

Descripteurs	Numéro	Unité	Domaine
Amplitude	1	dB	Temporel
Durée	2	µs	Temporel
Energie	3	aJ	Temporel
Zero-crossing	4	-	Temporel
Temps de montée	5	µs	Temporel
Barycentre temporel	6	µs	Temporel
Puissance partielle 1 (0 – 200 kHz)	7	%	Fréquentiel
Puissance partielle 2 (200 – 400 kHz)	8	%	Fréquentiel
Puissance partielle 3 (400 – 800 kHz)	9	%	Fréquentiel
Puissance partielle 4 (800 – 2000 kHz)	10	%	Fréquentiel
Barycentre fréquentiel	11	kHz	Fréquentiel
Etalement spectral	12	kHz	Fréquentiel
Dissymétrie spectrale	13	-	Fréquentiel
Aplatissement spectral	14	-	Fréquentiel
Fréquence de coupure (90% du spectre)	15	kHz	Fréquentiel
Fréquence d'ouverture (10% du spectre)	16	kHz	Fréquentiel
Temps de montée relatif	17	-	Temporel
Durée / Amplitude	18	$\mu s.dB^{-1}$	Temporel
Temps d'extinction	19	µs	Temporel
Angle de montée	20	$dB.\mu s^{-1}$	Temporel
Temps de montée / descente	21	-	Temporel
Energie relative	22	$aJ.dB^{-1}$	Temporel
Amplitude / Fréquence	23	$dB.kHz^{-1}$	Temporel - Fréquentiel
Amplitude / Entropie	24	dB	Temporel
Entropie	25	-	Temporel

Ce descripteur permet d'estimer la quantité d'information contenue dans un signal. Si une forme d'onde contient peu de niveaux de tension différents, l'entropie du signal correspondant sera minimisée. A l'inverse, un signal caractérisé par une entropie élevée correspond à une forme d'onde présentant des niveaux de tensions très variés.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

$$H_i = -\sum_{x=1}^{n=100} p_x * \log_2 p_x \qquad \textit{Eq. II-13}$$

avec H_i : entropie de Shannon du signal i
p_x : probabilité qu'un élément de la forme d'onde du signal i possède le niveau de tension compris dans la plage $[(x-1)*(V_{max}/n); x*(V_{max}/n)]$ (V_{max} : tension maximale du signal i)
n : nombre de discrétisations du domaine de tension du signal (fixé à 100 dans notre cas)

Une des limites à l'identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement est la modification des caractéristiques des signaux d'EA par les capteurs (cf. I.2.4). Afin de limiter l'effet du capteur sur la caractérisation des sources d'EA, il a été choisi de caractériser chaque source par deux types de capteurs présentant des plages de sensibilité différentes dans le domaine fréquentiel : les capteurs Nano30 et PicoHF (Figure II-13). La détection par ces deux capteurs permet d'obtenir deux « images » différentes d'une même source et ainsi de se rapprocher des caractéristiques intrinsèques de la source (Figure II-24).

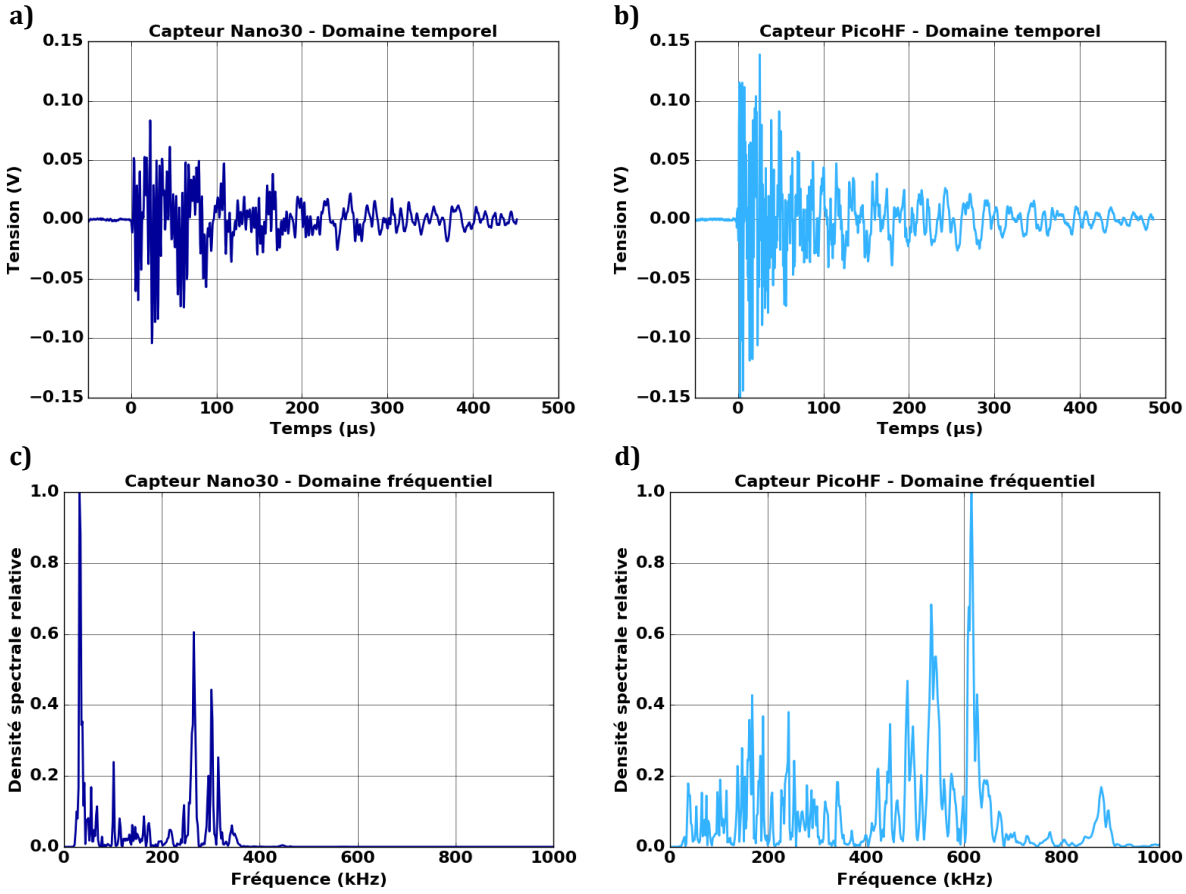

Figure II-24 – Représentation d'une même source détectée par un capteur Nano30 et un capteur PicoHF ; a) Domaine temporel – capteur Nano30, b) Domaine temporel – capteur PicoHF, c) Domaine fréquentiel – capteur Nano30, d) Domaine fréquentiel – capteur PicoHF

II.3.4.3. Association des signaux et fusion des données

Cette partie concerne uniquement l'analyse de l'émission acoustique provenant des essais réalisés en configuration standard avec deux types de capteurs, Nano30 et PicoHF (cf. II.2.2.1). Une étape d'association des signaux d'une même source détectée par chaque type de capteur est réalisée. Pour être associé, les signaux doivent provenir du capteur 1 Nano30 et du capteur 1 PicoHF, ou bien du capteur 2 Nano30 et du capteur 2 PicoHF. Après avoir recalé l'origine des temps des deux systèmes d'acquisition,

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

les signaux peuvent être associés suivant leur temps de détection. Les signaux sont associés si leur détection est obtenue dans un intervalle de temps inférieur à 20 µs.

Une fusion des descripteurs calculés à partir des signaux associés est réalisée sur chacun des descripteurs présentés en Tableau II-7. Les descripteurs fusionnés permettent d'avoir une information plus globale sur la source d'EA et ainsi de limiter l'effet de la bande de résonnance des capteurs. La fusion des données est effectuée en moyennant les descripteurs provenant de chaque capteur (Eq. II-14).

$$d^i_{fusion} = \frac{d^i_{Nano30} + d^i_{PicoHF}}{2} \qquad \textit{Eq. II-14}$$

avec d^i_{fusion} : descripteur n°i issu de la fusion des descripteurs des signaux associés
d^i_{Nano30} : descripteur n°i calculé à partir de la forme d'onde du signal détecté par le capteur Nano30
d^i_{PicoHF} : descripteur n°i calculé à partir de la forme d'onde du signal détecté par le capteur PicoHF

Une moyenne quadratique est réalisée pour les descripteurs reliés à l'énergie (énergie et énergie relative) afin de limiter l'influence des différences de sensibilité entre les capteurs (Eq. II-15).

$$d^i_{fusion} = \sqrt{\frac{{d^i_{Nano30}}^2 + {d^i_{PicoHF}}^2}{2}} \qquad \textit{Eq. II-15}$$

avec d^i_{fusion} : descripteur n°i issu de la fusion des descripteurs des signaux associés
d^i_{Nano30} : descripteur n°i calculé à partir de la forme d'onde du signal détecté par le capteur Nano30
d^i_{PicoHF} : descripteur n°i calculé à partir de la forme d'onde du signal détecté par le capteur PicoHF

En ce qui concerne cette étude, la fusion des données permet d'élargir la plage de description des signaux dans le domaine fréquentiel du capteur Nano30. D'autre part, la caractérisation des signaux dans le domaine temporel à partir des descripteurs fusionnés est améliorée par rapport à la description donnée par les capteurs PicoHF (Figure II-25).

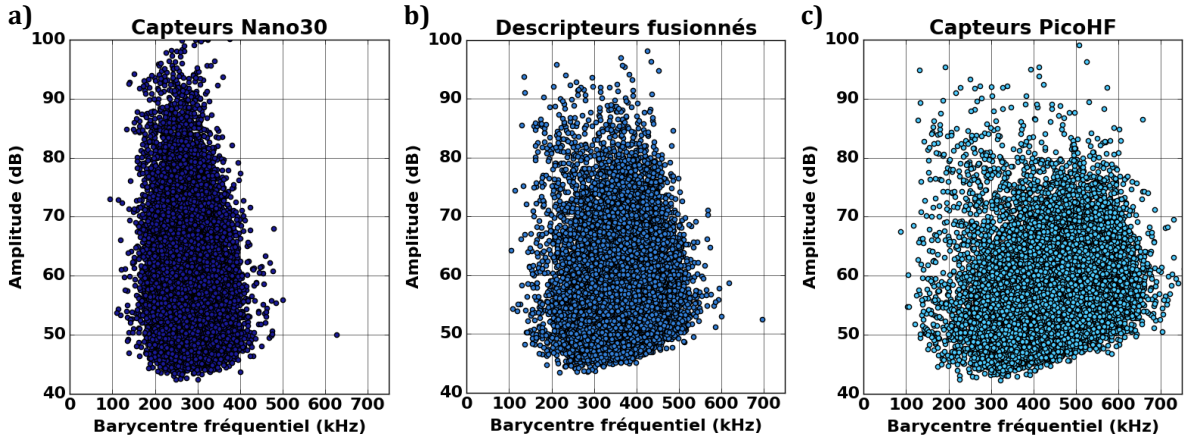

Figure II-25 – Représentation en 2D d'un jeu de données provenant d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur composite oxyde ; a) Descripteurs calculés à partir de signaux enregistrés par des capteurs Nano30, b) Descripteurs obtenus à la suite de la fusion des données, c) Descripteurs calculés à partir de signaux enregistrés par des capteurs PicoHF.

II.3.4.4. Algorithmes de classification

II.3.4.4.1. Classification non supervisée

Le programme de classification non supervisée a été développé dans le cadre d'études antérieures [Moevus 2007, Sibil 2011]. La donnée d'entrée des algorithmes de classification est une matrice de dimension (n*25), n correspondant au nombre de signaux et 25 au nombre de descripteurs (Tableau II-7).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Avant l'application des classificateurs, un logarithme népérien est appliqué sur les descripteurs énergétiques dont les valeurs ont une distribution exponentielle [Moevus 2007]. Cette étape permet d'obtenir une répartition des valeurs proche d'une distribution gaussienne et ainsi faciliter la décomposition des jeux de données. La réduction du nombre de descripteurs est obtenue à l'aide d'un dendrogramme. Seuls les descripteurs présentant des niveaux de corrélation inférieurs à 70% sont retenus pour classer les signaux. L'analyse en composante principale est appliquée à la nouvelle matrice de dimension (n*m), m correspondant au nombre de descripteurs décorrélés. La variance des jeux de données garanties à la suite de l'ACP est fixée à 95%. Un filtrage des données éloignées est réalisé afin de ne pas obtenir des classes uniquement basées sur ces données peu représentatives de l'activité acoustique.

Pour chaque jeu de données, les classifications par l'algorithme des k-moyennes optimisées par un algorithme génétique sont réalisées pour des partitions allant de 2 à 6 classes. Ces classifications sont réalisées 10 fois pour chaque valeur de k afin de s'assurer de la stabilité des classifications. Afin de juger de la qualité des classifications et ainsi de valider les partitions de données, des critères mis en place dans la littérature sont utilisés. Ces critères se basent sur la maximisation de la distance inter-classe et la minimisation de la distance des éléments intra-classe. Le critère de Davies et Bouldin et les silhouettes de Rousseeuw seront utilisés dans le cadre de cette étude.

Davies et Bouldin ont défini un critère noté DB [Davies 1979] indépendant du nombre de partitions du jeu de données. Ce critère, défini entre 0 et 1, doit être minimisé (Eq. II-16).

$$DB = \frac{1}{k}\sum_{i=1}^{n} \max_{i \neq j}\left\{\frac{d'_i + d'_j}{d_{ij}}\right\} \qquad \textit{Eq. II-16}$$

avec k : nombre de partitions du jeu de données
d'_i : distance moyenne à l'intérieur de la classe i
d'_j : distance moyenne à l'intérieur de la classe j
d_{ij} : distance entre les classes i et j

Le critère des silhouettes S, défini par Rousseeuw [Rousseeuw 1987] permet de juger de la qualité de l'affectation d'un signal à sa classe. Ce critère est calculé pour chaque signal : $s_{ind}(i)$ (Eq. II-17).

$$s_{ind}(i) = \frac{\big(b(i) - a(i)\big)}{\max\{a(i), b(i)\}} \qquad \textit{Eq. II-17}$$

avec $s_{ind}(i)$: silhouette individuelle du signal i
$a(i)$: distance entre le signal i et le centre de sa classe associée
$b(i)$: distance entre le signal i et le centre de la classe la plus proche

Un signal correctement classé est caractérisé par une silhouette se rapprochant de 1. Une mauvaise affectation conduit à une silhouette négative, pouvant aller jusqu'à une valeur de -1. Des valeurs proches de zéro caractérisent une limite floue entre deux classes. La silhouette globale S, correspondant à la moyenne des silhouettes individuelles s_{ind}, permet de caractériser la qualité des partitions.

La Figure II-26 résume l'ensemble du protocole de classification non supervisée utilisé dans le cadre de cette étude.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

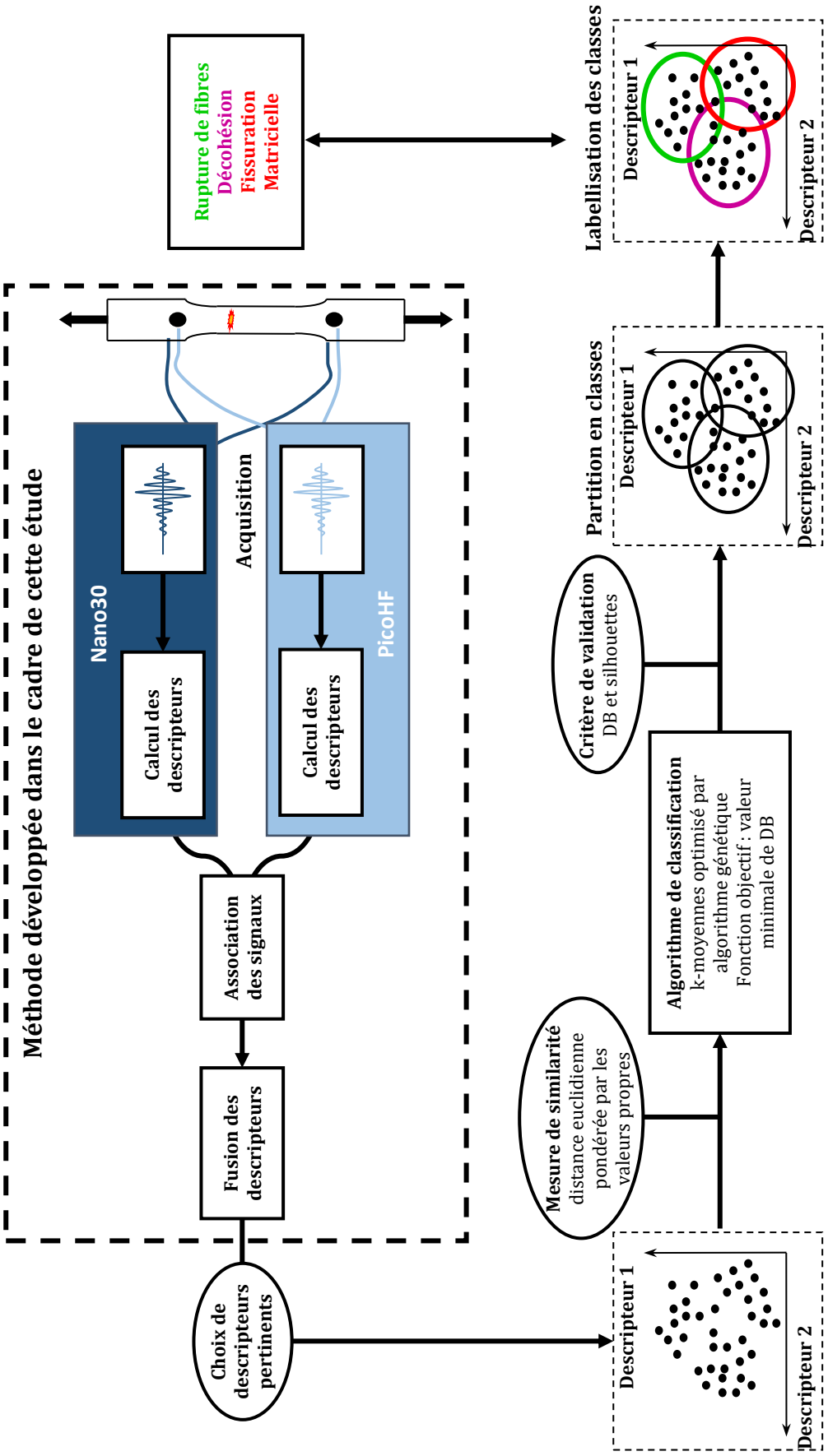

Figure II-26 – Représentation schématique de la méthode de classification non-supervisée utilisée dans le cadre de la thèse

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

II.3.4.4.2. Classification supervisée

Les classifications supervisées ont été réalisées via le logiciel RF-CAM (*Random Forest Classification for Acoustic emission Monitoring*) développé dans le cadre des travaux de Morizet [Morizet 2016]. Le logiciel classe les signaux à partir d'une bibliothèque à l'aide d'une forêt d'arbres décisionnels : la méthode de *Random Forest* (cf. I.2.3.2).

La création de la bibliothèque est réalisée à partir de signaux labellisés provenant des classifications non supervisées obtenues à partir de plusieurs essais mécaniques effectués sur les différentes nuances. La bibliothèque est constituée d'un nombre équivalent de signaux pour chaque classe. Les descripteurs les plus pertinents sont sélectionnés pour caractériser les différentes classes de la bibliothèque.

Plusieurs arbres décisionnels (200 pour cette étude) sont éduqués à partir des signaux de la bibliothèque lors de la phase d'apprentissage (Figure II-27). Pour chaque arbre décisionnel, un *bootstrap* est construit, il est composé de signaux pris aléatoirement avec remise dans la bibliothèque. Dans un arbre décisionnel, les deux tiers du *bootstrap* sont utilisés pour construire le modèle (données *In-bag*), le dernier tiers sert à estimer le taux d'erreur de classification de l'arbre correspondant (données *Out-of-bag*). Chaque arbre est composé de plusieurs nœuds où les données sont séparées en se basant sur l'index de Gini [Gini 1921]. La classification d'un nouvel essai s'opère signal par signal. Chaque arbre soumet un vote suite au passage du signal à classer dans les nœuds. Le signal est attribué à la classe regroupant le plus grand nombre de vote. Dans cette étude, seuls les signaux recevant plus de 50% des suffrages pour une classe sont considérés comme correctement classés.

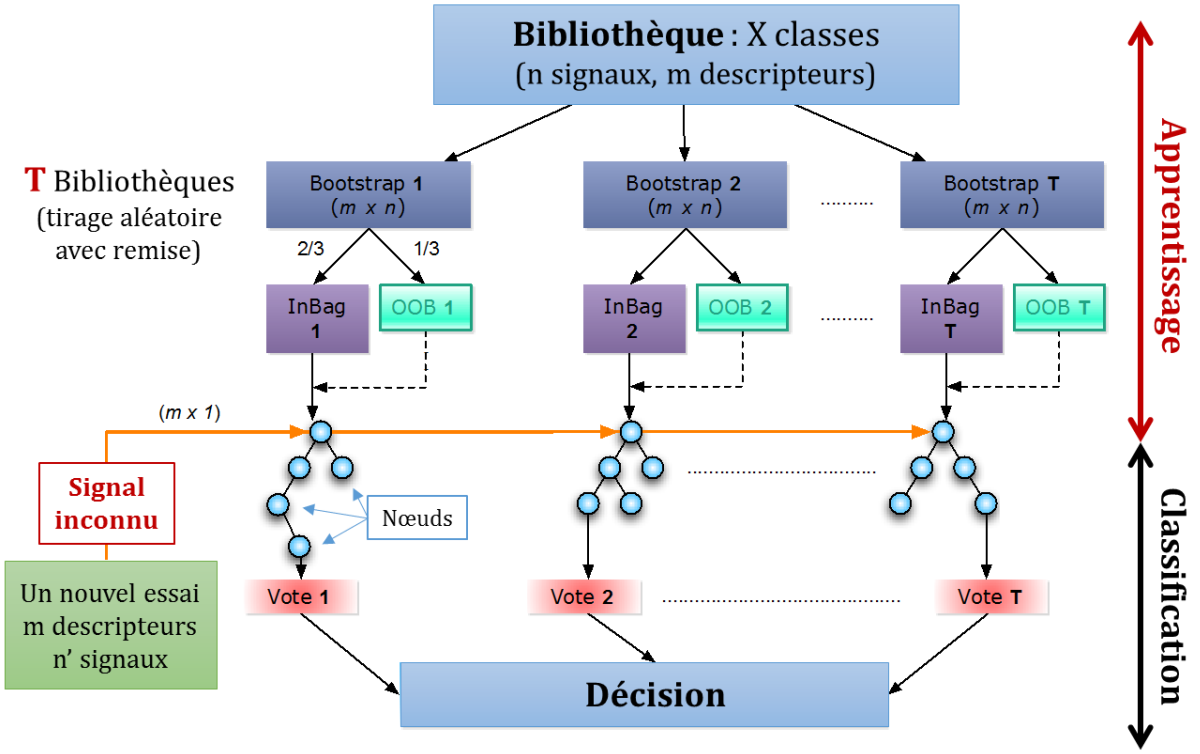

Figure II-27 – Principe de la classification avec une forêt d'arbres décisionnels (OOB : out-of-bag) [Morizet 2016]

II.4. Organisation de l'étude

Les protocoles mis en place sont appliqués au suivi de l'endommagement des trois microstructures générées par les différents procédés de fabrication. Après avoir caractérisé la morphologie de chacune des microstructures, les comportements mécaniques macroscopiques dans le plan sont déterminés via des essais de traction monotone et cyclée (cf. II.2.2.1). L'évolution des propriétés mécaniques est comparée à des indicateurs d'endommagement issus de l'analyse globale de l'émission acoustique (Figure II-28 – 1 ; cf. II.3.3).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

La réalisation des essais in-situ passe par une étape de validation qui consiste à comparer les observations obtenues en essais in-situ et en essais macroscopiques : propriétés mécaniques (Figure II-28 – 2 ; cf. II.2.2.2), activité acoustique (Figure II-28 – 3) et endommagements visualisés (Figure II-28 – 4 ; cf. II.2.2.1). Les observations issues des essais in-situ (cf. II.2.3 et II.2.4) permettent de labelliser les classes des signaux d'EA (Figure II-28 – 5).

Les classes d'EA sont obtenues suite à la fusion des données provenant des capteurs Nano30 et PicoHF (cf. II.3.4). Cette démarche a pour but de comprendre l'influence de la microstructure des composites oxydes sur le comportement mécanique macroscopique. Les analyses sont réalisées en prenant en considération les limites que présentent les deux méthodes de suivi d'endommagement que sont l'émission acoustique et les essais in-situ : les effets d'échelles des essais in-situ et l'incidence des capteurs et du milieu de propagation sur le contenu des signaux d'EA.

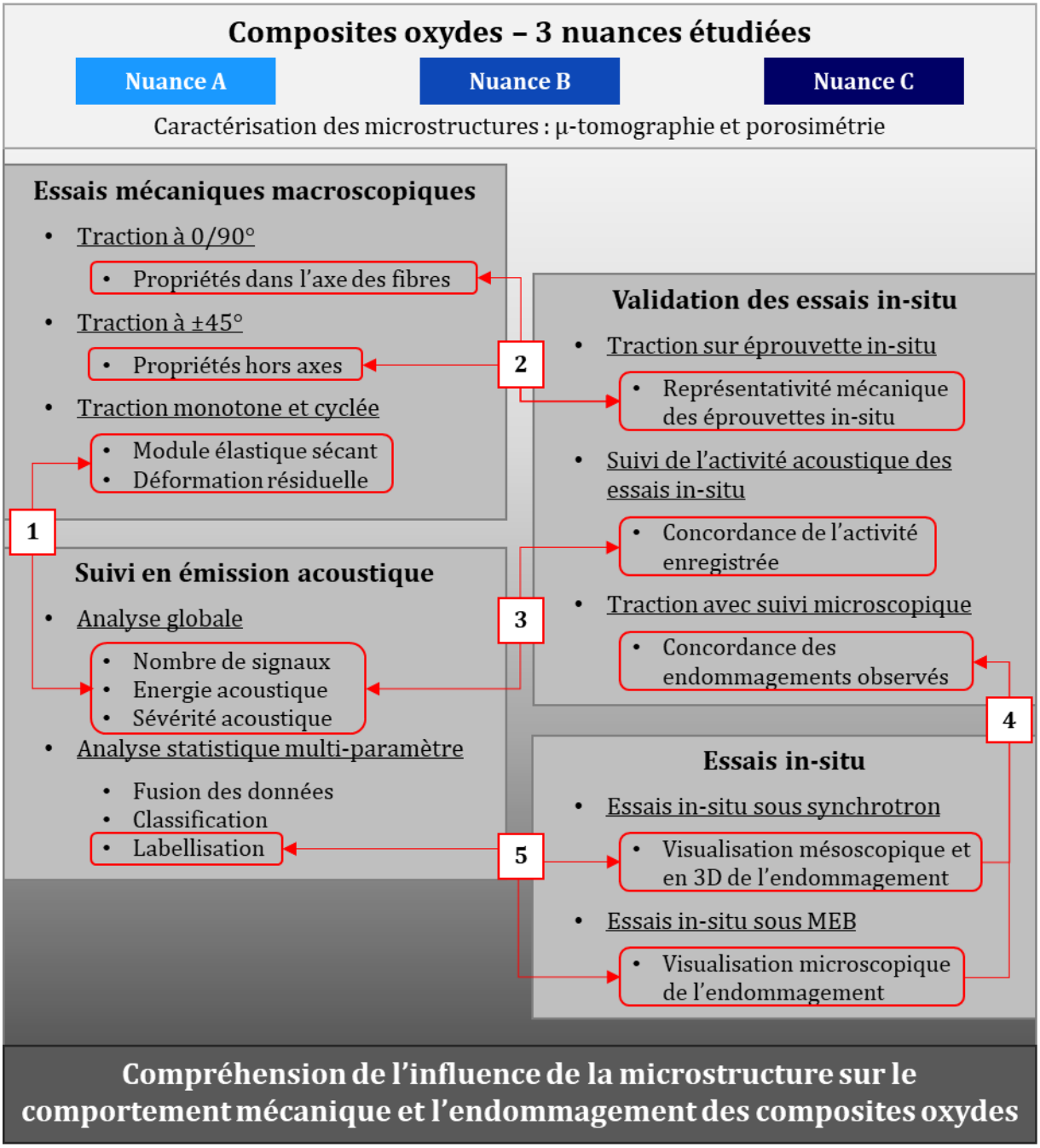

Figure II-28 – Relations entre les différents protocoles mis en place dans le cadre de cette étude

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre III : Analyse macroscopique du comportement mécanique

III.1. Propriétés en traction dans l'axe des fibres 78
III.1.1. Propriétés mécaniques 78
III.1.2. Faciès de rupture 86
III.1.3. Activité acoustique 87
III.2. Propriétés en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 94
III.2.1. Propriétés mécaniques 94
III.2.2. Faciès de rupture 99
III.2.3. Activité acoustique 101
III.3. Visualisation de l'endommagement sur éprouvette macroscopique 106
III.3.1. Observation de l'endommagement de la nuance B 106
III.3.2. Observation de l'endommagement de la nuance C 110
III.4. Bilan de l'analyse macroscopique 113

L'étude de l'endommagement des composites oxydes nécessite une caractérisation des propriétés mécaniques. Des essais de traction monotone et cyclée sont réalisés à température ambiante afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques en fonction des niveaux de sollicitation.

Les éprouvettes de chaque nuance sont sollicitées en traction dans l'axe des fibres (0/90°) et à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Ces sollicitations, facilement transposables lors d'analyses in-situ, permettent d'obtenir les comportements principalement régis soit par les fibres (traction dans l'axe des fibres), soit par la matrice et les interfaces fibre-matrice (traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres). Compte-tenu de l'influence du taux de fibres sur le module élastique et les niveaux de contraintes atteints (Figure I-11), les résultats sont analysés en fonction de la déformation longitudinale.

L'activité acoustique globale est également analysée. Ces analyses donnent de premiers indicateurs quant à l'évolution de l'endommagement en cours d'essai. Les essais de traction macroscopique avec visualisation microscopique sont également analysés dans ce chapitre. Les tendances obtenues pour chaque nuance sont comparées afin d'établir de premières hypothèses sur l'endommagement des microstructures.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

III.1. Propriétés en traction dans l'axe des fibres

Le comportement en traction dans l'axe des fibres est caractérisé par un faible abaissement des propriétés mécaniques en cours d'essai (cf. I.1.3.1). Ce comportement global est observé sur chacune des trois nuances. Bien que le comportement mécanique dans l'axe des fibres soit principalement régit par le réseau fibreux – similaire pour les trois nuances – des différences sont néanmoins constatées.

III.1.1. Propriétés mécaniques

III.1.1.1. Comportement mécanique et influence des constituants

La nuance A se caractérise par des niveaux de déformation à rupture ε_{rupt} se situant entre 0,16% et 0,30% de déformation. Une dispersion relativement importante des niveaux de déformation à rupture est constatée entre les différents essais réalisés sur cette nuance. Aucun abaissement des propriétés mécaniques significatif n'est observé avant la rupture finale (Figure III-1).

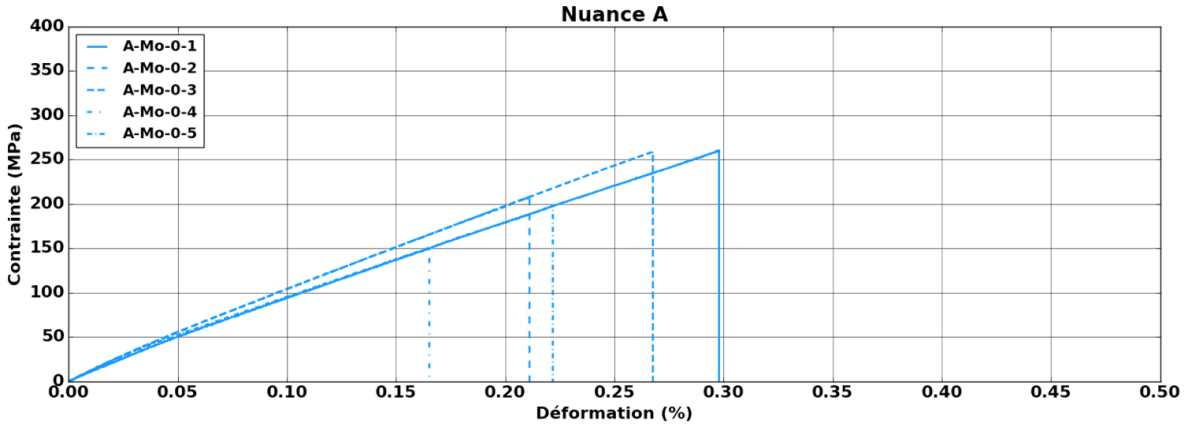

Figure III-1 – Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'essais de traction monotone dans l'axe des fibres sur la nuance A

Un comportement plus reproductible est obtenu pour la nuance B, les niveaux de déformation à rupture se situent entre 0,41 et 0,48%. Les ruptures finales sont consécutives à un abaissement des propriétés mécaniques qui apparaissent au-delà de 0,35% de déformation (Figure III-2).

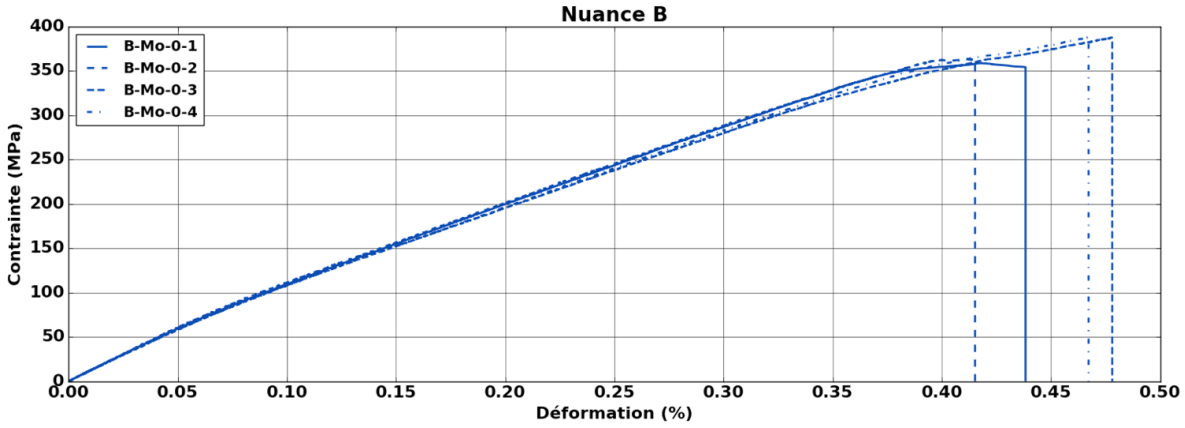

Figure III-2 – Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'essais de traction monotone dans l'axe des fibres sur la nuance B

Les niveaux de déformation à rupture obtenus pour la nuance C sont compris entre 0,30 et 0,43%. Sur les trois essais réalisés, deux d'entre eux sont caractérisés par une rupture finale sans abaissement significatif des propriétés mécaniques. Un comportement plus endommageable est constaté sur l'essai C-Mo-0-1 à partir de 0,30% de déformation (Figure III-3).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

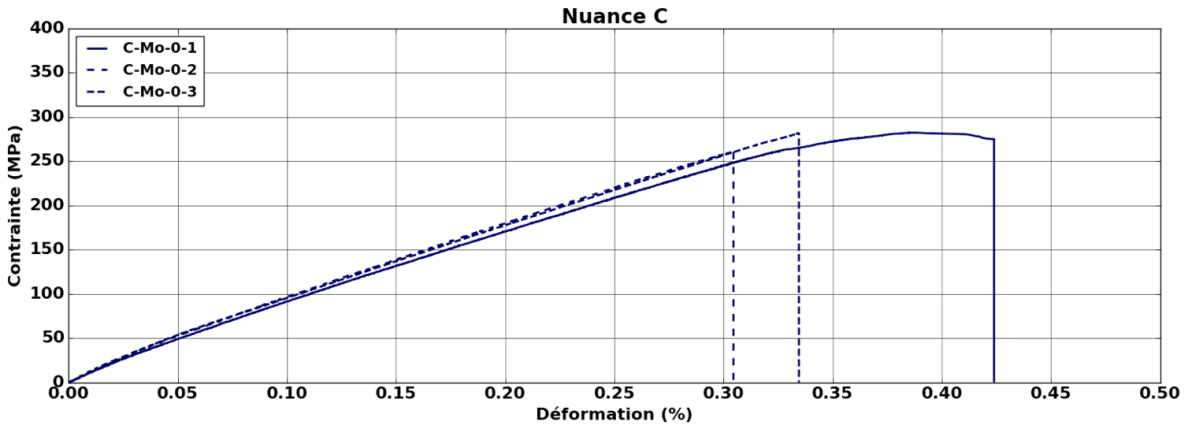

Figure III-3 – Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'essais de traction monotone dans l'axe des fibres sur la nuance C

Les comportements obtenus sur les trois nuances semblent reliés avec les niveaux de maturité des procédés, mais également avec les taux d'infiltration de matrice dans le matériau. La nuance A, caractérisée par de faibles taux d'infiltration de matrice (Figure II-1), possèdent les niveaux de déformation à rupture les plus faibles et la dispersion des résultats la plus élevée. A l'inverse, la nuance B issue du procédé le plus mature possède les déformations à rupture les plus élevées avec peu de dispersion. La nuance C se situe entre les deux nuances, autant en terme de maturité de procédé que des propriétés mécaniques obtenues.

Les taux volumiques de matrice, de fibre et de porosités ont été déterminés sur chacune des éprouvettes à partir des Eq. II-1, Eq. II-2 et Eq. II-3. Des corrélations apparaissent lorsque l'on confronte les propriétés mécaniques aux proportions de constituants. Bien que la plage de variation du taux de fibre des nuances étudiées soit relativement restreinte, l'influence du taux de fibre sur le module élastique est observée. Les valeurs obtenues sont cohérentes avec celles provenant de la littérature (Figure III-4).

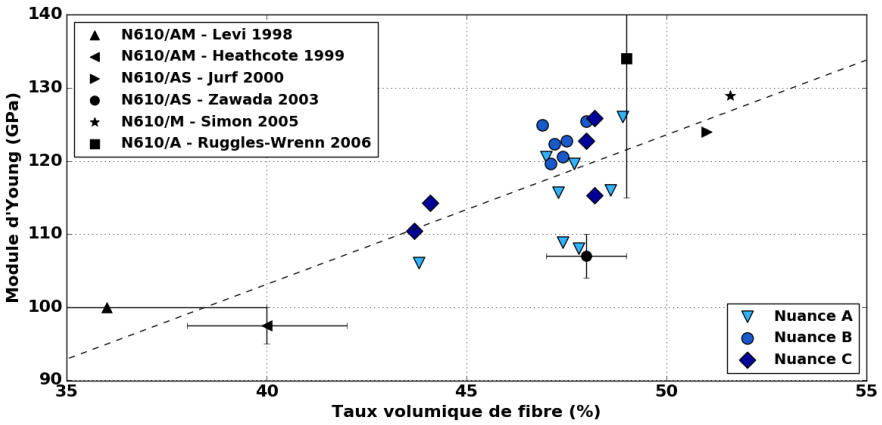

Figure III-4 – Influence du taux de fibre sur le module d'Young obtenu en traction dans l'axe des fibres, comparaison des résultats de la littérature [Levi 1998, Heathcote 1999, Jurf 2000, Zawada 2003, Simon 2005, Ruggles-Wrenn 2006] avec ceux déterminés dans le cadre de cette étude (traction monotone et cyclée)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les différences de taux de matrice et de porosité sont plus marquées entre les différents échantillons testés. Ces deux critères morphologiques sont notamment reliés avec les niveaux de déformation à rupture. L'augmentation des déformations à rupture est corrélée avec un faible taux de porosité et un taux de matrice élevé (Figure III-5). Un meilleur remplissage du composite en matrice améliore donc ses propriétés mécaniques. Ce constat est dû au rôle de déviateur de fissures que joue la matrice microporeuse dans le matériau qui confère un comportement endommageable au matériau.

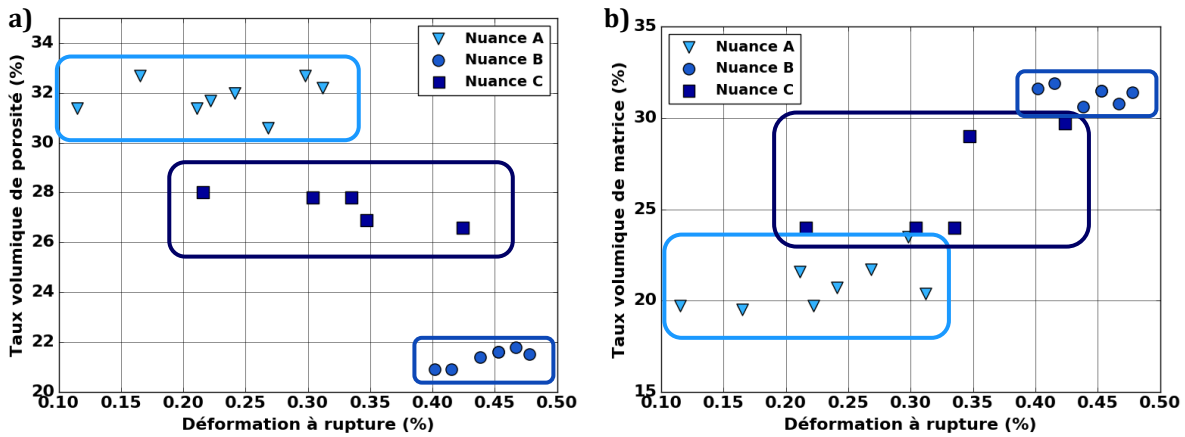

Figure III-5 – a) Influence du taux de porosité sur la déformation à rupture (traction monotone et cyclée), b) Influence du taux volumique de matrice sur la déformation à rupture (traction monotone et cyclée)

Comme décrit dans la littérature [Levi 1998, Zok 2001], un léger abaissement des propriétés mécaniques est observé au cours des essais de traction dans l'axe des fibres. Afin de visualiser l'évolution des propriétés mécaniques, et plus particulièrement la variation du module élastique sécant et des déformations résiduelles, des essais cyclés sont réalisés.

III.1.1.2. Evolution des propriétés mécaniques lors des essais cyclés

De manière similaire à ce qui est observé en traction monotone, les essais de traction cyclée dans l'axe des fibres se caractérisent par des comportements faiblement non linéaires avec des boucles d'hystérésis obtenues lors des cycles de décharge-recharge peu ouvertes (Figure III-6). Les déformations et contraintes à rupture des essais cyclés sont sensiblement proches de celles des essais monotones pour chaque nuance. Certains essais présentent un comportement non linéaire plus marqué avant la rupture finale, notamment pour les nuances B et C (Figure III-6), comme pour les essais de traction monotone.

On note également les faibles déformations résiduelles obtenues à la suite des essais cyclés. Les premières déformations résiduelles apparaissent dès les premiers cycles et augmentent en fonction de la déformation maximale ε_{max}. Les déformations résiduelles obtenues sont inférieures à 0,016% de déformation pour l'ensemble des essais cyclés (Figure III-7). La nuance B est caractérisée par une augmentation des déformations résiduelles plus faible que les deux autres nuances (Figure III-7). La matrice aluminosilicate utilisée pour cette nuance peut être à l'origine de cette différence. Cette matrice bimodale possède une granulométrie plus fine (Figure II-2) qui peut limiter les déformations résiduelles lors de la fermeture des fissures. La nuance C présente des déformations résiduelles légèrement plus élevées que la nuance A. Le taux de matrice plus élevé dans la nuance C amène à des taux de fissurations matricielles plus importants qui conduisent à des déformations résiduelles plus importantes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

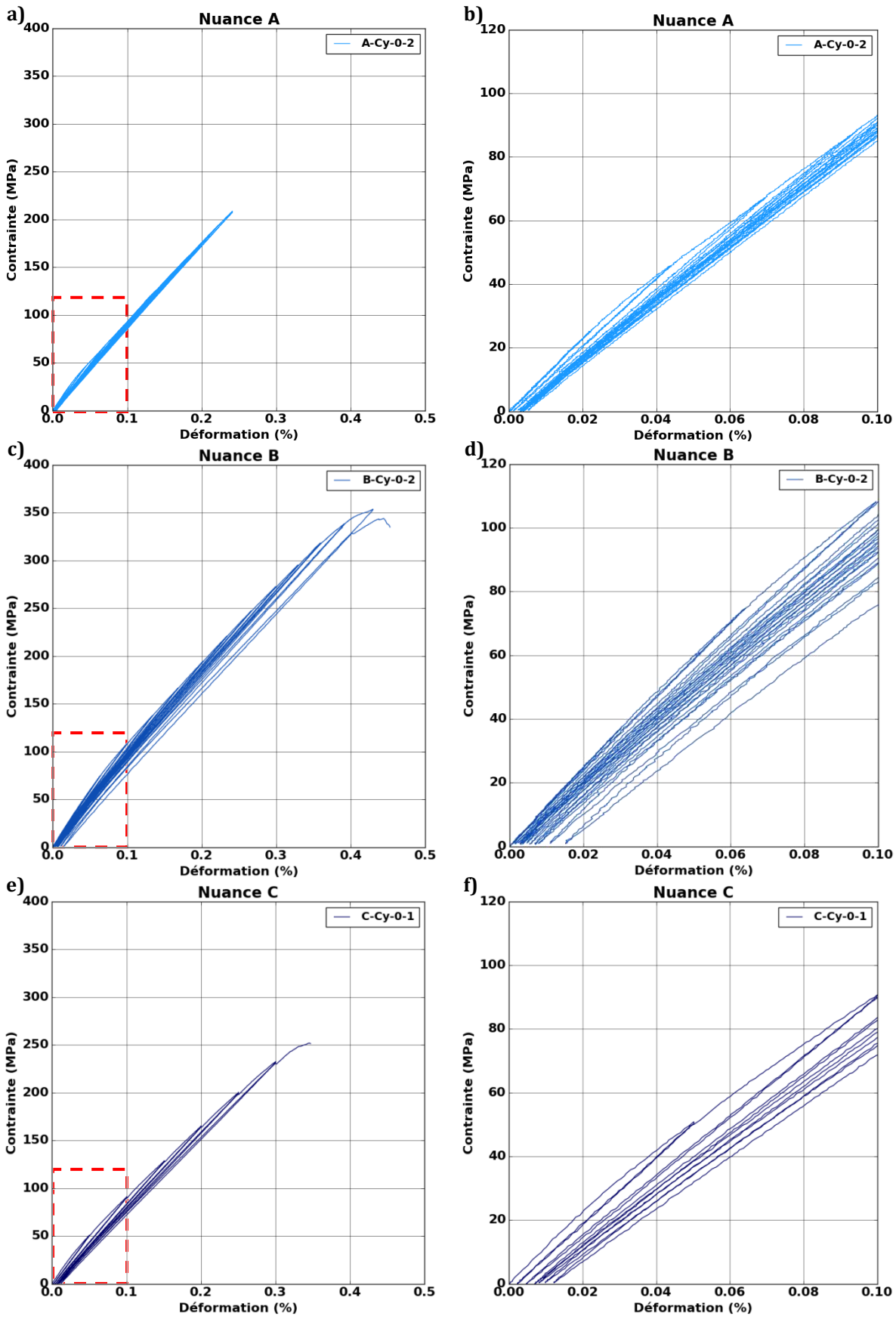

Figure III-6 –Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'essais de traction cyclée dans l'axe des fibres (a, c, e) ; Zoom encadré rouge jusqu'à 0,1% de déformation (b, d, f) ; Nuance A (a, b), Nuance B (c, d), Nuance C (e, f)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

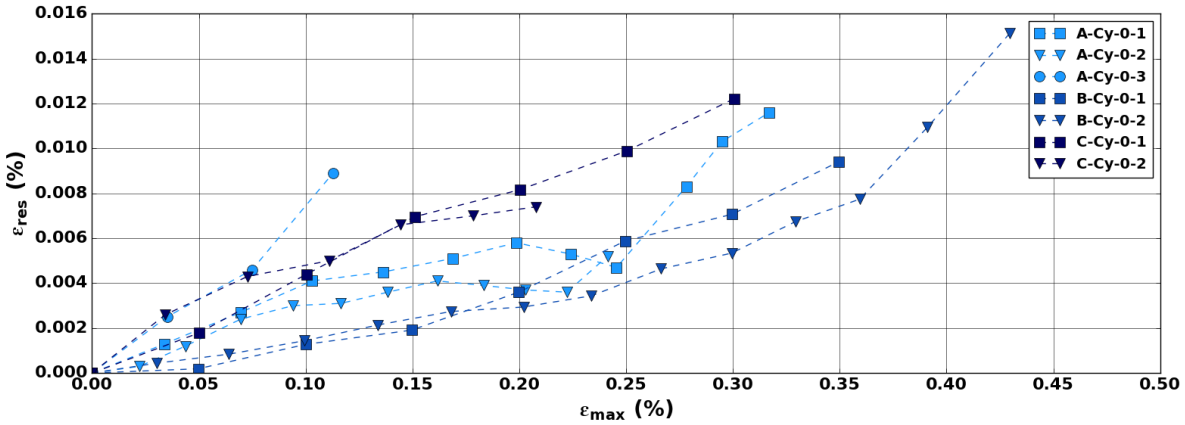

Figure III-7 – Evolution des déformations résiduelles pour l'ensemble des essais de traction cyclée dans l'axe des fibres en fonction de la déformation maximale

Les essais cyclés se caractérisent par la présence de frottement intérieur ne dépassant pas 3% (Figure III-8). Un frottement intérieur non nul est observé pour des déformations supérieures à 0,08% pour la nuance A. Les premières ouvertures de boucle s'effectuent pour des déformations de 0,10% pour la nuance B alors qu'elles apparaissent entre 0,10% et 0,15% de déformation pour la nuance C. L'augmentation du frottement intérieur pour la nuance C s'effectue de manière moins rapide que pour les autres nuances. Une augmentation importante du frottement intérieur est observée lors du dernier cycle avant la rupture macroscopique pour les essais présentant une non-linéarité plus marquée avant la ruine de l'éprouvette. Une sollicitation des interfaces fibre-matrice plus précoce pour la nuance A semble être à l'origine de l'apparition de frottement intérieur à de faibles niveaux de déformations. Le faible taux de matrice dans cette nuance (Figure II-1) peut être à l'origine de ces observations.

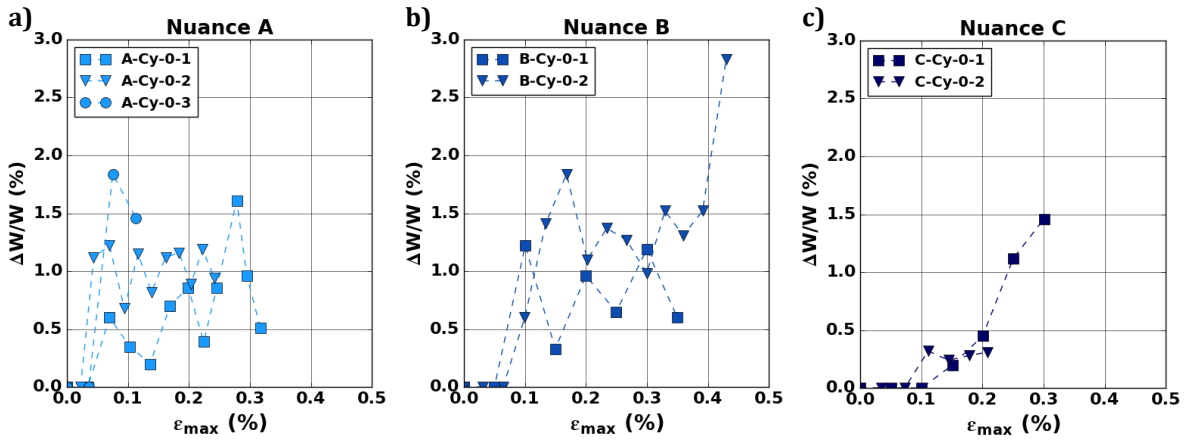

Figure III-8 – Evolution du frottement intérieur déterminé lors des essais de traction cyclée dans l'axe des fibres en fonction de la déformation maximale ; a) Nuance A, b) Nuance Pré-B, c) Nuance C

L'évolution des modules élastiques sécants des boucles d'hystérésis montrent des tendances similaires entre les trois nuances (Figure III-9). Un premier domaine, correspondant à un abaissement progressif du module élastique sécant, apparaît dès le premier cycle de décharge-recharge. Ces observations mettent en relief l'existence restreinte voire l'absence de domaine linéaire dans les composites oxydes. Ce domaine est suivi d'un ralentissement de la décroissance du module vers 0,05% de déformation pour les nuances A et C (Figure III-9), et aux alentours de 0,10% de déformation pour la nuance B (Figure III-9). Enfin, un abattement plus important du module apparaît pour certains essais (A-Cy-0-1 et B-Cy-0-2), cet abattement est relié au comportement fortement endommageable observé sur les courbes contrainte-déformation de certains essais (Figure III-2 et 3). Ces allures de courbe ont été observées par [Ben Ramdane 2014].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

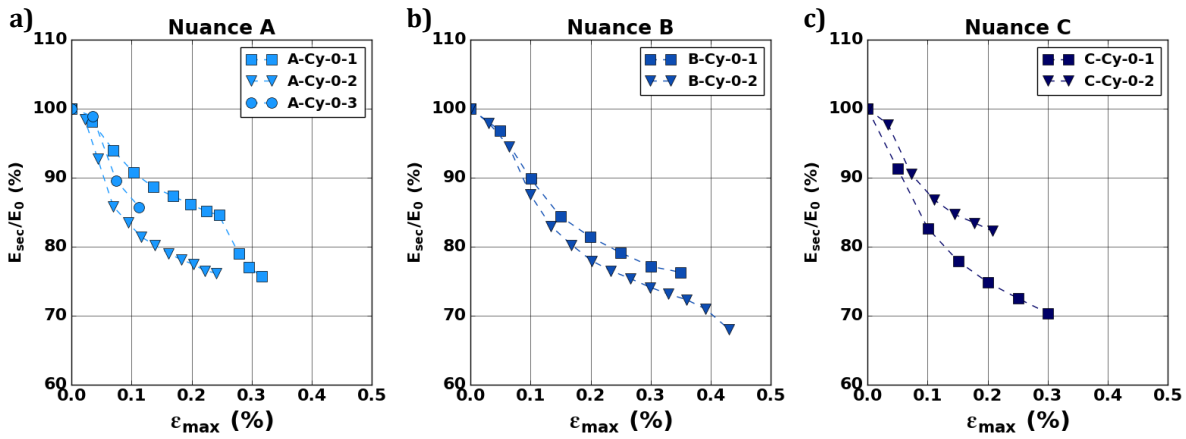

Figure III-9 – Evolution du module élastique sécant relatif déterminé lors des essais de traction cyclée dans l'axe des fibres ; a) Nuance A, b) Nuance B, c) Nuance C

III.1.1.3. Détermination des différents domaines d'endommagement

Compte-tenu des faibles déformations résiduelles (Figure III-7), les modules élastiques sécants théoriques E_{sec}^{th} sont calculés pour chaque essai de traction monotone. Afin de pouvoir quantifier de manière précise les trois domaines d'évolution du module élastique sécant cités précédemment, des critères ont été mis en place (Figure III-10). La transition entre les domaines 1 et 2 (noté D1 et D2) s'effectue au niveau du point d'inflexion caractérisant le ralentissement de la décroissance du module. Cette transition peut être associée à une reprise d'effort par les fils de chaîne, cette hypothèse sera discutée dans la partie III.3. Dans le cas de la présence d'un troisième domaine d'endommagement (noté D3), la transition est déterminée lorsqu'une baisse de module plus importante est observée.

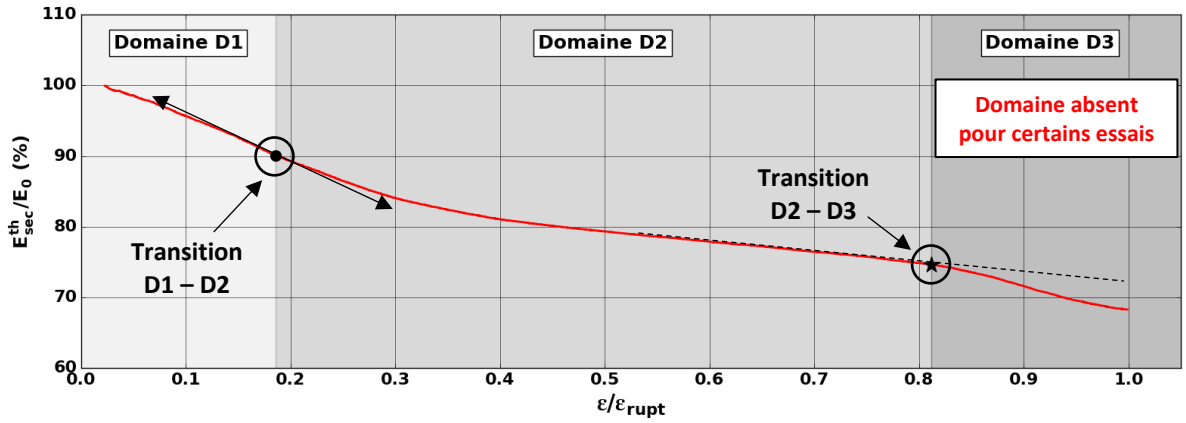

Figure III-10 – Représentation schématique de l'évolution caractéristique du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation relative lors d'un essai de traction d'un composite oxyde dans l'axe des fibres

Les évolutions des modules élastiques sécants théoriques E_{sec}^{th} sont similaires à celles obtenues avec les modules élastiques sécants (Figure III-11). Les valeurs de E_{sec}^{th} sont proches de celles des modules élastiques sécants qui montrent la faible contribution des déformations résiduelles dans la détermination des modules élastiques sécants.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

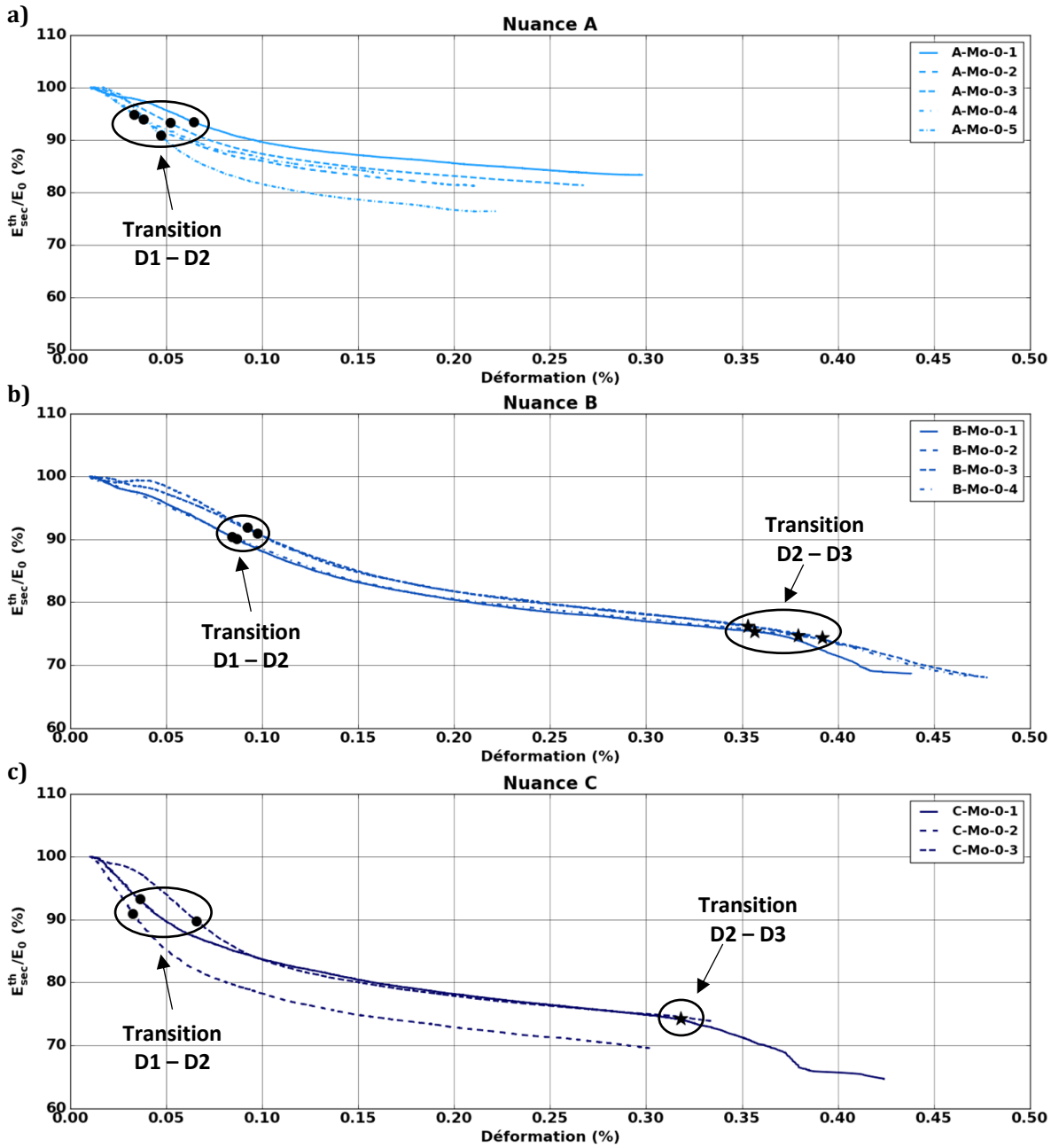

Figure III-11 – Evolution des modules élastiques sécants théoriques relatifs lors des essais de traction monotones dans l'axe des fibres en fonction de la déformation ; a) Nuance A, b) Nuance B, c) Nuance C

De manière similaire aux observations faites sur le module élastique sécant, l'abaissement du module élastique sécant théorique est observé en début d'essai, entre 0,02% et 0,05% de déformation. Ce constat peut être relié aux faibles propriétés mécaniques de la matrice (cf. I.1.1.2) qui se fissure à de faibles niveaux de déformation.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

On remarque que la transition entre les domaines D1 et D2 s'effectue pour un module élastique sécant théorique E_{sec}^{th} compris entre 90% et 95% du module d'Young E_0 pour l'ensemble des essais (Figure III-11). Cependant, comme la perte de module est plus marquée pour les nuances A et C, la transition D1-D2 s'effectue entre 0,03% et 0,07% de déformation (Figure III-11) alors que cette transition s'effectue entre 0,08% et 0,10% de déformation pour la nuance B (Figure III-11). La fissuration matricielle étant considérée comme le premier endommagement se produisant dans les composites oxydes, la nature de la matrice – aluminosilicate pour la nuance B, alumine pour les nuances A et C – peut être à l'origine de cette différence.

La nuance A ainsi que les essais C-Mo-0-2 et 3 se caractérisent par une rupture macroscopique lors du domaine D2 (Figure III-11). La présence d'un troisième domaine D3 pour la nuance A a été uniquement observée lors de l'essai cyclé A-Cy-0-1 (Figure III-9). Les transitions D2-D3 pour les essais sur nuance B et pour l'essai C-Mo-0-1 sont obtenues pour un module élastique sécant théorique E_{sec}^{th} compris entre 74% et 76% du module d'Young E_0. Cette transition est obtenue pour des déformations comprises entre 0,35% et 0,40% pour la nuance B (Figure III-11) et 0,32% pour l'essai C-Mo-0-1 (Figure III-11).

En ce qui concerne l'évolution des modules élastiques sécants relatifs pour chaque nuance (Figure III-9 et 10), on constate que la variabilité des propriétés obtenues est corrélée avec le niveau de maturité du procédé de fabrication. La nuance B, issue du procédé le plus mature, présente le moins de variabilité entre les essais alors que les nuances A et C ont une variabilité plus importante.

Il a été démontré que la majeure partie des efforts de traction sont supportés par les fils de chaîne, longitudinaux à l'axe de sollicitation [Heathcote 1999]. Cette contribution des fils de chaîne peut être quantifiée à l'aide du taux de fibres. En considérant que l'armure textile utilisée est équilibrée, avec 50% de fibres contenues dans les chaînes et 50% dans les trames, on peut déterminer le module d'Young des fils de chaîne dans les éprouvettes sollicitées dans l'axe des fibres (Eq. III-1).

$$E_{chaîne} = \frac{T_{vf}}{2} * E_{N610} \qquad \textit{Eq. III-1}$$

avec T_{vf} : taux volumique de fibres calculé sur éprouvette
E_{N610} : module d'Young des fibres Nextel™610 (380 MPa)

Lorsque l'on compare le module $E_{chaîne}$ à l'évolution du module élastique sécant théorique des essais présentant trois domaines d'endommagement, on observe que la transition entre les domaines D2 et D3 s'effectue pour un module élastique sécant théorique proche du module $E_{chaîne}$ (Figure III-12). Il a également été remarqué que les essais ne présentant pas de domaine D3 ont un module E_{sec}^{th} supérieur ou du même ordre de grandeur que le module $E_{chaîne}$.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

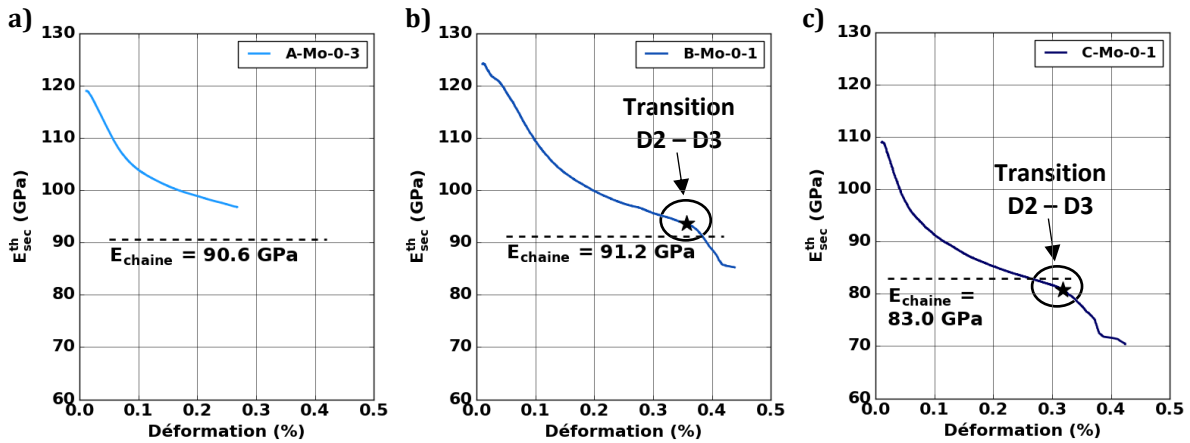

Figure III-12 – Comparaison du module élastique sécant théorique et du module $E_{chaîne}$ lors d'essais de traction dans l'axe des fibres ; a) Nuance A, b) Nuance B, c) Nuance C

Cette observation indique que la contribution de la matrice et des fils de trames est négligeable à l'approche du troisième domaine D3. L'abaissement des propriétés mécaniques lors du troisième domaine est ainsi dû principalement à des ruptures progressives des fibres ou des fils de chaîne qui conduisent à la ruine du matériau. Une rupture macroscopique obtenue lors du second domaine d'endommagement découle d'une ruine simultanée de l'ensemble des fils de chaîne. Ces hypothèses mènent à associer le domaine D2 à une reprise d'effort par les fils de chaîne qui expliquerait la baisse modérée du module élastique sécant théorique dans ce domaine.

III.1.2. Faciès de rupture

A l'instar des résultats obtenus dans la littérature (Figure I-12), les faciès de rupture obtenus sont caractérisés par de fortes extractions de fils (Figure III-13) qui témoignent du caractère endommageable de ces matériaux. Cette extraction de fils varie fortement entre les nuances. La nuance A possède des longueurs d'extraction très importantes, supérieures à 50 ± 20 mm (Figure III-13). Les longueurs d'extraction des nuances B et C sont plus faibles, de l'ordre de 20 ± 5 mm (Figure III-13).

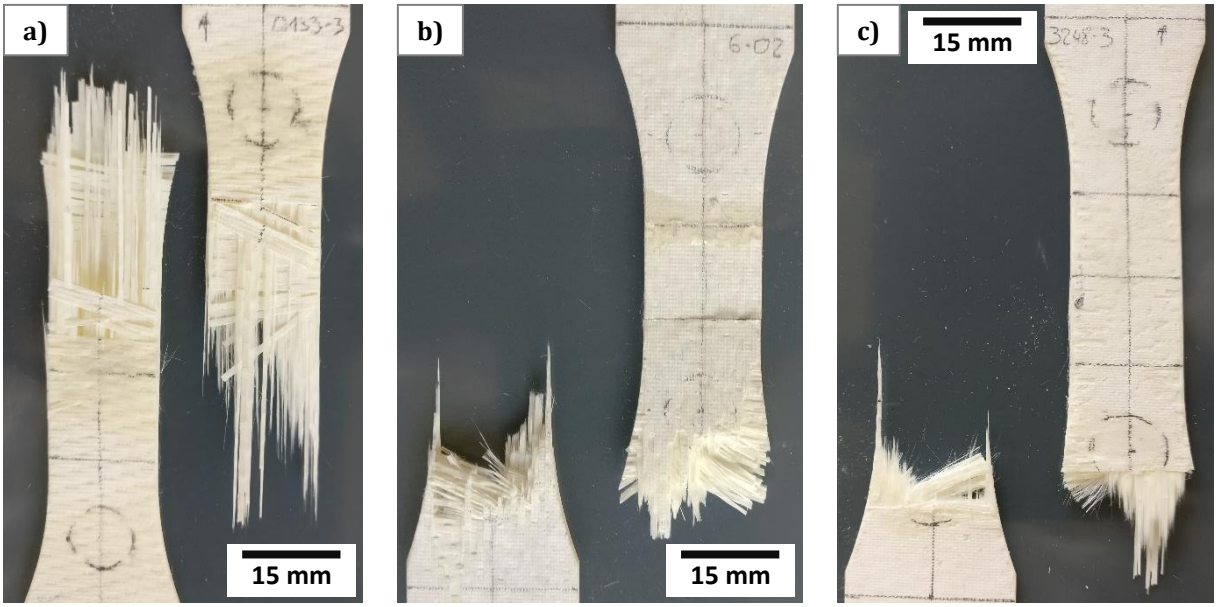

Figure III-13 – Faciès de rupture obtenus suite aux essais de traction dans l'axe des fibres – vue de dessus ; a) Nuance A (A-Mo-0-5), b) Nuance B (B-Mo-0-3), c) Nuance C (C-Mo-0-3)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

L'observation des tranches des éprouvettes rompues montrent un foisonnement de l'empilement au niveau des zones de rupture macroscopique. On remarque également que l'extraction des fils est corrélée avec des bandes de délaminages présentes aux alentours des zones de rupture macroscopique (Figure III-14). La zone de délaminage plus importante observée sur la nuance A peut être reliée à la présence de macroporosités allongées (Tableau II-5) qui jouent le rôle de chemins préférentiels à la propagation des délaminages. Ces délaminages peuvent être à l'origine du frottement intérieur observé lors des essais de traction cyclée (Figure III-8).

