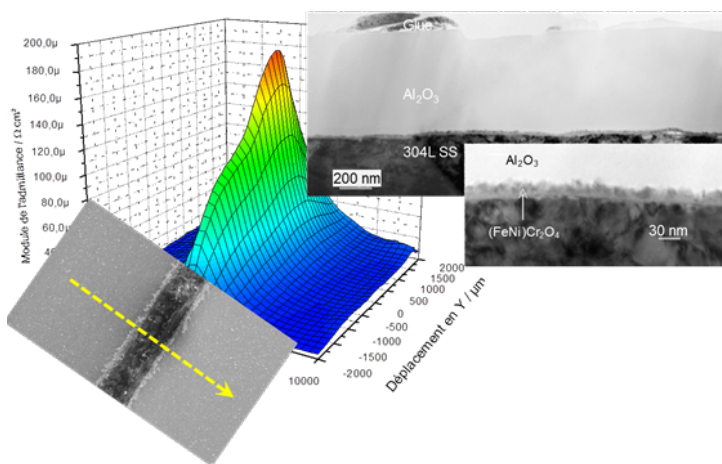


# Conférence VIMA 2014

***Du 6 au 8 Octobre 2014***

***Abbaye de Sorèze, Tarn***





## Avant propos

Le Réseau Thématique de Recherche Avancée « Sciences et Technologies pour l'Aéronautique et l'Espace » (RTRA STAE) dans le cadre du chantier intitulé « Vieillessement des Matériaux Avancés : Compréhension, Protection et Amélioration de la Durée de Vie » (VIMA) en collaboration avec des laboratoires des régions Midi-Pyrénées et Aquitaine, organise une conférence nationale focalisée sur le vieillissement et la durabilité de matériaux dans le contexte aéronautique et spatial, ainsi qu'à leur compréhension et leur maîtrise par des solutions technologiques appropriées. Cette manifestation est soutenue par la Cellule Congrès de l'Université Paul Sabatier.

Le vieillissement d'un matériau est défini comme une altération lente et irréversible au cours du temps de ses propriétés. Il peut se produire pendant les phases d'utilisation ou lors du stockage de pièces et constitue une problématique majeure de l'industrie, en particulier dans les domaines de l'Aéronautique, de l'Espace et des Systèmes Embarqués. Lors de cette conférence, ces problématiques seront abordées dans le cadre de la science et du génie des matériaux (SGM) en couplant recherche fondamentale et démarche de l'ingénieur.

Organisée entre les régions Aquitaine et Midi-Pyrénées, avec le concours du pôle Aerospace Valley, cette manifestation scientifique se déroulera du 6 au 8 octobre 2014 à l'Abbaye de Sorèze (Tarn). Elle rassemblera une centaine de chercheurs et d'industriels concernés par le vieillissement des matériaux dans le contexte aéronautique et spatial. Structurée autour de présentations de revue données sur invitation par des personnels académiques et des industriels, cette conférence a pour but de favoriser les échanges et de dégager des idées à fortes retombées socio-économiques et scientifiques. La conférence a vocation à être pérennisée afin de traiter d'autres problématiques du domaine SGM.

## Thématiques abordées

- Les mécanismes de vieillissement selon les classes de matériaux (matériaux métalliques, composites organiques ou céramiques), l'environnement (spatial, haute température),
- Le contrôle du vieillissement,
- Le vieillissement accéléré et couplé, la modélisation et la détermination du potentiel restant,
- La prévention du vieillissement et les procédés de revêtements protecteurs.



### Comité scientifique

Laurent Billon, IPREM Pau  
Isabelle Bord, IMS Bordeaux  
Richard Clergereaux, LAPLACE Toulouse  
Olivier Devos, I2M Bordeaux  
Alain Esteve, LAAS Toulouse  
Pierre Fau, LCC Toulouse  
Stéphane Gorsse, ICMCB Bordeaux  
Julitte Huez, CIRIMAT Toulouse  
Myrtil Kahn, LCC Toulouse  
Mario Maglione, ICMCB Bordeaux  
Hervé Martinez, IPREM Pau  
Nicolas Saintier, ENSAM Bordeaux  
Francis Teyssandier, LCTS Bordeaux  
Constantin Vahlas, CIRIMAT Toulouse



### Comité d'organisation

Richard Clergereaux, LAPLACE Toulouse  
Pierre Fau, LCC Toulouse  
Myrtil Kahn, LCC Toulouse  
Francis Teyssandier, LCTS Bordeaux  
Constantin Vahlas, CIRIMAT Toulouse  
Marie Ange Albouy, Cellule Congrès DSL UPS  
Rachel Lacome, Cellule Congrès DSL UPS

### Partenaires et financeurs





## PROGRAMME

*lundi 6 octobre 2014*

|  |  |
|--|--|
| 12:30 - 14:00  | <b>Accueil des participants</b>  |
| 14:00 - 14:30  | › Ouverture de la conférence : Vision du RTRA, Matériaux dans le Sud-Ouest, Programme du Colloque<br><i>Yvan Ségui, Constantin Vahlas, Francis Teyssandier</i>                 |
| <b>Cycle de vie, retour d'expérience, démarches novatrices</b> |  |
| 14 :30 - 15:00   | › La gestion durable du cycle de vie des matériaux<br><i>Guido Sonnemann</i>   |
| 15 :00 – 15 :30  | › Analyse du vieillissement d'une voilure htp MSN04 composite tissu A320 fin de vie<br><i>Alain Vinet</i>  |
| <b>Pause</b>   |  |
| <b>Vieillissement en environnements sévères</b>                |  |
| 16 :00 – 16 :30  | › Environnement Spatial : conditions particulières de fonctionnement des matériaux à bord des satellites<br><i>Patrick Zemlianoy</i>   |
| 16 :30 – 17 :00  | › Vieillissement des matériaux en environnement spatial<br><i>Thierry Paulmier, Virginie Rejsek-Riba</i>   |
| 17 :00 – 17 :30  | › Oxydation et Corrosion des Matériaux Composites ThermoStructuraux pour applications spatiales et aéronautiques : problématiques et solutions proposées<br><i>Pascal Diss</i> |
| 17 :30 – 18 :00  | <i>Discussion de synthèse</i>  |
| <b>Cocktail et Dîner</b>                                       |  |

*mardi 7 octobre 2014*

| <b>Composites à matrice organique</b> |  |
|---------------------------------------|--|
| 08:30 - 09:00                         | > Orientations pour la prévision et l'amélioration de la durée de vie des composites à matrice organique aéronautiques<br><i>Marie Christine Lafarie-Frenot, Bruno Mortaigne</i> |
| 09:00 - 09:30                         | > Durabilité de systèmes composites à base polymérique: du diagnostic aux remèdes ?<br><i>David Ruch</i>   |
| 09:30 - 10:00                         | > Vieillissement thermique de matrices organiques de composites. Un pas vers la modélisation cinétique<br><i>Jacques Verdu</i>   |
| 10:00 - 10:20                         | > Exemple de protocole expérimental de mise en évidence du comportement mécanique de CMO en saturation humide<br><i>William Faure</i>  |
| <b>Pause</b>                          |  |
| <b>Contrôle non destructif</b>        |  |
| 11:00 - 11:30                         | > Apport du contrôle non destructif pour le besoin en suivi du vieillissement des structures<br><i>Patrick Peres, Michel Castaigns</i>   |
| 11:30 - 12:00                         | > Évaluation non destructive de l'endommagement et de la microfissuration des composites<br><i>Stéphane Baste</i>  |
| 12:00 - 12:30                         | <i>Discussion de synthèse</i>  |
| <b>Buffet</b>                         |  |
| <b>Matériaux métalliques</b>          |  |
| 13 :30 – 14 :00                       | > Vieillissement en service des alliages pour pièces critiques des turboréacteurs aéronautiques<br><i>Jean Yves Guédou</i>   |
| 14 :00 – 14 :30                       | > Microstructures des alliages de titane : analyse des origines potentielles du vieillissement et microstructure optimale en volume<br><i>Elisabeth Aeby-Gautier</i>             |
| 14:30 – 15 :00                        | > Microstructure et mécanismes de vieillissement des aciers à très haute résistance<br><i>Mohamed Gouné</i>  |
| 15 :00 - 15:30                        | > Aciers et superalliages : comment favoriser la stabilité en service ?<br><i>Hubert Schaff</i>  |
| <b>Pause</b>                          |  |
| 16 :00 – 16 :30                       | > Vieillissement des matériaux de structure sous sollicitations complexes<br><i>Eric Andrieu</i>   |
| 16 :30 – 17 :00                       | > Vieillissement des alliages légers et de leurs assemblages dans leurs conditions d'utilisation<br><i>Christine Blanc</i>   |
| 17 :00 – 17 :30                       | > Influence de la corrosion sur la tenue en fatigue d'un acier inoxydable martensitique<br><i>Olivier Brucelle</i>   |
| 17 :30 – 18 :00                       | > Effets d'environnement sur le comportement en fatigue des matériaux et des structures métalliques<br><i>Nicolas Saintier</i>   |
| 18 :00 – 18 :30                       | <i>Discussion de synthèse</i>  |
| <b>Dîner</b>                          |  |



