



Evaluation non destructive par ultrasons de l'adhésion aux interfaces de joints collés

Emmanuel Siryabe

► To cite this version:

Emmanuel Siryabe. Evaluation non destructive par ultrasons de l'adhésion aux interfaces de joints collés. Autre. Université de Bordeaux, 2016. Français. NNT : 2016BORD0427 . tel-01476164

HAL Id: tel-01476164

<https://theses.hal.science/tel-01476164>

Submitted on 24 Feb 2017

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

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

THÈSE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR
SPÉCIALITÉ : MÉCANIQUE et INGÉNIERIE

Par **Emmanuel SIRYABE**

Évaluation non destructive par ultrasons de l'adhésion aux interfaces de joints collés

Sous la direction de : **M. Michel CASTAINGS**
(co-encadrant : **M. Mathieu RENIER**)

Soutenue le 13 décembre 2016

Après avis de :

M.	E. LE CLEZIO , Professeur, Université de Montpellier	Rapporteur
M.	M.E. EL-KETTANI , Maître de conférences HDR, Université du Havre	Rapporteur

Devant la commission d'examen formé de :

M.	M. J. S. LOWE , Professeur, Imperial college, Londres	Président
M.	E. LE CLEZIO , Professeur, Université de Montpellier	Rapporteur
M.	M.E. EL-KETTANI , Maître de conférences HDR, Université du Havre	Rapporteur
M.	E. PAPON , Professeur, Université de Bordeaux	Examineur
M.	M. CASTAINGS , Professeur, Bordeaux INP	Examineur
M.	M. RENIER , Maître de conférences, Université de Bordeaux	Examineur
Mme.	A. MEZIANE , Maître de conférences, Université de Bordeaux	Invité
M.	D. BARNONCEL , Docteur-Ingénieur, AIRBUS DS	Invité

Remerciements

Ce mémoire est le résultat d'un travail effectué à l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux (I₂M), au sein de l'équipe Ultrasons Matériaux (UM) du département d'Acoustique Physique (APy).

Je tiens donc à remercier Olivier PONCELET, chargé de recherche au CNRS, ainsi qu'Eric ARQUIS, professeur des universités à l'Institut Polytechnique de Bordeaux, pour m'avoir accueilli au sein du département d'acoustique physique (APY) de l'I₂M.

Je remercie Emmanuel LE CLEZIO, professeur des universités à l'université de Montpellier, ainsi que Mounsif Ech-Cherif EL-KETTANI, maître de conférences HDR à l'université du Havre, de m'avoir fait l'honneur d'examiner ce « long » manuscrit de thèse.

Merci à Michael LOWE, professeur des universités à l'Imperial College de Londres, pour avoir présidé le jury de thèse.

Je remercie également Eric PAPON, professeur des universités à l'université de Bordeaux, David BARNONCEL, docteur-ingénieur à AIRBUS DS, d'avoir accepté de participer au jury de thèse.

J'adresse particulièrement toute ma gratitude à Michel CASTAINGS, professeur des universités à l'Institut Polytechnique de Bordeaux, Mathieu RENIER et Anissa MEZIANE, maîtres de conférences à l'université de Bordeaux, pour m'avoir encadré durant ces trois années. Je ne pourrai jamais les remercier assez pour tout ce qu'ils m'ont apporté depuis mon arrivée à Bordeaux, tant sur le plan académique que personnel. Merci pour votre encadrement remarquable, votre sympathie, pour la confiance que vous m'avez témoignée, ainsi que pour votre patience à mon égard. Vous avez toujours été disponible dans les bons comme dans les moments difficiles et vous avez su m'apporter cette aide dont j'avais besoin pour conduire ce travail. Vous avez toujours su me donner « la pincée de sel et de poivre qui apportait toute la saveur à ma cuisine ». Bref, je pourrai prendre plusieurs pages et mes mots ne suffiront peut être pas pour vous exprimer ma reconnaissance. Alors du fond du cœur, je vous dis simplement merci !

Je remercie vivement Jocelyne GALY, directrice de recherche au CNRS pour ses précieux échantillons sans lesquels, ma thèse n'aurait pas évolué et je n'aurais pas pu aboutir aux différents résultats que je présente aujourd'hui. Tu as toujours été disponible que ce soit pour la réalisation des échantillons ou encore pour la relecture de mon travail. L'aboutissement de ma thèse c'est aussi en

partie grâce à toi et je t'en suis infiniment reconnaissant. Merci également à Camille GAUTHIER pour la réalisation des plaques époxy et pour nos nombreuses discussions. Tu as été une partenaire de projet efficace et sympa !!!

Je remercie l'ANR qui a financé ma thèse via le projet ISABEAU et particulièrement Joseph MOYSAN, professeur des universités à l'université d'Aix Marseille, coordinateur du projet. Merci également aux différents membres du projet avec qui nous avons eu de nombreuses discussions (très intéressantes) lors des différentes assemblées des partenaires, ainsi que les partenaires industriels AIRBUS DS et SAFRAN pour les différents échantillons.

Je remercie Christine BIATEAU, ingénieur au CNRS pour sa sympathie et son aide précieuse dans la mise en place des expérimentations. Merci beaucoup !

Je remercie Béatrice DESOUDIN et Sandrine GUIT sans qui le laboratoire ne tournerait pas ! Dès qu'un besoin est formulé, elles répondaient toujours présentes ! Merci beaucoup ! Un grand merci également à Cathy BLANCHARD qui oeuvre jour après jour pour le bien être du laboratoire.

Je tiens à remercier Christophe BACON, professeur des universités à l'Institut Polytechnique de Bordeaux, pour son aide et nos multiples échanges sur le modèle statique. Merci à Samuel RODRIGUEZ, maître de conférences à l'université de Bordeaux, pour son aide et ses conseils tant sur les problèmes de logiciels que sur ma présentation de thèse. Merci à Olivier PONCELET et Clément ROSSIGNOL, chargés de recherche au CNRS, pour leur conseil et nos multiples discussions sur l'après-thèse. Merci également à Christophe ARISTEGUI, Bertrand AUDOIN, Stéphane BASTE, professeurs des universités à l'université de Bordeaux, Marc DESCHAMPS, Alexander SHUVALOV, directeurs de recherche au CNRS, Yannick GUILLET, Thomas BRUNET, Eric DUCASSE, maîtres de conférences à l'université de Bordeaux, pour leur accueil.

Je remercie également Pierre MARECHAL, maître de conférences à l'université du Havre, pour ses conseils et ses encouragements. Merci pour toute cette confiance que tu m'as exprimé et que tu continu à m'exprimer. Et je l'espère qu'elle ne s'arrêtera pas...

Je remercie également mes anciens collègues de bureau, Julien, Romain, Feng, Valentin, Liwang avec qui nous avons partagé de très bons moments pendant ces trois ans. Courage à toi Valentin pour l'hiver au Québec et Courage également au nouvel entrant Sreedhar.

Je remercie sincèrement tous les collègues doctorant et d'ici peu « futurs docteurs, je l'espère », que j'ai pu côtoyer au cours de ces trois années. Je pense à Karim, Racine, Abdoulaye, Benoit, Alexis, Mohammed, Aurore, Mahffoud, Hamza, Aditya et tous les nouveaux doctorant. C'était un très

grand plaisir de travailler avec vous ! Courage à ceux/celles qui devraient soutenir d'ici le début d'année !

Sans ne vouloir oublier personne, je tiens à remercier tous ceux/celles avec qui j'ai partagé des souvenirs impérissables durant mon séjour à Bordeaux, mais également à ceux/celles qui de loin m'ont soutenu.

Merci particulièrement à toi Sylvia pour ton soutiens, ton aide à travers tes différentes relectures et tes encouragements. Tu es géniale ! Merci également à toi Géraldine pour ta relecture à grande vitesse ! God bless ! Sans rentrer dans les détails, merci à vous mamans Léonie et Angèle pour tout !

Merci à ma famille qui m'a toujours soutenu malgré la distance qui nous sépare !!!

Enfin, je ne pourrais terminer ces remerciements sans m'adresser à une personne spéciale pour moi. Merci à toi Céline pour avoir été inconditionnellement là, pour m'avoir supporté et pour m'avoir encouragé. Tu n'as cessé de croire en moi et de me dire « tu es mon champion ». Love you !

Table des matières

Table des matières	i
Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : État de l’art sur le contrôle et l’évaluation non destructifs des assemblages collés.....	5
1. Quelques rappels sur la technique d’assemblage par collage	6
1.1. Définitions propres aux assemblages de deux matériaux	6
1.1.1. La cohésion	6
1.1.2. L'interface et l'interphase.....	6
1.1.3. L’adhésion et l'adhérence	7
1.2. Assemblage de deux matériaux par collage	8
1.3. Résistance mécanique des assemblages collés.....	9
1.4. Les défauts de cohésion et les causes de leur apparition.	11
1.4.1. L’influence du type d’adhésif	12
1.4.2. L’influence de la réticulation de l'adhésif	12
1.5. Les défauts d'adhésion.....	14
1.5.1. Les décollements	14
1.5.2. Une faible adhésion	14
1.5.3. Les kissing bonds	15
1.6. Paramètres influençant l’adhésion et les traitements de surface.....	16
1.6.1. La rugosité des substrats	16
1.6.2. La mouillabilité de l'adhésif sur le substrat.....	17
1.6.3. La viscosité de l’adhésif initialement liquide.....	18
1.6.4. La formation des liaisons chimiques et physiques : rôle du primaire d'adhésion	18
2. Méthodes de CND/END n’utilisant pas des ondes élastiques et appliquées à la caractérisation du collage	19
2.1. La thermographie infrarouge	19
2.2. Les techniques optiques	21
2.3. La radiographie.....	22
3. Méthodes de CND/END utilisant des ondes élastiques et appliquées à la caractérisation du collage	23
3.1. Modélisation de la propagation d’ondes élastiques en régime linéaire dans les assemblages collés.....	24
3.1.1. Les modèles multicouches	24
3.1.2. Les modèles rhéologiques pour l’étude de la cohésion	26
3.1.3. Les modèles rhéologiques pour l’étude de l’adhésion	28
3.2. Méthodes de caractérisation de la cohésion et de l’adhésion utilisant les ondes élastiques	29
3.2.1. Les vibrations sonores	29
3.2.2. Les ondes ultrasonores de volume	30
3.2.3. Les ondes guidées.....	37
Conclusions et contributions de la thèse	43
Chapitre 2 : Anisotropie apparente d’un adhésif induite par des interphases imparfaites et évaluation des raideurs d’interfaces.....	45
1. Quelques rappels.....	46
1.1. Elasticité linéaire : loi de Hooke	46

1.2. Ondes de volume dans un solide élastique	48
1.3. Méthodes de caractérisation des matériaux	51
1.3.1. Caractérisation par temps de vol	51
1.3.2. Caractérisation par fonction de transfert	53
2. Présentation des échantillons de l'étude	55
2.1. L'adhésif époxy.....	55
2.1.1. Monomères utilisés	55
2.1.2. Formulation adhésive	57
2.1.3. Réalisation des plaques époxy.....	57
2.2. L'aluminium	58
2.3. Les assemblages tri-couches aluminium/époxy/aluminium avec des propriétés cohésives et inter-faciales variables	58
3. Caractérisation des échantillons pris séparément	59
4. Caractérisation des propriétés cohésives d'un adhésif au sein d'assemblages collés à adhésion nominale	64
4.1. Étude numérique de la sensibilité du coefficient de transmission	66
4.1.1. Sensibilité aux modules d'élasticité des substrats et de l'adhésif	66
4.1.2. Sensibilité à l'épaisseur et à la masse volumique des substrats et de l'adhésif.....	68
4.1.3. Détermination des angles d'incidence pour l'optimisation des modules d'élasticité de l'adhésif	72
4.2. Simulation numérique du procédé de caractérisation d'un adhésif au sein d'un assemblage collé à adhésion parfaite.....	73
4.2.1. Etape 1 : Calcul du coefficient de transmission à travers un assemblage à cinq couches.....	74
4.2.2. Etape 2 : Optimisation des modules d'élasticité apparents de l'adhésif	76
4.2.3. Résultats d'optimisation des modules d'élasticité apparents du joint.....	77
4.3. Caractérisation expérimentale des modules d'élasticité apparents de l'adhésif pour les échantillons de référence	78
4.3.1. Détermination de la zone de mesure des modules d'élasticité du joint.....	78
4.3.2. Mesure de l'épaisseur de l'adhésif.....	79
4.3.3. Modules de viscoélasticité apparents mesurés	82
5. Influence des conditions d'interphases sur la détermination des modules d'élasticité d'une colle entre deux substrats.....	83
5.1. Simulation numérique du procédé de caractérisation d'un adhésif au sein d'un assemblage collé en fonction de la qualité des interphases.....	84
5.1.1. Stratégie d'investigation.....	84
5.1.2. Évolution des modules apparents en fonction de la dégradation des interphases	85
5.2. Analyse du phénomène d'anisotropie apparente à partir d'un modèle statique basé sur une loi des mélanges	87
5.2.1. Détermination des modules de l'ingénieur apparents du joint.....	88
5.2.2. Expression des modules d'élasticité apparents du joint dans la plan P_{12} à partir des modules de l'ingénieur apparents	93
5.3. Caractérisation expérimentale des modules d'élasticité apparents de l'adhésif pour des échantillons à adhésion variable	95
6. Caractérisation des propriétés mécaniques d'interphases.....	99
6.1. Détermination des angles optimaux pour l'évaluation des propriétés d'interphases...100	
6.2. Validation de la procédure d'inversion <i>via</i> l'estimation des propriétés d'interphases pour le cas des assemblages collés simulés à adhésion nominale	104
6.3. Estimation des propriétés d'interphases en fonction du traitement de surfaces des substrats	106
6.3.1. Cas des assemblages à adhésion nominale.....	106
6.3.2. Cas des assemblages à adhésion variable.....	108
6.4. Correspondance entre modules d'élasticité d'interphases et raideurs d'interfaces	112

7. Confrontations entre résultats d'END et d'essais destructifs.....	113
8. Analyses et discussions	117
8.1. A propos de la détectabilité de l'anisotropie apparente, des défauts cohésifs et adhésifs 117	
8.2. Corrélation entre traitements de surface et raideurs d'interfaces	118
8.3. Considérations à propos de l'épaisseur de l'adhésif	119
8.3.1. Influence d'une mésestimation de l'épaisseur de l'adhésif.....	119
8.3.2. Application de la méthode d'évaluation au cas d'assemblages simulés ayant des épaisseurs de joints faibles.....	120
8.4. Applicabilité de la méthode proposée au cas d'assemblage de propriétés inconnues...	123
Conclusions du chapitre.....	124
Chapitre 3 : Caractérisation des propriétés adhésives de joints collés de type simple recouvrement par transmission d'ondes de Lamb.....	126
1. Présentation des échantillons	127
2. Les ondes de Lamb.....	129
2.1. Définitions générales	129
2.2. Courbes de dispersion.....	131
2.3. Choix du domaine de fréquence.....	134
3. Quelques moyens expérimentaux de génération et détection d'ondes de Lamb dans une plaque	135
3.1. Transducteurs au contact pour la génération et détection d'ondes de Lamb	135
3.2. Techniques de mesures d'ondes de Lamb sans contact	137
3.2.1. Vibromètre laser	137
3.2.2. Transducteurs à couplage air.....	137
4. Dispositif expérimental utilisé et principe de mesure des coefficients de transmission des ondes de Lamb	139
4.1. Génération et détection des modes de Lamb	139
4.1.1. Génération du mode A_0 et détection des modes transmis A_0 et S_0	139
4.1.2. Génération du mode S_0 et détection des modes transmis S_0 et A_0	140
4.2. Coefficients de transmission.....	141
4.3. Technique de mesure et de traitement des résultats expérimentaux	143
4.4. Validation de la procédure de mesures et du traitement sur un cas d'assemblage parfait : la plaque usinée dans la masse (PUM)	144
5. Simulation 2D de la transmission d'ondes de Lamb à travers une zone collée de type simple recouvrement	146
5.1. Modèle éléments finis 2D	146
5.1.1. Présentation du modèle	146
5.1.2. Régions absorbantes.....	148
5.1.3. Implémentation sous COMSOL.....	149
5.1.4. Maillage.....	150
5.1.5. Excitation d'un mode pur	151
5.1.6. Résolution du problème	151
5.2. Traitement des résultats numériques : modélisation d'un transducteur récepteur à couplage par air.....	153
6. Simulation 3D de la transmission d'ondes de Lamb à travers une zone collée de type simple recouvrement	155
6.1. Modèle éléments finis 3D	155
6.1.1. Présentation du modèle	155
6.1.2. Régions absorbantes.....	156

6.1.3. Maillage.....	156
6.2. Modélisation 3D du transducteur à couplage air pour le calcul du coefficient de transmission	157
6.2.1. Modélisation de l'émission	157
6.2.2. Modélisation de la réception	158
7. Validation du procédé expérimental avec la plaque usinée dans la masse.....	159
7.1. Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission.....	159
7.2. Confrontation entre résultats de mesures et simulations 2D et 3D	160
8. Assemblages collés	162
8.1. Étude de sensibilité des coefficients de transmission des modes de Lamb.....	162
8.1.1. Sensibilité aux raideurs d'interfaces	162
8.1.2. Sensibilité aux modules d'élasticité de l'adhésif et des substrats	165
8.1.3. Sensibilité à l'épaisseur de l'adhésif et des substrats.....	166
8.1.4. Sensibilité à la masse volumique de l'adhésif et des substrats	167
8.1.5. Sensibilité à la longueur de recouvrement	169
8.2. Étude de la dispersion des mesures des coefficients de transmission.....	170
8.3. Sensibilité expérimentale des coefficients de transmission des modes de Lamb à la qualité d'adhésion	171
8.4. Choix du modèle 2D pour l'optimisation des paramètres d'interphases.....	172
9. Utilisation des outils de mesures et de simulations pour l'évaluation des paramètres d'interphases.....	174
Conclusions du chapitre.....	178
Conclusions générales et perspectives	180
Annexe 1 : Coefficients à implémenter sous COMSOL en 3D.....	185
Annexe 2 : Les assemblages AIRBUS DS.....	186
A.2.1. Étude de la reproductibilité des mesures des coefficients de transmission.....	186
A.2.2. Sensibilité expérimentale des coefficients de transmission des modes de Lamb à la qualité d'adhésion	188
A.2.3. Utilisation des outils de mesures et de simulations 2D pour l'évaluation des paramètres d'interphases.....	188
Bibliographie.....	191

Liste des Figures

Figure 1. 1 : Schématisation d'une interphase substrat/adhésif [8].	7
Figure 1. 2 : Schématisation d'une interphase substrat/primaire/adhésif [8].	7
Figure 1. 3 : Schématisation des phénomènes (a) d'adhésion et (b) d'adhérence à une interphase entre deux matériaux.	8
Figure 1. 4 : Schématisation d'une zone collée.	9
Figure 1. 5 : Modes de ruptures des joints collés.	10
Figure 1. 6 : Principaux types de ruptures pour un joint collé (a) rupture cohésive dans le substrat, (b) rupture cohésive dans l'adhésif, (c) rupture adhésive et (d) rupture mixte.	11
Figure 1. 7: Exemple de courbe de DSC pour une formulation DER331 + D230 (bleue) à un temps t_0 (c'est-à-dire juste après le mélange des deux composés) et (rouge) à $t = 8h$.	13
Figure 1. 8 : Types de défauts qui peuvent affecter les joints de colles.	15
Figure 1. 9 : Influence de la rugosité des substrats sur l'ancrage mécanique [28].	17
Figure 1. 10 : Schématisation des modèles (a) tri-couche, avec continuité de déplacements et contraintes aux interphases substrat/adhésif et (b) 5 couches, avec insertion de deux couches isotropes minces représentant les interphases entre substrats et adhésif.	26
Figure 1. 11 : Schématisation du modèle 5 couches avec modélisation de l'interphase entre substrat et adhésif par une couche composite de deux phases.	26
Figure 1. 12 : Schématisation du modèle rhéologique pour l'étude de la cohésion sans masse. La colle et les interphases étant réduites à une seule interphase modélisée par deux distributions surfaciques de ressorts de raideurs k_L et k_T .	28
Figure 1. 13 : Schématisation du modèle rhéologique pour l'étude de l'adhésion sans masse. Les interphases étant modélisées par deux distributions surfaciques de ressorts de raideurs k_L et k_T .	29
Figure 1. 14 : Modules d'élasticité mesurés (● : série de mesures n°1 et ○ : n°2 pour les C'_{ij} et ■ : série de mesures n°1 pour les C''_{ij}) et lois d'évolution des modules de viscoélasticité de la colle en fonction de la réticulation, calculées avec (---) les C_{ij} nominaux et (—) les C_{ij} tenant compte de la précision moyenne des mesures : (a) module C_{11} et (b) module C_{66} [9].	35
Figure 1. 15 : Plan de propagation dans l'épaisseur d'un guide d'ondes de type plaque dans lequel se propagent des ondes de Lamb.	38
Figure 2. 1 : Système d'axes utilisé pour une plaque d'épaisseur h^{plaque} .	48
Figure 2. 2 : Types d'ondes se propageant dans un solide isotrope et polarisations : (a) polarisation longitudinale, (b) polarisation transverse verticale et (c) polarisation transverse horizontale [135].	50
Figure 2. 3 : Dispositif expérimental de caractérisation des matériaux par les méthodes ultrasonores en immersion.	53
Figure 2. 4 : Formule chimique de la DGEBA.	56
Figure 2. 5 : Formule chimique de la Jeffamine D230.	56
Figure 2. 6 : Lenteurs de phase et amplitudes mesurées (symbole) et calculées avec les C_{ij} (---) non optimisés et (—) optimisés, dans le plan principal P_{12} : (a et b) époxy réticulé à 100 % et (c et d) époxy réticulé à 80 %.	61
Figure 2. 7 : Lenteurs de phase mesurées (symbole) et calculées avec les C_{ij} (---) non optimisés et (—) optimisés, pour un aluminium de 2 mm dans le plan P_{12} .	62
Figure 2. 8 : Champs transmis mesurés (symbole) et calculés avec des C_{ij} optimisés (—) et non optimisés (---) à travers la plaque époxy réticulée à 100 % et pour un angle d'incidence (a) 0° , (b) 20° , (c) 30° et (d) 40° dans le plan P_{12} .	63
Figure 2. 9 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volume se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium à un changement de (a et b) $\pm x$ % des C_{ij} de l'adhésif et (c et d) $\pm x$ % des C_{ij} des substrats, pour un angle d'incidence $\theta = 0^\circ$ (a et c) et $\theta = 20^\circ$ (b et d). Calculs pour (—) des propriétés nominales, (---) $-x$ % C_{ij} et (····) $+x$ % C_{ij} ($x=5$ pour l'adhésif et 2 pour les substrats).	67

Figure 2. 10 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volume se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium à un changement de (a et b) $\pm x$ % de l'épaisseur de l'adhésif et (c et d) $\pm x$ % de l'épaisseur des substrats, et pour un angle d'incidence (a et c) $\theta = 0^\circ$ et (b et d) $\theta = 20^\circ$. Calculs pour (—) des propriétés nominales, (— —) - x % de l'épaisseur et (— · —) + x % de l'épaisseur ($x=5$ pour l'adhésif et 2 pour les substrats).	70
Figure 2. 11 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volume se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium à un changement ± 3 % de la masse volumique (a et b) de l'adhésif et (c et d) des substrats, et pour un angle d'incidence (a et c) $\theta = 0^\circ$ et (b et d) $\theta = 20^\circ$. Calculs pour (—) des propriétés nominales, (— —) - 3 % et (— · —) + 3 %.	71
Figure 2. 12 : Effet d'une variation de ± 20 % des modules d'élasticité d'un joint de colle sur le coefficient de transmission des ondes planes se propageant dans l'assemblage : variation (a) du C_{11} , (b) du C_{22} , (c) du C_{12} et (d) du C_{66} . Calculs (—) pour des propriétés nominales et (— —) pour les propriétés modifiées. Le niveau de gris représente l'amplitude du coefficient de transmission.	73
Figure 2. 13 : (a) Signal d'excitation modulé par une fenêtre rectangulaire à bord arrondi et (b) spectre fréquentiel.	74
Figure 2. 14 : Présentations des modèles utilisés en simulation : (a) assemblage modélisé par 5 couches, utilisé dans l'étape 1 et (b) modèle tri-couche utilisé dans l'étape 2.	76
Figure 2. 15 : Exemples de coefficients de transmission (•••) mesurés, (—) calculés avec les C_{ij} optimisés et (- -) calculés avec les C_{ij} non optimisés, pour (a) 0° , (b) 20° et (c) 30°	77
Figure 2. 16 : Cartographie CSCAN pour l'assemblage collé DSSi100.	79
Figure 2. 17 : Dispositif utilisé pour la mesure de la célérité dans l'eau : (a) échantillon de verre d'épaisseur e_{p_1} et (b) échantillon de verre d'épaisseur e_{p_2}	80
Figure 2. 18 : Dispositif utilisé pour la mesure des épaisseurs des colles époxy au sein d'assemblages collés : (a) échantillon de verre d'épaisseur e_{p_1} et (b) assemblage collé tri-couche.	81
Figure 2. 19 : Évolution des modules d'élasticité apparents d'un joint (réticulé à 80 %) entre deux substrats en utilisant la simulation de la transmission d'ondes planes en fonction de l'état de dégradation des interphases α	85
Figure 2. 20 : Simulation numérique de l'évolution des paramètres β_1 et β_2 en fonction de l'état de dégradation des interphases (les données utilisées pour l'adhésif correspondent à celles mesurées sur l'adhésif réticulé à 80 %).	86
Figure 2. 21 : Géométrie du stratifié représentant le joint adhésif.	88
Figure 2. 22 : Schéma pour le cas d'un chargement dans la direction e_1	89
Figure 2. 23 : Schéma pour le cas d'un chargement dans la direction e_2	91
Figure 2. 24 : Schéma pour le cas d'un chargement en cisaillement.	93
Figure 2. 25 : Evolution des modules d'élasticité apparents en fonction de l'état de dégradation des interphases (—) obtenus via un modèle statique basé sur la loi des mélanges et (- -) obtenus par la méthode ultrasonore présentée à la section 5.1 (courbes identiques à la Figure 2. 19).	95
Figure 2. 26 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volume se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium sous incidence normale ($\theta = 0^\circ$) à une variation des modules d'élasticité inter-faciale. (a) (—) C_{11}^{int} et C_{66}^{int} nominaux, (- - -) $C_{11}^{int}/50$ et C_{66}^{int} nominal et (-----) $C_{11}^{int}/100$ et C_{66}^{int} nominal; (b) (—) C_{11}^{int} et C_{66}^{int} nominaux, (- - -) C_{11}^{int} nominal et $C_{66}^{int}/50$ et (-----) C_{11}^{int} nominal et $C_{66}^{int}/100$	101
Figure 2. 27 : Prédictions numériques de (a) l'évolution de la fonction $\delta(\theta)$ en fonction de l'angle d'incidence et (b) la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volumes se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium à $\theta = 21^\circ$ pour trois valeurs du C_{66}^{int} : (—) C_{11}^{int} et C_{66}^{int} nominaux, (- - -) C_{11}^{int} nominal et $C_{66}^{int}/50$ et (-----) C_{11}^{int} nominal et $C_{66}^{int}/100$	103
Figure 2. 28 : Evolution de la fonctionnelle (a) en fonction de et (b) en fonction de	105

Figure 2. 29 : Coefficients de transmission (oooo) « mesurés » et (—) calculés (a) avec C_{11}^{int} optimisé pour $\theta = 0^\circ$ et (b) avec optimisé pour $\theta = 21^\circ$.	105
Figure 2. 30 : Évolution de ε (équation (2. 45)) en fonction de (a) C_{11}^{int} à $\theta = 0^\circ$ et (b) C_{66}^{int} à $\theta = 21^\circ$ pour l'assemblage DSSi100.	106
Figure 2. 31 : Coefficients de transmission mesurés (•••) et calculés après optimisation des modules d'élasticité d'interphases (—) à $\theta = 0^\circ$ (a et c) et $\theta = 21^\circ$ (b et d) pour les ondes de volumes se propageant dans les assemblages DSSi80 (a et b) et DSSi100 (c et d).	108
Figure 2. 32 : Coefficients de transmission mesurés (•••) et calculés après optimisation des modules d'élasticité d'interphases (—) à $\theta = 0^\circ$ (a, c et e) et $\theta = 21^\circ$ (b, d et f) pour les ondes de volume se propageant dans les assemblages DSi80 (a et b), DS80 (c et d) et D80 (e et f).	110
Figure 2. 33 : Coefficients de transmission mesurés (•••) et calculés après optimisation des modules d'élasticité d'interphases (—) à $\theta = 0^\circ$ (a, c et e) et $\theta = 21^\circ$ (b, d et f) pour les ondes de volume se propageant dans les assemblages DSi100 (a et b), DS100 (c et d) et D100 (e et f).	111
Figure 2. 34 : schéma de chargement en cisaillement simple [160].	114
Figure 2. 35 : Évolutions des modules d'élasticité apparents d'un adhésif époxy (réticulé à 80 %) entre deux substrats en utilisant la simulation de la transmission d'ondes planes en fonction de l'état de dégradation des interphases α et de l'épaisseur de l'adhésif : (a) 900 μm , (b) 800 μm , (c) 700 μm , (d) 600 μm , (e) 500 μm et (f) 400 μm .	123
Figure 3. 1 : Géométrie et dimensions des assemblages collés à simple recouvrement utilisés.	128
Figure 3. 2 : Propagation d'ondes de Lamb dans une plaque isotrope. P_L et P_T sont les polarisations des ondes longitudinales et transversales.	130
Figure 3. 3 : Distribution dans l'épaisseur du champ de déplacement d'une plaque d'aluminium de 4 mm : (a) mode S_0 et (b) mode A_0 à 275 kHz.	131
Figure 3. 4 : Courbes de dispersion des 6 premiers modes de Lamb se propageant dans une plaque d'aluminium de 4 mm : (a) nombre d'ondes et (b) vitesse de phase en fonction de la fréquence.	133
Figure 3. 5 : Quelques exemples de méthodes permettant la génération et la détection d'ondes de Lamb en utilisant des transducteurs au contact. (a) transducteur mono-élément directement au contact. (b) transducteur couplé à un sabot d'angle en plexiglas. (c) système multi-éléments directement au contact.	135
Figure 3. 6 : Angles de coïncidences pour une plaque d'aluminium de 4 mm d'épaisseur.	138
Figure 3. 7 : Schéma du dispositif expérimental de génération du mode A_0 pur et de détection du mode A_0 incident et des modes A_0 et S_0 transmis à travers le joint, par des transducteurs à couplage par air.	140
Figure 3. 8 : Schéma du dispositif expérimental de génération par un transducteur au contact du mode S_0 pur et de détection par un transducteur à couplage par air, du mode S_0 incident et des modes S_0 et A_0 transmis à travers le joint.	141
Figure 3. 9 : Exemple de signaux mesurés pour le mode A_0 avec application d'une fenêtre temporelle : (a) incident et (b) transmis après le joint.	143
Figure 3. 10 : Comparaison des coefficients de transmission des couples de modes (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$, mesurés sur la plaque usinée dans la masse : (—) position fixe du transducteur récepteur et utilisation d'un filtre temporel et (- -) positions multiples du récepteur et application d'une 2D-FFT.	145
Figure 3. 11 : Présentation du modèle EF utilisé pour prédire la propagation des ondes de Lamb le long d'un assemblage collé à simple recouvrement.	146
Figure 3. 12 : Schématisation de la résolution du problème de propagation d'onde dans le domaine fréquentiel avec reconstruction de la réponse temporelle du guide.	152
Figure 3. 13 : Géométrie de la modélisation de la sélectivité modale par le transducteur récepteur en deux dimensions d'espace, D est le diamètre du transducteur.	153
Figure 3. 14 : Schématisation du modèle EF 3D pour prédire la propagation des ondes de Lamb le long d'un assemblage collé à simple recouvrement.	155
Figure 3. 15 : Réduction du modèle en prenant en compte de la condition de symétrie.	156

Figure 3. 16 : Dimensions et trajectoires de propagation le long de la zone de recouvrement.	159
Figure 3. 17 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage usinée dans la masse, pour les différentes positions (1), (2) et (3) : (a) mode $A_0 \rightarrow A_0$, (b) mode $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) mode $S_0 \rightarrow A_0$	159
Figure 3. 18 : Confrontation entre résultats de mesures (••), simulations 2D (—) et 3D (---), des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage usiné dans la masse : (a) couple $A_0 \rightarrow A_0$, (b) couple $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) couple $S_0 \rightarrow A_0$	161
Figure 3. 19 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a et b) $A_0 \rightarrow A_0$, (c et d) $S_0 \rightarrow S_0$ et (e et f) $S_0 \rightarrow A_0$, à la variation des raideurs d'interfaces : (a et c) (—) k_L et k_T nominaux, (---) $k_L/50$ et k_T nominale et (.....) $k_L/100$ et k_T nominale, (b et d) (—) k_L et k_T nominaux, (---) k_L nominale et $k_T/50$ et (.....) k_L nominale et $k_T/100$ et (e et f) (—) k_L et k_T nominaux, (---) k_L nominale et $k_T/50$ et (.....) k_L nominale et $k_T/100$	165
Figure 3. 20 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a et b) $A_0 \rightarrow A_0$ et (c et d) $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation des modules de viscoélasticité de - x % (---) et + x % (.....) : (a et c) de l'adhésif (x=5) et (b et d) des substrats (x=2).	166
Figure 3. 21 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a et b) $A_0 \rightarrow A_0$ et (c et d) $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation de l'épaisseur de -x % (---) et +x % (.....) : (a et c) de l'adhésif (x=3) et (b et d) des substrats (x=2).	167
Figure 3. 22 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a et b) $A_0 \rightarrow A_0$ et (c et d) $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation de la masse volumique de -3 % (---) et +3 % (.....) : (a et c) de l'adhésif et (b et d) des substrats.	168
Figure 3. 23 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation de la longueur de recouvrement : (—) $L=26,1$ mm, (---) $L=24,795$ mm (-5 %) et (.....) $L=27,405$ mm (+5 %).	169
Figure 3. 24 : Trajectoires de propagation le long de la zone de recouvrement pour les assemblages DSi80 et D80.	170
Figure 3. 25 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage DSi80, pour les différentes positions (1), (2) et (3) : (a) couple $A_0 \rightarrow A_0$, (b) couple $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) couple $S_0 \rightarrow A_0$	170
Figure 3. 26 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage D80, pour les différentes positions (1), (2) et (3), pour les couples : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$	171
Figure 3. 27 : Sensibilité expérimentale des coefficients de transmission aux traitements des surfaces des substrats avant assemblage pour les couples : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$. ; DSi80 (••) et D80 (ooo).	172
Figure 3. 28 : Comparaison entre coefficients de transmission calculés à partir des modèles 2D (—) et 3D (---) pour l'assemblage DSi80, et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$	173
Figure 3. 29 : Comparaison entre coefficients de transmission (••) mesurés et (—) calculés avec les raideurs d'interfaces établies au chapitre 2, pour l'assemblage DSi80 et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$	175
Figure 3. 30 : Comparaison entre coefficients de transmission (••) mesurés et (—) calculés après ajustement des valeurs des raideurs d'interfaces, pour l'assemblage D80 et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$	176
Figure 3. 31 : Comparaison entre coefficients de transmission (••) mesurés et calculés avec (—) le modèle 2D et (- - -) le modèle 3D, pour l'assemblage DSi80, et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$	177
Figure 3. 32 : Comparaison entre coefficients de transmission (••) mesurés et calculés avec (—) le modèle 2D et (- - -) le modèle 3D, pour l'assemblage D80, et pour les couples de modes : (a) A_0 $\rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$	177

Figure A. 1 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage SBI, pour les différentes positions : (a) couple $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) couple $S_0 \rightarrow S_0$	187
Figure A. 2 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage NSBI, pour les différentes positions : (a) couple $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) couple $S_0 \rightarrow S_0$	187
Figure A. 3 : Sensibilité expérimentale des coefficients de transmission aux traitements des surfaces des substrats (sablés ou pas) pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$; SBI (••) et NSBI (ooo).....	188
Figure A. 4 : Comparaison entre coefficients de transmission (••) mesurés et (—) calculés avec la valeur de k_T obtenue par Castaings [132] et ajustement de la valeur de k_L , pour l'assemblage SBI, pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$	189
Figure A. 5 : Comparaison entre coefficients de transmission (••) mesurés et (—) calculés après ajustement des raideurs d'interfaces, pour l'assemblage NSBI, pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$	190

Liste des Tableaux

Tableau 2. 1 : Caractéristiques de la DGEBA de référence DER331.....	56
Tableau 2. 2 : Caractéristiques de la Jeffamine D230.....	57
Tableau 2. 3 : Liste des différents assemblages étudiés.....	59
Tableau 2. 4 : Modules d'élasticité mesurés sur des échantillons individuels.....	61
Tableau 2. 5 : Modules d'élasticité mesurés par fonction de transfert.....	64
Tableau 2. 6 : Angles d'optimisation des modules d'élasticité.....	73
Tableau 2. 7 : Modules d'élasticités apparents d'un joint adhésif à adhésion nominale.....	77
Tableau 2. 8 : Modules de viscoélasticité apparents (C_{ij}^{app}) mesurés pour des époxy au sein des deux assemblages DSSi100 et DSSi80 et incertitudes de mesures.....	83
Tableau 2. 9 : Exemples de modules d'élasticité apparents optimisés pour un joint adhésif (avec adhésif réticulé à 100 % ou à 80 %) pour deux niveaux d'adhésion aux interphases.....	87
Tableau 2. 10 : Épaisseurs, modules d'élasticité apparents (C_{ij}^{app}) et paramètres β_1 et β_2 mesurés pour les adhésifs époxy réticulé à 80 % et à 100 %, au sein des assemblages DSi, DS et D et incertitudes de mesures. TS pour traitements de surfaces.....	97
Tableau 2. 11 : Effet du choix des zones d'incidences angulaires sur les incertitudes des modules d'élasticité apparents (C_{ij}^{app}) et sur les paramètres d'anisotropie mesurés pour l'adhésif au sein de l'assemblage DSSi100.....	98
Tableau 2. 12 : Évaluation du niveau d'adhésion à partir du paramètre α pour les différents assemblages, déduite des résultats expérimentaux comparés aux simulations numériques présentées à la Figure 2. 19.....	99
Tableau 2. 13 : Présentation des valeurs des modules d'élasticité d'interphases estimées pour les assemblages collés avec un adhésif réticulé à 80 % ou à 100 %.....	109
Tableau 2. 14 : Valeurs des raideurs d'interfaces estimées pour les assemblages collés avec un adhésif réticulé à 100 % et à 80 %.....	113
Tableau 2. 15 : Présentation des valeurs des moyennes de la résistance mécanique obtenues et écart-types correspondant pour les assemblages réalisés avec adhésifs époxy réticulé à 100 % [160].	114
Tableau 2. 16 : Modules d'élasticité apparents optimisés et paramètres β_1 et β_2 correspondants, en sous-estimant ou surestimant l'épaisseur de l'adhésif de 5% dans un joint de colle pour lequel l'adhésion aux interphases est nominale.....	120
Tableau 2. 17 : Paramètres β_1 et β_2 et incertitudes $\Delta\beta_1$ et $\Delta\beta_2$ en fonction de l'épaisseur du joint pour des interphases dégradées ($\alpha=0,01$).....	121
Tableau 3. 1 : Liste des différents assemblages étudiés.....	128
Tableau 3. 2 : Caractéristiques des plaques en aluminium et de l'adhésif.....	129
Tableau 3. 3 : Présentation des valeurs des raideurs d'interfaces estimées.....	176
Tableau A. 1 : Propriétés mécaniques des constituants des assemblages SBI et NSBI [132].	186

Introduction générale

Le collage est un procédé d'assemblage qui permet de maintenir plus ou moins solidement et plus ou moins durablement deux matériaux semblables ou différents, au moyen d'une matière d'apport appelée colle ou adhésif. Le collage fut dès la plus haute antiquité, utilisé par nos ancêtres. A titre d'exemple, la cire d'abeille, utilisée pour les sceaux, leur permettait de fermer très symboliquement un pli et de graver, par moulage, une signature attestant l'identité de l'expéditeur [1]. Toutefois, c'est véritablement au cours de la seconde guerre mondiale que le collage prend un essor considérable, avec la découverte des résines synthétiques et des adhésifs époxydes. Ces derniers ont permis de réaliser, pour la première fois, des collages de métaux, grâce à leur faculté d'adhérence très élevée [1,2]. Dès lors, l'assemblage par collage n'a cessé de se développer, faisant du collage une science relativement récente qui fait intervenir de nombreuses disciplines notamment, la mécanique, la physico-chimie, etc.

Du fait de leurs nombreux avantages, les assemblages collés possèdent aujourd'hui une place privilégiée dans les industries de transports, en particulier l'automobile, l'aéronautique et l'aérospatiale. Notons que la réalisation d'assemblages *via* les techniques traditionnelles telles que le rivetage, le vissage ou le soudage nécessite soit un perçage de trous, soit un échauffement local important. Ces derniers, sont généralement à l'origine des concentrations de contraintes [3]. Le collage par contre, permet de répartir de manière uniforme les efforts le long de la zone de jonction. Il permet également un allègement des structures grâce à la suppression des éléments d'assemblage mécanique tels que les rivets, les vis et les boulons [2]. Toutefois, le collage possède également quelques inconvénients. En premier lieu, la préparation des surfaces des substrats à assembler. En effet, il est habituellement nécessaire de traiter de façon mécanique ou chimique les surfaces des substrats avant encollage, ce qui est une opération coûteuse mais indispensable si l'on veut éliminer les impuretés, favoriser le mouillage ou accroître l'accrochage mécanique de l'adhésif. Un autre inconvénient concerne le choix même de l'adhésif. Ce dernier doit généralement être sélectionné en fonction de l'application envisagée, de la nature des substrats à assembler, de ses caractéristiques de mouillabilité et de la durée de la solidification [4]. Enfin, le choix des formes et des dimensions adéquates des surfaces des substrats à réunir est également problématique [5]. Ces dernières doivent être choisies de manière à ne pas favoriser les concentrations de contraintes,

qui provoqueraient une rupture prématurée de l'assemblage.

A l'heure actuelle, un des challenges pour les industries de transport, est de remplacer les assemblages rivetés, soudés ou boulonnés par les assemblages collés. Cependant, des défauts spécifiques peuvent apparaître au niveau du joint collé et influencer énormément la résistance mécanique de l'assemblage. Ces défauts sont localisés dans deux zones critiques : le corps même de la colle (qualifié de zone cohésive) ou l'interphase colle-substrat (qualifiée de zone d'adhésion). Par conséquent, les défauts de collage peuvent être séparés en deux catégories : les « défauts cohésifs » (ou défauts de colle) et les « défauts adhésifs » (ou défauts d'interphases). Certains défauts cohésifs peuvent provenir par exemple d'une réticulation imparfaite de l'adhésif. Mis à part les décollements, les défauts adhésifs peuvent résulter d'un mauvais traitement des surfaces des substrats. Ces derniers sont pour le moment difficiles à caractériser par les méthodes non destructives conventionnellement utilisées dans l'industrie [6]. Pour des raisons de sécurité, il est nécessaire d'évaluer la qualité d'un collage et de pouvoir certifier son état de santé. Parmi toutes les méthodes non destructives existantes, les méthodes ultrasonores sont prometteuses puisqu'elles sollicitent le joint mécaniquement.

Le projet ANR ISABEAU¹, regroupant des équipes universitaires spécialistes de la physico-chimie, de la mécanique et du contrôle non destructif par ultrasons s'inscrit dans ce contexte. Il a pour objectif de faire avancer l'état de la connaissance sur le contrôle et l'évaluation non destructive des structures collées par des méthodes ultrasonores, en vue de proposer des solutions applicables dans un contexte industriel. Pour aborder ce problème difficile qu'est la caractérisation de l'adhésion et réduire la complexité du travail, les assemblages sont faits avec des substrats en aluminium (isotropes, élastiques) et un adhésif de type époxy. Le but de leur utilisation étant également de développer, valider et asseoir les techniques de contrôle et évaluation non destructifs sur des assemblages modèles qui soient représentatifs de ceux qu'on rencontre en industrie, avant de pouvoir passer aux cas d'assemblages plus complexes tels que les assemblages de matériaux composites. Différents traitements de surfaces sont appliqués aux substrats avant assemblage afin de contrôler la qualité de l'adhésion. Cette thèse réalisée dans le cadre de ce projet, au département d'Acoustique Physique (APy) de l'I2M de Bordeaux, a pour objectif général de développer des méthodes ultrasonores innovantes d'évaluation non destructive de l'adhésion aux

¹ Innovating for Structural Adhesive Bonding Evaluation and Analysis with Ultrasounds

interphases de joints collés. Le présent manuscrit est composé de trois chapitres dont la répartition est décrite dans ce qui suit :

Le chapitre 1 présente dans un premier temps quelques notions sur l'assemblage des matériaux par collage. Ensuite les paramètres qui peuvent plus ou moins influencer la cohésion ou l'adhésion dans un assemblage collé sont introduits. Enfin, sans toutefois être exhaustif, nous dressons un état de l'art actuel sur le contrôle et l'évaluation non destructifs des assemblages collés. Ce qui nous permet de ce fait de positionner les méthodes proposées dans ce travail par rapport aux solutions existantes.

Dans le chapitre 2, nous montrons l'intérêt de l'utilisation des ondes de volume pour caractériser la cohésion et/ou l'adhésion au sein d'assemblages collés tri-couches. Les méthodes de caractérisation des matériaux au moyen de techniques ultrasonores sont premièrement présentées. Ces méthodes sont ensuite utilisées pour déterminer les propriétés mécaniques de chacun des différents constituants de l'assemblage pris individuellement. Une étude numérique de la sensibilité des coefficients de transmission des ondes de volume aux propriétés mécaniques d'un assemblage collé permet d'identifier un domaine de fréquence pour lequel il est possible de mesurer expérimentalement les propriétés mécaniques de l'adhésif sans trop être perturbé par une incertitude sur les propriétés des substrats. L'influence des traitements de surfaces des substrats sur la détermination des modules d'élasticité d'un adhésif dans un assemblage collé est par la suite analysée numériquement et à partir d'un modèle statique basé sur la loi des mélanges. Des mesures sont réalisées puis confrontées aux résultats de simulations numériques. Finalement un problème inverse est résolu pour obtenir les propriétés mécaniques des interphases. Les résultats obtenus sont comparés aux résultats d'essais mécaniques.

Le chapitre 3 est, quant à lui, consacré à la transmission des ondes de Lamb à travers une zone de recouvrement. Un bref rappel des phénomènes propres à la propagation de ces ondes, en particulier les phénomènes de dispersion, est réalisé. Des modèles basés sur la méthode des éléments finis (MEF) sont réalisés pour simuler les expériences à venir et un post-traitement permet de calculer les coefficients de transmission. Une étude de sensibilité numérique des modes de Lamb aux paramètres de l'assemblage est ensuite réalisée. Les mesures expérimentales sur des assemblages de différents traitements de surface permettent de vérifier cette sensibilité. Enfin, une comparaison entre résultats de simulations numériques et mesures,

permet d'obtenir les propriétés mécaniques des interphases. L'apport de la modélisation 3D du problème étudié est également mis en évidence.

Chapitre 1 : État de l'art sur le contrôle et l'évaluation non destructifs des assemblages collés

Introduction

Les essais non destructifs permettent de contrôler l'état de santé d'une structure sans modification irréversible de celle-ci. De nos jours, ils font partie des outils courants qui permettent de garantir la conformité des produits en répondant aux exigences de qualité et de sécurité des usagers. En effet, leurs champs d'applications se sont élargis dans plusieurs domaines industriels (automobile, aéronautique, aérospatial, etc.) en passant de la détection, de la localisation ou du dimensionnement de défauts à l'évaluation des caractéristiques des matériaux. En général, l'expression Contrôle Non Destructif (CND) est employée lorsqu'il s'agit de détecter, de positionner, d'identifier ou de dimensionner des inhomogénéités dans une structure. Le terme Évaluation Non Destructive (END) est quant à lui utilisé lorsqu'on s'intéresse à la mesure des propriétés (physiques, mécaniques, etc.) d'une structure.

Du fait de leurs multiples avantages (réduction du poids des structures, bonne répartition des contraintes sur toute la zone collée, etc.), les assemblages collés possèdent aujourd'hui une place importante en industrie. Par conséquent, des efforts sont fournis sur le développement des méthodes de contrôle qui permettraient de certifier de leur fiabilité. Ce chapitre a pour objectif de présenter un état de l'art sur le CND/END des structures assemblées par collage. Dans un souci de meilleure compréhension, certains termes tels que la cohésion, l'adhésion, l'adhérence, l'interphase, l'interface, etc., utilisés dans l'assemblage des matériaux sont premièrement définis. Ensuite, les principaux phénomènes physiques, qui peuvent plus ou moins avoir une influence sur la cohésion et l'adhésion, sont abordés. Enfin, les principales méthodes de CND/END qui sont actuellement proposées pour la caractérisation de la cohésion et/ou de l'adhésion dans les assemblages collés sont présentées. Cet état de l'art s'intéresse plus particulièrement aux méthodes mettant en jeu les ultrasons.

1. Quelques rappels sur la technique d'assemblage par collage

1.1. Définitions propres aux assemblages de deux matériaux

1.1.1. La cohésion

La *cohésion* peut être définie comme l'ensemble des forces d'attractions qui agissent à l'échelle microscopique, et qui unissent solidement entre eux les atomes ou les molécules d'un matériau. D'un point de vue macroscopique, l'action de ces forces empêche qu'une rupture ne se produise au sein du matériau lorsqu'il est soumis à une sollicitation mécanique extérieure.

Cette notion de cohésion est définie pour un matériau seul. Dans le cas d'une mise en contact entre un adhésif et un substrat, la notion de cohésion concerne chacun des constituants séparément. Le plus souvent, dans le cas d'assemblages collés réalisés à partir de substrats métalliques, le terme cohésion est employé pour désigner l'action des forces qui unissent les molécules de l'adhésif.

1.1.2. L'interface et l'interphase

Une *interface* est une surface séparant deux milieux (solides ou fluides) dont les propriétés physico-chimiques ou mécaniques sont différentes. Ainsi, il s'agit de la zone frontière où les propriétés changent de manière abrupte : c'est donc une zone bidimensionnelle. En réalité, les interactions entre les constituants des deux matériaux n'ont pas lieu sur une surface mais plutôt dans un volume. On définit alors l'*interphase*. Une interphase est une frontière d'épaisseur non nulle (généralement comprise entre quelques micromètres et quelques dizaines de micromètres, selon les matériaux mis en contact). Il s'agit d'une zone chimiquement ou mécaniquement modifiée entre deux phases adjacentes, présentant un gradient de propriétés avec des frontières mal définies : c'est une zone tridimensionnelle. La région inter-faciale formée entre les deux matériaux est donc le siège d'interactions entre les différents atomes ou molécules présents dans chacun des constituants de l'assemblage. Dans le cas d'une mise en contact entre un adhésif et un substrat (*Figure 1. 1*), l'interphase est cette zone de transition dans laquelle les propriétés physiques, chimiques et mécaniques diffèrent à la fois des propriétés du substrat et de celles de l'adhésif [7]. Ces propriétés sont par contre spécifiques à chaque couple substrat/adhésif, ainsi qu'à l'état de surface de chacun d'eux.

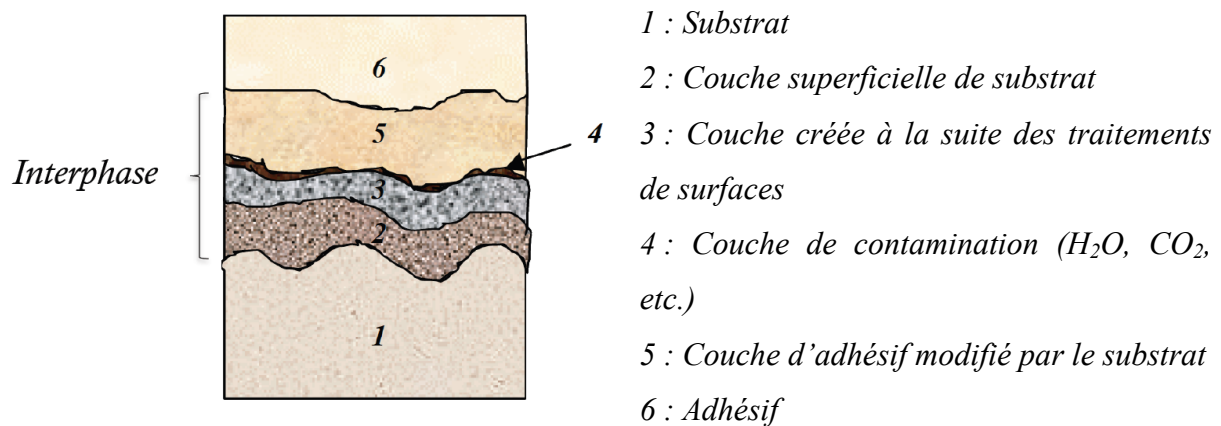


Figure 1. 1 : Schématisation d'une interphase substrat/adhésif [8].

Lorsqu'un primaire d'adhésion (le silane par exemple) est appliqué avant la mise en contact des deux matériaux (substrat et adhésif), il peut arriver que plusieurs interphases se forment (Figure 1. 2). Cela est dû à l'inter-diffusion entre le primaire et l'adhésif.

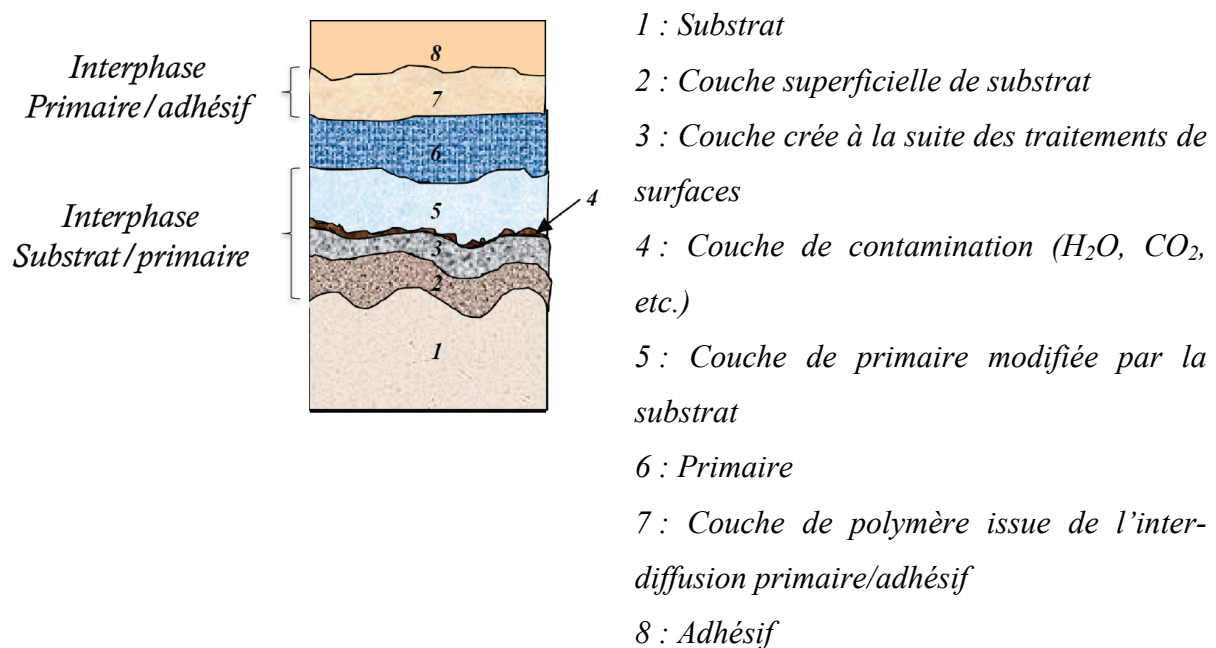


Figure 1. 2 : Schématisation d'une interphase substrat/primaire/adhésif [8].