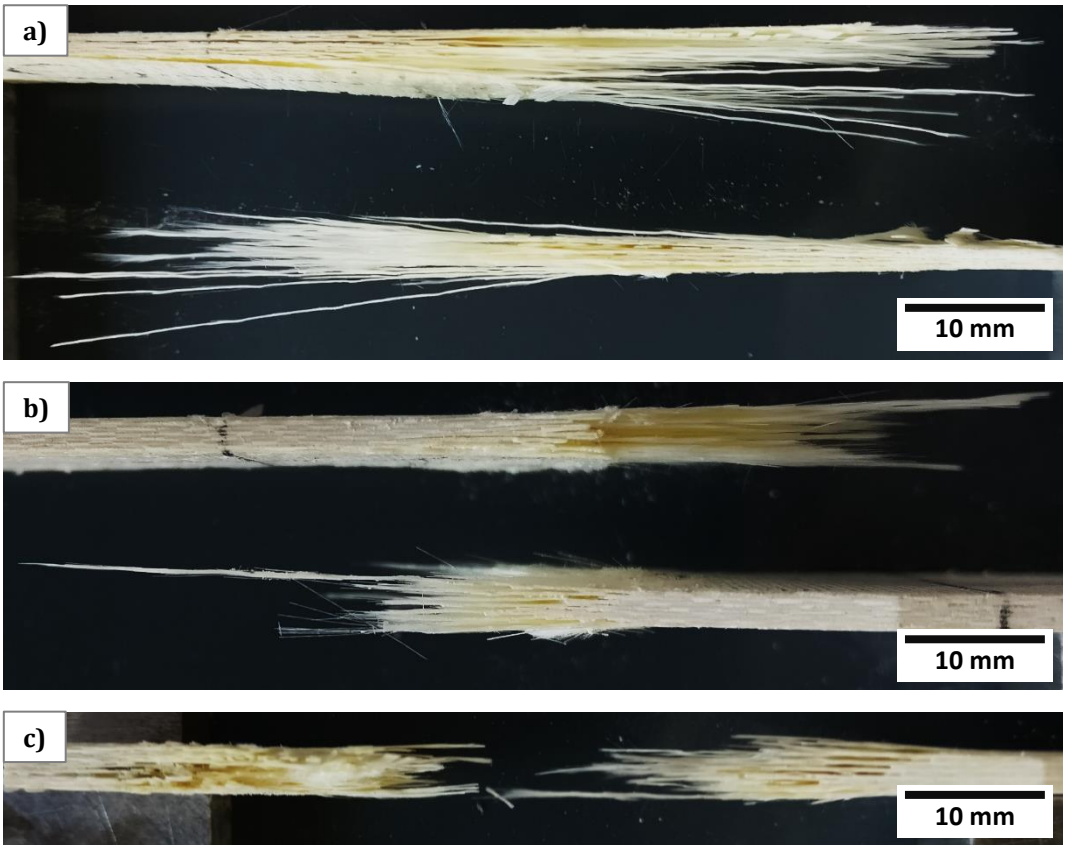

Figure III-14 – Faciès de rupture obtenus suite aux essais de traction dans l'axe des fibres – visualisation de la tranche ; a) Nuance A (A-Mo-0-5), b) Nuance B (B-Mo-0-3), c) Nuance C (C-Mo-0-3)

III.1.3. Activité acoustique

Au-delà de l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques des éprouvettes, un suivi de l'émission acoustique est réalisé pour chaque essai. Les résultats présentés ci-dessous sont issus de l'analyse des signaux enregistrés par les capteurs Nano30 présentant une meilleure sensibilité. Les activités acoustiques issues d'essais de traction dans l'axe des fibres sur chaque nuance sont présentées ci-dessous : essais A-Mo-0-5, B-Mo-0-3, C-Mo-0-3 (nuance C sans domaine D3) et C-Mo-0-1 (nuance C avec domaine D3). Afin de juger de la reproductibilité des résultats pour une même nuance, les activités acoustiques en terme de sévérité des essais de traction monotone et cyclée sont présentées en Annexe 3.

III.1.3.1. Localisation des sources

L'activité acoustique est présentée de deux manières : l'activité acoustique englobant l'ensemble des signaux détectés lors d'un essai et l'activité acoustique ne prenant en compte que les sources localisées. Les localisations présentées ci-dessous sont issues d'essais présentant des ruptures macroscopiques entre les capteurs d'émission acoustique (essais A-Mo-0-5 et C-Mo-0-3), ou au niveau d'un des deux capteurs d'EA (essai B-Mo-0-3 et C-Mo-0-1). La localisation des sources prend en compte l'évolution de la vitesse de propagation en cours d'essai (Eq. II-11).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

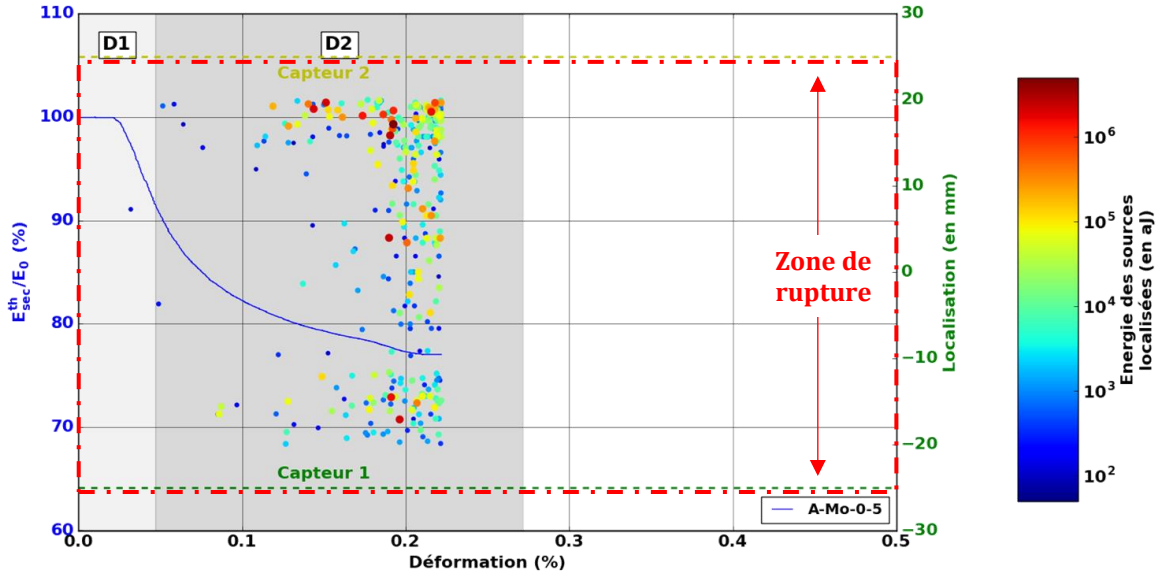

Figure III-15 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation lors d'essai de traction monotone dans l'axe des fibres sur nuance A (essai A-Mo-0-5) – capteurs Nano30 – rupture macroscopique entre les capteurs

Les essais de traction sur nuance A sont caractérisés par une part assez faible de signaux localisés, inférieure à 10% du nombre total de sources (Figure III-15). On remarque un nombre de sources localisées plus important à partir 0,18% de déformation. Les localisations réparties de manière homogène sur l'ensemble de la zone utile (Figure III-14) indiquent un endommagement diffus.

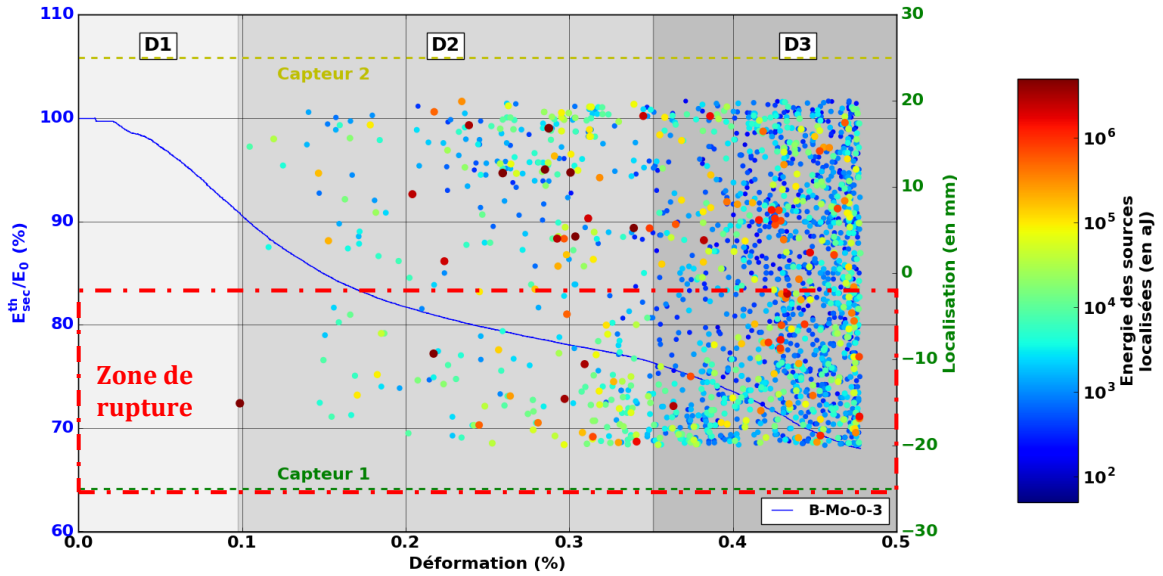

Figure III-16 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation lors d'essai de traction monotone dans l'axe des fibres sur nuance B (essai B-Mo-0-3) – capteurs Nano30 – rupture macroscopique proche capteur 1

Un nombre plus important de sources localisées est détecté sur la nuance B, entre 15 et 20% du nombre total de sources (Figure III-16). Les sources localisées apparaissent dans le domaine D2 et s'intensifient dans le domaine D3. Cependant, les sources les plus énergétiques sont majoritairement enregistrées dans le domaine D2. De manière similaire à la nuance A, la localisation des sources est répartie de manière homogène sur l'ensemble de la zone utile.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

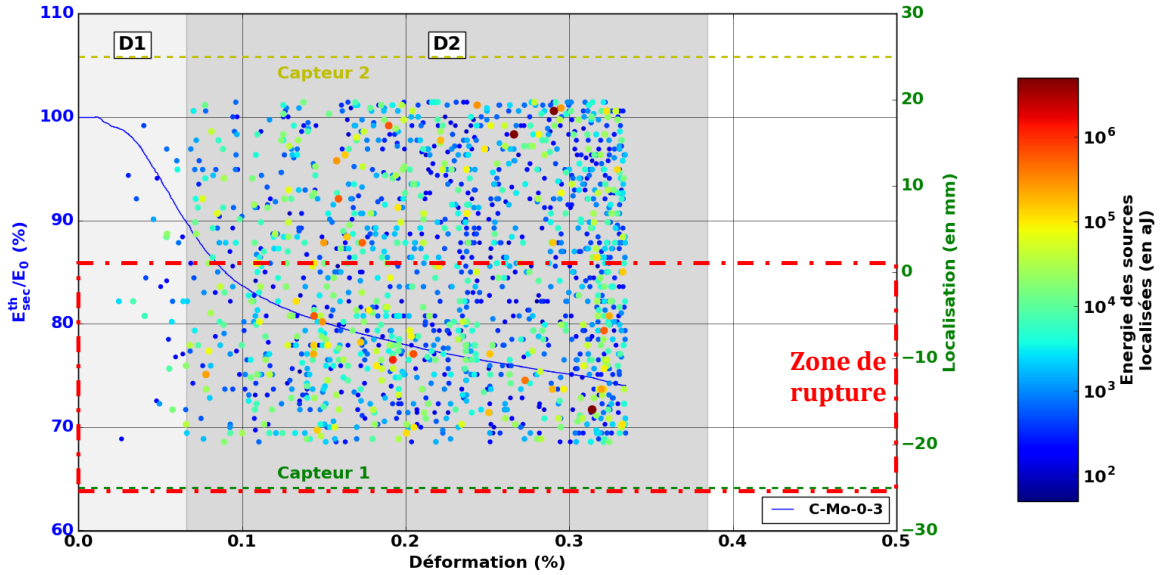

Figure III-17 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation lors d'essai de traction monotone dans l'axe des fibres sur nuance C (essai C-Mo-0-3) – capteurs Nano30 – rupture macroscopique proche capteur 1

Les premiers signaux localisés pour des essais de traction dans l'axe des fibres sur nuance C sont enregistrés pour des niveaux de déformations plus faibles, dès le domaine D1 (Figure III-17) ou au début du domaine D2 (Figure III-18). Cette localisation s'intensifie au cours du domaine D2 tout en restant bien répartie sur l'ensemble de la zone d'analyse. Les signaux localisés sont d'intensités plus faibles que ceux obtenus sur nuance B (Figure III-16). On remarque également qu'un plus grand nombre de sources sont localisées pour l'essai C-Mo-0-3 par rapport à l'essai C-Mo-0-1.

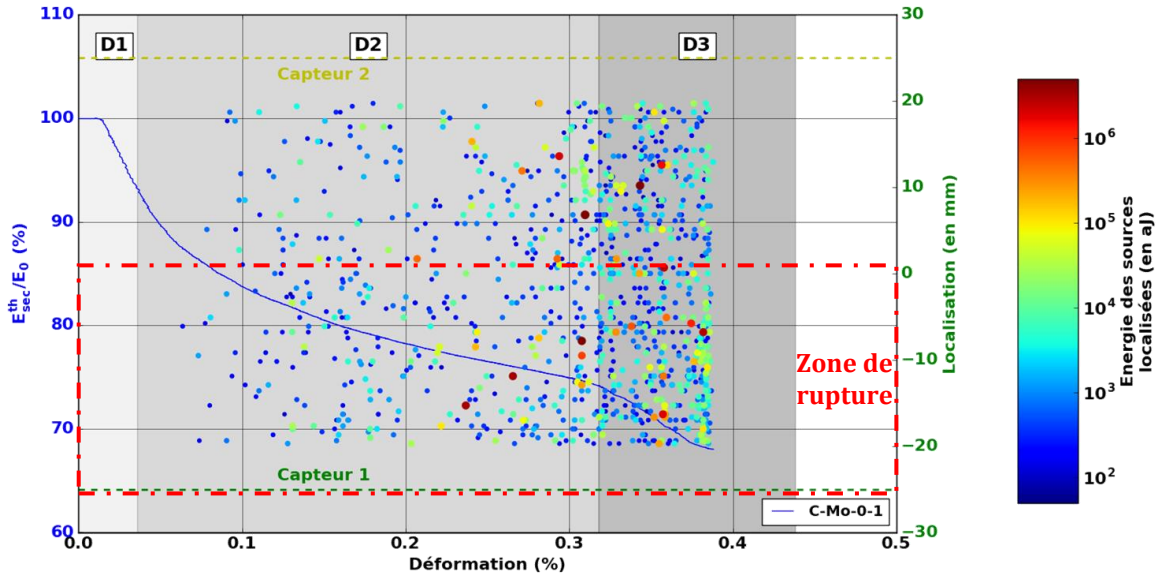

Figure III-18 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation lors d'essai de traction monotone dans l'axe des fibres sur nuance C (essai C-Mo-0-1) – capteurs Nano30 – rupture macroscopique proche capteur 1

Peu de différences notables sont observées en ce qui concerne l'activité acoustique localisée avec la présence d'un troisième domaine d'endommagement (Figure III-18). Cette remarque doit être pondérée par le fait que la rupture macroscopique a eu lieu en dehors de la zone d'analyse pour cet essai.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

La faible activité acoustique des sources localisées dans le domaine D1 a rendu nécessaire l'analyse des sources non-localisées. L'activité acoustique de l'ensemble des sources détectées doit permettre de mieux comprendre les endommagements à l'origine de la chute des propriétés mécaniques dans ce domaine. L'activité acoustique de l'ensemble des signaux détectés (courbes rouges) et des sources localisées (courbes vertes) sont présentées conjointement dans la suite de cette partie.

III.1.3.2. Evolution du nombre de sources

L'évolution du nombre de signaux cumulé met en évidence l'apparition des premières sources dès le domaine D1 (Figure III-19). On remarque que l'apparition des premiers signaux est corrélée avec l'abaissement du module élastique sécant théorique lors du domaine D1 (Figure III-19). Les premiers signaux apparaissent entre 0,01% et 0.03% de déformation pour toutes les nuances. Les mécanismes à l'origine de cet abaissement des propriétés mécaniques sont ainsi détectés par EA mais pas localisés. Une augmentation de la cinétique d'endommagement est observée au niveau de la transition D1-D2 pour les nuances A et C (Figure III-19).

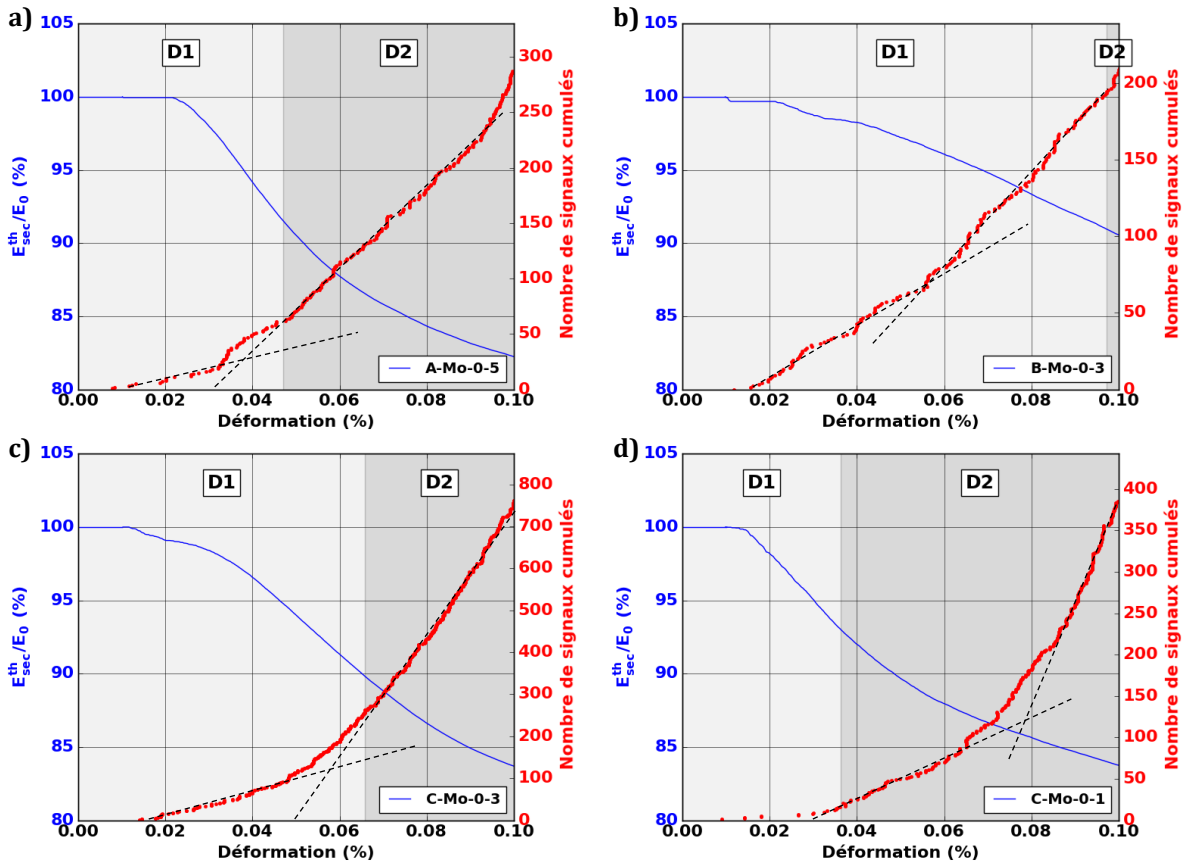

Figure III-19 – Evolution du nombre de signaux cumulés enregistrés et évolution du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation en début d'essais de traction dans l'axe des fibres ; a) Essai A-Mo-0-5, b) Essai B-Mo-0-3, c) Essai C-Mo-0-3, d) Essai C-Mo-0-1 – capteurs Nano30

Les premières sources localisées sont activées au niveau de la transition D1-D2 (Figure III-20). Une augmentation du nombre de sources avant la rupture finale est obtenue pour chaque essai, cet accroissement est plus marqué pour les sources localisées. Cette augmentation est reliée avec la transition D2-D3 dans le cas d'essais présentant 3 domaines d'endommagement (Figure III-20). L'abaissement des propriétés dans le domaine D3 est corrélé avec l'augmentation de l'activité acoustique.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

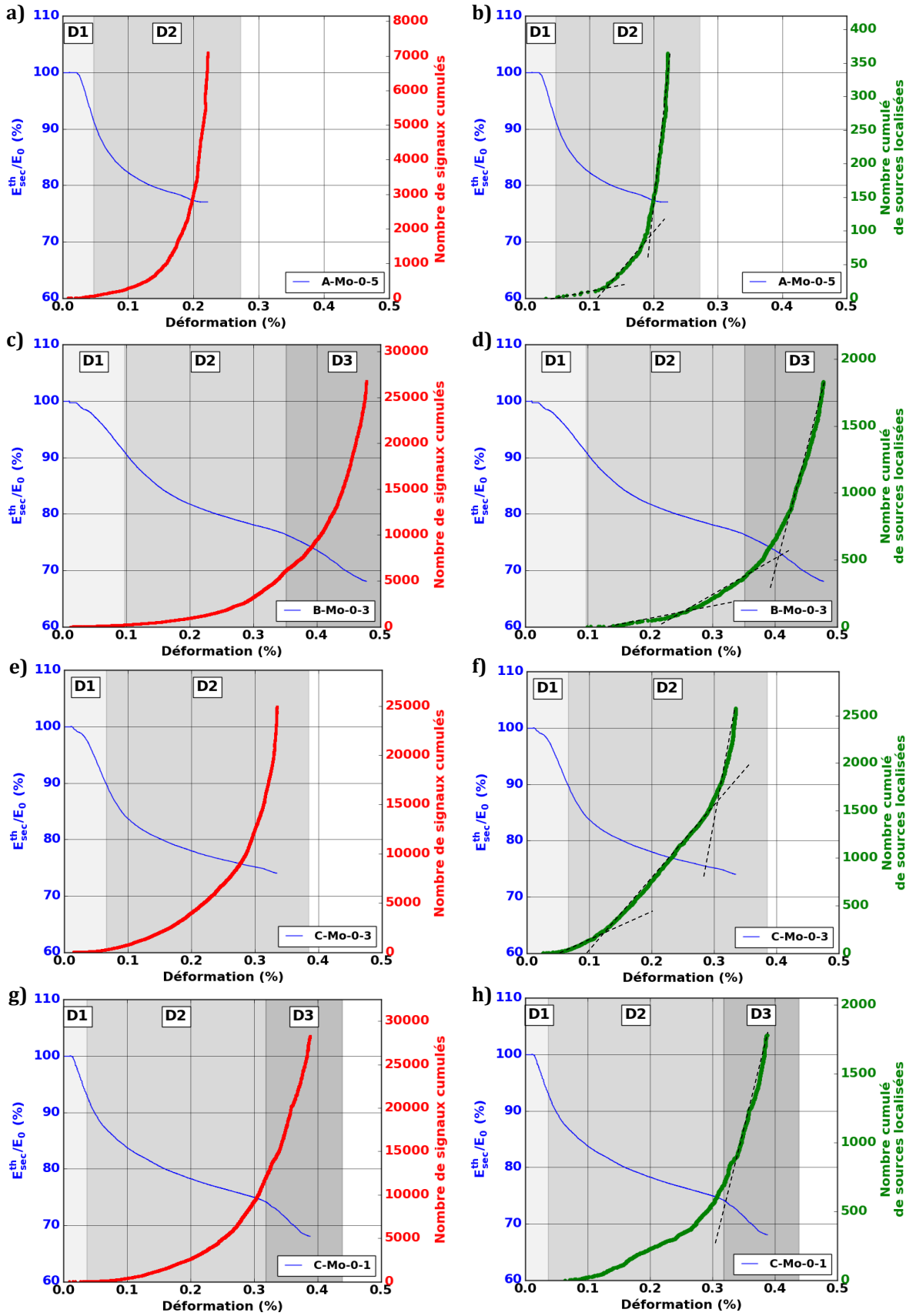

Figure III-20 – Evolution du nombre de signaux cumulés enregistrés et du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation au cours d'essais de traction dans l'axe des fibres ; Ensemble des signaux détectés (a, c, e, g), Sources localisées (b, d, f, h) ; Essai A-Mo-0-5 (a, b), Essai B-Mo-0-3 (c, d), Essai C-Mo-0-3 (e, f), Essai C-Mo-0-1 (g, h) – capteurs Nano30

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

III.1.3.3. Evolution de l'énergie acoustique

Les évolutions de l'énergie acoustique cumulée obtenues pour les trois nuances présentent des similitudes : le premier domaine d'endommagement est caractérisé par une activité acoustique peu énergétique. L'augmentation de l'énergie acoustique apparaît lors du domaine D2 puis se poursuit dans le domaine D3 pour les essais présentant ce dernier domaine d'endommagement.

L'évolution de l'énergie acoustique est composée de sauts caractérisant l'apparition de sources très énergétiques. La sévérité de l'activité acoustique est calculée afin d'étudier la cinétique d'apparition de ces sources témoignant d'un endommagement critique (Figure III-21 et Annexe 3). L'étude de la sévérité montre qu'une part importante de l'énergie acoustique est contenue dans un nombre restreint de signaux. La sévérité étant calculée sur les 10 signaux les plus énergétiques (J = 10), ces 10 signaux englobent entre 25 et 50% de l'énergie acoustique cumulée au cours d'un essai (Figure III-21). Cette proportion est supérieure à 75% si l'on considère uniquement les sources localisées.

Les endommagements à l'origine de l'abaissement des propriétés mécaniques lors du domaine D1 sont peu énergétiques. Ce constat se traduit par une sévérité très faible. Cette observation va dans le sens d'une multi-fissuration de la matrice microporeuse. Les ponts entre les grains partiellement frittés de la matrice sont de l'ordre de la centaine de nanomètres, la libération d'énergie issue de leur fissuration est donc supposée faible.

Des différences existent entre les nuances si l'on s'intéresse aux niveaux de déformations pour lesquels on observe une forte augmentation de la sévérité. Pour la nuance A, les premiers sauts apparaissent entre 0.05% et 0.15% selon les essais (Figure III-21 et Annexe 3). Les premières sources énergétiques se produisent entre 0.10% et 0.20% pour la nuance B (Figure III-21 et Annexe 3). D'autres sources fortement énergétiques se produisent tout au long du domaine D2. Une augmentation de la sévérité est détectée sur la nuance C pour des déformations comprises entre 0,08 et 0,15% de déformation (Figure III-21 et Annexe 3). On note cependant que les signaux les plus énergétiques apparaissent vers la fin du domaine D2, entre 0.17% et 0.26% de déformation.

Ces signaux de très haute énergie sont principalement émis lors du deuxième domaine d'endommagement D2. En comparant l'évolution du module élastique sécant théorique, ce résultat peut paraître contradictoire car les endommagements les plus critiques apparaissent dans le domaine présentant l'abaissement des propriétés mécaniques le moins important. Au regard des faciès de rupture obtenus (Figure III-14), nous émettons l'hypothèse que ces signaux sont associés à des phénomènes de délaminages. Ces endommagements de grande échelle se réalisant dans des plans parallèles à l'axe de sollicitation, ils n'influencent pas directement les propriétés mécaniques déterminées à l'aide des courbes contrainte-déformation. Le domaine D3 est caractérisé par une faible augmentation de la sévérité qui traduit de l'absence de nouvelles sources plus énergétiques. Les délaminages libèrent ainsi une énergie acoustique plus importante que les ruptures de fibre étant donné que ce mécanisme est associé au domaine D3 (Figure III-21 et Annexe 3). L'apparition de délaminage lors du domaine D2 est également cohérente avec l'apparition de frottements intérieurs non-nuls pendant ce domaine d'endommagement pour les trois nuances (Figure III-8) lors des essais de traction cyclée. Un parallèle peut être effectué entre l'apparition tardive des signaux énergétiques (supposés reliés aux délaminages) et l'augmentation moins rapide d'un frottement intérieur pour la nuance C.

Pour les essais ne présentant pas de domaine D3, on remarque que les signaux les plus énergétiques se produisent juste avant la ruine de l'éprouvette, dans le domaine D2 (Figure III-21 et Annexe 3). La rupture semble consécutive à un accroissement rapide des délaminages qui empêche un report de charge suffisant à l'obtention d'un domaine D3. Les sources de hautes énergies apparaissent également dans le domaine D2 dans le cas d'essais présentant 3 domaines d'endommagement. La présence d'un domaine D3 confirme donc la bonne résistance à l'endommagement de la nuance B et de la nuance C dans une moindre mesure. L'augmentation de l'énergie dans le domaine D3 est donc liée à l'augmentation du nombre de signaux, notamment pour la nuance B.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

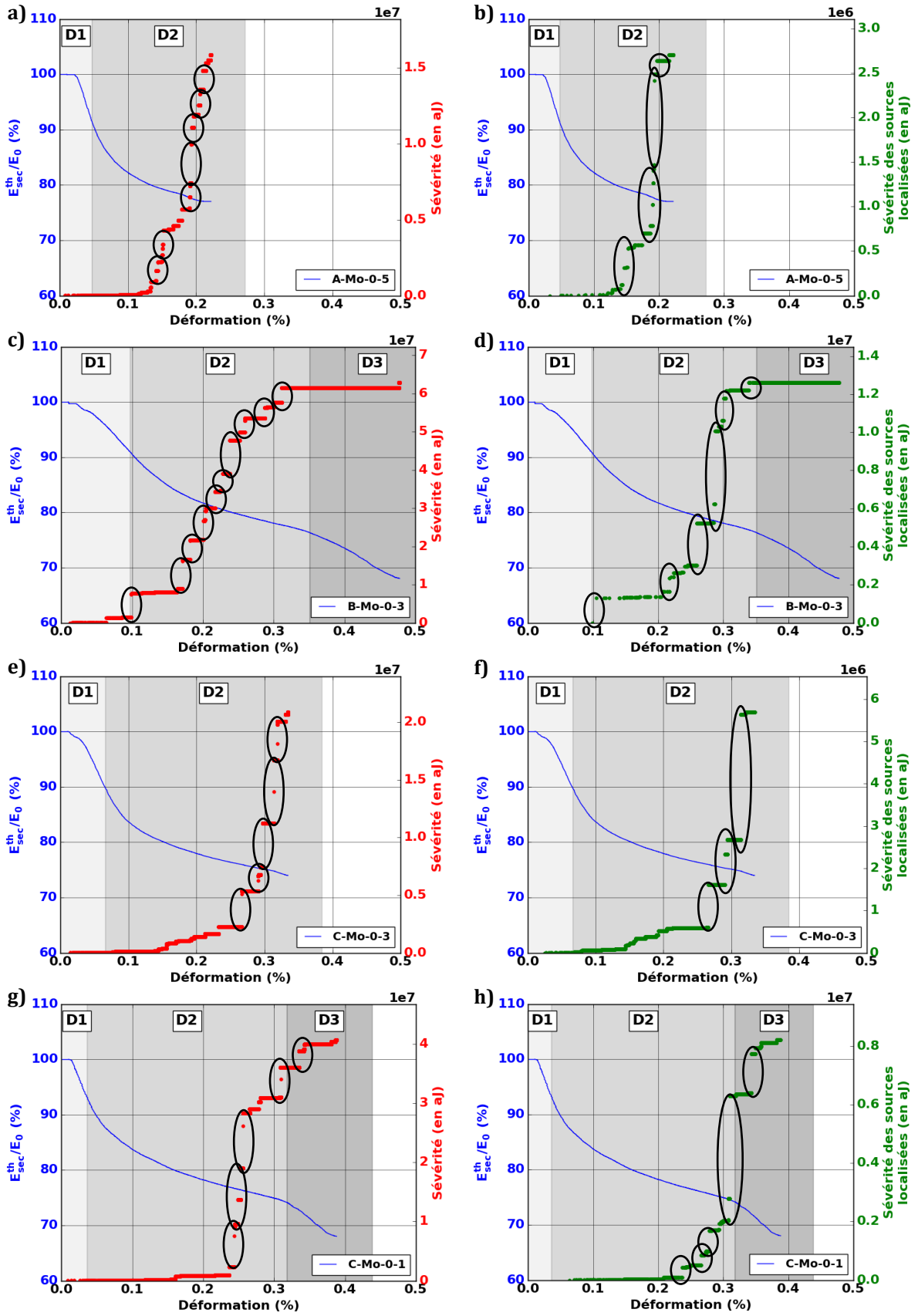

Figure III-21 – Evolution de la sévérité acoustique et évolution du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation lors des essais de traction monotone dans l'axe des fibres (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) ; Ensemble des signaux détectés (a, c, e, g), Sources localisées (b, d, f, h) ; Essai A-Mo-0-5 (a, b), Essai B-Mo-0-3 (c, d), Essai C-Mo-0-3 (e, f), Essai C-Mo-0-1 (g, h) – capteurs Nano30

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les activités acoustiques des essais de traction cyclée amènent aux mêmes observations que celles des essais de traction monotone. L'effet des cycles de décharge-recharge sur l'activité acoustique est présenté en Annexe 4.

III.2. Propriétés en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Les courbes contrainte-déformation obtenues en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres se caractérisent par un maintien de la charge après la contrainte maximale. La caractérisation des propriétés mécaniques au-delà de la contrainte maximale ne peut être réalisée que lorsque la rupture macroscopique se produit entre les couteaux de l'extensomètre. Les analyses des essais en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres se décomposent en 2 parties : une première partie jusqu'à la contrainte maximale (étude de tous les essais) et sur l'ensemble de l'essai (analyse des essais avec rupture macroscopique entre les couteaux des extensomètres). Les résultats issus de l'essai C-Mo-45-1 sont comparés à titre indicatif aux analyses effectuées sur les nuances A et B. En effet, seul un essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres a pu être réalisé sur la nuance C. Cette comparaison amène à établir des hypothèses sur le comportement de la nuance C en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Des essais supplémentaires sont nécessaires pour valider les hypothèses émises.

III.2.1. Propriétés mécaniques

III.2.1.1. Comportement mécanique en traction monotone

Les modules élastiques d'Young E_{45} sont compris entre 82 et 91 GPa pour tous les essais réalisés sur nuance A et B. Les propriétés élastiques des matrices alumine (nuance A) et aluminosilicate (nuance B) ainsi que les interfaces fibre-matrice semblent similaires.

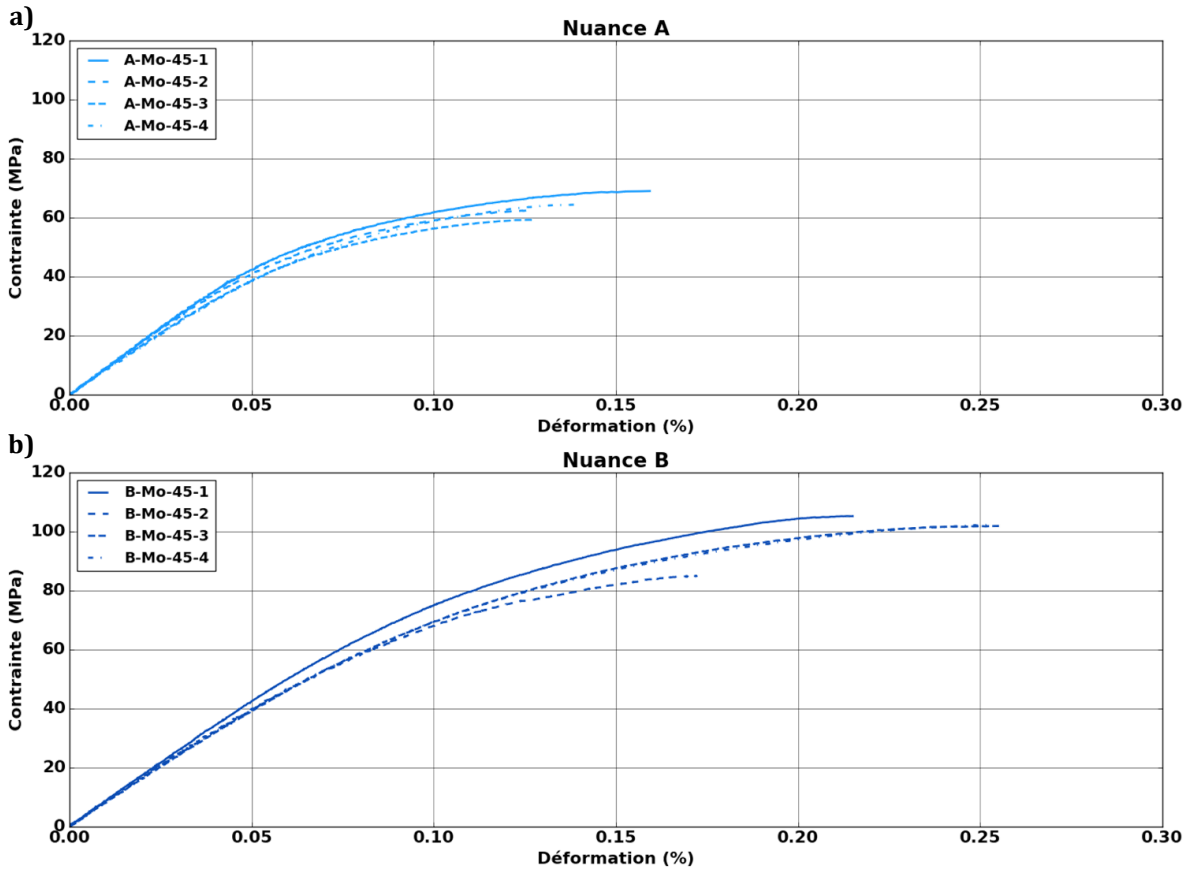

Figure III-22 – Courbes contrainte-déformation obtenues en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres jusqu'à la contrainte maximale; a) Nuance A, b) Nuance B

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les comportements mécaniques obtenus se caractérisent par une perte de linéarité marquée jusqu'à la contrainte maximale (Figure III-22). La nuance B présente les contraintes maximales les plus élevées : 85-105 MPa (Figure III-22) contre 60-70 MPa pour la nuance A (Figure III-22). La nature de la matrice, et notamment sa résistance à l'endommagement, peut expliquer cette différence. L'infiltration des fils en matrice peut également être à l'origine de la meilleure résistance à la charge de la nuance B. En effet, les porosités intra-fil étant présentes en plus faible quantité dans la nuance B (Figure II-7), la surface de contact entre les fibres et la matrice est plus importante. Les efforts de traction sont ainsi mieux répartis dans le matériau, ce qui permet d'atteindre des niveaux de contraintes plus importants.

Des comportements différents sont observés au-delà de la contrainte maximale entre les nuances A et B (Figure III-23). Ces nuances se caractérisent par une chute brutale des propriétés mécaniques une fois la charge maximale atteinte. Un palier de charge est obtenu pour les deux nuances en fin d'essai pour des déformations supérieures à 1%. Les contraintes obtenues lors de ces paliers correspondent à environ un tiers de la contrainte maximale obtenue.

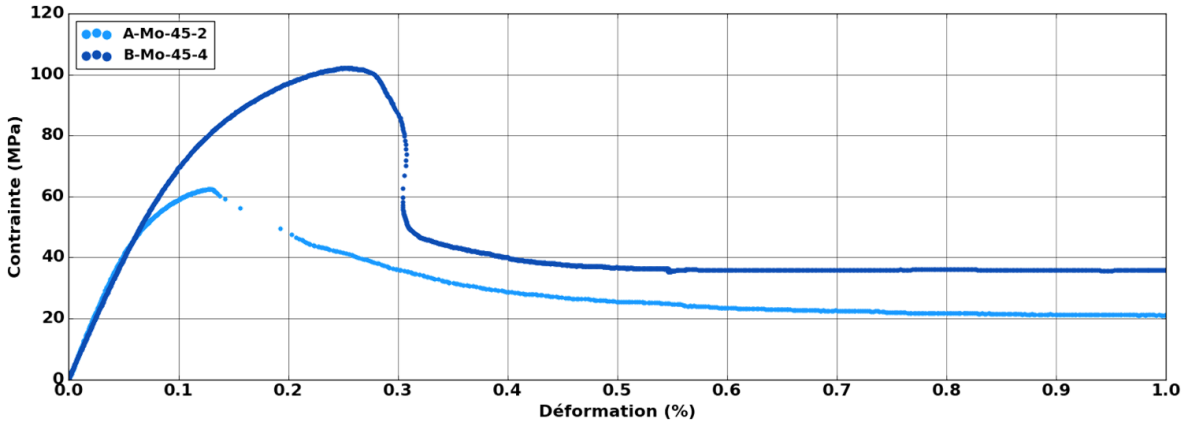

Figure III-23 – Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuances A et B, chaque point représente une mesure avec un incrément en déplacement de 4 µm

III.2.1.2. Evolution des propriétés mécaniques lors des essais cyclés

Des comportements mécaniques similaires à ceux des tractions monotones sont observés avec les essais cyclés sur nuances A et B (Figure III-24) avec une chute importante des propriétés mécaniques au-delà de la contrainte maximale.

On remarque des ouvertures de boucles et des déformations résiduelles très importantes au-delà de la contrainte maximale. De nombreux frottements se produisent lors des cycles de décharge-recharge lors de la seconde partie des essais pour les nuances étudiées. Ils sont reliés à l'extraction des plis amenant aux facies de rupture caractéristiques des éprouvettes orientées à ±45° par rapport à l'axe des fibres (Figure III-31).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

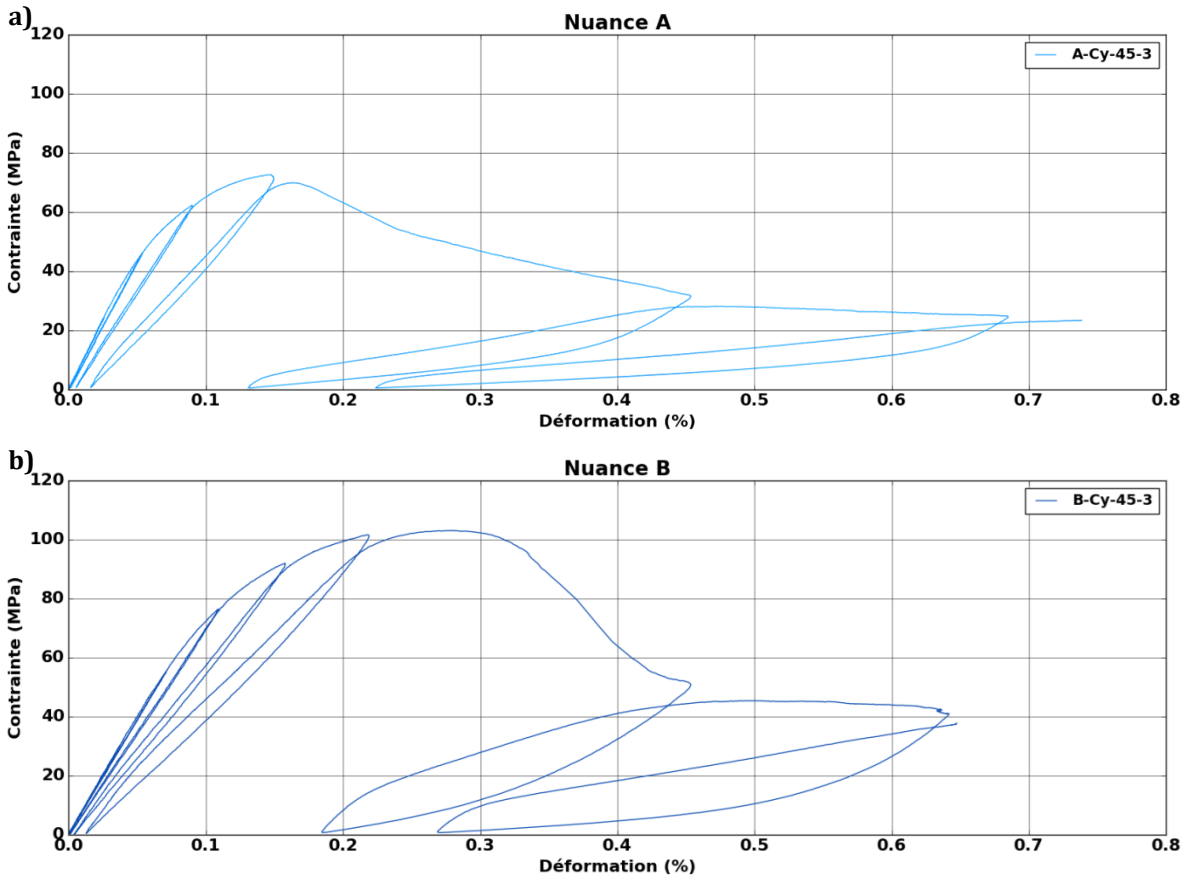

Figure III-24 – Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'essais de traction cyclée à ±45° par rapport à l'axe des fibres avec rupture macroscopique en zone extensométrée ; a) Nuance A, b) Nuance B

Les déformations résiduelles (Figure III-25), les frottements intérieurs (Figure III-26) et les modules élastiques sécants (Figure III-26) obtenus avant la contrainte maximale sont analysés plus finement.

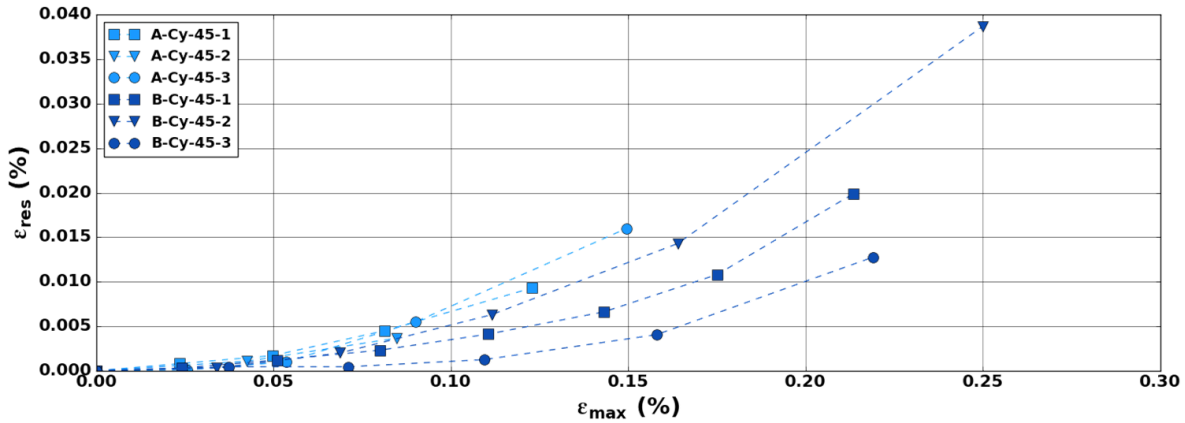

Figure III-25 – Evolution des déformations résiduelles en fonction de la déformation maximale pour les essais de traction cyclée à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuances A et B

Une augmentation des déformations résiduelles, observée lors des cycles, est obtenue avant la contrainte maximale (Figure III-25). Ces déformations résiduelles sont supérieures à celles observées en traction dans l'axe des fibres (Figure III-7), allant jusqu'à 0,04% de déformation pour l'essai B-Cy-45-2. Ceci est cohérent avec le comportement plus endommageable des composites oxydes en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. La matrice et les interfaces étant plus sollicitées, les fissurations matricielles et les décohésions fibres matrices augmentent en cours d'essai et contribuent à l'accroissement des

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

déformations résiduelles. Comme lors des essais de traction dans l'axe des fibres (Figure III-7), on remarque que les déformations résiduelles sont plus importantes pour la nuance A que pour la nuance B.

Compte-tenu de la contribution plus importante des interfaces fibre matrice en sollicitation hors axes, un frottement intérieur plus important qu'en traction dans l'axe des fibres (Figure III-8) est observé, supérieur à 10% (Figure III-26). Ce frottement intérieur est non nul à partir de 0,04% de déformation pour la nuance A et 0,07% pour la nuance B. On remarque que l'augmentation du frottement intérieur est corrélée avec la diminution du module élastique sécant pour les deux nuances étudiées (Figure III-26). Les interfaces fibre-matrice semblent ainsi jouer un rôle prépondérant dans la tenue mécanique des composites oxydes en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Les décohésions génèrent une diminution du module ainsi qu'une augmentation de l'énergie dissipée lors des cycles de décharge-recharge.

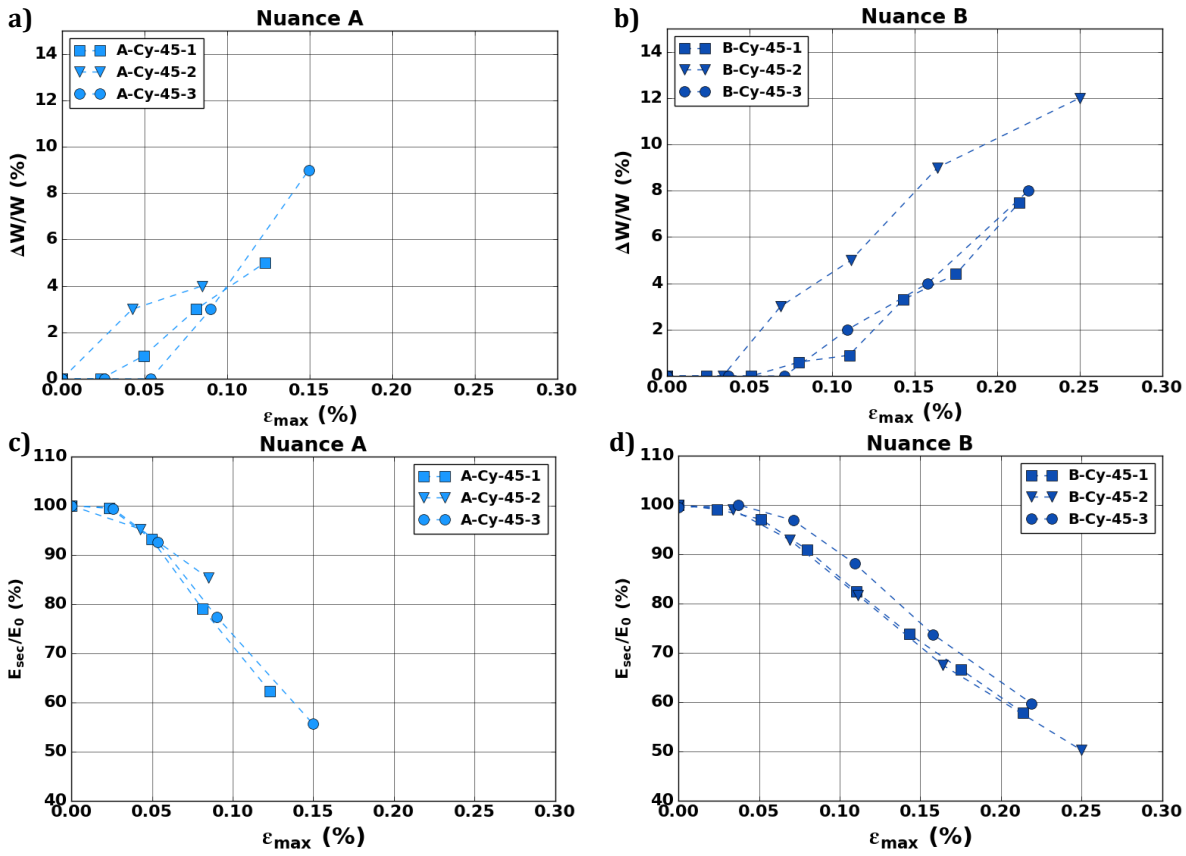

Figure III-26 – Evolution du frottement intérieur (a, b) et du module élastique sécant relatif (c, d) en fonction de la déformation maximale lors des essais de traction cyclée à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance A (a, c) et nuance B (b, d)

Un comportement quasi-linéaire est observé jusqu'à 0,02% de déformation pour la nuance A et jusqu'à 0,04% pour la nuance B (Figure III-27). Un abaissement des propriétés mécaniques est ensuite observé, cette baisse est plus marquée pour la nuance A qui témoigne d'un endommagement plus sévère. Une analogie peut être réalisée avec le domaine D1 des essais de traction dans l'axe des fibres (Figure III-9). Bien que les valeurs des déformations résiduelles amènent à une légère sous-estimation des modules élastiques sécants théoriques E_{sec}^{th}, les évolutions observées lors des essais de traction monotone sont similaires à celle des essais de traction cyclée avant la contrainte maximale. On note également que les comportements mécaniques en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sont plus reproductibles pour une même nuance, en comparaison aux essais de traction dans l'axe des fibres (Figure III-11).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

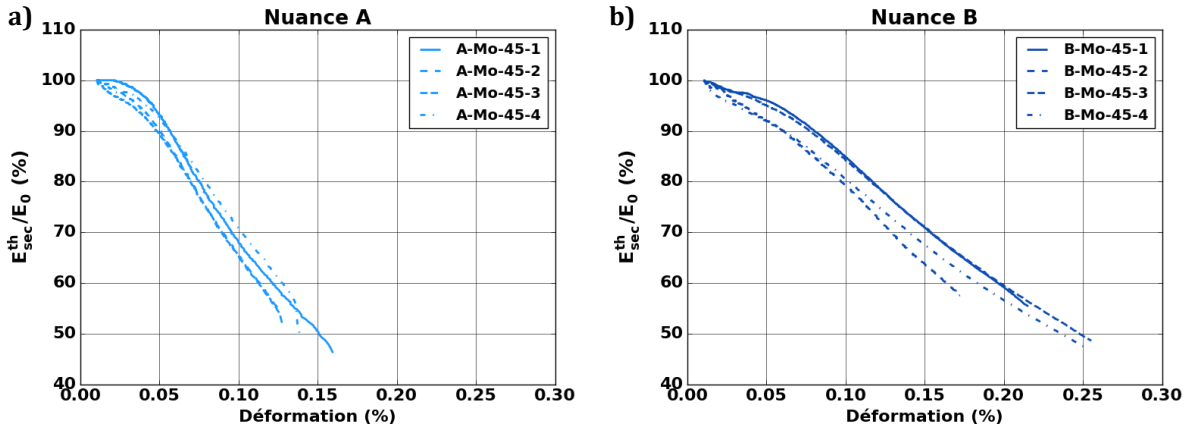

Figure III-27 – Evolution des modules élastiques sécants théoriques relatifs en fonction de la déformation lors d'essai de traction monotone à ±45° par rapport à l'axe des fibres avant la contrainte maximale ; a) Nuance A, b) Nuance B

III.2.1.3. Comparaison du comportement sur nuance C

L'essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance C (essai C-Mo-45-1) laisse entrevoir un comportement différent de ceux observés sur les nuances A et B (Figure III-28). Le niveau de contrainte maximal atteint est de 63 MPa, soit un niveau de charge similaire à ceux observés sur nuance A. Du fait de la présence de porosité intra-fil dans la nuance C (Figure II-7), ce résultat va dans le sens de l'hypothèse du rôle prépondérant de l'infiltration des fils dans la tenue mécanique en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres.

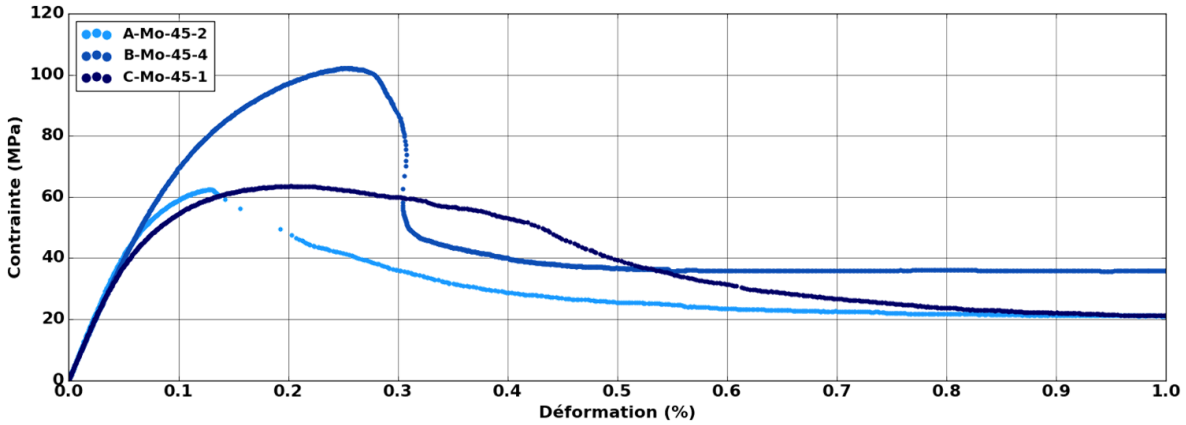

Figure III-28 – Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance A, B et C ; chaque point représente une mesure avec un incrément en déplacement de 4 µm

Une meilleure tenue mécanique est observée au-delà de la contrainte maximale pour l'essai C-Mo-45-1 avec une contrainte supérieure à 50 MPa supportée jusqu'à 0,4% de déformation. La nuance C semble avoir une meilleure résistance à l'endommagement après la contrainte maximale. La réalisation d'essais cyclés à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance C n'a pas pu être réalisée dans le cadre de cette étude, il serait intéressant de connaître l'évolution des boucles de décharge-recharge pour cette nuance compte-tenu de la résistance mécanique observée sur l'essai C-Mo-45-1.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

III.2.2. Faciès de rupture

Dans un souci de comparaison, les faciès de rupture présentés ci-dessous sont issus d'éprouvettes sollicitées jusqu'à 1,5% de déformation. La rupture macroscopique des éprouvettes n'est pas obtenue à ces niveaux de déformations. On remarque pour les trois nuances étudiées des faciès de rupture orientés à ±45° par rapport à l'axe de sollicitation, correspondant à l'orientation des fibres (Figure III-29). Ces observations démontrent le rôle important des interfaces fibres-matrice lors des sollicitations hors axes.

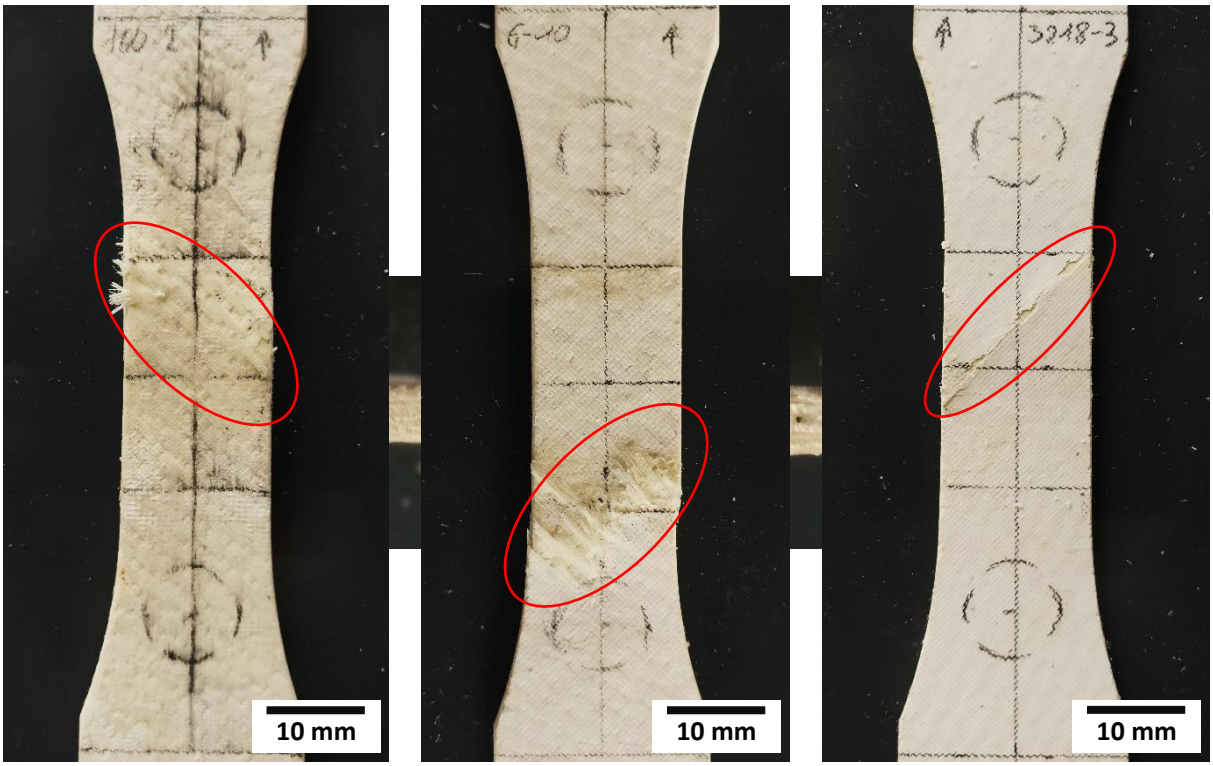

Figure III-29 – Faciès de rupture obtenus suite aux essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres – vue de dessus ; a) Nuance A (A-Cy-45-3), b) Nuance B (B-Mo-45-4), c) Nuance C (C-Mo-45-1)

La visualisation des tranches des éprouvettes sollicitées montre des zones de rupture macroscopique de 20 ± 10 mm. Bien que la rupture totale des éprouvettes ne soit pas obtenue, les zones de rupture macroscopique sont plus restreintes en traction hors axes. Ceci indique une concentration plus importante des endommagements.

Les faciès des tranches des éprouvettes sollicitées montrent des bandes de délaminages entre les plis. Comme en traction dans l'axe des fibres, ce type d'endommagement est prépondérant dans les faciès de rupture. Un foisonnement important des éprouvettes est observé, notamment pour les nuances A et B, comme décrit dans la littérature [Heathcote 1999]. Ces observations sont corrélées avec le frottement intérieur élevé observé lors des essais cyclés (Figure III-26). L'influence du nombre de plis n'est pas directement analysée dans cette étude, il est possible qu'un nombre de plis plus faible limite le foisonnement des composites. On remarque cependant que les ruptures macroscopiques présentant un foisonnement élevé correspondent aux nuances caractérisées par un comportement plus fragile après la contrainte maximale (Figure III-23). Cette diminution de contrainte peut être engendrée par une forte augmentation des délaminages. Le faible foisonnement de la nuance C semble cohérent avec les propriétés mécaniques obtenues, notamment une meilleure résistance à l'endommagement. Cette tendance nécessite d'être confirmée par de nouveaux essais pour pouvoir imputer ce comportement à la microstructure.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

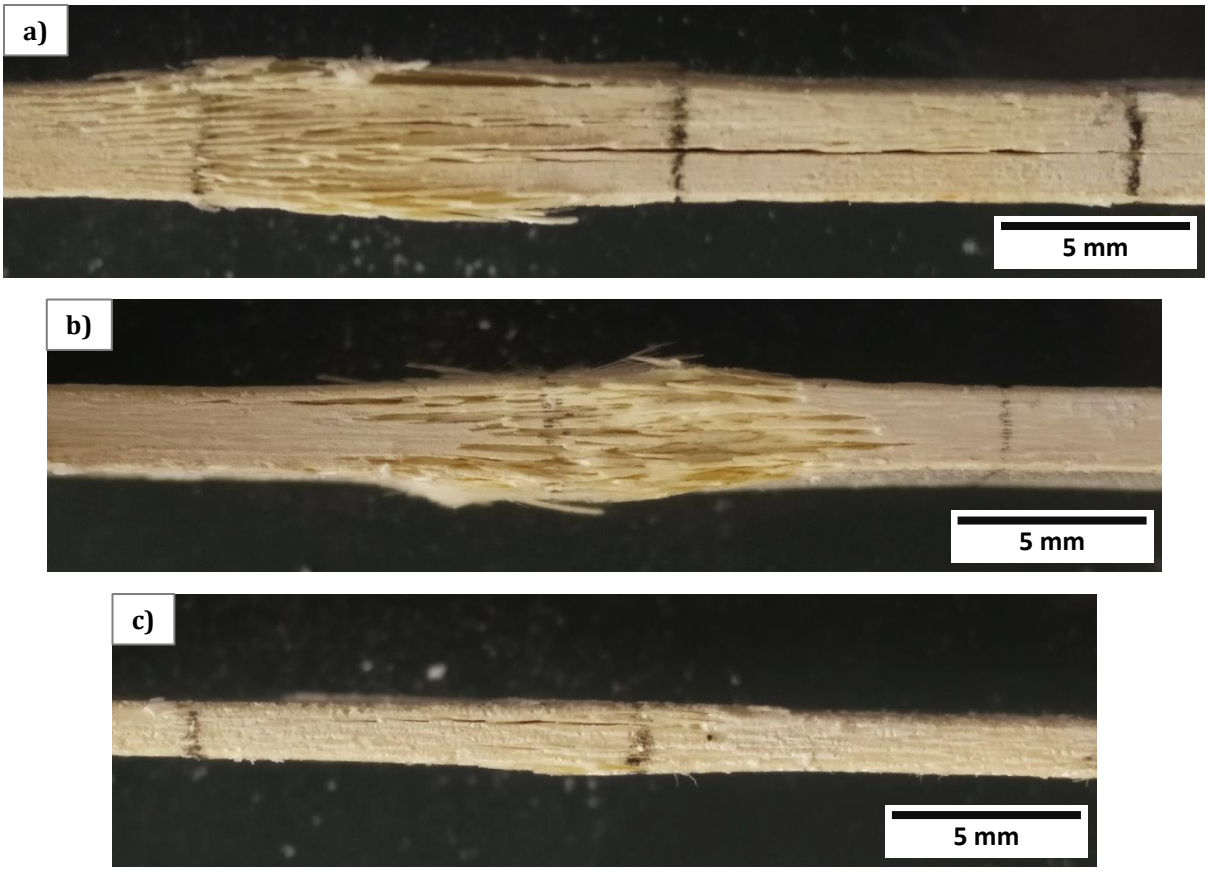

Figure III-30 – Faciès de rupture obtenus suite aux essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres – visualisation de la tranche ; a) Nuance A (A-Cy-45-3), b) Nuance B (B-Mo-45-4), c) Nuance C (C-Mo-45-1)

Lorsque la sollicitation de l'éprouvette est effectuée jusqu'à la rupture macroscopique, une désolidarisation des fils est observée (Figure III-31). On remarque également l'absence de rupture de fibres sur les faciès de rupture, les fils désolidarisés débouchent sur les bords de l'éprouvette. Ce constat confirme que le comportement mécanique des composites oxydes à ±45° par rapport à l'axe des fibres est plutôt relié aux interfaces fibre-matrice et fil-matrice.

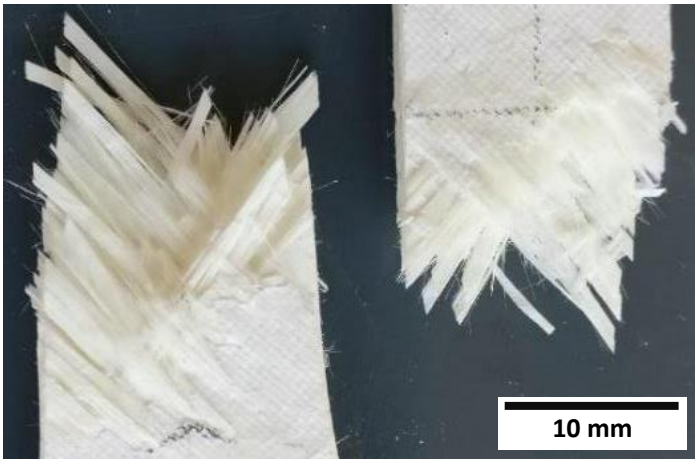

Figure III-31 – Faciès de rupture d'une éprouvette sollicitée en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres, essai B-Mo-45-2

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

III.2.3. Activité acoustique

La même procédure de suivi de l'émission acoustique est appliquée aux essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Les résultats présentés ci-dessous sont issus de l'analyse des signaux enregistrés par les capteurs Nano30. Les analyses se basent sur des essais dont la rupture macroscopique est obtenue en zone extensométrée. Afin de juger de la représentativité de essais présentés (A-Mo-45-2 et B-Mo-45-4), les activités acoustiques en terme de sévérité des autres essais de traction monotones et cyclés sont exposées en Annexe 3. L'activité acoustique de l'essai en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance C est comparée aux résultats des deux autres nuances.

III.2.3.1. Localisation des sources

Les vitesses de propagation des ondes acoustiques sont adaptées en cours d'essai (Eq. I-3) en prenant en compte les évolutions de module à partir des résultats obtenus sur essais cyclés (Figure III-24) pour les nuances A et B. On observe une localisation des sources répartie sur l'ensemble de zone étudiée avant la contrainte maximale (Figure III-32 et 33). Les sources localisées sont ensuite concentrées dans une zone restreinte correspondant à l'endroit de la rupture macroscopique. Cette localisation tardive de la zone de rupture macroscopique est cohérente avec les résultats obtenus en thermographie infrarouge par Ben Ramdane [Ben Ramdane 2014].

Des sources localisées apparaissent dès le début des essais pour la nuance A (Figure III-32). Des signaux de haute énergie sont obtenus dans la zone de rupture macroscopique juste avant la contrainte maximale, ces signaux semblent à l'origine de la chute des propriétés mécaniques.

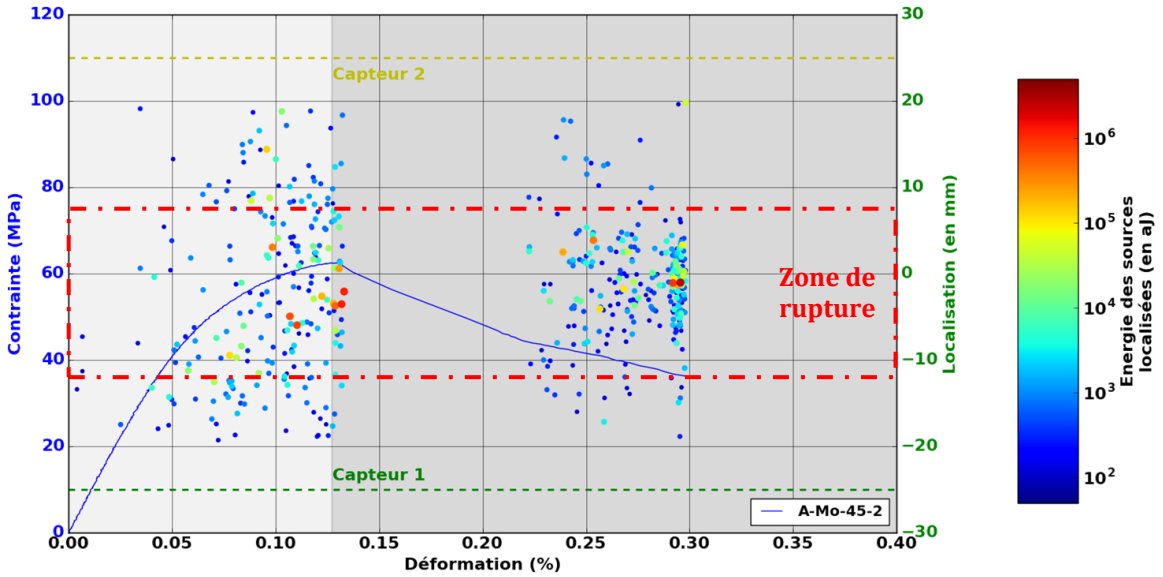

Figure III-32 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors d'essai de traction monotone à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance A (essai A-Mo-45-2) – capteurs Nano30

Comme pour les essais de traction dans l'axe des fibres (Figure III-16), un nombre important de sources énergétiques sont localisées pour la nuance B (Figure III-33). Les premières sources localisées sont obtenues à 0,08% de déformation. Un nombre élevé d'événements localisés est obtenu après la contrainte maximale.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

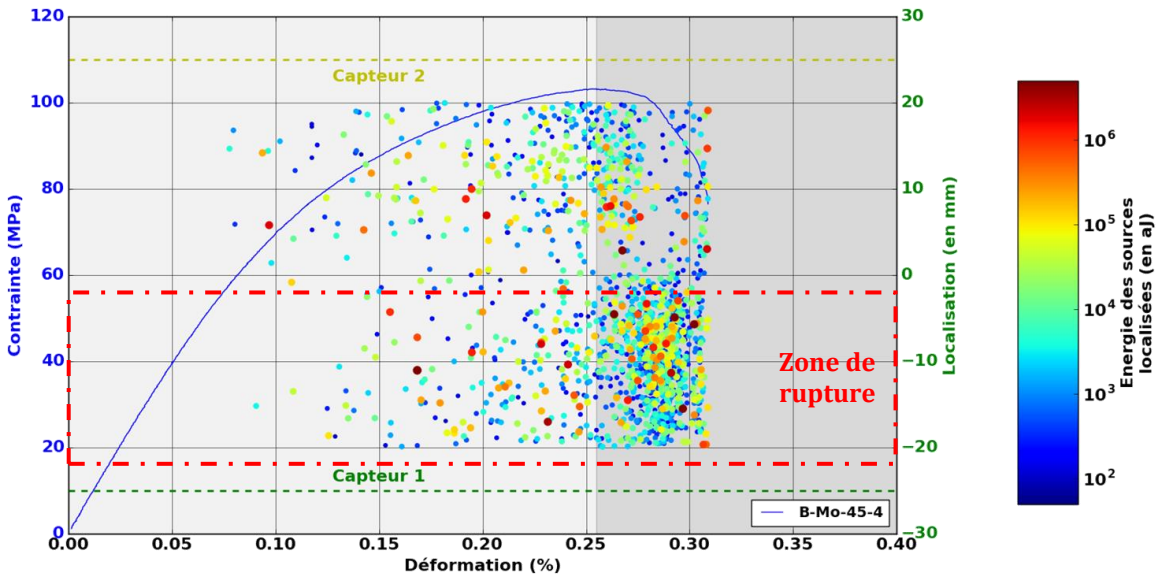

Figure III-33 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors d'essai de traction monotone à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance B (essai B-Mo-45-4) – capteurs Nano30

Le faible nombre de sources localisées en début d'essai conduit à s'intéresser à tous les signaux enregistrés afin d'obtenir une meilleure compréhension des endommagements à l'origine de la perte des propriétés mécaniques observées pour de faibles déformations (Figure III-27). Les activités acoustiques de toutes les sources détectées (courbes rouges) et des sources localisées (courbes vertes) sont présentées séparément (cf. III.2.3.2, 3 et 4). Les résultats sont décrits dans un premier temps jusqu'à la contrainte maximale, l'activité acoustique sur la totalité de l'essai est évoquée dans un second temps.

