

THÈSE

Pour l'obtention du Grade de
**DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE ET
D'AÉROTECHNIQUE**

(Diplôme National – Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale :
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche :
Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Fabien BILLY

Vieillessement et propriétés résiduelles de matériaux issus du démantèlement d'avions en fin de vie

Directeurs de thèse : Marie-Christine LAFARIE-FRENOT, Gilbert HENAFF

Soutenue le 25 Mars 2013

devant la Commission d'Examen

JURY

Thierry PALIN-LUC	Professeur à Arts&Métiers ParisTech, I2M, Bordeaux	Président
Bertrand HUNEAU	Maître de Conférences HDR à l'Ecole Centrale, GeM, Nantes	Rapporteur
Philippe OLIVIER	Professeur à l'IUT GMP, Institut Clément Ader, Toulouse	Rapporteur
Jacques CINQUIN	Ingénieur Expert à EADS IW, Suresnes	Examineur
Sjoerd VAN DER VEEN	Ingénieur Expert à Airbus, Toulouse	Examineur
Marie-Christine LAFARIE-FRENOT	Professeur à l'Université, Institut P', Poitiers	Examineur
Gilbert HENAFF	Professeur à l'ENSMA, Institut P', Poitiers	Examineur

« *Ne laissez jamais le temps au temps. Il en profite.* »
Jean Amadou

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mes directeurs de thèse, Marie-Christine Lafarie-Frenot et Gilbert Hénaff, pour m'avoir fait confiance dans ce projet, et pour m'avoir soutenu et permis d'avancer pendant ces trois années ... et quelques mois.

Je voudrais apporter mes remerciements à Thierry Palin-Luc pour avoir accepté de présider le jury de thèse, ainsi qu'à Bertrand Huneau et Philippe Olivier, pour avoir eu la lourde tâche d'être rapporteur. Merci aussi à Jacques Cinquin pour sa participation au jury et à Sjoerd van der Veen, malgré son absence lors de la soutenance, qui m'aura apporté son soutien lors de mes déplacements au sein du D41 d'Airbus mais aussi un regard « industriel » sur mes travaux.

Je souhaite aussi apporter un grand merci à tout le personnel du laboratoire ... euh ... de l'axe 3 du département 1 de l'Institut P', et notamment Jean-Claude Grandidier pour m'avoir accueilli dans cet axe. Merci à Guillaume pour son implication dans le programme mais aussi pour son aide permanente. Merci à Florence pour ses formations et son soutien en Microscopie électronique, ainsi que pour ses petites astuces de polissage, entre autre. Je remercie aussi David, Anne-Laure et Denis pour leur aide et tous les membres de l'équipe technique pour leur bonne humeur. Merci aussi à Jacques, Jean-Louis, Laurent et Gueric pour l'usinage des éprouvettes. Je souhaite remercier Brigitte, Eliane ainsi que Francine pour leur aide administrative et leurs conseils.

Je tiens aussi à remercier Amélie Brientin, pour son aide précieuse, la préparation d'éprouvettes, ses conseils, etc ... et les équipes « teardown » et « composites » du D41 d'Airbus pour m'avoir accueilli lors de mes séjours à Toulouse.

Je ne pourrai bien sûr pas oublier tous les doctorants et particulièrement ceux du bureau 38, Julien, Laurent, Sébastien pour m'avoir intégré dans le club très « fermé » du B38 !! Merci aussi au suivants : Aline, Camille, Andrea, le petit dernier qui ont réussi à me supporter pendant la rédaction et la préparation de la soutenance ... et Florian ; merci Flo pour ton éternel sourire ...!

Enfin, je souhaite remercier ma famille, mes parents qui m'ont permis d'arriver jusque là, mais aussi Carole-Anne pour m'avoir motivé, soutenu et supporté lors des moments les plus pénibles.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	- 1 -
-------------------	-------

PARTIE A : VIEILLISSEMENT DE PANNEAUX DE VOILURE EN COMPOSITE.....	- 9 -
--	-------

CHAPITRE I	
------------------	--

Etude bibliographique.....	- 11 -
----------------------------	--------

I.1. Les composites dans l'aéronautique	- 13 -
---	--------

I.1.1. Historique.....	- 13 -
------------------------	--------

I.1.2. Les composites fibres de carbone / résine époxy	- 14 -
--	--------

I.1.2.1. Les composites à matrice polymère	- 14 -
--	--------

I.1.2.1.a. Spécificités	- 14 -
-------------------------------	--------

I.1.2.1.b. Caractérisation des composites à matrice polymère	- 14 -
--	--------

I.1.2.2. Les fibres de carbone	- 17 -
--------------------------------------	--------

I.1.2.3. Les résines époxy	- 18 -
----------------------------------	--------

I.1.3. Matériaux constitutifs des voilures étudiées	- 20 -
---	--------

I.1.3.1. La fibre de carbone T300.....	- 20 -
--	--------

I.1.3.2. La résine époxy 914	- 20 -
------------------------------------	--------

I.2. Vieillissement des composites.....	- 22 -
---	--------

I.2.1. Mécanismes de vieillissement.....	- 22 -
--	--------

I.2.2. Vieillissement de la fibre.....	- 22 -
--	--------

I.2.3. Vieillissement de la matrice	- 23 -
---	--------

I.2.3.1. Vieillissements physiques.....	- 23 -
---	--------

I.2.3.2. Vieillissements chimiques.....	- 27 -
---	--------

I.2.4. Vieillissement des interfaces	- 31 -
--	--------

I.3. La diffusion.....	- 32 -
------------------------	--------

I.3.1. Diffusion fickienne	- 32 -
----------------------------------	--------

I.3.2. Diffusion non fickienne	- 34 -
--------------------------------------	--------

I.3.2.1. Diffusion de Carter et Kibler.....	- 35 -
---	--------

I.3.2.2. Développements d'autres modèles pour composites.....	- 37 -
---	--------

I.3.3. Conséquences directes de l'absorption d'eau	- 39 -
--	--------

CHAPITRE II.....	- 41 -
Matériau et pièces de l'étude.....	- 41 -
II.1. Les voilures V10F et ATR 72.....	- 43 -
II.1.1. Matériau, avions et pièces étudiés	- 43 -
II.1.1.1. Fabrication des panneaux de voilure	- 43 -
II.1.1.2. La voilure prototype V10F du Falcon X.....	- 48 -
II.1.1.3. La voilure de l'ATR 72	- 51 -
II.2. Les revêtements de voilure	- 55 -
II.3. Fabrication de plaques de matériau neuf pour l'établissement de références....	- 57 -
CHAPITRE III	- 59 -
Etude du vieillissement humide	- 59 -
III.1. Caractérisation de l'état de réception	- 61 -
III.1.1. Santé matière du matériau après service	- 61 -
III.1.2. Taux d'humidité des échantillons de voilures.....	- 63 -
III.1.3. Comportement viscoélastique du matériau à l'état de réception	- 67 -
III.1.3.1. Caractérisation par DMA (Dynamic Mechanical Analysis)	- 67 -
III.1.3.2. Analyse par DMA de l'état de réception	- 68 -
III.1.4. Propriétés mécaniques résiduelles.....	- 71 -
III.1.4.1. Essais de traction	- 71 -
III.1.4.2. Essais de compression.....	- 73 -
III.1.4.3. Essais de cisaillement interlaminaire	- 76 -
III.2. Cinétiques de sorption.....	- 79 -
III.2.1. Analyse des courbes de sorption.....	- 79 -
III.2.2. Comportement du revêtement face à l'humidité	- 82 -
III.3. Conséquences de l'humidité sur les propriétés physiques et mécaniques du matériau de voilure.....	- 84 -
III.3.1. Impact de la sorption/désorption sur le comportement viscoélastique (DMA) ...	- 84 -
III.3.1.1. Etat sec – référence.....	- 84 -
III.3.1.2. Après désorption et sorption jusqu'à saturation	- 86 -
III.3.1.3. Après désorption et sorption de la quantité d'eau contenue à réception ...	- 88 -

III.3.2.	Effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques – essais de cisaillement interlaminaire.....	- 91 -
CHAPITRE IV.....		
	Discussion et Conclusions.....	- 93 -
IV.1.	Lois de diffusion	- 95 -
IV.1.1.	Modèle de Fick.....	- 95 -
IV.1.2.	Modèle de Langmuir.....	- 96 -
IV.1.3.	Modèle simplifié de Tsotsis et Weitsman.....	- 97 -
IV.1.3.1.	Description et application du modèle	- 97 -
IV.1.3.2.	Modélisation de la concentration en eau dans l'épaisseur des stratifiés	- 98 -
IV.1.3.3.	Extension du modèle à la voilure V10F.....	- 100 -
IV.1.3.4.	Etude des paramètres du modèle de Tsotsis-Weitsman	- 101 -
IV.2.	Mise en place d'une loi de type Gordon-Taylor	- 106 -
IV.3.	Répartition de température de transition vitreuse dans le stratifié	- 109 -
IV.4.	Conclusions	- 111 -
	Références bibliographiques	- 112 -
 PARTIE B : TENUE EN FATIGUE RESIDUELLE D'UN ALLIAGE D'ALUMINIUM 2024 T351 D'UNE VOILURE d'A320 EN FIN DE VIE.....		
-117 -		
CHAPITRE I		
	Etude Bibliographique	- 119 -
I.1.	Utilisation des alliages d'aluminium dans l'aéronautique.....	- 121 -
I.2.	L'alliage d'aluminium 2024 T351.....	- 121 -
I.2.1.	Les alliages d'aluminium-cuivre (série 2XXX).....	- 121 -
I.2.2.	Coulée	- 122 -
I.2.3.	Homogénéisation	- 122 -
I.2.4.	Laminage	- 123 -
I.2.5.	Durcissement structural.....	- 123 -

I.2.5.1.	Précipitation.....	- 123 -
I.2.5.2.	Microstructure.....	- 125 -
I.2.5.2.a.	Précipitation intragranulaire	- 125 -
I.2.5.2.b.	Précipitation intergranulaire	- 126 -
I.2.6.	Vieillessement des alliages 2XXX sans contrainte.....	- 127 -
I.3.	Fatigue des alliages Al-Cu	- 129 -
I.3.1.	Généralités sur la fatigue	- 129 -
I.3.2.	Durée de vie en fatigue	- 131 -
I.3.2.1.	Généralités.....	- 131 -
I.3.2.2.	Paramètres influençant la tenue en fatigue.....	- 132 -
I.3.2.2.a.	Etat de surface	- 132 -
I.3.2.2.b.	Contraintes résiduelles	- 132 -
I.3.2.2.c.	Environnement.....	- 132 -
I.3.2.3.	Amorçage de fissures.....	- 133 -
I.3.3.	Propagation de fissures de fatigue	- 135 -
I.3.3.1.	Généralités.....	- 135 -
I.3.3.2.	Lois de propagation	- 136 -
I.3.3.3.	Comportement des alliages à la fissuration	- 137 -
I.3.3.4.	Paramètres influençant la propagation de fissure de fatigue.....	- 138 -
I.3.3.4.a.	La microstructure	- 138 -
I.3.3.4.b.	L'environnement	- 139 -
I.3.3.4.c.	Influence du rapport de charge et effets de fermeture	- 139 -
I.4.	Impact du vieillissement en service sur la tenue en fatigue des alliages d'aluminium aéronautiques	- 141 -
I.5.	Synthèse bibliographique.....	- 145 -
CHAPITRE II		
	Matériau et pièces de l'étude.....	- 147 -
II.1.	Etude de la voilure de l'AIRBUS A320 MSN 004.....	- 149 -
II.2.	Matériau neuf pour l'établissement de références.....	- 151 -
II.3.	Déroulement des essais	- 152 -
II.3.1.	Eprouvettes	- 152 -
II.3.2.	Machine d'essais.....	- 153 -

CHAPITRE III	
Caractérisation du matériau et comportement en fatigue.....	- 157 -
III.1. Caractérisation des propriétés statiques.....	- 159 -
III.2. Comportement en fatigue du matériau après service	- 161 -
III.2.1. Etude de la durée de vie en fatigue	- 161 -
III.2.1.1. Courbes S-N.....	- 161 -
III.2.1.2. Observation des surfaces de rupture	- 164 -
III.2.1.2.a. Zones d'amorçage	- 164 -
III.2.1.2.b. Propagation	- 171 -
III.2.1.2.c. Stries de fatigue	- 172 -
III.2.1.2.d. Facettes cristallographiques	- 176 -
III.2.2. Comportement en propagation de fissure – Courbes $da/dN - \Delta K$	- 177 -
III.2.2.1. Avancée de fissure	- 177 -
III.2.2.2. Courbes $da/dN - \Delta K$	- 179 -
III.2.2.3. Observations des surfaces de rupture	- 181 -
CHAPITRE IV.....	
Discussion et Conclusions.....	- 183 -
IV.1. Effet du vieillissement sur la tenue en fatigue.....	- 185 -
IV.1.1. Evolution de la microstructure	- 185 -
IV.1.2. Normalisation des courbes S-N	- 187 -
IV.2. Nature des facettes	- 189 -
IV.3. Analyse de la durée de vie en fatigue par une approche EIFS	- 193 -
IV.4. Conclusions.....	- 198 -
Références bibliographiques	- 200 -
CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES.....	- 205 -
ANNEXES.....	- 211 -

INTRODUCTION

Contextes industriel et scientifique

Avec un nombre d'avions en fin de vie de plus en plus élevé, leur traitement pose problème, (environ 300 avions par an à traiter, sans compter les épaves déjà stockées à proximité des aéroports dans le monde). Jusqu'à présent, les avions en fin de vie (de plus de 30 ans), ou ceux dont la remise en état représentait un coût trop important, étaient stockés sur les aéroports, envoyés dans les déserts ou détruits sans prendre de précautions particulières par rapport au respect de l'environnement, ou à la santé publique.

Depuis peu, les autorités tentent de traiter ce problème et se tournent vers un démantèlement complet des aéronefs, puis un tri des matériaux premiers pour recyclage ou une remise en service de certaines pièces.

En France, la première plateforme européenne de démantèlement d'avions en fin de vie est mise en place sur l'aéroport de Châteauroux en 2004. Elle est créée par Martin Aéro Recycling, filiale de Veolia Propreté.

Puis en 2006, le programme PAMELA (Process for Advanced Management of End-of-Life of Aircraft) est lancé. Piloté par Airbus et SITA France, il est précurseur en terme de gestion des aéronefs en fin de vie. Le projet permet la construction d'un site de démantèlement sur l'aéroport de Tarbes-Lourdes. Il a pour but de mettre en place des procédures de déconstruction et de valorisation de pièces et de matériaux d'aéronefs en fin de vie, mais aussi d'assurer un suivi de la remise sur le marché des pièces détachées. L'objectif principal de PAMELA est de pouvoir réutiliser, récupérer ou recycler 85% des éléments d'un avion d'ici 2015. Aujourd'hui, sur le site de l'aéroport Tarbes-Lourdes, est implantée l'entreprise TARMAC AEROSAVE, concrétisation de la phase industrielle du programme et deuxième site de déconstruction aéronautique français.

C'est donc dans ce contexte qu'a été proposé le programme DIAGNOSTAT (DIAGNOstic STATistique), lancé dès 2008 au sein du pôle Aerospace Valley par EADS Innovation Works et Airbus grâce, notamment, à un financement du Fond Unique Interministériel. Deux autres industriels, TARMAC AEROSAVE et NDT Expert, ont rejoint le projet et six laboratoires publics ont été choisis pour les études matériaux et de développement de nouveaux outils de diagnostic : Le CEA LIST, le CNRS – LAAS, le LMP, l'ENIT LGP, l'ENSIACET – CIRIMAT, et l'ENSMA – Institut P' DPMM.

Le projet DIAGNOSTAT cible principalement deux aspects du démantèlement qui sont la réutilisation de pièces amovibles utilisables comme pièces de rechange et la production de connaissances sur l'état de l'avion qui serviront de retour d'expérience pour les futurs

développements ou même pour la maintenance des appareils. Ce deuxième axe de réflexion vise à construire une connaissance « statistique » sur l'état des zones critiques. La constitution de cette base de données et son exploitation à des fins de dénombrement est importante car la diversité des paramètres soumis à variation intervenant dans le cycle de vie d'un avion (profil d'emploi, conditions climatiques rencontrées, qualité des interventions de maintenance, ...) rend difficile le pronostic sur la durabilité et l'espérance de vie des structures situées dans ces zones. Le retour d'expérience mis en place sera utile à deux niveaux :

- en phase de conception pour l'amélioration structurelle de la robustesse des composants ou la mise en place de redondances mais aussi pour l'identification des paramètres environnementaux majeurs intervenant dans le vieillissement afin d'en tenir compte lors de l'intégration de nouveaux matériaux,
- en phase de maintenance pour l'aide à la décision relative à la réparation, au remplacement ou au statu quo concernant certains composants d'usure situés dans les zones critiques.

L'ENSMA et le Département de Physique et de Mécanique des Matériaux de l'Institut P', au sein duquel s'est déroulée cette thèse, sont engagés sur deux études du programme DIAGNOSTAT définies par des sous-lots du lot 1 nommé « Méthodes de diagnostic ».

Le premier est la « Caractérisation du vieillissement des CFRP (Carbon Fiber Reinforced Polymers) ». Pour cette étude, le DPMM est leader et a pour but de caractériser et d'analyser les conséquences du vieillissement en conditions de service sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux composites à fibres de carbone.

La seconde partie est nommée « Caractérisation du vieillissement des matériaux métalliques » dirigée par le CIRIMAT. Dans cette partie, le DPMM a pour objectif de caractériser la tenue en fatigue résiduelle de pièces de voilure d'A320 en alliage d'aluminium 2024-T351, tandis que le CIRIMAT traite des propriétés mécaniques, microstructurales et de la corrosion.

Objectifs de l'étude

Les pièces utilisées pour l'étude, notamment des panneaux de voilures, sont fournies par AIRBUS et TARMAC AEROSAVE pour caractériser le vieillissement des structures avions.

Dans un premier temps, l'étude composite s'inscrit dans la suite de travaux, commencés au sein d'AIRBUS, sur une voile V10F prototype (détaillée par la suite) d'un Falcon X. Cette voile est constituée d'un stratifié fibres de carbone T300 /résine époxy 914. Par la suite une étude complète a pu être réalisée sur une voile d'ATR 72, composée du même matériau. L'objectif est donc, sur ces matériaux de voile, de caractériser le vieillissement par tous les moyens possibles à notre disposition. En effet, le vieillissement des matériaux composites en conditions de service met en jeu divers processus de détérioration ou d'endommagement qui se manifestent à différentes échelles d'observation ou de comportement. Il peut se traduire par des évolutions microstructurales de nature physique ou chimique (telles que la post-réticulation, l'hydrolyse de la matrice polymère, l'oxydation, etc...), l'apparition et le développement d'endommagements (délaminages, fissures matricielles, décohésions fibres/matrices ...), ou des modifications de propriétés mécaniques (propriétés élastiques, tenue à la compression ...).

Ce genre d'étude est nouveau en France, puisque ce sont les premiers avions possédant des pièces composites qui arrivent en fin de vie. Ces travaux permettront donc d'avoir les premiers retours d'expérience sur ce type de matériaux. Cependant, aux Etats-Unis, des études similaires sont présentées chaque année depuis 1998 lors de la « Aging Aircraft Conference » renommée depuis 2010 « the Aircraft Airworthiness & Sustainment Conference ». On peut citer notamment les recherches du NIAR (National Institute for Aviation Research) sur des pièces composites de Boeing 737 [1].

Du côté métallique, l'étude s'est tournée vers une voile d'A320. Nous avons accès à des panneaux extradors et intradors. Là encore, notre objectif est d'analyser et de comprendre l'endommagement des matériaux métalliques sur structure avion. Ces dégradations peuvent être multiples compte tenu des nombreuses sollicitations rencontrées notamment en fatigue, ce que nous étudierons plus largement. Cependant la tenue en fatigue de la structure peut aussi être influencée par une évolution de la microstructure, notamment de la précipitation au sein l'alliage. Tout d'abord, il est donc nécessaire de caractériser le vieillissement des matériaux et d'essayer d'établir une corrélation entre les modifications observées et l'histoire de la pièce. L'intérêt industriel est ici de pouvoir comparer l'état en fin de vie de structures

[1] J. Tromblin, L. Salah, and C. Davies, "Aging effects evaluation of a decommissioned Boeing 737-200 horizontal stabilizer," in 11th joint NASA/FAA/DOD Conference of Aging Aircraft, 2008.

métalliques avec les modèles prédictifs et les essais de certification. Ainsi, le but est de pouvoir attribuer à un endommagement / une dégradation / un vieillissement une variable physique pouvant être détectée par des techniques de contrôle non destructif.

Structure du manuscrit de thèse

De par la nature pluri-matériaux de cette thèse, le manuscrit s'articule suivant deux grandes parties :

La première, consacrée aux composites, est divisée en trois chapitres :

- Le premier présente une étude bibliographique. Elle est tout d'abord composée d'un rapide historique de l'apparition des matériaux composites dans l'industrie aéronautique. Puis suit un paragraphe présentant les matériaux composites carbone/époxy et leurs caractéristiques techniques. La troisième partie est consacrée au vieillissement des composites ; les différents phénomènes pouvant amener à une dégradation des propriétés du composite sont ainsi décrits. Enfin, le dernier paragraphe bibliographique porte sur la diffusion de l'eau dans les composites stratifiés, puisque l'étude présentée dans la première partie de ce manuscrit porte plus particulièrement sur les vieillissements régis par la prise ou la perte d'humidité.
- Le deuxième chapitre présente les deux voilures étudiées V10F et ATR 72. Une description est faite de la voilure jusqu'au matériau la constituant en passant par les revêtements de protection présents sur la surface externe.
- Le troisième chapitre présente donc l'étude du vieillissement humide de ces deux voilures. Pour commencer, la caractérisation de l'état de réception (après service) est décrite. Plusieurs aspects ont été étudiés : la santé matière, le taux d'humidité présent dans la structure après service ainsi que les propriétés visco-élastiques du matériau. Les effets de l'eau sont ensuite étudiés pour remonter aux cinétiques, aux coefficients de diffusion et ainsi appliquer des modèles qui s'approchent au mieux des courbes expérimentales. Enfin, nous verrons les conséquences du vieillissement humide sur les différentes propriétés du composite.

La seconde grande partie de la thèse porte sur l'étude de la tenue en fatigue des pièces métalliques, et se compose de trois chapitres :

- Le premier est consacré à une étude bibliographique avec, tout d'abord, un historique de l'utilisation des alliages d'aluminium dans l'aéronautique. Les alliages étudiés sont ensuite présentés, ainsi que leur caractérisation en fatigue. Enfin, un aperçu des retours d'expérience sur les alliages d'aluminium en aéronautique est présenté.
- Ensuite, dans le deuxième chapitre, sont présentés les matériaux et pièces de l'étude, de la voilure à l'éprouvette. De plus, une description des outils et moyens techniques est faite.
- Le troisième chapitre est consacré à l'étude du comportement en fatigue du matériau après service. Deux principaux types d'essais ont permis de caractériser la tenue en fatigue des pièces : les essais d'endurance et les essais de propagation de fissure. Ils permettent, tout d'abord, de déterminer la durée de vie du matériau (provenant de plusieurs zones de la voilure) après service et de la comparer à celle du matériau « neuf ». De même, le comportement en fissuration du matériau de voilure est comparé à celui du matériau « neuf » mais aussi à des prédictions basées sur la mécanique de la rupture. Enfin, les surfaces de rupture sont observées au microscope électronique à balayage pour caractériser les différents stades de fatigue et interpréter les résultats de durée de vie en association avec des calculs sur le logiciel AFGROW.

PARTIE A

VIEILLISSEMENT DE PANNEAUX DE VOILURE EN COMPOSITE

CHAPITRE I

Etude bibliographique

Dans ce chapitre nous allons tout d'abord remonter à l'introduction des matériaux composites dans l'industrie aéronautique et voir qu'ils sont aujourd'hui de plus en plus présents mais aussi qu'ils prennent des places de plus en plus importantes en tant que pièces de structure. Ensuite, nous présenterons le matériau étudié, en partant du composite et des moyens de caractérisation de ce type de matériau pour aller jusqu'au composite T300/914, sujet de notre étude. Les pièces composites utilisées sur les avions, durant le service, vont subir diverses agressions dues à l'environnement, aux sollicitations mécaniques, etc ... et vont donc vieillir. C'est pourquoi dans un troisième paragraphe, nous nous attarderons sur les différents phénomènes de vieillissement que peuvent subir ces matériaux complexes, qu'ils soient physiques, chimiques, qu'ils interviennent au niveau de la fibre, de la matrice ou même de l'interface. Nous verrons que l'eau joue un rôle prépondérant dans le vieillissement de la résine, pouvant abaisser les propriétés du matériau. Ainsi le dernier paragraphe de cette bibliographie sera consacré à la diffusion de l'eau et aux différents modèles pouvant régir cette diffusion dans les matériaux composites.

I.1. Les composites dans l'aéronautique

I.1.1. Historique

Présents depuis le début des années 1960 sur les structures d'avions civils, les composites fibres de verre/résine organique ont été introduits en quantité sans cesse croissante par tous les constructeurs d'avions au fur et à mesure du lancement des nouveaux programmes ou du développement d'avions existants. Les applications restent toutefois limitées aux aménagements intérieurs comme les planchers et aux structures secondaires comme les carénages et capotages, en raison du manque de rigidité des fibres de verre.

Les premières applications des composites renforcés avec des fibres de carbone sont apparues au début des années 1970 avec des pièces secondaires comme les portes de nacelles sur le Vautour, ou des parties mobiles de voilure sur Concorde. L'utilisation intensive du carbone comme fibres de renfort sur les composites pour avions civils débute dans la fin des années 1970 avec les aérofreins et les bielles de support plancher sur Airbus A310.

En 1979, le vol du prototype Mirage 4000 permet d'expérimenter successivement et avec succès deux conceptions de structure pour la dérive qui est aussi réservoir de carburant. La première dite « multilongérons » qui se retrouve maintenant dans les voilures et dérives du Rafale ; la seconde conception très novatrice, dite « à raidisseurs intégraux » qui servira de base au développement exploratoire du V10F (caisson de voilure de l'avion Dassault Falcon X), et plus tard à la voilure de l'ATR72. L'opération V10F est lancée en mars 1979 auprès d'un bureau d'études commun AMD-BA (Dassault)/Aérospatiale. Elle aboutit à un premier vol le 21 mai 1985, une certification en décembre 1985, et une mise en service commercial du Falcon X10 V10F, permettant d'acquérir de l'expérience sur le comportement en opérations d'une telle structure.

C'est à partir de cette coopération industrielle qu'est créé, avec l'aide de l'État, un atelier composite pilote (Aérospatiale et Dassault) destiné à développer les méthodes d'automatisation de la fabrication (drapage, découpe, ...), ainsi que du contrôle des structures composites ; c'est ainsi que l'ATR 72 devient le premier avion civil à comporter un caisson de voilure extrême en composite, dont le premier vol date de 1988.

À la fin des années 1970, les fibres d'aramide font leur apparition comme matériau de renforcement des composites. Les premières utilisations se trouvent sur des carénages réalisés principalement en conception sandwich avec une âme nid d'abeille. [1]

I.1.2. Les composites fibres de carbone / résine époxy

I.1.2.1. Les composites à matrice polymère

I.1.2.1.a. Spécificités

Les matériaux composites sont des matériaux hétérogènes, anisotropes, ce qui peut rendre leur étude complexe en comparaison des autres matériaux. En effet, les fibres et les matrices ont des comportements totalement différents et des phénomènes interfaciaux entrent en jeu. Ces composants peuvent être de nature très différente (fibres de verre/de carbone/..., matrice polymère/céramique/...), la structure du composite peut prendre diverses formes : unidirectionnel / stratifié / tissé / ... De plus ce sont des matériaux utilisés hors équilibre en service, puisque la résine utilisée comme matrice n'est jamais totalement réticulée après fabrication. Ainsi des mouvements des chaînes macromoléculaires ou des modifications de liaisons peuvent encore intervenir lors de l'utilisation, ce qui peut conduire à un vieillissement de la résine polymère.

I.1.2.1.b. Caractérisation des composites à matrice polymère

Les températures de transition

Les composites à matrice polymère suivent le comportement en température de la résine qui les compose. De ce fait, le composite subit plusieurs transitions lors d'une montée en température, traduisant des relaxations dues à divers mouvements de groupements chimiques. La plus connue et la plus marquée de ces transitions est la transition vitreuse. Elle entraîne des variations importantes de propriétés mécaniques. Elle est caractérisée par une température de transition vitreuse (T_g pour "glass temperature"). En dessous de cette température, le polymère est dit vitreux (état solide) et présente le comportement d'un corps solide viscoélastique. Au dessus, il devient caoutchoutique et il présente un comportement de solide plastique, suite à l'affaiblissement des liaisons intermoléculaires (forces de Van der Waals, ...).

Hormis cette relaxation primaire α associée à T_g , apparaissent d'autres relaxations dans les résines époxydes étudiées dans ce manuscrit :

- La transition δ apparaît vers -270°C , et est liée aux mouvements d'oscillation des unités structurales selon Kaelble [2]

- La transition γ vers -120°C est attribuée aux mouvements de rotation des groupements méthylène – CH_2 – d'après Bershtein [3], Halary [4] ou Espuche [5]
- La transition β intervenant entre -70°C et -40°C est liée aux mouvements de chaînes flexibles possédant de petites ramifications comme les groupes hydroxyéther et/ou diphénylpropane (Gérard [6] ; Halary [4] ; Kaelble [2] ; Mijovic [7] ; Ochi [8]). Selon Ochi et Shimbo [9], cette transition devient de plus en plus importante lorsque le degré moyen de réticulation augmente.
- La transition ω (ou β') entre 50°C et 150°C est encore l'objet de discussions. Selon les auteurs, elle est attribuée à des mouvements de segments moléculaires libres n'ayant pas réagi lors de la réticulation ou bien à des mouvements de groupements hydroxyéther ou encore de noyaux aromatiques etc... Keenan et al [10] attribuent cette transition à la présence d'eau et observent une diminution de T_{ω} et un élargissement du pic lorsque la quantité d'eau augmente. De même, Wang et Ploehn [11] corrélient l'amplitude du pic de transition à la quantité d'eau absorbée par la résine.

Les températures de transition peuvent être déterminées principalement par deux techniques :

- L'Analyse Thermique Différentielle (appelée DSC – Differential Scanning Calorimetry). Cette technique consiste à suivre l'évolution de la différence des quantités de chaleur absorbée et émise par un échantillon par rapport à un corps témoin inerte soumis aux mêmes conditions de température. Elle permet ainsi de détecter les changements d'états physiques des matériaux étudiés (transitions, relaxations, fusions, recristallisations, ...) ainsi que les enthalpies de certaines réactions.
- L'Analyse Mécanique Dynamique (DMA) qui consiste à solliciter mécaniquement un échantillon et de mesurer les réponses en phase et en déphasage avec cette sollicitation en fonction de la température et/ou de la fréquence. On mesure ainsi un module complexe qui prend en compte une partie élastique E' (module de conservation) correspondant à la réponse en phase et une partie visqueuse E'' (module de perte) correspondant à la réponse en déphasage. Un dernier signal est représenté : le rapport E''/E' qui est la tangente de déphasage entre la réponse et la sollicitation, il est noté $\tan \delta$ et représente le rapport entre l'énergie dissipée et l'énergie stockée, soit la capacité d'amortissement du matériau. Le comportement du matériau peut ainsi être décrit suivant les équations (I) respectivement en déformation et en contrainte :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(\omega t)$$

(I)

$$\sigma = \varepsilon_0 E' \sin(\omega t) + \varepsilon_0 E'' \omega \cos(\omega t)$$

avec ω la pulsation de la déformation mécanique imposée

Cette technique de caractérisation permet donc de définir les différentes transitions d'un matériau viscoélastique. Chacune des transitions se traduit en DMA par un changement de pente du module élastique (de conservation) et par un pic du module visqueux (de perte) ainsi que de tangente delta comme le montre la Figure 1. Souvent, dans les normes, par exemple l'ASTM D7028 [12], la température de transition vitreuse est déterminée par l'intersection des tangentes du premier changement de pente du module de conservation ; on la note $T_{g \text{ onset}}$. Mais dans certaines études, la T_g peut être relevée sur le pic de E'' ; on la note alors $T_{g \text{ loss}}$, ou bien sur le pic de $\tan \delta$, notée $T_{g \tan \delta}$.

Cette technique de caractérisation permet donc de définir les différentes transitions d'un matériau viscoélastique.

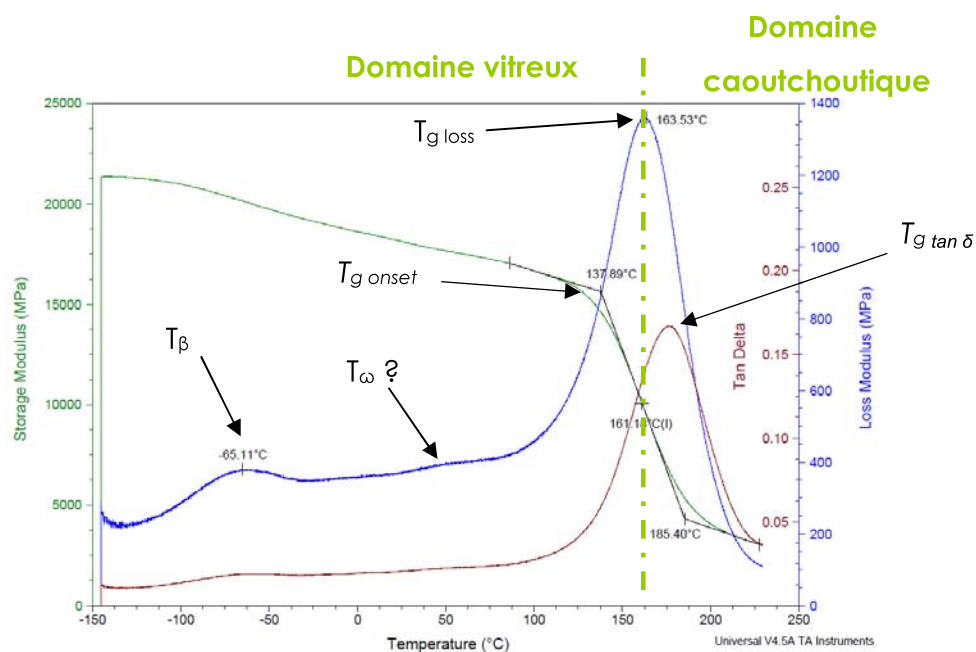


Figure 1 : Exemple de courbes obtenues en DMA montrant les transitions d'un composite Carbone/Epoxy

Les propriétés mécaniques

Les essais mécaniques à mettre en œuvre pour caractériser les propriétés d'un matériau composite à matrice polymère sont aussi spécifiques et nécessitent une réflexion préalable avec la prise en compte de nombreux paramètres. En effet, l'orientation des fibres, le drapage (pour les stratifiés), le taux de fibres, etc... vont influencer sur les propriétés des composites.

De plus, l'aéronautique met en place des essais spécifiques pour caractériser les structures avion. En particulier, des essais mécaniques sont réalisés sur des éprouvettes trouées et trouées habitées, c'est-à-dire percées et boulonnées ou rivetées. Ces essais permettent de tester la résistance du matériau après perçage puisque lorsqu'on perce un composite, les fibres sont coupées et le trou devient un point faible dans la structure.

I.1.2.2. Les fibres de carbone

Les fibres de carbone sont classifiées selon leurs propriétés en traction :

- Le module d'Young
- La contrainte (ou résistance) à rupture
- L'allongement à rupture

D'après ces propriétés, on distingue cinq catégories de fibres de carbone :

- les fibres UG : usage général ou application thermiques $\rightarrow E < 200 \text{ GPa}$
- les fibres HR : haute résistance $\rightarrow 200 \text{ GPa} < E < 250 \text{ GPa}$
- les fibres IM : module intermédiaire $\rightarrow 250 \text{ GPa} < E < 350 \text{ GPa}$
- les fibres HM : haut module $\rightarrow 350 \text{ GPa} < E < 550 \text{ GPa}$
- les fibres THM : très haut module $\rightarrow E > 550 \text{ GPa}$

Les fibres de carbone ont une excellente tenue en compression, supérieure aux fibres de verre ou d'aramide (mais inférieure aux fibres de bore). Les résistances et les modules en traction des fibres de carbone, particulièrement IM et HM, sont supérieurs à ceux des fibres de verre, d'aramide ou même de bore (220 GPa).

Dans l'industrie aéronautique, les fibres de carbone utilisées sont des fibres à haute résistance. Elles sont produites à partir de précurseurs organiques comme le PAN (PolyAcryloNitrile) et le brai.

I.1.2.3. Les résines époxy

L'époxyde ou époxy est un groupement chimique qui donne son nom à des molécules ou monomères époxydes puis par extension aux polymères polyépoxydes. Il existe une grande variété de prépolymères comportant un ou plusieurs motifs époxydiques (Figure 2) qui, après polycondensation avec un durcisseur, conduisent à des produits thermodurcis utilisés principalement en collage ou comme matrice de composites à fibres de verre ou de carbone.

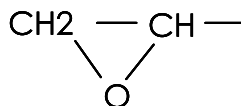


Figure 2 : Groupe époxydique

C'est la réaction chimique de polymérisation qui, fonction du temps et de la température, conduit la résine à se solidifier de manière irréversible.

Les différents stades de cette réaction sont les suivants (Figure 3) :

- 1 - La résine de base et le durcisseur ne sont pas mélangés (ou mélangés, ils n'ont pas encore réagi), ils présentent alors une faible viscosité, une faible masse moléculaire moyenne (monomères dans la résine) et une solubilité totale.
- 2 - Le système (résine + durcisseur) a subi un démarrage de polymérisation (prépolymérisation). Cet état correspond à l'état de gélification dans lequel se trouvent les préimprégnés. Cet état n'est pas stable et peut évoluer (en général très lentement) vers le stade 3. Pour éviter cela, on peut bloquer la réaction par le froid.
- 3 - Le polymère est réticulé. Il se caractérise par une insolubilité et une infusibilité totales.

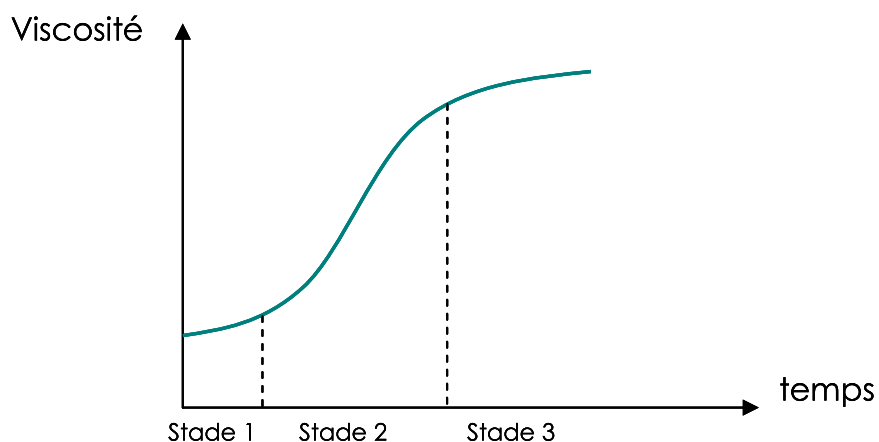


Figure 3 : Stades de polymérisation

On peut citer les résines suivantes qui sont utilisées dans le domaine de l'aéronautique :

- DGEBA : DiGlycidyl Ether du Bisphénol A – la plus répandue des résines époxydes (environ 95% du tonnage mondial).
- DGEBF : DiGlycidyl Ether du Bisphénol F
- TGMDA : TétraGlycidyl Méthylène DiAniline – résines époxydes à base d'amines aromatiques. Excellentes propriétés thermiques.
- TGpAP : TriGlycidyl du para-AminoPhénol – résines époxydes à base de para-aminophénol. Très utilisées pour la fabrication de préimprégnés et d'adhésifs.

De même, les principaux durcisseurs sont :

- DDS : Diamino Diphényl Sulfone
- DDM : Diamino Diphényl Méthane

Tous deux sont des polyamines aromatiques qui confèrent à la résine une excellente résistance mécanique à chaud, une très bonne stabilité aux agents chimiques et une très bonne tenue aux chocs mécaniques.

- DDA : Dicyano DiAmide – le meilleur durcisseur pour les formules pour adhésifs.

Il est possible de dresser une liste des principales propriétés des résines époxydes :

- la phase ultime qui permet d'obtenir la réticulation de la résine avec un durcisseur est une réaction de polyaddition : d'où un retrait minime avec la possibilité d'obtenir par coulée des masses très importantes ;
- la faible absorption d'eau et l'absence de post-retrait assurent à ces produits une exceptionnelle stabilité dimensionnelle ;
- le maintien des performances électriques initiales, même après exposition à l'humidité, explique en partie leur emploi dans les applications électroniques et électriques (à moyenne et haute tension) ;
- les performances mécaniques qui restent très bonnes jusqu'à 100°C ou davantage expliquent aussi leur emploi dans beaucoup d'appareillages électriques ;
- le pouvoir adhésif sur l'ensemble des matériaux minéraux, et sur certaines matières plastiques (grâce à un traitement de surface approprié), rend compte de leur utilisation dans les stratifiés électriques ou mécaniques, dans les composites et dans de nombreux assemblages obtenus par collage ;
- enfin, la résistance exceptionnelle aux divers agents chimiques, alliée à l'adhérence sur de nombreux supports, explique pourquoi la protection anticorrosion est de loin le plus grand débouché des résines époxydes.

I.1.3. Matériaux constitutifs des voilures étudiées

I.1.3.1. La fibre de carbone T300

Les fibres présentes dans les matériaux composites des voilures étudiées sont des T300 produites par TORAY. Elles sont fabriquées à partir de PAN. Les principales caractéristiques techniques fournies par le producteur [13] sont présentées dans le Tableau 1 et comparées aux valeurs obtenues sur la fibre en 1984

	TORAY	PV Aérospatiale N°45937/F (1984) - Lot N°423071 - [15]	
		Valeurs TORAY	Essais Aérospatiale
Composition chimique	93% Carbone / <50ppm Na+K	-	-
Diamètre du filament	7 μm	-	-
Densité	1,76	-	-
Module d'Young *	230 GPa	233 GPa	230 GPa
Résistance à la rupture en traction *	3530 MPa	3704 MPa	3299 MPa
Allongement à rupture	1,5%	1,6 %	1,44 %
Conductivité thermique *	10,5 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	-	-
Résistivité électrique *	1,7 $\Omega.\text{cm}$	-	-

Tableau 1 : Propriétés de la fibre T300

* propriétés données dans la direction de l'axe des fibres

I.1.3.2. La résine époxy 914

La résine 914 est composée de deux prépolymères qui sont le TGMDA (TetraGlycidyl Methyl DiAniline) (Figure 4) et le TGpAP (TriGlycidyléther du para-Amino Phénol) (Figure 5). Le durcisseur utilisé est la DDA (Dicyano DiAmide) et un plastifiant, le PES (Poly Ether Sulfone), est ajouté à la composition.

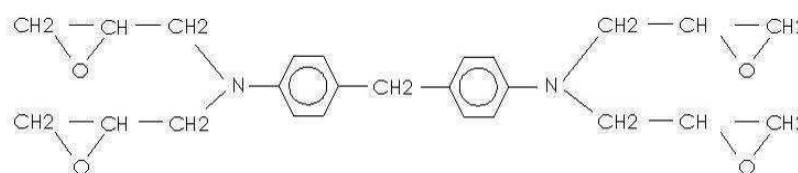


Figure 4 : Structure de la TGMDA

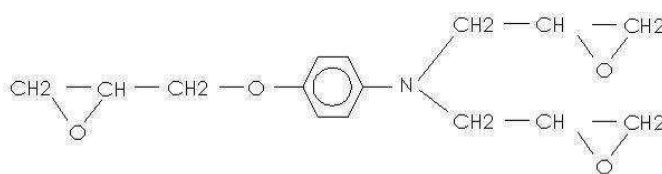


Figure 5 : Structure de la TGpAP

Les propriétés de la résine seule sont données dans le Tableau 2 et proviennent de la fiche technique Hexcel de la résine actuelle [14]. Certaines modifications ont été apportées à la formulation de cette résine depuis les années 70-80 ; les valeurs d'un PV Aéronautique [15] sont reportées dans le Tableau 2 pour comparaison des propriétés de la résine de 1984 avec celles du matériau actuel.

	Hexcel [14]	PV Aéronautique N°45937/F (1984) [15]
Densité	1,29	-
Coefficient de Poisson	0,41	-
Module d'Young	3,9 GPa	4,11 GPa
Résistance à la rupture en traction	47,7 MPa	54 MPa
Allongement à rupture	1,5%	1,5%
Température de transition vitreuse	190°C (DMA onset – 5°C/min – 1Hz)	186°C (Torsiomètre – 3°C/min)

Tableau 2 : Propriétés de la résine 914

I.2. Vieillissement des composites

I.2.1. Mécanismes de vieillissement

Les mécanismes de vieillissement des composites à matrice organique sont très divers et sont influencés par de nombreux paramètres tels que la nature du polymère, les conditions de vieillissement comme la température, l'humidité, la pression d'oxygène, mais aussi l'état de référence (cycle de cuisson, vitesse de refroidissement, contraintes internes), les conditions de mise en œuvre, la structure des matériaux (géométrie). Ils n'impliquent pas forcément une dégradation des propriétés mécaniques, bien que, dans le cas des matériaux composites pour des applications structurales, ce soit ces propriétés qui servent à définir le dimensionnement pour la certification en service et pour limiter la durée d'emploi.

On distingue souvent deux catégories de mécanismes de vieillissement [16]:

- le vieillissement physique : Il concerne les phénomènes de vieillissement sous contrainte mécanique, ceux liés aux transferts de masse (absorption, diffusion de molécules), ou de relaxation structurale.
- le vieillissement chimique : Il concerne les phénomènes modifiant chimiquement le matériau. Il englobe les vieillissements thermochimique, thermo-oxydatif, photochimique et radiochimique, biochimique ou biologique, les vieillissements résultant d'agression par des réactifs chimiques...

Souvent ces deux mécanismes se superposent et interfèrent.

I.2.2. Vieillissement de la fibre

Dans les composites à fibres de carbone et à matrice polymère, les fibres en elles-mêmes sont peu concernées par le vieillissement à l'échelle du temps de vie du matériau. Le degré de protection dépend de la perméabilité de la résine vis-à-vis des éléments agressifs et de la résistance à la fissuration de l'interface. Une attention particulière doit toutefois être apportée lors de leur manipulation (cisaillement des fibres) et de leur stockage (prise d'humidité des ensimages) avant leur mise en œuvre. Dans le cas d'un vieillissement en milieu humide, leur sensibilité se situe à leur interface : les fibres n'absorbent pas d'eau et un gonflement différentiel se produit lorsque la matrice en absorbe. Si l'adhésion entre la fibre et la matrice est insuffisante, une décohésion par rupture des liaisons chimiques dans l'interphase du

matériau se produit, augmentant la vitesse de pénétration de l'eau dans le matériau par les vides créés, ce qui accélère le mécanisme de dégradation.

Les fibres de carbone sont surtout sensibles à l'oxydation qui, sans protection, intervient pour des températures de 250 à 350°C [16]. À ces températures, une perte des propriétés mécaniques à la rupture (10 à 30 %) proportionnelle à la perte de masse est constatée. Cette perte de masse est fonction du titre, du nombre de filaments... des fibres de carbone. Les fibres de carbone à haut module (HM) sont moins sensibles à cette oxydation que les fibres à haute ténacité (HR) et présentent une faible chute de leurs propriétés mécaniques lors de leur vieillissement thermique. Les fibres de carbone de module intermédiaire (IM) présentent une stabilité à l'oxydation moyenne.

I.2.3. Vieillissement de la matrice

I.2.3.1. Vieillissements physiques

Ce sont des processus amenant une altération des propriétés d'utilisation du matériau sans qu'il y ait modification de sa structure chimique à l'échelle de la molécule ou de la macromolécule.

Vieillissement par transfert de masse

Ce transfert peut s'opérer dans les deux sens :

Un additif contenu dans un polymère peut être extrait par un liquide ou s'évaporer parce que sa tension de vapeur est non nulle. Le matériau va alors perdre les propriétés que lui apportait cet additif. Selon la nature de cet additif et selon sa proportion dans le matériau, les conséquences peuvent être très importantes.

A l'inverse, un polymère, en présence d'espèces à faible masse moléculaire tels que des vapeurs ou des liquides et présentant une solubilité non nulle, peut absorber celles-ci provoquant ainsi des effets indésirables dès que la concentration devient trop importante. Ce solvant est le plus souvent de l'eau ; les composites à matrice époxyde, utilisés en aéronautique, peuvent voir leur comportement mécanique modifié de manière non négligeable après absorption de quelques pourcents d'eau [17], comme le montre le Tableau 3.

Sigle du polymère	Propriétés initiales			Propriétés après 500 h à 70 °C et 95 % d'humidité relative			
	T _{gp} (°C)	E (MPa)	σ _R (MPa)	w (%)	T _g (°C)	E (MPa)	σ _R (MPa)
DGEBA-DDM	161	2610	78,5	1,57	132	2560	71,5
DGEBF-DDM	144	2780	87	1,75	115	2500	79
DGEBF-DDS	172	2776	104,5	2,23	125	2570	86,5
DGEBA-DDS	166	2950	92	1,95	130	2770	75
TGMDA-DDM	222	3380	73,5	2,98	190	3200	62
TGMDA-DDS	239	3880	77,5	3,05	189	3690	55
TGMDA-DDA	224	3660	70	3,22	185	3360	57
TGAP-DDM	227	3730	87	3,7	146	2980	55

Tableau 3 : Effets de l'absorption d'eau sur les propriétés de quelques réticulats polyépoxydes-amines (D'après des résultats d'essais (non publiés) obtenus dans les laboratoires de l'ENSAM et de l'IRCHA) [18]

T_{gp} et T_g : températures de transition vitreuse (respectivement sec et humide)

E : module d'Young

DDM : diaminodiphénylméthane

σ_R : contrainte à la rupture en traction

DDS : diaminodiphénylsulfone

w : teneur massique d'eau absorbée

DDA : dicyandiamide

DGEBA : diglycidyléther du bisphénol A

DGEBF : diglycidyléther du bisphénol F

TGMDA : tétraglycidylméthylènedianiline

TGAP : triglycidyl-p-aminophénol

Les effets de ces transferts vont être visibles sur la température de transition vitreuse T_g du matériau. Typiquement, dans le cas de l'eau, on estime que 1% d'eau diminue la T_g de l'ordre de 10 à 20°C.

La pénétration d'un solvant dans un polymère va le ramollir, abaissant sa T_g. Par contre, la perte de plastifiant (additif) va le durcir, augmentant sa T_g.

Les courbes suivantes (Figure 6, Figure 7) montrent schématiquement l'influence des transferts de masse sur le comportement d'un polymère :

La pénétration d'un solvant dans le polymère va donc abaisser la température de transition vitreuse T_g, abaisser le module d'élasticité et augmenter l'allongement à rupture du matériau.

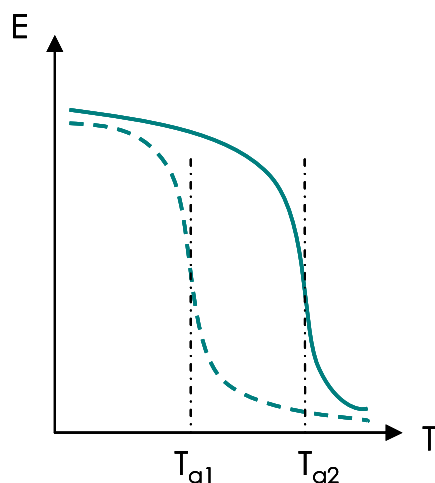


Figure 6 : Module d'élasticité en fonction de la température

en trait plein : polymère seul

en pointillés : polymère + solvant ou plastifiant

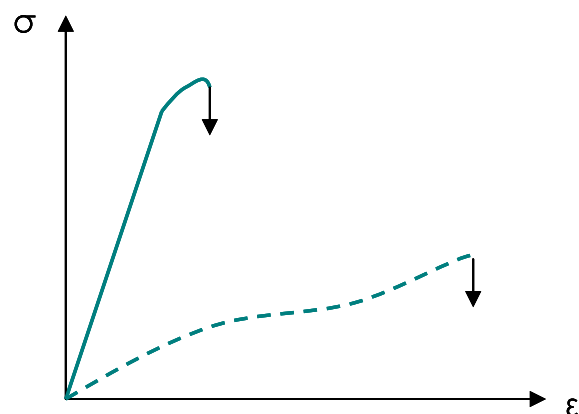


Figure 7 : Courbe de traction (contrainte-déformation)

Vieillissement par relaxation structurale

Au-dessous de sa température de transition vitreuse, un polymère amorphe est dans un état instable. Lors d'un refroidissement, un polymère voit son volume diminuer jusqu'à un certain point où il va quitter l'équilibre. Cela est dû au fait que les réarrangements dont il a besoin pour se mettre à l'équilibre thermodynamique sont trop lents par rapport à la vitesse de refroidissement. A l'état vitreux, le matériau est hors équilibre et aura tendance à aller vers l'équilibre. On parle alors de relaxation structurale.

Ces mécanismes sont encore mal connus mais on peut faire référence aux travaux de Kovacs [19].

La théorie la plus simple consiste à dire qu'on a un excès de mobilité dans le matériau hors équilibre dû à un excès de volume libre, une sorte de défaut de tassement des molécules. Lorsque le volume libre diminue, par tassement du matériau, la vitesse de vieillissement décroît. Le phénomène, qui est une boucle fermée, est « auto-ralenti ».

Ce mécanisme de vieillissement par relaxation structurale influe sur les propriétés à long terme du matériau telles que le fluage et la relaxation. En augmentant le temps de vieillissement d'un ordre de grandeur, on déplace la courbe de fluage d'une décade de temps (Figure 8). Ces résultats sont transposables à la relaxation.

Les conséquences peuvent aussi être vues comme favorables par les utilisateurs ; en effet, la complaisance du matériau augmente avec le temps, et de même, la limite d'élasticité augmente. Cependant l'allongement à rupture diminue considérablement (Figure 9). Le matériau peut passer en fait d'un comportement ductile à un comportement fragile.

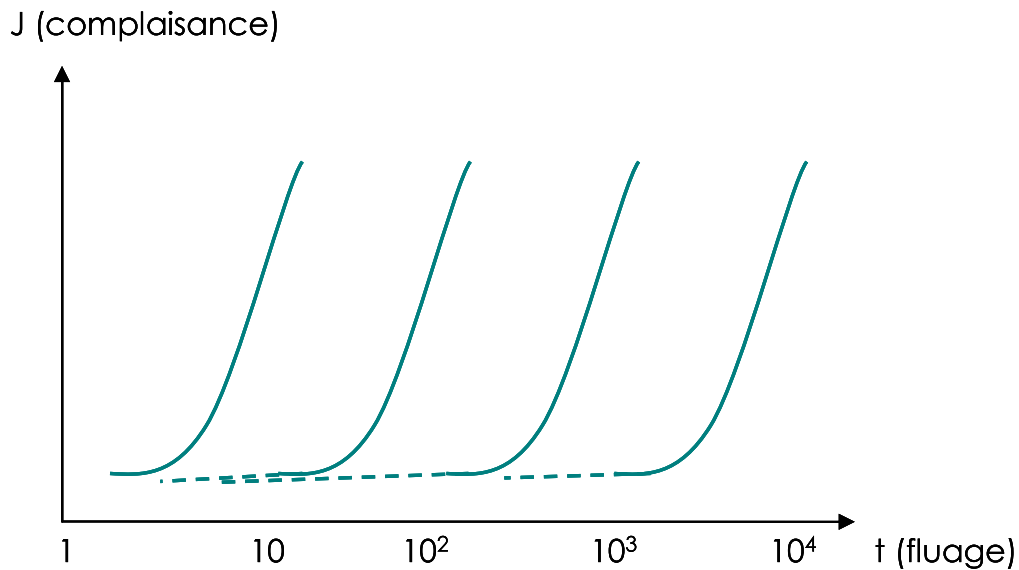


Figure 8 : courbes de fluage (complaisance fonction du temps)

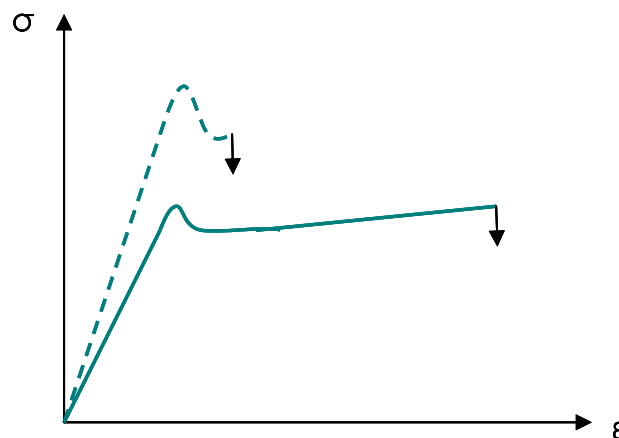


Figure 9 : Courbe de traction
- en trait plein : matériau non vieilli
- en pointillés : matériau vieilli

I.2.3.2. Vieillissements chimiques

Ces processus modifient chimiquement la structure du matériau. Ils s'attaquent directement au squelette et ont des effets irréversibles sur les propriétés.

La coupure de chaînes

Un grand nombre de mécanismes chimiques sont à l'origine des coupures de chaînes « statistiques » (c'est-à-dire réparties de façon aléatoire sur les chaînes macromoléculaires). On peut citer la thermolyse (action de la température), l'hydrolyse (activée par absorption d'eau) ou la radiolyse (action du rayonnement UV).



Figure 10 : Processus de coupure statistique des squelettes

La rupture de la continuité des liaisons covalentes sur de grandes longueurs de chaîne va se traduire par une détérioration des propriétés mécaniques notamment par une diminution de l'allongement à rupture avec le temps de vieillissement. On observe aussi une chute de la densité de réticulation, du module caoutchoutique et de la température de transition vitreuse.

Postréaction

Pour la plupart des composites industriels, la réticulation n'est jamais complète. Cependant, à long terme, les groupes réactifs susceptibles de donner lieu à des pontages entre chaînes vont réagir entre eux et on va observer une augmentation de la densité de réticulation (Figure 11).

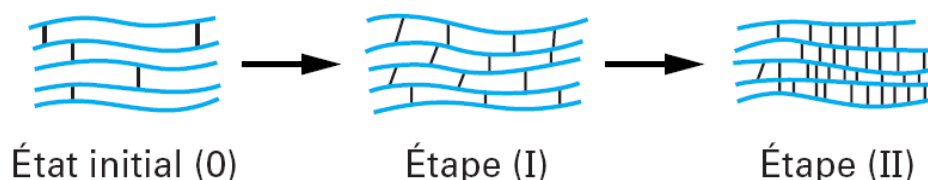


Figure 11 : Représentation schématique du processus de réticulation dans un polymère tridimensionnel

Ce phénomène a été observé sur des voilures de Boeing 737 ; en effet, lors de la « 11th conference on Aging Aircraft » [20], le NIAR (National Institute for Aviation Research) a montré que les panneaux extradors de la voilure avaient subi une postréticulation de 2% due à l'exposition aux ultraviolets durant la vie en service de la structure.

Les effets de la postréticulation sur les polymères thermodurcissables prédominent seulement dans l'étape initiale du vieillissement, au terme de laquelle le vieillissement par coupures de chaînes prévaut, d'où une évolution de la contrainte à la rupture telle que celle représentée sur le graphique en Figure 12.

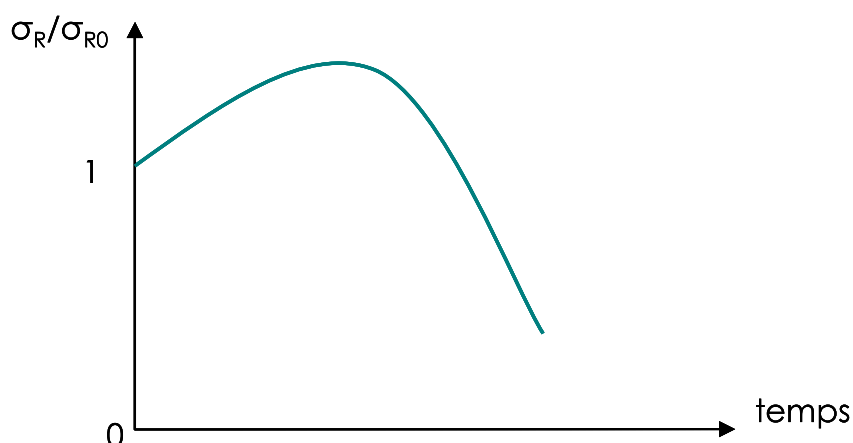


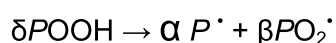
Figure 12 : Variation de la contrainte à la rupture d'un polymère subissant une postréticulation en fonction du temps

Naturellement, l'augmentation initiale de σ_R dépendra de l'état initial d'avancement de la réticulation, qui dépend lui-même des conditions de mise en œuvre (temps et température de cuisson, postcuisson, ...). Des augmentations de la contrainte à la rupture pouvant atteindre environ 30 % de la valeur initiale ne sont pas rares [21].

Oxydation

Les problèmes d'oxydation se posent généralement pour les substances comportant des liaisons CH. Un schéma standard des mécanismes d'oxydation des résines époxydes a été mis au point dans les années 1940 puis repris par Verdu [21] : on peut l'écrire de la manière suivante :

- Amorçage :

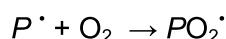


$POOH$: Hydropéroxydes

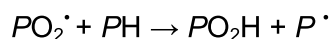
L'amorçage peut être causé par différents phénomènes :

- Thermique : thermolyse des liaisons les plus faibles du matériau ;
- Photochimique : photolyse des espèces photoréactives ;
- Radiochimique : radiolyse du polymère ;
- Chimique : mise en contact avec un réactif oxydant du type acide nitrique fumant, permanganate de potassium, bichromate de potassium, système rédox, ...

- Propagation :



La transformation des radicaux primaires $P^{\bullet}$ en radicaux peroxy ($PO_2^{\bullet}$) est extrêmement rapide et ne va pas contrôler la cinétique globale sauf si l'oxygène fait défaut.



Cette réaction est nettement plus lente que la précédente, sa vitesse dépendant de l'énergie de dissociation de la liaison CH. Elle gouverne donc la vitesse de propagation du processus ; il s'agit d'un arrachement d'un atome d'hydrogène sur le polymère.

- Terminaison :



OLIVIER et al [22] ont observé l'apparition d'endommagement induit par la thermo-oxydation de la matrice sur un composite carbone/époxy, se traduisant principalement par des retraits de matrice autour des fibres, conduisant à des décohésions fibre-matrice et à terme à des fissures matricielles. Les images MEB en Figure 13 et Figure 14 montrent ces différents phénomènes.

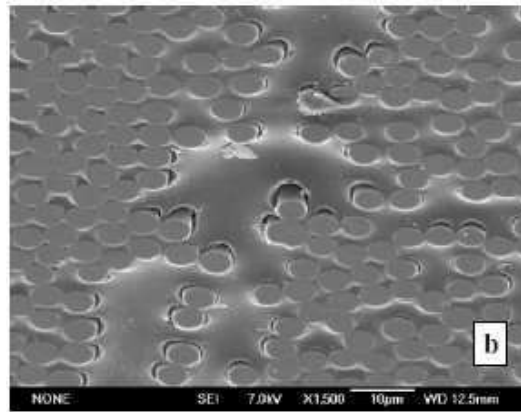


Figure 13 : Image MEB du chant d'éprouvettes composites, ayant subi 1000 cycles thermiques -50°C/180°C, en environnement oxydant (air atmosphérique) – Retraits de matrice autour des fibres (Olivier [23])

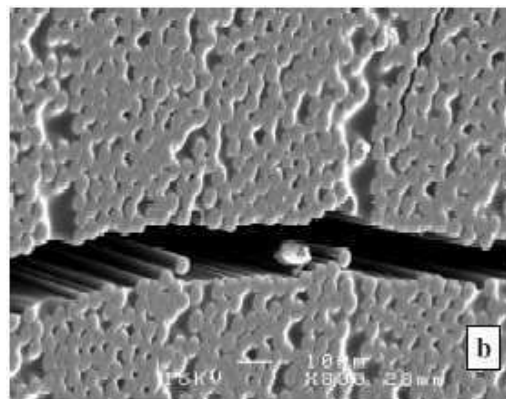


Figure 14 : Image MEB du chant d'éprouvettes composites ayant subi 500 cycles thermiques -50°C/180°C sous air atmosphérique – Fissures matricielles (Olivier [23])

L'origine de ces retraits est liée à la réaction chimique d'oxydation. Au cours de l'exposition à l'environnement oxydant, celle-ci génère des espèces volatiles, qui, s'échappant du matériau par diffusion, conduisent à une perte de masse ainsi qu'à une contraction de la résine entre les fibres.

I.2.4. Vieillissement des interfaces

Les propriétés des composites sont contrôlées par l'interface (2D) ou l'interphase (3D) entre les fibres de renfort et la matrice. Le point faible des fibres se situe au niveau de leur ensimage qui a pour vocation d'assurer une bonne liaison mécanique entre la fibre et la matrice. C'est lui qui permet au composite de transférer les efforts d'une fibre à l'autre par l'intermédiaire de la matrice. La sensibilité des interfaces aux agressions extérieures est un paramètre prépondérant de la pérennité des performances du composite.

Le délaminage entre couches est le mode d'endommagement le plus critique pour l'intégrité des composites à matrice organique avec des fonctions structurales. La rupture peut se produire dans la matrice, entre les plis, mais également par une décohésion entre les fibres et la matrice.

Après sélection de la matrice et du renfort, l'optimisation des interphases fibres/matrice est l'étape incontournable de l'élaboration d'un composite. Ce choix doit prendre en compte la compatibilité avec la nature chimique de la fibre et des macromolécules constituant la matrice.

I.3. La diffusion

La diffusion est un phénomène de transport moléculaire dû à l'existence d'un gradient de concentration du solvant vers le polymère. Les idées de base sur la diffusion furent émises par Fick en 1855 [24], à propos des liquides, mais elles sont généralisables aux gaz et aux solides. Fick fit une analogie entre les lois de transfert de la chaleur par conduction de Fourier (1822) et de transfert de masse.

I.3.1. Diffusion fickienne

C'est le modèle le plus simple pour représenter la diffusion d'un solvant comme l'eau dans un solide mais aussi la base de tout autre modèle. Seul le transfert de matière est pris en compte avec une vitesse de diffusion, caractérisée par le coefficient de diffusion D , proportionnelle au gradient de concentration du solvant induisant un flux $\vec{\varphi}$.

La première loi de Fick est donc donnée par l'équation (II) :

$$\vec{\varphi} = -D \cdot \overrightarrow{\text{grad}C} \quad (\text{II})$$

avec D : coefficient de diffusion dans le solide

C : concentration du solvant au sein du solide

La seconde loi de Fick prend en compte la conservation de la masse exprimée par l'équation (III). On considère que l'eau pénètre librement et sans interaction avec les composants.

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(\vec{\varphi}) \quad (\text{III})$$

La seconde loi de Fick s'exprime donc selon l'équation (IV) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(-D \cdot \overrightarrow{\text{grad}C}) \quad (\text{IV})$$

Lorsque la diffusion est unidirectionnelle et que D est indépendant de la concentration, les deux lois de Fick se simplifient de la manière suivante :

$$\varphi = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (V)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial x^2}$$

Un problème de diffusion est donné par la géométrie du milieu et un ensemble de conditions aux limites. Crank [25] a présenté des solutions mathématiques de ces équations pour des géométries et des conditions aux limites variées. La géométrie la plus utile dans la suite de cette étude est celle d'une plaque mince.