1.1.3. L'adhésion et l'adhérence

L'adhésion est un terme consacré aux mécanismes de formation d'une interphase (voir Figure 1. 3 (a)). L'adhésion est produite par un ensemble de phénomènes tels que la formation des liaisons chimiques ou physiques ou l'inter-diffusion des molécules à l'interphase. Ces phénomènes prennent naissance lorsque l'on met en contact intime deux matériaux

quelconques. La formation des liaisons chimiques ou physiques est conditionnée par la réactivité des espèces en présence.

Le phénomène d'inter-diffusion se produit essentiellement dans le cas de la mise en contact de deux polymères dès lors que les conditions de températures sont suffisamment élevées. Dans le cas de la mise en contact d'un adhésif avec un substrat métallique, ce mécanisme ne serait pas prépondérant. Mais lorsqu'on utilise un primaire d'adhésion, il pourrait y avoir une interdiffusion du primaire dans l'adhésif. L'intérêt majeur de l'adhésion est de générer une résistance à la séparation des deux matériaux mis en contact.

L'*adhérence*, ou tenue mécanique d'un assemblage, caractérise la force ou l'énergie nécessaire pour séparer deux matériaux réunis par une interphase (voir *Figure 1. 3 (b)*). L'adhésion, d'origine physico-chimique, est donc le phénomène qui crée l'adhérence, qui est une grandeur mécanique. L'aptitude d'un matériau à créer l'adhérence est appelée adhésivité.

Si l'on s'intéresse au cas de deux substrats assemblés par collage, la définition ci-dessus s'applique aux deux interphases adhésif-substrat, et non aux deux substrats entre eux.

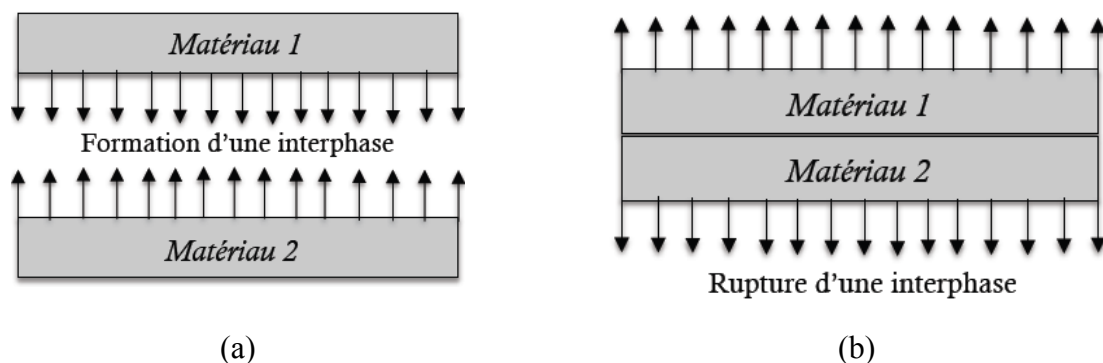


Figure 1. 3 : Schématisation des phénomènes (a) d'adhésion et (b) d'adhérence à une interphase entre deux matériaux.

1.2. Assemblage de deux matériaux par collage

Le collage permet d'assembler deux substrats par l'intermédiaire d'une matière d'apport, qui est le plus souvent un adhésif. L'assemblage ainsi réalisé est communément appelé *assemblage collé*. En effet, le collage se produit grâce aux liaisons qui se forment à l'interphase entre substrat et adhésif. Il est donc important qu'une interaction s'établisse entre les substrats et l'adhésif. Dans ce travail, il a été choisi d'étudier les assemblages collés de type aluminium/époxy/aluminium.

Il existe différentes géométries possibles de joints collés : joints de type tri-couche, joints à simple recouvrement, joints à double recouvrement, joints en bout, joints biseautés en bout,

etc. Notre étude concerne les géométries de type tri-couche (chapitre 2) et simple recouvrement (chapitre 3). Ces géométries, choisies pour leur simplicité, sont représentatives de celles utilisées industriellement. L'assemblage par collage le long d'une zone à simple recouvrement est couramment employé. De même, une structure tri-couche peut par exemple correspondre au cas de plaques sur lesquelles des patches composites ont été collés afin de limiter la propagation de fissures débouchantes [9].

Au paragraphe précédent, nous avons mentionné que plusieurs interphases peuvent se former lorsqu'un primaire d'adhésion est utilisé pendant la réalisation du collage. Néanmoins, tout au long de ce manuscrit, malgré l'utilisation d'un primaire d'adhésion (le silane), nous considérons qu'une seule interphase se forme entre le substrat et l'adhésif. Ainsi, la structure des zones collées dans les différents assemblages que nous étudions est composée de l'adhésif, des deux substrats et de deux interphases (interphases substrat/adhésif et adhésif/substrat) comme présenté par la *Figure 1. 4*.

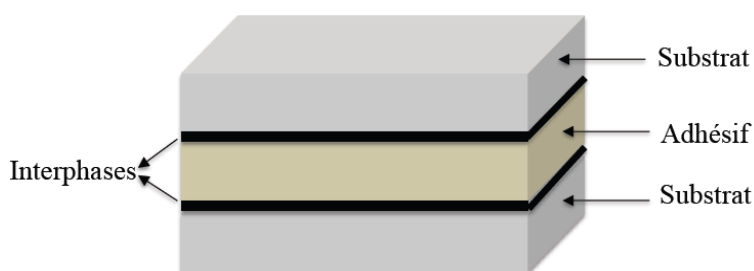


Figure 1. 4 : Schématisation d'une zone collée.

1.3. Résistance mécanique des assemblages collés

Les essais mécaniques sont traditionnellement utilisés pour évaluer la résistance mécanique des assemblages collés. Leur objectif principal est de mesurer la contrainte à la rupture du joint de colle afin d'en déterminer sa fiabilité. De manière simpliste, dans le cadre d'une production d'assemblages en série, il pourrait s'agir de réaliser des éprouvettes normalisées qui soient représentatives de celles produites et de mesurer leurs contraintes à la rupture. Une comparaison avec la contrainte à la rupture mesurée sur un collage réalisé dans des conditions de préparation considérées optimales (conduisant à une adhésion et une cohésion optimales) permet de juger de la fiabilité du processus d'assemblage.

Les quatre principaux essais mécaniques fréquemment employés pour la mesure des grandeurs caractérisant l'adhérence sont la traction, le cisaillement, le pelage et le clivage. Ces essais d'adhérence mettent généralement en jeu plusieurs modes de sollicitations.

En mécanique de la rupture, trois modes de sollicitations sont principalement utilisés (Figure 1. 5) : les modes I, II et III. Le mode I ou mode d'ouverture correspond à un déplacement opposé des substrats pour lequel les contraintes sont perpendiculaires au front de fissure et aux interphases. Ce mode de rupture est obtenu notamment lors d'essais DCB (*Double Cantilever Beam* en anglais). Le mode II (ou mode de glissement droit) correspond à un cisaillement dans le plan ou cisaillement longitudinal. Dans ce cas, les contraintes sont toujours perpendiculaires au front de fissure, mais cette fois parallèles aux interphases. Enfin le mode III qui est causé par le cisaillement anti-plan ou cisaillement transverse, pour lequel les contraintes sont parallèles au front de fissure et aux interphases.

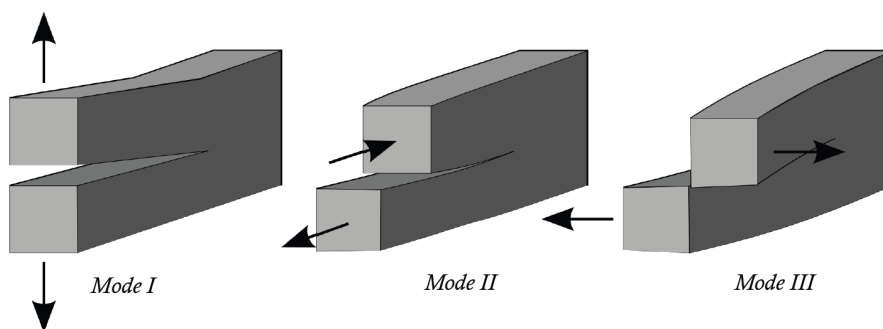


Figure 1. 5 : Modes de ruptures des joints collés.

Lors d'un essai mécanique sur un assemblage collé et selon l'échelle d'observation, on peut distinguer trois cas de rupture (Figure 1. 6) :

- Une rupture cohésive : c'est lorsque la rupture ne se produit pas aux interphases, mais dans l'adhésif ou dans l'un des substrats. Dans ce cas, la cohésion du matériau qui a cédé (substrat ou adhésif) est plus faible que l'adhésion aux interphases substrat/adhésif. L'observation d'une rupture cohésive des substrats n'est pas possible pour des substrats métalliques.
- Une rupture adhésive : c'est lorsque la rupture se produit aux interphases. Dans ce cas, la cohésion des matériaux (substrats et adhésif) est meilleure que l'adhésion aux interphases substrat/adhésif.
- Une rupture mixte : c'est lorsque la rupture apparaît cohésive à certains endroits et adhésive à d'autres. Il peut s'agir d'une rupture qui commence par être cohésive (ou respectivement adhésive) et qui, du fait de la propagation de la fissure, engendre une rupture adhésive (respectivement cohésive).

Une analyse des faciès de rupture des assemblages après sollicitation permet habituellement d'observer le type de rupture produit. Les faciès de rupture fournissent des informations concernant la partie la plus faible de l'assemblage. Généralement, les industriels cherchent à obtenir des faciès de rupture de type cohésif et non adhésif. En effet, lorsque la rupture est adhésive, on considère que le collage n'a pas été maîtrisé, indépendamment de la contrainte nécessaire pour rompre l'assemblage. Ce seul fait est un motif de non qualification du procédé de collage. Au contraire, lorsqu'une rupture cohésive est observée dans l'adhésif (ou dans l'un des substrats), cela indique que le collage a été bien réalisé (au niveau des interphases).

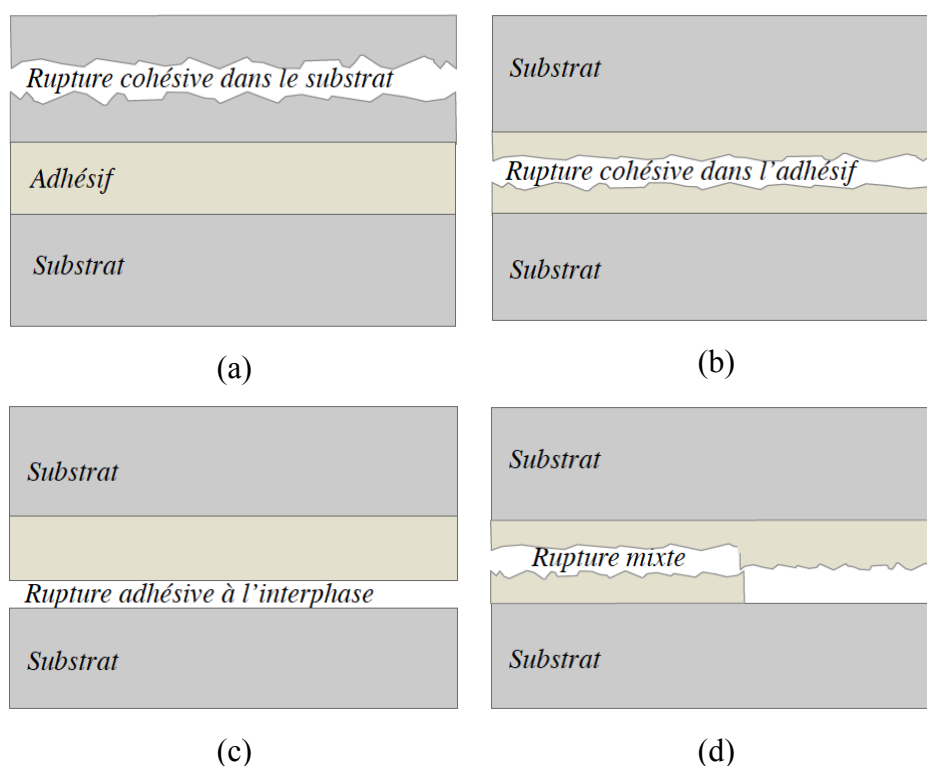


Figure 1. 6 : Principaux types de ruptures pour un joint collé (a) rupture cohésive dans le substrat, (b) rupture cohésive dans l'adhésif, (c) rupture adhésive et (d) rupture mixte.

Le joint adhésif peut de ce fait être divisé en deux zones sensibles et susceptibles d'être à l'origine d'une rupture mécanique : le corps même de l'adhésif (zone de cohésion) et l'interphase adhésif-substrat (zone d'adhésion). Basé sur ce découpage, on classe généralement les défauts qui peuvent affecter les joints adhésifs en deux familles : les défauts de cohésion (ou défauts de colle) et les défauts d'adhésion (ou d'interphases).

1.4. Les défauts de cohésion et les causes de leur apparition.

Ces défauts sont ceux susceptibles d'apparaître au sein de la couche de colle (Figure 1. 8). Il peut s'agir par exemple de porosités ou de bulles d'air ou de gaz piégées dans l'adhésif, soit

lors de sa préparation soit lors de l'assemblage. Ces défauts peuvent être évités en réalisant un dégazage de l'adhésif. Des fissures peuvent également être présentes, créées lors de la préparation ou du fait de la fatigue. La rupture peut également être provoquée par un manque de réticulation de l'adhésif. Dans le cadre de cette thèse, c'est à ce dernier type de défaut cohésif que nous nous sommes plus particulièrement intéressés.

1.4.1. L'influence du type d'adhésif

Il existe une grande variété d'adhésifs selon les applications visées. On distingue globalement deux classes d'adhésifs : les adhésifs à prise physique et les adhésifs à prise chimique. Pour les adhésifs à prise physique, le durcissement est soit réalisé par évaporation de solvant, soit par refroidissement.

Les adhésifs à prise chimique sont composés de monomères auxquels sont le plus souvent rajoutés des agents de réticulation (ou durcisseurs) qui gouvernent les caractéristiques physiques et chimiques du réseau polymère formé.

La prise résulte d'une réaction de polymérisation (processus de transformation des monomères en polymères), obtenue par l'adjonction d'un durcisseur et/ou d'un catalyseur. Ces adhésifs sont communément employés en industrie (aéronautique, aérospatiale, automobile, etc.) où selon leurs performances, ils peuvent être qualifiés d'adhésifs structuraux. Les résines époxydes utilisées pour la réalisation des différents assemblages dans le cadre de cette thèse font partie de cette catégorie. La cohésion d'un joint de colle dépend étroitement de la nature et des propriétés de l'adhésif utilisé [10]. Si l'on envisage deux assemblages réalisés avec deux adhésifs différents, assemblés dans des conditions telles que les ruptures observées lors d'un essai soient purement cohésives, les contraintes nécessaires pour obtenir ces ruptures peuvent être très différentes.

1.4.2. L'influence de la réticulation de l'adhésif

Pour un adhésif donné, la cohésion est influencée par le taux de réticulation de cet adhésif. La réticulation est un phénomène chimique dont la cinétique dépend des conditions environnantes, notamment de la température. Lors de cette réticulation, les monomères de la résine réagissent avec un durcisseur pour former un réseau tridimensionnel. Prenons l'exemple d'un adhésif modèle formulé à partir d'une résine époxy classique du type DGEBA (diglycidyléther du bisphénol A) la DER331 (Dow chemicals) et d'un durcisseur du type polyéther amine, la Jeffamine D230 (Huntsman). Suite au mélange de ces deux composés à l'instant t_0 , la réticulation commence.

Lorsque le taux de réticulation (encore appelé taux de conversion) est élevé, la mobilité

des chaînes moléculaires est réduite, ce qui confère à l'adhésif une bonne cohésion. Au contraire, lorsque le taux de réticulation est faible, les chaînes de molécules du réseau ont beaucoup de défauts et présentent plus de mobilité. Le réseau est plus « lache ». En conséquence, la cohésion de l'adhésif est plus faible. La structure du réseau polymère formé est le reflet des caractéristiques de chacun des réactifs.

Le taux de réticulation d'un adhésif (κ) à un instant t est défini par $\kappa = 1 - \Delta H_t / \Delta H_{t_0}$. Il est fonction du rapport des enthalpies de réactions aux instants t_0 et t . Ces enthalpies peuvent être mesurées par la technique de microcalorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette technique consiste à mesurer le flux de chaleur en fonction de la température. La Figure 1. 7 représente le flux de chaleur mesuré pour deux instants, l'instant initial du mélange, et un instant ultérieur $t=8h$ (à la température ambiante). Sur chacune de ces courbes, on distingue un pic exothermique (le flux de chaleur devient positif) pour des températures comprises entre 70 et 150 °C. L'enthalpie associée à ce pic exothermique est déduite de l'aire sous la courbe. Ces courbes mettent en évidence que le flux de chaleur diminue à mesure que la réticulation de l'adhésif progresse.

Par ailleurs, sur cette figure, dans le domaine des basses températures, on constate la présence d'un point d'inflexion, qui représente la température de transition vitreuse T_g . La température de transition vitreuse est la température à laquelle un polymère initialement à l'état solide vitreux subit une transition qui le transforme en un solide caoutchoutique [10]. Cette transition thermodynamique se traduit par des variations des propriétés physiques, notamment des propriétés mécaniques (chute du module d'Young par exemple) [10].

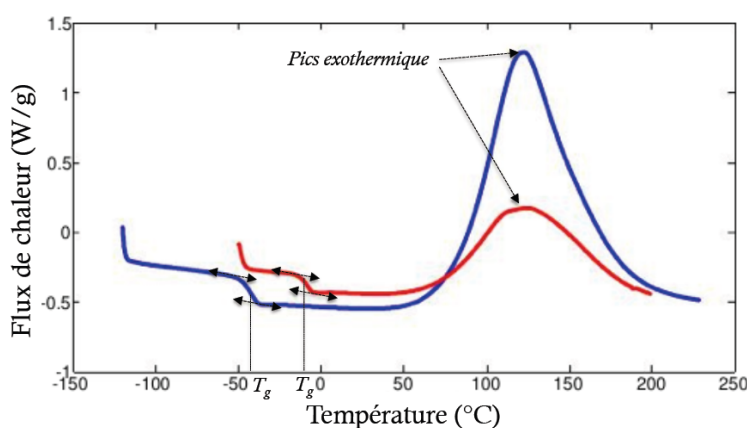


Figure 1. 7: Exemple de courbe de DSC pour une formulation DER331 + D230 (bleue) à un temps t_0 (c'est-à-dire juste après le mélange des deux composés) et (rouge) à $t=8h$.

Sur la Figure 1. 7, on observe que pour la courbe en bleue (obtenue pour un temps de

réaction t_0), la T_g est égale à $-44\text{ }^{\circ}\text{C}$ alors que pour la courbe en rouge (8h après), la T_g est égale à $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$. La T_g peut ainsi permettre d'avoir une indication concernant le taux de conversion de l'adhésif et donc une information sur sa cohésion.

1.5. Les défauts d'adhésion.

Les défauts d'adhésion sont ceux que l'on rencontre uniquement à l'interphase entre l'adhésif et l'un des substrats (*Figure 1. 8*). On peut les distinguer en trois types.

1.5.1. Les décollements

Les décollements peuvent survenir de manière localisée, au niveau des interphases substrats/adhésif. Ils peuvent être dus à une mauvaise répartition de la colle lors de l'assemblage, mais peuvent aussi résulter de la présence des contaminants tels que les graisses sur les surfaces des substrats, ou à une dégradation environnementale (humidité, infiltration d'eau). Dans certains cas, un impact peut également provoquer leur apparition [11].

Pour prévenir l'apparition de ces défauts, il est nécessaire de nettoyer méticuleusement les surfaces des substrats. Le nettoyage qui est généralement à la base de tous les traitements de surfaces consiste à éliminer tous les éléments tels que les matières grasses, les poussières et autres agents qui forment des zones à la surface des substrats où l'adhésion pourrait ne pas se produire [12]. Les techniques de nettoyage les plus utilisées sont le nettoyage aux solvants et le nettoyage alcalin (ou par saponification).

Le décapage chimique consiste quant à lui à éliminer les composés indésirables (oxydes, peintures, vernis, revêtements métalliques) qui sont intimement liés à la surface à traiter [13]. Le procédé le plus couramment utilisé est le décapage par immersion. Dans le cas de l'aluminium et ses alliages, le décapage s'effectue par l'immersion dans un bain contenant une solution à base d'acide sulfurique, acide chlorhydrique ou acide fluorhydrique. Après un décapage, il est conseillé de rincer la structure afin de la débarrasser d'éventuels composés qui pourraient être à l'origine de décollement et donc d'une mauvaise adhésion.

1.5.2. Une faible adhésion

Sans nécessairement provoquer des décollements, une mauvaise préparation des surfaces des substrats à assembler peut induire une plus faible adhérence entre la colle et l'un des substrats. On parle dans ce cas de faible adhésion.

Notons que la présence d'impuretés ou de polluants au sein de l'adhésif peut aussi avoir une influence sur l'adhésion aux interphases. Par exemple, *Kumar et al* [14] ont obtenu différentes propriétés adhésives, confirmées par des essais mécaniques, dans des assemblages

composites en mélangeant l'adhésif avec du polyvinyl alcool (PVA) lors de la conception des joints.

1.5.3. Les kissing bonds

Dans certains cas particuliers, un contact intime mais sans adhésion [15,16] peut se produire au niveau d'une interface substrat/adhésif. Ce type de défaut est appelé *Kissing bond*. Plusieurs études ont été publiées sur les kissing bonds [16,17,18,19]. Cependant, toutes les définitions ne sont pas cohérentes et elles conduisent même parfois à une confusion concernant ce qu'est exactement un kissing bond. Par exemple, *Jiao et al* [17] ont défini un kissing bond comme un contact parfait entre deux surfaces qui ne transmet pas de contrainte de cisaillement. Ils précisent cependant qu'un tel défaut a été défini pour simplifier la modélisation et ne peut pas exister dans de véritables joints adhésifs. *Marty et al* [20] propose trois critères expérimentaux pour employer le terme kissing bond. Ces critères sont (1) que la contrainte à rupture lors d'un essai de pelage soit inférieure à 20 % de la contrainte à rupture dans le cas d'une adhésion nominale, (2) que la rupture soit 100 % adhésive et (3) que lors de l'utilisation d'ondes ultrasonores longitudinales en incidence normale, la transmission à travers la structure ne semble pas révéler la présence d'un défaut aux interphases. Ce dernier critère contribue à définir le kissing bond comme un défaut non détectable par des méthodes ultrasonores classiques. Notons que certains articles publiés présentent des résultats de mesures réalisées sur des "kissing bonds" qui sont "simulés" expérimentalement en mettant un substrat et un adhésif en contact tout en exerçant une pression plus ou moins importante sur l'ensemble [16,18].

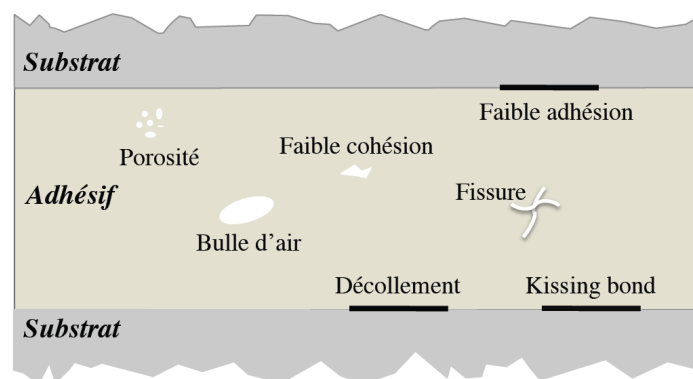


Figure 1. 8 : Types de défauts qui peuvent affecter les joints de colles.

Pour le moment, la seule manière de tester la fiabilité d'un processus d'assemblage par collage consiste à mesurer la résistance mécanique du joint (*i.e.* la contrainte à la rupture) en

utilisant des essais mécaniques. L'un des inconvénients majeurs est le caractère destructif de l'essai, qui ne peut donc être réalisé que sur des échantillons dédiés, dont la géométrie doit s'adapter aux normes, ce qui rend impossible le contrôle des véritables structures. Le nombre assez important de ces éprouvettes témoins, fabriquées à l'identique, contribue également à augmenter les coûts. C'est pourquoi disposer de méthodes de contrôle et d'évaluation non destructives permettant de s'assurer de la bonne réalisation d'un collage est un enjeu important pour la généralisation de l'emploi de cette méthode d'assemblage.

La maîtrise de la réalisation des assemblages collés (*i.e.* l'obtention des niveaux d'adhésion et de cohésion satisfaisants), implique une bonne compréhension des paramètres qui peuvent plus ou moins influencer l'adhésion ou la cohésion lors du processus du collage. Les principaux paramètres qui peuvent influencer l'adhésion sont présentés dans les paragraphes suivants.

1.6. Paramètres influençant l'adhésion et les traitements de surface

Outre la présence de graisse pouvant être évitée à l'aide d'un dégraissage ou d'un décapage chimique, d'autres facteurs peuvent influencer l'adhésion.

1.6.1. La rugosité des substrats

En 1925, *McBain et al* [21] introduisent une théorie qui stipule que l'adhésion provient d'une pénétration de l'adhésif dans les microcavités et aspérités présentes à la surface du substrat : elle est appelée théorie de l'ancrage mécanique. Lorsqu'un adhésif, initialement à l'état liquide, est déposé sur une surface rugueuse, celui-ci pénètre dans les aspérités. Après polymérisation, l'adhésif reste ancré dans les cavités. Selon cette approche, la rugosité des surfaces des substrats favorise l'adhésion grâce à l'augmentation de la surface de contact permettant un meilleur ancrage mécanique. Par exemple, pour un assemblage polymère/béton, *Toutanji et al* [22] ont montré que le niveau de rugosité obtenu sur le béton après un traitement par jet d'eau sous pression conduit à une valeur élevée de la contrainte à la rupture mesurée à partir d'un essai de traction.

En fonction de la nature des matériaux à assembler et des applications envisagées, différentes méthodes de traitement de surfaces peuvent être utilisées [23]. Pour le cas des substrats métalliques, les techniques de traitement permettant de mieux contrôler la rugosité des surfaces et d'améliorer l'ancrage mécanique sont l'abrasion par ponçage et le sablage.

L'abrasion par ponçage permet d'éliminer les imperfections géométriques d'une surface ou de modifier son état [24]. Elle consiste à poncer la surface des substrats à encoller à l'aide

d'un revêtement abrasif. Un nettoyage des surfaces est généralement effectué après ponçage pour se débarrasser des particules qui peuvent contaminer les surfaces.

Le sablage se fait quant à lui par projection à grande vitesse d'une poudre abrasive (oxydes durs, corindons ou alumine) sur les surfaces à encoller. C'est la technique la plus utilisée dans la communauté industrielle [25]. De nombreuses études en ont démontré les capacités quant à l'obtention d'interphases à adhésion optimale dans les joints adhésifs. A titre d'exemple, **Harris et al** [26] se sont intéressés à l'effet du sablage des surfaces sur les propriétés d'adhésion de joints réalisés à partir de substrats en aluminium. **Boutar et al** [27] ont étudié l'effet de la rugosité des substrats obtenue par sablage sur la contrainte à la rupture du joint. Ils ont montré qu'en fonction du profil de rugosité, la contrainte à la rupture augmente puis chute lorsque la rugosité devient plus importante.

1.6.2. La mouillabilité de l'adhésif sur le substrat

Lorsque la rugosité des surfaces des substrats est trop importante, de l'air peut rester piégé lors de la pénétration de l'adhésif et créer des zones de concentrations de contraintes où des ruptures peuvent survenir et conduire à la fragilisation de l'assemblage (*Figure 1. 9*).

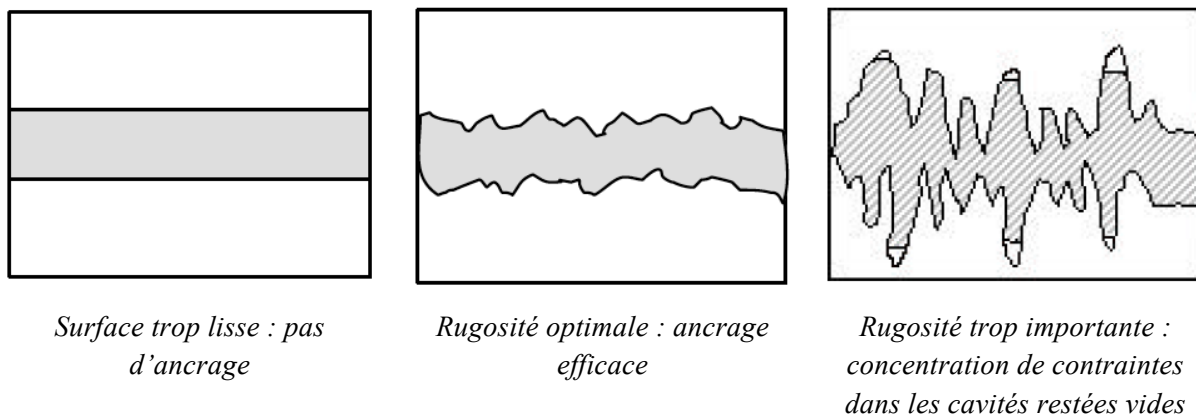


Figure 1. 9 : Influence de la rugosité des substrats sur l'ancrage mécanique [28].

La mouillabilité de l'adhésif sur le substrat, traduisant sa capacité à pénétrer dans les cavités, serait donc un paramètre important. Ceci a été montré par **Sharpe et al** [29]. La mouillabilité traduit l'aptitude de l'adhésif à s'étaler sur le substrat. Le mouillage peut être influencé par la rugosité des surfaces des substrats à assembler, et par conséquent, il est intrinsèquement lié à l'ancrage mécanique.

1.6.3. La viscosité de l'adhésif initialement liquide

La viscosité du mélange initial résine/durcisseur, lorsqu'il est sous forme liquide avant sa réticulation, est également à prendre en compte. En effet, la cinétique de l'étalement de l'adhésif sur le substrat doit être plus rapide que la cinétique de réticulation de l'adhésif afin de garantir la formation de l'interphase. *Aufray et al* [30] l'ont montré sur les systèmes DGEBA-Diethylenetriamine/aluminium et DGEBA-Isophorone diamine/aluminium.

Une faible viscosité du mélange initial permet à l'adhésif de s'étaler sans réticuler complètement, de mieux pénétrer dans les aspérités des substrats, si le mouillage le permet, et par conséquent, participe à la formation d'une interphase à adhésion nominale.

1.6.4. La formation des liaisons chimiques et physiques : rôle du primaire d'adhésion

Lorsqu'un contact s'établit entre le substrat et l'adhésif, des liaisons chimiques (covalentes, ioniques et métalliques) et des liaisons physiques (Hydrogène et Van der Waals) intervenant dans le phénomène d'adhésion se créent [31] : on parle de couplage entre l'adhésif et le substrat. L'efficacité de ce couplage varie avec le type et le nombre de liaisons inter-faciales formées. Les liaisons chimiques possèdent une énergie 10 à 100 fois supérieure à celle des liaisons physiques. Ces liaisons chimiques assurent donc à l'interphase une meilleure résistance à la rupture. Il est donc préférable, lors de la réalisation d'un assemblage, de favoriser la création des liaisons chimiques. L'emploi d'un agent de couplage permet la formation des liaisons chimiques fortes au niveau des interphases [32]. L'opération consiste à créer une nouvelle surface sur un substrat, en modifiant localement la surface existante, ou en déposant une couche se superposant à la surface d'origine [33]. Plusieurs méthodes le permettent : l'anodisation, la métallisation, la phosphatation et la silanisation. A titre d'exemple, *Underhill et al* [34] ont montré que les assemblages réalisés avec prétraitement silane avaient une force d'adhérence et une durée de vie supérieures à ceux n'ayant pas subi de prétraitement lorsqu'ils sont soumis à des essais mécaniques sous environnement sec et humide. De même, *Abel et al* [35] ont étudié, à partir d'un essai de rupture en mode I sous chargement statique et cyclique, l'effet des traitements de surfaces sur la résistance mécanique et la durée de vie des joints adhésifs réalisés à partir de substrats en aluminium. Ils ont observé une contrainte à la rupture plus élevée ainsi qu'une augmentation de la durabilité des joints adhésifs associés au traitement silane.

Dans le cadre de cette thèse, les conséquences de l'utilisation d'un agent de couplage (le Silane) sur les grandeurs mécaniques mesurées à l'aide d'ondes ultrasonores, sont, entre autres, étudiées.

Nous venons de voir que la cohésion et l'adhésion aux interphases substrat/adhésif dépendent de plusieurs facteurs. La qualité d'un assemblage est donc fortement liée aux procédures de réalisation du collage. Des outils permettant de révéler la présence de défauts ou encore d'évaluer les propriétés des assemblages, qu'elles soient cohésives ou interfaciales, sont donc nécessaires. Le recours à des moyens permettant de contrôler ces assemblages de manière non destructive constitue donc un enjeu industriel majeur. Plusieurs techniques d'évaluation non destructive permettant la détection et l'évaluation des défauts cohésifs et/ou adhésifs sont proposées dans la littérature. Nous présentons quelques-unes d'entre elles dans la section ci-dessous.

2. Méthodes de CND/END n'utilisant pas des ondes élastiques et appliquées à la caractérisation du collage

2.1. La thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge est une technique de contrôle/évaluation non destructive rapide et sans contact. Son utilisation s'est accrue ces dernières décennies avec l'amélioration de la résolution et du taux d'acquisition des caméras infrarouges, mais aussi grâce au développement des techniques robustes de traitement d'images [36]. Aujourd'hui, son utilisation est normalisée (norme ASTM E2582-07 par exemple).

Il existe deux types de thermographie infrarouge : la thermographie passive, dans laquelle la structure à contrôler génère elle-même de la chaleur, utilisée pour la surveillance des structures comme les installations électriques ou thermiques des bâtiments, et la thermographie active qui nécessite une stimulation thermique extérieure. Pour des applications de CND/END, notamment celles dédiées aux assemblages collés, les structures à contrôler ne générant pas elles-mêmes de la chaleur, c'est la thermographie active qui est généralement utilisée.

Le principe général de la thermographie active consiste à produire de manière contrôlée un échauffement local de l'une des surfaces de la structure à tester et à mesurer le flux thermique qui est diffusé à l'aide d'une caméra infrarouge, afin de reconstruire des cartes de température à différents instants, à partir de la scène thermique observée dans le domaine infrarouge. En fonction de la source et du mode d'excitation, il existe plusieurs types de thermographie active : la thermographie pulsée, la thermographie *lock-in* et la vibro-thermographie [37,38].

En thermographie pulsée [39,40,41], la surface de l'échantillon à tester est soumise à une impulsion de chaleur à l'aide d'une source de grande puissance telle que les lampes flash et halogènes. La durée de l'impulsion varie de la microseconde à la seconde en fonction de l'épaisseur du matériau et de ses propriétés thermiques. L'impulsion émise est absorbée par l'échantillon, ce qui produit une élévation rapide de la température de surface et le front thermique généré se déplace à travers l'échantillon par conduction. La température de la surface de l'échantillon est ensuite mesurée à l'aide d'une caméra infrarouge. Les défauts (porosités, délaminages, décollements, etc.), perturbent le flux thermique dans l'échantillon ce qui se traduit sur l'image thermique par l'apparition d'un gradient thermique qui se manifeste par des zones de contraste sur l'image thermographique.

La thermographie *lock-in* est généralement utilisée pour s'affranchir des paramètres environnementaux qui pourraient influencer sur le contrôle tels que le bruit environnant. Elle est en effet basée sur la génération « d'ondes thermiques » de fréquences contrôlées à l'intérieur de la structure à tester, en chauffant périodiquement sa surface par des lampes halogènes à modulation d'intensité [42,43]. La mesure du déphasage de ces ondes peut fournir des informations sur la structure thermique et les inhomogénéités présentes dans la structure.

À l'opposé des deux premières approches où la source de chaleur est délivrée de manière externe à la structure, en vibro-thermographie, l'excitation thermique est obtenue à l'aide d'une source mécanique : l'énergie mécanique portée par une vibration est dissipée sous forme de chaleur dans le milieu [41,43]. En présence d'un défaut (porosité, fissure, délaminage, etc.), l'échauffement est localement différent de celui observé dans le milieu environnant et sain.

La thermographie est une méthode qui peut être appliquée à plusieurs types de matériaux. Elle est utilisée pour identifier les propriétés thermo-physiques, détecter des décollements ou les infiltrations de liquides aux interfaces collées, et localiser les défauts internes (trous d'air, porosités, inclusions, etc.) à travers l'établissement d'une cartographie en température. La capacité de détection dépend toutefois de la taille du défaut, de sa profondeur et des propriétés thermiques du matériau.

En ce qui concerne le contrôle par thermographie infrarouge des assemblages collés, plusieurs publications existent [44,45,46]. On peut citer les travaux de *Genest et al* [47] qui ont détecté des décollements réels ou simulés par insert de téflon aux interfaces d'une structure collée aluminium/colle/composite et ceux *Schroeder et al* [48] qui ont détecté des décollements dans des assemblages collés composites. Enfin, *Johnson* [49] propose une approche de thermographie basée sur l'analyse des contraintes thermo-élastiques et qui

permet de détecter l'initiation des fissures ainsi que de suivre leurs progressions dans les joints collés composites à simple recouvrement. Il montre que cette technique permet d'obtenir des informations sur l'étendue des dommages dans la structure.

Bien adaptée à la détection de défauts localisés, la thermographie infrarouge ne permet pour le moment pas d'évaluer les propriétés cohésives ou adhésives.

2.2. Les techniques optiques

L'essor de ces techniques a bénéficié du développement des caméras CCD (*Charge Coupled Device* en anglais) et des dispositifs de traitement.

L'holographie optique est l'une des méthodes optiques la plus connue. Elle est simple à utiliser, robuste et même applicable dans les environnements industriels. Son principe consiste à illuminer la surface d'une structure à tester à l'aide d'une source lumineuse cohérente (laser, par exemple) possédant des propriétés adéquates pour la création d'interférences lumineuses. Ensuite, les franges d'interférences obtenues en combinant l'onde émise par la source laser (onde de référence) et l'onde diffusée ou diffractée (par transmission ou par réflexion) par la structure sont enregistrées pour donner un hologramme [50].

Lorsqu'elle est appliquée au contrôle non destructif, deux enregistrements distincts de l'image des lignes de franges sont réalisés : un avant et l'autre après qu'une charge soit appliquée à la structure à tester. Un défaut, s'il existe, se révèle par des distorsions anormales sur les franges d'interférences. **Chan et al** [51], grâce à cette technique, sont parvenus à visualiser la présence des décollements pour un assemblage collé réalisé à partir de substrats en aluminium. **Fei et al** [52] sont quant à eux arrivés à détecter des faiblesses adhésives (mauvais traitement de surfaces) aux interfaces de joints collés dissymétriques réalisés à partir de substrats en aluminium. Ils observent que le motif des franges d'interférences des assemblages est fortement influencé par les dégradations inter-faciales. Ce résultat est également confirmé par des simulations numériques basées sur une méthode des éléments finis. Finalement, à partir de ces simulations, ils montrent que la mesure des déplacements normaux à l'interface pourrait être un bon indicateur des faiblesses adhésives.

La shearographie, encore appelée interférométrie de cisaillement, est également une méthode optique utilisée pour le contrôle non-destructif des structures [53]. Elle est basée sur la détermination des trajets optiques de deux fronts de lumière. Son principe consiste à solliciter mécaniquement, à l'aide d'une source thermique, d'un chargement ou d'une vibration, la structure à tester, puis à acquérir des figures d'interférence pour deux états donnés de la structure (au repos et sous contrainte) [53]. Cela consiste généralement à

dédoubler l'image de la structure en décalant un faisceau d'une onde par rapport un autre. Les deux images légèrement décalées interfèrent ensuite sur un capteur CCD. Le résultat est alors une image de speckle (ou figure de Moiré) qui illustre la déformation de la structure à travers une zone de contraste. La shearographie permet de visualiser de très faibles gradients de déformations qui peuvent indiquer la présence de défauts de petites dimensions dans une structure [53,54]. *Hung et al* [55] sont parvenus, grâce à cette méthode, à détecter des décollements dans des assemblages collés composites. De même, *Liu et al* [56] s'en sont servis pour détecter des décollements et des bulles d'air aux interfaces de joints collés composite/colle/caoutchouc.

Malgré le fait que les techniques optiques soient non-invasives, rapides, sans contact et permettent de détecter des décollements ainsi que des faiblesses adhésives aux interfaces de joints collés, leur utilisation reste cependant limitée par le fait qu'elles ne permettraient pas de localiser des défauts situés en profondeur des échantillons, ni d'inspecter des zones à accès difficile dans des géométries complexes.

2.3. La radiographie

La radiographie consiste à faire traverser une structure par un rayonnement électromagnétique de très courte longueur d'onde (rayons X ou γ), et ensuite à visualiser les modulations d'intensité du faisceau incident sous forme d'une image obtenue grâce à un détecteur qui peut être soit un film argentique ou soit un capteur électronique [57]. De par son principe, la radiographie est donc basée sur la formation d'une image qui traduit l'absorption subie par un rayonnement ayant traversé le matériau à tester. Ce qui signifie que la présence d'un défaut affectera la quantité de rayonnement transmis et produira une zone de contraste sur l'image. Par exemple, tout manque de matière induira une plus faible absorption et donc, localement, une plus forte intensité (ou noircissement) sur le film argentique ou un niveau de gris plus élevé dans le cas des images numériques. En industrie, la radiographie est souvent employée pour l'auscultation des structures soudées [57]. Elle est également applicable à la quasi-totalité des matériaux. Son intérêt réside dans le fait de fournir une image de la matière qui permet de montrer l'absence ou la présence d'un défaut interne (trous, porosités, etc.).

La radiographie standard ne permet pas de positionner un défaut dans l'épaisseur d'une structure examinée. Un moyen permettant donc de s'affranchir de ce problème est la tomographie. Son principe est le même que la radiographie standard, mais il permet par contre de reconstruire une image « en coupe » d'une structure en 3 D. La structure à tester est donc mise en rotation et placée suivant la direction et le sens du rayonnement. Une série de

radiogrammes (pour différents angles de tirs) est obtenue. A partir de ces radiogrammes, une image numérique en 3 D de la structure est reconstruite en niveaux de gris ou de couleurs avec une excellente résolution. En effet, chaque niveau de gris traduit point par point le coefficient d'atténuation local du faisceau incident, illustrant ainsi la densité et l'état de la structure.

L'emploi des techniques de radiographie pour le contrôle du collage est possible à condition que les composants de l'assemblage (substrats) ne possèdent pas une absorption trop élevée. En effet, l'absorption par les substrats peut masquer l'information provenant de l'adhésif et rendre la détection des défauts difficile. *Jama et al* [58] montrent qu'il est possible d'observer des variations d'épaisseur de colle (en mesurant le taux de comptage des photons) et de détecter des décollements dans des assemblages aluminium/colle/composite à partir de la mesure du spectre d'énergie des photons diffusés. *Vavrik et al* [59] montrent eux aussi qu'en combinant la radiographie aux rayons X avec la neutronographie (technique connexe de radiographie mais utilisant des neutrons) il est possible de visualiser la présence des manques de colle dans un assemblage aluminium/colle/composite ainsi que de déterminer leurs dimensions.

Comparée à la technologie numérique, l'utilisation de films argentiques permet d'avoir une meilleure qualité d'image, mais au prix d'un temps d'exposition plus long. Dans tous les cas, les fortes contraintes d'utilisation en matière de sécurité limitent le recours à cette technique.

3. Méthodes de CND/END utilisant des ondes élastiques et appliquées à la caractérisation du collage

Les méthodes qui utilisent les ondes élastiques sollicitent mécaniquement la structure à tester. Elles sont très utilisées en CND/END car elles possèdent de nombreux avantages parmi lesquels l'auscultation des matériaux sur des profondeurs importantes. De plus, ces méthodes sont relativement simples à mettre en œuvre car elles nécessitent des équipements relativement légers et sans danger pour les utilisateurs [60]. Elles peuvent également permettre un accès unilatéral à la structure ainsi que d'inspecter des zones difficiles d'accès dans des assemblages complexes en jouant sur la fréquence et/ou la nature de l'onde [11,61]. Plusieurs méthodes non destructives utilisent des ondes élastiques. Elles peuvent être employées pour deux objectifs : la recherche de défauts (contrôle non destructif) à travers l'établissement d'une cartographie par exemple, et la mesure des propriétés mécaniques d'une

structure (évaluation non destructive). Dans le second cas, il est nécessaire de faire appel à des modèles analytiques ou numériques afin de remonter aux paramètres recherchés par résolution d'un problème inverse. Dans le cas du contrôle des assemblages collés, des modèles décrivant la propagation d'ondes élastiques dans les structures collées sont nécessaires afin de prendre en compte la présence de la couche de colle, ou encore de bien reproduire le comportement des interphases substrat/adhésif. Nous présentons les différents modèles numériques existants pour simuler la propagation d'ondes élastiques en régime linéaire dans les structures collées. Nous nous limitons aux structures dans lesquelles les substrats assemblés sont plans. La fin de ce paragraphe évoque certaines méthodes acoustiques de CND/END utilisant ces modèles.

3.1. Modélisation de la propagation d'ondes élastiques en régime linéaire dans les assemblages collés

Dans la littérature, selon l'objectif des travaux publiés, deux formalismes sont principalement rencontrés pour modéliser les structures collées et étudier la propagation d'ondes élastiques : les modèles multicouches et les modèles rhéologiques.

3.1.1. Les modèles multicouches

Pour les assemblages de type substrat/colle/substrat, deux modèles multicouches sont généralement utilisés : le modèle tri-couche parfait et le modèle 5 couches.

3.1.1.1. Le modèle tri-couche parfait

C'est le modèle le plus simple et le plus utilisé pour simuler la propagation d'ondes élastiques dans les assemblages collés. Dans cette approche, les substrats et l'adhésif sont modélisés chacun par une couche ayant une épaisseur finie, une masse volumique et des propriétés (visco)élastiques (*Figure 1. 10 (a)*). Entre les substrats et l'adhésif, la continuité des déplacements et des contraintes est imposée aux interfaces [62,63,64]. Ceci revient à supposer que les propriétés des interphases sont telles que le niveau d'adhésion est parfait. Par exemple, à partir des mesures du champ transmis, ce modèle peut être utilisé pour estimer les modules de (visco)élasticité d'une des couches de l'assemblage (en particulier l'adhésif), les propriétés des deux autres couches de la structure étant connues². Ainsi, une mesure réalisée sur un assemblage présentant un défaut de cohésion, tel que la réticulation incomplète de l'adhésif par exemple, conduirait à des modules de viscoélasticité de la couche adhésive plus

² Le principe de mesure des modules élastiques d'une des couches d'un matériau multi couche est présenté au chapitre 2.

faibles que ceux mesurés sur un assemblage nominal [65,66]. Par contre, ce modèle ne prend pas en compte d'éventuels défauts d'adhésion. En conséquence, une faiblesse des propriétés mécaniques des interphases pourrait également se manifester par une modification des modules de (visco)élasticité apparents. L'étude détaillée des conséquences de la présence d'interphases imparfaites sur l'estimation des modules de (visco)élasticité de l'adhésif est présentée au chapitre 2.

3.1.1.2. Le modèle 5 couches

Afin de prendre en compte les interphases, le modèle 5 couches [19,67,68,69] qui consiste à rajouter dans le modèle tri-couche précédent deux couches d'épaisseurs très fines représentant les interphases entre les substrats et l'adhésif (*Figure 1. 10 (b)*) est introduit. L'épaisseur totale de l'assemblage reste inchangée. La continuité des déplacements et des contraintes est supposée aux différentes interfaces de l'empilement. Ces couches d'interphases sont supposées isotropes, et caractérisées par une masse volumique et deux modules élastiques. Notons qu'il est possible de modéliser un comportement viscoélastique des interphases en considérant les modules de ces deux couches comme complexes, ce qui peut permettre de prendre en compte les dissipations d'énergies inter-faciales. Toutefois, **Baltazar et al** [65] montrent qu'il est difficile de différencier la contribution de la viscoélasticité de l'adhésif de celles des interphases. A cette difficulté s'ajoute une précision moindre sur les parties imaginaires des modules mesurés. Ainsi, il est choisi dans le présent travail de modéliser les interphases comme des couches élastiques.

L'épaisseur de ces couches est en général assez faible (quelques microns) [69,70]. Ces couches sont ajoutées afin de pouvoir en mesurer d'éventuelles variations induites par la présence de défauts adhésifs. Elles n'ont pas vocation à simuler les interphases de manière exacte. En effet, d'une part l'épaisseur de ces couches ne reflète pas nécessairement les épaisseurs réelles des interphases, et d'autre part leurs propriétés mécaniques sont supposées constantes et homogènes sur toute la couche, ce qui est une approximation [71].

Ce modèle permet *a priori* de distinguer un défaut adhésif d'un défaut cohésif. Une faiblesse inter-faciale peut alors être simulée par des modules d'élasticité des couches minces plus faibles alors qu'une cohésion faible (réticulation imparfaite) sera simulée par une chute des modules de viscoélasticité de la couche adhésive.

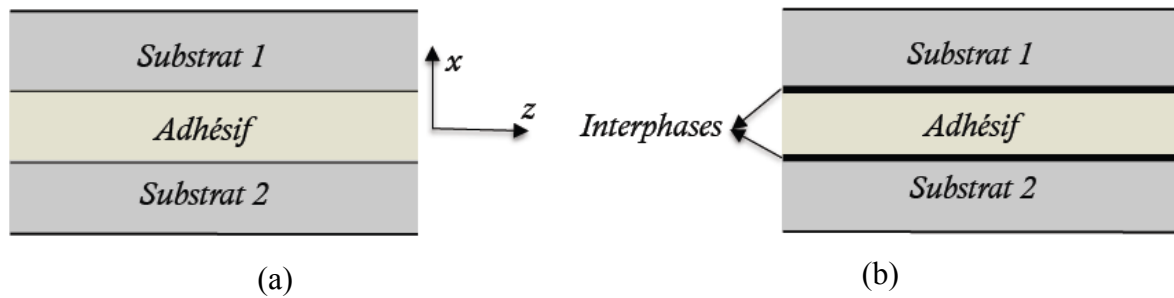


Figure 1. 10 : Schématisation des modèles (a) tri-couche, avec continuité de déplacements et contraintes aux interphases substrat/adhésif et (b) 5 couches, avec insertion de deux couches isotropes minces représentant les interphases entre substrats et adhésif.

Une autre approche basée également sur le modèle 5 couches consiste à considérer l'interphase comme une couche composite de quelques micromètres d'épaisseur constituée de deux phases (Figure 1. 11) : une phase qui possède des propriétés cohésives identiques à celles de l'adhésif et une autre qui possède des propriétés viscoélastiques dégradées caractérisées par un paramètre de relaxation [72]. La dégradation des interphases, dans ce cas, se fait par augmentation de la fraction volumique de la phase dégradée. Cette approche permet *à priori*, de la même manière que la précédente, de distinguer les deux types de défauts (cohésif ou adhésif).

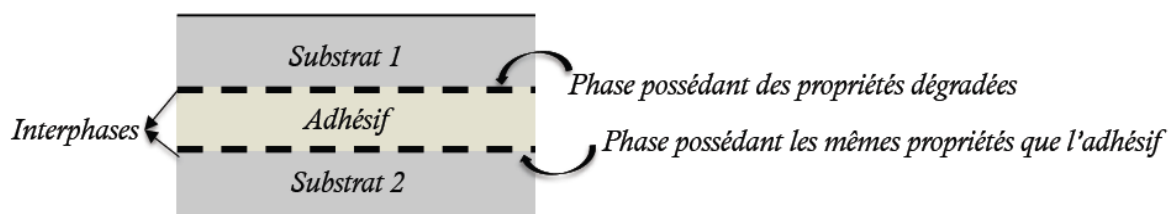


Figure 1. 11 : Schématisation du modèle 5 couches avec modélisation de l'interphase entre substrat et adhésif par une couche composite de deux phases.

3.1.2. Les modèles rhéologiques pour l'étude de la cohésion

Ce modèle a été introduit par *Jones et al* [73]. Il considère que, dans l'assemblage, la couche de colle et les interphases sont réduites à une interface. Le comportement mécanique (longitudinal et tangentiel) de cette interface est alors modélisé par deux distributions surfaciques de ressorts, telles que présentées à la Figure 1. 12. Dans ce cas les contraintes au niveau de l'interface sont continues alors qu'un saut de déplacement est autorisé. Les conditions aux limites à l'interface séparant les deux substrats sont définies par *Jones et al* [73] :

$$\begin{cases} \sigma_x = \sigma_{xx_1} = \sigma_{xx_2} = k_L \Delta u_x \\ \sigma_z = \sigma_{zx_1} = \sigma_{zx_2} = k_T \Delta u_z \end{cases} \quad (1.1)$$

Avec $\Delta u_x = \pm |u_{x_2} - u_{x_1}|$ et $\Delta u_z = \pm |u_{z_2} - u_{z_1}|$ les sauts de déplacements dont les signes dépendent du domaine à partir desquels ces conditions sont écrites, $\sigma_x = \sigma_{xx_1} = \sigma_{xx_2}$ et $\sigma_z = \sigma_{zx_1} = \sigma_{zx_2}$ les contraintes, $k_{L,T}$ les raideurs longitudinales et transverses des ressorts (encore appelées raideurs d'interfaces) et u_{x_1}, u_{x_2} (respectivement u_{z_1}, u_{z_2}) les déplacements aux interfaces des deux substrats dans la direction x (respectivement z).

Ce modèle peut être très avantageux numériquement puisqu'il permet de s'affranchir de la discrétisation de la couche de colle. **Hosten et al** [69] montrent cependant que ce modèle n'est valable que pour de très fines épaisseurs de colle, c'est à dire des épaisseurs très inférieures à la longueur d'onde.

Vlasie et al [74] proposent des conditions de validité pour ce modèle en comparant les résultats qu'ils prédisent à des résultats expérimentaux utilisant des ondes de Lamb se propageant dans un assemblage tri-couche aluminium/colle/aluminium, mais également à des résultats d'essais mécaniques. Lorsque le rapport entre l'épaisseur de l'adhésif et celle du substrat est faible (inférieur à $5 \cdot 10^{-2}$), ils montrent que le modèle rhéologique est suffisant pour décrire le comportement du tri-couche et les raideurs d'interfaces ne dépendent pas de la fréquence. Lorsque ce rapport d'épaisseur est élevé (10^{-1} , par exemple), la validité du modèle rhéologique est de plus en plus réduite aux faibles valeurs du produit fréquences-épaisseur. Cette fois, le modèle rhéologique (*i.e* les valeurs des raideurs d'interface) semble dépendre de la fréquence et par conséquent devrait être adapté suivant l'épaisseur de l'adhésif et le domaine de fréquence choisi.