III.2.3.2. Evolution du nombre de sources

L'augmentation significative des sources d'émission acoustique s'effectue autour de 0,02% de déformation pour les deux nuances étudiées (Figure III-34). L'activation des premières sources d'EA est corrélée avec la diminution des propriétés mécaniques. Le nombre de signaux détectés est plus faible pour la nuance B en début d'essai (Figure III-34).

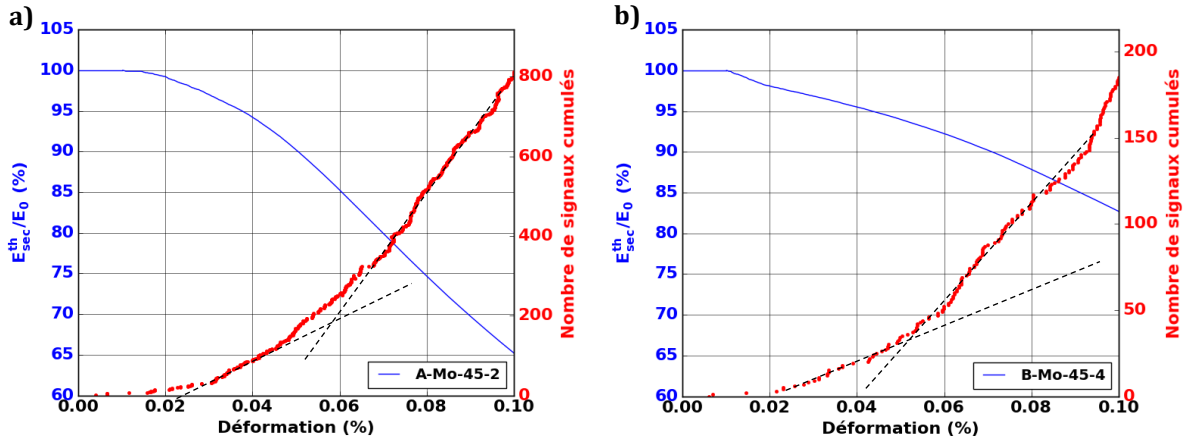

Figure III-34 – Evolution du nombre de signaux cumulés enregistrés et évolution du module élastique sécant relatif en fonction de la déformation en début d'essai de traction monotone à ±45° par rapport à l'axe des fibres ; a) Essai A-Mo-45-2, b) Essai B-Mo-45-4 – capteurs Nano30

L'activité acoustique, en terme de nombre de signaux, observée jusqu'à la contrainte maximale des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres (Figure III-35) est moins importante que celle détectée lors des essais de traction dans l'axe des fibres (Figure III-20). Entre 15% et 30% des sources

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

détectées sont localisées. Ce résultat, supérieur aux essais de traction dans l'axe des fibres, semble être relié à une meilleure concentration des contraintes pour les essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. La forte augmentation du nombre de sources pour la nuance A s'effectue pour des déformations plus faibles (Figure III-35) qui indique un endommagement plus précoce pour cette nuance.

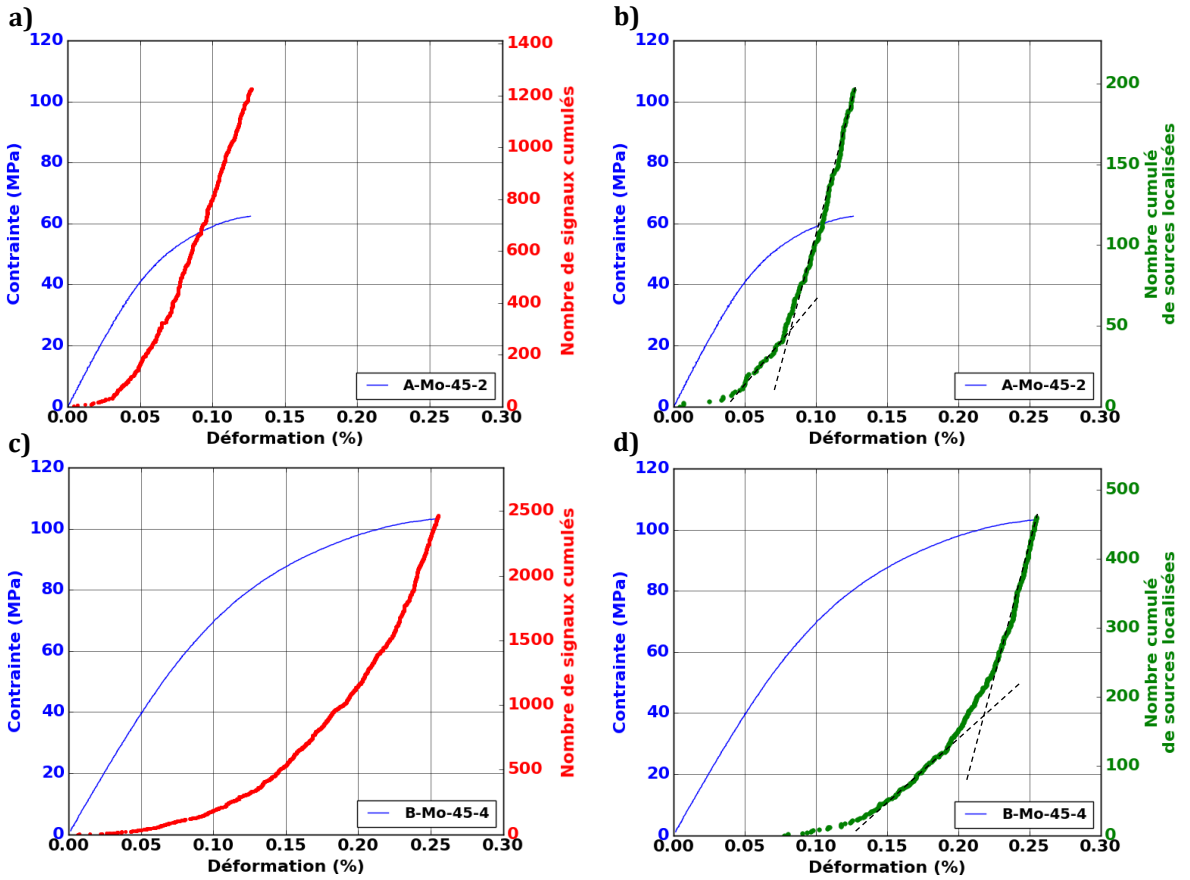

Figure III-35 – Evolution du nombre de signaux cumulés enregistrés et de la contrainte en fonction de la déformation au cours d'essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres jusqu'à la contrainte maximale ; Ensemble des signaux détectés (a, c) ; Sources localisées (b, d) ; Essai A-Mo-45-2 (a, b), Essai B-Mo-45-4 (c, d) – capteurs Nano30

III.2.3.3. Evolution de l'énergie acoustique

Comme pour les essais de traction dans l'axe des fibres, l'évolution de l'énergie acoustique est privilégiée pour l'analyse de la dynamique d'endommagement des éprouvettes. Une part importante de l'énergie acoustique libérée provient de sources localisées, entre 25% et 50% selon les essais. Comme pour les essais de traction dans l'axe des fibres (Figure III-21), l'évolution de l'énergie acoustique augmente par sauts successifs (Figure III-36 et Annexe 3) caractérisant des endommagements critiques. Les évolutions de l'énergie cumulée et de la sévérité de l'EA sont similaires car le nombre de sources d'EA détectées est plus faible qu'en traction dans l'axe des fibres. Les 10 signaux les plus énergétiques de ces essais représentent entre 55% et 80% de l'énergie acoustique totale enregistrée jusqu'à la contrainte maximale, ratio qui est compris entre 75% et 95% pour les sources localisées. Seules les évolutions de la sévérité de l'EA sont présentées dans cette partie (Figure III-36).

La nuance A est caractérisée par l'apparition de sources énergétiques à des déformations comprises entre 0,03% et 0,08% (Figure III-36 et Annexe 3). Des sauts en énergie associés à des sources de forte intensité sont observés jusqu'à la contrainte maximale. Les sauts de la sévérité de l'EA s'effectuent à des niveaux supérieurs de déformations pour la nuance B, entre 0,09% et 0,15% selon les essais (Figure III-36 et Annexe 3). Des signaux énergétiques sont observés jusqu'à la contrainte maximale.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

La sévérité de l'EA est supérieure de deux ordres de grandeur pour les essais sur nuance B par rapport à la nuance A. Ces observations sont corrélées avec les contraintes maximales atteintes (Figure III-22) qui témoignent encore une fois de la meilleure résistance à l'endommagement de la nuance B.

A la différence des essais de traction dans l'axe des fibres, les sources de haute énergie sont corrélées à un abattement des propriétés mécaniques. Si on émet l'hypothèse que les sauts énergétiques sont liés à des délaminages, ces endommagements peuvent générer une baisse des propriétés mécaniques compte-tenu de l'absence de fils continus sur l'ensemble de la longueur des éprouvettes de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Cette hypothèse est cohérente au regard des faciès de rupture obtenus (Figure III-30).

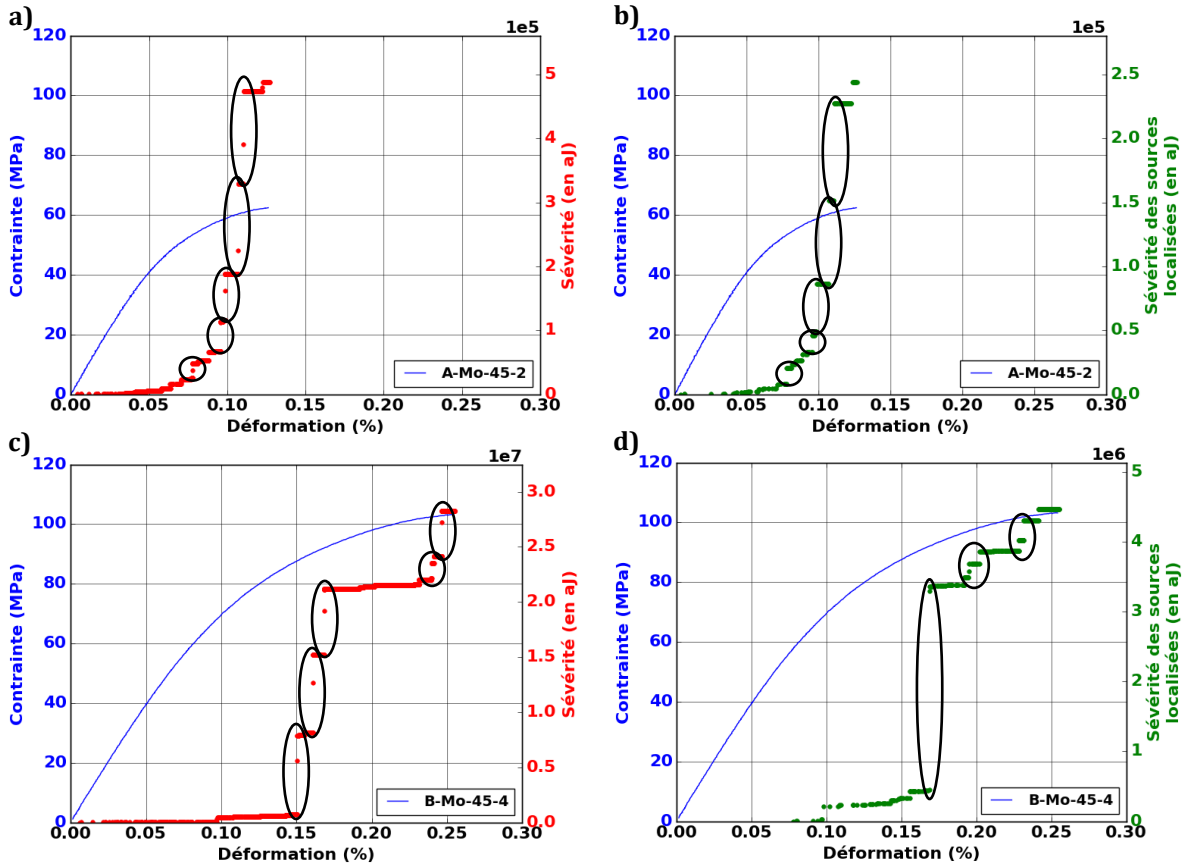

Figure III-36 – Evolution de la sévérité acoustique et de la contrainte en fonction de la déformation lors des essais de traction monotone à ±45° par rapport à l'axe des fibres jusqu'à la contrainte maximale (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) ; Ensemble des sources détectées (a, c), Sources localisées (b, d) ; Essai A-Mo-45-2 (a, b) Essai B-Mo-45-4 (c, d) – capteurs Nano30

Les endommagements sévères des nuances A et B avant la contrainte maximale amènent à un abaissement brutal des propriétés mécaniques (Figure III-23). Des signaux très énergétiques se produisent après la contrainte maximale (Figure III-37).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

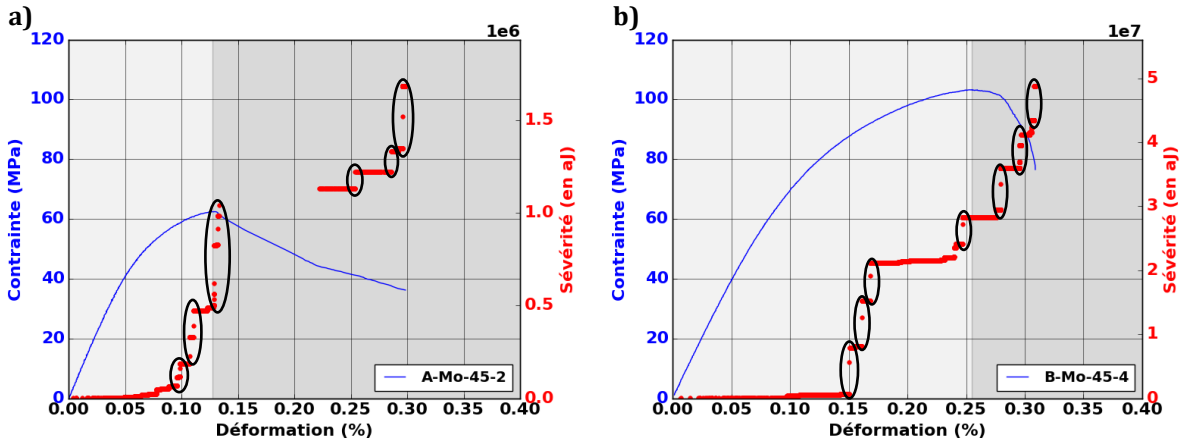

Figure III-37 – Evolution de la sévérité et de la contrainte en fonction de la déformation sur l'ensemble des sources détectées lors des essais de traction monotone à ±45° par rapport à l'axe des fibres (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) ; a) Essai A-Mo-45-2, b) Essai B-Mo-45-4 – capteurs Nano30

III.2.3.4. Comparaison de l'activité acoustique de la nuance C

La localisation des sources d'EA pour l'essai C-Mo-45-1 est effectuée sans modification de la vitesse de propagation des ondes en cours d'essai, en l'absence d'essai cyclé sur cette nuance. La nuance C présente des sources localisées dès 0,02% de déformation, ces sources sont peu énergétiques (Figure III-38). Une forte augmentation du nombre de sources d'EA est observée consécutivement à la contrainte maximale. La majeure partie de ces sources d'EA sont localisées au niveau de la zone de rupture macroscopique.

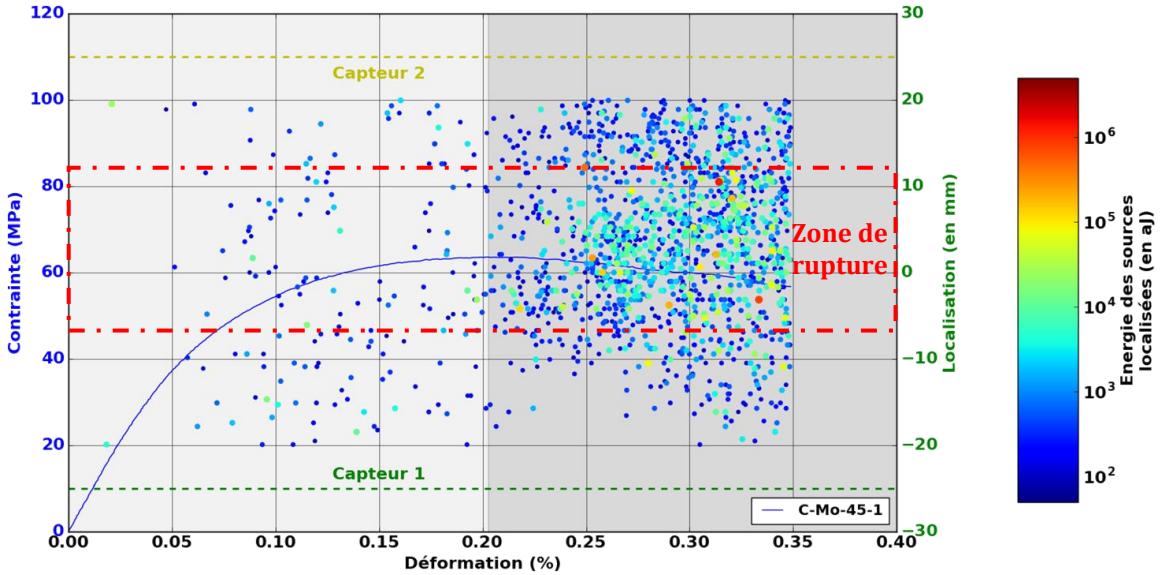

Figure III-38 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors de l'essai de traction monotone à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance C (essai C-Mo-45-1) – capteurs Nano30

Comme pour les essais sur nuances A et B, l'abaissement des propriétés mécaniques est corrélé avec l'apparition des premières sources d'émission acoustique vers 0,02% de déformation (Figure III-39). La nuance C se distingue par une augmentation plus importante de la sévérité après la contrainte maximale. Ce résultat est cohérent avec les comportements mécaniques obtenus (Figure III-28) : les endommagements sévères obtenus pour les nuances A et B avant la contrainte maximale amènent à un abaissement brutal des propriétés mécaniques. A l'inverse, la faible sévérité des signaux enregistrés permet à la nuance C de mieux résister à l'endommagement au-delà de la contrainte maximale. Cette meilleure tenue mécanique après la charge maximale fait ensuite apparaître des signaux de forte énergie.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

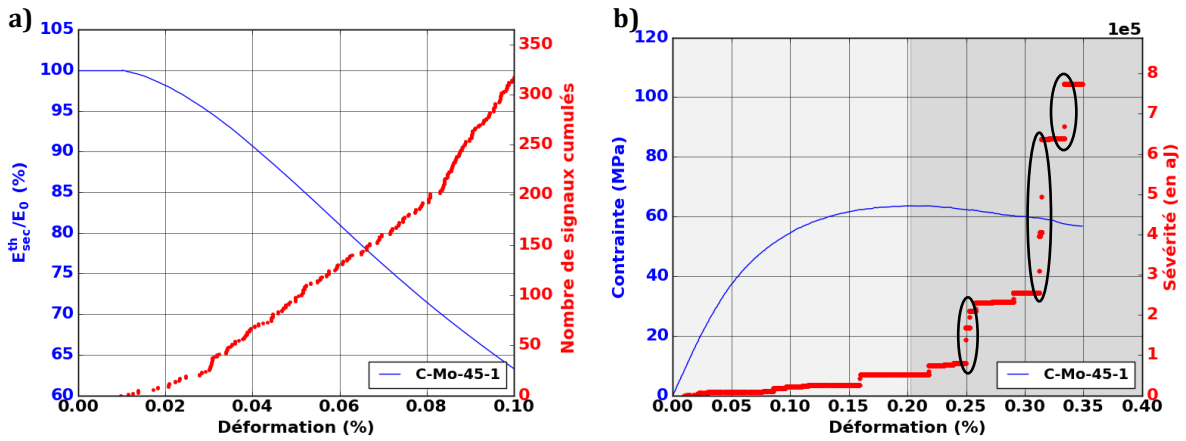

Figure III-39 – Activité acoustique en fonction de la déformation lors de de l'essai de traction monotone à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance C (essai C-Mo-45-1) ; a) Evolution du nombre de sources détectées et du module élastique sécant relatif en début d'essai ; b) Evolution de la sévérité déterminée sur l'ensemble des sources détectées (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) et de la contrainte– capteurs Nano30

III.3. Visualisation de l'endommagement sur éprouvette macroscopique

Deux essais de traction dans l'axe des fibres ont été réalisés avec une visualisation de la tranche au microscope optique : un essai sur nuance B (essai B-Cy-0-1) et un sur nuance C (essai C-Cy-0-1). La nuance A n'a pas été investiguée via cette méthode compte-tenu de la difficulté pour obtenir une rupture macroscopique dans la zone d'observation.

III.3.1. Observation de l'endommagement de la nuance B

L'essai de traction cyclée B-Cy-0-1 a permis l'acquisition de 8 états de déformation ε : un état initial (état 0), 3 états dans le domaine D1 (états 1, 2 et 3 – cf. Figure III-9) et 5 états dans le domaine D2 (états 4 à 8 – cf. Figure III-9). Aucune observation n'a pu être réalisée dans le domaine D3 compte-tenu du niveau d'endommagement empêchant l'acquisition de micrographies. Néanmoins, l'état 8 est obtenu pour une déformation ε de 0,35%, à la toute fin du domaine D2. Plusieurs acquisitions sont effectuées lors de chaque état, l'assemblage des images permet la visualisation de l'épaisseur de la tranche sur une longueur de 4 mm (Figure III-40). La rupture macroscopique de l'éprouvette a été obtenue dans la zone d'observation.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

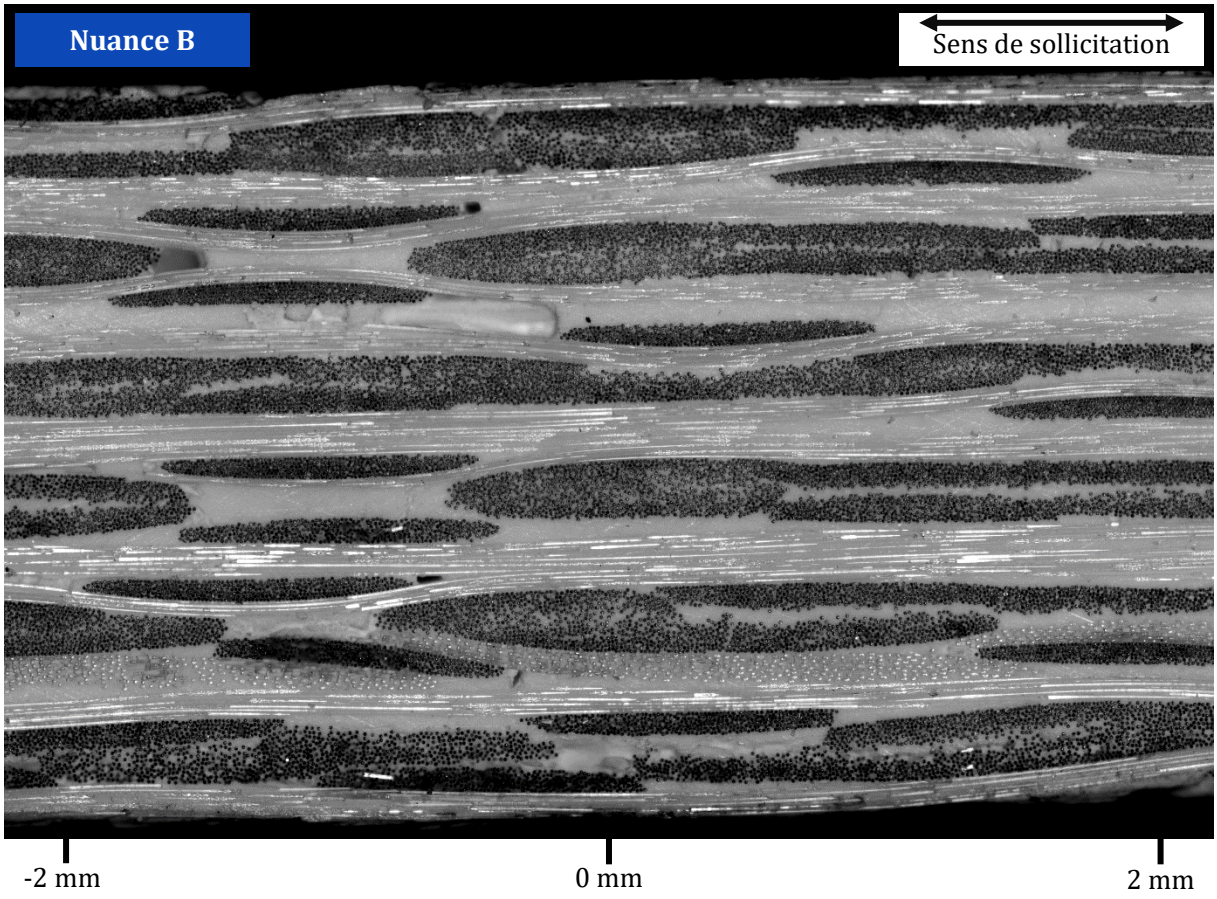

Figure III-40 – Image obtenue à la suite de la reconstruction des acquisitions microscopiques, état initial (essai B-Cy-0-1)

L'analyse des différents états a permis de révéler plusieurs mécanismes d'endommagement. Les premiers endommagements sont observés à partir de l'état 4 ($\varepsilon = 0{,}20\%$), ils sont reliés à la fissuration matricielle en mode I (Figure III-41). Ce constat va ainsi dans le sens des hypothèses établies dans la littérature [Zok 2001, Ben Ramdane 2014]. En raison de la difficulté d'observer ces fissures (taille d'ouverture de l'ordre de la résolution des images), il est possible que ces mécanismes apparaissent à des niveaux de déformation plus faibles. Cet élément sera discuté plus en détail dans le Chapitre IV. On observe ensuite des bandes de décohésions principalement en bordure de fils (décohésions inter-fils – Figure III-41). Ces décohésions se propagent et conduisent à du délaminage. En effet, les décohésions observées sont parallèles à l'axe de sollicitation. Ces observations sont cohérentes avec les faciès de rupture observés, qui présentent de grandes bandes de délaminages (Figure III-14).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

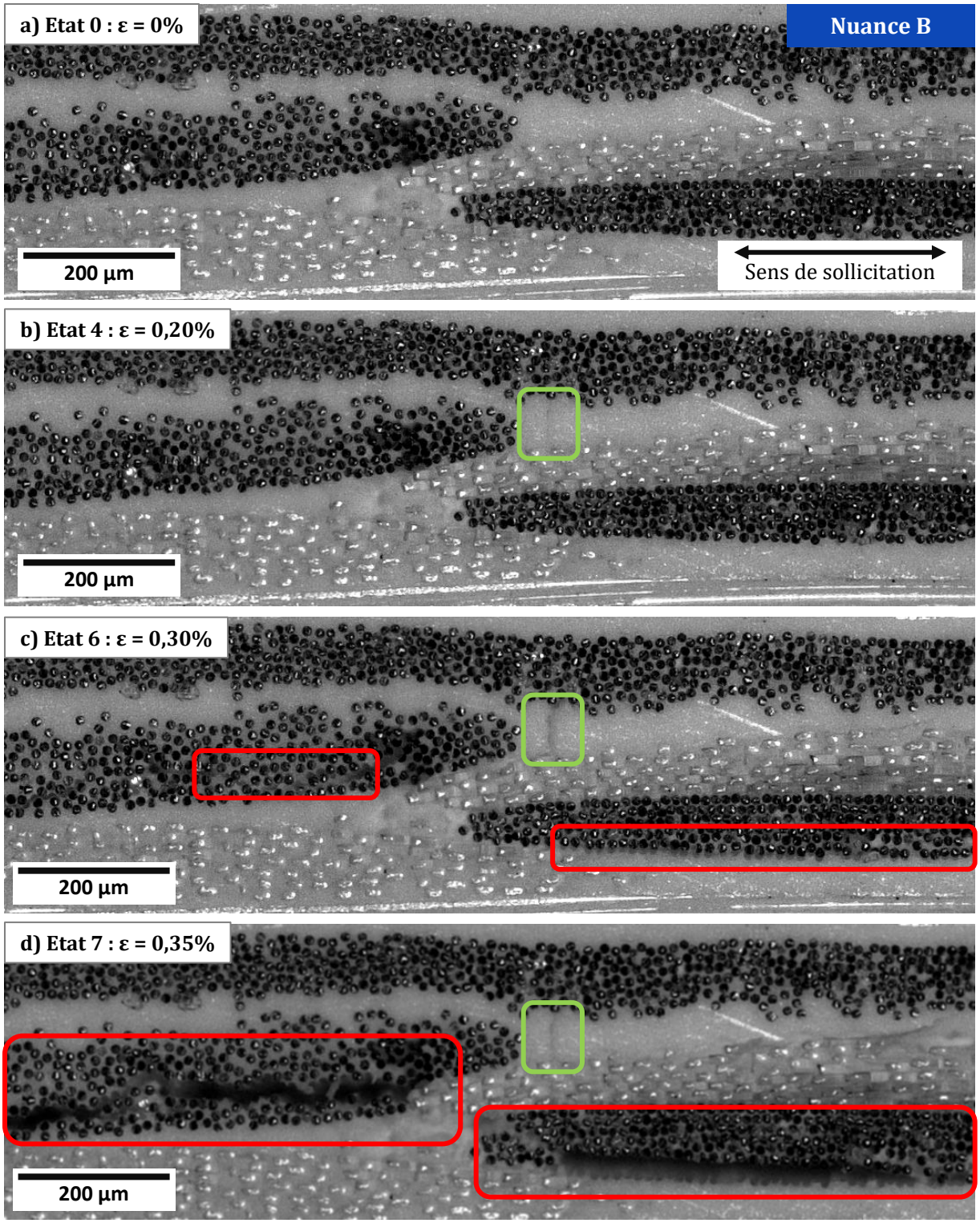

Figure III-41 – Evolution de la microstructure observée par microscopie optique lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres, visualisation de la tranche d'une éprouvette de la nuance B (essai B-Cy-0-1) ; a) Etat initial : ε = 0%, b) Etat 4 : ε = 0,20%, c) Etat 6 : ε = 0,30%, d) Etat 7 : ε = 0,35% ; Vert – fissuration matricielle, Rouge – décohésions inter-fils et délaminages

L'évolution des endommagements est détectée par différence d'images : l'image de l'état N-1 est soustraite à l'image N afin de visualiser les endommagements apparus entre l'état N-1 et l'état N. Les différences de niveaux de gris entre les images sont reliées à des endommagements représentés en blanc sur la Figure III-42. Cette technique permet notamment la visualisation d'endommagements à l'échelle mésoscopique, dans notre cas il s'agit de bandes de délaminages. Ces endommagements apparaissent à

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

l'état 4, correspondant à une déformation de 0,20%. Les premiers délaminages sont situés au niveau des plis extérieurs (Figure III-42) puis se propagent dans l'épaisseur lors des deux derniers états.

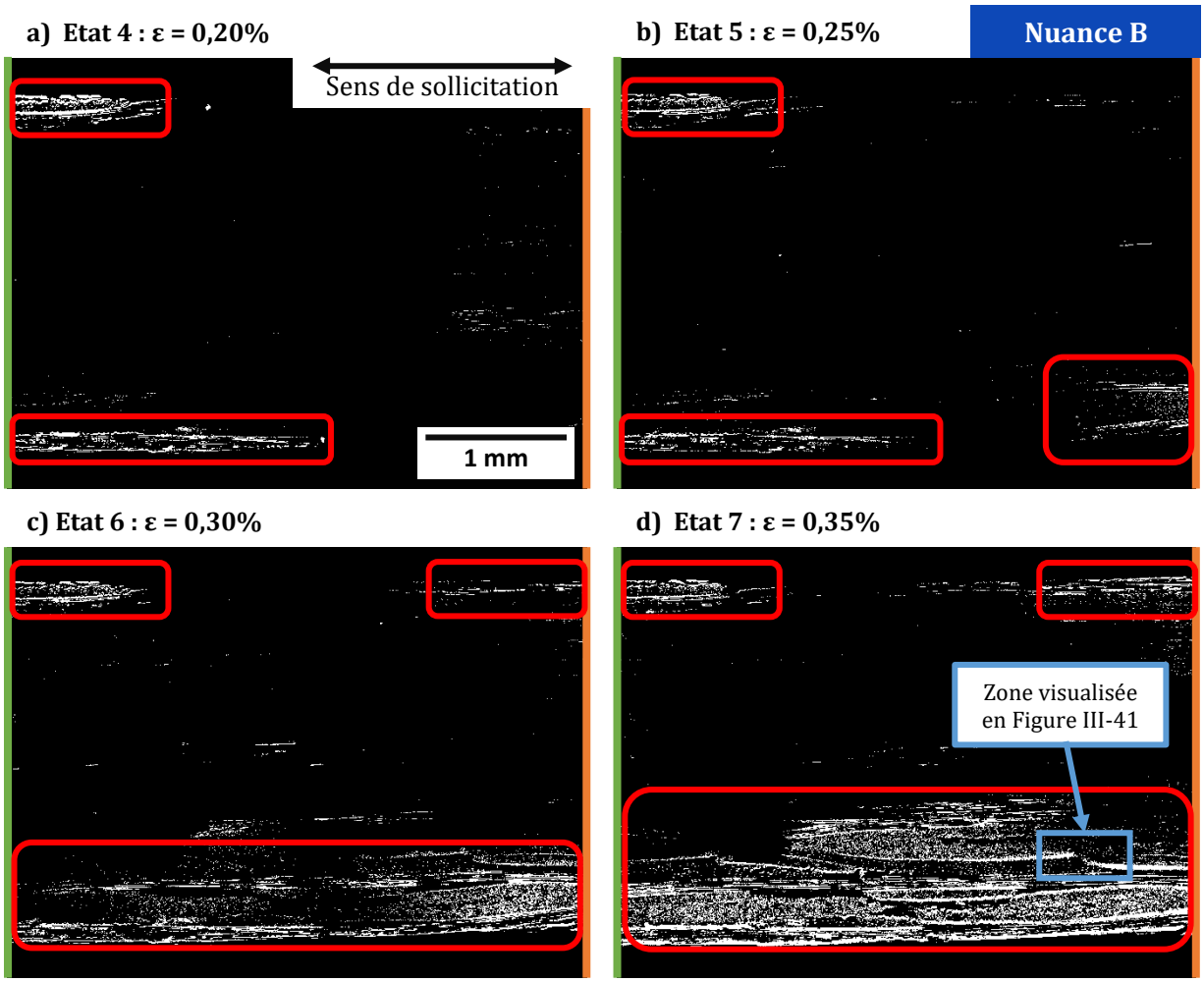

Figure III-42 – Visualisation des délaminages détectés par différences d'images entre les états d'acquisition 4 à 7 de l'essai B-Cy-0-1 ; trait vert : partie inférieure, trait orange : partie supérieure ; a) Etat 4 – Etat 3, b) Etat 5 – Etat 4, c) Etat 6 – Etat 5, d) Etat 7– Etat 6

Lorsque l'on compare l'activité acoustique avec l'apparition des endommagements, on observe une augmentation de la sévérité entre les états 3 et 4. Cette augmentation de la sévérité est reliée à une source localisée à la position -6 mm après 2500 secondes d'essai (Figure III-43). Cette source n'est pas localisée dans la zone d'acquisition des micrographies, cependant, on observe que les premiers délaminages s'effectuent dans la partie inférieure de l'image vers -2 mm (Figure III-42 - trait vert). Compte-tenu de l'incertitude sur la localisation des sources d'EA (estimée à ± 0.5 mm) et de la nature du mécanisme (délaminage de l'ordre du millimètre), il est possible d'associer cette source à un des deux délaminages de l'état 4 (Figure III-42). De plus, le manque d'information sur la propagation de ces délaminages dans la largeur de l'éprouvette nous empêche de pouvoir comparer correctement la source localisée en EA (méthode volumique) et l'analyse micrographique (détection surfacique).

De nouveaux délaminages apparaissent lors de l'état 5 (Figure III-42), dans la partie supérieure de l'image (Figure III-42 – trait orange) consécutivement à une source localisée à +3 mm provoquant une augmentation de la sévérité. Des observations similaires sont réalisées jusqu'au dernier état avec une augmentation des sources localisées et de la sévérité. L'ensemble de ces observations étaye l'hypothèse selon laquelle l'augmentation de la sévérité est due à l'apparition de délaminages lors du second domaine d'endommagement. Cette hypothèse sera vérifiée à la suite des résultats de classification (cf. Chapitre V).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

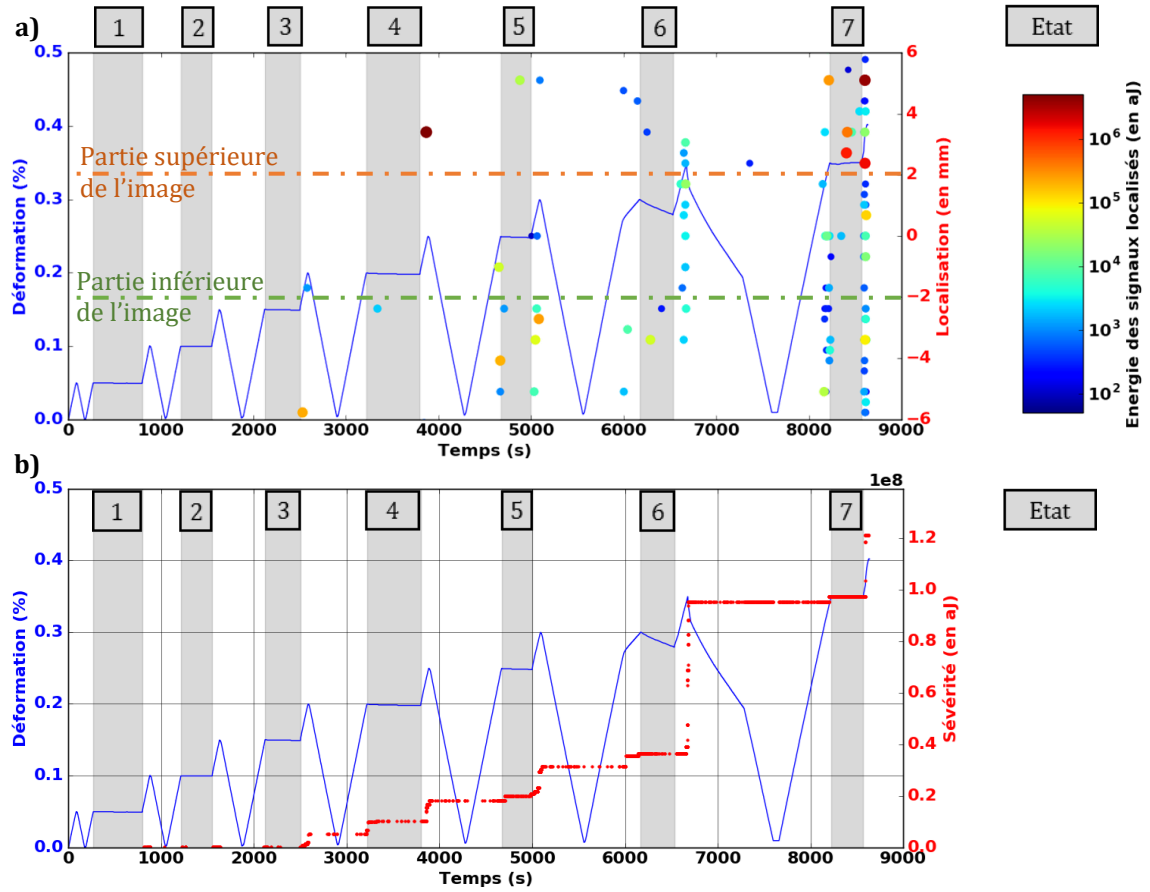

Figure III-43 – Evolution de l'activité acoustique et de la déformation en fonction du temps lors de l'essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance B (essai B-Cy-0-1) avec visualisation microscopique ; a) Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) dans la zone observée en microscopie, b) Evolution de la sévérité calculée sur l'activité acoustique globale.

III.3.2. Observation de l'endommagement de la nuance C

L'essai de traction cyclée C-Cy-0-1 a permis l'acquisition de 7 états de déformation : un état initial (état 0), 2 états dans le domaine D1 (états 1 et 2 – cf. Figure III-9) et 4 états dans le domaine D2 (états 4 à 7 – cf. Figure III-9). Aucun état n'a pu être réalisé dans le domaine D3 compte-tenu du niveau d'endommagement qui ne permet pas l'acquisition de micrographies. Les micrographies sont assemblées lors de chaque état afin de visualiser l'épaisseur de la tranche sur une longueur de 6 mm (Figure III-44). La rupture macroscopique du matériau s'est produite légèrement au-dessus de la zone d'observation.

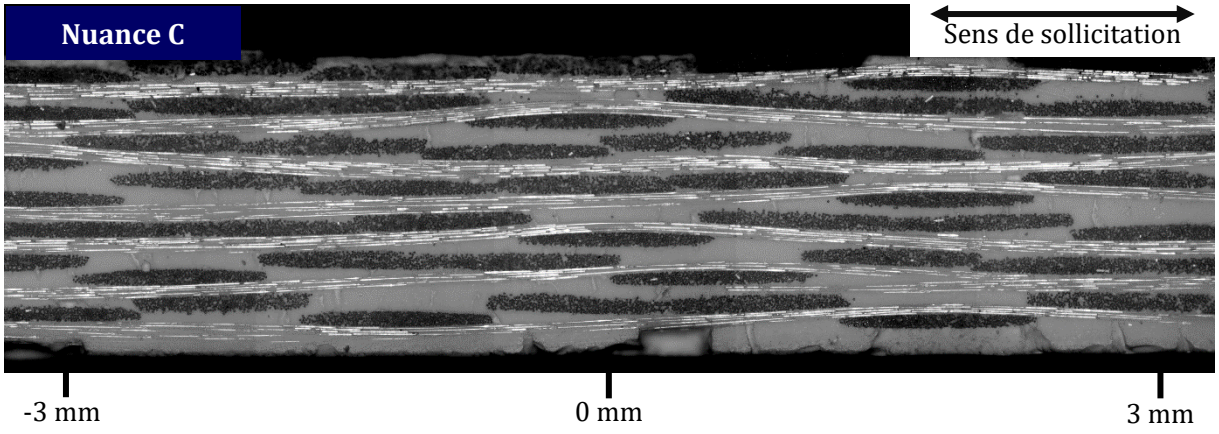

Figure III-44 - Image obtenue à la suite de la reconstruction des acquisitions microscopiques, état initial (essai C-Cy-0-1)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les endommagements observés sont similaires à ceux visualisés sur la nuance B avec des délaminages parallèles à l'axe de sollicitation et quelques fissures matricielles connectées aux bandes de délaminages des fils (Figure III-45). Ces délaminages semblent ainsi être les endommagements les plus critiques lors de la sollicitation des composites oxydes.

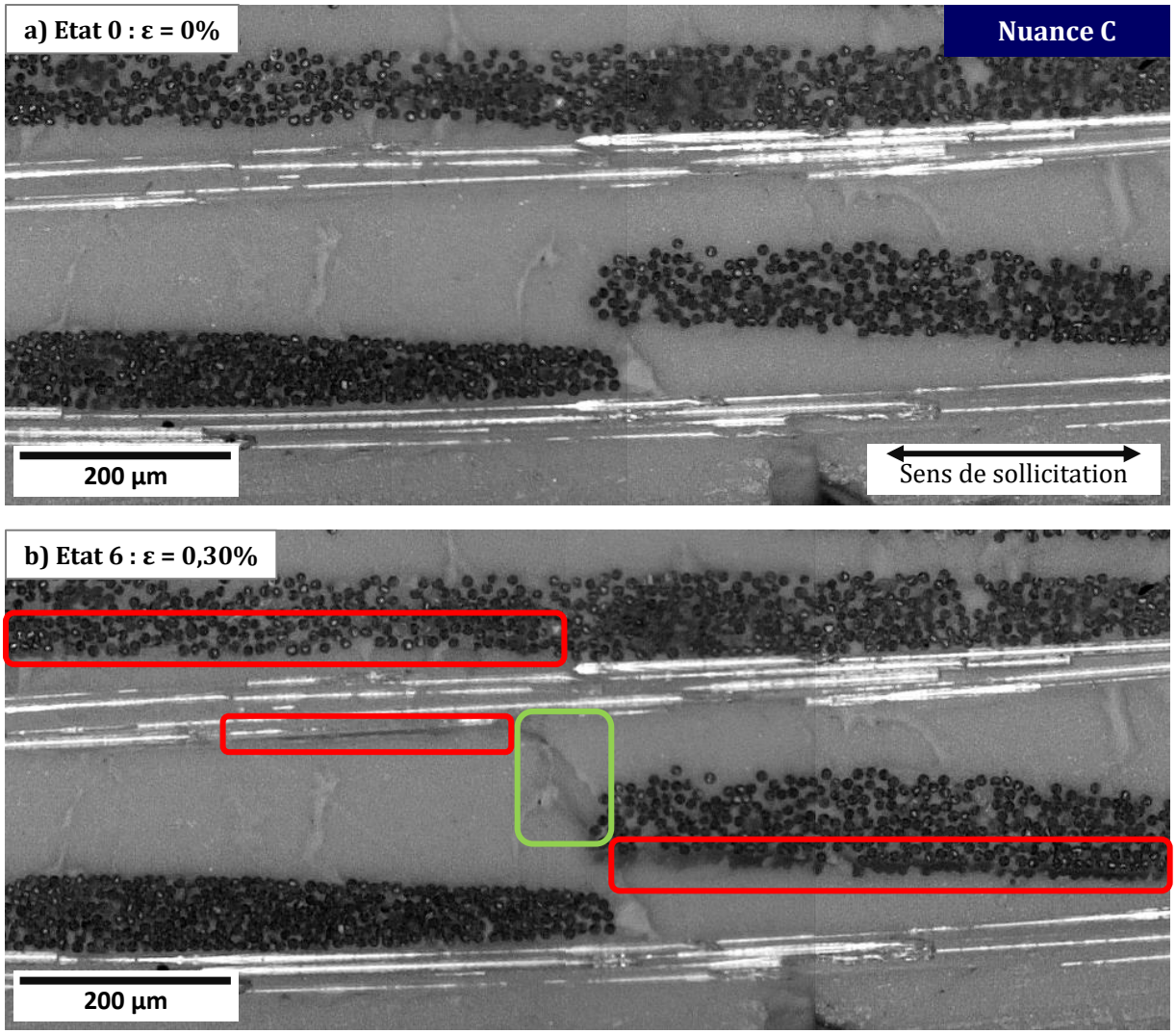

Figure III-45 – Evolution de la microstructure observée par microscopie optique lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres, visualisation de la tranche d'une éprouvette de la nuance C (essai C-Cy-0-1) ; a) Etat initial : ε = 0%, b) Etat 6 : ε = 0,30% ; Vert : fissuration matricielle, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages

La chronologie d'apparition des décohésions est légèrement différente de celle de la nuance B. Le premier délaminage apparaît à 0,15% de déformation lors du début du domaine D2 sur le pli supérieur (Figure III-46). Ce délaminage se propage notamment entre les états 4 et 5. Un endommagement plus important est observé lors de l'état 6 avec de nombreux délaminages interconnectées.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

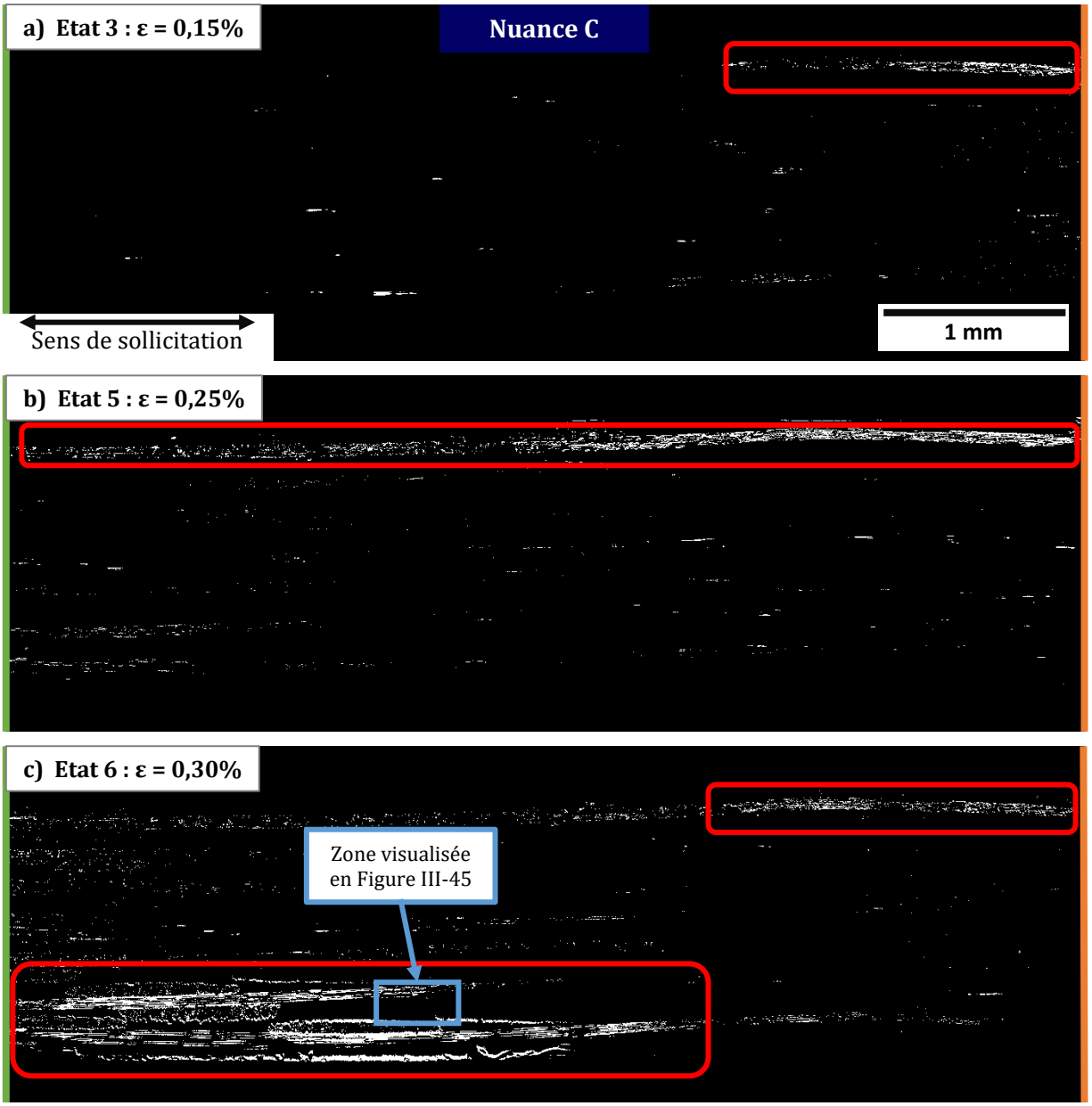

Figure III-46 – Visualisation des délaminages détectés par différences d'images entre les états d'acquisition 3, 5 et 6 de l'essai C-Cy-0-1 ; trait vert : partie inférieure, trait orange : partie supérieure ; a) Etat 3 – Etat 2, b) Etat 5 – Etat 4, c) Etat 6 – Etat 5

Les endommagements observés en microscopie sont également corrélés avec l'activité acoustique localisée. On remarque toutefois que les premiers signaux sont localisés avant l'état 2 sans que l'on puisse détecter d'endommagement sur la face observée. Deux hypothèses sont émises pour expliquer cette différence : les endommagements localisés en EA se déroulent dans le volume ou sur la tranche opposée de l'éprouvette, ou bien les endommagements détectés en EA ne sont pas observables à l'échelle d'acquisition des microscopies. Le premier délaminage observé (Figure III-46) est consécutif à une source de haute énergie détectée dans la même zone, entre les états 2 et 3 après 1100 secondes d'essai (Figure III-47). De plus, une source acoustique de haute énergie est observée dans le bas de la zone d'observation avant l'état 6, après 3500 secondes d'essai. Cette source semble correspondre avec les importants délaminages observés en microscopie (Figure III-45 et 47). Ces sources sont reliées à une augmentation de la sévérité.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

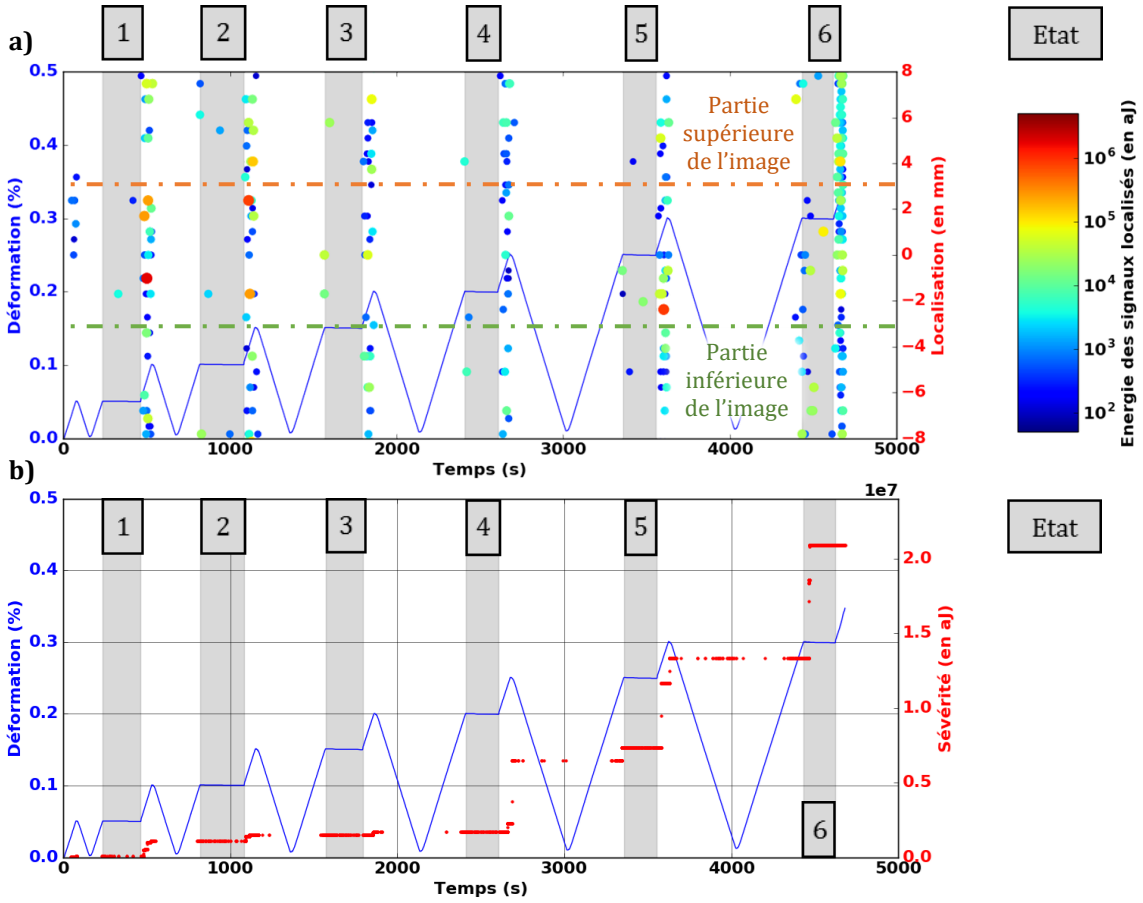

Figure III-47 – Evolution de l'activité acoustique et de la déformation en fonction du temps lors de l'essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance C (essai C-Cy-0-1) avec visualisation microscopique ; a) Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) dans la zone observée en microscopie, b) Evolution de la sévérité calculée sur l'activité acoustique globale.

III.4. Bilan de l'analyse macroscopique

Les essais de traction dans l'axe des fibres se décomposent en trois domaines d'endommagement. Le premier domaine est caractérisé par une perte de linéarité et une faible activité acoustique. Au vu de la littérature, cette activité acoustique semble reliée à de la fissuration matricielle. Une perte de linéarité moins marquée s'opère lors du second domaine d'endommagement, qui semble correspondre à une reprise d'effort par les fils de chaîne, avec l'apparition de sources d'EA très énergétiques. Les essais de traction avec visualisation microscopique ont permis d'associer ces sources très énergétiques à des délaminages de plusieurs millimètres qui sont cohérents avec les faciès de rupture. Le troisième domaine d'endommagement est caractérisé par une diminution du module sécant élastique amenant à la rupture macroscopique de l'éprouvette. L'activité acoustique lors de ce domaine se distingue par une augmentation du nombre de sources détectées sans toutefois que celle-ci soient les plus énergétiques. L'étude du module élastique sécant théorique a permis d'associer le domaine D3 à une rupture progressive des fibres contenues dans les fils de chaîne. L'ensemble des observations sont résumées en Figure III-48.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

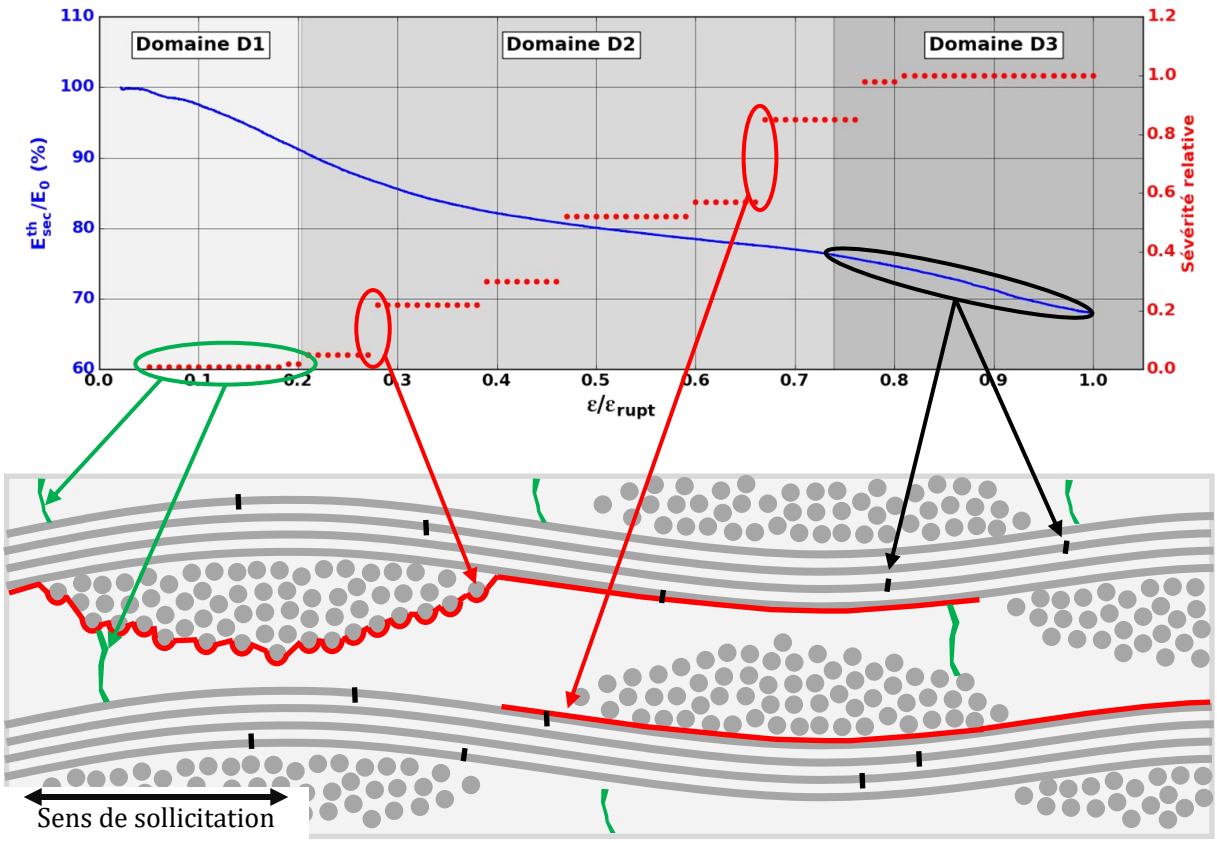

Figure III-48 – Relations entre propriétés mécaniques et endommagement issues des observations et des hypothèses faites lors de l'analyse macroscopique, cas d'une sollicitation en traction dans l'axe des fibres ; Vert : fissuration matricielle, Rouge : délaminages, Noir : ruptures de fibres

Malgré un comportement mécanique similaire en traction dans l'axe des fibres, on distingue plusieurs différences entre les nuances. Seuls certains essais sont composés d'un troisième domaine d'endommagement : tous les essais effectués sur nuance B et certains essais sur nuance C. On en déduit une meilleure résistance à l'endommagement pour ces nuances avec une rupture progressive des fibres. A l'inverse, la nuance A est caractérisée par la rupture macroscopique dans le second domaine d'endommagement. Une rupture quasi-simultanée de l'ensemble des fibres de chaîne empêche l'obtention du troisième domaine d'endommagement. Il a également été remarqué une transition entre les domaines D1 et D2 à des niveaux d'endommagement plus élevés pour la nuance B.

Les essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres ont montré un comportement plus endommageable, dû à une sollicitation plus importante de la matrice et des interfaces fibre-matrice. Des différences de comportement assez nettes existent entre les nuances. Comme en traction dans l'axe des fibres, la nuance B présente la meilleure résistance à l'endommagement avec des niveaux de contraintes atteints supérieurs de 30% en moyenne par rapport aux deux autres nuances. Il est supposé que la nature de la matrice et que la qualité de l'infiltration de la matrice dans les fils soient à l'origine de ces différences. Au-delà de la contrainte maximale, on observe une diminution rapide de la contrainte pour les nuances A et B, alors que la nuance C présente une rupture moins fragile. Les faciès de rupture montrent un délaminage moins important pour cette nuance qui semble expliquer cette meilleure résistance.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

A l'instar des essais de traction dans l'axe des fibres, on observe l'apparition de signaux très énergétiques provoquant l'augmentation de la sévérité (Figure III-49). Il est supposé que ces sources soient générées par des délaminages. Les signaux de faible énergie semblent reliés à des décohésions intra-fil et des fissurations matricielles, résultant d'une sollicitation plus importante en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres.

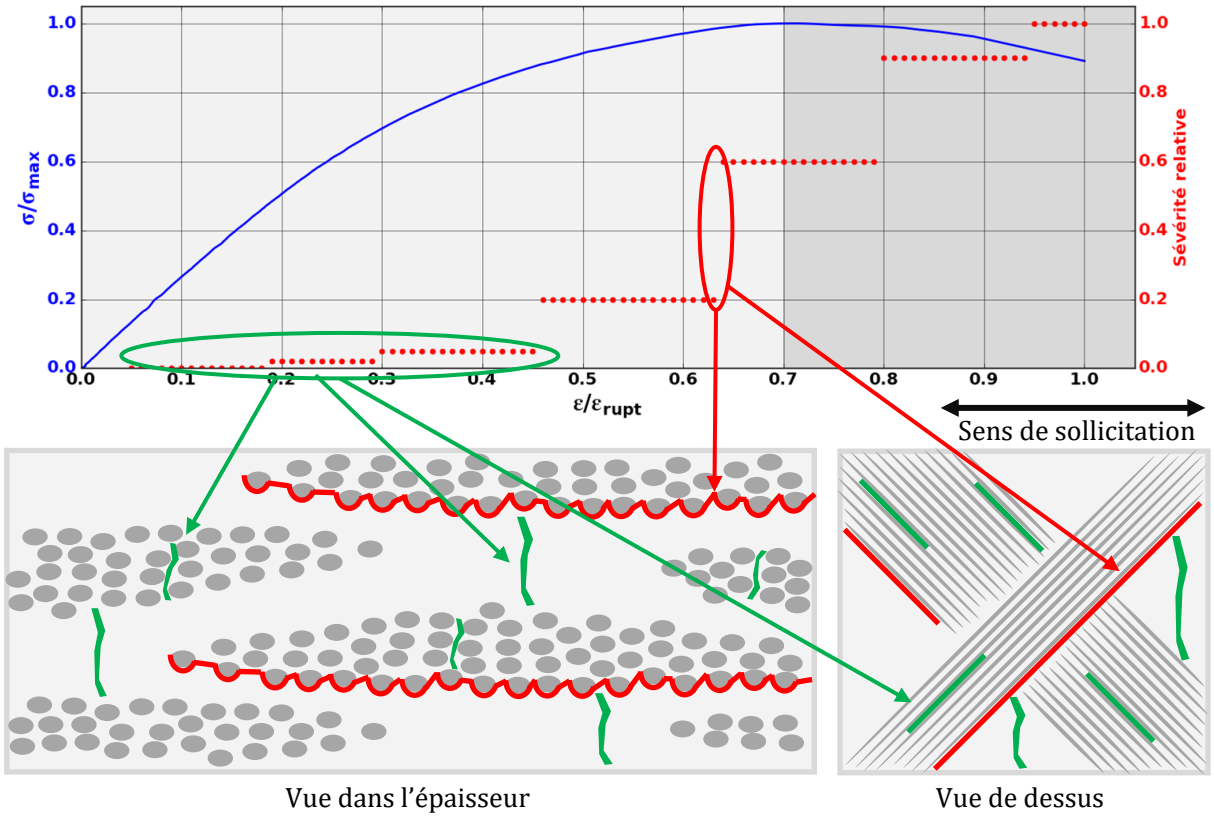

Figure III-49 – Relations entre propriétés mécaniques et endommagement issues des observations et des hypothèses faites lors de l'analyse macroscopique, cas d'une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Les essais de traction avec visualisation microscopique ont donné de premiers enseignements sur l'endommagement des microstructures. Ces essais ont également montré la nécessité d'observer le matériau à une échelle plus fine et en 3D afin de corréler les endommagements avec l'activité acoustique obtenue. Ainsi, des essais in-situ ont été mis en place pour avoir une connaissance plus fine de l'endommagement de la microstructure, mais également pour préciser le rôle des hétérogénéités (macroporosités, porosités intra-fil et fissures de retrait) sur les propriétés mécaniques.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre IV : Analyse microscopique de l'endommagement

IV.1. Représentativité mécanique des essais in-situ 118
IV.1.1. Propriétés mécaniques en traction dans l'axe des fibres 118
IV.1.2. Propriétés mécaniques en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 122
IV.2. Suivi de l'endommagement en traction dans l'axe des fibres 123
IV.2.1. Endommagement de la nuance B en traction dans l'axe des fibres 123
IV.2.2. Endommagement de la nuance C en traction dans l'axe des fibres 129
IV.3. Suivi de l'endommagement en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 135
IV.3.1. Endommagement de la nuance B en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. 135
IV.3.2. Endommagement de la nuance C en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. 137
IV.4. Bilan des essais in-situ 140
IV.4.1. Scénario d'endommagement en traction dans l'axe des fibres 140
IV.4.2. Scénario d'endommagement en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 143

Des essais de traction in-situ sont réalisés afin de pouvoir observer l'endommagement de la microstructure des composites oxydes. Cette étude s'effectue à deux échelles caractéristiques du matériau : l'échelle mésoscopique via des essais de traction in-situ sous synchrotron et l'échelle microscopique à l'aide d'essais de traction in-situ sous MEB.

Dans un premier temps, le comportement mécanique ainsi que l'activité acoustique des essais de traction sur éprouvettes in-situ réalisés sur machine de traction électromécanique sont comparés aux résultats obtenus sur éprouvettes macroscopiques (Chapitre III). Cette partie a pour but de juger de la représentativité mécanique de ces éprouvettes dont la partie utile est inférieure au VER textile.

Les résultats des essais de traction in-situ sous synchrotron et sous MEB sont ensuite présentés. L'évolution de l'endommagement et l'influence des hétérogénéités (macroporosités, porosités intra-fil et fissures de retrait) sont décrites aux deux échelles d'étude pour deux nuances étudiées lors de ces essais : la nuance B et la nuance C.

A la suite de ces diverses observations, des scénarios d'endommagement des deux nuances étudiées sont proposés. Ces scénarios prennent en compte les hétérogénéités de la microstructure et sont reliés aux comportements mécaniques observés lors des essais de traction à l'échelle macroscopique (Chapitre III).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

IV.1. Représentativité mécanique des essais in-situ

Des essais de traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres sont réalisés sur des éprouvettes in-situ provenant des trois nuances d'étude à l'aide d'une machine de traction électromécanique. Ces essais permettent d'obtenir les courbes contrainte-déformation des éprouvettes in-situ, information non disponible lors des essais sous synchrotron et sous MEB. Les essais sont effectués sur des éprouvettes de deux géométries différentes : les éprouvettes in-situ sous synchrotron (largeur de la partie utile : 4 mm) et les éprouvettes in-situ sous MEB (largeur de la partie utile : 2 mm). L'endommagement des éprouvettes en cours d'essai est suivi par émission acoustique.

IV.1.1. Propriétés mécaniques en traction dans l'axe des fibres

Les comportements mécaniques obtenus sur les éprouvettes de traction in-situ dans l'axe des fibres présentent quelques similarités avec les comportements obtenus sur éprouvettes macroscopiques (Figure IV-1). Lors de la première partie des essais, un comportement quasi-linéaire est observé avec un module d'Young similaire à ceux obtenus lors des essais de traction macroscopique. Du fait de la forte contribution des fibres au comportement mécanique en traction dans l'axe des fibres, la réduction de la largeur des éprouvettes affecte peu les propriétés mécaniques lors de la première partie des essais.

En ce qui concerne la seconde partie des essais, on remarque l'apparition d'un domaine non-linéaire plus marqué avant rupture, notamment pour la nuance A. Ce comportement, non observé sur les essais macroscopiques sur nuance A est caractérisé par une augmentation de la déformation. Les comportements mécaniques obtenus sur les éprouvettes in-situ de la nuance B sont proches de ceux provenant des essais macroscopiques, avec un domaine fortement endommageable apparaissant au-delà de 0,30% de déformation.