Si on considère une plaque mince d'épaisseur $2l$, au sein de laquelle diffuse le solvant, initialement à la concentration C_0 , et dont les surfaces sont gardées à la concentration uniforme C_1 , alors l'évolution spatiale et temporelle de la concentration de solvant est donnée par :

$$\frac{C - C_0}{C_1 - C_0} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{2n+1} \exp\left(-D \frac{(2n+1)^2 \pi^2 t}{4l^2}\right) \cos \frac{(2n+1)\pi x}{2l} \quad (VI)$$

avec D : coefficient de diffusion

x : distance à partir du plan central de la plaque, suivant l'épaisseur

t : temps d'exposition au solvant

n : nombre de termes de la série

Considérant que M_t représente la quantité de solvant absorbée par l'épaisseur au temps t , et M_{∞} la quantité de solvant à saturation après un temps infini, alors, l'équation s'écrit :

$$M_t = M_{\infty} \left\{ 1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{(2n+1)^2 \pi^2} \exp\left(-D \frac{(2n+1)^2 \pi^2 t}{4l^2}\right) \right\} \quad (VII)$$

Ainsi, il est directement possible de tracer le graphe $M_t = f(\sqrt{t})$ tel que celui présenté schématiquement en Figure 15.

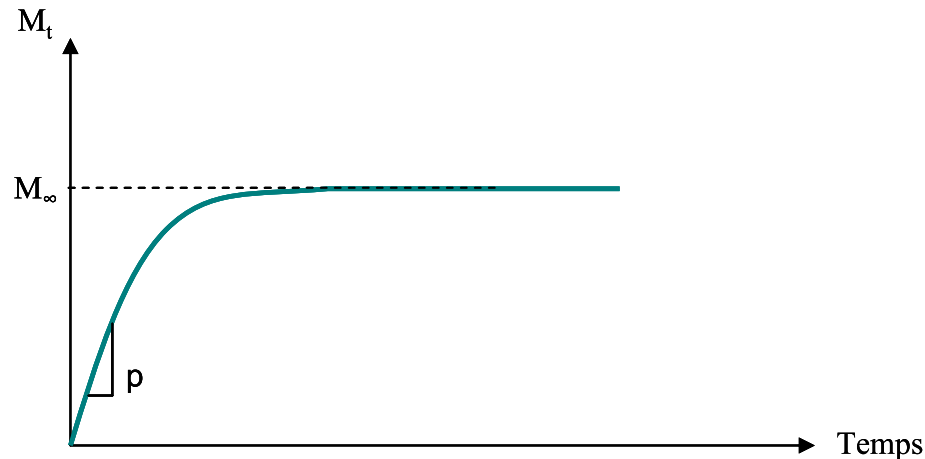


Figure 15 : Modélisation de la diffusion fickienne

C'est grâce à la courbe expérimentale que l'on peut déterminer les paramètres de la loi de Fick tels que :

- la quantité de solvant à saturation notée M_∞ sur la Figure 15,
- le coefficient de diffusion D calculé à partir de la pente, notée p sur le graphique, grâce à la formule :

$$D = \frac{p^2 \cdot \pi \cdot A l^2}{16 M_\infty^2} \quad (\text{VIII})$$

1.3.2. Diffusion non fickienne

Weitsman rapporte dans ses publications [26, 27] les diverses courbes d'absorption que l'on peut observer dans le cas des polymères ou des composites. Quatre tendances présentées Figure 16, en ressortent :

- (1) – une diffusion à deux phases ou diffusion de Langmuir dont les modèles ont été développés par Carter et Kibler [28] où le palier de saturation en eau est atteint au bout d'un temps plus long,
- (2) – une diffusion à double-palier. Ce comportement peut traduire une dépendance de D en fonction de l'humidité relative,
- (3) – une diffusion avec perte de masse du matériau liée à une dégradation chimique irréversible du matériau due à des phénomènes d'hydrolyse ou de lessivage,
- (4) – une diffusion avec augmentation brutale de la masse d'eau absorbée liée à une dégradation mécanique irréversible qui s'accompagne d'une perte spectaculaire des propriétés mécaniques.

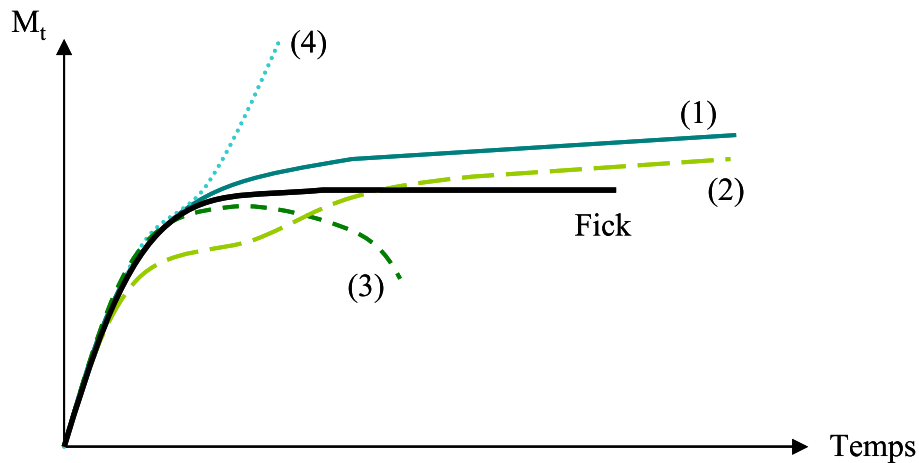


Figure 16 : Courbes schématiques représentant quatre catégories d'absorption non fickienne dans des polymères ou composites (d'après Weitsman [26])

I.3.2.1. Diffusion de Carter et Kibler

En 1978, Carter et Kibler [28] utilisent le modèle de Langmuir pour modéliser la diffusion de l'eau dans des composites à matrice époxy, matériaux pour lesquels la loi de Fick ne leur semble pas adaptée. Il reste encore aujourd'hui un modèle de référence.

Leur modèle prend en compte deux états de l'eau lors de la diffusion : des molécules d'eau sont dites libres tandis que d'autres sont liées.

Ils considèrent donc que n molécules d'eau mobiles par unité de volume diffusent avec un coefficient de diffusion D_γ ; elles peuvent alors se lier avec une probabilité γ . Dans un même temps, N molécules d'eau liées par unité de volume se libèrent avec une probabilité β . Comme dans la théorie d'absorption de Langmuir, le nombre de molécules d'eau libres et liées à l'équilibre, respectivement n_∞ et N_∞ , dépendent de l'humidité relative H et satisfont la relation :

$$\gamma.n_\infty(H) = \beta.N_\infty(H) \quad (\text{IX})$$

Dans le cas d'une diffusion unidirectionnelle, la position x et le temps t sont régis par le système d'équations (X) :

$$\begin{aligned} D_\gamma \frac{\partial^2 n}{\partial x^2} &= \frac{\partial n}{\partial t} + \frac{\partial N}{\partial t} \\ \frac{\partial N}{\partial t} &= \gamma.n - \beta.N \end{aligned} \quad (\text{X})$$

En considérant une plaque mince d'épaisseur $2l$, les conditions aux limites sont les suivantes :

$$n(x, t = 0) = 0 \quad \text{et} \quad N(x, t = 0) = 0 \quad \text{pour} \quad -l < x < l \quad (\text{XI})$$

et $n(x = l, t) = n_\infty$ et $n(x = -l, t) = n_\infty$ pour tout t

Une fois les équations résolues on arrive à une approximation de la quantité de solvant absorbée dans le solide exprimée par l'équation (XII) :

$$M_t \approx M_\infty \left\{ \left(\frac{\beta}{\gamma + \beta} \right) e^{-\gamma t} \cdot y(t) + \left(\frac{\beta}{\gamma + \beta} \right) (e^{-\beta t} - e^{-\gamma t}) + (1 - e^{-\beta t}) \right\}$$

avec (XII)

$$y(t) = \left\{ 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1)^{-2} \cdot e^{-(2n+1)^2 \kappa t} \right\} \quad \text{et} \quad \kappa = \frac{\pi^2 D_\gamma}{(2l)^2}$$

Une illustration de leur modèle est donnée en Figure 17. Les courbes en trait plein représentent les courbes théoriques tirées des équations d'approximation.

Le coefficient de diffusion se calcule de la même manière que dans le cas d'une diffusion fickienne. En effet, on peut remarquer sur la Figure 16 que la pente de la droite est la même quelle que soit la théorie choisie.

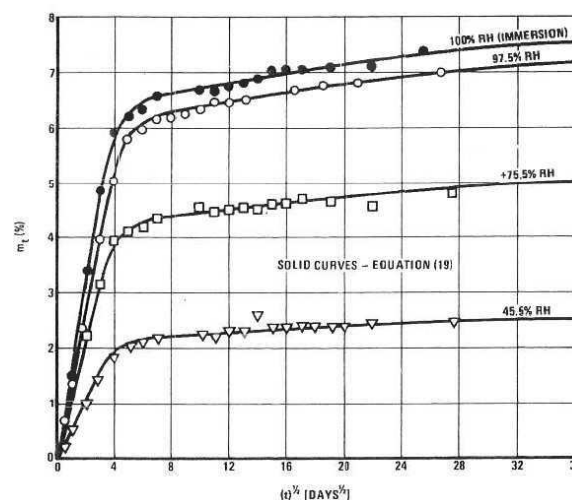


Figure 17 : Reprise d'humidité d'une résine époxy 5208 à 24°C (Carter et Kibler [28])

1.3.2.2. Développements d'autres modèles pour composites

Plusieurs auteurs se sont attachés au développement de modèles prenant en compte d'autres paramètres des composites ou des systèmes carbone/époxy.

Dans leur publication de 1976, Shen et Springer [29] suggèrent une formule de calcul de coefficient de diffusion en fonction de la direction des fibres définie par un angle θ et du taux de fibre ν_f , décrite par l'équation (XIII)

$$D_\theta = D_r \left[(1 - \nu_f) \cos^2 \theta + \left(1 - 2\sqrt{\frac{\nu_f}{\pi}} \right) \sin^2 \theta \right] \quad (\text{XIII})$$

D_r est le coefficient de diffusion de la résine seule

Kondo et Taki [30] prennent en compte dans leurs études la présence des fibres et leur interaction possible dans le phénomène de diffusion.

D'ailleurs l'orientation des fibres est très importante dans la diffusion. Lorsqu'on a affaire à des plaques épaisses, les coefficients de diffusion dans les trois directions de l'espace doivent être pris en compte (Figure 18). En effet, la vitesse de diffusion ne sera pas la même en fonction de l'orientation des fibres rencontrée sur le chemin de l'eau. Jedidi [31] montre dans sa thèse que les fibres freinent la diffusion dans le sens transverse et l'accélèrent dans la direction parallèle. Un modèle de Fick 3D peut alors être utilisé [31]. La loi tridimensionnelle s'écrit alors :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_1 \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + D_2 \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + D_3 \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \quad (\text{XIV})$$

ce qui amène à l'équation de Fick 3D :

$$M_t = M_\infty \left\{ 1 - \left(\frac{8}{\pi^2} \right)^3 \sum_{n=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} \sum_{k=0}^{\infty} \frac{1}{((2n+1)(2j+1)(2k+1))^2} \exp \left(- \left(D_1 \left(\frac{2n+1}{L} \right)^2 + D_2 \left(\frac{2j+1}{l} \right)^2 + D_3 \left(\frac{2k+1}{e} \right)^2 \right) \pi^2 t \right) \right\} \quad (\text{XV})$$

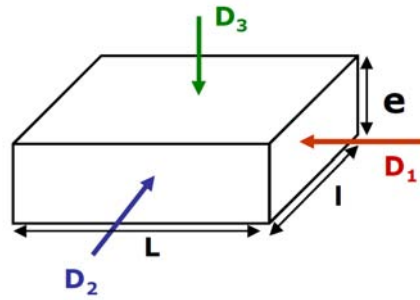


Figure 18 : Diffusion 3D

En 1984, Favre et Dewas [32] ont mis en évidence que la diffusion est directement liée au taux de fibres par l'équation (XVI) puisque seule la matrice contrôle la prise d'humidité d'un composite à fibres de carbone. De plus, selon les auteurs, un modèle « homogénéisé » où la diffusion est seulement contrôlée par la résine ne peut pas rendre compte du phénomène complet dans le composite.

$$M_{S(comp)} = W_{rés} \cdot M_{S(rés)} \quad (XVI)$$

$M_{S(comp)}$ et $M_{S(rés)}$: respectivement la masse à saturation du composite et de la résine seule

$W_{rés}$: fraction massique de résine

Weitsman [33] présente en 1990 un modèle viscoélastique linéaire prenant en compte le vieillissement et résultant de relations entre diffusion, contraintes et réponse du matériau dépendante du temps. Il introduit alors un terme de retard et définit une masse à saturation (ou masse aux conditions limites) dépendante du temps, décrite par l'équation (XVII). Les résultats obtenus par ce modèle sont présentés en Figure 19 et comparés à une loi de Fick.

$$M_{limite} = m_a + m_b \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \quad (XVII)$$

avec M_{limite} : la quantité d'eau à saturation

m_a : la quantité d'eau à l'instant t

m_b : la contribution des processus de retard

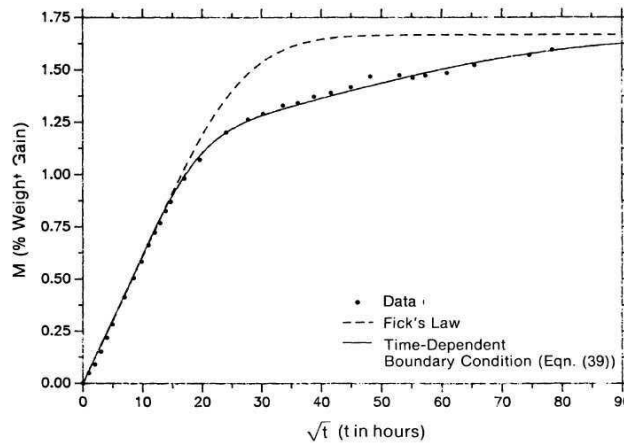


Figure 19 : Reprise d'humidité dans un environnement maintenu à 97%HR sur des échantillons carbone/époxy unidirectionnels (Weitsman [33])

Dans notre étude, nous nous cantonnerons aux modèles de Fick, Langmuir et une méthode simplifiée de Weitsman.

I.3.3. Conséquences directes de l'absorption d'eau

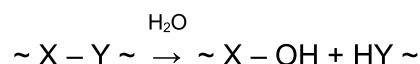
Comme énoncé dans le chapitre I.2, l'eau va créer des vieillissements physiques et/ou chimiques sur la résine époxyde. Ces effets ont été étudiés par Verdu [34]. L'absorption d'eau peut donc entraîner :

- Une plastification : les molécules d'eau, insérées dans le réseau macromoléculaire, brisent les liaisons secondaires entre groupes polaires portés par des chaînes voisines pour établir des liaisons préférentielles avec eux. Ceci entraîne une destruction partielle de la cohésion mécanique du réseau. Théoriquement, la plastification est réversible, autrement dit les propriétés initiales du matériau sont restaurées après dessiccation.
- Une diminution de la température de transition vitreuse (liée directement à la plastification) : elle peut être prédite par une loi de type Gordon-Taylor [35] ou Kelley-Bueche [36] énoncée de la manière suivante :

$$T_g = \frac{W_{(comp)} \cdot T_{g(comp)} + k \cdot W_{(eau)} \cdot T_{g(eau)}}{W_{(comp)} + k \cdot W_{(eau)}} \quad (XVIII)$$

Avec

- $T_g; T_{g(comp)}; T_{g(eau)}$: respectivement la T_g globale, la T_g du composite et celle de l'eau, encore sujette à controverse, plusieurs auteurs s'accordent sur une valeur d'environ -135°C .
 - $W_{(comp)}; W_{(eau)}$: fraction massique de composite et d'eau
 - k : constante dépendante du système
- Un gonflement, qui peut poser des problèmes de stabilité dimensionnelle et de développement de contraintes internes qui peut aller jusqu'à engendrer un endommagement.
 - Une hydrolyse : Elle peut être schématisée de la façon suivante :



L'eau se greffe donc sur les chaînes macromoléculaires amenant à des coupures de chaînes (voir 1.2.3.2 La coupure de chaînes). L'hydrolyse va être à l'origine d'une diminution de la densité de réticulation et à terme d'une perte des propriétés mécaniques. La cinétique de l'hydrolyse est très lente à température ambiante et le processus est contrôlé par la diffusion de l'eau. Elle peut cependant être accélérée à température élevée ou en présence de certains catalyseurs tels que les acides. Les groupements amides, esters et imides sont particulièrement sensibles à l'hydrolyse.

CHAPITRE II

Matériau et pièces de l'étude

Dans ce chapitre sont présentés les panneaux de voilure fournis par AIRBUS pour la caractérisation du vieillissement des matériaux composites. Tout d'abord, la fabrication des panneaux stratifiés est présentée, puis les deux voilures étudiées sont décrites. On remonte ainsi jusqu'aux zones sélectionnées pour l'étude et aux drapages par lesquels elle sont constituées. Finalement, les revêtements présents sur la face externe sont brièvement décrits, chacun ayant un rôle à jouer.

II.1. Les voilures V10F et ATR 72

II.1.1. Matériau, avions et pièces étudiés

II.1.1.1. Fabrication des panneaux de voile

Le matériau utilisé pour la fabrication des voilures est sous forme de préimprégnés unidirectionnels. A l'époque de la voile V10F on l'avait nommée T300 6k / BSL 914. Sa désignation actuelle chez Hexcel est le Hexply 914C-TS(6K)-5-34%. Ceci signifie :

- 914C : résine 914 associée à des renforts Carbone
- TS (6K) : fibres de carbone « haute résistance » en 6000 filaments
- 5 : masse surfacique de fibres en unité anglo-saxonne (134g/m² de fibre)
- 34% : pourcentage en masse de résine dans le préimprégné.

Les drapages sont effectués par empilement de plis à 0, 90, -45 et 45°. La cuisson de la résine se fait en autoclave. Le principe du moulage en autoclave (ou moulage au sac) consiste à compacter renfort et résine sur un moule rigide par l'intermédiaire d'une membrane déformable formant avec l'outillage un sac étanche (Figure 20). Une pression de quelques MPa est appliquée sur la membrane par l'intermédiaire d'un fluide (air, azote, vapeur d'eau ou eau) qui apporte en même temps la chaleur nécessaire à la polymérisation de la résine. Le moule est placé dans une enceinte fermée soumise à une pression interne qui correspond à la pression appliquée sur la membrane. Cette pression, qui est de l'ordre de 1,5 MPa, peut aller jusqu'à 3 MPa suivant les composites structuraux à mouler. Lorsque la pression est gazeuse, l'enceinte est appelée autoclave. Dans le cas des produits à hautes caractéristiques mécaniques, un vide est pratiqué entre le moule et la membrane pour éliminer toute trace de produits volatils qui pourrait former des microbulles et donc provoquer des microdéfauts de structure.

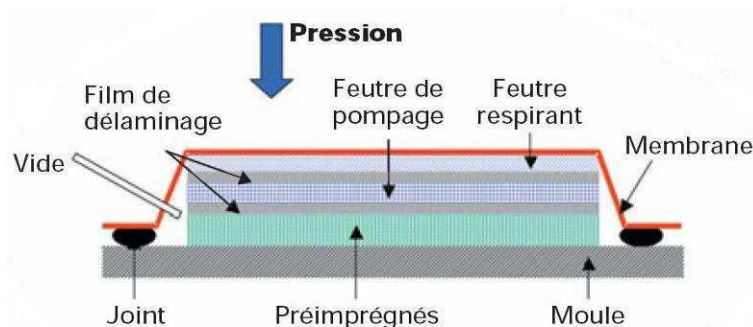


Figure 20 : Principe du moulage en autoclave

Les principales étapes du procédé sont les suivantes :

- dépose des préimprégnés sur le moule selon un plan de chargement très précis, les renforts étant orientés dans le sens des sollicitations mécaniques de la pièce ; cette opération très minutieuse appelée drapage est généralement manuelle ; elle est cependant automatisée en aéronautique ;
- mise en place de prises de vide (tubes) ;
- dépose d'un séparateur permettant l'évacuation des gaz vers les prises de vide (film perforé de cellophane, de PTFE, de polyamide, etc.) et de la résine en excès qui flue sous l'action de la pression ;
- mise en place de tissus de drainage pour évacuer l'air et les produits volatils emprisonnés sous la membrane ainsi que l'excès de résine ;
- mise en place de la membrane déformable ; la liaison entre le moule rigide et la membrane doit être parfaitement étanche ;
- mise sous vide (vérification de l'étanchéité) ;
- fermeture de l'autoclave ;
- mise en pression et en température selon des cycles bien précis.

Le taux de résine dans la pièce sera ajusté avec précision en agissant sur la quantité de tissu d'absorption, le niveau de la pression appliquée et le cycle d'application de la pression en fonction du cycle de cuisson qui joue sur la viscosité de la résine.

Ce procédé a pour principal avantage de conduire aux caractéristiques mécaniques maximales d'un composite fibres-résines organiques grâce à :

- la maîtrise de l'orientation des renforts ;
- un rapport optimal fibre/résine ;
- un cycle de polymérisation spécifique et précis ;
- une très bonne qualité de matériau.
- le moulage en autoclave permet également d'obtenir des structures très fines.

L'inconvénient majeur de ce procédé est son coût très élevé qui est dû à une main-d'œuvre spécialisée et importante et à un investissement élevé pour des temps de cycle très longs.

Le cycle de température est généralement caractérisé par deux paliers :

- premier palier à la température de fluidification de la résine : c'est à ce niveau que les produits volatils sont éliminés ;
- second palier à la température de polymérisation.

Puisqu'il s'agit d'obtenir des matériaux à hautes caractéristiques mécaniques, les vitesses de montée et de descente en température sont très lentes ($1^\circ\text{C}/\text{min}$) pour éviter toute variation importante, entre la surface et le cœur du matériau, qui pourrait induire des contraintes internes néfastes à la qualité de la pièce. De ce fait, les cycles de fabrication sont très longs. En effet, lorsque le moulage effectué en température est terminé, les couches de renfort qui sont étroitement liées les unes aux autres ne peuvent plus se déformer de façon indépendante. Or, d'une façon générale, en raison de l'anisotropie des composites, les couches peuvent présenter des coefficients de dilatation thermique différents si bien que, au cours du refroidissement en fin de fabrication, des contraintes résiduelles apparaissent.

On peut décrire les phénomènes par le schéma Figure 21.

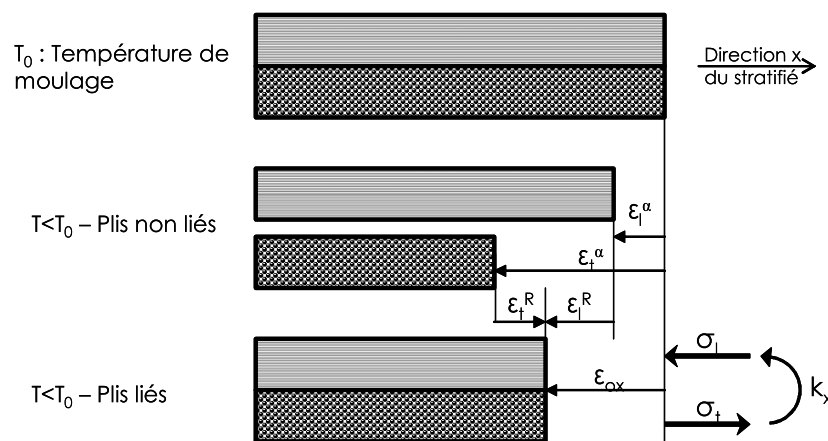


Figure 21 : Apparition des contraintes thermiques résiduelles dans un stratifié [0/90] (d'après Rouby [37, 38])

Si les plis étaient non liés, ils se déformeraient de manière indépendante, selon le coefficient de dilatation thermique propre à la direction x (longitudinal pour le premier pli et transverse pour le second).

Mais comme les plis sont liés dans un stratifié, la déformation est la même pour les deux plis, soit ϵ_{0x} . Il apparaît alors des déformations résiduelles ϵ_l^R et ϵ_t^R qui vont induire des contraintes résiduelles σ_l et σ_t .

Dans les stratifiés non symétriques, les contraintes résiduelles des plis vont induire un moment et donc une courbure résiduelle de la plaque k_x .

On peut faire une approximation de ces contraintes thermiques résiduelles par le calcul à partir des lois de comportement thermo-élastique d'un stratifié :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{0x} \\ \sigma_{0y} \\ \sigma_{0xy} \end{Bmatrix} = \frac{1}{h} \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{13} \\ A_{21} & A_{22} & A_{23} \\ A_{31} & A_{32} & A_{33} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{0x} \\ \varepsilon_{0y} \\ \gamma_{0xy} \end{Bmatrix} - \Delta T \begin{Bmatrix} \alpha_{0x} \\ \alpha_{0y} \\ \alpha_{0xy} \end{Bmatrix} \quad (\text{XVII})$$

Dans les équations, les indices x, y correspondent à un repère lié au stratifié et les indices l, t (longitudinal et transversal) à un repère lié au pli (l'axe z est commun aux deux repères) comme l'explique la Figure 22.

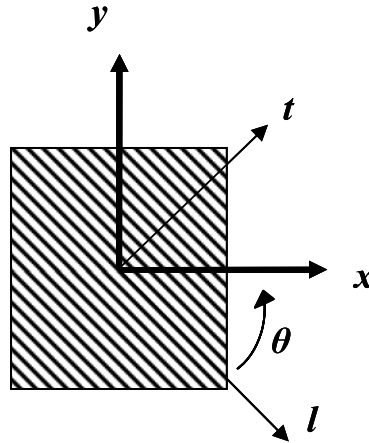


Figure 22 : Repères du stratifié et des plis

L'équation (XVII) se compose des éléments suivants :

- h : épaisseur du stratifié

- $A_{ij} = \sum_{k=1}^{n_{\text{mepli}}} \bar{E}_{ij}^k \times e_k = A_{ji}$ e_k : épaisseur du pli k

Pour chaque pli :

$$\bar{E}_{11}(\theta) = \cos^4 \theta \cdot \bar{E}_l + \sin^4 \theta \cdot \bar{E}_t + 2 \cos^2 \theta \cdot \sin^2 \theta (v_{tl} \bar{E}_l + 2G_{lt})$$

$$\bar{E}_{22}(\theta) = \sin^4 \theta \cdot \bar{E}_l + \cos^4 \theta \cdot \bar{E}_t + 2 \cos^2 \theta \cdot \sin^2 \theta (v_{tl} \bar{E}_l + 2G_{lt})$$

$$\bar{E}_{33}(\theta) = \cos^2 \theta \cdot \sin^2 \theta (\bar{E}_l + \bar{E}_t - 2 v_{tl} \bar{E}_l) + (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta)^2 \cdot G_{lt}$$

$$\bar{E}_{12}(\theta) = \cos^2 \theta \cdot \sin^2 \theta (\bar{E}_l + \bar{E}_t - 4 G_{lt}) + (\cos^4 \theta \cdot \sin^4 \theta) v_{tl} \bar{E}_l$$

$$\bar{E}_{13}(\theta) = -\cos \theta \cdot \sin \theta \{ \cos^2 \theta \cdot \bar{E}_l - \sin^2 \theta \cdot \bar{E}_t - (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta)(v_{tl} \bar{E}_l + 2 G_{lt}) \}$$

$$\bar{E}_{23}(\theta) = -\cos \theta \cdot \sin \theta \{ \sin^2 \theta \cdot \bar{E}_l - \cos^2 \theta \cdot \bar{E}_t - (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta)(v_{tl} \bar{E}_l + 2 G_{lt}) \}$$

Sachant que :

$$\overline{E_l} = \frac{E_l}{1 - \nu_{lt} \cdot \nu_{tl}} \quad \overline{E_t} = \frac{E_t}{1 - \nu_{lt} \cdot \nu_{tl}}$$

$E_l, E_t, \nu_{lt}, \nu_{tl}$ caractéristiques du pli

- ΔT : écart de température (Température ambiante – Température de moulage)

$$\bullet \quad \begin{Bmatrix} \alpha_{0x} \\ \alpha_{0y} \\ \alpha_{0xy} \end{Bmatrix} = [A^{-1}] \begin{Bmatrix} \frac{1}{h} \langle \alpha E h \rangle_x \\ \frac{1}{h} \langle \alpha E h \rangle_y \\ \frac{1}{h} \langle \alpha E h \rangle_{xy} \end{Bmatrix}$$

en prenant :

$$\langle \alpha E h \rangle_x = \sum_{k=1}^{nième pli} \overline{\alpha E_1^k} \cdot e_k$$

$$\langle \alpha E h \rangle_y = \sum_{k=1}^{nième pli} \overline{\alpha E_2^k} \cdot e_k$$

$$\langle \alpha E h \rangle_{xy} = \sum_{k=1}^{nième pli} \overline{\alpha E_3^k} \cdot e_k$$

avec :

$$\overline{\alpha E_1} = \cos^2 \theta \cdot \overline{E_l} (\alpha_l + \nu_{tl} \alpha_t) + \sin^2 \theta \cdot \overline{E_t} (\nu_{lt} \alpha_l + \alpha_t)$$

$$\overline{\alpha E_2} = \sin^2 \theta \cdot \overline{E_l} (\alpha_l + \nu_{tl} \alpha_t) + \cos^2 \theta \cdot \overline{E_t} (\nu_{lt} \alpha_l + \alpha_t)$$

$$\overline{\alpha E_3} = \cos \theta \cdot \sin \theta [\overline{E_t} (\nu_{lt} \alpha_l + \alpha_t) - \overline{E_l} (\alpha_l + \nu_{tl} \alpha_t)]$$

α_l et α_t sont les coefficients de dilatation thermique, respectivement longitudinal et transverse, du stratifié.

Le stratifié n'étant soumis à aucune sollicitation mécanique extérieure, on peut écrire d'après (XVII) :

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{0x} \\ \varepsilon_{0y} \\ \varepsilon_{0xy} \end{Bmatrix} = \Delta T \cdot \begin{Bmatrix} \alpha_{0x} \\ \alpha_{0y} \\ \alpha_{0xy} \end{Bmatrix} \quad \text{(XVIII)}$$

Or le stratifié est un empilement de plis liés entre eux, les déformations sont donc identiques dans chaque pli :

$$\varepsilon_{0x} = \varepsilon_x^{0^\circ} = \varepsilon_x^{90^\circ} = \varepsilon_x^{45^\circ} = \dots \quad (\text{XIX})$$

D'où la détermination des contraintes thermiques résiduelles dans chaque pli grâce aux lois de comportement thermoélastique du pli :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_{xy} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{E}_{11} & \bar{E}_{12} & \bar{E}_{13} \\ \bar{E}_{21} & \bar{E}_{22} & \bar{E}_{23} \\ \bar{E}_{31} & \bar{E}_{32} & \bar{E}_{33} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_{xy} \end{Bmatrix} - \Delta T \begin{Bmatrix} \bar{\alpha E}_1 \\ \bar{\alpha E}_2 \\ \bar{\alpha E}_3 \end{Bmatrix} \quad (\text{XX})$$

avec $\bar{E}_{ij}$ et $\bar{\alpha E}_i$ définis précédemment.

Enfin pour retrouver les contraintes résiduelles dans le repère du pli (longitudinales et transverses du pli), il suffit d'utiliser la matrice de rotation :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_l \\ \sigma_t \\ \sigma_{lt} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & -2 \cos \theta \sin \theta \\ \sin^2 \theta & \cos^2 \theta & 2 \cos \theta \sin \theta \\ \sin \theta \cos \theta & -\sin \theta \cos \theta & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_{xy} \end{Bmatrix} \quad (\text{XXI})$$

Pour pallier le problème de déformations hors plan et de courbures résiduelles des plaques composites, les drapages effectués en aéronautique présentent, tant que possible, une symétrie miroir.

II.1.1.2. La voilure prototype V10F du Falcon X

La première voilure étudiée est la V10F, provenant d'un prototype des premiers avions à caisson de voilure tout composite dit « à raidisseurs intégraux », les Falcon X (Figure 23) (voir I.1.1). L'appareil avait effectué 10000 heures de vol avant le démantèlement.

Les panneaux auto-raidis utilisent une conception nouvelle permettant d'avoir des raidisseurs intégrés directement dans le panneau lors de la fabrication comme le montre la Figure 24. Les panneaux sont fabriqués par drapage de préimprégnés de T300/914. Les raidisseurs sont faits à partir du même matériau préimprégné drapé sur l'empilement de plis de base.



Figure 23 : Présentation du Falcon X V10F au salon du Bourget - Weber [1]

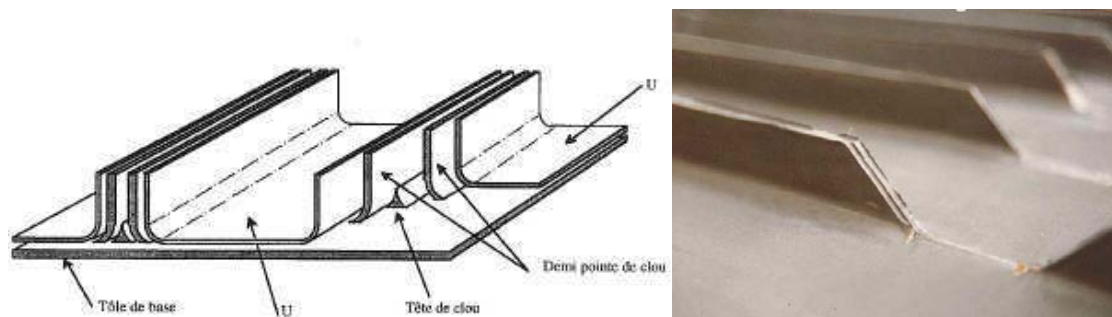


Figure 24 : Structure du panneau auto-raidi

Nous avons à notre disposition le panneau inférieur (intrados) de la voilure droite (Figure 25). La première partie de l'étude a été effectuée par Airbus. Un premier échantillon, prélevé entre les nervures 1 et 2 et les raidisseurs 6 et 8 (zone en rouge sur la Figure 25), nous a été fourni pour des essais DMA et des observations microscopiques. Cette zone est constituée d'un drapage de 33 plis d'environ 130 μm dont la séquence est la suivante, illustré par la Figure 26 :

$$[90 / 0 / 45 \text{ ou } 135 / 0 / 45 \text{ ou } 135 / 0_2 / 90 / 0 / 45 \text{ ou } 135 / 0_2 / \pm 45 / 0 / 45_2 \text{ ou } 135_2 / \bar{0}]_s$$

NOTA :

La formalisation ci-dessus sera réutilisée dans la suite du manuscrit. Elle présente le drapage du composite ainsi que l'ordre de la séquence de plis. Le premier nombre fait référence à l'orientation du premier pli de surface. Ensuite sont présentés les plis suivants jusqu'au centre du stratifié. Le drapage ayant été déterminé par micrographie, il n'est pas possible de dissocier les plis à 45 et 135°. Si le dernier pli est surmonté d'un trait, c'est qu'il est central et on aura alors un nombre de plis impair dans le composite. Le « S » en indice exprime la symétrie miroir du stratifié. Enfin, les chiffres en indice précisent le nombre de plis d'orientation X qui se suivent.

L'orientation des fibres en microscopie est déterminée par la forme des fibres observées, c'est-à-dire que les plis à 90° sont reconnaissables par les fibres que l'on voit en coupe longitudinale. Ensuite pour différencier les plis à 0° et plus ou moins 45° , il suffit de s'attarder sur la surface des fibres coupées : en effet une fibre coupée à 45° crée une surface elliptique plus grande qu'une coupe axiale dont la forme est circulaire. Cependant, on ne peut pas différencier des plis à 45 ou 135° (-45°), mais le nombre de plis dans ces deux directions diagonales sera identique.

Comme on a pu le voir au paragraphe II.1.1.1, le drapage est symétrique pour éliminer les effets des contraintes résiduelles de fabrication.

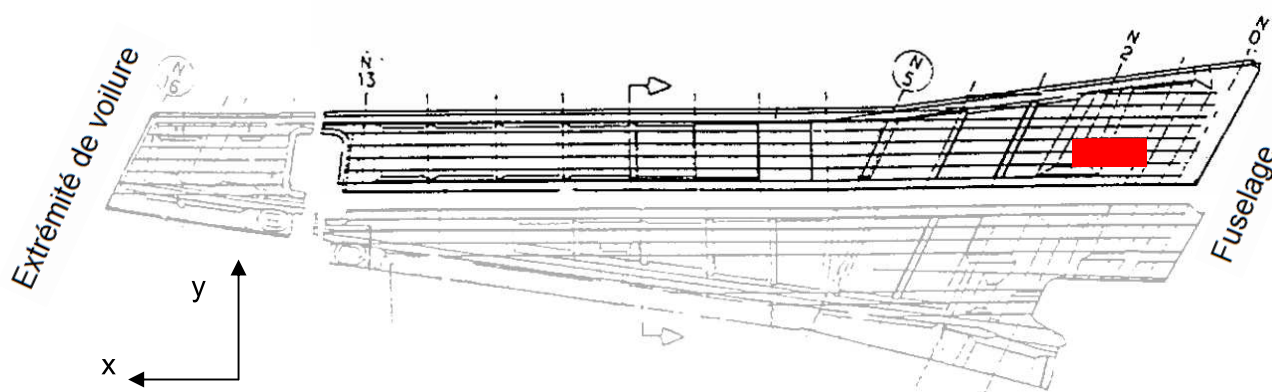


Figure 25 : Panneaux intrados de la voilure V10F

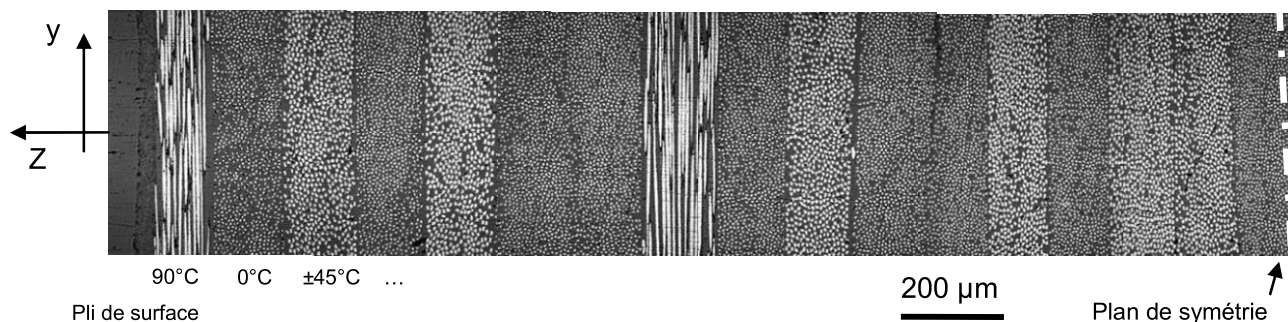


Figure 26 : Drapage de la V10F sur la demi-épaisseur de la zone étudiée

Grâce aux caractéristiques d'un pli unidirectionnel et connaissant l'épaisseur des couches, on peut calculer, par la méthode des stratifiés, les caractéristiques d'élasticité du composite drapé :

E_L (MPa)	ν_{LT}	E_T (MPa)	ν_{TL}	G_{TL} (MPa)
130000	0,35	4650	0,013	4650

Tableau 4 : Caractéristiques du pli - Rapport Aéropatiale [39]

Le calcul se fait à partir des lois de comportement en élasticité :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_L \\ \sigma_T \\ \sigma_{LT} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \overline{E}_L & \nu_{TL} \cdot \overline{E}_L & 0 \\ \nu_{LT} \cdot \overline{E}_T & \overline{E}_T & 0 \\ 0 & 0 & G_{LT} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_L \\ \varepsilon_T \\ 2\varepsilon_{LT} \end{Bmatrix} \quad (\text{XXII})$$

Les calculs sont présentés en Annexe 1. Les résultats du calcul pour le drapage de la V10F sont présentés dans le Tableau 5.

Module longitudinal E_x		77728 MPa
Module transversal E_y		30779 MPa
Coefficients de Poisson	ν_{xy}	0,367
	ν_{yx}	0,145
Module de cisaillement G_{xy}		14957 MPa

Tableau 5 : Résultats du calcul des modules d'élasticité et des coefficients de Poisson du stratifié V10F

II.1.1.3. La voilure de l'ATR 72

La seconde étude porte sur la voilure droite de l'ATR 72 F098 (Figure 27). Cet appareil était un avion d'essais en vol qui effectua 1000 cycles (définis par un décollage, un vol et un atterrissage). Il vola pour la première fois en 1988. Sa voilure est composée du même matériau composite T300/914 et reprend la conception développée sur la V10F de panneaux auto-raidis (Figure 28). L'ATR 72 fût d'ailleurs le premier avion civil avec un caisson de voilure extrême en composite.



Figure 27 : ATR 72 présenté au salon du Bourget de 1989

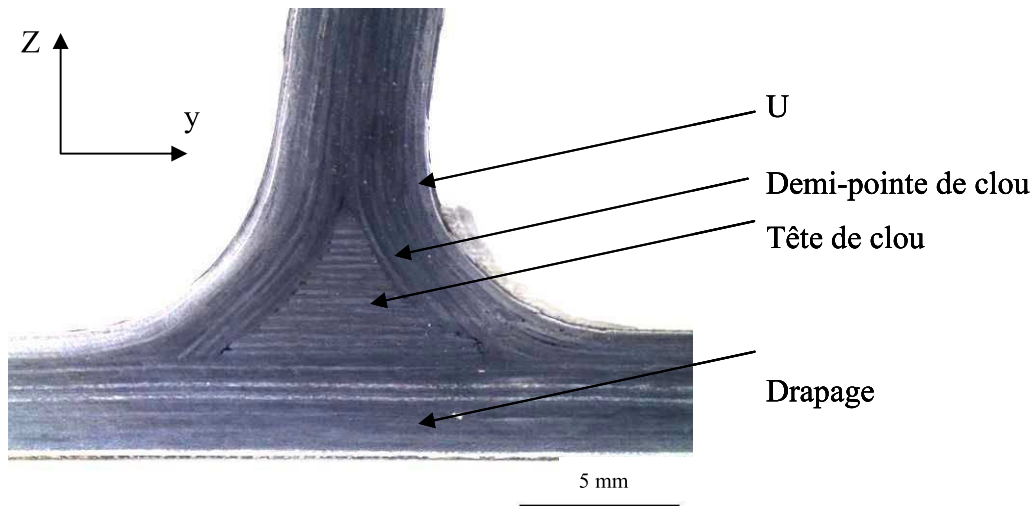


Figure 28 : Observation binoculaire du raidisseur de l'ATR 72

Le caisson de voilure extrême droit (voir Figure 29) entier étant à notre disposition, nous avons pu prévoir des études comparatives entre intrados (panneau inférieur) et extrados (panneau supérieur). Ainsi quatre zones préférentielles ont été sélectionnées pour les études ; elles sont présentées en Figure 30 et le drapage de chaque zone est explicité dans le Tableau 6.

- Une première zone comprise entre les nervures 26 et 27 sur intrados et extrados a été choisie pour son épaisseur proche des 2mm pour faire des essais de DMA. Des éprouvettes prévues pour la sorption/désorption ont aussi été prélevées dans cette zone.
- Une deuxième zone pour des essais de sorption/désorption et approchant les 3 mm d'épaisseur se situe entre les nervures 20 et 21 de l'extrados.
- Enfin, des éprouvettes d'essais mécaniques ont été prélevées entre les nervures 18 et 19 de l'extrados, zone de 4 mm d'épaisseur environ qui correspondent aux normes d'essais de traction et de compression.

Dans chacune de ces zones, des découpes d'échantillons comportant un raidisseur sont faites pour compléter l'étude par des observations microscopiques.

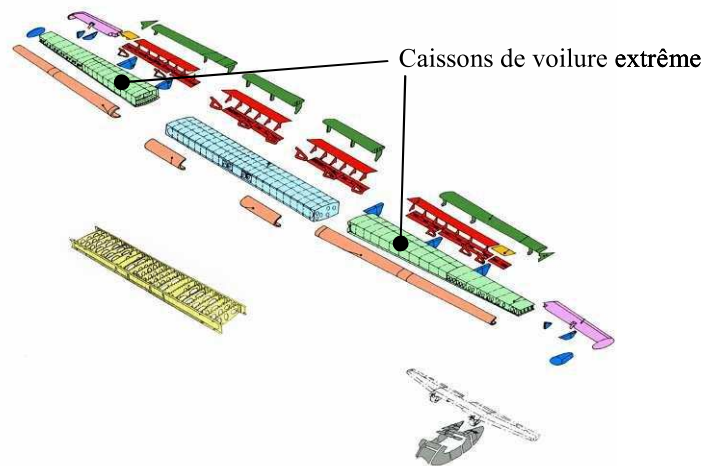


Figure 29 : Vue éclatée de la voilure entière de l'ATR 72 avec zone d'intérêt : les caissons de voilure extrême

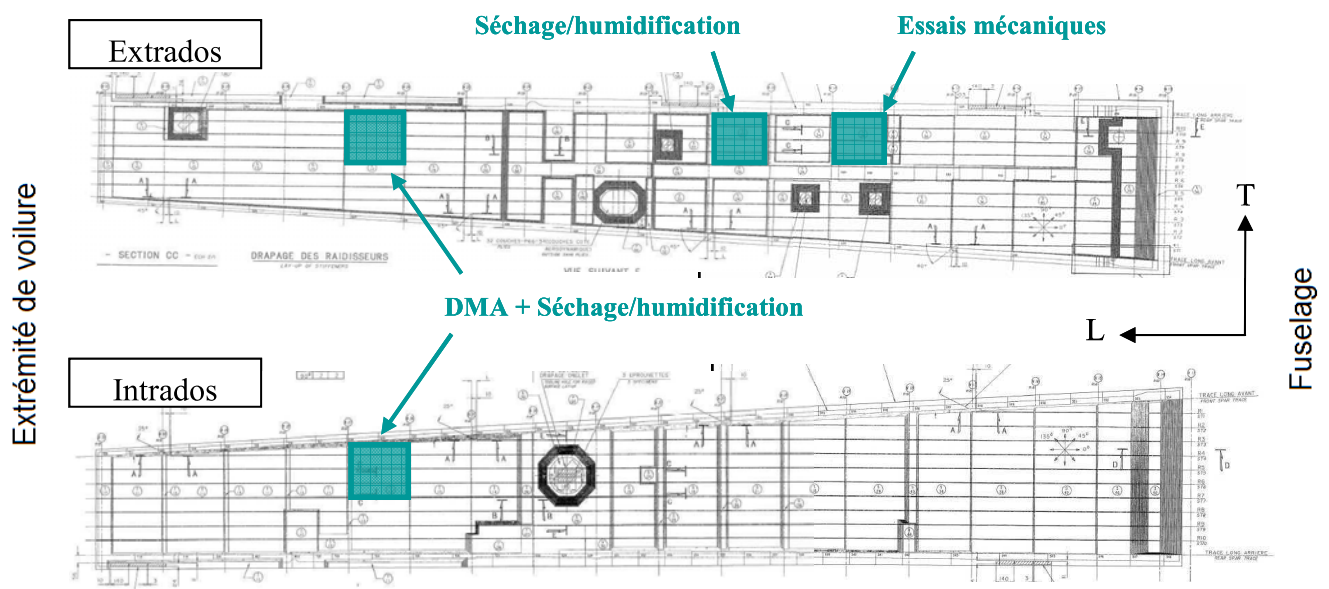


Figure 30 : Définition des zones d'intérêt sur les panneaux de voilure ATR 72

Zone	Drapage
Extrados Nervures 18-19	26 couches [90 / 0 / 45 / 135 ₂ / 45 / 0 ₃ / 45 / 0 ₂ / 135] _s
Extrados Nervures 20-21	22 couches [90 / 0 / 45 / 135 ₂ / 45 / 0 ₂ / 45 / 0 / 135] _s
Extrados Nervures 26-27	17 couches [90 / 0 / 45 / 135 ₂ / 45 / 0 ₂ / 45] _s
Intrados Nervures 26-27	12 couches [90 / 0 / 135 / 0 / 45 / 0] _s

Tableau 6 : Définition des zones d'intérêts sur la voilure de l'ATR 72

Comme pour la V10F, on peut retrouver les caractéristiques d'élasticité du stratifié. Pour les différentes zones testées de l'ATR, on obtient :

		Extrados N18-19	Extrados N20-21	Extrados N26-27	Intrados N26-27
Module longitudinal E_x (MPa)		71611	60979	60104	75855
Module transversal E_y (MPa)		27578	30778	33698	35638
Coefficients de Poisson	ν_{xy}	0,485	0,489	0,440	0,298
	ν_{yx}	0,187	0,247	0,247	0,140
Module de cisaillement G_{xy} (MPa)		17732	20110	19655	14098

Tableau 7 : Propriétés élastiques des différentes zones de voilure ATR

On voit très vite que la proportion de plis à 0° est très importante et a un fort impact sur le module longitudinal E_x . En effet, si l'on observe la zone Extrados N26-27, seulement 4 plis à 0° ont été enlevés par rapport à la zone Extrados N18-19, tout en gardant la symétrie miroir du stratifié, et le module chute de plus de 10 GPa.

II.2. Les revêtements de voilure

Pour résister à l'environnement, plusieurs couches de revêtements sont ajoutées au drapage sur la surface externe. Chacune a un rôle précis à jouer. Si l'on prend l'exemple de l'ATR 72, le revêtement est formé de :

- Un treillis métallique pour canaliser la foudre, noyé dans environ 65µm de résine après le dernier pli de drapage. Le fil de treillis a un diamètre de 75µm,
- Un primaire chromate anti-corrosion et anti-reprise d'humidité PAC33 d'une épaisseur d'environ 75µm,
- Une sous-couche antistatique 5425 de 40µm
- Une deuxième couche de primaire PAC33 d'environ 12µm
- Une peinture de finition PU66 d'environ 50µm d'épaisseur.

La Figure 31 montre ces différentes couches après un polissage en biais de la surface. L'épaisseur de l'ensemble des revêtements est d'environ 250µm lorsque l'on prend en compte la couche de résine dans laquelle est noyé le treillis métallique (Figure 32).

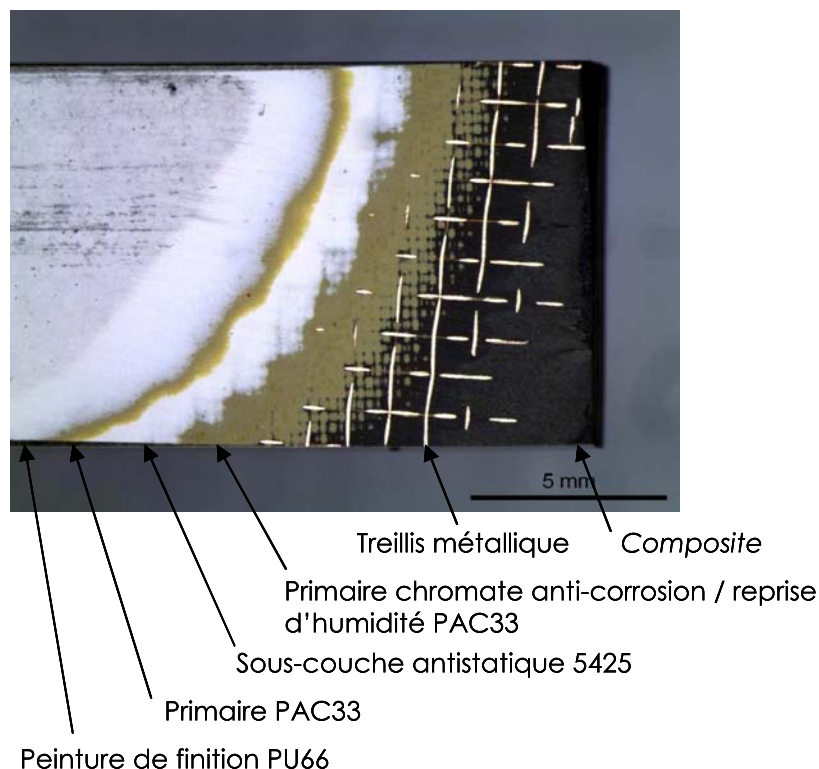


Figure 31 : Superposition des couches de revêtements du composite constitutif des panneaux de voilure ATR 72

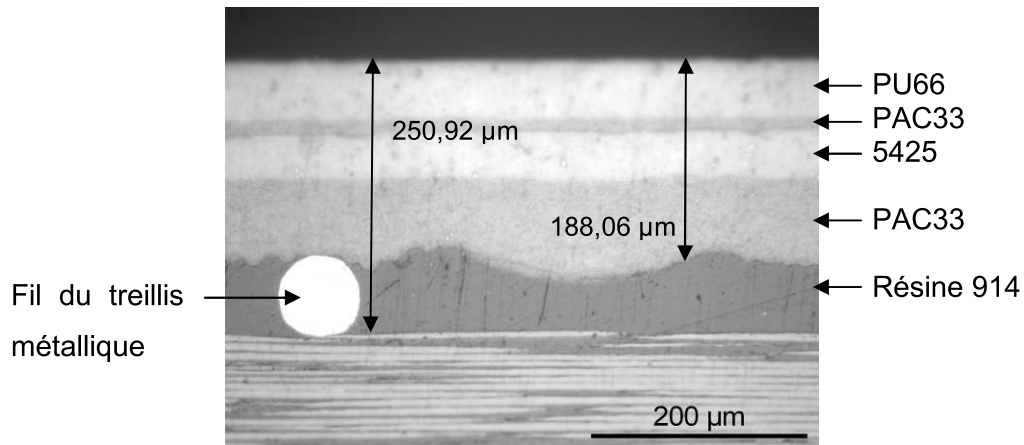


Figure 32 : Vue en coupe de la partie revêtement de la voilure ATR

Dans la suite de cette étude, selon les essais réalisés, une élimination des couches de revêtement est réalisée ou non :

- Pour les essais DMA : les revêtements sont systématiquement enlevés ;
- Pour les essais de sorption / désorption :
 - Pour l'ATR : les deux cas sont étudiés (avec et sans revêtement) pour mettre en évidence le rôle de ces revêtements face à l'humidité ;
 - Pour la V10F : Tous les échantillons sont sans revêtement ;
- Pour les essais mécaniques : les revêtements sont gardés.

II.3. Fabrication de plaques de matériau neuf pour l'établissement de références

Pour conclure sur d'éventuelles modifications de propriétés, il nous a fallu comparer les résultats obtenus sur matériaux de voilure à des valeurs de référence. Nous nous sommes tout d'abord tournés vers les documents ayant été établis lors de la conception des voilures, faisant état des essais de qualification et de certification. Mais nous n'avons pas réussi à trouver de documents rapportant des résultats sur les mêmes drapages que ceux prélevés sur la voilure après service ou les mêmes conditions d'essais.

Le plus simple a donc été la fabrication de nouvelles plaques composées de deux drapages identiques à ceux de l'ATR (Extrados N20-21 et Extrados N26-27 – voir Tableau 6 du paragraphe II.1.1.3) et la mise en place des mêmes essais que ceux réalisés pour la caractérisation de la voilure ATR.

Lors de la caractérisation des plaques neuves, une anomalie sur les courbes de DMA a été décelée. En effet, nous avons un double pic au niveau de la T_g , comme on peut le voir sur la Figure 33. Pour le fournisseur des préimprégnés, ceci peut être dû à une réaction de l'un des composants de la matrice due à une mauvaise cuisson lors du cycle de polymérisation des plaques composites. En effet, après post-cuisson d'une éprouvette DMA à 190°C pendant 4 heures, on obtient la courbe présentée en Figure 34. Le cycle de cuisson est pourtant réalisé selon la norme Aérospatiale ASNA-4101 propre au T300/914 et le taux de réticulation obtenu est proche de 95%.

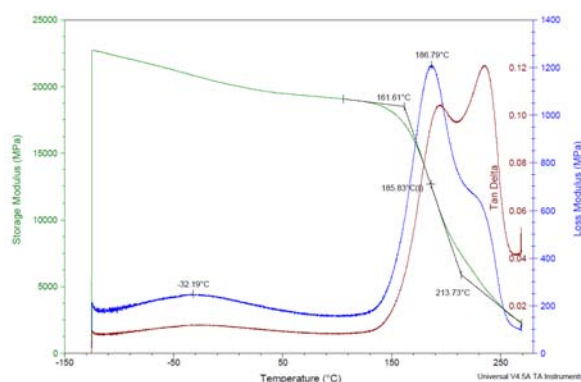


Figure 33 : Courbes DMA sur matériau neuf re-fabriqué à l'état sec

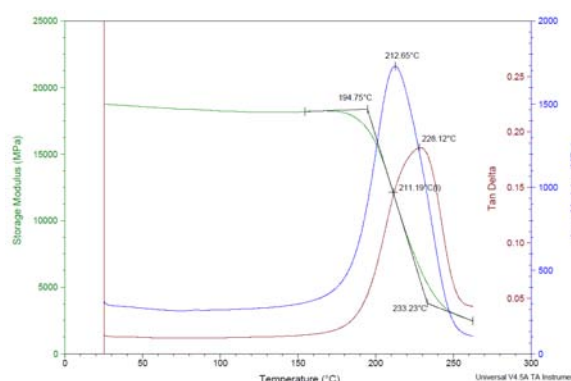


Figure 34 : Courbes DMA sur matériau neuf re-fabriqué après post-cuisson

Comme on le constatera dans un prochain chapitre, les essais mécaniques réalisés sur les éprouvettes provenant de ces plaques neuves ne semblent toutefois pas montrer de différences de propriétés, en comparaison avec des valeurs de calcul. Les résultats obtenus

sur ce matériau neuf seront donc présentés au fil du manuscrit pour comparaison avec les valeurs d'essais réalisés sur la voilure de l'ATR 72. Il faut noter que les plaques de matériau neuf sont dépourvues des revêtements présentés dans le paragraphe précédent. De plus, le matériau est testé dans l'état de réception, c'est-à-dire pas totalement sec. Le taux d'humidité a été évalué lors des essais à 0,50%.

CHAPITRE III

Etude du vieillissement humide

Dans ce troisième chapitre, nous allons nous attacher à l'étude du vieillissement lié à l'humidité. En effet, le dimensionnement des structures composites est en partie lié à l'effet de l'humidité sur la température de transition vitreuse T_g et on a pu voir, dans le chapitre I, que l'eau avait un rôle très important dans le vieillissement des résines. On comprend, sans difficulté, que les structures composites aéronautiques vont être très souvent en présence d'eau (humidité de l'air, pluie, givre, etc...), ce qui va pouvoir entraîner les effets que l'on a pu voir au paragraphe I.3.3 comme la plastification avec des chutes de température de transition vitreuse et des chutes de propriétés mécaniques, des gonflements avec possibilité de rupture au sein des plis, voire même des vieillissements chimiques comme l'hydrolyse.

C'est pourquoi ce chapitre va mettre en avant l'étude de l'humidité dans les voilures étudiées et la caractérisation des effets de l'eau sur les propriétés du composite. Pour cela, nous caractérisons tout d'abord l'état de réception (après service) tant au niveau de la santé matière, du taux d'humidité (obtenu par des essais de désorption), du comportement viscoélastique et des principales propriétés mécaniques. Par la suite, nous étudions plus précisément les effets de la sorption sur le matériau ainsi que les cinétiques de diffusion de l'eau, à partir d'un état sec et après :

- reprise d'humidité jusqu'à saturation
- reprise d'humidité jusqu'à atteindre la quantité d'eau de l'état de réception

Enfin, l'influence de l'humidité sur le comportement viscoélastique (en particulier la transition vitreuse) et sur la tenue au cisaillement interlaminaire sera étudiée.

III.1. Caractérisation de l'état de réception

III.1.1. Santé matière du matériau après service

Pour commencer, des observations microscopiques ainsi que des radiographies X ont été effectuées sur les matériaux à l'état de réception. Les radiographies ont été réalisées à une tension de 15 kV, une intensité de 35 mA et un temps d'exposition de 40 à 60 s suivant l'épaisseur de l'échantillon.

Les images ne montrent ni défaut d'imprégnation, ni endommagement sur les échantillons prélevés sur la voilure V10F. Seul un manque local de fibres dans un pli a été repéré en Figure 35. Ce manque de fibres d'environ 550µm dans un pli du drapage provient de la fabrication du préimprégné et n'a pas été source d'endommagement lors du service. En radiographie X, on n'observe aucun défaut comme on peut le voir sur la Figure 36.

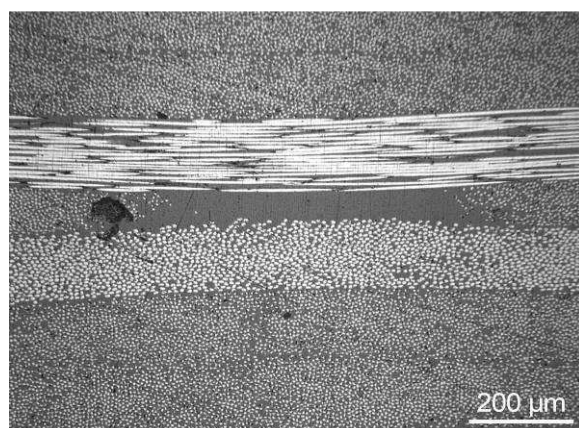


Figure 35 : Manque de fibres dans un pli de drapage de la V10F

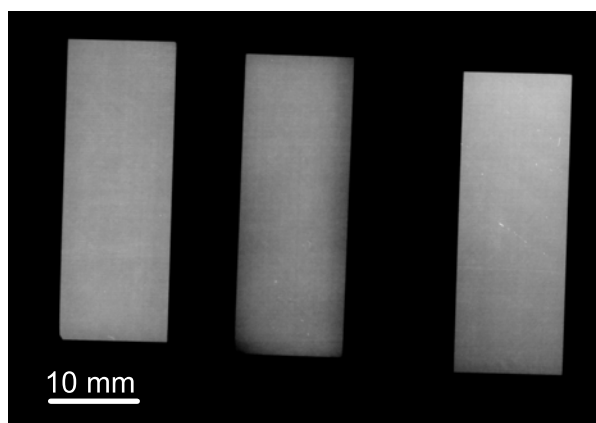


Figure 36 : Image RX d'éprouvettes de DMA avant essai prélevées sur la V10F

Sur la voilure de l'ATR 72 F098, chaque zone de prélèvement d'éprouvettes présentées dans le Tableau 6 a été observée par microscopie optique. Tous les échantillons prévus pour l'observation ont été découpés dans des zones permettant d'observer le drapage du panneau ainsi que les raidisseurs. On retrouve, comme pour la voilure V10F, une très bonne qualité de fabrication avec des plis très homogènes en fibres. Sur les nombreux échantillons observés, nous n'avons décelé qu'une seule zone endommagée par deux fissures présentées en Figure 37. Elles se trouvent dans la tête de clou d'un raidisseur du panneau inférieur de voilure de l'ATR, de très faible épaisseur (1,52mm). Elles ne sont pas débouchantes et ont été stoppées, de chaque côté, par les demi-pointes de clou. Cependant, il est difficile de savoir si ces fissures se sont amorcées pendant la vie en

service de l'avion ou bien lors de la découpe des échantillons. Il faut bien insister sur le fait que des fissures n'ont été observées que sur cet échantillon. Au niveau des panneaux, aucun endommagement n'a été repéré, ni par microscopie, ni par radiographie X, comme le montre la Figure 38.

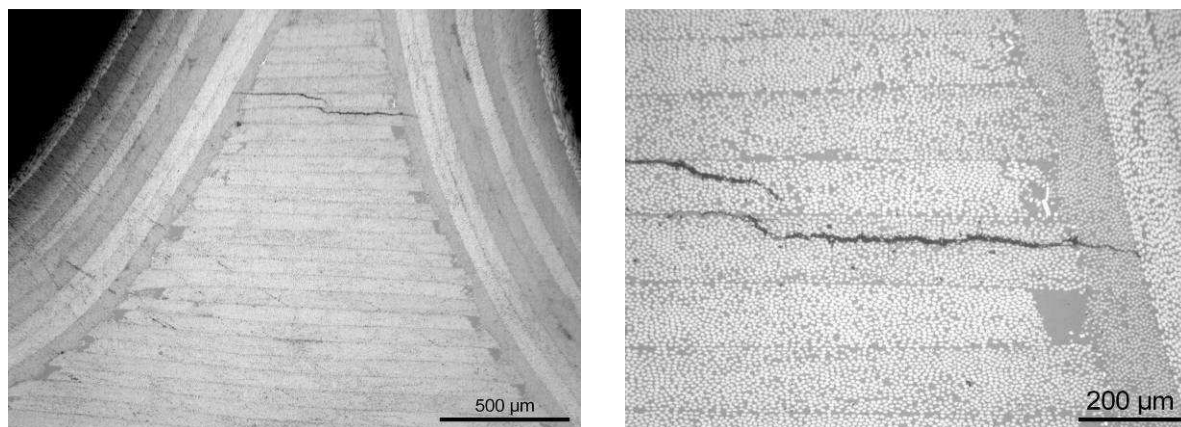


Figure 37 : Fissures observées sur le raidisseur d'un échantillon prélevé sur l'intrados de la voilure de l'ATR 72

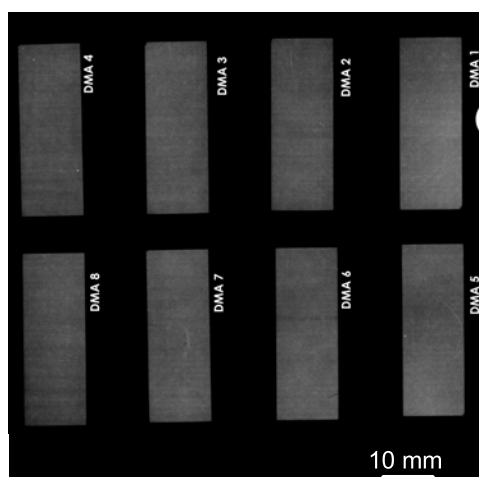


Figure 38 : Image RX d'éprouvettes de DMA avant essai prélevées sur la voilure de l'ATR

Il faut bien retenir ici que, malgré les petites anomalies relevées, l'état matière après service reste excellent.

Enfin, des essais DSC ont permis de mettre en avant un très haut taux de polymérisation des matériaux de voilure. Les aires sous le pic représentent l'enthalpie restante pour réticuler au mieux le matériau ; ainsi, en connaissant cette enthalpie pour la résine 914 non réticulée (donc pour un taux de polymérisation de 0%), on remonte directement à celui des matériaux de l'étude. On retrouve cette enthalpie pour un composite T300/914 dans la littérature

notamment la thèse de Prépin [40] ; Cette valeur est de 260 J/g. On peut voir, sur la Figure 39, que pour l'intrados, toute l'énergie a été consommée, on atteint donc un taux de polymérisation très proche de 100%. Pour l'extrados, le calcul conduit à un taux de polymérisation d'environ 99%.

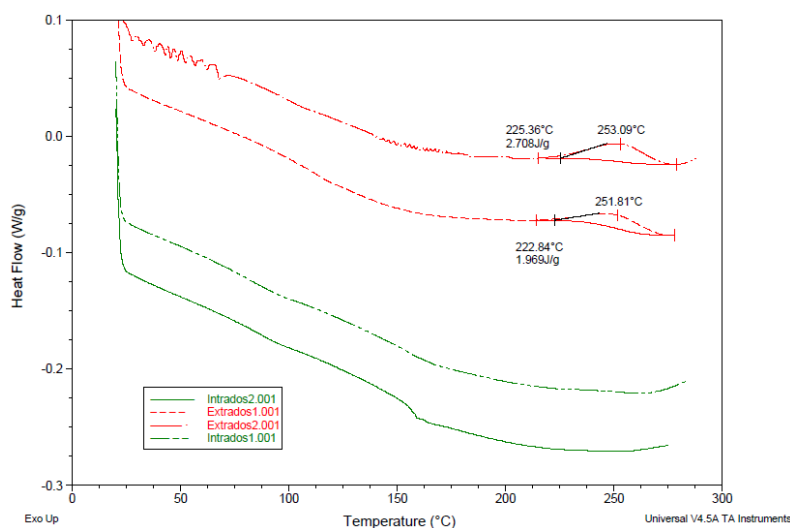


Figure 39 : Courbes DSC réalisées sur la voileure ATR

On retrouve donc une très bonne qualité de fabrication, au niveau de l'imprégnation, du drapage et une très bonne polymérisation de la résine, qui peut venir d'une très bonne cuisson lors de la fabrication des plaques mais aussi de postréculations intervenues lors du service.

III.1.2. Taux d'humidité des échantillons de voilures

Les éprouvettes ont été mises en séchage dans une enceinte cylindrique à vide à 90°C pour établir les courbes de désorption, déterminer le taux d'humidité emmagasinée par la structure à l'état de réception, mais aussi étudier ultérieurement le matériau à l'état sec.