Ces auteurs proposent également un autre modèle plus raffiné dans lequel une masse est ajoutée afin de modéliser les effets inertiels de l'adhésif. Toutefois, ils montrent que ces effets d'inertie sont négligeables devant les effets élastiques.

Comparée à celle obtenue sur un assemblage nominal, une cohésion plus faible se manifestera dans ce cas par une diminution des valeurs de raideurs d'interfaces. Tout comme le modèle tri-couche précédent, une faiblesse des propriétés mécaniques des interphases se manifestera également par une baisse des valeurs de raideurs d'interfaces. Un amalgame est commis dans ces modèles entre les interphases colle/substrats et la couche de colle, donc entre les deux types de défauts (cohésifs et adhésifs). Tout comme le modèle tri-couche parfait, ce modèle ne permet pas *a priori* de différencier les deux types de défauts.

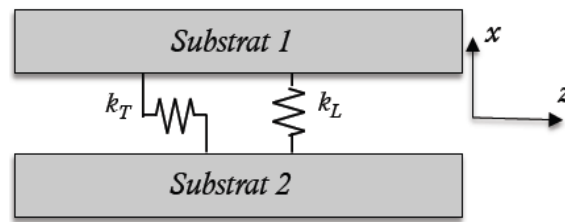


Figure 1. 12 : Schématisation du modèle rhéologique pour l'étude de la cohésion sans masse. La colle et les interphases étant réduites à une seule interphase modélisée par deux distributions surfaciques de ressorts de raideurs k_L et k_T .

3.1.3. Les modèles rhéologiques pour l'étude de l'adhésion

Ils sont une alternative au modèle 5 couches. En effet, comme les zones d'interphases sont généralement d'épaisseurs très minces (quelques dizaines de micromètres) [67,69], il est possible d'envisager de remplacer chaque interphase par une interface dont le comportement est modélisé par deux distributions surfaciques de ressorts sans masse (Figure 1. 13). Si le contact entre adhésif et substrat n'est plus parfait, alors on impose une continuité des contraintes et une discontinuité des déplacements comme précédemment. Les conditions aux limites aux interfaces substrat/adhésif sont également celles définies à l'équation (1. 1). Des raideurs d'interfaces plus faibles indiquent dans ce cas une mauvaise adhésion tandis que des modules de viscoélasticité de la couche de colle plus faibles traduiront une dégradation de la cohésion [16,75]. Ce modèle permet donc de prendre en compte de manière indépendante les deux types de défauts et permettrait *a priori* de les caractériser séparément.

Tout comme précédemment, notons qu'il est possible de tenir compte de l'inertie des ressorts en rajoutant des masses à ces raideurs d'interfaces. Dans la suite, nous nous limitons uniquement au cas des ressorts sans masses [75].

Notons que, pour une épaisseur de couche d'interphase suffisamment mince (de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres), le modèle 5 couches tend à être équivalent au modèle rhéologique adhésif [69,76,77].

Dans cette thèse, il est question de pouvoir différencier un problème de cohésion de celui d'adhésion lors de la caractérisation des joints collés. Dans ce contexte, il a été choisi d'utiliser le modèle tri-couche parfait, le modèle 5 couches (cf. chapitre 2) et le modèle rhéologique adhésif (cf. chapitre 3).

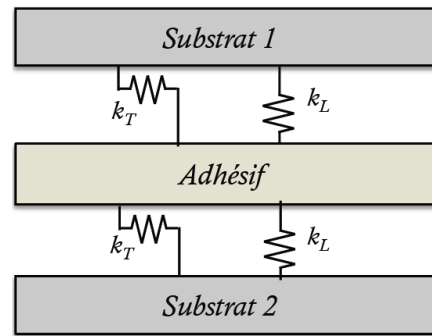


Figure 1. 13 : Schématisation du modèle rhéologique pour l'étude de l'adhésion sans masse. Les interphases étant modélisées par deux distributions surfaciques de ressorts de raideurs k_L et k_T .

Sur la base des modèles présentés, différentes techniques d'évaluation non destructive appliquées au contrôle du collage ont été développées. Sans prétendre être exhaustifs, nous présentons à la section suivante certaines méthodes de CND/END utilisant les ondes élastiques et quelques-unes de leurs applications à la caractérisation de la cohésion et/ou de l'adhésion dans les assemblages collés.

3.2. Méthodes de caractérisation de la cohésion et de l'adhésion utilisant les ondes élastiques

3.2.1. Les vibrations sonores

Plusieurs méthodes d'évaluation non-destructive opérant à basses fréquences ont été mises au point pour détecter des défauts dans les structures collées [78]. Leur principe de fonctionnement repose sur le fait qu'un défaut dans une structure modifie sa raideur locale, et donc ses propriétés vibratoires. Ces méthodes sont généralement réparties en deux groupes : celles qui nécessitent une excitation et la mesure de la réponse de la structure à chaque point d'essai [79,80] et celles qui mesurent la réponse globale de la structure à partir d'une seule excitation [81,82]. La fréquence de travail est généralement comprise entre 0,1 et 20 kHz.

3.2.1.1. Impact écho

La plus ancienne et la plus connue est le test du marteau (*coin-tap method* en anglais). Son principe est de solliciter une structure à l'aide d'un marteau et de mesurer sa réponse locale, par exemple à l'aide d'un microphone [79]. Selon que le marteau impacte une zone saine ou défectueuse, la réponse n'est pas la même, du fait d'un changement local de la raideur. Par exemple, à forces égales, l'intensité de la réponse sur la structure saine est plus forte et de durée plus courte [83]. Adams *et al* [84], à partir de la mesure de l'énergie du

signal acoustique dans la structure, ont détecté la présence de décollements dans un assemblage collé.

3.2.1.2. Méthode d'impédance

Son principe est de mesurer localement l'impédance d'une structure définie par $Z = F/v$ (où F est la force appliquée à la structure et v la vitesse de la structure résultante au point d'application de la force). Dans ce cas, les mesures sont effectuées à une fréquence. La présence d'un défaut diminue l'impédance mesurée [80]. Cette technique serait mieux adaptée à la détection des défauts qui sont dans le plan parallèle à la surface d'essai. *Cawley* [80] l'utilise pour détecter des décollements dans un assemblage collé acier/colle/aluminium.

Les méthodes de vibrations sonores sont attrayantes pour de nombreuses applications car les tests sont pratiques et rapides. Plusieurs appareils sont commercialisés à l'instar du *Harmonic Bond Tester* fabriqué par la *Shurtronics Corp.* Elles sont majoritairement sensibles aux décollements francs et aux bulles d'air de dimensions suffisantes [78], mais ne permettent pas nécessairement de différencier ces deux types de défaut. De plus, elles ne permettent pour le moment pas de d'évaluer quantitativement l'adhésion ou la cohésion.

3.2.2. Les ondes ultrasonores de volume

Les méthodes ultrasonores sont parmi les plus largement utilisées aujourd'hui. Leur principe est basé sur l'émission et la propagation d'une onde ultrasonore dans le volume de la structure à inspecter. On distingue les méthodes dédiées à la détection et au dimensionnement des défauts (méthodes de CND) de celles qui permettent d'évaluer les propriétés mécaniques (éventuellement locales) de la structure, qui se rangent dans la catégorie des END. Dans ce qui suit, nous commençons par évoquer les méthodes dédiées à la détection de défauts plus ou moins "ponctuels" qui peuvent survenir dans les joints collés. Dans un deuxième temps nous considérons les méthodes cherchant à obtenir un résultat quantitatif sur les propriétés cohésives ou adhésives des joints collés.

3.2.2.1. Contrôle non destructif des assemblages collés par ondes de volume

Lorsqu'une onde ultrasonore rencontre une discontinuité (dont l'impédance acoustique est différente de celle du milieu environnant), elle est partiellement réfléchiée. La proportion d'énergie réfléchiée est d'autant plus grande que le contraste d'impédance acoustique entre la discontinuité et le milieu environnant est grand. Cette notion de contraste d'impédance est à la base du contrôle non destructif par ultrasons. C'est aussi pour cette raison qu'il est en général nécessaire d'immerger la pièce dans l'eau ou d'appliquer un gel entre le transducteur émetteur

(et récepteur) et la pièce à inspecter. En effet, l'air ayant une impédance acoustique faible, la quantité d'énergie transmise dans la structure que l'on souhaite inspecter peut être trop faible pour permettre un contrôle³, car ces structures sont faites de substrats métalliques ayant une impédance acoustique très élevée par rapport à celle de l'air. Différentes techniques existent, suivant qu'elles mettent en jeu des ondes longitudinales ou transversales et suivant qu'elles utilisent la réflexion ou la transmission des ondes sur les éventuels défauts. Ainsi lors d'un contrôle en réflexion, un défaut est alors détecté du fait de son caractère échoïque. Lors d'un contrôle utilisant la transmission, c'est alors une chute de l'amplitude du signal transmis du fait de la présence du défaut qui permet de le détecter. Un traitement des signaux mesurés et leur analyse peuvent ensuite permettre de positionner et de définir les dimensions de défauts.

3.2.2.1.1. Contrôle en incidence normale

L'inspection des structures *via* l'émission et la réception des ondes ultrasonores de volume sous incidence normale est la technique d'inspection la plus répandue. Ici, deux configurations de mesures sont possibles. La première dite en réflexion ou « pulse-écho », consiste à utiliser un même transducteur comme émetteur et récepteur. Dans la seconde, dite en transmission ou « pitch-catch », émetteur et récepteur sont positionnés de part et d'autre de la structure à tester. Le domaine de fréquence peut varier de quelques centaines de *kHz* à quelques dizaines de *MHz*. Les signaux mesurés en chaque position de la structure inspectée peuvent être représentés sous la forme d'une image (telle que la représentation spatio-temporelle suivant une ligne, appelée *Bscan*, ou la représentation bidimensionnelle de l'amplitude, appelée *Cscan*) tout à fait similaire aux images échographiques du domaine médical.

Dans le cas du contrôle de structures assemblées par collage, qu'il s'agisse de substrats métalliques, en verre, ou même en composites, ces méthodes peuvent permettre de détecter les porosités, bulles d'air et fissures [85,86,87,88], mais aussi des manques d'adhésif [88] ou des décollements aux interfaces [88,89].

Parmi les travaux les plus récents, on peut citer ceux de *Mojškerc et al* [90] qui ont notamment pu détecter la présence de graisse préalablement appliquée sur des substrats en verre avant leur assemblage. *Ndiaye et al* [89] ont pu cartographier des décollements aux interfaces d'assemblages de matériaux composites en nids d'abeille. Sur des substrats métalliques, en utilisant des ultrasons de fréquence suffisamment élevée (20 MHz), *Baudot et*

³ Il existe néanmoins des techniques de CND par ultrasons utilisant le couplage "aérien". L'une d'elle est utilisée pour générer et détecter des ondes guidées (cf. chapitre 3).

al [91] ont observé une signature caractéristique de la rugosité ou de l'état de surface de substrats sur la forme et l'amplitude des signaux transmis. Les images obtenues ont été comparées aux faciès observés après rupture des échantillons.

Finalement, il semble possible de détecter des défauts, qu'ils soient présents au coeur de l'adhésif ou encore à l'interface adhésif substrat, à partir du moment où les discontinuités que forment ces défauts sont suffisamment échogènes pour être détectées. De plus, si la résolution est suffisante (par exemple à l'aide de faisceaux focalisés) l'estimation de leur dimension est possible [85]. En revanche, en raison d'un contraste d'impédance trop faible, l'inspection des collages *via* les ondes ultrasonores de volume sous incidence normale reste généralement insensible à certains défauts comme une faible cohésion ou une faible adhésion à l'interface. Les défauts d'interfaces tels que les kissing bonds demeurent eux aussi difficilement détectables.

3.2.2.1.2. Contrôle en incidence oblique

Une technique alternative consiste à générer et à réceptionner les ondes ultrasonores de volume sous incidence oblique. Dans le cadre du CND "conventionnel", cela permet par exemple de détecter des fissures dont l'orientation n'est pas parallèle à la surface de la pièce. Considérons le cas d'un contrôle réalisé en immersion à l'aide d'un faisceau d'ondes longitudinales. Dès lors que le faisceau incident n'est plus parfaitement perpendiculaire à la surface de la pièce, le phénomène de conversion de mode se produit : *a priori* deux ondes sont transmises dans la pièce : une onde longitudinale et une onde transversale. Cette dernière émerge dans la pièce avec un angle plus faible (prévu par la relation de Snell-Descartes) que la première. Ces deux ondes vont ensuite se propager à des vitesses différentes dans le milieu. Il peut en résulter des images plus complexes à interpréter. Pour cette raison, il est en général avantageux de se placer à un angle tel que seule l'onde transversale puisse être transmise dans le matériau.

Appliquée au contrôle d'assemblages collés, *Rohklin et al* [92] ont mis en évidence théoriquement que cette technique permettrait de solliciter un joint de colle en cisaillement, condition favorable à la détection d'une adhésion faible. Ceci a été confirmé expérimentalement à l'aide d'un faisceau d'ondes transversales, sur des assemblages collés de plaques en aluminium par *Pilarski et al* [93,94]. Dans un article publié en 1992, *Nagy* [15] montre qu'il serait possible, à partir de la mesure du rapport des amplitudes des coefficients de réflexion en incidence normale des ondes longitudinales et transversales, d'extraire une information sur la nature du défaut présent à l'interface. *Moidu et al* [76,77] montrent qu'il est

possible à partir de la mesure du coefficient de réflexion sous incidence oblique, de différencier une bonne interphase d'une interphase défectueuse, le caractère défectueux étant attribué à une dégradation des interphases due à un insert de téflon ou à un mauvais traitement de surface des substrats avant collage.

3.2.2.1.3. Contrôle *via* les ultrasons laser

Cette méthode est non-invasive et sans contact. Elle consiste à générer une impulsion laser qui est absorbée par la surface du matériau à ausculter. Cette absorption se traduit par un échauffement localisé sur une profondeur de pénétration qui dépend du matériau. La dilatation qui résulte de cet échauffement est alors une onde ultrasonore dont la fréquence, qui dépend de la durée de l'impulsion laser et du matériau, peut selon les cas, varier de quelques *MHz* jusqu'à atteindre le *GHz* (on parle alors d'acoustique picoseconde). Les ondes ultrasonores générées dans la structure vont se réfléchir sur les discontinuités, en particulier sur un défaut. Un second laser, utilisé comme sonde, se réfléchit en un point de la surface de l'échantillon choisi afin de mesurer, suivant la configuration, soit la variation de réflectivité locale induite par l'onde acoustique, soit directement le déplacement mécanique de cette surface (par effet Doppler). **Blouin et al [95]** se sont servis de cette technique pour détecter des décollements et des délaminages dans une structure composite sandwich. A l'échelle nanométrique, que l'acoustique picoseconde permet d'atteindre, **Tas et al [96]** ont étudié l'adhésion d'un film mince d'or déposé sur un substrat de silicium à partir du coefficient de réflexion des ondes de volume mesuré à la fréquence de résonance du film d'or. Ils parviennent à reconstruire une cartographie de l'interface or-silicium, ce qui leur a permis d'observer une variation du coefficient de réflexion. Selon un principe similaire, **Ghanem et al [97]** ont déterminé la raideur d'interface longitudinale (k_L) et l'impédance acoustique d'une cellule déposée sur un substrat en titane à partir de la mesure du coefficient de réflexion sur l'interface.

Les ultrasons laser à très hautes fréquences sont généralement utilisés pour des échantillons de très petites dimensions. Dans le cas du collage structural de pièces de moyennes ou grandes dimensions, ces méthodes hautes fréquences pourraient ne pas convenir du fait de l'atténuation très importante qui se produirait dans l'épaisseur du joint de colle ou des substrats.

3.2.2.2. Evaluation non destructive par ondes de volumes de l'épaisseur et des propriétés cohésives de l'adhésif au sein d'un assemblage collé

De nombreux procédés de mesures basés sur les ondes ultrasonores de volume et consacrés à l'évaluation non destructive des défauts cohésifs dans les assemblages collés sont existants dans la littérature. Les propriétés cohésives d'un adhésif peuvent varier en fonction de son état de réticulation et de sa composition. La quantification non destructive de ces propriétés peut permettre de prévenir l'occurrence de ruptures cohésives.

Les propriétés cohésives sont le plus souvent estimées en combinant les mesures réalisées sous incidences normale et oblique, sur un domaine de fréquence relativement large : on parle généralement de spectroscopie ultrasonore. En effet, la spectroscopie ultrasonore consiste à extraire une information sur les propriétés d'un matériau à partir des caractéristiques du spectre fréquentiel d'une onde acoustique transmise ou réfléchie [98].

Lorsqu'elle est appliquée à l'évaluation non destructive d'assemblages collés, elle peut être utilisée pour estimer l'épaisseur et les propriétés mécaniques de l'adhésif [87,99,100,101,102,103,104]. *Guyott et al* [87,99] ont montré que les modules de rigidité et l'épaisseur d'un adhésif peuvent être déterminés de manière fiable dans un assemblage collé à partir de la mesure des fréquences de résonance du collage. L'épaisseur est évaluée avec une précision de $\pm 10\%$ et le module d'Young avec une précision de $\pm 20\%$. *Hosten et al* [100] ont mis au point une technique expérimentale qui consiste à mesurer le champ acoustique transmis à travers un échantillon placé entre deux transducteurs ultrasonores (émetteur et récepteur) pour plusieurs angles d'incidence et dans un domaine de fréquence relativement bas (0,1 – 1,5 MHz). Une procédure d'optimisation numérique leur a permis de remonter aux 9 modules de rigidité d'un matériau anisotrope connaissant son épaisseur et sa densité. Cette méthode de caractérisation fonctionne également lorsque la structure à tester est constituée de plusieurs couches (structure multicouche), l'une d'entre elles étant la couche de caractéristiques inconnues à déterminer [105]. *Le Crom* [9] l'utilise pour mesurer les modules d'élasticité d'une colle supposée isotrope entre deux substrats en verre. Pour des collages de patch en plexiglas ou en composite sur substrat en aluminium, une loi d'évolution des modules de rigidité de la colle en fonction du temps de réticulation a pu être définie (Figure 1.14). Cette méthode est également utilisée dans cette thèse (c.f. chapitre 2) pour étudier l'influence des conditions d'interphases sur les modules apparents de l'adhésif.

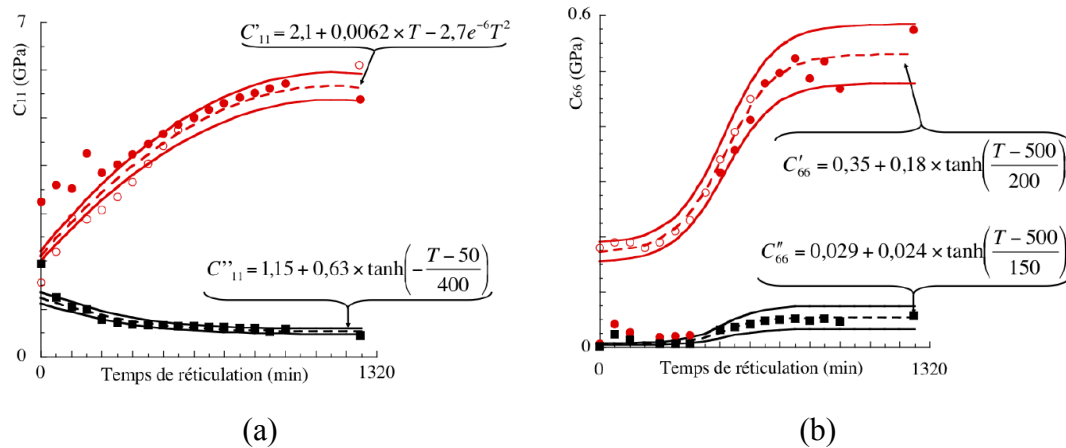


Figure 1. 14 : Modules d'élasticité mesurés (● : série de mesures n°1 et ○ : n°2 pour les C'_{ij} et ■ : série de mesures n°1 pour les C''_{ij}) et lois d'évolution des modules de viscoélasticité de la colle en fonction de la réticulation, calculées avec (---) les C_{ij} nominaux et (—) les C_{ij} tenant compte de la précision moyenne des mesures : (a) module C_{11} et (b) module C_{66} [9].

Lavrentyev et al [104] grâce à la spectroscopie ultrasonore en réflexion sont parvenus sous certaines conditions (interfaces supposées parfaites, propriétés des adhérents supposées connues et colle supposée isotrope), à déterminer les coefficients de Lamé et l'épaisseur d'une couche adhésive entre deux substrats, à partir de la mesure des coefficients de réflexion pour deux angles d'incidence (normal et oblique) et dans un domaine de fréquence compris entre 3 et 10 MHz.

Ces quelques études montrent que l'évaluation non destructive de l'épaisseur et des propriétés cohésives de l'adhésif au sein d'assemblages collés à partir des ondes ultrasonores de volume est possible.

3.2.2.3. Evaluation non destructive par ondes de volumes des propriétés adhésives au sein d'un assemblage collé

L'évaluation des propriétés adhésives des joints collés par des ondes ultrasonores de volume est un domaine de recherche d'actualité. On constate, ces dernières années, un accroissement du nombre de travaux publiés sur le sujet.

Les premiers travaux concernent l'estimation des raideurs d'interfaces. Afin d'étudier la faisabilité de ces mesures, ces estimations étaient réalisées sur des milieux "modèles", constitués de deux solides mis en contact mais sans adhésif. L'avantage de cette approche est qu'elle permet de facilement contrôler les propriétés interfaciales à l'aide d'une contrainte statique dont il est possible de faire varier l'amplitude [19,106]. Aujourd'hui, plusieurs méthodes permettent de quantifier le niveau de dégradation des interfaces (due à un mauvais

traitement de surface des substrats par exemple) en estimant les raideurs d'interfaces [14,65,72,77].

Parmi les travaux existants, on peut citer ceux de **Lavrentyev et al** [19] qui ont notamment cherché à quantifier les propriétés mécaniques des interphases à partir de la mesure des spectres de réflexion des ondes longitudinales et transverses. Les interphases sont modélisées par des distributions surfaciques de ressorts de raideurs k_L et k_T . Ils montrent que les raideurs d'interfaces varient avec la pression appliquée aux substrats : ces raideurs évoluent dans le même sens que la pression appliquée. Ils observent que les fréquences auxquelles apparaissent les minimas de réflexion sont sensibles aux conditions d'interfaces et peuvent être exploitées pour l'évaluation de leurs propriétés. **Baltazar et al** [65] sont eux parvenus à déterminer les coefficients de Lamé et l'épaisseur de la colle, ainsi que les raideurs d'interfaces d'un adhésif situé entre deux substrats d'aluminium. En supposant la couche adhésive isotrope, ils ont montré que les raideurs d'interfaces et que les propriétés de l'adhésif peuvent être évaluées simultanément à partir de la mesure des spectres du signal réfléchi pour deux angles d'incidence, si plusieurs minima sont observés dans les spectres de réflexion. Notons que cela implique de faire des mesures sur une plage de fréquences *a priori* assez large (4-20 MHz pour leurs échantillons). Afin d'assurer une dégradation aux interphases, aucun traitement de surface n'a été appliqué aux surfaces des substrats avant collage et les assemblages, ainsi réalisés, sont immergés dans une solution d'eau saturée de Chlorure de Sodium ($NaCl$) à 68 °C. Ainsi, leur étude concernerait plutôt le vieillissement des assemblages collés. Ils ont observé que seul le coefficient de réflexion sous incidence oblique était sensible à la dégradation des interphases induite par la pénétration de l'humidité. Ainsi grâce à une procédure d'inversion, ils sont parvenus à estimer la valeur de la raideur transverse (k_T) pour différents états de la dégradation de l'assemblage. Récemment, **Kumar et al** [14] ont étudié des assemblages collés composites possédant différentes propriétés cohésives et adhésives. Différents degrés de dégradation de l'adhésif ont été obtenus en mélangeant du polyvinyl alcohol (PVA) à l'adhésif durant la conception du joint. Des mesures du spectre des signaux réfléchis en incidence oblique sur une gamme de fréquence assez large (1-20 MHz) ont ensuite été réalisées. L'amplitude du coefficient de réflexion des ondes transverses augmente avec le taux de dégradation du joint. Un décalage fréquentiel vers les basses fréquences a été observé et a été attribué à une dégradation inter-faciale. Ce décalage augmente avec le taux de dégradation de l'interphase. Une procédure d'inversion leur a permis de déterminer pour chaque taux de dégradation de l'adhésif, la raideur transversale

(k_T) correspondante. Ils observent une diminution de cette raideur transversale lorsque le taux de dégradation de l'adhésif augmente.

Au regard de ce qui précède, il est clair qu'un certain nombre de méthodes permet aujourd'hui de caractériser la cohésion (propriétés mécaniques de l'adhésif en fonction du taux de réticulation, porosités, trous d'air de grandes dimensions, etc.) ou l'adhésion (décollements, raideurs d'interfaces en fonction du traitement de surface des substrats, présence des contaminants, etc.) dans des joints collés. Cependant, à notre connaissance, peu d'études sur des assemblages présentant des variations simultanées de leurs propriétés adhésives et cohésives, ou comment les variations des propriétés adhésives peuvent influencer l'évaluation des propriétés cohésives, ont été réalisées. Dans ce contexte, cette problématique sera abordée au chapitre 2 *via* les ondes ultrasonores de volume, dans le but d'apporter une contribution au développement d'une technique d'évaluation non destructive des joints de colle visant à différencier un défaut de cohésion d'un défaut d'adhésion, ainsi que de quantifier l'état des interphases.

3.2.3. Les ondes guidées

Dans une plaque infinie constituée d'un seul milieu, il existe en général deux types d'ondes guidées : les *ondes de Lamb* (ou *Lamb waves* en anglais) et les *ondes SH* (pour *Shear Horizontal waves* en anglais). Ces ondes guidées peuvent être interprétées comme des modes de résonance de l'épaisseur de la plaque qui se propagent le long de celle-ci suivant une direction parallèle aux substrats. La plaque est donc déformée suivant toute son épaisseur au passage de l'onde guidée. Les ondes de Lamb⁴ sont polarisées dans le plan de propagation contenant la normale à la surface du guide et la direction de propagation (*Figure 1. 15*). Les ondes *SH* quant à elles sont polarisées perpendiculairement à ce plan. Ces deux types d'ondes peuvent se généraliser au cas de plaques multicouches. Elles offrent des perspectives intéressantes pour le CND. D'une part leur caractère "guidé" leur permet d'inspecter l'ensemble de l'épaisseur de la structure. D'autre part, du fait de leur faible atténuation géométrique (la divergence d'un faisceau est bidimensionnelle et non tri-dimensionnelle comme pour les ondes de volume), cette inspection peut être réalisée sur de longues distances, *a priori* sans avoir à déplacer le ou les transducteurs, contrairement aux ondes ultrasonores de volume qui inspecteraient la même structure point par point. Leur utilisation en CND a notamment bénéficié du développement et l'utilisation des capteurs à couplage par air [107],

⁴ L'étude du coefficient de transmission des ondes de Lamb à travers une zone de recouvrement faisant l'objet du chapitre 3, les phénomènes physiques spécifiques à ces ondes guidées seront abordés dans ce chapitre.

notamment pour l'inspection des matériaux composites thermo-plastiques dont l'impédance acoustique est assez adaptée à celle de l'air. Ces capteurs à couplage par air permettent non seulement de s'affranchir de l'utilisation de couplant mais également de sélectionner le mode à émettre ou à recevoir.

Lors de l'inspection d'un joint de colle, la totalité de l'épaisseur du joint est mise en vibration et plusieurs modes guidés peuvent coexister dans un domaine fréquence-épaisseur donné, chacun avec ses caractéristiques propres (vitesse, atténuation, distribution dans l'épaisseur du guide du champ de déplacement, de contrainte ou d'énergie). Le signal mesuré au niveau du récepteur peut être assez complexe, ce qui rend parfois difficile la caractérisation du joint de colle ou la détection des défauts. Une étude numérique de sensibilité des modes guidés dans l'épaisseur de la structure à tester [108] est donc nécessaire afin de sélectionner les modes à émettre parmi les plus sensibles au type de propriétés à mesurer ou de défauts recherchés (cohésifs ou adhésifs). Une fois ces modes identifiés, des dispositifs expérimentaux particuliers, tels que les transducteurs à couplage aérien ou encore les transducteurs multi-éléments, peuvent dans certains cas permettre de générer et détecter de manière sélective ces modes.

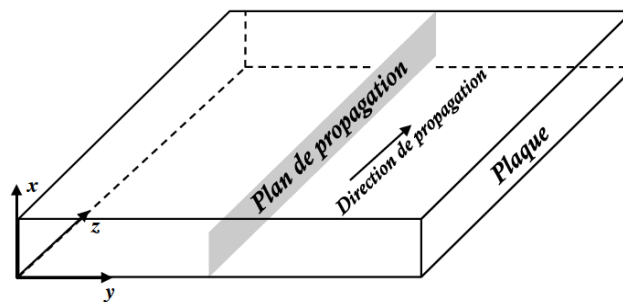


Figure 1. 15 : Plan de propagation dans l'épaisseur d'un guide d'ondes de type plaque dans lequel se propagent des ondes de Lamb.

Le CND par ondes guidées présente un potentiel intéressant puisqu'il permet, par exemple, de contrôler une zone de recouvrement. On peut alors soit s'intéresser aux caractéristiques du signal réfléchi par la zone de recouvrement, ou alors au signal transmis. Des assemblages de géométrie tri-couche sont également étudiés.

3.2.3.1. Contrôle non destructif par ondes guidées

Les ondes guidées se propageant dans des assemblages tri-couches ou à zones de recouvrements ont été utilisées pour détecter des défauts localisés au sein de joints de colle ou aux interphases. Elles ont permis de détecter des porosités, des bulles d'air et des manques

d'adhésif [109,110], mais également des décollements et des contaminations aux interphases de joints collés [111,112], des défauts dont les caractéristiques se rapprocheraient des kissing bond [16]. Elles ont aussi servi à différencier une interphase bonne d'une interphase défectueuse à cause d'un mauvais traitement de surfaces des substrats [110,113,114].

Parmi les travaux existants, on peut citer ceux de *Santos et al* [109] qui ont utilisé une méthode de pitch-catch pour générer et détecter des ondes de Lamb à 1 MHz sur des assemblage collés à simple recouvrement, réalisés à partir de substrats en aluminium. Ils sont parvenus, à partir de la mesure de l'amplitude du signal transmis à différentes positions, à détecter des trous dans une couche d'adhésif de 0,15 mm d'épaisseur, ainsi qu'à déterminer leurs dimensions. *Quaegebeur et al* [111] ont pu détecter des défauts localisés tels que l'absence de colle ou des décollements simulés à l'aide d'insert en téflons de dimensions variables dans des joints collés composites à recouvrement, à partir du rapport d'amplitudes des modes A_0 et S_0 à 150 kHz.

Lourme [110] a analysé la transmission directe des modes A_0 , S_0 et SH_0 à travers des zones de recouvrement polluées par la paraffine ou l'huile siliconée, constituées de deux plaques d'aluminium de 3 mm assemblées par une colle de 0,2 mm. Le domaine en fréquence était compris entre 150 kHz et 500 kHz. Il montre que le coefficient de transmission d'un mode A_0 est peu sensible à une pollution totale des surfaces des substrats, contrairement aux modes S_0 et SH_0 . Il observe également que ces trois modes, et plus particulièrement les modes A_0 et S_0 , sont sensibles au manque de colle. En revanche, le mode A_0 est assez peu sensible au type de colle, contrairement aux modes S_0 et SH_0 . De même, *Lanza di Scalea et al* [115] se sont intéressés à la mesure de l'amplitude d'un mode A_0 transmis, mais également à la proportion du mode converti en mode S_0 (A_0S_0), lors de la traversée de la zone de recouvrement. Ils considèrent trois niveaux de réticulation : le premier est celui pour lequel la colle a totalement réticulé ; pour le second, la réticulation de la colle n'est que partielle et pour le dernier niveau, l'adhésif est remplacé par de l'eau. En comparant les coefficients de transmission des différents assemblages, ils ont pu définir un domaine de fréquence compris entre 580 kHz et 670 kHz, dans lequel l'amplitude transmise varie de plus de 9 dB entre chacun des trois collages considérés. Ils affirment qu'il est possible de détecter une réticulation incomplète de l'adhésif à partir de la mesure du coefficient de transmission des ondes de Lamb. *Dixon et al* [112] sont parvenus à détecter des contaminations aux interfaces causées par des graisses siliconées sur un assemblage tri-couche constitué de deux plaques d'aluminium d'épaisseurs respectives 3 mm et 5 mm et d'une couche de colle époxy de 0,1 mm. *Kundu et al* [16] observent une sensibilité de la vitesse de phase du mode A_1 pour un

assemblage constitué de deux plaques de verre mises en contact avec un film d'eau, leur permettant de simuler un kissing bond.

Un cas particulier des ondes de Lamb sont les modes *ZGV* (Zero Group Velocity pour mode à vitesse de groupe nulle). Par définition, les modes *ZGV* sont des modes de Lamb qui ne se propagent pas. Ils correspondent en quelque sorte à une résonance de structure sur une zone localisée. Leur comportement est assez proche de celui d'une résonance d'épaisseur. *Clorennec et al* [116] sont par exemple parvenus à détecter un décollement simulé par une bulle d'air emprisonnée dans une couche de résine époxy liant une plaque de Duralumin d'épaisseur 0,5 mm à une plaque de verre d'épaisseur 2 mm.

Si les méthodes basées sur ces modes pourraient être rapprochées de l'impact écho [79] (section 3.2.1.1), l'évaluation des propriétés qu'elles permettent de réaliser tend davantage à les rapprocher des méthodes de spectroscopie par ondes de volume.

3.2.3.2. Évaluation non destructive des dimensions des joints collés et des propriétés cohésives de l'adhésif par ondes guidées

Plusieurs méthodes permettent aujourd'hui de déterminer l'épaisseur de l'adhésif et la longueur de recouvrement [117,118,119,120,121,122], ainsi que de déterminer les propriétés mécaniques de la colle dans un assemblage [9,115,119,123,124,125].

3.2.3.2.1. Détermination des dimensions du joint de colle

Certaines études ont mis en évidence que le coefficient de transmission d'une onde de Lamb ou SH, générée depuis une plaque et transmise à l'autre *via* la zone de recouvrement, dépendait des caractéristiques géométriques de cette zone. Ainsi, *He et al* [117] pour une structure constituée de deux plaques d'acier de 1,2 mm collées avec un adhésif d'épaisseur comprise entre 0,025 mm et 0,76 mm, montrent expérimentalement que le coefficient de transmission d'un mode SH à 1 MHz, et surtout celui d'un mode de Lamb à 1,8 MHz, est sensible à la longueur de recouvrement du joint de colle et à son épaisseur, et peut donc être utilisé pour leur estimation. De même, *Lowe et al* [118] examinent une structure similaire de deux plaques d'aluminium de 1,6 mm d'épaisseur, et montrent que les coefficients de transmission des modes A_0 , S_0 et A_1 à 625 kHz permettent de déterminer la longueur de la zone de recouvrement et l'épaisseur d'un joint de colle. *Cès* [126] parvient à estimer des épaisseurs de couches minces allant de 100 nm à 500 nm, déposées sur une plaque de duralumin d'épaisseur millimétrique de 1,5 mm, à partir des fréquences de résonances des modes *ZGV*.

3.2.3.2.2. Détermination des propriétés cohésives d'un joint de colle

Le Crom [9] a analysé la transmission des modes de Lamb et SH sur des zones de réparations des structures métalliques par collage. Elle met en évidence le fort potentiel des modes SH_0 et SH_1 à évaluer de manière quantitative le module de cisaillement d'un joint de colle de 0,1 mm entre une plaque d'aluminium de 3 mm et un patch composite de 1,2 mm. *Koreck et al* [119] étudient un assemblage simple constitué d'une plaque d'aluminium sous laquelle est collé un film adhésif autosupporté. Ils parviennent à déterminer le module d'Young, le coefficient de Poisson et l'épaisseur de la couche de colle avec une précision de 7 % à partir de la mesure des courbes de dispersion du système. *Prada et al* [121] utilisent les modes ZGV pour déterminer avec précision le coefficient de Poisson et l'épaisseur d'une plaque ou d'un adhésif déposé sur un substrat. Récemment, *Mori et al* [127] se sont intéressés à la transmission des modes de Lamb A_0 et S_0 se propageant le long d'assemblages de plaques d'aluminium collées bout à bout (sans zone de recouvrement), dans un domaine de fréquence compris entre 0,4 et 0,6 MHz. Afin de faire varier les propriétés du joint, les assemblages ont été réalisés avec différentes pressions appliquées et différents temps de chargement. Les assemblages sont constitués de deux plaques d'aluminium de 2,5 mm collées avec un adhésif à base de cyanoacrylate d'épaisseur variant de 0,11 à 0,27 mm. En modélisant l'assemblage par un modèle rhéologique cohésif, ils sont parvenus à estimer les raideurs d'interfaces associées à chacun des collages, à partir des coefficients de transmission mesurés. Des raideurs plus faibles sont obtenues pour l'échantillon ayant subi le mauvais procédé d'assemblage (pression appliquée et temps de chargement faibles). A partir de ces raideurs, les propriétés de l'adhésif (vitesses longitudinales et transversales) au sein des différents assemblages ont été évaluées.

3.2.3.3. Évaluation non destructive des propriétés adhésives de joints collés

Concernant l'évaluation de l'adhésion, il y a plus d'une décennie, des études avaient montré que le coefficient de réflexion d'une onde de Lamb entre 1 et 10 MHz, ne permettait pas de différencier une bonne adhésion d'une mauvaise (due à un mauvais traitement de surface par exemple) dans des assemblages de type métal/colle/métal pour lesquels les épaisseurs des adhésifs sont relativement faibles [128]. Quelques années après, comme déjà évoqué, des chercheurs se sont intéressés à l'estimation des raideurs d'interfaces sur des "assemblages" modèles constitués de deux solides mis en contact avec une contrainte statique dont il est possible de faire varier l'amplitude. Par exemple, *Drinkwater et al* [67] considèrent une plaque de verre en contact partiel avec un élastomère considéré comme infini.

L'interphase entre l'élastomère et la plaque de verre étant modélisée par une fine couche isotrope de $10\ \mu m$ d'épaisseur. Ils ont mesuré l'atténuation des modes de Lamb A_0 et S_0 en fonction de la pression appliquée à la structure. Ils ont observé que les atténuations des ondes variaient avec la contrainte appliquée : plus la contrainte est élevée, plus l'atténuation est grande. Par comparaison entre courbes d'atténuation expérimentales et prédictions numériques, ils sont parvenus à estimer les valeurs des raideurs d'interfaces k_L et k_T pour différentes pressions appliquées. De la même manière, **Castaigns et al** [129] étudient la propagation d'un mode de type pseudo-Rayleigh dans un domaine de fréquence compris entre 50 et 300 kHz, se propageant le long d'assemblages composite/adhésif/béton. Trois cas correspondant à une bonne, intermédiaire et mauvaise adhésion ont été étudiés. Ils montrent que la vitesse de phase du mode pseudo-Rayleigh est sensible à la qualité du collage. Cette sensibilité est ensuite exploitée pour évaluer les propriétés mécaniques du joint de colle pour les différents niveaux de collage, par comparaison entre les vitesses de phases mesurées et les prédictions numériques. **Mezil et al** [130] ont mesuré les raideurs surfaciques de l'interphase entre deux plaques de verre mises en contact par un film d'eau ou d'huile, à partir des fréquences de résonances des modes ZGV.

Appliquées à des assemblages collés de laboratoires, les ondes guidées commencent à montrer leur potentiel pour quantifier le niveau de dégradation des interphases, en estimant les raideurs d'interfaces associées [129,131,132,133]. Parmi les travaux les plus récents, on peut citer celui de **Castaigns** [132] qui propose une méthode d'évaluation non destructive basée sur la transmission d'un mode SH_0 à travers des joints collés à simple recouvrement réalisés à partir de substrats en aluminium de 3 mm et d'une colle époxy de 0,2 mm. La méthode consiste à faire une comparaison entre les signaux expérimentaux transmis et les signaux simulés à partir d'un modèle éléments finis dans lequel a été implémenté un modèle rhéologiques adhésif, dans lequel les propriétés mécaniques des interphases sont modélisées par des raideurs transverses (k_T). Quatre échantillons dont les surfaces des aluminiums ont été traités de différentes manières, ont été analysés : avec ou sans sablage pour les deux premiers, pollués par un agent huileux pour le troisième et, pour le dernier, les surfaces des substrats ont été sablées et un tissu de 0,2 mm est rajouté dans la colle. La raideur transverse (k_T) pour chaque assemblage est obtenue grâce à un ajustement de sa valeur jusqu'à ce qu'un bon accord soit observé entre les signaux simulés et ceux mesurés. Il démontre ainsi le potentiel du mode SH_0 pour quantifier soit les propriétés mécaniques de l'adhésif si les interphases sont parfaites ou les propriétés adhésives des interphases si la colle est nominale. Enfin, **Mezil et al** [133] appliquent leur précédente technique au cas d'un assemblage collé tri-couche constitué

de deux substrats en duralumin d'épaisseur $1,5\text{ mm}$ et d'un adhésif époxy d'épaisseur $50\text{ }\mu\text{m}$. Un modèle de type rhéologique sert à simuler l'adhésif alors que les interphases substrat/adhésif sont modélisées par deux distributions surfaciques de ressorts sans masse (*Figure 1. 13*). Les courbes de dispersion des modes guidées par la structure sont alors calculées. En connaissant les propriétés mécaniques des substrats et celles de l'adhésif, la comparaison entre les fréquences de résonances théoriques et expérimentales des modes *ZGV* leur a permis d'évaluer les raideurs d'interfaces (k_L et k_T). Toutefois, la méthode n'a été appliquée qu'à un seul assemblage.

De même que pour les ondes de volume, nous remarquons qu'il existe des stratégies basées sur les ondes guidées qui permettent de détecter la présence de porosités, d'évaluer les propriétés mécaniques de l'adhésif, mais également de détecter des décollements aux interfaces ou d'évaluer les propriétés inter-faciales dans des joints collés. Il s'avère que pour les assemblages à simple recouvrement, correspondant aux géométries que l'on rencontre habituellement en industrie, seule la raideur transverse (k_T) est estimée avec la quasi-totalité des méthodes disponibles. De plus, lors des sollicitations mécaniques, ces structures ne sont uniquement pas soumises qu'à des cisaillements purs. Elles subissent aussi des déformations normales à la structure qui devraient être prises en considération. Par conséquent, la raideur transverse (k_T) n'est plus dans ce cas suffisante à elle seule pour bien décrire le comportement réel de l'interphase substrat/adhésif. Dans ce contexte, au chapitre 3, nous abordons cette problématique *via* les ondes guidées de type Lamb. Ce qui permettra de considérer dans la modélisation deux paramètres (k_L et k_T) afin de mieux décrire le comportement réel d'une interphase dans un assemblage collé.

Conclusions et contributions de la thèse

Ce chapitre a permis de rappeler les principaux paramètres qui peuvent influencer la cohésion et l'adhésion dans un joint de colle. Il a aussi permis de faire un point sur quelques méthodes de CND/END existantes dans la littérature, en particulier celles mettant en jeu les ultrasons. Il a été constaté qu'un grand nombre de stratégies basées sur les ondes ultrasonores de volumes ou les ondes guidées permet aujourd'hui de caractériser la cohésion (propriétés mécaniques de l'adhésif en fonction du taux de réticulation, porosités, trous d'air de grandes dimensions, etc.) ou l'adhésion (décollements, raideurs d'interfaces en fonction du traitement de surface des substrats, présence des contaminants, etc.) dans des joints collés. Cependant, pour ce qui est des ondes de volume, aucune étude ne s'est intéressée à la conséquence de la

présence de défaut d'adhésion sur l'évaluation des propriétés cohésives, ou encore à l'influence d'une réticulation incomplète de l'adhésif et d'un mauvais traitement de surface des substrats sur la mesure des propriétés mécaniques d'un adhésif situé entre deux substrats. Concernant les ondes de Lamb, il s'est avéré que pour les assemblages de type simple recouvrement, seule la raideur transverse (k_T) est estimée dans la quasi-totalité des techniques disponibles. Au vu de tout ce qui précède, deux méthodes ultrasonores pour l'évaluation non destructive des propriétés cohésives (modules d'élasticité) et adhésives (modules d'élasticité inter-faciaux ou raideurs d'interfaces) des joints collés sont proposées dans cette thèse.

La première, développée au chapitre 2, consiste à utiliser des ondes de volume en transmission sur des assemblages collés tri-couches aluminium/colle/aluminium au sein desquels les surfaces des substrats ont été traitées de différentes manières. Cette approche est similaire aux méthodes publiées dans la littérature [19,14,65]. Par contre, nous étudions en plus l'influence de la présence de défauts adhésifs sur l'estimation des propriétés cohésives du joint de colle. Ensuite, les deux paramètres des interphases notés k_L et k_T pour raideur longitudinale et transversale respectivement, sont estimés.

La seconde approche, qui fait l'objet du chapitre 3, est similaire à celle proposée par **Castaings** [132] qui était basée sur la transmission d'un mode SH_0 à travers des assemblages collés aluminium/colle/aluminium de type simple recouvrement et qui permettait d'évaluer la raideur transversale k_T . L'objectif est, cette fois, d'utiliser des ondes de Lamb, afin d'évaluer deux paramètres pour décrire le comportement de l'interphase k_L et k_T . Des mesures des coefficients de transmission sont réalisées sur des échantillons dont les surfaces des substrats sur la zone de collage ont été traitées de différentes manières. La confrontation entre résultats des mesures et ceux obtenus par simulations numériques (avec optimisation des raideurs d'interface), permet de déterminer les valeurs des deux raideurs d'interface (k_L et k_T) pour chaque échantillon.

Enfin, il a été constaté que peu d'études dans la littérature concernent la comparaison entre essais destructifs et mesures ultrasonores. Or, la problématique essentielle des industriels, en matière de collage, est de mesurer des paramètres (par ultrasons ou pas, mais de manière non-destructive) qui renseignent sur la résistance à la rupture de l'assemblage. Dans ce contexte, il est important de confronter les résultats de mesures ultrasonores obtenus dans le cadre de ce travail aux résultats d'essais mécaniques. L'essai mécanique envisagé dans le projet ISABEAU pour la mesure de l'adhérence est l'essai de cisaillement. Cette comparaison a pour but d'associer une tenue mécanique (résistance à la rupture) à des grandeurs mesurées par ultrasons, donc non destructives.

Chapitre 2 : Anisotropie apparente d'un adhésif induite par des interphases imparfaites et évaluation des raideurs d'interfaces

Introduction

Au chapitre précédent, il a été constaté que des stratégies basées sur les ondes ultrasonores de volume permettent aujourd'hui de caractériser la cohésion (propriétés mécaniques de l'adhésif en fonction du taux de réticulation, porosités, bulles d'air, etc.) ou l'adhésion (décollements, raideurs d'interfaces en fonction du traitement de surface des substrats, présence des contaminants, etc.) dans des assemblages collés. Cependant, aucune étude ne présente des résultats qui permettent de différencier, à partir des mesures ultrasonores, les effets simultanées des défauts d'adhésion et de cohésion sur les performances mécaniques d'un assemblage. Dans ce contexte, nous proposons dans ce chapitre, une technique qui tente de caractériser la cohésion et l'adhésion au sein d'assemblages collés tri-couches de type aluminium/colle/aluminium. Elle consiste à utiliser des ondes planes en transmission sur des assemblages au sein desquels les surfaces des substrats ont été traitées de différentes manières et les adhésifs réticulés suivant deux différents taux. A la différence des méthodes citées dans la littérature [19,14,65], les effets de la réticulation et du traitement de surface des substrats sur la détermination des modules d'élasticité de l'adhésif sont analysés. De plus, l'hypothèse d'isotropie de la couche adhésive n'est pas considérée, ce qui permet de déterminer dans un plan d'incidence, quatre modules d'élasticité.

Pour atteindre notre objectif, nous commençons par présenter quelques rappels sur l'élasticité linéaire, les ondes de volumes en milieu infini, les méthodes ultrasonores de caractérisation de matériaux, ainsi qu'une description des différents assemblages collés spécifiquement préparés et consacrés à cette étude. L'effet de la qualité des interphases sur la détermination des modules d'élasticité de l'adhésif est ensuite étudié numériquement et une validation expérimentale est effectuée. Ces modules d'élasticité sont estimés à partir de la mesure du champ acoustique transmis à travers l'assemblage dans un domaine de fréquence « réduit » (déterminé grâce à une étude de sensibilité numérique préalable) et pour plusieurs angles d'incidence. En supposant que les propriétés mécaniques de la couche adhésive et des substrats sont connues, la caractérisation des propriétés mécaniques des interphases est alors faite. Les résultats de caractérisation ultrasonore sont enfin comparés aux résultats d'essais

mécaniques réalisés sur des assemblages préparés de façon très similaire que ceux utilisés pour les mesures par ultrasons. L'influence de l'épaisseur du joint sur les caractérisations par ultrasons est également étudiée numériquement.

1. Quelques rappels

1.1. Elasticité linéaire : loi de Hooke

Considérons dans un premier temps un solide purement élastique. Lorsque ce solide est soumis à l'action de forces mécaniques extérieures, il se déforme de manière continue. Considérons une particule solide se trouvant en un point M dans son état initialement non déformé. Ce point est positionné dans un repère tridimensionnel orthonormé $(o, \vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$ par le vecteur $\overrightarrow{OM} = \sum_{i=1}^3 x_i \vec{e}_i$. Au cours de cette déformation (c'est-à-dire à un instant t), la position de la particule passe d'un point $M(\vec{x}_i)$ à un point $M'(\vec{x}_i + \vec{u}_i)$, avec $\vec{u}_i$ le vecteur déplacement. Les déformations internes du solide sont représentées par un tenseur symétrique d'ordre 2 noté $\bar{\bar{\epsilon}}$ qui traduit la variation des champs de déplacements des différents points du solide. Dans l'hypothèse des petites déformations, les composantes du tenseur des déformations s'écrivent [134] :

$$\epsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \text{ avec } i, j = 1, 2, 3 \quad (2.1)$$

Ces déformations génèrent des tensions mécaniques appelées contraintes. Ces dernières tendent à ramener le solide dans son état de repos et assurent l'équilibre du système. Il existe une relation biunivoque qui relie le tenseur des contraintes noté $\bar{\bar{\sigma}}$ (tenseur symétrique de rang 2) à celui des déformations $\bar{\bar{\epsilon}}$. Cette relation, appelée « loi de comportement », caractérise le comportement mécanique d'un matériau. Elle est connue sous le nom de « loi de Hooke » définie par :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} \text{ avec } i, j, k, l = 1, 2, 3 \quad (2.2)$$

où les C_{ijkl} sont les composantes (réelles) d'un tenseur de rang 4 appelé « tenseur des rigidités élastiques » qui caractérise les propriétés mécaniques du solide élastique. L'équation (2. 2) et les suivantes utilisent la convention d'Einstein de sommation implicite sur les indices répétés.

Le tenseur des rigidités possède $3^4 = 81$ composantes. Cependant, la symétrie des tenseurs des contraintes et des déformations permet de montrer que seules 36 composantes sont indépendantes. De plus, dans l'hypothèse des faibles perturbations, le milieu subit des transformations réversibles. Les relations énergétiques de Maxwell montrent que les constantes élastiques sont invariantes par permutations des paires d'indices ij (respectivement kl , avec $C_{ijkl} = C_{jikl}$ et $C_{ijkl} = C_{ijlk}$). Ainsi, de même que les tenseurs des déformations et des contraintes, le tenseur des rigidités élastiques est également symétrique. Ces considérations thermodynamiques réduisent finalement le tenseur des rigidités à 21 composantes indépendantes [134]. C'est le cas d'un matériau qui ne possède aucun plan et aucun axe de symétrie : le matériau triclinique.

En considérant la notation proposée par Voigt, les notations des composantes du tenseur des rigidités peuvent être simplifiées grâce à deux nouveaux indices γ et ξ telles que présentées ci-dessous :

$$\left\{ \begin{array}{ll} (i,j),(k,l) & (\gamma,\xi) \\ (1,1) & \Leftrightarrow 1 \\ (2,2) & \Leftrightarrow 2 \\ (3,3) & \Leftrightarrow 3 \\ (3,2) \text{ ou } (2,3) & \Leftrightarrow 4 \\ (1,3) \text{ ou } (3,1) & \Leftrightarrow 5 \\ (1,2) \text{ ou } (2,1) & \Leftrightarrow 6 \end{array} \right. \quad (2.3)$$

La loi de comportement peut alors s'écrire sous la forme matricielle suivante, dans le cas d'un matériau triclinique :

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ & & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ & & & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ -Sym - & & & & C_{55} & C_{56} \\ & & & & & C_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} \quad (2.4)$$

Dans le cas des matériaux orthotropes, le tenseur des rigidités possède 9 composantes indépendantes et s'écrit :

$$C_{\gamma\xi} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{44} & 0 & 0 \\ -Sym- & & & & C_{55} & 0 \\ & & & & & C_{66} \end{pmatrix} \quad (2.5)$$

Et pour le cas des matériaux isotropes, le tenseur des rigidités possède uniquement 2 composantes indépendantes :

$$C_{\gamma\xi} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ & & & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} & 0 & 0 \\ -Sym- & & & & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} & 0 \\ & & & & & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} \end{pmatrix} \quad (2.6)$$

Ces composantes peuvent s'écrire en fonction des coefficients de Lamé λ et μ [134] :

$$C_{11} = C_{22} = C_{33} = \lambda + 2\mu, \quad C_{12} = C_{13} = C_{23} = \lambda \quad \text{et} \quad C_{44} = C_{55} = C_{66} = \frac{C_{11}-C_{12}}{2} = \mu.$$

1.2. Ondes de volume dans un solide élastique

La Figure 2. 1 présente le système d'axes d'une plaque d'épaisseur h^{plaque} . P_{12} , P_{13} et P_{23} , représentent les plans principaux du matériau. Tout au long de ce travail, les propriétés des plaques seront définies par rapport à ce système de coordonnées.

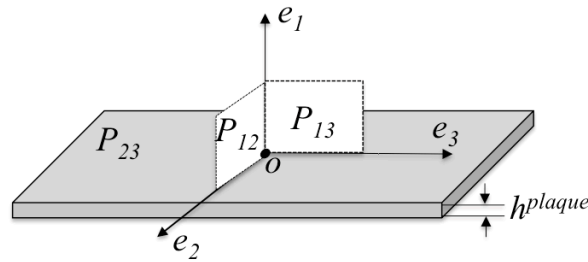


Figure 2. 1 : Système d'axes utilisé pour une plaque d'épaisseur h^{plaque} .

Considérons le solide précédent de masse volumique ρ . Lorsqu'il est traversé par un ébranlement, il est localement mis en mouvement. En chaque point du solide, les déplacements u_i varient au cours du temps. L'équation du mouvement s'écrit :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} + f_i \text{ avec } i, j = 1, 2, 3 \quad (2.7)$$

où f_i représente les composantes des forces de volume au sein du matériau et σ_{ij} les composantes du tenseur des contraintes.