*mercredi 8 octobre 2014*

| <b>Prévention du vieillissement</b>   |   |
|---|---|
| 08:30 - 09:00   | > L'autocicatrisation : une solution pour retarder le vieillissement des CMC<br><i>Francis Rebillat</i>   |
| 09:00 - 09:30   | > Matériaux polymères auto-cicatrisants<br><i>Mohamed Taha</i>  |
| <b>Revêtements protecteurs</b>  |   |
| 09:30 - 09:50   | > Le procédé sol-gel pour la mise en œuvre de revêtements protecteurs et durables : applications et perspectives<br><i>Florence Ansart</i>  |
| 09:50 - 10:10   | > Durabilité des revêtements sur pièces composites pour le domaine spatial<br><i>Thierry Duguet</i>   |
| 10:10 - 10:30   | > Les barrières thermiques déposées par EB-PVD sur aubages de turbine haute pression de moteurs aéronautiques<br><i>André Malié</i>   |
| <b>Pause</b>  |   |
| <b>Exemples de démarche de recherche sur la problématique du vieillissement</b> |   |
| 11:00 - 11:30   | > Projet ANR Jeune chercheuse MICPAC : Caractérisation et Durabilité des Assemblages Collés<br><i>Maëlen Aufray</i>   |
| 11:30 - 12:00   | > Projet ANR PREVISIA - Approche multiphysique du vieillissement sous contrainte des aciers inoxydables martensitiques et de ses conséquences sur la propagation des fissures en fatigue<br><i>Bertrand Journet</i> |
| 12:00 - 12:30   | <i>Discussion de synthèse</i>   |
| 12:30 - 13:00   | Clôture de la conférence<br><i>Yvan Ségui, Dominique Le Quéau</i>   |
| <b>Déjeuner</b>   |   |



## La gestion durable du cycle de vie des matériaux

G. Sonnemann, Institut des Sciences Moléculaires, *Université de Bordeaux*

La gestion durable du cycle de vie des matériaux est une approche, assez récente, pour gérer les défis du développement durable des matériaux, en considérant leur cycle de vie complet: de l'extraction de ressources, via la fabrication et l'usage, jusqu'à la fin de vie du matériau, incluant la réparation, la réutilisation et le recyclage. Lors de toutes ces phases, la consommation de ressources et les émissions de polluants dans l'air, l'eau et le sol sont identifiés et des programmes d'optimisation sont développés. L'enjeu majeur de la gestion durable du cycle de vie des matériaux est d'identifier les principales sources de consommation des ressources, incluant les matières critiques, et d'impacts environnementaux, incluant l'empreinte carbone, et d'éviter ou, le cas échéant, d'arbitrer les choix liés aux différentes alternatives envisagées. L'application du cycle de vie fournit l'information qui permet de développer des matériaux plus durables et de communiquer sur leurs caractéristiques sur une base scientifique.

Cette nouvelle discipline s'appuie et vient en complément des efforts effectués par les scientifiques et ingénieurs de matériaux afin de développer des méthodes innovantes basées sur l'économie d'atome, sur des réactions sans solvant et sur l'utilisation de bio-ressources pour préparer des macromolécules aux propriétés désirées. Cette complémentarité permet de sélectionner, en ayant une vue globale, les solutions les plus prometteuses pour innover, mais aussi de revisiter les modes de production de matériaux en anticipant leur fin de vie. Par ailleurs, les physico-chimistes ont développé de nouvelles approches afin de déterminer l'impact des substances chimiques sur l'environnement en utilisant une batterie toujours plus riche et performante de techniques analytiques. Ces travaux sont utilisés pour contribuer à l'alimentation des bases de données nécessaires à l'appréhension globale des problèmes. De ce point de vue, la gestion durable du cycle de vie des matériaux est amenée à jouer un rôle pivot au sein des Sciences des Matériaux.



## Analyse du vieillissement d'une voilure htp MSN04 composite tissu A320 fin de vie

A. Vinet, Airbus Group Innovation

Dans le cadre de la Ageing Aircraft Academy à Airbus Group, un certain nombre de pièces composites avions arrivent en fin de vie comme les voilures V10F, ATR72 ainsi que le htp d'une voilure A320 MSN04. Elles nous donnent une connaissance et un retour d'expérience inestimable pour connaître les propriétés de fin de vie, la nature physico-chimique de la résine vieillie ainsi que la véritable reprise hydrique sur structure fine et épaisse.

On présentera particulièrement la caractérisation et l'analyse d'une voilure htp MSN04 composite tissu A320 en fin de vie.

Cette caractérisation ne peut pas laisser insensible la communauté des ingénieurs dans le domaine des matériaux et aussi du calcul des structures en terme d'évaluation et d'amélioration l'approche de dimensionnement actuelle considérée en vieillissement obéissant à ce jour à la norme CS 25-603. Un retour d'expérience sera donné ainsi qu'une description des méthodologies nouvelles, réalistes ou non pour la prédiction du comportement des matériaux et des structures composites en fin de vie.



## Environnement spatial : Conditions particulières de fonctionnement des matériaux à bord des satellites

P. Zemlianoy, Thales Alenia Space

Les satellites rencontrent en orbite un environnement agressif qui provoque des perturbations transitoires, des pannes et des effets cumulatifs avec perte de fonctionnalité à long terme. L'objectif de cette présentation consiste à en dresser un inventaire en illustrant chacune des composantes par les effets produits sur les satellites et les matériaux constitutifs.

### **Mécanique**

Contraintes induites par la phase de lancement (Vibrations à basse fréquence, bruit acoustique à large spectre fréquentiel) et chocs mécaniques sévères conséquence du découpage pyrotechnique ou de la séparation des appendices déployables.

### **Thermique**

Les éléments extérieurs directement exposés au soleil peuvent ainsi voir leur température monter jusqu'à + 100°C et en période d'éclipse descendre aussi bas que -150°C.

### **Radiations**

L'environnement dans lequel baignent les satellites est un environnement naturellement composé d'une grande diversité de particules dans un spectre d'énergies très large.

### **Atmosphère résiduelle, Météorites, débris, contamination**

A l'altitude de 300 km, l'atmosphère de la terre devient très ténue avec une pression plus d'un milliard de fois plus faible qu'au sol. Cependant les quantités de mouvement des molécules de gaz résiduel sont non négligeables.

Le nombre d'objets artificiels placés en orbite s'est régulièrement accru depuis le début de la conquête spatiale (environ 35 millions de débris d'une taille comprise entre 1 mm et 1 cm).