Sur la voileure V10F

Dans le cas de la V10F, huit éprouvettes, répertoriées dans le Tableau 8, de 50mm x 50mm et de cinq épaisseurs différentes sont mises dans l'enceinte. Les zones de prélèvement de ces échantillons n'ont pas été identifiées et on ne connaît pas non plus leur drapage. Cependant, les éprouvettes d'épaisseurs identiques proviennent d'une même zone de voileure et possèdent le même drapage ; elles sont identifiées par des couleurs identiques dans le Tableau 8.

Echantillon	Epaisseur (mm)	Masse initiale (g)
TH1	Irrégulière 3,96 → 6,10	21,2433
TH2	11,05	52,1475
TH3	3,72	17,5123
TH4	3,73	17,5418
TH5	2,83	13,3325
TH6	2,84	13,3570
TH7	2,30	10,7364
TH8	2,30	10,7691

Tableau 8 : Définition des éprouvettes de sorption/désorption sur V10F

Les courbes de désorption sont données en Figure 40 en respectant le même code couleur ; elles donnent la perte de masse relative pour chaque éprouvette en fonction de la racine carrée du temps. Les éprouvettes ont suivi un cycle de séchage prévu par les normes prEN 2823 et prEN 3615 soit 73 heures à 50°C puis 88,5 heures à 70°C et enfin environ 8300 heures à 90°C.

Grâce à ces courbes, on peut directement déterminer le taux d'humidité relatif dans les échantillons à l'état de réception. La zone de forte épaisseur, illustrée par l'éprouvette TH2, a un taux d'humidité relatif d'environ 0,95%. Tous les autres échantillons se stabilisent autour de 1,2%.

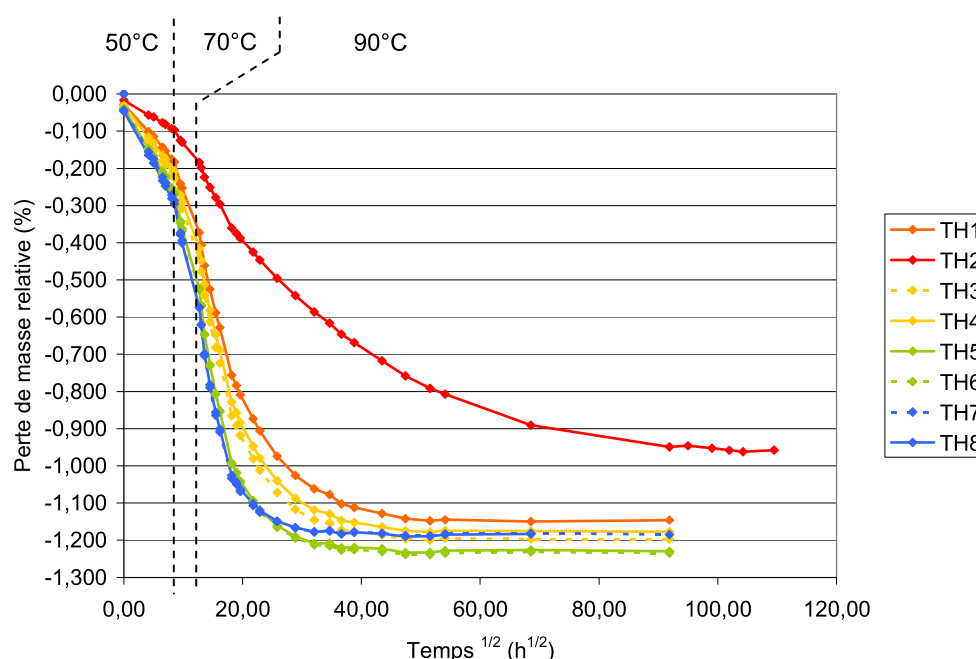


Figure 40 : Courbe de désorption des échantillons de la voilure V10F

On constate tout d'abord une excellente reproductibilité des essais, les courbes de désorption de deux éprouvettes de même drapage et de même épaisseur étant superposées. On observe, d'autre part, sur ces courbes, une grande influence de la

température sur la désorption de l'eau dans le composite, la vitesse de séchage augmentant avec la température. De plus, on retrouve un impact de l'épaisseur des échantillons sur les cinétiques de séchage, la vitesse étant plus rapide pour les échantillons les plus fins. Cependant, le drapage ne joue pas de rôle significatif dans notre cas, puisque les conditions choisies, c'est-à-dire les dimensions des éprouvettes « minces », favorisent une diffusion privilégiée dans l'épaisseur des stratifiés, comme le montre le schéma de la Figure 41. On comprend que dans d'autres directions de diffusion, les fibres auraient plutôt des rôles de freins, dans le sens transverse, ou d'accélérateurs, dans la direction parallèle [40].

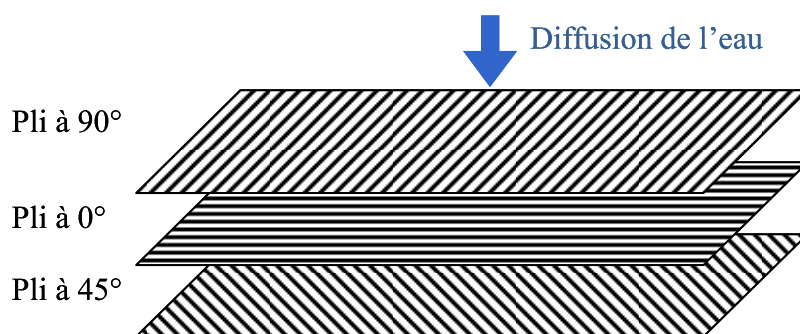


Figure 41 : Sens préférentiel de diffusion dans un stratifié mince

Sur la voilure de l'ATR 72

Sur la voilure de l'ATR 72, plusieurs zones ont été sélectionnées pour faire une étude comparative. Deux zones de l'extrados et une zone de l'intrados sont choisies et pour chacune, une éprouvette est gardée avec son revêtement tandis que l'autre est polie pour étudier le comportement du composite seul. Tous les échantillons sont détaillés dans le Tableau 9. Dans l'étude de la voilure ATR, le séchage a été directement fait à 90°C sous vide, il a duré environ 6900 heures. Les échantillons ont des dimensions de 75 mm x 75 mm.

Echant.	Zone	Drapage	Revêtement	Ep. (mm)	Masse initiale (g)
DA1	Extrados Nervures 20-21	22 couches (90;0;45;135 ₂ ;45;0 ₂ ;45;0;135) _s	Non	2,80	24,5306
DA2			Oui	2,96	26,3656
DA3	Extrados Nervures 26-27	17 couches (90; 0; 45; 135 ₂ ; 45; 0 ₂ ; 45) _s	Non	2,15	18,7935
DA4			Oui	2,33	20,6923
DA5	Intrados Nervures 26-27	12 couches (90; 0; 135; 0; 45; 0) _s	Non	1,52	13,1080
DA6			Oui	1,73	15,4967

Tableau 9 : Définition des échantillons de sorption/désorption sur la voilure de l'ATR 72

Sur la Figure 42, on représente la perte de masse relative en fonction de la racine carrée du temps. Les courbes en traits pleins représentent la désorption des échantillons non revêtus et les courbes en traits pointillés, la désorption des éprouvettes avec revêtement. Les courbes bleues et rouges correspondent à l'extrados et les courbes vertes à l'intrados. Dans la légende du graphique, on a noté l'épaisseur des échantillons (en mm) à côté de leur désignation.

On s'aperçoit que pour les deux zones de l'extrados, on obtient un même taux d'humidité d'environ 0,85% tandis que l'intrados, à l'état de réception, a un taux d'humidité relatif plus élevé, d'environ 0,97% pour les éprouvettes non revêtues. L'autre observation importante à relever est la différence entre échantillons revêtus et non revêtus : en effet, pour chaque zone, la perte de masse est plus rapide et plus importante pour les éprouvettes revêtues.

Deux conclusions s'imposent donc à ces observations :

- L'intrados a absorbé plus d'eau que l'extrados lors du service ou du stockage de la voilure
- Les éprouvettes revêtues absorbent plus d'eau que les échantillons non revêtus. Une part de l'humidité absorbée se trouve donc dans le revêtement.

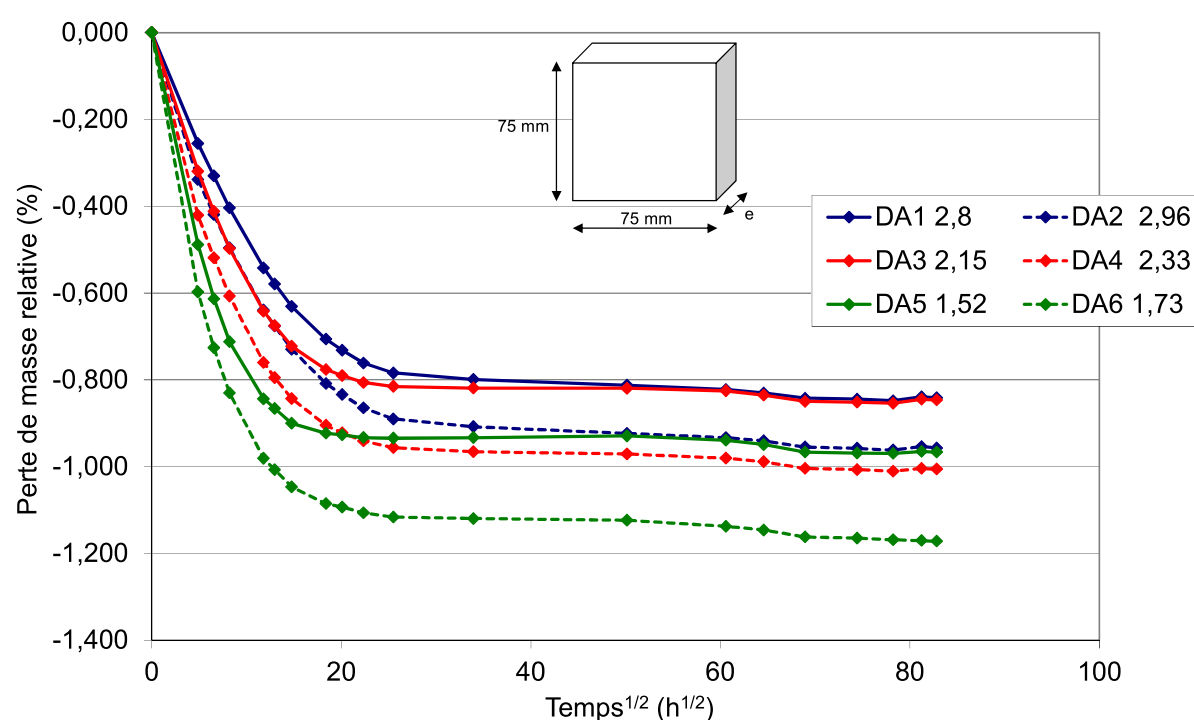


Figure 42 : Courbe de désorption des échantillons de la voilure de l'ATR 72

Comme on l'a vu précédemment pour la V10F, on relève l'influence de l'épaisseur sur la désorption de l'eau dans le stratifié. Pour mettre en avant cet effet d'épaisseur, on peut

tracer la perte de masse relative M en fonction de la racine carrée du temps divisée par l'épaisseur des échantillons $t^{1/2}/e$. Ces courbes sont présentées en Figure 43. On voit alors que cette normalisation efface les effets de l'épaisseur sur le coefficient de diffusion, illustré par la pente initiale des courbes. Dans les premiers instants de la désorption, on observe deux groupes de courbes, chacun ayant une pente différente, comme on peut le voir dans la seconde partie de la Figure 43. On voit alors que la normalisation par l'épaisseur découple les éprouvettes revêtues et les éprouvettes sans revêtement qui forment ces deux groupes distincts. La pente, ainsi normalisée, et donc la vitesse de diffusion sont donc plus élevées pour les éprouvettes revêtues.

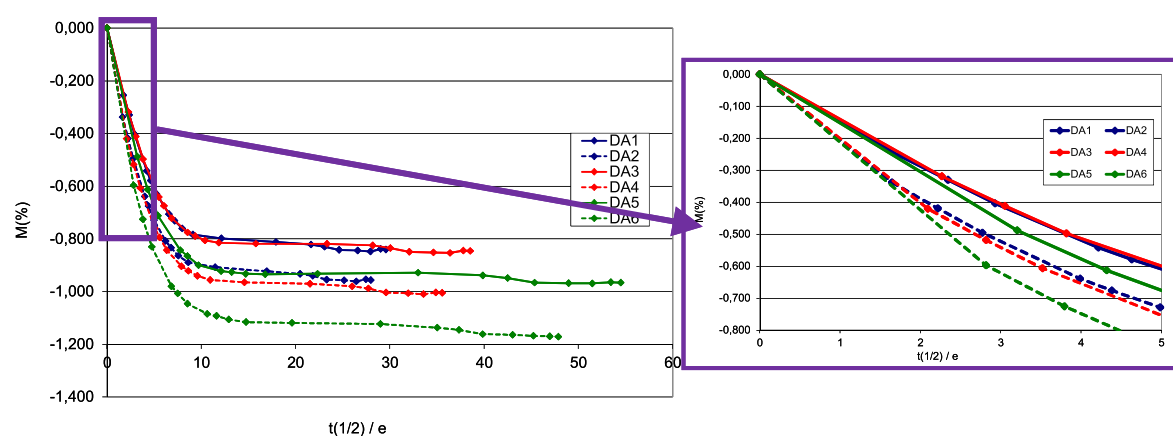


Figure 43 : Désorption des échantillons provenant de la voilure de l'ATR - Influence de l'épaisseur

Nous verrons, dans la suite du manuscrit, au paragraphe IV.1.3.4, les valeurs des coefficients de diffusion, après avoir défini les modèles de diffusion utilisés pour ces calculs.

Ces essais de désorption ont donc permis de mettre en évidence les influences de la température, de l'épaisseur des échantillons mais aussi de la couche de revêtement sur la diffusion de l'eau.

III.1.3. Comportement viscoélastique du matériau à l'état de réception

III.1.3.1. Caractérisation par DMA (Dynamic Mechanical Analysis)

L'appareil de DMA utilisé pour les études est la Q800 de TA Instruments présentée en Figure 44. Plusieurs montages sont possibles et permettent des sollicitations de traction, de

flexion et de cisaillement. Deux montages de flexion existent et ont été utilisés dans cette étude :

- le montage de flexion encastrée (Figure 45) avec des éprouvettes de 35 x 12,5 mm. Seule la moitié du montage est utilisée : une extrémité de l'éprouvette est encastrée et l'autre est sollicitée.
- le montage de flexion 3 points libre (Figure 46) avec des éprouvettes de 60 x 10 mm. L'éprouvette repose sur deux appuis et le centre est sollicité.

Les éprouvettes sont sollicitées à une fréquence de 1 Hz et la rampe en température est de 2°C /min. La précision sur les valeurs de T_g en DMA est de 2°C.



Figure 44 : Appareil de DMA de TA Instrument



Figure 45 : Montage de flexion encastrée pour DMA



Figure 46 : Montage de flexion 3 points pour DMA

III.1.3.2. Analyse par DMA de l'état de réception

Pour tous les essais DMA, deux échantillons ont été testés pour la reproductibilité. Comme on a pu le voir précédemment, les éprouvettes de chacune des zones de voilure ont un drapage et donc une épaisseur différente ; ces caractéristiques sont rappelées dans le

Tableau 10. De plus, les revêtements ont été éliminés par polissage pour ne prendre en compte que les transitions du matériau composite.

Les Figure 47, Figure 48 et Figure 49 présentent les courbes DMA réalisés sur les différents panneaux étudiés. Les évolutions des modules de perte (en bleu), de conservation (en vert) et de tangente delta (en rouge) sont tracées. L'allure des courbes pour les trois zones est sensiblement la même. Sur les courbes de module de perte des intrados des voilures V10F et ATR, on relève cependant, un « sous-pic » (repéré par des cercles sur les Figure 47 et Figure 49) au pied du pic de $T_{g \text{ loss}}$. Observable aux environs de 100°C, il pourrait s'agir d'eau piégée dans la résine qui réagirait lors de l'essai. On peut d'ailleurs observer que, plus le taux d'humidité est élevé, ce qui est le cas de la V10F, plus le « sous-pic » est marqué sur la courbe. Ce taux d'humidité plus élevé sur les deux intrados de voileure pourrait être dû simplement à la configuration de la voileure, c'est-à-dire que les panneaux inférieurs ont plus tendance à emmagasiner de l'eau, tandis que les panneaux extrados subissent les rayonnements du soleil et peuvent plus facilement désorber l'eau.

La température de transition β peut aussi être relevée sur les courbes, particulièrement sur le module de perte où elle est le plus visible. Quelles que soient la voileure et la zone étudiée, on relève une $T_{\beta \text{ loss}}$ d'environ -66°C à plus ou moins 1°C près.

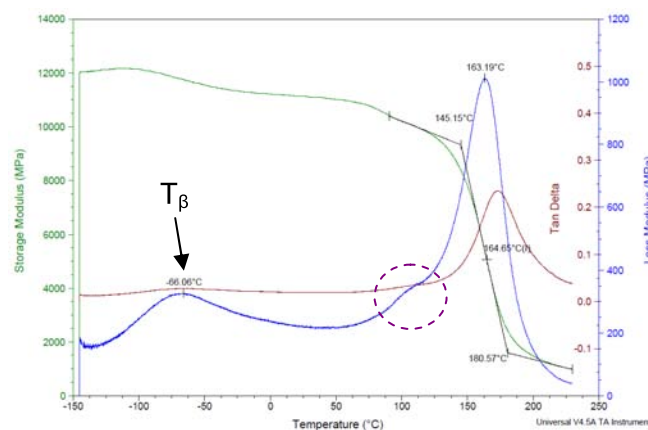


Figure 47 : DMA sur la V10F à l'état initial

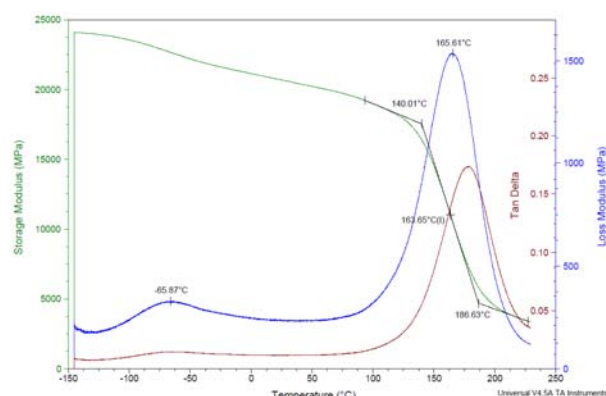


Figure 48 : DMA sur le panneau Extrados de la voilure de l'ATR 72 à l'état initial

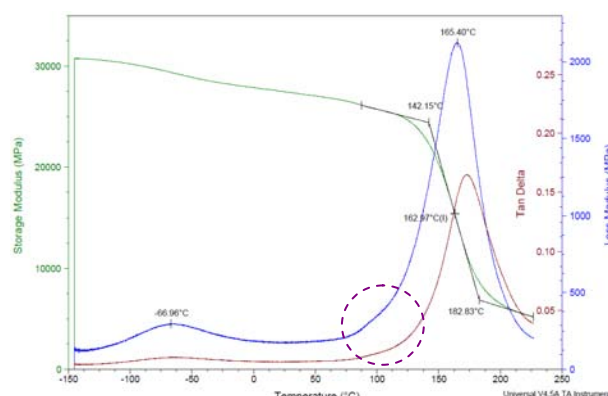


Figure 49 : DMA sur le panneau Intrados de la voilure de l'ATR 72 à l'état initial

Les différentes valeurs de T_g sont relevées (onset, loss et $\tan \delta$) et reportées dans le Tableau 10.

	Epaisseur (mm)	Drapage	$T_{g \text{ onset}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ loss}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ tan } \delta} (^{\circ}\text{C})$	Taux humidité éprouvette (%HR)
V10F	4,20	$[90/0/\pm 45/0/\pm 45/0_2/90/0/\pm 45/0_2/\pm 45/0/\pm 45_2/\bar{0}]_s$	$145,4 \pm 5,8$	$164,6 \pm 4,4$	$171,8 \pm 4,7$	1,12
ATR Extrados	2,15	$[90/0/45/135_2/45/0_2/\bar{45}]_s$	$139,0 \pm 1,2$	$164,6 \pm 1,1$	$177,2 \pm 1,1$	0,88
ATR Intrados	1,50	$[90/0/135/0/45/0]_s$	$142,3 \pm 0,2$	$165,2 \pm 0,2$	$172,7 \pm 0,2$	0,96

Tableau 10 : Valeurs moyennes des températures de transition vitreuses sur les différents panneaux de voilure

Pour les deux voilures, les T_g relevées sont très proches. Cependant elles apparaissent affectées par le taux d'humidité, qui diffère selon les panneaux. Par contre, il semblerait que ce sont les valeurs de $T_{g \text{ tan } \delta}$ qui suivent l'évolution attendue : en effet, plus le taux d'humidité relative est élevé, plus la valeur de $T_{g \text{ tan } \delta}$ est basse.

Ces premiers essais DMA sur matériau à l'état de réception permettent de mettre en avant l'impact de l'humidité sur la température de transition vitreuse. Malgré les différences de drapage et d'épaisseur entre les différentes zones de voilure, les valeurs de T_g obtenues restent comparables. Enfin, il semble que la température de transition vitreuse la plus fiable pour la comparaison de ces différents panneaux est la température relevée sur le pic de tangente δ . Les normes, par exemple ASTM [12] ou AITM [41], préfèrent, en général, relever les températures de transition vitreuse $T_{g \text{ onset}}$ ou $T_{g \text{ loss}}$. Ehrenstein et al [42] ont comparé les valeurs de T_g en DMA et DSC, et ils concluent que la valeur de T_g provenant du pic de module de perte en DMA est la plus proche de celle obtenue par DSC.

III.1.4. Propriétés mécaniques résiduelles

Les essais mécaniques ont été réalisés au sein du laboratoire matériaux d'AIRBUS à Toulouse. Les éprouvettes ont été prélevées dans des panneaux de voilure ayant une épaisseur suffisante (environ 4 mm) pour être en accord avec les normes. Pour rappel, tous les essais mécaniques ont été réalisés sur éprouvettes avec revêtements. Tous les essais suivent des normes aéronautiques :

- AIM 1-0007 pour la traction [43]
- AIM 1-0008 pour la compression [44]
- NF-EN 2563 pour le cisaillement interlaminaire [45]

Dans cette partie, seuls les essais sur la voilure ATR seront présentés, puisque des essais comparatifs sur matériau neuf ont été réalisés dans les mêmes conditions et avec des drapages identiques pour avoir une référence et pouvoir conclure sur des éventuelles pertes de propriétés.

III.1.4.1. Essais de traction

Deux types d'essais de traction ont été réalisés sur les voilures : la traction « lisse » et la traction « trouée habitée » où on est venu percer l'éprouvette et y fixer un ensemble vis-écrou. La déformation des éprouvettes de traction lisse est suivie par des jauges de déformation longitudinales collées sur les deux faces des éprouvettes. Du fait du perçage central, les éprouvettes de traction trouée habitée ne sont pas instrumentées. Trois éprouvettes sont testées pour chaque type d'essai. La zone de l'extrados sélectionnée pour ces essais est composée de 26 plis ayant le drapage suivant : $[90/0/45/135_2/45/0_3/45/0_2/135]_S$.

Traction lisse

Les courbes de traction lisse sont présentées en Figure 50. Les trois essais présentent une excellente reproductibilité, avec des valeurs du module longitudinal et de contraintes à rupture très proches, rassemblées dans le Tableau 11. On remarque sur les courbes que la rupture intervient après la déformation élastique, sans entrer dans le domaine plastique ; on a une rupture fragile, liée directement à la rupture des fibres. Le module longitudinal peut être comparé à une valeur de calcul, déterminée grâce aux paramètres du pli (E_L , E_T , ν_{LT} , G_{LT} et épaisseur) et le nombre de plis dans chaque orientation composant le stratifié. On obtient alors un module de 71611 MPa très voisin de la moyenne des valeurs

expérimentales de 70862 ± 794 MPa. De plus, dans le Tableau 11, sont présentées les valeurs moyennes des contraintes à rupture et module longitudinal obtenues sur le matériau neuf fabriqué avec des drapages identiques. On obtient un module légèrement supérieur, de 72130 ± 512 MPa, mais qui reste très proche des valeurs obtenues par le calcul et sur voilure. Cependant, la contrainte à rupture sur matériau neuf est plus élevée d'environ 15% par rapport à celle des échantillons issus de la voilure ATR. On rappelle que l'extrados de voilure ATR a un taux d'humidité relative d'environ 0,85%, alors que celui des composites neufs est de 0,55%. Cette différence de 0,3% d'humidité relative ne peut pas expliquer la chute de contrainte à rupture observée. En effet, si dans la littérature [46, 47], on retrouve des diminutions de contrainte à rupture dues à l'absorption d'eau, celles-ci s'accompagnent d'une baisse du module [18], ce qui n'est pas le cas ici.

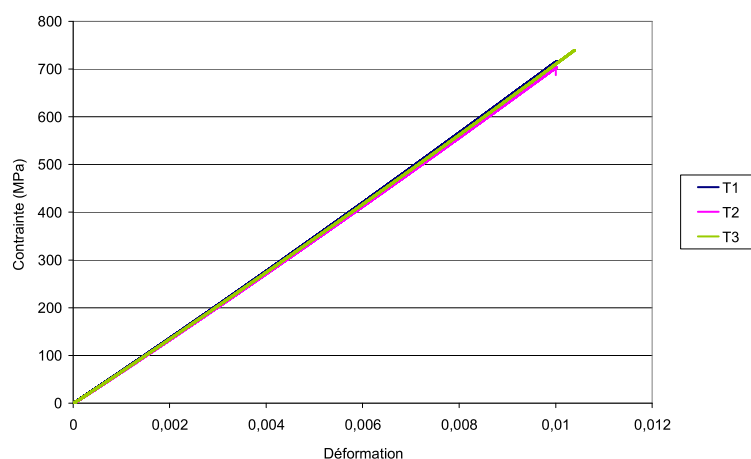


Figure 50 : Courbes de traction sur éprouvettes provenant de la voilure ATR

Eprouvette	F rupt	σ rupt	Module longitudinal expérimental	Module calculé (II.1.1.3)	σ rupt moyenne matériau neuf	Module moyen matériau neuf
T1	83640 N	733 MPa	71462 MPa	71611 MPa	851 ± 29 MPa	72130 ± 512 MPa
T2	79041 N	703 MPa	70068 MPa			
T3	82739 N	739 MPa	71055 MPa			
Moyennes	81807 ± 1000 N	725 ± 25 MPa	70862 ± 794 MPa			

Tableau 11 : Propriétés mécaniques de traction sur matériau de l'ATR – Comparaison avec le calcul et les essais sur matériau neuf

Traction trouée habitée

Les essais sur éprouvettes trouées habitées permettent de tester le matériau dans une zone de fixation. Lorsque le matériau composite est percé, les fibres sont coupées et le trou devient ainsi un point faible dans la structure. Lors de la conception, des coefficients de trou sont déterminés, notamment grâce à des paramètres matériau (E/G dans le cas de l'ATR) et permettent de prédire l'abatement de la contrainte à rupture entre une éprouvette lisse et une éprouvette trouée. Grâce aux abaques du document T147134 – ATR 72 « Résistance structurale voilure extrême – Justification des valeurs de calcul » [39], nous avons déterminé un coefficient de trou en traction de 0,52 ; c'est-à-dire qu'on devrait avoir un abatement de 48% sur la contrainte à rupture par rapport à une éprouvette de traction lisse. Cette valeur, appelée valeur critique, est donnée dans le Tableau 12 et comparée aux valeurs d'essais. On observe des valeurs supérieures à la valeur calculée. Le coefficient de trou réel moyen est ici de 0,57, ce qui montre que la valeur après service est légèrement plus élevée que celle calculée lors de la conception, et donc que le matériau a un très bon comportement mécanique en traction trouée habitée. La valeur moyenne de contrainte à rupture obtenue sur matériau neuf est ici de 400 ± 18 MPa et donc très proche des résultats obtenus sur voilure.

Eprouvette	F rupt	σ rupt	Coefficient de trou théorique	σ rupt critique trou	Coefficient de trou réel	σ rupt moyenne matériau neuf
FHT1	45089 N	403 MPa	0,52	377 MPa	0,57	400 $\pm$ 18 MPa
FHT2	45646 N	406 MPa				
FHT3	49006 N	436 MPa				
Moyennes	46580 $\pm$ 2430 N	415 $\pm$ 21 MPa				

Tableau 12 : Rupture en traction trouée habitée sur ATR - Comparasion avec le calcul et les essais sur matériau neuf

Ces essais montrent que le matériau après service semble avoir un bon comportement en traction. On retrouve des modules similaires à ceux calculés ou obtenus sur matériau neuf et des contraintes à rupture assez similaires à celles du matériau neuf malgré un écart en traction lisse. On obtient, de plus, des valeurs de coefficient de trou très proches de celles attendues grâce aux essais sur éprouvettes trouées habitées. De plus, les valeurs obtenues, de contraintes à rupture ou de modules, montrent très peu de dispersion.

III.1.4.2. Essais de compression

De même que pour la traction, des essais de compression sur éprouvettes lisses et trouées habitées sont réalisées. Elles sont menées sur des échantillons provenant de la même zone de voilure que les éprouvettes de traction et ont donc les mêmes drapages et épaisseurs. Le montage de compression utilisé pour ces essais est présenté sur la Figure 51. Il se compose d'un plateau, que l'on vient fixer sur le mors inférieur de la machine et de l'outillage de compression sur le mors supérieur. Ce dernier est composé de la fixation de l'éprouvette et de quatre colonnes montée sur cages à billes qui permettent un très bon guidage lors de la compression. Lors du test, le logiciel pilotant l'essai fait un calcul de flambage pour valider ou non l'essai selon la norme.

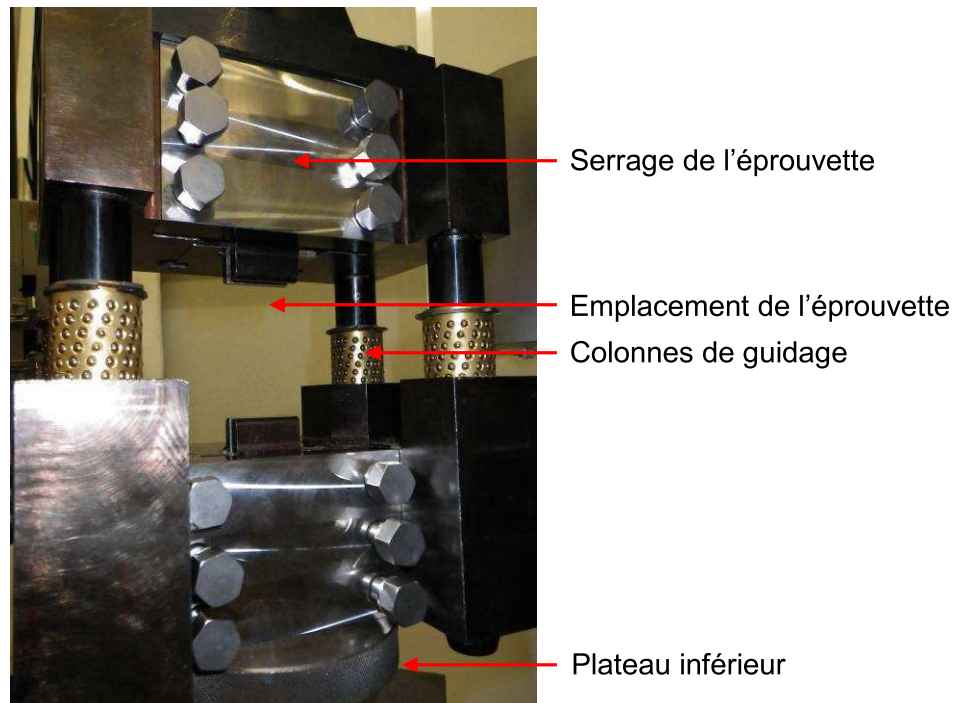


Figure 51 : Montage de compression

Compression lisse

Les essais de compression sont réalisés avec jauges de déformation longitudinales sur les deux faces. Les courbes sont présentées en Figure 52 et montrent, comme en traction, des allures linéaires. Les résultats de ces essais sont présentés dans le Tableau 13. Une des trois valeurs de contraintes à rupture (en grisé dans le Tableau 13) est en dessous des autres car l'échantillon a glissé plusieurs fois dans les mors. La valeur ne sera donc pas prise en compte dans les moyennes et les calculs de coefficients de trou ultérieurs. Comme

en traction, on relève les résultats sur matériau neuf ; on obtient des écarts de 1,4% et 5,5% respectivement pour les modules longitudinaux et contraintes à rupture.

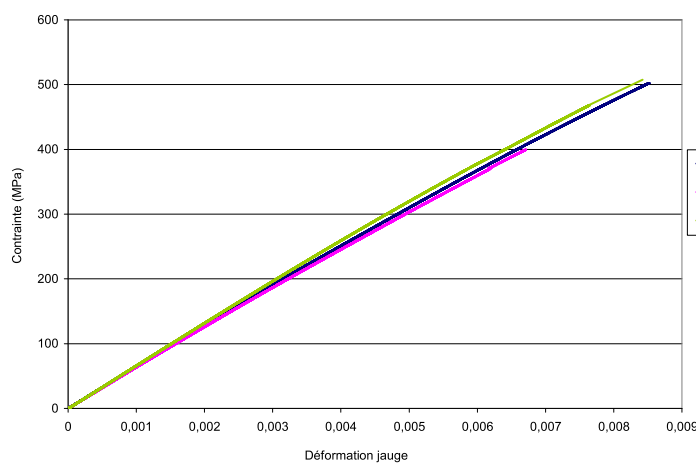


Figure 52 : Courbes de compression sur échantillons de matériau de l'ATR

Eprouvette	F rupt	σ rupt	Module de compression	σ rupt moyenne matériau neuf	Module de compression moyen matériau neuf
C1	69757 N	508 MPa	61827 MPa	$479 \pm 9 \text{ MPa}$	$59432 \pm 2060 \text{ MPa}$
C2	47702 N	399 MPa	59354 MPa		
C3	57094 N	502 MPa	59586 MPa		
Moyennes	$63425 \pm 6332 \text{ N}$	$505 \pm 3 \text{ MPa}$	$60256 \pm 1572 \text{ MPa}$		

Tableau 13 : Résultats de compression lisse sur échantillons ATR – Comparaison avec les valeurs obtenues sur matériau neuf

Compression trouée habitée

Comme pour la traction trouée habitée, des coefficients de trou sont déterminés grâce à des abaques [39] ; Dans notre cas, nous avons un coefficient de trou en compression de 0,825. Il permet de calculer une contrainte à rupture critique et de comparer les résultats d'essais à cette valeur (Tableau 14). Cependant le fait de boulonner l'éprouvette modifie le coefficient de trou en compression et augmente même la tenue à la compression ; en effet, si l'on calcule ici le coefficient de trou réel, on obtient une valeur de 1,02. Cette valeur était attendue, car en compression trouée habitée, les avionneurs retrouvent des coefficients de trou très proches de 1, voire supérieurs. Les essais sur matériau neuf donnent une valeur de

contrainte à rupture moyenne de 486 ± 15 MPa, soit une baisse d'environ 6% par rapport à la moyenne des valeurs obtenues sur voilure de 515 ± 10 MPa.

Eprouvette	F rupt	σ rupt	Coefficient de trou théorique	σ rupt crit. trou	Coefficient de trou réel	σ rupt matériau neuf
FHC 1	70283 N	510 MPa	0,825	417 MPa	1,02	486 ± 15 MPa
FHC2	71947 N	525 MPa				
FHC3	69247 N	510 MPa				
Moyennes	70492 ± 1455 N	515 ± 10 MPa				

Tableau 14 : Résultats de compression trouée habitée sur matériau de voilure ATR

Encore une fois, on retrouve des valeurs qui montrent un comportement normal du matériau après service avec des résultats très reproductibles. En comparaison avec les essais réalisés sur matériau neuf, on n'observe pas de diminution significative des valeurs des propriétés mesurées, avec des écarts compris entre 1 et 6%.

III.1.4.3. Essais de cisaillement interlaminaire

Des essais de cisaillement interlaminaire ont été réalisés pour différents taux d'humidité : état de réception, sec et réhumidifié. Dans ce paragraphe, on étudiera seulement le comportement du matériau à l'état de réception, les autres seront décrits ultérieurement. Les essais de cisaillement interlaminaire permettent de tester l'adhérence entre plis du stratifié ; ils sont effectués sur un montage de flexion 3 points rapprochés. Les éprouvettes, sur lesquelles on a laissé le revêtement, sont prélevées dans une zone de l'Extrados, comprenant 17 plis du drapage suivant : $[90;0;45;135_2;45;0_2;\overline{45}]_S$.

Après avoir tracé les courbes Charge-Déplacement, visibles en Figure 53, on peut déterminer la résistance apparente au cisaillement interlaminaire, désignée ILSS (InterLaminar Shear Strength) par la formule suivante :

$$\tau = \frac{3.F_{\max}}{4.b.h} \quad (\text{XXIII})$$

avec $F_{\max}$: Force maximale au moment de la première rupture

b : Largeur de l'éprouvette

h : Epaisseur de l'éprouvette

La couche de revêtement peut poser problème pour ces essais, puisqu'elle peut jouer un rôle en cisaillement, surtout avec la contribution du treillis métallique. Cependant, la

supprimer par polissage pourrait amener à endommager les premiers plis du stratifié composite et donc à ne pas tester le drapage souhaité. C'est pour cela que nous avons fait le choix de tester toutes les éprouvettes dans la même position : face revêtue vers le haut. Quelques essais dans l'autre position (face revêtue vers le bas) montrent que la différence sur la valeur de l'ILSS est négligeable.

On obtient alors les valeurs d'ILSS présentées dans le Tableau 15. La valeur moyenne de ces résultats est de 66,6 MPa avec un écart maximal de ± 2 MPa. Cette valeur sera à comparer aux résultats d'essais de cisaillement sur matériaux humide et sec.

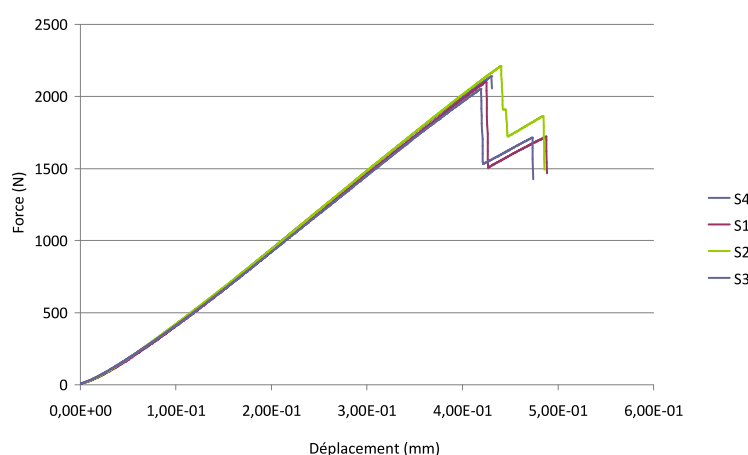


Figure 53 : Courbes Force-Déplacement en cisaillement sur éprouvettes de matériau de l'ATR à l'état de réception

Eprouvette	F rupt	ILSS
S1	2102 N	64,6 MPa
S2	2211N	68,7 MPa
S3	2054 N	64,9 MPa
S4	2141 N	68 MPa
Moyennes	2127 $\pm$ 85 N	66,6 $\pm$ 2 MPa

Tableau 15 : Résultats de cisaillement interlaminaire sur voilure ATR

Après les essais, les tranches des éprouvettes sont observées pour définir les modes de rupture. Les Figure 54 et Figure 55 montrent la rupture d'un échantillon représentatif. On y relève une rupture par cisaillement avec des fissures interplis créant des délaminages et des fissures intraplis. On observe aussi une rupture des plis inférieurs dite rupture en flexion (Figure 56), qui délamine les derniers plis et crée une fissure débouchante sur la face inférieure.

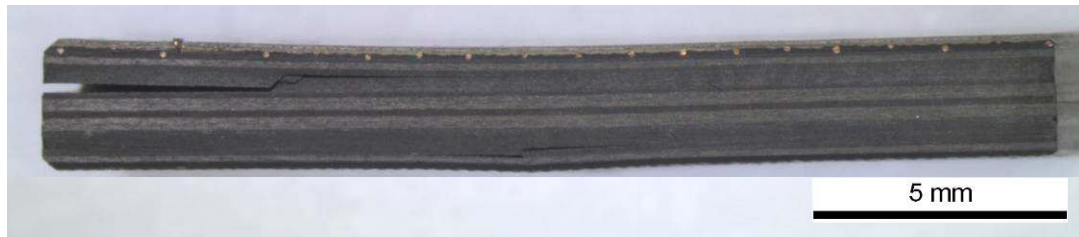


Figure 54 : Rupture d'une éprouvette de cisaillement interlaminaire ATR

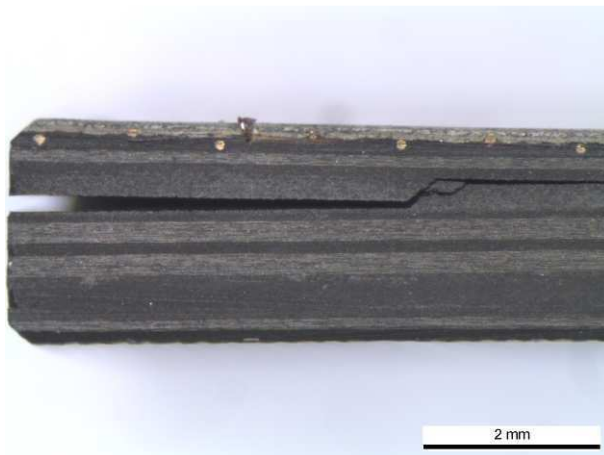


Figure 55 : Rupture en cisaillement simple inter et intra plis



Figure 56 : Rupture en flexion

Ces modes de rupture sont ceux que l'on retrouve dans la norme NF-EN 2563 [45]. Cette dernière précise que lorsqu'on observe des ruptures en flexion, comme en Figure 56, la valeur obtenue par l'équation (XXIII) n'est pas une véritable valeur de contrainte à rupture en cisaillement, mais qu'elle peut être utilisée pour des comparaisons sur un même matériau et dans des conditions identiques.

III.2. Cinétiques de sorption

III.2.1. Analyse des courbes de sorption

La reprise d'humidité des échantillons est réalisée dans une enceinte climatique de marque SECASI programmée à 70°C et 85% d'humidité relative. Tous les échantillons sont placés dans l'enceinte après séchage complet (stabilisation de la masse) ; ce sont ceux décrits dans le paragraphe III.1.2.

Pour la voilure V10F

Au départ, les échantillons V10F ont été introduits dans un environnement à 70°C et 95% HR pour diminuer le temps de reprise d'humidité, mais pour des raisons d'organisation, l'enceinte a été descendue à 85% HR pour les reprises d'humidité des échantillons ATR. Le temps total de mise en enceinte a été de 10100 heures.

On observe, sur la Figure 57, que chaque zone, ayant une épaisseur différente, suit une cinétique différente mais que deux échantillons d'une même zone (couleur identique) suivent la même reprise d'humidité. Malgré leurs épaisseurs différentes, tous les échantillons saturent au même taux d'humidité : autour de 2% à 95% HR et autour de 1,85% à 85% HR. Le temps pour obtenir la saturation de l'échantillon de forte épaisseur est beaucoup plus long et il n'est pas encore saturé, au moment de la rédaction de ce manuscrit.

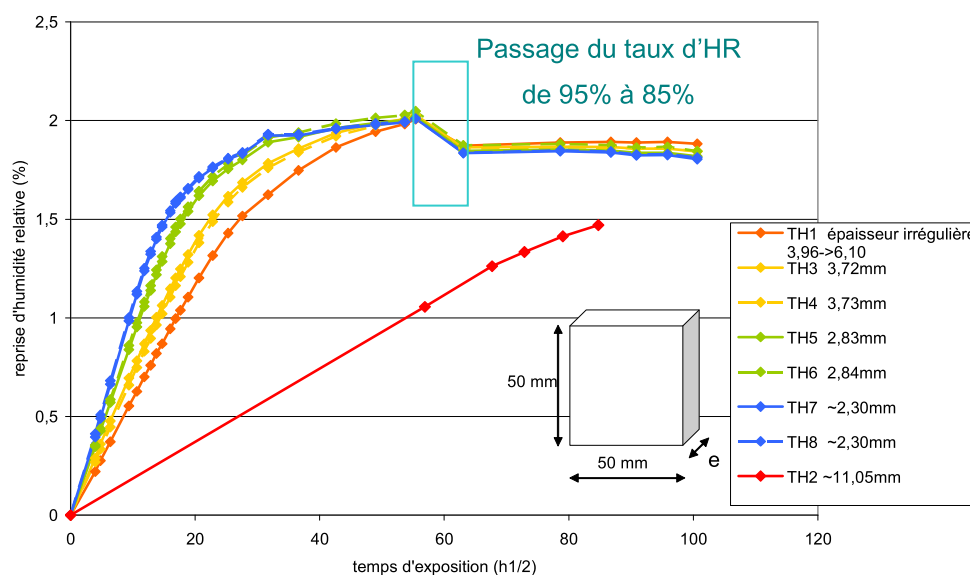


Figure 57 : Courbes de sorption des échantillons provenant de la V10F

Comme on a pu le voir dans le cas de la désorption d'eau (III.1.2), on peut normaliser les courbes en divisant l'abscisse par l'épaisseur pour s'affranchir des différences d'épaisseurs entre échantillons. De plus, on a montré que le drapage n'avait pas d'effet sur la diffusion de l'eau au sein du stratifié (Figure 41 au III.1.2). Ces courbes normalisées sont donc présentées en Figure 58. On observe alors que les courbes ont une pente à l'origine très voisine, dépendante seulement de la nature du matériau. Seuls deux échantillons se distinguent par des pentes différentes :

- Celle désignée TH1, qui a une épaisseur non constante, et dont l'écart de pente est seulement dû à une valeur moyennée de l'épaisseur,
- L'éprouvette TH2, éprouvette de forte épaisseur (11 mm), qui a une pente plus faible que les autres échantillons.

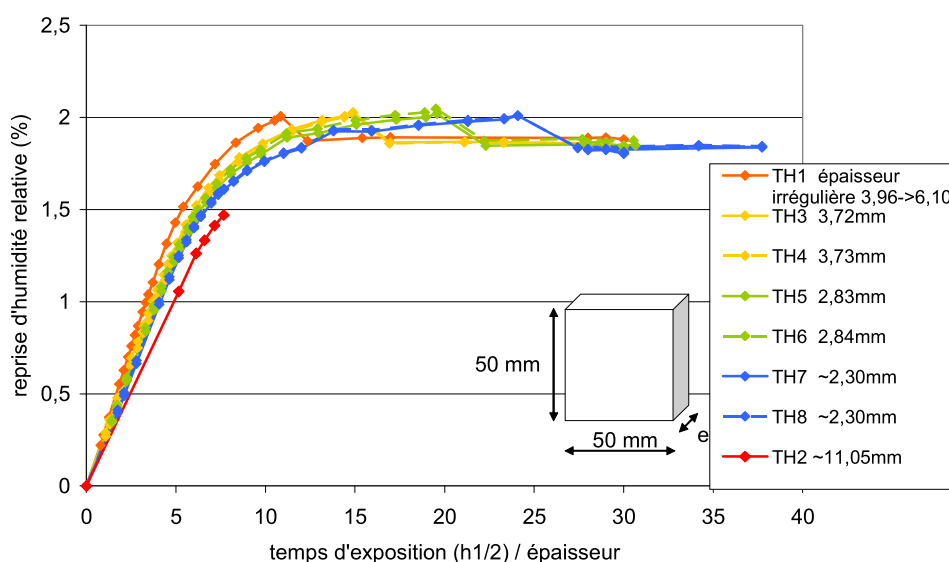


Figure 58 : Sorption d'eau dans les échantillons V10F en fonction de la racine carrée du temps divisée par l'épaisseur

On voit donc, dans ce paragraphe, que les effets de l'épaisseur des échantillons sur la diffusion de l'eau peuvent être « effacés » par une normalisation, mais ceci pour des épaisseurs faibles par rapport aux dimensions dans le plan des échantillons. En effet, dans notre cas, lorsqu'on s'approche d'un rapport épaisseur / largeur de 1/5 (cas de TH2), la pente, et donc le coefficient de diffusion s'écarte de la valeur commune des échantillons « minces ». Dans le cas des éprouvettes « épaisses » (comme TH2), l'anisotropie de la diffusion devrait être prise en compte, comme vu au I.3.2.2 [31].

Dans le cas de l'ATR, les éprouvettes « Extrados » et « Intrados » sont étudiées ainsi que l'influence du revêtement. On utilise les mêmes échantillons que ceux suivis en désorption au chapitre III.1.2.

Les courbes de reprise d'humidité confirment l'hypothèse d'absorption d'eau par le revêtement exprimée dans le chapitre III.1.2. En effet, on observe sur la Figure 59 que dans une même zone de voilure (couleur identique), l'éprouvette revêtue (en pointillés) reprend plus vite l'humidité. Cependant la différence entre éprouvettes revêtue et non revêtue diminue lors de la stabilisation jusqu'à voir apparaître le résultat inverse, c'est-à-dire que le taux d'humidité de l'éprouvette revêtue devient inférieur à celui de l'éprouvette nue. La saturation n'est pas définie clairement pour ces échantillons issus de la voilure ATR.

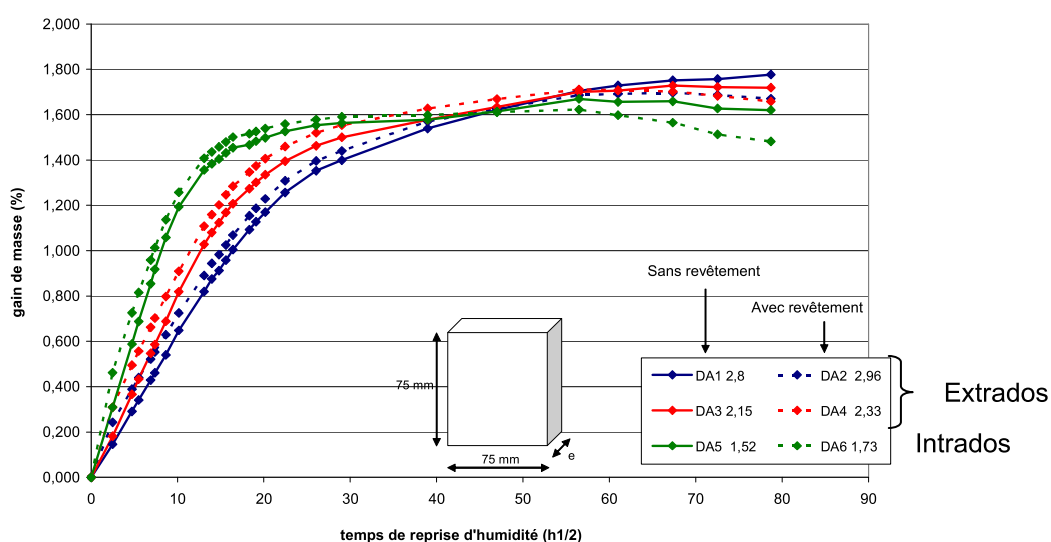


Figure 59 : Courbes de sorption des éprouvettes prélevées dans la voilure de l'ATR 72

Lorsqu'on trace les prises de masse en fonction de $t^{1/2}/e$ comme précédemment pour s'affranchir des effets de l'épaisseur, on obtient, dans la première phase de diffusion, les courbes de la Figure 60. On observe, comme pour la désorption, deux groupes de courbes, l'un correspondant à la sorption des éprouvettes revêtues et l'autre à celle des échantillons sans revêtement. En effet, dans ces premiers instants de la sorption, la quantité d'eau contenue dans les éprouvettes revêtues est plus importante que celle des éprouvettes sans revêtement. De plus, on relève une vitesse initiale de diffusion de l'eau plus grande pour ces échantillons revêtus, mais ensuite les pentes des courbes redeviennent parallèles entre matériaux sans et avec revêtement. De plus, dans chacun des groupes, les échantillons provenant de l'extrados (rouge et bleu) semblent avoir la même cinétique de sorption mais celui provenant de l'intrados (vert) s'en écarte légèrement.

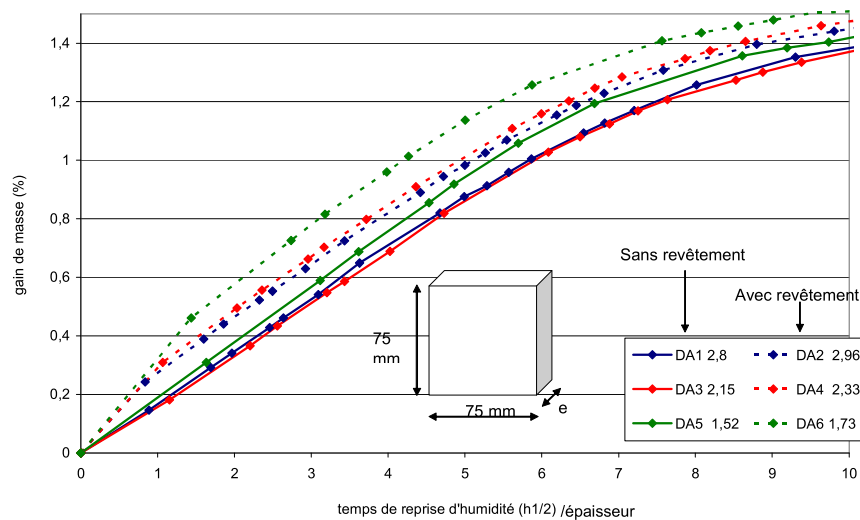


Figure 60 : Sorption des éprouvettes ATR après normalisation par l'épaisseur

Dans les premiers temps de l'absorption d'humidité, le revêtement superficiel semble jouer un rôle de « tampon », ce qui retarde la diffusion de l'eau dans le stratifié composite « protégé » par le revêtement. Nous allons voir plus précisément, dans le paragraphe III.2.2 suivant, le comportement de ces revêtements face à l'humidité.

III.2.2. Comportement du revêtement face à l'humidité

Grâce à une simple différence des masses d'eau contenues dans les échantillons revêtus et non revêtus à chaque instant, nous avons pu isoler la reprise en masse du revêtement.

Le graphique en Figure 61 montre les courbes de sorption des revêtements obtenues pour les trois zones de voilure ATR. On aperçoit plusieurs paliers de diffusion dus probablement à la prise en eau des différentes couches de revêtement, présentés en Figure 31 et Figure 32 au paragraphe II.2. De plus, on relève une perte de masse après environ 1600 heures en environnement humide qui pourrait être due à une hydrolyse d'un ou plusieurs constituants du revêtement.

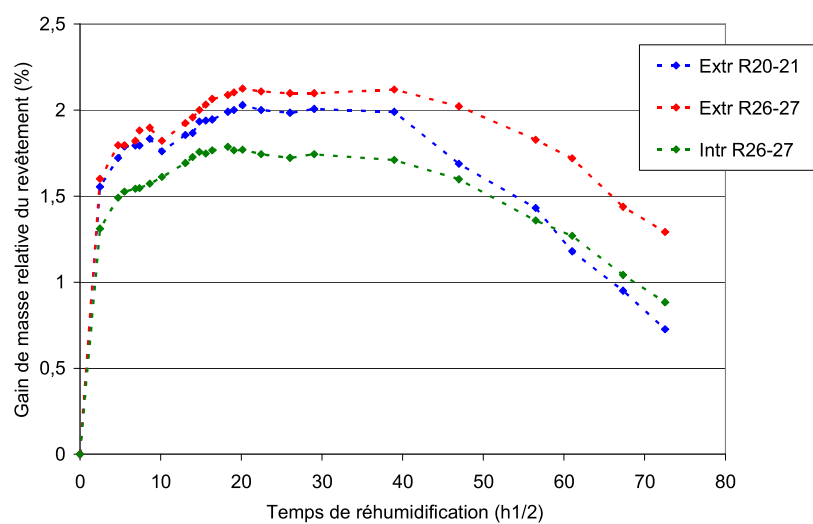


Figure 61 : Courbes de sorption des revêtements ATR

III.3. Conséquences de l'humidité sur les propriétés physiques et mécaniques du matériau de voilure

III.3.1. Impact de la sorption/désorption sur le comportement viscoélastique (DMA)

Plusieurs niveaux d'humidité sont testés. Après avoir fait des essais DMA sur le matériau à réception, des éprouvettes ont été séchées jusqu'à stabilisation de la masse. Par la suite, des éprouvettes ont été mises en enceinte climatique pour les faire reprendre en eau jusqu'à atteindre le taux d'humidité du matériau à réception, déterminé lors de la désorption. Ainsi, on peut étudier le phénomène de plastification, censé être réversible. En effet, une certaine quantité d'eau désorbée va faire augmenter la température de transition vitreuse ; alors en laissant pénétrer la même quantité d'eau perdue lors de la désorption, on devrait revenir à la température de transition vitreuse initiale. Enfin, des essais sur matériau saturé en eau ont été réalisés pour déterminer la valeur la plus basse de T_g . Pour faciliter la lisibilité, la totalité des courbes DMA ont été placées en Annexe 2 de façon à pouvoir comparer les différents états de chacun des panneaux de voilure. Dans le texte, une illustration de ces courbes, pour chaque voilure et chaque état, est présentée pour montrer l'allure des courbes.

III.3.1.1. Etat sec – référence

La T_g du matériau sec donne un état de référence.

Les Figure 62, Figure 63 et Figure 64 présentent les courbes DMA obtenues sur les 3 panneaux de voilure étudiés. On rappelle que, sur ces courbes, sont tracés les modules de perte E'' (en bleu) et de conservation E' (en vert) ainsi que la tangente δ (en rouge). On relève sur la courbe de l'extrados de l'ATR, en Figure 63, un élargissement des pics de E'' et de $\tan \delta$. De plus, en Figure 64, on observe, pour le panneau intrados de l'ATR, que les pics de $T_{g \text{ loss}}$ et $T_{g \text{ tan}\delta}$ sont mal définis, avec peut-être un pic « caché » aux alentours de 160°C, repéré par un cercle sur le graphique. Il ne peut plus s'agir ici d'un effet de l'eau, comme on avait pu l'observer au paragraphe III.1.3.2, à l'état de réception, puisque ici, les échantillons ont été totalement séchés. Il n'est d'ailleurs pas semblable à celui observé à l'état de réception et n'est plus visible sur l'intrados de la V10F.

Comparativement à l'état à réception, l'amplitude du pic de la transition β a beaucoup diminué et sa valeur de température T_β a augmenté ; ces valeurs sont comprises entre -35 et -50°C selon le panneau considéré, donc plus dispersées que dans l'état de réception pour lequel on avait obtenu une valeur de -66°C. Ces observations sont en accord avec les travaux énoncés dans la thèse de Defois [48] : en effet, plusieurs auteurs montrent que l'addition de molécules d'eau dans des systèmes DGEBA-DDA et TGMDA-DDS entraîne l'augmentation de l'intensité de la relaxation β , ainsi qu'un décalage vers les basses températures. Ce comportement est attribué à une plastification de la transition par les molécules d'eau.

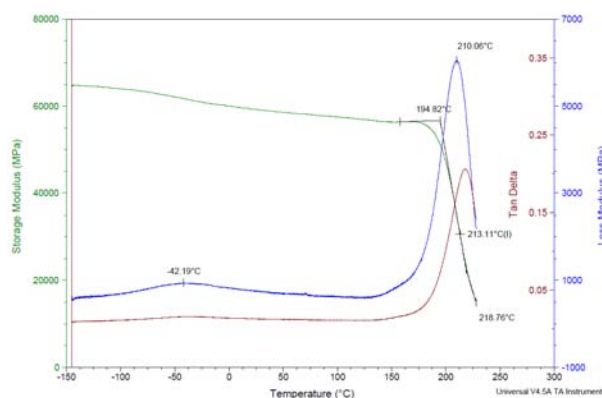


Figure 62 : Courbes DMA sur échantillon V10F sec

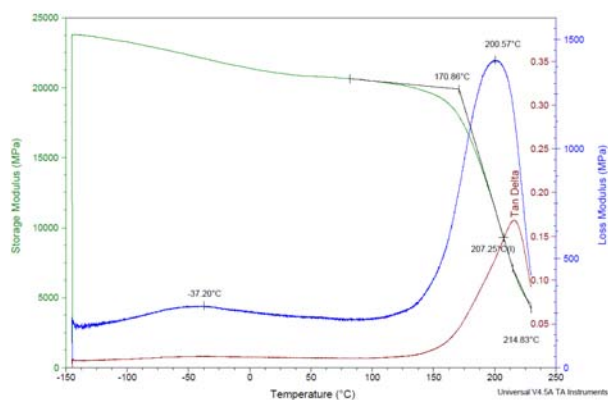


Figure 63 : Courbes DMA sur échantillon ATR Extrados sec

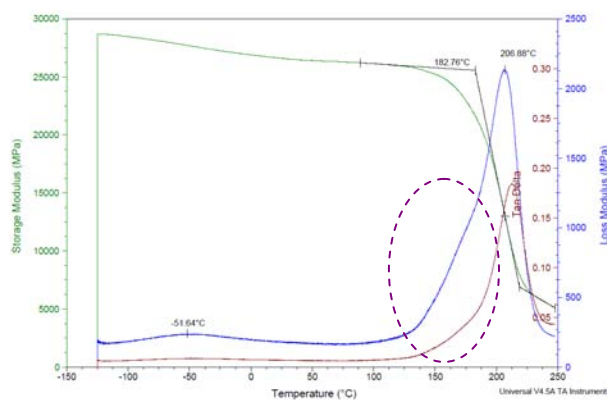


Figure 64 : Courbes DMA sur échantillon ATR Intrados sec

Comme pour l'état à réception, on relève les trois températures de transition vitreuse caractéristiques de la DMA : $T_{g \text{ onset}}$, $T_{g \text{ loss}}$ et $T_{g \text{ tan } \delta}$. Ces valeurs sont reportées dans Tableau 16.

	$T_{g \text{ onset}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ loss}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ tan } \delta} (^{\circ}\text{C})$
V10F	194,8	210,1	217,9
ATR Extrados	$170,6 \pm 0,4$	$201,0 \pm 0,5$	$214,9 \pm 1,0$
ATR Intrados	$184,6 \pm 1,9$	$208,6 \pm 1,8$	$214,3 \pm 1,7$

Tableau 16 : Valeurs des T_g sur les différents panneaux de voilure étudiés dans l'état sec (un seul essai est réalisé pour la V10F)

Dans l'état sec, on prend comme hypothèse que le taux d'humidité est très proche de zéro. Ainsi, les matériaux composites de même nature, quelle que soit leur provenance et aux différences de cycles de polymérisation près, devraient avoir une T_g très proche. Si l'on observe les différentes valeurs du Tableau 16, on s'aperçoit que la différence la plus faible entre les valeurs de T_g des différents panneaux se retrouve pour $T_{g \text{ tan } \delta}$. De plus, en toute logique, les deux panneaux ATR, ayant été fabriqués dans une même période, ont subi un cycle de cuisson identique, on a alors la même T_g . La différence de T_g sur la V10F peut donc être due à une cuisson différente réalisée lors de la conception nouvelle des voilures composites. Comme on l'avait vu à l'état de réception, à l'état sec, la $T_{g \text{ tan } \delta}$ semble donc dépendre moins des épaisseurs et des drapages des échantillons testés.

Comparativement à l'état de réception pour lequel la $T_{g \text{ tan } \delta}$ moyenne était de $174 \pm 3^{\circ}\text{C}$, à l'état sec, on relève une augmentation de plus de 40°C ($T_{g \text{ tan } \delta \text{ moyenne}} = 216 \pm 2^{\circ}\text{C}$).

III.3.1.2. Après désorption et sorption jusqu'à saturation

Les essais de sorption jusqu'à saturation nous permettent de remonter à la valeur de T_g la plus faible possible et de vérifier que cette valeur répond bien aux exigences des normes aéronautiques. En effet cette valeur de T_g devra être, en y ajoutant un facteur de sécurité, la température maximale d'utilisation.

Les courbes présentées sur les Figure 65, Figure 66 et Figure 67 présentent respectivement les résultats d'essais DMA obtenus sur les matériaux des voilures V10F, ATR extrados et ATR intrados. Les Figure 66 et Figure 67 montrent des allures très similaires pour les panneaux intrados et extrados de la voilure ATR. Les « sous-pic » de courbe observés précédemment lors des essais à réception sur échantillons des intrados V10F et ATR, semblent avoir disparu, mais il est aussi possible qu'ils soient cachés sous le pic de T_g , qui s'approche de 100°C .

La T_g a diminué par rapport à celle obtenue à réception mais pas dans les mêmes proportions sur la V10F et les panneaux ATR. En effet, elle a diminué d'environ 3°C pour la V10F et d'environ 12°C pour l'intrados et l'extrados de voilure ATR. L'évolution reste cohérente avec celle énoncée précédemment au paragraphe III.3.1.1.

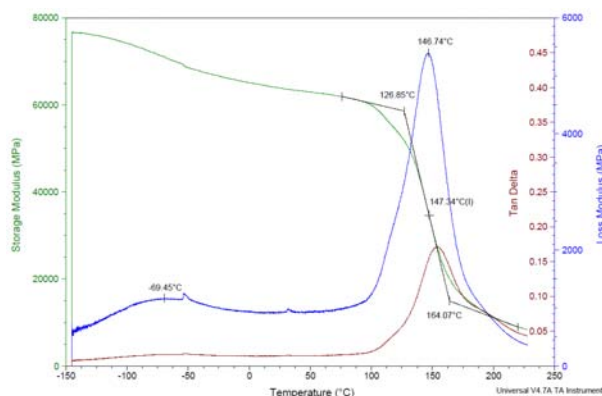


Figure 65 : Courbes DMA sur échantillon V10F séché puis réhumidifié jusqu'à saturation

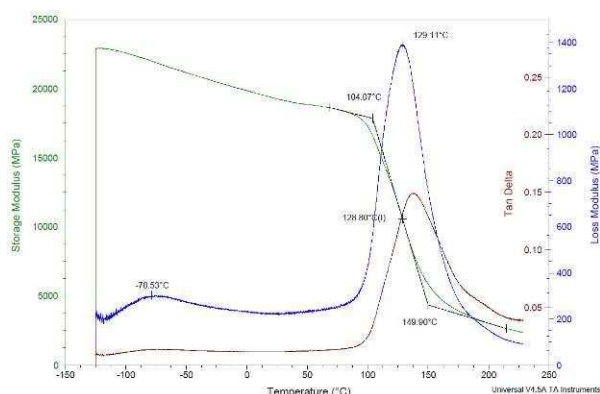


Figure 66 : Courbes DMA sur échantillon ATR Extrados séché et réhumidifié jusqu'à saturation

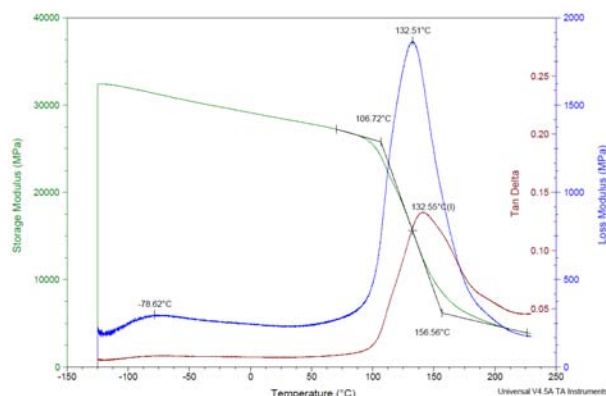


Figure 67 : Courbes DMA sur échantillon ATR Intrados séché et réhumidifié jusqu'à saturation

Les différentes valeurs de T_g sont présentées dans le Tableau 17.