Sans tenir compte des forces volumiques et en introduisant la loi de Hooke (équation (2. 2)) dans l'équation (2. 7), on obtient l'équation de propagation des ondes élastiques dans un solide :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_j}{\partial x_k \partial x_l} \quad (2.8)$$

Les solutions peuvent être recherchées sous la forme d'ondes planes qui se propagent dans la direction définie par le vecteur unitaire $\vec{n}(n_1, n_2, n_3)$. En notation complexe, les composantes du déplacement s'expriment sous la forme suivante :

$$u_i(\vec{r}, t) = A P_i e^{I(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})} \text{ avec } i = 1, 2, 3 \text{ et } I^2 = -1 \quad (2.9)$$

où A est l'amplitude du déplacement, P_i les composantes du vecteur polarisation de l'onde suivant la direction i , $\omega = 2\pi f$ et f respectivement la pulsation et la fréquence, $\vec{k} = \frac{\omega}{V_{Ph}} \vec{n}$ le vecteur d'onde, V_{Ph} la vitesse de phase de l'onde lorsque celle-ci se propage suivant la direction $\vec{n}$, $\vec{n}$ le vecteur unitaire et $\vec{r} = \|\overline{OM}\| \vec{e}_i$ le vecteur position du point considéré (point où passe l'onde à l'instant t).

En introduisant l'équation (2. 9) dans l'équation (2. 8), on obtient l'équation de Christoffel définie par :

$$(\Gamma_{il} - \rho V_{Ph}^2 \delta_{il}) P_l = 0 \quad (2.10)$$

Où δ_{il} et $\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k$ sont respectivement le symbole de Kronecker et le tenseur de second ordre dit tenseur de Christoffel (avec $i, j, k, l = 1, 2, 3$).

A partir de l'équation (2. 10), la vitesse de phase V_{ph} et la polarisation P_l d'une onde plane se propageant dans un milieu infini s'obtiennent respectivement en calculant les valeurs propres et les vecteurs propres du tenseur de Christoffel $\Gamma_{il} = C_{ijkl}n_jn_k$. Ce dernier étant symétrique, il a été montré qu'en général, trois ondes planes dont les polarisations sont orthogonales peuvent se propager dans une même direction avec des vitesses de phase différentes [134]. L'onde pour laquelle la polarisation est la plus proche de la direction de propagation est qualifiée d'onde *quasi-longitudinale* et les deux autres sont dites *quasi-transversales*.

Dans le cas des solides isotropes, il existe également trois solutions de l'équation de propagation : Une onde longitudinale (ou onde de compression) de vitesse $V_L = \sqrt{C_{11}/\rho}$ et de polarisation parallèle à la direction de propagation de l'onde (Figure 2. 2 (a)). Deux solutions d'ondes transversales (ou ondes de cisaillement), de vitesse $V_T = \sqrt{C_{66}/\rho}$ et dont les polarisations sont perpendiculaires à la direction de propagation (Figure 2. 2 (b) et (c)). La première est parfois appelée onde SV (pour « *Shear Vertical* » en anglais) et la seconde onde SH (pour « *Shear Horizontal* » en anglais).

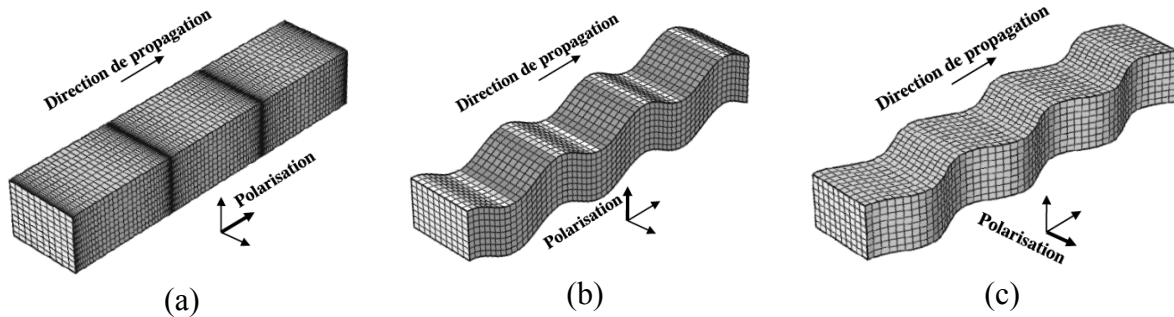


Figure 2. 2 : Types d'ondes se propageant dans un solide isotrope et polarisations : (a) polarisation longitudinale, (b) polarisation transverse verticale et (c) polarisation transverse horizontale [135].

Les vitesses V_L et V_T dépendent donc du matériau et plus particulièrement des modules d'élasticité C_{ij} .

En réalité, les matériaux ne sont pas purement élastiques et en fonction du domaine de fréquence, des phénomènes dus à la viscoélasticité apparaissent. Cette dernière est donc prise en compte par l'intermédiaire du principe d'ondes planes hétérogènes et des modules de viscoélasticités complexes $C_{ij} = C'_{ij} + I.C''_{ij}$ [136]. Dans le cas d'une onde plane se propageant dans un solide isotrope, le déplacement s'écrit :

$$u_i(\vec{r}, t) = AP_i e^{-\alpha \vec{r}} e^{I(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})} \text{ avec } I^2 = -1 \quad (2. 11)$$

où α est le coefficient d'atténuation. Ce dernier dépend des parties réelles (C'_{ij}) mais aussi imaginaires (C''_{ij}) des modules complexes. De plus il est fonction de la fréquence de l'onde. L'équation de Christoffel (équation (2. 10)) doit être re-écrite en nombres d'ondes k complexes où $k = k' + I.k''$ et $V_{ph} = \frac{\omega}{k'}$ la vitesse de phase.

1.3. Méthodes de caractérisation des matériaux

Depuis plusieurs années, les techniques de caractérisations expérimentales basées sur la propagation des ondes ultrasonores (longitudinales et transversales) dans les matériaux ont été développées [137,138]. Certaines d'entre elles sont basées sur la mesure des temps de vol des modes de volumes générés dans le matériau (méthode de caractérisation par temps de vol ou « *time of flight* » en anglais) [139,140,141] et d'autres sur la mesure du champ acoustique transmis à travers le matériau que l'on souhaite caractériser (méthode de caractérisation par fonctions de transfert ou « *transfert function* » en anglais) [142,143,105]. Un bref rappel de chacune de ces techniques est présenté dans les paragraphes ci-dessous. Pour couvrir la quasi-totalité des matériaux que l'on rencontre dans le domaine industriel, on suppose que la nature anisotrope des milieux les plus courants est de symétrie orthotrope. Par conséquent, 9 constantes d'élasticité complexes suffisent pour caractériser leurs propriétés élastiques et absorbantes (cf. équation (2. 5)).

1.3.1. Caractérisation par temps de vol

Cette méthode de caractérisation consiste à mesurer les vitesses de propagation et les atténuations des ondes de volumes longitudinales et transversales se propageant dans le matériau à caractériser [140]. Elle est valable sous deux conditions [144] : la première nécessite que le milieu puisse être considéré comme homogène. Cela signifie simplement que la plus petite longueur d'onde des modes générés doit être supérieure aux dimensions des hétérogénéités de la structure. En effet, si le milieu n'est pas homogène, des phénomènes de diffusion qui ne sont pas modélisés, peuvent intervenir et perturber la mesure des temps de vols. La seconde condition exige que les différents échos soient parfaitement séparés dans le temps afin de permettre la mesure du temps de vol [144], d'où la nécessité d'utiliser des transducteurs pour lesquels la fréquence de travail permet la séparation des différents échos internes au matériau que l'on veut caractériser.

La méthode consiste à insonifier, à l'aide de deux transducteurs (l'un servant d'émetteur et l'autre de récepteur), sous incidence θ , la surface d'un matériau immergé dans une cuve remplie d'eau (Figure 2. 3). Les transducteurs sont préalablement alignés et orientés face à face et l'échantillon à tester est placé entre eux à distance intermédiaire. Un goniomètre fixé à un porte-échantillon rotatif assure la rotation du matériau à caractériser autour de son axe (Figure 2. 3) et permet ainsi de faire varier l'angle d'incidence (θ) de l'onde qui arrive sur le matériau.

A chaque angle d'incidence (θ), les calculs de retards (différence entre le temps de parcours d'une onde transmise par l'échantillon et l'onde de référence transmise dans l'eau sans l'échantillon) sont effectués. Ils permettent de reconstruire les courbes de lenteurs de phase expérimentales L_m^{Exp} (inverses des vitesses de phases $V_{Ph_m}^{Exp}$) grâce à la relation suivante :

$$L_m^{Exp} = \frac{1}{V_{Ph_m}^{Exp}} = \frac{1}{V_{eau}} \sqrt{1 + \frac{\tau_m^{Exp} V_{eau}}{h^{plaque}} \left(\frac{\tau_m^{Exp}}{h^{plaque}} - 2 \cos \theta \right)} \quad (2. 12)$$

où τ_m^{Exp} est le retard de phase du signal, h^{plaque} l'épaisseur de l'échantillon, V_{eau} la vitesse de propagation des ondes dans l'eau et θ l'angle d'incidence.

Les parties imaginaires C_{ij}'' des modules de viscoélasticité C_{ij} ont généralement un effet négligeable dans le calcul des lenteurs de phase. Par conséquent, la mesure des retards servira à la seule identification des parties réelles C_{ij}' .

A partir de l'équation de Christoffel (équation (2. 10)) et de la loi de Snell-Descartes :

$$\frac{\sin \theta}{V_{eau}} = \frac{\sin \theta_m}{V_{Ph_m}} \quad (2. 13)$$

où θ_m est l'angle selon lequel se propage le mode m dans l'échantillon et V_{Ph_m} la vitesse de phase théorique, les lenteurs de phases théoriques (L_m^{Th}) sont calculées.

Les modules d'élasticité sont ensuite déterminés après une procédure d'optimisation numérique dans laquelle les C_{ij} théoriques (supposés dans un premier temps réels, c'est-à-dire, $C_{ij} = C_{ij}'$) sont modifiés jusqu'à ce que les lenteurs de phase mesurées et calculées se superposent au mieux dans tout le domaine angulaire choisi pour la caractérisation. Cette optimisation est réalisée grâce à une combinaison des algorithmes de Newton-Raphson [139] et du Simplex [145]. Lors du processus de minimisation, l'algorithme du Simplex est

premièrement utilisé pour approcher plus rapidement la solution recherchée. Ensuite, l'algorithme de Newton-Raphson est utilisé pour affiner le résultat.

Le module C'_{11} est estimé à partir de la mesure en incidence normale et les autres s'obtiennent en incidence oblique dans les différents plans de caractérisation. Dans le plan $(\vec{e}_1, \vec{e}_2)$, noté P_{12} , représenté dans la *Figure 2. 1*, seulement les C'_{22} , C'_{66} et C'_{12} peuvent être déduits.

Une fois les parties réelles connues, les résultats obtenus ainsi que la mesure des atténuations des ondes dans le matériau α_m^{Exp} (ou la mesure des amplitudes des modes) permettent d'appréhender les parties imaginaires (C''_{ij}). Encore une fois, une procédure d'optimisation est réalisée. Elle vise cette fois, à minimiser l'écart quadratique moyen entre les atténuations mesurées et calculées (α_m^{Th}). Dans cette procédure de minimisation, les parties réelles C'_{ij} sont connues, seules les parties imaginaires C''_{ij} restent à déterminer.

Après les processus d'optimisations, un calcul d'incertitudes représentant les précisions de la procédure d'optimisation pour chaque module de viscoélasticité est effectué en utilisant les matrices d'insensibilité [146].

Dans la suite, cette technique est utilisée pour la caractérisation des propriétés mécaniques des différents constituants de nos assemblages pris séparément.

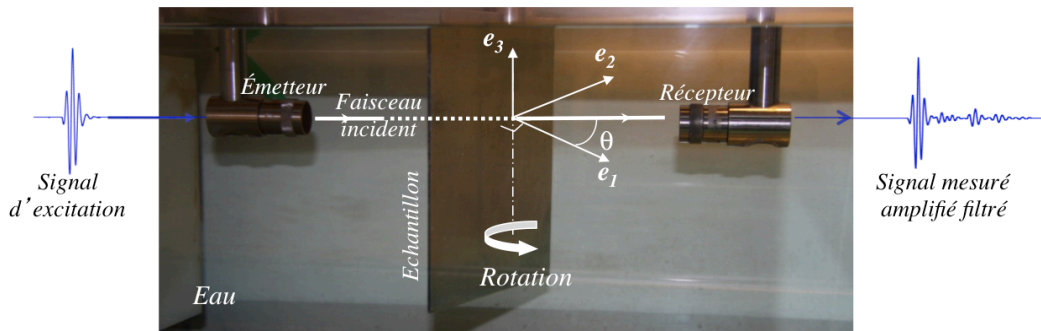


Figure 2. 3 : Dispositif expérimental de caractérisation des matériaux par les méthodes ultrasonores en immersion.

1.3.2. Caractérisation par fonction de transfert

L'objectif de cette technique est également d'identifier les modules de viscoélasticité d'un matériau dont on connaît la masse volumique et l'épaisseur, à partir de la mesure du coefficient de transmission des ondes de volume à travers le matériau à caractériser. Le

dispositif expérimental est le même que celui présenté à la Figure 2. 3, excepté les transducteurs. En effet, la présente méthode de caractérisation exige que la condition d'ondes planes, qui est une hypothèse du modèle, soit respectée au mieux, d'où l'utilisation de transducteurs de grandes dimensions. De plus, la fréquence de travail, dite « fréquence de caractérisation » doit être choisie pas trop faible pour que le champ acoustique transmis soit porteur d'informations concernant la viscoélasticité du milieu. Cette fréquence ne doit pas non plus être trop élevée (généralement aux alentours de 500 kHz ou 1 MHz) pour que le matériau à caractériser soit considéré comme homogène vis-à-vis de la longueur d'onde. Un compromis doit donc être trouvé pour pouvoir définir le domaine de fréquence optimal pour la caractérisation du matériau.

Tout comme la précédente technique, une onde incidente vient rencontrer sous une incidence θ , la surface d'un matériau (immergé dans une cuve remplie d'eau⁵) dont on veut déterminer les modules de viscoélasticité. A chaque angle d'incidence, le signal transmis à travers l'échantillon est mesuré et son spectre $A_T^{Exp}(f_n, \theta_m)$ est calculé. Lors des mesures, les différents échos internes au matériau n'ont pas nécessairement besoin d'être séparés temporellement. Ainsi, la totalité du signal du champ acoustique transmis est mesurée pour chaque orientation du matériau sans différencier les ondes longitudinales et transversales. Un spectre est également mesuré en l'absence de l'échantillon : c'est le spectre de référence noté $A_I^{Exp}(f_n)$. Le coefficient de transmission expérimental $|T^{Exp}(f_n, \theta_m)|$ est donc le rapport entre $|A_T^{Exp}(f_n, \theta_m)|$ et $|A_I^{Exp}(f_n)|$.

En parallèle, un modèle numérique basé sur les matrices d'impédance de surfaces [147] est utilisé pour calculer le coefficient de transmission à travers la structure. Il est fonction de la fréquence f_n , de l'angle θ_m mais aussi de la masse volumique, l'épaisseur et les modules de viscoélasticité complexes que l'on cherche à mesurer. Son module est noté $|T^{Th}(f_n, \theta_m, \tilde{C}_{ij})|$.

Tout comme précédemment, les modules de viscoélasticité sont ensuite déterminés après une procédure d'optimisation numérique. Elle consiste dans ce cas à modifier les modules de viscoélasticité C_{ij} du modèle jusqu'à ce que les coefficients de transmission expérimentaux et calculés se superposent au mieux dans tout le domaine angles-fréquences choisi pour la

⁵ Pour cette technique de caractérisation, les mesures peuvent également être réalisées dans l'air. Néanmoins, compte tenu du grand contraste d'impédance acoustique entre l'air et le matériau à caractériser, cette configuration n'a pas été retenue.

caractérisation. Cette procédure est basée sur la résolution d'un problème inverse qui consiste à trouver la meilleure estimation des C_{ij} qui minimisent la fonctionnelle $F(C_{ij})$:

$$F(C_{ij}) = \sum_{n=1}^N \sum_{m=1}^M \left(\left| T^{Th}(f_n, \theta_m, C_{ij}) \right| - \left| T^{Exp}(f_n, \theta_m) \right| \right)^2 \quad (2.14)$$

où N est le nombre de fréquences (f_n avec $1 \leq n \leq N$) et M est le nombre de points angulaires (θ_m avec $1 \leq m \leq M$).

De la même manière que précédemment, le module C_{11} est estimé à partir de la mesure en incidence normale et les autres s'obtiennent en incidence oblique dans les différents plans de caractérisation. De plus, après optimisation des modules de viscoélasticité, un calcul d'incertitudes est effectué en utilisant les matrices d'insensibilité [146].

Dans le cas d'un assemblage multicouche, cette technique de caractérisation permet d'estimer les modules de viscoélasticité d'une couche de l'assemblage si on connaît les propriétés des autres couches. Notons que la caractérisation de la couche est faite en supposant la continuité des contraintes et des déplacements aux différentes interfaces du multicouche. Les assemblages collés utilisés dans ce chapitre étant de géométrie tri-couche, cette méthode de caractérisation est donc utilisée pour la caractérisation des propriétés cohésives de l'adhésif au sein d'assemblages collés de différentes conditions d'interphases. A la section 5, l'importance des incertitudes obtenues *via* les matrices d'insensibilité lorsqu'on caractérise un assemblage collé est étudiée.

2. Présentation des échantillons de l'étude

Comme spécifié précédemment, l'objectif de ce chapitre est de caractériser les propriétés cohésives et adhésives de joints collés de type tri-couche par transmission d'ondes planes de volume. Pour ce faire, des échantillons ont spécifiquement été réalisés au laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Polymères (IMP) de L'INSA de Lyon. Leurs descriptions sont faites ci-dessous :

2.1. L'adhésif époxy

2.1.1. Monomères utilisés

Un des pré-polymères époxyde le plus utilisé en industrie pour le collage structural est la DGEBA ou DiGlycidylEther du Bisphenol A. C'est elle qui a également été choisie pour le

projet ISABEAU. Sa formule chimique est représentée à la Figure 2. 4. Elle a été fournie par la compagnie DOW CHEMICAL sous la référence DER 331. Ses caractéristiques sont données dans le Tableau 2. 1.

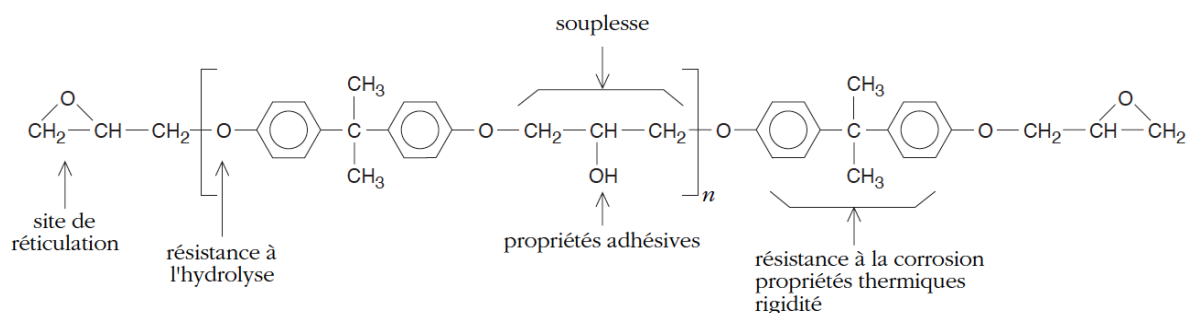


Figure 2. 4 : Formule chimique de la DGEBA.

Tableau 2. 1 : Caractéristiques de la DGEBA de référence DER331.

DGEBA, référence DER 331	
<i>Etat à 25°C</i>	liquide
<i>Masse molaire (g/mol)</i>	~ 380
<i>Fonctionnalité</i>	2
<i>Densité (à 25°C) en g/ml</i>	1,16
<i>Viscosité (à 25°C) en Pa.s</i>	11 à 14

Le monomère époxyde est ensuite polymérisé avec un agent de réticulation (ou durcisseur) dont le plus couramment utilisé est une diamine. Celle utilisée dans le cadre du projet ISABEAU est une amine aliphatique, plus précisément une polyétheramine, la Jeffamine D230 (Poly (propylène glycol) bis (2-aminopropyl ether)), synthétisée par Huntsman et revendue par SIGMA-ALDRICH. Sa formule chimique est représentée à la Figure 2. 5 et ses caractéristiques sont données dans le Tableau 2. 2.

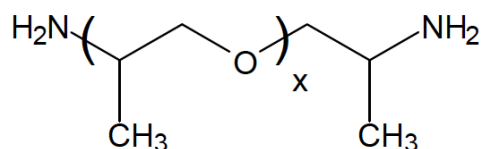


Figure 2. 5 : Formule chimique de la Jeffamine D230.

Tableau 2. 2 : Caractéristiques de la Jeffamine D230

Jeffamine D230	
<i>Etat à 25°C</i>	liquide
<i>Masse molaire (g/mol)</i>	230
<i>Fonctionnalité</i>	4
<i>Densité (à 25°C) en g/ml</i>	0,948
<i>Viscosité (à 25°C) en Pa.s</i>	9.10^{-3}

2.1.2. Formulation adhésive

Une formulation modèle bi-composant (pré-polymère époxyde et durcisseur diamine), réagissant lentement à température ambiante et dont les mécanismes chimiques sont bien maîtrisés, a été utilisée pour réaliser les échantillons d'adhésifs. Le rapport stœchiométrique $\chi = N_a/N_e = 1$, avec N_a le nombre de moles des fonctions amines, N_e nombre de moles des fonctions époxy, correspond à 100 g de DGEBA pour 30,75 g de Jeffamine D230. Il est déterminé à partir de la relation suivante :

$$\chi = \frac{f_a n_{DGEBA}}{f_e n_{D230}} \quad (2.15)$$

avec $f_{a,e}$ les fonctionnalités respectives de l'époxy et l'amine et $n_{DGEBA,D230}$ les nombres de moles respectifs des molécules de DGEBA et D230.

En fonction des dimensions des échantillons à réaliser ou des zones à encoller, la quantité de DGEBA DER331 nécessaire est premièrement pesée dans un réacteur en verre, puis dégazée à 45 °C pendant 2h. Après dégazage et retour à la température ambiante, l'équivalent de Jeffamine D230 est introduit dans le réacteur. L'ensemble est mélangé énergiquement puis dégazé sous vide à température ambiante pendant 2h, ce qui permet d'éviter la présence des bulles d'air ou des porosités qui fausseraient les mesures ultrasonores. Le mélange étant réalisé, il est ensuite utilisé pour la fabrication des plaques époxy et des différents collages.

2.1.3. Réalisation des plaques époxy

A partir du mélange précédent, deux plaques d'époxy de dimensions 150 x 200 x 3 mm³ ont été réalisées à l'IMP avec deux cycles de réticulation différents en suivant les processus décrits dans la référence [148] :

- Cycle à température ambiante : 7 jours à température ambiante ce qui permet d'obtenir une réticulation partielle de la résine. La T_g est égale à 48 °C, ce qui correspond à une conversion de l'époxy de 80 %.
- Cycle à température ambiante suivie de post-cuissons : c'est-à-dire 48h à température ambiante suivie d'une post-cuisson de 3h à 160 °C, ce qui conduit à une réticulation totale de la résine, avec une T_g égale à 92 °C, correspondant à une conversion de l'époxy de 100 %.

Comme énoncé à la section 1.4.2 du chapitre 1, la T_g augmente avec la réticulation de l'adhésif. C'est donc un paramètre qui indique le niveau de cohésion. Par exemple, la T_g mesurée pour un état non réticulé de l'adhésif (c'est à dire, juste après le mélange résine et durcisseur) était de -44 °C. Pour des niveaux de réticulations partielle et totale, la T_g est positive et respectivement égale à 48 °C et 92 °C.

Les deux plaques d'époxy (réticulé à 80 % ou à 100 %) ainsi réalisées sont par la suite caractérisées pour déterminer les propriétés mécaniques (modules de viscoélasticité) des adhésifs (cf. section 3). Ces propriétés serviront de données d'entrée pour nos différentes simulations. En outre, afin de réaliser des assemblages possédant des propriétés cohésives et adhésives variables et pouvoir ainsi étudier l'effet d'un défaut de cohésion (réticulation incomplète de l'adhésif) et d'un défaut d'interphase sur la détermination des propriétés mécaniques d'un joint de colle, les deux cycles de polymérisations présentés ci-dessus seront utilisés et différents traitements de surface seront appliqués aux substrats avant collage. Ces assemblages sont présentés ci-dessous à la section 2.3.

2.2. L'aluminium

Afin de réduire la complexité de notre étude, des substrats en aluminium (2024 T3) ont été utilisés. L'aluminium est isotrope et peu atténuant pour les ondes acoustiques.

2.3. Les assemblages tri-couches aluminium/époxy/aluminium avec des propriétés cohésives et inter-faciales variables

Comme mentionné précédemment, dans le but d'étudier l'effet de la réticulation (défaut de cohésion) et du traitement des surfaces (défaut d'interphase) sur la détermination des modules d'élasticité d'une couche adhésive située entre deux substrats, huit assemblages collés de géométrie tri-couche ont été réalisés à partir des substrats en aluminium et des deux formulations adhésives préalablement introduites : quatre pour lesquels l'adhésif est totalement réticulé (époxy réticulé à 100 %) et quatre autres pour lesquels la réticulation est

partielle (époxy 80 %). Pour chaque niveau de réticulation, afin de faire varier la qualité de l'adhésion, quatre différents traitements de surfaces sont appliqués aux substrats avant collage :

- (1) DSSi pour dégraissage, sablage et application du silane (conduisant *a priori* à un échantillon de référence avec des propriétés d'adhésion nominales)
- (2) DSi pour dégraissage et application du silane
- (3) DS pour dégraissage et sablage (conduisant *a priori* à des niveaux d'adhésion intermédiaires)
- (4) D pour dégraissage uniquement (conduisant à une très faible adhésion).

Pour plus d'explications concernant les traitements de surfaces le lecteur est prié de consulter la référence [23]. Les assemblages sont constitués de deux substrats en aluminium de dimensions $200\text{ mm} \times 200\text{ mm} \times 2\text{ mm}$, assemblés avec un adhésif époxy dont l'épaisseur se situe autour de 1 mm . La liste des différents assemblages réalisés est donnée dans le *Tableau 2. 3*.

Tableau 2. 3 : Liste des différents assemblages étudiés

<i>Nomenclature</i>	<i>Traitement de surfaces</i>	<i>Cycle de réticulation/Conversion</i>
<i>DSSi80</i>	Dégraissage + Sablage + Silane	7 jours à température ambiante, conduisant à une conversion partielle
<i>DSi80</i>	Dégraissage + Silane	
<i>DS80</i>	Dégraissage + Sablage	
<i>D80</i>	Dégraissage	
<i>DSSi100</i>	Dégraissage + Sablage + Silane	48h à température ambiante suivie de 3h de cuisson à 160°C conduisant à une conversion totale
<i>DSi100</i>	Dégraissage + Silane	
<i>DS100</i>	Dégraissage + Sablage	
<i>D100</i>	Dégraissage	

3. Caractérisation des échantillons pris séparément

Cette partie est consacrée à la caractérisation des différents constituants de nos assemblages pris séparément. Cela nous permettra d'avoir des données spécifiques à nos échantillons, qui seront ensuite utilisées dans les modèles numériques. Pour ce faire, les deux plaques d'époxy (réticulé à 80 % et à 100 %) réalisées ainsi qu'une plaque d'aluminium de

dimensions $200 \times 200 \text{ mm}^2$ sont caractérisées en immersion en utilisant des mesures basées sur la technique de caractérisation par temps de vol [139,141]. Les trois échantillons sont insonifiés par des transducteurs circulaires *Ultran WS100-5*, de diamètre égal à 25 mm et de fréquence centrale 5 MHz , ce qui permet la séparation des différents échos internes à chaque échantillon. Les signaux transmis à travers les plaques sont mesurés de 0 à 60° par pas de 1° pour les époxy⁶ et de 0° à 30° par pas de 1° pour l'aluminium⁷.

La détermination des modules de viscoélasticité nécessite la connaissance de l'épaisseur et de la masse volumique du matériau que l'on souhaite caractériser. Ainsi les épaisseurs (h^{epo} et h^{alu}) de chacun des échantillons ont été mesurées à l'aide d'un comparateur. Une épaisseur $h^{epo} = (2,93 \pm 5 \%) \text{ mm}$ a été obtenue pour la plaque réticulée à 100% , $h^{epo} = (2,96 \pm 5 \%) \text{ mm}$ pour la plaque réticulée à 80% et $h^{alu} = (2,00 \pm 2 \%) \text{ mm}$ pour la plaque d'aluminium. Les masses volumiques (ρ^{alu} et ρ^{epo}) sont quant à elles mesurées par pesée hydrostatique grâce à la poussée d'Archimède. Elles sont respectivement égales à $\rho^{epo} = (1,16 \pm 3 \%) \text{ g/cm}^3$ et $\rho^{alu} = (2,76 \pm 3 \%) \text{ g/cm}^3$ pour les époxy et l'aluminium.

Pour chacun des échantillons, la détermination des modules de viscoélasticité est faite sans faire d'hypothèse sur leur isotropie. Seul le plan P_{12} est considéré. Les lenteurs de phase et les amplitudes sont présentées à la Figure 2. 6. Les nombres k_1 et k_2 représentent respectivement les projections sur les axes $\vec{e}_1$ et $\vec{e}_2$ (Figure 2. 1) du nombre d'onde k_m de l'onde longitudinale ($m=L$) ou transversale ($m=T$), se propageant suivant la direction définie par θ_m à travers l'échantillon considéré. On observe que les formes des courbes de lenteurs de phase mesurées sont des quarts de cercle, ce qui confirme l'isotropie des échantillons.

Les parties réelles C'_{ij} des modules de viscoélasticité (C_{ij}) des plaques d'époxy estimées sont présentées dans le Tableau 2. 4. Pour simplifier l'écriture, ils sont notés C_{ij} et appelés modules d'élasticité dans la suite du document. Les incertitudes de mesures évaluées à partir des matrices d'insensibilité sont estimées inférieures à $\pm 3 \%$. Pour chaque module, la partie imaginaire est estimée égale à 3% de la partie réelle ($\tan \delta = C''_{ij}/C'_{ij} = 0,03$). Comme attendu, que l'adhésif soit réticulé à 100% ou à 80% , les modules d'élasticité mesurés dans le plan P_{12} confirment bien l'isotropie des matériaux.

⁶ Au-dessus de cet angle, même après plusieurs moyennages, l'amplitude du signal ultrasonore mesuré était du même ordre de grandeur que le niveau du bruit expérimental.

⁷ Cet angle correspond à l'angle critique pour les ondes transversales.

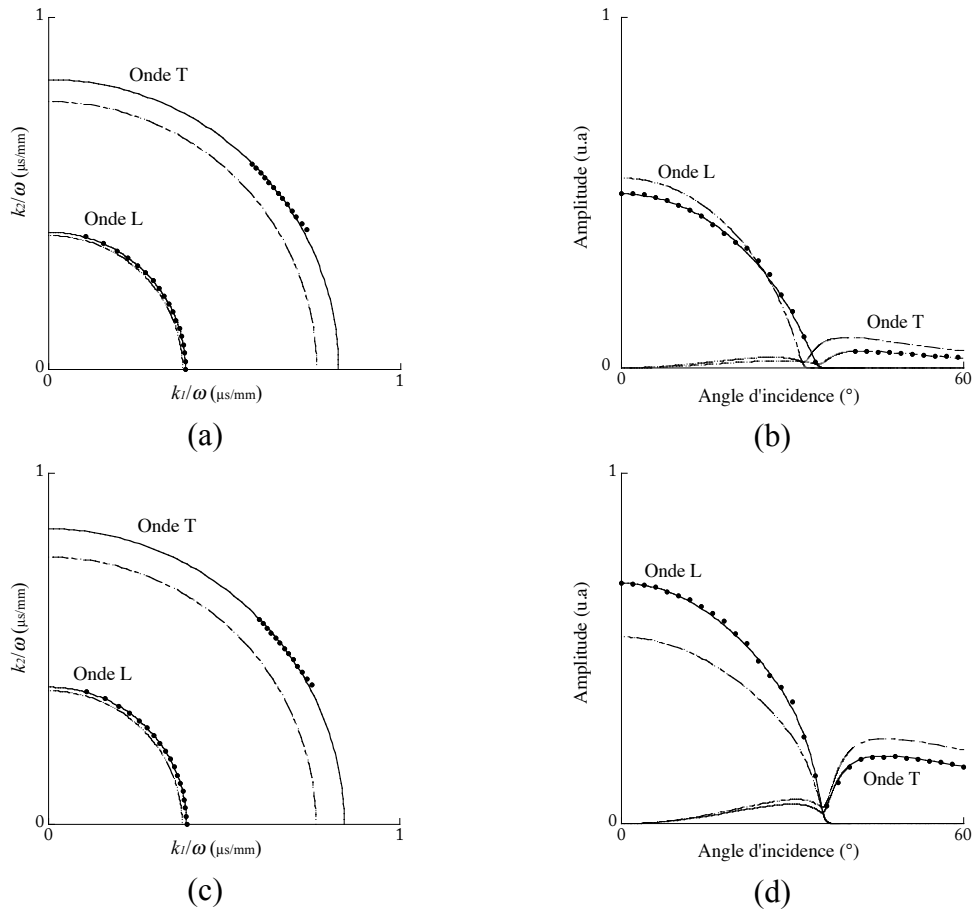


Figure 2. 6 : Lenteurs de phase et amplitudes mesurées (symbole) et calculées avec les C_{ij} (---) non optimisés et (—) optimisés, dans le plan principal P_{12} : (a et b) époxy réticulé à 100 % et (c et d) époxy réticulé à 80 %.

Par ailleurs, bien que peu différentes, des valeurs des modules d'élasticité légèrement plus faibles sont obtenues pour la plaque réticulée à 80 %. Nous pouvons par exemple observer que la différence entre les C_{11} des deux plaques époxy est seulement de 3 %, alors que pour les C_{66} , elle atteint presque 10 %.

Tableau 2. 4 : Modules d'élasticité mesurés sur des échantillons individuels

Milieu	ρ (g/cm ³)	h (mm)	C_{11} (GPa)	C_{22} (GPa)	C_{66} (GPa)	C_{12} (GPa)
Aluminium	2,76	2,00	106	108	26	55
Epoxy 100 %	1,16	2,93	7,79	7,79	1,76	4,40
Epoxy 80 %	1,16	2,96	7,53	7,56	1,60	4,25

Des résultats comparables ont aussi été obtenus par **Lionetto et al** [149] et **Gauthier et al** [150] sur des résines thermodurcissables pour lesquelles ils ont observé une augmentation de la vitesse des ondes ultrasonores dans la résine en fonction de la réticulation. Pour la plaque d'aluminium, les lenteurs de phase sont présentées à la *Figure 2. 7*. Elles révèlent également l'isotropie du matériau. Les valeurs des modules d'élasticité sont présentées dans le *Tableau 2. 4*. Les incertitudes de mesures évaluées à partir des matrices d'insensibilité sont estimées inférieures à $\pm 2 \%$.

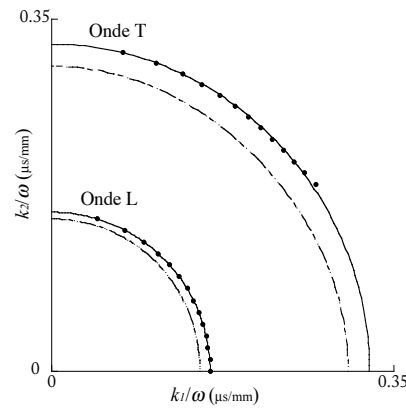


Figure 2. 7 : Lenteurs de phase mesurées (symbole) et calculées avec les C_{ij} (---) non optimisés et (—) optimisés, pour un aluminium de 2 mm dans le plan P_{12} .

Comme énoncé précédemment, sans faire l'hypothèse d'isotropie, la méthode de caractérisation permet de déterminer 9 modules d'élasticité en effectuant les mesures dans trois plans (P_{12} , P_{13} , P_{45°). Puisque les échantillons époxy et aluminium sont normalement connus pour être isotropes, dans un souci de vérification, les plaques époxy et aluminium sont également caractérisées dans le plan P_{13} . La caractérisation fournit des valeurs des modules de viscoélasticité similaires (moins de 3 % de différence) à celles mesurées dans le plan P_{12} . Ce qui confirme davantage l'isotropie des matériaux. Ainsi, tout au long de cette étude, seul un plan de caractérisation, le plan P_{12} , est considéré.

Dans le but de valider les procédures de mesures, la plaque d'époxy réticulée à 100 % a également été caractérisée par la méthode des fonctions de transfert présentée à la section 1.3.1. Comme spécifié, la méthode nécessite de respecter la condition d'ondes planes. Ainsi, afin d'assurer cette condition, deux transducteurs rectangulaires de grandes dimensions (45 mm x 80 mm) et de fréquence centrale 3 MHz sont utilisés. Les signaux transmis à travers l'échantillon sont mesurés pour des angles d'incidence allant de 0° à 50° (en raison des dimensions des transducteurs et de l'échantillon) avec un pas de 1° et leurs transformées de

Fourier sont calculées. Les superpositions des champs transmis calculés (après optimisation des modules de viscoélasticité) et mesurés sont présentées à la *Figure 2. 8*. On observe un très bon accord. En effet, dans un souci de meilleur conditionnement du problème inverse qui est implémenté dans le logiciel *Propag* (logiciel développé par **Bernard Hosten**), les coefficients de transmission sont multipliés par le spectre du signal de référence lors du processus d'optimisation des modules de viscoélasticité. C'est donc sur les champs acoustiques transmis que l'optimisation est réalisée. Ce qui explique le fait que ce soit les champs acoustiques qui sont présentés et non les coefficients de transmission.

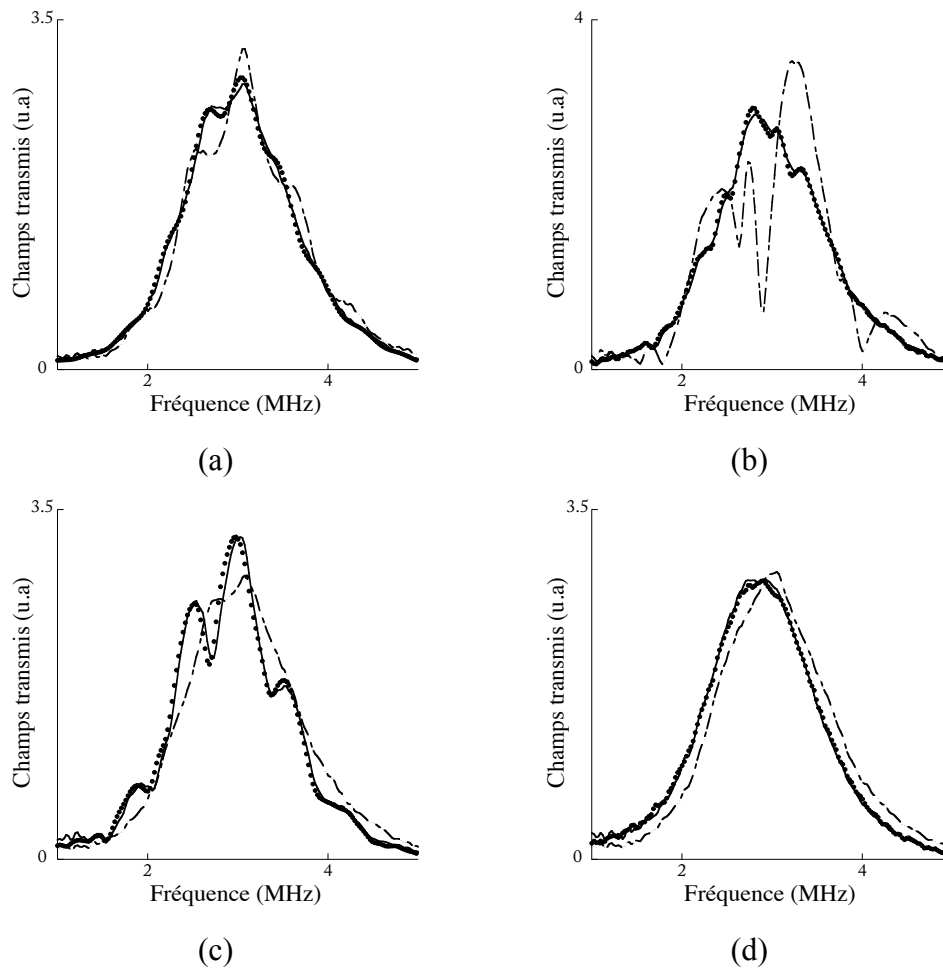


Figure 2. 8 : Champs transmis mesurés (symbole) et calculés avec des C_{ij} optimisés (—) et non optimisés (---) à travers la plaque époxy réticulée à 100 % et pour un angle d'incidence (a) 0° , (b) 20° , (c) 30° et (d) 40° dans le plan P_{12} .

Les valeurs des modules d'élasticité mesurées sont présentées dans le *Tableau 2. 5* et les incertitudes de mesure sont estimées égales à $\pm 5\%$. Par contre, les parties imaginaires sont maintenant estimées égales à 5 % des parties réelles ($\tan \delta = C''_{ij}/C'_{ij} = 0,05$), exceptée le C_{66}

pour lequel $\tan \delta$ tend vers 0,08. Ces parties imaginaires sont estimées avec des incertitudes très élevées (parfois supérieures à 50 %). Toutefois, dans la suite, ce seront ces valeurs mesurées pour ces parties imaginaires qui seront utilisées. Ces valeurs d'incertitudes plus élevées peuvent s'expliquer par le fait que les fréquences sont différentes entre les mesures par temps de vol et les mesures par fonction de transfert. En effet, la fréquence des ultrasons utilisés pour la méthode de caractérisation par temps de vol est plus grande que celle mise en jeu dans la méthode par fonction de transfert. Même si le champ mesuré tient compte des multiples échos dans la plaque d'époxy, les ultrasons utilisés sont moins sensibles à la viscoélasticité que les ultrasons des fréquences de 5 MHz.

Tableau 2. 5 : Modules d'élasticité mesurés par fonction de transfert.

<i>Milieu</i>	ρ (g/cm ³)	C_{11} (GPa)	C_{22} (GPa)	C_{66} (GPa)	C_{12} (GPa)
Epoxy 100 %	1,16	7,70	7,72	1,70	4,31

De même que précédemment, les modules d'élasticité mesurés confirment bien l'isotropie de l'époxy. On remarque que la différence entre le C_{11} et le C_{22} est inférieure à 1% et le C_{12} est égal au $C_{11} - 2C_{66}$ à moins de 2 %. En outre, une comparaison de ces modules avec ceux obtenus par temps de vol montre que les C_{11} sont différents à moins de 1 % et les C_{66} à moins de 3 %. Les C_{22} sont eux différents à moins de 1 % et les C_{12} à moins de 2 %. Ce résultat montre que des valeurs similaires des modules d'élasticité sont obtenues avec les deux méthodes de caractérisation (temps de vol et fonction de transfert) : ce qui confirme davantage la mesure des modules de viscoélasticité réalisée et donne le choix entre les deux méthodes de caractérisation (par temps de vol et par fonction de transfert).

4. Caractérisation des propriétés cohésives d'un adhésif au sein d'assemblages collés à adhésion nominale

L'objectif de cette section est de déterminer les propriétés mécaniques d'un adhésif au sein d'un assemblage collé pour lequel les interphases possèdent des propriétés nominales (adhésion nominale). Comme énoncé précédemment (section 1.3.2), la méthode de caractérisation par fonction de transfert permet de déterminer les propriétés viscoélastiques d'une couche dans une plaque multicouche, si les propriétés des autres couches sont connues.

Dans un premier temps, nous le vérifions à l'aide de simulations numériques, en utilisant comme données d'entrée les modules de viscoélasticité mesurés sur la plaque d'époxy seule. Néanmoins, rien ne garantit que les modules de viscoélasticité d'un adhésif mesurés au sein d'un assemblage collé à adhésion nominale soient les mêmes que ceux mesurés sur l'adhésif seul. Cette problématique est donc ensuite analysée *via* les mesures expérimentales.

Dans notre cas, les assemblages étudiés sont constitués de deux substrats en aluminium d'épaisseur $h^{alu} = 2 \text{ mm}$ collés par un adhésif époxy d'épaisseur environ égale à $h^{epo} = 1 \text{ mm}$ (elle sera mesurée précisément par la suite pour chacun des échantillons). La technique de caractérisation par fonction de transfert est donc utilisée pour estimer les propriétés mécaniques de l'adhésif situé entre les deux substrats. Cette estimation est faite en supposant que l'adhésion est parfaite, c'est-à-dire, en imposant aux interfaces aluminium/époxy la continuité des contraintes et des déplacements dans le modèle utilisé pour traiter le problème inverse. De plus, l'hypothèse d'isotropie n'est pas appliquée à l'adhésif. Par conséquent, quatre modules d'élasticité (C_{11}, C_{22}, C_{12} et C_{66}) du joint adhésif sont optimisés de sorte que le coefficient de transmission calculé corresponde au mieux au coefficient de transmission mesuré, dans un domaine de fréquences donné et pour plusieurs angles d'incidence.

Dans une première partie, les « données expérimentales » sont obtenues *via* des simulations numériques, dans lesquelles les propriétés des assemblages aluminium-époxy-aluminium sont parfaitement contrôlées. Dans la seconde partie, des expériences réelles sont réalisées sur les assemblages fabriqués spécialement et présentés à la section 2, afin de démontrer l'applicabilité de la méthode.

Toutefois, une étude de sensibilité numérique préalable est nécessaire afin d'identifier un ou des domaines de fréquences où le coefficient de transmission des ondes de volume est le plus sensible aux propriétés mécaniques (modules de viscoélasticité) de l'adhésif et moins sensible aux autres paramètres de l'assemblage (modules d'élasticité, masse volumique et épaisseur des substrats, épaisseur et masse volumique de l'adhésif), qui peuvent être connus avec un certain intervalle de confiance. Ces domaines de fréquences, s'ils existent, seront choisis pour l'évaluation non destructive des propriétés mécaniques d'un adhésif au sein d'un collage. Ainsi, des calculs de coefficients de transmission sont réalisés sur un large domaine de fréquence (0,1-20 MHz), pour plusieurs angles d'incidence (0°, 10°, 20°, 30°), et pour plusieurs jeux de valeurs des propriétés des substrats et de l'adhésif (épaisseurs, masse volumiques et modules d'élasticité). Dans un second temps, l'étude de sensibilité numérique nous permettra d'identifier, dans le domaine de fréquences préalablement défini, des

domaines angulaires au sein desquels les modules d'élasticité de l'adhésif (pris individuellement), peuvent être estimés avec une meilleure précision.

4.1. Étude numérique de la sensibilité du coefficient de transmission

On s'intéresse dans un premier temps à l'identification du domaine de fréquences où les coefficients de transmission seraient plus sensibles aux modules d'élasticité de l'adhésif qu'aux autres paramètres de l'assemblage. Les coefficients de transmission sont calculés en utilisant les matrices d'impédance de surfaces.

4.1.1. Sensibilité aux modules d'élasticité des substrats et de l'adhésif

L'effet sur les coefficients de transmission d'une variation de $\pm 5\%$ des modules d'élasticité de l'adhésif dans un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium (avec des interfaces parfaites) est analysé numériquement et comparé à l'effet d'une variation de $\pm 2\%$ des modules d'élasticité des substrats. Ces intervalles de variations sont considérés comme des intervalles de confiances acceptables pour une éventuelle évaluation des modules d'élasticité de l'adhésif. La faible variation des propriétés des substrats est justifiée par les mesures précises qui ont précédemment été réalisées sur les échantillons individuels (voir section 3). L'adhésif est premièrement considéré et ses modules C_{11} et C_{66} sont modifiés, puis c'est au tour des substrats. Pour des raisons de visibilité, les coefficients de transmission en fonction de la fréquence sont uniquement présentés dans un domaine de fréquence inférieur à 8 MHz, les conclusions tirées des simulations faites entre 8 MHz et 20 MHz étant les mêmes que celles obtenues pour les calculs présentés entre 0,1 et 8 MHz. De même, les résultats ne sont présentés que pour deux angles d'incidence (0° et 20°) pour alléger le document, mais en s'assurant que cela n'entraîne aucune perte d'information.

Il est clair que, au-delà de 1,5 MHz, pour $\theta = 20^\circ$, des changements de $\pm 2\%$ des modules d'élasticité des substrats (Figure 2. 9 (d)) conduisent à de plus grandes variations des coefficients de transmission que des changements de $\pm 5\%$ des modules d'élasticité de l'adhésif (Figure 2. 9 (b)). Pour $\theta = 0^\circ$ (Figure 2. 9 (a) et Figure 2. 9 (c)), cette observation n'est vérifiée que pour certains domaines de fréquence seulement ([2,74–3,42] MHz, [4,23–5,02] MHz et [5,77–6,75] MHz, par exemple). L'objectif étant de trouver un domaine de fréquence pour lequel tous les C_{ij} de l'époxy pourraient être évalués sans être biaisés par une erreur (même assez faible) commise sur les modules d'élasticité des substrats, le domaine de fréquences supérieures à 1,5 MHz ne peut donc être retenu pour le cas de notre assemblage aluminium-époxy-aluminium.

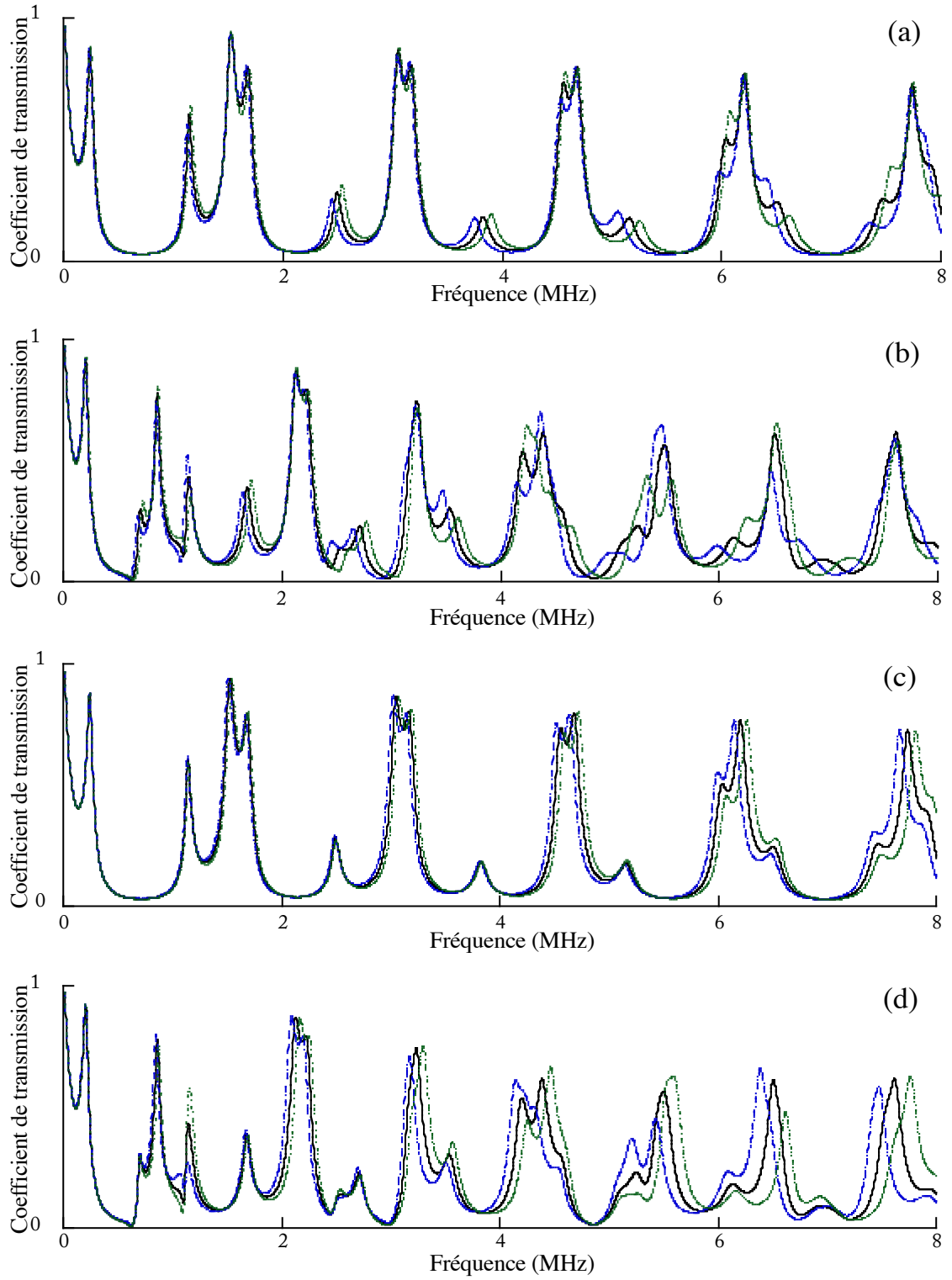


Figure 2. 9 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volume se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium à un changement de (a et b) $\pm x$ % des C_{ij} de l'adhésif et (c et d) $\pm x$ % des C_{ij} des substrats, pour un angle d'incidence $\theta = 0^\circ$ (a et c) et $\theta = 20^\circ$ (b et d). Calculs pour (—) des propriétés nominales, (---) $-x$ % C_{ij} et (....) $+x$ % C_{ij} ($x=5$ pour l'adhésif et 2 pour les substrats).

En ce qui concerne le domaine des basses fréquences, la *Figure 2. 9* montre que les coefficients de transmission ne varient quasiment pas (donc sont peu sensibles) en dessous de 0,6 MHz. Par conséquent, le processus d'optimisation doit être réalisé pour des fréquences comprises entre 0,6 et 1,5 MHz, domaine de fréquence le plus approprié pour la caractérisation des modules d'élasticité de la couche adhésive.

4.1.2. Sensibilité à l'épaisseur et à la masse volumique des substrats et de l'adhésif

Considérons dans un premier temps que les incertitudes de mesures des épaisseurs sont estimées à $\pm 5 \%$ pour l'adhésif au sein d'un assemblage tri-couche et à $\pm 2 \%$ pour les substrats. L'influence de telles variations sur les coefficients de transmission d'un assemblage tri-couche est présentée sur la *Figure 2. 10*. On observe que les coefficients de transmission sont sensibles à des variations de $\pm 5 \%$ de l'épaisseur de l'adhésif (*Figure 2. 10* (a), pour $\theta = 0^\circ$ et *Figure 2. 10* (b), pour $\theta = 20^\circ$) et $\pm 2 \%$ de l'épaisseur des substrats (*Figure 2. 10* (c), pour $\theta = 0^\circ$ et *Figure 2. 10* (d), pour $\theta = 20^\circ$). De plus, pour ces deux paramètres (épaisseurs de l'adhésif et des substrats), la sensibilité des coefficients de transmission est plus élevée au-delà de 1,5 MHz. Encore une fois, en dessous de 0,6 MHz, aucune sensibilité n'est observée sur les coefficients de transmission.

Entre 0,6 et 1,5 MHz, la variation de $\pm 2 \%$ de l'épaisseur des substrats conduit à des changements maximum d'environ 20 % des coefficients de transmission (pour $\theta = 20^\circ$), alors que la variation de $\pm 5 \%$ de l'épaisseur de l'adhésif conduit à des changements qui atteignent 60 % (observés aussi pour $\theta = 20^\circ$). Sur ce domaine de fréquence, une erreur de mesure d'épaisseur de l'adhésif de $\pm 5 \%$ aurait alors des conséquences non négligeables sur la mesure du coefficient de transmission.