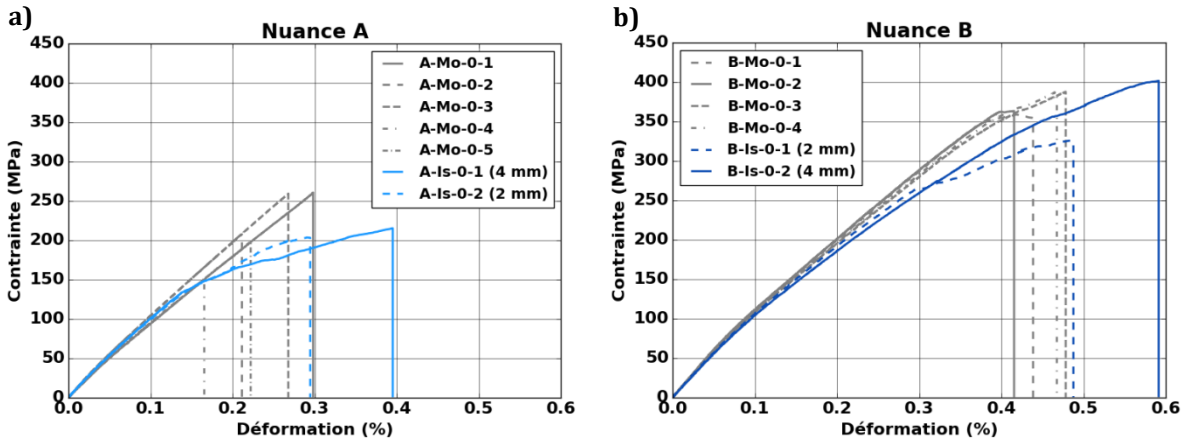

Figure IV-1 – Courbes contrainte-déformation des essais de traction dans l'axe des fibres sur éprouvettes in-situ (en couleur), comparaison aux résultats obtenus sur éprouvettes macroscopiques (en gris) ; a) Nuance A, b) Nuance B

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les dimensions de la partie utile des éprouvettes in-situ exacerbent le rôle de la microstructure sur le comportement mécanique. Il est donc cohérent que le comportement mécanique des éprouvettes de traction in-situ sur nuance A soit très différent de celui observé sur éprouvette macroscopique, compte-tenu de la présence de macropores et de porosités intra-fil en nombre pour cette nuance. La nuance A n'est donc pas conservée pour les analyses in-situ. L'analyse des essais réalisés sur nuance B est privilégiée dans cette partie. Malgré l'absence d'essais de traction dans l'axe des fibres d'éprouvettes in-situ de la nuance C, cette nuance est privilégiée à la nuance A pour les essais in-situ de part ces propriétés mécaniques supérieures observées lors des analyses macroscopiques (Figure III-1 et Figure III-3).

Chacun des essais réalisés sur les éprouvettes in-situ a conduit à des ruptures en partie utile, ce qui est essentiel pour les analyses in-situ. Cette concentration des contraintes en partie utile se traduit par une localisation importante des sources d'émission acoustique, notamment en fin d'essai lors du domaine fortement endommageable (Figure IV-2). Cette observation est similaire au domaine D3 observé lors des essais macroscopiques (cf. Chapitre III).

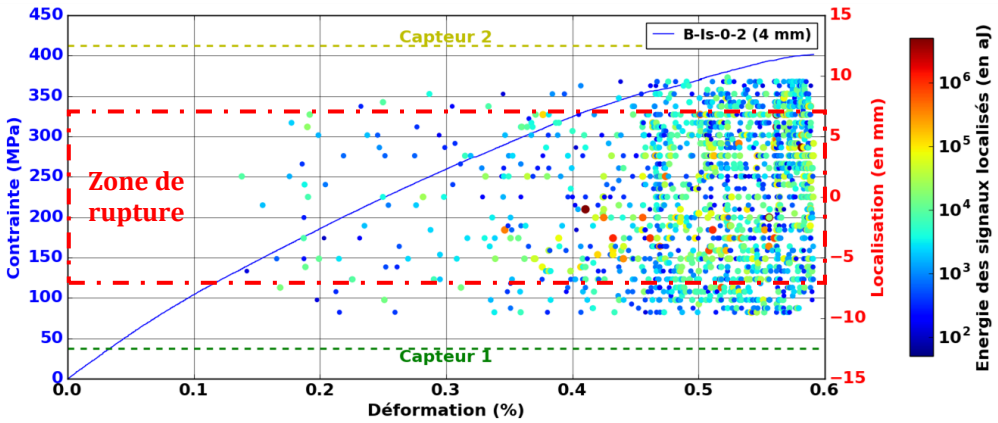

Figure IV-2 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors de l'essai de traction dans l'axe des fibres B-Is-0-2 (éprouvette in-situ sous synchrotron) – Capteurs Pico

Le nombre de sources d'EA détectées lors des essais de traction sur éprouvette in-situ est inférieur au nombre de signaux détectés lors des essais macroscopiques (Figure IV-3). L'activité acoustique enregistrée est corrélée avec la dimension des éprouvettes : plus le volume sollicité est faible, moins l'activité acoustique est importante. Les premiers signaux détectés apparaissent à des niveaux de déformation supérieurs à ceux des essais macroscopiques, entre 0,08% et 0,10% de déformation. La sensibilité des capteurs Pico, légèrement inférieure à celle des capteurs Nano30, peut être la cause de ces différences.

L'évolution de la sévérité des signaux d'EA se caractérise par la présence de sauts témoignant de sources fortement énergétiques (Figure IV-3). On observe un nombre plus faible de sauts de la sévérité lors des essais sur éprouvettes in-situ que sur les éprouvettes massives. Ces sauts de sévérité, associés à des délaminages, sont reliés au volume des éprouvettes sollicitées.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

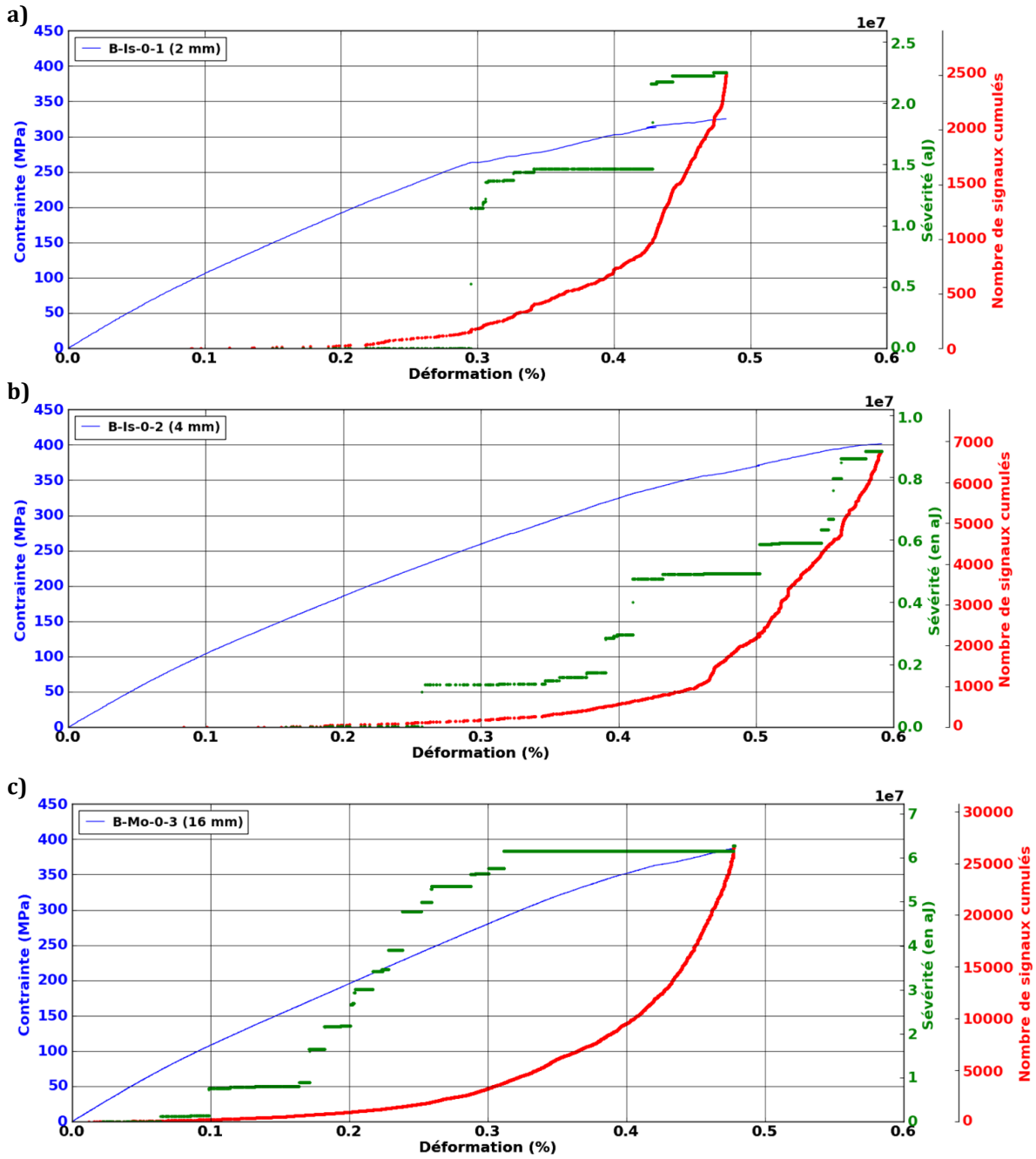

Figure IV-3 – Evolution de la contrainte, du nombre de signaux d'EA cumulés et de la sévérité de l'activité acoustique en fonction de la déformation lors d'essais de traction dans l'axe des fibres réalisés sur nuance B pour différentes géométries d'éprouvette ; a) Eprouvette de traction in-situ sous MEB – 2 mm de largeur d'éprouvette (essai B-Is-0-1) – Capteurs Pico, b) Eprouvette de traction in-situ sous synchrotron (essai B-Is-0-2) – 4 mm de largeur d'éprouvette – Capteurs Pico, c) Eprouvette macroscopique (essai B-Mo-0-3) – Capteurs Nano30 ; Ensemble des signaux détectés

La corrélation d'image numérique, mise en place sur la tranche des éprouvettes in-situ, permet d'observer l'évolution de la déformation dans l'épaisseur en cours d'essai. La bonne concentration des contraintes dans la partie utile des éprouvettes assure la visualisation des endommagements, et notamment les délaminages (Figure IV-4).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

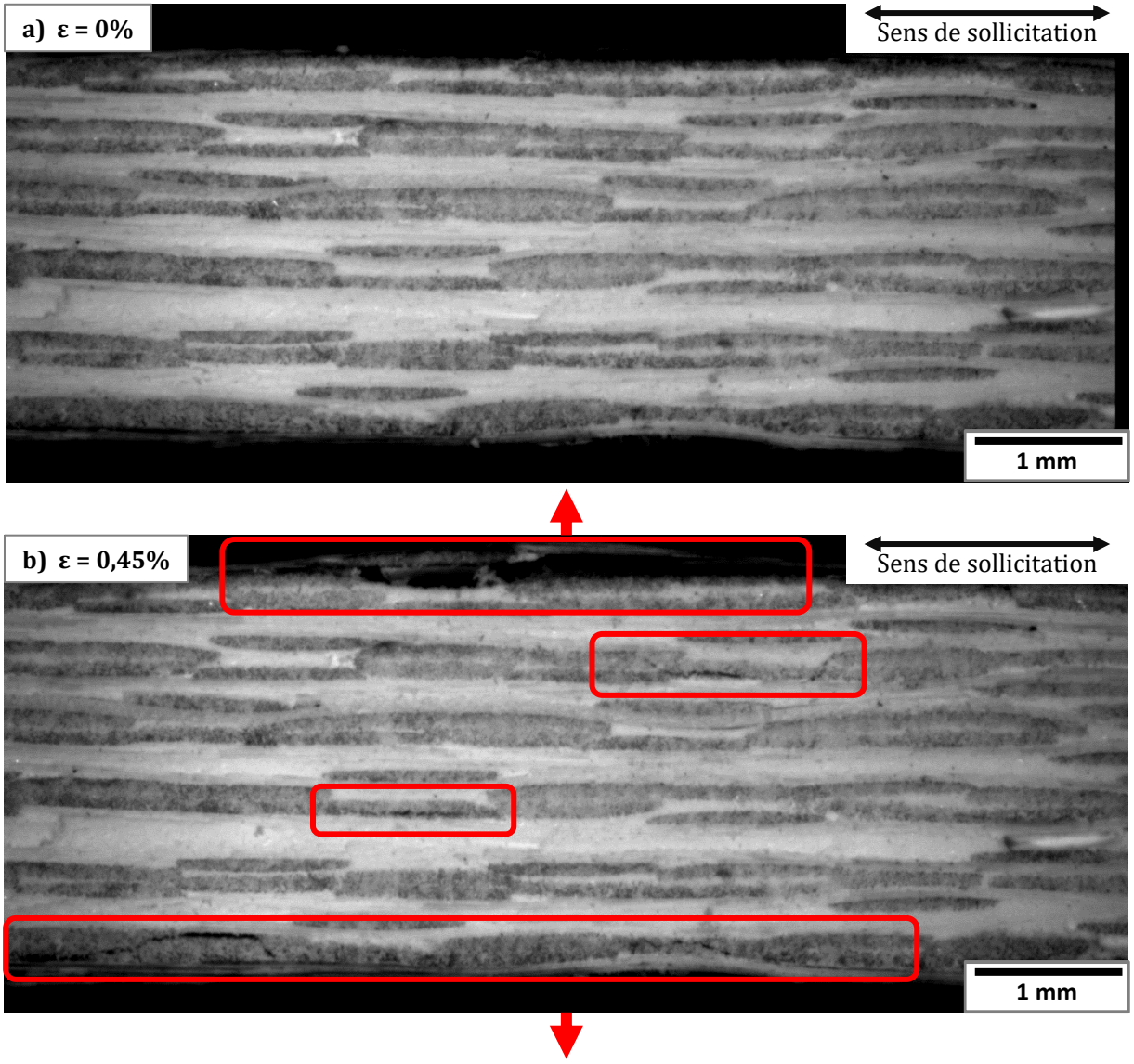

Figure IV-4 – Visualisation de la tranche de l'éprouvette in-situ B-Is-0-1 (géométrie éprouvette in-situ sous MEB) avec la caméra de corrélation d'image pendant essai sur machine de traction électromécanique; a) Etat initial, b) Etat avant rupture (0,45% de déformation)

On remarque que la première partie des essais est caractérisée par une diminution de la déformation dans l'épaisseur, relié à un effet de Poisson. On note ensuite une forte augmentation de la déformation de l'épaisseur, devenant positive. Cette augmentation est consécutive à l'apparition des délaminages dans le matériau. Les déformations dans l'épaisseur obtenues à rupture sont très élevées, supérieures à 3%.

Lorsque l'on s'intéresse à l'évolution de l'activité acoustique en cours d'essai, on remarque que l'augmentation de l'énergie acoustique (et notamment les sauts énergétiques) sont corrélés avec l'augmentation de la déformation dans l'épaisseur. Cette observation confirme l'hypothèse concernant la relation entre les délaminages et les sources d'EA les plus énergétiques.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

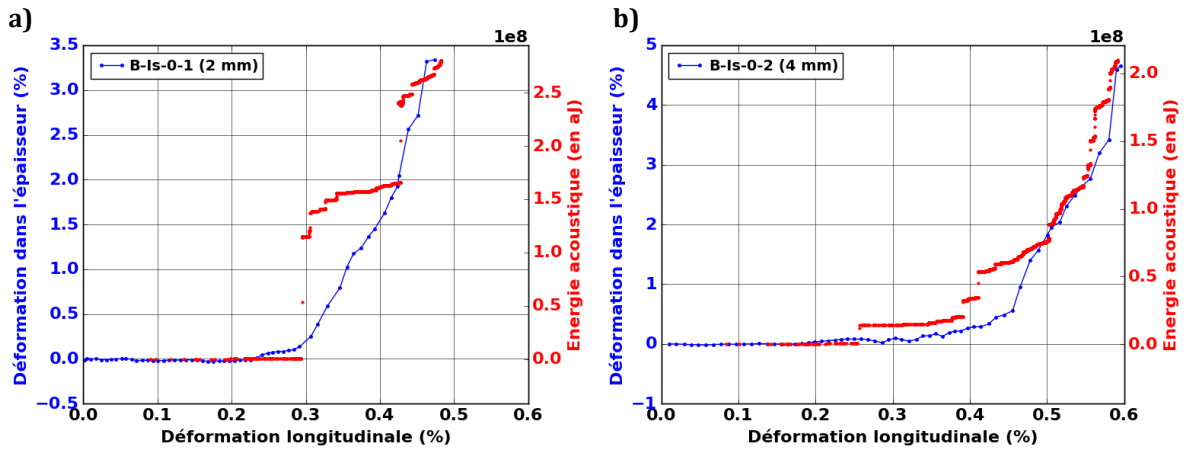

Figure IV-5 – Evolution de la déformation dans l'épaisseur (obtenue par corrélation d'images) et de l'énergie acoustique en fonction de la déformation longitudinale lors d'essai de traction dans l'axe des fibres sur éprouvette in-situ (Nuance B) ; a) Essai B-Is-0-1 (éprouvette in-situ sous MEB), b) Essai B-Is-0-2 (éprouvette in-situ sous synchrotron) – Capteurs Pico

Bien que des essais supplémentaires soient nécessaires pour confirmer les résultats obtenus, on remarque que les essais de traction dans l'axe des fibres sur éprouvette in-situ de la nuance B présentent plusieurs similarités avec les essais macroscopiques. Les essais mécaniques sont composés d'une première partie avec un domaine quasi-linéaire suivi d'un domaine endommageable avant rupture. On note également la corrélation entre l'apparition des délaminages avec l'augmentation de l'énergie acoustique. La réalisation d'essais in-situ sur nuance B présente un intérêt quant à la compréhension des mécanismes d'endommagement régissant le comportement mécanique en traction dans l'axe des fibres à l'échelle macroscopique.

IV.1.2. Propriétés mécaniques en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Les propriétés mécaniques obtenues sur les éprouvettes in-situ en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sont caractérisés par des comportements endommageables similaires à ceux observés sur éprouvettes massives. Hormis l'essai B-Is-45-1 (partie utile de 4 mm de largeur), les propriétés mécaniques obtenues sont inférieures à celles issues des essais sur éprouvettes macroscopiques. Contrairement aux essais de traction dans l'axe des fibres, le passage de 4 mm à 2 mm de largeur de section abaisse fortement les propriétés mécaniques des éprouvettes, avec des contraintes maximales atteintes inférieures à 30 MPa. Pour ces faibles dimensions, la microstructure peut influencer le comportement mécanique, avec notamment un manque d'infiltration local de matrice qui génère des macroporosités et des porosités intra-fil. Ces hétérogénéités limitent localement le transfert de charge qui s'effectue par les interfaces lors d'une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Les essais de traction in-situ à ±45° par rapport à l'axe des fibres sont uniquement réalisés sous synchrotron (partie utile de 4 mm de largeur).

Comme pour les essais macroscopiques, la réduction de section concentre fortement les contraintes en partie utile en sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres. En ce qui concerne l'apparition des sources d'EA, on note la très faible activité acoustique avant la contrainte maximale. Le suivi de l'EA des essais in-situ à ±45° par rapport à l'axe des fibres ne sera pas analysé compte tenu de cette faible activité acoustique.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

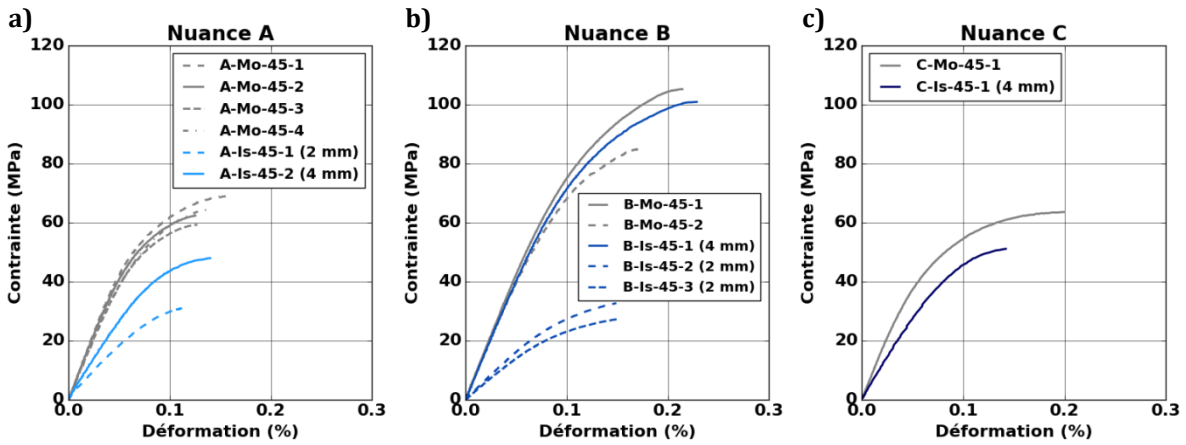

Figure IV-6 – Courbes contrainte-déformation des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur éprouvettes in-situ (en couleur), comparaison aux résultats obtenus sur éprouvettes macroscopiques (en gris) ; a) Nuance A, b) Nuance B, c) Nuance C

Suite aux résultats obtenus lors des essais de traction sur éprouvettes in-situ, il a été décidé de s'intéresser aux nuances présentant les meilleures propriétés mécaniques, à savoir les nuances B et C. Les essais in-situ sous MEB ne sont effectués qu'en traction dans l'axe des fibres, les faibles largeurs d'éprouvettes (2 mm) ne permettent pas de garantir une stabilité mécanique en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres.

IV.2. Suivi de l'endommagement en traction dans l'axe des fibres

Six essais de traction in-situ dans l'axe des fibres ont été réalisés : deux essais sous synchrotron (essais B-Sy-0-1 et C-Sy-0-1) et quatre essais sous MEB (essais B-Me-0-1, B-Me-0-2, C-Me-0-1 et C-Me-0-2). Par souci de clarté, seuls les essais B-Me-0-2 et C-Me-0-1 seront abordés. Les essais de traction in-situ sous MEB sont caractérisés par une faible activité acoustique. Ce constat est certainement relié à l'atténuation des signaux lors de leur passage par le passe-paroi avant préamplification (cf. II.2.4). L'activité acoustique des essais in-situ sous MEB ne sera pas analysée.

IV.2.1. Endommagement de la nuance B en traction dans l'axe des fibres

Six états (un état initial et cinq états sous sollicitation) ont été observés et enregistrés lors de l'essai in-situ sous synchrotron sur nuance B dans l'axe des fibres (essai B-Sy-0-1). La contrainte à rupture a été obtenue à 300 MPa, soit 85% de la moyenne des contraintes à rupture obtenues sur éprouvettes macroscopiques en traction dans l'axe des fibres pour cette nuance.

Le premier endommagement détecté lors de cet essai apparaît lors de l'état 2 à 100 MPa, il s'agit d'une fissure parallèle à l'axe de sollicitation (Figure IV-7). Cette fissure, pouvant être associée à de l'initiation de délaminage, est connectée à une macroporosité. Lors des états suivants, on observe une propagation du délaminage ainsi qu'une augmentation de l'ouverture de la fissure. Cette fissure se propage principalement le long d'un fil de chaîne. On observe également l'apparition d'une fissure matricielle lors de l'état 4, cette fissure semble consécutive à l'ouverture progressive du délaminage.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

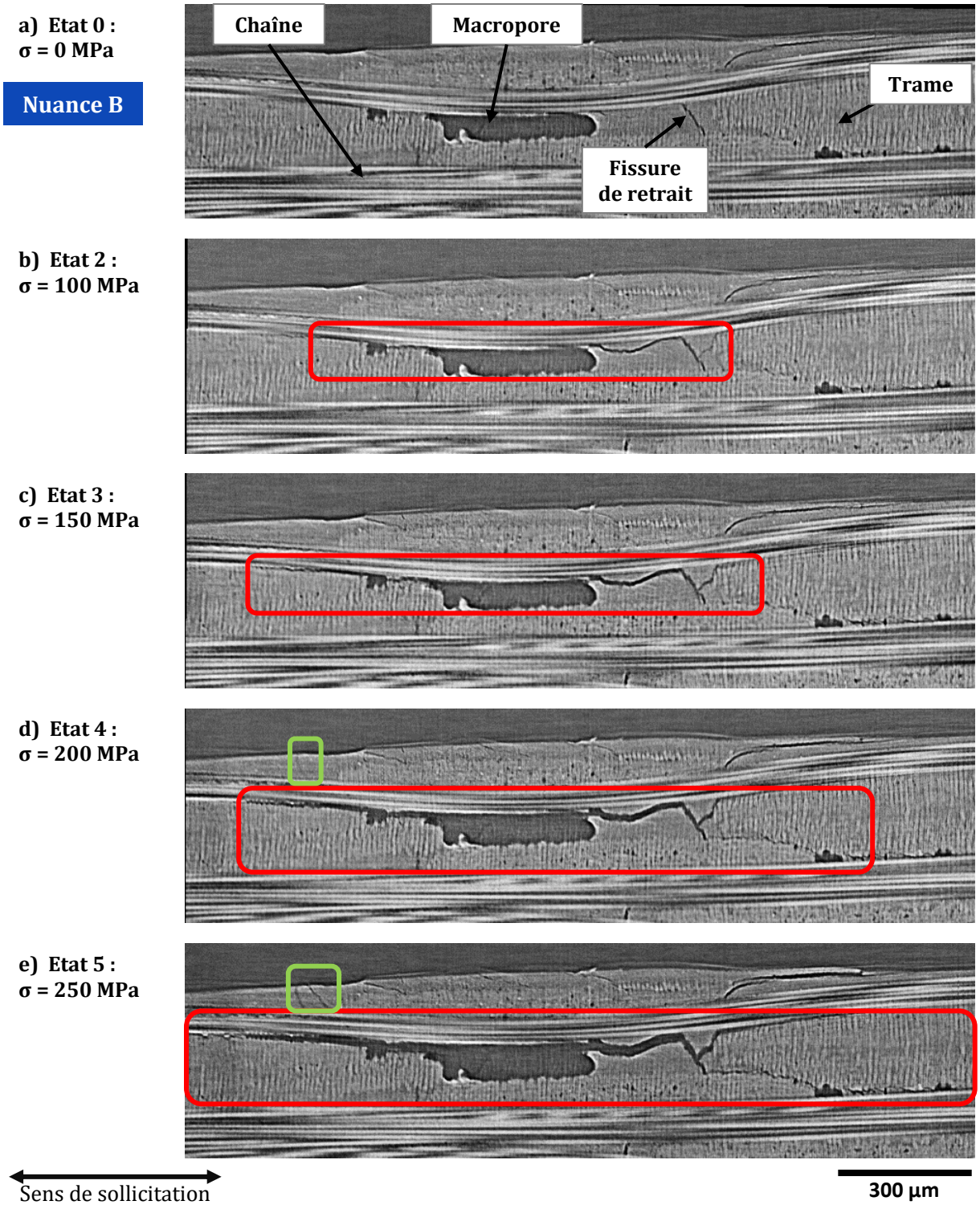

Figure IV-7 – Apparition et propagation d'endommagements lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance B sous synchrotron (essai B-Sy-0-1) ; Reconstruction tomographique 2D, visualisation dans l'épaisseur, ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 2 : σ = 100 MPa, c) Etat 3 : σ = 150 MPa, d) Etat 4 : σ = 200 MPa, e) Etat 5 : σ = 250 MPa ; Vert : fissurations matricielles, Rouge : délaminages

La grande majorité des endommagements détectés lors de cet essai sont des délaminages (Figure IV-8) compte-tenu de la résolution des images (2,6 µm de taille de voxel). Ces endommagements apparaissent et se propagent à partir de l'état 2 et jusqu'au dernier état (état 5), on remarque qu'ils possèdent des tailles de l'ordre du millimètre.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

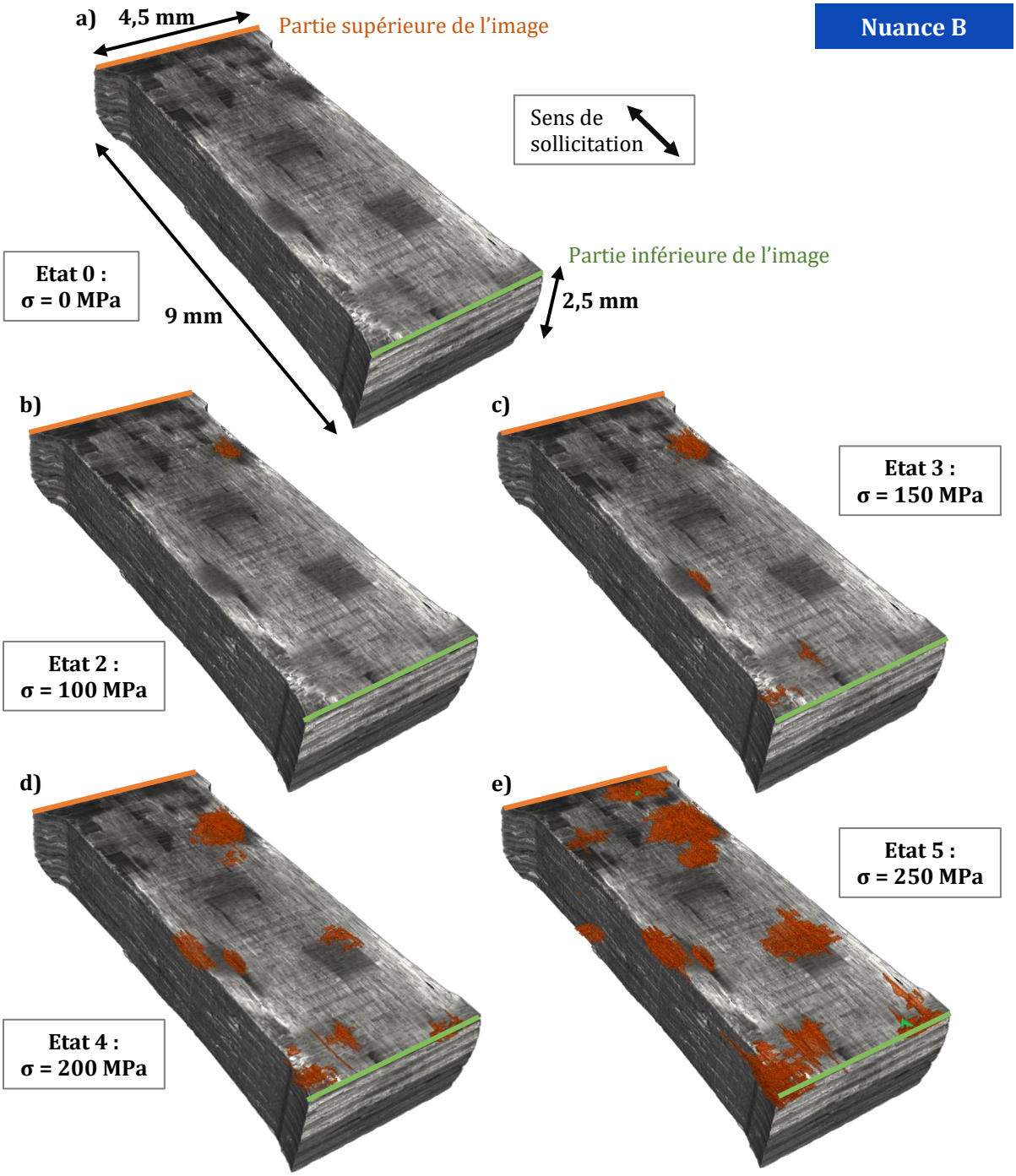

Figure IV-8 – Apparition et propagation des endommagements lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance B sous synchrotron (essai B-Sy-0-1) ; Reconstruction tomographique 3D, visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 2 : σ = 100 MPa, c) Etat 3 : σ = 150 MPa, d) Etat 4 : σ = 200 MPa, e) Etat 5 : σ = 250 MPa ; Vert : fissurations matricielles, Rouge : délaminages

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Ces observations sont cohérentes avec l'évolution de la sévérité sur éprouvette massive pour la nuance B (cf. Chapitre III). Les premiers délaminages apparaissent à partir de 100 MPa, qui correspond au début du domaine D2 caractérisé par l'augmentation de la sévérité. La propagation des délaminages jusqu'à 250 MPa concorde avec l'augmentation de la sévérité par sauts successifs lors du domaine D2 sur essais macroscopiques. Comme pour l'essai B-Cy-0-1 observé en microscopie optique, la plupart des délaminages s'effectuent sur les plis extérieurs.

Bien qu'il soit difficile de relier chaque délaminage à une source localisée en émission acoustique, on observe une forte corrélation entre les sources localisées dans la zone tomographiée et l'apparition des endommagements (Figure IV-9). La première source localisée dans la zone tomographiée apparaît avant l'état 2 où le premier délaminage est observé. L'augmentation en énergie et en nombre des sources localisées s'effectue avant l'état 4 et surtout l'état 5 ou les apparitions et les propagations de délaminages sont les plus importantes.

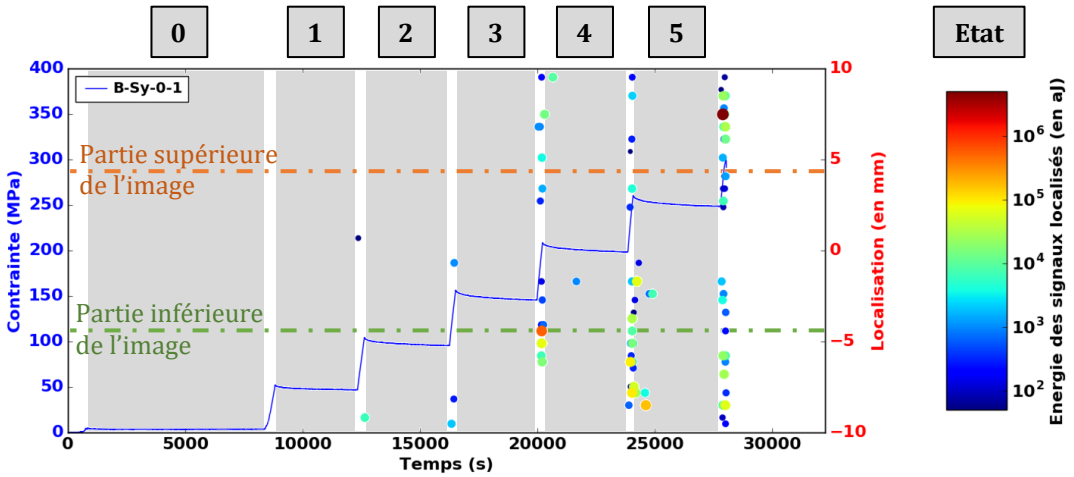

Figure IV-9 – Caractéristiques des sources d'EA localisées (position et énergie) et évolution de la contrainte en fonction du temps lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance B sous synchrotron (essai B-Sy-0-1) – Capteurs Pico

A l'échelle microscopique, huit états (un état initial et sept états sous sollicitation) ont été observés et enregistrés lors de l'essai de traction in-situ sous MEB (essai B-Me-0-2). La contrainte à rupture a été obtenue à 275 MPa, soit 77% de la moyenne des contraintes à rupture obtenues sur éprouvettes macroscopiques en traction dans l'axe des fibres pour cette nuance.

Les acquisitions sur toute l'épaisseur de l'éprouvette montrent l'apparition et la propagation de délaminages à partir de 110 MPa (Figure IV-10). Les premiers délaminages apparaissent au niveau des plis extérieurs, ils s'amorcent à partir des macropores présents dans le matériau, comme lors de l'essai en traction in-situ sous synchrotron (essai B-Sy-0-1).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

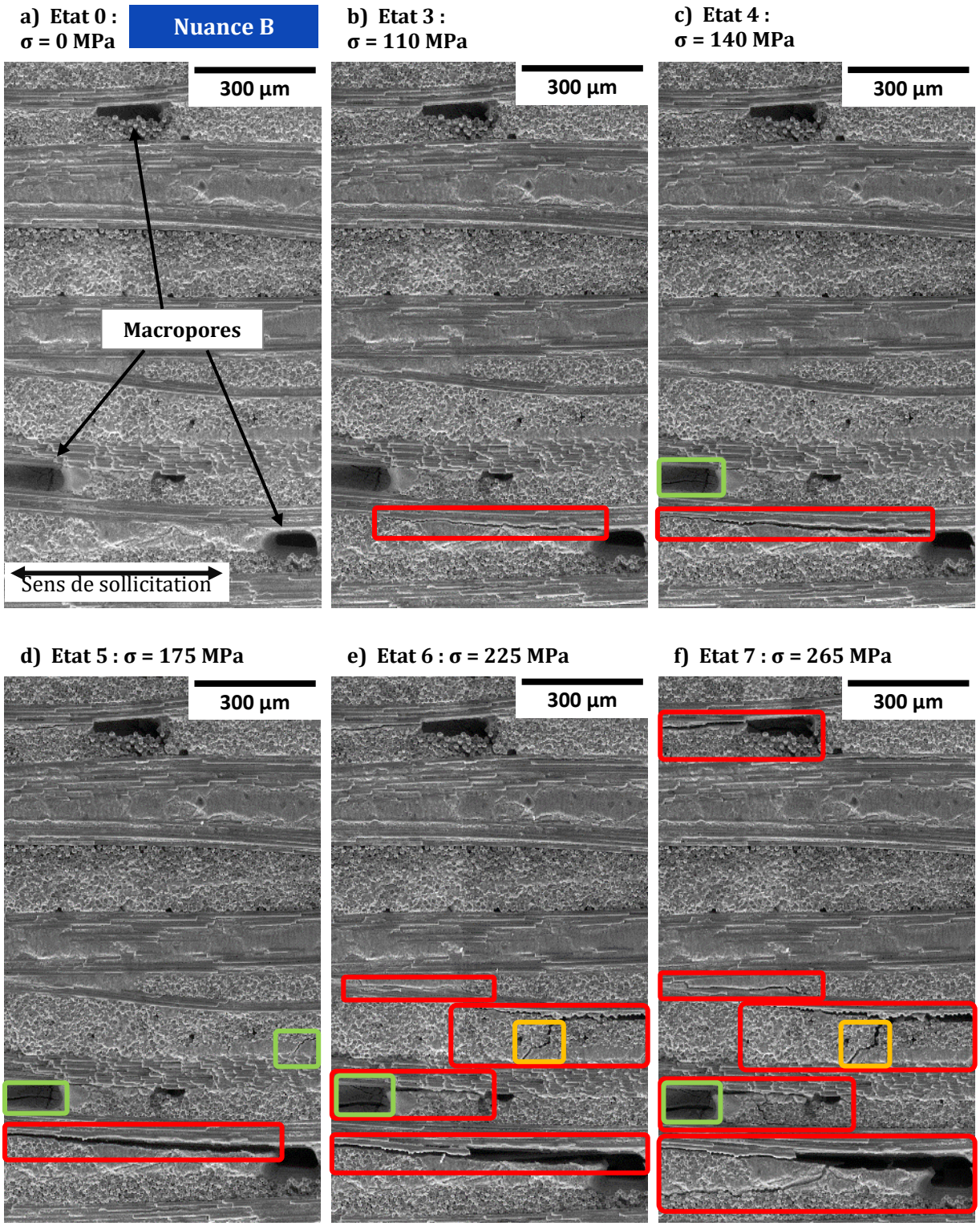

Figure IV-10 – Apparition et propagation d'endommagements lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance B sous MEB (essai B-Me-0-2) ; Visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 3 : σ = 110 MPa, c) Etat 4 : σ = 110 MPa, d) Etat 5 : σ = 175 MPa, e) Etat 6 : σ = 225 MPa, f) Etat 7 : σ = 265 MPa ; Vert : fissurations matricielles, Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Lorsque l'on se place à l'échelle d'un fil, on observe un endommagement de la microstructure à des niveaux de contraintes moins élevés (Figure IV-11). Dès 65 MPa, des décohésions intra-fil apparaissent au niveau des trames. Ces décohésions sont reliées à des porosités intra-fil qui semblent favoriser ces mécanismes d'endommagement. Ce type d'endommagement, perpendiculaire à l'axe de sollicitation et apparaissant à de faibles niveaux de contraintes, semble contribuer à la chute des propriétés mécaniques dans le domaine D1.

Ces décohésions intra-fil se propagent ensuite en bord de fil, qui aboutit à des décohésions inter-fils parallèle à l'axe de sollicitation (état 5). Sous l'effet de la contrainte, ces décohésions inter-fils s'agrandissent, ce qui amène à des délaminages (état 7).

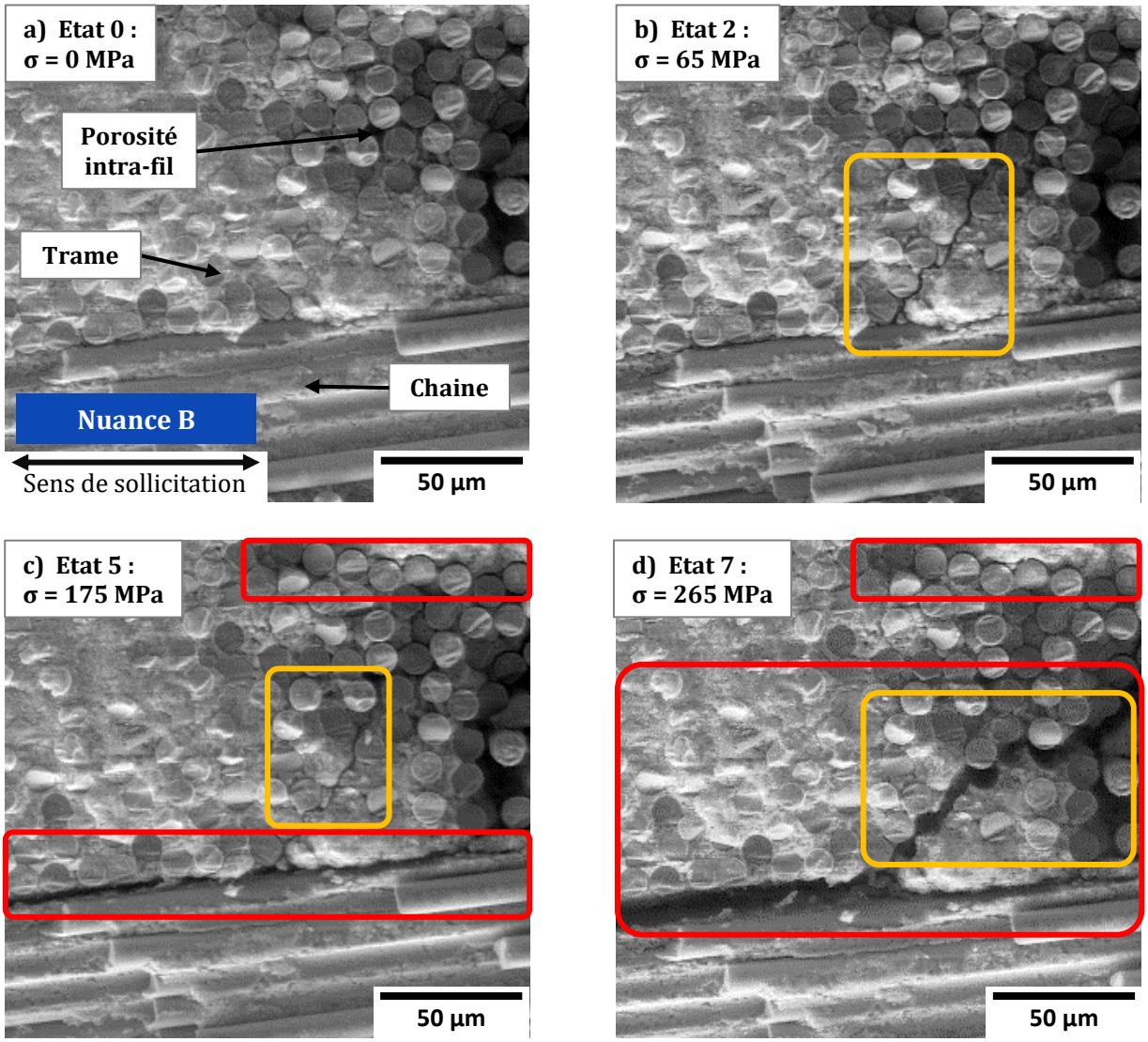

Figure IV-11 – Apparition et propagation d'endommagements lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance B sous MEB (essai B-Me-0-2) ; Visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 2 : σ = 175 MPa, c) Etat 5 : σ = 175 MPa, d) Etat 7 : σ = 265 MPa ; Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Une évolution de la microstructure est également observée au niveau des fissures de retrait (Figure IV-12). On remarque une ouverture des fissures de retrait d'une centaine de nanomètres dès le début des essais, jusqu'à 110 MPa (état 3). A partir de cet état, on note un ralentissement de l'ouverture des fissures de retrait. L'ouverture des fissures de retrait semble corrélée avec la contribution de la matrice à l'effort de traction : en début d'essai, la matrice n'est pas endommagée et supporte la charge appliquée. Cette contribution s'atténue avec l'endommagement de la matrice qui se traduit par la reprise d'effort des fils de chaîne et l'apparition du domaine D2 à des niveaux de contrainte d'environ 100 MPa.

Bien que plusieurs observations aient été effectuées en différentes zones des éprouvettes, aucune fissuration de la matrice n'a été détectée lors des essais de traction in-situ sous MEB sur nuance B.

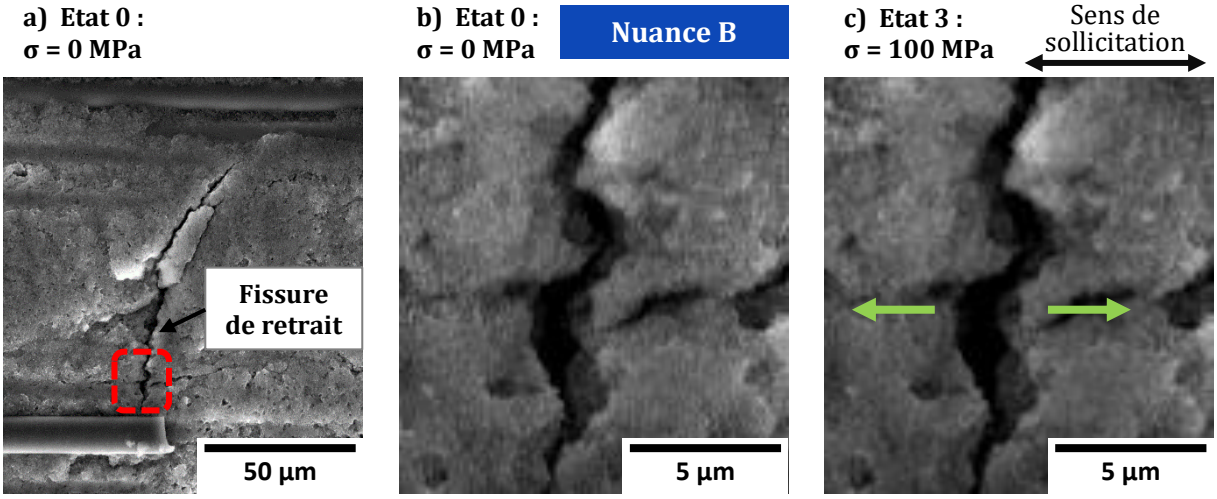

Figure IV-12 – Ouverture d'une fissure de retrait lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance B sous MEB (essai B-Me-0-2) ; Visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0, MPa, b) Etat 0 : σ = 0 – visualisation de la zone rouge, c) Etat 3 : σ = 110 MPa – visualisation de la zone rouge

Les essais de traction in-situ sous MEB permettent d'observer de nouveaux mécanismes d'endommagements tels que des décohésions intra-fil et inter-fils ainsi que l'ouverture de fissures de retrait. Ces endommagements, d'une échelle de l'ordre du micromètre, apparaissent avant les premiers délaminages. Les premiers signaux d'EA non-localisés, détectés lors du début des essais macroscopiques, semblent provenir de ces endommagements.

IV.2.2. Endommagement de la nuance C en traction dans l'axe des fibres

Quatre états (un état initial et trois états sous sollicitation) ont été observés et enregistrés lors de l'essai C-Sy-0-1. La contrainte à rupture a été obtenue à 150 MPa, soit 60% de la moyenne des contraintes à rupture obtenues sur éprouvettes macroscopiques en traction dans l'axe des fibres pour cette nuance.

Comme pour la nuance B, les principaux endommagements observés sur la nuance C concernent des délaminages (Figure IV-13). Ces endommagements apparaissent dès 50 MPa puis se propagent lors des états suivants, générant des fissures matricielles en plus grand nombre que sur la nuance B.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

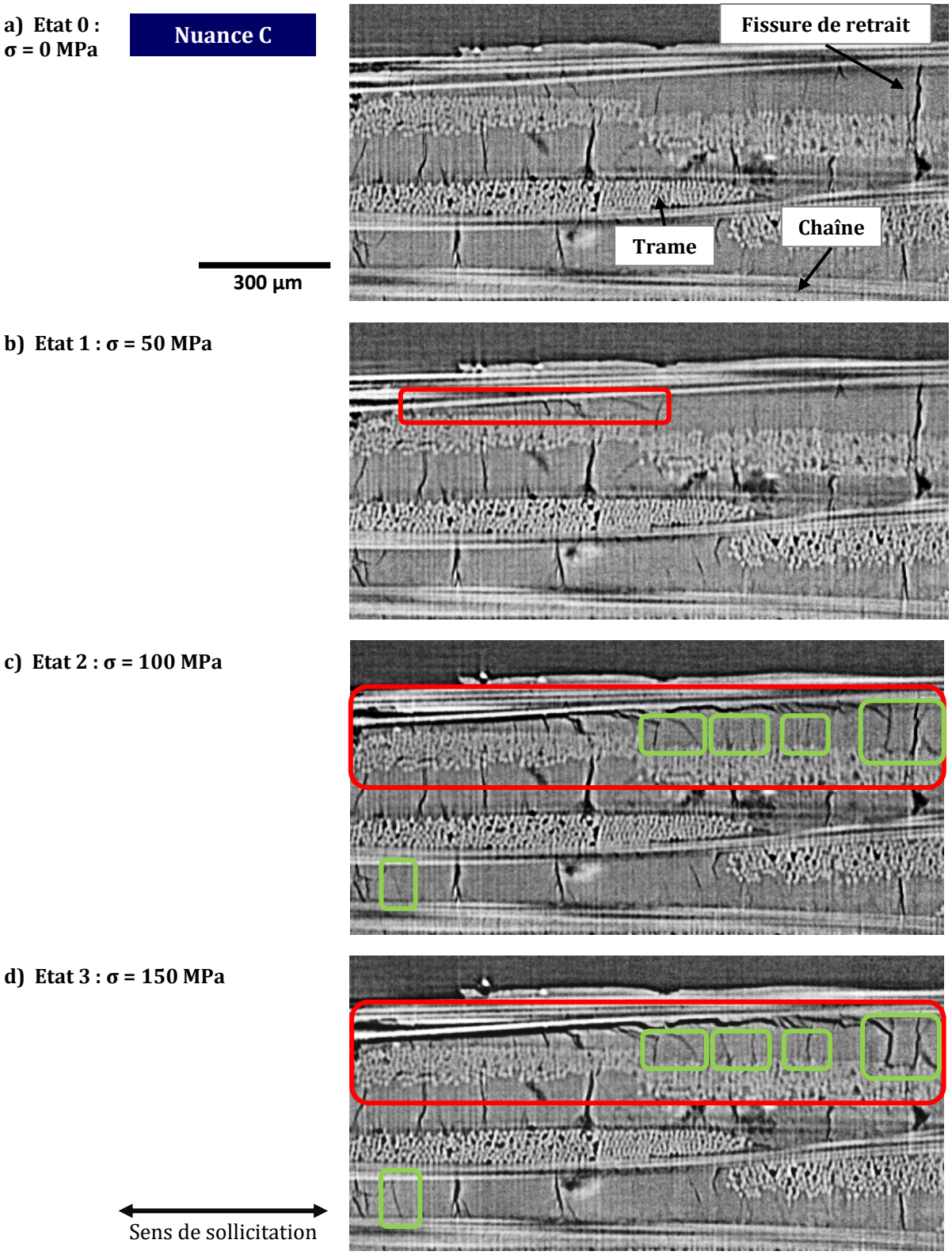

Figure IV-13 – Apparition et propagation d'endommagements lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance C sous synchrotron (essai C-Sy-0-1) ; Reconstruction tomographique 2D, visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 1 : σ = 50 MPa, c) Etat 2 : σ = 100 MPa, d) Etat 3 : σ = 150 MPa ; Vert : fissurations matricielles, Rouge : délaminages

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Moins de délaminages sont observés lors de cet essai, les endommagements visualisés sont cependant concentrés au niveau des congés de l'éprouvette (Figure IV-14). Ils semblent conduire à une rupture prématurée de l'éprouvette. On note néanmoins que les délaminages apparaissent au niveau des plis extérieurs, comme observé auparavant.

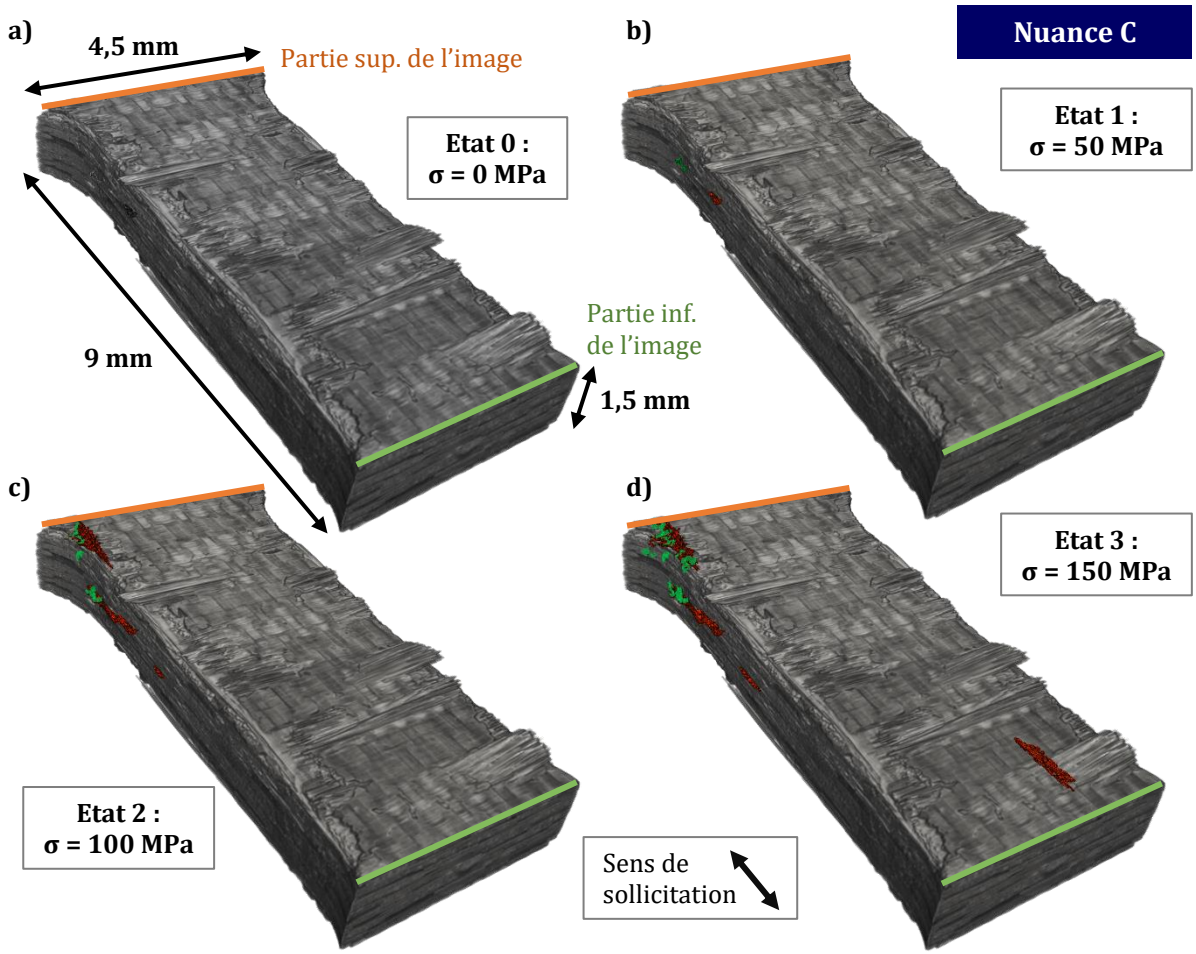

Figure IV-14 - Apparition et propagation des endommagements lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance C sous synchrotron (essai C-Sy-0-1) ; Reconstruction tomographique 3D ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 1 : σ = 50 MPa, c) Etat 2 : σ = 100 MPa, d) Etat 3 : σ = 150 MPa ; Vert : fissurations matricielles, Rouge : délaminages

Peu de sources d'EA sont localisées lors de cet essai (Figure IV-15), leur position semble néanmoins cohérente avec la chronologie d'apparition des endommagements. Les premières sources localisées au niveau de la partie supérieure de l'image avant l'état 2 sont cohérentes avec les endommagements apparaissant lors de cet état. Un constat similaire est fait pour l'état suivant. L'activité acoustique moins énergétique est cohérente avec les délaminages moins importants observés sur la nuance C.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

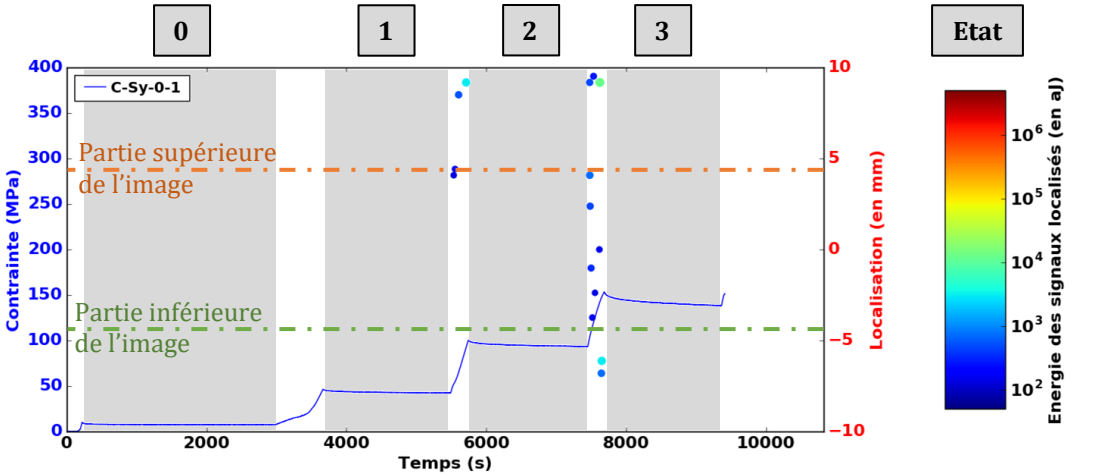

Figure IV-15 – Localisation des sources d'émission acoustique et évolution de la contrainte en fonction du temps lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance C sous synchrotron (essai C-Sy-0-1) – Capteurs Pico

A l'échelle inférieure, six états (un état initial et cinq états sous sollicitation) ont été observés et enregistrés lors de l'essai C-Me-0-1. La contrainte à rupture a été obtenue à 260 MPa, soit 100% de la moyenne des contraintes à rupture obtenues sur éprouvettes macroscopiques en traction dans l'axe des fibres pour cette nuance.

A la différence de la nuance B, aucun délaminage n'est observé avant l'état final (240 MPa) pour les deux essais de traction in-situ sous MEB sur nuance C. Comme pour les autres essais avec analyse microscopiques, le délaminage s'effectue au niveau d'un des deux plis extérieurs (Figure IV-16). Bien que la visualisation des endommagements soit surfacique, les essais in-situ sous MEB sur nuance C confirment la meilleure résistance au délaminage de cette nuance, due au faible taux de macroporosités entre les plis.

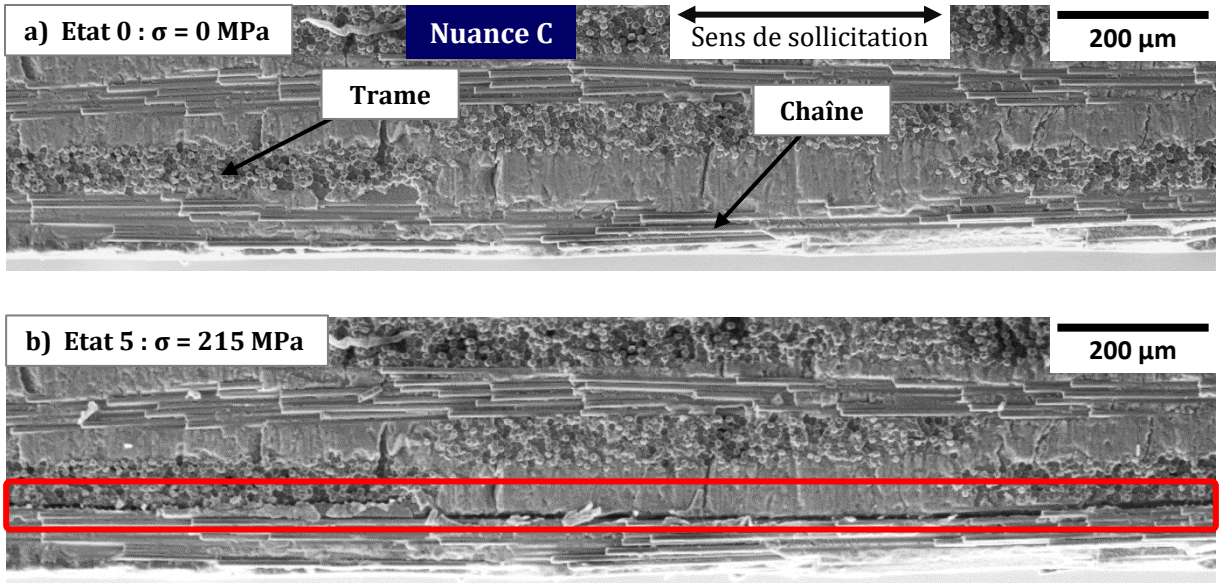

Figure IV-16 – Apparition et propagation d'endommagements lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance C sous MEB (essai C-Me-0-1) ; Visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 5 : σ = 240 MPa ; Rouge : délaminages

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les premiers endommagements détectés sont observés au niveau des fils de trame. A l'instar de la nuance B, des décohésions intra-fil de trame sont observées dès le deuxième état (65 MPa - Figure IV-17). Des fissurations de la matrice sont également observées lors de cet état. On note la présence de premières décohésions inter-fils entre un fil de chaîne et un fil de trame qui se poursuivent lors des états suivants. L'apparition de ces décohésions inter-fils, parallèles à l'axe de sollicitation caractérisant la reprise d'effort des fils de chaîne, est observée à des niveaux de déformation plus faibles que pour la nuance B (65 MPa contre 110 MPa). Cette observation corrobore les observations à l'échelle macroscopique où la transition entre les domaines D1 et D2 arrivent à des niveaux de déformations plus faibles pour la nuance C (Figure III-11).

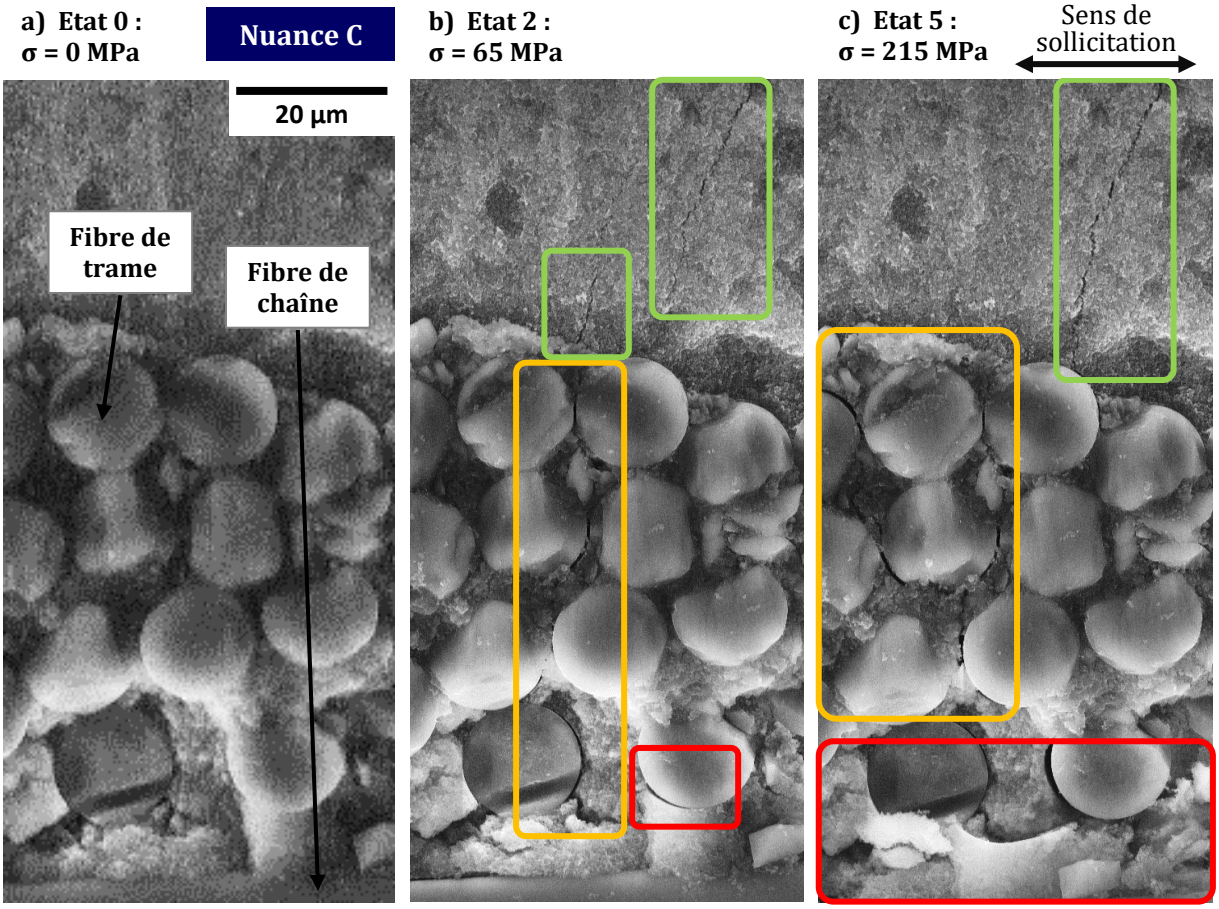

Figure IV-17– Apparition et propagation d'endommagements sur nuance C sous MEB (essai C-Me-0-1) ; Visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa (qualité d'image inférieure due à une résolution d'image plus faible), b) Etat 2 : σ = 70 MPa, c) Etat 5 : σ = 240 MPa ; Vert : fissurations matricielles, Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils

Il est intéressant de noter la taille des fissures matricielles détectées. Ces fissures ont une ouverture de l'ordre d'une centaine de nanomètres qui rend leur détection très compliquée (Figure IV-18). Il est donc logique que peu de fissures matricielles soient observées lors des essais de traction in-situ sous synchrotron et sous microscope optique. L'apparition de ces fissures pour de faibles niveaux de contraintes confirme les hypothèses et sont en accord avec les résultats de la littérature (cf. Chapitre I) qui indiquent que ces endommagements sont les premiers à apparaître dans le matériau (tout comme les décohésions intra-fil de trame).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

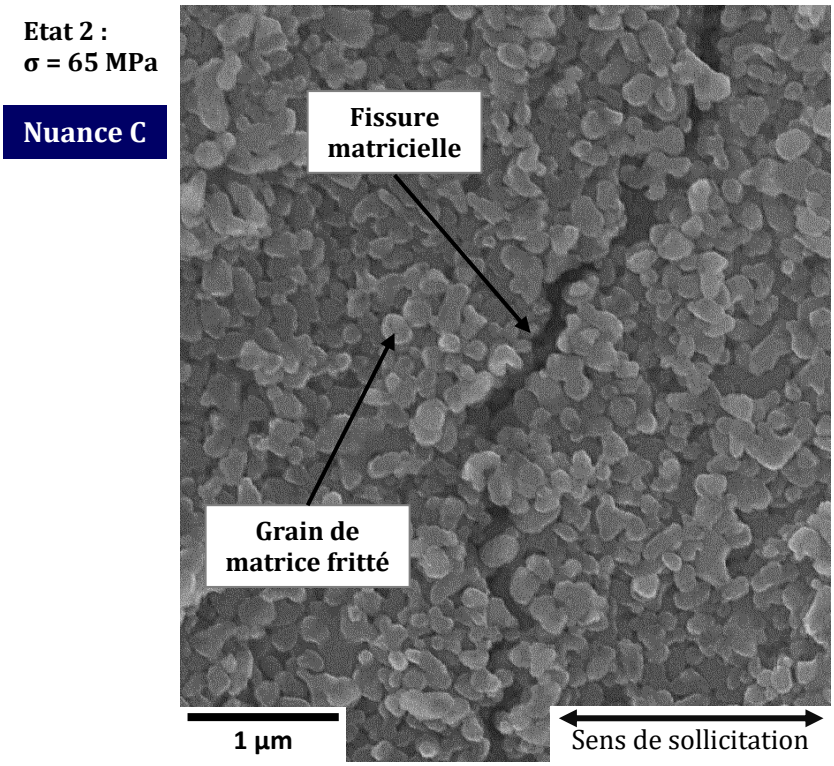

Figure IV-18 – Visualisation d'une fissure matricielle lors de l'Etat 2 (70 MPa) d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance C sous MEB (essai C-Me-0-1)

Au même titre que pour la nuance B, des ouvertures de fissures de retrait sont observées principalement en début d'essai (Figure IV-19) qui indique une baisse progressive de la contribution de la matrice à l'effort de traction au cours de l'essai.

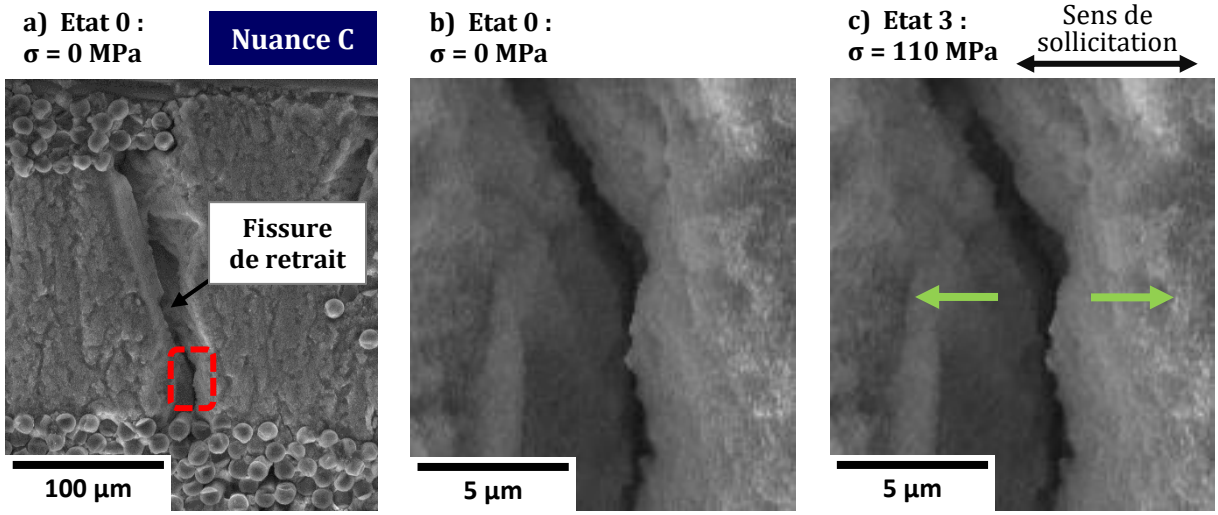

Figure IV-19 – Ouverture d'une fissure de retrait lors d'un essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance C sous MEB (essai C-Me-0-1) ; Visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0, MPa, b) Etat 0 : σ = 0 – visualisation de la zone rouge, c) Etat 3 : σ = 130 MPa – visualisation de la zone rouge

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les essais de traction in-situ sous MEB sur nuance B et C indiquent l'apparition de mécanismes d'endommagement (fissuration matricielle, décohésion intra-fil et ouverture de fissures de retrait) à de faibles niveaux de contrainte. Ces endommagements, inférieurs à une dizaine de micromètres, ne semblent pas assez énergétiques pour pouvoir être localisés en émission acoustique. Bien que peu énergétiques, ces endommagements contribuent à la non linéarité du comportement mécanique observé dès le début des essais macroscopiques (autant en traction dans l'axe des fibres qu'à ±45° par rapport à l'axe des fibres). Ces observations confirment l'intérêt de l'étude des sources non localisées lors du suivi de l'endommagement des composites oxydes.