	$T_{g \text{ onset}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ loss}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ tan } \delta} (^{\circ}\text{C})$	Taux d'humidité relative (%)	Epaisseur de la zone (mm)
V10F	126,9	146,7	154,1	1,93	4,18
ATR Extrados	103,8 ± 0,3	129,4 ± 0,3	138,4 ± 0,9	2,12	2,15
ATR Intrados	106,3 ± 0,5	132,1 ± 0,5	140,2 ± 1,0	1,95	1,53

Tableau 17 : Valeurs de T_g des différents panneaux de voilure à l'état humide saturé (un seul essai sur V10F)

Par rapport à l'état sec, on observe, lors de la reprise en eau des échantillons, une forte chute de la T_g qui peut atteindre entre 63 et 78°C selon le panneau et la T_g observée, passant, par exemple, pour les échantillons ATR, d'une $T_{g \tan \delta}$ de 215°C à 139°C. On voit, par ailleurs dans le Tableau 17, que la T_g de la V10F à l'état saturé en eau est bien plus élevée que celle des panneaux ATR. Ceci est probablement dû à la forte épaisseur de la zone V10F testée, en effet il est probable que, malgré la stabilisation de la masse, il existe encore un gradient d'humidité au sein du stratifié.

Par contre, quelle que soit la T_g considérée (onset, loss ou $\tan \delta$), l'évolution de sa valeur en fonction de l'humidité est telle qu'attendue. En effet, on a pu voir dans la bibliographie que plus le taux d'humidité était élevé, plus la température de transition vitreuse était abaissée. Or on retrouve bien, ici, la T_g la plus basse pour le panneau extrados de la voilure ATR, qui possède le taux d'humidité le plus élevé. De même, la T_g la plus élevée est atteinte par la V10F qui contient moins d'eau lors de l'essai.

III.3.1.3. Après désorption et sorption de la quantité d'eau contenue à réception

Dans cet état, on essaie de retrouver l'effet réversible de la plastification par l'eau. Pour cela, des éprouvettes, préalablement séchées, ont été placées en reprise hydrique dans une enceinte climatique à 70°C et 85%HR. On a retiré les échantillons lorsque le taux d'humidité était voisin de celui des échantillons à réception.

On présente l'allure des courbes obtenues pour les trois panneaux de voilure étudiés sur les Figure 68, Figure 69 et Figure 70. Sur les courbes DMA illustrées par les Figure 68 et Figure 70 correspondant aux panneaux V10F et ATR intrados, on retrouve un « sous-pic » au pied du pic de $T_{g \text{ loss}}$ et $T_{g \tan \delta}$, comme ceux que l'on avait observés à l'état de réception et qui pourrait correspondre à une réaction de l'eau à 100°C. Pour l'extrados de l'ATR, en Figure 69, cet effet n'est pas visible.

La température de transition β est revenue à la valeur relevée sur le matériau de réception, à 5°C près. On retrouve donc une réversibilité de la sorption/désorption, et donc du phénomène de plastification, sur la valeur de T_β .

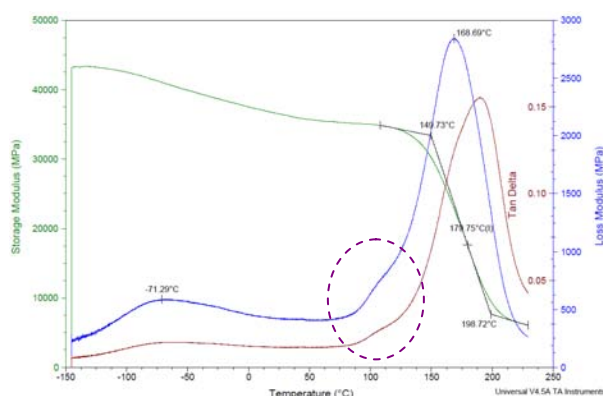


Figure 68 : Courbes DMA sur échantillon V10F séché puis réhumidifié jusqu'au taux AR

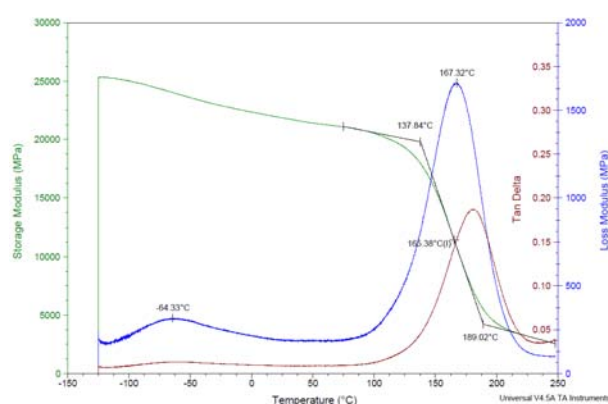


Figure 69 : Courbes DMA sur échantillon ATR Extrados séché et réhumidifié jusqu'au taux AR

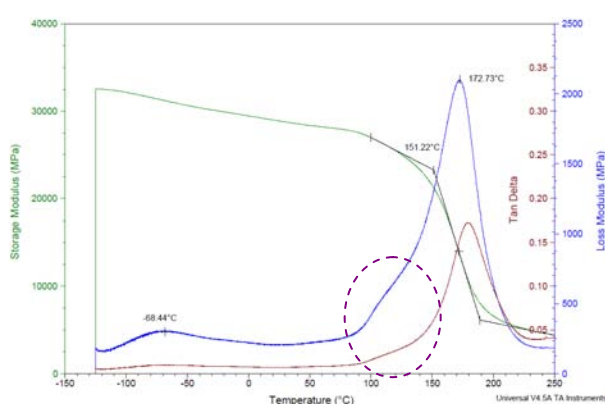


Figure 70 : Courbes DMA sur échantillon ATR Intrados séché et réhumidifié jusqu'au taux AR

Dans le Tableau 18, sont comparées les valeurs de T_g obtenues dans l'état de désorption puis sorption de la quantité d'eau contenue à réception, à celles de l'état à réception. Le taux d'humidité global est quasiment identique entre ces deux états. La Figure 68 permet de visualiser l'évolution de la $T_{g \tan \delta}$ en fonction du taux d'humidité pour les deux états comparés. Les points correspondent à l'état de réception et les étoiles à l'état après désorption et sorption jusqu'à atteindre le taux d'humidité de l'état de réception. A l'état de réception, les valeurs de $T_{g \tan \delta}$ suivent a priori la bonne évolution. Toutefois, dans l'autre état, on ne retrouve pas des valeurs de $T_{g \tan \delta}$ similaires à l'état de réception et elles ne sont pas cohérentes par rapport à l'évolution attendue. D'une part, l'épaisseur des échantillons, notamment celle du matériau de voilure V10F, peut être l'une des causes de cette incohérence. De plus, il faut bien garder en tête que les deux états (de réception et après séchage et retour au taux d'humidité de l'état initial) ne sont pas semblables ; en effet, les gradients d'humidité dans les deux cas sont probablement très différents puisqu'ils sont directement dépendants de « l'historique de vieillissement » subi par le matériau (température, taux d'humidité ambiant, etc...) et sont en constante évolution. Dans le cas

des échantillons séchés puis réhumidifiés, on maîtrise l'environnement, en pilotant la température et l'humidité et on peut donc modéliser la diffusion par les lois que l'on verra au paragraphe IV.1. Cependant, à l'état de réception, les panneaux de voilure ont un historique beaucoup plus complexe. En effet, après leur vie en vol puis le démantèlement, les pièces ont été stockées dans des conditions qui ne nous sont pas connues, et il nous est donc impossible de remonter au probable gradient d'humidité de ces échantillons.

	$T_{g \text{ onset}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ loss}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ tan } \delta} (^{\circ}\text{C})$	Taux d'humidité relative (%)	Epaisseur de la zone (mm)
V10F	149,7	168,7	189,3	1,15	4,18
ATR Extradados	$139,5 \pm 1,7$	$167,3 \pm 0,0$	$180,3 \pm 0,4$	0,89	2,15
ATR Intrados	$151,8 \pm 0,7$	$173,7 \pm 1,0$	$180,8 \pm 1,6$	1,11	1,53

<u>A RECEPTION</u>	$T_{g \text{ onset}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ loss}} (^{\circ}\text{C})$	$T_{g \text{ tan } \delta} (^{\circ}\text{C})$	Taux humidité relative (%HR)	Epaisseur de la zone (mm)
V10F	$145,4 \pm 5,8$	$164,6 \pm 4,4$	$171,8 \pm 4,7$	1,12	4,18
ATR Extradados	$139,0 \pm 1,2$	$164,6 \pm 1,1$	$177,2 \pm 1,1$	0,88	2,15
ATR Intrados	$142,3 \pm 0,2$	$165,2 \pm 0,2$	$172,7 \pm 0,2$	0,96	1,53

Tableau 18 : Valeurs de T_g des différents panneaux de voilure après séchage et reprise hydrique jusqu'au taux d'humidité de l'état de réception / Confrontation avec les valeurs à réception

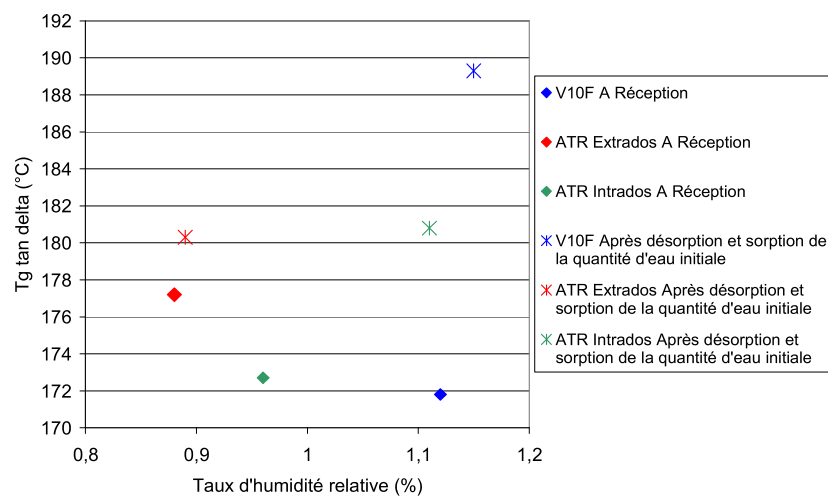


Figure 71 : Evolution de la $T_{g \text{ tan } \delta}$ en fonction du taux d'humidité à l'état de réception et l'état après désorption et sorption de la quantité d'eau initiale

III.3.2. Effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques – essais de cisaillement interlaminaire

Trois états d'humidité différents ont été testés en cisaillement :

- l'état de réception, présenté au paragraphe III.1.4.3, dans lequel le matériau a un taux d'humidité relative de 0,97% (déterminé par des essais de séchage),
- un état sec
- un état humide intermédiaire avec 0,50% d'humidité.

Ces essais permettent de mettre en évidence l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques du matériau par l'intermédiaire de l'évolution de la valeur de la résistance apparente au cisaillement interlaminaire (ILSS). Au vu de l'étude bibliographique faite au paragraphe I.2.3, on s'attend à ce que les propriétés mécaniques diminuent lorsque le taux d'humidité augmente. Tous les résultats d'essais sont compilés dans le Tableau 19.

Après séchage, on obtient les résultats d'ILSS présentés dans le Tableau 19. La moyenne est de $64,1 \pm 5$ MPa, valeur très proche de celle à réception ($66,6 \pm 2$ MPa). Il semblerait donc que le taux d'humidité relative de 0,97% présent dans le stratifié à réception ne crée pas d'abattement de la résistance au cisaillement.

Des éprouvettes sont ensuite testées après avoir subi une reprise hydrique jusqu'à atteindre 0,50% d'humidité. Les résultats d'essais sont présentés dans le Tableau 19, la moyenne de l'ILSS est alors de $58,1 \pm 3$ MPa.

Eprouvette	Etat sec		Etat à 0,50%HR		Etat à réception – 0,97%HR	
	F rupt	ILSS	F rupt	ILSS	F rupt	ILSS
1	2134 N	66,3 MPa	1898 N	59,2 MPa	2102 N	64,6 MPa
2	1885 N	59,3 MPa	1746 N	55,3 MPa	2211N	68,7 MPa
3	1965 N	63,4 MPa	1756 N	56,6 MPa	2054 N	64,9 MPa
4	2115 N	67,5 MPa	1902 N	61,4 MPa	2141 N	68 MPa
Moyennes	2025 ± 140 N	$64,1 \pm 5$ MPa	1825 ± 80 N	$58,1 \pm 3$ MPa	2127 ± 85 N	$66,6 \pm 2$ MPa

Tableau 19 : Résultats de cisaillement pour différents états d'humidité sur éprouvettes prélevées sur la voilure de l'ATR

Les essais de cisaillement interlaminaire ont donc été réalisés sur des éprouvettes ayant trois taux d'humidité différents. Les résultats sont compilés sur la Figure 72. On observe un léger abattement à 0,50% d'humidité ; toutefois, les différentes barres d'erreur se recoupent, on est donc dans l'incertitude de mesure. La conclusion de ces essais est que la variation

d'humidité, dans cette gamme de valeurs, ne semble pas impacter la tenue au cisaillement interlaminaire du composite.

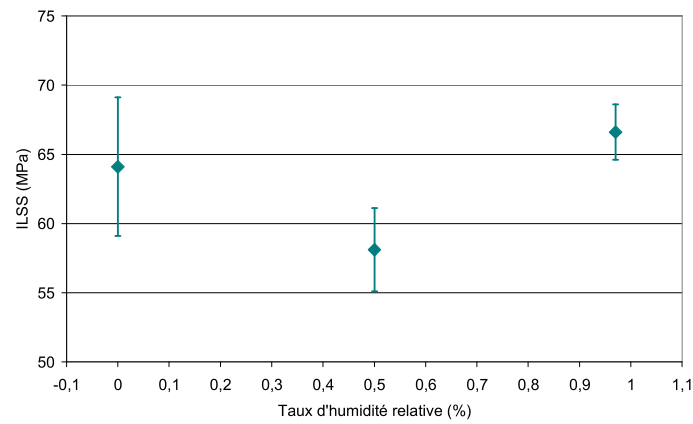


Figure 72 : Compilation des résultats d'essais de cisaillement interlaminaire en fonction du taux d'humidité

CHAPITRE IV

Discussion et Conclusions

Dans ce dernier chapitre de la partie A, nous discuterons les résultats obtenus expérimentalement sur les panneaux composites T300/914 de voilure après service. Dans un premier temps, nous verrons différents modèles de diffusion applicables à ce matériau et conclurons sur la validité de chacun. Ensuite, nous mettrons en place une loi de Gordon-Taylor qui traduit l'évolution de la température de transition vitreuse en fonction du taux d'humidité. Cette loi nous permettra de discuter sur le vieillissement des voilures après sorption et désorption d'eau. Elle mettra de plus en avant le phénomène réversible de plastification par l'eau qui n'est pas totalement visible sur tous les panneaux de voilure. Grâce à cette loi empirique, nous mettrons en évidence qu'un gradient non négligeable de température de transition vitreuse se crée au sein du stratifié. Enfin, nous conclurons sur cette étude.

IV.1. Lois de diffusion

Plusieurs lois de diffusion peuvent être mises en place pour décrire le comportement des matériaux composites. Différents modèles cités dans le paragraphe bibliographique I.3 ont été testés et sont présentés dans cette partie. Les différents modèles vont être identifiés à partir de la courbe de sorption de l'échantillon ATR DA5 de 1,52 mm d'épaisseur provenant de l'intrados de la voilure ATR, puis le modèle le plus adapté sera validé sur les différents échantillons étudiés. Pour chacune des lois de diffusion, on a minimisé l'écart entre points théoriques et points expérimentaux grâce au *Solveur* d'EXCEL : nous avons obtenu les valeurs de masse à saturation et des paramètres du modèle étudié par la méthode des moindres carrés (minimisant la somme quadratique des déviations des mesures par rapport aux valeurs du modèle).

IV.1.1. Modèle de Fick

Le premier modèle testé est celui de Fick [24], c'est le plus courant et celui encore utilisé lors de la conception des pièces composites. On observe, sur la courbe Figure 73, que la première partie linéaire est en bon accord avec les points expérimentaux, mais que la saturation est plus rapidement atteinte par le modèle qu'en réalité. L'optimisation par le *Solveur* nous donne une valeur de masse à saturation de 1,57%. Le coefficient de diffusion est alors de $2,8.10^{-3} \text{ mm}^2/\text{h}$. Il est calculé d'après l'équation (VIII) du chapitre I.3.1. :

$$D = \frac{p^2 \cdot \pi \cdot 4l^2}{16M_{\infty}^2} \quad (\text{VIII})$$

avec p : la pente de la première partie linéaire

$2l$: l'épaisseur du stratifié

M_{∞} : la quantité d'eau à saturation

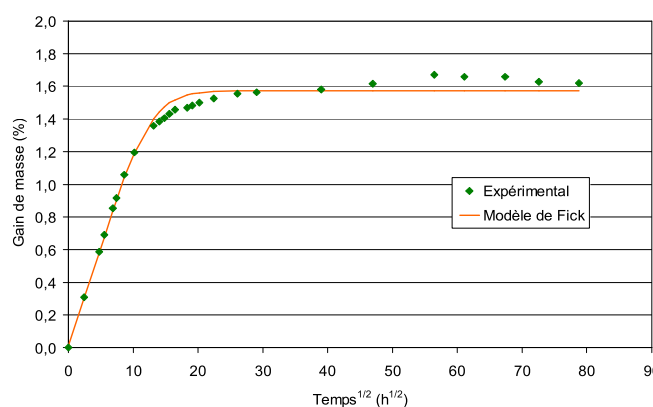


Figure 73 : Comparaison d'une courbe de sorption avec la loi de Fick

IV.1.2. Modèle de Langmuir

Un deuxième modèle est alors appliqué : celui de Langmuir développé par Carter et Kibler [28], et mettant en jeu deux états de l'eau diffusée (libre et liée). Le résultat est montré en Figure 74. Dans ce cas, on voit que l'allure de la courbe est beaucoup mieux suivie, mais la pente de la partie linéaire n'est plus tout à fait la même ; il faudrait alors modifier le coefficient de diffusion pour mieux ajuster ce modèle à l'expérimental. Par contre la partie « saturation » est mieux traduite, le palier arrivant plus tardivement et moins abruptement que dans le modèle fickien. Ici, la valeur de la masse à saturation est de 1,62% et le coefficient de diffusion vaut $2,6 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2/\text{h}$. Les valeurs des probabilités β et γ , définies au paragraphe I.3.2.1 et utilisées dans l'équation (XII), sont optimisées grâce au *Solveur* d'EXCEL.

$$M_t \approx M_\infty \left\{ \left(\frac{\beta}{\gamma + \beta} \right) e^{-\gamma t} \cdot y(t) + \left(\frac{\beta}{\gamma + \beta} \right) (e^{-\beta t} - e^{-\gamma t}) + (1 - e^{-\beta t}) \right\} \quad (\text{XII})$$

$$y(t) = \left\{ 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1)^{-2} \cdot e^{-(2n+1)^2 \kappa t} \right\} \quad \text{et} \quad \kappa = \frac{\pi^2 D_\gamma}{(2l)^2}$$

On obtient alors pour cet échantillon : $\beta = 7,31 \cdot 10^{-4}$ et $\gamma = 4,47 \cdot 10^{-5}$.

Il est très difficile de retrouver des valeurs comparatives de ces coefficients dans la littérature puisqu'ils dépendent de nombreux paramètres.

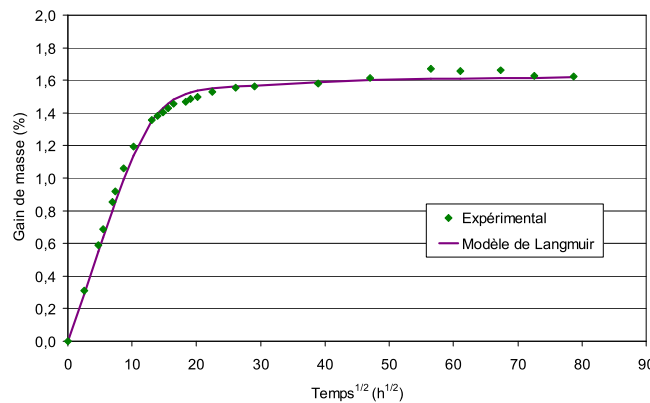


Figure 74 : Comparaison d'une courbe de sorption avec le modèle de Carter et Kibler (Langmuir)

IV.1.3. Modèle simplifié de Tsotsis et Weitsman

IV.1.3.1. Description et application du modèle

Enfin, un modèle simplifié et purement graphique du modèle de Weitsman est mis en place [49]. Il permet d'évaluer la masse à saturation en fonction du temps comme expliqué en paragraphe I.3.2.2. Deux coefficients c_0 et $c_{\text{éq}}$ sont à déterminer sur la courbe de sorption comme montré en Figure 75. Le c_0 est définie par l'intersection des tangentes tracée sur la Figure 75 et traduit la « concentration de surface initiale » tandis que $c_{\text{éq}}$ est équivalent à la saturation appelé « niveau d'humidité à l'équilibre ». Un autre coefficient β est introduit et traduit l'inverse du temps de relaxation. Ainsi la concentration de surface c_s peut être calculée par la formule suivante (Long et Richman [50]):

$$c_s = c_0 + (c_{\text{éq}} - c_0)(1 - e^{-\beta t}) \quad (\text{XXVI})$$

Ensuite une formule permet d'adapter le coefficient de diffusion :

$$D_m = D_{\text{Fick}} \cdot (c_{\text{éq}} / c_0)^2 \quad (\text{XXVII})$$

En réinjectant ces paramètres dans la loi de Fick de la manière suivante, on obtient la loi de Fick modifiée de Tsotsis et Weitsman [49] :

$$M_t = c_s \left\{ 1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{(2n+1)^2 \pi^2} \exp \left(-D_m \frac{(2n+1)^2}{4l^2} \pi^2 t \right) \right\} \quad (\text{XXVIII})$$

Le résultat appliqué à notre étude est montré en Figure 76. Cette loi représente bien la prise en eau du matériau composite T300/914. Tous les stades de la sorption sont bien suivis. On a alors une masse à saturation, traduite par une valeur de c_s pour un temps infini, de 1,64% et un coefficient de diffusion modifié D_m de $3,2 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2/\text{h}$. La valeur du coefficient β obtenue est alors de $9,35 \cdot 10^{-4} / \text{h}$.

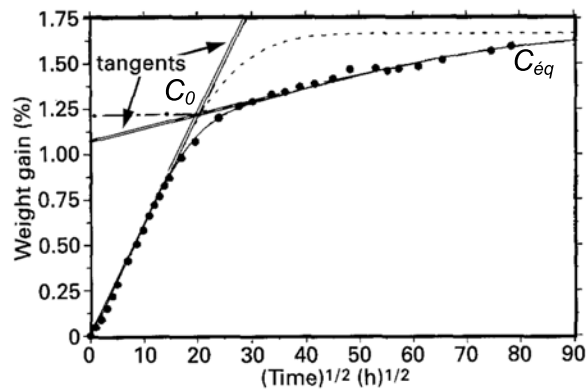


Figure 75 : Comparaison des modèles de diffusion de Fick (- -) et de la loi modifiée de Fick (—) (Tsotsis et Weitsman [49])

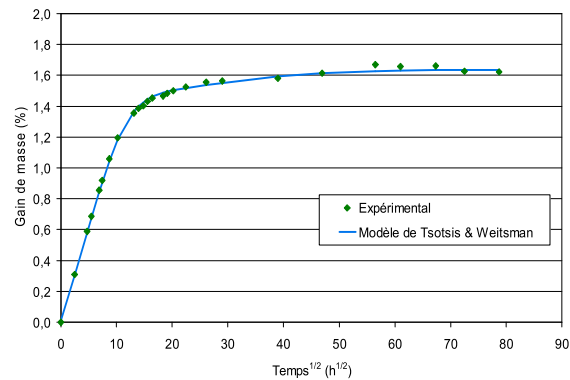


Figure 76 : Comparaison de courbe de sorption expérimentale de DA5 avec le modèle simplifié de Tsotsis et Weitsman

Pour valider la loi de Tsotsis et Weitsman, nous appliquons la loi aux deux autres échantillons ATR mis en reprise d'humidité. L'application du modèle est illustrée par les Figure 77 et Figure 78. Pour chacun des cas, la courbe théorique suit toutes les étapes de la prise en eau expérimentale.

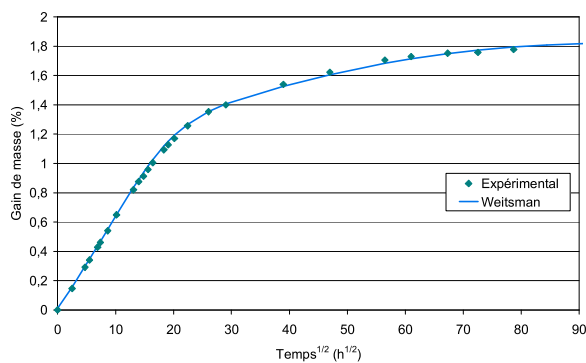


Figure 77 : Modélisation de la sorption d'eau dans l'échantillon DA1 par la loi simplifiée de Tsotsis et Weitsman

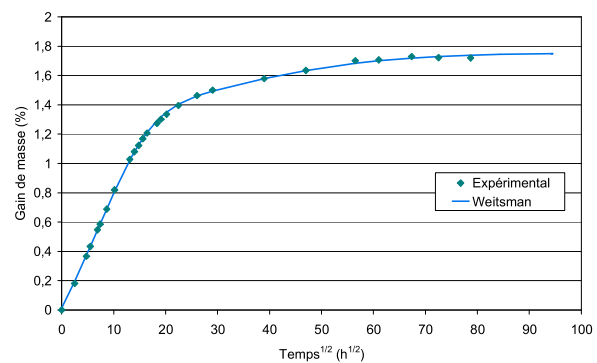


Figure 78 : Modélisation de la sorption d'eau dans l'échantillon DA3 par la loi simplifiée de Tsotsis et Weitsman

IV.1.3.2. Modélisation de la concentration en eau dans l'épaisseur des stratifiés

Grâce à l'équation (VI) de la concentration en eau développée par Crank [25], explicitée dans le chapitre I.3.1, on peut tracer les profils d'eau en fonction du temps et déterminer le temps à saturation des échantillons en fonction de leur épaisseur. Ces profils permettent aussi d'observer l'évolution de la prise en eau du cœur de l'échantillon. Contrairement au modèle de Fick, celui de Tsotsis et Weitsman n'admet pas une saturation en surface dès le début mais la concentration en surface évolue en fonction du temps puisqu'elle est exprimée par c_s à chaque instant.

$$\frac{C - C_0}{C_1 - C_0} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{2n+1} \exp\left(-D \frac{(2n+1)^2 \pi^2 t}{4l^2}\right) \cos \frac{(2n+1)\pi x}{2l} \quad (VI)$$

Les profils d'eau en Figure 79 sont des graphiques présentant la concentration en eau en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette. Trois instants sont représentés ici dans les conditions de l'étude (70°C et 85%HR) : après une heure en enceinte climatique ; après 300 heures de reprise hydrique avec un profil intermédiaire ; et enfin après 5000 heures, atteignant la saturation de l'éprouvette DA5 (épaisseur 1,52 mm). La saturation est atteinte après 9500 et 12000 heures respectivement pour les éprouvettes DA3 (2,15 mm d'épaisseur) et DA1 (2,80 mm d'épaisseur) selon cette modélisation.

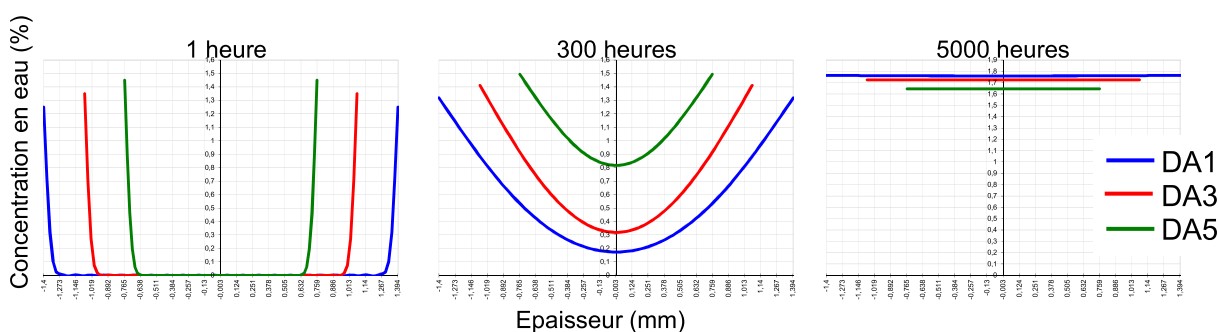


Figure 79 : Evolution des profils d'eau en fonction du temps pour les éprouvettes ATR

On peut ainsi remonter au gradient d'humidité du cas étudié au paragraphe III.3.1.3, après désorption et sorption du taux d'humidité mesuré à réception du matériau.

Sur la Figure 80, on a donc représenté le gradient d'humidité du matériau après désorption puis sorption de la quantité d'eau de l'état de réception, et ce pour chacun des panneaux de voilure étudié. En ordonnée, on a donc la concentration en eau du matériau et en abscisse, est représentée l'épaisseur des éprouvettes étudiées, chaque colonne correspondant à l'épaisseur d'un pli. On verra, dans la suite du manuscrit, que ce gradient d'humidité amène à un gradient de température de transition vitreuse au sein du stratifié.

Les profils de concentration en eau montrent que les plis de surface sont les plus humides. En DMA, on a vu, dans les chapitres précédents, que lorsqu'on testait le matériau dans un état humide non saturé, notamment à réception ou après désorption et sorption de la quantité d'eau mesurée à réception, on observait un "sous-pic" en début du pic de T_g , aux alentours de 100°C. On a attribué ce pic à une réaction de l'eau. Dans les deux états d'humidité cités, les "sous-pics" pourraient donc être une réaction de l'eau en surface ou dans les premiers plis du stratifié, plis qui contribuent le plus en flexion (mode de sollicitation utilisé en DMA).

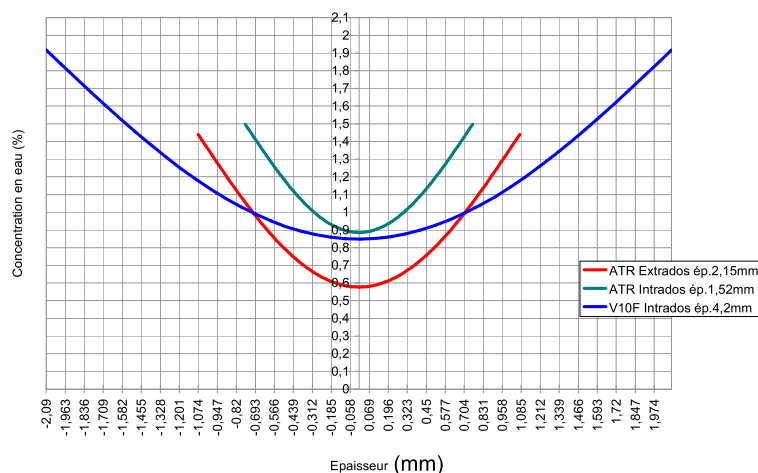


Figure 80 : Profils d'eau pli par pli des éprouvettes de voilure ATR et V10F après séchage et reprise d'humidité jusqu'au taux de l'état de réception

IV.1.3.3. Extension du modèle à la voilure V10F

On peut appliquer le modèle de Tsotsis et Weitsman aux échantillons V10F (Figure 81, Figure 82, Figure 83). On montre bien ici que ce modèle est aussi valide pour le matériau étudié.

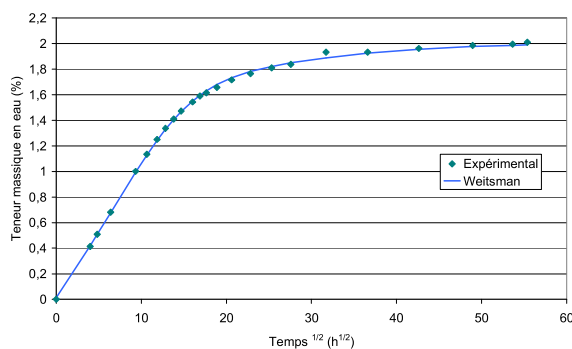


Figure 81 : Modélisation de la sorption d'eau dans l'échantillon V10F TH8 par la loi simplifiée de Tsotsis et Weitsman

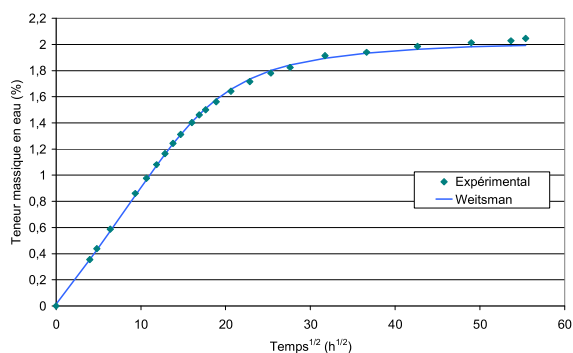


Figure 82 : Modélisation de la sorption d'eau dans l'échantillon V10F TH6 par la loi simplifiée de Tsotsis et Weitsman

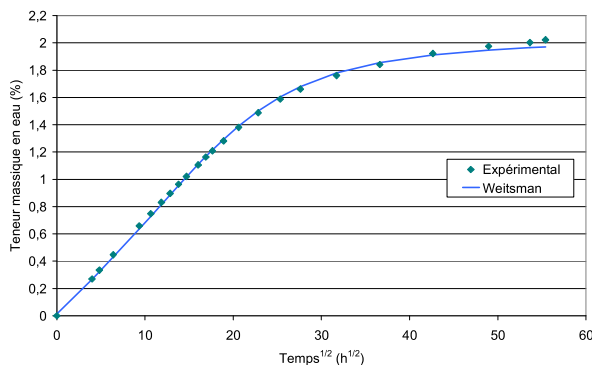


Figure 83 : Modélisation de la sorption d'eau dans l'échantillon V10F TH4 par la loi simplifiée de Tsotsis et Weitsman

IV.1.3.4. Etude des paramètres du modèle de Tsotsis-Weitsman

Le Tableau 20 présente les valeurs des masses à saturation et des coefficients de diffusion de Fick et de Tsotsis - Weitsman ainsi que du coefficient β permettant d'obtenir la meilleure solution de modélisation, pour les différents échantillons ATR et V10F, obtenus là encore à l'aide du *Solveur* d'EXCEL. La valeur du coefficient de Fick de l'échantillon DA5 est différente de celle donnée précédemment car elle prend en compte ici la masse à saturation déterminée par la loi de Tsotsis - Weitsman. Les conditions de reprise d'humidité (température et taux d'humidité) sont très importantes, car elles influent fortement sur les paramètres calculés, notamment les coefficients de diffusion.

Si l'on regarde tout d'abord les résultats de calculs effectués sur la V10F (Tableau 20), dont la reprise d'humidité s'est effectuée à 70°C et 95%HR, on observe des valeurs très proches des paramètres pour toutes les éprouvettes, mis à part l'échantillon de forte épaisseur TH2 qui s'écarte un peu du lot. On retrouve une teneur massique en eau à saturation comprise entre 2,04 et 2,07 pour les échantillons TH3 à TH8. Cette valeur peut être évaluée sur la courbe expérimentale en Figure 57, avant passage de l'enceinte à 85%HR ; on voit en effet que toutes les courbes tendaient à saturer entre 2 et 2,1%. Pour l'éprouvette TH2, il est encore impossible d'évaluer expérimentalement cette saturation sur la Figure 57, mais la prédiction faite par le modèle semble tout à fait cohérente. De même, on obtient une valeur moyenne de coefficient de diffusion de Fick de $3.10^{-3} \pm 0,3.10^{-3} \text{ mm}^2/\text{h}$, et un coefficient de diffusion modifié de $4,6.10^{-3} \pm 0,6.10^{-3} \text{ mm}^2/\text{h}$ (hors valeurs de TH2). Les coefficients de diffusion de TH2 sont plus faibles, respectivement $2,4.10^{-3}$ et $3,6.10^{-3} \text{ mm}^2/\text{h}$, ce qu'on avait déjà montré par la courbe de sorption normalisée par l'épaisseur en Figure 58. Enfin les valeurs du paramètre β sont aussi très voisines les unes des autres pour les échantillons TH3 à TH8. Encore une fois, TH2 se démarque avec une valeur nettement plus faible.

Les valeurs de masse à saturation et de coefficient de diffusion déterminées par la loi de Fick sont systématiquement inférieures à celles obtenues par le modèle de Tsotsis-Weitsman. On avait montré au paragraphe IV.1.1 que la masse à saturation « fickienne », obtenue par optimisation du *Solveur* d'Excel, était atteinte trop rapidement par rapport aux points expérimentaux. Le coefficient de diffusion est plus élevé dans le modèle de Tsotsis-Weitsman par sa simple définition définie par : $D_m = D_{\text{Fick}} \cdot (c_{\text{eq}} / c_o)^2$. En effet, il traduit directement l'allure de la courbe de sorption et son aptitude à atteindre rapidement la saturation. En effet, si c_o et c_{eq} était égaux, la saturation serait très nette sur la courbe et le coefficient de diffusion modifié D_m serait égal au coefficient de Fick.

On détermine donc, grâce à ces calculs, le coefficient de diffusion et la masse à saturation pour des conditions de reprise d'humidité de 70°C et 95%HR. On montre aussi que ce

modèle semble très cohérent avec l'expérimentation et permet même de prédire une masse à saturation.

Pour la voilure ATR, on a séparé, dans le Tableau 20, les échantillons avec et sans revêtement. Dans le cas de cette voilure, les conditions d'essais sont 70°C et 85%HR. On retrouve alors un peu plus de dispersion sur les valeurs des paramètres par rapport à la voilure V10F. On peut toutefois tirer une tendance : Les coefficients de diffusion des échantillons revêtus sont systématiquement plus élevés que ceux des éprouvettes sans revêtement et leur teneur massique en eau à saturation est plus faible. On retrouve donc ici les effets du revêtement énoncés au paragraphe III.2.1. La comparaison des valeurs de paramètres avec celles du modèle de Fick amène aux mêmes conclusions que pour le matériau de la voilure V10F.

On obtient, de plus, des résultats pour des conditions d'environnement différentes de celles étudiées sur la V10F : 70°C et 85%HR. En abaissant le taux d'humidité de 10%HR, on obtient donc un coefficient de diffusion plus faible de l'ordre de 30%. On observe aussi une augmentation de la masse à saturation avec le taux d'humidité.

	Eprouvette	Epaisseur (mm)	Conditions	M_{∞} (= $c_{s\infty}$) (%)	D_m (10^{-3} mm ² /h)	β (10^{-4} /h)	M_{∞} Fick (%)	D_{Fick} (10^{-3} mm ² /h)
ATR Sans revêtement	DA1 Extrados	2,8	70°C 85%HR	1,83	3,6	3,87	1,70	2,0
	DA3 Extrados	2,15		1,73	3,1	5,97	1,64	2,2
	DA5 Intrados	1,52		1,64	3,2	9,35	1,57	2,7
ATR Avec revêtement	DA2 Extrados	2,96		1,70	4,7	6,21	1,64	2,8
	DA4 Extrados	2,33		1,69	3,9	9,69	1,63	3,0
	DA6 Intrados	1,73		1,58	3,5	22700	1,55	4,0
V10F	TH2	11,05	70°C 95%HR	1,87	3,6	0,51	1,85	2,4
	TH3	3,72		2,07	5,2	8,89	1,96	3,7
	TH4	3,73		2,08	4,9	8,71	1,96	3,4
	TH5	2,83		2,05	4,7	11,95	1,94	3,3
	TH6	2,84		2,06	4,5	12,44	1,96	3,4
	TH7	2,3		2,04	4,1	11,05	1,91	3,2
	TH8	2,3		2,04	4,2	11,40	1,91	3,3

Tableau 20 : Calcul des valeurs des paramètres optimisés pour le modèle de Tsotsis – Weitsman pour la sorption des échantillons V10F et ATR

On a réalisé les mêmes calculs sur les essais de désorption. Le Tableau 21 présente ces résultats obtenus sur éprouvettes ATR sans et avec revêtement. Là encore les conditions d'environnement changent, puisqu'on est à 90°C sous vide. On retrouve l'impact du revêtement qui augmente le coefficient de diffusion et la masse à saturation. On relève une légère dispersion lorsqu'on compare les valeurs obtenues sur les échantillons provenant de l'intrados et ceux provenant de l'extrados. Cependant la simple différence d'épaisseur est probablement à l'origine de cette dispersion. A 90°C, on a de plus un coefficient de diffusion plus élevé qu'à 70°C, la température jouant un rôle d'accélérateur de la diffusion.

	Eprouvette	Epaisseur (mm)	Conditions	M_{∞} (= $c_{s\infty}$) (%)	D_m (10^{-3} mm ² /h)	β (10^{-4} /h)
ATR sans revêtement	DA1 (Extr)	2,8	90°C sous vide	0,86	5,0	2,52
	DA3 (Extr)	2,15		0,86	5,1	1,85
	DA5 (Intr)	1,52		0,99	4,0	1,60
ATR avec revêtement	DA2 (Extr)	2,96		0,96	7,0	5,57
	DA4 (Extr)	2,33		1,05	6,5	1,21
	DA6 (Intr)	1,73		1,19	5,2	2,72

Tableau 21 : Calcul des valeurs des paramètres optimisés pour le modèle de Tsotsis – Weitsman pour la désorption des échantillons V10F et ATR

Grâce à cette revue des résultats obtenus grâce au modèle de diffusion de Tsotsis et Weitsman, nous avons mis en évidence plusieurs observations :

- Le rôle très important de l'environnement sur les paramètres de diffusion : En effet, température et humidité guident la diffusion de l'eau dans le matériau. On retrouve bien ces tendances dans la bibliographie :

Par exemple, l'effet de la température est démontré dans les travaux de Zhou et Lucas [51], qui étudient la sorption d'eau dans un composite T300/934 en immersion. Ils montrent une augmentation du coefficient de diffusion dans le Tableau 22, et de la masse à saturation avec la température, comme illustré en Figure 84. Les auteurs modélisent la sorption d'eau par la loi de Fick ; comme pour le T300/914, on observe, sur la Figure 84, une bonne modélisation de la pente à l'origine mais la masse à saturation n'est pas bien représentée.

Glaskova et al [52] montrent que l'augmentation du taux d'humidité a les mêmes effets sur la masse à saturation sur une résine époxy seule. La Figure 85 montre leurs résultats sur cinq taux d'humidité différents ; on observe, pour la résine époxy

étudiée, et pour un passage de 33 à 97%HR, une masse à saturation multipliée par 6. Toutefois, ils observent une légère diminution du coefficient de diffusion comme montré en Figure 86.

Par contre, Augl et Berger [53] observent la même tendance que celle que nous avons relevée, sur un composite T300/5208. En effet, ils travaillent sur deux environnements humides à 33 et 80%HR et font évoluer la température. La Figure 87 présente leurs résultats : on relève toujours l'augmentation de la valeur de coefficient de diffusion comme énoncé précédemment, mais cette fois contrairement à Glaskova et al, ces auteurs obtiennent une élévation du coefficient de diffusion avec le taux d'humidité pour chacun des paliers de température. Cette élévation est cependant bien moindre que celle induite par la température.

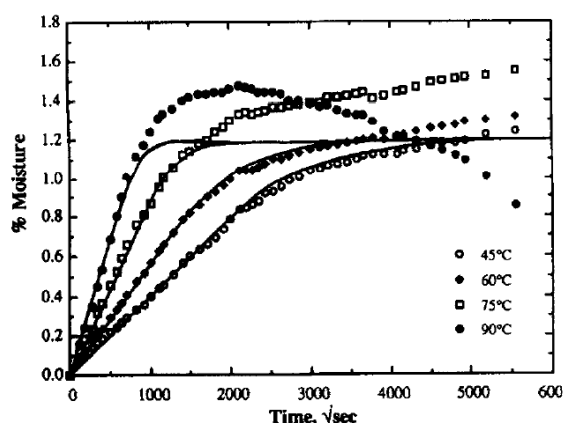


Figure 84 : Variation de masse du composite carbone / époxy T300/934 immergé dans de l'eau distillée, à des températures différentes. Les lignes continues représentent les courbes théoriques de diffusion Fickienne et les symboles sont les données expérimentales à des températures d'exposition différentes – Zhou et Lucas [51]

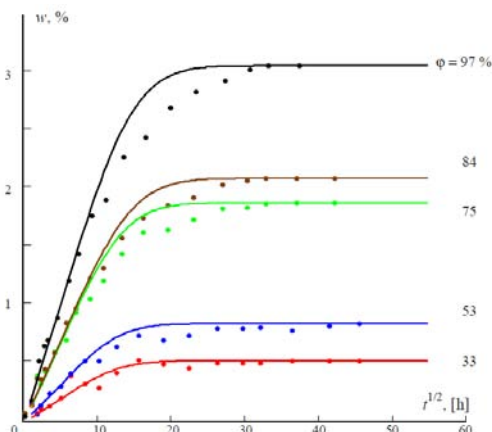


Figure 85 : Variation de la masse de l'échantillon en fonction du temps lors de l'humidification dans des atmosphères avec divers taux d'humidité relative. Expérience (points) et calcul par le modèle de Fick (courbes) – Glaskova et al [52]

Temperature (°C)	45	60	75	90
$D \text{ (m}^2 \text{s}^{-1}\text{)}$	2.87×10^{-13}	5.66×10^{-13}	1.43×10^{-12}	3.63×10^{-12}

Tableau 22 : Evolution du coefficient de diffusion en fonction de la température dans un composite T300/934 – Zhou et Lucas [51]

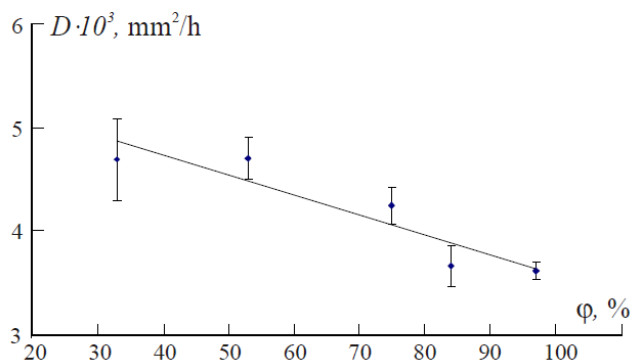


Fig. 1. Diffusivity vs. the relative humidity of environment.

Figure 86 : Diffusivité en fonction du taux d'humidité de l'environnement – Glaskova et al [52]

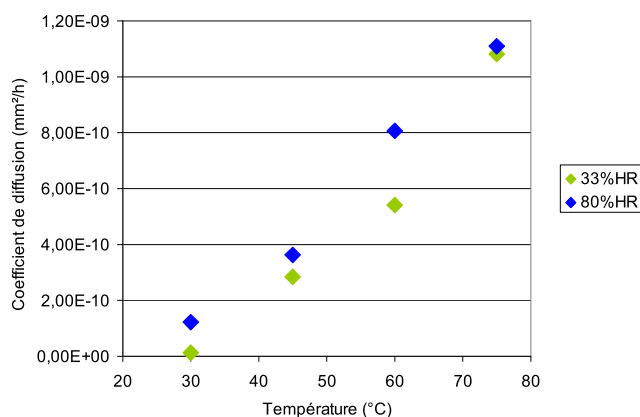


Figure 87 : Evolution du coefficient de diffusion en fonction de la température suivant des environnements humides différents pour un composite T300/5208 - Résultats des travaux de Augl et Berger [53]

- Le rôle des revêtements : En sorption ou en désorption, ils augmentent le coefficient de diffusion du matériau de voilure (composite + revêtements) en comparaison avec le composite seul. Cela signifie que le matériau de voilure absorbera plus vite l'humidité, par le biais de ces revêtements, mais aussi qu'il la désorbera plus rapidement. Ceci est dû au stockage d'eau qui est réalisé par les couches de revêtement et qui permet donc de ralentir l'arrivée de l'eau dans le stratifié composite.

IV.2. Mise en place d'une loi de type Gordon-Taylor

La loi de Gordon-Taylor [35] permet de tracer l'évolution de la température de transition vitreuse en fonction du taux d'humidité présent dans le stratifié. Une loi empirique exprimée de la manière suivante et explicitée au paragraphe I.3.3 permet de traduire cette évolution :

$$T_g = \frac{W_{(comp)} \cdot T_{g(comp)} + k \cdot W_{(eau)} \cdot T_{g(eau)}}{W_{(comp)} + k \cdot W_{(eau)}} \quad (XVIII)$$

Le facteur k est déterminé grâce à l'expérimentation.

Les Figure 88, Figure 89 et Figure 90 présentent l'application de cette équation sur les températures de transition vitreuse déterminées en DMA. On observe trois lots de points expérimentaux qui correspondent, respectivement, aux états sec (0%HR), à réception (~1%HR) et saturé en humidité (~2%HR). De plus, pour l'état intermédiaire à environ 1% d'humidité, les symboles pleins correspondent à l'état de réception et les vides à l'état séché puis réhumidifié jusqu'au taux de réception.

Tout d'abord, on observe une évolution des différentes T_g qui est globalement bien représentée par la loi de Gordon-Taylor. Cependant quelques différences peuvent être relevées entre les différentes T_g étudiées (onset, loss et $\tan \delta$).

En effet, l'évolution de la $T_{g \text{ onset}}$ tracée en Figure 88 ne montre pas un très bon comportement en fonction de l'humidité. Dès l'état sec, de référence, on a une grande disparité de valeurs de T_g , de presque 15°C entre les différents panneaux étudiés, là où on attend des valeurs très proches. A l'état de réception (aux alentours de 1% - en points pleins), on observe une évolution inverse de celle attendue, à savoir la valeur de T_g de la V10F trop élevée et celle de l'extrados de l'ATR trop basse. Enfin, à l'état saturé en humidité (proche des 2%) les deux points correspondant à l'ATR sont proches des valeurs calculées par Gordon-Taylor, ce qui n'est pas le cas de la V10F. Cependant, comme on l'a vu au paragraphe III.3.1, ceci est probablement dû à la plus forte épaisseur des échantillons prélevés sur cette voilure V10F.

Sur la Figure 89, on remarque que l'évolution de la $T_{g \text{ loss}}$ traduit mieux le comportement attendu, les points expérimentaux étant plus proches de la courbe modèle déterminée par l'équation de Gordon-Taylor.

Enfin, pour $T_{g \tan \delta}$, en Figure 90, l'écart entre les points expérimentaux et la courbe modèle diminue encore. A l'état sec, les trois points correspondant aux trois voilures sont très proches, traduisant des T_g de référence très voisines, ce qui est attendu lorsqu'on compare des échantillons d'un même matériau. De même à l'état de réception, chacun des points (symboles pleins) est en accord avec le modèle et ils suivent une évolution logique en fonction du taux d'humidité :

$$T_{g \tan \delta} (\text{ATR extrados}) \sim 177^\circ\text{C} > T_{g \tan \delta} (\text{ATR intrados}) \sim 173^\circ\text{C} > T_{g \tan \delta} (\text{V10F}) \sim 172^\circ\text{C}$$

Lorsque

$$0,88\%\text{HR} (\text{ATR extrados}) < 0,96\%\text{HR} (\text{ATR extrados}) < 1,12\%\text{HR} (\text{ATR extrados})$$

ce qui n'était pas le cas pour les deux autres valeurs de T_g étudiées. Pour l'état saturé, les mêmes observations qu'énoncées pour la $T_{g \text{ onset}}$ sont valables, la T_g de V10F étant au dessus des valeurs attendues.

Pour les trois T_g étudiées, on remarque aussi que la réversibilité du phénomène de plastification par l'eau, énoncée au paragraphe III.3.1.3, n'est visible que pour l'extrados de l'ATR. En effet, les points correspondant à l'état de réception (points pleins autour de 1%HR) et à l'état obtenu après sorption et désorption jusqu'à atteindre la quantité d'eau de l'état initial (points vides autour de 1%) sont très proches, avec un écart maximal de 3°C relevé au paragraphe III.3.1.3.

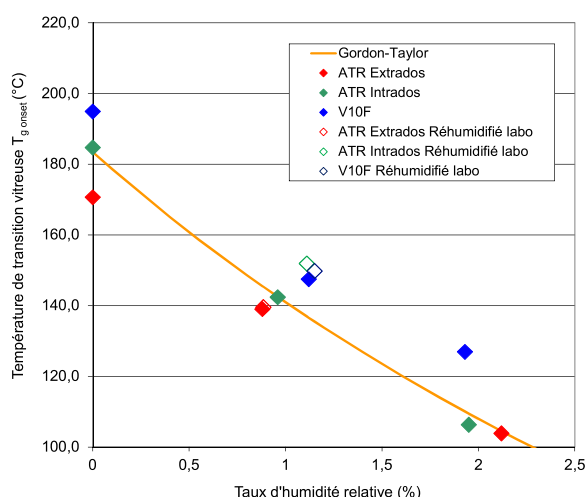


Figure 88 : Application de l'équation de Gordon-Taylor sur la $T_{g \text{ onset}}$

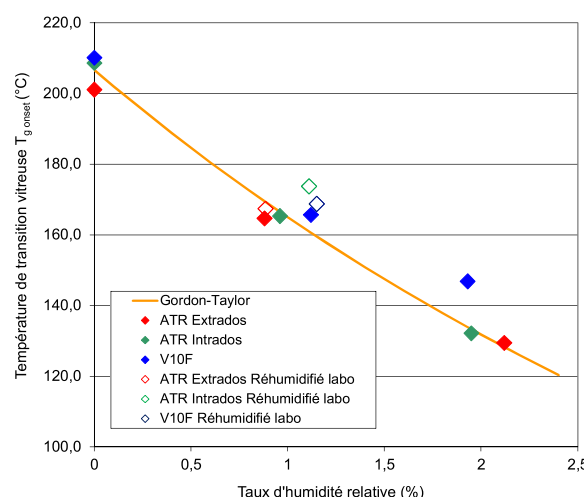


Figure 89 : Application de l'équation de Gordon-Taylor sur la $T_{g \text{ loss}}$

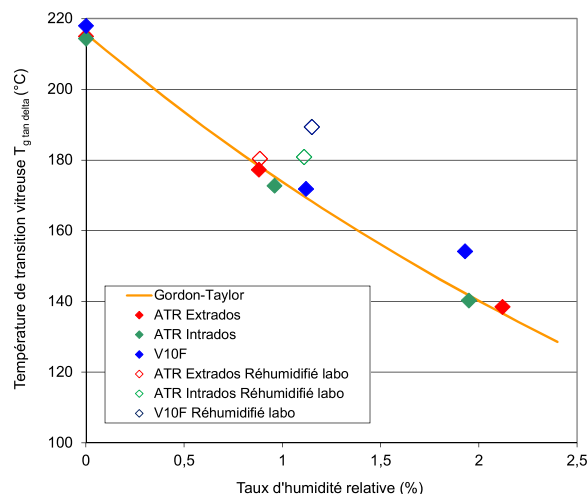


Figure 90 : Application de l'équation de Gordon-Taylor sur la $T_{g \tan \delta}$

Grâce à cette confrontation des points expérimentaux avec la loi de Gordon-Taylor, on montre que les évolutions des différentes valeurs de T_g (onset, loss, $\tan \delta$) diffèrent. Dans le cas étudié, c'est-à-dire dans la configuration de comparaisons de stratifiés composites d'épaisseurs différentes, l'évolution de la température de transition vitreuse relevée sur le pic de $\tan \delta$ semble la plus appropriée. En effet, on a pu voir que les $T_{g \tan \delta}$ sont les plus proches à l'état sec et que leur évolution en fonction du taux d'humidité absorbé par le matériau est celle que l'on attend. C'est aussi celle qui permet d'avoir le moins d'écart à la courbe modèle tracée grâce à l'équation de Gordon-Taylor.

Springer [54] applique une loi équivalente, celle de Kelley-Bueche [36], sur des composites carbone/époxy T300/5208 et AS/3502. Il relève alors une bonne cohérence avec les valeurs expérimentales ; une chute d'environ 85°C (de 175°C à l'état sec à 90°C à l'état humide) est relevée pour 1,3%HR absorbée.

IV.3. Répartition de température de transition vitreuse dans le stratifié

Grâce aux courbes de concentration en eau définies en Figure 79 du paragraphe IV.1.3.2, on peut déterminer le taux d'humidité dans chaque pli du stratifié d'un échantillon après séchage et reprise d'humidité jusqu'à obtention du taux de l'état de réception. Par la suite, en intégrant les valeurs dans la loi de Gordon-Taylor définie par l'équation (XVI) au paragraphe IV.2, on en tire la valeur de T_g de chacun des plis. La répartition de $T_{g \tan \delta}$ dans les plis est présentée en Figure 91. Sur les graphiques, chaque pli est représenté par la largeur d'une colonne. On peut donc voir qu'un gradient de T_g se crée lors de la sorption d'eau dans les plis, pouvant amener à une hétérogénéité de plusieurs dizaines de degrés entre la surface et le cœur du matériau : environ 20°C sur l'intrados de l'ATR et 30°C sur l'extrados. On montre ainsi que la température de transition vitreuse, déterminée en DMA sur ces échantillons, n'est qu'une valeur « moyennée ». La moyenne arithmétique des valeurs estimées à partir de la loi de Gordon-Taylor est reporté dans le Tableau 23 ; elle est comparé à la valeur de $T_{g \tan \delta}$ expérimentale.

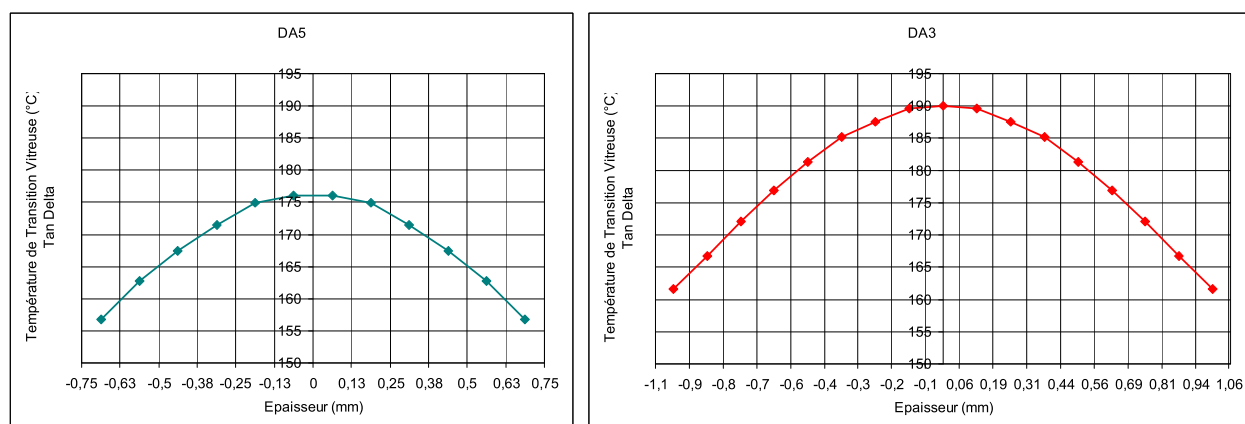


Figure 91 : Répartition de $T_{g \tan \delta}$ pli par pli dans les stratifiés de l'Intrados (DA5) et l'Extrados (DA3) de l'ATR dans l'état après désorption et sorption du taux d'humidité mesuré à réception

	$T_{g \tan \delta} (DMA)$	$T_{g \tan \delta} (\text{théorique moyenne profils})$	$T_{g \tan \delta} (\text{théorique loi Gordon-Taylor})$
Intrados (DA5)	180,9	168,2	169,7
Extrados (DA3)	180,3	178,4	178,1

Tableau 23 : Comparaison des valeurs de T_g en DMA et celles moyennées à partir des courbes de répartition

La comparaison avec les valeurs expérimentales en DMA amène aux mêmes conclusions qu'au paragraphe III.3.1.3 ou sur la Figure 90 du IV.2, à savoir qu'on obtient des valeurs très proches pour l'Extrados avec seulement 2°C de différence. Cependant, pour l'Intrados, un écart de presque 10°C est relevé.

Par ailleurs, la valeur de $T_{g \tan \delta}$ théorique tirée de la loi de Gordon-Taylor correspond à un état stabilisé, c'est-à-dire sans gradient de température de transition vitreuse. Or en DMA, les éprouvettes sont sollicitées en flexion et il se crée alors un gradient de propriétés au sein de stratifié, ce qui rend l'exploitation de ces essais délicate. Les courbes tracées en DMA représentent-elles alors des valeurs moyennes ?

Par contre, l'observation que la loi de Gordon-Taylor représente bien l'état de réception, laisserait penser que la répartition d'humidité dans cet état est homogène, avec un profil de concentration en eau pratiquement plat.

Il serait intéressant, par la suite de pouvoir évaluer la présence de ces gradients d'humidité grâce à des moyens expérimentaux. On pourrait utiliser des techniques telles que la RMN (Résonance Magnétique Nucléaire), le FTIR (Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier), ou même la spectroscopie RAMAN. Ces différentes techniques sont déjà utilisées sur polymères et matériaux composites pour évaluer la cuisson des résines [55] ou pour mesurer des contraintes internes [56]. Papon et al [57] ont confronté des méthodes RMN et DSC pour mettre en évidence un gradient de température de transition vitreuse dans des nanocomposites polymères/silices. Les dimensions des structures sont alors de l'ordre du nanomètre.

IV.4. Conclusions

Ces travaux de caractérisation de voilures composites carbone/époxy T300/914 avaient pour but de rendre compte d'éventuelles modifications de propriétés après vieillissement en service. Notre étude s'est portée sur le vieillissement humide, l'eau étant l'un des éléments influant lors de la conception des pièces composites à matrice organique.

Les nombreux essais réalisés nous permettent de dire que l'impact du vieillissement sur le comportement du matériau de voilures en composite étudié est très faible. En effet, la santé matière du matériau est excellente, tant au niveau de la fabrication qu'au niveau de son évolution lors du service en vol.

L'étude du vieillissement humide nous a permis de mettre en avant le comportement du matériau après service face à l'humidité. En effet, l'absorption d'eau peut engendrer des chutes de propriétés non négligeables pouvant être irréversibles. Cependant, l'évolution du matériau composite T300/914 est très bonne ; ce matériau n'a subi aucune détérioration majeure due à l'environnement en service, la fatigue ou le vieillissement. Son comportement face à l'humidité reste cohérent ; on retrouve une évolution normale de la température de transition vitreuse en fonction du taux d'humidité du matériau.

Enfin ces travaux nous ont permis d'étudier des modèles de diffusion plus adaptés aux matériaux composites que celui de Fick. Le modèle simplifié de Tsotsis et Weitsman [49] décrit très bien la diffusion de l'eau dans le stratifié T300/914. Il a été validé sur toutes les éprouvettes testées en reprise d'humidité. Il permet de plus de prédire avec précision la masse et le temps à saturation. Grâce à ce modèle, on peut remonter au gradient d'humidité créé dans le stratifié lorsque les échantillons sont placés en environnement contrôlé. Grâce à une loi empirique de type Gordon-Taylor [35] ou Kelley-Bueche [36], on peut calculer la température de transition vitreuse de chacun des plis du stratifié en connaissant le gradient d'humidité. Ainsi nous avons pu mettre en évidence qu'un important gradient d'humidité était présent au sein du composite drapé avec plusieurs dizaines de degrés de différence entre le cœur et la surface du matériau.

Pour caractériser au mieux le matériau après service, il faudrait descendre à des échelles plus fines et aller voir ce qui se passe au niveau des macromolécules du matériau. Pour ce faire, des techniques de spectroscopies ou de RMN pourraient être des pistes d'investigation.

Références bibliographiques

- [1] J.-M. Weber, "Un demi-siècle d'aéronautique en France," *Etudes et Recherches*, Edité par le Centre des hautes études de l'armement - Division Histoire de l'armement, 2008.
- [2] D. H. Kaelble, "Physical and chemical properties of cured resins," *Epoxy Resins Chemistry and Technology*, C. A. May and Y. Tanaka Editions, Marcel Dekker, 1973.
- [3] V. A. Bershtein *et al.*, "The sub-T_g relaxations in pure and antiplasticized model epoxy networks as studied by high resolution creep rate spectroscopy," *Polymer*, vol. 40, no. 24, pp. 6687-6698, 1999.
- [4] J.-L. Halary, S. Cukierman, and L. Monnerie, "Relations Entre Structure Chimique Et Propriétés Mécaniques Dans Les Réseaux Époxydes," *Bulletin des Sociétés Chimiques Belges*, vol. 98, no. 9-10, pp. 623-634, 1989.
- [5] E. Urbaczewski-Espuche *et al.*, "Influence of chain flexibility and crosslink density on mechanical properties of epoxy/amine networks," *Polymer Engineering & Science*, vol. 31, no. 22, pp. 1572-1580, 1991.
- [6] J. F. Gerard, S. J. Andrews, and C. W. Macosko, "Dynamic mechanical measurements: Comparison between bending and torsion methods on a graphite-reinforced and a rubber-modified epoxy," *Polymer Composites*, vol. 11, no. 2, pp. 90-97, 1990.
- [7] J. Mijović, and L. Tsay, "Correlations between dynamic mechanical properties and nodular morphology of cured epoxy resins," *Polymer*, vol. 22, no. 7, pp. 902-906, 1981.
- [8] M. Ochi, H. Kageyama, and M. Shimbo, "Mechanical and dielectric relaxations of poly(hydroxy ethers): 1. Low-temperature relaxations," *Polymer*, vol. 29, no. 2, pp. 320-324, 1988.
- [9] M. Ochi *et al.*, "Mechanical and dielectric relaxations of epoxide resins containing spiro-ring structure," *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, vol. 24, no. 10, pp. 2185-2195, 1986.
- [10] J. D. Keenan, J. C. Seferis, and J. T. Quinlivan, "Effects of moisture and stoichiometry on the dynamic mechanical properties of a high-performance structural epoxy," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 24, no. 12, pp. 2375-2387, 1979.
- [11] J.-Y. Wang, and H. J. Ploehn, "Dynamic mechanical analysis of the effect of water on glass bead-epoxy composites," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 59, no. 2, pp. 345-357, 1996.
- [12] ASTM, "ASTM D7028-07 : Standard Test Method for Glass Temperature (DMA T_g) of Polymer Matrix Composites by Dynamical Analysis (DMA)," 2008.
- [13] Toray, "T300 Data Sheet," Technical Data Sheet N°CFA001.
- [14] Hexcel, "HexPly 914 - 175°C curing epoxy matrix."