Ceci montre la nécessité d'une connaissance précise de l'épaisseur de l'adhésif. Nous verrons à la section 4.3.2 que les mesures par ultrasons des épaisseurs d'adhésifs au sein des assemblages collés permettront d'atteindre des incertitudes maximales de 3 %. La précision sur l'épaisseur des substrats a aussi son importance.

La *Figure 2. 11* présente l'influence d'une variation de $\pm 3 \%$ de la masse volumique de l'adhésif (*Figure 2. 11* (a), pour $\theta = 0^\circ$ et (b), $\theta = 20^\circ$) et des substrats (*Figure 2. 11* (c), pour $\theta = 0^\circ$ et (d), pour $\theta = 20^\circ$). Au delà de 1,5 MHz et en dessous de 0,6 MHz, on observe que les changements des coefficients de transmission sont similaires à ceux produits par des variations des modules d'élasticité de l'adhésif et des substrats. Par contre, entre 0,6 et 1,5 MHz, et particulièrement à $\theta = 20^\circ$, la variation de la masse volumique des substrats produit des changements de l'ordre de 60 % sur les coefficients de transmission.

Ces résultats indiquent une sensibilité du coefficient de transmission à la fois à l'épaisseur et à la masse volumique des substrats et de l'adhésif, qui dépend de la fréquence. Ainsi, des mesures précises des masses volumiques et des épaisseurs des substrats et de l'adhésif sont fortement recommandées pour un bon conditionnement du problème inverse qui aura pour but l'évaluation des propriétés mécaniques de l'adhésif dans l'assemblage.

Cette étude de sensibilité montre finalement qu'il n'existe pas de domaine de fréquence dans lequel les coefficients de transmission seraient totalement insensibles aux paramètres de l'assemblage (masses volumiques de l'adhésif et des substrats, épaisseurs de l'adhésif et des substrats, modules d'élasticité des substrats), autres que les modules d'élasticité de l'adhésif. Comme énoncé précédemment, l'objectif étant de trouver un domaine de fréquence pour lequel tous les C_{ij} de l'époxy pourraient être évalués plus favorablement, c'est-à-dire, sans être trop biaisés par une erreur commise sur les autres paramètres de l'assemblage, le domaine de fréquences compris entre 0,6 et 1,5 *MHz* est alors choisi pour les études numériques et expérimentales qui vont suivre, ainsi que pour la procédure d'optimisation.

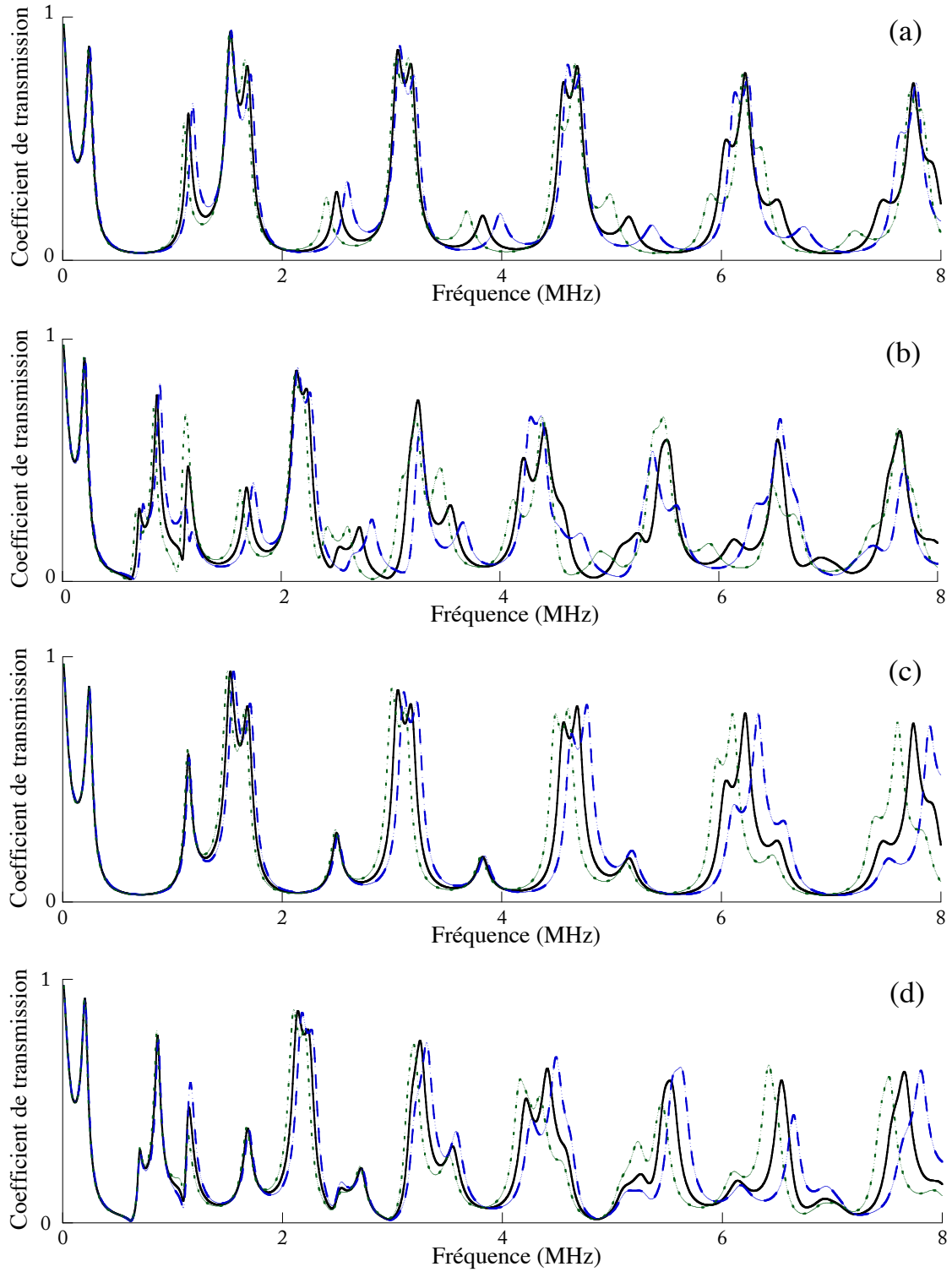


Figure 2. 10 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volume se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium à un changement de (a et b) $\pm x\%$ de l'épaisseur de l'adhésif et (c et d) $\pm x\%$ de l'épaisseur des substrats, et pour un angle d'incidence (a et c) $\theta = 0^\circ$ et (b et d) $\theta = 20^\circ$. Calculs pour (—) des propriétés nominales, (---) $-x\%$ de l'épaisseur et (....) $+x\%$ de l'épaisseur ($x=5$ pour l'adhésif et 2 pour les substrats).

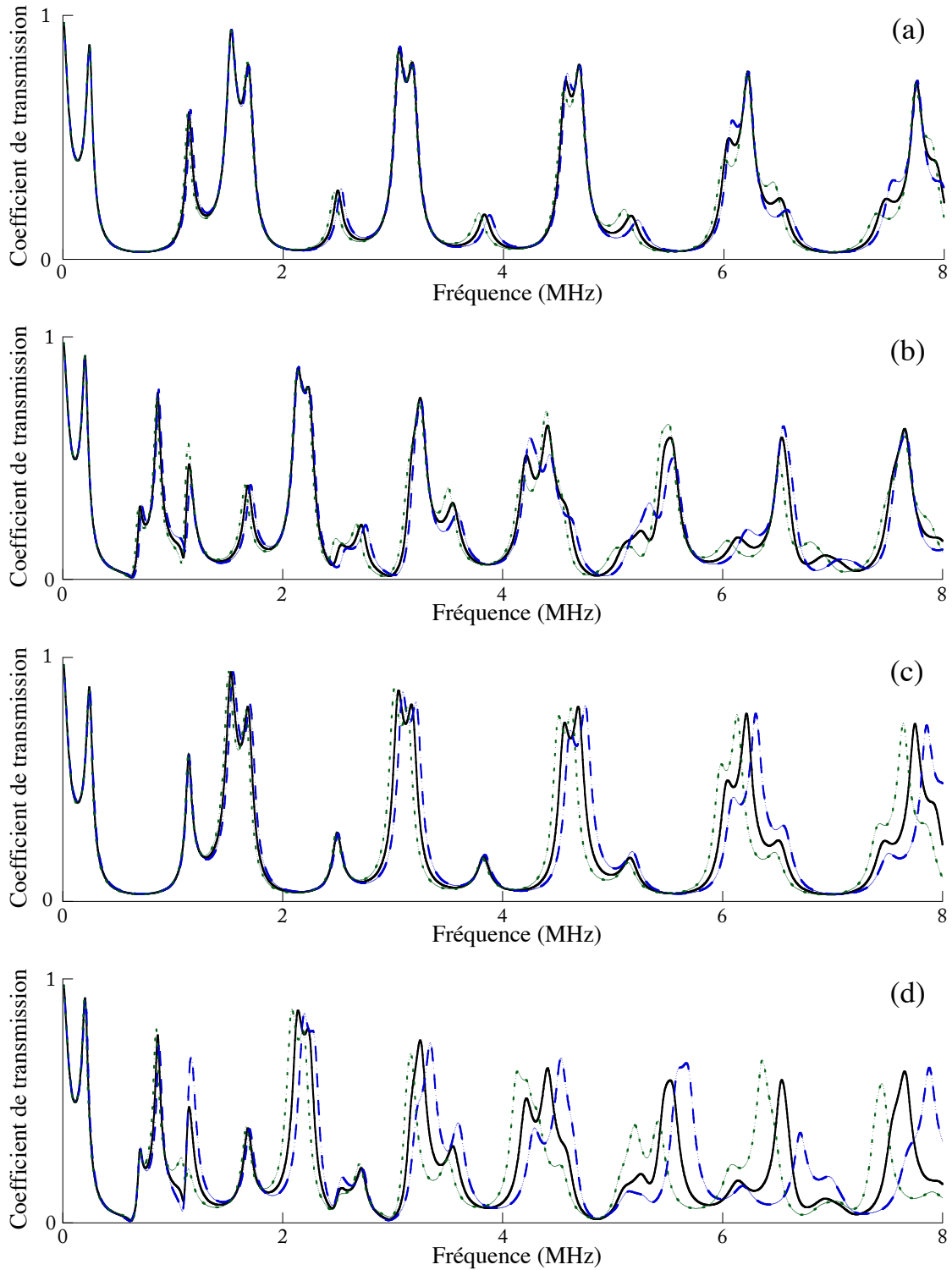


Figure 2. 11 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volume se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium à un changement $\pm 3\%$ de la masse volumique (a et b) de l'adhésif et (c et d) des substrats, et pour un angle d'incidence (a et c) $\theta = 0^\circ$ et (b et d) $\theta = 20^\circ$. Calculs pour (—) des propriétés nominales, (---) - 3 % et (....) + 3 %.

Par ailleurs, les modules d'élasticité de la colle (supposée isotrope) sont déterminés grâce à un processus d'optimisation numérique qui utilise des données mesurées (ou calculées, lorsqu'il s'agit de simulations numériques) sur un large domaine angulaire. Une étude de sensibilité numérique angulaire est donc nécessaire.

4.1.3. Détermination des angles d'incidence pour l'optimisation des modules d'élasticité de l'adhésif

Cette étude consiste à rechercher, dans le domaine de fréquence choisi pour l'étude (0,5-1,5 MHz), des intervalles angulaires pour lesquels le coefficient de transmission serait sensible à la variation de chacun des modules d'élasticité pris individuellement. L'objectif étant de minimiser les incertitudes sur l'estimation des modules d'élasticité obtenues à partir des matrices d'insensibilité.

La *Figure 2. 12* présente l'effet de la variation individuelle de chaque module d'élasticité de l'adhésif au sein d'un assemblage tri-couche, dans le plan P_{12} . On observe que la variation de $\pm 20\%$ du C_{11} affecte le coefficient de transmission dans tout le domaine fréquence-angle de l'étude. Cependant le point important à noter ici est que cette constante est la seule à causer des changements en incidence normale ($\theta = 0^\circ$). La résolution du problème inverse pour l'optimisation de ce module sera donc effectuée uniquement avec les « données mesurées » en incidence normale [136].

Par contre, la variation de $\pm 20\%$ du C_{22} affecte le coefficient de transmission surtout aux angles supérieurs à 20° . La même observation est faite pour le cas d'une variation de $\pm 20\%$ du C_{12} . Ainsi, l'optimisation de ces deux modules est effectuée en utilisant les « données de mesures » réalisées pour des angles d'incidence allant de $\theta = 20^\circ$ à $\theta = 35^\circ$ ⁸. Enfin, nous remarquons qu'une variation de $\pm 20\%$ du C_{66} affecte le coefficient de transmission aux angles d'incidences supérieurs à $\theta = 5^\circ$. De plus, la variation du C_{66} est la seule à causer des changements nets sur le coefficient de transmission entre $\theta = 5^\circ$ et $\theta = 18^\circ$. Par conséquent l'optimisation de cette constante sera faite sur cette plage angulaire. Le *Tableau 2. 6* présente un récapitulatif des analyses faites précédemment.

⁸ Nous nous sommes limités à 35° , car au dessus de cet angle, expérimentalement nous n'observons plus de signal transmis à travers les assemblages collés.

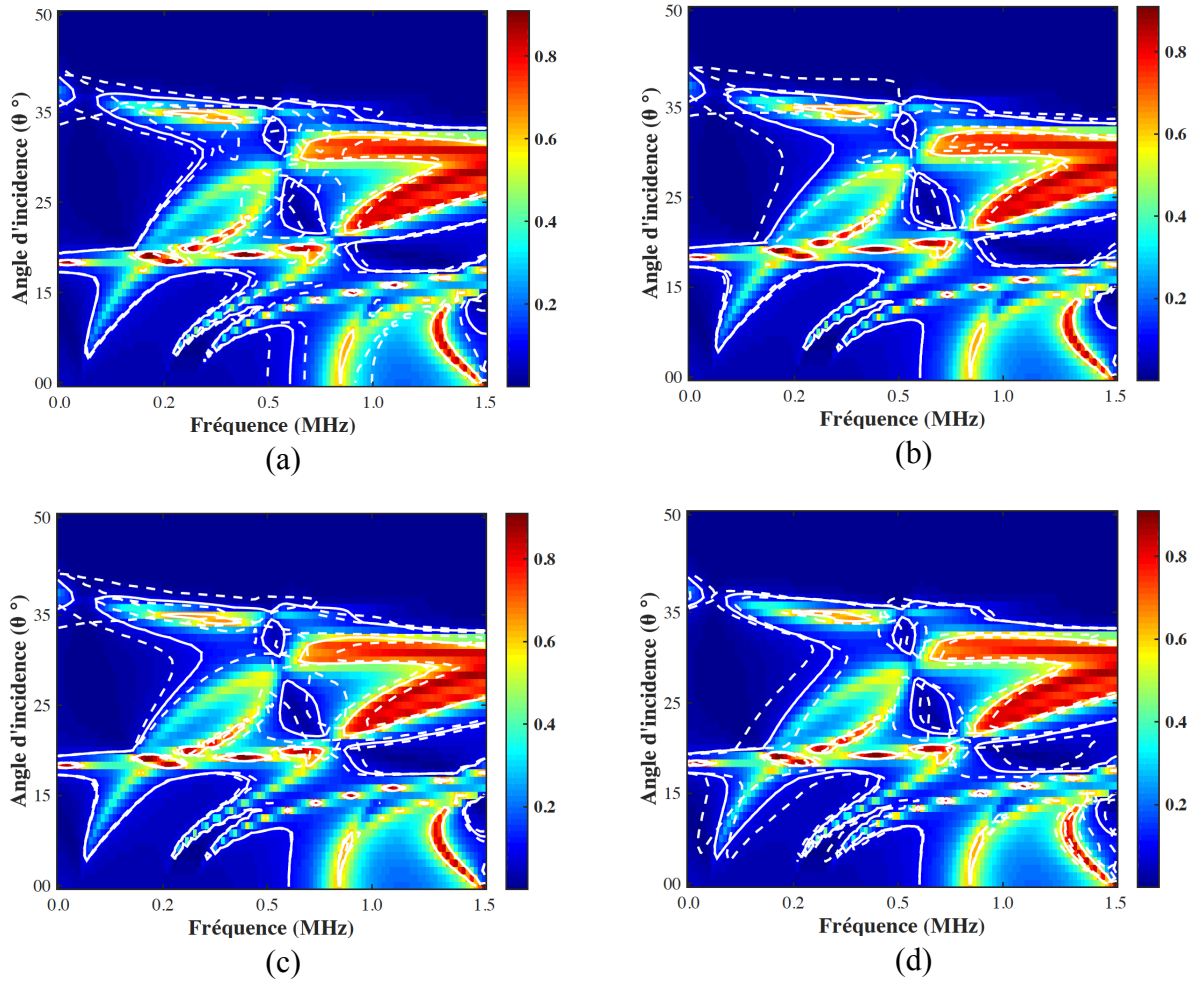


Figure 2. 12 : Effet d'une variation de $\pm 20\%$ des modules d'élasticité d'un joint de colle sur le coefficient de transmission des ondes planes se propageant dans l'assemblage : variation (a) du C_{11} , (b) du C_{22} , (c) du C_{12} et (d) du C_{66} . Calculs (—) pour des propriétés nominales et (---) pour les propriétés modifiées. Le niveau de gris représente l'amplitude du coefficient de transmission.

Tableau 2. 6 : Angles d'optimisation des modules d'élasticité.

Modules d'élasticité	C_{11} (GPa)	C_{22} (GPa)	C_{66} (GPa)	C_{12} (GPa)
Angles d'optimisation	0°	$> 20^\circ$	5° - 18°	$> 20^\circ$

4.2. Simulation numérique du procédé de caractérisation d'un adhésif au sein d'un assemblage collé à adhésion parfaite

Le domaine de fréquence de l'étude et les zones angulaires optimales pour évaluer les C_{ij} de l'adhésif étant défini, nous nous intéressons maintenant à la simulation numérique du procédé de caractérisation d'un adhésif au sein d'un assemblage collé pour lequel l'adhésion

aux interphases est parfaite. Pour ce faire, les mesures expérimentales sont reproduites *via* la simulation de la technique de caractérisation par fonction de transfert. Un signal de type *chirp*, de durée $50 \mu s$ et dont le domaine de fréquence est compris entre $0,6$ et $1,40 \text{ MHz}$ à -20 dB est utilisé (voir *Figure 2. 13*). L'amplitude du signal est modulée par une fenêtre rectangulaire à bords arrondis à 50 %. Les signaux transmis à travers l'échantillon sont « mesurés » pour des angles d'incidence allant de 0° à 35° . De même que précédemment, seul le plan P_{12} est considéré. Les propriétés mécaniques (masses volumiques, modules d'élasticité) et géométriques (épaisseurs) de chaque composante de l'assemblage sont parfaitement connues et utilisées comme données d'entrée. Elles sont présentées dans le *Tableau 2. 4*. L'estimation des modules d'élasticité de la couche adhésive est faite en suivant une démarche que nous décrivons en deux étapes.

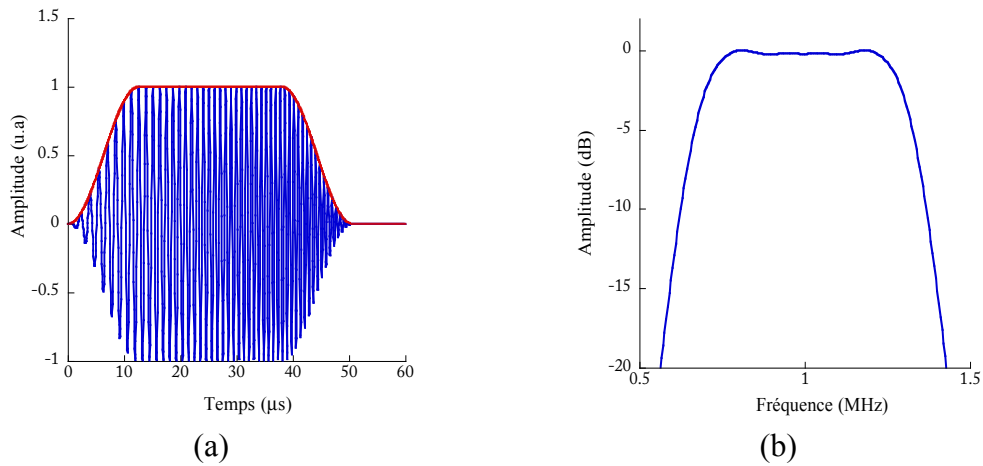


Figure 2. 13 : (a) Signal d'excitation modulé par une fenêtre rectangulaire à bord arrondi et (b) spectre fréquentiel.

4.2.1. Etape 1 : Calcul du coefficient de transmission à travers un assemblage à cinq couches

Nous modélisons premièrement l'assemblage collé comme une structure à 5 couches dans laquelle les interphases sont représentées par deux couches minces isotropes d'épaisseur $h^{int} = 1 \mu m$, telles que présentées à la *Figure 2. 14* (a). L'épaisseur de l'adhésif (h^{epo}) étant prise égale à $0,998 \text{ mm}$ (de manière à ce que l'épaisseur totale de la structure reste constante, soit 5 mm) et la masse volumique des deux couches minces est prise égale à celle de l'adhésif. Comme mentionné au chapitre 1 (cf. section 3.1.3), pour une épaisseur d'interphase relativement faible (quelques micromètres), le modèle à 5 couches peut être considéré comme équivalent à un modèle à 3 couches, au sein duquel les interfaces aluminium-époxy sont

modélisées par des distributions surfaciques de ressorts de raideurs k_L et k_T [69,76]. Dans le cas de la présente étude, une épaisseur de $1\ \mu m$ a été choisie pour les couches d'interphases. Ce choix a été fait d'une part en se basant sur les références [76,77], et d'autre part, après une série de tests numériques qui ont montré que le modèle à 5 couches fournit les mêmes résultats (à moins de 1% de différence) que le modèle de ressorts, sur un très large domaine de fréquences. Les propriétés mécaniques de ces interphases sont représentées par des modules d'élasticité, C_{11}^{int} et C_{66}^{int} , considérés réels car leurs parties imaginaires ont très peu d'effets sur les coefficients de transmission. On ne considère donc pas les effets d'amortissement au sein des interphases. *Baltazar et al* [65] ont montré que les effets viscoélastiques des interphases peuvent de toute façon être négligés par rapport aux effets dus à la viscoélasticité de l'adhésif.

L'intérêt d'utiliser un modèle à 5 couches plutôt qu'un modèle de ressorts est lié au fait que le modèle à 5 couches va fournir un meilleur conditionnement du second problème inverse qui sera résolu dans la section 6, pour optimiser les propriétés élastiques des interphases. En effet, dans le modèle à 5 couches, les interphases possèdent des épaisseurs non nulles, ce qui implique des valeurs finies pour les modules d'élasticité optimisés, C_{11}^{int} et C_{66}^{int} , même si une adhésion parfaite est considérée entre les substrats et l'adhésif.

Dans le cas du modèle rhéologique adhésif, les interphases n'ont pas d'épaisseurs et sont modélisées à l'aide de distributions surfaciques de ressorts k_L et k_T (cf. Chapitre 1, section 3.1.3). Suivant ce modèle, une adhésion parfaite aux interfaces correspond théoriquement à des valeurs infinies des raideurs surfaciques. En pratique, les différences entre les coefficients de transmission obtenues dans le cas d'un tri-couche avec une continuité des déplacements et des contraintes et ceux obtenus avec le modèle rhéologique adhésif vont devenir négligeables à partir de valeurs seuils des raideurs surfaciques. Du fait de l'existence de ces seuils, le problème d'optimisation serait mal conditionné pour le cas d'une adhésion parfaite (la routine d'optimisation ne pourrait pas converger) puisqu'il n'existe pas de valeurs spécifiques des raideurs qui minimisent la fonctionnelle à la base du processus d'optimisation.

Pour simplifier l'étude, nous nous limitons au cas où les deux interphases adhésif/substrat présentent les mêmes propriétés mécaniques. Cette hypothèse correspond aux conditions expérimentales car les échantillons collés ont été préparés de manière à ce que leurs deux interphases internes soient identiques (sections 4.3 et 5.3). Dans ces conditions on peut considérer que le plan médian de l'assemblage est un plan de symétrie. En pratique, les propriétés mécaniques des interphases sont différentes à la fois de celles de l'adhésif et des

substrats. Cependant, pour modéliser les interphases nominales, les valeurs des modules d'élasticité inter-faciale, notés C_{11}^{int} et C_{66}^{int} , sont respectivement prises égales aux modules d'élasticité (C_{11}^{epo} et C_{66}^{epo}) de la couche de colle (totalement ou partiellement réticulée, selon le cas), ceci revient à considérer une interface d'épaisseur nulle entre la couche adhésive et les substrats, et la continuité des déplacements et des contraintes au niveau de cette interface.

La simulation de la transmission d'ondes planes à travers l'assemblage est effectuée pour différents angles d'incidence ($\theta = 0^\circ$ à 35° par pas de 1°) et les coefficients de transmission sont calculés. Ces coefficients sont représentatifs des données « expérimentales ». Ils sont utilisés dans la seconde étape pour l'estimation des modules d'élasticité de la couche adhésive. Comme mentionné précédemment les calculs sont uniquement effectués dans le plan P_{12} .

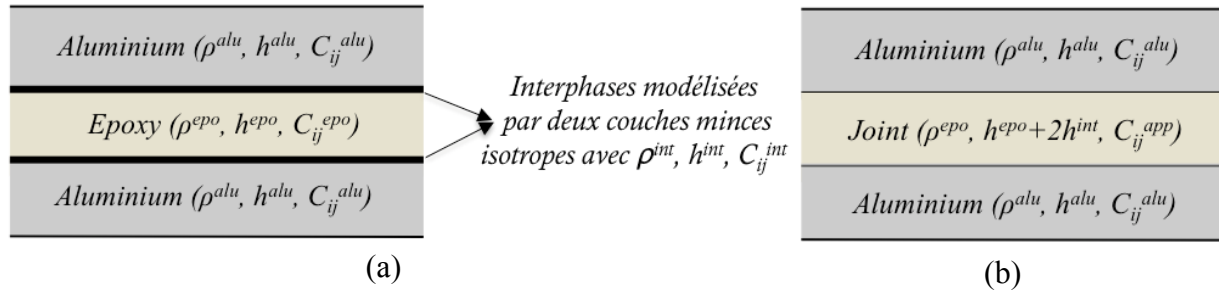


Figure 2. 14 : Présentations des modèles utilisés en simulation : (a) assemblage modélisé par 5 couches, utilisé dans l'étape 1 et (b) modèle tri-couche utilisé dans l'étape 2.

4.2.2. Etape 2 : Optimisation des modules d'élasticité apparents de l'adhésif

Le but est maintenant de déterminer les modules d'élasticité de l'adhésif à partir des données de l'étape 1 comme s'il s'agissait de mesures. Comme mentionné précédemment, dans le processus d'inversion, les propriétés inter-faciales réelles sont considérées inconnues. Elles sont donc supposées parfaites. L'assemblage est seulement modélisé par 3 couches (aluminium/époxy/aluminium) avec une continuité des contraintes et des déplacements au niveau des interfaces aluminium/époxy (Figure 2. 14 (b)). L'épaisseur de l'adhésif est maintenant égale à $h^{epo} + 2h^{int}$. L'utilisation du processus d'optimisation décrit à la section 1.3.1 permet de déduire dans le plan P_{12} quatre modules d'élasticité de l'adhésif sans faire l'hypothèse d'isotropie sur la couche d'adhésif. Les interphases étant supposées parfaites, les modules optimisés sont ceux du matériau homogénéisé (ou du joint adhésif), formé de

l'adhésif et des interphases. Ils sont de ce fait qualifiés de « modules d'élasticité apparents » et notés C_{11}^{app} , C_{22}^{app} , C_{12}^{app} , et C_{66}^{app} .

4.2.3. Résultats d'optimisation des modules d'élasticité apparents du joint

Considérons le cas d'un assemblage réalisé avec un adhésif réticulé à 80 % et au sein duquel les interphases possèdent des propriétés nominales. Le *Tableau 2. 7* présente les résultats des modules d'élasticité apparents obtenus après application des étapes 1 et 2. On constate que les modules apparents du joint sont identiques aux valeurs initiales.

Tableau 2. 7 : Modules d'élasticités apparents d'un joint adhésif à adhésion nominale

<i>Modules d'élasticité</i>	<i>Valeurs utilisées à l'étape 1</i>	<i>Valeurs obtenues après application de l'étape 2</i>
C_{11} (GPa)	7,50	7,50
C_{22} (GPa)	7,50	7,50
C_{66} (GPa)	1,60	1,60
C_{12} (GPa)	4,30	4,30

Quelques coefficients de transmission (pour trois angles d'incidence choisis de manière arbitraire) obtenus après application des étapes 1 (« mesurés ») et 2 (calculés avec des modules apparents optimisés) sont présentés à la *Figure 2. 15*. On observe un très bon accord.

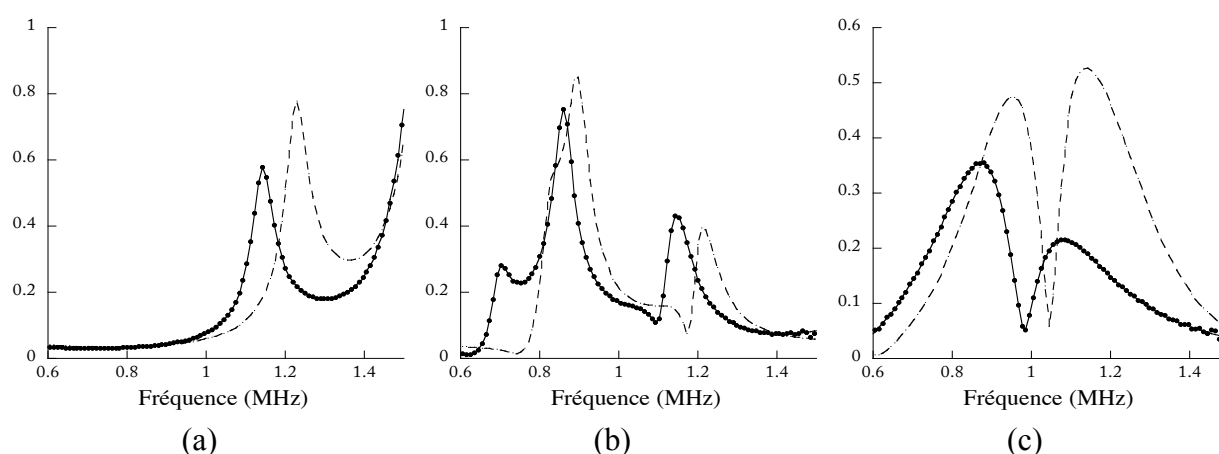


Figure 2. 15 : Exemples de coefficients de transmission (•••) mesurés, (—) calculés avec les C_{ij} optimisés et (- -) calculés avec les C_{ij} non optimisés, pour (a) 0°, (b) 20° et (c) 30°.

Des résultats similaires sont également retrouvés pour le cas d'un assemblage avec adhésif réticulé à 100 %, c'est-à-dire, une convergence vers les modules d'élasticité d'un adhésif réticulé à 100 % (cf. *Tableau 2. 4*) lorsque ce sont ces derniers qui sont utilisés comme données d'entrées dans le modèles. Ces simulations permettent de vérifier que pour des propriétés d'interphases nominales, l'optimisation des modules d'élasticité de l'adhésif se passe bien.

4.3. Caractérisation expérimentale des modules d'élasticité apparents de l'adhésif pour les échantillons de référence

Les mesures sont effectuées sur les deux échantillons DSSi80 et DSSi100 représentant les assemblages de « référence » avec adhésion nominale et décrits à la section 2.3. L'objectif étant de déterminer les modules d'élasticité de la couche adhésive en suivant la même procédure que celle proposée numériquement. Les résultats de l'étape 1 sont maintenant de vraies mesures expérimentales du coefficient de transmission.

Le dispositif expérimental est le même que celui présenté à la *Figure 2. 3* (exceptés les transducteurs) et les conditions de travail sont celles utilisées précédemment lors des simulations numériques (*chirp* de 50 μs , dont le domaine de fréquence est compris entre 0,5 et 1,5 *MHz* à -20 *dB* et angles d'incidence allant de $\theta = 0^\circ$ à 35° par pas de 1°). Les transducteurs utilisés sont les mêmes que précédemment, de dimensions 45 *mm* x 80 *mm* (la plus grande dimension étant celle orientée suivant l'axe $\vec{e}_2$) et de fréquence centrale 3 *MHz*.

Comme précédemment énoncé, pour mesurer les modules apparents du joint, il faut que les autres paramètres soient connus. La masse volumique, l'épaisseur et les modules d'élasticité des substrats sont donc préalablement mesurés sur les substrats seuls et donnés dans le *Tableau 2. 4*. Pour l'adhésif, la masse volumique est aussi celle mesurée sur les échantillons individuels à partir du principe d'Archimède. En raison des dimensions des assemblages, un simple pied à coulisse ou comparateur ne peut plus être utilisé pour la mesure d'épaisseur de l'adhésif dans les assemblages. Aussi, une méthode basée sur la mesure du temps de vol est utilisée pour déterminer les épaisseurs des adhésifs au sein des assemblages. Cette mesure n'est effectuée que sur la zone insonifiée par les transducteurs lors de la caractérisation des C_{ij} .

4.3.1. Détermination de la zone de mesure des modules d'élasticité du joint

Avant de mesurer les épaisseurs de l'adhésif au sein des différents assemblages, il est important de s'assurer que le procédé de collage a bien été réalisé, c'est à dire, de déterminer

la répartition de la colle au sein de l'assemblage et de vérifier l'homogénéité des joints de colle. Cela permet de sélectionner les zones de bon collage.

Pour cela, une cartographie ultrasonore en transmission des différents assemblages a été réalisée au Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (LMA) de l'Université de Aix Marseille, en utilisant des transducteurs ultrasonores de diamètre égal à 6,35 mm et opérant à 25 MHz. Un exemple de cartographie est présenté à la Figure 2. 16 pour l'assemblage DSSi100. Ces cartographies permettent donc de sélectionner les zones les plus favorables pour des mesures ultrasonores, au sein desquelles il n'y aurait pas de bulles d'air par exemple (voir Figure 2. 16). Ces zones doivent être de dimensions au moins égales à celles des transducteurs. Elles peuvent également mettre en évidence l'influence du mode d'élaboration sur l'homogénéité du joint collé (zones de décollements, épaisseur constante, etc).

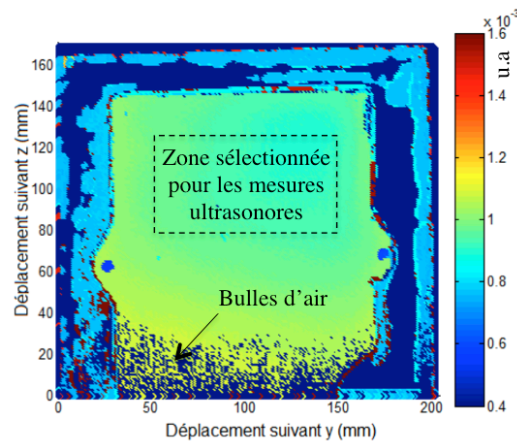


Figure 2. 16 : Cartographie CSCAN pour l'assemblage collé DSSi100.

4.3.2. Mesure de l'épaisseur de l'adhésif

Connaissant la localisation exacte des zones les plus favorables pour les mesures ultrasonores, les mesures d'épaisseurs sont effectuées grâce à une technique développée au département d'Acoustique Physique de l'I2M au sein de notre équipe (ultrasons matériaux). C'est une méthode de pulse-écho basée sur la mesure du temps de vol des échos réfléchis par l'une des surfaces de l'assemblage. Comme l'épaisseur des substrats est bien connue, la mesure de l'épaisseur de l'adhésif dans l'assemblage consiste à mesurer l'épaisseur totale de l'assemblage, puis à soustraire l'épaisseur des deux substrats.

Le temps de vol dépend de la vitesse de propagation dans le milieu d'immersion (l'eau dans notre cas). Cette vitesse de propagation dépend quant à elle de la température. Ainsi, une

mesure précise de la vitesse des ultrasons dans l'eau (notée V_{eau} dans notre cas) est nécessaire. Pour cela, deux plaques de verre dont les épaisseurs sont connues à $0,01 \text{ mm}$ près, respectivement égales à $e_{p1} = 18,44 \text{ mm}$ (premier échantillon de verre) et $e_{p2} = 2,12 \text{ mm}$ (deuxième échantillon de verre) sont utilisées. Le dispositif de mesure est présenté sur la Figure 2. 17. Chaque échantillon de verre, fixé à un porte échantillon, est insonifié à l'aide d'un transducteur circulaire *Ultran WS100-5*, de diamètre égal à 25 mm et de fréquence centrale 5 MHz , et le signal de l'onde réfléchiée par la première surface rencontrée est mesuré et enregistré. Le retard $\Delta t = t_2 - t_1$ entre les deux signaux est ensuite calculé. Ici, t_1 est le temps correspondant à l'amplitude maximale du signal mesuré de l'onde réfléchiée par la surface du premier échantillon de verre (le plus épais) et t_2 celui du second échantillon de verre.

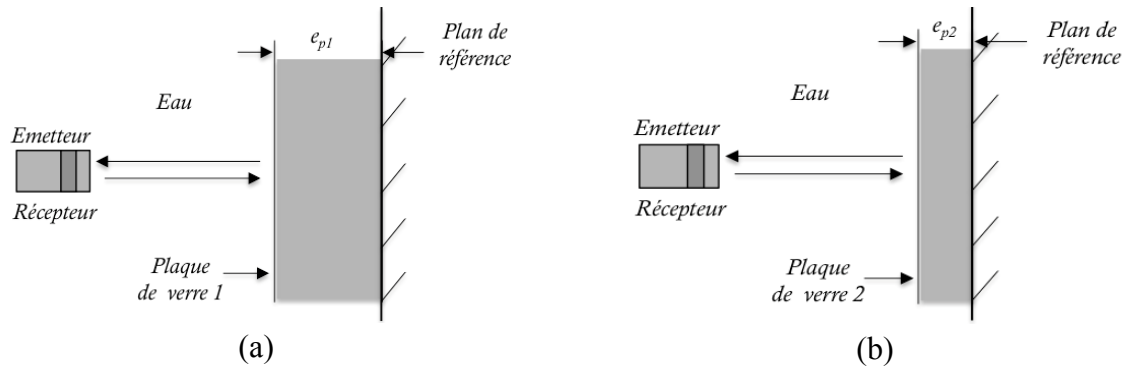


Figure 2. 17 : Dispositif utilisé pour la mesure de la célérité dans l'eau : (a) échantillon de verre d'épaisseur e_{p1} et (b) échantillon de verre d'épaisseur e_{p2}

La différence d'épaisseurs entre les deux échantillons de verre notée $\Delta e = e_{p1} - e_{p2}$ est alors utilisée pour déterminer V_{eau} :

$$V_{eau} = \frac{2\Delta e}{\Delta t} \quad (2. 16)$$

On obtient une vitesse $V_{eau} = 1482 \pm 2 \text{ m/s}$.

Une fois la vitesse V_{eau} connue, la même configuration est ensuite utilisée pour déterminer les épaisseurs moyennes des différents assemblages (tri-couche). L'échantillon de verre d'épaisseur e_{p2} est maintenant remplacé par l'assemblage tri-couche pour lequel on souhaite déterminer l'épaisseur de l'adhésif (Figure 2. 18 (b)). Comme précédemment, pour

chaque tri-couche, le signal de l'onde réfléchi par la première surface rencontrée est mesuré et enregistré et le retard $\Delta t' = t_{tricouche} - t_1$ est calculé. La différence d'épaisseurs entre les deux échantillons (tri-couche considéré et verre) est alors obtenue par :

$$\Delta h^{tricouche-verre} = \frac{\Delta t'}{2} V_{eau} \quad (2.17)$$

L'épaisseur de l'assemblage tri-couche considéré notée $h^{tricouche}$ est ensuite déduite par la relation :

$$h^{tricouche} = e_{p_1} - \Delta h^{tricouche-verre} \quad (2.18)$$

Finalement, l'épaisseur de la colle époxy (h^{epo}) au sein de l'assemblage tri-couche considéré est donnée par :

$$h^{epo} = h^{tricouche} - 2h^{alu} \quad (2.19)$$

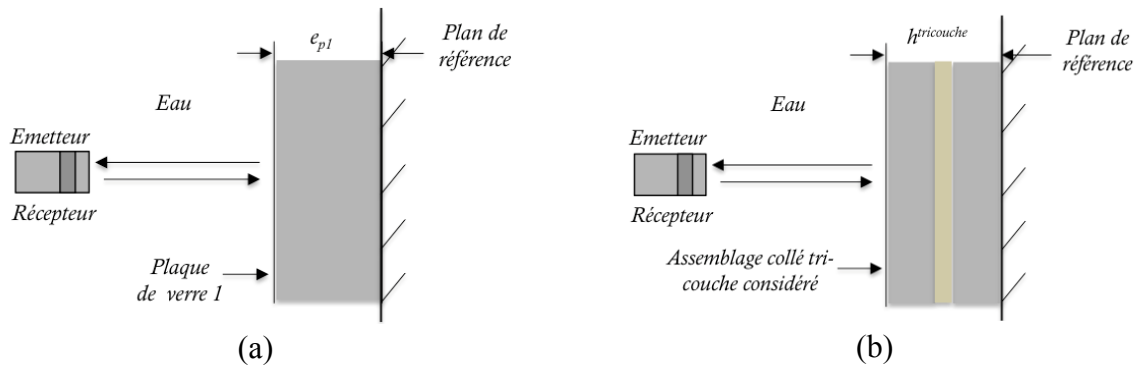


Figure 2.18 : Dispositif utilisé pour la mesure des épaisseurs des colles époxy au sein d'assemblages collés : (a) échantillon de verre d'épaisseur e_{p_1} et (b) assemblage collé tri-couche.

Avant de mesurer les épaisseurs des adhésifs époxy au sein des deux assemblages de référence, la méthode est premièrement appliquée sur une plaque de plexiglas étalon possédant une variation d'épaisseur négligeable et dont l'épaisseur moyenne est bien connue à l'avance (7,97 mm). L'objectif étant de valider la procédure de mesure d'épaisseur précédemment présentée. Les temps de vol sont mesurés en quatre points différents sur la zone insonifiée par les transducteurs et les épaisseurs correspondantes sont calculées, ainsi que leur moyenne et incertitude de mesures. Les résultats montrent que la moyenne des épaisseurs mesurées est égale à 8,02 mm, avec un écart type relatif de l'ordre de 1 % et une incertitude maximale de 3 %. On constate que la méthode de mesure est sans biais (avec une erreur relative inférieure à 1 %) et reproductible, avec un écart-type et une incertitude faibles.

Cette technique de mesure d'épaisseur étant validée, elle est maintenant utilisée pour déterminer les épaisseurs des adhésifs au sein des deux assemblages collés DSSi80 et DSSi100, sur les zones sélectionnées comme favorables pour la caractérisation par fonction de transfert. Les différences des temps de vol sont mesurées en plusieurs points et les épaisseurs correspondantes sont calculées, ainsi que la moyenne et l'écart-type. Une épaisseur moyenne d'époxy de 0,98 mm est obtenue pour l'assemblage DSSi100 et une épaisseur de 1,09 mm est obtenue pour l'assemblage DSSi80. L'écart-type relatif obtenu pour chaque échantillon est égal à 2 %, ce qui permet de vérifier que l'épaisseur de l'adhésif est relativement constante sur la zone insonifiée.

4.3.3. Modules de viscoélasticité apparents mesurés

Expérimentalement, afin d'obtenir systématiquement un meilleur accord entre les coefficients de transmission mesurés et calculés, les modules optimisés sont considérés complexes et les parties réelles et imaginaires des quatre quantités (C_{11}^{app} , C_{22}^{app} , C_{12}^{app} et C_{66}^{app} , pour le plan P_{12}) sont évaluées. Le *Tableau 2. 8* présente les valeurs des modules de viscoélasticité apparents des colles époxy mesurées sur les assemblages DSSi100 et DSSi80, ainsi que les incertitudes de mesures. On observe que les incertitudes calculées en utilisant la matrice d'insensibilité dépendent du module d'élasticité optimisé. Pour les parties réelles, la valeur maximale de l'incertitude est obtenue pour le C_{66}^{app} et est égale à 10 %. Concernant les parties imaginaires, elles sont estimées avec des incertitudes supérieures à 60 %. A cause de cette très faible précision sur leur évaluation, dans la suite de cette section, et dans tout le reste de ce chapitre, l'analyse se concentrera uniquement sur les parties réelles mesurées, à savoir sur la rigidité du joint.

Nous pouvons donc constater (*Tableau 2. 8*) que pour l'assemblage DSSi100, le C_{11}^{app} est supérieur au C_{22}^{app} de 9 % et le C_{12}^{app} est supérieur au $C_{11} - 2C_{66}^{app}$ également de 9 %. Pour l'assemblage DSSi80, le C_{11}^{app} est supérieur au C_{22}^{app} de 5 % et le C_{12}^{app} est aussi supérieur au $C_{11} - 2C_{66}^{app}$ de 5 %. Aux intervalles des incertitudes de mesures près (*Tableau 2. 8*), les modules d'élasticité apparents mesurés pour l'époxy réticulé à 80 % ou à 100 % au sein d'assemblages collés pour lesquels les interphases sont *a priori* nominales (surfaces des substrats sablées, dégraissées avec application de silane avant assemblage) peuvent être considérés comme isotropes. Ces derniers confirment la nature isotrope de la colle époxy, aux incertitudes de mesures près. Cette notion d'isotropie sera discutée par la suite (voir section 5). En outre, les modules d'élasticité apparents obtenus pour chaque assemblage DSSi100 ou

DSSi80, sont proches de ceux mesurés sur les plaques d'époxy individuelles (réticulé à 80 % ou à 100 %). En comparant les modules apparents de ces deux assemblages (DSSi100 et DSSi80), on retrouve des valeurs de modules légèrement plus faibles pour l'assemblage DSSi80, ce qui est attendu puisque la réticulation de l'adhésif n'est pas totalement aboutie, et conforme aux résultats de mesures obtenus pour les échantillons individuels (cf. *Tableau 2. 4*).

Tableau 2. 8 : Modules de viscoélasticité apparents (C_{ij}^{app}) mesurés pour des époxy au sein des deux assemblages DSSi100 et DSSi80 et incertitudes de mesures⁹

<i>Traitement de surface</i>	<i>DSSi100</i>	<i>DSSi80</i>
<i>Épaisseurs mesurées (mm)</i>	$0,98^{\pm 0,03}$	$1,09^{\pm 0,03}$
C_{11}^{app} (GPa)	$7,68^{\pm 0,05} + I 0,50$	$7,42^{\pm 0,04} + I 0,14$
C_{22}^{app} (GPa)	$7,10^{\pm 0,35} + I 0,22$	$7,05^{\pm 0,30} + I 0,22$
C_{66}^{app} (GPa)	$1,78^{\pm 0,12} + I 0,28$	$1,66^{\pm 0,10} + I 0,06$
C_{12}^{app} (GPa)	$4,57^{\pm 0,20} + I 0,16$	$4,32^{\pm 0,12} + I 0,16$

5. Influence des conditions d'interphases sur la détermination des modules d'élasticité d'une colle entre deux substrats

L'objectif est maintenant d'étudier l'effet des propriétés inter-faciales imparfaites sur la détermination des modules d'élasticité d'une couche adhésive au sein d'un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium. Comme précédemment, une étude numérique est premièrement effectuée. Ensuite, une analyse physique à partir d'un modèle statique et des expériences sont réalisées sur des assemblages collés possédant différentes propriétés inter-faciales dans le but de vérifier les phénomènes observés.

⁹ Les mesures d'épaisseurs d'adhésifs et des modules d'élasticité apparents ont également été effectuées par des stagiaires sur les deux assemblages DSSi100 et DSSi80 à adhésion nominale. Leurs résultats ont montré que les épaisseurs sont égales aux nôtres à moins de 1 % près et les modules d'élasticité apparents sont similaires aux nôtres à moins de 3 % près. Ces résultats viennent davantage conforter les nôtres et permettent ainsi de vérifier que la technique utilisée est bien reproductible.

5.1. Simulation numérique du procédé de caractérisation d'un adhésif au sein d'un assemblage collé en fonction de la qualité des interphases

5.1.1. Stratégie d'investigation

La démarche utilisée dans cette partie est identique à celle présentée à la section 4.2. Les données d'entrée sont celles présentées dans le *Tableau 2. 4* pour les modules d'élasticité et les masses volumiques. Les épaisseurs sont prises égales à 2 mm pour les substrats en aluminium et $0,998 \text{ mm}$ pour la colle. Suivant l'étape 1, nous modélisons premièrement l'assemblage collé comme une structure à 5 couches dans laquelle les interphases sont modélisées par deux couches minces isotropes d'épaisseur $h^{int} = 1 \text{ }\mu\text{m}$ telles que présentées à la *Figure 2. 14* (a). La masse volumique des deux couches minces est prise égale à celle de la colle époxy. De même que précédemment, nous n'étudions que le cas où les deux interphases présentent les mêmes propriétés mécaniques.

Pour modéliser des propriétés d'adhésion variables induites par les différents traitements de surface, les modules d'élasticité des couches d'interphases pour un niveau d'adhésion sont définis par :

$$\begin{cases} C_{11}^{int} = \alpha C_{11}^{epo} \\ C_{66}^{int} = \alpha C_{66}^{epo} \end{cases} \quad \text{avec } 0,01 \leq \alpha \leq 1 \quad (2. 20)$$

Où le paramètre α représente le niveau d'adhésion entre la couche adhésive et les substrats en aluminium.

Notons que ces relations supposent implicitement qu'une dégradation des interphases affecte de la même manière leurs propriétés mécaniques longitudinales et transversales. Bien qu'il existe dans la littérature des exemples qui montrent que cette supposition n'est pas toujours vraie [15,65], nous considérons néanmoins cette hypothèse comme un bon point de départ pour l'étude. La condition d'interphases parfaites est retrouvée pour $\alpha = 1$. Ceci correspond à la situation où les modules d'élasticité des interphases (C_{11}^{int} , C_{66}^{int}) sont égaux aux modules d'élasticité (C_{11}^{epo} et C_{66}^{epo}) de la couche d'adhésif.

La simulation de la transmission d'ondes planes à travers l'assemblage est effectuée dans le plan P_{12} pour des angles d'incidence allant de $\theta = 0^\circ$ à 35° par pas de 1° et les coefficients de transmission sont calculés. Les modules d'élasticité apparents du joint de colle sont déterminés en suivant l'étape 2.

Les deux étapes sont répétées pour chaque valeur du paramètre α (entre 0,01 et 1) de façon à dégrader progressivement les propriétés des interphases et à prédire et analyser l'influence de cette dégradation sur la caractérisation de la raideur du joint.

5.1.2. Évolution des modules apparents en fonction de la dégradation des interphases

L'évolution des modules d'élasticité apparents du joint de colle situé entre deux substrats, pour le cas d'un époxy réticulé à 80 %, en fonction du paramètre α est présentée à la Figure 2. 19. Bien évidemment, lorsque $\alpha = 1$, les modules d'élasticité apparents correspondent à ceux utilisés comme données d'entrées dans les simulations. Lorsque α diminue, on remarque une diminution de tous les modules d'élasticité apparents du joint. Un autre résultat important à noter est l'observation d'une anisotropie apparente « *anormale* » du joint qui se manifeste notamment par le C_{11}^{app} qui devient inférieur au C_{22}^{app} , mais également par la grande différence entre le C_{12}^{app} et $C_{11}^{app} - 2C_{66}^{app}$. De plus, le degré de cette anisotropie semble dépendre de la valeur de α , et donc du niveau de dégradation des interphases. Cette anisotropie apparente du joint pourrait donc être une indication de la présence d'anomalies aux interphases.

Les valeurs des modules d'élasticité apparents pour deux états d'interphases arbitrairement choisis ($\alpha = 1$ pour interphases nominales et $\alpha = 0,01$ pour les interphases dégradées) sont résumés dans le Tableau 2. 9. Pour $\alpha = 0,01$, le C_{11}^{app} est inférieur au C_{22}^{app} de 23 % et le C_{12}^{app} est supérieur au $C_{11}^{app} - 2C_{66}^{app}$ de 36 %.

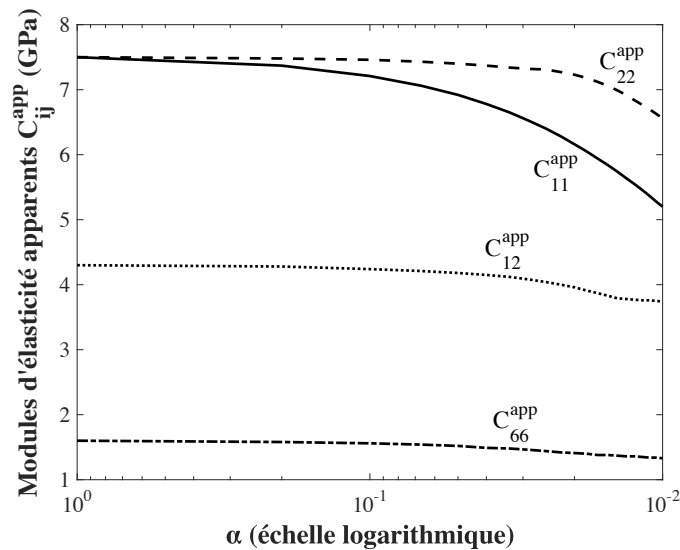


Figure 2. 19 : Évolution des modules d'élasticité apparents d'un joint (réticulé à 80 %) entre deux substrats en utilisant la simulation de la transmission d'ondes planes en fonction de l'état de dégradation des interphases α .

Afin de quantifier cette anisotropie apparente, deux paramètres adimensionnels β_1 et β_2 peuvent être introduits :

$$\begin{aligned}\beta_1 &= \frac{C_{22}^{app} - C_{11}^{app}}{C_{22}^{app}} \\ \beta_2 &= \frac{C_{12}^{app} - (C_{11}^{app} - 2C_{66}^{app})}{C_{12}^{app}}\end{aligned}\quad (2.21)$$

Le premier quantifie la différence relative entre les modules apparents C_{11}^{app} et C_{22}^{app} , et le second évalue de combien le module apparent C_{12}^{app} dévie de la relation traditionnelle d'isotropie $C_{11}^{app} - 2C_{66}^{app}$. Les évolutions de ces paramètres β_1 et β_2 en fonction de α , dans le cas d'un adhésif réticulé à 80%, sont présentées à la *Figure 2. 20*.

On observe que, commençant par une isotropie apparente manifestée par $\beta_1 = 0$ et $\beta_2 = 0$ (pour $\alpha = 1$), ces deux paramètres sont positifs et augmentent à mesure que le paramètre α diminue. Lorsque $\alpha = 0,01$ par exemple, leurs valeurs atteignent respectivement 0,23 et 0,36. Le paramètre β_2 augmente donc plus rapidement que β_1 au fur et à mesure que α diminue. Des résultats comparables sont également obtenus pour les assemblages avec des adhésifs réticulés à 100 % (*Tableau 2. 9*).