### **Décharges électrostatiques**

Sous l'effet des particules chargées de moyenne énergie présentes en orbite (keVs à quelques dizaines de keVs) les satellites se chargent. Les potentiels absolus et différentiels atteints, de l'ordre de plusieurs kilovolts, sont à l'origine du risque électrostatique





## Vieillessement des matériaux en environnement spatial

T. Paulmier, V. Rejsek-Riba, ONERA Toulouse

En environnement spatial, les satellites doivent faire face à une irradiation de particules énergétiques (électrons, ions, photons) de forte intensité pouvant conduire à une accumulation de charges électriques sur les dispositifs et composants isolants constituant ce satellite et à l'amorçage de décharges et d'arcs électriques. L'irradiation des matériaux par ces radiations de haute énergie conduit également à une forte et rapide évolution de leurs propriétés physiques, chimiques et électriques, ce qui peut réduire de manière notable la durée de vie du satellite en dégradant les propriétés électriques, thermo-optiques et mécaniques des matériaux. Les matériaux polymère, adhésifs et les céramiques utilisés dans les technologies spatiales sont en particulier extrêmement sensibles à la dose radiative transmise par les particules de forte énergie. La protection des systèmes spatiaux et la prédiction des effets de charge induits par l'environnement spatial nécessitent de comprendre la dynamique de charge des matériaux au cours de sa vie sur satellite. Cette dynamique est extrêmement liée à l'évolution des propriétés du matériau avec la dose ionisante (énergie transmise par la particule le long de son parcours dans le matériau) et avec les contraintes externes (UV, thermique, champ électrique). Les études R&T réalisées à l'ONERA Toulouse ont pour objectif de caractériser et comprendre l'effet de ces contraintes radiatives et environnementales sur l'évolution des propriétés physiques et électriques des matériaux et de corréler ces évolutions aux modifications de structure. Pour cette tâche, l'ONERA dispose de plusieurs moyens d'irradiation sous vide permettant de balayer une large gamme de conditions opératoires en terme de radiation (électrons, protons, UV), d'environnement (température de  $-180^{\circ}\text{C}$  à  $+500^{\circ}\text{C}$ , pression, champ électrique,...), d'énergie incidente (de quelques eV à 2 MeV pour les électrons, 2 MeV pour les protons) et de flux pour les radiations. Ces moyens permettent une caractérisation globale in-situ des propriétés physiques des matériaux spatiaux et l'étude des dynamiques rapides et lentes (effet de vieillissement, mécanismes de relaxation et de guérison) sous irradiation. Les études réalisées à l'ONERA sont autant applicatives et industriels (qualification de matériaux ou systèmes embarqués) que académiques pour la compréhension des mécanismes physico-chimiques liés au vieillissement, la modélisation et la prédiction de ces effets.



# Oxydation et corrosion des matériaux composites thermostrostructuraux pour applications spatiales et aéronautiques : Problématiques et solutions proposées

P. Diss, Herakles

Dans le domaine aéronautique et spatial, les matériaux composites occupent une place importante. Pour répondre aux objectifs ACARE, la nécessité de fabriquer des appareils toujours plus légers, plus fiables et plus respectueux de l'environnement amène aujourd'hui l'industrie à développer des matériaux composites pour les pièces de moteur aéronautique.

L'introduction de matériaux composites thermostrostructuraux dans les parties chaudes des moteurs permettra ainsi d'augmenter les températures de combustion pour atteindre des rendements moteur plus élevés et réduire les émissions gazeuses polluantes. Ces matériaux permettront également un gain de masse significatif en raison de leur faible densité par rapport aux superalliages actuellement utilisés et au système de refroidissement.

Herakles, Centre d'Excellence en Composites Thermostrostructuraux pour le Groupe Safran, développe et produit depuis de nombreuses années pour les domaines de la Défense et du spatial, des Composites à Matrice Céramique (CMC) offrant des caractéristiques remarquables. Ainsi, les volets secondaires de la tuyère du moteur M88 du Rafale, première application au monde de CMC pour l'aéronautique, permettent un gain de masse de 40% par rapport à des volets métalliques.

Bien que peu sensibles à l'oxydation pour des applications spatiales ou de Défense, ces matériaux peuvent être soumis à des réactions chimiques d'oxydation ou de corrosion sous l'action d'un environnement et pour des durée de vie aéronautique. Ces réactions conduisent à une dégradation progressive des matériaux au cours du temps, avec une diminution progressive des propriétés mécaniques. Ainsi, pour la majorité des applications aéronautiques, la durée de fonctionnement exigée nécessite le développement de protections spécifiques contre ces agressions.

L'objectif de cette présentation consiste à décrire les principaux phénomènes de dégradation chimique rencontrés sur les matériaux composites thermostrostructuraux et les travaux conduits pour améliorer leur connaissance. Des exemples de solutions développées pour les divergents spatiaux et les moteurs aéronautiques du futur seront également présentés.



## Orientations pour la prévision et l'amélioration de la durée de vie des composites à matrice organique aéronautiques

M.C. Lafarie-Frenot, Laboratoire Pprime, *ISAE-ENSMA Poitiers*  
B. Mortaigne, DGA

Aujourd'hui, les composites à matrice organique (CMO) sont de plus en plus employés, tant dans l'aéronautique que dans d'autres secteurs industriels, essentiellement pour des questions d'allègement de structures. Les procédés pour leur élaboration et leur fabrication s'optimisent et permettent de leur apporter de la multifonctionnalité (conductivité électrique, transparence, réduction sonore, détection de chocs...) renforçant de ce fait leur utilisation, mais induisant un nombre grandissant de fonctions à maîtriser pour assurer le comportement à long terme.

Si depuis une cinquantaine d'années ce sont des matériaux thermodurcissables (TD) qui sont employés comme matrice des CMO pour les éléments de structure, et qui ont de ce fait été largement étudiés, les orientations actuelles se dirigent vers des matériaux à matrice thermoplastique (TP) pour répondre aux contraintes environnementales (Reach, recyclage, stockage, ...), et dans un but de réduction des coûts de production. De nouvelles formulations (PI, PEEK, PEKK...) apparaissent « régulièrement » sur le marché pour améliorer les performances, la thermostabilité, et couvrir des applications plus nombreuses. Le comportement en vieillissement de ces polymères est mal connu et fortement dépendant des conditions qui sont utilisées lors de leur mise en oeuvre ; il en est de même pour le renfort des matrices avec l'utilisation de nano- ou micro-charges (nanotubes de carbone...), de nouvelles fibres (fibres naturelles,...), de nouvelles architectures (tissus 3D qui améliorent le comportement en compression après impact et la résistance au délaminage,...). L'agencement et la répartition de ces différents éléments dans la matrice ont également une incidence non négligeable sur la répartition des contraintes dans le matériau, sur l'absorption de solvants, sur les cinétiques de diffusion. Cette complexification des matériaux nécessite dans les études comportementales de regrouper des connaissances scientifiques pluridisciplinaires détenues par une communauté issue de la chimie, de la physique et de la mécanique.

La prévision du comportement à long terme, et la détermination de la durée de vie d'un CMO, nécessite de disposer de modèles de prévisions validés qui s'appuient sur les modèles de dégradation chimique (hydrolyse, oxydation), physique (absorption, relaxation), mécanique et qui associent des données expérimentales (expériences et méthodes) et de la modélisation / simulation numérique. Seule l'étude des phénomènes multiphysiques et de leurs couplages permet de proposer des modèles de prévisions fiables. La robustesse des modèles cinétiques qui sont établis est d'autant plus importante que la prévision du comportement doit se faire sur une durée plus longue (durée de vie allongée des structures). Par ailleurs, il est nécessaire d'établir des liens entre la structure composite, ses propriétés, et les procédés d'élaboration qui conditionnent ces propriétés. La pertinence des modèles cinétiques qui sont établis est d'autant plus importante que la prévision du comportement doit se faire sur une durée plus longue (durée de vie allongée des structures). Il convient d'avoir identifié et compris les mécanismes de dégradation aux différentes échelles du matériau composite (de l'échelle moléculaire et macromoléculaire à celle de son architecture) ainsi que les processus d'endommagement de la structure. L'adhésion (structure de l'interphase fibre/matrice, la résistance interfaciale), ainsi que le comportement des colles dans les assemblages, sous sollicitations mécanique et thermique, le soudage des TP (diffusion des macromolécules aux interfaces), restent des paramètres forts pour la détermination de la durabilité des structures ; il en est de même pour les procédés d'usinage qui contribuent à la tenue en fatigue des structures.

Les paramètres influant sur la durée de vie des matériaux composites organiques sont, outre la température et les sollicitations mécaniques (contraintes appliquées, cyclage thermique),

l'humidité et les rayonnements (dégradations des chaînes macromoléculaires par des mécanismes radicalaires).