IV.3. Suivi de l'endommagement en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Deux essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres ont été observés et enregistrés, ces deux essais ont été effectués sous synchrotron : un essai sur nuance B (essai B-Sy-45-1) et un essai sur nuance C (essai C-Sy-45-1).

IV.3.1. Endommagement de la nuance B en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Cinq états (un état initial et quatre états sous sollicitation) ont été réalisés lors de l'essai B-Sy-45-1. La contrainte maximale est de 75 MPa, soit 78% de la moyenne des contraintes maximales obtenues sur éprouvettes macroscopiques en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres pour cette nuance.

Les premiers endommagements sont observés dès 25 MPa (état 2), ils concernent des décohésions intra-fil d'un pli extérieur (Figure IV-20). Cette fissure se poursuit en inter-fils lors de l'état suivant (45 MPa), on observe également l'apparition d'autres décohésions inter-fils et intra-fil lors de cet état. Ces décohésions sont reliées aux macroporosités. Le dernier état se caractérise par la propagation et l'interconnexion de ces décohésions amenant à l'apparition de délaminages au sein du matériau. Les endommagements observés sont cohérents avec le comportement endommageable observé en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres.

Les décohésions fibre-matrice (intra-fil et inter-fil) semblent ainsi être l'endommagement principal lors de la sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres de la nuance B. Le faible taux de porosités intra-fil pour cette nuance semble retarder l'apparition des décohésions et ainsi expliquer les niveaux de contraintes plus élevés atteints par cette nuance.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

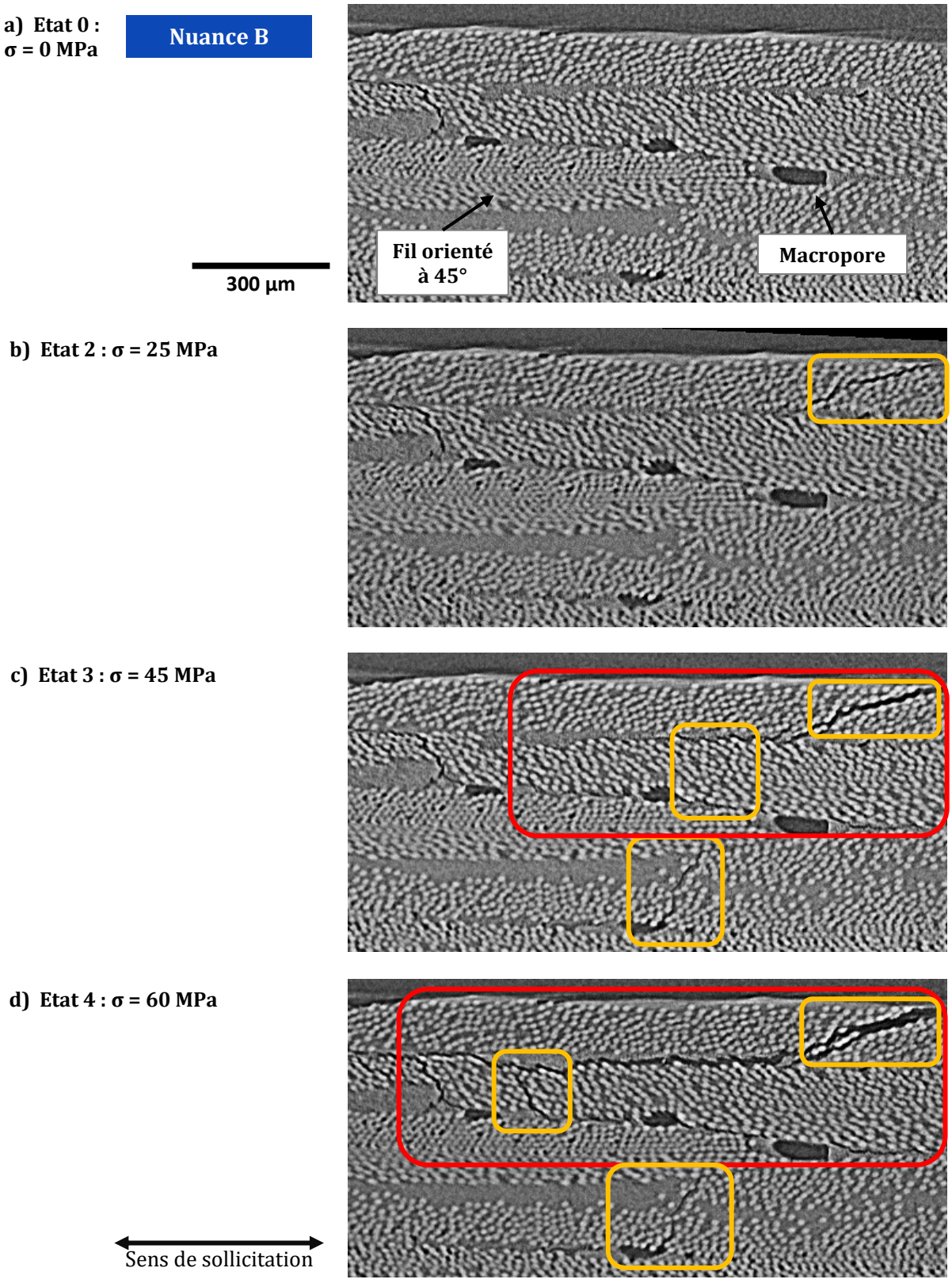

Figure IV-20 – Apparition et propagation d'endommagements lors d'un essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance B sous synchrotron (essai B-Sy-45-1) ; Reconstruction tomographique 2D, visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 2 : σ = 25 MPa, c) Etat 3 : σ = 45 MPa, d) Etat 4 : σ = 60 MPa ; Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Comme pour l'essai de traction dans l'axe des fibres sur nuance B, les délaminages constituent le principal mécanisme d'endommagement pour l'essai B-Sy-45-1 (Figure IV-21). Ces endommagements apparaissent à partir de l'état 2 à 25 MPa puis se propagent lors des deux états suivants. Encore une fois, ce sont les plis extérieurs qui subissent la plupart des délaminages. Aucune fissuration matricielle, n'a été observée à la résolution d'acquisition.

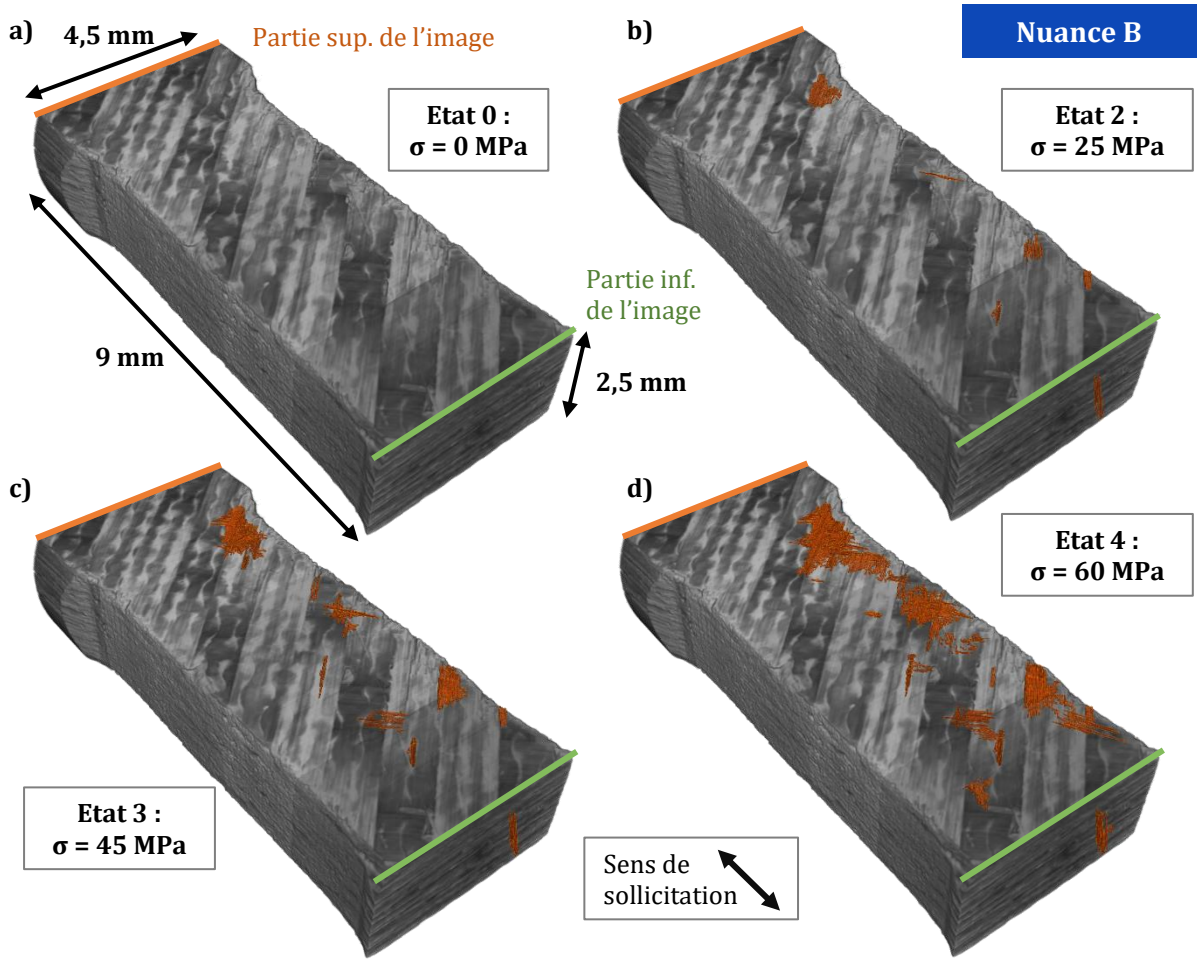

Figure IV-21 – Apparition et propagation des endommagements lors d'un essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance B sous synchrotron (essai B-Sy-45-1) ; Reconstruction tomographique 3D ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 2 : σ = 25 MPa, c) Etat 3 : σ = 45 MPa, d) Etat 4 : σ = 60 MPa ; Vert : fissurations matricielles, Rouge : délaminages

IV.3.2. Endommagement de la nuance C en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Cinq états (un état initial et quatre états sous sollicitation) ont été observés et enregistrés lors de l'essai C-Sy-45-1. La contrainte à rupture a été obtenue à 50 MPa, soit 77% de la contrainte maximale obtenue lors de l'essai C-Mo-45-1.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les premiers endommagements observés concernent une fissure matricielle traversant un fil via des décohésions intra-fil (Figure IV-22) à 40 MPa (état 3). Comme pour la nuance B, cet endommagement s'amorce à partir de la surface de l'éprouvette. Cet endommagement se propage lors de l'état suivant (état 4 – 50 MPa) sous forme de décohésions inter-fils pouvant être associé à des délaminages. Ces délaminages sont connectés avec des fissures matricielles ainsi qu'avec des fissures de retrait qui provoquent leur ouverture

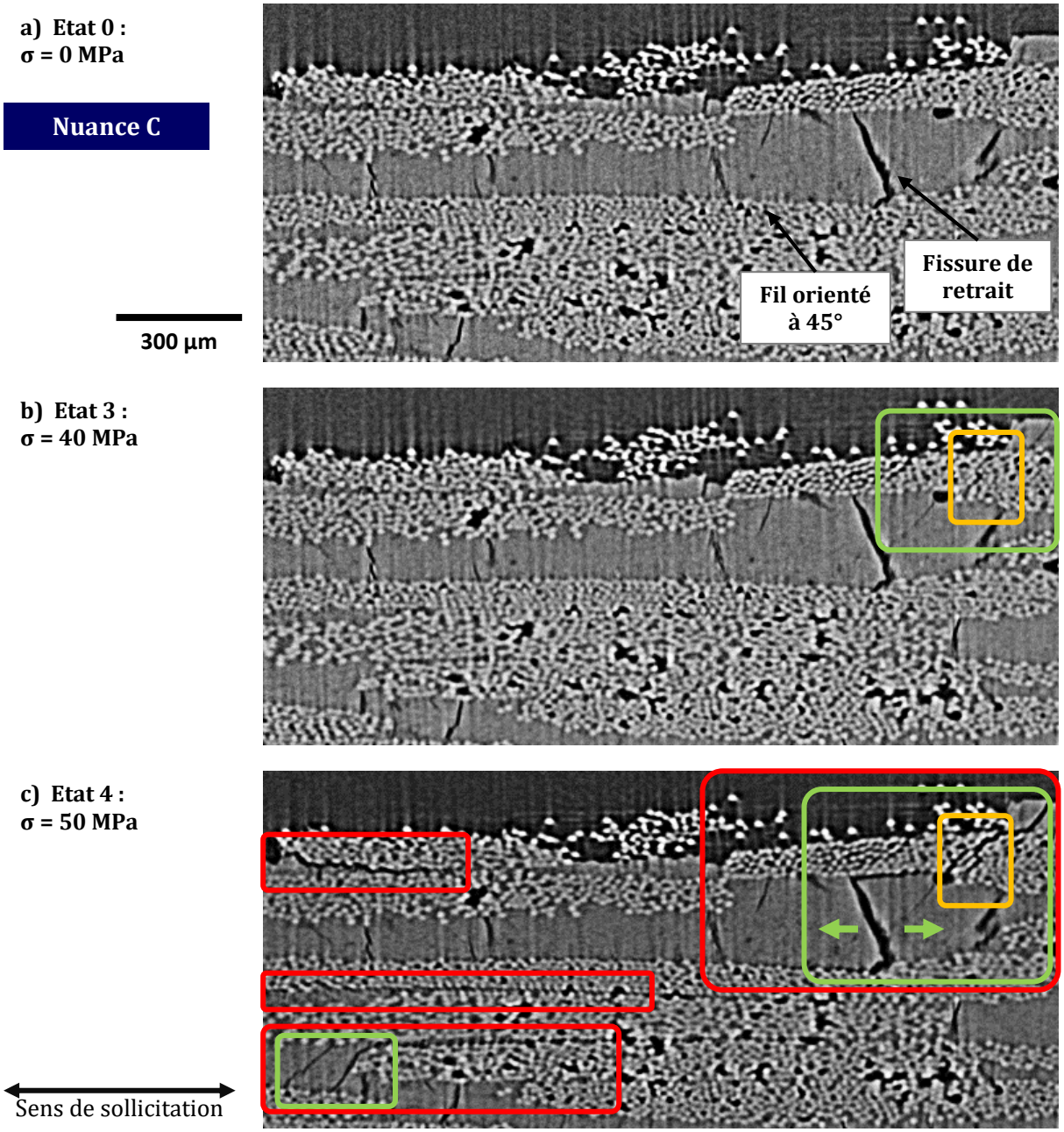

Figure IV-22 – Apparition et propagation d'endommagements lors d'un essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance C sous synchrotron (essai C-Sy-45-1) ; Reconstruction tomographique 2D, visualisation dans l'épaisseur ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 3 : σ = 40 MPa, c) Etat 4 : σ = 50 MPa ; Vert : fissurations matricielles et ouverture de fissure de retrait, Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

On remarque l'apparition tardive des délaminages lors de cet essai, principalement à partir de l'état 4 (Figure IV-23), qui correspond à la contrainte maximale obtenue (50 MPa). Cette observation est concordante avec les résultats obtenus à partir de l'essai C-Mo-45-1, à savoir une augmentation de la sévérité (reliée aux délaminages) après avoir atteint la contrainte maximale.

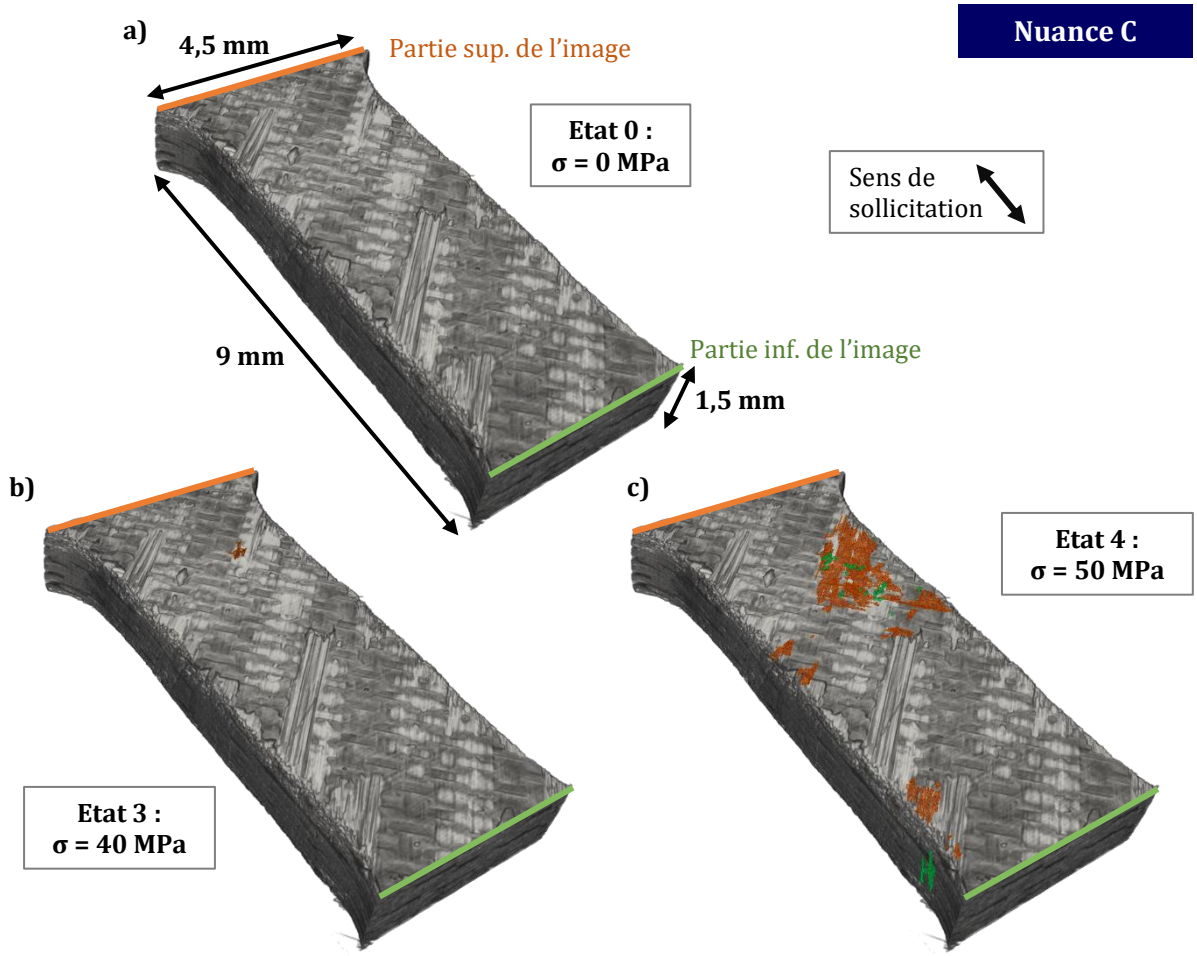

Figure IV-23 – Apparition et propagation des endommagements lors d'un essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance C sous synchrotron (essai C-Sy-45-1) ; Reconstruction tomographique 3D ; a) Etat 0 : σ = 0 MPa, b) Etat 3 : σ = 40 MPa, c) Etat 4 : σ = 50 MPa ; Vert : fissurations matricielles, Rouge : délaminages

Les délaminages observés sur les deux nuances en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres montrent qu'il s'agit bien du mécanisme d'endommagement principal pour cette sollicitation. Comme pour les essais de traction dans l'axe des fibres, l'augmentation de la sévérité semble engendrée par ces endommagements critiques.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

IV.4. Bilan des essais in-situ

Les analyses in-situ ont permis de confirmer que le délaminage est bien le principal mécanisme d'endommagement des composites oxydes en traction dans le plan. Néanmoins d'autres mécanismes s'activent lors de la sollicitation du matériau, notamment des décohésions intra-fil et des fissures matricielles qui apparaissent avant les délaminages.

L'évolution de la microstructure permet de mieux comprendre le rôle des hétérogénéités sur le comportement mécanique à l'échelle macroscopique. Des scénarios d'endommagement des nuances B et C sont proposés en se basant sur les observations in-situ ainsi que sur les enseignements des analyses macroscopiques (Chapitre III).

IV.4.1. Scénario d'endommagement en traction dans l'axe des fibres

IV.4.1.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance B

Le domaine D1 se caractérise par une activité acoustique peu énergétique non localisée qui se traduit par une chute des propriétés mécaniques. Les décohésions intra-fils de trame sont les premiers endommagements observés pour la nuance B. Ils sont associés à ce domaine, ainsi que de l'ouverture de fissures de retrait (Figure IV-24 – Etat A). Bien que non observées, il est probable que des fissurations matricielles interviennent dans ce domaine. L'ensemble de ces endommagements perpendiculaires à l'axe de sollicitation contribue à l'abaissement des propriétés mécaniques.

La baisse de la contribution des fils de trames et de la matrice à l'effort de traction conduit à une reprise d'effort par les fils de chaîne. Cette reprise d'effort caractérisée par la transition D1-D2 s'opère à des niveaux de déformations plus élevés que les autres nuances grâce à la bonne infiltration des fils en matrice qui retarde l'apparition des décohésions intra-fil. Le début du domaine D2 se caractérise par l'apparition des décohésions inter-fils parallèles à l'axe de sollicitation, entre les trames et les chaînes notamment (Figure IV-24 – Etat B).

La présence de macroporosités dans cette nuance provoque l'apparition précoce de délaminages qui sont caractérisés par l'augmentation de la sévérité de l'EA (Figure IV-24 – Etat C). La propagation des délaminages (caractérisée par l'augmentation de la sévérité) dans le matériau conduit à une décohésion totale des fils de chaîne du reste du matériau : les fils de chaîne supportent à eux seuls l'effort de traction qui amène à des ruptures progressives des fibres (Figure IV-24 – Etat D) lors de la transition D2-D3.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Etat A : Domaine D1
Apparition des fissures matricielles et des décohésions intra-fil de trame

Sens de sollicitation

Etat B : Début domaine D2
Apparition des décohésions inter-fils

Etat C : Fin domaine D2
Apparition et propagation des délaminages

Etat D : Domaine D3
Ruptures progressives des fibres de chaine

Nuance B

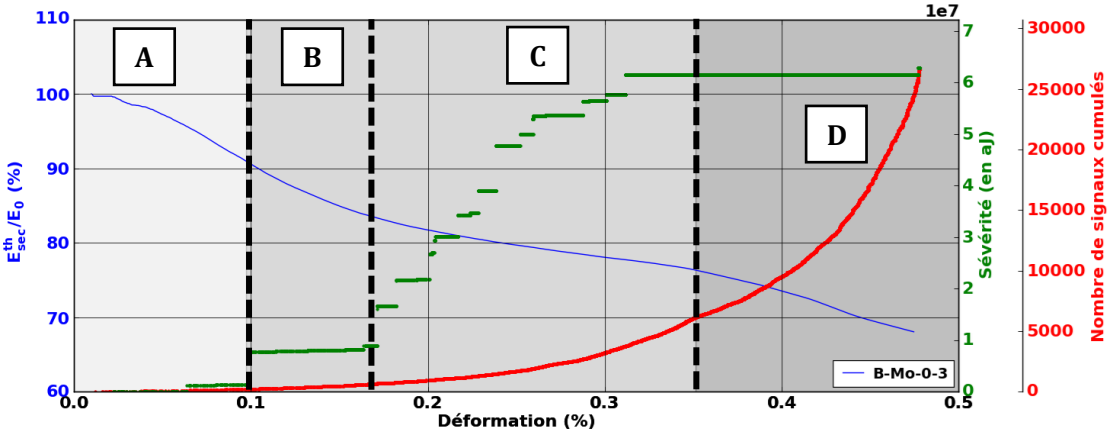

Figure IV-24 – Scénario d'endommagement de la nuance B en traction dans l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique globale ; Vert : fissuration matricielle et ouverture de fissure de retrait, Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages, Noir : ruptures de fibres

IV.4.1.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance C

Comme pour la nuance B, les premiers endommagements caractérisant le domaine D1 de la nuance C sont des décohésions intra-fil de trame, de la fissuration matricielle ainsi que des ouvertures de fissures de retrait (Figure IV-25 – Etat A). Les porosités intra-fil présentes en nombre dans cette nuance conduit à une activation des décohésions intra-fil à des faibles niveaux de déformation, ce qui a pour

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

conséquence une reprise d'effort par les chaînes pour des déformations inférieures à 0,05% de déformation.

La transition D1-D2 se caractérise par l'apparition de décohésions inter-fils (Figure IV-25 – Etat B). La faible présence de macroporosités dans la nuance C retarde l'apparition de délaminages qui se traduit par une augmentation de la sévérité pour des déformations supérieures à 0,20%. L'apparition et la propagation de délaminages (Figure IV-25 – Etat C) dans le matériau entraine par la suite les ruptures de fibres (Figure IV-25 – Etat D).

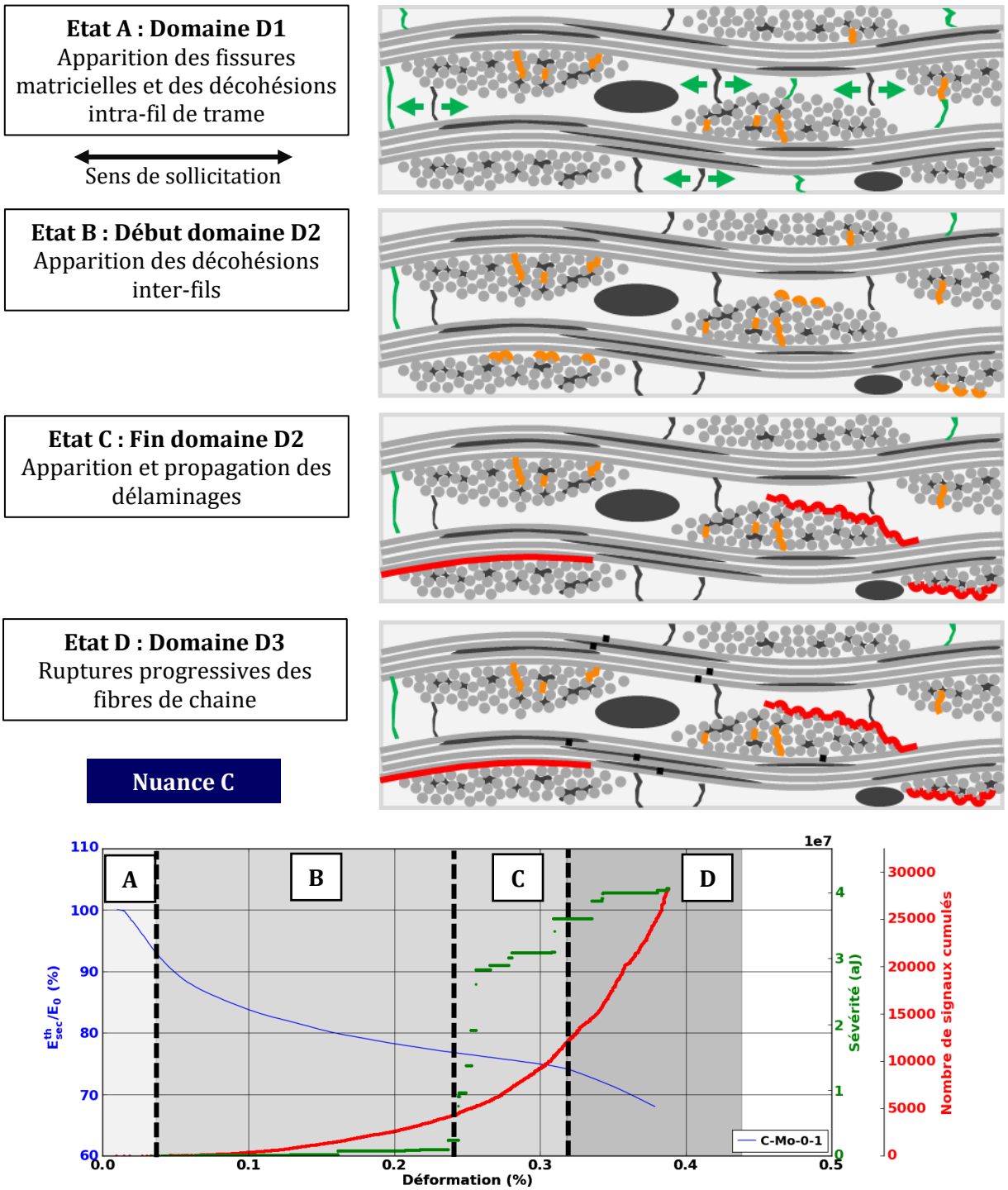

Figure IV-25 – Scénario d'endommagement de la nuance C en traction dans l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique globale ; Vert : fissuration matricielle et ouverture de fissure de retrait, Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages, Noir : ruptures de fibres

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

IV.4.2. Scénario d'endommagement en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

IV.4.2.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance B

En sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres, les premiers endommagements qui apparaissent sont principalement des décohésions intra-fil mais également quelques fissurations matricielles (Figure IV-26 – Etat A). La bonne infiltration des fils en matrice permet un bon transfert des efforts et ainsi d'atteindre des niveaux de contraintes supérieurs à 100 MPa. Cependant, l'augmentation de la sévérité de l'activité acoustique avant la contrainte maximale atteste de l'apparition de délaminages pour des déformations inférieures à 0,15% de déformation (Figure IV-26 – Etat B). Ces délaminages sont liés à la présence de macroporosités dans le matériau.

La propagation des délaminages dans le matériau via les macropores conduit à une chute brutale de la contrainte supportée par le matériau (Figure IV-26 – Etat C).

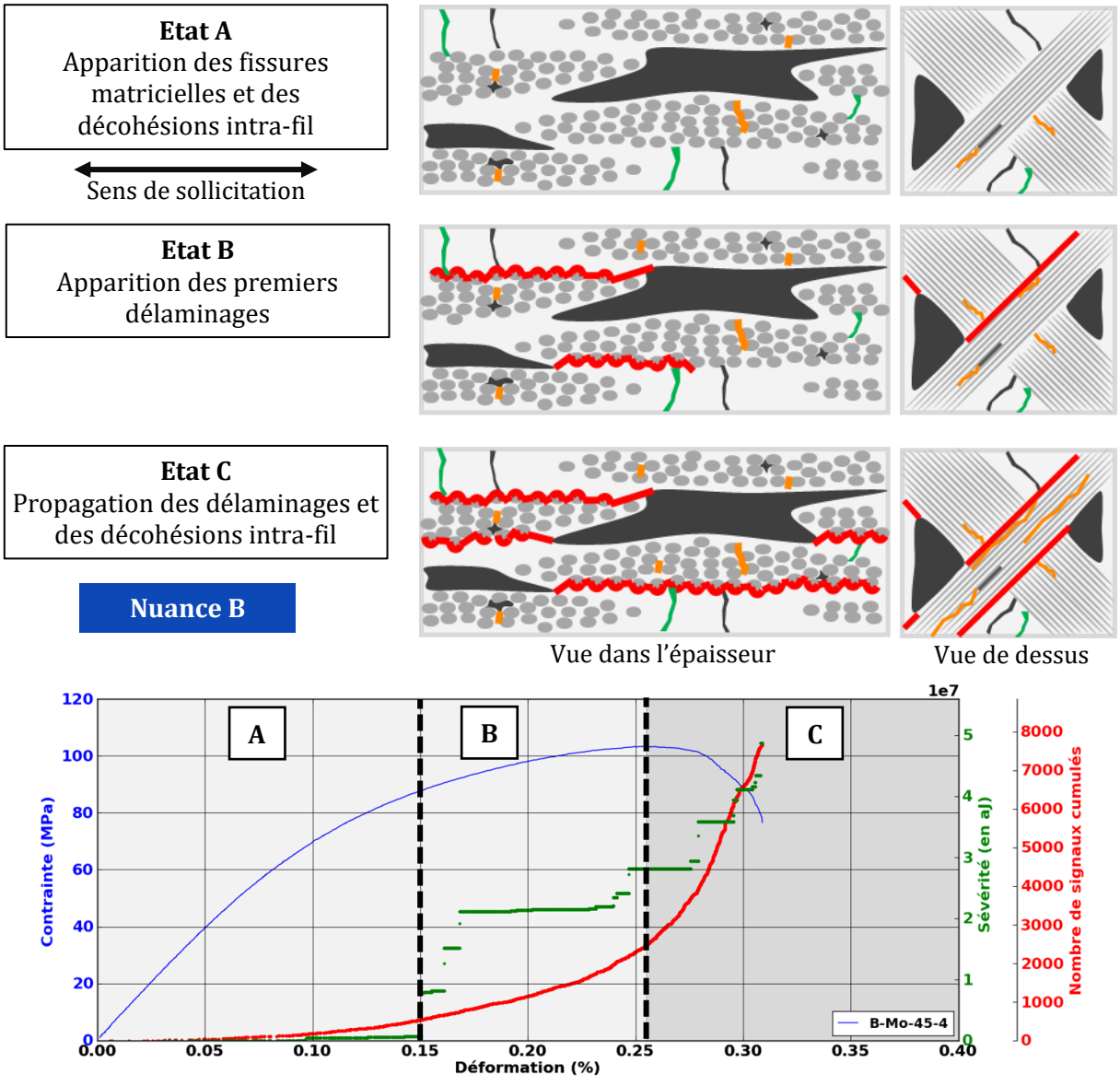

Figure IV-26 – Scénario d'endommagement de la nuance B en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique globale ; Vert : fissuration matricielle, Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

IV.4.2.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance C

Comme pour les autres scénarios d'endommagement, les premiers mécanismes activés lors de la sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres la nuance C sont des décohésions intra-fil et des fissures matricielles (Figure IV-27 – Etat A). Ces décohésions intra-fil sont exacerbées par la présence de porosités intra-fil, qui se traduit par un abaissement des propriétés mécaniques rapide et une contrainte maximale atteinte inférieure à la nuance B.

L'absence de macropores allongés limitent l'apparition de délaminages, qui ne sont observés qu'une fois la contrainte maximale atteinte, avec une augmentation de la sévérité (Figure IV-27 – Etat B). Les délaminages apparaissent de manière progressive, ce qui limite la baisse de la contrainte supportée.

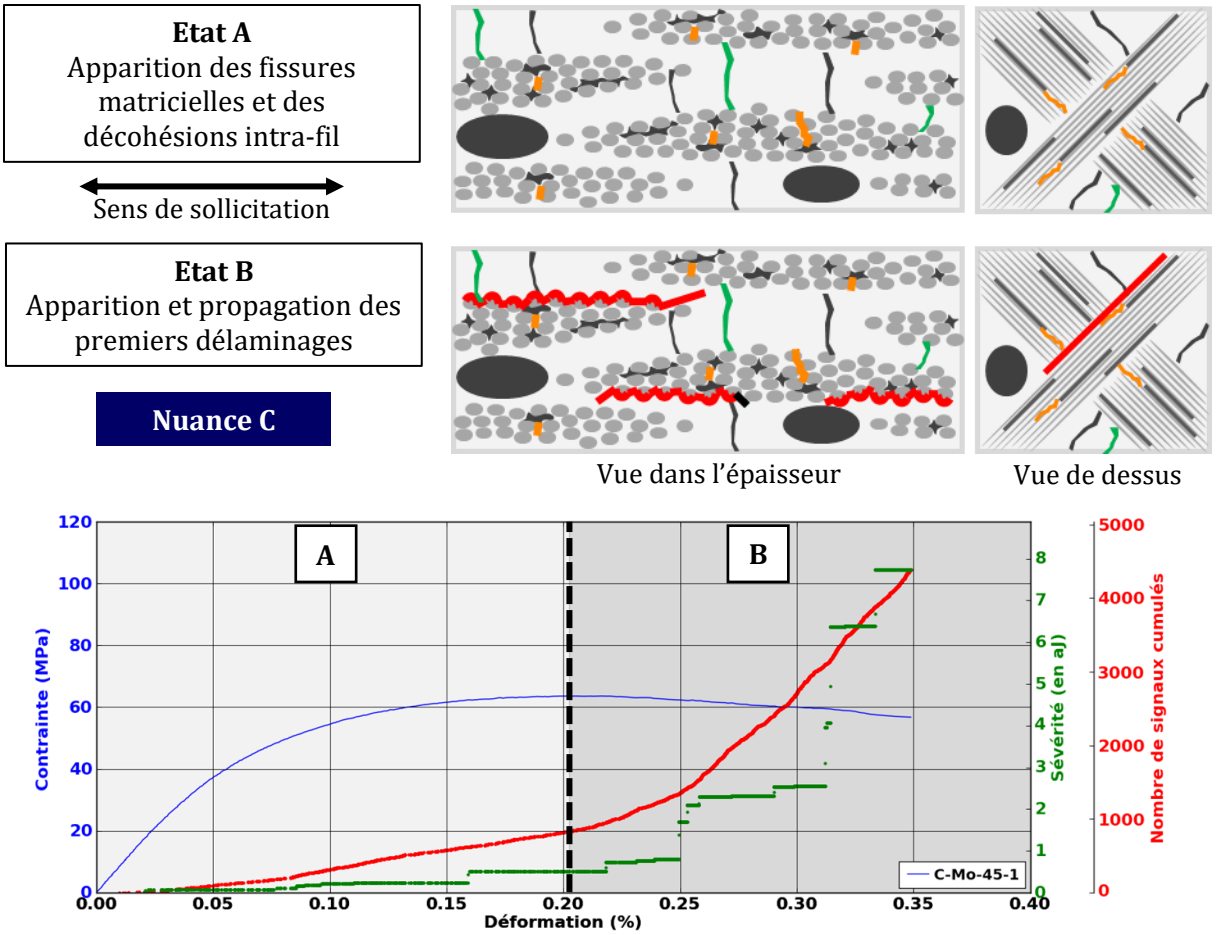

Figure IV-27 – Scénario d'endommagement de la nuance C en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique globale ; Vert : fissuration matricielle, Orange : décohésions intra-fil, Rouge : décohésions inter-fils et délaminages

Les essais in-situ ont permis d'observer les différents mécanismes intervenant lors de sollicitations mécaniques de composites oxydes en traction dans le plan. La classification des signaux d'émission acoustique a pour but de partitionner les sources d'EA selon leurs caractéristiques et d'obtenir après labellisation la chronologie d'activation de chaque mécanisme.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre V : Identification de la chronologie des mécanismes d'endommagement via l'analyse des sources d'émission acoustique

V.1. Activité acoustique détectée par les deux types de capteurs 146
V.2. Classification non supervisée des sources d'émission acoustique 147
V.2.1. Choix des descripteurs pertinents et structuration des données 148
V.2.2. Caractéristiques des classes 152
V.3. Activité acoustique et labellisation des classes 155
V.3.1. Activité acoustique des différentes classes lors des essais de traction dans l'axe des fibres 155
V.3.2. Activité acoustique des différentes classes lors des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres 158
V.3.3. Labellisation des classes 160
V.3.4. Influence du milieu de propagation d'un composite oxyde sur les caractéristiques des sources 162
V.4. Classification supervisée 164

Les signaux d'EA enregistrés lors des essais de traction sur éprouvettes macroscopiques sont regroupés en classes à l'aide de classifications non-supervisées (k-moyennes) et supervisées (*Random Forest*). La labellisation des classes se base sur les mécanismes d'endommagement observés lors des essais in-situ et sur l'évolution des propriétés mécaniques en cours d'essai. Cette labellisation permet d'établir la chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement dans les nuances étudiées.

Les classifications se basent sur les activités acoustiques détectées par les capteurs Nano30 et PicoHF. La description des sources par les deux types de capteur est dans un premier temps analysée. Les partitions obtenues en classification non-supervisées des données fusionnées sont présentées. Les caractéristiques des classes de la solution retenue et leur chronologie d'apparition sont ensuite détaillées.

Une labellisation des classes est proposée suite à l'analyse de l'évolution des classes lors des essais de traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Des classifications supervisées sont enfin réalisées afin de juger de la transposition des résultats de classifications non supervisées à de nouveaux essais. L'objectif de la classification supervisée est d'obtenir la labellisation des signaux d'émission acoustique en temps réel lors des essais.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

V.1. Activité acoustique détectée par les deux types de capteurs

Afin de limiter l'influence des fréquences de résonnance des capteurs d'EA sur la partition des données, deux types de capteurs sont utilisés. Compte-tenu de la différence de sensibilité dans le domaine fréquentiel entre les capteurs Nano30 et PicoHF, les ondes détectées ne possèdent pas les mêmes caractéristiques. On remarque la détection d'un nombre plus important de sources avec les capteurs Nano30 lors des essais mécaniques. Les capteurs Nano30 détectent entre 20 et 60% de signaux supplémentaires que les capteurs PicoHF (Figure V-1). On note que plus de 80% des sources détectées par les capteurs PicoHF le sont également par les capteurs Nano30. Les sources détectées uniquement par le capteur Nano30 sont la plupart du temps des sources de faible amplitude. La détection des premières sources d'EA est donc plus tardive pour les capteurs PicoHF (Figure V-1).

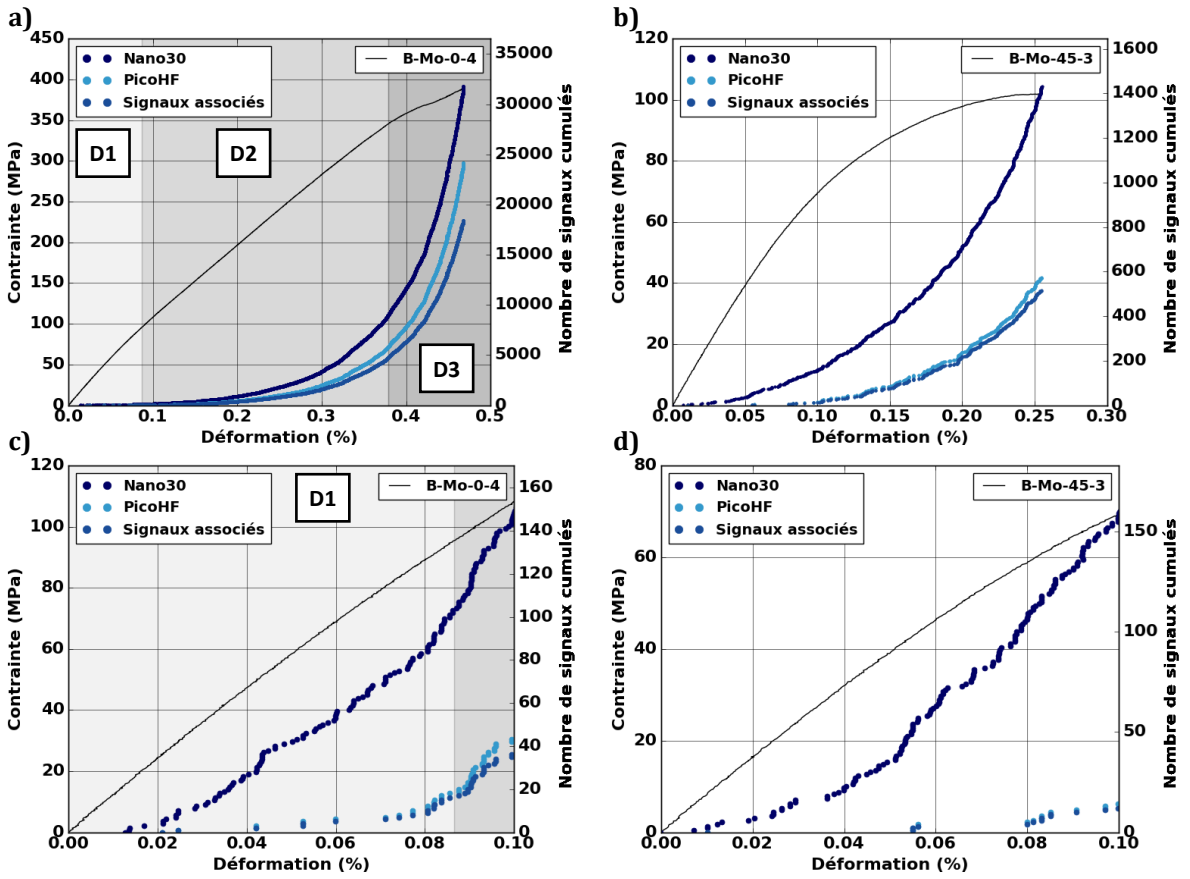

Figure V-1 – Signaux d'EA enregistrés par les capteurs Nano30, PicoHF et sources détectées par les deux capteurs ; traction dans l'axe des fibres (a, c), traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres (b, d) ; Evolution du nombre de signaux cumulés et de la contrainte en fonction de la déformation sur l'ensemble de l'essai (a, b) et en début d'essai (c, d)

Le nombre de signaux analysés est certes moins important, mais la complémentarité des informations provenant des deux capteurs permet d'améliorer grandement la caractérisation des sources en vue de leur classification. En effet, les représentations dans le domaine temps-fréquence des signaux d'une même source montrent des différences marquées (Figure V-2). On remarque que le capteur PicoHF permet d'enregistrer un contenu fréquentiel au-delà de 500 kHz qui est difficilement détecté par le capteur Nano30. A l'inverse, on note la meilleure restitution du contenu inférieur à 500 kHz pour le capteur Nano30. Ces observations indiquent la forte influence des capteurs sur la caractérisation des sources mais aussi l'apport de l'utilisation de deux capteurs. Afin d'avoir des partitions robustes et répétables sur un nombre suffisant de signaux, les classifications sont réalisées à partir de tous les signaux enregistrés par les deux types de capteurs.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

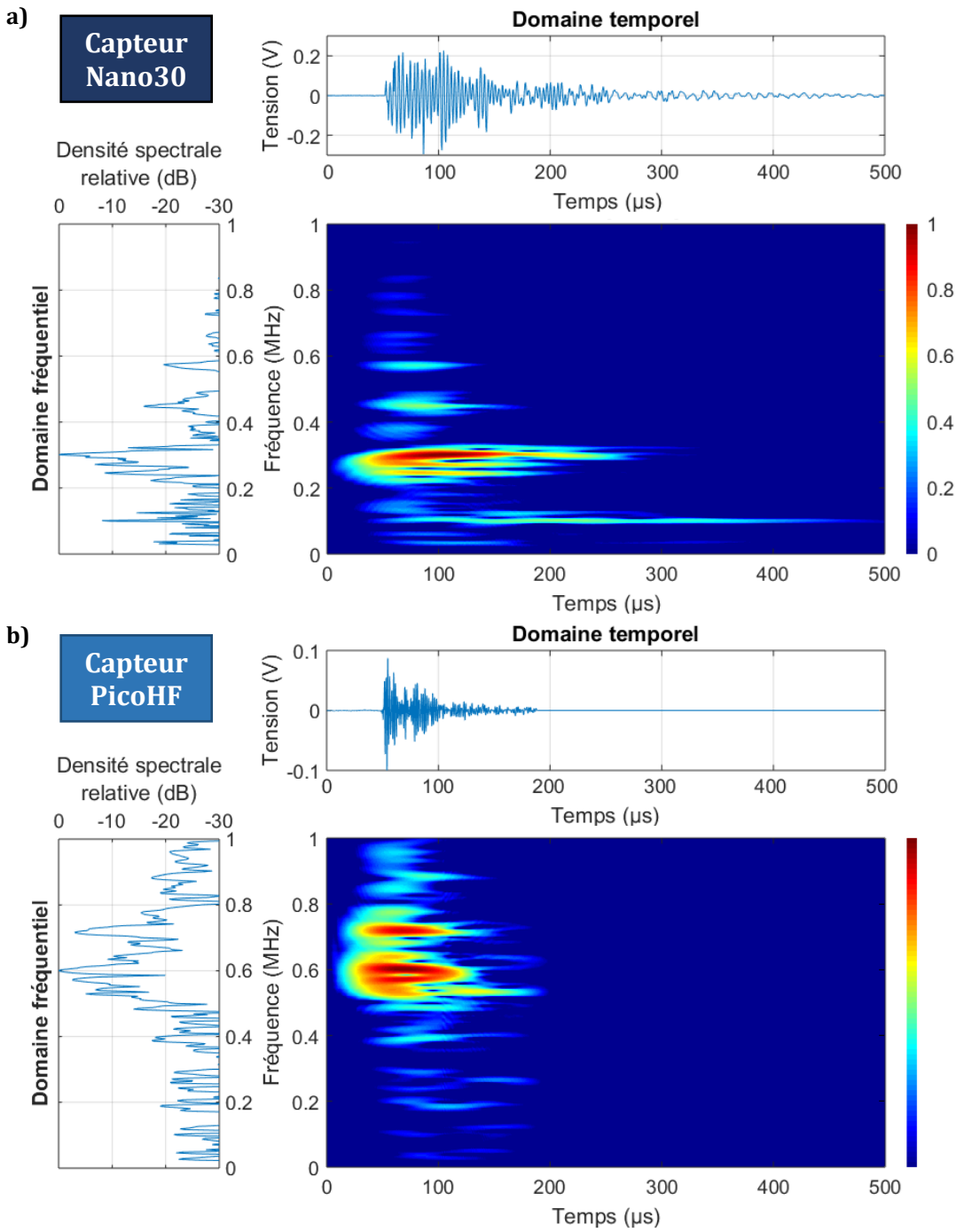

Figure V-2 – Représentation dans les domaines temporel, fréquentiel et temps-fréquence (pseudo-distribution de Wigner-Ville lissée) d'une même source détectée lors de l'essai B-Mo-0-1 par : a) un capteur Nano30, b) un capteur PicoHF

V.2. Classification non supervisée des sources d'émission acoustique

Les classifications non supervisées sont réalisées à partir des 25 descripteurs listés dans le Tableau II-7. Ces descripteurs sont calculés sur les formes d'onde provenant des capteurs Nano30 et PicoHF. La valeur moyenne de chaque descripteur obtenu sur les deux formes d'onde des signaux associés permet de caractériser chacune des sources détectées dans le domaine temporel et dans le domaine fréquentiel. Les descripteurs fusionnés servent de données d'entrées aux classifications par k-moyennes optimisées

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

par algorithme génétique. Les descripteurs fusionnés sont utilisés pour l'ensemble des analyses présentées dans la suite de ce chapitre.

V.2.1. Choix des descripteurs pertinents et structuration des données

Les descripteurs présentant les plus faibles niveaux de corrélation sont conservés en vue de la classification des données d'EA. Les dendrogrammes obtenus pour les essais dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres sont similaires et reproductibles (Figure V-3). Les descripteurs fortement corrélés peuvent être regroupés en catégories : les descripteurs reliés à l'énergie et l'entropie (Figure V-3 – vert), ceux reliés à la durée (Figure V-3 – jaune), au contenu fréquentiel (Figure V-3 – rouge) et au temps de montée (Figure V-3 – bleu). On note cependant que les descripteurs caractérisant l'étalement spectral (n°12), le ratio amplitude – fréquence (n°23) et l'angle de montée (n°20) sont faiblement corrélés aux autres descripteurs.

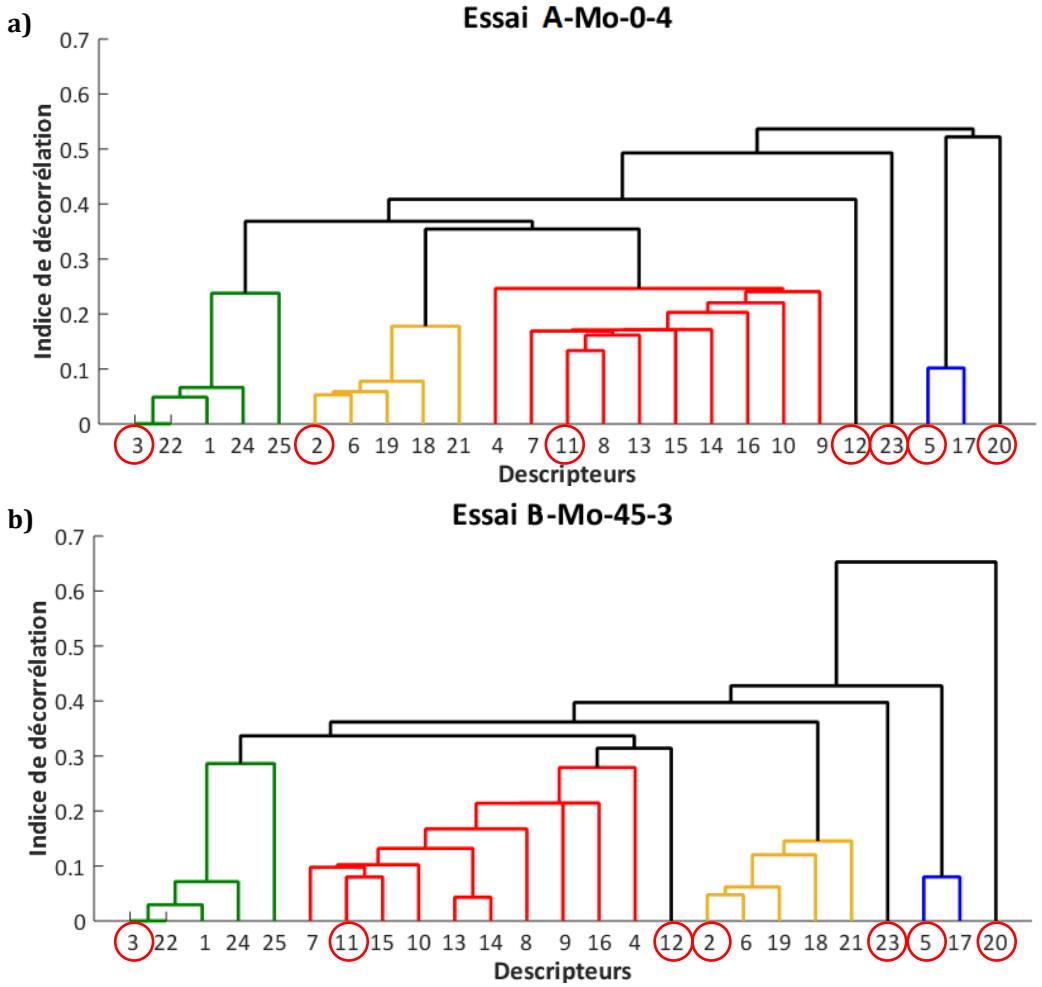

Figure V-3 – Dendrogrammes obtenus à partir des descripteurs issus de la fusion des données ; a) Essai A-Mo-0-4, b) Essai B-Mo-45-3 ; Vert : descripteurs liés à l'énergie et à l'entropie, Jaune : descripteurs liés à la durée, Rouge : descripteurs liés au contenu fréquentiel, Bleu : descripteurs liés au temps de montée

Pour chaque groupe de descripteurs corrélés, le descripteur présentant le plus de pertinence quant à l'analyse est conservé ; par exemple, le barycentre fréquentiel est privilégié par rapport à la puissance partielle 2. Sept descripteurs non corrélés sont conservés pour chaque classification non-supervisée ; quatre dans le domaine temporel : la durée (n°2), l'énergie (n°3), le temps de montée (n°5) et l'angle de montée (n°20) ; deux dans le domaine fréquentiel : le barycentre fréquentiel (n°11) et l'étalement spectral (n°12) ; et un descripteur combiné : le ratio amplitude – barycentre fréquentiel (n°23). Compte-tenu de la reproductibilité des dendrogrammes obtenus, les 7 descripteurs présentés ci-dessus sont

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

utilisés pour les classifications non-supervisées des essais de traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres.

Les classifications des données d'EA sont réalisées pour différentes partitions, k allant de 2 à 6. Les valeurs obtenues pour le critère DB de Davies et Bouldin (supérieures à 0,35) et des silhouettes (majoritairement inférieures à 0,5) montrent que les répartitions des jeux de données sont relativement compactes (Figure V-4) et difficiles à structurer. Des tendances similaires sont observées pour les essais de traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres.

La nature du matériau peut être à l'origine des jeux de données compacts. En effet, les composites oxydes étant composés de fibres et de matrice de même nature, les différents endommagements générés dans ces matériaux résultent de fissures alumine-alumine (ou alumine-mullite pour la nuance B) qui peuvent avoir des signatures acoustiques assez proches.

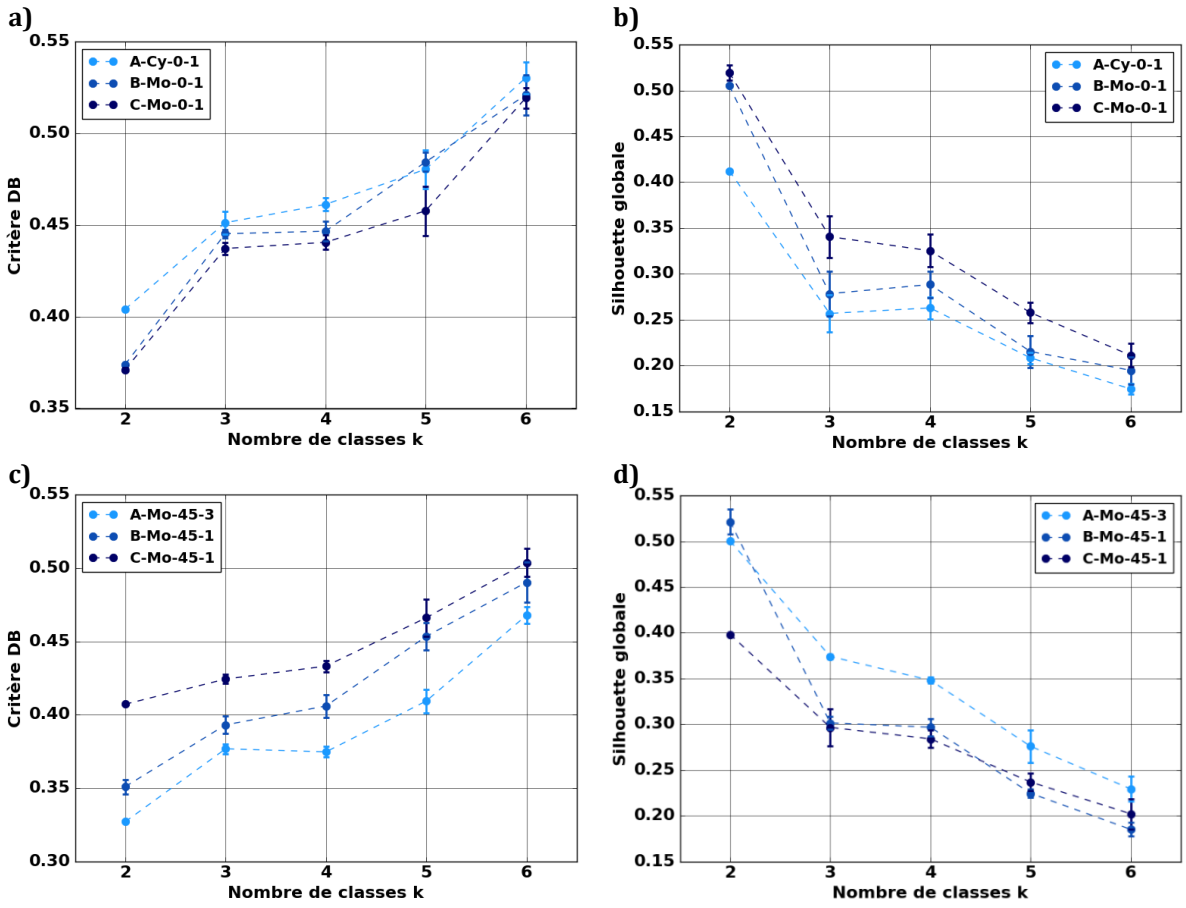

Figure V-4 – Evolution des critères de partitions des données en fonction du nombre de classes k allant de 2 à 6 (valeurs moyennes avec écart-type sur 10 partitions pour chaque valeur de k) ; Critère de Davies et Bouldin (a, c), Silhouette moyenne des signaux (b, d) ; Essais de traction dans l'axe des fibres (a, b), Essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres (c, d)

Les partitions des signaux présentant les meilleurs critères de classification sont obtenues pour des décompositions des données en 2 classes (Figure V-4) avec des silhouettes moyennes supérieures à 0,4 et un critère de DB inférieur à 0,41. On remarque que les partitions à 2 classes sont reproductibles entre les essais (Figure V-5[1]) avec une classe minoritaire contenant les signaux de basses fréquences et une classe majoritaire caractérisée par des signaux dont le contenu fréquentiel est plus élevé. Cependant, ces partitions ne permettent pas d'isoler les signaux de haute énergie contribuant à l'augmentation de la

[1] Par souci de visibilité, les sources caractérisées par des silhouettes individuelles négatives ne sont pas représentées en Figure V-5 et Figure V-6.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

sévérité (cf. Chapitre III). Une partie de ces signaux de haute amplitude présente des silhouettes négatives qui témoignent de leur mauvaise affectation dans les classes.

Cette observation conduit à s'intéresser aux partitions à 3 et à 4 classes qui se caractérisent par des silhouettes moyennes comprises entre 0,25 et 0,37 ainsi qu'un critère de DB inférieur à 0,46 (Figure V-4). Les partitions à 5 classes ne sont pas investiguées car elles sont considérées de qualité insuffisante. Les décompositions en 3 classes ne sont pas reproductibles entre les différents essais et ne permettent pas de dissocier les signaux de hautes amplitudes (Figure V-5).

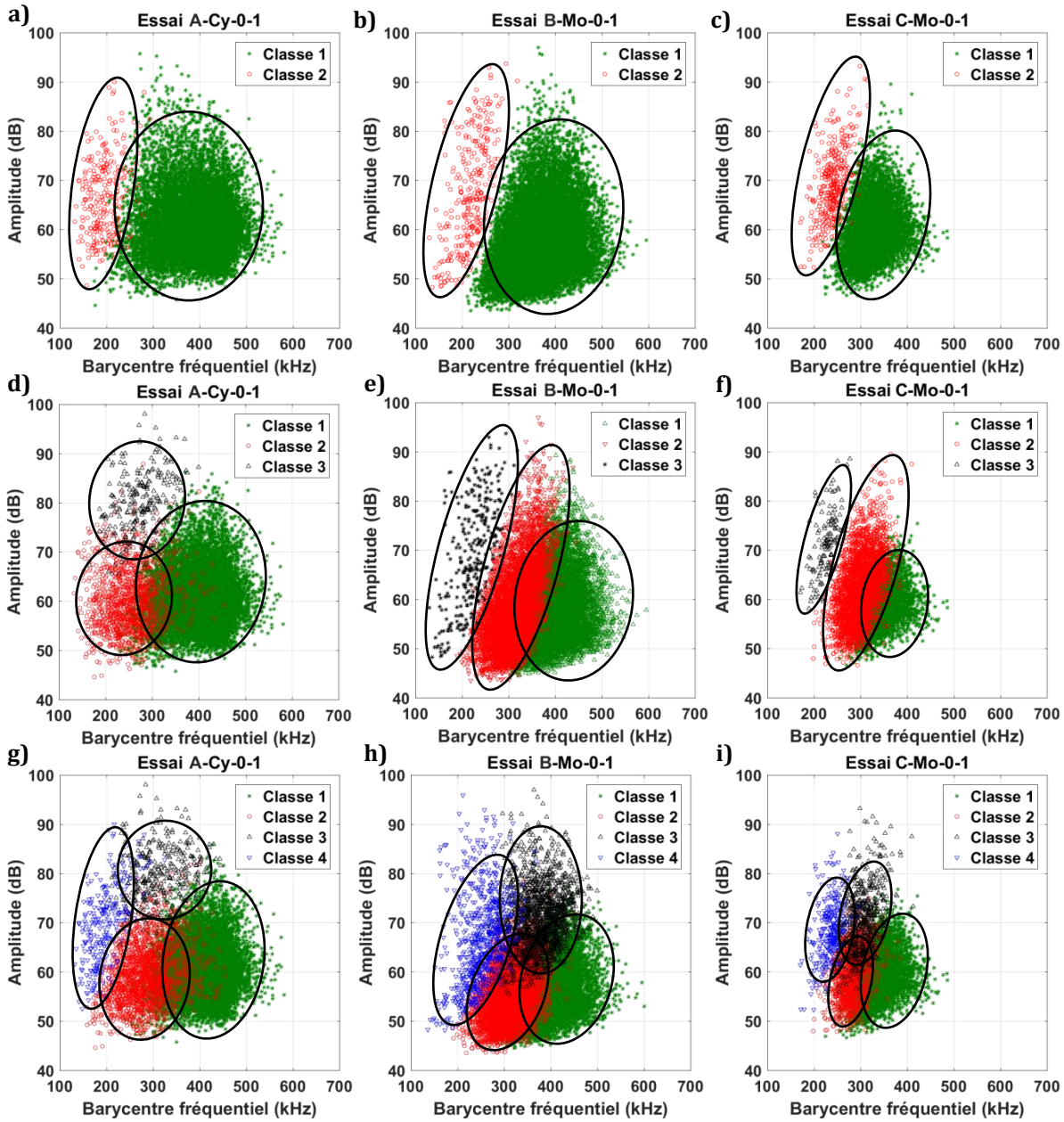

Figure V-5 – Répartition des classes en fonction du nombre de partitions dans le plan amplitude-barycentre fréquentiel pour 3 essais de traction dans l'axe des fibres ; Essai A-Cy-0-1 (a, d, g), Essai B-Mo-0-1 (b, e, h), Essai C-Mo-0-1 (c, f, i) ; 2 classes (a, b, c), 3 classes (d, e, f), 4 classes (g, h, i) ; Représentation de l'ensemble des sources ayant une silhouette individuelle positive

Les partitions à 4 classes sont quant à elles reproductibles et permettent de séparer les sources de haute amplitude des autres sources (Figure V-5).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Bien que le nombre de signaux soit plus faible, des décompositions similaires sont obtenues lors des partitions des sources provenant des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres (Figure V-6).

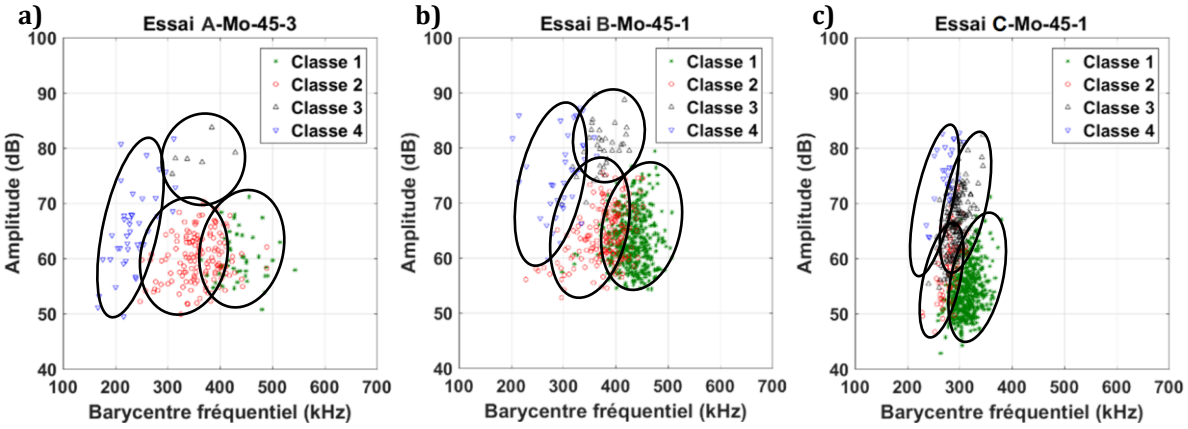

Figure V-6 - Répartition des classes dans le plan amplitude-barycentre fréquentiel lors de partition à 4 classes pour 3 essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres ; a) Essai A-Mo-45-3, b) Essai B-Mo-45-1, c) Essai C-Mo-45-1 ; Représentation de l'ensemble des sources ayant une silhouette individuelle positive

Lorsque l'on s'intéresse au nombre de sources présentant des silhouettes individuelles négatives, correspondant à une mauvaise affectation de la donnée à sa classe, on remarque une augmentation de la proportion des silhouettes individuelles négatives (notée R) en fonction du nombre de partitions k (Figure V-7). Si l'on s'intéresse au ratio entre R et le nombre de classes k-1 dans lequel chaque donnée présentant une silhouette négative pourrait être réaffectée, on remarque une diminution de ce ratio jusqu'à une valeur de k égale à 4, puis une stabilisation de ce ratio pour des valeurs supérieures de k.

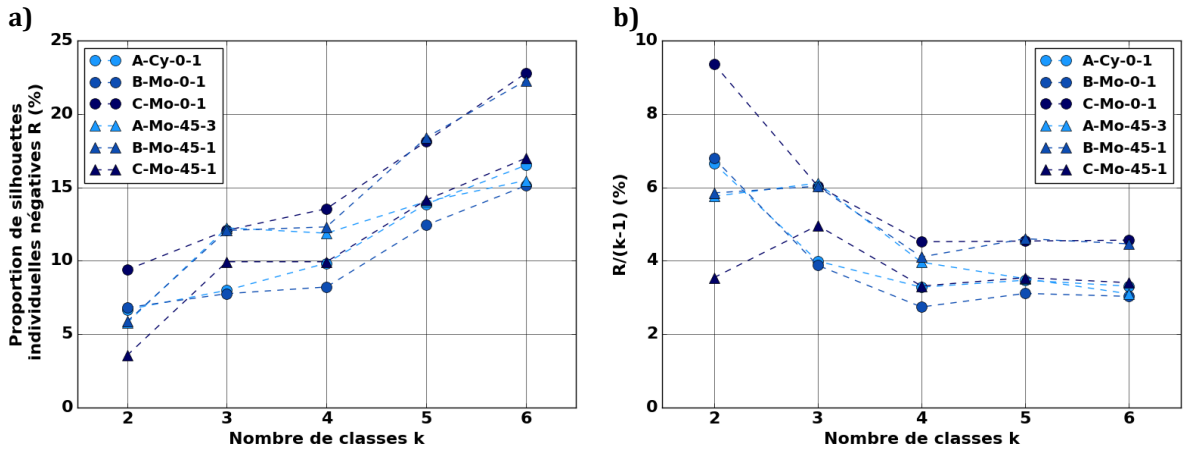

Figure V-7 – a) Evolution de la proportion du nombre de données présentant des silhouettes négatives en fonction du nombre de classes k ; b) Evolution de la proportion du nombre de données associées à la mauvaise classe divisé par le nombre de classes restantes (k-1) en fonction du nombre de classes k

De par sa répétabilité et sa bonne affectation des signaux dans chaque classe, les analyses des classes d'EA présentées dans la suite du document se basent sur les partitions à 4 classes. Les données qui possèdent des silhouettes individuelles négatives ne sont pas prises en compte pour les analyses des classes.