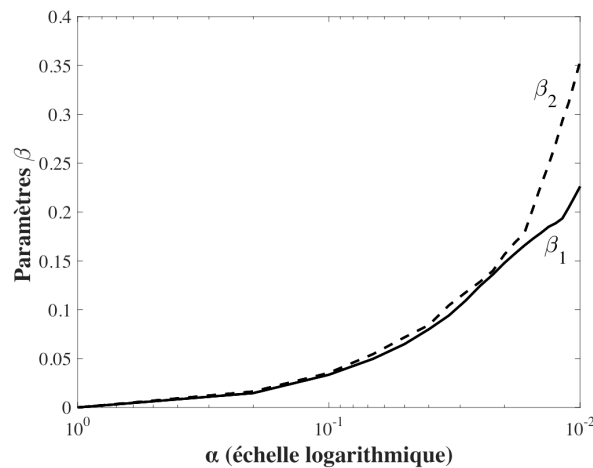


Figure 2. 20 : Simulation numérique de l'évolution des paramètres β_1 et β_2 en fonction de l'état de dégradation des interphases (les données utilisées pour l'adhésif correspondent à celles mesurées sur l'adhésif réticulé à 80 %).

Lorsque la dégradation de l'interphase est très importante (c'est-à-dire, $\alpha = 0,01$), la dégradation maximale des C_{ij}^{app} est aux alentours de 30 %. Ceci signifierait que notre

méthode pourrait ne pas permettre pas de déceler une anisotropie apparente lorsque les interphases ne sont pas suffisamment dégradées.

Dans la suite (section 5.3), des expériences de laboratoire seront réalisées sur les assemblages présentés dans le *Tableau 2. 3*, et le processus d'optimisation sera exécuté pour évaluer les modules d'élasticité apparents du joint de colle, pour les différents états d'adhésion. Les deux paramètres d'anisotropie β_1 et β_2 seront ensuite calculés à partir des C_{ij}^{app} mesurés. Cependant, comme les résultats expérimentaux sont toujours obtenus avec une certaine incertitude, une attention particulière sera portée sur les incertitudes des deux paramètres β_1 et β_2 , et l'analyse à propos d'une éventuelle anisotropie apparente du joint adhésif devra prendre en compte ces incertitudes.

Tableau 2. 9 : Exemples de modules d'élasticité apparents optimisés pour un joint adhésif (avec adhésif réticulé à 100 % ou à 80 %) pour deux niveaux d'adhésion aux interphases.

	<i>Joint réticulé à 100%</i>		<i>Joint réticulé à 80%</i>	
<i>Etats des interphases</i>	<i>Nominales</i> <i>($\alpha=1$)</i>	<i>Dégradées</i> <i>($\alpha=0,01$)</i>	<i>Nominales</i> <i>($\alpha=1$)</i>	<i>Dégradées</i> <i>($\alpha=0,01$)</i>
C_{11}^{app} (GPa)	7,80	5,41	7,50	5,20
C_{22}^{app} (GPa)	7,80	7,05	7,50	6,70
C_{66}^{app} (GPa)	1,70	1,42	1,60	1,36
C_{12}^{app} (GPa)	4,40	3,90	4,30	3,86
β_1	0	0,23	0	0,23
β_2	0	0,36	0	0,36

5.2. Analyse du phénomène d'anisotropie apparente à partir d'un modèle statique basé sur une loi des mélanges

Les simulations ultrasonores précédentes ont mis en évidence une chute de tous les modules d'élasticité d'un adhésif au sein d'un assemblage collé, associée à une anisotropie apparente lorsque les interphases sont dégradées. En régime statique, ce phénomène d'anisotropie apparente peut être interprété à partir d'une loi des mélanges. Cette approche est très similaire à celle couramment utilisée pour modéliser le comportement mécanique des

matériaux composites [151]. L'objectif de cette analyse est de déterminer analytiquement, dans le plan P_{12} , les quatre modules d'élasticité (ou éléments de la matrice de rigidité $[C]$) d'un stratifié homogène équivalent représentant un joint adhésif (C_{11}^{app} , C_{22}^{app} , C_{12}^{app} et C_{66}^{app}), en dégradant progressivement les propriétés mécaniques des interphases. Ces modules d'élasticité sont liés aux différents modules de l'ingénieur apparents (E_1^{app} , E_2^{app} , E_3^{app} , ν_{31}^{app} , ν_{13}^{app} , ν_{21}^{app} , ν_{12}^{app} , ν_{23}^{app} , ν_{32}^{app} et G_{12}^{app}), déterminés dans le repère (e_1, e_2, e_3) . Pour cela, considérons le système uniquement constitué de trois phases : le cœur même de l'adhésif, d'épaisseur h^{epo} et les deux couches minces représentant les interphases, chacune d'épaisseur h^{int} (Figure 2. 21).

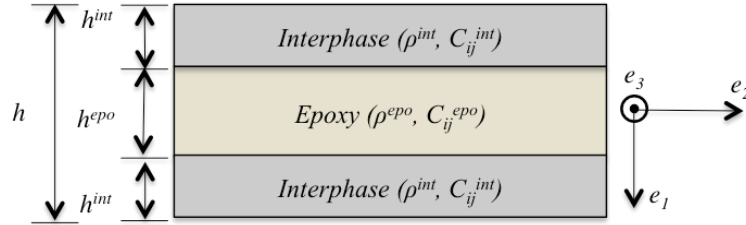


Figure 2. 21 : Géométrie du stratifié représentant le joint adhésif.

Dans un premier temps, nous commençons par calculer les modules de l'ingénieur de l'adhésif époxy et des interphases en utilisant les relations ci-dessous, valables dans le cas des matériaux isotropes :

$$\begin{aligned} E &= C_{11} - \frac{2C_{12}^2}{C_{11} + C_{12}} \\ \nu &= \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \\ G &= C_{66} \end{aligned} \quad (2. 22)$$

Les modules de l'ingénieur de l'adhésif et des interphases sont par la suite utilisés pour déterminer les modules de l'ingénieur apparents du joint.

5.2.1. Détermination des modules de l'ingénieur apparents du joint

5.2.1.1. Chargement dans la direction e_1

Lors d'un chargement dans la direction e_1 (Figure 2. 22), seule la contrainte σ_1 imposée au joint (d'épaisseur $h = h^{epo} + 2h^{int}$) est non nulle :

$$\begin{cases} \sigma_1 \neq 0 \\ \sigma_i = 0 \quad \text{si } i \neq 1 \end{cases} \quad (2.23)$$

En supposant que les contraintes aux interphases et à l'adhésif sont égales à la contrainte σ_1 imposée au joint ($\sigma_1 = \sigma_1^{epo} = \sigma_1^{int}$) et que l'allongement (Δh) du joint est égal à la somme des allongements de l'adhésif (Δh^{epo}) et des interphases ($2\Delta h^{int}$) :

$$\Delta h = \Delta h^{epo} + 2\Delta h^{int} \quad (2.24)$$

Or $\Delta h^{epo} = \varepsilon_1^{epo} h^{epo}$, $\Delta h^{int} = \varepsilon_1^{int} h^{int}$ et $\Delta h = \varepsilon_1 h$.

Les contraintes et les déformations sont liées par loi de Hooke :

$$\begin{aligned} \sigma_1 &= E_1^{app} \varepsilon_1 \\ \sigma_1^{epo} &= E^{epo} \varepsilon_1^{epo} \\ \sigma_1^{int} &= E^{int} \varepsilon_1^{int} \end{aligned} \quad (2.25)$$

L'équation (2.24) devient :

$$\frac{\sigma_1}{E_1^{app}} h = \frac{\sigma_1^{epo}}{E^{epo}} h^{epo} + 2 \frac{\sigma_1^{int}}{E^{int}} h^{int} \quad (2.26)$$

Le module d'Young apparent du joint E_1^{app} dans la direction e_1 est donc donné par :

$$E_1^{app} = \frac{E^{epo} E^{int} h}{h^{epo} E^{int} + 2h^{int} E^{epo}} \quad (2.27)$$

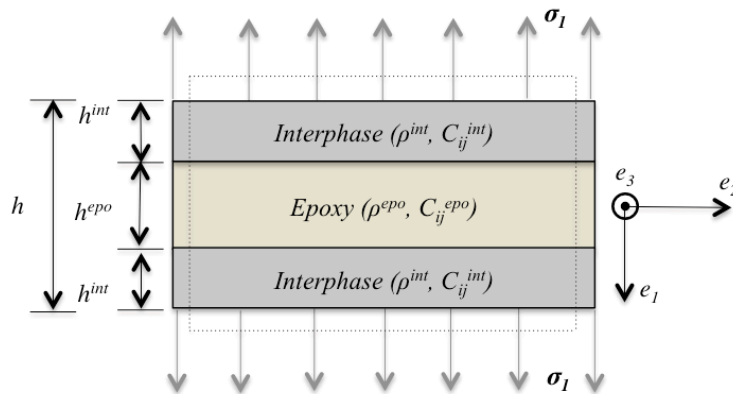


Figure 2.22 : Schéma pour le cas d'un chargement dans la direction e_1 .

5.2.1.2. Chargement dans la direction e_2

Dans le cas d'un chargement dans la direction e_2 (Figure 2. 23), seule la contrainte σ_2 imposée au joint est non nulle :

$$\begin{cases} \sigma_2 \neq 0 \\ \sigma_i = 0 \end{cases} \quad si \ i \neq 2 \quad (2. 28)$$

Dans ce cas, la contrainte moyenne σ_2 est exercée sur le joint provoque une déformation ε_2 . En supposant que les déformations dans le joint, les interphases et l'adhésif sont égales :

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_2^{epo} = \varepsilon_2^{int} \quad (2. 29)$$

Le chargement total appliqué (F^{total}) est égal à la somme de la force sur les interphases et la couche de colle :

$$F^{total} = F^{epo} + F^{int} \quad (2. 30)$$

où $F^{total} = \sigma_2 S$, $F^{epo} = \sigma_2^{epo} S^{epo}$ et $F^{int} = 2\sigma_2^{int} S^{int}$. σ_2^{epo} et σ_2^{int} représentent les contraintes dans l'époxy et les interphases, respectivement et S^{epo} et S^{int} les sections. Elles sont données par :

$$\begin{cases} S^{int} = h^{int} L \\ S^{epo} = h^{epo} L \end{cases} \quad (2. 31)$$

Avec L la largeur des plaques dans la direction e_3 . En utilisant la loi de Hooke comme précédemment, l'équation (2. 30) devient :

$$E_2^{app} \varepsilon_2 h L = E^{epo} \varepsilon_2^{epo} h^{epo} L + 2E^{int} \varepsilon_2^{int} h^{int} L \quad (2. 32)$$

Le module d'Young apparent du joint E_2^{app} dans la direction e_2 est donc donné par :

$$E_2^{app} = \frac{h^{epo} E^{epo} + 2h^{int} E^{int}}{h} \quad (2. 33)$$

Pour obtenir le coefficient de Poisson apparent, ν_{21}^{app} , de la même façon, on suppose que les déformations dans la direction e_2 sont les mêmes dans l'adhésif et les interphases et que

l'allongement du joint dans la direction e_1 est égale à la somme des allongements dans l'adhésif et les interphases. On obtient :

$$v_{21}^{app} = \frac{h^{epo} v^{epo} + 2h^{int} v^{int}}{h} \quad (2.34)$$

Les relations de symétrie du tenseur de souplesse (inverse de la matrice des rigidités) permettent d'obtenir le coefficient de Poisson apparent v_{12}^{app} :

$$v_{12}^{app} = \frac{E_1^{app}}{E_2^{app}} v_{21}^{app} \quad (2.35)$$

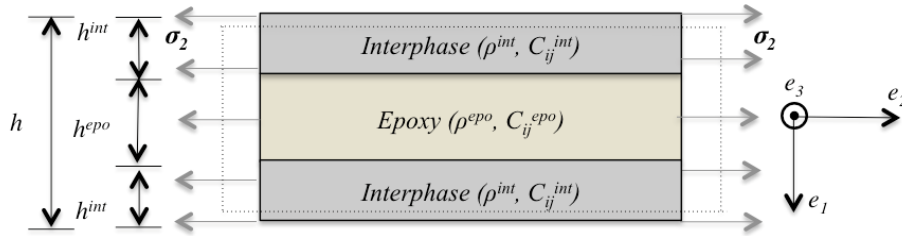


Figure 2. 23 : Schéma pour le cas d'un chargement dans la direction e_2 .

5.2.1.3. Chargement dans la direction e_3

Dans le cas d'un chargement dans la direction e_3 , seule la contrainte σ_3 est non nulle :

$$\begin{cases} \sigma_3 \neq 0 \\ \sigma_i = 0 \quad \text{si } i \neq 3 \end{cases} \quad (2.36)$$

Pour des raisons de symétrie, pour le module d'Young apparent du joint E_3^{app} et le coefficient de Poisson apparent v_{31}^{app} , les expressions sont respectivement égales à celles obtenues dans le cas d'un chargement dans la direction e_2 (E_2^{app}, v_{21}^{app}). De même que précédemment, en utilisant la symétrie de la matrice de souplesse, on obtient la relation suivante :

$$v_{31}^{app} = \frac{E_1^{app}}{E_3^{app}} v_{13}^{app} \quad (2.37)$$

Enfin, considérons le coefficient de Poisson apparent v_{32}^{app} . Pour ce dernier, il n'existe pas d'expression analytique disponible, mais l'équation semi-empirique de **Halpin-Tsai** [152]

peut être utilisée :

$$\nu_{32}^{app} = \nu^{epo} \frac{(1 + \xi \eta V_i)}{(1 + \eta V_i)} \quad (2.38)$$

Où $V_i = h^{int}/h$ et $\eta = \frac{\frac{\nu^{int}}{\nu^{epo}} - 1}{\frac{\nu^{int}}{\nu^{epo}} + \xi}$ et ξ est un paramètre qui peut être déterminé par comparaison

avec les résultats expérimentaux. Ces paramètres sont difficiles à déterminer expérimentalement dans notre cas.

Dans l'étude numérique (cf. section 5.1), nous avons choisi de dégrader des interphases en diminuant les modules d'élasticité de la même façon *via* le paramètre α . Ainsi, dans cette configuration $\nu^{int} = \frac{C_{12}^{int}}{C_{11}^{int} + C_{12}^{int}} = \nu^{epo}$ quelque soit la valeur de α , et par conséquent, la relation (2.38) conduit à $\nu_{32}^{app} = \nu^{epo}$. En outre, comme les deux modules E_2^{app} et E_3^{app} sont égaux, on a finalement $\nu_{23}^{app} = \nu_{32}^{app}$.

5.2.1.4. Chargement en cisaillement

Dans le cas d'un chargement en cisaillement (*Figure 2.24*), les contraintes de cisaillement dans l'adhésif et les interphases sont supposées égales à la contrainte τ imposée au joint. Les déformations en cisaillement dans le joint homogène équivalent, l'adhésif et les interphases s'écrivent alors respectivement :

$$\gamma = \frac{\tau}{G_{12}^{app}}, \gamma^{epo} = \frac{\tau}{G^{epo}}, \gamma^{int} = \frac{\tau}{G^{int}} \quad (2.39)$$

où γ est l'angle de cisaillement, G_{12}^{app} le module de cisaillement apparent du joint, G^{epo} et G^{int} les modules de cisaillements respectifs de l'adhésif et des interphases.

Rappelons que dans le plan P_{12} , les modules de cisaillements apparents G_{13}^{app} et G_{23}^{app} ne sont pas nécessaires pour le calcul des modules d'élasticité apparents. En supposant que l'allongement transversal ($\delta = \gamma h$) du joint est aussi égal à la somme des allongements transversaux dans l'adhésif et les interphases, on a :

$$\gamma h = \gamma^{epo} h^{epo} + 2\gamma^{int} h^{int} \quad (2.40)$$

La relation (2. 40) nous conduit à l'expression suivante pour le module de cisaillement apparent du joint :

$$G_{12}^{app} = \frac{hG^{epo}G^{int}}{h^{epo}G^{int} + 2h^{int}G^{epo}} \quad (2. 41)$$

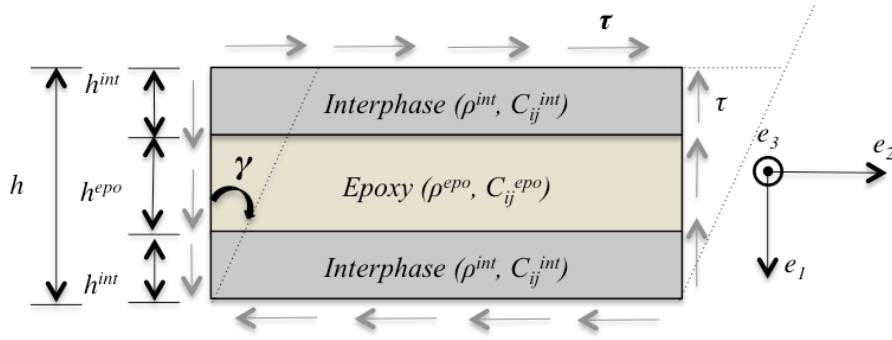


Figure 2. 24 : Schéma pour le cas d'un chargement en cisaillement.

Ces calculs montrent que si les interphases sont parfaites ($\alpha = 1$), les modules d'élasticité des interphases sont égaux à ceux de l'adhésif, et il en est de même de leurs modules d'Young. Dans ce cas, le module d'Young apparent du joint ne dépend pas de la direction considérée, et est égal au module d'Young de l'adhésif. Par contre, si les interphases sont dégradées, leurs modules d'élasticité, et par conséquent, leurs modules d'Young, E^{int} , présentent des valeurs inférieures à celles de l'interphase nominale. Dans ce cas, les modules d'Young apparents du joint diminuent, et leurs valeurs dépendent de la direction considérée : le matériau homogène équivalent est donc anisotrope.

5.2.2. Expression des modules d'élasticité apparents du joint dans la plan P_{12} à partir des modules de l'ingénieur apparents

A partir des modules de l'ingénieur apparents, le calcul des modules d'élasticité apparents du joint dans le plan P_{12} est effectué en utilisant les expressions suivantes [153] :

$$\begin{aligned}
 C_{11}^{app} &= \frac{1 - \nu_{13}^{app} \nu_{31}^{app}}{E_1^{app} E_2^{app} \Delta} \\
 C_{22}^{app} &= \frac{1 - \nu_{23}^{app} \nu_{32}^{app}}{E_2^{app} E_3^{app} \Delta} \\
 C_{12}^{app} &= \frac{\nu_{12}^{app} + \nu_{32}^{app} \nu_{13}^{app}}{E_1^{app} E_3^{app} \Delta} \\
 C_{66}^{app} &= G_{12}^{app}
 \end{aligned} \tag{2. 42}$$

$$\text{Avec } \Delta = \frac{1 - \nu_{21}^{app} \nu_{12}^{app} - \nu_{31}^{app} \nu_{13}^{app} - \nu_{32}^{app} \nu_{23}^{app} - 2\nu_{12}^{app} \nu_{31}^{app} \nu_{23}^{app}}{E_1^{app} E_2^{app} E_3^{app}}$$

La Figure 2. 25 (*en traits continus*) présente l'évolution des modules d'élasticité apparents obtenus *via* la loi des mélanges en fonction de l'état de dégradation des interphases. Comme pour le cas des simulations ultrasonores précédentes (Figure 2. 25, (*en pointillés*)), les modules d'élasticité apparents diminuent, et révèlent une anisotropie apparente lorsque interphases sont dégradées. De plus, les deux ensembles de résultats obtenus *via* le régime statique (Figure 2. 25, *en traits continus*) et les simulations ultrasonores (Figure 2. 25, *en pointillés*) sont assez proches quantitativement (moins de 5 % de différence). On observe cependant quelques légères différences sur les évolutions des modules qui peuvent être attribuées aux hypothèses faites dans le modèle statique. Une modélisation éléments finis 3D des essais mécaniques permettrait d'affiner l'analyse en prenant en compte tous les effets, notamment ceux qui sont liés aux interphases entre les couches. Cette analyse de l'anisotropie apparente par la loi des mélanges confirme qu'il s'agit bien d'une conséquence physique de la dégradation des interphases sur la caractérisation du joint adhésif.

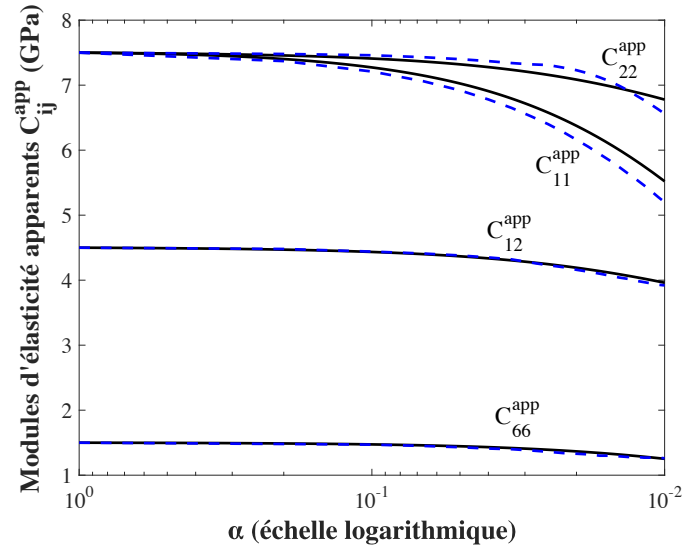


Figure 2. 25 : Evolution des modules d'élasticité apparents en fonction de l'état de dégradation des interphases (—) obtenus via un modèle statique basé sur la loi des mélanges et (---) obtenus par la méthode ultrasonore présentée à la section 5.1 (courbes identiques à la Figure 2. 19).

5.3. Caractérisation expérimentale des modules d'élasticité apparents de l'adhésif pour des échantillons à adhésion variable

L'influence des conditions d'interphases sur la détermination des modules d'élasticité d'un adhésif au sein d'un collage est maintenant étudiée expérimentalement. Pour ce faire, des mesures de coefficients de transmission sont effectuées sur les six autres assemblages décrits à la section 2.3, pour lesquels les surfaces des substrats ont été traitées de manières différentes : DSi100, DS100, DSi80 et DS80, représentant *a priori* les assemblages avec adhésion intermédiaire et D100 et D80 représentant les assemblages avec adhésion très faible. L'objectif ici est de déterminer les modules d'élasticité apparents de la couche adhésive en suivant la même procédure que celle utilisée numériquement lors des simulations. Le dispositif expérimental est le même que celui présenté à la section 4.3. Les épaisseurs des adhésifs sont mesurées sur chacun des assemblages en utilisant la technique de mesure présentée à la section 4.3.1.

Les résultats des mesures d'épaisseurs et les modules d'élasticité apparents de l'adhésif estimés pour les différents assemblages sont présentés dans le *Tableau 2. 10*. Comme précédemment, on observe que les incertitudes calculées en utilisant la matrice d'insensibilité dépendent du module d'élasticité optimisé. Ces valeurs d'incertitudes seront utilisées, pour chaque échantillon, pour calculer les incertitudes sur les paramètres d'anisotropie $\Delta\beta_1$ et $\Delta\beta_2$, en utilisant les relations suivantes [154] :

$$\begin{aligned}\Delta\beta_1 &= \sqrt{\left(\frac{\partial\beta_1}{\partial C_{11}^{app}}\right)^2 (\Delta C_{11}^{app})^2 + \left(\frac{\partial\beta_1}{\partial C_{22}^{app}}\right)^2 (\Delta C_{22}^{app})^2} \\ \Delta\beta_2 &= \sqrt{\left(\frac{\partial\beta_2}{\partial C_{11}^{app}}\right)^2 (\Delta C_{11}^{app})^2 + \left(\frac{\partial\beta_2}{\partial C_{22}^{app}}\right)^2 (\Delta C_{22}^{app})^2 + \left(\frac{\partial\beta_2}{\partial C_{12}^{app}}\right)^2 (\Delta C_{12}^{app})^2}\end{aligned}\quad (2.43)$$

A partir des paramètres d'anisotropie β_1 et β_2 et de leurs incertitudes respectives $\Delta\beta_1$ et $\Delta\beta_2$, nous pouvons proposer le critère d'anisotropie suivant : une anisotropie apparente sera considérée comme significative lorsqu'au moins un de ces paramètres β_1 ou β_2 , déduit à partir des mesures réalisées sur un assemblage donné en utilisant notre dispositif expérimental, est positif (comme observé en simulation, cf. *Figure 2. 20*) et strictement supérieur à son incertitude $\Delta\beta_1$ ou $\Delta\beta_2$.

Cas des assemblages DSSi100 et DSSi80 : Pour rappel, ce sont les assemblages de référence. On observe que pour l'assemblage DSSi100, $\beta_1 = -0,09 \pm 0,09$, $\beta_2 = 0,09 \pm 0,09$. Pour l'assemblage DSSi80, $\beta_1 = -0,05 \pm 0,05$ et $\beta_2 = 0,05 \pm 0,05$. On constate que $\beta_1 \leq \Delta\beta_1$ et $\beta_2 \leq \Delta\beta_2$. Basé sur le critère d'anisotropie précédent, les modules d'élasticité du joint mesurés pour ces deux assemblages vérifient les conditions d'isotropie.

Cas des assemblages DS100 et DS80 : Ce sont les assemblages pour lesquels le niveau d'adhésion est supposé être intermédiaire (les surfaces des substrats ont été dégraissées et sablées avant collage). Pour l'assemblage DS100, $\beta_1 = 0,03 \pm 0,07$ et $\beta_2 = 0,20 \pm 0,10$. Pour l'assemblage DS80, $\beta_1 = 0,09 \pm 0,07$ et $\beta_2 = 0,17 \pm 0,07$. Dans ces cas, malgré le fait que pour l'assemblage DS100, β_1 soit inférieur à $\Delta\beta_1$, une anisotropie apparente est observée : *via* β_2 pour le DS100 et *via* β_1 et β_2 pour le DS80.

Cas des assemblages D100 et D80 : Ils correspondent aux assemblages pour lesquels le niveau d'adhésion est supposé être très faible (les surfaces des substrats ont uniquement été dégraissées). Pour l'assemblage D100, $\beta_1 = 0,17 \pm 0,05$ et $\beta_2 = 0,28 \pm 0,08$. Pour l'assemblage D80, $\beta_1 = 0,19 \pm 0,07$ et $\beta_2 = 0,24 \pm 0,07$. Dans ces cas, les deux paramètres β_1 et β_2 sont tous les deux supérieurs à leur incertitude $\Delta\beta_1$ et $\Delta\beta_2$. Une anisotropie apparente est donc clairement observée.

Cas des assemblages DSi100 et DSi80 : Ils correspondent aux assemblages pour lesquels le niveau d'adhésion est également supposé être intermédiaire (les surfaces des substrats n'ont pas été sablées, mais dégraissées et silanisées). Pour l'assemblage DSi100, $\beta_1 = -0,06 \pm 0,06$ et $\beta_2 = 0,08 \pm 0,08$. Pour l'assemblage DSi80, $\beta_1 = -0,04 \pm 0,07$ et $\beta_2 = 0,08 \pm 0,10$. De manière surprenante, aucune anisotropie apparente n'est observée, puisque les deux paramètres β_1 et β_2 sont inférieurs à leur incertitude $\Delta\beta_1$ et $\Delta\beta_2$ et les deux valeurs obtenues pour β_1 sont négatives. En outre, on peut observer que les valeurs des modules d'élasticité apparents des adhésifs mesurés sur ces deux assemblages sont très proches de ceux obtenus pour les assemblages DSSi (que la colle soit réticulée à 80 % ou à 100 %) pour lesquels le traitement de surfaces conduisait à un niveau d'adhésion nominale. Sur la base de ces paramètres d'anisotropie et du critère proposé, les modules d'élasticité apparents mesurés pour les assemblages DSSi correspondent à un adhésif isotrope. A partir de ces observations, nous sommes tentés d'affirmer que les deux traitements de surfaces (DSi et DSSi) semblent fournir des résultats similaires, aux incertitudes de mesures près. A la section 6, nous tenterons de mesurer les caractéristiques mécaniques des interphases qui correspondent à ces deux traitements de surfaces.

Tableau 2. 10 : Épaisseurs, modules d'élasticité apparents (C_{ij}^{app}) et paramètres β_1 et β_2 mesurés pour les adhésifs époxy réticulé à 80 % et à 100 %, au sein des assemblages DSi, DS et D et incertitudes de mesures. TS pour traitements de surfaces.

TS	DSi100	DS100	D100	DSi80	DS80	D80
h^{epo} (mm)	$0,96 \pm 0,03$	$0,87 \pm 0,02$	$0,96 \pm 0,03$	$0,84 \pm 0,02$	$0,78 \pm 0,02$	$0,75 \pm 0,02$
C_{11}^{app} (GPa)	$7,77 \pm 0,04$	$6,57 \pm 0,03$	$5,70 \pm 0,07$	$7,42 \pm 0,13$	$6,23 \pm 0,07$	$5,51 \pm 0,05$
C_{22}^{app} (GPa)	$7,32 \pm 0,44$	$6,75 \pm 0,55$	$6,90 \pm 0,42$	$7,20 \pm 0,32$	$6,87 \pm 0,50$	$6,79 \pm 0,61$
C_{66}^{app} (GPa)	$1,80 \pm 0,16$	$1,56 \pm 0,15$	$1,38 \pm 0,13$	$1,67 \pm 0,12$	$1,41 \pm 0,19$	$1,26 \pm 0,11$
C_{12}^{app} (GPa)	$4,54 \pm 0,23$	$4,29 \pm 0,30$	$4,10 \pm 0,25$	$4,45 \pm 0,26$	$4,10 \pm 0,11$	$3,92 \pm 0,20$
$\beta_1 \pm \Delta\beta_1$	$-0,06 \pm 0,06$	$0,03 \pm 0,07$	$0,17 \pm 0,05$	$-0,04 \pm 0,07$	$0,09 \pm 0,07$	$0,19 \pm 0,07$
$\beta_2 \pm \Delta\beta_2$	$0,08 \pm 0,08$	$0,20 \pm 0,10$	$0,28 \pm 0,08$	$0,08 \pm 0,10$	$0,17 \pm 0,07$	$0,24 \pm 0,07$
Conclusion	Isotropie	Anisotropie	Anisotropie	Isotropie	Anisotropie	Anisotropie

Les résultats expérimentaux confirment bien ceux obtenus précédemment par des simulations numériques : lorsque les interphases sont dégradées, les modules d'élasticité apparents diminuent, mais pas dans les mêmes proportions. Une anisotropie apparente est donc observée et quantifiée *via* les paramètres β_1 et β_2 . Cette anisotropie est d'autant plus forte que les interphases sont dégradées. Le traitement de surfaces appliqué aux substrats en aluminium avant collage a donc une influence significative sur la détermination des modules d'élasticité apparents de la couche adhésive située entre les deux substrats.

Par ailleurs, des valeurs élevées d'incertitudes pourraient être obtenues si l'optimisation des modules d'élasticité était réalisée sans tenir compte de la sensibilité angulaire présentée à la section 4.1.3. Le *Tableau 2. 11* présente un exemple de valeurs pour le cas de l'assemblage DSSi100. On constate que, les incertitudes de mesures des modules d'élasticité obtenues à partir des matrices d'insensibilité pourraient avoir des conséquences sur la détectabilité de l'anisotropie apparente.

Tableau 2. 11 : Effet du choix des zones d'incidences angulaires sur les incertitudes des modules d'élasticité apparents (C_{ij}^{app}) et sur les paramètres d'anisotropie mesurés pour l'adhésif au sein de l'assemblage DSSi100.

Modules d'élasticité	Optimisation en tenant compte de la sensibilité angulaire	Optimisation sans tenir compte de la sensibilité angulaire
C_{11}^{app} (GPa)	$7,68 \pm 0,05$	$7,68 \pm 0,17$
C_{22}^{app} (GPa)	$7,10 \pm 0,35$	$7,10 \pm 0,90$
C_{66}^{app} (GPa)	$1,78 \pm 0,12$	$1,78 \pm 0,26$
C_{12}^{app} (GPa)	$4,57 \pm 0,20$	$4,57 \pm 0,60$
$\beta_1 \pm \Delta\beta_1$	$-0,09 \pm 0,09$	$-0,08 \pm 0,14$
$\beta_2 \pm \Delta\beta_2$	$0,09 \pm 0,09$	$0,10 \pm 0,17$

L'anisotropie apparente peut donc être utilisée pour révéler des faiblesses mécaniques aux interphases.

A partir des résultats expérimentaux associés aux simulations numériques, c'est-à-dire en superposant sur la *Figure 2. 19*, les valeurs centrales des modules d'élasticité apparents mesurés, on peut envisager d'évaluer le paramètre α pour les différents assemblages, et donc d'associer une valeur de α à chaque traitement de surface, c'est-à-dire, à un niveau d'adhésion. Cela permettrait de quantifier les propriétés mécaniques des interphases des différents assemblages uniquement à partir d'un seul paramètre. Pour les différents assemblages au sein

desquels l'adhésif est réticulé à 80 %, les valeurs du paramètre α sont données dans le *Tableau 2. 12*.

Tableau 2. 12 : Évaluation du niveau d'adhésion à partir du paramètre α pour les différents assemblages, déduite des résultats expérimentaux comparés aux simulations numériques présentées à la Figure 2. 19.

Époxy réticulé à 80 %			
Traitement de surfaces	DSSi80 and DSi80	DS80	D80
α	$0,25 < \alpha < 1$	$0,025 < \alpha < 0,075$	$0,01 < \alpha < 0,025$

On constate que cette manière de procéder conduit à une quantification assez peu précise des propriétés mécaniques de l'interphase. Cette imprécision s'explique par le fait que l'on suppose *a priori* que les deux modules d'élasticité d'interphases (C_{11}^{int} et C_{66}^{int}) sont affectés dans les mêmes proportions par une dégradation des interphases. Une telle hypothèse, trop restrictive, pourrait ne pas être satisfaite dans notre cas. A la section suivante, afin de relâcher cette contrainte, les propriétés mécaniques des interphases, C_{11}^{int} et C_{66}^{int} , seront optimisées individuellement.

6. Caractérisation des propriétés mécaniques d'interphases

La caractérisation d'une couche adhésive au sein d'assemblages collés nous a permis de mettre en évidence une anisotropie apparente sur les modules d'élasticité apparents mesurés, lorsque les interphases sont dégradées. De plus, une analyse basée sur la loi des mélanges a permis d'apporter une interprétation physique au phénomène d'anisotropie apparente observé. Nous avons constaté que les deux ensembles de résultats obtenus *via* le régime statique et les simulations ultrasonores sont assez proches quantitativement (moins de 5 % de différence). Une comparaison entre les simulations ultrasonores et les mesures a ensuite permis d'évaluer les propriétés mécaniques des interphases de nos différents assemblages à partir d'un seul paramètre α . Nous avons cependant supposé que cette manière d'évaluer le niveau d'adhésion aux interphases n'était pas rigoureuse.

Maintenant, afin de quantifier aussi précisément que possible les caractéristiques mécaniques des interphases, nous nous intéressons à l'évaluation des modules d'élasticité d'interphases (C_{11}^{int} et C_{66}^{int}), qui seront par la suite reliés aux raideurs d'interfaces (k_L et k_T),

habituellement utilisées dans la littérature [14,65,130,132]. Ensuite, ces modules d'interphases seront comparés aux résultats des essais mécaniques pour voir s'ils sont représentatifs du niveau d'adhésion (ou d'adhérence) pour chaque traitement de surface appliqué aux substrats. Les modules d'élasticité d'interphases sont obtenus en utilisant, comme données d'entrée pour la résolution du problème inverse, les coefficients de transmission précédemment mesurés mais, cette fois, nous supposons que les modules d'élasticité de l'adhésif sont connus. Quant aux coefficients de transmission théoriques utilisés dans ce problème inverse, ils sont maintenant calculés grâce à la méthode des matrices des raideurs [155] en modélisant l'assemblage collé comme une structure à 5 couches (voir Figure 2. 14 (a)). Outre les paramètres des substrats (épaisseurs, masses volumiques et modules d'élasticité) qui sont supposés connus, nous considérons que les modules complexes de viscoélasticité de l'adhésif sont maintenant égaux à ceux mesurés sur les deux échantillons de référence DSSi80 et DSSi100 (cf. Tableau 2. 8). Les propriétés des interphases sont, par contre, supposées être purement élastiques. Le problème inverse est ensuite résolu en utilisant cette fois un algorithme de minimisation basé sur la méthode des moindres carrés [65,104,156], pour des angles d'incidence spécifiques, choisis comme angles optimaux pour lesquels le coefficient de transmission est le plus sensible à la variation des modules d'élasticité d'interphases.

6.1. Détermination des angles optimaux pour l'évaluation des propriétés d'interphases

Afin de définir l'angle optimal pour lequel le coefficient de transmission est le plus sensible aux C_{11}^{int} et C_{66}^{int} , des simulations numériques sont réalisées en variant chacun de ces deux paramètres, en utilisant une fois de plus l'équation (2. 20) et en examinant les variations du coefficient de transmission pour une série d'angles d'incidence, sur toute la gamme de fréquences d'intérêt (0,6 – 1,5 MHz).

Pour ce faire, supposons trois niveaux d'adhésion aux interphases. Le premier est celui des interphases nominales, pour lequel les modules d'élasticité C_{ij}^{int} sont choisis égaux aux modules d'élasticité de la couche adhésive ($\alpha=1$). Pour le second niveau, les valeurs des modules d'élasticité d'interphases C_{ij}^{int} correspondantes sont prises égales aux valeurs nominales divisées par 50 ($\alpha=0,02$). Enfin, le troisième niveau de dégradation est celui pour lequel les valeurs des modules d'élasticité d'interphases C_{ij}^{int} sont prises égales aux valeurs nominales divisées par 100 ($\alpha=0,01$). Pour ces trois niveaux, les coefficients de transmission

sont calculés pour plusieurs angles d'incidence. La sensibilité du coefficient de transmission à des variations des modules d'élasticité inter-faciale pour $\theta = 0^\circ$ est présentée à la Figure 2. 26. Bien évidemment, les variations du C_{66}^{int} (Figure 2. 26 (b)) n'ont aucune influence sur le coefficient de transmission en incidence normale, alors que les variations du C_{11}^{int} (Figure 2. 26 (a)) provoquent de franches variations du coefficient de transmission. Ainsi, cet angle ($\theta = 0^\circ$) est retenu pour la détermination du module d'élasticité inter-facial C_{11}^{int} . Une fois le C_{11}^{int} optimisé, sa valeur devient une donnée d'entrée dans l'algorithme de minimisation utilisé pour estimer le module d'élasticité C_{66}^{int} à partir du coefficient de transmission mesuré sous incidence oblique.

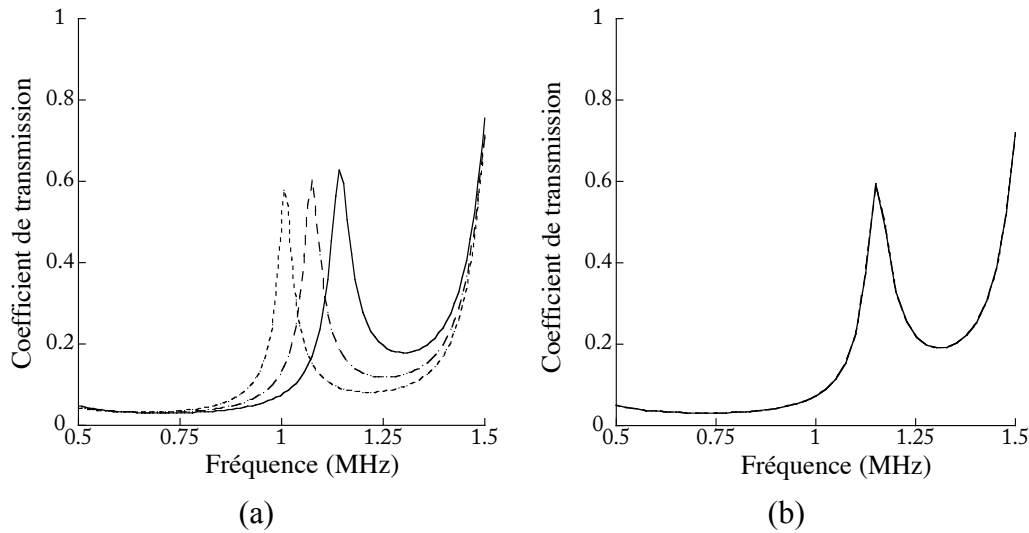


Figure 2. 26 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volume se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium sous incidence normale ($\theta = 0^\circ$) à une variation des modules d'élasticité inter-faciale. (a) (—) C_{11}^{int} et C_{66}^{int} nominaux, (---) $C_{11}^{int}/50$ et C_{66}^{int} nominal et (- - - -) $C_{11}^{int}/100$ et C_{66}^{int} nominal; (b) (—) C_{11}^{int} et C_{66}^{int} nominaux, (---) C_{11}^{int} nominal et $C_{66}^{int}/50$ et (- - - -) C_{11}^{int} nominal et $C_{66}^{int}/100$.

Pour déterminer l'angle pour lequel le coefficient de transmission est le plus sensible à la variation du module d'élasticité inter-facial C_{66}^{int} , deux valeurs extrêmes de ce module sont considérées : la valeur nominale notée C_{66n}^{int} , égale au C_{66}^{epo} de l'adhésif, et la valeur correspondant à un niveau d'adhésion très faible, notée $C_{66d}^{int} = C_{66n}^{int}/100$. La valeur du C_{11}^{int} étant maintenue égale à la valeur nominale, c'est-à-dire au module de l'adhésif C_{11}^{epo} . Pour chaque couple (C_{11n}^{int} , C_{66n}^{int}) et (C_{11n}^{int} , C_{66d}^{int}), les coefficients de transmission sont calculés pour

des angles d'incidence allant de $\theta = 1^\circ$ à $\theta = 35^\circ$. Ensuite, une fonction notée $\delta(\theta)$ est introduite. Elle est définie par :

$$\delta(\theta) = \sum_{f_{\min}^{Exp}}^{f_{\max}^{Exp}} \left(\left| T^{Th}(f, \theta, C_{11n}^{int}, C_{66n}^{int}) \right| - \left| T^{Th}(f, \theta, C_{11n}^{int}, C_{66d}^{int}) \right| \right)^2 \quad (2.44)$$

Cette fonction $\delta(\theta)$ représente pour chaque angle, la somme sur toutes les fréquences (correspondant au domaine de fréquences expérimentales) de la différence quadratique entre les deux coefficients de transmission calculés. L'angle optimal est donc celui pour lequel une valeur maximale de la fonction $\delta(\theta)$ est obtenue. Dans notre cas, l'angle optimal pour l'optimisation du C_{66}^{int} est trouvé égal (ou très proche) à $\theta = 21^\circ$ (voir Figure 2. 27 (a)). Pour cet angle d'incidence ($\theta = 21^\circ$), les coefficients de transmission sont calculés pour trois couples de valeurs de modules d'élasticité d'interphases ($C_{11}^{int}, C_{66}^{int}$), ($C_{11}^{int}, C_{66}^{int}/50$) et ($C_{11}^{int}, C_{66}^{int}/100$) en fonction de la fréquence. Ils sont présentés à la Figure 2. 27 (b). Des variations significatives sont observées sur les coefficients de transmission sous l'effet du changement du C_{66}^{int} , dans toute la plage de fréquences.

Une fois ces angles optimaux déterminés, pour obtenir des valeurs précises des modules d'interphases (C_{11}^{int} et C_{66}^{int}), la résolution d'un problème inverse est effectuée. En effet, toutes les précédentes optimisations étaient réalisées grâce au logiciel *Propag* dans lequel les méthodes du Simplex et de Newton-Raphson avaient été préalablement implémentées (voir section 1.3.1). Cependant, il s'est avéré que ce logiciel n'était plus efficace pour l'optimisation des propriétés élastiques d'une couche très mince (de l'ordre du micromètre). Ainsi une procédure de minimisation a été développée grâce au logiciel de calcul Matlab[®] afin d'estimer les paramètres d'interphases (C_{11}^{int} et C_{66}^{int}) dont l'épaisseur est prise égale à $1 \mu m$.

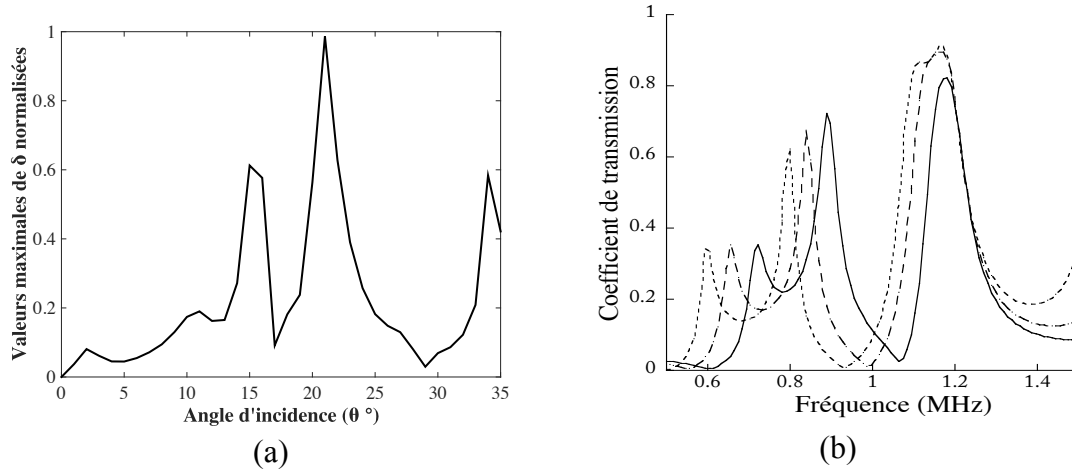


Figure 2. 27 : Prédictions numériques de (a) l'évolution de la fonction $\delta(\theta)$ en fonction de l'angle d'incidence et (b) la sensibilité du coefficient de transmission des ondes de volumes se propageant à travers un assemblage collé aluminium/époxy/aluminium à $\theta = 21^\circ$ pour trois valeurs du C_{66}^{int} : (—) C_{11}^{int} et C_{66}^{int} nominaux, (---) C_{11}^{int} nominal et $C_{66}^{int}/50$ et (- - - -) C_{11}^{int} nominal et $C_{66}^{int}/100$.

La procédure de minimisation consiste à résoudre un problème inverse basé sur la méthode des moindres carrés, habituellement utilisée dans la littérature [65,104,156]. Les fonctionnelles à minimiser $\varepsilon(C_{ij}^{int})$ sont pratiquement identiques à celle définie à l'équation (2. 14), excepté qu'il n'y a plus de sommation sur les angles d'incidence et l'optimisation du C_{11}^{int} est réalisée en incidence normale et celle du C_{66}^{int} à 21° , d'après le paragraphe précédent :

$$\begin{aligned}\varepsilon(C_{11}^{int}) &= \sum_{f_{min}^{Exp}}^{f_{max}^{Exp}} \left(\left| T^{Exp}(f, \theta_{0^\circ}) \right| - \left| T^{Th}(f, \theta_{0^\circ}, C_{11}^{int}) \right| \right)^2 \\ \varepsilon(C_{66}^{int}) &= \sum_{f_{min}^{Exp}}^{f_{max}^{Exp}} \left(\left| T^{Exp}(f, \theta_{21^\circ}) \right| - \left| T^{Th}(f, \theta_{21^\circ}, C_{66}^{int}) \right| \right)^2\end{aligned}\quad (2. 45)$$

Ces fonctions ε représentent la somme des écarts quadratiques entre les coefficients de transmissions mesurés et calculés.

Les paramètres des substrats (épaisseurs, masses volumiques, modules d'élasticité) présentés dans le *Tableau 2. 4* sont utilisés comme données d'entrées dans la routine de minimisation. Pour l'adhésif, les valeurs des modules sont prises complexes et égales à celles mesurées sur les échantillons de référence (DSSi80 ou DSSi100) quel que soit l'assemblage à caractériser (*Tableau 2. 8*). En effet, on pourrait envisager d'utiliser les modules d'élasticité mesurés sur les plaques d'époxy seules, mais rien ne nous garantit qu'au sein d'un joint de colle, les propriétés de l'adhésif soient les mêmes. Concernant les interphases, la valeur initiale attribuée au paramètre à identifier est soit la valeur du C_{11}^{epo} ou du C_{66}^{epo} de l'adhésif,

mesurée sur les échantillons de références (DSSi80 ou DSSi100). Lors de l'optimisation, ces paramètres varient, et les valeurs du C_{11}^{int} ou du C_{66}^{int} pour lesquelles les fonctionnelles $\varepsilon(C_{11}^{int})$ et $\varepsilon(C_{66}^{int})$ sont minimisées sont alors estimées.

6.2. Validation de la procédure d'inversion *via* l'estimation des propriétés d'interphases pour le cas des assemblages collés simulés à adhésion nominale

L'objectif de cette partie est de valider la procédure d'optimisation développée. A partir des paramètres initiaux choisis comme données d'entrées dans le modèle, les coefficients de transmission sont calculés en utilisant le modèle à 5 couches, sur un domaine de fréquence compris entre 0,5 et 1,5 *MHz* pour les deux angles d'incidence choisis : $\theta = 0^\circ$ pour l'optimisation du C_{11}^{int} et $\theta = 21^\circ$ pour l'optimisation du C_{66}^{int} . Ces coefficients de transmission sont considérés comme nos « données expérimentales ».

Pour un assemblage simulé en considérant les propriétés d'un adhésif réticulé à 100 % et des interphases parfaites, les modules d'élasticités C_{11}^{int} et C_{66}^{int} sont choisis égaux à 7,7 *GPa* et 1,8 *GPa*, respectivement. Les fonctionnelles $\varepsilon(C_{11}^{int})$ et $\varepsilon(C_{66}^{int})$ définies dans l'équation (2.45) sont tracées en fonction de C_{11}^{int} (pour $\theta = 0^\circ$) ou C_{66}^{int} (pour $\theta = 21^\circ$), dans des plages de valeurs choisies pour encadrer largement leurs valeurs initialement mises dans la simulation des coefficients de transmission « mesurés » (*Figure 2. 29*). Dans le cas de l'incidence normale (*Figure 2. 28 (a)*), nous pouvons remarquer qu'un minimum local de $\varepsilon(C_{11}^{int})$ existe bien pour la valeur de $C_{11}^{int} = 7,7$ *GPa*. De même, pour $\theta = 21^\circ$, un minimum local est obtenu pour la fonctionnelle $\varepsilon(C_{66}^{int})$ pour la valeur $C_{66}^{int} = 1,8$ *GPa* (*Figure 2. 28 (b)*). On observe que les valeurs de C_{11}^{int} et C_{66}^{int} optimisées sont égales aux valeurs attendues ($C_{11}^{int} = 7,7$ *GPa* et $C_{66}^{int} = 1,8$ *GPa*). Les coefficients de transmission « mesurés » et calculés avec ces valeurs optimisées sont présentés sur la *Figure 2. 29*. Un très bon accord est obtenu.

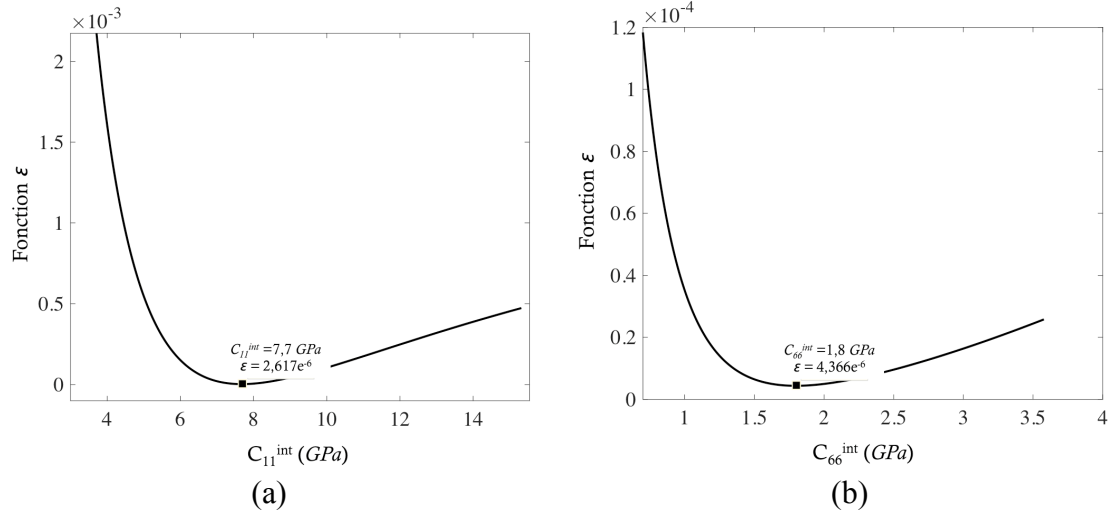


Figure 2. 28 : Evolution de la fonctionnelle ε (a) en fonction de C_{11}^{int} et (b) en fonction de C_{66}^{int} .

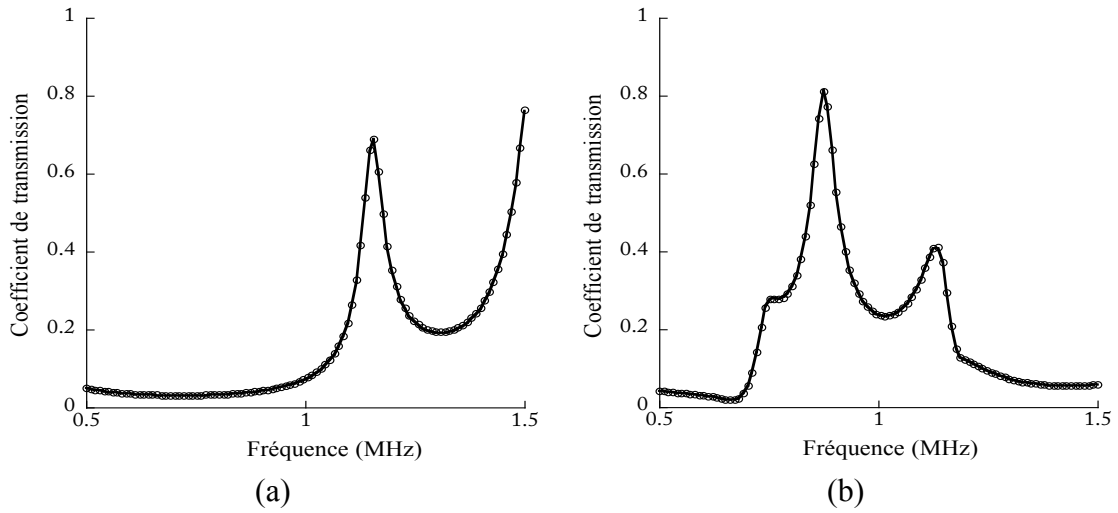


Figure 2. 29 : Coefficients de transmission (oooo) « mesurés » et (—) calculés (a) avec C_{11}^{int} optimisé pour $\theta = 0^\circ$ et (b) avec C_{66}^{int} optimisé pour $\theta = 21^\circ$.

La routine d'optimisation développée étant validée, elle est par la suite appliquée à des assemblages réels pour la détermination des propriétés mécaniques des interphases (C_{11}^{int} et C_{66}^{int}).