Les études physico-chimiques conduisent à disposer de renseignements sur les mécanismes de dégradation chimiques, de gonflement et sur les cinétiques de thermooxydation alors que les études de mécanique renseignent sur les phénomènes, les évolutions de lois de comportement, les cinétiques d'endommagement.

L'humidité va induire par diffusion du gonflement susceptible de conduire à de la plastification et à des ruptures de fibres en fatigue dans les stades initiaux de la durée de vie, et éventuellement à de l'hydrolyse. La nature de la résine dans le CMO (hydrophilie), l'orientation des fibres auront de l'influence sur la quantité d'eau à l'équilibre, la vitesse d'absorption et sur la dégradation hygrothermique. La diffusion des solvants est gouvernée par les interactions chimiques polymère – solvant. La cristallinité aura également une incidence non négligeable sur les phénomènes d'absorption et donc sur les températures limites d'utilisation (transition vitreuse, température de fusion pour les TP).

L'augmentation de la température rencontrée par les CMO utilisés dans l'aéronautique conduit à de la thermooxydation ; l'oxygène fragilise la surface et érode la couche de surface oxydée induisant un champ de contraintes qui aboutit à l'apparition de microfissures. Les cinétiques de thermooxydation sont fondamentales dès lors qu'un CMO va être utilisé à haute température en présence d'oxygène, et demandent à être modélisées physico-chimiquement et rapprochés des cinétiques d'endommagement mécanique.

Du point de vue mécanique, des efforts sont menés pour obtenir une meilleure connaissance des mécanismes d'endommagement, de leur propagation et des mécanismes de ruine, en lien avec les conditions environnementales. Les phénomènes de fluage prennent également toute leur importance pour les CMO thermoplastiques.

La modélisation des phénomènes doit passer par une analyse multi-échelle (micro -mésos -macro) ce qui nécessite de les étudier aux niveaux des constituants (matrice-fibres-interfaces F/M), des plis ou du tissu, des interplis, et des stratifiés ou des tissages 3D ... pour assurer des liens entre ces différentes échelles. Cette analyse contribue à la prise en compte des phénomènes de décohésions fibres/matrice, de fissuration matricielle, de délaminage dans les stratifiés... et à établir des lois cinétiques d'endommagement.

L'amélioration de la durée de vie en service des CMO nécessite de disposer d'éléments fiables sur l'ensemble de ces points, qui sont difficilement transposables d'un matériau à l'autre sans une étude approfondie. Il faut en particulier veiller dans les travaux de suivi du vieillissement des matériaux à la représentativité des essais accélérés (T, HR, spectres de sollicitations représentatifs des conditions rencontrées en service,...) qui sont mis en œuvre.

Des efforts doivent également être engagés sur des dispositifs de détection et de contrôle des endommagements. Des moyens de contrôle non destructifs (CND) doivent également être développés pour détecter au plus tôt les défauts (localisation, taille, propagation.), et des technologies d'intégration de capteurs peuvent également être envisagées pour un suivi en continu en service (multi-fonctionnalité des structures). La certification des assemblages constitue également un défi important pour la durée de vie des CMO.

Il conviendra également de disposer de capacités de réparation fiables, voir de matériaux autoréparants pour limiter la propagation des défauts au plus tôt, dès leur initiation.

Dans le cadre de cet exposé, les orientations actuelles pour améliorer les matériaux (TP, TD), le comportement et la prévision de la durée de vie des CMO seront discutées, d'une part d'un point de vue chimique et d'autre part d'un point de vue mécanique, à partir d'exemples de matériaux de plus en plus multifonctionnels utilisés dans le domaine aéronautique qui met en jeu des phénomènes complexes combinés (contraintes thermomécaniques, thermooxydation,...).

## Durabilité de systèmes composites à base polymérique : Du diagnostic aux remèdes ?

D. Ruch, Centre de Recherche Public Henri Tudor, *Luxembourg*

Le domaine du vieillissement et de durabilité de matériaux polymères et composites est un champ d'investigation extrêmement large et varié. De la spéculation sur les mécanismes réactionnels par les chimistes à la modélisation des conséquences du vieillissement sur le comportement thermomécanique proposé par les mécaniciens, tel est le périmètre d'intervention possible. Ajoutez-y une bonne dose d'aspects normatifs tentant d'être représentatifs à des conditions d'usage et on peut comprendre aisément que ce domaine devient très vite complexe.

A travers quelques exemples d'applications industrielles comme l'assemblage de matériaux métal/métal ou métal/polymère par collage, de nouveaux revêtements retardateurs de feu ou encore l'endommagement de structures composites, nous tenterons d'apporter un éclairage objectif sur ces différentes dimensions que sont le vieillissement et la durabilité en passant par les possibilités de diagnostic existantes, jusqu'aux remèdes envisagés en évoquant également des notions d'éco conception s'inscrivant dans une nouvelle économie circulaire.





## Vieillessement thermique de matrices organiques de composites. Un pas vers la modélisation cinétique

J. Verdu, Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux, *ENSAM Paris*

La modélisation cinétique part de deux constats :

- 1) Le phénomène majeur est une oxydation et le mécanisme de cette dernière est une réaction en chaîne radicalaire qui produit son propre amorceur : l'hydroperoxyde.
- 2) L'oxydation est limitée par la diffusion d'oxygène, elle n'affecte en général qu'une couche superficielle ne dépassant pas quelques centaines de micromètres.

Il est donc nécessaire de coupler diffusion et réaction dans le modèle. Ceci était réalisé en deux étapes, avec une longue série d'hypothèses simplificatrices pas toujours réalistes, depuis le début des années 1980. Nous avons, au début des années 2000, proposé une nouvelle approche, basée sur une résolution numérique, qui supprimait presque toutes les hypothèses et réalisait la résolution du schéma cinétique en temps et en espace (unidimensionnel) en une seule étape. Ce modèle a désormais fait ses preuves dans un large éventail d'applications. Nous l'avons conçu comme un noyau quasi universel basé sur le schéma standard d'oxydation des substrats hydrocarbonés. A ce noyau on peut ajouter un nombre variable de couches spécifiques à un type de matériau (par exemple substrats insaturés, cas de cooxydation>, etc.), à des conditions particulières d'exposition (par exemple aux cas d'irradiation) où à des propriétés particulières (par exemple rupture sous tension).

Ces dernières années, dans le domaine des matrices de composites, nous avons focalisé notre attention sur les propriétés mécaniques avec principalement les axes suivants :

- 1) La fissuration superficielle « spontanée ». Elle est due au retrait induit par l'oxydation. Peut-on prédire ce retrait ? Peut-on prédire l'état de contrainte induit par ce retrait ?
- 2) Les variations de module élastique induites par l'oxydation. Mécanismes d'antiplastification liés aux coupures de chaînes. Utilisation des variations de module pour caractériser les couches oxydées. Matériaux modèles de polymères oxydés (réseaux époxy).



## Exemple de protocole expérimental de mise en évidence du comportement mécanique de CMO en saturation humide

W. Faure, Rescoll

L'industrie aéronautique met en œuvre et incorpore de plus en plus de pièces en matériaux composites dans les avions. L'évolution de ces pièces passe par l'accroissement des performances des composites et leur maintien au cours du temps. Or, l'extrapolation à 40 ans (durée de service) des données obtenues à court terme ne peut se faire qu'à partir de la connaissance des mécanismes et cinétiques de dégradation de ces structures.

Dans la plus part des cas, le comportement des CAO est étudié à différentes températures (souvent extrêmes, par exemple  $-55^{\circ}\text{C}$ ,  $+200^{\circ}\text{C}$ ) en état de saturation humide (conditions défavorables au maintien des caractéristiques mécaniques du CAO). Cependant les études sur des modèles ou à des échelles microscopiques qui permettent d'accélérer le vieillissement, ou des études en vieillissement accéléré à haute température en immersion ne sont pas concluantes. Il reste difficile de corréler comportement en vieillissement accéléré et durée de vie effective.