Les silhouettes moyennes des classes de haute amplitude (classe 3 et 4) sont supérieures à 0,37 pour la plupart des essais (Figure V-8). Les classes 1 et 2 présentent des silhouettes moyennes supérieures à 0,30.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

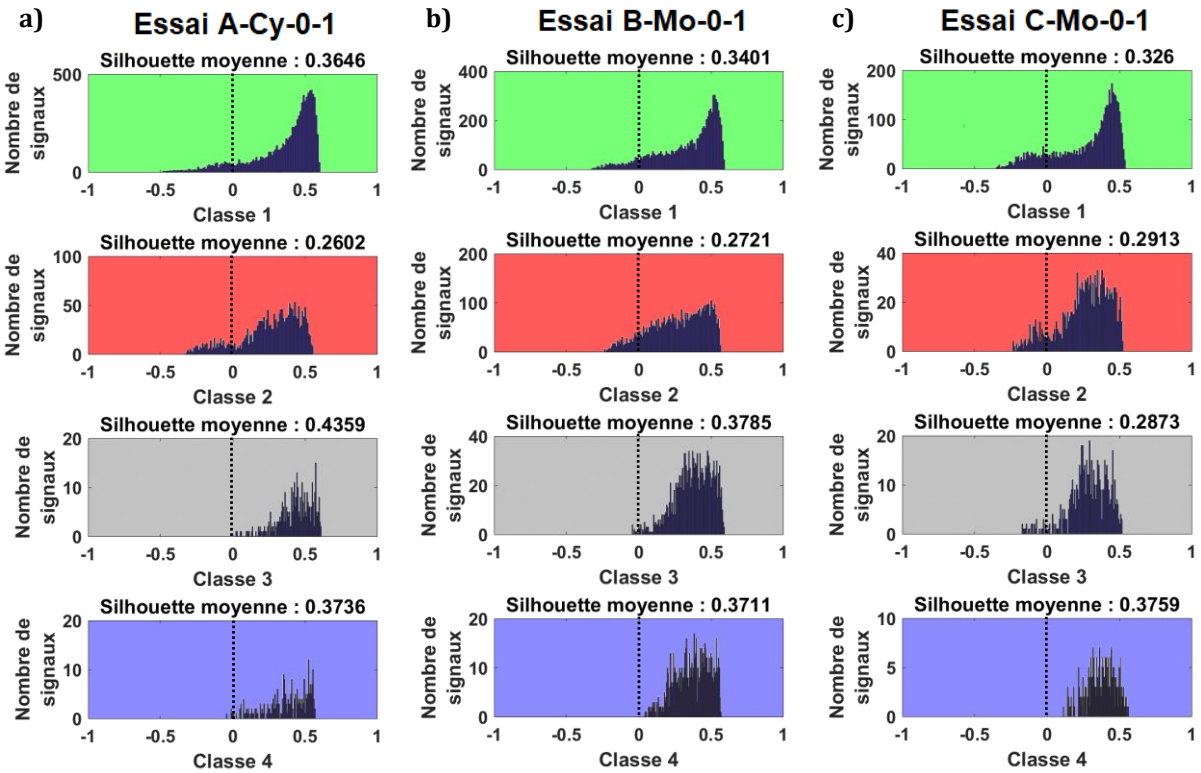

Figure V-8 – Distributions des valeurs de silhouettes pour chaque classe issue des décompositions en 4 partitions ; a) Essai A-Cy-0-1, b) Essai B-Mo-0-1, c) Essai C-Mo-0-1

V.2.2. Caractéristiques des classes

Les classes obtenues à la suite des partitions possèdent des caractéristiques différentes dans le domaine fréquentiel et dans le domaine temporel.

Comme observé sur la Figure V-5, les signaux des classes 3 et 4 possèdent des amplitudes élevées, majoritairement supérieures à 65 dB (Figure V-9). Les classes 1 et 2 sont de plus basses amplitudes, comprises entre 45 et 65 dB. Les durées et les temps de montée caractéristiques des classes montrent les mêmes tendances : les classes 1 et 3 ont des durées et temps de montée courts alors que les classes 2 et 4 possèdent des durées et des temps de montée plus longs (Figure V-9).

Dans le domaine fréquentiel, les classes 1 et 3 possèdent un contenu supérieur aux classes 2 et 4 respectivement (Figure V-9). Cette distinction se retrouve au niveau de l'entropie, les classes 1 et 3 possèdent des valeurs d'entropie plus faibles qui témoignent d'un contenu plus homogène des signaux dans le domaine temporel.

Enfin, on remarque également une distinction des classes par rapport aux valeurs d'entropie. Les classes 2 et 4 présentent des valeurs d'entropie plus élevées que les classes 1 et 3.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

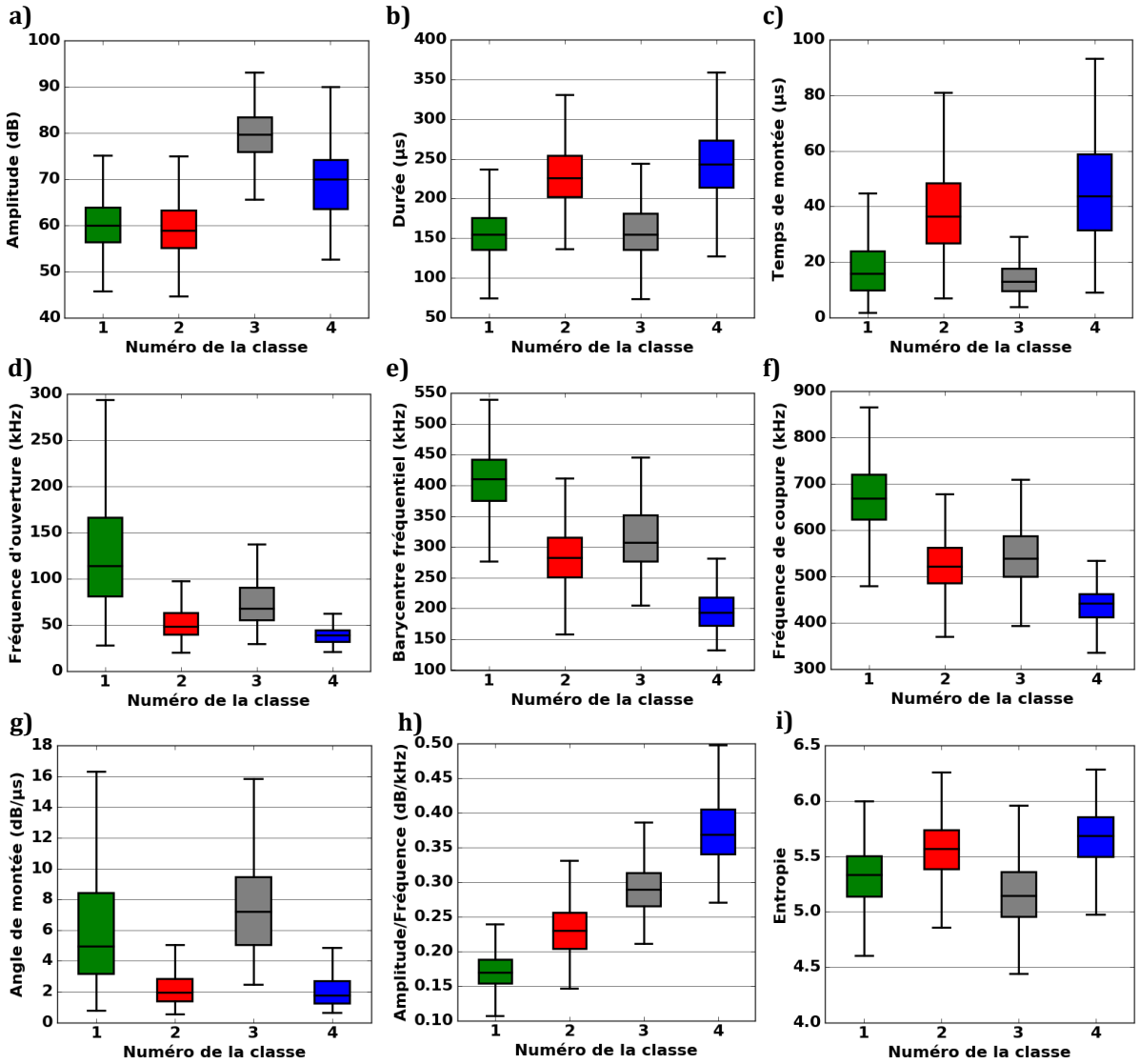

Figure V-9 – « Boîtes à moustache » représentant la répartition des descripteurs pour chaque classe issue de la partition des données d'EA lors de l'essai B-Mo-0-1 ; a) Amplitude, b) Durée, c) Temps de montée, d) Angle de montée, e) Barycentre fréquentiel, f) Rapport Amplitude/fréquence

Les caractéristiques spécifiques des classes sont confirmées par les distributions temps-fréquence obtenues par les deux types de capteurs (Figure V-10).

On remarque la présence d'un contenu fréquentiel supérieur à 500 kHz pour les signaux des classes 1 et 3, qui est notamment détecté par le capteur PicoHF. Les signaux associés aux classes 2 et 4 possèdent un contenu fréquentiel majoritairement inférieur à 400 kHz.

On note également la présence d'un contenu fréquentiel inférieur à 200 kHz au-delà de 200 µs pour les classes 3 et 4 caractérisées par des amplitudes élevées.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

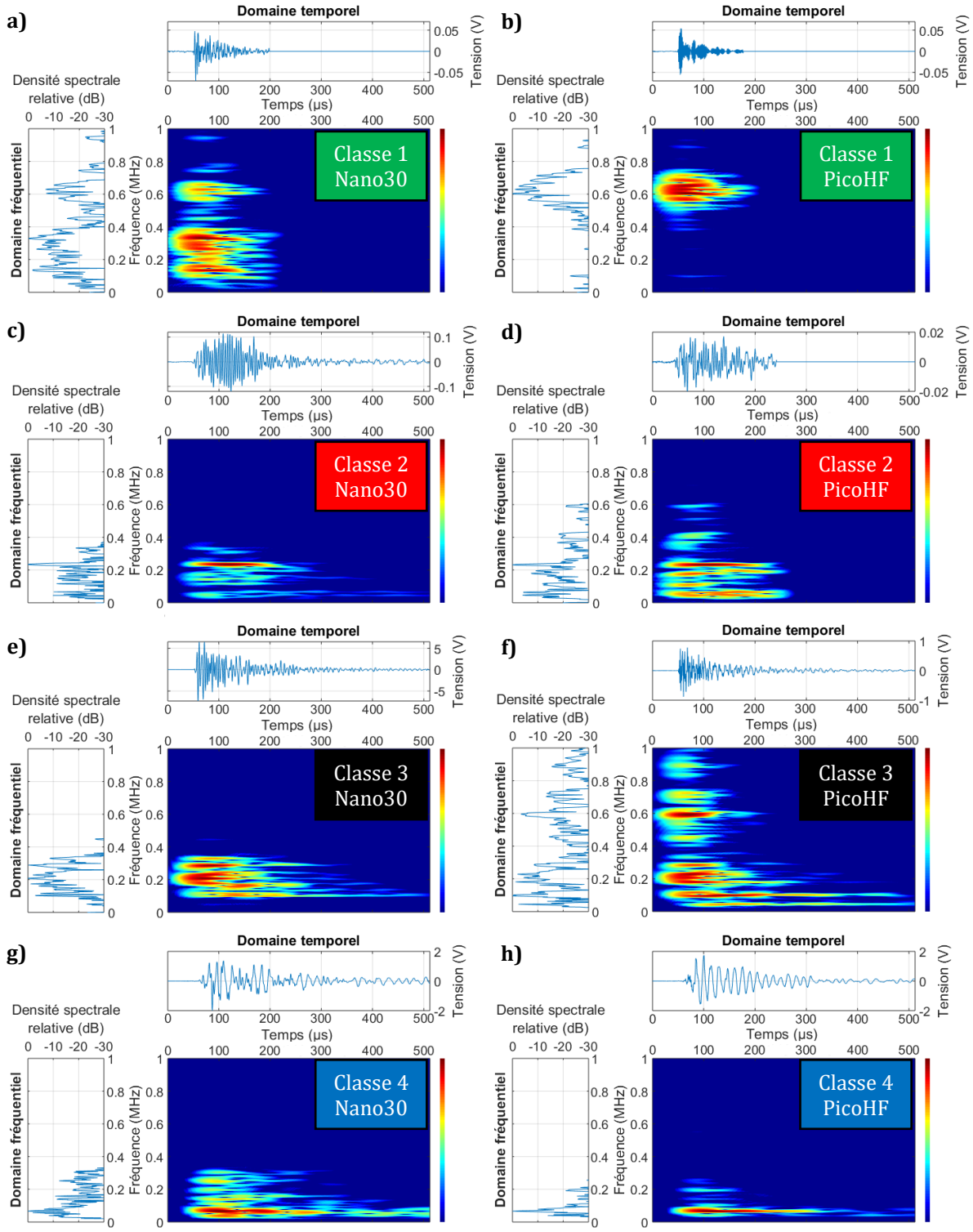

Figure V-10 - Représentation dans les domaines temporel, fréquentiel et temps-fréquence (pseudo-distribution de Wigner-Ville lissée) de signaux caractéristiques des classes obtenues ; Signal enregistré par le capteur Nano30 (a, c, e, g), Signal enregistré par le capteur PicoHF (b, d, f, h) ; Classe 1 (a, b), Classe 2 (c, d), Classe 3 (e, f), Classe 4 (g, h) ; Pour chaque classe, les signaux détectés par les capteurs Nano30 et PicoHF proviennent de la même source

Dans la suite des analyses, les classes sont résumées de la manière suivante : classe 1 – haute fréquence, faible amplitude ; classe 2 – basse fréquence, faible amplitude ; classe 3 : haute fréquence, forte amplitude ; classe 4 – basse fréquence, forte amplitude.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

V.3. Activité acoustique et labellisation des classes

V.3.1. Activité acoustique des différentes classes lors des essais de traction dans l'axe des fibres

Des similitudes sont observées entre les activités acoustiques des classes pour les différentes nuances (Figure V-11). On remarque que les classes de basse amplitude (classes 1 et 2) représentent la majeure partie des sources détectées lors des essais, entre 75% et 95%. La classe 1 présente le plus grand nombre de signaux. A l'inverse, les classes de haute amplitude (classes 3 et 4) sont minoritaires. Pour les nuances A et C, la classe 1 apparaît en premier, lors du début du domaine D2 entre 0,04% et 0,07% de déformation. Pour la nuance B, l'apparition des classes 1 et 2 s'effectue simultanément au niveau de la transition entre les domaines D1 et D2.

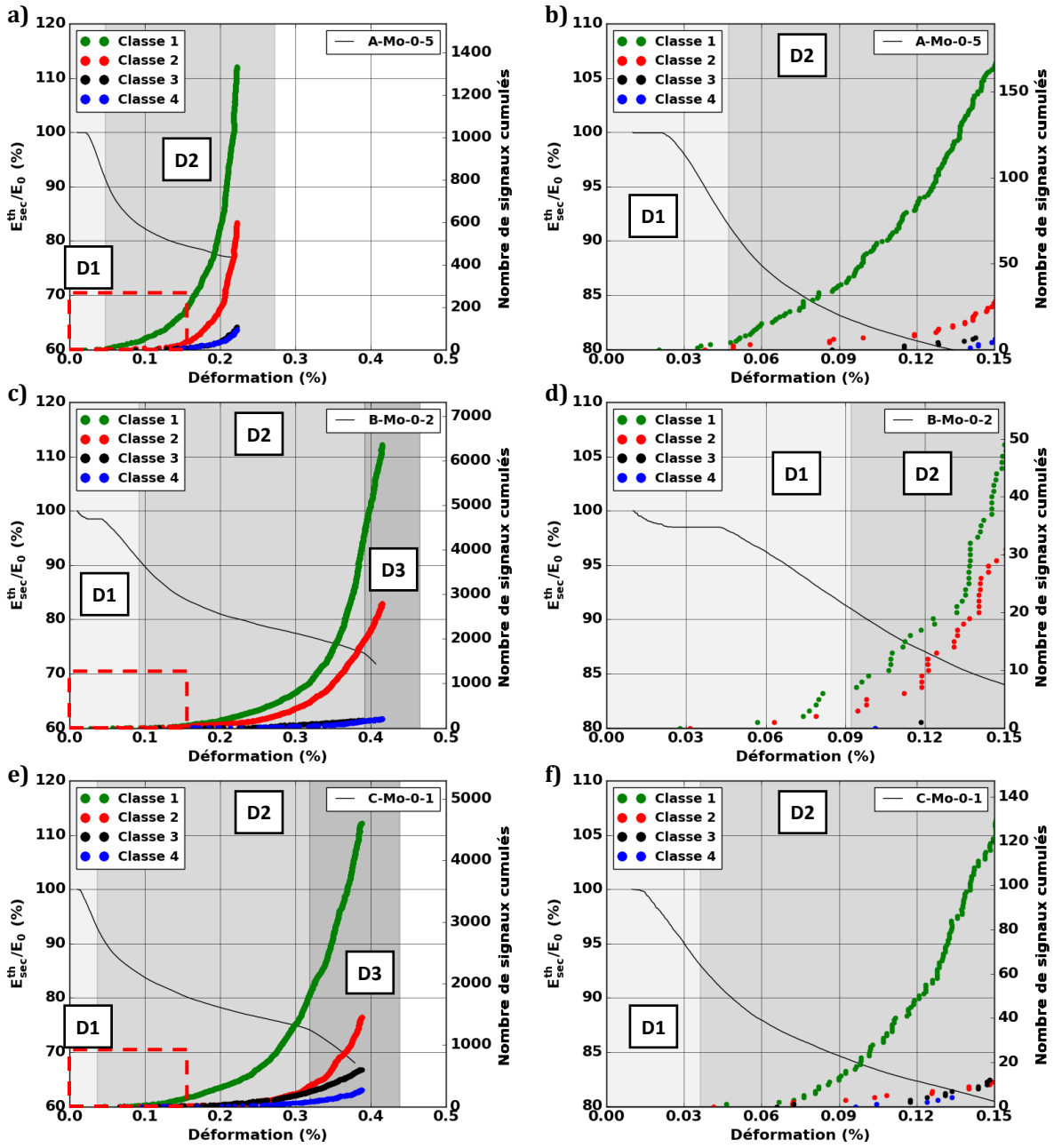

Figure V-11 – Evolution du nombre de signaux cumulés par classe et du module élastique sécant théorique relatif en fonction de la déformation lors d'essais de traction dans l'axe des fibres ; Ensemble de l'essai (a, c, e), Début de l'essai (b, d, f) ; Essai A-Mo-0-5 (a, b), Essai B-Mo-0-2 (c, d), Essai C-Mo-0-1 (e, f) ; Ensemble des signaux ayant une silhouette individuelle positive

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Une augmentation du nombre de sources détectées est observée en fin d'essai, notamment pour les classes 1 et 2. Cette augmentation s'effectue à la fin du domaine D2 pour les nuances B et C (Figure V-11).

Bien que minoritaires en nombre, les classes 3 et 4 contiennent entre 70% et 90% de l'énergie acoustique libérée lors des essais (Figure V-12). Comme observé lors des analyses globales de l'EA (cf. Chapitre III), l'augmentation de l'énergie acoustique s'effectue lors du domaine D2 au travers des classes 3 et 4. On note que l'énergie libérée par les sources de la classe 3 apparaît avant celle de la classe 4 pour les nuances B et C. Cette augmentation se fait simultanément entre les classes 3 et 4 pour la nuance A.

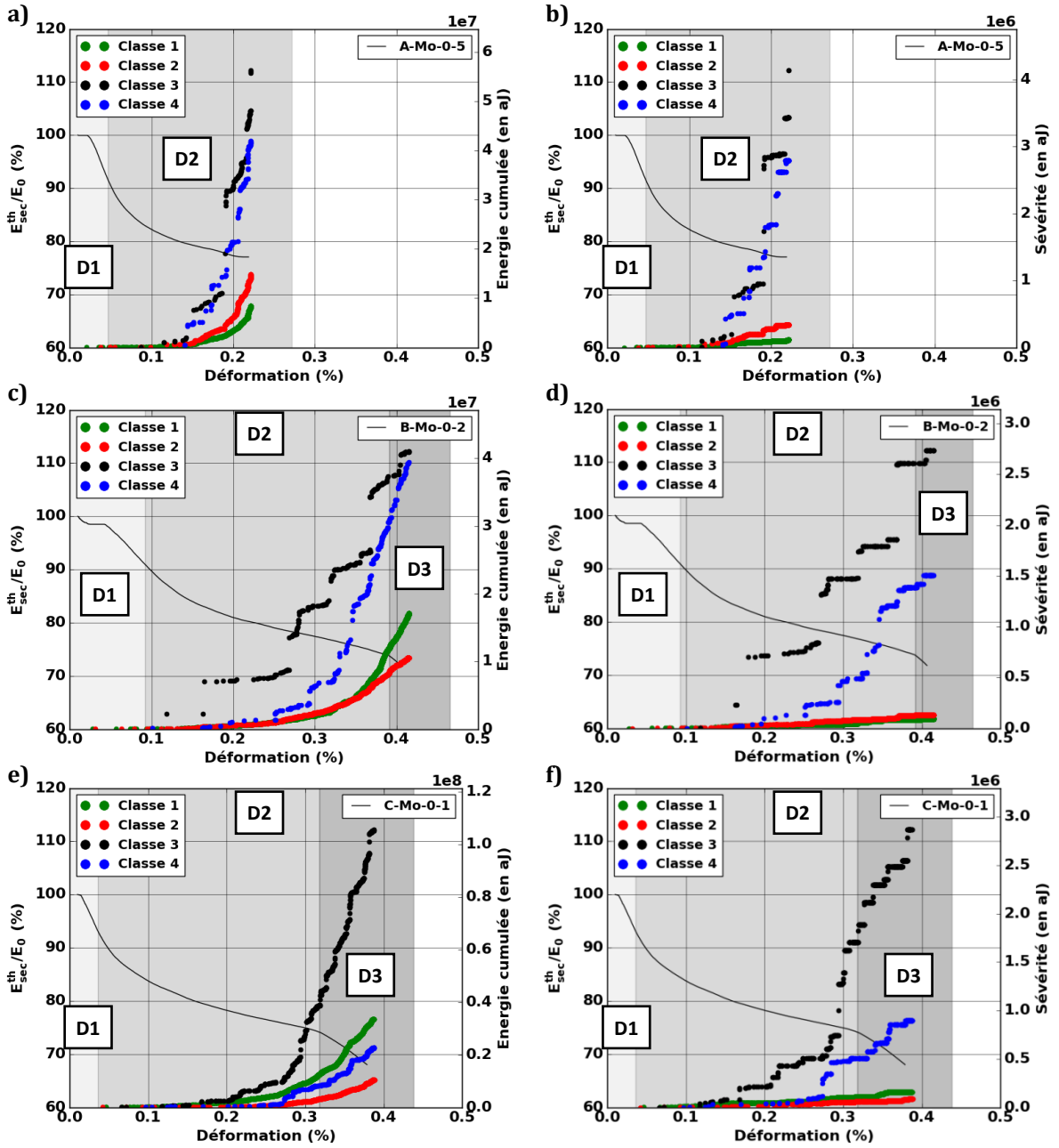

Figure V-12 – Evolution de l'activité acoustique en terme d'énergie pour chaque classe et du module élastique sécant théorique relatif en fonction de la déformation lors d'essais de traction dans l'axe des fibres ; Energie acoustique cumulée (a, c, e), Sévérité acoustique (b, d, f) ; Essai A-Mo-0-5 (a, b), Essai B-Mo-0-2 (c, d), Essai C-Mo-0-1 (e, f) ; Ensemble des signaux ayant une silhouette individuelle positive

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

On remarque que la sévérité des sources des classes 3 et 4 est nettement supérieure à celle des classes 1 et 2 (Figure V-12). Les augmentations de la sévérité observées lors des analyses globales proviennent majoritairement des sources des classes 3 et 4. Les sauts de sévérité les plus importants sont obtenus avec la classe 3.

Peu de sources détectées par les deux types de capteurs sont localisées pour l'essai A-Mo-0-5 sur nuance A (Figure V-13). Une augmentation du nombre de sources localisées est observée avant la rupture, une partie de ces sources proviennent des classes 3 et 4 qui sont les plus énergétiques. La nuance B est caractérisée par la localisation de sources des classes 3 et 4 dans le domaine D2 sur l'ensemble de la zone de localisation des sources d'EA (essai B-Mo-0-1 – Figure V-13). On note également l'apparition importante de sources de faible amplitude (classes 1 et 2) lors du domaine D3, alors que peu de sources de la classe 3 sont localisées dans ce domaine.

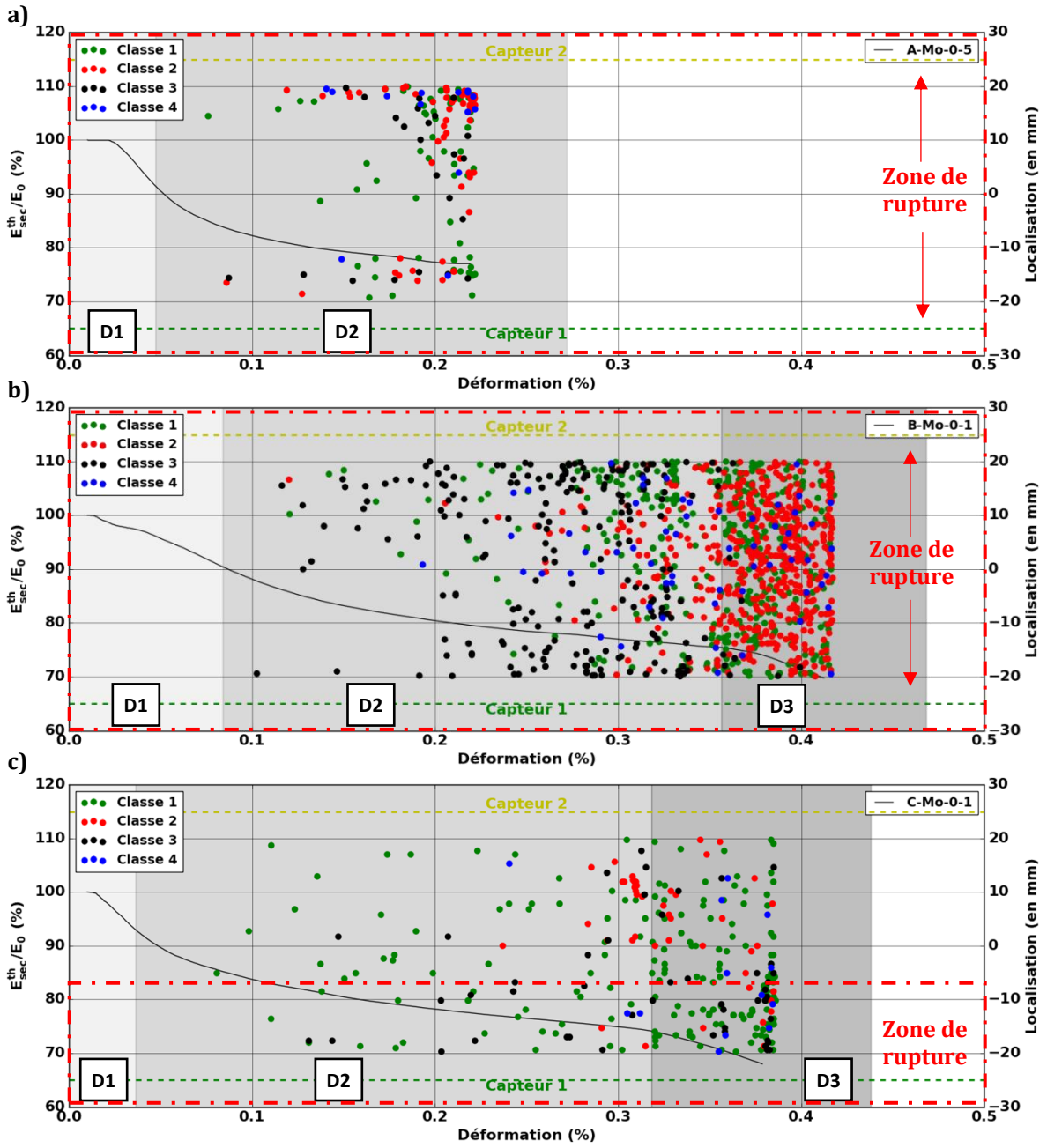

Figure V-13 – Localisation des sources pour chaque classe et évolution du module élastique sécant théorique relatif en fonction de la déformation lors d'essais de traction dans l'axe des fibres présentant des ruptures entre les capteurs ; a) Essai A-Mo-0-5, b), Essai B-Mo-0-1, c) Essai C-Mo-0-1

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les sources de la classe 1 représentent la majeure partie des sources localisées pour l'essai C-Mo-0-1 sur nuance C (Figure V-13). Quelques sources de la classe 3 sont localisées dans la zone de rupture lors du domaine D2. On observe une augmentation des sources localisées juste avant la fin de l'essai dans la zone de rupture, avec notamment des signaux des classes 3 et 4.

Pour les trois essais étudiés, on remarque que les sources de hautes amplitudes provenant des classes 3 et 4 sont corrélées avec les zones de rupture. On note également que les sources de la classe 4 sont localisées dans des zones où des sources de la classe 3 ont été auparavant localisées. La classe 4 semble ainsi être consécutive à la classe 3.

V.3.2. Activité acoustique des différentes classes lors des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Les partitions réalisées lors des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres donnent accès à des observations semblables à celles faites pour les essais de traction dans l'axe des fibres : la plupart des sources proviennent des classes de basses amplitude (classe 1 et 2) alors que la sévérité des sources est plus importante pour les classe 3 et 4 (Figure V-14).

On remarque que la proportion des classes de basse fréquence (classe 2 et 4) est plus importante pour la nuance A, avec notamment l'activation des sources de la classe 2 dès le début des essais (Figure V-14). La sévérité de la classe 4 augmente dès 0,03% de déformation. Cette activation des sources autant en énergie qu'en nombre est corrélée avec la faible tenue à ±45° par rapport à l'axe des fibres pour cette nuance.

La nuance B se caractérise par une augmentation du nombre des sources provenant des classes 1 et 2, notamment après le maximum en contrainte (Figure V-14). La sévérité des sources de la classe 3 augmente entre 0,05% et 0,10% de déformation. Une augmentation de la sévérité de la classe 4 est obtenue après 0,15% de déformation, peu avant le maximum en contrainte.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

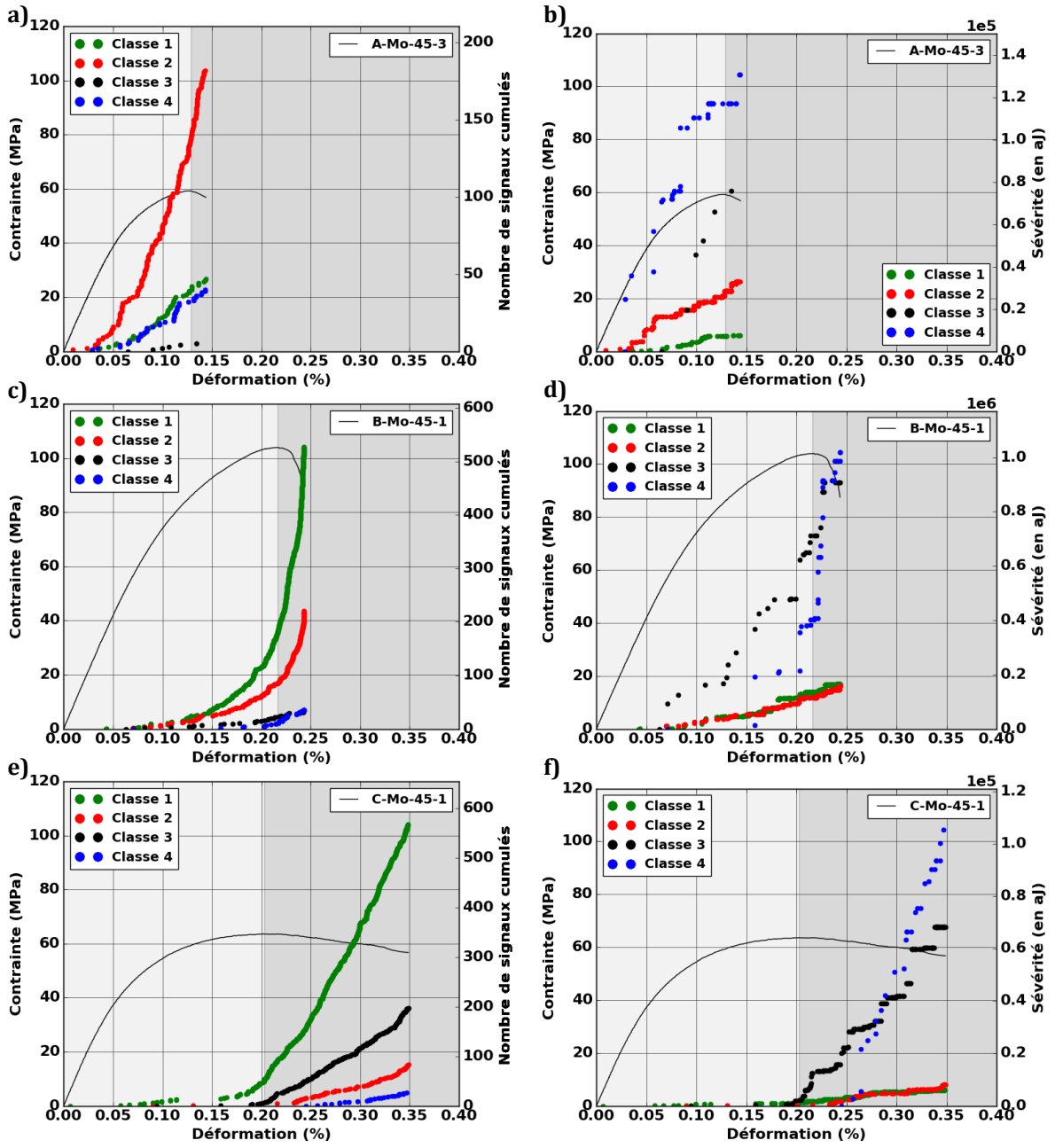

Figure V-14 – Evolution de l'activité acoustique par classe et de la contrainte en fonction de la déformation lors d'essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres ; Nombre de signaux cumulés (a, c, e), Sévérité acoustique (b, d, f) ; Essai A-Mo-45-3 (a, b), Essai B-Mo-45-1 (c, d), Essai C-Mo-45-1 (e, f) ; Ensemble des signaux ayant une silhouette individuelle positive

L'essai de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance C (essai C-Mo-45-1) est caractérisé par un faible nombre de sources détectées avant le maximum en contrainte (Figure V-14). La plupart de ces sources provenant de la classe 1. Une forte augmentation de l'activité acoustique se produit après le maximum en contrainte avec l'apparition de sources des classes de haute amplitude (classes 3 et 4) contribuant à la forte augmentation de la sévérité. La localisation des sources de haute amplitude est corrélée avec les zones de rupture des éprouvettes pour les 3 nuances étudiées. De premières sources de la classe 4 sont localisées dès 0,025% de déformation pour la nuance A.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Pour les nuances B et C, les sources de haute énergie possèdent un contenu fréquentiel plus élevé et sont contenues dans la classe 3. Quelques sources de cette classe apparaissent avant le maximum en contrainte, puis s'intensifient lorsque la charge maximale est atteinte, tout comme les sources de la classe 1. Hormis pour la nuance A, on note que les sources de la classe 4 apparaissent consécutivement à des endommagements générant des signaux de la classe 3.

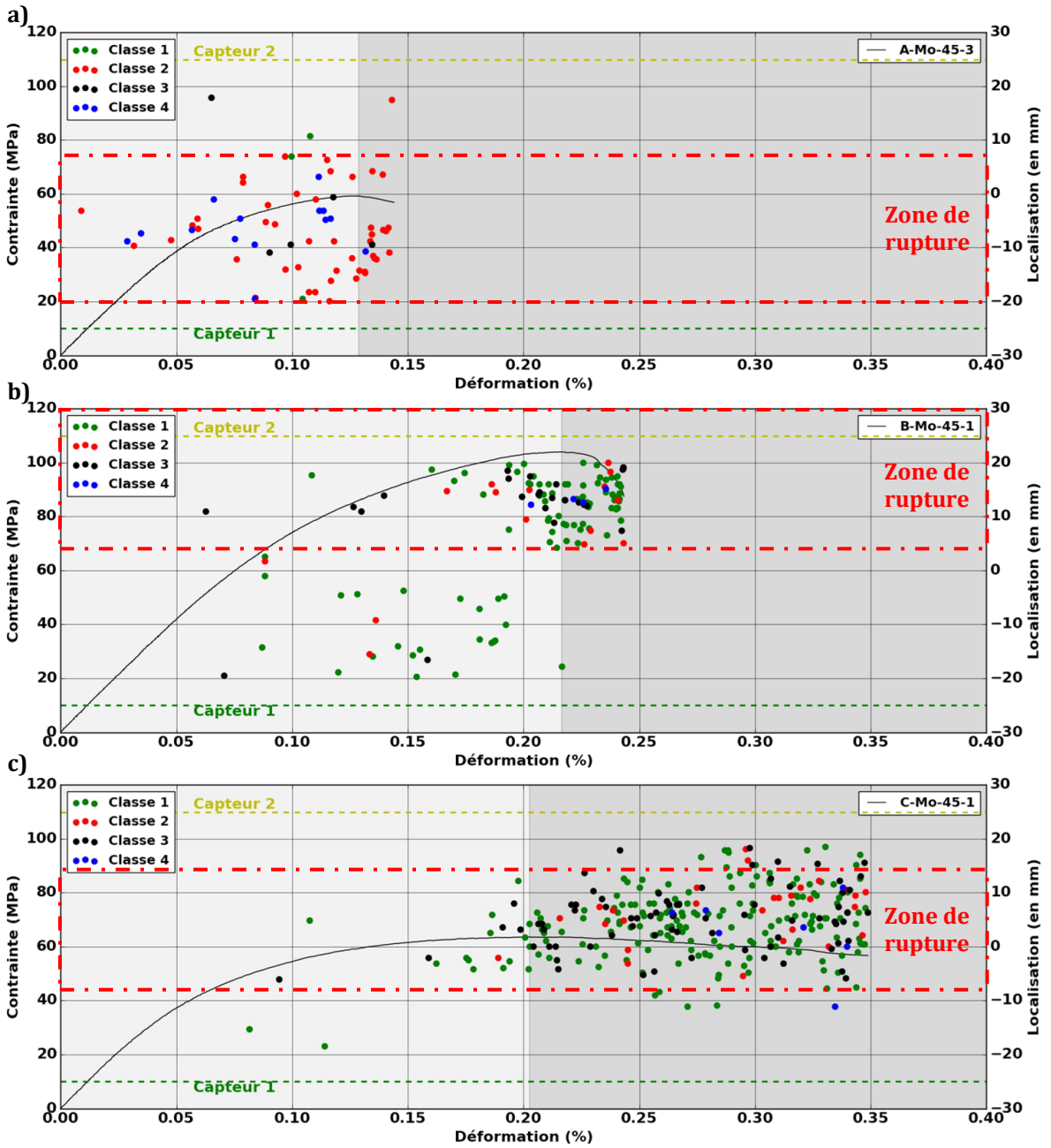

Figure V-15 – Localisation des sources pour chaque classe et évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors d'essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres ; a) Essai A-Mo-45-3, b), Essai B-Mo-45-1, c) Essai C-Mo-45-1

V.3.3. Labellisation des classes

Les caractéristiques des signaux de chaque classe ainsi que l'évolution de ces classes en cours d'essai permettent de proposer une labellisation, en accord avec les diverses observations microstructurales : traction avec observation à l'aide d'un microscope, traction in-situ sous-MEB et sous synchrotron.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Les classes 3 et 4 contiennent les signaux les plus énergétiques qui contribuent à l'augmentation de la sévérité acoustique. La localisation de ces sources est corrélée avec les zones de rupture, pour les deux types de sollicitation examinés. Lors des essais de traction dans l'axe des fibres, ces classes apparaissent dans le domaine D2, avec notamment une forte localisation de ces sources dans ce domaine pour l'essai B-Mo-0-1. Pour les essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres, on remarque que l'apparition de ces classes est corrélée avec la résistance à l'endommagement du matériau : l'activation de ces classes avant le maximum en contrainte conduit à une baisse brutale des propriétés mécaniques pour les nuances A et B. L'essai C-Mo-45-1 montre une meilleure tenue mécanique au-delà de la charge maximale, cette observation est corrélée avec l'apparition tardive des classes 3 et 4. Les classes 3 et 4 sont donc associées à des phénomènes de délaminages qui sont les endommagements les plus importants observés lors des suivis in-situ.

Des différences existent cependant entre les classes 3 et 4. La classe 3 est caractérisée par un contenu fréquentiel plus élevé que la classe 4. Pour les nuances B et C, la classe 3 apparaît avant la classe 4. Il est proposé d'associer la classe 3 à l'apparition des délaminages de plis peu endommagés et la classe 4 à la propagation du délaminage (Figure V-16). L'activation de la classe 3 s'effectue soit avant, soit simultanément à celle de la classe 4 pour la nuance A. L'effet de l'infiltration du matériau peut également avoir une influence sur le contenu fréquentiel des sources de haute amplitude. Les grandes macroporosités présentes dans la nuance A peuvent jouer un rôle similaire au délaminage sur l'apparition des sources de la classe 4 (Figure V-16). Il est suggéré que le manque de cohésion entre les plis, dû à de la délamination ou à des macroporosités, contribue à la diminution du contenu fréquentiel des sources énergétiques lors de leur propagation dans le matériau.

La classe 1 est composée de sources peu énergétiques et avec le contenu fréquentiel le plus élevé. Cette classe apparaît en premier, notamment lors des essais dans l'axe des fibres. Les sources de cette classe sont associées à de la fissuration matricielle (Figure V-16). On remarque l'activation plus tardive de cette classe en traction dans l'axe des fibres sur nuance B. Cette observation peut être liée à la nature différente de la matrice pour cette nuance. Peu de fissurations matricielles ont été observées sur cette nuance, la granulométrie plus fine de la matrice induit des fissurations plus fines qui peuvent ne pas être détectée en EA, notamment par le capteur PicoHF. La classe 1 est majoritaire pour les essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance B et C. Les taux de matrice plus élevés pour ces deux nuances par rapport à la nuance A est un argument supplémentaire pour la labellisation de cette classe avec la fissuration matricielle.

Les sources de la classe 2 sont également peu énergétiques mais avec un contenu fréquentiel plus faible. Cette classe apparaît assez tôt dans l'essai, juste après la classe 1, lors des essais de traction dans l'axe des fibres. Cette classe est prédominante lors des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance A. Cette classe est associée à des décohésions fibre-matrice (en intra-fil et en inter-fils) ainsi qu'à des frottements dans le matériau (Figure V-16).

La dissociation des mécanismes d'endommagement entre les classes 1 et 2 reste délicate car ces deux classes se décomposent notamment par leur contenu fréquentiel. L'influence du milieu de propagation et de l'endommagement sur la fréquence des signaux rend cette dissociation des mécanismes compliquée. Le rôle du milieu de propagation sur le contenu des signaux est abordé plus en détail dans la partie V.3.4. La modélisation des sources d'EA pourrait aider à la compréhension de l'origine de ces différentes sources.

Notons également que les ruptures de fibres ne sont pas dissociées des autres mécanismes d'endommagement. Aucune classe n'est uniquement activée dans le domaine D3 et les 4 classes obtenues pour des essais dans l'axe des fibres sont détectées lors des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres, ne présentant pas de rupture de fibre. Les ruptures de fibres semblent être contenues dans les classes 1 et 2 car elles présentent une forte augmentation en nombre de sources activées lors du domaine D3. L'identification de la signature acoustique des ruptures de fibres est discutée Annexe 5.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

De plus, l'augmentation de ces classes peu énergétiques est également liée à la percolation des endommagements (fissures matricielles, décohésions fibre-matrice intra-fil et inter-fils) amenant à la ruine macroscopique des éprouvettes.

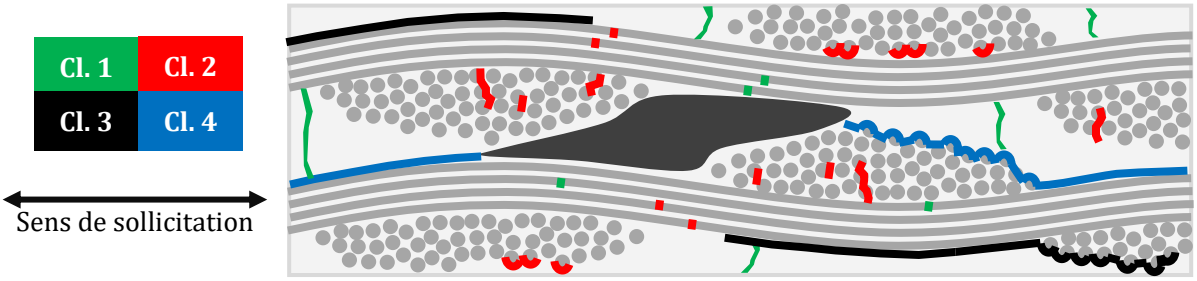

Figure V-16 – Représentation schématique des mécanismes d'endommagement avec les classes associées ; Classe 1 – Vert : Fissurations matricielles et ruptures de fibres, Classe 2 – Rouge : Décohésions inter-fils et intra-fils et ruptures de fibres, Classe 3 – Noir : Délaminages sur plis peu endommagés, Classe 4 – Bleu : Délaminages sur plis endommagés ou peu infiltrés

V.3.4. Influence du milieu de propagation d'un composite oxyde sur les caractéristiques des sources

La localisation des sources d'émission acoustique a permis d'estimer le rôle de la propagation des ondes sur les caractéristiques des signaux, et donc leur classification. L'analyse est effectuée en se basant sur les caractéristiques enregistrées par le capteur le plus proche de la source et par le capteur le plus éloigné.

On remarque que le nombre de signaux attribués à chaque classe diffère en fonction des données analysées. Une proportion plus faible de sources attribuées aux classes possédant un contenu fréquentiel élevé (classe 1 et 3) est enregistrée par le capteur le plus éloigné (Figure V-17). Cette observation confirme l'influence de la propagation des ondes sur la signature acoustique.

La proportion des énergies acoustiques emmagasinées par chaque classe diffère également en fonction de l'ordre de détection du capteur. On note cependant que l'évolution des énergies cumulées par classe reste similaire avec notamment l'augmentation de l'énergie la classe 3 qui s'effectue avant la classe 4 (Figure V-17). Bien qu'occupant un rôle important, le milieu de propagation ne remet pas en cause les cinétiques d'apparition des classes observées précédemment.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

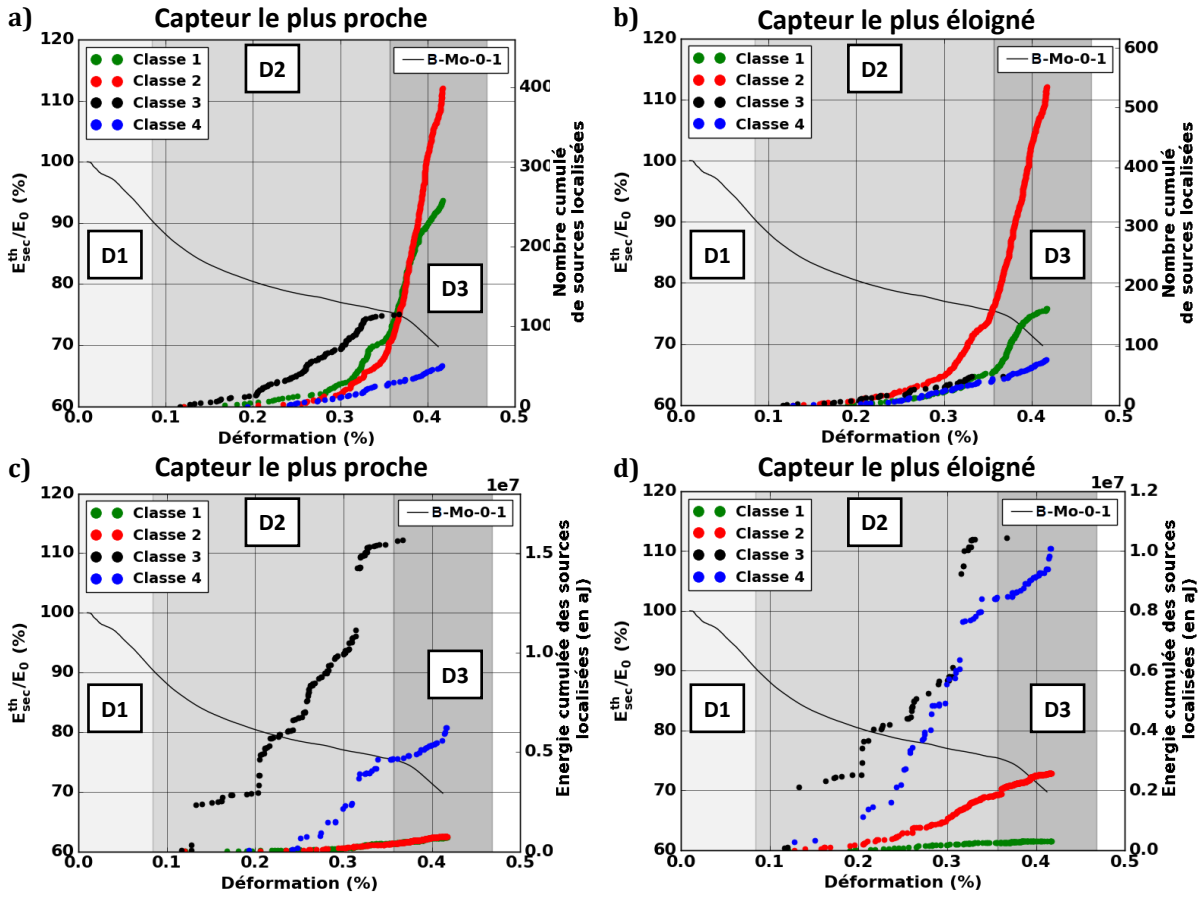

Figure V-17 – Evolution de l'activité acoustique des sources localisées pour chaque classe et du module élastique sécant théorique relatif en fonction de la déformation lors de l'essai de traction dans l'axe des fibres B-Mo-0-1 ; Nombre de signaux cumulés (a, b), Energie acoustique cumulée (c, d) ; Sources détectées par le capteur le plus proche (a, c), Sources détectées par le capteur le plus éloigné

Lorsque l'on s'intéresse à l'influence du milieu de propagation sur le contenu d'un signal dans le domaine temps-fréquence (Figure V-18), on remarque la coexistence de deux phénomènes. D'une part, la diminution de la tension des signaux d'EA enregistrés due à l'atténuation liée au milieu de propagation. D'autre part, l'augmentation du contenu basse fréquence (inférieur à 100 kHz) et la diminution du contenu haute fréquence. Cette modification du contenu fréquentiel des signaux influence directement la classification des données d'EA. Par exemple (Figure V-18), la source détectée par le jeu de capteurs Nano30 – PicoHF le plus proche est attribuée à la classe 1, alors que cette même source détectée par le jeu de capteurs le plus éloigné est attribuée à la classe 2. La propagation des ondes va favoriser la détection de sources de la classe 2 (signaux peu énergétiques avec un contenu fréquentiel majoritairement composé de basses fréquences) par rapport à la classe 3 (signaux énergétiques avec un contenu fréquentiel élevé). Ces phénomènes expliquent les proportions du nombre de sources par classe différentes entre le jeu de capteurs le plus proche et celui le plus éloigné (Figure V-17). Les résultats obtenus confirment les observations faites par Aggelis (Figure I-30) [Aggelis 2015].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Bien que des tendances claires aient pu être établies lors de la classification des signaux d'EA, la labellisation proposée est à nuancer du fait de l'influence du milieu de propagation ainsi que de l'endommagement sur la signature acoustique des mécanismes d'endommagement.

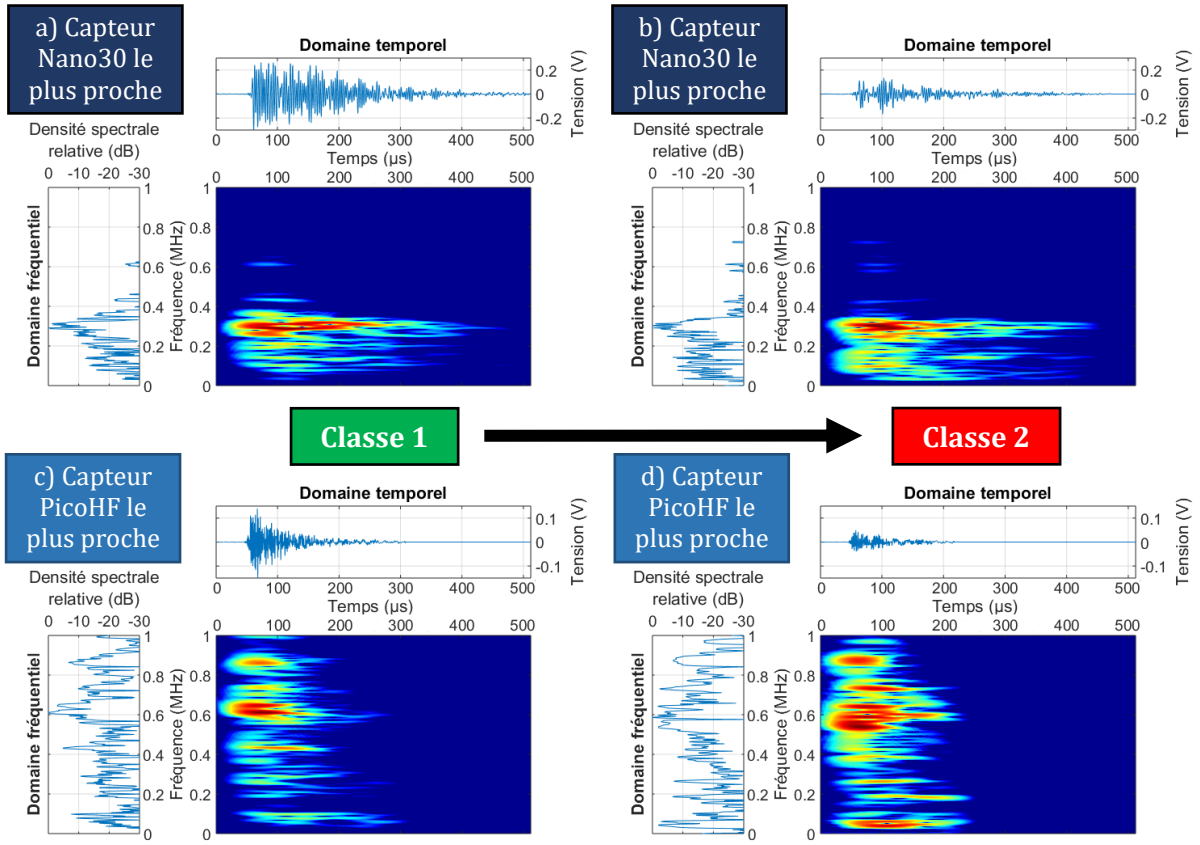

Figure V-18 – Représentation dans les domaines temporel, fréquentiel et temps-fréquence (pseudo-distribution de Wigner-Ville lissée) d'une même source localisée lors de l'essai B-Mo-0-1 par a) le capteur Nano30 le plus proche, b) le capteur Nano30 le plus éloigné, c) le capteur PicoHF le plus proche, d) le capteur PicoHF le plus éloigné ; Source détectée à 12 mm du capteur le plus proche et à 38 mm du capteur le plus éloigné

V.4. Classification supervisée

Des bibliothèques notées b-A, b-B, b-C et b-D ont été construites avec les résultats de la classification supervisée. Les jeux de données ont été préalablement normalisés (Eq. V-1) afin de s'affranchir des différences de caractéristiques des jeux de données entre les nuances notamment (plage de fréquence des signaux plus restreinte pour la nuance C par exemple - Figure V-5). Les variations d'épaisseurs entre les nuances (Tableau II-1) sont notamment à l'origine de ces différences.

$$d_i^{norm} = \frac{d_i - \overline{d_i}}{\sigma(d_i)} \qquad \textit{Eq. V-2}$$

avec d_i^{norm} : valeur normalisée du descripteur n°i
d_i: valeur du descripteur n°i
$\overline{d_i}$: valeur moyenne du descripteur n°i du jeu de données
$\sigma(d_i)$: écart-type de la distribution du descripteur n°i du jeu de données

Les jeux de données provenant de trois essais avec des sollicitations et des nuances différentes ont été utilisés pour la classification supervisée (B-Mo-0-4, B-Mo-45-4 et C-Mo-0-2). Ces jeux de données ne sont pas inclus dans la création des bibliothèques.

Quatre types de bibliothèques sont établis de manière hiérarchique (Tableau V-1), allant du plus spécifique (type b-A) au plus universel (type b-D). Les bibliothèques de type b-A sont composées d'essais similaires à l'essai à classer (même nuance et même sollicitation). Les bibliothèques de type b-B

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

intègrent tous les essais labélisés ayant la même sollicitation que l'essai à classer. Les bibliothèques de type b-C regroupent tous les essais (sollicitation à 0/90° et à ±45° par rapport à l'axe des fibres) qui ont été réalisés sur la même nuance que l'essai à labelliser. Enfin, la bibliothèque de type b-D est la bibliothèque regroupant l'ensemble des essais labellisés, avec toutes les trois nuances étudiées et les deux sollicitations testées. Cette bibliothèque permet la création d'une forêt d'arbres décisionnels applicable pour tous les essais réalisés.

Dans chacune des bibliothèques, chaque classe contient le même nombre de signaux, pris aléatoirement dans chacun des jeux de données labellisés (Tableau V-1). Les sept descripteurs non-corrélés établis lors des classifications non-supervisées (Figure V-3) sont utilisés pour caractériser chacun des signaux présents dans les bibliothèques.

Tableau V-1 – Composition de chacune des bibliothèques utilisées pour la classification supervisée

Type de bibliothèque		b-A			b-B		b-C		b-D
Bibliothèque		b-A1	b-A2	b-A3	b-B1	b-B2	b-C1	b-C2	b-D
Nuance	A				X	X			X
	B	X	X		X	X	X		X
	C			X	X	X		X	X
Sollicitation	0/90°	X		X	X		X	X	X
	±45°		X			X	X	X	X
Nombre de signaux	Classe 1	3000	4000	3000	8000	6000	7000	4000	14000
	Classe 2	3000	4000	3000	8000	6000	7000	4000	14000
	Classe 3	3000	4000	3000	8000	6000	7000	4000	14000
	Classe 4	3000	4000	3000	8000	6000	7000	4000	14000

Les partitions des jeux de données par classification supervisée sont comparées à celles obtenues lors des classifications non-supervisées. Seuls les signaux recevant plus de 50% des 200 suffrages pour une classe sont considérés ci-dessous. Ces signaux représentent plus de 95% du nombre total de sources enregistrées. On note dans un premier temps que le taux de similarité entre les classifications supervisées et non supervisée est supérieur à 85% pour l'ensemble des cas de figure (Figure V-19). L'ajout de jeux de données provenant de nuances et de sollicitation différentes a également une faible influence sur l'affectation des signaux à leur classe. La bibliothèque de type b-D permet ainsi de classer les trois essais avec plus de 87% de similarité par rapport aux classifications non-supervisées.

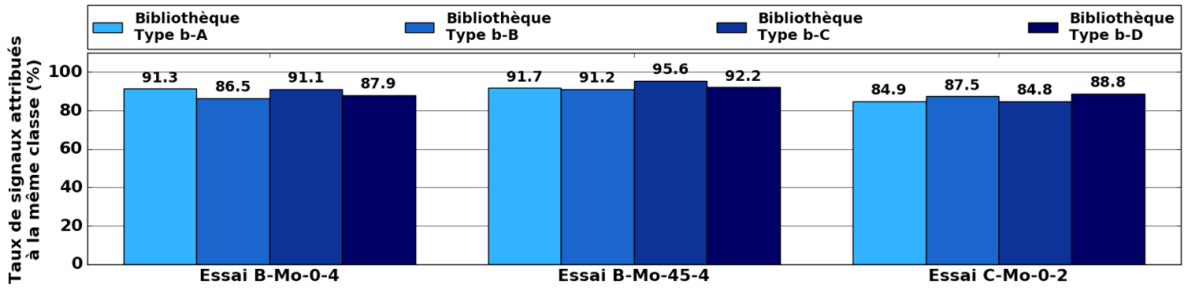

Figure V-19 – Proportion de signaux affectés à la même classe entre une classification non-supervisée et une classification supervisée (signaux recevant plus de 50% des suffrages pour une classe) pour différents types de bibliothèques ; Type b-A : nuance et sollicitation identique, Type b-B : sollicitation identique et toutes les nuances, Type b-C : nuance identique, toutes les sollicitations, Type b-D : toutes les nuances, toutes les sollicitations

En plus des signaux attribués à la même classe, les classifications supervisées permettent de classer les signaux filtrés lors des partitions non-supervisées : les données extrêmes (cf. II.3.4.4.1) et les signaux présentant des silhouettes individuelles négatives. La classification des données extrêmes offre notamment la possibilité de labelliser les sources les plus énergétiques, qui sont associées aux classe 3 et 4, et ainsi de pouvoir mieux détecter l'apparition des délaminages (Figure V-20).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

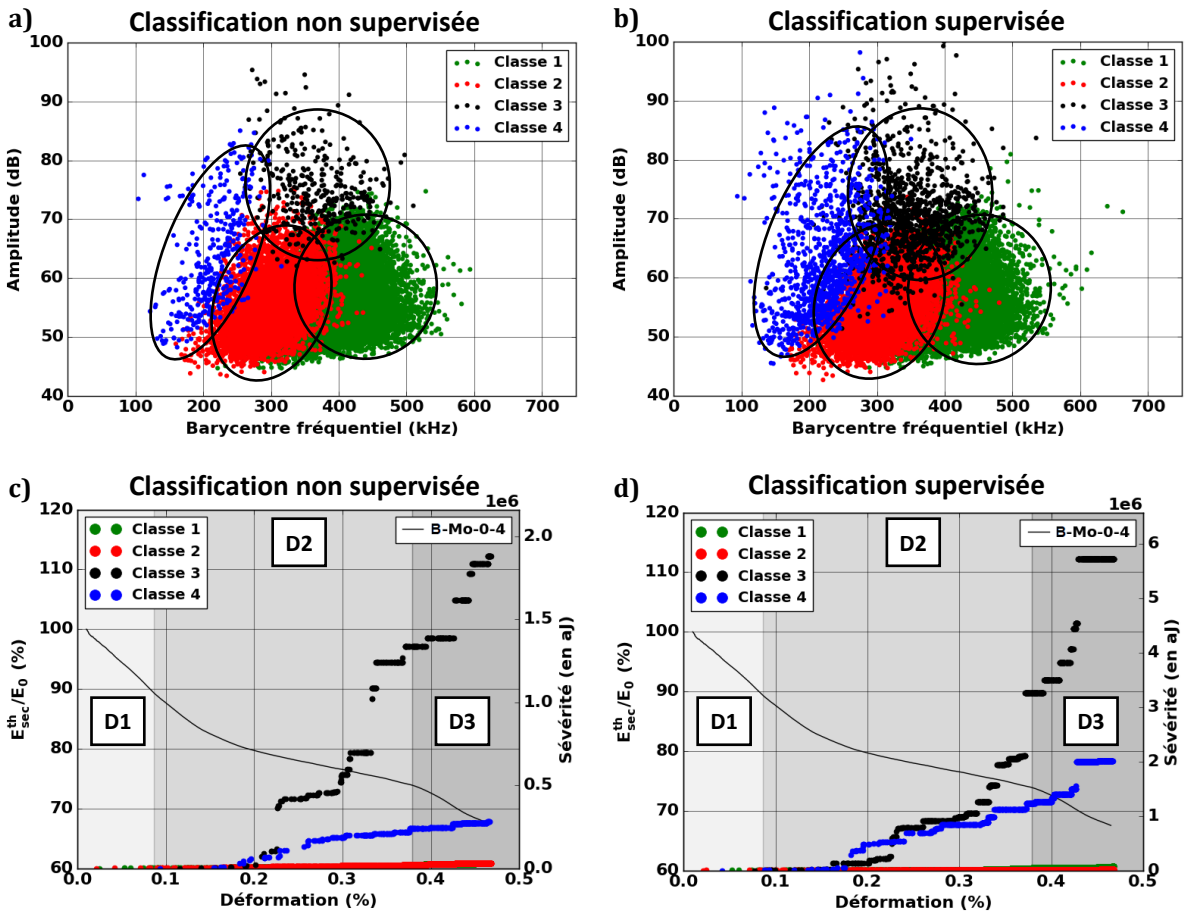

Figure V-20 – Répartition des sources détectées dans le domaine amplitude-barycentre fréquentiel lors de l'essai de traction B-Mo-0-4 : a) Classification non-supervisée, b) Classification supervisée – bibliothèque Type b-D ; Evolution de la sévérité de l'activité acoustique pour chaque classe et du module élastique sécant théorique relatif en fonction de la déformation lors de l'essai B-Mo-0-4 : c) Classification non-supervisée, d) Classification supervisée – bibliothèque Type b-D ; Classification non supervisée : ensemble des signaux associées avec silhouette individuelle positive, Classification supervisée : ensemble des données recevant plus de 50% des suffrages pour une classe

Ces résultats permettent de confirmer la robustesse des classifications non-supervisées. Bien que la propagation et l'endommagement puissent modifier les classifications, les partitions obtenues témoignent d'une cinétique d'endommagement répétable. Il est ainsi possible d'effectuer une labellisation des signaux en temps réel pour des sollicitations (traction dans l'axe des fibres ou à ±45° par rapport à l'axe des fibres) et des nuances de matériau différentes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre VI : Relations microstructure-propriétés établies à partir de la labellisation des sources d'émission acoustique

VI.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres 168
VI.1.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance A..... 168
VI.1.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance B..... 169
VI.1.3. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance C..... 171
VI.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres 172
VI.2.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance A 172
VI.2.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance B 173
VI.2.3. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance C..... 174

La labellisation des sources d'émission acoustique proposée (Chapitre V) est reliée aux scénarios d'endommagement établis suite aux essais in-situ (Chapitre IV) pour les nuances B et C. Malgré l'absence d'analyse in-situ, la partition des signaux provenant des essais sur nuance A a permis d'établir un scénario d'endommagement pour cette nuance.

Les scénarios schématisés ci-dessous montrent la chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement en fonction de la déformation pour chacune des nuances étudiées. Les scénarios sont présentés pour des sollicitations dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

VI.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres

VI.1.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance A

Le début des essais réalisés sur nuance A montre un abaissement rapide des propriétés mécaniques avec un domaine D1 allant jusqu'à 0,05% de déformation. Une faible activité acoustique est détectée pour ces déformations avec notamment la présence de signaux de la classe 1 et quelques signaux de la classe 2. Il est proposé que les premiers endommagements soient liés à de la fissuration matricielle directement suivie par des décohésions intra-fil de trame (Figure VI-1 – Etat A) qui sont exacerbées par la présence de porosités intra-fil dans cette nuance. Ces endommagements conduisent à une diminution de la charge supportée par les trames et la matrice.

La première partie du domaine D2 est caractérisée par une reprise d'effort des fils de chaîne. L'augmentation des classes peu énergétiques indiquent une poursuite de la fissuration matricielle et des décohésions intra-fil. La reprise d'effort par les fils de chaîne crée des décohésions inter-fils qui expliquent l'augmentation de la classe 2 (Figure VI-1 – Etat B).

Entre 0,07% et 0,13% de déformation suivant les essais, les premiers signaux énergétiques reliés aux classes 3 et 4 apparaissent, qui correspondent aux délaminages des plis. Ces délaminages précoces sont corrélés avec la présence de macroporosité qui favorise l'amorçage et la propagation de ces endommagements (Figure VI-1 – Etat C). La nuance A étant composé d'une proportion conséquente de macroporosités, ces hétérogénéités créent un pré-endommagement dans le matériau qui accélère l'apparition des sources de la classe 4. Les délaminages sont également consécutifs à l'apparition de décohésions inter-fils.

La propagation rapide de ces délaminages dans la nuance A provoque un report des charges sur les fibres de chaîne peu infiltrées. La charge supportée par les fibres devient trop importante ce qui conduit à la rupture quasi-simultanée des fibres et à la ruine macroscopique du matériau (Figure VI-1 – Etat D).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

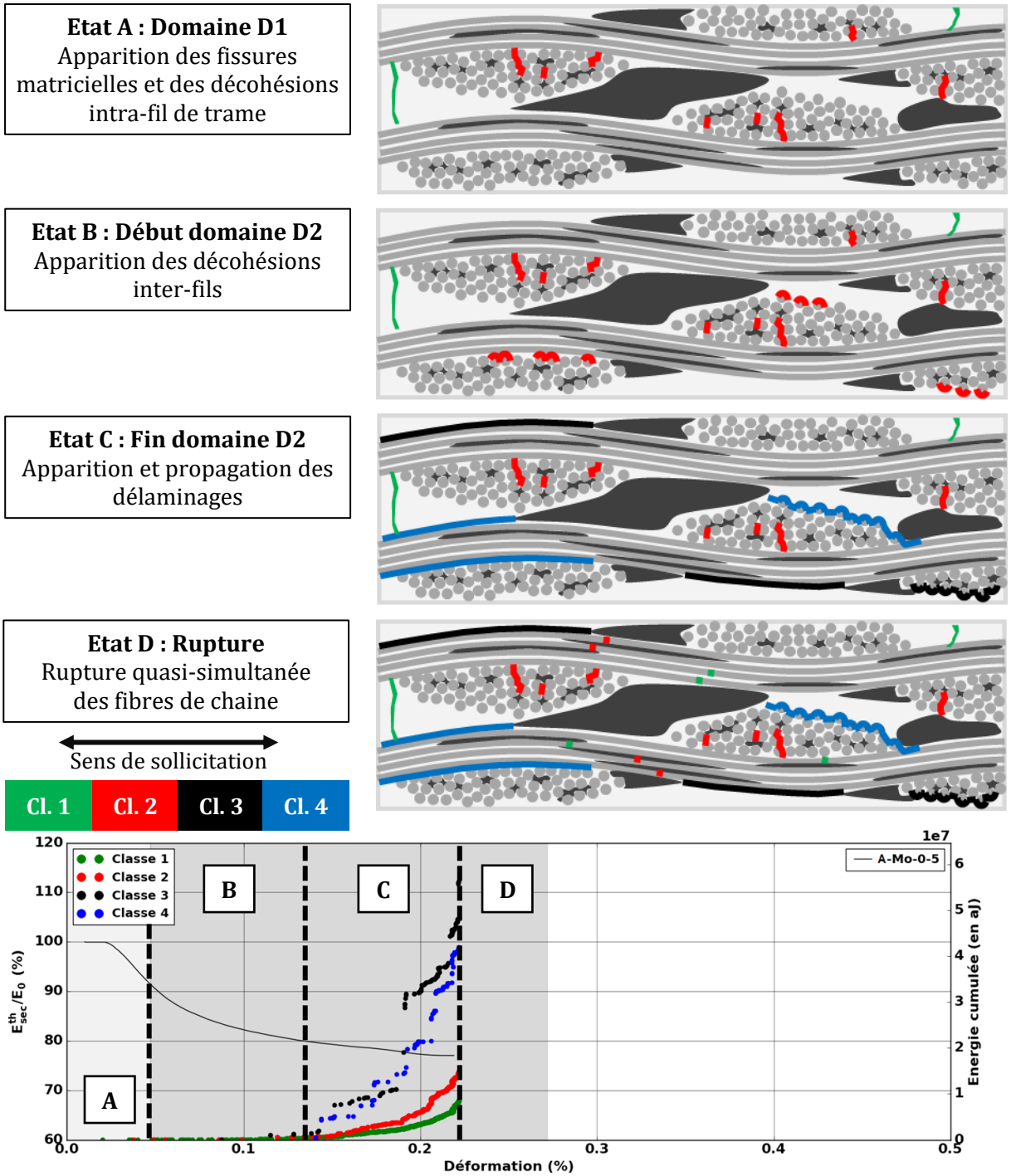

Figure VI-1 – Scénario d'endommagement de la nuance A en traction dans l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique

VI.1.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance B

La nuance B est caractérisée par un domaine D1 qui s'étend sur une plage de déformation allant jusqu'à 0,09% de déformation. Des signaux des classes 1 et 2 sont observés simultanément en début d'essai. La baisse des propriétés mécaniques est générée par des décohésions intra-fil de trame ainsi que la fissuration matricielle et de l'ouverture des fissures de retrait (Figure VI-2 – Etat A). L'abaissement des propriétés mécaniques lors du domaine D1 plus modéré pour cette nuance est corrélé avec une activité acoustique plus faible. La bonne infiltration des fils en matrice retarde les décohésions intra-fils de trame.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Le début du domaine D2 est caractérisé par des décohésions inter-fils (Figure VI-2 – Etat B). Des sources de la classe 3 apparaissent ensuite pour des niveaux de déformation compris entre 0,12% et 0,20% de déformation. Ces sources sont produites par des délaminages la plupart du temps reliés à des macroporosités (Figure VI-2 – Etat C). La propagation de ces délaminages endommage le matériau et génère des sources de la classe 4 et accélère le report de charge sur les fils de chaîne.