-
- [15] A. Dartus, and J. Hognat, *PV 45937 : Etude de l'influence des caractéristiques des produits de base (fibre-résine) sur le rendement des composites structuraux*, Aerospatiale, 1984.
- [16] B. Mortaigne, "Vieillissement des composites," *Mécanismes et méthodologie d'étude*, Techniques de l'Ingénieur - am5320, 2005.
- [17] J. Verdu, "Effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques des polymères," *Echanges Physique - Industrie* n°5, pp. 19 - 32, 2000.
- [18] B. Fayolle, and J. Verdu, "Vieillissement physique des matériaux polymères," *Techniques de l'Ingénieur* - cor108, 2005.
- [19] A. Kovacs, "Transition vitreuse dans les polymères amorphes. Etude phénoménologique - Fortschritte Der Hochpolymeren-Forschung," *Advances in Polymer Science*, pp. 394-507: Springer Berlin / Heidelberg, 1964.
- [20] J. Tromblin, L. Salah, and C. Davies, "Aging effects evaluation of a decommissioned Boeing 737-200 horizontal stabilizer," in *11th joint NASA/FAA/DOD Conference of Aging Aircraft*, 2008.
- [21] J. Verdu, "Vieillissement chimique des plastiques : aspects généraux," *Techniques de l'Ingénieur* - am3151, 2002.
- [22] L. Olivier *et al.*, "Oxydation d'un composite Carbone/Epoxy : Simulation numérique des contraintes induites.," *13èmes Journées Nationales sur les Composites*, 2007.
- [23] L. Olivier, "Prévision du vieillissement thermo-oxydant de composites à matrice organique dédiés à l'aéronautique : Prise en compte des couplages multiphysiques.," *Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Poitiers*, 2008.
- [24] A. Fick, "Über Diffusion," *Annalen der Physik*, vol. 170, no. 1, pp. 59-86, 1855.
- [25] J. Crank, *The Mathematics of Diffusion*, Oxford University Press, 1979.
- [26] Y. J. Weitsman, "Anomalous fluid sorption in polymeric composites and its relation to fluid-induced damage," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 4, pp. 617-623, 2006.
- [27] Y. J. Weitsman, "Diffusion Models - Fluid Effects in Polymers and Polymeric Composites," *Mechanical Engineering Series*, pp. 69-94: Springer US, 2012.
- [28] H. G. Carter, and K. G. Kibler, "Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins," *Journal of Composite Materials*, vol. 12, no. 1, pp. 118-131, 1978.
- [29] C.-H. Shen, and G. S. Springer, "Moisture Absorption and Desorption of Composite Materials," *Journal of Composite Materials*, vol. 10, no. 1, pp. 2-20, 1976.
- [30] K. Kondo, and T. Taki, "Moisture Diffusivity of Unidirectional Composites," *Journal of Composite Materials*, vol. 16, no. 2, pp. 82-93, 1982.
- [31] J. Jedidi, "Contribution à la Caractérisation en Cyclage Hygrothermique d'un Matériau Composite - Application à l'Avion Supersonique," *Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne*, 2005.
-

-
- [32] J. P. Favre, and J. N. Dewas, "Diffusion d'eau dans les composites carbone-époxyde. Test d'un modèle basé sur l'absorption d'eau de la matrice." *Comptes rendus des 4èmes Journées Nationales sur les Composites*, pp. 615-630, Editions Pluralis, 1984.
- [33] Y. Weitsman, "A continuum diffusion model for viscoelastic materials," *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 94, no. 2, pp. 961-968, 1990.
- [34] J. Verdu, "Action de l'eau sur les plastiques," *Techniques de l'ingénieur - am3165*, 2000.
- [35] M. Gordon, and J. S. Taylor, "Ideal copolymers and the second-order transitions of synthetic rubbers. i. non-crystalline copolymers," *Journal of Applied Chemistry*, vol. 2, no. 9, pp. 493-500, 1952.
- [36] F. N. Kelley, and F. Bueche, "Viscosity and glass temperature relations for polymer-diluent systems," *Journal of Polymer Science*, vol. 50, no. 154, pp. 549-556, 1961.
- [37] D. Rouby, "Contraintes thermiques résiduelles," Document numérique Docinsa 2005.
- [38] D. Rouby, "Coefficients de dilatation thermique et d'expansion hygrométrique," Document numérique Docinsa 2005.
- [39] P. Lafon, and A. Tropis, *ATR 72 - Résistance structurale voilure extrême - Justification des valeurs de calcul*, Aerospatiale, 1989.
- [40] R. Prepin, "Analyse des contraintes résiduelles de cuisson dans les composites carbone/epoxy à plis croisés," Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Lorraine, 1989.
- [41] Airbus, "AITM 1-0003 : Determination of the glass transition temperatures," 2010.
- [42] G. W. Ehrenstein, G. Riedel, and P. Trawiel, *Thermal Analysis of Plastics - Theory and Practice*, Hanser Gardner Publications, Munich, 2004.
- [43] Airbus, "AITM 1-0007 : Fibre Reinforced Plastics - Determination of Plain, Open Hole and Filled Hole Tensile Strength.," 2004.
- [44] Airbus, "AITM 1-0008 : Fibre Reinforced Plastics - Determination of Plain, Open Hole and Filled Hole Compression Strength.," 2010.
- [45] Bureau de Normalisation de l'Aéronautique et de l'Espace, "NF-EN 2563 : Plastiques renforcés de fibres de carbone - Stratifiés unidirectionnels - Détermination de la résistance apparente au cisaillement interlaminaire," 1997.
- [46] J. Verdu, "Effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques des polymères," *Echanges Physique - Industrie n°5*, pp. 19 - 32, 2000.
- [47] B. Dewimille, "Vieillissement hygrothermique d'un matériau composite fibres de verre-résine époxyde," Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1981.
- [48] J.-N. Defois, "Mécanismes d'interaction de l'eau avec la matrice de composites carbone/époxy. Etude par spectrométrie mécanique," Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 1995.
-

- [49] T. K. Tsotsis, and Y. Weitsman, "A simple graphical method for determining diffusion parameters for two-stage sorption in composites," *Journal of Materials Science Letters*, vol. 13, no. 22, pp. 1635-1636, 1994.
- [50] D. Richman, and F. A. Long, "Measurement of Concentration Gradients for Diffusion of Vapors in Polymers^{1,2}," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 82, no. 3, pp. 509-513, 1960.
- [51] J. Zhou, and J. P. Lucas, "The effects of a water environment on anomalous absorption behavior in graphite/epoxy composites," *Composites Science and Technology*, vol. 53, pp. 57-64, 1995.
- [52] T. Glaskova *et al.*, "A comparative analysis of moisture transport models as applied to an epoxy binder," *Mech Comp Mater*, vol. 43, no. 4, pp. 377-388, 2007.
- [53] J. M. Augl, and A. E. Berger, *The Effect of Moisture on Carbon Fiber Reinforced Epoxy Composites. 1. Diffusion*, NAVAL SURFACE WEAPONS CENTER WHITE OAK LAB SILVER SPRING MD, 1976.
- [54] G. S. Springer, "Environmental Effects," ISBN No. 87762-551-4, Technomic Publishing Company, pp. 1-34, 1988.
- [55] L. Merad *et al.*, "In-situ monitoring of the curing of epoxy resins by Raman spectroscopy," *Polymer Testing*, vol. 28, no. 1, pp. 42-45, 2009.
- [56] A. J. Cervenka, D. J. Bannister, and R. J. Young, "Moisture absorption and interfacial failure in aramid/epoxy composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, no. 9-10, pp. 1137-1144, 1998.
- [57] A. Papon *et al.*, "Glass-transition temperature gradient in nanocomposites: evidence from nuclear magnetic resonance and differential scanning calorimetry," *Phys Rev Lett*, vol. 108, no. 6, 2012.

PARTIE B

TENUE EN FATIGUE RESIDUELLE D'UN ALLIAGE D'ALUMINIUM 2024 T351 D'UNE VOILURE d'A320 EN FIN DE VIE

CHAPITRE I

Etude Bibliographique

Dans ce premier chapitre, nous ferons un bref historique de l'utilisation des alliages d'aluminium dans l'industrie aéronautique. Nous verrons ensuite les caractéristiques spécifiques des alliages d'aluminium-cuivre et plus particulièrement de la nuance 2024-T351, en allant de sa composition chimique à son mode d'obtention. Dans un autre paragraphe, nous nous attacherons au comportement en fatigue de ces alliages d'aluminium, en distinguant la tenue en fatigue-endurance et la résistance à la propagation de fissures. Enfin, nous ferons un tour d'horizon des travaux menés à ce jour sur des pièces aéronautiques en alliages d'aluminium provenant d'aéronefs après service.

I.1. Utilisation des alliages d'aluminium dans l'aéronautique

Dès la première guerre mondiale, les alliages d'aluminium font leur apparition dans l'aéronautique, remplaçant le bois et la toile. Dès lors, on n'a eu de cesse que d'introduire ces alliages en quantité dans les avions, en leur donnant des places structurales dès 1933 avec le Douglas DC-2. Ainsi les ingénieurs ne se préoccupent plus seulement de la réduction de masse des aéronefs, mais travaillent aussi sur l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages. Dans les années 70, avec le choc pétrolier, on développe de nouveaux matériaux composites pour encore réduire la masse des aéronefs, mais les alliages d'aluminium restent les matériaux de référence dans la construction aéronautique et représentent encore aujourd'hui jusqu'à 80% de la masse des avions en service. La compétition composites / alliages d'aluminium est permanente, le développement de nouvelles nuances Al-Cu-Li par exemple, appelées alliages AirWare™ en est la preuve, après la conception des Boeing 787, Airbus A380 et A350 comportant un nombre important de pièces composites.

I.2. L'alliage d'aluminium 2024-T351

I.2.1. Les alliages d'aluminium-cuivre (série 2XXX)

Les alliages d'aluminium de la série 2XXX ont pour principal élément d'alliage le cuivre. L'addition de Cu en tant qu'élément d'alliage principal est liée à la recherche de meilleures propriétés mécaniques. En effet, l'ajout de cuivre permet la précipitation d'une phase durcissante améliorant ainsi les propriétés mécaniques générales de l'alliage tout en gardant un matériau relativement léger. En revanche, du fait de cette composition chimique et de la microstructure associée notamment, les alliages d'aluminium de la série 2XXX présentent traditionnellement une résistance à la corrosion faible comparativement à celle de l'aluminium pur.

Les alliages Al-Cu de la série 2XXX peuvent être classés en plusieurs familles suivant leur utilisation. Les alliages pour déformation plastique prennent en compte les alliages possédant une bonne résistance à la corrosion, une bonne aptitude à la mise en forme par emboutissage et au soudage (ex. l'alliage 2117 2,2-3% Cu et 0,2-0,5% Mg, % en masse). Les alliages à résistance mécanique élevée qui contiennent un pourcentage de cuivre de l'ordre de 4% sont caractérisés par une bonne tenue à chaud mais une soudabilité et une

tenue à la corrosion faible. Parmi ces alliages, l'alliage 2024 est utilisé dans des applications concernant les transports aéronautiques et la mécanique. La dernière famille est celle des alliages pour décolletage. Pour cette application, des additions de bismuth et/ou plomb sont effectuées pour obtenir des copeaux cassants.

La composition chimique de l'alliage 2024 est définie par « the Aluminum Association » et est donnée dans le Tableau 1.

	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Zn	Ti	Cr
% massique	3,8 – 4,9	1,2 – 1,8	0,3 – 0,9	< 0,5	< 0,5	< 0,25	< 0,15	< 0,1

Tableau 1 : Composition chimique de l'AA 2024 d'après "The Aluminum Association" [1]

La désignation T351 définit le traitement appliqué à l'alliage. Ici, le « T » désigne un durcissement par traitement thermique. Ensuite, l'état « T3 » exprime une suite de traitements consistant en une mise en solution, une trempe, un écrouissage et une maturation jusqu'à obtention d'un état pratiquement stable. L'écrouissage effectué est très faible (inférieur à 10 %, et plus souvent de l'ordre de 1 à 4 %). Il peut être effectué par laminage, étirage, traction ou combinaison de ces opérations, ou simplement être consécutif au planage ou dressage. Enfin le « 51 » indique un détensionnement par traction après mise en solution ou après le refroidissement consécutif à la déformation à chaud. Elle s'applique aux tôles, tôles épaisses, barres laminées ou finies à froid, pièces ou couronnes forgées et couronnes laminées. Le taux de relaxation dépend de la nature du produit.

I.2.2. Coulée

Les constituants de l'alliage sont mélangés dans un four, vers 700°C, puis coulés verticalement en continu sous forme d'une plaque. Des hétérogénéités structurales et chimiques se forment lors de la solidification : les atomes de soluté, dont la solubilité dans l'aluminium à l'état solide est plus faible qu'à l'état liquide, sont rejetés en avant du front de solidification. Il se forme alors des dendrites d'aluminium pauvres en atomes de soluté et entre les dendrites, un mélange eutectique très riche en atomes de soluté. Ces phases eutectiques sont à l'origine de la formation de particules grossières indésirables qui ne pourront être remises en solution par la suite.

I.2.3. Homogénéisation

Afin d'homogénéiser la solution solide, la plaque est portée entre 475 et 495°C pendant 20 h.

Les particules intermétalliques grossières formées pendant la solidification sont insolubles à cette température, mais les hétérogénéités macroscopiques de composition sont éliminées.

I.2.4. Laminage

La plaque peut ensuite être laminée à chaud puis éventuellement à froid pour atteindre l'épaisseur désirée. Cette opération fragmente et distord les grains, les particules intermétalliques grossières sont cassées et redistribuées dans la direction de laminage. Après cette étape, l'alliage présente une structure fibrée fortement anisotrope, constituée de gros grains aplatis et étirés dans la direction de laminage.

I.2.5. Durcissement structural

Le durcissement structural des alliages Al-Cu, permettant d'augmenter les propriétés mécaniques du matériau, est obtenu par un traitement se divisant en trois étapes :

- l'alliage est tout d'abord porté à une température supérieure à la température de solvus pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre thermodynamique et donc obtenir une mise en solution totale des atomes de soluté ;
- ensuite, l'opération de trempe (refroidissement rapide de l'alliage) empêche la décomposition de la solution solide avec formation de précipités d'équilibre grossiers. On obtient une solution solide sursaturée en soluté où les atomes de soluté sont positionnés de manière aléatoire aux noeuds du réseau à faces cubiques centrées de l'aluminium (on parle alors de solution solide de substitution) ;
- enfin, lorsqu'un maintien en température est réalisé, un important durcissement de l'alliage est observé. Cette étape est appelée étape de revenu. Le durcissement obtenu est fonction du temps et de la température de maintien. C'est un phénomène de précipitation résultant de la décomposition de la solution solide sursaturée au cours du maintien isotherme qui est à l'origine du durcissement de l'alliage.

I.2.5.1. Précipitation

Ce traitement de durcissement permet la formation de précipités appelés précipités durcissants qui se forment soit pendant la trempe à l'eau, soit lors du traitement de revenu de manière contrôlée. L'alliage 2024 présente une séquence de coprécipitation mixte, favorisée par la présence de cuivre et de magnésium, avec une germination de zones de

Guinier-Preston (GP) et de Guinier-Preston-Bagaryatsky (GPB) [2] permettant respectivement la précipitation de phases θ et S.

Les zones de Guinier-Preston (GP) sont formées de disques plans ou plaquettes parallèles aux plans $\{100\}$ de la matrice, à partir de la solution sursaturée en cuivre. Elles se forment à des températures inférieures à 130°C. La croissance de certaines phases GP mènent à la formation de précipités θ'' , fortement cohérents et permettant un durcissement de la structure. Puis la précipitation de la phase θ' intervient, prenant la place des précipités θ'' qui se dissolvent. La phase est alors métastable et semi-incohérente. Comme pour les θ'' , la structure de la phase θ' est tétragonale, mais 20 fois plus grande, de l'ordre de $1000 \times 1000 \times 10 \text{ nm}^3$. Enfin, la phase θ , stable et incohérente, se crée au-delà de 300°C et conduit à un adoucissement généralisée de la structure.

En parallèle des zones GPB de forme cylindrique apparaissent. Au cours du revenu, une phase de transition $S'-\text{Al}_2\text{CuMg}$ précipite, sa structure cristallographique est orthorhombique. Lorsqu'on atteint 200°C, les aiguilles de phase S' se transforment en lattes de phase d'équilibre $S-\text{Al}_2\text{CuMg}$, toujours orthorhombiques.

On obtient alors le système de précipitation mixte $\text{Al}_2\text{Cu} / \text{Al}_2\text{CuMg}$ [2-4].

Cependant, deux autres classes de particules intermétalliques peuvent être observées et distinguées en fonction de leur mode de formation, car les alliages contiennent un nombre important d'éléments d'alliages (ajoutés volontairement afin de modifier certaines propriétés du matériau) ou d'impuretés :

- les dispersoïdes qui se forment par précipitation à l'état solide. Une fois formées, ces particules ne peuvent pas être complètement dissoutes mais leur fraction volumique, leur taille ainsi que leur distribution peuvent être modifiées par des traitements thermomécaniques ;
- les particules intermétalliques grossières : les impuretés (comme le fer et le silicium) présentes dans tous les alliages commerciaux sont au départ dans la solution liquide mais elles vont se combiner avec d'autres éléments et se séparer lors de la solidification pour former des particules grossières intermétalliques. Elles peuvent être cassées lors des traitements thermiques mais ne peuvent pas être remises en solution.

I.2.5.2. Microstructure

I.2.5.2.a. Précipitation intragranulaire

Selon les observations de Pauze [3] au MEB en électrons rétrodiffusés et au MET, certaines particules intermétalliques grossières de composition Al-Cu-Mn-Fe et Al-Cu-Mg se trouvent à l'intérieur des grains. Elles forment des bandes suivant la direction de laminage de la tôle. Pauze note également la présence de dispersoïdes Al-Cu-Mn dont la répartition est très hétérogène dans la matrice. Ces deux types de précipités ont été créés lors de la coulée avant d'être fragmentés pendant le laminage. Larignon [4] décrit deux types de précipités intragranulaires observées sur une tôle de 2024-T351 de la même coulée que celle étudiée par Pauze (Figure 1) : des précipités globulaires (a) et des précipités irréguliers (b). Les premiers ont été identifiés comme étant des particules d' Al_2Cu et d' Al_2CuMg . Les secondes, que l'on observe souvent enchevêtrées comme sur la Figure 1, sont de type Al-Cu-Mn-Fe pour les claires (flèche blanche) et Al-Cu-Mg-Mn-Fe-Si pour les foncées (flèche noire). Larignon observe, comme Pauze, des dispersoïdes, qu'elle identifie comme étant des particules de $\text{Al}_{20}\text{Mn}_3\text{Cu}$ définies par certains auteurs [5-7], visibles en Figure 2 (a). Elle observe, de plus, des précipités en baguettes ou arrondies en Figure 2 (b) et (c), qui, selon elle, pourraient être des précipités de phase S- Al_2CuMg .

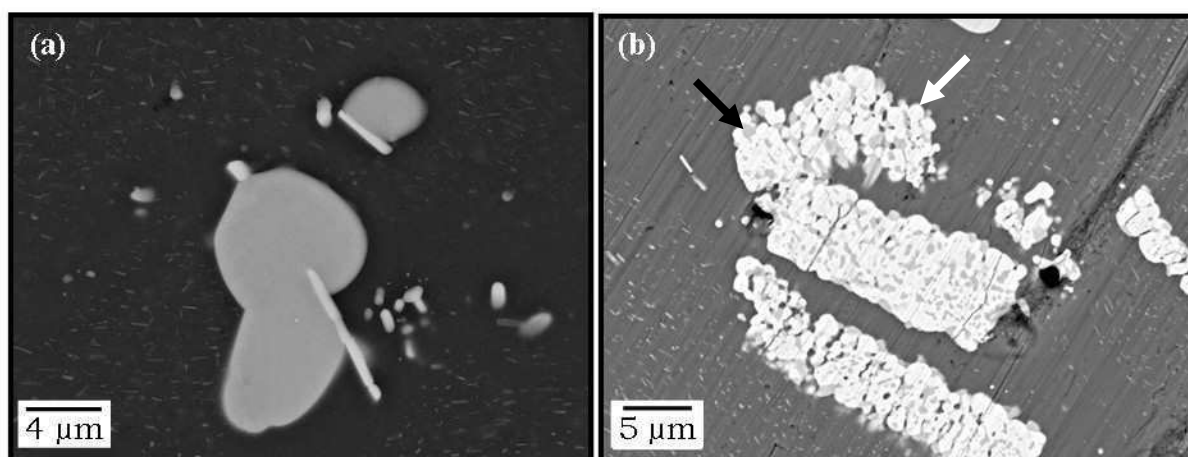


Figure 1 : Micrographies MEB de la précipitation grossière observable sur l'alliage 2024-T351 (a) précipités de forme globulaire, (b) précipités de forme irrégulière – Larignon [4]

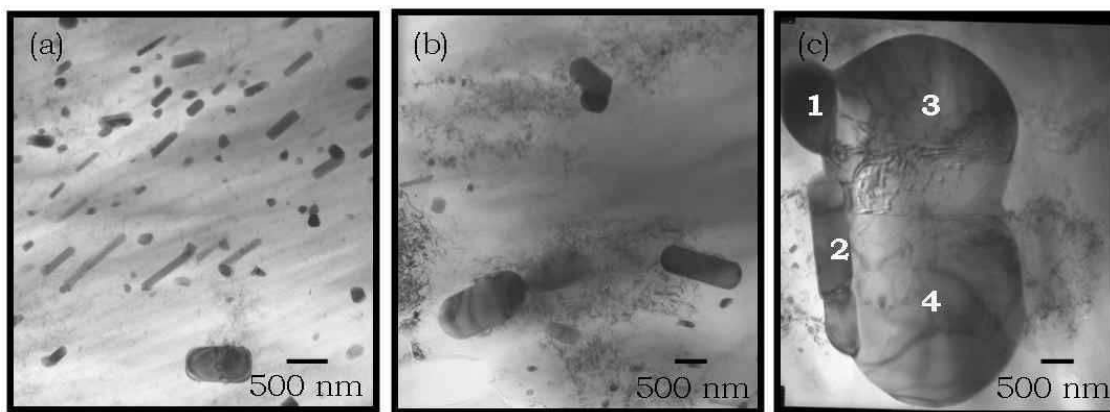


Figure 2 : Précipitation intragranulaire présente dans l'alliage 2024-T351 (a) dispersoïdes, (b) baguettes Al-Cu-Mn-Fe (c) précipités Al-Cu-Fe-Mn-Mg et Al-Cu-Mg – Larignon [4]

1.2.5.2.b. Précipitation intergranulaire

La précipitation intergranulaire a, entre autre, un rôle majeur dans les mécanismes de corrosion et corrosion sous contrainte [3]. Pauze et Larignon observent, aux joints de grains, des intermétalliques, des dispersoïdes riches en Manganèse mais aussi des précipités riches en Cuivre, atteignant jusqu'à 20% de Cu [4], tous deux sous forme de bâtonnets, illustrés par la Figure 3 (c). Enfin une précipitation plus fine, en aiguilles en Figure 3 (a), est décelée sans pouvoir déterminer leur nature. Selon Ringer [7] et d'autres auteurs, plusieurs phases seraient présentes, du type Al_2Cu , Al_2CuMg , Al_2CuMn_3 et Al-Cu-Mn-Fe. De plus, Larignon et Pauze mettent en évidence l'absence de zones dépourvues en précipités, appelées PFZ (Precipitate-Free Zone).

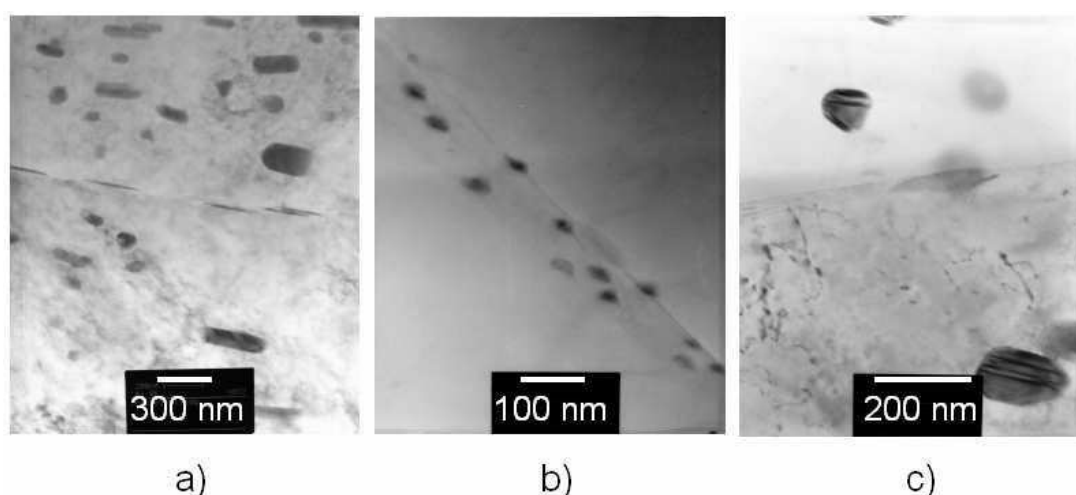


Figure 3 : Caractérisation en MET de la précipitation intergranulaire riche en Cu : a) précipitation sous forme d'aiguilles fines. Les dispersoïdes dans la matrice sont riches en Cu et Mn ; b) précipités globulaires, germant préférentiellement sur les aiguilles fines ; c) précipités en formes de bâtonnets pointus provenant de l'épaississement des aiguilles fines – Pauze [3]

I.2.6. Vieillessement des alliages 2XXX sans contrainte

Il faut rappeler que la microstructure des alliages d'aluminium telle que celle de l'AA 2024 est dans un état métastable en utilisation. Elle peut donc subir des modifications au cours de la vie en service des pièces. Ces modifications, désignées sous le terme générique de vieillissement, sont accélérées par la température. Dans le cas particulier des structures d'avion, le vieillissement peut être provoqué par les échauffements de la structure pouvant être induits par le frottement de l'air, la proximité de zones chaudes comme les réacteurs, ou des stationnements prolongés sur les tarmacs. Ces évolutions microstructurales ne sont pas très bien connues et dépendent fortement du traitement thermique appliqué à l'alliage. Elles semblent pouvoir modifier la composition des précipités [8] ou même la microstructure comme la taille des dislocations, qui augmente avec le vieillissement, comme le montre Yanbin et al [9].

Les évolutions microstructurales de l'alliage 2024 étant régies par la précipitation de particules riches en cuivre, des équivalences « Temps-Température » peuvent être établies en laboratoire pour diminuer les temps de vieillissement. La diffusion du cuivre peut être décrite par une loi de type Arrhénius. Le temps t_1 requis pour atteindre un état de précipitation donné à une température donnée est donc lié au temps t_2 nécessaire à une température T_2 par la relation:

$$t_1 e^{\frac{-Q}{RT_1}} = t_2 e^{\frac{-Q}{RT_2}} \quad (I)$$

$$\text{Soit} \quad t_2 = t_1 e^{\left(\frac{Q}{RT_2} - \frac{Q}{RT_1} \right)} \quad (II)$$

Avec t_i : temps

T_i : température

Q : énergie d'activation (133 kJ/mol [10])

R : Constante universelle des gaz parfaits (8,314 J/mol/K)

Par exemple, pour ses études, Larignon [4] postule que la durée de vie d'un avion est d'environ 100 000 heures et que la température maximale (dans les conditions les plus défavorables) est de 80°C. En injectant ces valeurs dans l'équation (II), on retrouve alors les équivalences Temps-Température du Tableau 2.

En réalisant ces vieillissements artificiels sur des alliages d'aluminium 2024-T351, Larignon [4] observe des modifications de la précipitation après 177 heures de vieillissement à 150°C, qui correspondent à environ 3 fois une durée de vie « avion ». Elle relève, entre autre, une densité plus élevée de la précipitation intra et intergranulaire, qui s'est enrichie en

cuivre, par rapport à un matériau non vieilli. La précipitation intergranulaire est alors continue aux joints de grains, contrairement à l'état non traité. Autour des joints de grains, se créent alors des zones sans précipitation appelées PFZ.

Température (°C)	80	90	100	110	120	130	140	150	160	170	180	190	200
Temps (heures)	100000	28726	8822	2882	996	363	139	56	23	10	5	2	1

Tableau 2 : Equivalences Temps-Température d'un vieillissement de 100000 h à 80°C pour un AA2024 [4]

Les propriétés mécaniques sont très sensibles à ces modifications microstructurales, notamment les propriétés statiques, comme le montrent les travaux d'Alexopoulos [11]. Ces résultats (en vert) ainsi que d'autres provenant de la littérature sont présentés en Figure 4. L'auteur réalise un vieillissement à 210°C pendant 2, 4, 6 et 8 heures. Il relève dans un premier temps (après 2 heures de vieillissement) une augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale de traction et une chute importante de l'allongement à rupture. Dans un second temps, cette évolution s'inverse, avec des valeurs de R_e et R_m qui diminuent et un allongement à rupture qui augmente. Les graphiques de la Figure 4 montrent que ces évolutions sont fortement impactées par la température de vieillissement appliquée. En effet, à plus basses températures, les premiers stades du vieillissement se traduisent par une diminution de R_e , sans modification de $A\%$. Au-delà d'une certaine durée, d'autant plus longue que la température de maintien est basse, on retrouve un comportement similaire à celui observé à 210°C mais avec des niveaux différents.

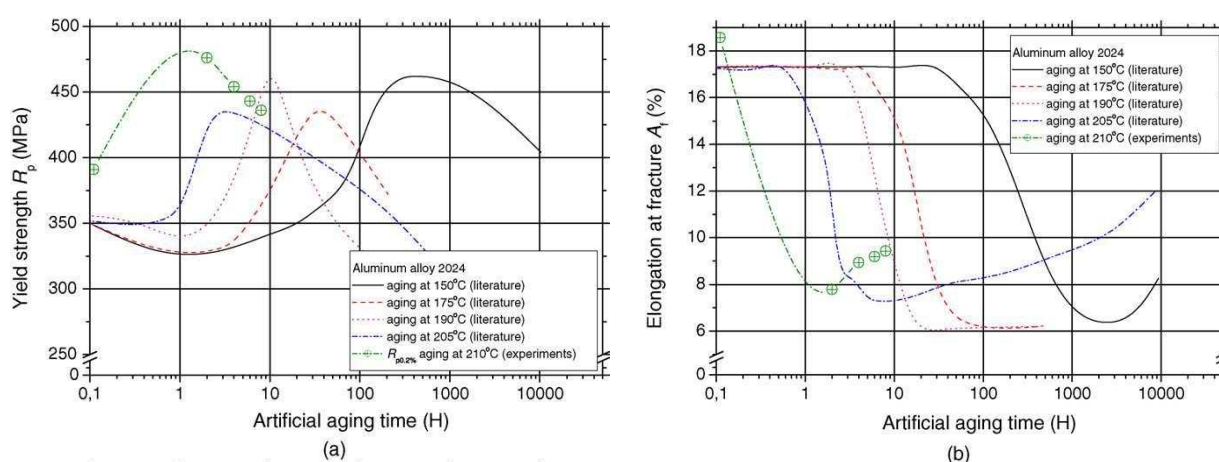


Figure 4 : Propriétés mécaniques de traction : (a) limite d'élasticité et (b) allongement à rupture pour différents vieillissements artificiels sur l'AA 2024-T3 – Alexopoulos [11]

I.3. Fatigue des alliages Al-Cu

I.3.1. Généralités sur la fatigue

En aéronautique, la prédiction de la tenue en fatigue des pièces et des structures s'appuie sur des principes de conception désignés « Safe-Life », « Fail-Safe » et « Damage Tolerance ».

Le « Safe-life » se réfère à la philosophie que le composant ou système est conçu pour ne pas faillir dans un certain délai défini. Il est supposé que les tests et l'analyse peuvent fournir une bonne estimation de la durée de vie prévue de la pièce ou du système. A la fin de cette durée de vie prévue, la pièce est retirée du service. Pour cela, on a calculé ou déterminé par essais (courbes S-N définies par la suite) la durée de vie de la pièce, et un certain facteur de sécurité est appliqué afin de définir son temps de service au bout duquel elle sera changée.

Les principes « Fail-safe » intègrent différentes techniques pour atténuer les pertes dues à des défaillances du système ou d'un composant. On s'assure que la rupture de la pièce n'entraînera pas de conséquence catastrophique avant réparation. En aéronautique, un tel dimensionnement impose par exemple des chemins « redondants » de transmission des efforts. C'est le cas, pour l'aéronautique, des liaisons entre le moteur et l'aile.

Enfin, le dimensionnement en tolérance aux dommages (« Damage Tolerance ») consiste, quant à lui, à déterminer une taille limite de défauts détectables, dont on pourra garantir qu'ils n'entraîneront pas de rupture durant un intervalle de temps défini. En prenant idéalement cet intervalle de temps Δt comme intervalle d'inspection et en écartant tout composant comportant des défauts dont la taille est supérieure à la limite définie, on assure ainsi la survie du composant jusqu'à la prochaine inspection. Un dimensionnement en tolérance aux dommages permet également d'avoir un contrôle sur des facteurs extérieurs (corrosion, chocs subis,...) pouvant apporter des modifications dans la structure et donc modifier la tenue en fatigue du composant. Les essais permettant de mettre en place ce type de conception sont les essais de propagation de fissures avec l'établissement de courbes $da/dN - \Delta K$, définies au paragraphe I.3.3.

La durée de vie en fatigue [12] est définie par des essais sur éprouvettes, pour une caractérisation du matériau, ou sur structures, soumises à des chargements simples ou des spectres représentant au mieux les contraintes en service. En aéronautique, on certifie les structures en réalisant des essais de fatigue sur des assemblages de grandes dimensions (Figure 5). Ces essais visent à être aussi représentatifs que possible de l'utilisation des avions en service et servent à démontrer la validité des calculs.

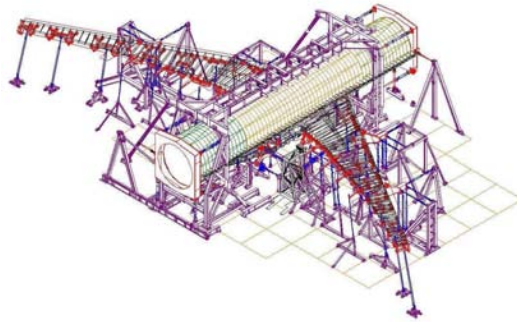


Figure 5 : Cellule de fatigue sur structure avion

L'ensemble des essais de fatigue pour la conception des avions est structuré sous forme de pyramide telle que présentée en Figure 6. Des éprouvettes sont tout d'abord utilisées pour obtenir les propriétés en fatigue des matériaux et calibrer les méthodes de calcul. Les essais sur pièces sont ensuite utiles pour évaluer le comportement en fatigue et tolérance au dommage de géométries spécifiques ou pour évaluer l'effet des traitements de surface, des procédés mécaniques, etc ... Les essais sur sous-ensembles de pièces permettent une meilleure représentation de la structure de l'avion. Ils sont utiles pour soutenir la conception et la validation des innovations. A la pointe de la pyramide, on retrouve les essais sur structures entières, des cellules d'essai limitées à une section de l'avion peuvent être utilisées aussi bien pour la conception que pour la certification.

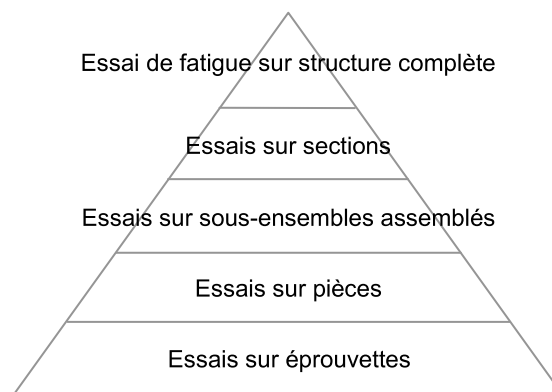


Figure 6 : Pyramide d'essais de fatigue en aéronautique

I.3.2. Durée de vie en fatigue

I.3.2.1. Généralités

La durée de vie est déterminée grâce aux essais d'endurance que l'on mène sur une population d'éprouvettes lisses ou entaillées, dont on contrôle l'état de surface, et que l'on conduit à la rupture selon des chargements cycliques différents. Les points de rupture sont alors représentés sur un diagramme de Wöhler ou courbe S-N, sur lequel on trace, pour différents niveaux de contrainte, la distribution du nombre de cycles à rupture. La courbe ainsi obtenue, représentée en Figure 7, est divisée en plusieurs domaines :

- Un domaine de fatigue oligocyclique (1) : le matériau est déformé plastiquement et la rupture intervient après un nombre de cycles réduit.
- Un domaine de fatigue ou d'endurance limitée (2) : le nombre de cycles à rupture croît rapidement lorsque l'amplitude de contrainte diminue.
- Un domaine d'endurance illimitée (3) : elle intervient à faibles contraintes, la rupture est alors atteinte pour un très grand nombre de cycles (à partir de 10^7)

Parfois, on atteint une contrainte minimale pour laquelle la rupture n'est plus observée. Sur la courbe, cet effet se traduit par une asymptote horizontale (non visible pour les alliages d'aluminium). La valeur de cette contrainte minimale est alors appelée limite d'endurance.

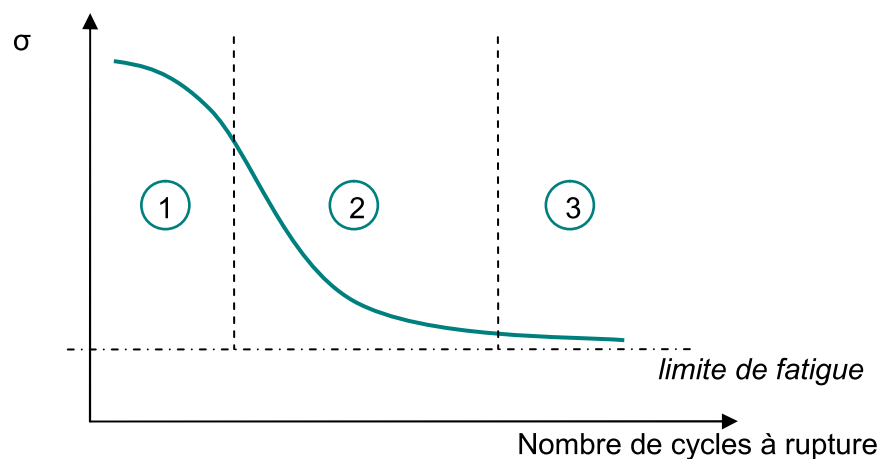


Figure 7 : Diagramme de Wöhler

Après rupture, l'observation des surfaces de rupture par microscopie électronique à balayage permet d'étudier les stades d'amorçage, de propagation et de rupture.

I.3.2.2. Paramètres influençant la tenue en fatigue

I.3.2.2.a. Etat de surface

Dans la plupart des cas, l'amorçage des fissures amenant à la rupture du matériau se fait en surface. Tout traitement mécanique ou physico-chimique, défaut de surface, etc ... peut donc avoir une grande influence sur les résultats obtenus sur la durée de vie en fatigue. De même, la corrosion peut avoir des effets néfastes sur la durée de vie. C'est pourquoi les éprouvettes sont polies jusqu' à l'obtention d'une surface avec le moins de défauts possible pour s'affranchir des effets de surface et remonter à une propriété représentative du matériau à coeur.

I.3.2.2.b. Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles peuvent provenir de la fabrication, de l'usinage ou d'un traitement des pièces. Des contraintes résiduelles de traction peuvent engendrer des chutes de tenue en fatigue désastreuses, tandis que des contraintes de compression améliorent la résistance en fatigue.

I.3.2.2.c. Environnement

Bouchet [13] met en évidence l'influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue de deux alliages d'aluminium AU₄ (composé de 3,9% de cuivre, 20 ppm de fer et 6 ppm de silicium) polycristallins, l'un avec une majorité de précipités θ'' et l'autre une majorité de zones GP. Plusieurs atmosphères sont étudiées : l'air, l'air sec, l'azote sec et humide et un mélange azote-hydrogène. En règle générale, et comme pour beaucoup de métaux, le nombre de cycles à rupture est plus élevé sous vide que dans l'air. Bouchet n'observe aucun effet de l'hydrogène sur les durées de vie, mais une influence de l'oxygène, qui est plus marquée sur les vitesses de propagation que sur les surfaces de rupture.

Merati [14] observe une chute de la durée de vie des alliages 2024-T3 due à l'humidité, comme illustré en Figure 8. Il observe, en effet, une chute de la moitié du nombre de cycles à rupture en passant d'un air sec à moins de 2%HR à un air humide supérieur à 98%HR. Des observations similaires sont présentées par Voris et Jahn [15], sur un alliage 2024-T351. En effet, ils relèvent une chute d'environ 21% de la durée de vie entre les essais à 45% d'humidité relative et ceux à plus de 95%HR. Cependant cette diminution n'est visible qu'aux niveaux de contraintes intermédiaires (250 MPa). Les observations des surfaces de rupture vont dans le même sens : elles sont similaires à fortes contraintes mais Voris et Jahn

observent des différences aux niveaux de contraintes plus faibles. Enfin, les auteurs réalisent des essais de microduretés, présentés en Figure 9, qui montrent un sur-vieillessement en pointe de fissure en air humide à 250 MPa (contrainte intermédiaire) lorsqu'aucun adoucissement n'est relevé à 360 MPa (haut niveau de contrainte), ce qui indique, encore une fois, des effets limités de l'environnement aux fortes contraintes.

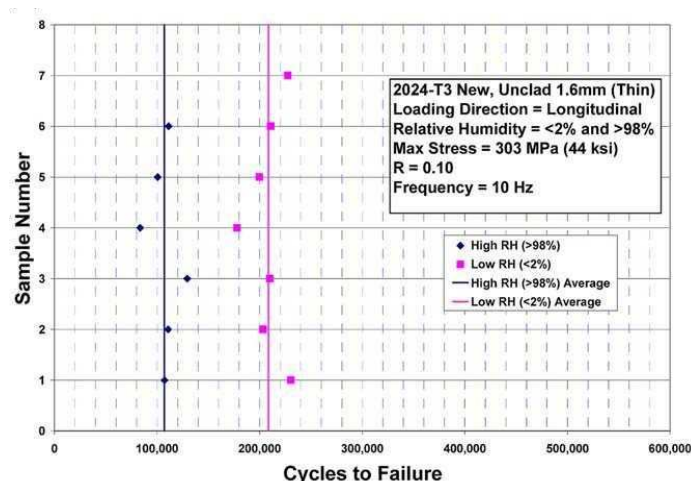


Figure 8 : Durée de vie d'un alliage 2024-T3 en fonction du taux d'humidité – Merati [14]

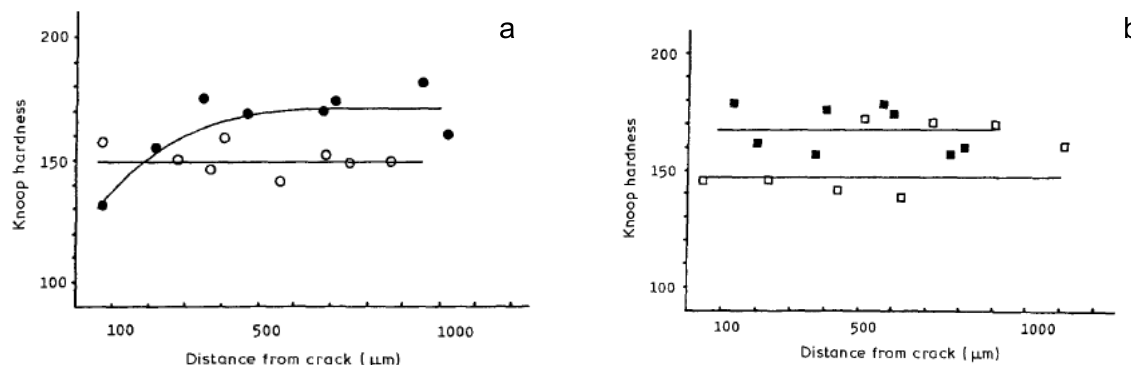


Figure 9 : Evolution de la microdureté Knoop en fonction de la distance à la fissure sur éprouvettes testées à 250 MPa (a) et 360 MPa (b) sous air ambiant (○) et humide (●) – Voris et Jahn [15]

I.3.2.3. Amorçage de fissures

Kung et Fine [16] étudient, en 1979, l'amorçage de fissures de fatigue dans deux alliages d'aluminium-cuivre 2024-T4 et 2124-T4. D'après leurs observations, les fissures s'amorcent sur des lignes de glissement grossières, parfois dans la matrice, à l'intérieur d'un grain. Certaines fois, elles s'amorcent sur des particules des phases S- Al_2CuMg ou $\beta\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, ou des défauts. La probabilité d'un amorçage dans les phases S et β diminue rapidement lorsque la taille des précipités diminue ($< 6 \mu\text{m}$). La taille des grains semble également avoir

une influence sur le nombre de cycles à l'amorçage, la fissure apparaissant plus tôt dans l'alliage 2124, qui présente les plus gros grains, que dans le 2024. L'alliage 2124 est cependant plus résistant aux bas niveaux de contraintes, proches de la limite d'endurance, en raison de sa plus faible teneur en précipités. Enfin Kung et Fine observent un ralentissement, voire un arrêt des microfissures de fatigue à la rencontre avec un joint de grains.

Merati [14] compare l'amorçage de fissures et le comportement en fatigue d'alliages 2024-T3 neuf et provenant de fuselage d'un avion C-130 après démantèlement. Ce dernier matériau est étudié avec son revêtement (sans information sur sa nature). Il se rend alors compte que selon le matériau, les fissures ne s'amorcent pas aux mêmes endroits : sur le matériau neuf, sans revêtement, l'amorçage semble avoir lieu sur des particules constitutives du matériau, qui sont les principales discontinuités microstructurales. Cependant, pour le matériau de fuselage, c'est la couche de revêtement qui est le facteur contrôlant l'amorçage de fissures, qui n'intervient que sur les surfaces revêtues, et contrairement au matériau neuf, il trouve des sites multiples d'amorçage. Les précipités les plus couramment à l'origine de l'amorçage des fissures dans le matériau neuf sont des précipités $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ provenant de la phase β . Des analyses EDX montrent que le fer est le principal acteur ; ces particules sont visibles sur les images MEB en Figure 10. L'auteur ne voit cependant pas de corrélation entre la taille des discontinuités (particules ou épaisseur de revêtement) et la durée de vie en fatigue ; cette absence de relation indique que d'autres facteurs tels que la taille des grains ou leur orientation pourraient contrôler la durée de vie.

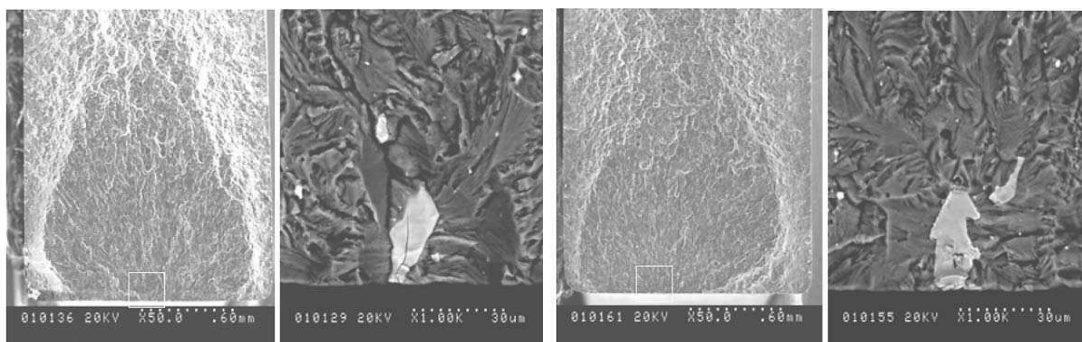


Figure 10 : Surfaces de rupture typiques de deux éprouvettes de matériau neuf 2024-T3 sollicitées en traction ondulée à $R=0,1$, à faible et fort grossissement montrant des sites d'amorçage et les particules qui en sont à l'origine – Merati [14]

I.3.3. Propagation de fissures de fatigue

I.3.3.1. Généralités

Après l'étude de la durée de vie totale, qui comprend, dans certains cas, une large part de propagation, on s'intéresse plus particulièrement ici à l'étude de la propagation des fissures. Les données de fissuration sont communément présentées en traçant, sur un diagramme log-log, la vitesse de propagation, définie par l'avancée de fissure par nombre de cycles da/dN en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte ΔK . Les courbes $da/dN - \Delta K$ ont alors l'allure définie en Figure 11. On relève généralement trois régimes différents de propagation :

- Le premier régime (1) décrit un domaine dans lequel une légère diminution de ΔK implique une forte chute de vitesse de propagation. On définit alors une valeur de ΔK seuil qui correspond à des vitesses de 10^{-10} ou 10^{-11} m/cycle et en dessous de laquelle on considère qu'il n'y a pas propagation. A ce stade, la microstructure du matériau, la contrainte moyenne appliquée et l'environnement ont une forte influence sur la propagation.
- Le domaine (2), correspondant aux vitesses intermédiaires, est appelé domaine de Paris. On observe généralement une évolution linéaire de la vitesse de propagation en fonction de ΔK . La loi de Paris dans ce domaine est alors énoncée de la manière suivante :

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (\text{III})$$

C et m sont alors des paramètres matériau définis expérimentalement.

C'est dans ce domaine qu'on peut voir apparaître des stries de fatigue, dans des gammes de vitesse de l'ordre de 10^{-7} à 10^{-6} m/cycle. On peut alors directement calculer l'avancée de la fissure macroscopique en mesurant l'espace entre deux stries. Laird et Smith [17] et Pelloux [18] furent les premiers à expliquer l'apparition de ces stries par une succession d'émoussesments et d'aiguisevements dus à la plasticité.

- Enfin, dans le dernier régime (3), on a une croissance très rapide de la vitesse de propagation, qui amène rapidement à la rupture lorsque $K_{\max}$ tend vers K_c . La propagation est fortement dépendante de la microstructure, du niveau moyen de chargement et de l'épaisseur de l'éprouvette. L'environnement joue ici un rôle secondaire.

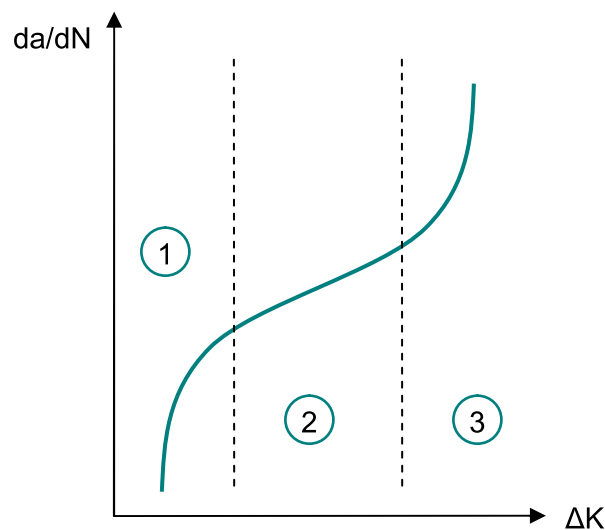


Figure 11 : Courbe de propagation de fissure $da/dN - \Delta K$

I.3.3.2. Lois de propagation

La loi de Paris n'est pas toujours suffisante pour décrire correctement la propagation de fissure. En effet, l'influence des paramètres intrinsèques ou extrinsèques au matériau sont implicitement pris en compte dans les valeurs de C et de m , et sont donc très dépendants des conditions expérimentales. De plus, la loi de Paris, comme son nom l'indique, ne décrit que le domaine de Paris et donc ne rend pas compte de la propagation au voisinage du seuil et de celle à fortes valeurs de ΔK correspondant à la région (3). Dans la suite du paragraphe, nous ne ferons qu'énoncer les lois et leurs avantages ou évolutions par rapport à la loi de Paris.

La loi de Walker reprend la loi de Paris et intègre l'effet du rapport de charge sur les vitesses de propagation. Deux lois sont donc définies pour les rapports de charge positifs et négatifs.

La loi de Forman est une évolution de la loi de Walker, qui permet de rendre compte de l'évolution de la courbe dans le domaine (3) des forts ΔK . Elle a été complétée par la suite par la loi de MacEvily-Forman qui intègre la valeur seuil de la zone (1) et rend donc compte de l'ensemble de la courbe.

Forman, Newman, de Koning et Henriksen [19], ont ensuite développé la loi NASGRO (NASA/FLAGRO computer program). Elle prend en compte des aspects matériau, l'influence du rapport de charge, notamment via les effets de la fermeture de fissure, et même l'influence de l'épaisseur sur la valeur critique du facteur d'intensité de contrainte. Elle permet donc de décrire l'ensemble des régimes de propagation. Cette loi sera utilisée dans les chapitres suivants et donc plus amplement explicitée.

I.3.3.3. Comportement des alliages à la fissuration

Petit et Kosche [20] distinguent trois stades ou mécanismes de propagation de fissures, déterminés sur des alliages Al-Zn-Mg :

- Le Stade I : Il intervient dans les monocristaux correctement orientés pour un glissement unique ou dans les microstructures favorisant une déformation hétérogène selon les bandes primaires de glissement dans les plans {111} et une propagation cristallographique. Ce mode de propagation est le plus rapide.
- Stade II : C'est un régime intermédiaire, observé dans les monocristaux à précipitation incohérente et dans les polycristaux, lorsque la fissure se propage dans le plan normal à la direction de chargement. Les microstructures gênant le développement des bandes primaires de glissement, telles que les précipités grossiers et incohérents ou une taille de grain faible, favorisent ce régime.
- Le Pseudo-Stade I : C'est le régime le plus lent. Il correspond à une propagation de nature cristallographique, observée à l'approche du seuil, lorsque les conditions de revenu ou la faible énergie de faute d'empilement génèrent une déformation hétérogène au sein de chaque grain selon un système de glissement unique. Ce régime correspond à l'échelle microscopique au Stade I précédemment décrit et à l'échelle macroscopique au Stade II (propagation dans un plan normal à la direction de chargement). La rupture se produit selon des plans cristallographiques favorables au glissement et donne naissance à des facettes très droites d'orientations variées et à un chemin de propagation très accidenté.

Cette présence de facettes est due à une désorientation entre deux grains voisins ; plus la désorientation est importante et plus l'effet est visible. Lorsqu'on a des grains voisins très désorientés, un grand nombre de cycles est nécessaire pour permettre une accommodation au joint de grain et donc l'activation d'un système de glissement dans le grand voisin. On observe donc un ralentissement temporaire de l'avancée de la fissure et une forte dispersion expérimentale. Ceci se traduit directement sur la courbe de propagation $da/dN - \Delta K$, par une bande de dispersion, qui correspond donc au Pseudo-Stade I.

Gasquères [21] observe des facettes cristallographiques caractéristiques du Pseudo-Stade I sur des éprouvettes de fissuration en alliage 2024-T351 sous ultra-vide et sous air froid (à -50°C), milieux pour lequel l'action de l'environnement est limitée. A l'aide d'une attaque au réactif Keller des surfaces de rupture, la forme des piqûres de corrosion créées renseigne sur la nature cristallographique des facettes observées sur les surfaces de

rupture. Gasquères observe alors des piqûres, présentées en Figure 12, de formes carrées, caractéristiques d'une rupture dans les plans $\{100\}$ en Stade II, et des piqûres de formes triangulaires, qui, elles, sont représentatives de ruptures dans les plans $\{111\}$ en Pseudo-Stade I. L'observation des surfaces de rupture des éprouvettes testées sous air ambiant n'indique aucune contribution significative de la propagation cristallographique dans cet environnement ; selon l'auteur, la présence d'air inhibe toute propagation en Pseudo-Stade I par multiplication du nombre de systèmes de glissements.

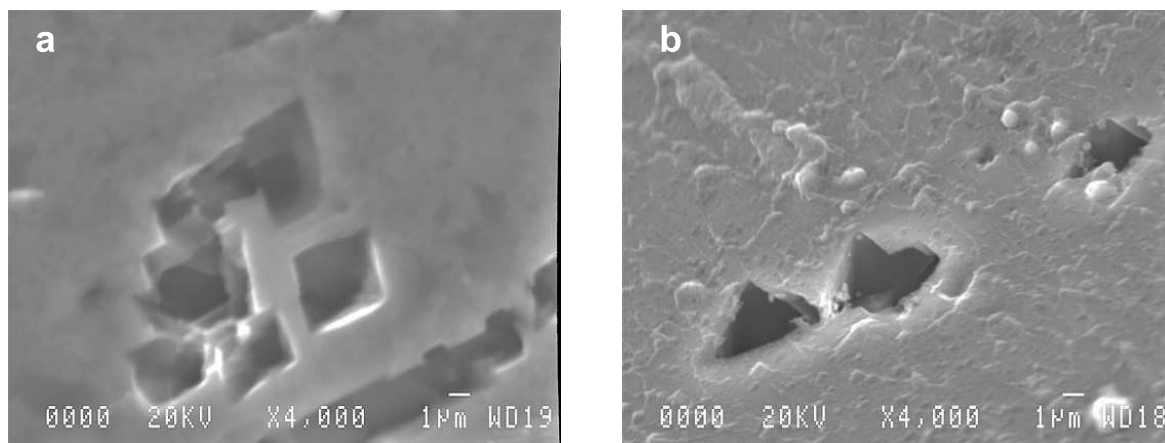


Figure 12 : Piqûres de corrosion caractéristiques des plans de rupture en Stade II à l'air ambiant (a) et en Pseudo-Stade I sous vide (b) – Gasquères [21]

Menan [22] fait les mêmes constats sur le même alliage 2024-T351. En effet, il observe du Pseudo-Stade I et du Stade II à $R=0,7$ en propagation et une domination du Stade II à $R=0,1$ sur des éprouvettes dans le sens S-L sous vide. De plus, l'augmentation du chargement mécanique semble faire disparaître le Pseudo-Stade I. Par contre, sur des éprouvettes sollicitées dans la direction L-T, le Pseudo-Stade I est très prononcé. Sous air, les essais dans les deux sens de prélèvement et aux deux rapports de charge montrent une propagation en Stade II. Le Pseudo-Stade I a totalement disparu.

I.3.3.4. Paramètres influençant la propagation de fissure de fatigue

I.3.3.4.a. La microstructure

La microstructure des alliages influence fortement la propagation, essentiellement au voisinage du seuil. On peut citer les facteurs suivants : la taille de grains, la nature et la répartition des précipités. Ainsi, pour un rapport de charge donné, si la taille de grains augmente, la valeur de ΔK_{seuil} augmente. Cet effet est directement lié aux effets de fermeture [23] ; en effet, la taille de grains va générer une certaine rugosité sur les surfaces

produites lors de la fissuration, mais aussi avoir un effet sur la limite d'élasticité, jouant sur l'intensité des effets de fermeture [24, 25].

De plus, la microstructure contrôle directement le glissement en pointe de fissure, lié aux mouvements des dislocations, et la déformation plastique qui en résulte. Cet impact n'est prépondérant que pour des faibles niveaux de chargement, soit lorsque la taille de la zone plastique en pointe de fissure se rapproche ou devient inférieure à la taille moyenne des grains ou du paramètre microstructural déterminant [26]. Sachant que les alliages d'aluminium ont une microstructure complexe, il est souvent difficile d'isoler l'effet induit par tel ou tel constituant.

1.3.3.4.b. L'environnement

Différentes études montrent que les vitesses de propagation dans un environnement inerte (vide, argon, etc ...) sont inférieures à celles mesurées dans un environnement actif tel que l'air [27, 28]. Cette différence est due à la présence d'humidité dans l'air. Lors de la propagation, les molécules d'eau adsorbées sur les surfaces en pointe de fissure se dissocient et libèrent de l'hydrogène. On a alors une fragilisation du matériau par l'hydrogène qui pénètre dans la zone plastifiée. Ainsi quelques ppm d'eau dans les alliages d'aluminium peuvent augmenter de manière importante la vitesse de propagation comme l'ont montré Bradshaw et Wheeler [29], Petit et al [26] ou Hénaff et al [30]. Il ressort de leurs études que la vapeur d'eau a un effet néfaste sur la plupart des alliages métalliques et que les effets d'environnement sont prépondérants aux faibles vitesses de propagation.

1.3.3.4.c. Influence du rapport de charge et effets de fermeture

Le rapport de charge est l'un des paramètres ayant le plus d'impact sur la vitesse de propagation. En effet, plus le rapport de charge augmente, plus on décale les courbes de fissurations vers les faibles valeurs de ΔK , comme le montre, par exemple les travaux de Menan [22] en Figure 13. On observe que l'influence est d'autant plus marquée pour les faibles et fortes valeurs de ΔK , c'est-à-dire aux voisinages du seuil et de $\Delta K_{\max}$. Cet effet serait dû aux effets de fermeture de fissure [23]. La fermeture de fissure intervient dans la partie descendante du cycle de fatigue, et plus le rapport de charge est faible, plus la fermeture est importante. En utilisant des rapports de charge suffisamment élevés, la charge minimale devient supérieure à la charge à l'ouverture et on s'approche alors de la courbe effective.

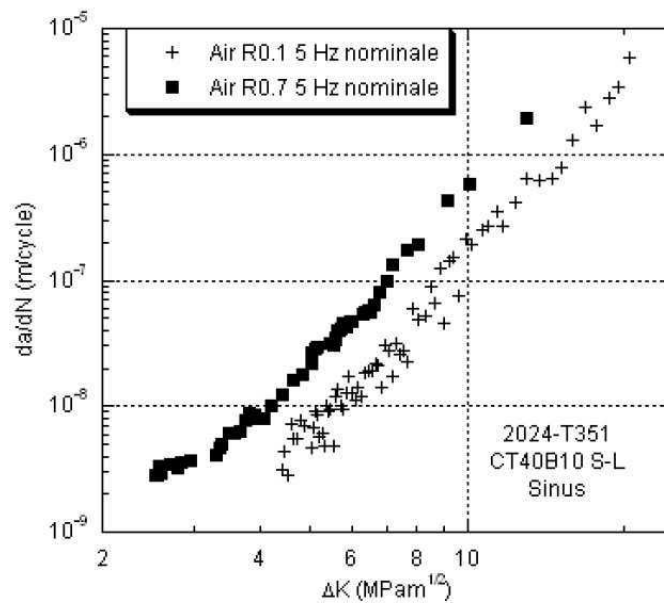


Figure 13 : Comparaison des courbes $da/dN - \Delta K$ expérimentale et numérique pour l'alliage d'aluminium 2024-T351 à différents rapports de charge – Menan [22]

L'existence de la fermeture de fissure a été initialement suspectée par Elber [23] dans une étude sur l'alliage 2024-T3. Il a été observé expérimentalement que les lèvres d'une fissure se propageant dans une éprouvette soumise à des efforts de traction cyclique pouvaient être en contact durant une certaine partie du cycle de chargement. Or, selon Elber, seule la partie du chargement pendant laquelle les lèvres sont parfaitement décollées est réellement efficace pour l'avancée de la fissure. On est donc conduit à faire intervenir le paramètre ΔK_{eff} , amplitude du facteur d'intensité de contrainte efficace, prenant en compte la correction des effets de fermeture.

$$\Delta K_{\text{eff}} = U \cdot \Delta K \quad (\text{IV})$$

avec U : facteur d'Elber dont la valeur est comprise entre 0 et 1.

Depuis les travaux initiaux de Elber, de nombreuses études sur les alliages métalliques ont permis de dégager trois principaux types de fermeture : la fermeture de fissure induite par plasticité [31], par oxydation [32] et par rugosité [24].

I.4. Impact du vieillissement en service sur la tenue en fatigue des alliages d'aluminium aéronautiques

Dans la littérature, on trouve assez peu de retours d'expériences liés aux performances de matériaux de structures aéronautiques après service. Les premiers travaux ont été effectués aux Etats-Unis, sur des avions militaires, permettant d'ailleurs la naissance, en 1998, de la « Aging Aircraft Conference », renommée en 2010 « Aircraft Airworthiness and Sustainment Conference ».

Parmi les premiers travaux cités dans la bibliographie, ceux de Gruff et Hutcheson [33], datant de la fin des années 60, présentent une étude sur les effets de la corrosion et du vieillissement en service sur les propriétés en fatigue de panneaux en alliage d'aluminium de nuance 2XXX et 7XXX provenant d'un avion militaire RA-5C. Ils concluent que la durée de vie en fatigue des matériaux prélevés sur l'avion après service (corrodés et/ou vieillis) est plus courte que celle rapportée dans la littérature pour les matériaux neufs.

On retrouve ensuite, en 1975, les travaux de Everett [34], du « U.S. Army Air Mobility R&D Laboratory », qui a étudié les effets de l'utilisation en service sur les propriétés des alliages d'aluminium 7075-T6 et 7178-T6 provenant d'un caisson central de voilure d'un avion de transport C-130B. Cet appareil avait effectué 6 385 heures de vol, pendant environ dix ans de service, avant son démantèlement. Les propriétés étudiées sont la résistance en fatigue, la propagation de fissures, la ténacité ainsi que les propriétés en traction ; tous les résultats d'essais ont été comparés à des valeurs de référence obtenues sur matériau neuf et généralement tirées de la littérature. Ces travaux ne montrent pas de différences significatives entre matériaux neufs et matériaux provenant de l'avion après service, que ce soit sur les propriétés en traction, sur la durée de vie en fatigue sur éprouvettes lisses ou entaillées ou même sur le comportement en propagation de fissure.

Scheuring et Grandt [35] publient, en 1997, une étude évaluant les changements de comportements d'alliages d'aluminium aéronautiques résultant de vieillissement et/ou de corrosion durant des services longs. Ils travaillent sur un alliage 7075-T6 provenant du fuselage d'un KC-135, un alliage 2024-T3 provenant de plusieurs zones d'un autre KC-135 et un alliage 7178-T6 prélevé sur un panneau supérieur de voilure de Boeing 707-320C démantelé après 20 ans de service (19967 vols et 46685 heures de vol). Tout d'abord, ils n'observent pas de modification de composition des alliages après le service, les teneurs massiques de chaque élément étant dans les spécifications. Les propriétés de traction, telles

que la résistance maximale R_m et la limite d'élasticité R_e , sont elles aussi en accord avec les valeurs spécifiques du matériau « vierge ». Cependant, la valeur du module d'Young est, selon l'alliage, 2 à 5,5% inférieure aux valeurs des bases de données. En fatigue, trois conditions sont testées :

- les premières éprouvettes (TI) ont un état de surface « brut » et présentent de la corrosion,
- les deuxièmes (TII) ont aussi un état de surface « brut » mais aucune corrosion n'est visible,
- les dernières (TIII) sont polies pour effacer tout défaut de surface ou de corrosion.

Les résultats d'essais d'endurance montrent une diminution du nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes de type TI et TII, illustrée par la Figure 14. Cette rupture intervient à environ un quart de la durée de vie attendue. Cependant, le matériau de type TIII rompt à un nombre de cycles proche de celui du matériau neuf. Les auteurs concluent donc que le facteur primordial est ici l'état de surface (présence de corrosion et de défauts de surface), et non le vieillissement du matériau. Pour un rapport de charge $R=0,1$, la vitesse de propagation pour des éprouvettes modérément corrodées de 2024-T3 semble être légèrement plus élevée que les valeurs « référence ». De plus, la dispersion sur les valeurs de vitesse augmente avec le niveau de corrosion. Enfin, des essais de propagation de fissures menés sur les alliages 7075-T6 et 2024-T3 vieillis et corrodés à $R=0,5$ montrent que les effets du vieillissement en service diminuent en augmentant le rapport de charge. Pour le matériau poli (type TIII), les auteurs observent une légère augmentation de la vitesse de propagation, comparable à celle des matériaux corrodés.

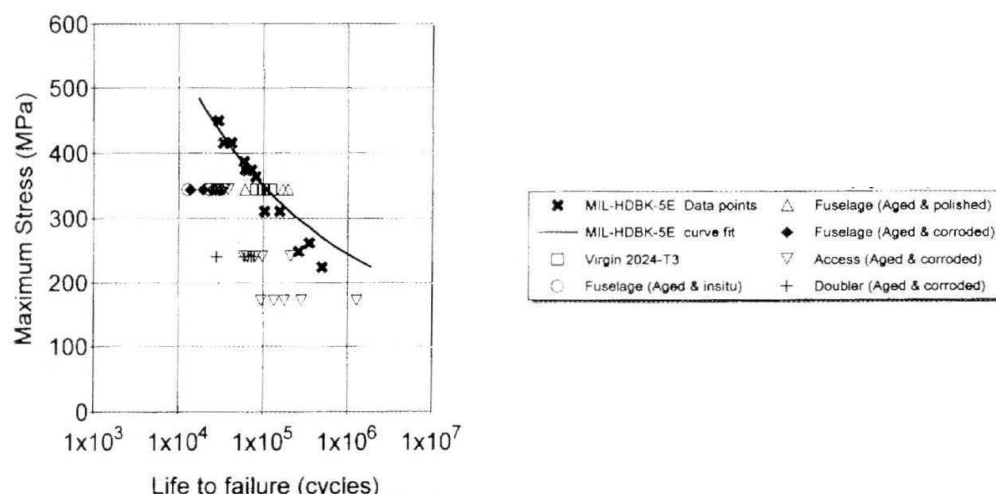


Figure 14 : Courbes S-N sur trois panneaux avec des configurations différentes en alliages 2024-T3 comparées à des valeurs « références » provenant d'un « Handbook » - Scheuring et Grandt [35]

Nesterenko et al [36-41] ont présenté de nombreux articles rapportant leurs travaux sur des pièces en alliage d'aluminium de voilure et de fuselage de plusieurs appareils comme des

Antonov, Boeing ou Airbus. Leurs études portent principalement sur les évolutions des propriétés mécaniques, de la résistance en fatigue, de la résistance résiduelle et du comportement en propagation de fissures après service des appareils. Les avions étudiés ont entre 8 et 38 années de service. Plusieurs nuances d'alliages sont étudiées mais il en ressort des conclusions similaires. Tout d'abord, les propriétés mécaniques statiques, quantifiées en traction par les valeurs de la résistance maximale, la limite d'élasticité et l'allongement à rupture, restent dans les spécifications des alliages. Par contre, ces auteurs observent une diminution de la durée de vie en fatigue, ainsi qu'une augmentation de la vitesse de propagation de fissure de l'ordre de 1,5 à 4 fois supérieure à celle mesurée sur matériau neuf, illustrée en Figure 15 et Figure 16, associée à une augmentation, de 1,15 à 1,4 fois, du facteur d'intensité de contrainte critique. Ces effets sont d'autant plus visibles lorsque les essais sont réalisés sur des zones de faible épaisseur, notamment sur des zones de voilure.