Dans ce cadre, l'établissement de protocoles expérimentaux, les plus proches possibles des conditions réelles d'utilisation, doit être réalisé avec rigueur :

- conditions climatiques de mise en saturation,
- durée de mise en saturation ; critère de saturation,
- conditions de stockage, maintien de la saturation avant essais,
- conditions de mise en température extrêmes avant essais,
- ...

Du choix de ces conditions de mise en œuvre des essais expérimentaux peut dépendre la pertinence des résultats obtenus et la corrélation avec le comportement en condition de vie.



## Apport du contrôle non destructif pour le besoin en suivi du vieillissement des structures

P. Peres, Airbus Defence & Space

M. Castaings, Institut de Mécanique et d'Ingénierie, *Université de Bordeaux*

Les raisons économiques poussent à chercher dans le milieu aéronautique et spatial à allonger la durée de vie des structures et donc des matériaux qui les composent.

La réglementation REACH conduit à l'obsolescence de matériaux ou de traitements de surface et leurs remplaçants sont parfois moins performants et mal connus en vieillissement.

Les mécanismes de vieillissement peuvent être complexes et il est surtout difficile de trouver une loi d'accélération qui permette de mettre les matériaux dans un état de vieillissement représentatif de sa fin de vie opérationnelle. Aussi il est nécessaire de conduire en parallèle des programmes de vieillissement naturel très coûteux venant consolider les hypothèses de dimensionnement faites par les bureaux d'études.

Face à ce contexte technico-économique, des méthodes non destructives peuvent répondre à ce besoin de connaissance de l'état de vieillissement des structures et des techniques sont mises en œuvre dans la fonction Structural Health Monitoring. Mais ceci impose une démarche système très liée au produit et à son utilisation par le client.

L'objectif de cette présentation est de donner une certaine vision de la problématique, des approches conduites dans le domaine aéronautique et spatial. Il s'agira de donner quelques exemples d'études mais également d'identifier les besoins futurs et donc des problèmes techniques à résoudre.



# Évaluation non destructive de l'endommagement et de la microfissuration des composites

S. Baste, Institut de Mécanique et d'Ingénierie, *Université de Bordeaux*

L'amélioration de la prévision de la rupture des matériaux composites et de leur durée de vie nécessite de mieux cerner le développement des réseaux de fissuration. Cet endommagement affecte la rigidité du matériau. Les méthodes d'évaluation ultrasonore conduisent à l'identification de toutes les composantes du tenseur de rigidité, que n'autorisent pas les méthodologies d'extensométrie classiques. L'analyse des matériaux composites doit considérer l'aspect anisotrope de l'endommagement dû à la répartition très orientée des microfissures dans les composites pour lesquels plusieurs modes d'endommagement coexistent : cassure des fibres, délaminage, cassure de la matrice, ... Les relevés expérimentaux soulignent la nécessité d'une mesure indépendante de l'évolution de chaque composante du tenseur d'élasticité. Ils montrent le rôle important de l'endommagement relatif aux modules de cisaillement interlaminaire et translaminaire qui atteignent des niveaux identiques à celui du module de Young. La mesure unique du module de Young dans la direction de chargement montre le plus souvent une stabilisation du matériau au cours d'un processus de fatigue et ne détecte pas une progression induite de l'endommagement dans une direction perpendiculaire. Le suivi de l'endommagement en fatigue nécessite la mesure d'un paramètre d'endommagement suivant une direction normale au chargement qui, lui, détecte bien une progression des décohésions aux interfaces fibre-matrice au cours des cycles. Lorsque la direction de la charge ne coïncide plus avec les axes de symétrie du composite, le réseau de fissures orthogonales à la contrainte induit une dégradation totalement anisotrope. La déviation de la microfissuration transverse induit de l'endommagement longitudinal (décohésion fibre matrice ou toron/matrice, délaminage...). Le glissement tangentiel des constituants du composite étant un phénomène partiellement réversible, la mesure classique des déformations anélastiques en effectuant des cycles de charge-décharge, conduit à sous-estimer la partie anélastique de la déformation de ces composites. La connaissance complète de la matrice des raideurs permet la reconstruction de la courbe d'écrouissage élastique. La comparaison entre la déformation élastique et l'enregistrement de la déformation totale donne accès, à chaque niveau de charge, aux déformations de glissement. En particulier, la description du comportement sous sollicitations cyclées nécessite la prise en compte de tous les effets dont la microfissuration est responsable : les effets dus à la propagation ou à la création de fissures (diminution de la rigidité), et les effets dus à la présence de ces fissures (discontinuité brusque de pente due à leur ouverture et fermeture), au frottement sur leurs lèvres (hystérésis lors des cycles charge-décharge) et au glissement fibre/matrice (apparition de déformations résiduelles). Le comportement d'un composite lors de sollicitations cyclées est piloté par l'ouverture-fermeture progressive des fissures transverses, le frottement aux interfaces et le caractère unilatéral des fissures "actives" ou "passives" ; mécanismes prépondérants dans la non fragilité et la déformabilité des composites. Leur évaluation quantitative est donc la clé du dimensionnement des composites, de leur tenue mécanique et de leur fiabilité.





# Vieillessement en service des alliages pour pièces critiques des turboréacteurs aéronautiques

J.Y. Guédou, SNECMA

Les turboréacteurs aéronautiques sont conçus pour fonctionner quelques dizaines de milliers d'heures et les matériaux mis en œuvre, en particulier dans les pièces critiques les plus sollicitées, doivent pouvoir supporter de longues durées d'utilisation au cours desquelles des phénomènes de vieillissement peuvent apparaître. Ceux-ci doivent être bien caractérisés et contrôlés pour la sécurité de la machine et de l'aéronef.

3 familles d'alliages constituent aujourd'hui 85% de la masse du moteur et la quasi-totalité des pièces tournantes qui sont les plus critiques de par leurs conditions de sollicitations.

Les superalliages base nickel sont spécialement conçus pour leur bonne résistance mécanique à haute température, jusqu'à 1100°C. Fonctionnant à moyenne et haute température, ils sont soumis dans le temps à des phénomènes de vieillessements environnementaux qui se traduisent par des dégradations chimiques : l'oxydation sèche aux plus hautes températures, la corrosion sèche (en particulier sulfurante) ou humide à températures plus basses. Par ailleurs leur mode de durcissement particulier par précipitation de phase intermétallique Ni<sub>3</sub>Al conduit à des microstructures qui ne sont jamais totalement stabilisées et qui évoluent avec le temps, d'autant plus que la température est élevée : il s'agit là de vieillessement métallurgique qui affecte la microstructure du matériau et au-delà potentiellement sa résistance mécanique

Les alliages de titane fonctionnent à des températures inférieures à 550°C, mais peuvent être aussi dégradés par corrosion selon les environnements ou par fluage. Un comportement viscoplastique est observé à basse température, se traduisant par ce qui est désigné par les Anglo-Saxons comme «Dwell Effect» qui réduit les durées de vie cycliques. Ils ne présentent pas en revanche d'évolutions microstructurales significatives dans le temps sous conditions de sollicitation habituelles.

Les aciers enfin sont mis en œuvre sur des composants travaillant à température limitée, inférieure à 400°C et peuvent être sujets à de la corrosion humide, en particulier les aciers pour très haute résistance. La stabilité ou non des précipités et du durcissement peut être remise en cause avec possibilité d'adoucissement par vieillissement si la température est trop proche de celle du dernier revenu.



## Microstructures des alliages de titane : Analyse des origines potentielles du vieillissement et microstructure optimale en volume

E. Aeby-Gautier, M. Dehmas, Institut Jean Lamour, *Ecole des Mines de Nancy*

Les propriétés d'usage de nombreux alliages métalliques avancées sont optimisées par la création d'une microstructure complexe présentant diverses tailles caractéristiques variant de quelques micromètres, au nanomètre. Pour des alliages multiphasés, ces microstructures sont obtenues par le contrôle des séquences et cinétiques de précipitation/changement de phase : à fraction volumique constante, une taille de précipités faible conduisant à une limite d'élasticité ou charge de rupture plus élevée. La recherche de propriétés optimales (élasticité, ductilité...) conduit très souvent à des microstructures plus complexes, avec deux ou trois familles de taille de précipités obtenues par des séquences de traitements thermiques. Les microstructures obtenues et leur stabilité thermique dépendent de leur chemin de formation et des conditions d'utilisation du matériau.