L'apparition du domaine D3 indique l'abaissement prononcé des propriétés mécaniques. L'augmentation des sources des classes 1 et 2 dans ce domaine semble reliée à la rupture progressive des fibres de chaîne (Figure VI-2 – Etat D).

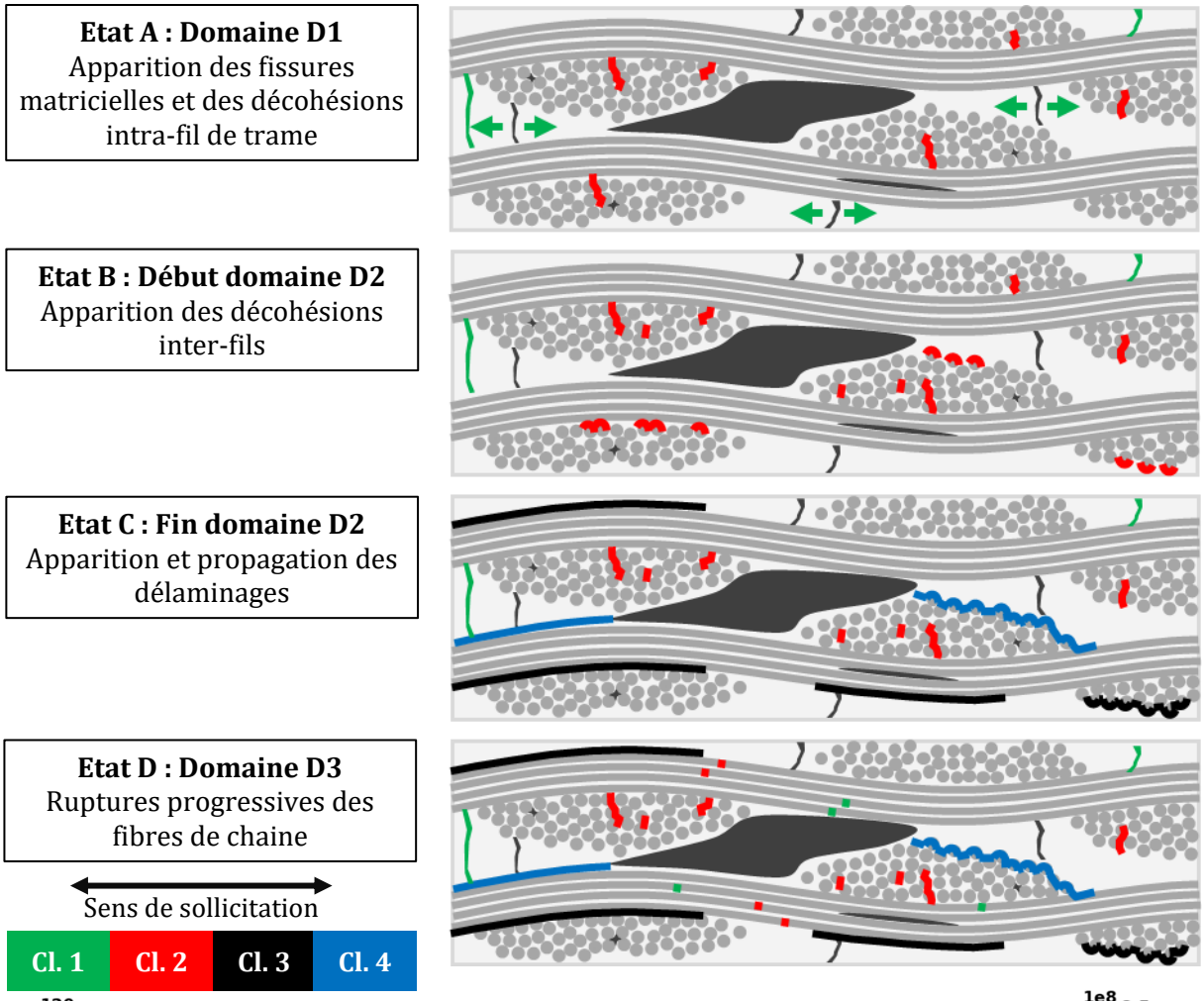

Figure VI-2 – Scénario d'endommagement de la nuance B en traction dans l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

VI.1.3. Scénario d'endommagement pour une sollicitation dans l'axe des fibres sur la nuance C

Un domaine D1 relativement restreint est observé sur la nuance C. La présence d'une faible activité acoustique en énergie indique l'apparition de fissures matricielles et de décohésions intra-fil de trame (Figure VI-3 – Etat A). Comme pour la nuance A, les porosités intra-fil exacerbent l'apparition de ces décohésions et accélèrent la perte de module. L'ouverture des fissures de retrait peut également expliquer l'apparition des signaux de classe 1.

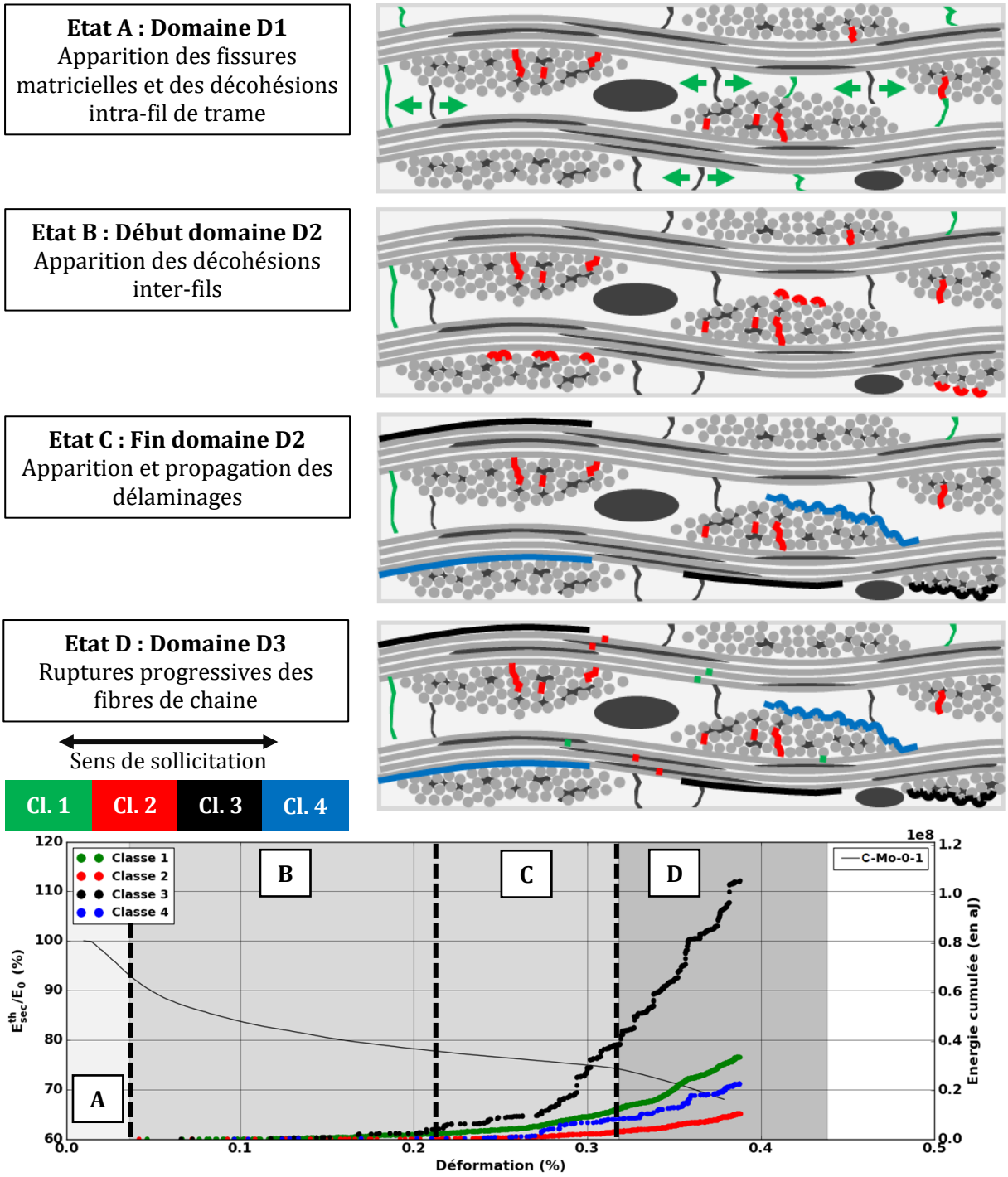

Figure VI-3 – Scénario d'endommagement de la nuance C en traction dans l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

La première partie du domaine D2 s'effectue sans augmentation notable de l'énergie acoustique. L'augmentation de la classe 2 traduit des décohésions inter-fils induites par des efforts de cisaillement entre les chaînes et les trames (Figure VI-3 – Etat B). Les premiers signaux énergétiques (classe 3) apparaissent entre 0,14% et 0,24% de déformation. L'arrivée tardive de ces signaux énergétiques produits par les délaminages s'expliquent par la présence en faible quantité de macroporosité pour cette nuance (Figure VI-3 – Etat C). Comme pour la nuance B, les délaminages sur plis endommagés reliés à la classe 4 arrivent dans un second temps.

Une augmentation des sources peu énergétiques des classes 1 et 2 s'effectue en fin d'essai. Ces sources proviennent de la multi-fissuration du matériau amenant à la ruine macroscopique de l'éprouvette. Dans le cas de la distinction d'un domaine D3, les ruptures de fibres sont liées à l'augmentation du nombre de sources des classes 1 et 2 (Figure VI-3 – Etat D).

VI.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres

VI.2.1. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance A

La première partie des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur nuance A est caractérisée par un abaissement des propriétés mécaniques pour des déformations inférieures à 0,03%. Cette première perte de linéarité est associée majoritairement à des décohésions intra-fil caractérisées par l'apparition de signaux de la classe 2 (Figure VI-4 – Etat A) peu énergétiques. Ces décohésions s'amorcent au niveau des porosités intra-fil, présentes en quantité dans la nuance A.

A partir de 0,03% de déformation, des signaux énergétiques de la classe 4 puis de la classe 3 sont activés (Figure VI-4 – Etat B). Ces signaux sont reliés à l'apparition de nombreux délaminages dans le matériau qui contribuent à l'abaissement des propriétés mécaniques. L'important taux de macroporosité dans cette nuance exacerbe l'apparition de ces délaminages.

La propagation des délaminages conduit à l'obtention de la contrainte maximale pour de faibles niveaux de déformation, entre 0,11% et 0,13% de déformation. La percolation des différents endommagements, et surtout l'interconnexion des délaminages exacerbée par les macropores, amène à la chute de la contrainte (Figure VI-4 – Etat C). Ces endommagements sont reliés à une augmentation de l'activité acoustique des classes 2 (décohésions intra-fil et inter-fils) et 4 (délaminages sur plis endommagés) notamment. Un plateau de contrainte dû à l'extraction des plis est ensuite obtenu (Figure III-28).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

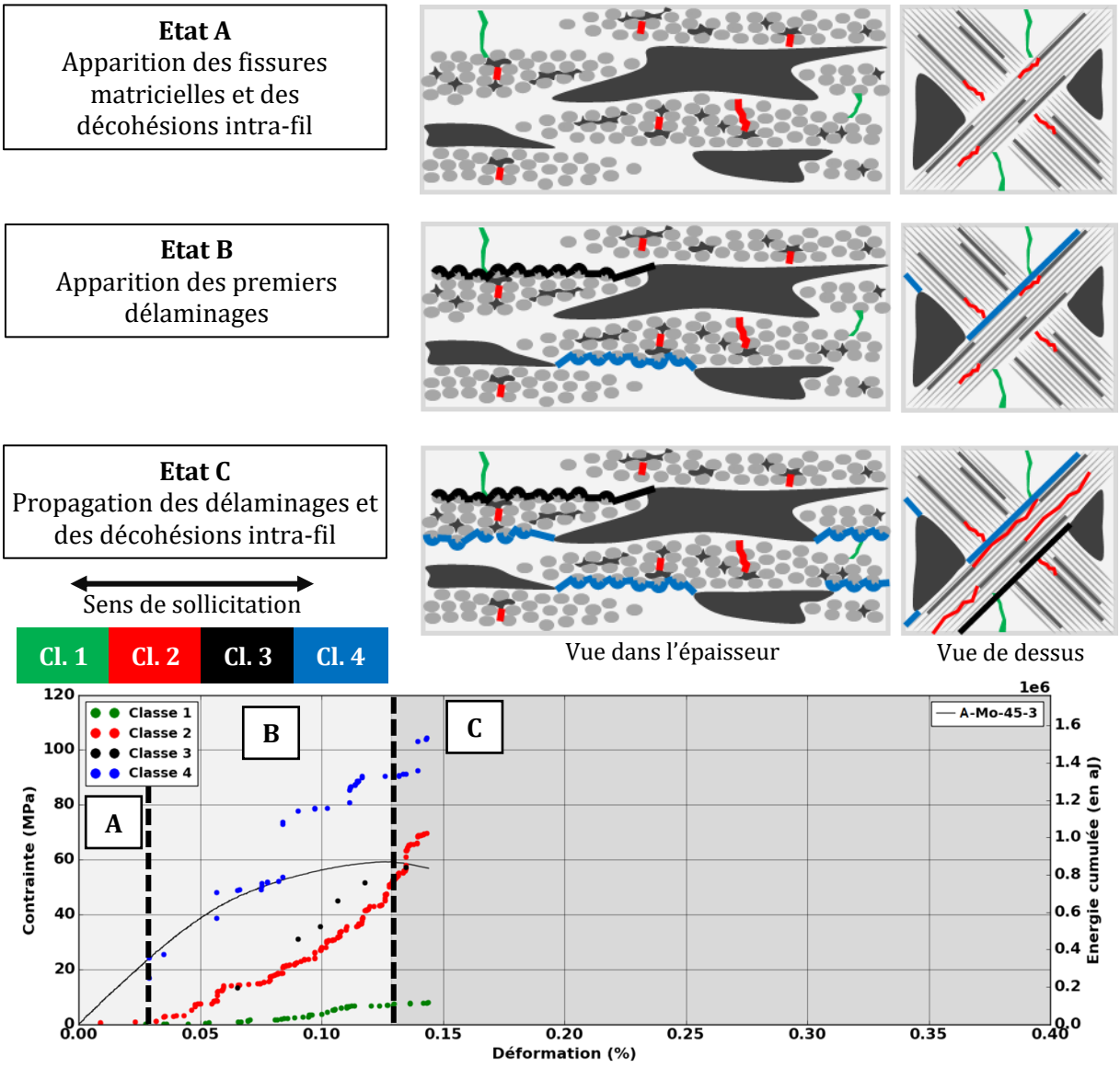

Figure VI-4 – Scénario d'endommagement de la nuance A en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique

VI.2.2. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance B

La nuance B se caractérise par une perte de linéarité moins marquée en début d'essai par rapport aux deux autres nuances. On note également une faible activité acoustique pour des déformations inférieures à 0,05% (Figure VI-5 – Etat A). La perte de linéarité est consécutive à l'apparition de fissurations matricielles mais également de premières décohésions intra-fil. Du fait de la bonne infiltration des fils en matrice, ces décohésions apparaissent pour des déformations plus importantes que pour les nuances A et C.

A partir de 0,06% de déformation, des signaux de la classe 3 sont observés, puis de la classe 4 à 0,15% de déformation (Figure VI-5 – Etat B). Ces sources très énergétiques caractérisent l'apparition de délaminages dans le matériau. Comme pour la nuance A, les macroporosités favorisent l'apparition des délaminages dans le matériau et conduisent à un abaissement plus marqué des propriétés mécaniques.

Le faible taux de porosités intra-fil conduit à une bonne tenue mécanique de la nuance B et permet d'atteindre des contraintes maximales supérieures à 100 MPa pour des déformations comprises entre 0,20 % et 0,24%. La contrainte maximale est suivie d'une forte augmentation de l'énergie acoustique

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

issue des classes 3 et 4 (Figure VI-5 – Etat C) caractérisant la propagation des délaminages dans le matériau. Ces délaminages favorisent la désolidarisation des plis et contribuent à la chute des propriétés mécaniques. La fin des essais est caractérisée par un plateau de contrainte engendré par l'extraction des plis (Figure III-28).

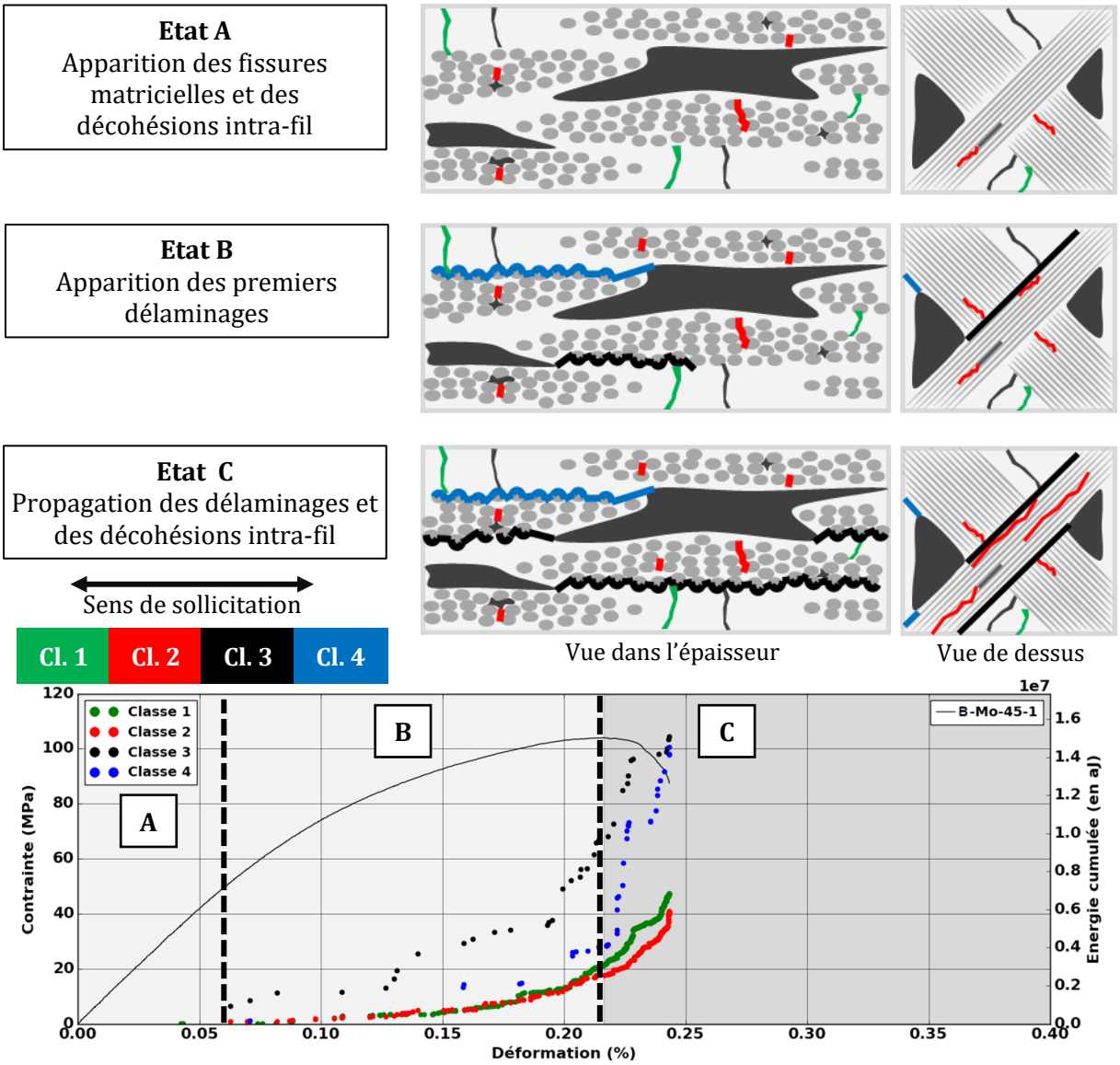

Figure VI-5 – Scénario d'endommagement de la nuance B en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique

VI.2.3. Scénario d'endommagement pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance C

Le scénario d'endommagement proposé sur nuance C pour une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres se base sur un seul essai macroscopique, des essais supplémentaires sont nécessaires pour confirmer ce scénario.

Une faible activité acoustique est observée jusqu'à la contrainte maximale, les sources détectées proviennent principalement de la classe 1 (Figure VI-6 – Etat A). L'abaissement des propriétés mécaniques semble majoritairement dû aux fissures matricielles, mais également des décohésions intra-fil reliées aux porosités intra-fil. On remarque également l'absence de sources énergétiques avant la contrainte maximale. L'absence de macropores allongés dans cette nuance semble ainsi limiter l'apparition de délaminages.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Une augmentation de l'activité acoustique est observée suite à la contrainte maximale après 0,20% de déformation avec notamment l'activation des sources énergétiques des classes 3 puis 4 (Figure VI-6 – Etat B). L'apparition plus tardive des délaminages semble conférer une meilleure tenue mécanique à la nuance C au-delà de la contrainte maximale. L'abaissement de la charge supportée est corrélé avec l'augmentation et la propagation des délaminages. Comme pour les autres essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres, l'extraction des fils permet un maintien de la charge pour des niveaux de déformations supérieurs à 1% (Figure III-28).

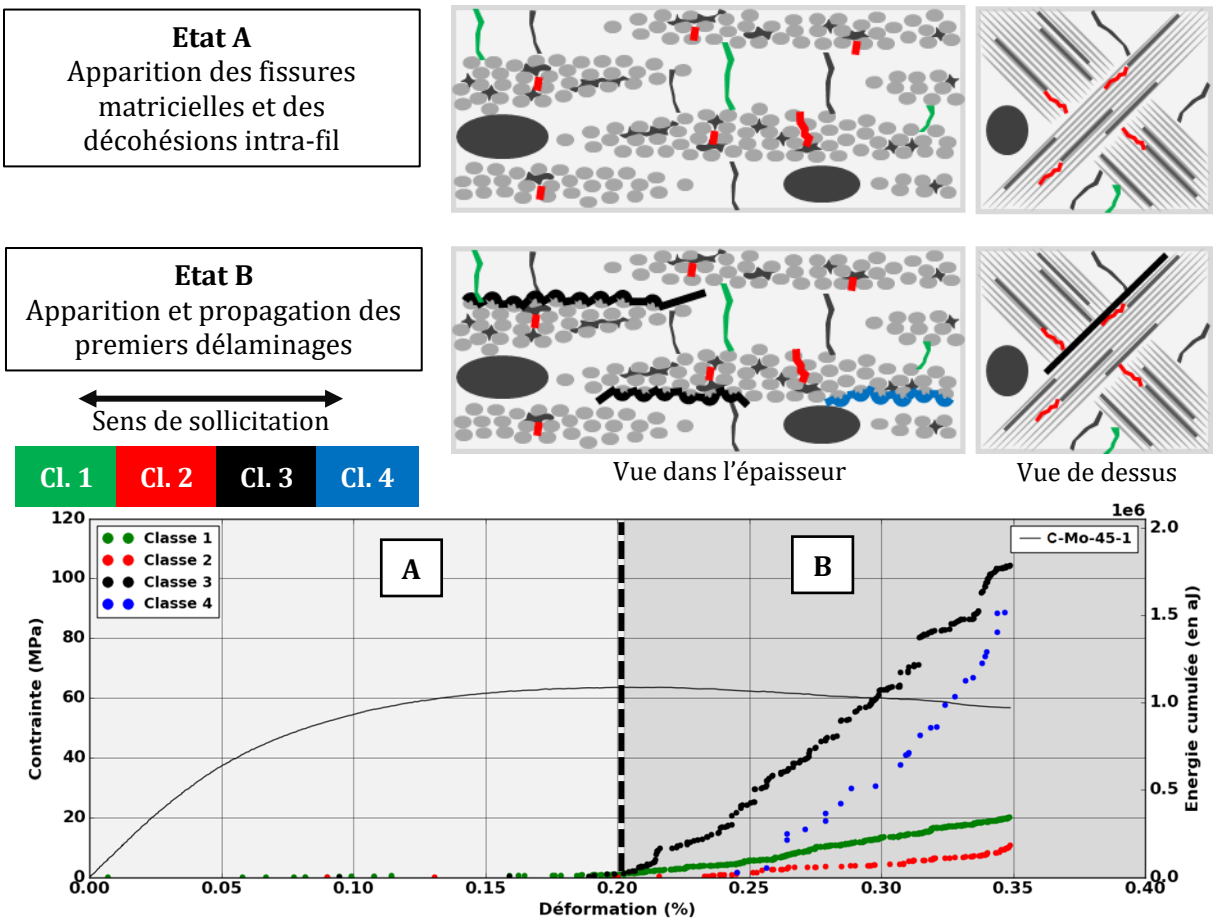

Figure VI-6 – Scénario d'endommagement de la nuance C en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres proposé suite aux observations microstructurales, au comportement mécanique et à l'activité acoustique

L'ensemble des scénarios d'endommagement proposés permet d'établir le rôle de chaque type d'hétérogénéité sur le comportement mécanique. On note un ordre d'apparition des mécanismes d'endommagement commun à toutes les nuances. Dans un premier temps, des mécanismes à de faibles échelles (fissurations matricielles, décohésions intra-fil) s'activent. Dans un second temps, des délaminages de l'ordre du millimètre apparaissent dans le matériau, suivis des ruptures de fibres (pour une sollicitation dans l'axe des fibres).

Bien que l'ordre d'apparition des mécanismes d'endommagement soit similaire à toutes les nuances, les hétérogénéités présentes dans le matériau accélèrent l'activation de certains types d'endommagements. La présence de porosité intra-fil dans un composite oxyde favorise l'apparition des premiers endommagements tels que les décohésions intra-fil qui conduit à une perte de linéarité à des niveaux de déformations inférieurs à 0,05%. Les macroporosités facilitent l'apparition du délaminage qui est le mécanisme d'endommagement le plus critique pour les composites oxydes. La mise en forme d'un composite oxyde performant nécessite une bonne infiltration de la matrice entre les fils et à l'intérieur des fils. L'influence des fissures de retrait sur les propriétés mécaniques semble moins important.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Conclusions générales et perspectives

Conclusions générales

L'objectif de cette thèse était de comprendre comment les hétérogénéités de la microstructure générée par le procédé de fabrication influencent les propriétés mécaniques des composites oxydes. Pour ce faire, trois nuances de composites oxydes provenant de procédés de fabrication différents ont été étudiées. Une démarche « multi-échelle expérimentale » a été mise en place afin de bien appréhender le rôle de la microstructure sur le comportement mécanique dans le cas de sollicitation dans le plan. Cette démarche se base sur la réalisation d'essais mécaniques représentatifs du matériau ainsi que des essais in-situ. Le suivi de l'émission acoustique couplé aux observations microstructurales (traction avec suivi microscopique, essais in-situ sous MEB et synchrotron) a permis d'obtenir la chronologie d'activation des différents mécanismes d'endommagement.

Les caractéristiques morphologiques des trois nuances ont été déterminées par analyses porosimétriques et tomographiques, elles ont permis la dissociation de trois types d'hétérogénéités engendrées par la mise en forme du matériau : les macroporosités, les porosités intra-fil et les fissures de retrait. En parallèle, les essais macroscopiques et in-situ ont permis d'établir la chronologie d'endommagement des composites oxydes.

Dans le cadre d'une sollicitation dans l'axe des fibres, on distingue trois domaines d'endommagement :

- Le domaine D1, en début d'essai, caractérisé par un abaissement des propriétés mécaniques généré par des endommagements perpendiculaires à l'axe de sollicitation tels que des fissurations matricielles et des décohésions intra-fil.
- Le domaine D2, défini par une reprise d'effort des fils de chaîne qui provoque un ralentissement de la perte des propriétés mécaniques. Cette reprise d'effort se traduit par des efforts de cisaillement dans le matériau conduisant à des endommagements parallèles à l'axe de sollicitation tels que des décohésions inter-fils puis des délaminages.
- Le domaine D3, caractérisé par une chute des propriétés mécaniques consécutives à la rupture des fibres contenues dans les fils de chaîne. Ces ruptures progressives ou quasi-simultanées amènent à la ruine macroscopique du matériau.

En ce qui concerne une sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres, les interfaces fibre-matrice permettent la transmission des efforts de traction. Les décohésions fibre-matrice sont donc les principaux mécanismes déclenchés, qui sont à l'origine d'un comportement endommageable. Dans un premier temps, des décohésions intra-fil mais aussi quelques fissures matricielles apparaissent. La propagation de ces endommagements dans le matériau engendre un abaissement des propriétés mécaniques. Le développement de ces endommagements se poursuit avec l'apparition de décohésions inter-fils puis de délaminages dans le matériau conduisant à une désolidarisation progressive des plis.

Les informations obtenues sur l'endommagement de la microstructure ont amélioré la compréhension de l'activité acoustique lors des différents essais mécaniques. Dans un premier temps, les délaminages ont pu être associés aux signaux les plus énergétiques. Le critère de sévérité de l'activité acoustique a permis de distinguer l'apparition de ces sources très énergétiques. Dans un second temps, des classifications des sources d'EA ont été réalisées. La caractérisation des sources s'effectue avec l'utilisation de deux types de capteurs proposant des plages de sensibilité différentes dans le domaine fréquentiel. Cette technique permet d'obtenir deux « images » complémentaires d'une même source et ainsi réduire l'influence du capteur sur la caractérisation des sources d'EA. Les classifications réalisées

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

se basent sur la fusion des données provenant de chaque capteur. Ces classifications, répétables entre différents essais et différentes nuances, ont permis de faire ressortir une solution à 4 classes, qui se décompose dans le domaine amplitude-fréquence notamment. En combinant les analyses in-situ, le comportement mécanique et les caractéristiques des classes, une labellisation a été proposée :

- Classe 1 : fissuration matricielle, rupture de fibres (faible amplitude, contenu fréquentiel élevé),
- Classe 2 : décohésions intra-fil et inter-fils, rupture de fibres (faible amplitude, basse fréquence),
- Classe 3 : délaminages sur plis non endommagés (amplitude élevée, contenu fréquentiel élevé),
- Classe 4 : délaminages sur plis endommagés (amplitude élevée, basse fréquence).

L'ensemble de ces informations ont permis d'établir l'influence des hétérogénéités sur le comportement mécanique d'un composite oxyde :

- Macroporosités : ces cavités présentes entre les plis bidimensionnels favorisent la propagation des délaminages dans le matériau. Cela se traduit par une augmentation précoce de la sévérité de l'EA pendant l'essai. Lors d'une sollicitation en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres, les macroporosités conduisent à une chute brutale des propriétés mécaniques après la contrainte maximale.
- Porosités intra-fil : ces hétérogénéités de plus petites tailles ont un impact sur les premiers endommagements. Les porosités intra-fil accélèrent les décohésions intra-fil (principalement dans les trames pour une sollicitation dans l'axe des fibres). Ces endommagements conduisent à une baisse importante des propriétés mécaniques pour de faibles niveaux de déformation. Dans le cas d'une sollicitation dans l'axe des fibres, cela amène à un domaine D1 plus restreint. Pour une sollicitation en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres, les porosités intra-fil conduisent à des contraintes maximales plus faibles.
- Fissures de retrait : contrairement aux deux autres familles d'hétérogénéités, l'influence des fissures de retrait sur le comportement mécanique est moins marquée. A l'échelle microscopique, on note une ouverture de ces fissures pour de faibles niveaux de déformations. On remarque également que ces fissures permettent de dévier des fissures, notamment dans le cas de délaminage.

Les macroporosités et les porosités intra-fil sont les deux types d'hétérogénéités qui influencent le plus les propriétés mécaniques des composites oxydes. La réalisation de composites oxydes performant nécessite la mise en place de procédés de fabrication minimisant la création de ces deux types d'hétérogénéités.

Perspectives

Matériau

Suite à cette étude, la génération de composites oxydes présentant une bonne infiltration en matrice, autant en inter-fils qu'en intra-fil, présente un fort intérêt. L'analyse des propriétés mécaniques de ce type de matériau permettrait de valider les conclusions faites sur l'influence des hétérogénéités sur le comportement mécanique. L'objectif étant d'obtenir un matériau caractérisé par une bonne tolérance au délaminage mais également par un support de contraintes élevées en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres. L'optimisation du tissage (orientation, empilement, nombre de plis) est également nécessaire dans l'optique d'obtenir un composite oxyde performant. Il a notamment été remarqué que la plupart des endommagements s'amorce au niveau des plis extérieurs, l'optimisation de l'architecture textile peut permettre de retarder ces endommagements et obtenir un comportement mécanique plus homogène dans l'épaisseur. D'autre part, la modélisation par éléments finis de la microstructure avec les différentes hétérogénéités permettrait également de valider les scénarios d'endommagement proposés dans le cadre de cette étude.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Au-delà de la génération de nouvelles microstructures, la compréhension du comportement mécanique de composites oxydes pour des sollicitations plus complexes et en température est nécessaire dans l'optique de l'insertion de ces matériaux dans des moteurs d'avions. Dans un premier temps, la réalisation d'essais de longues durées, tels que des essais de fatigue, est essentielle pour obtenir des informations sur l'évolution des propriétés mécaniques pour un nombre de cycles représentatif par rapport à l'application visée. Il serait notamment intéressant d'observer l'évolution des délaminages en fonction des différents cycles de charge-décharge. Des sollicitations hors-plan (essais de flexion ILSS – *Interlaminar Shear Stress*, essais DCB – *Double Cantilever Beam*) ou sur structures plus complexes (essais sur éprouvettes entaillées, trouées, essais sur cornière) apporteraient de précieuses informations, autant sur la compréhension du matériau que sur la détermination de propriétés mécaniques nécessaires à la modélisation du comportement mécanique.

Emission acoustique

Le suivi de l'émission acoustique présente un fort intérêt pour le suivi de l'endommagement sur composites oxydes. En effet, cette technique permet de détecter les endommagements majeurs apparaissant dans ce type de matériau, les délaminages, qui ne sont pas détectables lors du suivi des propriétés mécaniques dans le plan.

Le dimensionnement de pièces en vue de leurs insertions dans des moteurs d'avion nécessite la mise en place de critères d'endommagement. Il est envisageable de définir certains de ces critères à partir de l'activité acoustique, notamment à partir de la sévérité qui permet de détecter l'apparition de délaminages dans le matériau.

Bien que robuste pour une nuance donnée, les classifications des sources d'EA nécessitent d'être appliquées à d'autres nuances et sous d'autres sollicitations pour pouvoir être validée. La poursuite des classifications non supervisées doit permettre de fiabiliser ces partitions, tant sur les caractéristiques des sources que sur leur activité en fonction de la sollicitation appliquée. Cette étape est nécessaire pour la validation des partitions en vue d'un suivi de l'affectation des sources en temps réel via des classifications supervisées.

La fusion de données provenant de deux types de capteurs est une première étape dans l'obtention de caractéristiques intrinsèques à chaque mécanisme d'endommagement. L'approche proposée dans le cadre de cette étude consiste à moyenner les descripteurs calculés sur les formes d'onde détectées par chaque capteur. Au-delà de l'optimisation du choix des capteurs, la méthode de fusion des données peut être améliorée. Des fusions de données peuvent être envisagées à partir des représentations temps-fréquence des signaux. Il est également possible de se baser sur des approches bayésiennes afin de prendre en compte des données provenant de deux capteurs qui n'apportent pas la même information sur une unique source.

La labellisation des classes proposées dans cette étude requiert une compréhension plus fine de la modification des caractéristiques des sources, de leur activation dans le matériau à leur enregistrement par le système d'acquisition. La dissociation des différents facteurs modifiant le contenu d'une source (position de la source, milieu de propagation, géométrie du milieu de propagation, couplage du capteur, caractéristiques du capteur) est difficile à obtenir de manière expérimentale. La modélisation de ces phénomènes semble être la meilleure approche pour pouvoir mieux interpréter les caractéristiques des différentes classes obtenues. La finalité de ces travaux serait de pouvoir déterminer les caractéristiques des sources d'EA enregistrées intrinsèques à chaque mécanisme d'endommagement.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Essais in-situ

Les approches in-situ ont permis d'apporter de précieuses informations quant aux endommagements régissant le comportement mécanique de composites oxydes. L'utilisation de corrélation d'images volumiques pourrait permettre d'améliorer la compréhension des transferts de charges se déroulant dans le matériau en analysant l'évolution des champs tridimensionnels de déformations à l'échelle mésoscopique, à partir des tomographies réalisées lors des essais in-situ sous synchrotron.

Les résultats obtenus ont également montré les limites du suivi de l'émission acoustique des essais in-situ. Les faibles dimensions des éprouvettes associées aux faibles espaces disponibles rendent le suivi de ces essais compliqués. La conception de systèmes de traction in-situ incluant le suivi de l'émission acoustique et de dispositifs de suivi de l'EA adaptés à ces essais complexes sont autant de pistes pouvant améliorer la comparaison entre l'activité acoustique et la visualisation de mécanismes d'endommagement.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Références bibliographiques

3M 2016 : 3M Company, « 3M Nextel™ Ceramic Fibers and Textiles: Technical Reference Guide » [en ligne]. Saint-Paul (Minesota-USA) : 3M, 2016. Disponible sur : http://multimedia.3m.com/mws/media/1327055O/3m-nextel-technical-reference-guide.pdf

Aggelis 2015 : AGGELIS D.G., TSANGOURI E., VAN HEMELRIJCK D. « Influence of propagation distance on cracking and debonding acoustic emissions in externally reinforced concrete beams », Meccanica, 2015, vol. 50, n°5, p. 1167-1175.

Anastassopoulos 1995 : ANASTASSOPOULOS A., PHILIPPIDIS T. « Clustering methodology for the evaluation of acoustic emission from composites », Journal of Acoustic Emission, 1995, vol. 13, n°1-2, p. 11–22.

Asmani 2001 : ASMANI M., KERMEL C., LERICHE A., et al. « Influence of porosity on Young's modulus and Poisson's ratio in alumina ceramics », Journal of the European Ceramic Society, 2001, vol. 21, n°8, p. 1081–1086.

Ben Ramdane 2014 : BEN RAMDANE C. « Etude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde ». Thèse Mécanique. Châtillon : Université de Bordeaux, 2014, 208 p.

Ben Ramdane 2017 : BEN RAMDANE C., JULIAN-JANKOWIAK A., VALLE R., et al. « Microstructure and mechanical behaviour of a Nextel™ 610/alumina weak matrix composite subjected to tensile and compressive loadings », Journal of the European Ceramic Society, 2017, vol. 37, n°8, p. 2919–2932.

Boccaccini 1997 : BOCCACCINI D.N., BOCCACCINI A.R. « Dependence of ultrasonic velocity on porosity and pore shape in sintered materials », Journal of Nondestructive Evaluation, 1997, vol. 16, n°4, p. 187–192.

Breiman 2001 : BREIMAN L. « Random Forests », Machine Learning, 2001, vol. 45, n°1, p. 5–32.

Carelli 2002 : CARELLI E.A., FUJITA H., YANG J.Y., et al. « Effects of Thermal Aging on the Mechanical Properties of a Porous-Matrix Ceramic Composite », Journal of the American Ceramic Society, 2002, vol. 85, n°3, p. 595–602.

Carmona 2009 : CARMONA V. « Étude de l'endommagement de matériaux composites par tomographie X et émission acoustique ». Thèse Génie des Matériaux. Lyon : INSA de Lyon, 2009, 144 p.

Carpinteri 2013 : CARPINTERI A., LACIDOGNA G., ACCORNERO F., et al. « Influence of damage in the acoustic emission parameters », Cement & Concrete Composites, 2013, vol. 44, p. 9-16.

Chen 2000 : CHEN C.Y., LAN G.S., TUAN W.H. « Microstructural evolution of mullite during the sintering of kaolin powder compacts », Ceramics International, 2000, vol. 26, n°7, p. 715–720.

Cinibulk 2004 : CINIBULK M.K., KELLER K.A., MAH T.I. « Effect of Yttrium Aluminum Garnet Additions on Alumina-Fiber-Reinforced Porous-Alumina-Matrix Composites », Journal of the American Ceramic Society, 2004, vol. 87, n°5, p. 881–887.

COI Ceramics Inc. 2003 : COI Ceramics Inc., « Aluminosilicate Matrix CMCs » [en ligne]. San Diego (Californie-USA) : COI Ceramics, 2003. Disponible sur : http://www.coiceramics.com/pdfs/3%20oxide%20properties.pdf

Cover 1967 : COVER T., HART P. « Nearest neighbor pattern classification », IEEE Transactions of Information Theory, 1967, vol. 13, n°1, p. 21-27.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Dalmaz 1996 : DALMAZ A., REYNAUD P., ROUBY D., et al. « Damage propagation in carbon/silicon carbide composites during tensile tests under the SEM », 1996, Journal of Materials Science, vol. 31, n°16, p. 4213–4219.

Daubechies 1992 : DAUBECHIES I. « Ten Lectures on Wavelets ». Vol. 61. Philadelphie (Pennsylvanie - USA) : Society for Industrial and Applied Mathematics, 1992, 376 p. ISBN 9781611970104

Davies 1979 : DAVIES D.L., BOULDIN D.W. « A Cluster Separation Measure », IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence, 1979, vol. PAMI-1, n°2, p. 224-227.

Davis 1993 : DAVIS J.B., LÖFVANDER J., EVANS A.G., et al. « Fiber Coating Concepts for Brittle-Matrix Composites », Journal of the American Ceramic Society, 1993, vol. 76, n°5, p. 1249–1257.

Davis 1995 : DAVIS H.O., PENNELL M., PATZ, G. « Ceramic-ceramic composite prepregs and methods for their use and preparation ». Brevet, US Patent N°5395648. 7 mars 1995.

Degala 2009 : DEGALA S., RIZZO P., RAMANATHAN K., et al. « Acoustic emission monitoring of CFRP reinforced concrete slabs », Construction and Building Materials, 2009, vol. 23, n°5, p. 2016-2026.

Deleglise 2001 : DELEGLISE F., BERGER M.H., JEULIN D., et al. « Microstructural stability and room temperature mechanical properties of the Nextel™ 720 », Journal of the European Ceramic Society, 2001, vol. 21, p. 569-580.

Deschanel 2007 : DESCHANEL S. « Dynamique des précurseurs de la rupture des matériaux hétérogènes: application aux mousses polymères vitreuses ». Thèse Génie des Matériaux. Lyon : INSA de Lyon, 2007, 167 p.

Donoho 1994 : DONOHO D.L., JOHNSTONE J.M. « Ideal spatial adaptation by wavelet shrinkage », Biometrika, 1994, vol. 81, n°3, p. 425–455.

Evans 1990 : EVANS A.G. « Perspective on the development of high-toughness ceramics », Journal of the American Ceramic Society, 1990, vol. 73, n°2, p. 187–206.

Fair 2008 : FAIR G.E., HAY R.S., BOAKYE E.E. « Precipitation Coating of Monazite on Woven Ceramic Fibers: II. Effect of Processing Conditions on Coating Morphology and Strength Retention of Nextel™ 610 and 720 Fibers », Journal of the American Ceramic Society, 2008, vol. 91, n°5, p. 1508-1516.

Fowler 1989 : FOWLER T.J., BLESSING J.A., CONLISK P.J., et al. « The MONPAC System », Journal of Acoustic Emission, 1989, vol. 8, n°3, p. 1-8.

Fritsch 1980 : FRITSCH F.N., CARLSON R.E. « Monotone piecewise cubic interpolation », Society for Industrial and Applied Mathematics Journal on Numerical Analysis, 1980, vol. 17, n°2, p. 238–246.

Garcea 2015 : GARCEA S.C., SINCLAIR I., SPEARING S.M. « In situ synchrotron tomographic evaluation of the effect of toughening strategies on fatigue micromechanisms in carbon fibre reinforced polymers », Composites Science and Technology, 2015, vol. 109, p. 32-39.

Gini 1921 : GINI C. « Measurement of Inequality of Incomes », The Economic Journal, 1921, vol. 31, n°121, p. 124-126.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Godin 2004 : GODIN N., HUGUET S., GAERTNER R., et al. « Clustering of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers », NDT&E International, 2004, vol. 37, n°4, p. 253-264.

Godin 2005 : GODIN N., HUGUET S., GAERTNER R. « Integration of the Kohonen's self-organising map and k-means algorithm for the segmentation of the AE data collected during tensile tests on cross-ply composites », NDT&E International, 2005, vol. 38, n°4, p. 299-309.

Godin 2018a : GODIN N., REYNAUD P., FANTOZZI G. « Émission acoustique et durabilité des composites ». Vol. 2. Londres (Royaume-Uni) : ISTE, 2018 190 p. ISBN 9781784064341

Godin 2018b : GODIN N., REYNAUD P., FANTOZZI G. « Contribution of AE analysis in order to evaluate time to failure of ceramic matrix composites », Engineering Fracture Mechanics, 2018. Accepté pour publication

Goldberg 1989 : GOLDBERG D.E. « Genetic Algorithms Search, Optimization and Machine Learning ». 1st ed. Boston (Massachusetts, USA) : Addison-Wesley Longman Publishing Co., 1989, 432 p. ISBN 9788177588293

Green 1988 : GREEN D.J., BREZNY R., NADER, C. « The elastic behavior of partially-sintered materials », MRS Online Proceedings Library Archive, 1988, vol. 119, p. 43–48.

Haslam 2000 : HASLAM J.J., BERROTH K.E., LANGE F.F. « Processing and properties of an all-oxide composite with a porous matrix », Journal of the European Ceramic Society, 2000, vol. 20, p. 607-618.

He 1997 : HE J., CLARKE D.R. « Determination of Fibre Strength Distributions from Bundle Tests Using Optical Luminescence Spectroscopy », Proceedings: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 1997, vol. 453, n°1964, p. 1881-1901.

Heathcote 1999 : HEATHCOTE J.A., GONG X.Y., YANG J.Y., et al. « In-Plane Mechanical Properties of an All-Oxide Ceramic Composite », Journal of the American Ceramic Society, 1999, vol. 82, n°10, p. 2721–2730.

Henry 2012 : HENRY J., ABOURA Z., KHELLIL K., et al. « Suivi de l'endommagement en fatigue d'un composite à renfort interlock carbone/époxy par émission acoustique », Matériaux & Techniques, 2012, vol. 100, n°6-7, p. 643-652.

Hikichi 1987 : HIKICHI Y., NOMURA T. « Melting temperatures of monazite and xenotime », Journal of the American Ceramic Society, 1987, vol. 70, n°10.

Holland 1975 : HOLLAND J.H. « Adaptation in Natural and Artificial Systems ». Ann Arbor (Michigan, USA) : University of Michigan Press, 1975, 183 p. ISBN 9780472084609

Hsu 1981 : HSU N.N., BRECKENRIDGE F.R. « Characterization and Calibration of Acoustic Emission Sensors », Materials Evaluation, 1981, vol. 39, n°1, p. 60-68.

Huchette 2015 : HUCHETTE C., VANDELLOS T., LAURIN, F. « Influence of Intralaminar Damage on the Delamination Crack Evolution ». In RICCIO A. Damage Growth in Aerospace Composites, Cham (Suisse) : Springer International Publishing, 2015, p. 107-140. ISBN 9783319040042

Huguet 2002 : 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 Génie des Matériaux. Lyon : INSA de Lyon, 2002, 153 p.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Iannuccelli 2010 : IANNUCCELLI E., MOMPART F., GELLIN J., et al. « NEMO: a tool for analyzing gene and chromosome territory distributions from 3D-FISH experiments », Bioinformatics, 2010, vol. 26, n°5, p. 696-697.

Jackson 2007 : JACKSON P.R., RUGGLES-WRENN M.B., BAEK S.S., et al. « Compressive creep behavior of an oxide–oxide ceramic composite with monazite fiber coating at elevated temperatures », Materials Science and Engineering A, 2007, vol. 454-455, p. 590-601.

Jain 1999 : JAIN A.K., MURTY M.N., FLYNN P.J. « Data clustering: a review », ACM Computing Surveys (CSUR) , 1999, vol. 31, n°3, p. 264–323.

Jeng 1993 : JENG D.Y., RAHAMAN M.N. « Sintering and crystallization of mullite powder prepared by sol-gel processing », Journal of Materials Science, 1993, vol. 28, n°18, p. 4904–4909.

Johnson 2002 : JOHNSON M. « Waveform based clustering and classification of AE transients in composite laminates using principal component analysis », NDT&E International, 2002, vol. 35, n°6, p. 367–376.

Jurf 2000 : JURF R.A., BUTNER S.C. « Advances in oxide-oxide CMC », Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, 2000, vol. 122, p. 202-205.

Kamino 1996 : KAMINO Y., HIRATA Y., KAMATA S. « Preparation and mechanical properties of long alumina fiber/alumina matrix composites », Materials Letters, 1996, vol. 28, n°1, p. 161–164.

Kaya 2007 : KAYA F. « Damage assessment of oxide fibre reinforced oxide ceramic matrix composites using acoustic emission », Ceramics International, 2007, vol. 33, n°2, p. 279-284.

Kaya 2009 : KAYA C., KAYA F., BUTLER E.G., et al. « Development and characterisation of high-density oxide fibre-reinforced oxide ceramic matrix composites with improved mechanical properties », Journal of the European Ceramic Society, 2009, vol. 29, n°9, p. 1631-1639.

Keller 2003 : KELLER K.A., MAH T.-I., PARTHASARATHY T.A., et al. « Effectiveness of Monazite Coatings in Oxide/Oxide Composites after Long-Term Exposure at High Temperature », Journal of the American Ceramic Society, 2003, vol. 86, n°2, p. 325–332.

Keller 2014 : KELLER K.A., JEFFERSON G., KERANS R.J. « Oxide–Oxide Composites ». In BANSAL N.P., LAMON J. Ceramic Matrix Composites. Hoboken (New Jersey, USA) : John Wiley & Sons, Inc., 2014, p. 236–272. ISBN 9781118832899

Kerans 1989 : KERANS R.J., HAY R., PAGANO N.J., et al. « The Role of Fiber/Matrix Interface in Ceramic Matrix Composites », American Ceramic Society Bulletin, vol. 68, p. 429-442, 1989.

Kharrat 2018 : KHARRAT M., PLACET V., RAMASSO E., et al. « Influence of damage accumulation under fatigue loading on the AE-based health assessment of composite materials: Wave distortion and AE-features evolution as a function of damage level », Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2018, vol. 109, p. 615-627.

Kostopoulos 2003 : KOSTOPOULOS V., LOUTAS T., KONTSOS A., et al. « On the identification of the failure mechanisms in oxide/oxide composites using acoustic emission », NDT&E International, 2003, vol. 36, n°8, p. 571-580.

Lange 1995 : LANGE L., TU W.C., EVANS A.G. « Processing of damage-tolerant, oxidation-resistant ceramic matrix composites by a precursor infiltration and pyrolysis method », Materials Science and Engineering: A, 1995, vol. 195, p. 145-150.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Le Gall 2016a : LE GALL T., GODIN N., MONNIER T., et al. « Acoustic Emission modeling from the source to the detected signal: model validation and identification of relevant descriptors », Journal of Acoustic Emission, 2016, vol. 34, p. 59-64.

Le Gall 2016b : LE GALL T. « Simulation de l'émission acoustique: Aide à l'identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement ». Thèse Génie des Matériaux. Lyon : INSA de Lyon, 2016, 240 p.

Levi 1998 : LEVI C.G., YANG J.Y., DALGLEISH B.J., et al. « Processing and Performance of an All-Oxide Ceramic Composite », Journal of the American Ceramic Society, 1998, vol. 81, n°8, p. 2077–2086.

Mah 2015 : MAH T.I., KELLER K.A., KERANS R.J., et al. « Reduced Cracking in Oxide Fiber-Reinforced Oxide Composites via Freeze-Dry Processing », Journal of the American Ceramic Society, 2015, vol. 98, n°5, p. 1437-1443.

Maillet 2012 : MAILLET E. « Identification des Mécanismes d'endommagement et prévision de la durée de vie des composites à matrice céramique par émission acoustique ». Thèse Génie des Matériaux. Lyon : INSA de Lyon, 2012, 291 p.

Maillet 2015 : MAILLET E., BAKER C., MORSCHER G.N., et al. « Feasibility and limitations of damage identification in composite materials using acoustic emission », Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2015, vol. 75, p. 77-83.

Maire 2007 : MAIRE E., CARMONA V., COURBON J., et al. « Fast X-ray tomography and acoustic emission study of damage in metals during continuous tensile tests », Acta Materialia, 2007, vol. 55, n°20, p. 6806-6815.

Maire 2016 : MAIRE E., LHUISSIER P., SALVO L. « Tomographie aux rayons X synchrotron appliquée à la science des matériaux ». In Techniques de l'Ingénieur, réf. n° M4398, 2016. Disponible sur : https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/methodes-de-caracterisation-et-d-analyse-des-metaux-et-alliages-42532210/tomographie-aux-rayons-x-synchrotron-appliquee-a-la-science-des-materiaux-m4398/

Mall 2008 : MALL S., AHN J.M. « Frequency effects on fatigue behavior of Nextel™ 720/alumina at room temperature », Journal of the European Ceramic Society, 2008, vol. 28, n°14, p. 2783-2789.

Marshall 2001 : MARSHALL D.B., DAVIS J.B. « Ceramics for future power generation technology: fiber reinforced oxide composites », Current Opinion in Solid State and Materials Science, 2001, vol. 5, n°4, p. 283-289.

Mattoni 2001 : MATTONI M.A., YANG J.Y., LEVI C.G., et al. « Effects of Matrix Porosity on the Mechanical Properties of a Porous-Matrix, All-Oxide Ceramic Composite », Journal of the American Ceramic Society, 2001, vol. 84, n°11, p. 2594–2602.

Mazars 2017 : MAZARS V., CATY O., COUEGNAT G., et al. « Damage investigation and modeling of 3D woven ceramic matrix composites from X-ray tomography in-situ tensile tests », Acta Materialia, 2017, vol. 140, p. 130-139.

McQueen 1967 : McQUEEN J. « Some methods for classification and analysis of multivariate observations ». In LE CAM L.M., NEYMAN J. Proceedings of the fifth Berkeley symposium on mathematical statistics and probability. Vol. 1. Los Angeles (Californie, USA) : University of California Press, 1967, p. 281–297. ISSN 0097-0433

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Minak 2009 : MINAK G., MORELLI P., ZUCCHELLI A. « Fatigue residual strength of circular laminate graphite–epoxy composite plates damaged by transverse load », Composites Science and Technology, 2009, vol. 69, n°9, p. 1358-1363.

Moevus 2007 : MOEVUS M. « Mécanismes d'endommagement, émission acoustique et durée de vie en fatigue statique du composite SiC-[Si-B-C] aux températures intermédiaires ». Thèse Génie des Matériaux. Lyon : INSA de Lyon, 2007, 275 p.

Moevus 2008 : MOEVUS M., GODIN N., R'MILI M., et al. « Analysis of damage mechanisms and associated acoustic emission in two SiCf/[Si-B-C] composites exhibiting different tensile behaviours. Part II: Unsupervised acoustic emission data clustering », Composites Science and Technology, 2008, vol. 68, n°6, p. 1258-1265.

Momon 2012 : MOMON S., GODIN N., REYNAUD P., et al. « Unsupervised and supervised classification of AE data collected during fatigue test on CMC at high temperature », Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2012, vol. 43, n°2, p. 254-260.

Morgan 1995 : MORGAN P.E., MARSHALL D.B. « Ceramic composites of monazite and alumina », Journal of the American Ceramic Society, 1995, vol. 78, n°6, p. 1553–1563.

Morizet 2016 : MORIZET N., GODIN N., TANG J., et al. « Classification of acoustic emission signals using wavelets and Random Forests : Application to localized corrosion », Mechanical Systems and Signal Processing, 2016, vol. 70-71, p. 1026-1037.

Morscher 1999 : MORSCHER G.N. « Modal Acoustic Emission of Damage Accummulation in Woven SiC/SiC at Elevated Temperatures ». In THOMPSON D.O., CHIMENTI D.E. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation. New-York (USA) : Springer, 1999, p. 419–426. ISBN 9781461559474

Morscher 2002 : MORSCHER G.N., GYEKENYESI A.L. « The velocity and attenuation of acoustic emission waves in SiC/SiC composites loaded in tension », Composites Science and Technology, 2002, vol. 62, n°9, p. 1171–1180.

Morscher 2004 : MORSCHER G.N. « Stress-dependent matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites », Composites Science and Technology, 2004, vol. 64, n°9, p. 1311-1319.

Mouchon 1995 : MOUCHON E., COLOMBAN P. « Oxide ceramic matrix/oxide fibre woven fabric composites exhibiting dissipative fracture behaviour », Composites, 1995, vol. 26, n°3, p. 175–182.

Nagarajan 1971 : NAGARAJAN A. « Ultrasonic Study of Elasticity-Porosity Relationship in Polycrystalline Alumina », Journal of Applied Physics, 1971, vol. 42, n°10, p. 3693-3696.

Naslain 1993 : NASLAIN R. « Fibre-matrix interphases and interfaces in ceramic matrix composites processed by CVI », Composites Interfaces, 1993, vol. 1, n°3, p. 253–286.

NF EN 1330-9 2017 : AFNOR. « Essais non destructifs - Terminologie - Partie 9 : termes utilisés en contrôle par émission acoustique ». NF EN 1330-9, 2017, 18 p.

Ollion 2013 : OLLION J., COCHENNEC J., LOLL F., et al. « TANGO: a generic tool for high-throughput 3D image analysis for studying nuclear organization », Bioinformatics, 2013, vol. 29, n°14, p. 1840-1841.

O'Sullivan 2017 : O'SULLIVAN J.D.B., BEHNSEN J., STARBORG T., et al. « X-ray micro-computed tomography (μCT): an emerging opportunity in parasite imaging », Parasitology, 2017, vol. 145, n°7, p. 848–854.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Peeters 2004 : PEETERS G. « A large set of audio features for sound description (similarity and classification) in the CUIDADO project ». Rapport Technique. Paris : IRCAM, 2004, 25 p.

Pinot 2015 : PINOT P. « Détermination de la porosité de roches calcaires : méthode et incertitude de mesure ». Revue Française de Métrologie, 2015, vol. 2015-1, n°37, p. 37-53.

Pomarède 2018 : POMAREDE P., MERAGHNI F., PELTIER L., et al. « Damage evaluation in woven glass reinforced polyamide 6.6/6 composites using ultrasound phase-shift analysis and X-ray tomography », Journal of Nondestructive Evaluation, 2018, vol. 37, n°12, p. 1–21.

Poulon-Quintin 2002 : POULON-QUINTIN A. « Comportement mécanique et microstructure de filaments céramiques alumine-zircone pour applications à haute température ». Thèse Science et Génie des Matériaux. Paris : Mines de Paris, 2002, 303 p.

Poulon-Quintin 2004 : POULON-QUINTIN A., BERGER M.H., BUNSELL A.R. « Mechanical and microstructural characterisation of Nextel™ 650 alumina–zirconia fibres », Journal of the European Ceramic Society, 2004, vol. 24, n°9, p. 2769-2783.

Racle 2015 : RACLE E. « Comportement d'un composite à matrice céramique en fatigue et mise en place d'indicateurs d'endommagement par émission acoustique ». Thèse Génie des Matériaux. Lyon : INSA de Lyon, 2015, 265 p.

Racle 2017 : RACLE E., GODIN N., REYNAUD P., et al. « Fatigue Lifetime of Ceramic Matrix Composites at Intermediate Temperature by Acoustic Emission », Materials, 2017, vol. 10, n°658, p. 1-18.

Reynaud 1998 : REYNAUD P., ROUBY D., FANTOZZI G. « Effects of temperature and of oxidation on the interfacial shear stress between fibres and matrix in ceramic-matrix composites », Acta Materialia, 1998, vol. 46, n°7, p. 2461–2469.

Richter 2013 : RICHTER H., HOEHE L. « Numerical modelling of a ceramic matrix composite with porous matrix phase ». In Proceedings of the 13th ONERA-DLR Aerospace Symposium ODAS, 2013.

Rousseeuw 1987 : ROUSSEEUW P.J. « Silhouettes: a graphical aid to the interpretation and validation of cluster analysis », Journal of Computational and Applied Mathematics, 1987, vol. 20, p. 53–65.

Ruggles-Wrenn 2006 : RUGGLES-WRENN M.B., MUSIL S.S., MALL S., et al. « Creep behavior of Nextel™ 610/Monazite/Alumina composite at elevated temperatures », Composites Science and Technology, 2006, vol. 66, n°13, p. 2089-2099.

Ruggles-Wrenn 2014 : RUGGLES-WRENN M.B. « Environmental Effects on Oxide/Oxide Composites ». In BANSAL N.P., LAMON J. Ceramic Matrix Composites. Hoboken (New Jersey, USA) : John Wiley & Sons, Inc., 2014, p. 293-333. ISBN 9781118832899

Russell-Floyd 1993 : RUSSELL-FLOYD R.S., HARRIS B., COOKE R.G., et al. « Application of Sol-Gel Processing Techniques for the Manufacture of Fiber-Reinforced Ceramics », Journal of the American Ceramic Society, 1993, vol. 76, n°10, p. 2635–2643.

Saleh 2009 : SALEH K., GUIGON P. « Caractérisation et analyse des poudres: Propriétés physiques des solides divisés ». In Techniques de l'Ingénieur, réf. n°J2251, 2009. Disponible sur : https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/principes-de-formulation-42489210/caracterisation-et-analyse-des-poudres-j2251/

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Sause 2010 : SAUSE M.G.R., HORN S. « Simulation of Acoustic Emission in Planar Carbon Fiber Reinforced Plastic Specimens », Journal of Nondestructive Evaluation, 2010, vol. 29, n°2, p. 123-142.

Schilling 2005 : SCHILLING P.J., KAREDLA B.R., TATIPARTHI A.K., et al. « X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites », Composites Science and Technology, 2005, vol. 65, n°14, p. 2071-2078.

Schmücker 2006 : SCHMÜCKER M., FLUCHT F., SCHNEIDER H. « Temperature Stability of 3M Nextel™ 610, 650, and 720 Fibers - A Microstructural Study ». In KRENKEL W., NASLAIN R., SCHNEIDER H. High Temperature Ceramic Matrix Composites, 2nd Ed. Weinheim (Allemagne) : Wiley-VCH, 2006, p. 73–78. ISBN 9783527303205

Scott 2011 : SCOTT A.E., MAVROGORDATO M., WRIGHT P., et al. « In situ fibre fracture measurement in carbon–epoxy laminates using high resolution computed tomography », Composites Science and Technology, 2011, vol. 71, n°12, p. 1471-1477.

Sevener 2017 : SEVENER K.M., TRACY J.M., CHEN Z., et al. « Crack opening behavior in ceramic matrix composites », Journal of the American Ceramic Society, 2017, vol. 100, n°10, p. 4734-4747.

Sibil 2011 : SIBIL A. « Comportement thermomécanique et endommagement de nouveaux réfractaires verriers à très haute teneur en zircone: investigation des mécanismes de fissuration par EBSD et émission acoustique ». Thèse Génie des Matériaux. Lyon : INSA de Lyon, 2011, 282 p.

Sibil 2012 : SIBIL A., GODIN N., R'MILI M., et al. « Optimization of Acoustic Emission Data Clustering by a Genetic Algorithm Method », Journal of Nondestructive Evaluation, 2012, vol. 31, n°2, p. 169-180.

Simon 2005 : SIMON R.A. « Progress in Processing and Performance of Porous-Matrix Oxide/Oxide Composites », International Journal of Applied Ceramic Technology, 2005, vol. 2, n°2, p. 141–149.

Spriggs 1961 : SPRIGGS R.M. « Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide », Journal of the American Ceramic Society, 1961, vol. 44, n°12, p. 628-629.

Tu 1996 : TU W.C., LANGE F.F., EVANS A.G. « Concept for damage tolerant CMC with strong interfaces », Journal of the American Ceramic Society, 1996, vol. 79, n°2, p. 417-424.

Vecina 2014 : VECINA B. « Etude et développement d'un dispositif d'analyse du comportement mécanique de composites à matrice céramique sous sollicitation de traction à chaud par tomographie : rapport de stage ». Talence : ENSAM Talence, 2014, 36 p.

Washburn 1921 : WASHBURN E.W. « The dynamics of capillary flow », The Physical Review, 1921, vol. 17, n°3, p. 273-283.

Weaver 2006 : WEAVER J.H., RANNOU J., MATTONI M.A., et al. « Interface Properties in a Porous-Matrix Oxide Composite », Journal of the American Ceramic Society, 2006, vol. 89, n°9, p. 2869–2873.

Wilson 1997 : WILSON D.M. « Statistical tensile strength of Nextel™ 610 and Nextel™ 720 fibres », Journal of Materials Science, 1997, vol. 32, p. 2535-2542.

Wilson 2013 : WILSON D.M. « New High Temperature Oxide Fibers ». Saint-Paul (Minesota-USA) : 3M, 2016.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Wright 2010 : WRIGHT P., MOFFAT A., SINCLAIR I., et al. « High resolution tomographic imaging and modelling of notch tip damage in a laminated composite », Composites Science and Technology, 2010, vol. 70, n°10, p. 1444-1452.

Yang 2009 : YANG J.Y., WEAVER J.H., ZOK F.W., et al. « Processing of Oxide Composites with Three-Dimensional Fiber Architectures », Journal of the American Ceramic Society, 2009, vol. 92, n°5, p. 1087-1092.

Young 1970 : YOUNG W.S., CUTLER I.B. « Initial sintering with constant rates of heating », Journal of the American Ceramic Society, 1970, vol. 53, n°12, p. 659–663.

Yu 2016 : YU B., BLANC R., SOUTIS C., et al. « Evolution of damage during the fatigue of 3D woven glass-fibre reinforced composites subjected to tension–tension loading observed by time-lapse X-ray tomography », Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2016, vol. 82, p. 279-290.

Zawada 2003 : ZAWADA L.P., HAY R.S., LEE S.S., et al. « Characterization and High-Temperature Mechanical Behavior of an Oxide/Oxide Composite », Journal of the American Ceramic Society, 2003, vol. 86, n°6, p. 981–990.

Zeng 1999 : ZENG W., GAO L., GUI L., et al. « Sintering kinetics of α-Al 2 O 3 powder », Ceramics International, 1999, vol. 25, n°8, p. 723–726.

Zok 2001 : ZOK F.W., LEVI C.G. « Mechanical properties of porous-matrix ceramic composites », Advanced Engineering Materials, 2001, vol. 3, n°1-2, p. 15-23.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Tables des annexes

ANNEXE 1 : PROTOCOLE D'ANALYSE DES HETEROGENEITES PAR TRAITEMENTS D'IMAGES 191

ANNEXE 2 : DEFINITION DES DESCRIPTEURS DES SIGNAUX D'EMISSION ACOUSTIQUE ... 198

ANNEXE 3 : REPETABILITE DU CRITERE DE SEVERITE 200

ANNEXE 4 : EFFET DES CYCLES DE DECHARGE-RECHARGE SUR L'ACTIVITE ACOUSTIQUE 205

ANNEXE 5 : IDENTIFICATION DE LA SIGNATURE ACOUSTIQUE DES RUPTURES DE FIBRES LORS D'ESSAIS DE TRACTION SUR FIL 207

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe 1 : Protocole d'analyse des hétérogénéités par traitements d'images

Le protocole d'analyse des hétérogénéités à partir de reconstruction µ-tomographique mis en place est composé de quatre étapes principales : la détermination de la valeur du seuil des porosités puis l'isolement de chacune des familles d'hétérogénéités. Ce protocole a été mis en place sous ImageJ, il peut être appliqué à des images 3D. Dans cette annexe, le protocole est appliqué à une reconstruction µ-tomographique en 2D (vue du dessus) d'un échantillon provenant de la nuance C (Image A – Figure A1-1).

Détermination de la valeur du seuillage des porosités

La valeur de seuillage des porosités est calculée à partir de l'image représentant les gradients de niveaux de gris (Image B – Figure A1-1). Un fort gradient caractérise la frontière entre une porosité et le matériau.