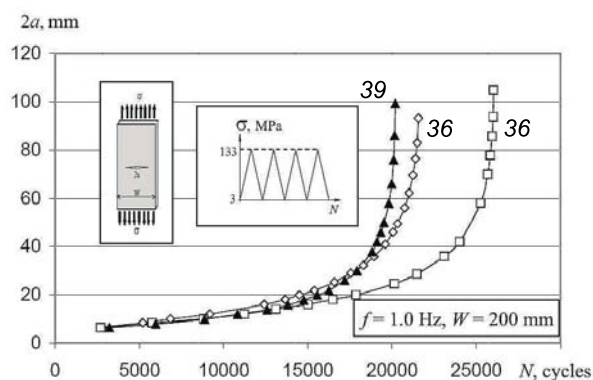


Figure 15 : Evolution de la taille de fissure dans des échantillons de panneau de fuselage d'un A310 après service (39) et dans l'état à la livraison (36) - Matériau 2024-T3 [41]

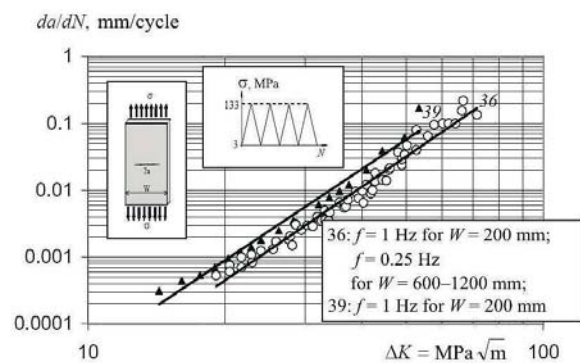


Figure 16 : Courbes de propagation pour les échantillons de panneau de fuselage d'un A310 après service (39) et dans l'état à la livraison (36) - Matériau 2024-T3 [41]

En étudiant des fissures observées sur des trous de rivetage d'un caisson central de C-130 en AA7075-T6, Johnson [42, 43] développe une méthode, appelée EIFS (Equivalent Initial Flaw Size), permettant de remonter à une taille de défaut, connaissant une taille de fissure à un instant t . Cette taille de défaut est présentée sous forme de distribution de probabilités par classe de tailles, comme présenté en Figure 17. Johnson [43] rapporte que dans le même temps, Rudd et Gray [44] développent une approche similaire sur un McDonnell Douglas F-4C/D (Figure 18).

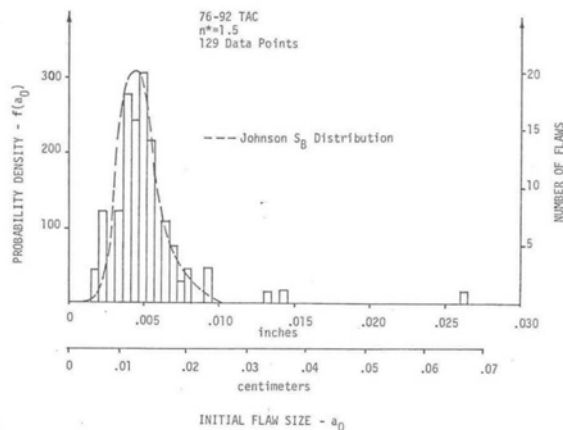


Figure 17 : Distribution d'EIFS pour 129 fissures détectées sur des perçages sur avions du TAC (Tactical Air Command) – Johnson [43]

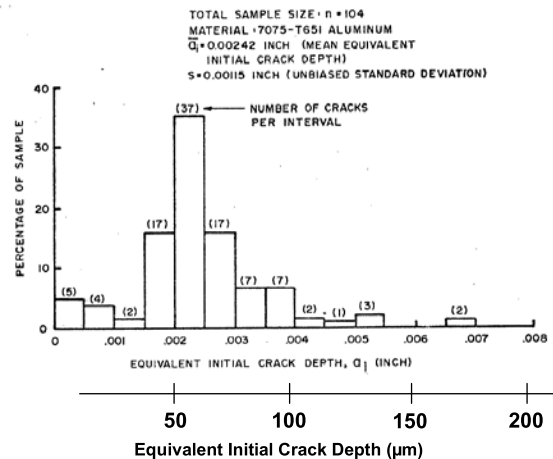


Figure 18 : Histogramme des "Equivalent Initial Crack Depth" pour un avion F/RF-4C/D – Rudd et Gray [44]

Le concept est le suivant : en utilisant la mécanique linéaire élastique de la rupture, la méthode de détermination des EIFS est la même quelle que soit la loi de propagation de fissures utilisée. Pour une éprouvette de fatigue donnée, cyclée avec un historique de charge connu, une part de la propagation de fissure peut être obtenue par essais in situ et / ou mesures fractographiques. Une série de prédictions de propagation de fissures peut alors être faite avec différentes tailles de défauts initiaux. La prédiction qui donne la meilleure corrélation entre l'analyse et les données expérimentales définit les EIFS. Si les fissures s'amorcent et se propagent en trois dimensions, la forme de la fissure doit également être prise en compte ; par conséquent, deux paramètres peuvent être des variables dans les prédictions : la taille et la forme du défaut initial. Johnson applique sa méthode sur d'autres structures comme des pales de turbines à gaz [43]. Fawaz et al [45] utilisent l'approche EIFS sur des jonctions de panneaux de voilure en réalisant des prédictions grâce aux logiciels FASTRAN et AFGROW. Ils déterminent ainsi des valeurs d'EIFS comprises entre 4 et 30 μm en prenant en compte des chargements « réalistes », mais pas l'influence des environnements en service, comme l'humidité, l'air salin, la poussière, etc..., qui peuvent avoir des effets sur l'amorçage de fissures et donc sur l'EIFS.

I.5. Synthèse bibliographique

Nous avons pu voir dans ce chapitre que l'utilisation des alliages d'aluminium est encore très répandue dans l'industrie aéronautique. Il est donc intéressant aujourd'hui d'avoir un retour d'expérience permettant de caractériser le vieillissement en service de ces matériaux aux structures métastables et de pouvoir qualifier et quantifier d'éventuels impacts sur la tenue en fatigue de ces alliages.

Nous nous sommes attachés à dresser un état de l'art de retours d'expérience liés aux matériaux provenant d'avions après service. Les auteurs n'arrivent pas tous aux mêmes conclusions, et ceci est probablement dû aux variations dans les conditions et le temps de service des appareils étudiés. Cependant, on observe souvent les mêmes tendances, à savoir un maintien ou une diminution de la durée de vie en fatigue sur les matériaux après service. Certains auteurs relèvent aussi une augmentation de la vitesse de propagation et une élévation du facteur d'intensité de contrainte critique. Toutefois, on n'a encore peu de retours d'expérience de cette nature, que ce soit sur des pièces avions ou sur d'autres composants. Il est donc aujourd'hui intéressant de compléter les recherches dans ce domaine en caractérisant un vieillissement réel en service et les éventuels impacts sur la tenue en fatigue des matériaux constitutifs des structures.

Pour ceci, il paraît intéressant d'étudier deux propriétés de fatigue, à savoir la durée de vie et la résistance à la propagation de fissure qui constituent deux données essentielles des principes de dimensionnement dont il convient d'examiner la validité en fin de vie. Grâce aux aspects généraux étudiés dans ces chapitres, nous pourrions ainsi mettre en place des essais de caractérisation, énoncés dans ce chapitre : la traction, la fatigue-endurance et la propagation, qui nous permettront de comparer des valeurs caractéristiques sur des matériaux provenant d'avions après service et sur matériaux neufs. Nous avons en outre mis en évidence l'importance de prendre en compte certains paramètres tels que l'état de surface ou bien la microstructure de l'alliage ; nous étudierons donc les évolutions microstructurales intervenues sur le matériau en service, et nous nous affranchirons des problèmes d'état de surface en polissant systématiquement nos échantillons.

L'analyse des surfaces de rupture en microscopie électronique à balayage appuiera l'analyse des résultats expérimentaux obtenus sur l'alliage 2024-T351. Une approche EIFS sera également appliquée grâce au logiciel AFGROW pour analyser les résultats d'endurance.

CHAPITRE II

Matériau et pièces de l'étude

Dans ce chapitre sont présentées les pièces de voilure provenant de l'un des premiers appareils AIRBUS A320 démantelés. Deux zones ont été sélectionnées pour l'étude, et comparées à un matériau neuf permettant d'établir des propriétés de référence pour les différents essais menés. Ensuite nous verrons les éprouvettes utilisées pour les essais statiques et de fatigue, ainsi que les machines et les protocoles utilisés.

II.1. Etude de la voilure de l'AIRBUS A320 MSN 004

Le programme AIRBUS A320 démarre en mars 1984, le premier vol se fait le 22 février 1987 et le premier appareil est livré en 1988. Depuis cette date, plus de 8000 avions furent commandés et environ 5000 sont encore en service, faisant de l'A320 le deuxième avion le plus vendu dans le monde après le Boeing 737.

En 2008, le premier A320 est démantelé ; il s'agit du MSN004 (Manufacturing Serial Number). Il vola pendant 21 ans, avec à son actif, 35342 heures de vol et 38637 cycles (définis par un décollage / un vol / un atterrissage). La durée de vie prévue pour les A320, qui sont les courts/moyens courriers, est de 50000 heures de vol ou 45000 cycles, avec souvent un ratio « heures de vol / cycles » proche de 1/1, sur une période de 20 à 25 ans.

Le travail présenté ici concerne les panneaux Intrados de l'A320 MSN004 constitués d'un alliage d'aluminium 2024-T351. Deux zones, sollicitées différemment en vol, ont été sélectionnées pour l'étude. La première est une zone d'extrémité de voilure comprise entre les nervures 26 et 27 et donc faiblement sollicitée mécaniquement. La seconde est la zone supportant les moteurs, comprise entre les nervures 5 et 8, donc plus fortement sollicitée en vol. Ces différentes zones sont présentées en Figure 19. Les travaux présentés dans ce manuscrit sont focalisés sur la tenue en fatigue résiduelle du 2024-T351 provenant de cette voilure, l'étude du vieillissement structural et de la tenue à la corrosion étant menée en parallèle pour la thèse de Céline Larignon [4] au sein du CIRIMAT à Toulouse.

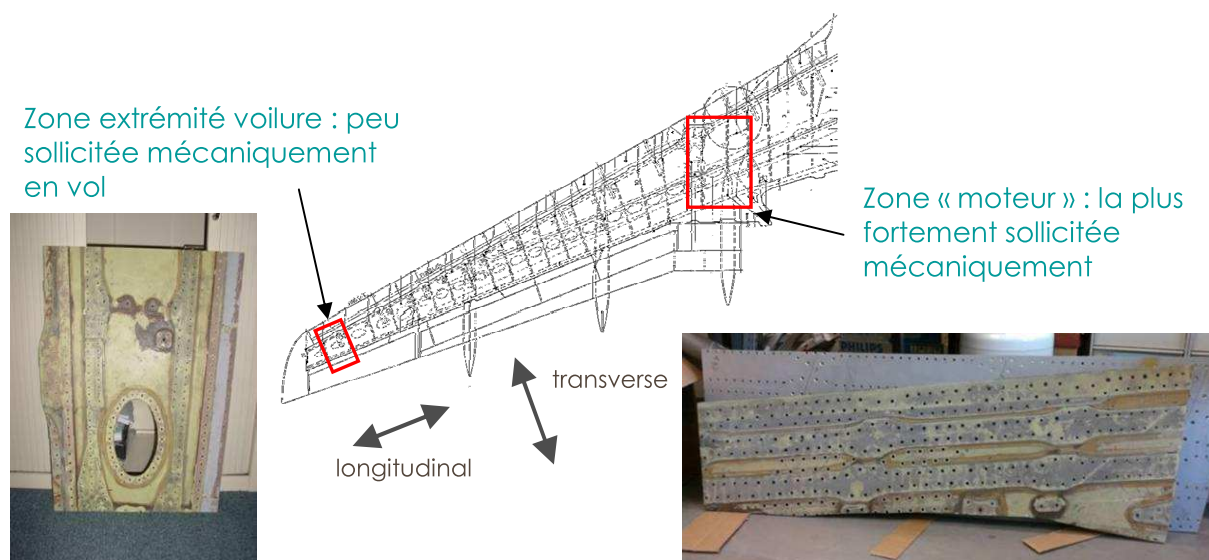


Figure 19 : Zones d'étude de l'intrados de voilure A320 MSN004

Les panneaux de voilure sont formés de tôles laminées, et l'orientation longitudinale des grains est choisie colinéaire à la direction longitudinale de la voilure. La micrographie présentée en Figure 20 présente l'orientation granulaire du panneau intrados de voilure étudié. Des études fines sur la microstructure ont été menées par Larignon [46, 47] sur les différentes zones testées. Elle observe alors une grande disparité de taille de grains avec des dimensions de l'ordre de 100 μm à 1 mm dans la direction L, et ce pour les deux zones de voilure étudiées. Cependant, au laboratoire, nous avons moyenné la taille des grains sur un certain nombre d'échantillons, et nous arrivons aux valeurs suivantes : 660 μm dans le sens L, 165 μm dans la direction TL et 50 μm selon TC.

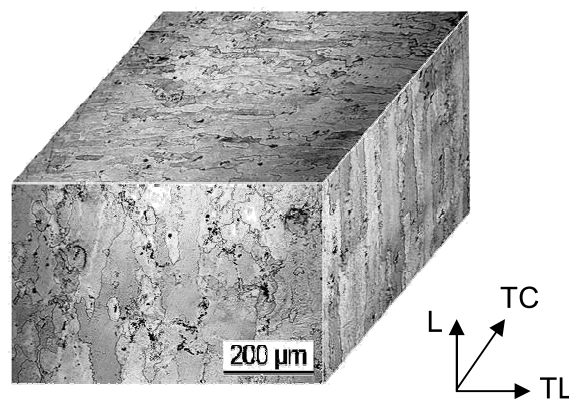


Figure 20 : Microstructure granulaire de l'alliage 2024-T351 constitutif de la voilure selon les trois directions de l'espace

Larignon [46, 47] s'est aussi intéressée aux précipités intermétalliques du matériau. Ils proviennent principalement d'impuretés présentes dans le matériau, comme le fer ou le silicium. Ils se forment lors de la coulée et sont peu modifiés par les autres traitements. Lors du laminage, ces précipités sont cassés et éparpillés suivant la direction L de laminage. Par des observations MEB couplées à de l'analyse EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometry), Larignon observe une microstructure hétérogène, notamment en termes de taux de précipitation et de répartition des précipités. Dans la direction du laminage, elle montre que les précipités sont bien alignés comme illustré en Figure 21. Quatre types de précipités intergranulaires sont alors décelés :

- Al_2Cu
- Al_2CuMg
- AlCuMnFeSi
- AlCuMnFe

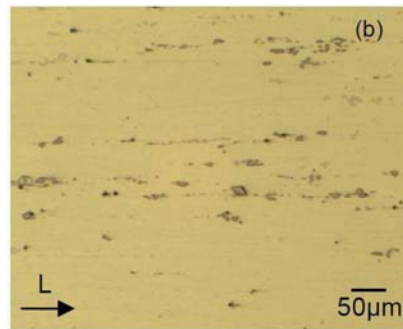


Figure 21 : Observation de la précipitation dans l'alliage 2024-T351 provenant de la zone extrême de voilure de l'A320 – Larignon [46]

II.2. Matériau neuf pour l'établissement de références

Pour mettre en place des valeurs et des courbes de référence, nous avons réalisé des essais sur un matériau neuf non vieilli, dans les mêmes conditions que le matériau de voilure. En effet, les éprouvettes ont été usinées de la même manière et polies jusqu'au micron pour les essais de fatigue.

La tôle utilisée pour la fabrication de ces éprouvettes neuves, est celle utilisée par Menan [22], lors de sa thèse au LMPM mais aussi pour celles de Augustin [48] au CIRIMAT et Pauze [3] à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne. C'est une tôle de 2024-T351 de 50 mm d'épaisseur fournie par EADS IW et produite par CORUS. Menan [22] a effectué des micrographies sur cet alliage afin de déterminer la taille et la morphologie des grains. La Figure 22 montre ainsi la microstructure de cet alliage dans les trois directions de l'espace. De manière statistique, Menan mesure alors des tailles de grains de 90 μm dans l'épaisseur TC, 210 μm suivant TL et 820 μm dans la direction de laminage.

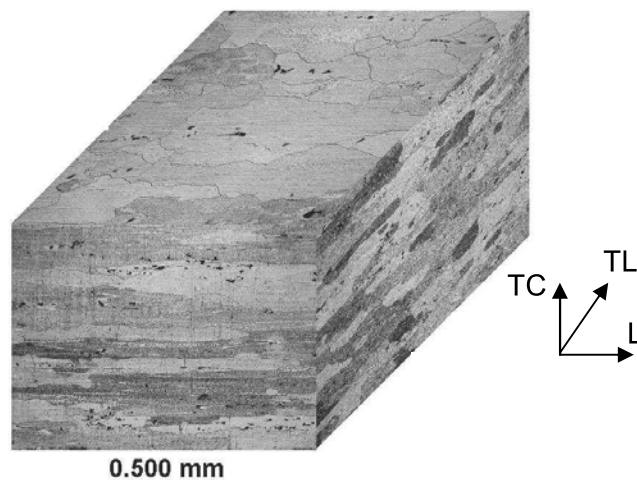


Figure 22 : Microstructure du 2024-T351 au coeur de la plaque – Menan [22]

II.3. Déroulement des essais

II.3.1. Eprouvettes

Tout d'abord, des essais de traction sont effectués pour déterminer les propriétés statiques du matériau 2024-T351 « neuf » et provenant des deux zones de voilure. La géométrie choisie pour ces essais est celle de l'ASTM E8 [49], illustrée par la Figure 23. Les éprouvettes sont prélevées dans la direction L et polies au papier 1000 pour enlever les bavures d'usinage.

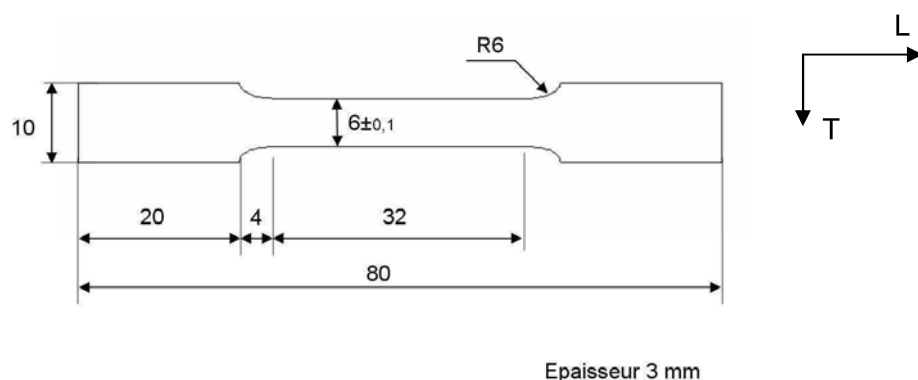


Figure 23 : Géométrie des éprouvettes de traction (ASTM E8 [49])

Par ailleurs, deux types d'essais de fatigue ont été réalisés sur la voilure de l'A320 : des essais de fatigue endurance et des essais de propagation de fissure.

Pour les essais d'endurance, la géométrie choisie est une géométrie utilisée par AIRBUS ; la voilure étant de faible épaisseur, le choix s'est tourné vers des éprouvettes plates à taille de guêpe désignées FPE 5 A. Elles sont présentées en Figure 24. L'épaisseur choisie pour ces éprouvettes est de 3 mm.

En ce qui concerne la propagation de fissure, toujours pour les mêmes raisons d'épaisseur, la géométrie CT n'a pas pu être utilisée ici et le choix s'est donc porté sur des géométries CCT de petite taille (CCT W40), présentées en Figure 25, pouvant admettre de fines épaisseurs et décrites par la norme ASTM E647 [50].

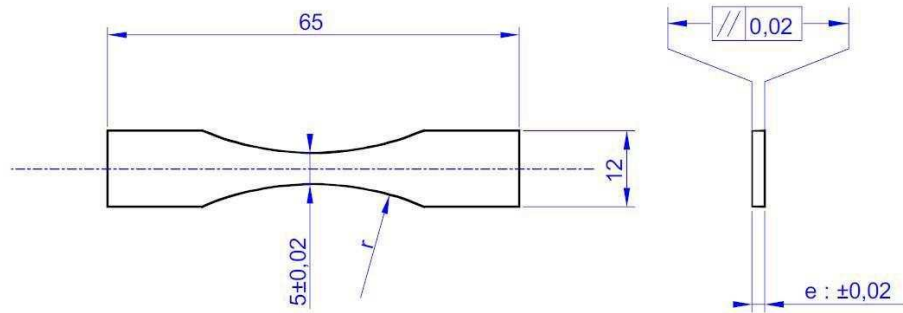


Figure 24 : Eprouvette de fatigue endurance FPE 5 A

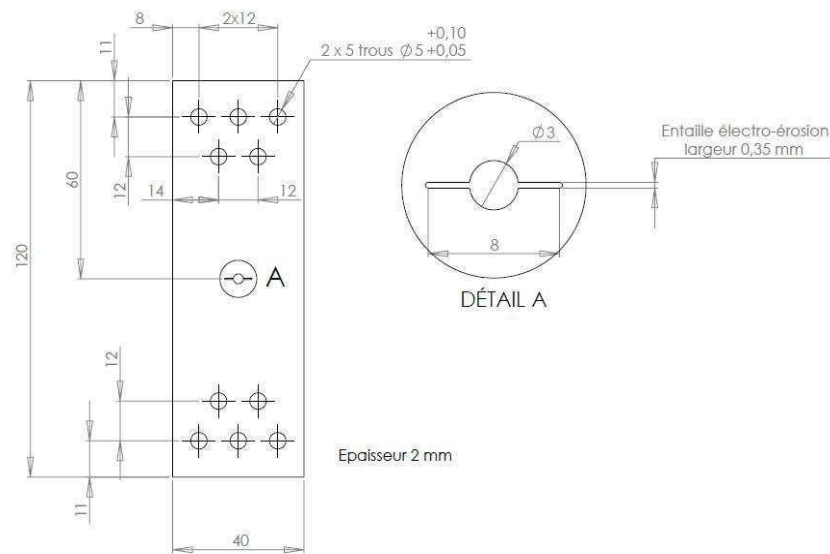


Figure 25 : Eprouvette de fissuration CCT W40

Les éprouvettes d'endurance sont prélevées au cœur de la tôle et selon deux directions : longitudinale et transverse et les éprouvettes CCT selon deux orientations : L-T et T-L. Avant essai, les éprouvettes sont polies jusqu'au micron pour s'affranchir de tout défaut de surface qui pourrait favoriser l'amorçage sur les éprouvettes d'endurance et pour permettre un suivi optique pour les éprouvettes de propagation.

II.3.2. Machine d'essais

Les essais de traction, de fatigue endurance et de propagation de fissures ont été réalisés sur la même machine, de type Instron 1341, présentée en Figure 26. C'est une machine servo-hydraulique d'une capacité de charge de 10 kN en traction/compression.

Pour la traction, la machine a été pilotée en déplacement avec une vitesse de déplacement imposée ; La valeur choisie est de 0,32 mm/s de manière à avoir une déformation de 10^{-3} /s

pour la géométrie d'éprouvettes choisie. Toutes les tractions sont conduites dans la direction longitudinale. On suit la déformation des éprouvettes à l'aide d'un extensomètre, cependant les valeurs d'allongement à rupture sont mesurées par rapport au déplacement de la traverse machine, car en fin de course, les extensomètres glissent sur les tranches de certaines éprouvettes.

Tous les essais de fatigue ont été menés à une fréquence de 20Hz et à un rapport de charge $R=0,1$. La fréquence permet de décrire la période d'un cycle et le rapport de charge correspond au rapport entre la contrainte minimal et la contrainte maximale du cycle de charge (Figure 28). Le signal de commande est un cycle sinusoïdal en charge. Le rapport de charge de 0,1 a été choisi pour avoir des essais comparatifs à ceux réalisés en industrie et éviter les problèmes de flambage en compression. Du fait de la géométrie particulière des éprouvettes CCT utilisées pour la fissuration, les effets de fermeture n'ont pas pu être évalués. Le comportement en fissuration, étudié dans la suite du manuscrit, sera donc évalué par des valeurs brutes et non des valeurs effectives.

Le suivi de la fissure pour les essais de propagation est réalisé optiquement, c'est-à-dire qu'on observe l'avancée de fissure à la binoculaire et on mesure cette avancée grâce à une vis micrométrique liée à la binoculaire qui donne une précision de mesure de l'ordre de 0,02mm. Le dispositif est présenté en Figure 27. Cette méthode ne donne qu'une information surfacique de l'état de la fissure, mais les éprouvettes testées étant d'épaisseur faible, la différence entre l'avancée de la fissure sur les deux faces est négligeable. Il n'est donc pas nécessaire de contrôler l'écart d'avancée sur les deux faces de l'éprouvette, cependant, il est plus convenable de faire des mesures sur les deux fissures se propageant de chaque côté du perçage de préfissuration.

En début d'essai, on fixe un facteur d'intensité de contrainte de $7 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour la préfissuration, pour lequel on détermine le cycle de chargement à $R=0,1$ grâce la loi polynomiale définie dans l'ASTM E647 par l'équation (V) :

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B} \sqrt{\frac{\pi \alpha}{2W} \cdot \frac{1}{\cos\left(\frac{\pi \alpha}{2}\right)}} \quad (V)$$

avec ΔP : Amplitude de charge appliquée ($P_{max} - P_{min}$)

B : Epaisseur de l'éprouvette

W : Largeur de l'éprouvette

$$\alpha = \frac{2a}{W} \quad \text{où } a \text{ est la longueur de fissure}$$

Lorsque la préfissure a atteint une certaine longueur (0,10 à 0,20mm), on fixe l'amplitude de charge de manière à obtenir une valeur initiale de $\Delta K = 7 \text{ MPa.m}^{1/2}$. La fissuration est ensuite conduite sous chargement à amplitude constante, de sorte que la valeur de ΔK augmente jusqu'à rupture.



Figure 26 : Machine de fatigue hydraulique Instron 1341

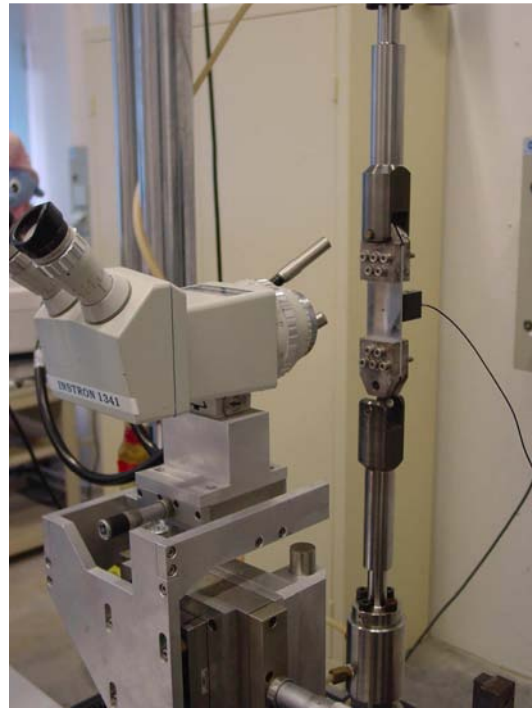


Figure 27 : Dispositif de mesure optique de l'avancée de fissure

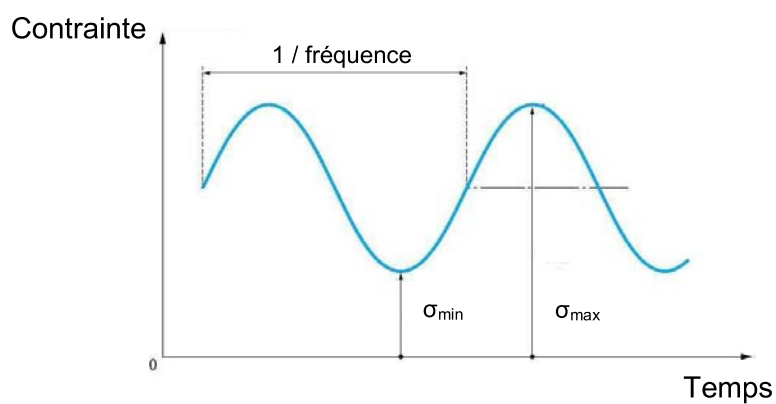


Figure 28 : Cycle sinusoïdal de contrainte pilotant les essais de fatigue

CHAPITRE III

Caractérisation du matériau et comportement en fatigue

Dans ce troisième chapitre, nous nous focalisons sur l'étude de la tenue en fatigue des alliages d'aluminium provenant de la voilure de l'A320 MSN004. Pour ce faire, une première série d'essais de traction a été menée pour caractériser les propriétés statiques des différentes zones de voilure étudiées ainsi que du matériau neuf. Par la suite, des essais d'endurance ont permis d'établir des courbes de Wöhler ou courbes d'endurance pour définir et comparer la durée de vie en fatigue de chaque zone. Enfin, des essais de propagation de fissure ont été conduits pour évaluer le comportement à la fissuration des matériaux vieillissants en service, toujours en comparaison avec le matériau neuf.

III.1. Caractérisation des propriétés statiques

Des essais de traction ont été effectués sur les différentes zones de la voilure ainsi que sur des éprouvettes de matériau neuf 2024-T351 pour établir une référence. Sur les courbes de traction sont relevées différentes propriétés mécaniques telles que le Module d'Young, la contrainte maximale, la limite d'élasticité et l'allongement à rupture.

Quelques courbes représentatives sont présentées en Figure 29. On observe une différence significative des propriétés mécaniques entre les différentes zones. La Figure 30 illustre cette différence en considérant une moyenne de trois essais par matériau et en prenant comme référence (à 100%) le matériau neuf. Il apparaît notamment que la zone d'extrémité de voilure voit sa limite d'élasticité et sa contrainte maximale augmenter respectivement d'environ 7 et 5% et son allongement à rupture diminuer de 4%. La hausse de R_m et R_e est marquante, puisque les barres d'erreur ne se recoupent pas, ce n'est cependant pas le cas pour l'allongement à rupture. La différence est cependant plus significative pour la zone « moteur » de la voilure avec une augmentation de 14% environ pour R_m et R_e et une chute de l'allongement à rupture de presque 23%. On a ici des modifications de propriétés marquées sans recouvrement des zones d'incertitude, malgré une forte dispersion sur les valeurs d'allongement à rupture, de l'ordre de 25% pour la zone «moteur» de voilure. Toutes les valeurs de résultats des essais de traction sont présentées dans le Tableau 3. Pour rappel, la valeur d'allongement à rupture est calculée à partir du déplacement de la traverse, car l'extensomètre est enlevé de l'éprouvette avant la rupture. Il convient toutefois de noter que l'ensemble de ces valeurs reste bien au-delà des valeurs de spécification de l'alliage qui donnent des valeurs minimales à atteindre, à savoir :

$$R_m = 442 \text{ MPa} / R_{e0,2} = 290 \text{ MPa} / A\% = 12 \%$$

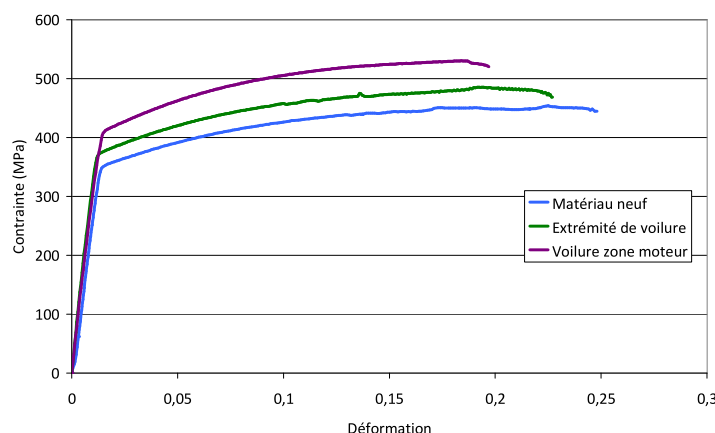


Figure 29 : Courbes de traction sur les différentes zones de voilure et sur matériau neuf

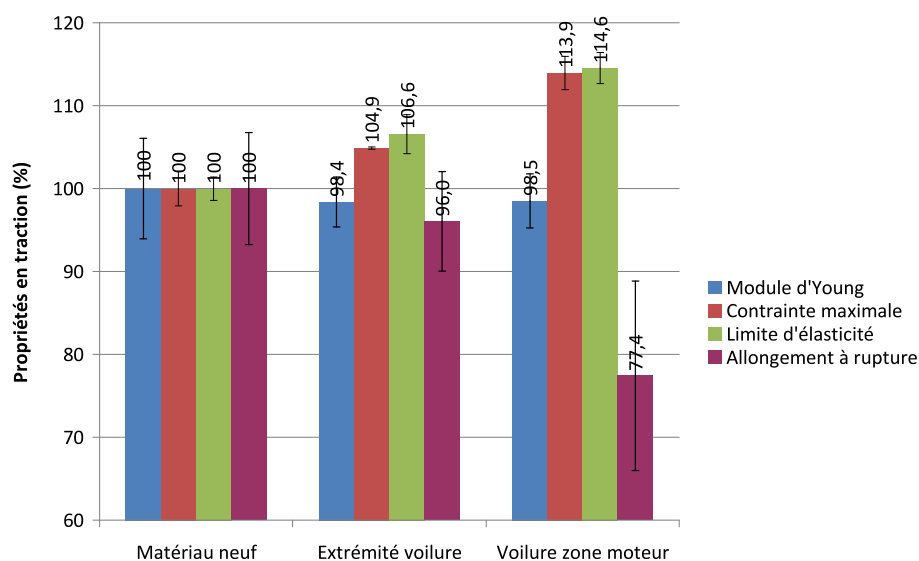


Figure 30 : Comparaison des résultats de traction, en valeurs relatives, des différents matériaux étudiés

	E (MPa)	R _m (MPa)	R _e (MPa)	A% Position
Référence Tôle neuve	75911	466	360	23,5
	69246	454	350	23,5
	69555	471	355	21,2
Voilure extrême A320	72268	487	385	21
	68273	486	370	21,3
	70722	486	380	23,2
Voilure – zone «moteur» A320	72841	536	410	19,8
	70262	519	400	15
	68418	530	410	18

Tableau 3 : Résultats d'essais de traction

On note donc un durcissement structural du matériau après service, et ce durcissement semble d'autant plus marqué que le matériau a été sollicité en vol, compte tenu de la différence relevée entre les deux zones de voilure.

III.2. Comportement en fatigue du matériau après service

III.2.1. Etude de la durée de vie en fatigue

Pour déterminer la durée de vie en fatigue des matériaux étudiés, des essais d'endurance (jusqu'à rupture) sont réalisés sur éprouvettes plates à taille de guêpe définies au paragraphe II.3.1. On établit ainsi les courbes de Wöhler ou courbes S-N pour chacun des états étudiés : matériau neuf / extrémité de voilure et voilure zone « moteur ». On réalise des essais à des niveaux de contrainte maximale compris entre 250 et 400 MPa, choisis en fonction des banques de données d'essais d'Airbus. Notons que ce dernier palier de contrainte maximale est légèrement au dessus de la limite d'élasticité. Les éprouvettes rompues sont ensuite observées au Microscope Electronique à Balayage pour caractériser les différents stades d'endommagement en fatigue, c'est-à-dire les stades d'amorçage de propagation et de rupture.

III.2.1.1. Courbes S-N

Les courbes S-N sont des diagrammes reportant la contrainte en fonction du nombre de cycles à rupture. La contrainte figurant en ordonnée sur les graphiques qui suivent est la contrainte maximale du cycle sinusoïdal à $R=0,1$. Les nombres de cycles à rupture des différents matériaux testés (neuf et voilure) sont reportés sur le graphique en Figure 31. On peut voir que le nuage de points dans l'ensemble est inscrit dans un faisceau assez fin avec une valeur maximale du ratio « nombre de cycles à rupture maximal / nombre de cycles à rupture minimal » de 3,7 obtenu pour le palier de contrainte de 300 MPa, entre une éprouvette de la zone « moteur » dans le sens longitudinal et une provenant de cette même zone dans la direction transverse. Cependant des tendances peuvent être dégagées. En effet, les ruptures des échantillons de la zone « moteur » de la voilure (triangles sur la Figure 31) semblent intervenir plus tard que les autres zones. Le matériau neuf est en position centrale avec des nombres de cycles à rupture intermédiaires et enfin la zone de voilure extrême présente les durées de vie les plus faibles. Enfin, pour toutes les zones, les éprouvettes prélevées dans le sens transverse ont un nombre de cycles à rupture plus faible que celles découpées longitudinalement.

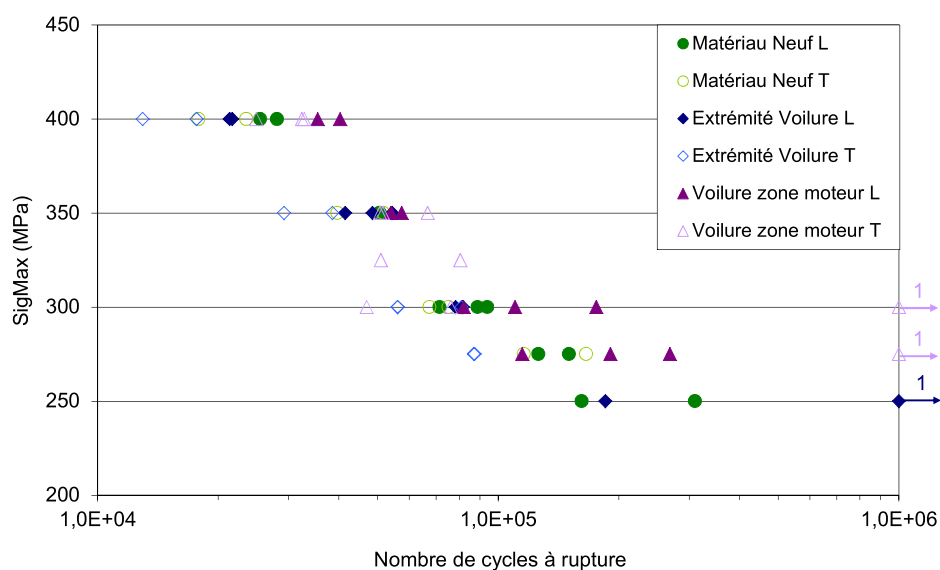


Figure 31 : Courbes S-N brutes sur les différents matériaux testés dans les sens longitudinal et transverse

Les courbes S-N par zone sont présentées en Figure 32, Figure 33 et Figure 34, pour le matériau neuf, l'extrémité de voilure et la zone « moteur » respectivement, afin de mieux visualiser les différences entre les deux directions de sollicitation étudiées. On calcule alors un abattement compris entre 1,05 et 1,10 (rapport « nombre de cycles à rupture longitudinal / nombre de cycles à rupture transverse ») selon le niveau de contrainte maximale étudié. Cet abattement est mesuré sur des régressions logarithmiques, qui permettent aussi de mieux visualiser la tendance des courbes de Wöhler. Le rapport « nombre de cycles à rupture longitudinal / transverse » augmente légèrement lorsqu'on observe les courbes obtenues sur le matériau de voilure extrême : il est compris entre 1,4 et 1,5. On peut ajouter que sur les deux premières courbes, Figure 32 et Figure 33, la dispersion est extrêmement limitée. La Figure 34, présentant les courbes S-N obtenues sur le matériau de la zone « moteur » de la voilure, qui est la plus sollicitée mécaniquement en vol, montre, par contre, une plus grande dispersion des durées de vie, surtout aux faibles niveaux de contrainte maximale (inférieures à 350 MPa).

Sur les courbes en Figure 33 et Figure 34, les éprouvettes n'ayant pas atteint la rupture au bout de 10^6 cycles sont repérées par les points « fléchés ». Ces non-ruptures sont seulement intervenues sur le matériau de voilure et pour les niveaux de contrainte les plus bas. Il est probable que ceci soit dû à une augmentation de la limite d'endurance, effet d'autant plus marqué sur la zone « moteur » de la voilure.

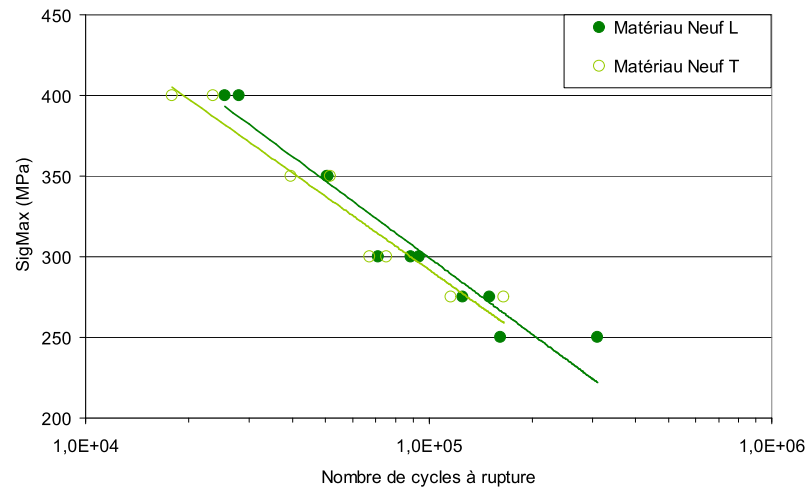


Figure 32 : Courbes S-N obtenues sur matériau neuf dans les directions L et T

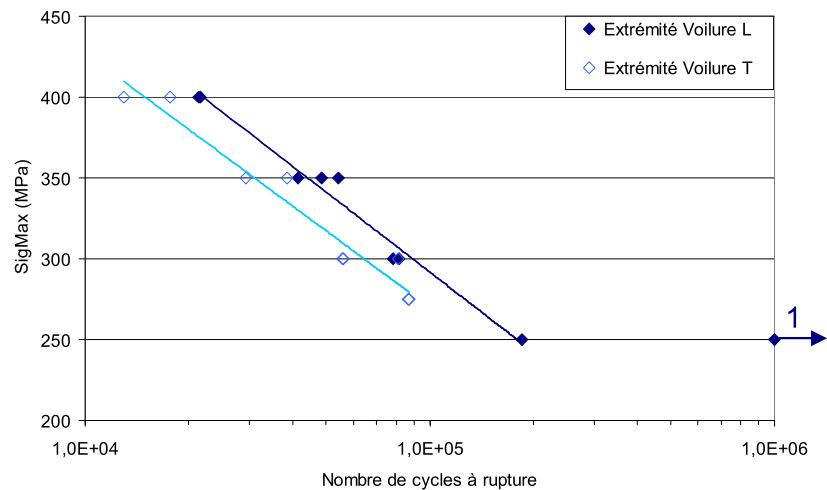


Figure 33 : Courbes S-N obtenues sur le matériau d'extrémité de voilure dans les directions L et T

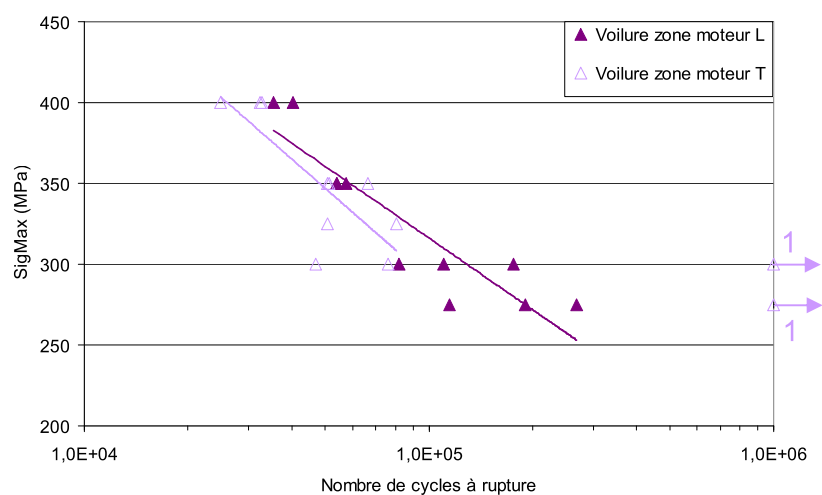


Figure 34 : Courbes S-N obtenues sur matériau de voilure provenant de la zone «moteur» dans les directions L et T

III.2.1.2. Observation des surfaces de rupture

Les surfaces de rupture sont observées au Microscope Electronique à Balayage. Toutes les observations sont réalisées sur un MEB JEOL 6400, à une tension d'accélération de 25kV. Ces observations apportent diverses informations sur le processus de ruine, à savoir sur l'amorçage des fissures, la propagation d'une fissure principale puis la rupture.

III.2.1.2.a. Zones d'amorçage

Tout d'abord, les observations à un grossissement assez faible permettent la localisation les sites d'amorçage. Ils peuvent être situés sur les faces, les tranches ou en coin de la section du faciès, comme illustré en Figure 35. Le relief indique la direction de propagation et le stade de fatigue observé : amorçage, propagation ou rupture. La Figure 36 montre différentes zones d'amorçage caractéristiques pour différents niveaux de contrainte max et les matériaux neuf et de volure. On observe parfois des amorçages multiples, comme sur les images (c) et (d) de la Figure 36, mais seulement une de ces zones mène à la rupture. Il peut également arriver que l'amorçage se produise sur plusieurs plans différents, comme le montre la micrographie en Figure 37. D'ailleurs, souvent, lors de la rupture, plusieurs plans de fissuration se rejoignent ; c'est par exemple le cas de l'éprouvette présentée en Figure 36 (b) : la fissure amenant à la rupture a amorcé en haut à gauche, sur la face de l'éprouvette, elle s'est ensuite propagée et, lors de la rupture, elle a rejoint une autre fissure, amorcée dans un plan parallèle, visible en bas à gauche de l'image. On peut observer cette rupture générant une bande de cisaillement, d'un autre point de vue sur la Figure 38.

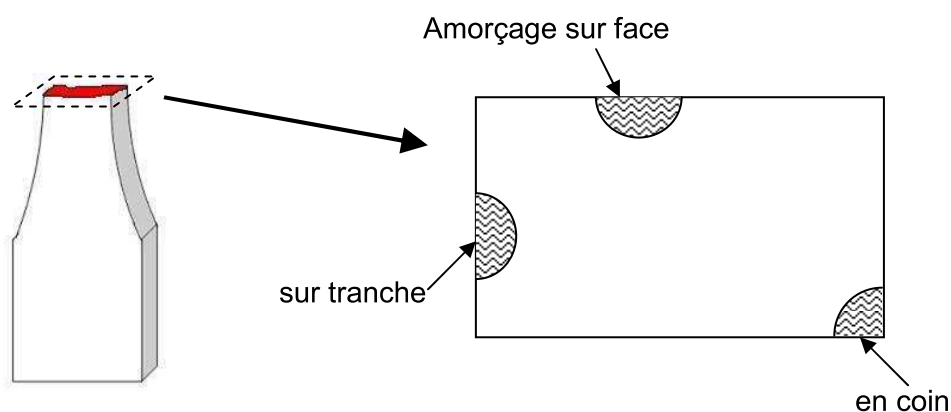


Figure 35 : Schématisation des sites d'amorçage rencontrés sur les surfaces de rupture en endurance

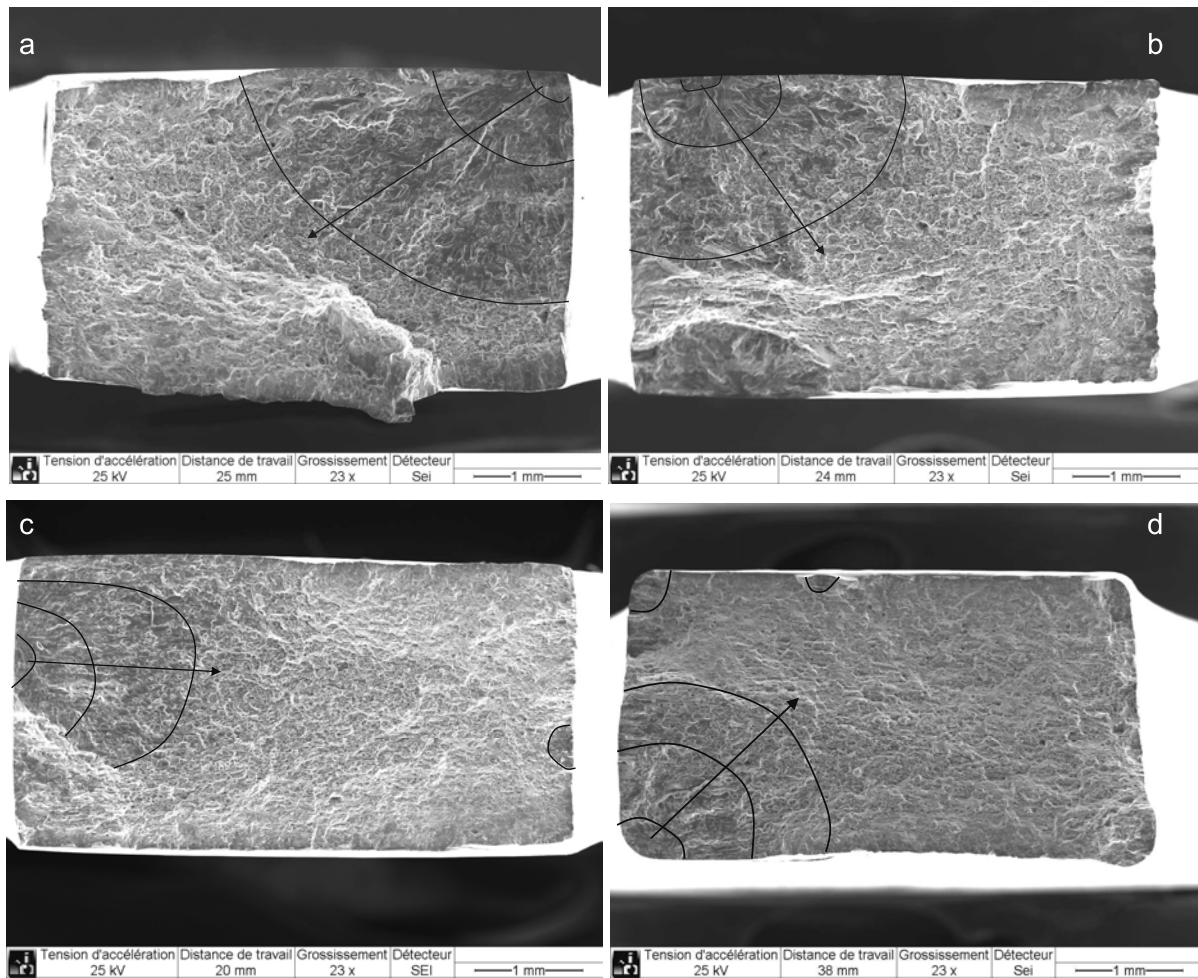


Figure 36 : Observations MEB de quelques surfaces de rupture en endurance obtenues sur matériau neuf à 250 MPa (a) et 300 MPa (b), sur matériau de voilure extrême à 300 MPa (c) et matériau provenant de la zone «moteur» de voilure à 400 MPa (d)

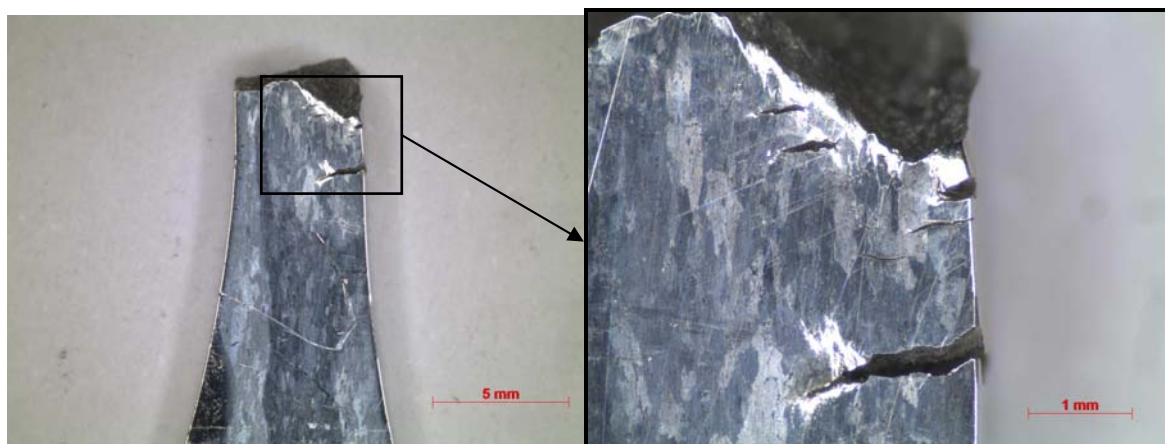


Figure 37 : Fissurations secondaires s'amorçant sur des plans parallèles au plan de rupture (échantillon de matériau « neuf » sollicité à un niveau de contrainte max de 300 MPa)

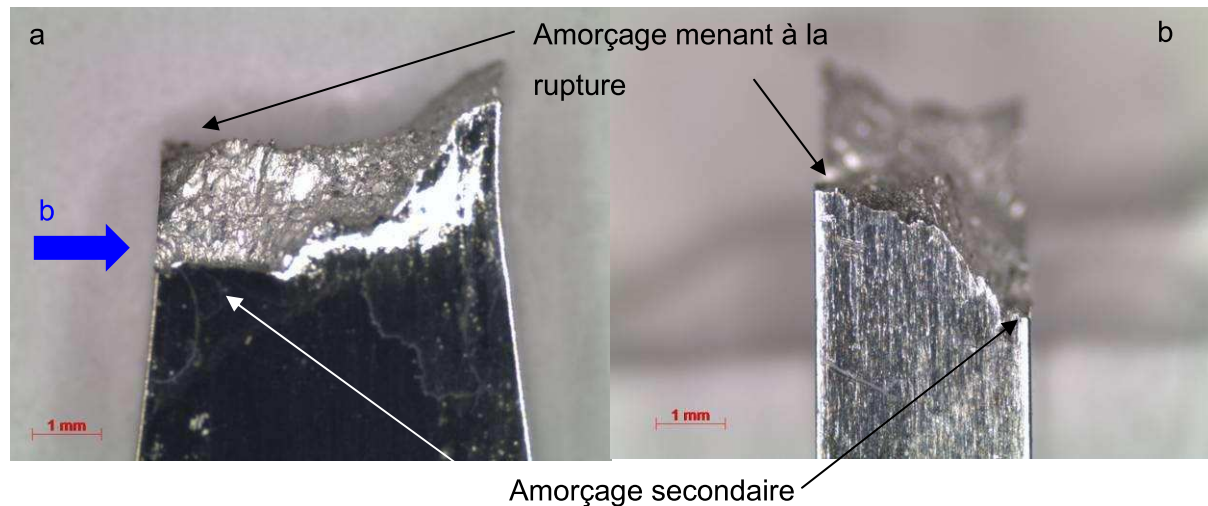


Figure 38 : Surface de rupture d'une éprouvette sur matériau « neuf » vue de face (a) et de profil (b) sollicité à un niveau de contrainte de 300 MPa

Il est très difficile de définir la cause de l'amorçage d'une fissure par l'observation des surfaces de rupture au MEB. Aucune inclusion, telles que celles décrites par Merati [14], n'a été observée. Il est toutefois possible de localiser ces points d'amorçage et d'estimer une taille de défaut initial pour la fissure principale. Les images de la Figure 39 montrent des observations de sites d'amorçage à fort grossissement.

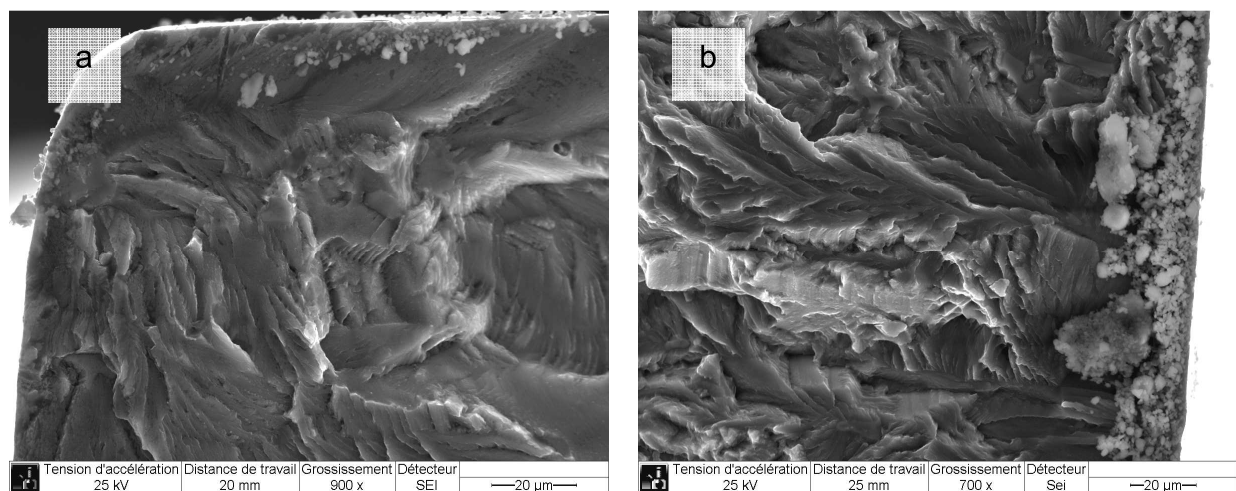


Figure 39 : Sites d'amorçages de fissures menant à la rupture repérés sur des éprouvettes de voilure extrême à 250 MPa (a) et de zone «moteur» de voilure à 300 MPa (b)

De plus, des sites d'amorçage secondaires sont reconnaissables. Certains sont présentés en Figure 40 pour les différents matériaux étudiés et différents niveaux de chargements. La taille de ces sites peut varier. Cette variation peut dépendre notamment du nombre sur une même surface de rupture et du moment d'apparition au cours de la durée de vie. Leur

nombre et leur taille ne semblent cependant pas dépendre du matériau étudié (voilure ou matériau neuf). Par contre, une tendance semble apparaître : le nombre de points d'amorçage secondaires semble dépendre du niveau de chargement : ils sont moins nombreux aux bas niveaux de contrainte, typiquement à 250 ou 275 MPa. Le Tableau 4 répertorie tous les sites d'amorçage observés sur les surfaces de rupture des éprouvettes longitudinales. Ce Tableau répertorie la localisation des sites d'amorçage menant à la rupture, le nombre et la localisation des points d'amorçage de fissure secondaires ainsi que l'observation de fissures créées dans des plans parallèles à celui de la rupture principale. La dernière colonne fait l'inventaire des ruptures liant deux fissures ayant propagé sur des plans parallèles.

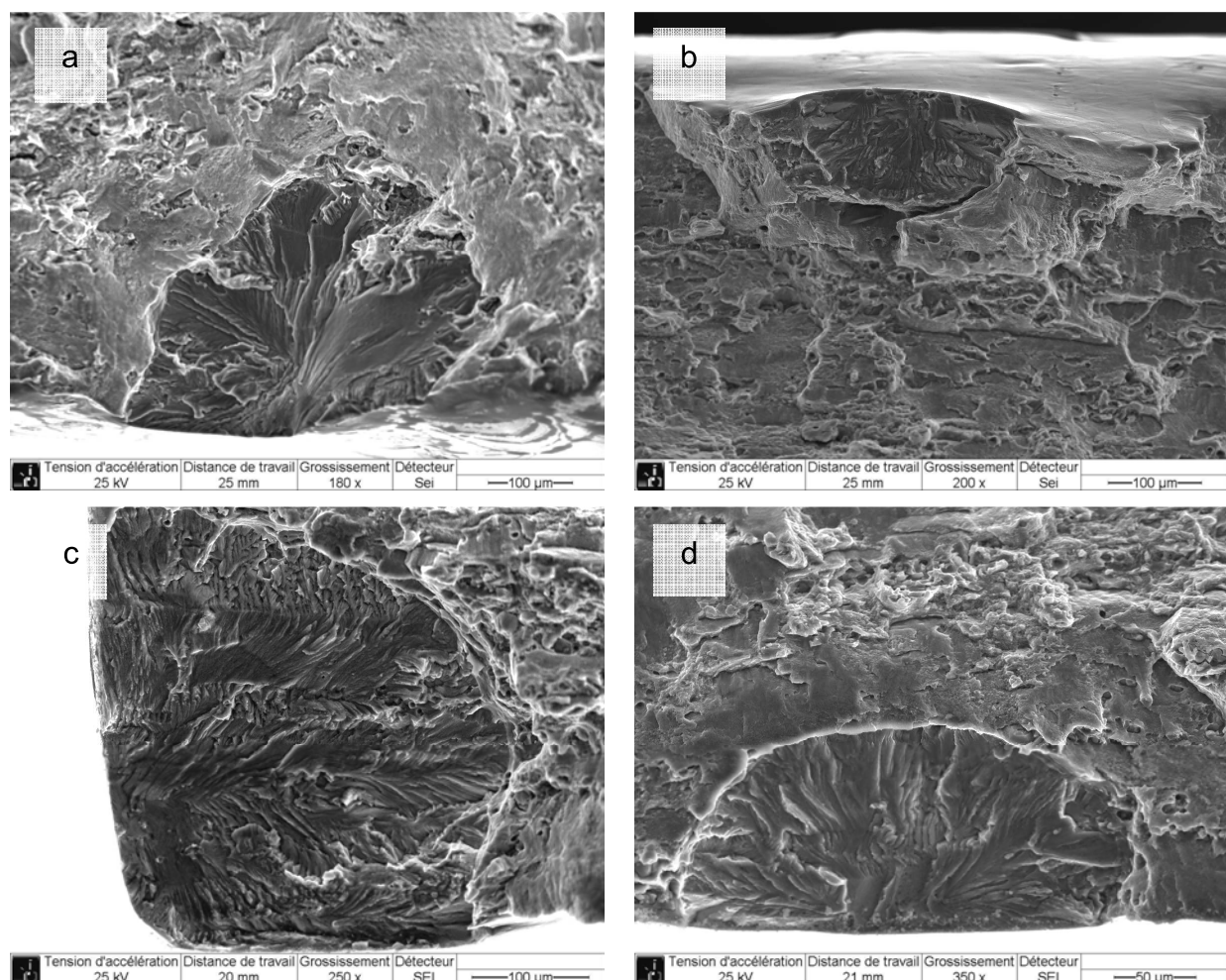


Figure 40 : Observations MEB de sites d'amorçage secondaires : matériau neuf à 300 MPa (a) / Zone «moteur» de voilure à 400 MPa (b) / Extrémité de voilure à 300 et 400 MPa (c et d)

	Contrainte max (MPa)	Echantillon	Sites d'amorçage				
			Localisation fissure menant à la rupture	Fissures secondaires repérées			
				Sur surface de rupture	Localisation	Sur plan parallèle	Rupture entre deux fissures de plans parallèles
Référence	250	FPE-RL-09	face	0			
		FPE-RL-11	coin	0		oui	oui
	300	FPE-RL-01	face	1	face	oui	oui
		FPE-RL-05	face	5	face et tranche	multiple	oui
	400	FPE-RL-03	coin	1		oui	
Voilure extrême	250	FPE-IL-07	interne / sous-couche ?	0			
		FPE-IL-09	coin	0			
	300	FPE-IL-01	tranche	1	coin		
		FPE-IL-06	tranche	1	tranche		
	400	FPE-IL-03	coin	3	coin et tranche	oui	oui
		FPE-IL-04	tranche	2	face et tranche		
Voilure Zone «moteur»	275	FPE-IL[5-8]-05	tranche	0			
		FPE-IL[5-8]-07	coin	0			
	300	FPE-IL[5-8]-01	face	1	coin	oui	oui
		FPE-IL[5-8]-11	tranche	1	tranche		
	400	FPE-IL[5-8]-06	tranche ou interne / sous-couche?	0		oui	
		FPE-IL[5-8]-08	coin	2	face et coin	oui	

Tableau 4 : Inventaire des sites d'amorçage (primaires et secondaires) des éprouvettes longitudinales observées au MEB provenant du matériau neuf et des deux zones de voilure

On remarque, à l'examen de ce Tableau, et comme énoncé précédemment, que les fissures secondaires semblent davantage présentes aux forts niveaux de contrainte (à partir de 300 MPa). Par ailleurs, des fissures dans des plans parallèles à celui de la rupture sont aussi observées sur les échantillons rompus dans la direction Transverse. Toutefois, elles semblent apparaître à des niveaux de contraintes supérieurs à ceux relevés pour la direction L, c'est-à-dire pour 350 et 400 MPa. Elles sont également moins nombreuses et mènent peu souvent à une rupture par bande de cisaillement. Ceci peut s'expliquer par la configuration dans laquelle évolue la fissure au sein du matériau ; en effet, comme l'illustrent les schémas de la Figure 41, la fissure se propage sur une plus longue distance avant de rencontrer un obstacle microstructural lorsqu'on sollicite le matériau dans la direction

transverse. Elle est donc moins contrainte à trouver un autre chemin de fissuration et/ou il n'est pas nécessaire d'amorcer sur d'autres plans.

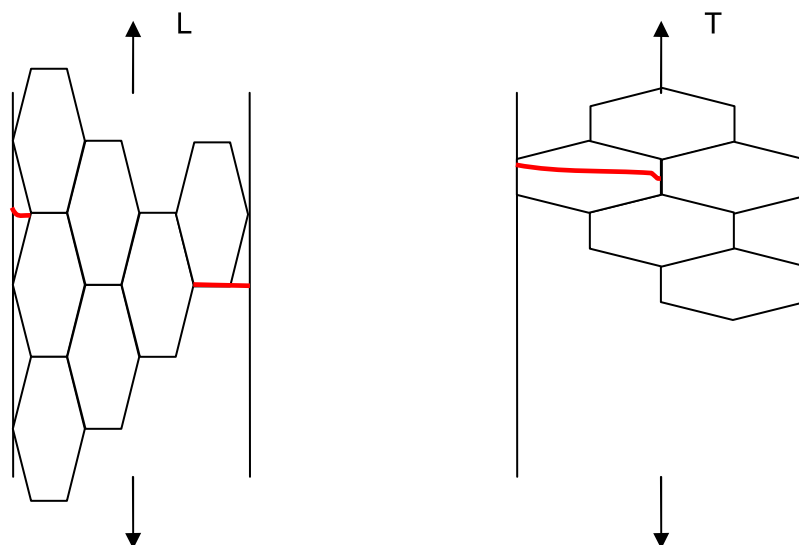


Figure 41 : Schématisation de l'avancée de la fissure en fonction de la direction de sollicitation et de l'orientation des grains

Dans le Tableau 4, on peut noter que, pour deux échantillons, l'amorçage pourrait s'être produit en sous-couche, à une distance comprise entre 200 et 500 μ m de la surface. Les fractographies MEB de ces deux éprouvettes de voilure sont présentées en Figure 42 et Figure 43. Si aucun amorçage en surface n'est observé sur la Figure 43, il semble qu'une zone en dessous de la surface (montrée par la flèche rouge) puisse avoir donné naissance au défaut initial. Les deux zones identifiées comme pouvant être des sites d'amorçage interne, sont toutes deux assez semblables : en effet, on y retrouve une grande zone facettée et des fissures internes secondaires de grande taille (pointées par les flèches blanches). Les facettes pourraient être un signe de présence du Pseudo-Stade I, présenté au paragraphe I.3.3.3 qui serait d'ailleurs la preuve d'un amorçage interne conduisant à un premier stade de propagation en environnement inerte. Cet aspect sera développé au paragraphe III.2.1.2.d. Pour au moins l'une des deux éprouvettes considérées, à savoir l'éprouvette d'extrémité de voilure, présentée en Figure 43, l'amorçage interne se traduit par une répercussion sur la durée de vie : en effet, la rupture est intervenue après plus de 6 millions de cycles, soit une durée de vie 30 fois supérieure à celle attendue.