6.3. Estimation des propriétés d'interphases en fonction du traitement de surfaces des substrats

6.3.1. Cas des assemblages à adhésion nominale

Comme dit précédemment, les assemblages avec traitement de surface « DSSi » correspondent aux échantillons « de référence » pour lesquels le niveau d'adhésion serait le plus élevé. Expérimentalement, *via* la mesure ultrasonore des modules apparents du joint, cela se confirme bien par l'absence de l'anisotropie apparente ($\beta_1 \leq \Delta\beta_1$ et $\beta_2 \leq \Delta\beta_2$). Les modules d'élasticité des interphases pour les assemblages DSSi100 et DSSi80 vont maintenant être estimés.

Considérons le cas de l'incidence normale $\theta = 0^\circ$. Pour l'assemblage DSSi100, la quantité $\varepsilon(C_{11}^{\text{int}})$ définie dans l'équation (2. 45) est tracée en fonction de C_{11}^{int} , dans la même plage de valeurs qu'à la section 6.2 (Figure 2. 30 (a)). Dans ce cas, nous observons qu'un minimum local existe pour la valeur de $C_{11}^{\text{int}} = 5,86 \text{ GPa}$. Considérons maintenant le cas où $\theta = 21^\circ$. Un minimum local existe également et apparait pour $C_{66}^{\text{int}} = 1,64 \text{ GPa}$ (Figure 2. 30 (b)).

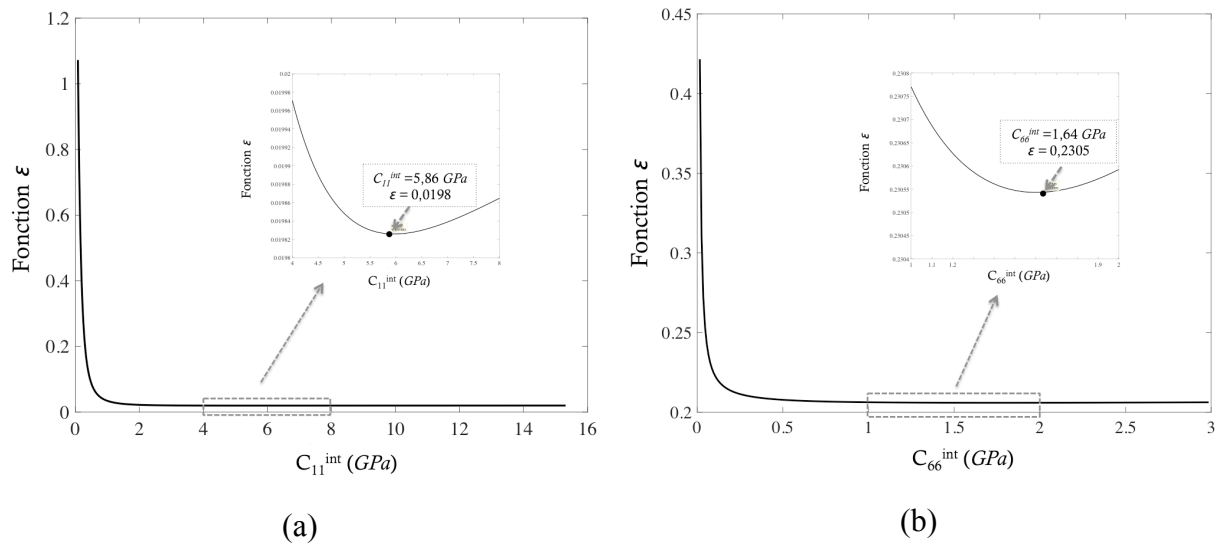


Figure 2. 30 : Évolution de ε (équation (2. 45)) en fonction de (a) C_{11}^{int} à $\theta = 0^\circ$ et (b) C_{66}^{int} à $\theta = 21^\circ$ pour l'assemblage DSSi100.

Pour l'assemblage DSSi80, les valeurs des raideurs estimées sont énumérées dans le Tableau 2. 13. On remarque que les valeurs des modules d'élasticité d'interphases obtenues pour l'assemblage DSSi80 sont légèrement plus faibles que celles de l'assemblage DSSi100 (voir Tableau 2. 13). Les valeurs des modules d'élasticité d'interphases mesurées pour les

échantillons à interphases nominales semblent donc dépendre des valeurs attribuées aux modules de l'adhésif. Ce résultat n'est pas suprenant puisque nous avons observé que pour des interphases parfaites, la routine de minimisation converge vers les valeurs des modules d'élasticité de l'adhésif. Ceci pourrait suggérer de modérer l'importance à donner aux valeurs des modules d'élasticité d'interphases mesurées sur les échantillons de référence. En conséquence, lors de la caractérisation des interphases d'un assemblage quelconque, celle-ci devrait être faite en comparant les valeurs des modules d'interphases obtenues à celles par ailleurs mesurées sur un échantillon de référence, présentant des propriétés nominales. C'est finalement cette comparaison qui permettrait d'obtenir une information quantitative sur les propriétés mécaniques des interphases, relativement à celles d'un assemblage dont les propriétés sont nominales. Néanmoins, on constate que les valeurs des modules d'interphases des deux assemblages (DSSi100 et DSSi80) sont bien du même ordre de grandeur, et même assez proches.

Pour chaque assemblage, les coefficients de transmission mesurés et calculés (après optimisation des raideurs d'interfaces) sont représentés sur la *Figure 2. 31* pour $\theta = 0^\circ$ (colonne de gauche) et pour $\theta = 21^\circ$ (colonne de droite). Un assez bon accord est obtenu, excepté quelques légères différences à certaines fréquences. Ces différences pourraient provenir soit de la viscoélasticité de l'adhésif, soit de la non prise en compte de la viscoélasticité des interphases ou encore d'erreurs de mesures du coefficient de transmission. Toutefois, il a été observé que l'effet de la prise en compte de la viscoélasticité aux interphases est négligeable et une modification de la viscoélasticité de l'adhésif entraîne un changement assez uniforme sur tout le domaine de fréquences.

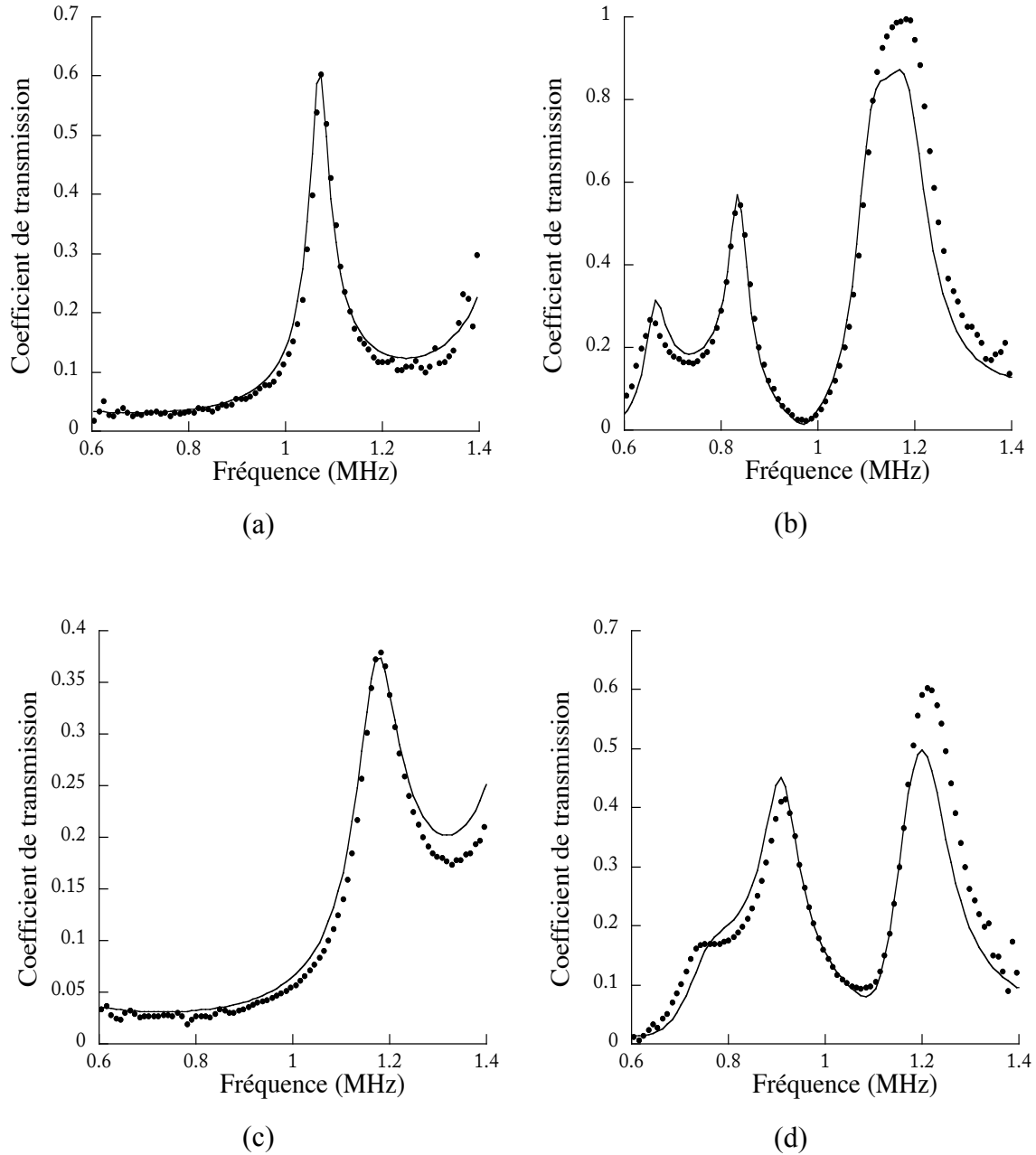


Figure 2.31 : Coefficients de transmission mesurés (•••) et calculés après optimisation des modules d'élasticité d'interphases (—) à $\theta = 0^\circ$ (a et c) et $\theta = 21^\circ$ (b et d) pour les ondes de volumes se propageant dans les assemblages DSSi80 (a et b) et DSSi100 (c et d).

6.3.2. Cas des assemblages à adhésion variable

Afin de mesurer leurs modules d'élasticité d'interphases, le processus d'optimisation est maintenant appliqué aux coefficients de transmission mesurés sur les autres assemblages (DSi, DS et D). Pour les assemblages réalisés avec un adhésif réticulé à 80 %, les coefficients de transmission mesurés et calculés (après optimisation des modules d'élasticité d'interphases) sont représentés sur la Figure 2.32 pour $\theta = 0^\circ$ (colonne de gauche) et pour

$\theta = 21^\circ$ (colonne de droite). Un assez bon accord est observé. Les valeurs des modules d'élasticité d'interphases estimées sont présentées dans le *Tableau 2. 13*. En comparant les différentes valeurs obtenues pour les différents traitements de surface, on observe une diminution globale des deux modules d'élasticité d'interphases (C_{11}^{int} et C_{66}^{int}) lorsque les interphases sont dégradées. Par exemple, pour l'assemblage DS80, on obtient le rapport suivant : $C_{11(DS80)}^{int} = C_{11(DSSi80)}^{int} / 23$ et $C_{66(DS80)}^{int} = C_{66(DSSi80)}^{int} / 16$. Pour l'assemblage D80, on a $C_{11(D80)}^{int} = C_{11(DSSi80)}^{int} / 36$ et $C_{66(D80)}^{int} = C_{66(DSSi80)}^{int} / 160$. Seuls deux modules d'élasticité sont évalués ici car on fait l'hypothèse que les interphases sont isotropes.

Tableau 2. 13 : Présentation des valeurs des modules d'élasticité d'interphases estimées pour les assemblages collés avec un adhésif réticulé à 80 % ou à 100 %.

	<i>DSSi80</i>	<i>DSi80</i>	<i>DS80</i>	<i>D80</i>	<i>DSSi100</i>	<i>DSi100</i>	<i>DS100</i>	<i>D100</i>
$C_{11}^{int} \text{ (GPa)}$	4,65	4,15	0,20	0,13	5,86	4,20	0,21	0,10
$C_{66}^{int} \text{ (GPa)}$	1,60	1,68	0,10	0,01	1,64	1,50	0,11	0,01

Ces résultats sont également confirmés pour les assemblages réalisés avec un adhésif réticulé à 100 %. Dans le cas de l'assemblage DS100, on obtient un rapport $C_{11(DS100)}^{int} = C_{11(DSSi100)}^{int} / 27$ et $C_{66(DS100)}^{int} = C_{66(DSSi100)}^{int} / 16$. Pour l'assemblage D100, on a $C_{11(D100)}^{int} = C_{11(DSSi100)}^{int} / 59$ et $C_{66(D100)}^{int} = C_{66(DSSi100)}^{int} / 164$. Les coefficients de transmission mesurés et calculés (après optimisation des modules d'élasticité d'interphases) sont présentés sur la *Figure 2. 33* pour $\theta = 0^\circ$ (colonne de gauche) et pour $\theta = 21^\circ$ (colonne de droite). Un assez bon accord est également obtenu. Ces résultats indiquent que le module transversal de l'interphase (C_{66}^{int}) diminue systématiquement beaucoup plus que le module longitudinal de l'interphase (C_{11}^{int}), lorsque les interphases ne sont pas réalisées soigneusement. Les traitements de surfaces réalisés ici n'affectent donc pas de la même façon les deux modules d'élasticité d'interphases. Ce résultat vient confirmer le fait que l'estimation des propriétés mécaniques des interphases *via* le paramètre α n'est pas justifiée (cf. équation (2. 20)).

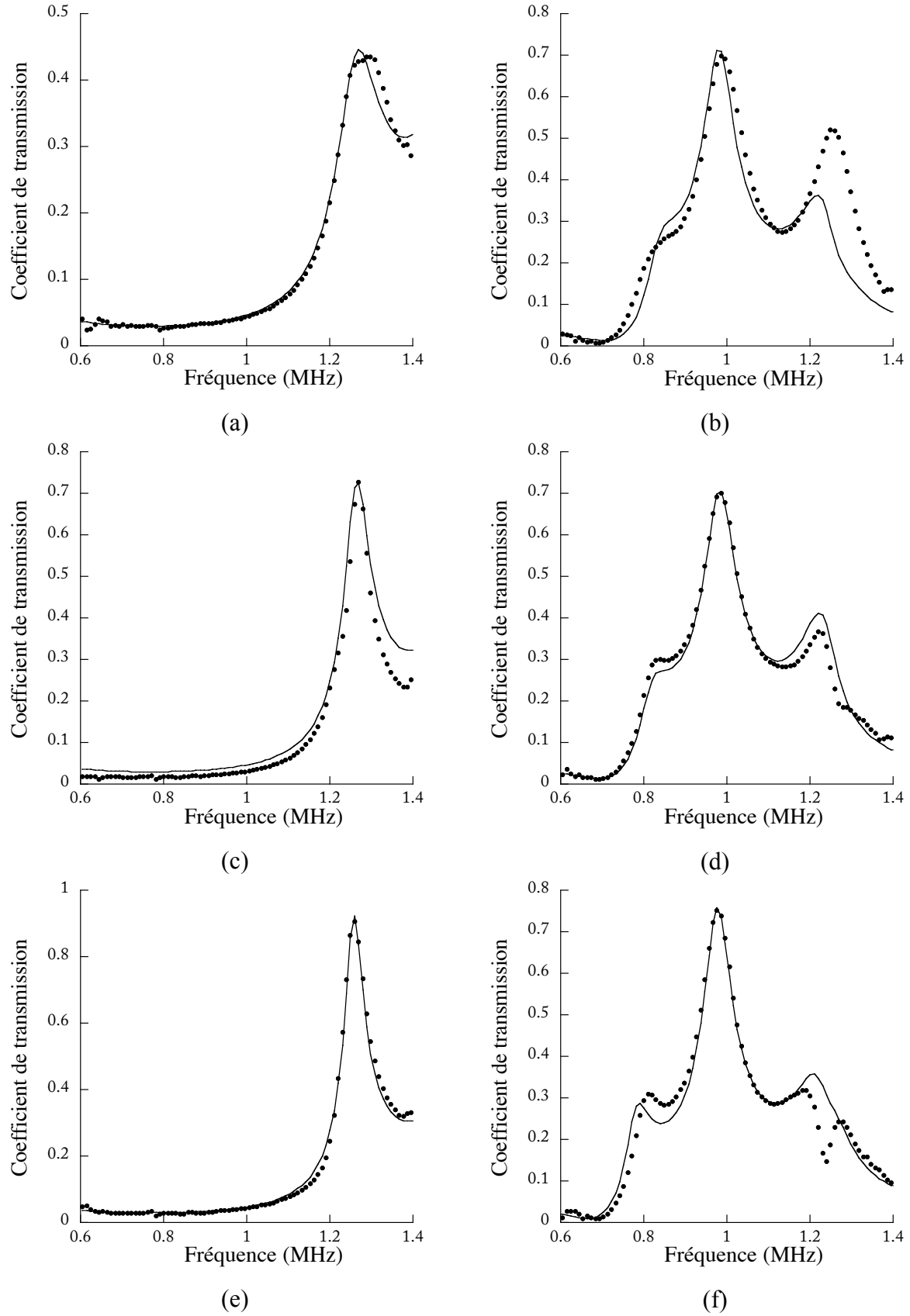


Figure 2. 32 : Coefficients de transmission mesurés (•••) et calculés après optimisation des modules d'élasticité d'interphases (—) à $\theta = 0^\circ$ (a, c et e) et $\theta = 21^\circ$ (b, d et f) pour les ondes de volume se propageant dans les assemblages DSi80 (a et b), DS80 (c et d) et D80 (e et f).

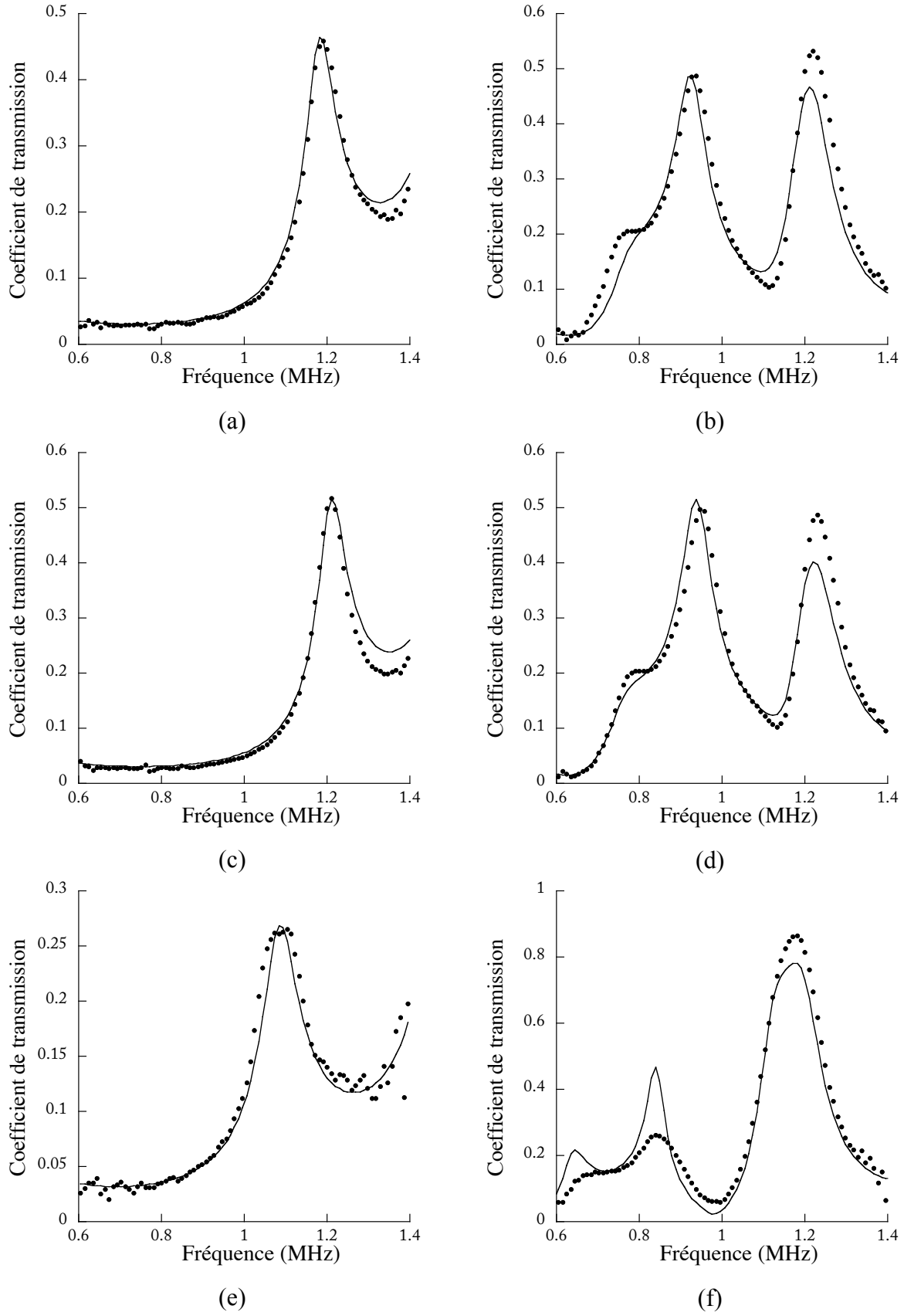


Figure 2. 33 : Coefficients de transmission mesurés (•••) et calculés après optimisation des modules d'élasticité d'interphases (—) à $\theta = 0^\circ$ (a, c et e) et $\theta = 21^\circ$ (b, d et f) pour les ondes de volume se propageant dans les assemblages DSi100 (a et b), DS100 (c et d) et D100 (e et f).

Cependant, pour les assemblages DSi (avec un adhésif réticulé à 80 % ou à 100 %), les valeurs des C_{11}^{int} et C_{66}^{int} optimisées sont proches de celles des échantillons de référence (DSSi). Ce résultat va dans le même sens que les observations faites à partir des paramètres β_1 et β_2 . Les deux traitements de surface (DSSi et DSi) semblent conduire à des qualités d'interphases similaires.

Enfin, pour un traitement de surface donné (DSSi, DS, DS ou D), des valeurs de modules d'élasticité C_{11}^{int} et C_{66}^{int} très similaires sont obtenues, que le niveau de réticulation de l'adhésif soit total ou seulement de 80 %.

6.4. Correspondance entre modules d'élasticité d'interphases et raideurs d'interfaces

Les modules d'élasticité d'interphases mesurés dans le cadre de ce travail peuvent être reliés aux raideurs d'interfaces (k_L et k_T) que l'on rencontre dans la littérature [73,132,133] par : $k_L = C_{11}^{int}/h^{int}$ et $k_T = C_{66}^{int}/h^{int}$. Comme $h^{int} = 1 \mu m$, les valeurs obtenues (en GPa) pour les modules d'élasticité d'interphases C_{11}^{int} et C_{66}^{int} correspondent directement aux valeurs des raideurs d'interfaces k_L et k_T (en $GPa/\mu m$) (voir Tableau 2. 14).

Dans les prochaines analyses, malgré le fait que les quantités qui ont été considérées dans le processus d'optimisation soient des modules d'élasticité d'interphases, nous parlerons maintenant de raideurs d'interfaces k_L et k_T . Pour une préparation optimale des surfaces des substrats, les raideurs d'interfaces sont en bons accords avec celles que l'on retrouve dans la littérature (de l'ordre de quelques PPa/m) [14,65,72,132,133]. De même, pour un état d'adhésion faible, la valeur de la raideur d'interface k_T est en bon accord avec celle qu'on peut retrouver dans la littérature [132].

A la section suivante, une comparaison est faite entre ces raideurs d'interfaces et la contrainte à la rupture mesurée à partir d'essais mécaniques réalisés sur des assemblages ayant subi les mêmes traitements de surfaces que les échantillons utilisés pour les campagnes de mesures ultrasonores. L'objectif est de vérifier si ces raideurs d'interfaces peuvent être représentatives, ou tout au moins liées, à la contrainte à la rupture de l'interphase lorsqu'elle est mécaniquement sollicitée en traction ou en cisaillement [157,158]; Nous analyserons également le lien éventuel entre la contrainte à la rupture et les traitements de surfaces appliqués aux substrats, et donc les liens entre ces traitements, nos mesures ultrasonores des raideurs et la qualité d'adhésion des joints collés [65,159].

Tableau 2. 14 : Valeurs des raideurs d'interfaces estimées pour les assemblages collés avec un adhésif réticulé à 100 % et à 80 %.

	DSSi100	DSi100	DS100	D100	DSSi80	DSi80	DS80	D80
k_L (PPa/m)	5,86	4,20	0,21	0,10	4,65	4,15	0,20	0,13
k_T (PPa/m)	1,64	1,50	0,11	0,01	1,60	1,68	0,10	0,01

7. Confrontations entre résultats d'END et d'essais destructifs

Les mesures ultrasonores précédentes ont permis de mettre en évidence les potentialités des ondes de volume à détecter des propriétés mécaniques plus faibles des interphases à travers l'évaluation des paramètres β_1 et β_2 ou encore des raideurs d'interface k_L et k_T . A notre connaissance seules quelques études [14,75,91,9,131] ont tenté de comparer des résultats d'essais mécaniques à des caractéristiques mesurées par ultrasons. Puisqu'une faible tenue mécanique et les raideurs d'interfaces sont *a priori* deux quantités distinctes liées à des phénomènes physiques différents, leur comparaison directe n'est pas évidente. Néanmoins, étant donné qu'une problématique principale en industrie est d'obtenir, à partir des techniques non-destructives, des informations qui peuvent être quantitativement reliées à la résistance mécanique de l'assemblage, il est donc important de pouvoir établir un lien entre les raideurs d'interfaces obtenues *via* les mesures ultrasonores et la contrainte à la rupture obtenue par des tests mécaniques. Dans notre projet, impliquant plusieurs partenaires, des essais mécaniques standards de type cisaillement simple (Figure 2. 34) ont été réalisés sur des joints à simple recouvrement et publiés récemment par **Galy et al** [160]. Plusieurs assemblages à simple recouvrement réalisés avec les mêmes adhésifs (réticulé à 100 % et à 80 %) ont été considérés. Les mêmes traitements de surfaces que ceux des échantillons ayant servi aux mesures ultrasonores (DSSi, DSi, DS et D) ont été appliqués aux substrats avant collage pour les éprouvettes destinées aux tests de cisaillement simple. La principale différence entre les deux séries d'assemblages est l'épaisseur de l'adhésif qui est d'environ 300 μm , alors qu'elle était d'environ 1 mm pour les assemblages utilisés pour les mesures ultrasonores.

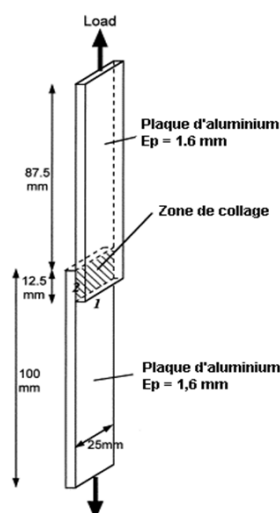


Figure 2. 34 : schéma de chargement en cisaillement simple [160].

Afin de mesurer la résistance mécanique, chaque assemblage a donc été soumis à un essai de cisaillement en traction selon la norme NF EN 2243-1, en utilisant une machine de traction universelle (MTS, Eden Prairie, MN, USA), à une vitesse de traverse constante de $0,1 \text{ mm/min}$. Pour chaque traitement de surface, les essais ont été effectués sur six assemblages réalisés dans les mêmes conditions et la moyenne des résistances mécaniques obtenues a été calculée. Ici, seuls les résultats obtenus pour les assemblages réalisés avec un adhésif réticulé à 100 % ont été sélectionnés, puisque seules des variations des propriétés inter-faciales nous intéressent. De cette manière, les valeurs des contraintes à la rupture mesurées peuvent être corrélées aux faiblesses des interphases et alors comparées aux raideurs d'interfaces obtenues *via* les mesures ultrasonores. Les valeurs moyennes de la résistance mécanique obtenues et les écarts-types correspondants sont résumées dans le *Tableau 2. 15*. Ces résultats montrent que la valeur de la résistance mécanique diminue avec le niveau de dégradation des interphases. Par exemple, entre les assemblages DSSi100 et DS100, la résistance mécanique diminue de 8 % et entre les assemblages DSSi100 et D100, elle diminue de 46 %.

Tableau 2. 15 : Présentation des valeurs des moyennes de la résistance mécanique obtenues et écart-types correspondant pour les assemblages réalisés avec adhésifs époxy réticulé à 100 % [160].

Résistance mécanique moyenne	DSSi100	DSi100	DS100	D100
$\tau \text{ (MPa)}$	$14,32 \pm 1,13$	$17,17 \pm 2,70$	$13,16 \pm 1,36$	$7,76 \pm 0,66$

Considérons premièrement l'assemblage dit « de référence » (DSSi100). Les paramètres β_1 et β_2 étaient tous les deux inférieurs à leur incertitude respective. Ainsi, d'après notre méthode ultrasonore associée au critère d'anisotropie défini, cet assemblage peut être considéré comme possédant des interphases nominales. Ce diagnostic a été confirmé par des valeurs élevées des deux raideurs d'interfaces (k_L et k_T), et est maintenant confirmé par la valeur élevée de la résistance mécanique mesurée. Considérons maintenant l'assemblage DS100 pour lequel seul β_1 était inférieur à $\Delta\beta_1$. Nous avons observé une légère anisotropie apparente *via* β_2 qui est supérieur à $\Delta\beta_2$ (Tableau 2. 10), révélant une potentielle faiblesse aux interphases. Ce diagnostic a été également confirmé par de faibles valeurs des raideurs (k_L et k_T), et est maintenant validé par une valeur de la résistance mécanique légèrement plus faible (8 %) que celle mesurée sur l'échantillon de référence. Pour le cas de l'assemblage uniquement dégraissé (D100), les deux paramètres β_1 et β_2 ont satisfait au critère d'anisotropie, ce qui correspondrait à une mauvaise préparation des surfaces des substrats. Ce diagnostic a été confirmé par de très faibles valeurs de raideurs k_L et k_T , et est maintenant confirmé par la résistance mécanique mesurée, qui est 46 % plus faible que celle mesurée sur l'échantillon de référence. Enfin, considérons le cas de l'assemblage DSi100, pour lequel les paramètres β_1 et β_2 ont, de manière un peu surprenante, tous les deux été trouvés inférieurs à leur incertitude respective, indiquant que les interphases de cet assemblage étaient proches de l'état nominal. Ce diagnostic a été confirmé par les valeurs des raideurs k_L et k_T très proches de celles de l'assemblage de référence DSSi100, et est maintenant validé par la résistance mécanique dont la valeur moyenne mesurée est même légèrement plus élevée que celle mesurée pour les assemblages de référence DSSi100.

Nous constatons que les valeurs des raideurs k_L et k_T obtenues *via* les mesures ultrasonores évoluent dans le même sens que la contrainte à la rupture mesurée par des tests mécaniques de cisaillement. Il semble donc possible d'établir un lien entre les quantités mesurées par ultrasons (k_L , k_T , β_1 , β_2) et la tenue mécanique, et par conséquent avec la qualité de l'adhésion du joint (ou niveau d'adhérence). Lorsque les valeurs des raideurs d'interfaces k_L et k_T et la contrainte à la rupture τ sont très faibles, les deux paramètres β_1 et β_2 sont plus grands que leurs incertitudes respectives $\Delta\beta_1$ et $\Delta\beta_2$, révélant ainsi une anisotropie apparente anormale de l'adhésif, causée par une adhésion très faible aux interphases. Lorsque le niveau d'adhésion est intermédiaire, on constate qu'un seul des paramètres β_1 ou β_2 est plus grand que son incertitude, et les raideurs d'interfaces (k_L et k_T) ainsi que la contrainte à la rupture τ prennent des valeurs intermédiaires. Lorsque le niveau d'adhésion est élevé, les deux paramètres β_1 et β_2 sont inférieurs à leurs incertitudes respectives, et les raideurs k_L et k_T , ainsi

que la contrainte à la rupture, sont élevées. A notre connaissance, aucun argument physique ne peut être avancé pour expliquer la corrélation entre les raideurs d'interfaces et la contrainte à la rupture. Néanmoins, l'évolution monotone observée entre ces trois ensembles de quantités montre que la résistance au cisaillement des assemblages étudiés (aluminium/adhésif/aluminium) peut être approximativement évaluée de manière non destructive, par les raideurs d'interfaces (ou les paramètres β_1 et β_2) estimées *via* les mesures ultrasonores.

Certaines limites à cette corrélation qualitative entre les mesures ultrasonores et les essais mécaniques réalisés doivent cependant être notées. Premièrement, l'épaisseur de l'adhésif n'est pas la même dans les deux lots d'assemblages (ceux destinés aux essais mécaniques et ceux utilisés pour les mesures ultrasonores). Certaines études ont montré que la résistance mécanique dépend de l'épaisseur de la couche d'adhésif [161]. Toutefois, étant donné que dans les deux cas (mesures ultrasonores et essais mécaniques), les épaisseurs des adhésifs sont à peu près constante d'une éprouvette à l'autre, les variations des quantités mesurées, qu'ils s'agissent des raideurs d'interfaces ou des contraintes à rupture peuvent raisonnablement être attribuées aux différents traitements de surface appliqués sur les différentes éprouvettes. Ainsi, les traitements de surface ayant été réalisés de manière identique pour les deux types d'éprouvettes, il est possible de comparer les variations des contraintes à rupture avec les variations des valeurs des raideurs d'interfaces et, par conséquent, d'associer ces quantités à des niveaux d'adhésion.

Une seconde remarque peut être faite à propos du type d'essais réalisés. Cet essai mécanique, s'il est couramment employé pour évaluer la contrainte à rupture, met en jeu des sollicitations mécaniques du joint qui sont une combinaison des déformations longitudinales et transversales. Il est donc *a priori* difficile de séparer ces deux mécanismes et d'affirmer que la rupture s'est produite suite à l'une de ces deux sollicitations préférentiellement. Par conséquent, il n'est pas possible de comparer la contrainte à la rupture mesurée avec la raideur d'interface transversale (k_T) seule ou la raideur longitudinale (k_L) seule. C'est la raison pour laquelle nous avons analysé nos résultats en prenant en compte à la fois avec k_L et k_T .

8. Analyses et discussions

8.1. A propos de la détectabilité de l'anisotropie apparente, des défauts cohésifs et adhésifs

Les simulations numériques précédentes (voir section 5) montrent que la dégradation des interphases induit une diminution des modules d'élasticité apparents du joint adhésif associée à une anisotropie apparente qui se manifeste à travers l'augmentation des paramètres β_1 et β_2 . Ces paramètres pourraient être utilisés comme indicateurs de la présence des défauts au niveau des interphases substrat/adhésif. Ces résultats sont confirmés par des mesures ultrasonores expérimentales. Considérons pour le moment les assemblages avec des interphases nominales (DSSi100 et DSSi80). Les modules d'élasticité apparents mesurés pour l'assemblage avec un adhésif réticulé à 80 % sont légèrement inférieurs à ceux de l'assemblage avec un adhésif réticulé à 100 %. Dans les deux cas, ces modules d'élasticité apparents correspondent à ceux d'un matériau isotrope, leurs valeurs sont proches des modules mesurés sur les plaques d'époxy prises seules (*Tableau 2. 4*) et les paramètres β_1 et β_2 sont tous les deux inférieurs à leur incertitude respective. Ainsi, lorsque les interphases sont nominales, la mesure des modules d'élasticité de la couche adhésive située entre deux substrats métalliques n'est pas biaisée. Par conséquent, s'il n'y a pas de défaut d'adhésion aux interphases, une faible cohésion dans la couche d'adhésif peut être décelée et évaluée.

Considérons maintenant les mesures effectuées sur les assemblages D (où aucun sablage ni silane n'a été appliqué, mais uniquement dégraissés). Les deux paramètres β_1 et β_2 se sont révélés être supérieurs à leur incertitude respective, ce qui signifie que l'anisotropie apparente est clairement observée lorsque l'adhésion aux interphases est fortement dégradée. Nous pouvons donc affirmer que l'absence de sablage et de silane est détectée de manière fiable. Certains travaux précédents ont également démontré que d'autres méthodes (transmission d'ondes guidées *SH* [132] ou de Lamb [162]), étaient également sensibles à l'absence de sablage.

Pour le cas des assemblages DS (dégraissés et sablés), puisqu'au moins un des paramètres β_1 ou β_2 est supérieur à son incertitude, nous pouvons affirmer qu'une anisotropie apparente est observée. La méthode semble donc être aussi sensible à la seule absence de traitement silane. À notre connaissance, aucun résultat équivalent n'a été publié. Notons que ces observations sont faites dans des conditions expérimentales spécifiques et favorables (substrats en aluminium, épaisseur de l'adhésif de 1 mm).

Enfin, considérons les mesures réalisées sur les assemblages DSi (dégraissés et silanisés, mais pas sablés). Les deux paramètres β_1 et β_2 sont inférieurs à leur incertitude respective. Ainsi, aucune anisotropie apparente n'a été observée, et les modules d'élasticité apparents mesurés correspondent à ceux d'un matériau isotrope. De plus, leurs valeurs sont proches des modules mesurés sur les assemblages de référence (DSSi). Les résultats des tests mécaniques semblent confirmer que ces deux traitements de surfaces (DSi et DSSi) conduisent à des niveaux d'adhésion élevés.

8.2. Corrélation entre traitements de surface et raideurs d'interfaces

Dans la section 6, les raideurs inter-faciales ont été estimées pour les divers traitements de surface appliqués aux substrats avant collage. Nous avons observé que, pour un même traitement de surface, que l'adhésif soit réticulé à 100 % ou à 80 %, on obtient approximativement des valeurs des raideurs d'interfaces relativement proches. Ce résultat indique que les traitements de surface ont été réalisés avec une bonne reproductibilité. En outre, il montre que l'efficacité de notre méthode ultrasonore pour la caractérisation des raideurs d'interface ne dépend pas des propriétés cohésives de la couche adhésive, tant que celles-ci sont connues et correctement prises en compte lors de la résolution du problème inverse. Aussi, les propriétés mécaniques des substrats ainsi que toutes les épaisseurs et les densités doivent être des quantités connues pour que la routine d'optimisation puisse converger vers des valeurs réalistes. Contrairement aux travaux publiés par *Baltazar et al* [65] et *Kumar et al* [14], qui supposaient que seul k_T était affectée par la dégradation des interphases, on montre que les traitements de surface utilisés dans notre étude ont une influence sur les deux raideurs d'interfaces longitudinales et transversales. De plus, ces raideurs varient en fonction du niveau d'adhésion, mais pas dans les mêmes proportions. Ce qui confirme *a posteriori* la nécessité d'utiliser ces deux paramètres pour espérer une meilleure caractérisation des interphases. On note que pour ces deux ensembles d'assemblages (avec adhésif réticulé à 80 % et à 100 %), en comparant les assemblages DSSi et D, la raideur transversale (k_T) diminue plus que la raideur longitudinale (k_L). En supposant qu'il existe une corrélation entre les raideurs d'interfaces et la contrainte à la rupture, comme mentionné dans les références [157,158], on peut penser que la résistance au cisaillement du joint est susceptible d'être plus affectée que la résistance à sa compression, par la faiblesse des interphases causée par des mauvais traitements de surface des substrats. Les essais mécaniques précédents confirment une certaine corrélation entre les raideurs d'interfaces et la résistance mécanique du joint. Concernant le cas des assemblages DSi, les valeurs estimées

des raideurs k_L et k_T sont proches de celles des assemblages de référence (DSSi). D'un point de vue « raideurs d'interfaces », on peut affirmer que les assemblages DSi possèdent des interphases nominales. Ce diagnostic a également été confirmé par la résistance mécanique qui est même légèrement supérieure à celle mesurée pour les assemblages dits « de référence ».

8.3. Considérations à propos de l'épaisseur de l'adhésif

8.3.1. Influence d'une mésestimation de l'épaisseur de l'adhésif

Dans ce paragraphe, l'influence d'une mauvaise estimation de l'épaisseur sur la détermination des modules d'élasticité de l'adhésif entre deux substrats et des paramètres β_1 et β_2 est étudiée numériquement. Les épaisseurs des substrats et de l'adhésif sont prises égales à 2 mm et 1 mm, respectivement et les modules d'élasticité et masses volumiques sont donnés dans le *Tableau 2. 4*. A la section 4.3.1, nous avons montré que notre méthode ultrasonore de mesure d'épaisseur est fiable et fournit une incertitude maximale de 3 %. Néanmoins, on peut se demander quelle serait la conséquence d'une erreur de mesure de l'épaisseur moyenne estimée sur l'anisotropie apparente observée. Pour mener à bien cette étude, nous commençons par calculer le coefficient de transmission dans les mêmes conditions que précédemment (étape 1) et en supposant que les interphases sont parfaites. Ensuite, le processus d'optimisation (étape 2) est réalisé afin d'estimer les modules d'élasticité apparents de l'adhésif, ainsi que les paramètres d'anisotropie β_1 et β_2 , mais cette fois-ci en sous-estimant ou surestimant l'épaisseur de la couche d'adhésif de 5 % (soit 0,05 mm), simulant ainsi une mauvaise connaissance de l'épaisseur. On constate qu'une sous (ou sur) estimation de 5 % de l'épaisseur de l'adhésif conduit à des changements de 10 % sur l'évaluation de certains modules d'élasticité apparents (voir *Tableau 2. 16*). La méthode proposée est donc applicable, sous réserve que l'épaisseur de l'adhésif soit mesurée précisément.

Les changements observés indiquent qu'une sous-estimation de l'épaisseur peut générer une anisotropie apparente non-négligeable, similaire à celle provoquée par une dégradation des interphases ($\beta_1 > \Delta\beta_1$ et/ou $\beta_2 > \Delta\beta_2$, cf. *Tableau 2. 16*).

Pour une surestimation de l'épaisseur, une anisotropie apparente est également observée, mais elle va cette fois dans le sens contraire à celle induite par une dégradation des interphases (C_{11}^{app} devient supérieur au C_{22}^{app}).

Ces résultats montrent que la mesure de l'épaisseur de l'adhésif doit être réalisée le plus précautionneusement possible afin d'être sûr que l'anisotropie apparente observée est bien une conséquence des dégradations des interphases seulement.

Tableau 2. 16 : Modules d'élasticité apparents optimisés et paramètres β_1 et β_2 correspondants, en sous-estimant ou surestimant l'épaisseur de l'adhésif de 5% dans un joint de colle pour lequel l'adhésion aux interphases est nominale.

Modules d'élasticité	Valeurs initiales	Sous-estimation de l'épaisseur	Surestimation de l'épaisseur
$C_{11}^{app} \text{ (GPa)}$	7,50	6,70	8,38
$C_{22}^{app} \text{ (GPa)}$	7,50	7,43	7,60
$C_{66}^{app} \text{ (GPa)}$	1,60	1,45	1,76
$C_{12}^{app} \text{ (GPa)}$	4,30	4,10	4,51
$\beta_1 \pm \Delta\beta_1$	0	$0,09 \pm 0,02$	$-0,10 \pm 0,02$
$\beta_2 \pm \Delta\beta_2$	0	$0,07 \pm 0,03$	$-0,08 \pm 0,03$

8.3.2. Application de la méthode d'évaluation au cas d'assemblages simulés ayant des épaisseurs de joints faibles

Les résultats précédents ont été obtenus pour un joint de colle d'approximativement 1 mm. Dans cette partie, le but est d'étudier numériquement comment le phénomène d'anisotropie apparente évolue lorsque l'adhésif au sein du joint est d'épaisseur plus faible. Maintenant, la stratégie décrite à la section 5 est utilisée pour estimer les modules d'élasticité apparents d'un joint de colle d'épaisseur variant de 900 à 400 μm par pas de 100 μm , située entre deux substrats en aluminium d'épaisseur 2 mm. Le domaine de fréquence est le même que précédemment, c'est-à-dire, compris entre 0,5 et 1,5 MHz. L'évolution des modules d'élasticité apparents en fonction du paramètre α (qui modélise la dégradation des interphases), pour chaque valeur d'épaisseur du joint de colle et dans le cas d'un époxy réticulé à 80 %, est présentée à la Figure 2. 35.

Lorsque $\alpha = 1$, quelque soit la valeur de l'épaisseur du joint, les modules d'élasticité apparents correspondent parfaitement à ceux utilisés comme données d'entrées dans les simulations numériques. Lorsque α diminue (dégradation des interphases), on note une diminution de tous les modules d'élasticité apparents du joint associée à une anisotropie apparente qui augmente.

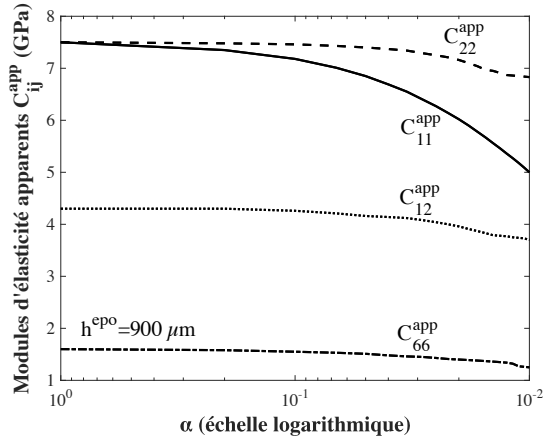
Pour un état d'adhésion très faible ($\alpha=0,01$), les paramètres estimés β_1 et β_2 , ainsi que leurs incertitudes respectives $\Delta\beta_1$ et $\Delta\beta_2$ sont présentés dans le *Tableau 2. 17* en fonction de l'épaisseur du joint. On constate que lorsque l'épaisseur du joint diminue, β_1 augmente alors que β_2 diminue. En outre, lorsque l'épaisseur du joint est inférieure à $500 \mu m$, malgré le fait que l'anisotropie apparente soit observée lorsque les interphases sont dégradées (*Figure 2. 35* (f)), on constate que la sensibilité du coefficient de transmission diminue, ce qui provoque des erreurs importantes sur les modules d'élasticité optimisés, et par conséquent, l'apparition des fluctuations. Ceci peut également s'observer sur le paramètre β_2 qui diminue brusquement et devient inférieur à son incertitude.

Une première explication à ceci pourrait être le fait que la routine d'optimisation utilisée dans ces simulations numériques n'est plus assez efficace pour converger vers des valeurs uniques des modules d'élasticité pour des joints de faibles épaisseurs. Cette diminution de sensibilité du coefficient de transmission pourrait également être attribuée au domaine de fréquence qui ne serait plus favorable lorsque l'épaisseur du joint est faible. Une étude de sensibilité aux caractéristiques du joint de colle est donc nécessaire afin d'identifier le domaine de fréquence le plus approprié à chaque épaisseur de joint. Toutefois, le résultat important ici est le fait qu'on constate que, pour des épaisseurs de joints de colle allant de $0,5$ à 1 mm , les évolutions des modules d'élasticité apparents et l'observation de l'anisotropie apparente restent vraies dans le domaine de fréquence précédemment utilisé. Cela montre le potentiel de notre méthode pour étudier des joints de colle dont l'épaisseur serait dans la gamme $[0,5-1,0] \text{ mm}$.

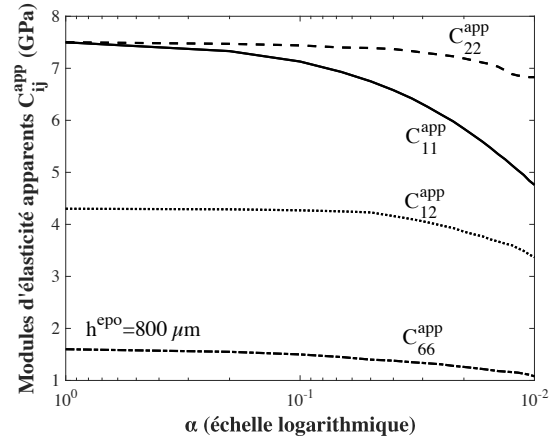
Tableau 2. 17 : Paramètres β_1 et β_2 et incertitudes $\Delta\beta_1$ et $\Delta\beta_2$ en fonction de l'épaisseur du joint pour des interphases dégradées ($\alpha=0,01$)

<i>Épaisseur du joint (h)</i>	<i>$\beta_1 \pm \Delta\beta_1$</i>	<i>$\beta_2 \pm \Delta\beta_2$</i>
<i>900 μm</i>	<i>$0,25 \pm 0,04$</i>	<i>$0,31 \pm 0,07$</i>
<i>800 μm</i>	<i>$0,27 \pm 0,05$</i>	<i>$0,30 \pm 0,07$</i>
<i>700 μm</i>	<i>$0,30 \pm 0,06$</i>	<i>$0,29 \pm 0,09$</i>
<i>600 μm</i>	<i>$0,37 \pm 0,03$</i>	<i>$0,28 \pm 0,07$</i>
<i>500 μm</i>	<i>$0,38 \pm 0,06$</i>	<i>$0,08 \pm 0,16$</i>

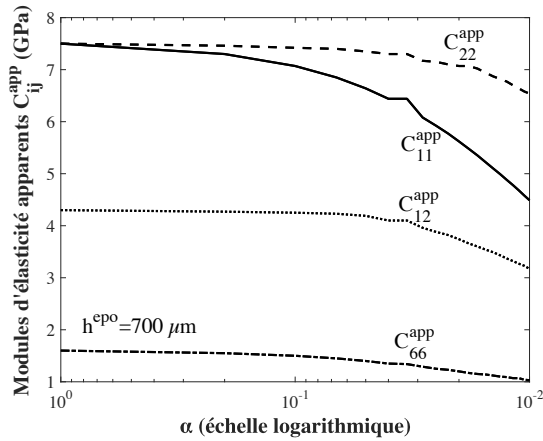
Pour des épaisseurs de joints inférieures à $0,4 \text{ mm}$, les simulations numériques du processus d'évaluation des modules apparents et coefficients β_1 et β_2 associés ont révélé une nette inefficacité de la technique, en tout cas pour des fréquences comprises entre $0,6$ et $1,5 \text{ MHz}$. Encore une fois, il faudra effectuer une étude de sensibilité complète pour tenter d'adapter le domaine de fréquence à des épaisseurs de joints très faibles (par exemple comprises entre $0,1$ et $0,3 \text{ mm}$).



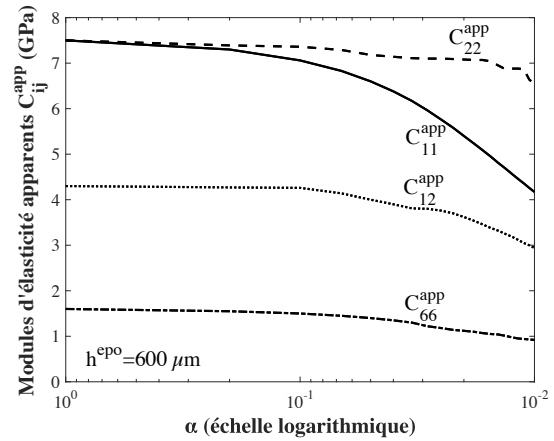
(a)



(b)



(c)



(d)

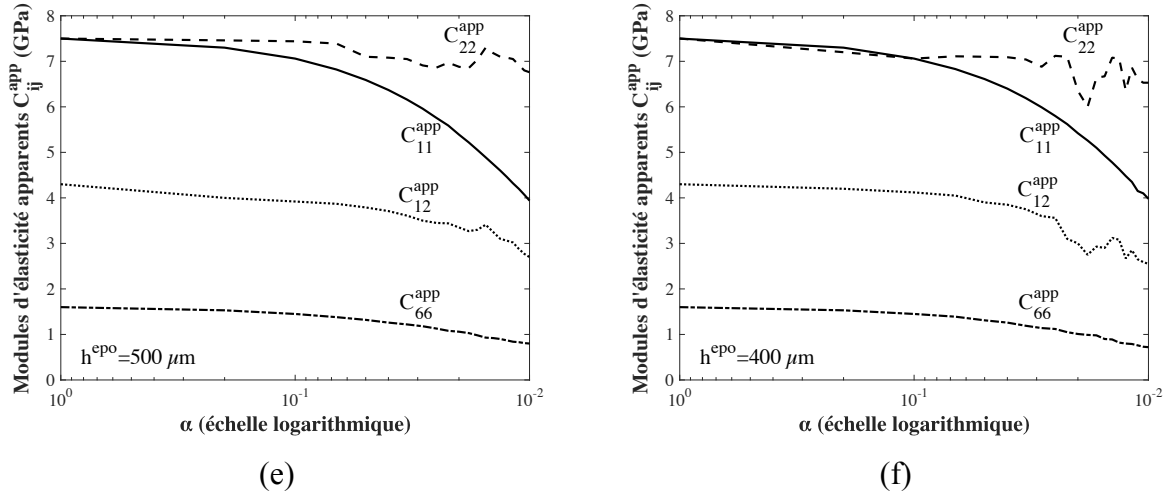


Figure 2. 35 : Évolutions des modules d'élasticité apparents d'un adhésif époxy (réticulé à 80 %) entre deux substrats en utilisant la simulation de la transmission d'ondes planes en fonction de l'état de dégradation des interphases α et de l'épaisseur de l'adhésif : (a) 900 μm , (b) 800 μm , (c) 700 μm , (d) 600 μm , (e) 500 μm et (f) 400 μm .

8.4. Applicabilité de la méthode proposée au cas d'assemblage de propriétés inconnues

Notre étude a été réalisée sur des assemblages dont la préparation (état de réticulation de l'adhésif et traitements de surfaces des substrats) est bien contrôlée. En outre, les substrats sont tous les deux isotropes, élastiques et d'épaisseur uniforme. Dans ces conditions idéales, notre méthode permet de : 1) mesurer les propriétés cohésives du joint si les interphases sont de bonne qualité, 2) qualifier le niveau d'adhésion par l'intermédiaire des deux paramètres d'anisotropie β_1 et β_2 , et 3) caractériser les propriétés mécaniques des interphases si les propriétés de l'adhésif sont connues. Considérons maintenant un « test à l'aveugle » sur un assemblage pour lequel seules les propriétés mécaniques des substrats, les masses volumiques et les épaisseurs des substrats et de l'adhésif sont connues. C'est à dire qu'aucune hypothèse n'est faite que ce soit sur les propriétés de l'adhésif ou sur la qualité des interphases. Dans une perspective d'application industrielle, un « échantillon de référence » réalisé avec un adhésif réticulé à 100 % devrait alors être disponible, et permettre de comparer les valeurs des modules d'élasticité apparents mesurées sur l'assemblage inconnu avec celles mesurées sur l'échantillon de référence.

Un premier scénario consisterait à considérer un assemblage avec un adhésif pas totalement réticulé, mais un traitement de surfaces des substrats tel que les propriétés mécaniques inter-faciales soient nominales. Dans ce cas, les deux paramètres β_1 et β_2 seraient

trouvés égaux ou très proches de zéro (*i.e.* aucune anisotropie apparente ne serait observée). La faiblesse cohésive devrait donc être détectée par des modules d'élasticité apparents mesurés inférieurs à ceux de l'échantillon de référence. Dans un second scénario, il pourrait arriver que l'adhésif soit totalement réticulé, mais les interphases dégradées. Dans ce cas, les modules d'élasticité apparents mesurés seraient inférieurs à ceux de l'échantillon de référence, mais à partir du moment où les valeurs de β_1 ou β_2 révéleraient une anisotropie apparente, la faiblesse adhésive aux interphases serait alors détectée. Considérons maintenant le pire des scénarios, pour lequel un assemblage posséderait à la fois des faiblesses cohésives et adhésives. Dans ce cas, la faiblesse cohésive serait difficile à mettre en évidence, mais, à partir du moment où l'un des deux paramètres d'anisotropie β_1 ou β_2 serait supérieur à son incertitude, la faiblesse adhésive pourrait être détectée mais sans pouvoir être quantifiée. En effet, dans une telle situation, notre méthode ne permet pas pour le moment d'évaluer simultanément les modules d'élasticité de la couche de colle et les paramètres des interphases situées entre cette couche d'adhésif et les substrats. Une limite à notre méthode est donc le fait qu'elle nécessite qu'une de ces quantités (cohésion ou adhésion) soit connue pour que l'autre puisse être quantifiée. Pour résumer, en utilisant notre méthode, à partir du moment où les paramètres d'anisotropie β_1 ou β_2 sont supérieurs à leur incertitude respective, un défaut d'adhésion peut être détecté. Cependant, concernant les défauts de cohésion, ils ne peuvent être détectés que si aucun défaut d'adhésion n'est présent dans l'assemblage.