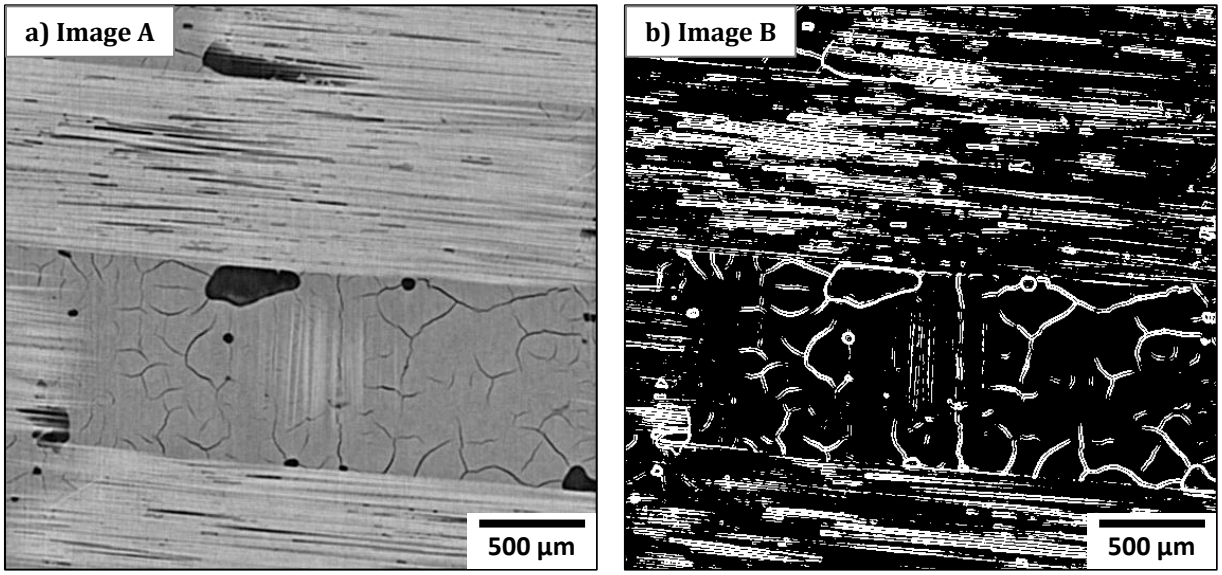

Figure A1-1 – a) Image A : Reconstruction tomographique 2D en vue de dessus d'un échantillon de la nuance C, b) Image B : Image débruitée des gradients de niveaux de gris de l'image A

Plusieurs seuillages sont effectués afin de déterminer la valeur optimale de seuil des porosités. Une détection de contour est appliquée pour chaque image seuillée (Figure A1-2). L'image seuillée dont les contours minimise la différence avec l'image représentant les gradients de niveaux de gris (Image B – Figure A1-1) est conservée.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

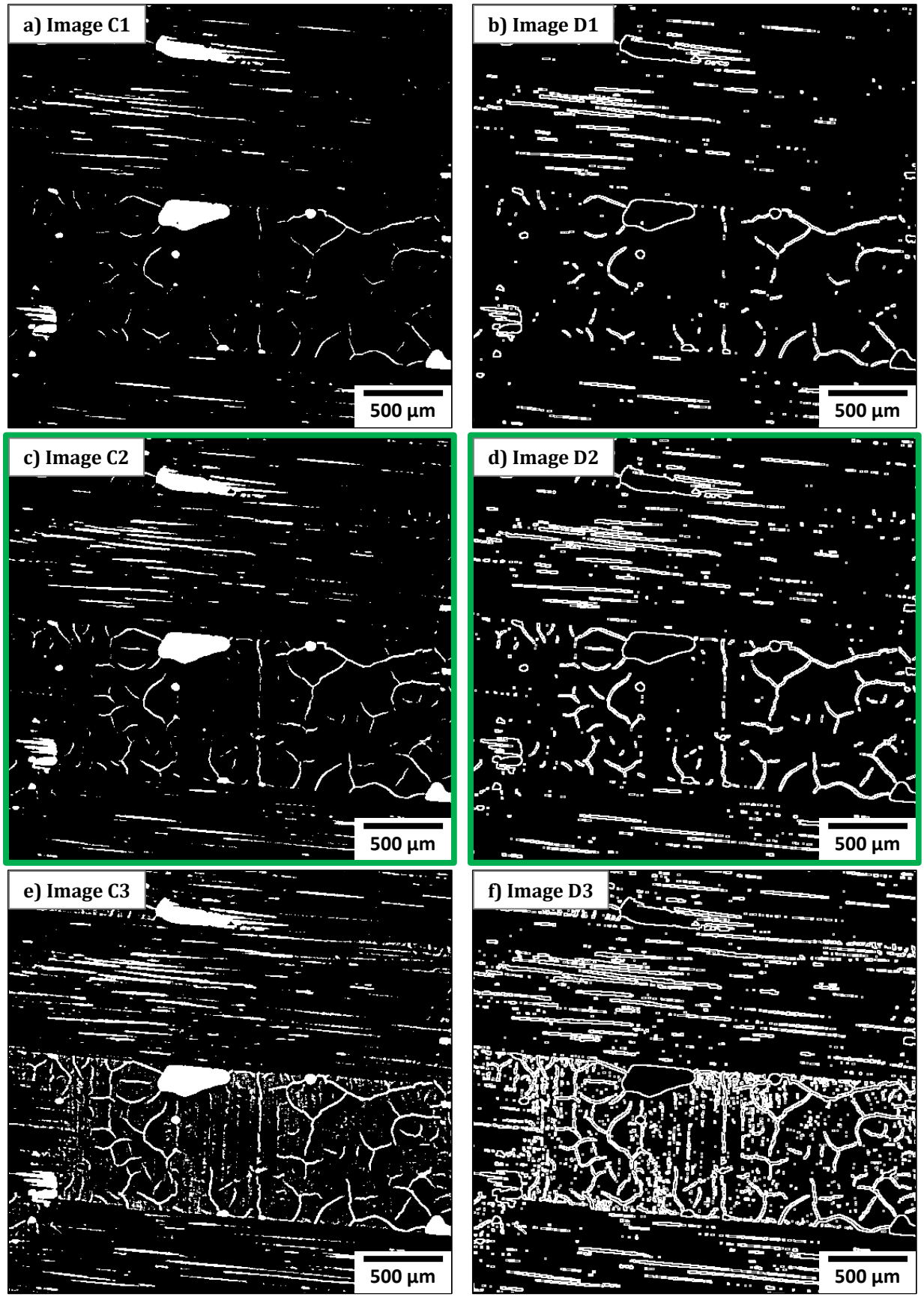

Figure A1-2 – Détermination de la valeur du seuil des porosités ; a) Image C1 : Image A seuillée à un niveau de gris de 131 ; b) Image D1 : Contours de l'image C1 (différence avec Image B : 14%) ; c) Image C2 : Image A seuillée à un niveau de gris de 141 ; d) Image D2 : Contours de l'image C2 (différence avec Image B : 12%) ; e) Image C3 : Image A seuillée à un niveau de gris de 151 ; f) Image D3 : Contours de l'image C3 (différence avec Image B : 16%)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Dans le cas présenté en Figure A1-2, plusieurs valeur de seuillage ont été appliquée à l'image initiale (Figure A1-3). Dans cet exemple, il s'agit de l'Image D2 qui minimise cette différence avec un écart de 12% par rapport à l'image B (14% pour l'image D1 et 16% pour l'image D3). Le seuil appliqué est donc celui de l'Image C2 (Figure A1-2), cette image représente donc l'ensemble des porosités.

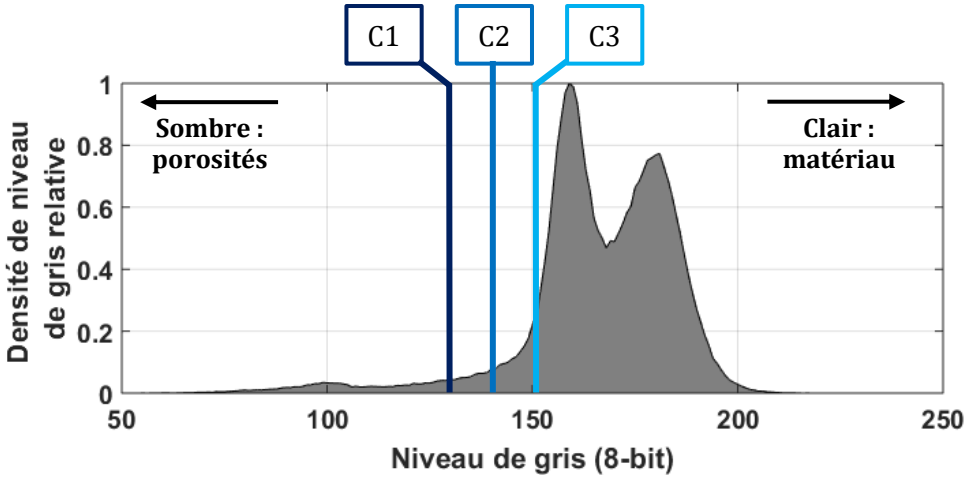

Figure A1-3 – Histogramme des niveaux de gris de l'Image A avec représentation des différents seuils appliqués en Figure A1-2

Détection des porosités intra-fil

Les porosités intra-fil sont détectées à partir de la différence de niveaux de gris des fibres et ceux de la matrice (Figure A1-5). En effet, la matrice microporeuse est moins dense que les fibres, ce qui la rend plus foncée sur les reconstructions µ-tomographiques. Un seuil est appliqué au minimum de densité de niveau de gris entre les fibres et la matrice (Figure A1-4), ce qui permet d'obtenir l'Image E (Figure A1-5).

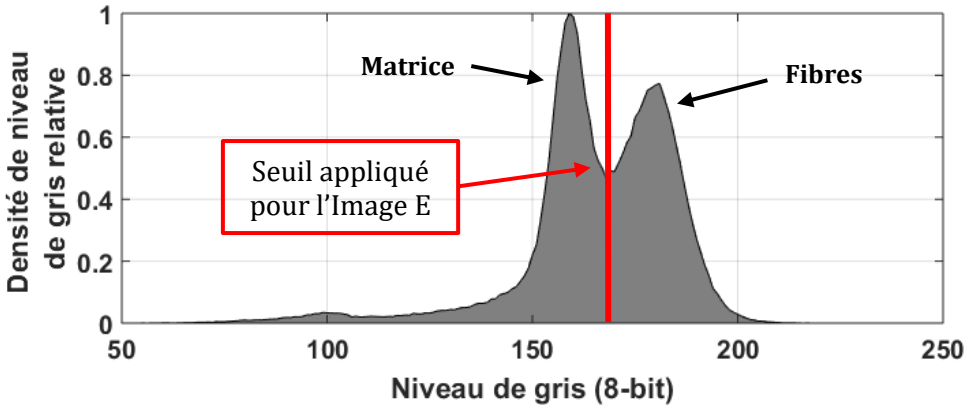

Figure A1-4 – Histogramme des niveaux de gris de l'Image A avec représentation du seuil appliqué pour obtenir l'Image E (Figure A1-5)

Un filtre gaussien est ensuite appliqué à l'Image E afin de créer un masque contenant l'ensemble des fils et les porosités intra-fil (Image F – Figure A1-5). Les porosités intra-fil sont isolées en détectant les pixels blancs en commun entre les Image D2 (représentant l'ensemble des porosités) et l'Image F (Image Intra-fil – Figure A1-5).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

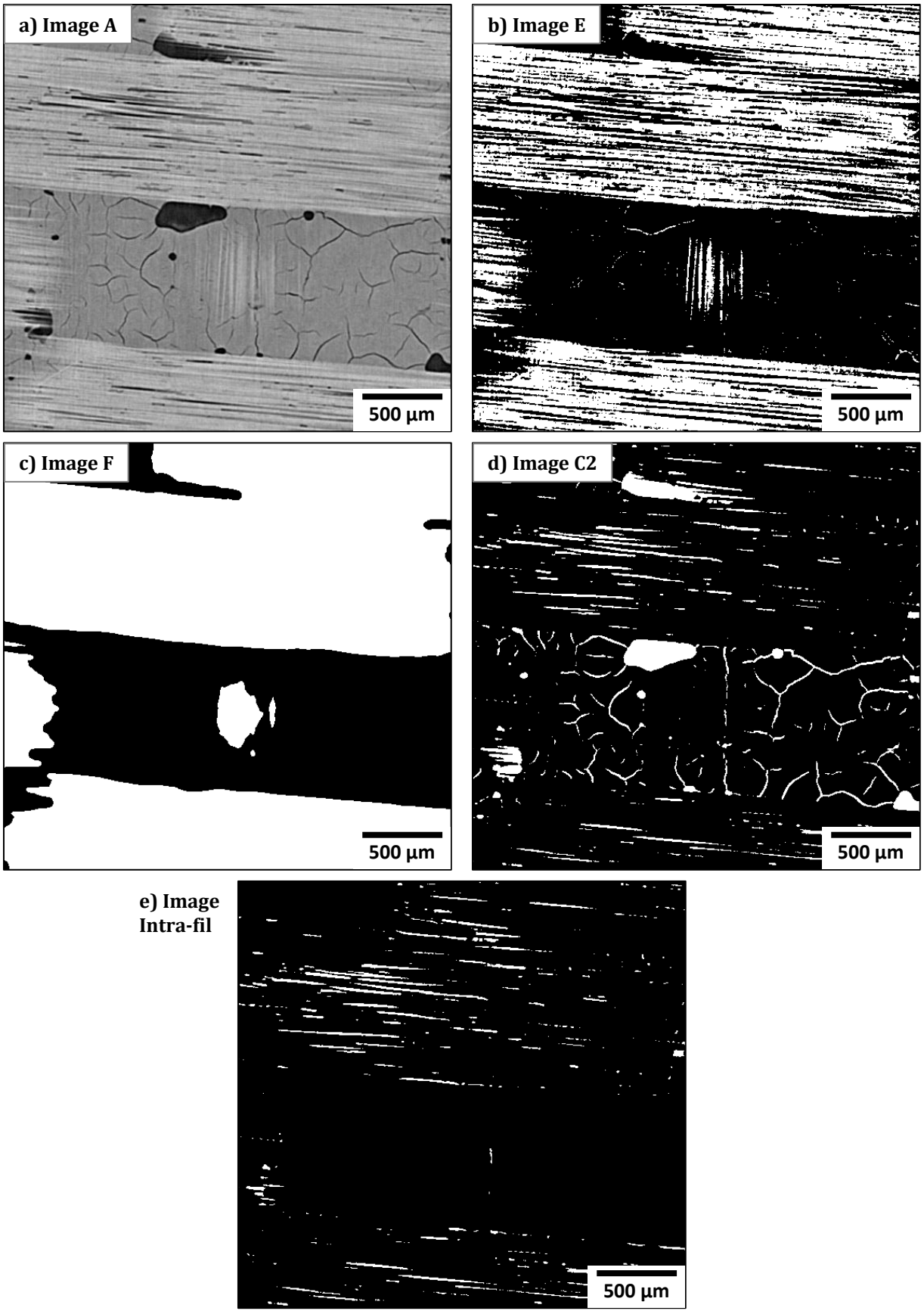

Figure A1-5 – Procédure de détection des porosités intra-fil ; a) Image A : Image initiale ; b) Image E : Seuillage de l'Image A permettant de distinguer les fibres de la matrice ; c) Image F : Application du filtre gaussien à l'Image E ; d) Image C2 : Seuillage de l'Image A permettant de distinguer les porosités ; e) Image Intra-fil : Union des Images F et C2

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Détection des macroporosités

Une réduction de la plage de niveau de gris de l'image initiale (Image A) est préalablement réalisée dans l'optique d'isoler les macroporosités. La borne inférieure de la plage de niveau de gris est placée au niveau de la valeur du seuil de l'Image C2 qui permet d'isoler les porosités (Figure A1-6), l'Image A1 est obtenue (Figure A1-7).

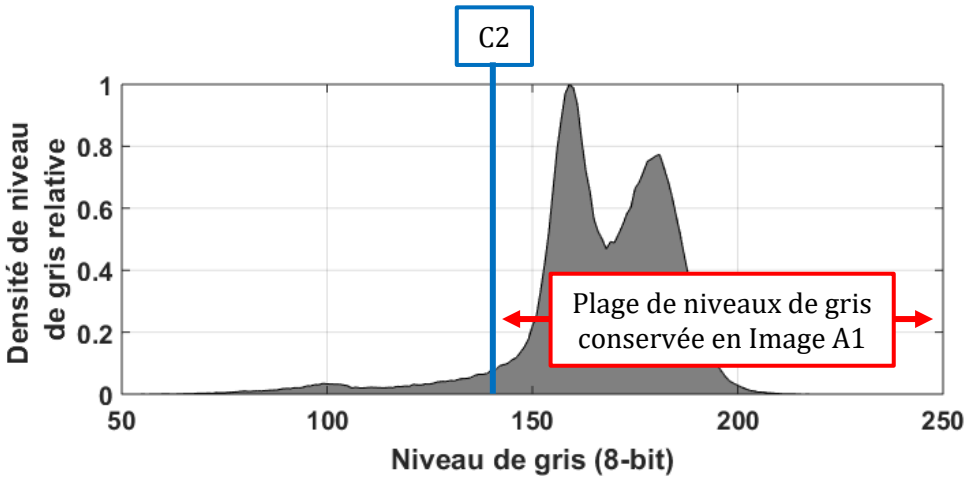

Figure A1-6 – Histogramme des niveaux de gris de l'Image A avec représentation de la plage de niveau de gris de l'Image A1

Une détection des gradients de niveau de gris est ensuite appliquée à l'Image A1 (Image G – Figure A1-7). Les macroporosités étant le seul type d'hétérogénéité de dimensions grandement supérieures à la résolution des images (5 µm), elles apparaissent en noir sur l'Image G (Figure A1-7) car il n'y pas de variation de niveau de gris dans ces zones. Un seuillage de l'Image G à la valeur de niveau de gris 0 est effectué afin de ne conserver que les macroporosités. Un débruitage des images est également appliqué pour obtenir l'Image H (Figure A1-7). Une inversion du niveau de gris de l'Image H permet d'obtenir l'image des macroporosités (Image Macroporosités – Figure A1-7).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

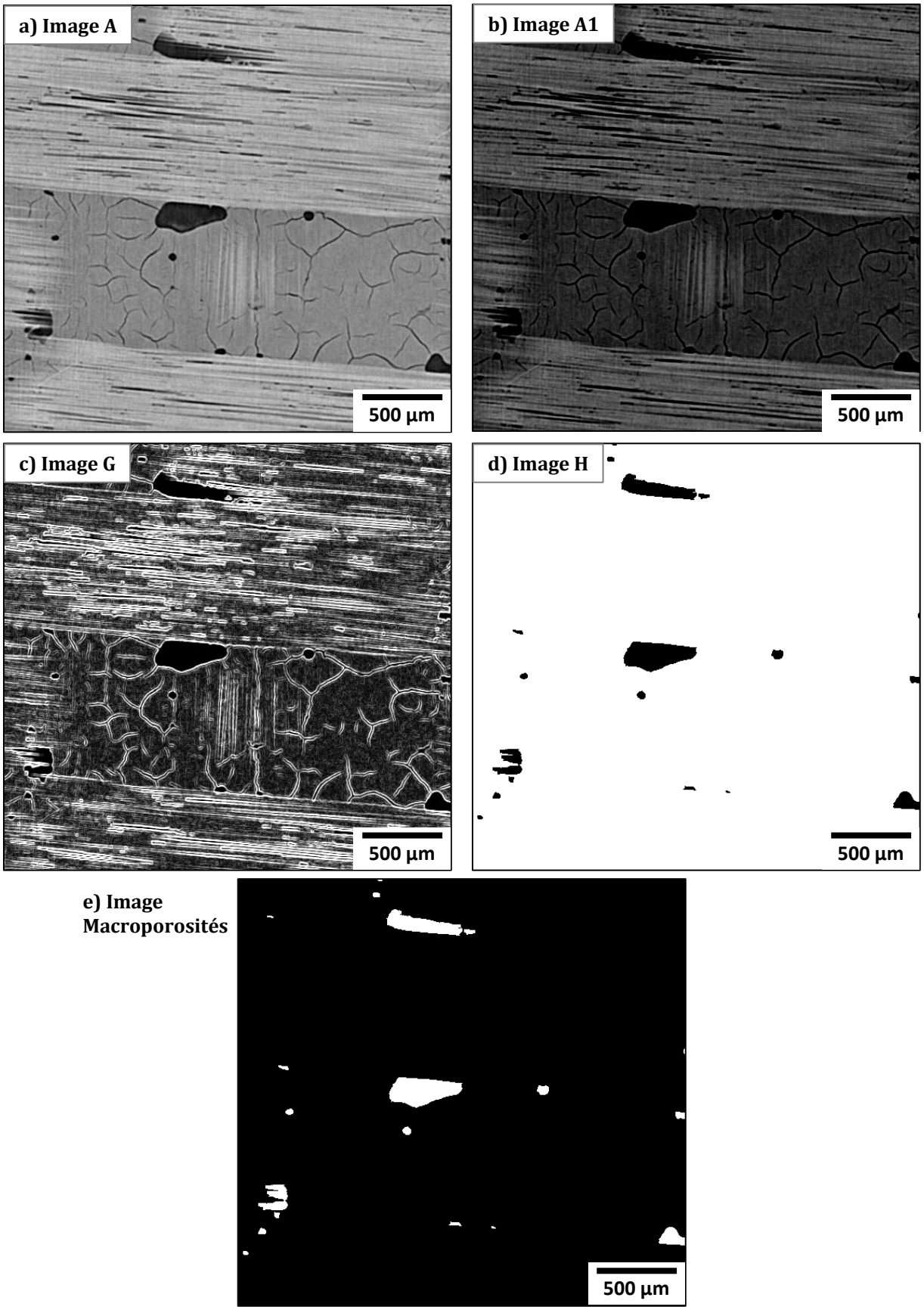

Figure A1-7 – Procédure de détection des macroporosités ; a) Image A : Image initiale ; b) Image A1 : Image A assombrie à la valeur de seuillage de l'Image C2 ; c) Image G : Image des gradients de niveaux de gris de l'Image A1 ; d) Image H : Conservation des pixels noirs (valeur : 0) de l'Image A1, Image débruitée ; e) Image Macroporosités : Inversion des niveaux de gris de l'Image H

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Détection des fissures de retrait

Les fissures de retrait étant les seules hétérogénéités non isolées, une soustraction des Images Intra-fil et Macroporosités sont appliquées à l'Image C2 représentant l'ensemble des porosités (Image Fissures de retrait – Figure A1-8).

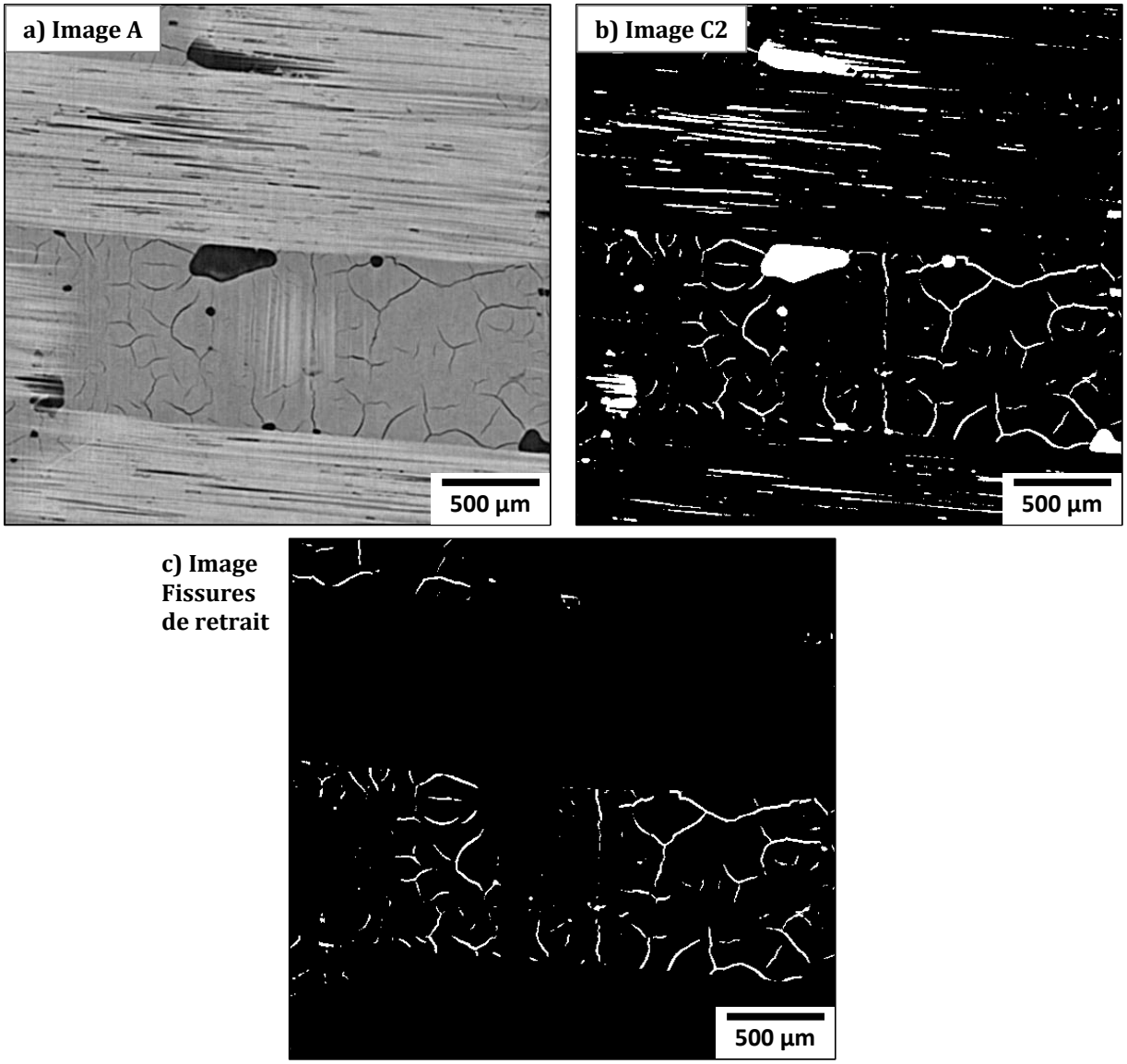

Figure A1-8 – Procédure de détection des fissures de retrait ; a) Image A : Image initiale ; b) I) Image C2 : Seuillage de l'Image A permettant de distinguer les porosités ; c) Image Fissures de retrait : Soustraction de l'Image Macroporosité et de l'Image Porosité intra-fil à l'Image C2

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe 2 : Définition des descripteurs des signaux d'émission acoustique

La caractérisation des signaux d'émission acoustique est effectuée à l'aide de 25 descripteurs. Certains d'entre eux sont utilisés couramment : amplitude, durée, énergie, temps de montée, barycentre fréquentiel, fréquence au pic et puissances partielles. D'autres descripteurs ont également utilisés, ces descripteurs proviennent de l'analyse de la parole [Peeters 2004] et de la combinaison de descripteurs cité précédemment [Moevus 2007].

Le zero-crossing mesure le nombre de fois où la tension du signal change de signe. Le barycentre temporel correspond au temps moyen pondéré par l'enveloppe du signal en énergie (Eq. A2-1).

$$bt = \frac{\sum_t e(t) * t}{\sum_t e(t)} \qquad \textit{Eq. A2-1}$$

avec bt : barycentre temporel
$e(t)$: énergie du signal à l'instant t

L'étalement spectral (*spectral spread*) est déterminé à partir de l'écart-type de la distribution spectrale du signal (Eq. A2-2) entre les bornes f_{inf} et f_{sup} du spectre par rapport au barycentre fréquentiel BF.

$$ES = \sqrt{\frac{\sum_{f_i=f_{inf}}^{f_{sup}} A_i(f_i).(f_i - BF)^2}{\sum_{f_i=f_{inf}}^{f_{sup}} A_i(f_i)}} \qquad \textit{Eq. A2-2}$$

avec ES : étalement spectral
$A(f)$: la densité spectrale à la fréquence f
f_{inf}: borne inférieure du spectre fréquentiel (fixé à 0 kHz)
f_{sup}: borne supérieure du spectre fréquentiel (fixé à 1200 kHz)
BF : barycentre fréquentiel

La dissymétrie spectrale (*spectral skewness*) traduit de l'écart du spectre vis-à-vis d'une distribution normale centrée sur le barycentre fréquentiel BF (Eq. A2-3).

$$DS = \frac{1}{ES^3} \frac{\sum_{f_i=f_{inf}}^{f_{sup}} A_i(f_i).(f_i - BF)^3}{\sum_{f_i=f_{inf}}^{f_{sup}} A_i(f_i)} \qquad \textit{Eq. A2-3}$$

avec DS : dissymétrie spectrale
$A(f)$: la densité spectrale à la fréquence f
f_{inf}: borne inférieure du spectre fréquentiel (fixé à 0 kHz)
f_{sup}: borne supérieure du spectre fréquentiel (fixé à 1200 kHz)
BF : barycentre fréquentiel
ES : étalement spectral

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Le coefficient d'aplatissement (*spectral kurtosis*) mesure la répartition de l'énergie autour du barycentre fréquentiel (Eq. A2-4), ce coefficient vaut 0 dans le cas d'une distribution normale.

$$CA = \frac{1}{ES^4} \frac{\sum_{f_i=f_{inf}}^{f_{sup}} A_i(f_i).(f_i - BF)^4}{\sum_{f_i=f_{inf}}^{f_{sup}} A_i(f_i)} \quad \textit{Eq. A2-4}$$

avec
CA : coefficient d'aplatissement
$A(f)$: la densité spectrale à la fréquence f
f_{inf}: borne inférieure du spectre fréquentiel (fixé à 0 kHz)
f_{sup}: borne supérieure du spectre fréquentiel (fixé à 1200 kHz)
BF : barycentre fréquentiel
ES : étalement spectral

Les fréquences d'ouverture et de coupure correspondent respectivement aux fréquences à partir de laquelle 5% et 95% de l'énergie du spectre fréquentiel a été détectée en partant de la borne inférieure du spectre.

En plus du ratio amplitude sur entropie, sept descripteurs issus de la combinaison de descripteurs sont déterminés (Eq. A2-5 à Eq. A2-11).

Temps de montée relatif	$T_{rel} = RT/D$	***Eq. A2-5***
Ratio durée sur amplitude	$DA = D/A$	***Eq. A2-6***
Temps d'extinction	$T_{ext} = D - RT$	***Eq. A2-7***
Angle de montée	$AM = A/RT$	***Eq. A2-8***
Ratio temps de montée sur temps de descente	$T_{m/d} = RT/(D - RT)$	***Eq. A2-9***
Energie relative	$E_{rel} = E/A$	***Eq. A2-10***
Ratio amplitude sur fréquence	$AF = A/BF$	***Eq. A2-11***

avec
RT : temps de montée du signal
D : durée du signal
A : amplitude du signal
E : énergie du signal
BF : barycentre fréquentiel

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe 3 : Répétabilité du critère de sévérité

Le critère de sévérité de l'activité acoustique a été mis en place dans l'optique de caractériser l'apparition de sources très énergétiques dans le matériau témoignant d'endommagements critiques. Cet indicateur d'endommagement permet d'établir des tendances différentes entre les nuances de matériau étudiées.

Evolution du critère de sévérité lors d'essais de traction dans l'axe des fibres

La nuance A se caractérise par une augmentation brutale de la sévérité et à de faibles niveaux de déformations, inférieurs à 0,15% de déformation. La ruine des éprouvettes est consécutive à cette augmentation de la sévérité (Figure A3-1).

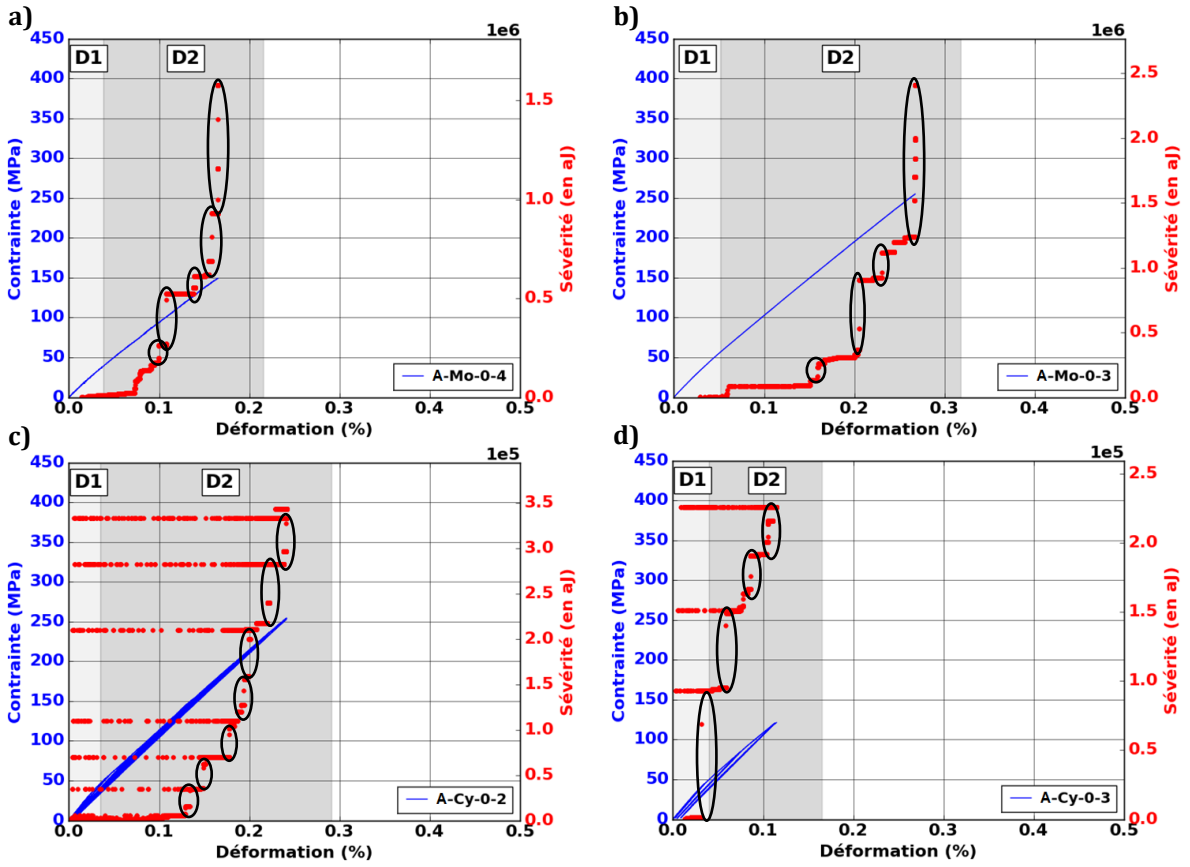

Figure A3-1 – Evolution de la sévérité acoustique et de la contrainte en fonction de la déformation lors des essais de traction monotone et cyclée dans l'axe des fibres sur la nuance A (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) ; a) Essai A-Mo-0-4, b) Essai A-Mo-0-3, c) Essai A-Cy-0-2, d) Essai A-Cy-0-3 ; Ensemble des signaux détectés – capteurs Nano30

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

L'augmentation de la sévérité s'effectue à des niveaux de déformations plus élevés pour la nuance B. Les signaux très énergétiques apparaissent sur une plage de déformation plus grande correspondant au domaine, soit entre 0,10% et 0,35% de déformation. Ce constat atteste de la bonne résistance à l'endommagement de la nuance B (Figure A3-2).

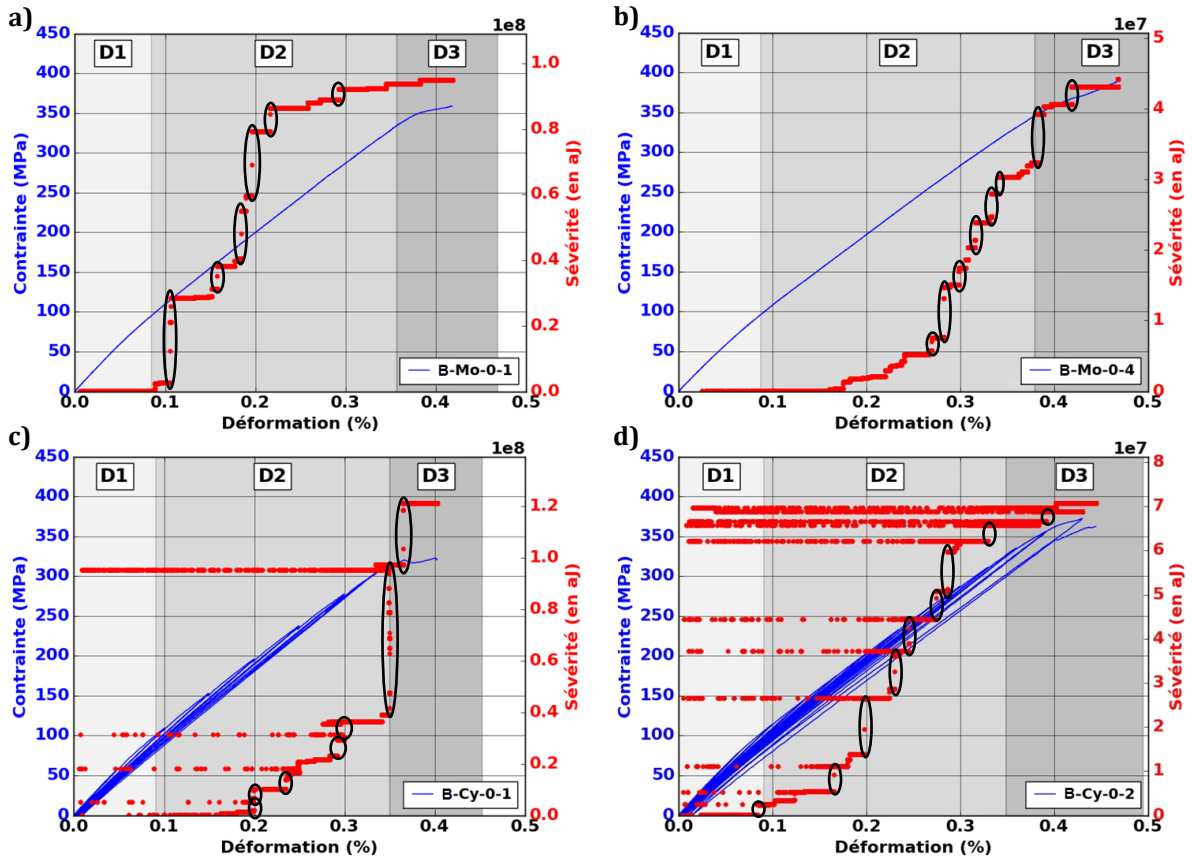

Figure A3-2 – Evolution de la sévérité acoustique et de la contrainte en fonction de la déformation lors des essais de traction monotone et cyclée dans l'axe des fibres sur la nuance B (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) ; a) Essai B-Mo-0-1, b) Essai B-Mo-0-4, c) Essai B-Cy-0-1, d) Essai B-Cy-0-2 ; Ensemble des signaux détectés – capteurs Nano30

La nuance C est caractérisée par l'apparition des sources les plus énergétiques en fin de domaine D2, pour des déformations supérieures à 0,17%. On note cependant une légère augmentation de la sévérité dès 0,10% de déformation pour certains essais (Figure A3-3).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

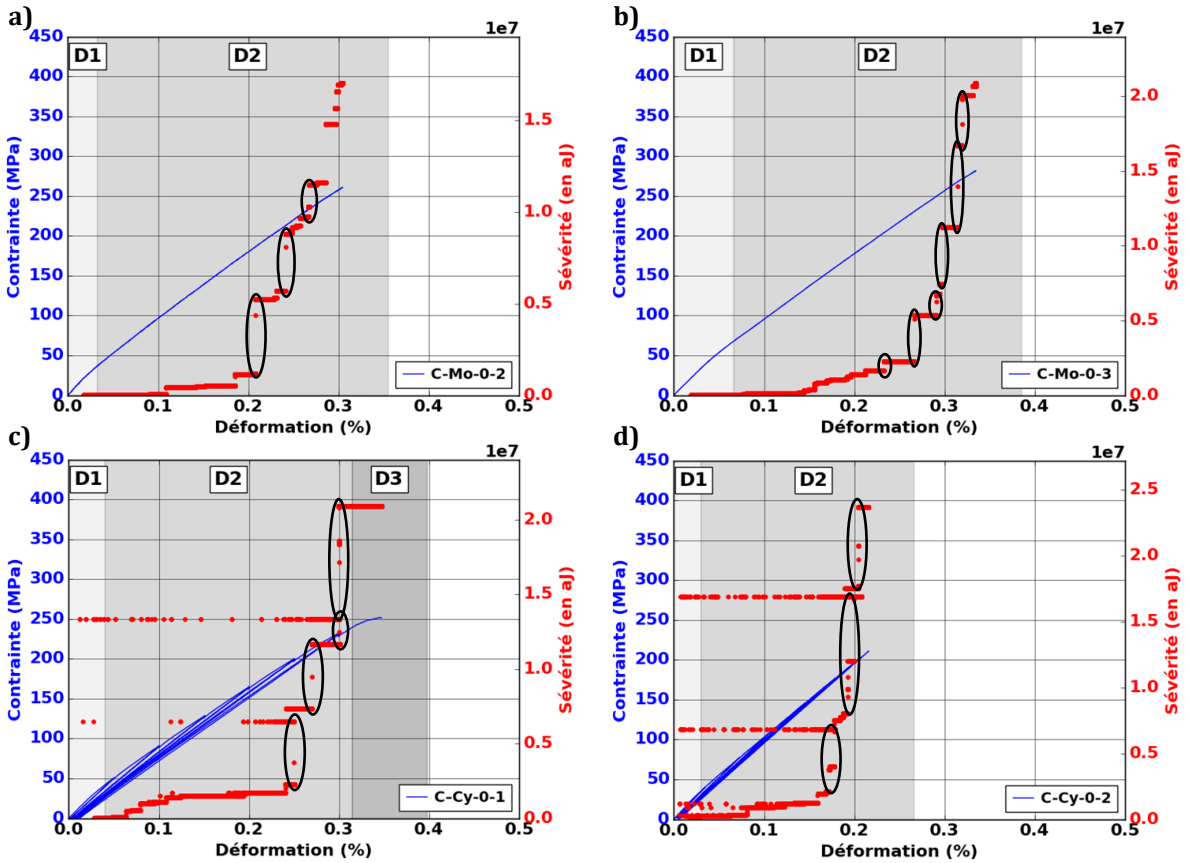

Figure A3-3 – Evolution de la sévérité acoustique et de la contrainte en fonction de la déformation lors des essais de traction monotone et cyclée dans l'axe des fibres sur la nuance C (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) ; a) Essai C-Mo-0-2, b) Essai C-Mo-0-3, c) Essai C-Cy-0-1, d) Essai C-Cy-0-2 ; Ensemble des signaux détectés – capteurs Nano30

Evolution du critère de sévérité lors d'essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Seules les nuances A et B sont présentées dans cette partie car seul un essai en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres a été effectué sur la nuance C.

Comme pour les essais de traction dans l'axe des fibres, l'augmentation de la sévérité s'effectue à de faibles niveaux de déformations, compris entre 0,03% et 0,08%. L'augmentation importante de la sévérité est cohérente avec la chute brutale des propriétés mécaniques après la contrainte maximale observée sur cette nuance (Figure A3-4).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

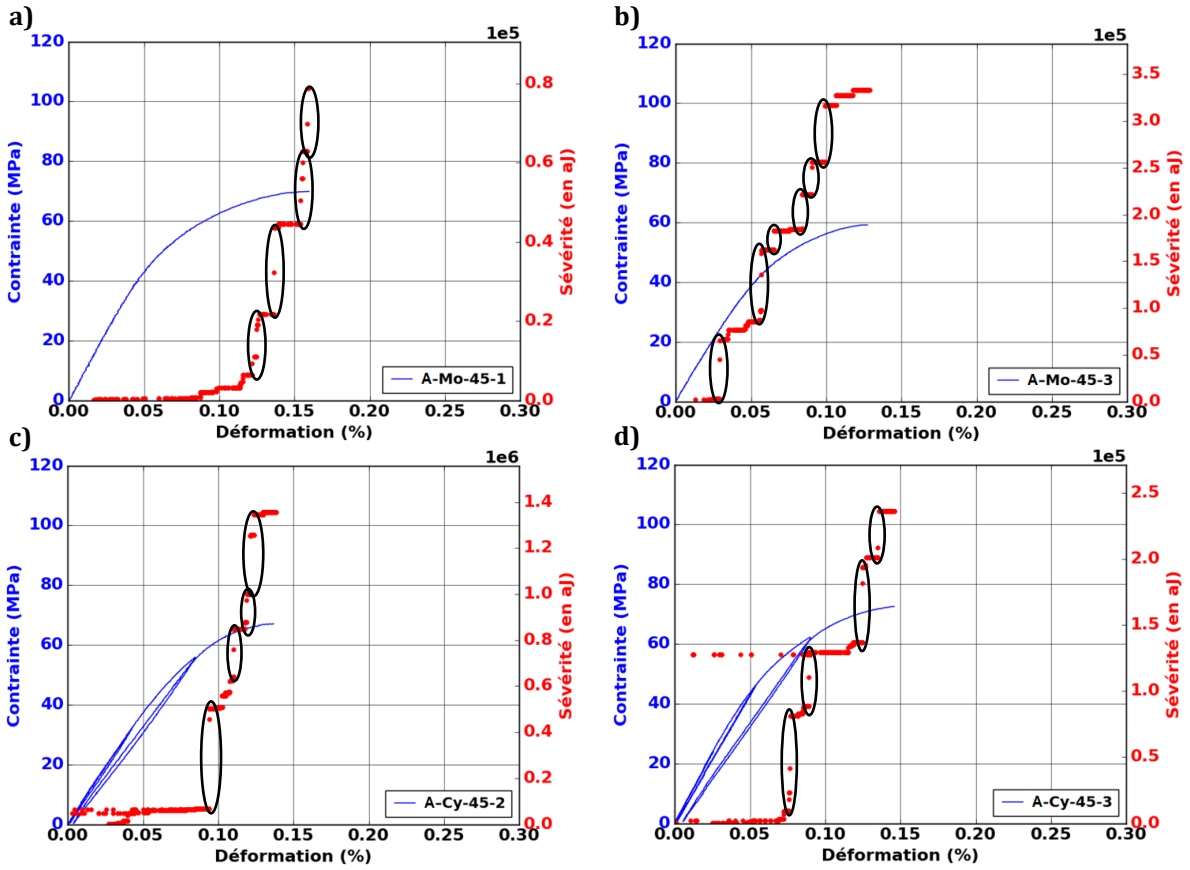

Figure A3-4 – Evolution de la sévérité acoustique et de la contrainte en fonction de la déformation jusqu'à la contrainte maximale lors des essais de traction monotone et cyclée à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance A (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) ; a) Essai A-Mo-45-1, b) Essai A-Mo-45-3, c) Essai A-Cy-45-2, d) Essai A-Cy-45-3 ; Ensemble des signaux détectés – capteurs Nano30

L'augmentation de la sévérité de l'activité acoustique apparaît pour des déformations supérieures à 0,08% pour la nuance B. Ce constat est cohérent avec les propriétés mécaniques obtenues en sollicitation à ±45° par rapport à l'axe des fibres qui sont supérieures à la nuance A. Cette augmentation s'effectue par des sauts témoignant d'endommagement très énergétiques. La détection de sources énergétiques se poursuit jusqu'à la contrainte maximale (Figure A3-5).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

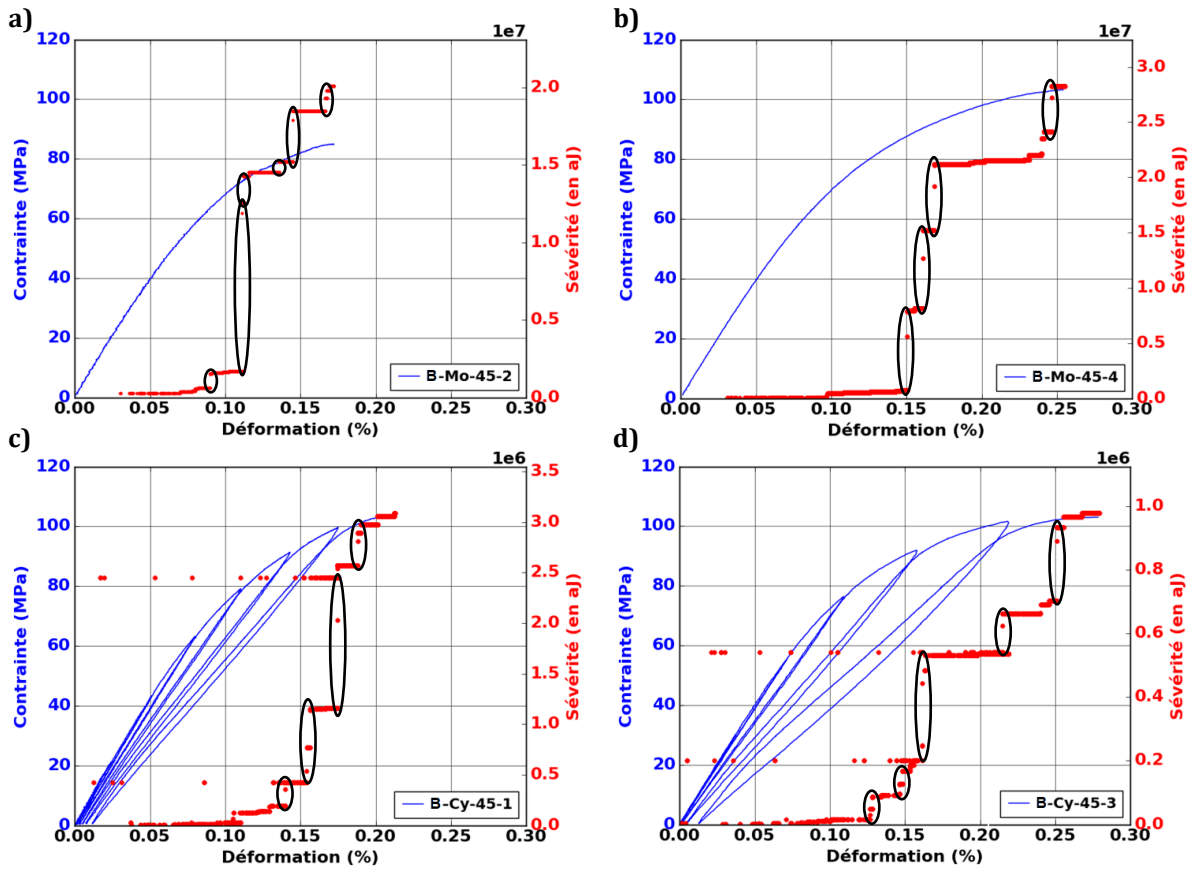

Figure A3-5 – Evolution de la sévérité acoustique et de la contrainte en fonction de la déformation jusqu'à la contrainte maximale lors des essais de traction monotone et cyclée à ±45° par rapport à l'axe des fibres sur la nuance B (les cercles indiquent l'apparition de sources très énergétiques) ; a) Essai B-Mo-45-2, b) Essai B-Mo-45-4, c) Essai B-Cy-45-1, d) Essai B-Cy-45-3 ; Ensemble des signaux détectés – capteurs Nano30

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe 4 : Effet des cycles de décharge-recharge sur l'activité acoustique

L'effet des cycles de décharge-recharge sur l'activité acoustique est étudié au travers le rapport Felicity. Cet indicateur compare le niveau de charge correspondant à la reprise de l'activité acoustique lors de la recharge à la charge maximale atteinte par le matériau au cycle précédent (Eq. A4-1).

$$R_F^N = \frac{F_2}{F_1} = \frac{\sigma_2}{\sigma_1} \qquad \textit{Eq. A4-1}$$

avec R_F : rapport Felicity du cycle N
F_1 ou σ_1 : niveau de force ou de contrainte maximal atteint lors du cycle N-1
F_2 ou σ_2 : niveau de force ou de contrainte correspondant à la reprise de l'activité acoustique lors de la recharge du cycle N

Plus la valeur du rapport Felicity est faible, plus l'effet des cycles a de l'influence sur l'endommagement de la structure. Cet indicateur traduit le caractère irréversible des endommagements apparaissant dans le matériau (Figure A4-1).

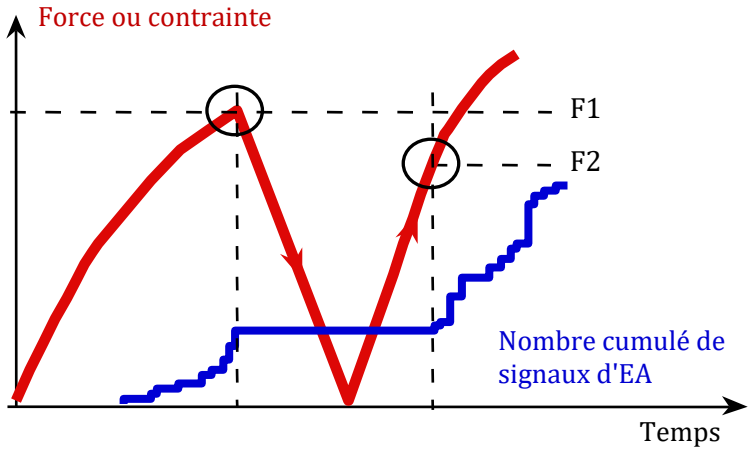

Figure A4-1 - Détermination du rapport Felicity lors d'un essai cyclé [Godin 2018a]

Le rapport Felicity a été calculé lors des essais de traction cyclée dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres. Etant donné la difficulté d'établir la reprise de l'activité acoustique, le rapport Felicity est déterminé lorsque le nombre de sources d'EA enregistrées depuis le début de la recharge atteint 5% du nombre de sources détectées jusqu'à la fin de la recharge.

Evolution du rapport Felicity lors des essais de traction cyclée dans l'axe des fibres

Les premiers cycles de décharge-recharge se caractérisent par un rapport Felicity supérieur à 95% (Figure A4-2). Au-delà de 0,20% de déformation, on remarque une baisse du rapport Felicity pour les nuances B et C. La reprise de l'activité acoustique s'effectue à des niveaux de charge inférieurs à ceux appliqués au cycle précédent. Les rapports Felicity obtenus sur la nuance C se maintiennent au-delà de 95% pour l'ensemble des cycles. Ce constat peut être relié à l'apparition plus modérée de frottements intérieurs sur la nuance C (Figure III-8).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

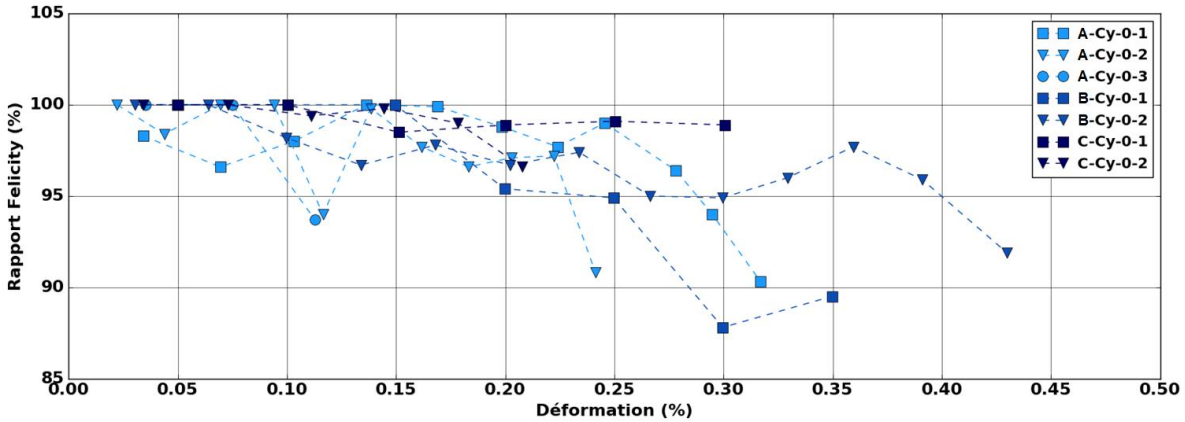

Figure A4-2 – Evolution du rapport Felicity lors des essais de traction cyclée dans l'axe des fibres

Evolution du rapport Felicity lors des essais de traction cyclée à ±45° par rapport à l'axe des fibres

L'effet des cycles de décharge-recharge a également été observé en traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres (Figure A4-3). Une fluctuation assez importante du rapport Felicity est observée, celle-ci peut être reliée à une activité acoustique plus faible lors des essais de traction à ±45° par rapport à l'axe des fibres (Figure III-35). On note une diminution du rapport Felicity dès les premiers cycles de décharge-recharge qui peut être associée à une ouverture des boucles plus importante (Figure III-24) corrélée à une sollicitation des interfaces plus élevée.

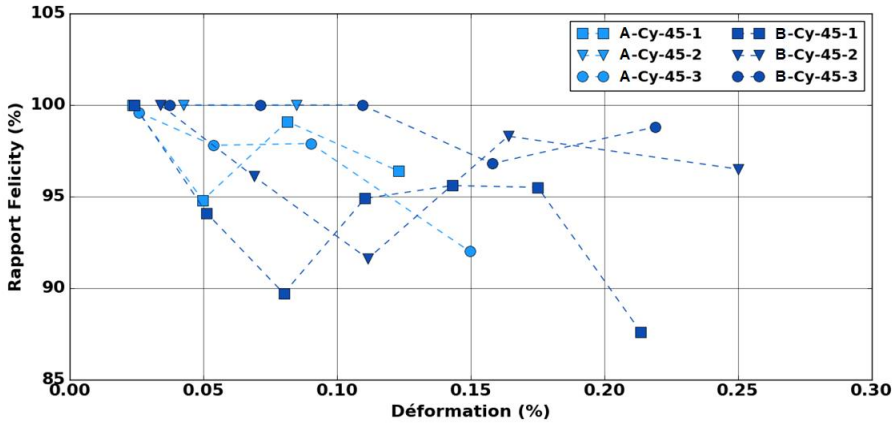

Figure A4-3 – Evolution du rapport Felicity lors des essais de traction cyclée à ±45° par rapport à l'axe des fibres

Les tendances observées sur le rapport Felicity nécessitent néanmoins d'être confirmées sur des essais complémentaires.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe 5 : Identification de la signature acoustique des ruptures de fibres lors d'essais de traction sur fil

Deux essais de traction sur fil ont été réalisés afin de pouvoir caractériser la signature acoustique des ruptures de fibres. Les essais ont été effectués sur machine hydraulique MTS 810 (Figure A5-1), le pilotage des essais est réalisé en déplacement contrôlé afin de pouvoir obtenir des ruptures de fibres unitaires. Les fils testés possèdent environ 2000 fibres, les extrémités du fil sont fixées dans des pré-mors en aluminium à l'aide d'une colle Araldite® bi-composant. La longueur utile des échantillons est de 70 mm. Deux jeux de capteurs Nano30 et PicoHF sont positionnés sur les pré-mors. La procédure de suivi et de post-traitement des signaux d'EA est identique à celle décrite dans le Chapitre II. Seuls les signaux ayant été localisés et détectés par les deux types de capteurs sont analysés, soit respectivement 255 et 447 sources pour les deux essais réalisés. Le faible taux de ruptures de fibres détectées par rapport au nombre de fibres (13% et 22%) est à relier au module de Weibull élevé des fibres Nextel™610, entre 10,9 – 12,1 [Wilson 1997], qui limite la détection de ruptures unitaires par émission acoustique.

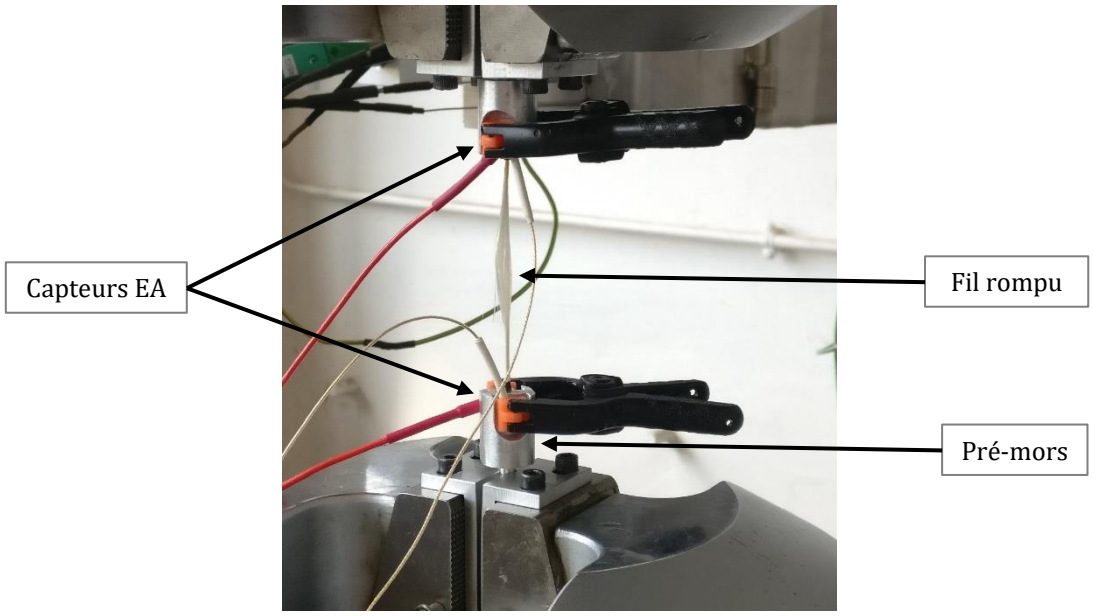

Figure A5-1 – Dispositif de traction sur fil avec suivi de l'émission acoustique

Les caractéristiques des sources associées aux ruptures de fibres sont issues de la fusion des descripteurs provenant des signaux détectés par les capteurs Nano30 et PicoHF. On note que les sources issues des essais de traction sur fil possèdent des amplitudes majoritairement supérieures à 60 dB (Figure A5-2). Les classes 3 et 4 sont également caractérisées par des sources dont les amplitudes sont supérieures à 60 dB. Cependant, une diminution de l'amplitude des signaux caractéristiques des ruptures de fibres de 20 dB est constatée lorsque les ruptures de fibres s'effectuent dans un milieu complexe. Ce phénomène a notamment été observé sur des essais de traction sur fils densifiés (Fibres Hi-Nicalon en carbure de silicium) par rapport à des fils non densifiés (matrice en carbure de silicium) [Moevus 2007]. En effet, le composite est un milieu de propagation plus complexe (matrice microporeuse, macroporosités) qui peut atténuer le signal lié aux ruptures de fibres par rapport aux essais de traction sur fil. Ces résultats ont conduit à inclure les ruptures de fibres dans les classes les moins énergétiques (classe 1 et 2).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

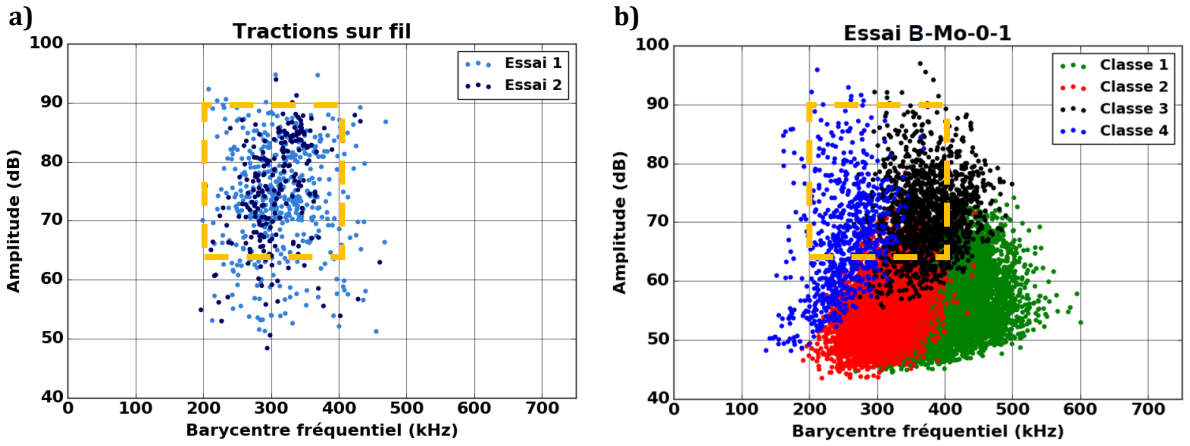

Figure A5-2 – Répartition des sources détectées dans le domaine amplitude-barycentre fréquentiel ; a) Sources localisées lors des essais de traction sur fil, b) Sources classées détectées lors d'un essai de traction sur éprouvette macroscopique dans l'axe des fibres (essai B-Mo-0-1)

En ce qui concerne le contenu fréquentiel, on constate un contenu fréquentiel majoritairement compris entre 200 et 400 kHz (Figure A5-2). Les barycentres fréquentiels des ruptures de fibres sont plus proches des classes majoritairement composées de basses fréquences (classe 2 et 4). La présence de plusieurs interfaces entre la source et les capteurs (colle et pré-mors en aluminium) peut affecter le contenu fréquentiel, il est ainsi difficile d'associer les ruptures de fibre à l'aide du contenu fréquentiel. L'analyse des autres descripteurs ne permet pas de pouvoir associer les ruptures de fibres à une unique classe (Figure A5-3). Des travaux de modélisation des sources d'EA semblent être la meilleure technique pour pouvoir caractériser la propagation des ondes acoustiques dans un matériau complexe.

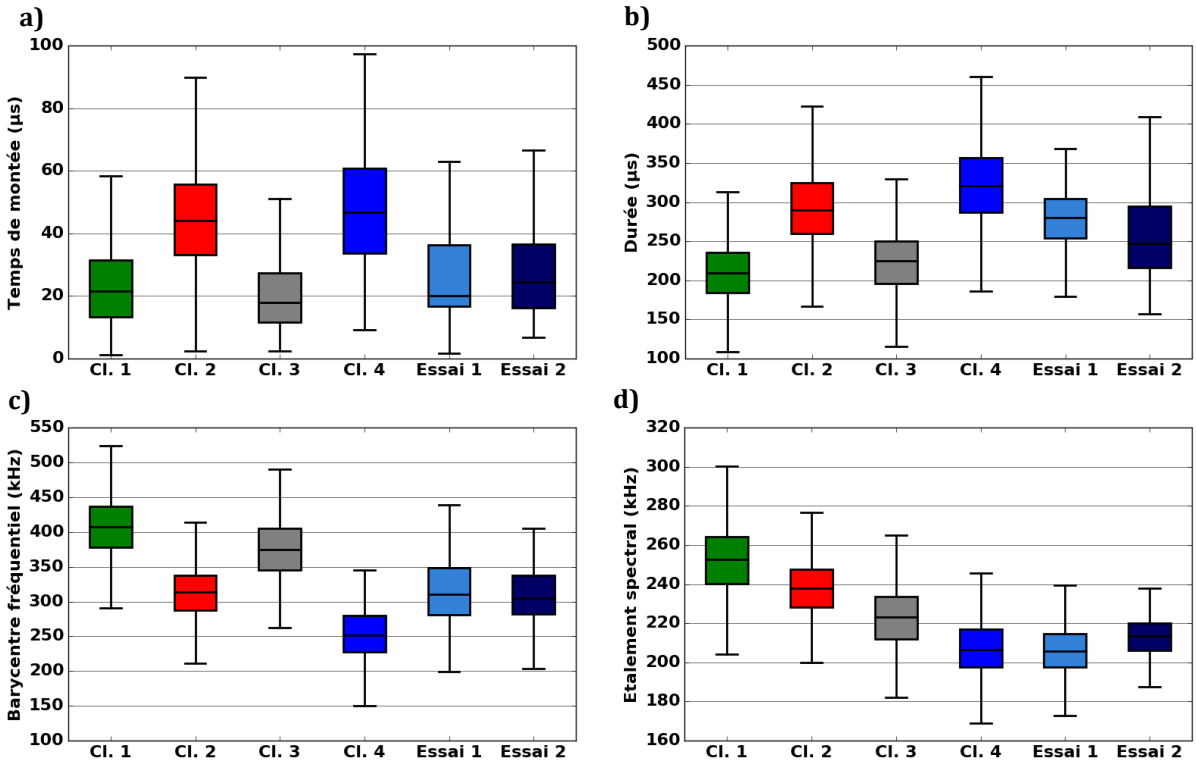

Figure A5-3 – « Boîtes à moustache » représentant la répartition des descripteurs pour chaque classe issue de la partition des sources d'EA lors de l'essai B-Mo-0-1 ainsi que des sources détectées lors des essais de traction sur fil (Essai 1 et Essai 2) ; a) Temps de montée, b) Durée, c) Barycentre fréquentiel, d) Etalement spectral

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

L'étude est réalisée sur trois nuances de composites oxydes à tissage bidimensionnel générées à partir de trois procédés de fabrication différents. Ces procédés conduisent à la mise en place de trois types de microstructures. Des caractérisations morphologiques par porosimétrie et par µ-tomographie sont réalisées afin d'estimer la répartition des hétérogénéités et ainsi d'établir les microstructures représentatives de chaque nuance.

En se basant sur ces analyses, une étude du comportement mécanique des nuances d'étude est réalisée à plusieurs échelles représentatives du matériau. Dans un premier temps, une étude des propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique, est effectuée à l'aide d'essais de traction dans l'axe des fibres et à ±45° par rapport à l'axe des fibres. En parallèle, des essais in-situ sous synchrotron, MEB et microscopie optique sont mis en place afin d'observer l'évolution de l'endommagement des microstructures. Ces observations permettent d'améliorer la compréhension du rôle des hétérogénéités sur l'activation des mécanismes d'endommagement. Le suivi de l'EA (Emission Acoustique) des essais est utilisé pour analyser la cinétique d'endommagement des nuances de composites oxyde. Ce suivi permet de relier les comportements mécaniques obtenus à l'échelle macroscopique avec les observations obtenues à l'échelle microscopique. En plus de l'analyse globale de l'activité acoustique, des classifications des signaux d'EA sont réalisées. Ces classifications se basent sur la détection de sources d'EA à l'aide de deux types de capteurs présentant des caractéristiques différentes. Les informations provenant des deux types de capteurs sont fusionnées, ce qui permet l'obtention de classifications de signaux d'EA plus robuste. Une labellisation des classes est proposée en confrontant les activités de ces classes aux mécanismes d'endommagement observés lors des essais in-situ. Le couplage des informations provenant des essais macroscopiques, des essais in-situ ainsi que de la labellisation des sources d'EA permet d'établir les scénarios d'endommagement de chaque nuance. Il est ainsi possible d'établir le rôle de chaque type d'hétérogénéités sur le comportement mécanique des composites oxydes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés

FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : GUEL DATE de SOUTENANCE : 07/12/2018

Prénoms : Nicolas, Abel, Louis

TITRE : Comportement mécanique de composites oxydes : relations procédé-microstructure-propriétés

NATURE : Doctorat Numéro d'ordre : 2018LYSEI104

Ecole doctorale : Matériaux de Lyon

Spécialité : Génie des matériaux

RESUME :

Cette thèse a pour objectif la compréhension fine du rôle de la microstructure sur les propriétés mécaniques de composites à matrice céramique oxydes, en vue de l'introduction de ce type de matériau dans les futurs moteurs d'aviation civile. L'influence des hétérogénéités induites par la mise en forme de ce matériau est particulièrement investiguée. Ces hétérogénéités semblent favoriser l'apparition et la propagation de mécanismes d'endommagement conduisant à la ruine du matériau.

L'étude est réalisée sur trois nuances de composites oxydes à tissage bidimensionnel générées à partir de trois procédés de fabrication différents. Ces procédés conduisent à la mise en place de trois types de microstructures. Des caractérisations morphologiques par porosimétrie et par µ-tomographie sont réalisées afin d'estimer la répartition des hétérogénéités et ainsi d'établir les microstructures représentatives de chaque nuance.

En se basant sur ces analyses, une étude du comportement mécanique des nuances d'étude est réalisée à plusieurs échelles. Dans un premier temps, une étude des propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique, représentative du matériau est effectuée à l'aide d'essais de traction dans le plan de tissage. En parallèle, des essais in-situ sont mis en place afin d'observer l'évolution de l'endommagement des microstructures. Ces observations permettent d'améliorer la compréhension du rôle des hétérogénéités sur l'activation des mécanismes d'endommagement. Le suivi de l'EA (Emission Acoustique) des essais est utilisé pour analyser la cinétique d'endommagement des nuances de composites oxyde. En plus de l'analyse globale de l'activité acoustique, des classifications des signaux d'EA sont réalisées. Ces classifications se basent sur la détection de signaux d'EA à l'aide de deux types de capteurs présentant des caractéristiques différentes. Une labellisation des classes est proposée en confrontant les activités de ces classes aux mécanismes d'endommagement observés lors des essais in-situ. Le couplage de l'ensemble de ces informations permet de constituer le scénario d'endommagement de chaque nuance. Il est ainsi possible d'établir le rôle de chaque type d'hétérogénéités sur le comportement mécanique des composites oxydes.

MOTS-CLÉS : composites à matrice céramique, endommagement des matériaux, émission acoustique, essais in-situ

Laboratoires de recherche : MATEIS (Matériaux, Ingénierie et Science) – UMR 5510
LCTS (Laboratoire des Composites Thermostructuraux) – UMR 5801

Directrice de thèse : Mme Nathalie GODIN

Président de jury : M. Fodil MERAGHNI Professeur (Arts et Métiers ParisTech – Metz)

Composition du jury :

M. Zoheir ABOURA	Professeur (UTC Compiègne), rapporteur
M. Frédéric LAURIN	Ingénieur de recherche (ONERA Châtillon), rapporteur
Mme Nadia BAHLOULI	Professeur (Université de Strasbourg), examinatrice
M. Fodil MERAGHNI	Professeur (Arts et Métiers ParisTech – Metz), examinateur
Mme Nathalie GODIN	Maître de conférences HDR (INSA de Lyon), directrice de thèse
M. Olivier CATY	Maître de conférences (Bordeaux INP), co-directeur de thèse
M. Pascal REYNAUD	Chargé de recherche CNRS (INSA de Lyon), co-encadrant
M. Florent BOUILLON	Ingénieur (Safran Ceramics), membre invité
M. Stéphane MAHDI	Ingénieur (IRT Saint-Exupéry), membre invité

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2018LYSEI104/these.pdf
© [N. Guel], [2018], INSA Lyon, tous droits réservés