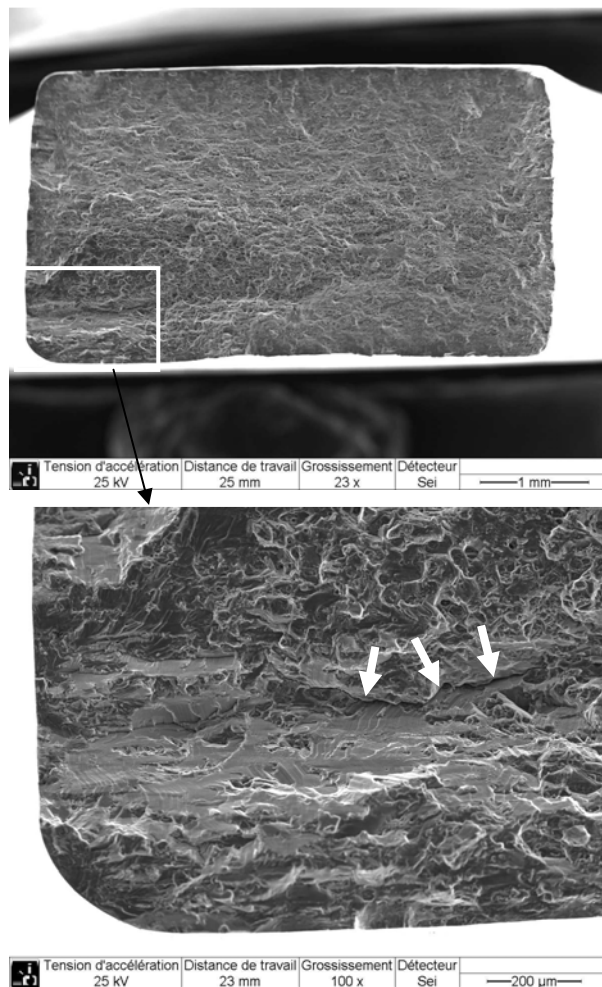


Figure 42 : Images MEB de la surface de rupture d'une éprouvette de la zone «moteur» de voilure à un niveau de contrainte max de 400 MPa

Flèches blanches : Fissure secondaire

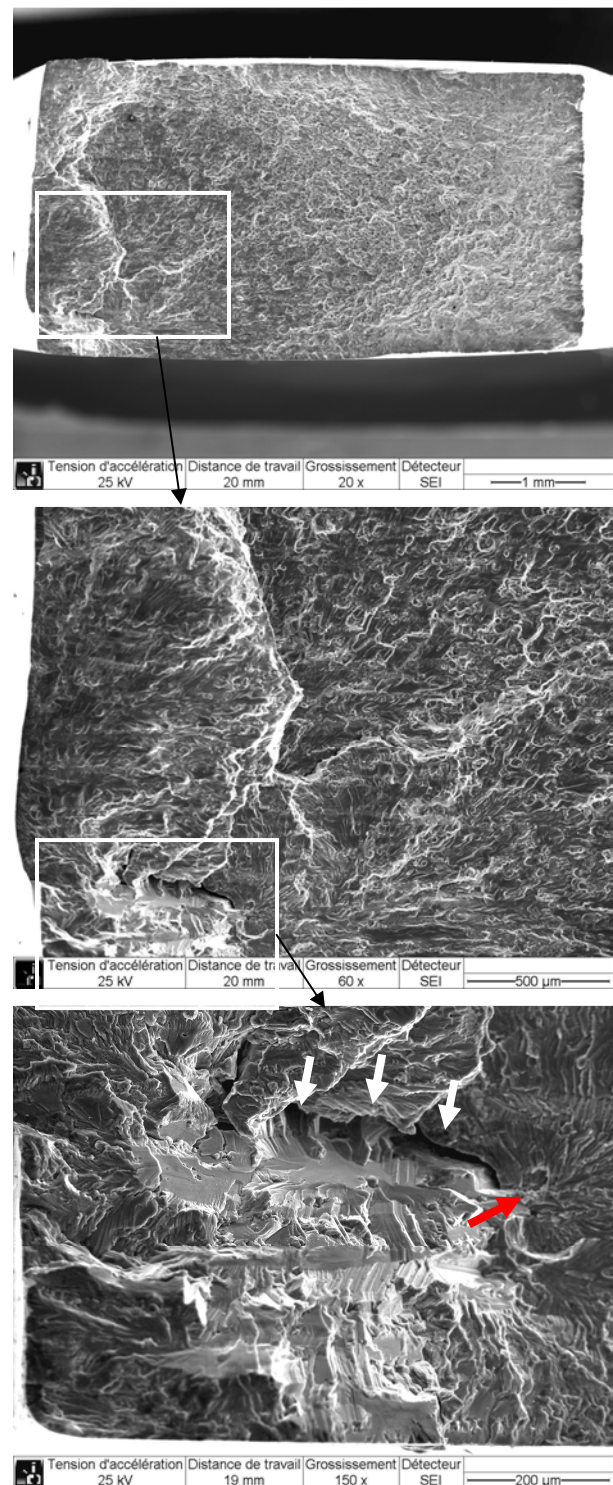


Figure 43 : Images MEB de la surface de rupture d'une éprouvette de voilure extrême à un niveau de contrainte max de 250 MPa

Flèches blanches : Fissure secondaire

Flèche rouge : possible amorçage interne

III.2.1.2.b. Propagation

L'examen des surfaces de rupture suggère que la phase de propagation constitue une part importante de la durée de vie totale. Dans la zone de propagation, on observe des marches typiques de la rupture par quasi-clivage. On voit aussi apparaître des cupules traduisant des ruptures au niveau des précipités grossiers intermétalliques par cisaillement ou coalescence de vide. Des cupules sont visibles en Figure 44. Les images MEB de cette Figure 44 proviennent de la même zone et permettent d'identifier les différents précipités en fond de cupules. La nature de ces précipités a été déterminée par EDS ; on en observe deux types : les premiers composés majoritairement de Cu (vert) et d'un peu de Mg (bleu) et les seconds sont riches en Fe (jaune) et en Mn (rouge). Certains précipités ne sont pas colorés car ils subissent un effet d'ombrage. On remarque que les précipités Fe-Mn semblent former une ligne qui pourrait correspondre à un joint de grain. Ceci est en accord avec les travaux, énoncés au paragraphe I.2.5.2, de Larignon [4, 46, 47] et de Pauze [3] qui observent, entre autre, des précipités intragranulaires Al_2CuMg et ceux de Ringer [7] qui, lui, parle d'un phase intergranulaire Al-Cu-Mn-Fe. De plus, on relève un grand nombre de zones de stries de fatigue, présentées au paragraphe suivant. Enfin on remarque également sur la zone de propagation des zones facettées similaires à celles observées dans les zones d'amorçage. Quelques exemples sont donnés en Figure 45.

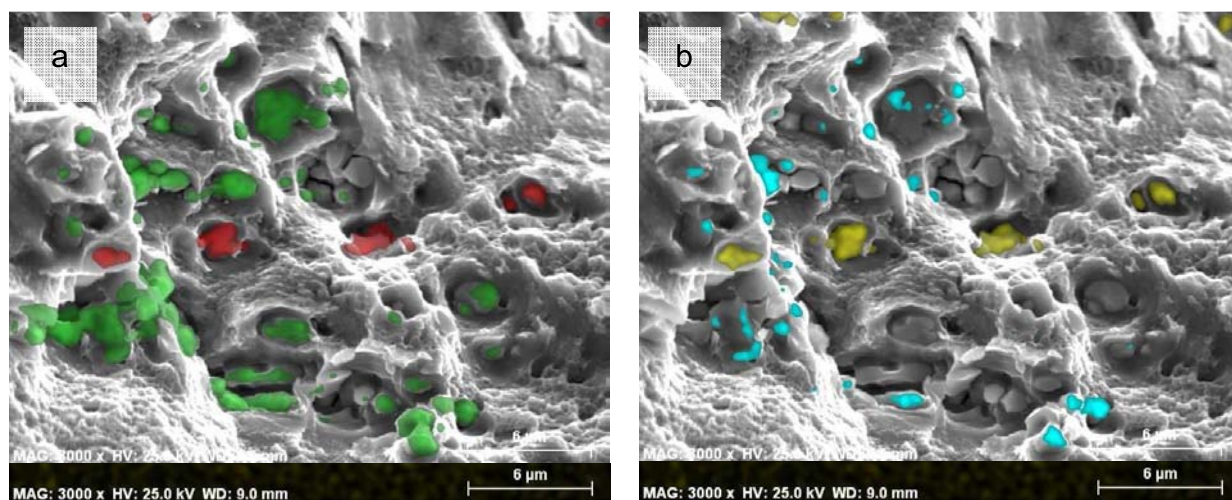


Figure 44 : Images MEB + analyse EDX montrant des précipités en fond de cupules (extrémité de voilure – 250 MPa) observés dans la zone de rupture

Cu : vert / Mn : rouge / Fe : jaune / Mg : bleu

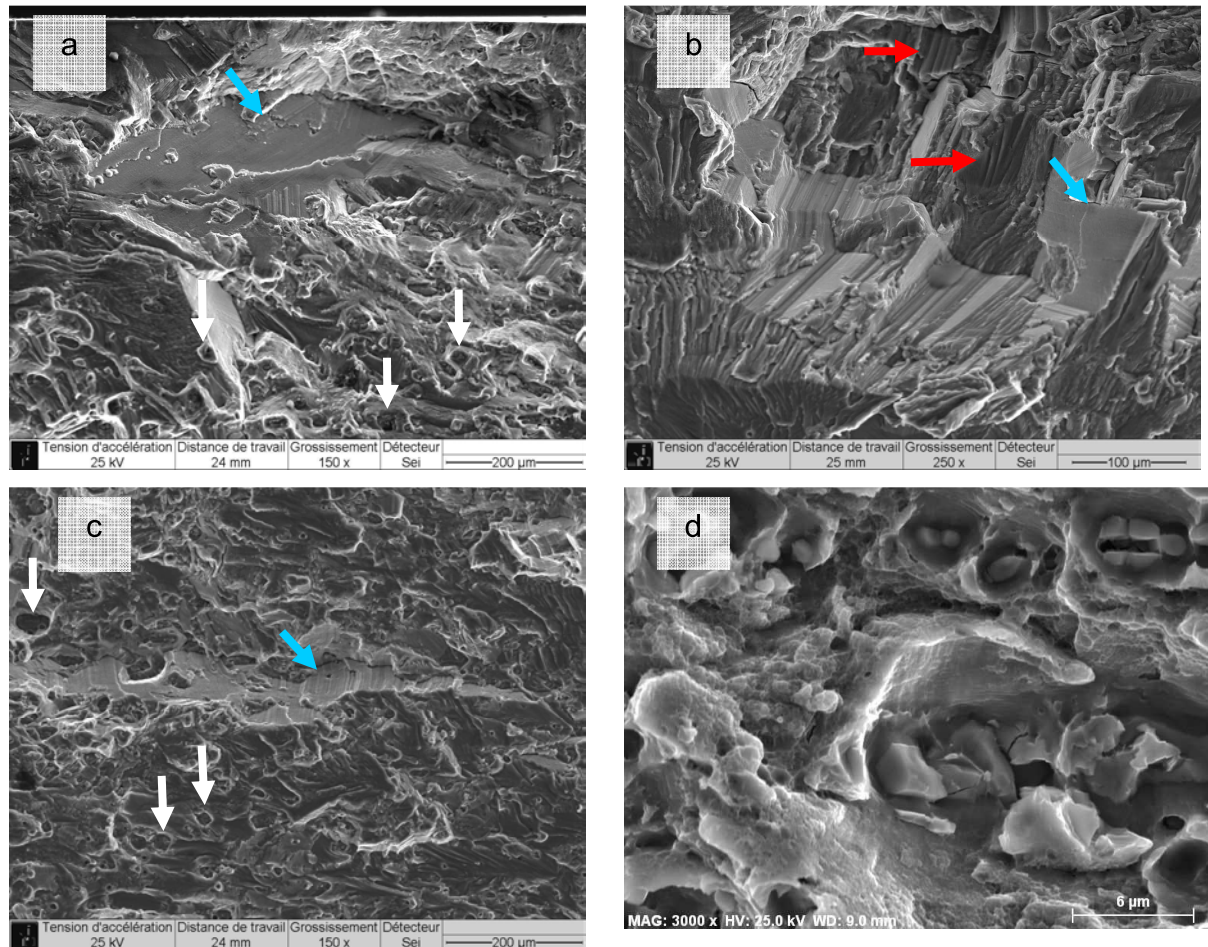


Figure 45 : Zones de propagation du matériau neuf à 250 (a) et 300 MPa (b), de la zone «moteur» de voilure à 275 MPa (c) et de l'extrémité de voilure à 250 MPa - cupule à fort grossissement (d)

Flèches blanches verticales : cupules

Flèches rouges horizontales : quasi-clivage

Flèches bleues à 45° : facettes

III.2.1.2.c. Stries de fatigue

On repère aussi de nombreuses zones présentant des stries de fatigue, comme montré en Figure 46. Elles sont visibles sur toute la plage de propagation, de la fin de la zone d'amorçage à la rupture. Les observations des stries les plus fines, localisées en fin d'amorçage, à basse vitesse de propagation, ont été réalisées au MEB FEG. Les stries informent sur la vitesse de propagation de la fissure locale, en mesurant la distance interstries et en assimilant une strie à une avancée par cycle.

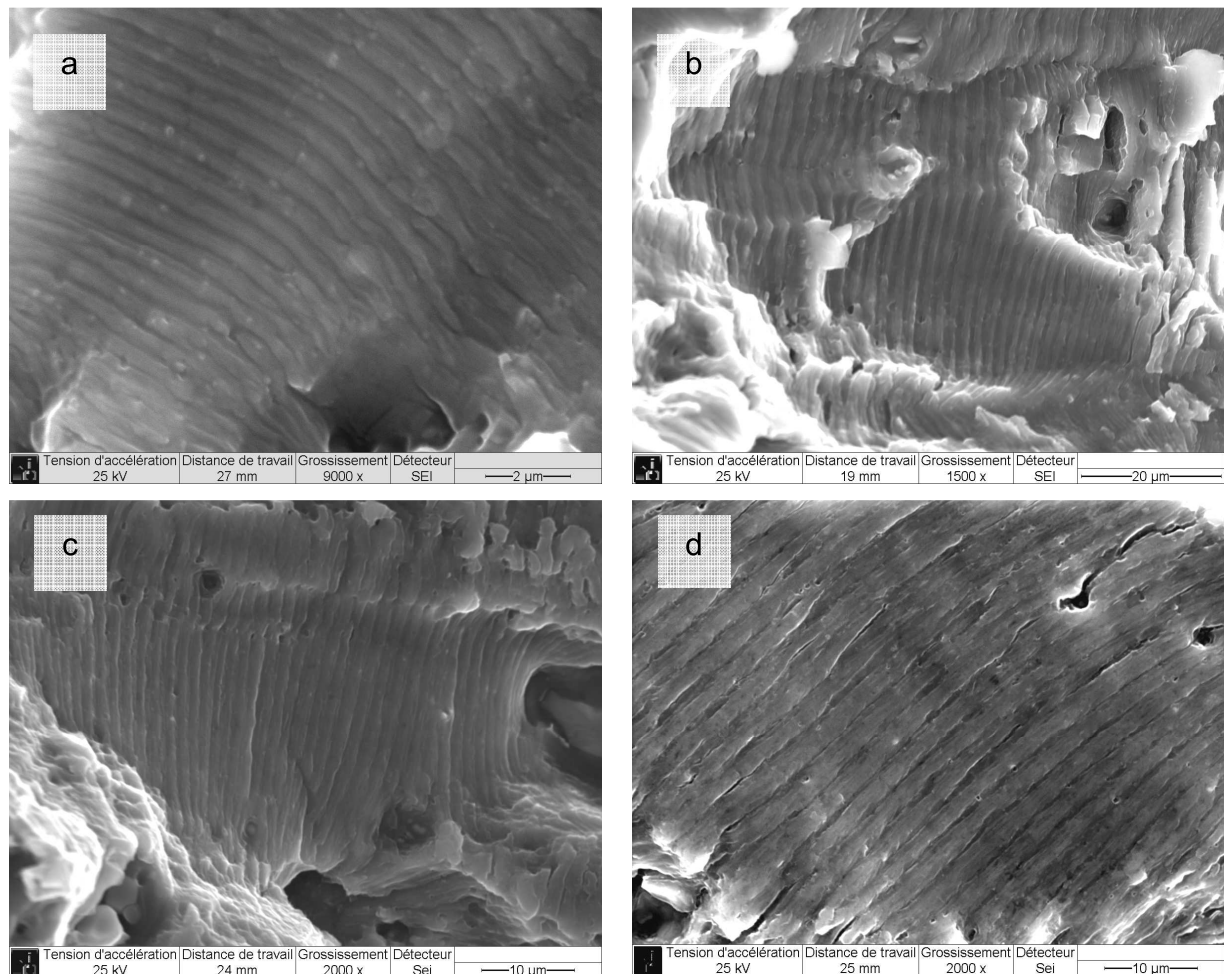


Figure 46 : Stries de fatigue observées sur les surfaces de rupture des éprouvettes d'endurance prélevées sur la voilure extrême pour des niveaux de contrainte maximale de 400 MPa (a) et 300 MPa (b) et sur la zone «moteur» à 275 MPa (c) et à 300 MPa (d)

Des mesures interstries sont réalisées sur des éprouvettes de matériau neuf, d'extrémité de voilure et de zone « moteur » de voilure. Un exemple est donné en Figure 47 sur une éprouvette de matériau neuf ; les micrographies sur les autres éprouvettes sont présentées en Annexe 3. Le niveau de contrainte maximal appliqué était de 250 MPa. Quatre zones ont été sélectionnées dans la phase de propagation pour identifier des stries de fatigue. Pour chacune de ces zones striées, les mesures d'interstries sont données dans le Tableau 5. Les valeurs sont généralement de l'ordre de 10^{-7} à 10^{-6} m et on observe que plus on s'éloigne de la zone d'amorçage, plus la distance interstries est grande et donc plus la vitesse augmente. Les stries observées en zone 4, ayant une vitesse de propagation d'environ 10^{-6} m/cycle est l'une des dernières observables avant la zone de rupture finale, reconnaissable par ses nombreuses cupules. Sur les autres échantillons observés, on retrouve les mêmes gammes de vitesses avec un maximum avant rupture d'environ $1,6 \times 10^{-6}$ m/cycle.

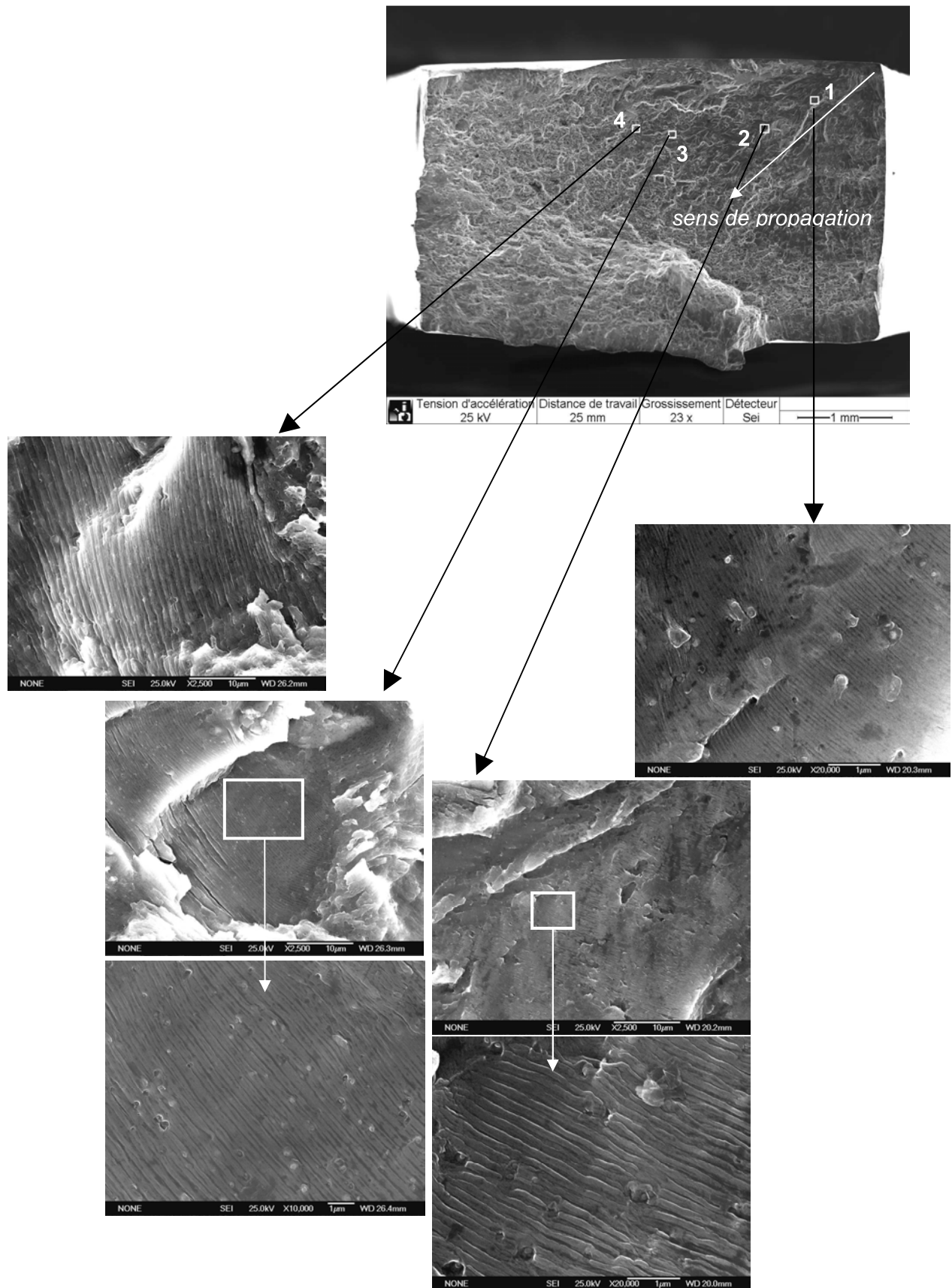


Figure 47 : Surface de rupture d'une éprouvette provenant de la tôle de matériau neuf, observée au MEB FEG – Evolution des distances interstries en fonction de la distance au site d'amorçage

	Distance au site d'amorçage (mm)	Interstries (m)
Zone 1	0,7	$8,91.10^{-8}$
Zone2	1,35	$1,96.10^{-7}$
Zone 3	2,25	$3,85.10^{-7}$
Zone 4	2,6	$1,04.10^{-6}$

Tableau 5 : Calcul des vitesses de propagation par mesure « locale » d'inter-stries

Ces mesures permettent de tracer la distance interstries en fonction de l'avancée de la fissure (ou distance au site d'amorçage). Le graphique en Figure 48 rend compte de ces mesures sur les trois matériaux étudiés. Les trois éprouvettes ont un site d'amorçage en coin de surface de rupture. On relève une différence entre l'éprouvette de la zone « moteur » de voilure (en triangles violets) et les deux autres matériaux. En effet, les points expérimentaux pour cette zone décrivent une courbe avec des distances interstries plus grandes que pour les essais sur matériau neuf et sur matériau de voilure extrême, pour une même avancée de fissure. Cet effet est particulièrement marqué pour des distances à la zone d'amorçage supérieures à 1,5 mm. Il convient toutefois de noter que cette différence n'a pas d'impact notable sur la durée de vie.

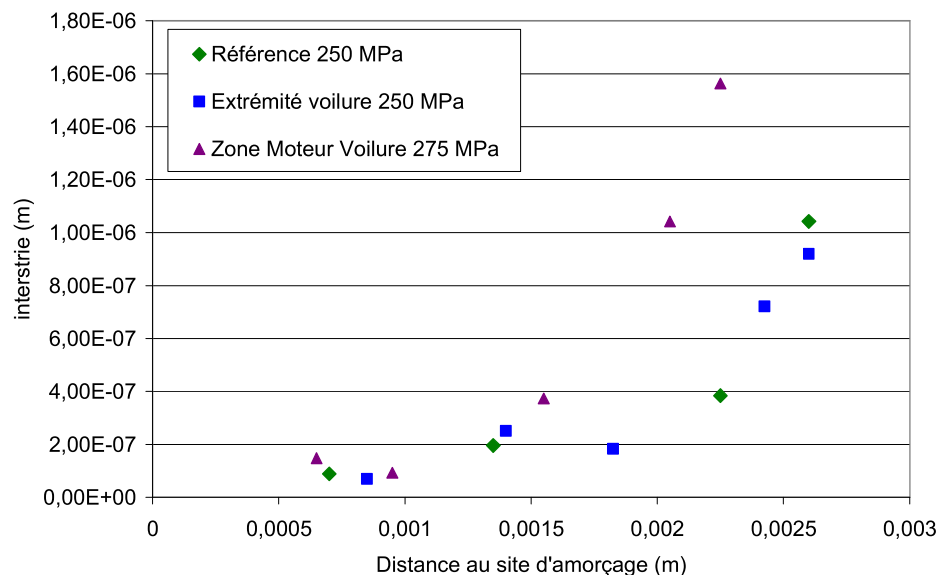


Figure 48 : Evolution de la distance interstries en fonction de la distance à la zone d'amorçage pour des éprouvettes provenant de la tôle de matériau neuf et des deux zones de voilure

III.2.1.2.d. Facettes cristallographiques

Enfin, comme on a pu le voir précédemment, les observations ont mis en évidence la présence de facettes, présentées en Figure 49, localisées dans les zones proches du site d'amorçage et dans la zone de propagation stable. Ces facettes sont réminiscentes de celles observées en propagation en Pseudo-Stade I [20-22], présentées au paragraphe I.3.3.3. Cependant, leur nombre très important sur la plupart des surfaces de rupture observées montre qu'elles ne peuvent pas toutes être la conséquence d'amorçage de fissure en sous-couche comme on a pu le voir précédemment. Elles sont présentes sur les trois matériaux : neuf, d'extrémité de voilure et de la zone moteur de voilure. De plus, on ne relève pas de tendance quant au nombre de ces facettes, à leur densité ou à leur surface, en fonction du matériau étudié.

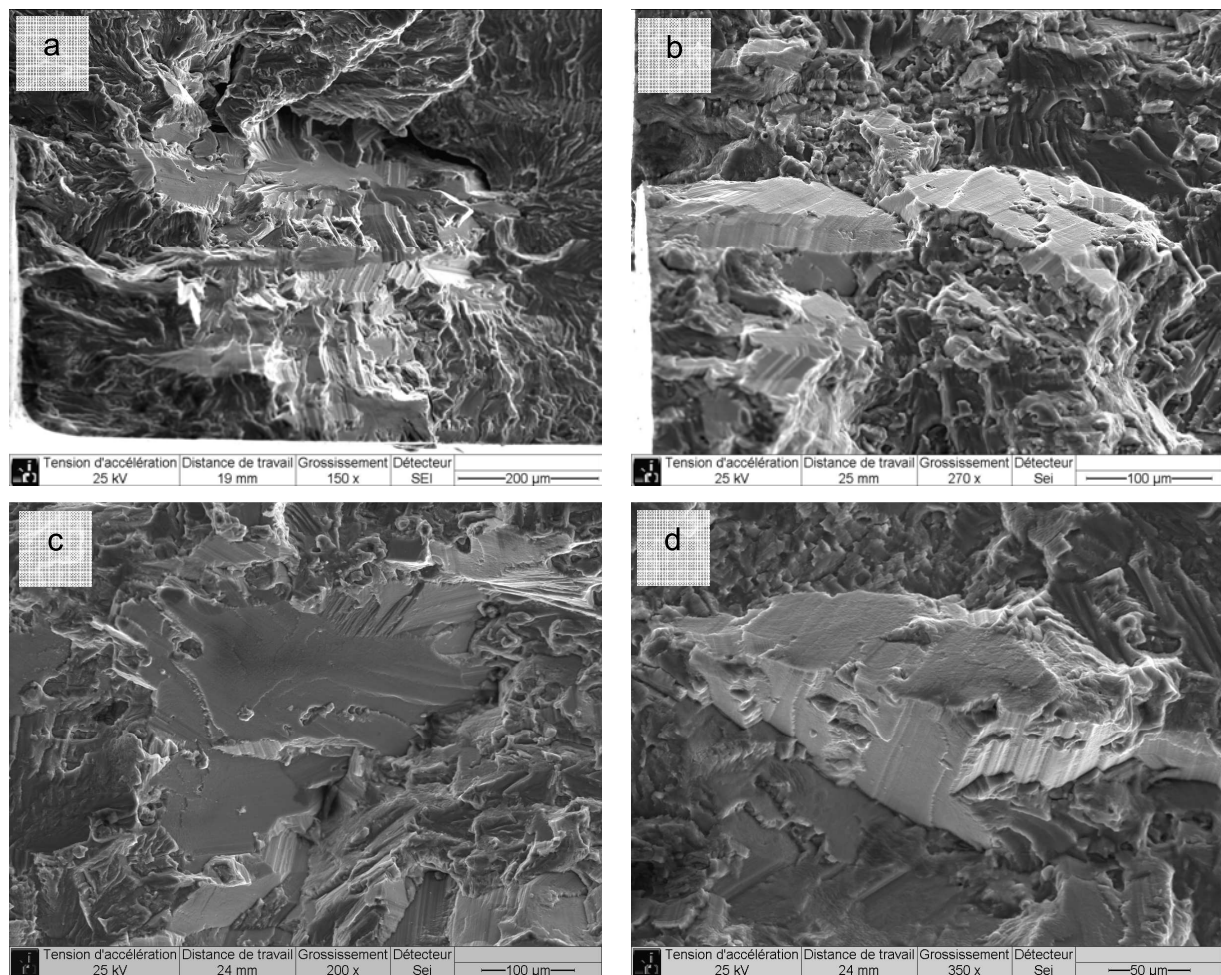


Figure 49 : Facettes observées au MEB sur les surfaces de rupture des éprouvettes d'endurance provenant de l'extrémité de voilure pour une contrainte maximale de 250 MPa (a), de la zone « moteur » de voilure pour 300MPa (b) et du matériau neuf à 300 MPa (c) et 250 MPa (d)

III.2.2. Comportement en propagation de fissure – Courbes $da/dN - \Delta K$

Dans un premier temps, grâce aux essais d'endurance, nous avons pu estimer la durée de vie en fatigue (traction ondulée) de l'alliage constitutif de la voilure étudiée et comparer cette dernière à celle du matériau neuf. Les trois stades de fatigue, que sont l'amorçage, la propagation et la rupture ont été observés. Dans cette partie, nous allons nous intéresser plus particulièrement au stade de propagation, au travers d'essais de propagation de fissure permettant d'établir des courbes donnant la vitesse de propagation de la fissure (da/dN) en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte ΔK et qui constituent des données d'entrée essentielles pour un dimensionnement en tolérance aux dommages. Cette étude a été menée sur les deux zones de voilure définies précédemment et sur le matériau neuf. En parallèle, des courbes de « référence » tirées de l'équation NASGRO [19] issues du logiciel AFGROW sont également considérées.

III.2.2.1. Avancée de fissure

Tout d'abord, l'avancée de fissure en fonction du nombre de cycles peut être comparée sur les différents matériaux étudiés (neuf et de voilure). La taille de fissure a_0 après préfissuration est comprise entre 0,2 et 0,4 mm selon l'échantillon testé, et la charge maximale appliquée de 5100 N à $R=0,1$. La Figure 50 présente ces courbes. Une courbe générée à l'aide de la loi NASGRO pour un AA2024-T351 y est ajoutée en rouge. Seul le comportement en propagation stable est représenté ici. Comme dans la suite, le comportement du matériau neuf est représenté en vert, celui du matériau provenant de l'extrémité de voilure en bleu et celui de l'alliage vieilli en zone « moteur » en violet/mauve. Cette convention sera adoptée dans la suite du document. Il n'apparaît pas d'influence majeure de la zone étudiée sur la cinétique de propagation, notamment au début (Figure 51), ni sur le nombre de cycles à rupture, qui est compris ici entre 89000 et 122500 cycles pour l'ensemble des matériaux. Cet écart de nombre de cycles à rupture peut sembler important, mais le ratio « maximum / minimum » n'est que 1,37, soit presque trois fois plus petit que celui observé sur les courbes d'endurance au paragraphe III.2.1.1. Il peut d'ailleurs être simulé sous AFGROW grâce à des tableaux de valeurs expérimentales de da/dN et ΔK . La Figure 52 montre la différence de comportement entre les trois échantillons de matériau neuf testés. Les courbes simulées à partir de l'expérimental sont cohérentes avec les courbes expérimentales, surtout pour les 80000 premiers cycles. La courbe illustrant la loi NASGRO, en rouge sur les Figure 50 et Figure 51, se trouve plutôt en partie basse du faisceau des

courbes expérimentales pour les premiers cycles mais la rupture intervient pour un nombre de cycles intermédiaire par rapport aux courbes expérimentales pour $N \sim 109000$ cycles. Ces premiers résultats de propagation ne semblent donc pas mettre en évidence de variation de la résistance à la fissuration.

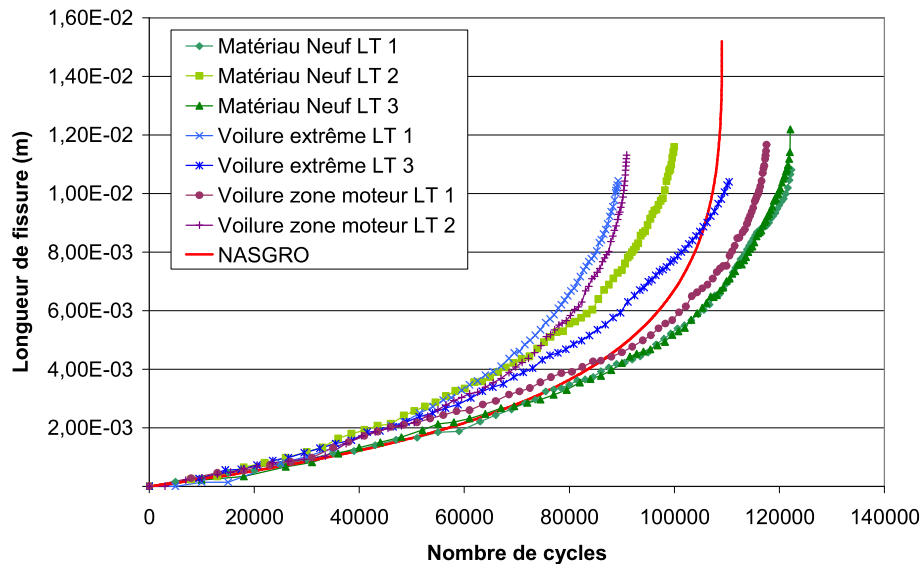


Figure 50 : Avancée de fissure en fonction du nombre de cycles sur les différents matériaux étudiés dans le sens L-T

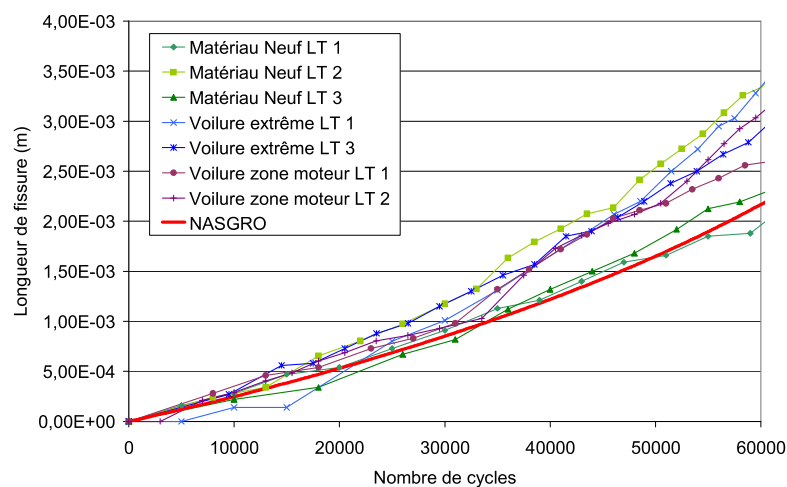


Figure 51 : Zoom sur les 60000 premiers cycles de l'avancée de fissure

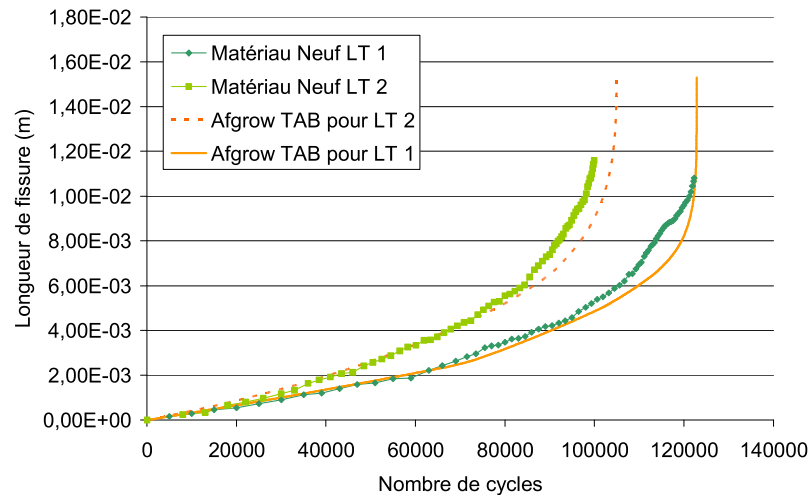


Figure 52 : Simulation sous AFGROW de l'avancée de fissures des éprouvettes de matériau neuf

III.2.2.2. Courbes da/dN - ΔK

Sur les Figure 53, Figure 54 et Figure 55, on a tracé respectivement les vitesses de propagation de fissure da/dN du matériau neuf, du matériau de voilure de la partie extrême et du matériau de voilure de la zone « moteur » en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte ΔK . Sur chacun des graphiques, on a placé la courbe décrite par l'équation NASGRO appliquée au matériau 2024-T351, en trait plein pour la direction L-T et en pointillé pour le sens T-L. On rappelle que les courbes tracées ici sont des courbes nominales sans prise en compte de la fermeture.

Pour le matériau neuf, on observe alors un léger abattement de la résistance à la fissuration en comparant la courbe NASGRO avec les points expérimentaux. Les 3 éprouvettes testées ont été sollicitées dans le sens L-T mais on peut voir sur la Figure 54, où une éprouvette dans le sens L-T et 3 éprouvettes dans le sens T-L sont présentés, que le sens de sollicitation n'influe pas sur la courbe $da/dN - \Delta K$. Hamon [51] avait aussi noté des différences non significatives entre les sens L-T et T-L sur un alliage d'aluminium 7175-T751. D'ailleurs, en observant les deux courbes théoriques NASGRO tracées sur cette même Figure 54, on arrive à la même conclusion : les courbes se superposent dans la partie linéaire puis se séparent à partir d'une valeur de ΔK de $8 \text{ MPa.m}^{1/2}$. Sur ce graphique, nous pouvons voir que les points expérimentaux relatifs au matériau d'extrémité de voilure sont plus proches des courbes théoriques NASGRO que la courbe expérimentale tracée pour le matériau neuf. Enfin, pour le matériau provenant de la zone «moteur» de la voilure, présenté en Figure 55, on observe un abattement similaire à celui relevé pour le matériau neuf par rapport aux courbes NASGRO.

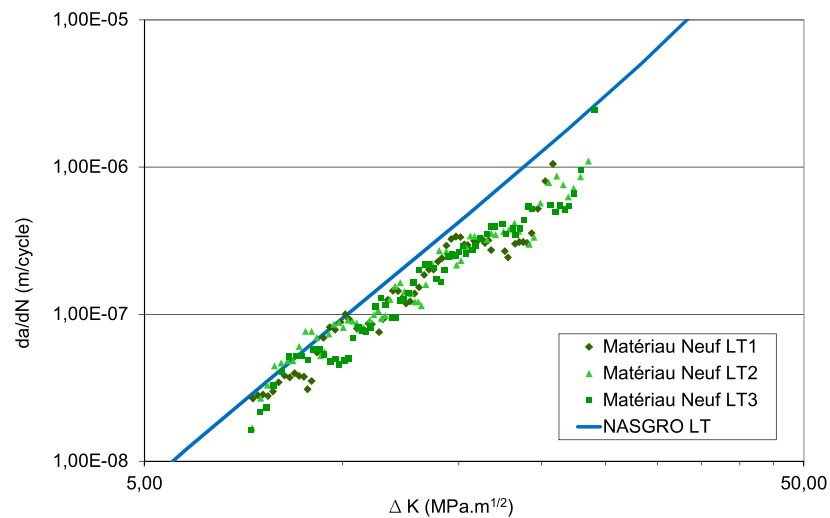


Figure 53 : Courbes de propagation sur Matériau Neuf

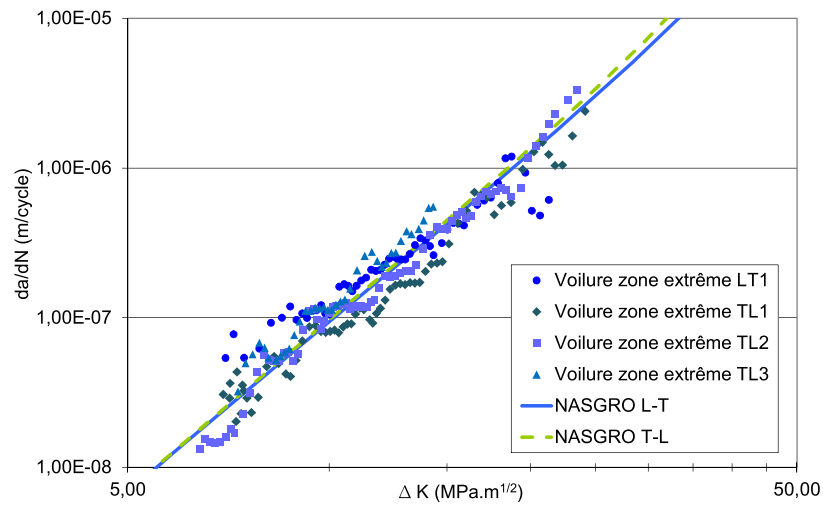


Figure 54 : Courbes de propagation sur Matériau de voilure partie extrême

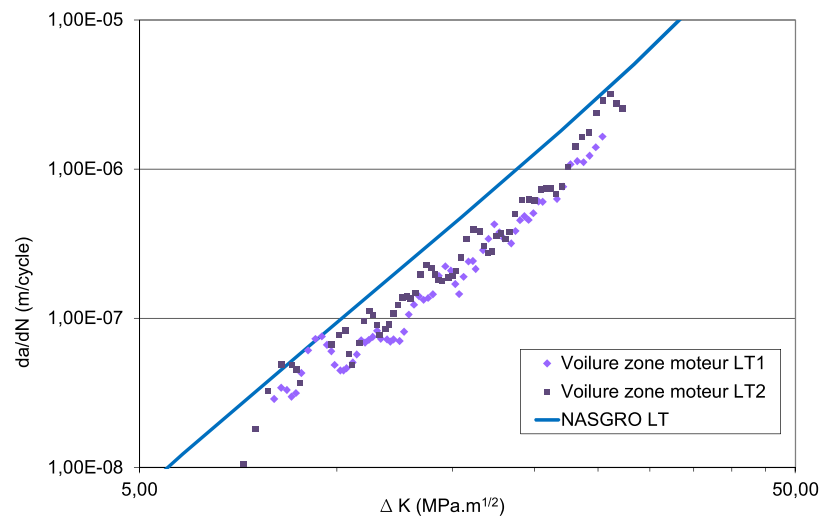


Figure 55 : Courbes de propagation sur Matériau de voilure zone «moteur»

III.2.2.3. Observations des surfaces de rupture

Les surfaces de rupture des éprouvettes de propagation ont été observées au MEB FEG. Le but de ces observations est, entre autre, de repérer des stries de fatigue pour différentes valeurs de ΔK , et ainsi déterminer la gamme de vitesses observable grâce aux stries et de faire le lien avec les observations réalisées sur les éprouvettes d'endurance. Les zones de stries sont très nombreuses sur les surfaces de rupture. La Figure 56 présente des micrographies MEB FEG réalisées sur une éprouvette prélevée en extrémité de voilure. Quatre zones de propagation stable ont été étudiées, désignées A, B, C et D et correspondant respectivement aux valeurs de ΔK de 8,2 ; 11 ; 15 et 19,2 MPa.m^{1/2}. Les micrographies de la première colonne de la Figure 56 ont été prises au même grossissement (x2500) ; on remarque ainsi bien la différence de distances interstries lorsque la valeur de ΔK varie. Dans la zone A ($\Delta K = 8,2 \text{ MPa.m}^{1/2}$), par exemple, à un grossissement de 2500, les stries sont invisibles ; il faut passer à un grossissement de 20 000 pour les voir distinctement : on dénombre 20 stries sur 1 μm ; dans la zone D ($\Delta K = 19,2 \text{ MPa.m}^{1/2}$), 20 stries se comptent dans environ 16 μm . En assimilant une strie à une avancée au cours d'un cycle, les vitesses de propagation « locales » sont calculées dans chacune de ces zones par mesures d'interstries ; la comparaison avec les vitesses mesurées lors de l'essai est réalisée dans le Tableau 6. On relève une très bonne concordance de ces vitesses, ce qui montre bien que, dans le domaine de propagation stable, une strie correspond à un cycle.

Zone observée	interstries (m)	vitesse essai (m/cycle)
A	$5,10 \cdot 10^{-8}$	$4,79 \cdot 10^{-8}$
B	$1,95 \cdot 10^{-7}$	$1,90 \cdot 10^{-7}$
C	$4,33 \cdot 10^{-7}$	$4,50 \cdot 10^{-7}$
D	$8,13 \cdot 10^{-7}$	$8,33 \cdot 10^{-7}$

Tableau 6 : Comparaison des mesures d'interstries avec les vitesses de propagation mesurées lors de l'essai

Comme observé sur les surfaces de rupture des éprouvettes d'endurance, la gamme de vitesses observable en microscopie est donc ici comprise entre $5 \cdot 10^{-8}$ et 10^{-6} m/cycle.

Il convient enfin de noter que sur les surfaces de rupture des éprouvettes de propagation, nous n'avons pas noté la présence de facettes similaires à celles observées (avec surprise) sur les éprouvettes d'endurance et décrites ci-dessus, et ce quel que soit l'état du vieillissement du matériau.

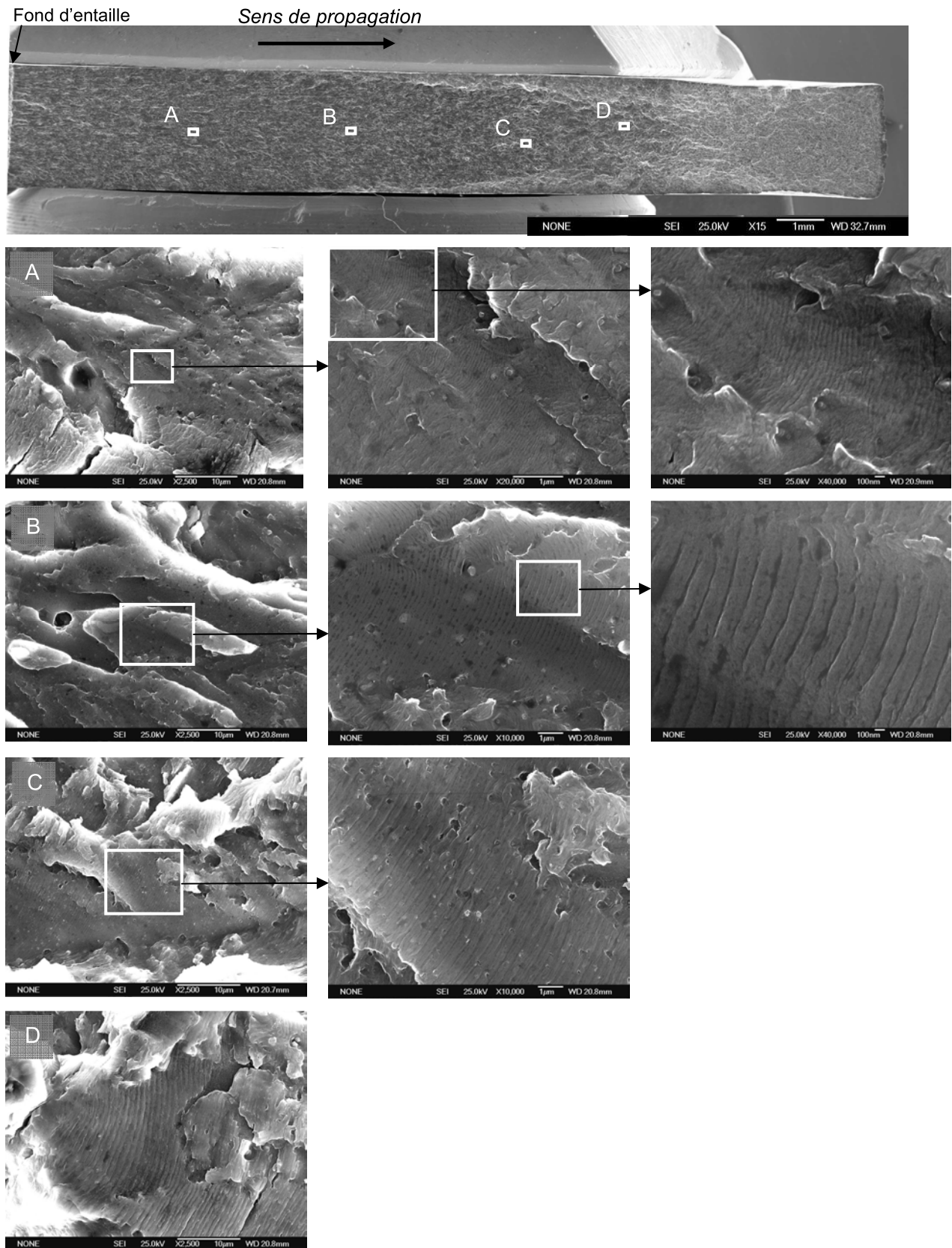


Figure 56 : Observation au MEB FEG des stries de fatigue sur une éprouvette de la zone extrême de voilure pour des $\Delta K = 8,2 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (A), $\Delta K = 11 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (B), $\Delta K = 15 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (C) et $\Delta K = 19,2 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (D)

CHAPITRE IV

Discussion et Conclusions

Dans ce dernier chapitre, nous allons discuter les résultats expérimentaux obtenus lors des essais statiques et des essais de fatigue présentés précédemment. En effet, plusieurs questionnements ont été soulevés. Nous tenterons notamment d'analyser les résultats d'endurance à la lumière des possibles évolutions microstructurales et des propriétés qui en découlent. Une attention particulière sera en outre portée à la présence de facettes sur les surfaces de rupture produites en endurance.

Ensuite, nous mettrons en place une approche type EIFS pour analyser les résultats de durée de vie en déterminant la taille des défauts initiaux sur les éprouvettes d'endurance grâce au logiciel AFGROW.

Enfin, nous conclurons sur cette partie concernant la tenue résiduelle en fatigue des alliages d'aluminium 2024-T351 provenant d'une voilure d'avion après service.

IV.1. Effet du vieillissement sur la tenue en fatigue

IV.1.1. Evolution de la microstructure

Les résultats des essais de traction, présentés au paragraphe III.1 ont mis en évidence une augmentation de la résistance à la traction R_m et de la limite d'élasticité R_e sur les matériaux de voilure, avec une différence notable entre les deux zones de voilure étudiées, associée à une diminution de l'allongement à rupture par rapport au matériau neuf (Tableau 7). Ces évolutions dénotent un durcissement structural du matériau après service, d'autant plus marqué sur le matériau de la zone « moteur ». Ce dernier point peut être dû à un effet de la sollicitation mécanique supportée en vol, mais aussi par la proximité de zones chaudes que sont les réacteurs. On a vu précédemment, notamment au travers des travaux de Larignon [4, 46, 47], que le vieillissement est en effet accéléré par la température et qu'il peut mener à des modifications de la précipitation, notamment une précipitation plus dense des phases durcissantes S et θ et avec des précipités plus gros, qui deviennent des obstacles au mouvement des dislocations lors de la déformation.

	R_m (MPa)	R_e (MPa)	A% Position
Référence Tôle neuve	464 ± 10	355 ± 5	$22,7 \pm 1,5$
Voilure extrême A320	486 ± 1	378 ± 8	$21,8 \pm 1,4$
Voilure – zone «moteur» A320	528 ± 9	407 ± 7	$17,6 \pm 2,2$

Tableau 7 : Rappel des résultats de traction des différents matériaux testés

Alexopoulos [11] a compilé des résultats présentant l'évolution de propriétés en traction en fonction du temps de vieillissement appliqué artificiellement sur des échantillons d'alliage d'aluminium 2024-T3, illustré par la Figure 57. A 150°C par exemple, il relève une augmentation d'environ 100 MPa de la limite d'élasticité après 200 heures de vieillissement et une chute d'allongement à rupture pouvant atteindre 10% après environ 1000 heures de vieillissement. Il lie ces modifications de propriétés mécaniques à l'évolution de la précipitation dans l'alliage ; en effet, elles seraient dues à la précipitation de la phase durcissante S.

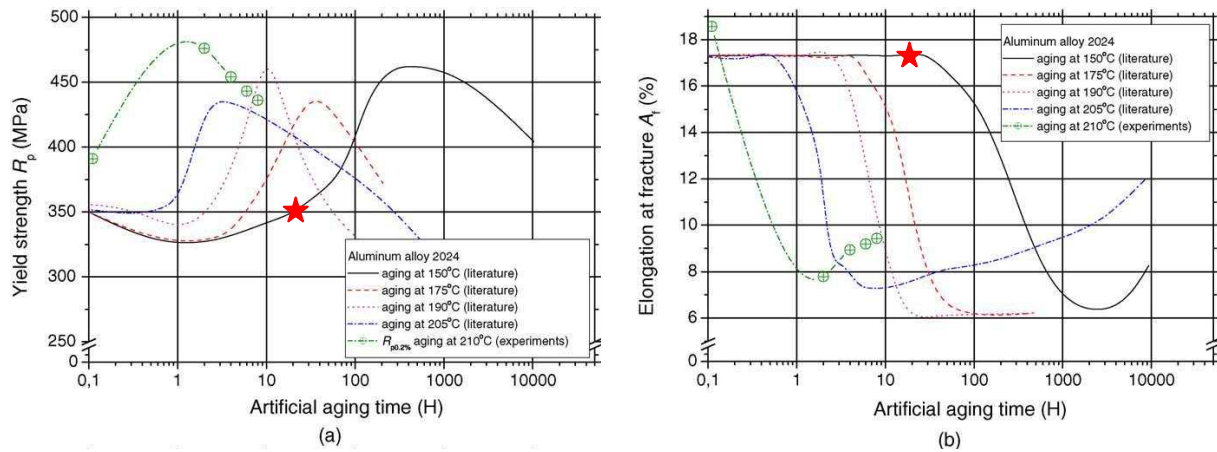


Figure 57 : Propriétés mécaniques de traction : (a) limite d'élasticité et (b) allongement à rupture pour différents vieillissements artificiels sur l'AA 2024-T3 – Alexopoulos [11]

Les travaux de Larignon [4] montrent que cette modification semble apparaître entre 55 et 80 heures de vieillissement à 150°C, qui correspondent à environ 100 000 et 145 000 heures de vol avions (vieillissement à 80°C) par l'équivalence « temps-température » décrite au paragraphe I.2.6, ce qui est en accord avec les courbes d'Alexopoulos en Figure 57. L'A320 étudié ici n'a effectué que 35 000 heures de vol, correspondant à environ 20h de vieillissement artificiel à 150°C (étoiles rouges sur les graphiques en Figure 57). On ne devrait donc pas voir de modification, mais on est tout de même à la frontière des évolutions de propriétés : très proche de l'augmentation de R_e et de la chute d'allongement à rupture. Cette évolution plus marquée sur la voilure est très probablement due au fait que le temps de vol seul ne peut être pris en compte pour mesurer le vieillissement. En effet, l'âge de l'avion, le temps passé au sol, où le taux d'humidité et la température, par exemple, sont beaucoup plus importants, ou encore le nombre de cycles effectués (décollage – vol – atterrissage) sont des paramètres prépondérants à prendre en compte pour évaluer le vieillissement. De plus, la différence entre les deux zones de voilure (« extrême » et « moteur ») semble montrer que l'évolution microstructurale dépend de l'historique thermique et mécanique. En effet, la zone « moteur » de la voilures est soumise à des sollicitations (thermiques et mécaniques) plus intenses.

On peut s'attendre à ce que les évolutions microstructurales menant à des modifications des propriétés statiques du matériau aient aussi une répercussion sur la tenue en fatigue. Ce point est examiné dans le paragraphe IV.1.2.

IV.1.2. Normalisation des courbes S-N

On a vu, aux paragraphes III.1 et IV.1.1, que les propriétés en traction évoluaient suivant la zone de voilure par rapport au matériau neuf. Ainsi, afin de prendre en compte ces différences de propriétés statiques, on peut normaliser les courbes S-N en divisant la contrainte maximale appliquée soit par la contrainte maximale R_m , soit par la limite d'élasticité R_e . On obtient alors les deux courbes en Figure 58 et Figure 59. Les droites tracées sur les graphiques sont des régressions logarithmiques des points de rupture. On observe alors un abattement montrant une durée de vie plus courte d'environ 1,5 fois pour les éprouvettes de voilure par rapport au matériau neuf pour une même valeur de la contrainte normalisée. Les deux zones de voilure sont au même niveau, on relève toutefois une dispersion plus grande sur les résultats d'essais de la zone « moteur ».

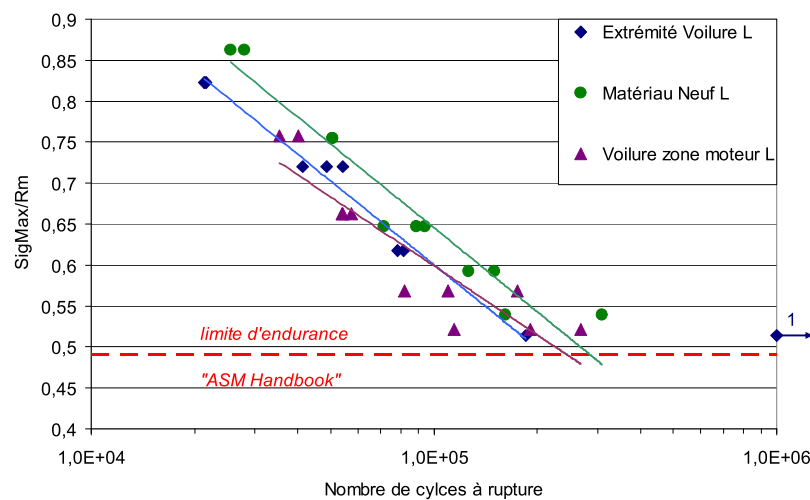


Figure 58 : Courbes d'endurance normalisées par la contrainte maximale dans la direction longitudinale

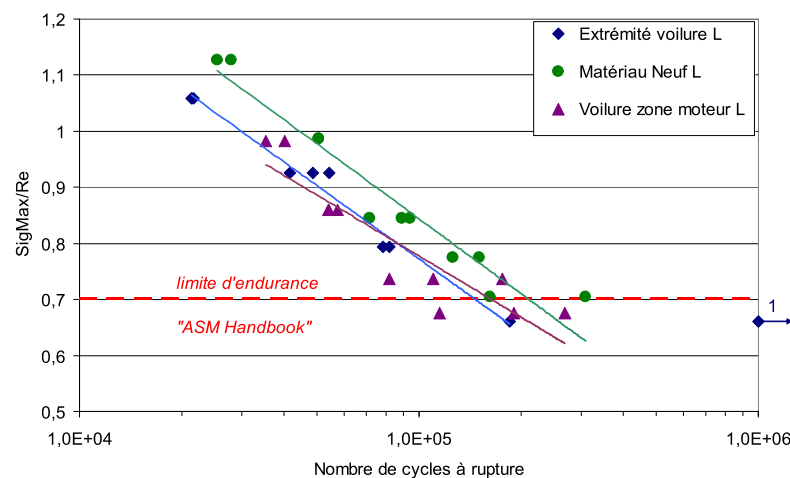


Figure 59 : Courbes d'endurance normalisées par la limite d'élasticité dans la direction longitudinale

Pour analyser ces courbes, il est possible de calculer les rapports $\sigma_{\max}/R_m$ et $\sigma_{\max}/R_e$ (placés en ordonnées des courbes Figure 58 et Figure 59) à la limite d'endurance [52, 53]. Dans l'« ASM Handbook » [54], on retrouve une valeur de limite d'endurance (contrainte alternée) de 140 MPa, pour un alliage 2024-T351 et un rapport de charge $R = -1$. Grâce à une correction par Goodman, on peut estimer la contrainte alternée théorique pour un alliage 2024-T351 sollicité à $R=0,1$, par l'équation suivante :

$$\sigma_D = \frac{R_m}{R_m + \sigma_{D(R=-1)}} \frac{1+R}{1-R} \sigma_{D(R=-1)} \quad (VI)$$

On remonte alors à la valeur de référence de la contrainte maximale à la limite d'endurance présentée dans le Tableau 8. Les limites d'endurance rapportées à $\sigma_{\max}/R_m$ et $\sigma_{\max}/R_e$ sont illustrées sur les Figure 58 et Figure 59. Cette analyse semble montrer que l'on n'a pas de différence significative de tenue en fatigue des différents matériaux étudiés. Cependant il semblerait que le matériau, même neuf, ait une limite d'élasticité élevée par rapport aux valeurs moyennes de la littérature, typiquement celle référencée dans l'« ASM Handbook ». Il apparaît que cette résistance statique élevée n'engendre pas une tenue en fatigue supérieure.

	R_m (MPa)	R_e (MPa)	$\sigma_{\max}$ (MPa) (limite de fatigue)	$\sigma_{\max} / R_m$	$\sigma_{\max} / R_e$
Valeurs provenant de l'« ASM Handbook »	470	325	228	0,49	0,70

Tableau 8 : Valeurs de limite d'endurance et des facteurs $\sigma_{\max}/R_m$ et $\sigma_{\max}/R_e$ à la limite d'endurance

Au delà de cette analyse, il convient de s'interroger sur l'effet du vieillissement sur les différents stades d'endommagement à savoir l'amorçage et la propagation.

L'examen des surfaces de rupture fait apparaître une zone de propagation stable relativement étendue (Figure 36), avec très souvent des sites d'amorçage multiples (Tableau 4). Ces observations suggèrent que la majeure partie de la durée de vie est de la propagation. C'est pourquoi nous allons mener, dans la suite, une analyse essentiellement basée sur la propagation.

Toutefois nous allons dans un premier temps nous arrêter sur un élément marquant des ruptures produites en endurance, à savoir l'apparition de facettes.

IV.2. Nature des facettes

Les facettes observées sur les surfaces de rupture des éprouvettes d'endurance ressemblent à celles que l'on retrouve en propagation en Pseudo-Stade I. Il faut rappeler ici qu'elles sont observées sur les surfaces de rupture des trois matériaux étudiés (provenant de la tôle neuve et de la voilure). Cependant, la plupart des auteurs, notamment Petit et Kosche [20] et Menan [22] n'observe ces facettes qu'en absence d'environnement, typiquement sous vide. Gasquères [21] les observe sous vide et sous air froid (-50°C), milieu dans lequel l'action de l'environnement est au moins partiellement inhibée. Il convient donc, dans un premier temps, de vérifier la nature cristallographique des facettes observées lors de notre étude pour des essais à l'air ambiant.

En surface de ces facettes, on observe un relief particulier, comme illustré en Figure 60 (b). On observe des sortes d'aspérités et des bandes verticales (traces de glissement), direction qui semble indépendante du sens de propagation. Selon Gasquères [21], cette morphologie est dépendante de l'amplitude d'intensité de contrainte appliquée, le relief augmentant avec cette dernière. Les aspérités traduisent la tendance des dislocations à quitter le système principal de glissement, dont on aperçoit des bandes verticales parallèles.

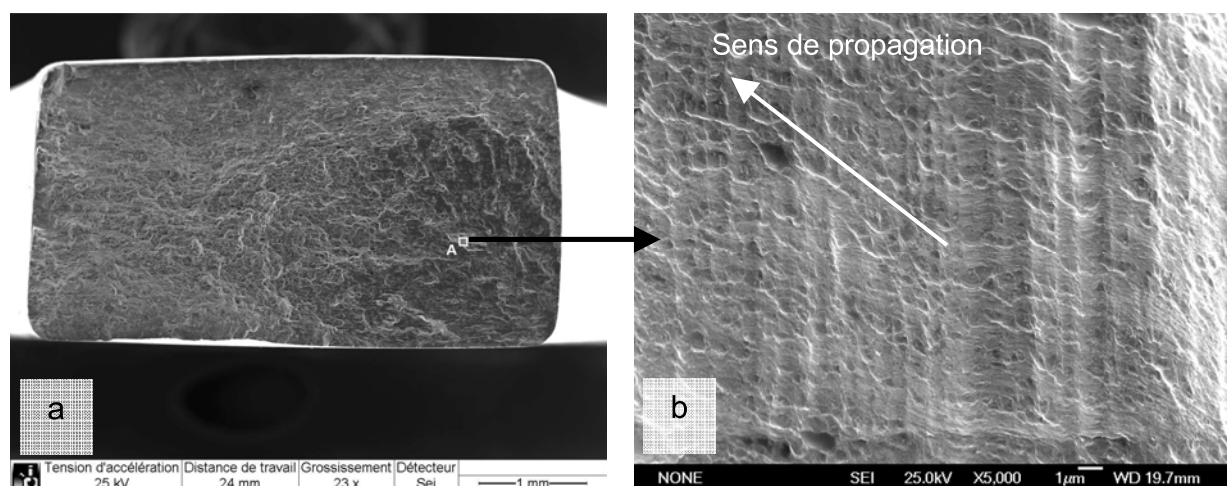


Figure 60 : Vue générale d'une surface de rupture (a) et détail d'une facette à plus fort grossissement (b) – éprouvette de la zone « moteur » de la voilure sollicitée à 275 MPa

Pour vérifier la nature cristallographique de ces facettes, une attaque au réactif Keller a été réalisée sur la surface. La solution Keller, composée de 1% d'acide fluorhydrique, 1,5% d'acide chlorhydrique, de 2,5% d'acide nitrique et de 95% d'eau, permet de révéler les joints de grains. L'application de cette solution sur les surfaces de rupture et plus particulièrement

sur les facettes, génère des piqûres de corrosion dont la forme peut nous renseigner sur la nature des plans cristallographiques [21, 22]. Les résultats de ces attaques sont présentés en Figure 61. On observe alors l'apparition de piqûres en forme de triangles caractéristiques du plan $\{111\}$ (Figure 62). On montre ainsi que les facettes observées sur les surfaces de rupture sont des facettes cristallographiques dont le plan de rupture est le plan $\{111\}$. On est donc ici dans le cas d'une propagation en Pseudo-Stade I.