Les alliages de titane, dont la présence va croissante dans les applications aéronautiques, sont principalement multiphasés. Deux familles d'alliages sont utilisées pour les applications aéronautiques : des alliages a+b comme l'alliage Ti-6Al-4V (utilisé dans les mats réacteurs) ou l'alliage Ti-6Al-2Mo-4Zr-2Sn (utilisé pour des disques de moteur), et des alliages b-métastable plus chargés en éléments b-gènes, comme l'alliage Ti17 (utilisé également pour des disques de moteur) ou l'alliage Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (utilisation potentielle pour le train d'atterrissage). En s'appuyant sur les mécanismes de formation des microstructures pour ces deux familles d'alliage, les forces motrices des évolutions microstructurales au regard d'évolutions thermiques seront tout d'abord considérées et illustrées : écart à l'équilibre thermodynamique incluant des différences de composition chimique, différences de morphologie entre grains a, présence de contraintes élastiques à l'échelle des phases. Dans un second temps, la variabilité des microstructures dans une pièce massive sera considérée afin d'illustrer la nécessité d'étudier le vieillissement de la microstructure à partir de microstructures reproductibles. L'effet de l'environnement (enrichissement en oxygène, azote...) sera également illustré. Enfin, une analyse visant à déterminer une microstructure optimale quant au vieillissement sera abordée.



## Microstructure et mécanismes de vieillissement des aciers à très haute résistance

M. Gouné, Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux, *CNRS & Université de Bordeaux*

L'allègement des structures en acier revête un enjeu crucial dans le secteur de l'automobile et suscite un engouement de plus en plus important. Les raisons qui expliquent cet état de fait sont multiples. D'une part, l'Union Européenne a instauré des normes contraignantes pour les émissions des voitures neuves à hauteur de 130g de CO<sub>2</sub>/km (5,2l/100km) en 2015 et 95g de CO<sub>2</sub>/km (3,7l/100km) en 2020. D'autre part, « l'acier » voit son hégémonie contestée par l'émergence de nouveaux alliages légers à base d'aluminium et/ou des matériaux composites. Ce nouvel environnement a contraint les sidérurgistes à investir dans des programmes de recherche et développement tels que *S-in motion* chez ArcelorMittal ou *InCar* chez ThyssenKrupp. Le développement d'aciers nouveaux à très haute résistance (THR) est une réponse possible et prometteuse. En effet, ces aciers permettent de diminuer considérablement l'épaisseur des pièces sans affecter leur rigidité. Cependant, du fait de leur chimie spécifique, ils sont sujets à un *vieillissement thermique* à basse température qui affecte leurs propriétés de structure. Dans ce travail, nous proposons d'étudier le *vieillissement* d'un point de vue des évolutions microstructurales à basse température. Par ailleurs, à partir d'une double démarche expérimentale et de modélisation à l'échelle des phases, nous montrons comment les processus de transformation de phases et de ségrégation à l'état solide jouent un rôle fondamental dans les mécanismes de vieillissement. La démarche utilisée ainsi que les résultats obtenus pourraient être mis à profit pour répondre à des problématiques liées aux matériaux généralement utilisés dans le domaine de l'aéronautique et de l'espace.



## Aciers et superalliages : Comment favoriser la stabilité en service ?

H. Schaff, Aubert & Duval

Le vieillissement en service résulte de l'interaction du matériau avec la température, les contraintes mécaniques et/ou le milieu corrosif ou oxydant. Dans ce sens, la fatigue constitue un vieillissement de l'élément de structure, mais cette dégradation des propriétés est aujourd'hui prévisible par l'ingénieur de conception : il peut établir des courbes de fatigue et de propagation de fissure dans des conditions représentatives de son application. Le cas de la corrosion est plus difficile, car le monde du laboratoire n'est pas toujours celui de l'exploitation réelle, mais ces domaines sont de mieux en mieux connus. Du point de vue de l'ingénieur, pour un nouveau matériau, on sait assez bien faire rapidement l'ensemble des essais de caractérisation des propriétés d'emploi pour permettre au bureau d'étude de finaliser sa conception et les calculs de justification de la tenue en service. Mais ces caractérisations initiales, sur du matériau neuf, supposent que la microstructure reste stable dans le temps.

Lorsqu'elle ne l'est plus, sous l'effet de la température ou d'un couplage entre la température et les contraintes mécaniques, ce « dossier initial » ne suffit plus. Il devient utile de connaître les mécanismes de l'évolution microstructurale, leurs cinétiques, et de faire les choix qui permettront d'en limiter les conséquences. Dans le cas des aciers, il s'agit le plus souvent d'une fragilisation, perceptible par un abaissement des valeurs de ténacité et un glissement vers les hautes températures de la courbe de transition fragile-ductile. On peut décider de tolérer une certaine fragilisation en service, mais en confinant les évolutions de propriétés mécaniques par le choix du traitement thermique initial et par des précautions dans la composition chimique et la microstructure de l'alliage. Dans les superalliages, dont la microstructure est souvent très complexe, on cherche à limiter la croissance des phases néfastes vis-à-vis de la ductilité en traction et en fluage, comme les phases de Laves.

Des exemples récents seront donnés, sur des nuances industrielles actuellement utilisées ou en développement pour l'aéronautique et pour l'énergie.





## Vieillessement des matériaux de structure sous sollicitations complexes

E. Andrieu, Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux, *ENSIACET Toulouse*

La segmentation des thématiques scientifiques a longtemps limité l'étude des effets de couplage entre différents modes de sollicitation (thermique, mécanique et environnementale) sur les modes de ruine à des curiosités de laboratoire. Le retour d'expérience issu des opérations de maintenance ou d'expertises sur structures endommagées démontre clairement que les matériaux de structure sont « vivants » et qu'à ce titre ils vieillissent plus ou moins bien.

L'objectif de cette présentation est d'illustrer les effets de couplage multi-physique sur la tenue en service des matériaux de structure. Nous limiterons le périmètre de la présentation aux matériaux utilisés dans le cadre d'applications à moyenne ou haute température. Les effets des contraintes sur la cinétique du vieillissement microstructural ainsi que les effets induits par l'oxydation sur le comportement mécanique ou l'endommagement des matériaux de structure seront abordés sous différents aspects allant de la mise en œuvre de nouveaux protocoles d'essais à la modélisation des mécanismes impliqués, au premier ordre, dans le comportement global, macroscopique, des matériaux ou des structures.



# Vieillessement des alliages légers et de leurs assemblages dans leurs conditions d'utilisation

C. Blanc, Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux, *ENSIACET Toulouse*

Parmi les alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie aéronautique, on peut citer ceux de la série 2XXX, l'alliage 2024 traditionnellement utilisé mais aussi des alliages Al-Cu-Li de troisième génération comme l'alliage 2050. Pour le premier, ce sont des structures rivetées qui sont utilisées alors que, pour le second, l'utilisation de structures assemblées par friction stir welding (FSW) est envisagée. Dans tous les cas, compte-tenu des conditions d'utilisation des pièces, dans une approche de conception durable, la tenue à la corrosion et à la corrosion sous contrainte (CSC) de ces structures est un enjeu majeur. Ainsi, le travail présenté ici est focalisé sur la tenue à la corrosion, en particulier à la corrosion intergranulaire, et à la CSC des alliages 2024 et 2050 ainsi que des structures en alliage 2050 assemblées par FSW. Les travaux seront présentés de façon à mettre en évidence les points communs mais également les différences pour ce qui concerne le comportement en corrosion de ces nuances en relation avec leurs états métallurgiques. La méthodologie mise en œuvre sera décrite. Différents essais de corrosion ont été réalisés en milieu contenant des ions chlorures, jugé représentatif de certaines conditions d'utilisation des structures considérées ; des essais d'immersion-émersion alternées ont été réalisés pour reproduire au mieux ces conditions d'utilisation. L'endommagement en corrosion observé sera décrit en détail : il est très différent de celui généré par des essais d'immersion continue, tests largement répandus en laboratoire. Pour les deux alliages, il semble important de considérer, dans certaines conditions, et pour ce qui concerne le dimensionnement des structures, le défaut de corrosion lui-même mais également un endommagement volumique qui peut s'apparenter à un phénomène de fragilisation par l'hydrogène. Différentes méthodes de caractérisation des matériaux ont été mises en œuvre pour évaluer les matériaux, les structures et leur endommagement aux échelles pertinentes. L'exposé présentera les avancées générées pour ce qui concerne les outils de caractérisation de l'endommagement en corrosion et CSC, les mécanismes d'endommagement et les approches prédictives avec le développement d'outils de prédiction des cinétiques de propagation des défauts de corrosion intergranulaire.



# Influence de la corrosion sur la tenue en fatigue d'un acier inoxydable martensitique

O. Brucelle, Ratier Figeac

La corrosion et la fatigue sont des phénomènes bien connus et pris en compte lors de la conception de pièces de structures aéronautiques. En effet, la plupart des pièces de structure aéronautiques sont soumises, au cours de leur vie, à des chargements cycliques tant mécaniques que chimiques. Les matériaux à hautes propriétés utilisés dans le domaine aéronautique ont été développés pour répondre à ces exigences sévères. Cependant, l'influence de la corrosion sur la tenue en fatigue (HCF) de ces matériaux est relativement peu documentée. L'impact de la corrosion sur la fatigue a été étudié pour un acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3.

Des essais de fatigue (HCF) à différentes fréquences, ont été réalisés dans deux environnements, l'air et une solution aqueuse (pH=6) de 0,1M NaCl + 0,44M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. L'initiation de fissures a été observée en surface pour les essais à l'air et sur des défauts de corrosion pour les essais en solution. Un abattement de la durée de vie en fatigue de 33% (à 107cycles pour une fréquence de 120 Hz) a été observé entre des essais de fatigue-corrosion (en solution) et des essais à l'air.

L'étude du potentiel libre durant les essais de fatigue-corrosion a permis de proposer un scénario d'amorçage de fissure.



# Effets d'environnement sur le comportement en fatigue des matériaux et des structures métalliques

N. Saintier, Institut de Mécanique et d'Ingénierie, *Université de Bordeaux*

Le comportement en fatigue d'une structure ne peut être pleinement appréhendé sans considérer l'environnement physico-chimique dans lequel celle-ci évolue. Même dans des conditions standard d'utilisation (air, température ambiante), des interactions existent entre les mécanismes de déformation, d'endommagement et les processus résultant de la chimie des surfaces, comme le montre la différence entre des résultats d'essais, notamment de fatigue, à l'air et sous vide.

Dans de nombreux cas la compréhension et la prise en compte de ces phénomènes de couplage mécanique/environnement est un élément essentiel pour l'optimisation des microstructures et le dimensionnement des structures en service. Ceci est particulièrement critique et complexe à analyser lorsque des phénomènes synergiques mécanique/environnement interviennent rendant caduque toute analyse découplée des mécanismes mis en jeu.

La présentation aura pour but de mettre en évidence dans un certain nombre de cas ces phénomènes de couplage tout en se focalisant sur des approches en cours dans le cas de la fatigue-corrosion à grand nombre de cycles et en milieu aqueux. Les études présentées concernent le cas des aciers martensitiques à haute limite d'élasticité largement utilisés dans le domaine aéronautique. Les résultats d'essais concerneront deux aciers martensitiques sollicités entre  $10^5$  et  $10^7$  cycles, à différents rapports de charge, à l'air et en milieu aqueux. Deux approches seront présentées, la première proposant une approche découplée du problème permettant d'aborder la fatigue corrosion sous l'angle de l'influence de défauts de corrosion sur la tenue en fatigue, la seconde couplée permettant de mettre en évidence les phénomènes de synergie entre mécanique et environnement. La présentation abordera les aspects expérimentaux permettant de mettre en évidence les phénomènes de couplages entre mécanique et environnement en présentant les moyens d'essais utilisés ainsi que des techniques originales de suivi électrochimique. Ces techniques ont permis d'identifier le comportement électrochimique du film passif in-situ au cours des essais de fatigue-corrosion par le suivi du potentiel libre de corrosion et des mesures d'impédance électrochimique. Les observations des mécanismes d'amorçage de fissures et les résultats des mesures électrochimiques in-situ permettent d'identifier un scénario d'amorçage des fissures de fatigue-corrosion en situation de couplage et de proposer un modèle analytique de prévision de la durée de vie en fatigue dans un milieu aqueux corrosif.





L'autocicatrisation :

Une solution pour retarder le vieillissement des CMC

F. Rebillat, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, *Université de Bordeaux*

A haute température, le schéma d'endommagement mécanique des composites à matrice céramique (CMC) peut être modifié par la dégradation de certains des constituants. En effet, les fissures matricielles créées lorsque les contraintes dépassent la limite élastique favorisent la diffusion de l'oxygène environnant la pièce vers les points sensibles du matériau, en particulier l'interphase et les fibres. Par auto-cicatrisation des composites, ce phénomène est ralenti à haute température par l'oxydation de la surface des fissures de la matrice et la formation en surface d'une couche d'oxyde liquide qui remplit ces fissures par capillarité. Ce procédé n'est efficace que si la formation de l'oxyde condensé est rapide, et si la matrice conserve au cours du temps sa capacité à s'oxyder continuellement pour consommer l'oxygène renouvelé en provenance de l'environnement.

Dans le cas des fibres en carbure de silicium, des matrices (Si-B-C) ont été développées. Dans ce cas, l'oxyde de bore formé qui est liquide dès 450°C, mouille les parois de ces fissures et les remplit. Il est à noter que l'oxyde de bore réagit avec la vapeur d'eau pour former des composés gazeux qui peuvent contribuer à l'appauvrissement du composite en phase cicatrisante.

Afin d'alimenter des modèles pour décrire les scénarios de cicatrisation/non-cicatrisation, une méthodologie de quantification des vitesses d'oxydation des différents constituants est proposée. L'ensemble de ces données peut maintenant être utilisé pour identifier le domaine de fonctionnement optimal de ces matériaux et modéliser l'oxydation le long d'une fissure matricielle. La connaissance des processus de cicatrisation peut également être transposée à la protection externe des composites (barrière environnementale).



## Matériaux polymères auto-cicatrisants

M. Taha, Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Polymères, *Université de Saint-Etienne*

Un matériau polymère ou composite peut être endommagé suite à une action mécanique, chimique ou thermique... Cela pourrait conduire à sa rupture, à la formation de fissures et microfissures ou encore à sa déformation.

Ces lésions peuvent affecter considérablement les propriétés de ces matériaux et leur durée de vie.

Dans le cas d'un matériau composite, en plus de l'effet sur la matrice, les fibres peuvent être décollées de la matrice ou encore rompues conduisant aussi bien à une diminution des propriétés liées à la matrice comme la résistance à la compression, que celles liées aux fibres comme la tension à la rupture ou son comportement à la fatigue.

Les fissures et microfissures se forment souvent profondément dans la structure des matériaux ce qui rend leur détection et les interventions extérieures difficiles ou parfois impossibles.

Par des approches biomimétiques, des matériaux ont été conçus en leur conférant la capacité de réponse coopérative inhérente à de multiples stimuli externes qui induisent des changements dynamiques dans leurs propriétés physico-chimiques. L'auto-cicatrisation qui s'en suit conduit au développement de nouveaux matériaux polymères avec une stabilité à long terme et une durabilité améliorées.

On distingue les matériaux extrinsèques, où la propriété d'auto-cicatrisation est obtenue par addition d'agents de guérison à la matière, et des matériaux intrinsèques, où l'auto-cicatrisation est obtenue par la structure chimique du matériau.

Les matériaux extrinsèques contiennent souvent des capsules ou des tubes chargés d'agents cicatrisant qui s'écoulent suite à la rupture des membranes et remplissent les volumes créés par les microfissures puis polymérisent conduisant à la cicatrisation. La libération de la matière active encapsulée est obtenue par deux déclencheurs principaux : la rupture mécanique de l'enveloppe du conteneur ou les changements du pH local dans la zone endommagée.