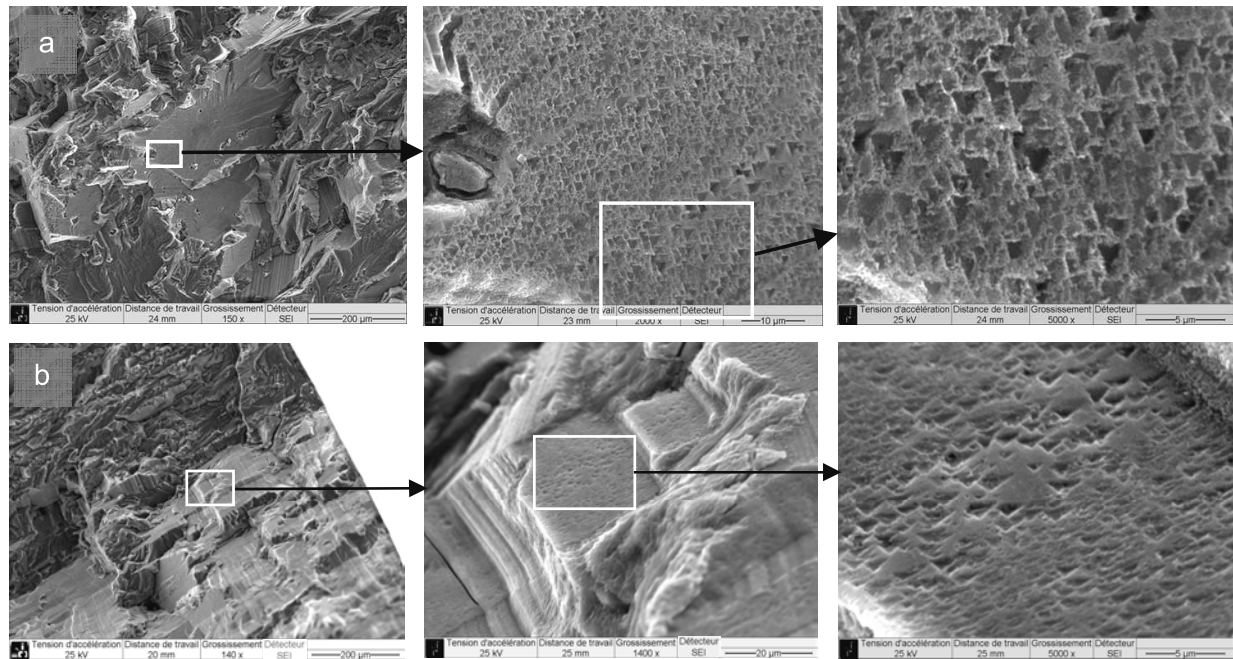


Figure 61 : Observation MEB de piqûres de corrosion réalisées sur les facettes présentes sur les surfaces de rupture des éprouvettes d'endurance - matériau neuf à 300 MPa (a) et zone « moteur » de voilure à 275 MPa (b)

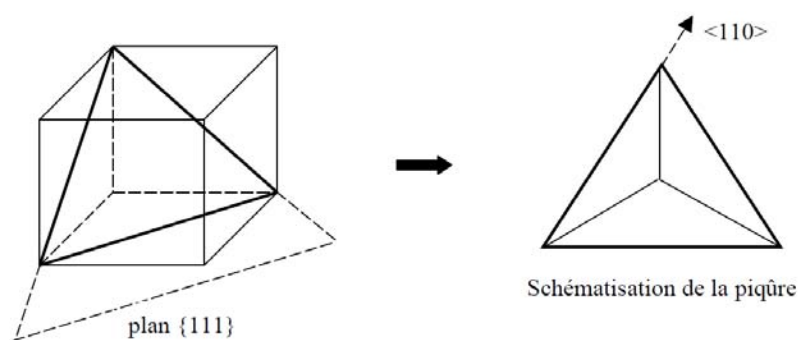


Figure 62 : Schématisation de la piqûre de corrosion selon le plan $\{111\}$

On sait que le Pseudo-Stade I est le stade le plus lent de propagation (cf. paragraphe I.3.3.3). Les ralentissements de vitesse sont induits par des effets « barrière » aux joints de grains, dus à des désorientations entre deux grains. Dans notre étude, il n'est

pas possible de voir l'effet de ralentissement du Pseudo-Stade I puisqu'on retrouve des facettes représentatives de ce stade, en quantité à peu près équivalente (jamais prédominante) sur les surfaces de rupture de tous les matériaux. Cependant, il est possible de confronter nos résultats obtenus par mesures d'interstries sur les éprouvettes d'endurance à un calcul NASGRO par le logiciel AFGROW. Cette comparaison est faite en Figure 63. On s'aperçoit alors que, pour une même avancée de fissure, la vitesse calculée par la loi NASGRO est équivalente à celle déterminée par observations des stries, pour une majorité de nombre de cycles avant rupture. En effet, lorsqu'une distance à l'amorçage de 1,5 mm est atteinte, le calcul AFGROW montre que 99,5 % des cycles avant rupture ont déjà été effectués. On a donc une très bonne concordance des valeurs de vitesse déterminées par interstries dans toutes les zones étudiées. La courbe NASGRO est calculée de telle manière à faire coïncider le nombre de cycles à rupture par une approche EIFS, explicitée au paragraphe suivant.

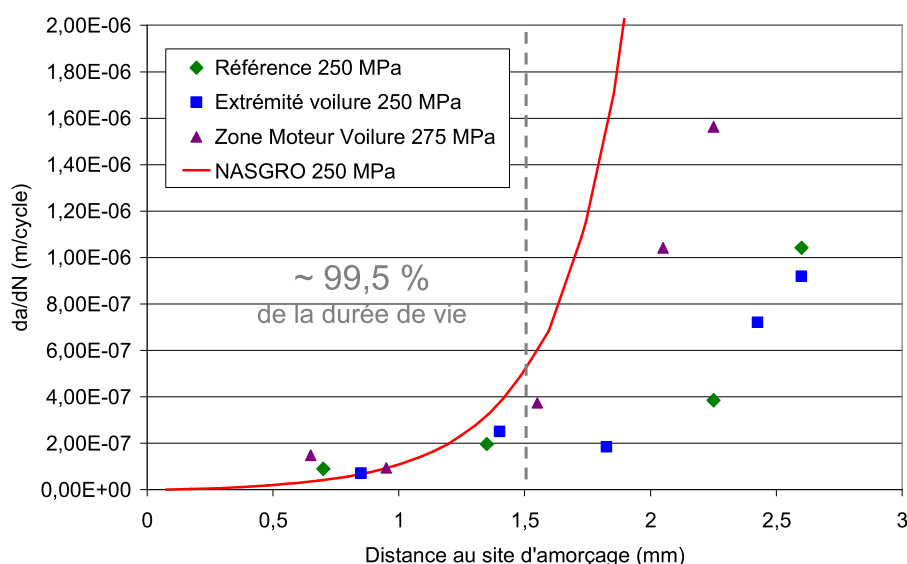


Figure 63 : Comparaison des vitesses de propagation définies par mesures d'interstries sur les surfaces de rupture des éprouvettes d'endurance avec celles déterminées par une loi NASGRO

La simulation de propagation de fissures par AFGROW sur les éprouvettes d'endurance nous permet de déterminer la valeur de ΔK pour chacune des zones de stries observées. On peut ainsi tracer une courbe de vitesses similaire à celle en Figure 63, mais en fonction ΔK . Celle-ci est présentée en Figure 64. La courbe en trait plein rouge est l'illustration de la loi NASGRO. On relève les mêmes tendances que la courbe précédente, avec une bonne concordance aux plus faibles valeurs de ΔK . Au dessus de $\Delta K = 12 \text{ MPa.m}^{1/2}$, les vitesses calculées par mesures d'interstries s'éloignent de la courbe théorique, avec des valeurs plus

faibles. Là encore, il faut noter qu'au dessus de $12 \text{ MPa.m}^{1/2}$, on a effectué 98,8% des cycles avant rupture. Il est donc difficile de dire si l'on a réellement une perte de vitesse due à la propagation en Pseudo-Stade I, ou si on observe seulement les derniers cycles avant rupture, non significatifs en termes de vitesses.

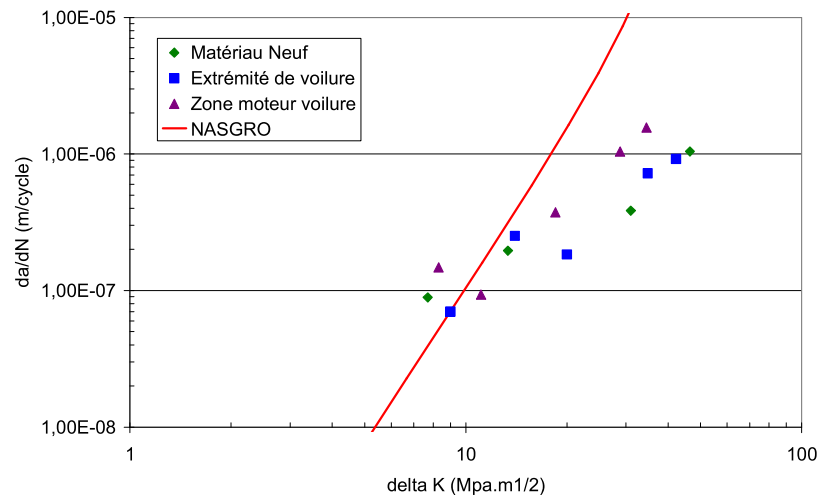


Figure 64 : Courbes $da/dN - \Delta K$ des éprouvettes d'endurance provenant des différents matériaux étudiés

L'apparition de facettes de rupture selon le plan cristallographique $\{111\}$ reste donc inexpliquée et on retrouve très peu de travaux équivalents rapportant de l'observation de ces facettes lors d'essais sous air ambiant sur des alliages 2XXX. On peut tout de même citer les travaux de Zheng et al [52], sur des surfaces de rupture d'un alliage 2524-T34 testé à $R=-0,1$, qui observent des facettes cristallographiques autour d'un site d'amorçage. Pour en savoir plus, il serait intéressant de faire des essais sur des éprouvettes préfissurées, de dimensions voisines de celles testées en endurance, menés sous vide sur matériau vieilli et neuf pour pouvoir évaluer leur propension respective à propager en Pseudo-Stade I.

IV.3. Analyse de la durée de vie en fatigue par une approche EIFS

Une approche EIFS, permettant d'analyser les durées de vie et basée sur la propagation de fissures, a été réalisée pour des éprouvettes testées expérimentalement grâce au logiciel AFGROW.

Les éprouvettes sont modélisées en utilisant des formes semi-elliptiques des zones d'amorçage définies par les paramètres A et C comme présentés en Figure 65. Le logiciel permet des localisations différentes des sites d'amorçage : face, surface et coin. La propagation est alors décrite par l'équation de NASGRO pour l'alliage 2024-T351 qui s'exprime de la manière suivante :

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \left[\left(\frac{1-f}{1-R} \right) \Delta K \right]^n \cdot \frac{\left(1 - \frac{\Delta K_{th}}{\Delta K} \right)^p}{\left(1 - \frac{K_{max}}{K_{crit}} \right)^q} \quad (VII)$$

avec : pour le matériau 2024 T351 dans le sens L-T :

$$C = 1,7073 \cdot 10^{-10}$$

$$n = 3,353$$

$$p = 0,5$$

$$q = 1$$

Ces quatre constantes sont dépendantes du matériau et proviennent des bases de données NASGRO.

f est une fonction qui rend compte des effets de fermeture

elle est définie par :

$$f = \frac{K_{op}}{K_{max}} = \begin{cases} \max(R, A_0 + A_1 \times R + A_2 \times R^2 + A_3 \times R^3) \text{ si } R \geq 0 \\ A_0 + A_1 \times R \text{ si } -2 \leq R < 0 \\ A_0 - 2 \times A_1 \text{ si } R < -2 \end{cases}$$

$$\text{avec } A_0 = (0,825 - 0,34\alpha + 0,05\alpha^2) \times \left[\cos\left(\frac{\pi}{2} \frac{S_{max}}{\sigma_0}\right) \right]^{\frac{1}{\alpha}}$$

$$A_1 = (0,415 - 0,071\alpha) \times \frac{S_{max}}{\sigma_0}$$

$$A_2 = 1 - A_0 - A_1 - A_3$$

$$A_2 = 2A_0 - A_1 - 1$$

α : rapport de confinement entre contrainte plane et déformation plane

$\frac{S_{\max}}{\sigma_0}$: rapport entre la contrainte maximale appliquée et la contrainte

d'écoulement

R est le rapport de charge

ΔK_{th} est la valeur seuil pour le rapport de charge R considéré

K_{crit} est la valeur critique du facteur d'intensité de contrainte

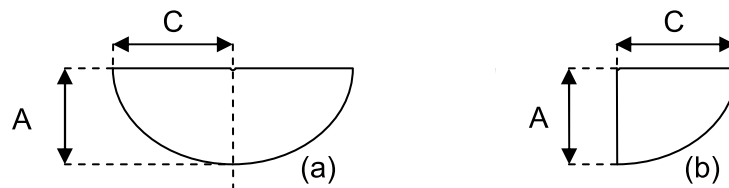


Figure 65 : Définition des zones d'amorçage sur une face ou une tranche (a) et un coin (b)

Les essais de propagation de fissure ont montré peu de différence entre matériau neuf et matériau de voilure, c'est pourquoi les valeurs de la base de données NASGRO n'ont pas été modifiées et tous les calculs ont été réalisés en utilisant la même loi, indépendamment du matériau considéré. Les observations MEB conduites sur les surfaces de rupture suggèrent une part de propagation importante, on fait donc ici l'hypothèse suivante :

$$N_{\text{total}} \approx N_{\text{propagation}}$$

En faisant coïncider le nombre de cycles à rupture réel au nombre de cycles à rupture théorique déterminé par le logiciel, on détermine alors la taille de la zone d'amorçage. Pour ce faire, une hypothèse simplificatrice est faite : $A = C$. Ces paramètres peuvent alors être comparés à la taille de la zone estimée à partir des observations MEB. Dans le Tableau 9 sont répertoriées différentes zones d'amorçage, sur les trois matériaux étudiés. Dans la colonne désignée « expérimental », on a inventorié la localisation des sites d'amorçage menant à la rupture ainsi que la taille estimée des défauts initiaux repérés sur micrographies MEB. La dernière colonne nommée « calcul AFGROW » fait état des résultats de l'approche EIFS en déterminant une taille de défaut, grâce aux paramètres A et B , permettant d'avoir $N_{\text{réel}} \approx N_{\text{théorique}}$. On obtient alors des tailles de défauts très comparables entre valeurs mesurées et calculées. Les différences que l'on peut noter peuvent provenir d'une mauvaise estimation de la taille des défauts sur les micrographies, ceux-ci n'étant pas toujours très faciles à localiser ou à déterminer. Elles peuvent aussi venir de l'amorçage multiple et notamment de l'amorçage sur plusieurs plans parallèles comme on a pu le voir au

paragraphe III.2.1.2.a. On remarque d'ailleurs que les écarts les plus importants sont relevés sur les résultats de la zone « moteur » de voilure, qui est en accord avec les courbes S-N présentées au paragraphe III.2.1.1, dans lequel on avait remarqué une dispersion plus grande des durées de vie pour le matériau de la zone « moteur ».

	Contrainte max (MPa)	Echantillon	Expérimental				Calcul AFGROW	
			Localisation du défaut	Taille défaut (µm)		N réel	Taille défaut (µm) A=C	N théorique
				C	A			
Référence	250	FPE-RL-09	face	30,5	28,5	309710	55,8	309900
		FPE-RL-11	coin	54,5	60,6	161488	82,1	161450
	300	FPE-RL-01	face	88,7	38,7	71317	89,8	71345
		FPE-RL-05	face	90,9	54,5	93912	69,6	93925
	400	FPE-RL-03	coin	56,6	56,6	25466	76,4	25476
			MOYENNES	64,24	47,78		74,74	
Voilure extrême	250	FPE-IL-07	interne			6434198	-	-
		FPE-IL-09	coin	93	27,9	185003	73,9	185020
	300	FPE-IL-01	tranche	-	-	78298	82,1	78282
		FPE-IL-06	tranche	-	-	81579	78,6	81611
	400	FPE-IL-03	coin	83,3	83,3	21658	90,5	21647
		FPE-IL-04	tranche	-	-	21352	97,3	21358
			MOYENNES	88,15	55,6		84,48	
Voilure Zone « moteur »	275	FPE-IL[5-8]-05	tranche	-	-	268202	42,2	268188
		FPE-IL[5-8]-07	coin	83,3	83,3	114763	76,2	114752
	300	FPE-IL[5-8]-01	face	-	-	175572	40,3	175360
		FPE-IL[5-8]-11	tranche	58,8	58,8	81973	78,2	82019
	400	FPE-IL[5-8]-06	tranche ou interne ?	83,3	58,3	35438	57,6	35431
		FPE-IL[5-8]-08	coin	72,9	62,5	40292	47,7	40297
			MOYENNES	74,575	65,725		57,03	

Tableau 9 : Confrontation des tailles de défauts initiaux réelles à celles déterminées grâce à l'équation NASGRO

Si le nombre de valeurs ne permet pas de tracer une distribution correcte des EIFS, elle peut tout de même être mise en place comme présentée en Figure 66. Le graphique en histogrammes est tracé avec toutes les valeurs de défauts (A ou C) et quels que soit la zone de voilure et le site d'amorçage. Le nombre d'échantillons est reporté en pourcentage en ordonnée. La distribution n'est pas très bien définie, cependant, la plupart des fissures semblent avoir des tailles initiales comprises entre 50 et 90 µm. Certains auteurs [55-57] utilisent une représentation différente, simplement en traçant en ordonnée, une fonction de distribution cumulée du nombre d'éprouvettes. La Figure 67 illustre cette représentation pour les essais répertoriés dans le Tableau 9. On voit ainsi que la taille de défaut initiale ne semble pas dépasser les 100µm. Ce graphique peut être comparé à celui présenté dans les

travaux de Gallagher et al [56] (Figure 68), qui regroupe des valeurs d'EIFS caractérisant différents matériaux provenant d'avions de l'US Air Force. Selon la courbe décrivant la distribution d'EIFS pour l'alliage 2024-T351, une taille de défauts de 0 à 100 μ m représenterait entre 65 et 70 % des fissures étudiées. Dans le cas de notre étude, encore une fois non statistiquement représentative, les tailles de défauts initiaux inférieures à 65 μ m représentent environ 50% des fissures ; c'est aussi le cas d'après les travaux de Gallagher et al. Ceci signifie que les défauts observés sur tous les matériaux (provenant de la tôle neuve ou de la voilure) semblent avoir des tailles moyennes cohérentes avec celles retrouvées dans la littérature. On ne retrouve cependant pas de tailles importantes (supérieures à 100 μ m). Pour réaliser une étude statistique des EIFS, il faudrait travailler sur un nombre de fissures plus important. Si on avait une base de données plus vaste, cette approche pourrait être intéressante.

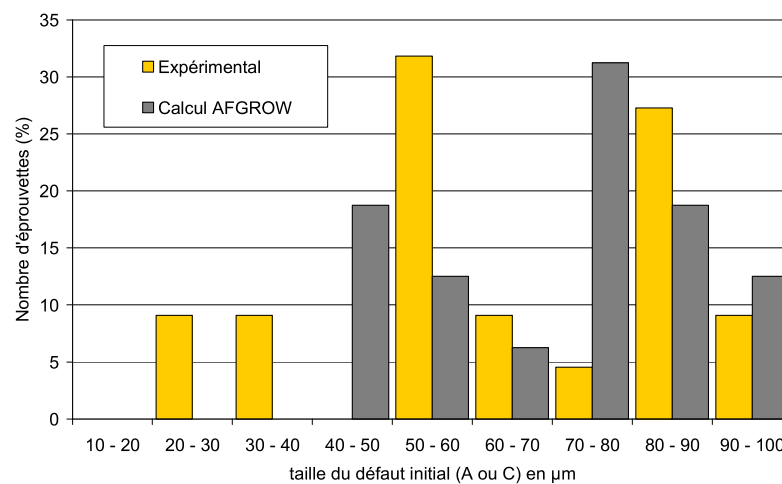


Figure 66 : Distribution des EIFS pour les différentes éprouvettes observées - Confrontation expérimental/calcul AFGROW

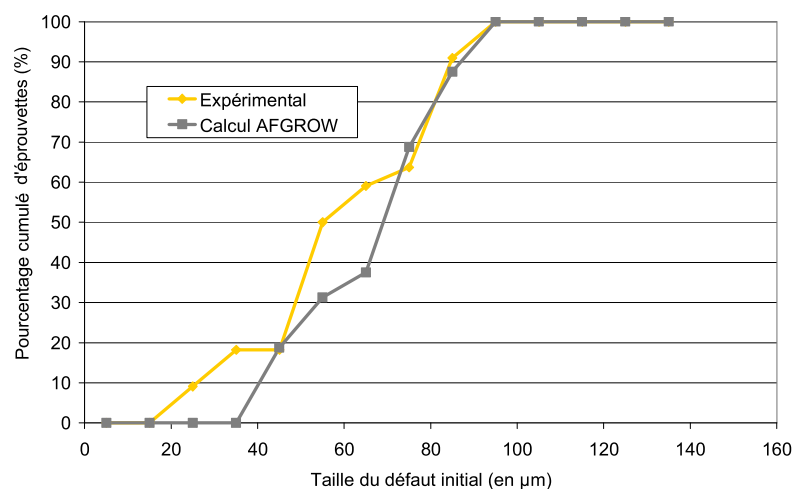


Figure 67 : Distribution cumulée des EIFS pour les différentes éprouvettes observées

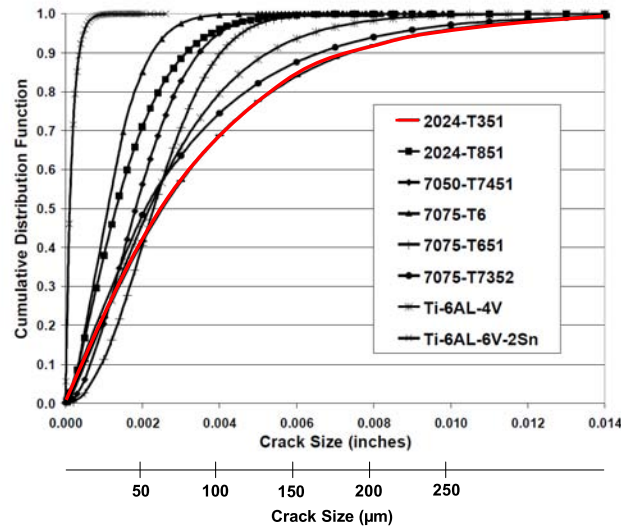


Figure 68 : Fonction de distribution cumulative pour quelques EIFS d'alliages d'aluminium et de titane – Gallagher [56]

La mise en place de l'approche EIFS semble donner des résultats cohérents avec les observations des surfaces de rupture des éprouvettes d'endurance, et ce malgré les nombreuses facettes cristallographiques présentes, qui, selon la littérature [20-22], auraient dû ralentir fortement la propagation et/ou pourraient traduire un processus d'amorçage différent, ce qui invaliderait l'approche développée.

IV.4. Conclusions

Nous avons donc, dans cette seconde partie, évalué la tenue résiduelle en fatigue de panneaux de voilure en alliage d'aluminium 2024-T351 provenant d'un Airbus A320.

Pour cela, nous avons mis en place deux types d'essais de fatigue. Des essais de propagation de fissures ont été effectués. Sur les courbes $da/dN - \Delta K$, on n'observe pas d'abattement significatif des vitesses de propagation que ce soit en comparaison avec le matériau neuf ou avec les courbes représentatives de l'équation NASGRO. Les surfaces de rupture nous ont permis de comparer les vitesses de propagation mesurées lors de l'essai avec celles calculées par mesure d'interstries ; la concordance est excellente.

Les essais d'endurance permettent de quantifier la durée de vie en fatigue et de la comparer à celle d'un matériau neuf, pris en référence. Nous observons alors un léger abattement de la durée de vie sur les matériaux de voilure après service, de l'ordre de 1,5 fois, après normalisation des courbes par les propriétés en traction. Cette observation est faite quelle que soit la zone de voilure étudiée, qu'elle fût fortement ou faiblement sollicitée mécaniquement en vol. Cette diminution n'est cependant pas significative. Elle est due à une modification microstructurale de l'alliage, intervenue par vieillissement durant le service.

Des observations au MEB permettent de mettre en évidence les zones d'amorçage de fissures et de propagation où l'on peut voir de nombreuses plages de stries caractéristiques de la fatigue. Les vitesses de propagation calculées grâce à ces stries sont comparables pour tous les matériaux mais aussi à celles données par l'équation NASGRO. La comparaison des surfaces de rupture des différentes zones de voilure et du matériau neuf ne mettent en évidence aucune différence. Cependant, des facettes cristallographiques liées à une rupture dans les plans $\{111\}$ et donc à une propagation en Pseudo-Stade I ont été identifiées. Habituellement observées en l'absence d'environnement, leur origine n'a pas été clairement définie. Toutes ces observations peuvent nous amener à nous demander si les essais d'endurance sont pertinents dans les conditions testées. En effet, nous avons vu que la majorité des cycles se faisaient en propagation, dans une gamme de vitesses assez élevées, et nous avons montré que la propagation était indépendante du vieillissement.

En complément de cette étude, des essais d'endurance ont été réalisés sur des éprouvettes vieilles artificiellement en laboratoire, dans le cadre du post-doctorat de Manida Prudhomme. Trois temps de vieillissement à 150°C ont été sélectionnés : 27, 55 et 177h, et correspondent respectivement à 50000 heures, 100000 heures (soit une durée de vie avion)

et 320000 heures de service à 80°C (déterminées par équivalences temps-température). Les résultats de cette étude ne montrent pas d'abatement pour les deux premiers états de vieillissement. Cependant celui de 177h, correspondant environ à trois fois une durée de vie avion, montre des chutes de propriétés, notamment une diminution de l'ordre de 60% de l'allongement à rupture et une augmentation de 20% de la limite d'élasticité. De plus la durée de vie en fatigue chute de 25% par rapport aux autres états (neuf, 27h et 55h de vieillissement). Il serait intéressant, par la suite, de mener une campagne d'essais de propagation de fissure sur ces échantillons vieillis pendant 177 heures, pour voir si le comportement en propagation est modifié et si les gammes de vitesse changent.

Références bibliographiques

- [1] The Aluminum Association, "International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys," Registration Record Series Teel Sheets, 2006.
- [2] B. Dubost, and P. Sainfort, "Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium," Techniques de l'Ingénieur - M 240-1, 1991.
- [3] N. Pauze, "Fatigue corrosion dans le sens travers court de tôles d'aluminium 2024-T351 présentant des défauts de corrosion localisée," Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2008.
- [4] C. Larignon, "Mécanismes d'endommagement par corrosion et vieillissement microstructural d'éléments de structure d'aéronef en alliage d'aluminium 2024-T351," Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2011.
- [5] R. Wei, C.-M. Liao, and M. Gao, "A transmission electron microscopy study of constituent-particle-induced corrosion in 7075-T6 and 2024-T3 aluminum alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 29, no. 4, pp. 1153-1160, 1998.
- [6] G. Dlubek *et al.*, "Positron lifetime studies of decomposition in 2024 (Al-Cu-Mg) and 7010 (Al-Zn-Cu-Mg) alloys," *Scripta Materialia*, vol. 39, no. 7, pp. 893-899, 1998.
- [7] S. P. Ringer, and K. Hono, "Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys: Atom Probe Field-Ion Microscopy and Transmission Electron Microscopy Studies," *Materials Characterization*, vol. 44, no. 1-2, pp. 101-131, 2000.
- [8] M. Posada *et al.*, "Exfoliation and related microstructures in 2024 aluminum body skins on aging aircraft," *Materials Characterization*, vol. 38, no. 4-5, pp. 259-272, 1997.
- [9] L. Yanbin *et al.*, "Enhanced fatigue crack propagation resistance of an Al-Cu-Mg alloy by artificial aging," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 492, no. 1-2, pp. 333-336, 2008.
- [10] I. N. Khan, and M. J. Starink, "Microstructure and strength modelling of Al-Cu-Mg alloys during non-isothermal treatments: Part 1- Controlled heating and cooling," *Materials Science and Technology*, vol. 24, no. 12, pp. 1403-1410, 2008.
- [11] N. D. Alexopoulos, "On the corrosion-induced mechanical degradation for different artificial aging conditions of 2024 aluminum alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 520, no. 1-2, pp. 40-48, 2009.
- [12] G. Hénaff, and F. Morel, *Fatigue des structures - Endurance, critères de dimensionnement, propagation des fissures, rupture*, Ellipses ed., 2005.
- [13] B. Bouchet, "Influence de l'environnement sur le comportement en fatigue d'un alliage léger type AU4," Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 1976.
- [14] A. Merati, "A study of nucleation and fatigue behavior of an aerospace aluminum alloy 2024-T3," *International Journal of Fatigue*, vol. 27, no. 1, pp. 33-44, 2005.

-
- [15] H. Voris, and M.-T. Jahn, "Fatigue of aluminium alloy 2024-T351 in humid and dry air," *Journal of Materials Science*, vol. 25, no. 11, pp. 4708-4711, 1990.
- [16] C. Y. Kung, and M. E. Fine, "Fatigue Crack initiation and microcrack growth in 2024-T4 and 2124-T4 aluminum alloys," *Metallurgical Transactions A*, vol. 10, no. 5, pp. 603-610, 1979.
- [17] C. Laird, and G. C. Smith, "Crack propagation in high stress fatigue," *Philosophical Magazine*, vol. 7, no. 77, pp. 847-857, 1962.
- [18] R. M. N. Pelloux, "Mechanisms of Formation of Ductile Fatigue Striations," *Trans ASM*, pp. 281-285, 1969.
- [19] S. R. Mettu, B. J. S. C. Lyndon, and R. G. Forman, *Behavior of surface and corner cracks subjected to tensile and bending loads in Ti-6Al-4V alloy*, Houston, Tex. : [Springfield, VA: National Aeronautics and Space Administration, Lyndon B. Johnson Space Center ; For sale by the National Technical Information Service, 1990.
- [20] J. Petit, and K. Kosche, "Stage I and Stage II propagation of short and long cracks in Al-Zn-Mg alloys," *Mechanical Engineering Publications*, pp. 135-151, 1992.
- [21] C. Gasquères, "Fissuration par fatigue et ténacité d'alliages d'aluminium 2XXX et 7XXX," Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Poitiers, 2006.
- [22] F. Menan, "Influence de la corrosion saline sur la tolérance aux dommages d'un alliage d'aluminium aéronautique 2XXX," Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Poitiers, 2008.
- [23] W. Elber, "Fatigue crack closure under cyclic tension," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 2, no. 1, pp. 37-45, 1970.
- [24] S. Suresh, and R. O. Ritchie, "A geometric model for fatigue crack closure induced by fracture surface roughness," *Metallurgical Transactions A*, vol. 13, no. 9, pp. 1627-1631, 1982.
- [25] R. O. Ritchie, and S. Suresh, "Some considerations on fatigue crack closure at near-threshold stress intensities due to fracture surface morphology," *Metallurgical Transactions A*, vol. 13, no. 5, pp. 937-940, 1982.
- [26] J. Petit, and A. Zeghloul, "Influence de l'environnement et de la microstructure sur la propagation en fatigue des fissures courtes tridimensionnelles," *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, vol. 24, no. 9, pp. 905-913, 1989.
- [27] A. Hartman, and J. Schijve, "The effects of environment and load frequency on the crack propagation law for macro fatigue crack growth in aluminium alloys," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 1, no. 4, pp. 615-631, 1970.
- [28] D. A. Meyn, "The Nature of Fatigue-Crack Propagation in Air and Vacuum for 2024 Aluminum," 1, *Transactions Quarterly of the American Society for Metals*, pp. 52-61, 1968.
-

-
- [29] F. J. Bradshaw, and C. Wheeler, "The influence of gaseous environment and fatigue frequency on the growth of fatigue cracks in some aluminum alloys," *International Journal of Fracture Mechanics*, vol. 5, no. 4, pp. 255-268, 1969.
- [30] G. Henaff, K. Marchal, and J. Petit, "On fatigue crack propagation enhancement by a gaseous atmosphere: Experimental and theoretical aspects," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, no. 8, pp. 2931-2942, 1995.
- [31] A. Clerivet, and C. Bathias, "Study of crack tip opening under cyclic loading taking into account the environment and R ratio," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 12, no. 4, pp. 599-611, 1979.
- [32] K. Minakawa, and A. J. McEvily, "On crack closure in the near-threshold region," *Scripta Metallurgica*, vol. 15, no. 6, pp. 633-636, 1981.
- [33] J. J. Gruff, and J. G. Hutcheson, "*Effects of Corrosive Environments on Fatigue Life of Aluminum Alloys Under Maneuver Spectrum Loading*", Defense Technical Information Center Ed., 1969.
- [34] R. A. Everett, *Effect of service usage on tensile, fatigue, and fracture properties of 7075-T6 and 7178-T6 aluminum alloys*, Washington, D.C. : National Aeronautics and Space Administration, 1975.
- [35] J. N. Scheuring, and A. F. Grandt, "Mechanical properties of aircraft materials subjected to long periods of service usage," *Journal of Engineering Materials and Technology-Transactions of the Asme*, vol. 119, no. 4, pp. 380-386, 1997.
- [36] G. I. Nesterenko, "Service life and survivability of aircraft structures," *Materials Science*, vol. 32, no. 2, pp. 166-178, 1996.
- [37] G. I. Nesterenko *et al.*, "How long time exploitation of the airplanes influences on airplane materials and structures properties," 4, *Journal of Machinery and Reliability*, pp. 330-337, 2006.
- [38] G. I. Nesterenko, "Engineering application of fracture mechanics to aircraft structure damage tolerance estimation," *Materials Science*, vol. 29, no. 1, pp. 10-13, 1993.
- [39] G. I. Nesterenko, and B. G. Nesterenko, "Ensuring structural damage tolerance of russian aircraft," *International Journal of Fatigue*, vol. 31, no. 6, pp. 1054-1061, 2009.
- [40] B. Nesterenko, G. Nesterenko, and V. Basov, "Fracture Behaviour of Skin Materials of Civil Airplane Structures," *ICAF 2009, Bridging the Gap between Theory and Operational Practice*, M. J. Bos, ed., pp. 661-683: Springer Netherlands, 2009.
- [41] V. N. Basov *et al.*, "Study of deterioration of the material properties during aircraft operation," *Strength of Materials*, vol. 38, no. 4, pp. 398-403, 2006.
- [42] W. S. Johnson, R. A. Heller, and J. N. Yang, *Statistical Distribution of Time to Crack Initiation Using Service Data*, Department of Engineering Science and Mechanics Virginia Polytechnic Institute and State University, Semiannual Progress Report - NASA Research Grant NSG 109, 1977.
-

-
- [43] W. S. Johnson, "The history, logic and uses of the Equivalent Initial Flaw Size approach to total fatigue life prediction," *Procedia Engineering*, vol. 2, no. 1, pp. 47-58, 2010.
- [44] J. L. Rudd, "Applications of the Equivalent Initial Quality Method," Technical report AFFDL-TM-77-58-FBE, 1977.
- [45] S. A. Fawaz, "Equivalent initial flaw size testing and analysis of transport aircraft skin splices," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 26, no. 3, pp. 279-290, 2003.
- [46] C. Larignon, J. Alexis, and C. Blanc, "*Rapport d'expertise complet compVF*", Rapport confidentiel programme DIAGNOSTAT, 2010.
- [47] C. Larignon, J. Alexis, and C. Blanc, "*Expertise voilure inter et C47*", Rapport confidentiel programme DIAGNOSTAT, 2011.
- [48] C. Augustin, "Prévision des cinétiques de propagation des défauts de corrosion affectant les structures en alliage d'aluminium 2024," Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2008.
- [49] "ASTM E8 - Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials," 2001.
- [50] "ASTM E647 - Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates", pp. 594-635, 2001.
- [51] F. Hamon, "Modélisation du comportement mécanique en fissuration d'alliages aéronautiques," Thèse de doctorat, ENSMA, Poitiers, 2010.
- [52] Z. Q. Zheng *et al.*, "The behavior of fatigue crack initiation and propagation in AA2524-T34 alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 4–5, pp. 2017-2022, 2011.
- [53] R. Develay, "Aluminium et alliages d'aluminium corroyés : propriétés métalliques," *Techniques de l'ingénieur Métaux et alliages, matériaux magnétiques et multimatériaux*, vol. base documentaire : TIB357DUO, no. ref. article : m438, 1992.
- [54] R. J. Bucci, G. Nordmark, and E. A. J. Starke, "Selecting Aluminum Alloys to Resist Failure by Fracture Mechanisms," *ASM Handbook, Fatigue And Fracture* (ASM International), pp. 771-812, 1979.
- [55] G. Maymon, "Probabilistic crack growth behavior of aluminum 2024-T351 alloy using the 'unified' approach," *International Journal of Fatigue*, vol. 27, no. 7, pp. 828-834, 2005.
- [56] J. P. Gallagher, C. A. Babish, and J. C. Malas, "Damage tolerant risk analysis techniques for evaluating the structural integrity of aircraft structures.", Conference Paper, Proceedings of the 11th international conference on fracture, Turin, Italy, vol.20, 2005.
- [57] P. M. G. P. Moreira, P. F. P. de Matos, and P. M. S. T. de Castro, "Fatigue striation spacing and equivalent initial flaw size in Al 2024-T3 riveted specimens," *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 43, no. 1, pp. 89-99, 2005.
-

Conclusions générales et Perspectives

Ces travaux de thèse avaient pour objectif d'établir un retour d'expérience sur le vieillissement de matériaux d'avions après service. Les buts principaux étaient de caractériser le vieillissement et ses impacts sur leurs propriétés (mécaniques, physiques, de fatigue). L'étude s'est focalisée sur deux matériaux de voilures différents :

- un composite carbone T300 / époxy 914 constitutif des voilures d'un Falcon X et d'un ATR 72,
- un alliage d'aluminium 2024-T351 constitutif de l'intrados de voilure d'un Airbus A320.

Les conclusions de ces travaux de caractérisation du vieillissement de matériaux de voilure ont permis de mettre en avant un très bon comportement des matériaux après service en vol. Pour les deux matériaux étudiés, les modifications de propriétés résiduelles qui ont pu être relevées restent mineures.

Le retour d'expérience, mis en place pour le programme DIAGNOSTAT, ciblait deux aspects différents :

- l'aide à la maintenance : nos études n'ayant pas permis de mettre en évidence des défauts ou des endommagements significatifs, cet aspect n'a donc pas été développé. Cela permet cependant de mettre en avant des perspectives pour le second point,
- l'amélioration de la conception : d'après les travaux réalisés, il semblerait que les prévisions étaient très bonnes lors de la conception. En effet, la très bonne santé matière et les propriétés résiduelles inchangées mettent en exergue un bon dimensionnement, voire un sur-dimensionnement. Sur ce point, des réductions de marges pourraient être envisagées.

Quelques difficultés ont dû être affrontées lors de ces travaux. En effet, comme nous avons pu le voir, la recherche de valeurs de références, principalement pour les matériaux composites, a été un premier obstacle important. Nous avons tout d'abord fait des recherches dans les archives de la voilure V10F, dans lesquels sont référencés tous les essais de qualification et de certification des matériaux de l'époque. Au vu des difficultés rencontrées pour retrouver des résultats comparables à ceux des essais réalisés aujourd'hui (drapages différents, méthodes d'essais différentes, etc ...), nous avons dû faire fabriquer des plaques de matériau composite neuves. Là encore, des problèmes se sont posés : les formulations de la résine ont changé et on ne sait pas réellement en quoi elles peuvent influencer sur les propriétés résiduelles du matériau.

Une deuxième limite de cette approche est la méconnaissance des historiques de sollicitations (mécaniques, thermiques, liées à l'environnement,...) en service. Cet aspect s'applique pour les deux matériaux étudiés. Ainsi, pour les alliages d'aluminium, les deux zones de voilure semblent avoir subi des vieillissements différents. Cependant on ne connaît pas réellement ces différences quelle qu'en soit la nature ... De même, pour les matériaux composites, l'historique « hydrique », par exemple, reste inconnu. En effet, on a mis en évidence qu'un gradient d'humidité se créait lors d'une reprise en eau en laboratoire, dans des conditions expérimentales maîtrisées ; il est toutefois impossible de déterminer ce gradient sans connaître l'histoire « environnementale » du matériau. Il pourrait donc être intéressant, pour ces matériaux issus du démantèlement, de caractériser plus finement la présence d'eau diffusée grâce à des techniques de spectroscopie (RMN – RAMAN – FTIR), avec lesquelles on peut observer des mouvements de chaînes macromoléculaires et y associer divers réponses (taux d'humidité, contraintes internes, etc ...). Les gradients d'humidité relevés par ces techniques expérimentales pourraient ainsi être mieux comparés aux modèles, et les gradients de température de transition vitreuse au sein du stratifié pourraient être évalués.

De plus, il serait intéressant d'approfondir les études sur les relations humidité / propriétés mécaniques en travaillant sur des drapages de stratifiés non standards et plus représentatifs des drapages « avions ».

En couplant ces deux derniers points, on pourrait remonter à des gradients de propriétés mécaniques, connaissant les évolutions de celles-ci en fonction de la T_g .

Enfin, il faut bien garder à l'esprit que cette étude a porté sur les voilures de trois avions. Ainsi nos conclusions ne sont peut-être pas généralisables à toute la flotte d'aéronefs en fin de vie ou en service. Pour pouvoir justifier le terme « STATistique » du programme DIAGNOSTAT, il faudrait donc étendre l'étude à de nombreux appareils ayant eu des historiques de vol différents et établir des bases de données de caractéristiques pertinentes.

Le programme ayant permis de mettre en place une approche méthodologique pour caractériser le vieillissement des matériaux aéronautiques, il serait donc bon de l'étendre à d'autres matériaux. Pour les métalliques notamment, il serait intéressant d'étendre l'étude à l'alliage 7150-T651, constitutif de l'extrados de la voilure A320 et l'alliage 7175-T73 utilisé pour le caisson central de voilure. Tout d'abord, un diagnostic « rapide » d'un éventuel vieillissement pourrait être réalisé à l'aide de la technique OCP (caractérisation électrochimique par mesures de potentiel d'abandon), développée par Céline Larignon et al au CIRIMAT dans le cadre du programme DIAGNOSTAT. Ainsi des zones apparaissant « plus vieilles » pourraient être sélectionnées pour une caractérisation plus poussée. Cette

méthodologie pourrait aussi s'appliquer lors des phases de conception. En effet, de nouveaux alliages entrant sur le marché, on pourrait évaluer, par vieillissement artificiel, diagnostic OCP et examen de la tenue en fatigue résiduelle, si l'on peut garantir qu'ils auront d'aussi bons comportements face au vieillissement que les matériaux étudiés ici.

De plus, il serait bon de caractériser les matériaux dans des conditions les plus proches des configurations « avions ». Par exemple, les pièces métalliques sont recouvertes de revêtements après traitements chimiques des surfaces (décapage, oxydation). Il serait donc intéressant de comparer la tenue en fatigue à cœur et en surface des matériaux pour évaluer d'éventuelles différences dues aux traitements et aux revêtements. De même, on a pu voir que les revêtements des matériaux composites jouaient un rôle important dans la diffusion de l'eau. Des études complémentaires pourraient être conduites pour mieux comprendre les phénomènes mis en jeu.

D'autre part, les essais réalisés en fatigue sur les alliages métalliques ont été conduits à un rapport de charge $R=0,1$; mais il serait intéressant d'étendre l'étude à la fatigue sous spectre (TWIST par exemple), permettant de rendre compte au mieux des sollicitations en vol. Les modifications de comportement cyclique induites par les évolutions microstructurales pourraient alors entraîner une variation dans l'intensité des effets « retard » qu'il conviendrait de prendre en compte dans les prédictions de durée de vie.

Par ailleurs, des essais complémentaires à cette étude ont été réalisés, toujours dans le cadre de DIAGNOSTAT, sur les alliages d'aluminium lors du post-doctorat de Manida Prudhomme. Plus précisément, ils ont permis d'évaluer la tenue en fatigue résiduelle après introduction de défauts de corrosion artificiels calibrés sur différents états de vieillissement. L'approche type EIFS développée dans le cadre de cette thèse a montré que ces tailles de défauts initiaux sur éprouvettes corrodées sont du même ordre que celles des défauts en l'absence de corrosion, de sorte que l'effet sur la durée de vie reste limité. Il serait intéressant d'investiguer cette approche dans des configurations telles que les tailles de défauts de corrosion sont supérieures à celles estimées par EIFS en l'absence de corrosion préalable. Enfin la résistance à la fissuration en fatigue-corrosion serait un aspect à examiner, toujours dans le souci d'avoir des conditions représentatives ; en effet dans ces alliages, les vitesses de propagation en fatigue-corrosion sont contrôlées par la compétition entre cinétique de dissolution et cinétique de repassivation. Or on imagine aisément que les modifications de la structure de précipitation induite par le vieillissement soient susceptibles d'affecter ces cinétiques.

ANNEXES

ANNEXE 1 :**Calcul des caractéristiques élastiques du stratifié à partir des propriétés du pli**

Les axes L et T correspondent au repère lié au pli et x et y à celui lié au stratifié.

Propriétés du pli unidirectionnel :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_L \\ \sigma_T \\ \sigma_{LT} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{E_L}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}} & \frac{\nu_{TL}E_L}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}} & 0 \\ \frac{\nu_{LT}E_T}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}} & \frac{E_T}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}} & 0 \\ 0 & 0 & G_{LT} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_L \\ \varepsilon_T \\ 2\varepsilon_{LT} \end{Bmatrix}$$

On simplifie l'écriture par :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_L \\ \sigma_T \\ \sigma_{LT} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \overline{E}_L & \nu_{TL} \cdot \overline{E}_L & 0 \\ \nu_{LT} \cdot \overline{E}_T & \overline{E}_T & 0 \\ 0 & 0 & G_{LT} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_L \\ \varepsilon_T \\ 2\varepsilon_{LT} \end{Bmatrix}$$

Notons θ , l'angle de rotation pour passer de l'axe x à L.

On a alors, pour chacun des plis du stratifié :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_{xy} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \overline{E}_{11} & \overline{E}_{12} & \overline{E}_{13} \\ \overline{E}_{21} & \overline{E}_{22} & \overline{E}_{23} \\ \overline{E}_{31} & \overline{E}_{32} & \overline{E}_{33} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ 2\varepsilon_{xy} \end{Bmatrix}$$

avec :

$$\overline{E}_{11}(\theta) = \cos^4 \theta \cdot \overline{E}_L + \sin^4 \theta \cdot \overline{E}_T + 2 \cos^2 \theta \cdot \sin^2 \theta (\nu_{TL} \overline{E}_L + 2G_{LT})$$

$$\overline{E}_{22}(\theta) = \sin^4 \theta \cdot \overline{E}_L + \cos^4 \theta \cdot \overline{E}_T + 2 \cos^2 \theta \cdot \sin^2 \theta (\nu_{TL} \overline{E}_L + 2G_{LT})$$

$$\overline{E}_{33}(\theta) = \cos^2 \theta \cdot \sin^2 \theta (\overline{E}_L + \overline{E}_T - 2 \nu_{TL} \overline{E}_L) + (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta)^2 \cdot G_{LT}$$

$$\overline{E}_{12}(\theta) = \cos^2 \theta \cdot \sin^2 \theta (\overline{E}_L + \overline{E}_T - 4 G_{LT}) + (\cos^4 \theta \cdot \sin^4 \theta) \nu_{TL} \overline{E}_L$$

$$\overline{E}_{13}(\theta) = -\cos \theta \cdot \sin \theta \{ \cos^2 \theta \cdot \overline{E}_L - \sin^2 \theta \cdot \overline{E}_T - (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta) (\nu_{TL} \overline{E}_L + 2 G_{LT}) \}$$

$$\overline{E}_{23}(\theta) = -\cos \theta \cdot \sin \theta \{ \sin^2 \theta \cdot \overline{E}_L - \cos^2 \theta \cdot \overline{E}_T - (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta) (\nu_{TL} \overline{E}_L + 2 G_{LT}) \}$$

Enfin, pour l'ensemble des plis du stratifié, on applique :

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{0x} \\ \sigma_{0y} \\ \sigma_{0xy} \end{Bmatrix} = \frac{1}{h} \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{13} \\ A_{21} & A_{22} & A_{23} \\ A_{31} & A_{32} & A_{33} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{0x} \\ \varepsilon_{0y} \\ \gamma_{0xy} \end{Bmatrix}$$

avec $A_{ij} = \sum_{k=1}^n \overline{E}_{ij}^k \times e_k = A_{ji}$ (e_k : épaisseur du pli k)

On obtient alors les propriétés d'élasticité du stratifié suivantes, h représentant l'épaisseur du stratifié :

$$E_x = \frac{A_{11}A_{22} - A_{12}^2}{A_{22} \cdot h}$$

$$E_y = \frac{A_{11}A_{22} - A_{12}^2}{A_{11} \cdot h}$$

$$\nu_{xy} = \frac{A_{21}}{A_{22}} = \frac{A_{12}}{A_{22}}$$

$$\nu_{yx} = \frac{A_{12}}{A_{11}} = \frac{A_{21}}{A_{11}}$$

$$G_{xy} = \frac{A_{33}}{h}$$

ANNEXE 2 :

Evolution des courbes DMA en fonction de l'état d'humidité

Dans cette annexe, sont reportées des courbes DMA représentatives des différents états d'humidité testés. Elles permettent de visualiser l'évolution de l'allure des courbes de module de perte, de conservation et de tangente δ .

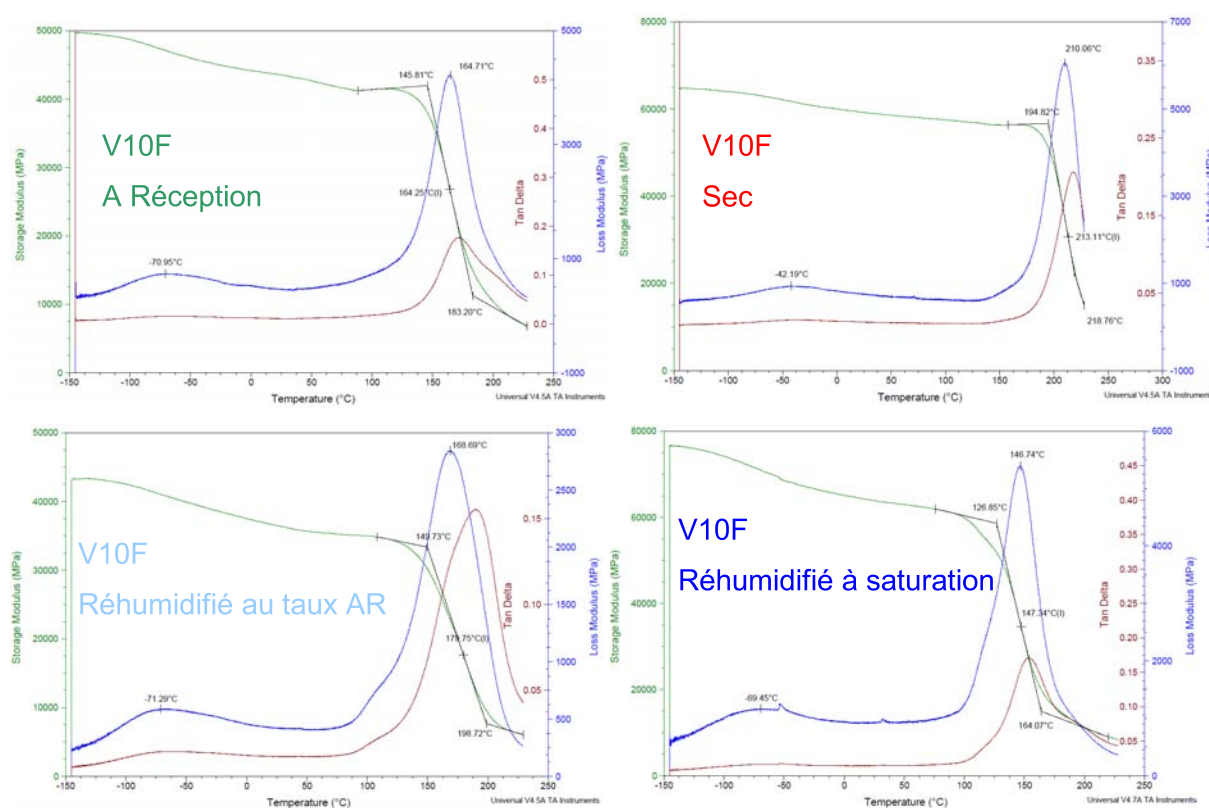


Figure 1 : Evolution des courbes DMA obtenues sur le matériau de voilure V10F

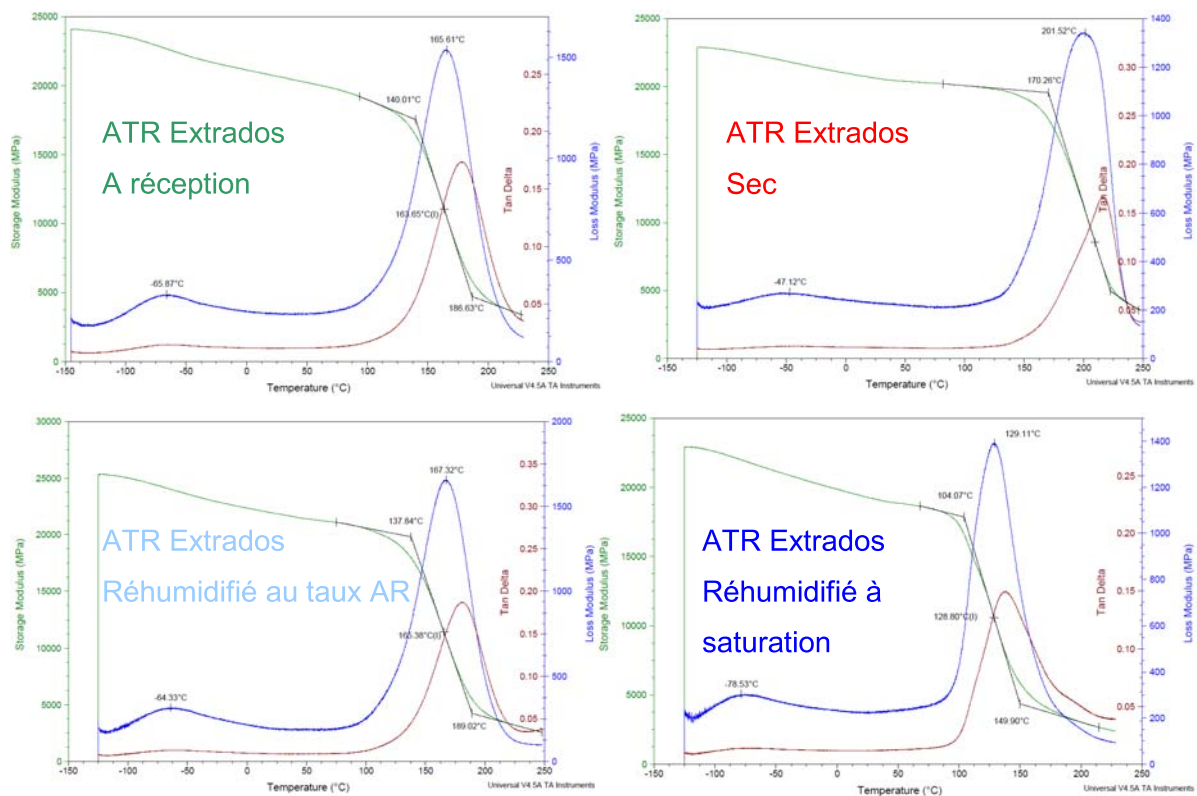


Figure 2 : Evolution des courbes DMA obtenues sur le matériau de l'extrados de voilure ATR

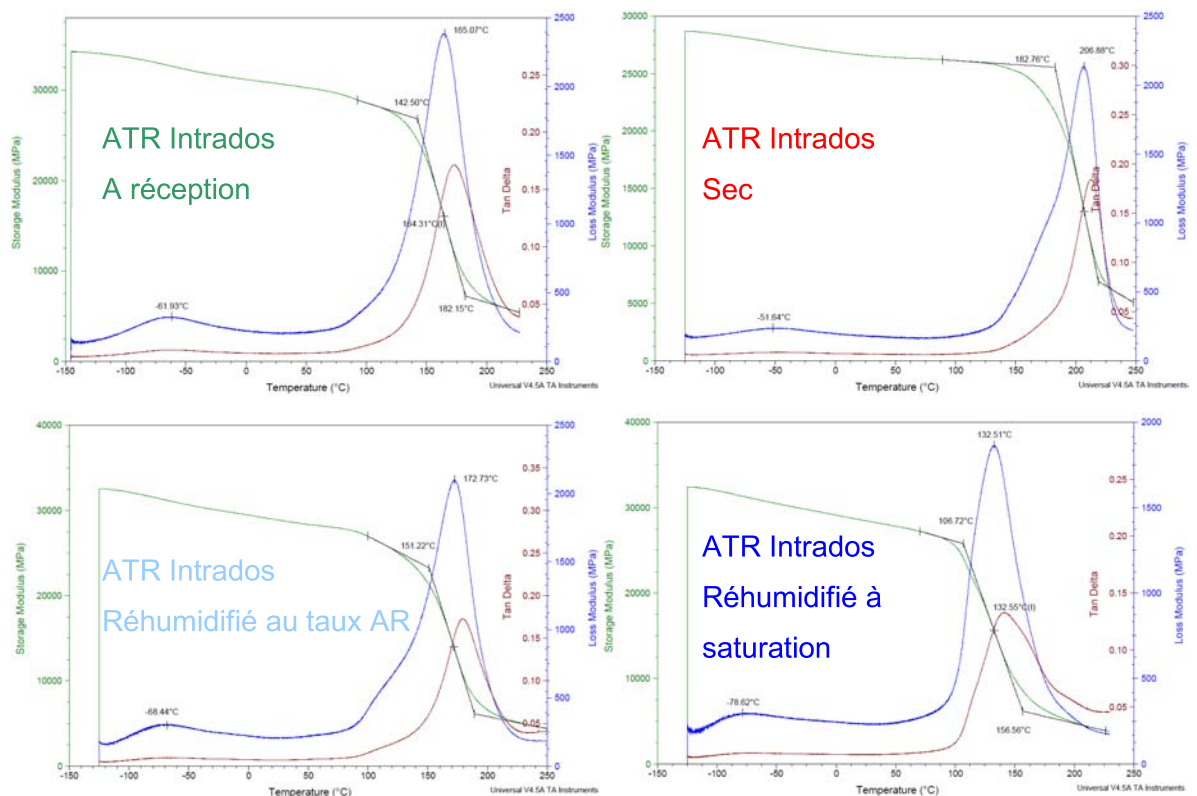


Figure 3 : Evolution des courbes DMA obtenues sur le matériau de l'intrados de voilure ATR

ANNEXE 3 :

Observations des stries de fatigue sur éprouvettes d'endurance en alliage d'aluminium 2024-T351 provenant de la voilure d'un A320

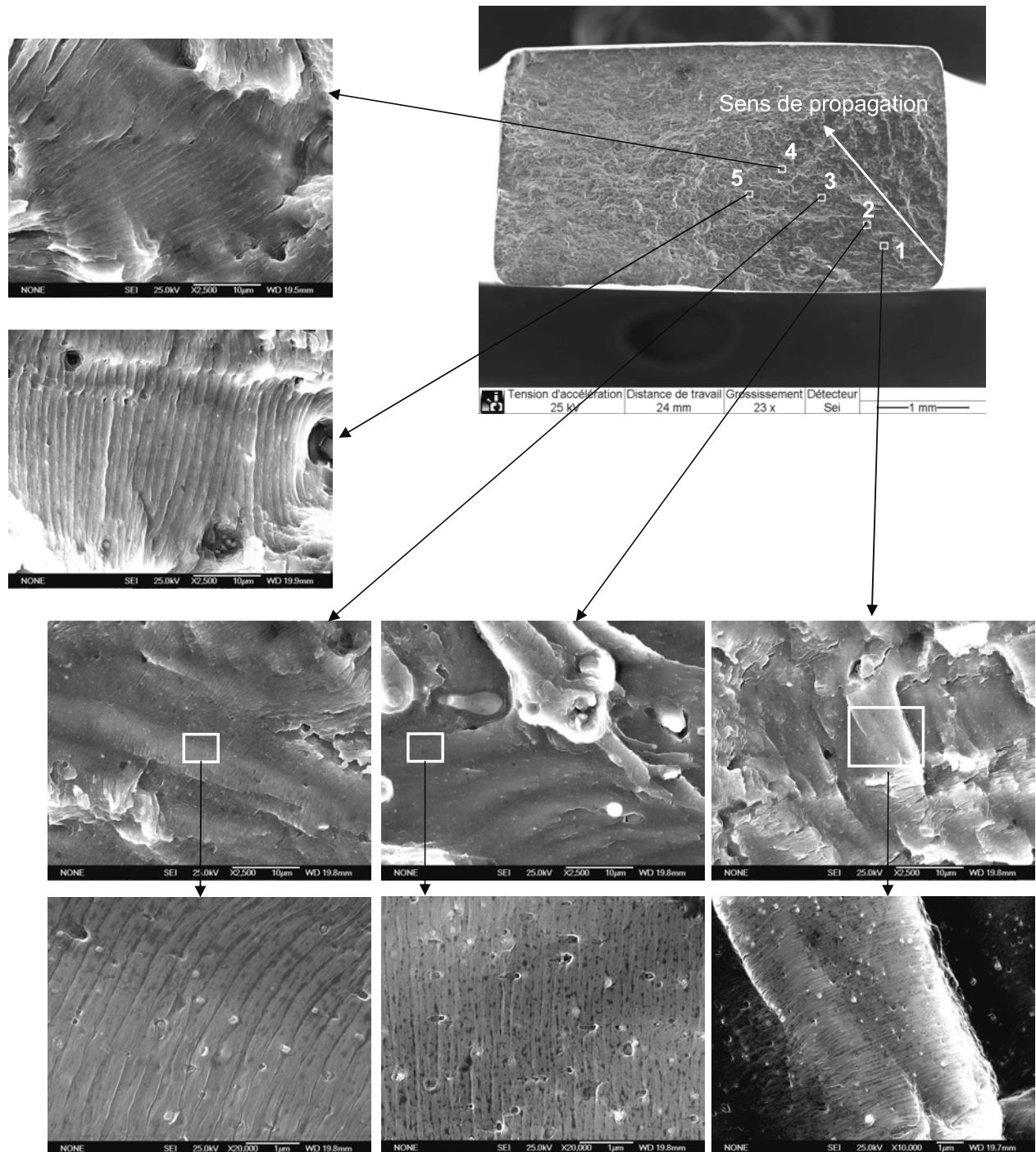


Figure 4 : Micrographies des zones de stries du matériau de la zone « moteur » de la voilure de l'A320

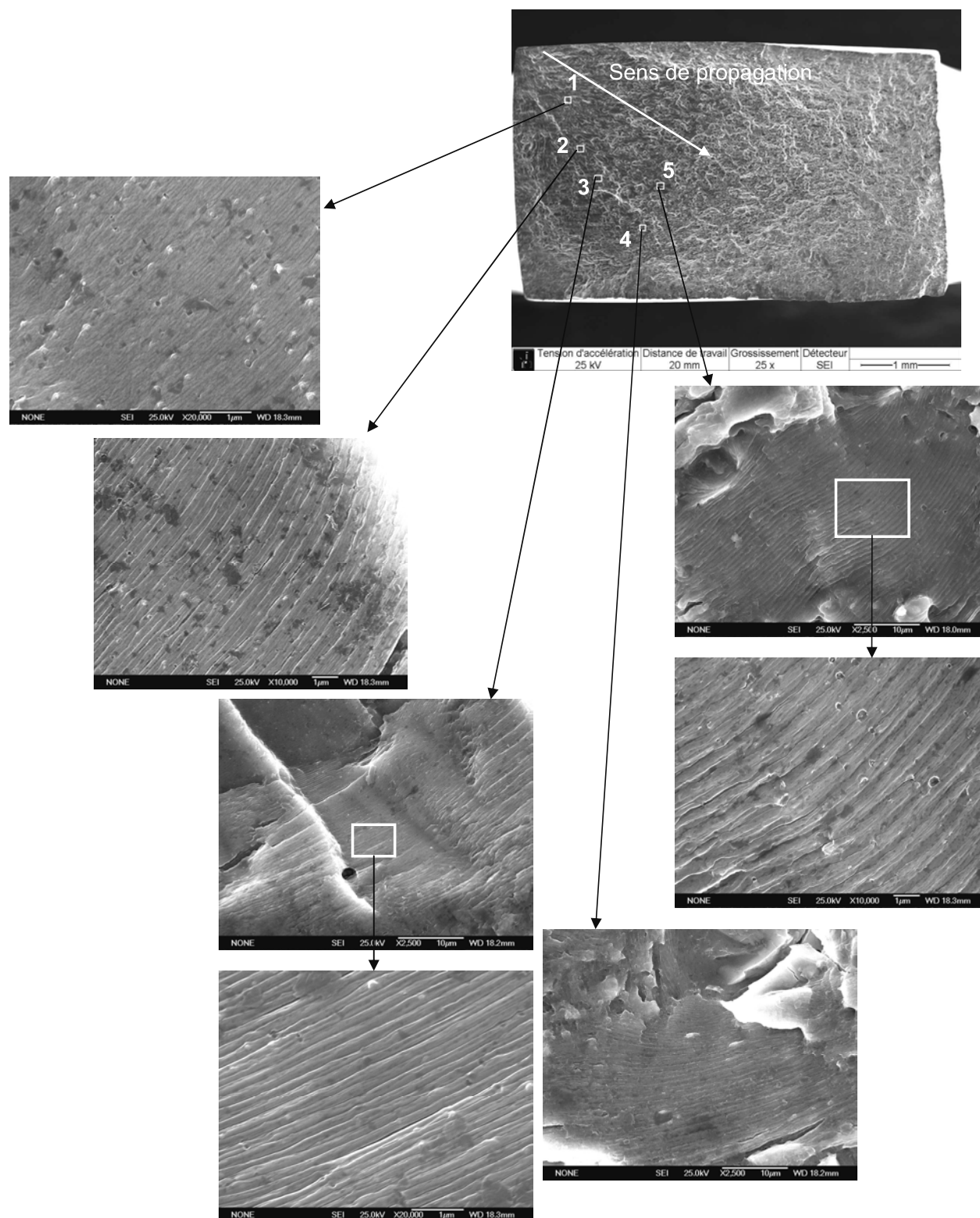


Figure 5 : Micrographies des zones de stries du matériau de la zone d'extrémité de la voilure de l'A320

RESUME

Cette thèse s'inscrit dans le cadre d'un vaste programme visant à établir un premier retour d'expérience sur des structures aéronautiques en fin de vie. L'objectif des travaux présentés ici est donc de caractériser le vieillissement et les propriétés résiduelles de pièces provenant d'avions après démantèlement, et donc après service. Plus précisément, deux matériaux de nature différente sont considérés : un alliage d'aluminium 2024-T351, constitutif d'une voilure d'A320 ; et un composite carbone/ époxy T300/914, prélevé sur les voilures d'un Falcon X et d'un ATR.

Pour les voilures composites, les travaux ont porté sur les effets de l'eau des stratifiés. L'évolution de la température de transition vitreuse en DMA a été étudiée en fonction du taux d'humidité présente dans le stratifié. Les résultats d'essais de sorption et de désorption ont été confrontés à différents modèles de diffusion. Les propriétés résiduelles ont été évaluées au travers de divers essais mécaniques. Il ressort de cette étude un très bon comportement du composite après service.

Les travaux concernant la voilure métallique se focalisent sur les propriétés résiduelles en fatigue de l'alliage de voilure. Les résultats montrent qu'un durcissement structural apparaît en service, et qu'un léger abattement de la durée de vie en fatigue est observable. Cependant, le comportement à la fissuration est inchangé en comparaison avec un matériau « neuf ».

Au final, ce premier retour d'expérience est positif. Il peut maintenant permettre aux avionneurs de vérifier les règles utilisées lors de la conception ou d'optimiser certains dimensionnements, mais aussi de justifier des extensions de durée de vie des avions.

Mots-clés : Détérioration / Aluminium--Alliages / Composites à fibres de carbone / Résines époxydes / Aéronautique / Matériaux--Fatigue / Durée de vie (ingénierie) / Fissuration / Matériaux--Effets de l'eau / Diffusion (physique)

ABSTRACT

This thesis is part of a larger program aimed at establishing a first feedback on structural health of aeronautical structures at the end of life. The aim of the work presented here is to characterize the residual properties after aging of parts from aircraft after teardown, and therefore after service. Specifically, two different types of materials are considered: an aluminum alloy 2024 T351, constituting the underside of an A320 wing, and a composite carbon/epoxy T300/914, taken from the wing of a Falcon X and the wing of an ATR.

Concerning the composite wings, the study focused on the effects of water on laminated composites. The evolution of the glass transition temperature by DMA has been studied as function of moisture present in the composite. The results of sorption and desorption tests were confronted to different diffusion models. Residual properties were evaluated through various mechanical tests. It is clear from this study a very good behavior of the composite after service.

The work on the metal wing is focused on the residual fatigue properties of these alloys. The results show that hardening occurs in service, and a slight reduction of the fatigue life is observed, the number of cycles to failure ranging between 10^4 and 10^6 . However, the fatigue crack growth resistance is unchanged in comparison with a « virgin » material.

Finally, this initial feedback is positive: the studied materials have not undergone significant changes in properties. It can now enable manufacturers to check the design rules or to optimize the design, but also to justify aircraft life extensions.

Keywords: Deterioration / Aluminium--Alloys / Carbon composites / Epoxy resins / Aeronautics / Materials--Fatigue / Service life (Engineering) / Cracking / Materials--Water Effects / Diffusion