Les principales réactions utilisées sont les réactions époxy/amine catalysées ou non, les polycondensations par ouverture de cycle, la réaction alcool/iso cyanate et les polymérisations métathèses activées par des catalyseurs de Grubbs.

Les matériaux intrinsèques sont constitués ou bien contiennent des polymères ou des réseaux formés par des réactions « dynamiques » qui déforment et se rompent d'une façon équilibrée et contrôlée suite à un stimulus externe (température, choc, pression). Ici l'équivalence temps /température est parfois constatée.

Ces liaisons dynamiques peuvent être covalentes comme pour les réactions de Diels-Alder ou encore non covalentes comme les liaisons supramoléculaires de type donneur/accepteur ou ioniques.

L'état de l'art dans ce domaine sera rappelé en insistant sur les récents développements.



Le procédé sol-gel pour la mise en œuvre de revêtements protecteurs et durables :

Applications et perspectives

F. Ansart, Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux, *Université de Toulouse*

Le procédé sol-gel permet l'élaboration d'une grande variété de matériaux sous différentes configurations (massifs, films minces, fibres, poudres). Cette grande diversité de formulations comme de mises en forme, a rendu ce procédé très attractif dans des domaines technologiques variés (optique, catalyse, aéronautique, mécanique, thermique...). Il s'agit de plus d'une méthode de chimie douce qui permet l'obtention de matériaux très purs et à stœchiométrie contrôlée.

Le procédé sol-gel (pour «solution-gélification») consiste à transformer une solution à base de précurseurs en phase liquide en un solide par une suite de réactions chimiques (de type polymérisation), en général à température ambiante.

Au-delà de l'obtention de matériaux massifs, un des intérêts principaux de cette méthode est la mise en œuvre de revêtements. Un des paramètres clef est la viscosité des solutions sol-gel qui va permettre la mise en œuvre de films sur des pièces de diverses natures et de géométrie complexe.

Il existe une multitude d'applications avec ce type de revêtement, allant des systèmes de protection contre la corrosion susceptibles de remplacer les systèmes chromatisés actuels sur pratiquement toutes les surfaces métalliques, jusqu'à des systèmes anti-érosion ou anti-usure dans le domaine de la mécanique par exemple.

Un atout majeur de ce procédé reste néanmoins la possibilité de réaliser des revêtements multifonctionnels (tribologique/anticorrosion, optique/catalytique...) à partir d'une mise en œuvre simple et peu coûteuse.

Dans cette présentation, après un bref rappel du procédé sol-gel, seront présentées certaines avancées récentes dans le domaine des traitements de surfaces métalliques et nous dresserons par ailleurs quelques perspectives de cette technique dans quelques secteurs industriels de pointe.



## Durabilité des revêtements sur pièces composites pour le domaine spatial

T. Duguet, Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux, *ENSIACET Toulouse*

Notre groupe de recherche étudie le revêtement par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) des composites à matrice époxy dans le cadre de projets collaboratifs avec des acteurs PME et des utilisateurs finaux du domaine spatial. Ces revêtements apportent des propriétés spécifiques, telles que la conductivité, ou l'absorption optique. Dans ce cadre, nous faisons face à des problématiques génériques de durabilité des interfaces revêtements/polymères. A terme, si ces interfaces ne sont pas maîtrisées, leur dégradation conduit à la perte des propriétés fonctionnelles, et/ou à la dégradation des modules environnants. La présentation va donc consister à présenter l'état de l'art au sujet des mécanismes d'adhésion revêtements/substrats et des moyens mis en œuvre pour l'assurer. L'exposé sera focalisé sur les interfaces avec les composites à matrice époxy qui présentent intrinsèquement des propriétés non bénéfiques pour l'adhésion, et des mécanismes de vieillissement originaux.





Les barrières thermiques déposées par EB-PVD sur aubages de turbine haute pression de moteurs aéronautiques.

A. Malié, SNECMA

L'amélioration des performances des turboréacteurs constitue un défi permanent qui passe par une augmentation de la température des gaz à l'entrée de la turbine. Pour répondre à ce besoin, la solution retenue actuellement est le concept de barrière thermique qui consiste à protéger la surface métallique (superalliage base nickel) par un revêtement de protection contre l'oxydation/corrosion à chaud (aluminium de nickel modifié par le platine) et un revêtement céramique isolant, exposé aux gaz chauds.

Aujourd'hui, les systèmes les plus performants sont des dépôts de Zircone partiellement stabilisée à l'Yttrine ( $ZrO_2 - Y_2O_3$  à 8% en masse), dont l'épaisseur varie de 100 à 250  $\mu m$  suivant l'application, qui permettent d'abaisser la température de la surface métallique d'environ 50 à 100°C.

Parmi les différentes technologies de dépôt, le procédé le plus utilisé actuellement pour réaliser ce type de revêtement est la projection plasma. Cependant, depuis quelques années, le procédé mis en œuvre pour les dépôts Barrières Thermiques sur les aubages de turbine HP (Haute Pression) est l'évaporation par bombardement électronique ou E.B.P.V.D. (Electron Beam Physical Vapor Deposition). En effet, ce procédé permet d'obtenir une structure colonnaire caractéristique comparativement à la structure lamellaire obtenue par projection plasma.

Ainsi, les aubages de turbine HP aéronautiques revêtus de ce système de barrière thermique présentent des améliorations significatives vis-à-vis des différentes sollicitations et dommages rencontrés en service : contraintes thermomécaniques, impact de particules, érosion...

Cependant, ces systèmes de barrière thermique éprouvés sur moteurs civils et militaires font l'objet d'améliorations continues afin d'augmenter la durée de vie des aubages de turbine HP.



# Projet ANR Jeune chercheuse MICPAC

## Méthode par Intervalles pour la Caractérisation et le Pronostic des Assemblages Collés

M. Aufray, Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux, *ENSIACET Toulouse*

Les adhésifs sont très utilisés dans de nombreux domaines tels que l'automobile ou l'aéronautique : leur fonction est non seulement d'assurer l'assemblage, mais également parfois l'étanchéité. Dans les deux cas, l'adhérence entre substrat et adhésif est primordiale. La caractérisation des joints de colles, mais aussi des interphases formées est alors cruciale : si les techniques de caractérisation classiques permettent l'analyse de polymères en volume, l'étude des interphases à base de polymère aux différentes échelles est souvent plus difficile. Cet exposé présentera les problématiques globales liées au collage et au vieillissement des assemblages collés. Le suivi *in situ* (et non destructif) du vieillissement des joints collés étant aujourd'hui un enjeu primordial dans tous les domaines, l'exposé se focalisera par la suite sur une méthode par intervalle permettant la caractérisation et le pronostic de ces assemblages.



## Projet ANR PREVISIA

Approche multiphysique du vieillissement sous contrainte des aciers inoxydables martensitiques et de ses conséquences sur la propagation des fissures en fatigue

B. Journet, Airbus Group Innovations

La perspective d'utiliser l'acier 15-5PH, pour une application sur des pièces de mât réacteur d'avions exposées de façon prolongée à des températures de service pouvant atteindre des niveaux entre 300°C et 400°C, soulève la problématique du vieillissement de ce matériau durant son utilisation.

L'exposé oral présente la démarche qui a été mise en place. Elle consiste à explorer successivement les étapes de compréhension du vieillissement au moyen de techniques d'investigations dédiées depuis l'échelle nanométrique, en passant par les échelles microscopique et macroscopique, jusqu'aux essais sous spectres sur élément de volume.

L'étude des mécanismes de vieillissement et des comportements mécaniques a permis de construire une large base de données métallurgiques et mécaniques. Des modélisations ont été faites aux différentes échelles afin de prédire l'évolution en service des propriétés en statique et en tolérance aux dommages nécessaires au dimensionnement de la structure.

Ces travaux sont réalisés dans le cadre du projet PREVISIA soutenu financièrement par l'Agence Nationale de la Recherche dans le cadre de l'appel MatetPro 2010. Le consortium de partenaires se compose de quatre académiques et de trois industriels : SIMaP, CIRIMAT, PPRIME, LMT Cachan, Aubert et Duval, Airbus Commercial Airplanes, Airbus Group Innovations (coordinateur).