Conclusions du chapitre

L'étude menée dans ce chapitre portait sur la caractérisation des propriétés cohésives ou adhésives des joints collés. Une méthode d'évaluation non destructive a été proposée : elle permet d'une part d'estimer les modules d'élasticité apparents du joint adhésif (les interphases entre l'adhésif et les substrats étant supposées parfaites, c'est-à-dire, avec un niveau d'adhésion nominal), et d'autre part de déterminer les raideurs d'interfaces en fonction des traitements de surface appliqués aux substrats avant collage (les propriétés de la couche d'adhésif étant supposées connues). Les deux approches supposent que toutes les propriétés (masse volumique, épaisseur et modules d'élasticité) des substrats sont connues, ainsi que l'épaisseur et la masse volumique de l'adhésif. Le potentiel de cette méthode a été examiné pour différents niveaux d'adhésion aux interphases entre l'adhésif et les substrats, à la fois par des expériences numériques avec des paramètres d'entrée bien contrôlés, et par des expériences réelles réalisées sur huit assemblages spécifiquement conçus. L'effet des

paramètres critiques, par exemple l'épaisseur du joint, sur l'efficacité de la méthode proposée a également été étudié.

Il a été montré que, si aucune hypothèse n'est faite sur l'isotropie de la couche d'adhésif, sa caractérisation, peut révéler une anisotropie apparente qui est d'autant plus prononcée que les interphases sont faibles. Cette anisotropie anormale a été mesurée pour tous les assemblages possédant des interphases dégradées, et confirmée *via* des expériences numériques. L'anisotropie apparente mesurée lorsque l'adhésion aux interphases est faible, est aussi obtenue lorsque la réticulation de l'adhésif est partielle. Dans ce cas, les modules d'élasticité apparents mesurés sont légèrement plus faibles que ceux mesurés lorsque la réticulation de l'adhésif est totale. Ceci est aussi vrai si l'adhésion aux interphases est nominale, mais dans ce cas, les modules d'élasticité mesurés satisfont au critère d'isotropie, et sont en très bon accord avec ceux mesurés sur des plaques époxy individuelles. En effet, l'anisotropie apparente n'est physiquement pas réaliste pour la colle époxy utilisée dans cette étude et sa mesure est clairement un indicateur de la faiblesse des interphases. Ce phénomène d'anisotropie a ensuite été expliqué par un modèle analytique basé sur une loi des mélanges. Notre approche ultrasonore peut donc être utilisée de manière fiable pour détecter des faiblesses aux interphases entre une couche d'adhésif et les substrats métalliques. Le niveau d'anisotropie mesuré a été quantifié *via* deux paramètres, β_1 et β_2 , et leurs incertitudes respectives. Ces paramètres sont qualifiés de paramètres d'anisotropie, qui fournissent des informations sur la qualité d'adhésion aux interphases.

Les modules d'élasticité des interphases C_{11}^{int} et C_{66}^{int} (ou raideurs d'interfaces, k_L et k_T) ont également été estimés pour les différents assemblages. Nous avons montré que les valeurs de ces propriétés d'interphases sont plus élevées lorsque l'adhésion aux interphases est nominale et qu'elles diminuent de manière significative lorsque l'adhésion aux interphases est très faible. Par ailleurs, le module transversal C_{66}^{int} (ou raideur transversale k_T) diminue systématiquement beaucoup plus que le module longitudinal C_{11}^{int} (respectivement, la raideur longitudinale k_L). En outre, les valeurs de ces propriétés d'interphases se sont révélées être très peu influencées par le niveau de réticulation de l'adhésif, mais énormément dépendantes du traitement de surfaces des substrats, et donc de la qualité de l'adhésion. Pour un niveau d'adhésion nominale, leurs valeurs se sont révélées être proches de celles que l'on peut trouver dans la littérature [65,104]. Des mesures de la contrainte à la rupture, réalisées sur des échantillons préparés dans les mêmes conditions, corroborent la chute des raideurs des interphases pour les niveaux d'adhésions faibles.

Chapitre 3 : Caractérisation des propriétés adhésives de joints collés de type simple recouvrement par transmission d'ondes de Lamb

Introduction

Au chapitre 2, en se basant sur la propagation d'ondes ultrasonores de volume, nous avons proposé une méthode d'évaluation non destructive permettant d'estimer les modules d'élasticité d'une couche adhésive au sein d'assemblages collés tri-couches, ainsi que les raideurs d'interfaces en fonction des traitements de surfaces appliqués aux substrats avant collage. Nous allons maintenant considérer d'autres assemblages dont la géométrie est représentative de celles que l'on peut trouver dans l'industrie : les assemblages à simple recouvrement. L'approche présentée au chapitre 2, basée sur une l'hypothèse que les ondes ultrasonores sont planes, implique donc que la surface insonifiée soit de dimensions assez grandes. L'autre inconvénient de la méthode précédemment présentée est qu'elle nécessite l'immersion de la pièce à contrôler. Pour ces raisons, dans ce chapitre, les possibilités offertes par les ondes guidées sont explorées.

Pour ce type d'assemblage, nous avons vu au chapitre 1 que seule la raideur transverse (k_T) est estimée dans la quasi-totalité des publications. Or, lors des sollicitations mécaniques, ces structures ne sont pas uniquement soumises à des cisaillements purs. Elles subissent aussi des déformations normales à la structure qui devraient être prises en considération. Par conséquent, la raideur transverse (k_T) n'est plus suffisante à elle seule pour bien décrire le comportement réel de l'interphase entre substrat et adhésif. Dans ce contexte, nous proposons dans ce chapitre, d'utiliser les ondes guidées de type Lamb afin d'estimer les deux paramètres d'interphases (k_L et k_T) pour des assemblages collés dont la géométrie correspond à un joint à simple recouvrement. L'objectif est d'avoir une information plus complète que les travaux antérieurs.

La méthode proposée consiste à générer les ondes de Lamb sur l'une des plaques d'aluminium, puis à les détecter sur l'autre plaque, au-delà de la zone de recouvrement. Ces ondes sont de ce fait transmises à travers la zone de recouvrement. Pour avoir une information sur la qualité des interphases, il est possible soit d'exploiter d'éventuelles variations de la forme temporelle des signaux transmis ou réfléchis (*i.e.* de leur amplitude, de leur durée) soit,

à partir des spectres de ces signaux, de mesurer les coefficients de réflexion ou de transmission. A cause des multiples réflexions donnant lieu à de multiples conversions de modes qui se produisent au niveau du joint, les signaux transmis (ou réfléchis) mesurés sont très complexes et leur comparaison quantitative avec les prédictions numériques est donc difficile. Par conséquent, il a été choisi, pour le moment, d'étudier le coefficient de transmission qui est défini comme le rapport d'amplitude du spectre du mode transmis sur celui du mode incident, tous les deux mesurés à la surface de l'échantillon.

Ce chapitre débute par la présentation des différents assemblages consacrés à cette étude. Après quelques rappels sur les ondes de Lamb, le principe de la méthode employée pour évaluer les propriétés adhésives des assemblages est présenté. Les modèles numériques qui serviront à cette évaluation sont ensuite décrits, et la comparaison entre les coefficients de transmission calculés et mesurés est réalisée pour une plaque usinée dans la masse, utilisée pour simuler un "collage parfait". Cette étape permet de valider la méthode expérimentale ainsi que le modèle utilisé. L'étude concerne ensuite les assemblages collés dont les substrats ont subi différents traitements de surface. Une étude de sensibilité numérique des coefficients de transmission aux différents paramètres de l'assemblage est effectuée, permettant de vérifier que les coefficients de transmission sont de bons candidats pour l'évaluation des raideurs d'interfaces et donc de l'adhésion. Plus précisément nous allons identifier quelles sont les conditions (fréquences et modes de Lamb générés) sont les plus favorables à cette évaluation. Les mesures ultrasonores sont comparées aux résultats des simulations numériques et les valeurs des raideurs d'interface sont alors déduites. L'influence de l'ouverture angulaire des faisceaux ultrasonores est également étudiée. Finalement une synthèse et une analyse des différents résultats sont faites.

1. Présentation des échantillons

Pour caractériser les propriétés adhésives de joints collés par transmission d'ondes de Lamb, deux assemblages de géométrie à simple recouvrement ont spécifiquement été réalisés à l'IMP de Lyon (partenaire du projet ISABEAU) à partir de substrats en aluminium et de l'adhésif époxy réticulé à 80 %, de propriétés identiques à ceux utilisés au chapitre 2. Chaque assemblage (*Figure 3. 1*) est composé de deux plaques d'aluminium de 4 mm d'épaisseur, collées avec l'adhésif époxy d'environ 0,4 mm d'épaisseur sur une longueur de recouvrement L . La longueur est choisie pour éviter d'éventuelles contributions des modes réfléchis par les

bords et l'épaisseur du joint est choisie pour se rapprocher des épaisseurs de joints de colle que l'on rencontre habituellement en industrie.

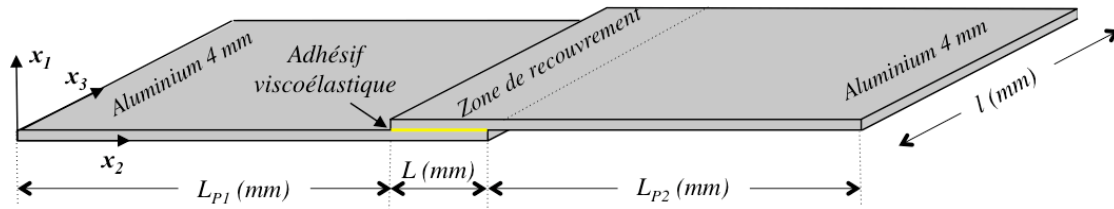


Figure 3. 1 : Géométrie et dimensions des assemblages collés à simple recouvrement utilisés.

Afin de faire varier la qualité d'adhésion, deux des traitements de surfaces utilisés au chapitre 2 (section 2.3) sont appliqués aux substrats en aluminium avant collage :

- (1) DSi pour dégraissage et application du silane, conduisant à l'échantillon de référence avec des propriétés d'adhésion nominales (cf. chapitre 2).
- et (2) D pour dégraissage uniquement (conduisant *a priori* à une très faible adhésion).

Compte tenu des épaisseurs des substrats, nous avons renoncé au traitement par sablage car il déformait les substrats et rendait difficile l'assemblage.

En outre, dans un souci de validation des procédures de mesures expérimentales et des modèles numériques développés dans cette étude, un échantillon représentant le collage parfait est utilisé. Il s'agit d'un échantillon constitué uniquement d'aluminium de géométrie similaire aux structures précédentes (Figure 3. 1) à la différence qu'il ne contient pas d'adhésif : c'est une plaque d'aluminium de 6 mm d'épaisseur, usinée dans la masse (PUM) pour prendre une géométrie du type « simple recouvrement ». La longueur de la zone de recouvrement fait 50 mm et les plaques d'aluminium en dehors de la zone de recouvrement possèdent chacune une épaisseur de 3 mm. Le Tableau 3. 1 présente la liste des différents assemblages de l'étude.

Tableau 3. 1 : Liste des différents assemblages étudiés

Nomenclature adoptée	Traitement de surfaces	L_{p1} (mm)	L_{p2} (mm)	L (mm)	l (mm)	épaisseur de l'adhésif (mm)
DSi80	Dégraissage + Silane	773,9	473,9	26,1	500	0,40
D80	Dégraissage	774,5	474,5	25,5	500	0,45
PUM	Pas d'adhésif	225	225	50,0	300	-

Les propriétés (modules de viscoélasticité et masses volumiques) des plaques en aluminium et de l'époxy, identiques à celles du chapitre 2 sauf pour la PUM, sont données dans le *Tableau 3. 2*.

Tableau 3. 2 : Caractéristiques des plaques en aluminium et de l'adhésif.

<i>Nomenclature</i>	<i>C₁₁ (GPa)</i>	<i>C₆₆ (GPa)</i>	<i>ρ (g/cm³)</i>
<i>Époxy</i>	7,5 (1+I 0,03)	1,6 (1+I 0,03)	1,16
<i>Aluminium DSi80 et D80</i>	106	26	2,76
<i>Aluminium PUM</i>	106,9	27,4	2,67

2. Les ondes de Lamb

2.1. Définitions générales

Au chapitre précédent, nous avons présenté les équations de propagation d'ondes dans un milieu infini et l'équation de Christoffel a été rappelée. Dans un solide isotrope, cette équation possède trois solutions : une onde longitudinale (ou onde de compression) de vitesse $V_L = \sqrt{C_{11}/\rho}$ et deux ondes transversales (ou ondes de cisaillement), de vitesse $V_T = \sqrt{C_{66}/\rho}$. L'une est appelée onde SV (pour « *Shear Vertical* » en anglais) et l'autre onde SH (pour « *Shear Horizontal* » en anglais).

Considérons maintenant le cas d'un milieu élastique de propagation borné par deux surfaces parallèles infinies, c'est-à-dire une plaque isotrope d'épaisseur h placée dans le vide (*Figure 3. 2*). Dans ce cas, les ondes longitudinales et transversales (SV) se réfléchissent indéfiniment, successivement sur l'une puis l'autre face de la plaque et se superposent pour former des ondes de Lamb (*Figure 3. 2*). Ces ondes ont été découvertes par **Lamb** [163] vers les années 1900. Si l'on considère le repère introduit sur la *Figure 3. 2*, la direction de propagation étant confondue avec l'axe x_2 , en faisant l'hypothèse d'onde plane, rendant le problème invariant par translation suivant x_3 , le déplacement associé à une onde de Lamb s'écrit comme la superposition d'un déplacement normal à la plaque (suivant x_1 , noté u_1) et d'un déplacement orienté suivant la direction de propagation, noté u_2 (équation (3. 1)).

$$\vec{U}(x_1, x_2, t) = (\vec{u}_1(x_1) + \vec{u}_2(x_1)) e^{I(\omega t - kx_2)} \quad (3. 1)$$

où k est le nombre d'onde de l'onde de Lamb dans la direction de propagation et $I^2 = -1$.

Les ondes de Lamb constituent des modes de résonance de l'épaisseur du guide et sont polarisées dans le plan de propagation contenant la normale à la surface du guide et la direction de propagation. Elles peuvent se propager sur de très longues distances (jusqu'à quelques centaines de mètres, selon la nature du mode, le matériau et la fréquence), en produisant des déplacements et des contraintes dans toute l'épaisseur de la plaque [164].

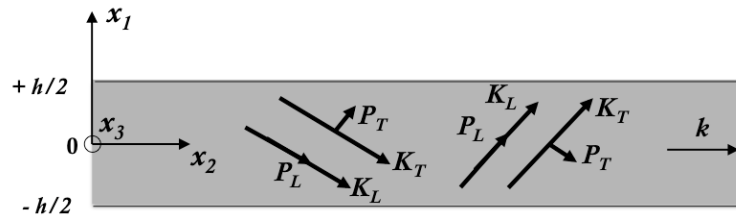


Figure 3. 2 : Propagation d'ondes de Lamb dans une plaque isotrope. P_L et P_T sont les polarisations des ondes longitudinales et transversales.

Il existe deux familles de modes de Lamb susceptibles de se propager dans une plaque, suivant que les surfaces de la plaque vibrent respectivement de façon symétrique ou antisymétrique par rapport au plan médian : les ondes de Lamb symétriques et antisymétriques.

Les composantes des déplacements u_1 et u_2 s'écrivent [134] :

$$\begin{cases} u_1(x_1) = -pB \sin(px_1 + \alpha) + ikA \sin(qx_1 + \alpha) \\ u_2(x_1) = -ikB \cos(px_1 + \alpha) + qA \cos(qx_1 + \alpha) \end{cases} \quad (3.2)$$

où $p^2 = \frac{\omega^2}{V_L^2} - k^2$ et $q^2 = \frac{\omega^2}{V_T^2} - k^2$ les composantes transverses des nombres d'ondes de l'onde

longitudinale et SV , $K_L^2 = \frac{\omega^2}{V_L^2}$ et $K_T^2 = \frac{\omega^2}{V_T^2}$ et A et B des constantes.

Lorsque $\alpha=0$, la composante du déplacement longitudinale engendré u_2 est une fonction paire de x_1 et la composante transversale u_1 est une fonction impaire de x_1 : le mode est dit symétrique. Lorsque $\alpha=\pi/2$, la composante longitudinale u_2 est une fonction impaire de x_1 et la composante transversale u_1 est une fonction paire de x_1 : le mode est dit antisymétrique.

La Figure 3. 3 présente un exemple de distributions des champs de déplacements des deux premiers modes de Lamb (le premier mode symétrique S_0 et le premier mode antisymétrique A_0) dans l'épaisseur d'une plaque d'aluminium de 4 mm. Comme nous pouvons l'observer,

pour le mode S_0 (Figure 3. 3 (a)), de part et d'autre du plan médian de la plaque, les composantes longitudinales (u_2) sont égales et les composantes transversales (u_1) sont de signes opposés. *A contrario*, pour le mode A_0 (Figure 3. 3 (b)), les composantes transversales (u_1) sont égales et les composantes longitudinales (u_2) sont de signes opposés. Notons que les champs de déplacements présentés à la Figure 3. 3 sont normalisés en puissance [165].

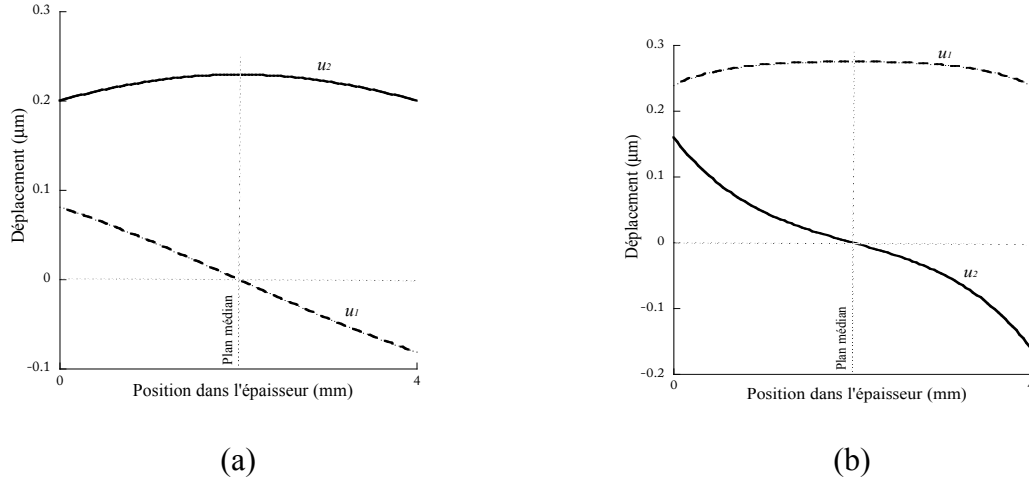


Figure 3. 3 : Distribution dans l'épaisseur du champ de déplacement d'une plaque d'aluminium de 4 mm : (a) mode S_0 et (b) mode A_0 à 275 kHz.

2.2. Courbes de dispersion

La prise en compte des conditions de contraintes nulles sur les surfaces de la plaque permet d'établir les équations de dispersion des ondes de Lamb [134] :

Pour les modes symétriques :

$$\frac{\tan(qh/2)}{\tan(ph/2)} + \frac{4k^2 pq}{(q^2 - k^2)} = 0 \quad (3. 3)$$

Pour les modes antisymétriques :

$$\frac{\tan(qh/2)}{\tan(ph/2)} + \frac{(q^2 - k^2)}{4k^2 pq} = 0 \quad (3. 4)$$

Ces relations permettent de représenter le nombre d'onde k en fonction de la fréquence. On appelle ces courbes les courbes de dispersion.

A titre d'exemple, la Figure 3. 4 (a) présente l'évolution des nombres d'ondes en fonction de la fréquence, des modes de Lamb, pour une plaque d'aluminium de 4 mm d'épaisseur, dont

les propriétés (masse volumique et modules élastiques) sont celles mesurées sur les plaques utilisées dans ce travail (Tableau 3. 2). Sur ces courbes on retrouve les différents modes symétriques (S_0 , S_1 , S_2) et antisymétriques (A_0 , A_1 , A_2). Ainsi, pour une fréquence donnée, on constate que plusieurs modes sont susceptibles de se propager. Les deux premiers modes d'ordre zéro (A_0 et S_0), ne présentent pas de fréquences de coupure, contrairement aux modes symétriques et antisymétriques d'ordres supérieurs.

A la manière des ondes longitudinales et transversales se propageant dans le volume d'un solide, ces différents modes ne se propagent pas à la même vitesse. Les expressions de la vitesse de phase et de la vitesse de groupe (lorsque les pertes d'énergie, par effets viscoélastiques ou par rayonnement dans le milieu environnant sont négligées) sont données par :

$$V_{ph} = \omega / k \quad (3. 5)$$

$$V_g = \partial \omega / \partial k \quad (3. 6)$$

Pour un mode donné, contrairement aux ondes de volume, la vitesse de phase et la vitesse de groupe ne sont pas égales et toutes deux sont *a priori* fonction de la fréquence. La vitesse de phase V_{ph} correspond à la vitesse de propagation de la phase d'une onde monochromatique. Elle définit la vitesse de propagation du front d'onde. En observant les courbes des vitesses de phase des modes de Lamb (Figure 3. 4 (b)), on peut constater que le mode A_0 présente une vitesse de phase qui tend vers zéro lorsque la fréquence tend vers zéro, alors que la vitesse de phase du premier mode symétrique S_0 tend vers une vitesse non nulle appelée vitesse de plaque. A haute fréquence, les vitesses de ces deux modes tendent vers une limite correspondant à la vitesse de l'onde de Rayleigh. Tous les autres modes (symétriques et antisymétriques) présentent par contre une fréquence de coupure basse et tendent, à haute fréquence, vers la vitesse des ondes transverses en milieu infini.

La vitesse de groupe est en quelque sorte la vitesse de propagation du centre d'un paquet d'ondes. Considérons le cas d'un train d'ondes d'une dizaine de cycles émis dans la plaque. Ce train d'ondes contient plusieurs composantes fréquentielles. Même si un seul mode est généré, du fait de la dispersion, chacune de ces composantes peuvent se propager à des vitesses différentes. Ainsi, à mesure que la distance de propagation augmente, on peut observer, si le mode est très dispersif, un étalement du train d'ondes. En pratique, cette conséquence de la dispersion peut rendre moins précise la localisation du défaut. La vitesse de groupe peut également indiquer la direction de propagation de l'énergie lorsque le nombre d'onde k est

réel [166]. Mais, lorsque le nombre d'onde k est complexe, l'expression $\partial\omega/\partial k$ n'a pas de sens physique. Dans ce cas, il devient nécessaire d'utiliser la vitesse d'énergie [164].

Nous constatons que, si les ondes de Lamb sont attractives pour des applications de CND, leur utilisation est plus complexe que celle des ondes de volume et requiert quelques précautions. En particulier, afin de pouvoir positionner les défauts dans une plaque, il est préférable de se placer dans un domaine de fréquence où le nombre de modes est limité et d'utiliser, pour contrôler la plaque, des modes dont la vitesse de groupe ne varie pas trop avec la fréquence. Notons que, comme pour les ondes de volume, des conversions modales sont susceptibles de se produire lors de la réflexion, transmission ou diffusion par une discontinuité (telle qu'une variation d'épaisseur, un défaut ou la traversée d'une zone de recouvrement).

Les ondes de Lamb, introduites pour des plaques isotropes dans le vide, se généralisent aux cas de plaques faites de plusieurs empilements de couches, et placées dans un fluide tel que l'air par exemple. Dans ce cas, d'autres méthodes, à l'instar des méthodes matricielles [147,167] ou numériques [168,169,170,171,172], permettent de calculer les courbes de dispersion. On peut citer notamment la « spectral collocation method » [172] qui permet de calculer les modes guidés par des plaques et des tubes cylindriques, et la méthode SAFE (Semi Analytical Finite Element) [170] qui permet de calculer les courbes de dispersion d'un guide d'ondes de section arbitraire.

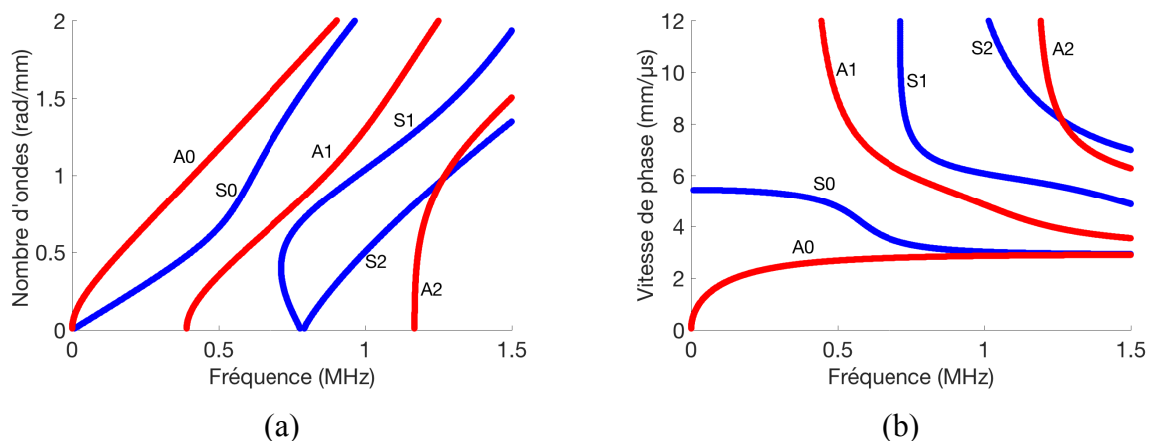


Figure 3. 4 : Courbes de dispersion des 6 premiers modes de Lamb se propageant dans une plaque d'aluminium de 4 mm : (a) nombre d'ondes et (b) vitesse de phase en fonction de la fréquence.

2.3. Choix du domaine de fréquence

Pour chacun des assemblages étudiés, une onde de Lamb générée sur l'une des plaques d'aluminium se propage suivant une direction perpendiculaire à la longueur de la zone de recouvrement. Arrivée en incidence normale sur la zone de recouvrement, une partie de son énergie est réfléchiée et l'autre transmise. Au niveau de la zone de recouvrement, il se produit de multiples réflexions entre les côtés du joint, ainsi que des conversions modales qui dépendent de la longueur d'onde des différents modes présents. Ces phénomènes dépendent donc de la fréquence. La part transmise sur l'autre plaque sera alors détectée.

Le choix du domaine fréquentiel est donc primordial avant toute application de contrôle et évaluation non destructive. En se basant sur l'étude de *Vlasie et al* [74], il serait nécessaire de travailler dans un domaine de fréquence réduit, de manière à utiliser un modèle rhéologique qui reste constant et valide dans tout le domaine de fréquence. De plus, un choix judicieux serait de se limiter à un domaine de fréquences où seuls les deux premiers modes de Lamb peuvent se propager dans les plaques en aluminium, c'est à dire à des fréquences inférieures à la fréquence de coupure du mode A_1 , soit un domaine de fréquence inférieure à 400 kHz (cf. Figure 3. 4).

En outre, le domaine de fréquence de travail doit aussi être choisi de manière à ce que les modes existants dans la plaque d'aluminium soient peu dispersifs, ce qui facilite les simulations numériques et la mise en œuvre expérimentale, car le paquet d'onde des modes ne s'étale pas trop temporellement au cours de la propagation. Rappelons également que le choix du domaine fréquentiel pourrait dépendre des caractéristiques des matériaux constituant la zone de recouvrement de l'assemblage et de ses dimensions, notamment, les modules de viscoélasticité, les masses volumiques et épaisseurs du joint de colle et des substrats, ainsi que la longueur de recouvrement [110,117]. En effet, une étude numérique de sensibilité pourrait être menée pour choisir les fréquences auxquelles les modes guidés seraient plus sensibles aux caractéristiques recherchées du joint qu'aux autres caractéristiques du milieu. Ici le domaine de fréquence a été choisi de façon à limiter le nombre possible de modes (A_0 et S_0) pouvant exister dans la plaque. Pour la présente étude, le domaine de fréquence retenu est compris entre 230 et 340 kHz. Après plusieurs tentatives pour régler le signal d'excitation et l'angle des transducteurs ultrasonores à couplage air, il s'avère que ce domaine de fréquence est optimal pour pouvoir générer et détecter le mode A_0 , le long de la plaque en aluminium, avec une énergie maximale. Cette plage de fréquence coïncide avec la bande passante des transducteurs capacitifs à couplage aérien utilisés pour les mesures (cf. section 4).

3. Quelques moyens expérimentaux de génération et détection d'ondes de Lamb dans une plaque

Il existe différentes techniques pour générer et détecter une onde de Lamb dans une plaque. Sans être exhaustifs, nous en mentionnons quelques-unes ci-dessous.

3.1. Transducteurs au contact pour la génération et détection d'ondes de Lamb

Pour des applications de CND, il est important de pouvoir sélectionner le mode à émettre afin de simplifier l'analyse des modes détectés qui peuvent être multiples en raison des conversions modales. La Figure 3. 5 présente quelques exemples de transducteurs au contact.

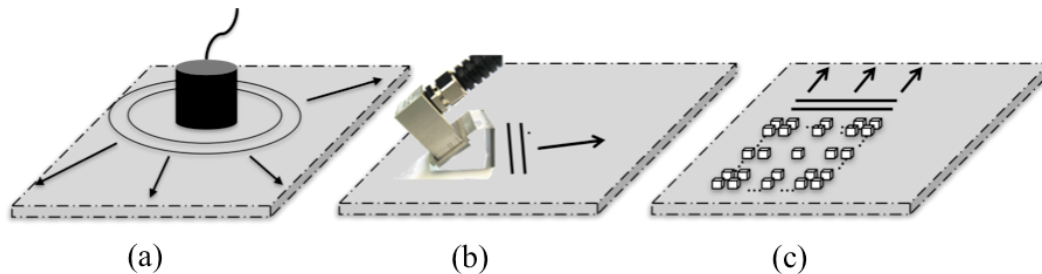


Figure 3. 5 : Quelques exemples de méthodes permettant la génération et la détection d'ondes de Lamb en utilisant des transducteurs au contact. (a) transducteur mono-élément directement au contact. (b) transducteur couplé à un sabot d'angle en plexiglas. (c) système multi-éléments directement au contact.

Un premier exemple (Figure 3. 5 (a)) serait le cas d'un transducteur à onde longitudinale directement couplé avec du gel sur la surface de la plaque. Comme illustré sur la figure, les fronts d'ondes sont circulaires divergeants : aucune direction de propagation n'est privilégiée, ce qui ne faciliterait pas la localisation d'un défaut. De plus, avec cette technique, suivant la fréquence de travail, plusieurs modes sont susceptibles d'être générés. Les mêmes remarques peuvent être faites concernant l'utilisation de ce transducteur comme récepteur.

Afin de sélectionner le mode à émettre, il est possible d'envisager d'utiliser deux transducteurs placés en vis-à-vis et de part et d'autre de la plaque. Ainsi, si les fréquences de travail sont inférieures à la fréquence de coupure du mode A_1 , en contrôlant le signe du signal d'excitation d'un transducteur par rapport l'autre, il serait possible de sélectionner le mode à émettre mais pas la direction. Notons que cette méthode implique d'avoir un accès aux deux surfaces de la plaque.

Pour sélectionner la direction de propagation, il peut être préférable d'utiliser un sabot en plexiglas de façon à ce qu'un faisceau d'ondes longitudinales se propageant dans le sabot

arrive à l'interface formée par le sabot (couplé avec du gel) et la surface de la plaque avec un angle d'incidence θ non nul (Figure 3. 5 (b)). Il devient alors possible de sélectionner le mode à émettre¹⁰ en choisissant l'angle que fait le faisceau d'onde longitudinale incident dans le sabot selon la relation :

$$\theta_L^{sabat}(f) = \sin^{-1}\left(\frac{V_L^{sabat}}{V_{ph_m}(f)}\right) \quad (3. 7)$$

Où V_L^{sabat} est la vitesse des ondes longitudinales dans le sabot, et $V_{ph_m}(f)$ la vitesse de phase du mode m que l'on souhaite émettre dans la plaque, à la fréquence centrale f du signal d'excitation.

Utilisé comme récepteur, un tel dispositif permet également de détecter un mode de manière sélective à partir du moment où l'angle du sabot satisfait la relation ci-dessus. Cette méthode est plus avantageuse que la première, mais elle nécessite de disposer de sabots dont l'angle peut être adapté afin de pouvoir choisir le mode à émettre ou à recevoir, ou de disposer d'un sabot pour chaque mode.

Une troisième possibilité serait l'utilisation de transducteurs multiéléments (Figure 3. 5 (c)) constitués d'un grand nombre d'éléments piézoélectriques tous pilotés par des électroniques indépendantes, permettant de contrôler la phase et l'amplitude des signaux d'excitation. Ces transducteurs permettent de sélectionner non seulement le mode à émettre avec une bonne efficacité mais également de sélectionner la direction d'émission [135]. Cette sélectivité modale et cette directivité peuvent aussi être obtenues à la réception.

Dans le cadre de notre étude, l'inconvénient de l'ensemble de ces méthodes reste que toutes nécessitent un couplage avec du gel. Dans la mesure où nous travaillons en émission réception séparées (pitch-catch), il serait possible d'utiliser un des transducteurs au contact à l'émission seulement. Par contre, concernant les signaux reçus, la reproductibilité, quasiment impossible à garantir avec un tel couplage, aurait des conséquences très dommageables sur la mesure des coefficients de transmission. Un dispositif de mesures sans contact, permettant de s'affranchir de la non reproductibilité du couplage, est donc préférable.

¹⁰ La direction de propagation de l'onde de Lamb impose la valeur de l'angle réfracté, égale à 90 °.

3.2. Techniques de mesures d'ondes de Lamb sans contact

3.2.1. Vibromètre laser

Parmi les dispositifs sans contact, l'interféromètre laser mesure le déplacement (ou la vitesse particulière) normal d'une surface. Un vibromètre laser utilise les interférences lumineuses entre un faisceau laser de référence et un faisceau sonde. Le déplacement mécanique d'une surface, provoqué par le passage d'une onde ultrasonore par exemple, module la phase d'un faisceau laser se réfléchissant sur cette surface. Une électronique de détection permet de mesurer le déplacement ou la vitesse particulière de la surface. Comme la mesure est quasi-ponctuelle, et la bande passante très large, ces dispositifs sont très utilisés. Néanmoins, tout mode ayant une composante non nulle du déplacement normal sera détecté. Ainsi, aucune sélection modale n'est *a priori* réalisée. Afin de pouvoir séparer les différents modes dans le but de mesurer l'amplitude de chacun d'eux, il est donc nécessaire de mesurer les signaux en différents points le long de la direction de propagation, et de réaliser une transformée de Fourier spatiale. Par ailleurs, les "avantages" mentionnés (mesure ponctuelle et large bande passante) ont leur inconvénient : le rapport signal sur bruit peut être assez faible et nécessiter un grand nombre de moyennes.

3.2.2. Transducteurs à couplage air

La génération et la détection d'ondes de Lamb par des transducteurs à couplage par air sont donc une alternative au problème de couplage des transducteurs au contact ou aux sondes laser peu sélectives. Les transducteurs à couplage par air se sont développés en partie grâce aux progrès accomplis en électronique qui ont permis de réduire considérablement les niveaux de bruit, rendant ainsi possible l'exploitation, en temps réel, de signaux ultrasonores détectés par des récepteurs à couplage par air.

Il existe différents types de transducteurs à couplage par air, parmi lesquels les transducteurs électrostatiques [173,174], les piézoélectriques [175,176] ou encore les piézo-composites [177,178]. Ceux utilisés dans le cadre de ce travail sont des transducteurs circulaires de types électrostatiques. Ils fonctionnent sur le principe d'un condensateur dont l'une des armatures est une membrane métallisée et l'autre une plaque métallique de rugosité contrôlée par micro-sablage [179]. Ces transducteurs sont fabriqués au sein de l'équipe Ultrasons Matériaux (UM) du département d'Acoustique Physique (APy) de l'I2M. Ils sont particulièrement adaptés à la génération et la détection d'ondes de Lamb qui s'effectuent en disposant l'émetteur et le récepteur du même côté de la structure, le récepteur étant en dehors

du champ de réflexion spéculaire (soit parce qu'il en est éloigné, soit parce qu'un écran permet de supprimer ce champ).

Utilisés comme émetteur ou récepteur, ces transducteurs permettent une mesure directe et reproductible du déplacement normal produit par les ondes en surface de la plaque, et *a priori* d'isoler un mode de propagation (sélectivité modale) par choix de l'angle de coïncidence, contrairement aux mesures laser qui détectent tous les modes simultanément. Cette sélectivité provient de la forte directivité des faisceaux ultrasonores dans l'air. En effet, pour une fréquence donnée, la longueur d'onde dans l'air est 5 fois plus courte que dans l'eau. Les faisceaux ultrasonores émis par ces transducteurs sont donc assez bien collimatés, ce qui permet d'envisager de générer (ou de détecter) des modes purs dans les plaques [180].

Lors de la génération et de la détection des ondes, les transducteurs sont inclinés par rapport à la normale à la plaque, suivant un angle (θ_m) choisi égal à l'angle de coïncidence du mode m que l'on souhaite générer ou détecter. De plus, ces angles d'inclinaison sont ajustables de façon à générer et détecter préférentiellement le mode souhaité, grâce à la relation de Snell Descartes [164]:

$$\theta_m = \sin^{-1}\left(\frac{V_{air}}{V_{Ph_m}}\right) \quad (3.8)$$

A titre d'exemple, les angles de coïncidences pour une plaque d'aluminium de 4 mm sont présentés à la Figure 3. 6. A une fréquence de 275 kHz, un transducteur émetteur doit être orienté à $\theta = 8,3^\circ$ ou à $\theta = 3,7^\circ$ pour générer les modes A_0 ou S_0 , respectivement. Ces angles sont assez différents, néanmoins la sélectivité modale sera vérifiée.

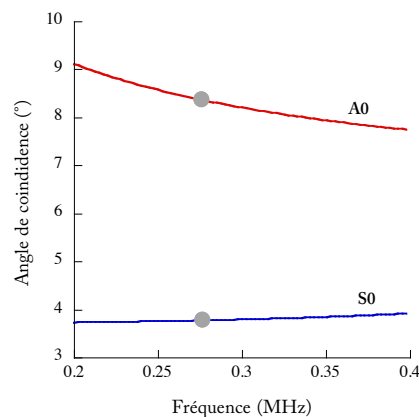


Figure 3. 6 : Angles de coïncidences pour une plaque d'aluminium de 4 mm d'épaisseur.

4. Dispositif expérimental utilisé et principe de mesure des coefficients de transmission des ondes de Lamb

Dans cette section, les diverses configurations expérimentales utilisées dans le cadre de ce travail pour la génération et détection d'ondes de Lamb sont présentées en détails. Le domaine de fréquence de travail est compris entre 230 *kHz* et 340 *kHz*. D'après les courbes de dispersion d'une plaque d'aluminium de 4 *mm* d'épaisseur présentées à la *Figure 3. 4*, seuls deux modes de Lamb peuvent se propager : les modes A_0 et S_0 . Les phénomènes de conversions modales qui peuvent se produire au niveau du joint sont également pris en compte. Ces modes convertis devraient permettre d'apporter davantage d'informations concernant la qualité des interphases et l'estimation des raideurs k_L et k_T correspondantes.

4.1. Génération et détection des modes de Lamb

4.1.1. Génération du mode A_0 et détection des modes transmis A_0 et S_0

Pour générer et détecter un mode A_0 pur, un système de mesures à accès unilatéral et sans contact a été utilisé. Il est présenté à la *Figure 3. 7*. L'émetteur et le récepteur sont deux transducteurs capacitifs ultrasonores à couplage par air, circulaires, de diamètre 50 *mm* et de fréquence centrale 250 *kHz*. Ce sont les transducteurs mentionnés précédemment.

Ils sont montés sur une table de translation et peuvent être inclinés chacun indépendamment de l'autre, ce qui permet de générer un mode et détecter le même mode ou un mode converti. La distance émetteur-récepteur peut être réglée à l'aide d'une platine de translation qui permet le déplacement des transducteurs parallèlement à la surface de la plaque, donnant ainsi la possibilité de mesurer un ensemble de signaux incidents ou transmis le long des plaques (avant et après le joint). Notons que pour une distance donnée émetteur-récepteur, il est aussi possible de déplacer le couple émetteur-récepteur simultanément suivant une direction parallèle à l'axe de la zone de recouvrement, ce qui permet de faire des mesures en différents endroits le long du joint.

L'émetteur est excité avec un signal sinusoïdal de 5 cycles, dont l'amplitude est modulée par une fenêtre gaussienne de fréquence centrale 275 *kHz*. Il est incliné d'un angle $\theta_{A_0} = 8.3^\circ$ par rapport à la normale à la plaque d'aluminium. Pour détecter le mode A_0 incident ou transmis, le récepteur est placé avant ou après le joint et incliné d'un angle $\theta_{A_0I,T} = -8.3^\circ$ (angle de coïncidence du mode A_0 , d'après les courbes de dispersion *Figure 3. 4*). Pour détecter le mode S_0 transmis (ou le mode converti A_0S_0), le récepteur est cette fois incliné d'un angle égal à l'angle de coïncidence du mode S_0 , soit $\theta_{A_0S_0T} = -3.7^\circ$.

Un point important avant toutes mesures est de s'assurer de la pureté du mode généré. Pour ce faire, par exemple, lors de la génération du mode A_0 , le transducteur récepteur est placé avant le joint et successivement incliné suivant l'angle de coïncidence du mode A_0 puis suivant l'angle de coïncidence du mode S_0 . Le mode A_0 incident est généré de manière sélective, si même après plusieurs moyennages, aucun signal acoustique (ou d'une amplitude négligeable) ne peut être distingué du bruit lorsque le transducteur récepteur est incliné suivant l'angle de coïncidence du mode S_0 . Cette procédure sera répétée tout au long de cette étude pour toutes les mesures effectuées.

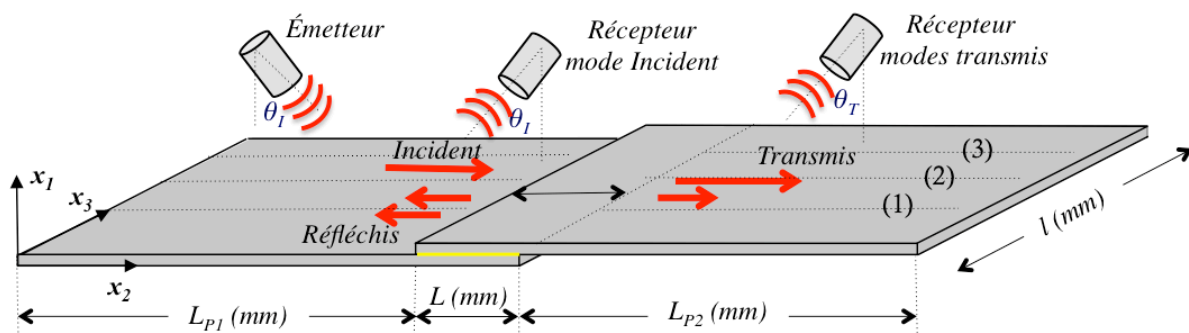


Figure 3. 7 : Schéma du dispositif expérimental de génération du mode A_0 pur et de détection du mode A_0 incident et des modes A_0 et S_0 transmis à travers le joint, par des transducteurs à couplage par air.

4.1.2. Génération du mode S_0 et détection des modes transmis S_0 et A_0

Pour générer un mode S_0 pur, le dispositif présenté à la Figure 3. 8 est différent. En effet, la composante normale du déplacement produit en surface par un mode S_0 étant assez faible, sa génération à l'aide d'un transducteur à couplage air ne permet pas de garantir un bon rapport signal sur bruit, en particulier, sur les signaux transmis à travers le joint. Sa génération à l'aide d'un transducteur au contact est donc préférable, et permet d'obtenir un très bon rapport signal sur bruit. Le transducteur utilisé est de type circulaire Imasonic 1433 A101, de 35 mm de diamètre actif, de fréquence centrale 250 kHz et de bande passante à -6 dB comprise entre 170 à 360 kHz. Ce transducteur est couplé avec du gel et positionné sur le bord de la plaque de façon à générer un déplacement u_2 uniforme dans l'épaisseur de la plaque d'aluminium. De plus, des blocs d'élastomères (de dimensions 50 mm x 160 mm x 25 mm) sont couplés avec de la glycérine sur chaque surface de la plaque d'aluminium, très près de l'émetteur, de façon à absorber le mode A_0 qui, même si son amplitude est faible, est simultanément généré (Figure 3. 8). L'atténuation par rayonnement dans ces élastomères étant plus forte pour le mode A_0 que pour le mode S_0 , il en résulte une énergie très faible

(négligeable) du mode A_0 , alors que le mode S_0 conserve une énergie suffisante alors qu'il se propage en direction du joint collé.

Le signal d'excitation est le même que celui utilisé précédemment (train d'ondes de 5 cycles, d'amplitude modulée par une fenêtre gaussienne de fréquence centrale 275 kHz).

Pour la réception, le transducteur utilisé est le même que ceux utilisés pour la génération/réception du mode A_0 . Ainsi, pour détecter le mode S_0 incident (ou transmis), le récepteur est placé avant (ou après) le joint et incliné d'un angle $\theta_{S0I} = -3.7^\circ$ (ou $\theta_{S0T} = -3.7^\circ$). Pour détecter le mode converti S_0A_0 (généré par conversion de mode au sein de la zone de recouvrement), le récepteur, placé après le joint, est incliné d'un angle égal à l'angle d'incidence du mode A_0 , soit $\theta_{S0A0T} = -8.3^\circ$.

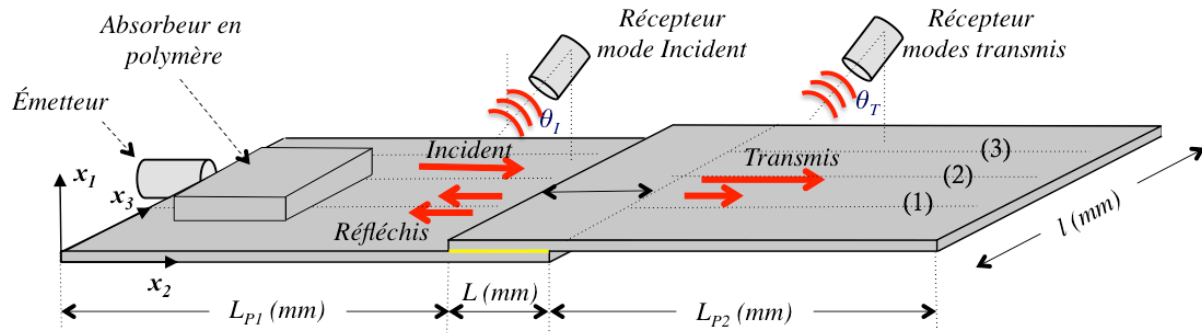


Figure 3. 8 : Schéma du dispositif expérimental de génération par un transducteur au contact du mode S_0 pur et de détection par un transducteur à couplage par air, du mode S_0 incident et des modes S_0 et A_0 transmis à travers le joint.

4.2. Coefficients de transmission

Étant donné qu'on ne s'intéresse, pour le moment, qu'à la transmission des ondes de Lamb par le joint collé, seuls les modes incidents et transmis sont considérés et donc seul le coefficient de transmission est étudié.

Un mode incident m d'amplitude $A_{I,m}$, généré dans l'aluminium depuis la partie gauche de l'assemblage, se propage suivant l'axe x_2 . Lorsqu'il atteint la zone de recouvrement, après de multiples réflexions à l'intérieur de celle-ci, il est d'une part réfléchi en modes n de Lamb se propageant dans le sens des x_2 négatifs le long de l'aluminium (modes réfléchis d'amplitude $A_{R,n}$) et d'autre part transmis en modes n de Lamb se propageant dans le sens des x_2 positif dans la seconde plaque d'aluminium (modes transmis d'amplitude $A_{T,n}$). Ainsi, pour calculer les coefficients de transmission, les signaux mesurés par le transducteur à couplage air sont reliés aux amplitudes des déplacements normaux en surface des plaques

d'aluminium¹¹. Ces signaux sont mesurés avant et après la zone de recouvrement et leur spectre sont ensuite calculés. On peut alors définir les coefficients de transmission par :

$$T_{mn}(f) = \frac{A_{Tn}(f)}{A_{Im}(f)} \quad (3.9)$$

Avec f la fréquence et $m, n = A_0$ ou S_0 .

Ces coefficients de transmission sont relatifs aux amplitudes des déplacements des modes mesurés en surface des plaques d'aluminium et non aux énergies. Ainsi, lorsque le mode transmis est identique au mode incident, ces coefficients de transmission sont toujours inférieurs à 1 (mode A_0 incident et A_0 transmis, par exemple). Dans le cas d'un mode transmis différent du mode incident, les coefficients de transmission peuvent être supérieurs à 1. En effet, le mode antisymétrique A_0 produit un déplacement normal en surface dont l'amplitude est grande devant celle produite par le mode symétrique S_0 . Par conséquent, si l'on génère un mode S_0 et que l'on détecte après transmission à travers le joint un mode A_0 , il est tout à fait possible que le rapport d'amplitudes des modes incident et transmis soit plus grand que 1.

Dans toute la suite de l'étude, nous nous intéressons à la mesure de trois coefficients de transmission. Le premier est celui associé aux modes A_0 incident et A_0 transmis, le second celui associé aux modes S_0 incident et S_0 transmis, et le troisième associé aux modes S_0 incident et A_0 transmis. En effet, dans la plage de fréquence considérée, pour le mode A_0 incident, il est possible que le mode S_0 soit généré par conversion modale et transmis par le joint. Cependant il a été observé (*via* la simulation numérique notamment) que le niveau d'énergie de ce mode S_0 était généralement très faible. De plus, le mode S_0 possède naturellement un déplacement normal en surface des plaques de très faible amplitude. Par conséquent, il est extrêmement difficile de détecter ces modes S_0 créés par conversion modale, avec les traducteurs ultrasonores à couplage air qui sont essentiellement sensibles à ce déplacement normal de surface (sauf pour le couple de modes S_0 incident et S_0 transmis, pour lequel le mode S_0 incident est généré avec un transducteur au contact qui insuffle beaucoup d'énergie dans la plaque). Les conversions du mode A_0 en S_0 ne sont donc pas exploitées dans cette étude. Lorsque c'est plutôt le mode S_0 qui est incident, on observe pour le mode A_0 converti par le joint de colle, un signal mesuré d'amplitude importante. Cela

¹¹ Aux fréquences de travail et compte tenu de la distance transducteur-plaque, l'atténuation dans l'air est négligeable.

s'explique par le fait que l'amplitude en surface des déplacements normaux du mode A_0 est plus importante que celle du mode S_0 . Par conséquent, le mode S_0 converti en mode A_0 est suffisamment énergétique pour être détecté expérimentalement.

4.3. Technique de mesure et de traitement des résultats expérimentaux

Lors de la génération d'un mode incident (A_0 ou S_0), le transducteur récepteur est incliné à l'angle de détection du mode désiré et placé à une position x_2^g avant le joint pour mesurer le déplacement en surface produit par le mode incident $s_I(x_2^g, t)$, ensuite à une position x_2^d après le joint pour mesurer le déplacement en surface produit par chaque mode transmis, $s_T(x_2^d, t)$. Pour que les mesures soient exploitables, il est important de positionner le transducteur récepteur de telle sorte que les zones de mesures ne recouvrent pas le joint de colle. En tenant compte des dimensions du transducteur récepteur et de l'angle d'inclinaison, il a été choisi de positionner le transducteur récepteur à une distance d'environ 20 mm du bord gauche ou droite du joint lors des différentes mesures.

Compte tenu de la bonne sélectivité modale des transducteurs utilisés, les modes détectés par le récepteur (avant et après le joint) peuvent être considérés comme purs. Pour sélectionner les formes d'ondes correspondant respectivement aux modes incident et transmis, une fenêtre temporelle ($w(t)$) est alors appliquée aux signaux mesurés $s_{I,T}(x_2^{g,d}, t)$ de manière à s'affranchir d'éventuelles contributions des modes réfléchis par les bords latéraux de la structure, et des modes réfléchis par les bords qui sont suivant la direction de propagation (Figure 3. 9). Cette fenêtre rectangulaire dont les bords sont arrondis à 60 %, est choisie aussi grande que possible afin de ne pas altérer l'estimation des amplitudes.

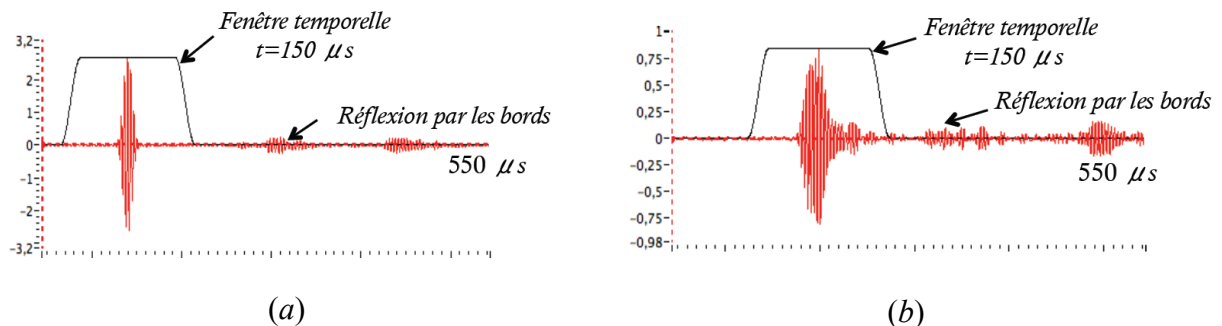


Figure 3. 9 : Exemple de signaux mesurés pour le mode A_0 avec application d'une fenêtre temporelle : (a) incident et (b) transmis après le joint.

Une transformée de Fourier est ensuite effectuée afin de déterminer les amplitudes spectrales des modes incident et transmis :

$$\begin{aligned} S_{Im}(x_2^g, f) &= \int_{-\infty}^{+\infty} (s_I(x_2^g, t)w(t))e^{-i\omega t} dt \\ S_{Tn}(x_2^d, f) &= \int_{-\infty}^{+\infty} (s_T(x_2^d, t)w(t))e^{-i\omega t} dt \end{aligned} \quad (3. 10)$$

De même que précédemment, les amplitudes des spectres en fonction de la fréquence sont données par :

$$\begin{aligned} A_{Im}(x_2^g, f) &= |S_{Im}(x_2^g, f)| \\ A_{Tn}(x_2^d, f) &= |S_{Tn}(x_2^d, f)| \end{aligned} \quad (3. 11)$$

Les coefficients de transmission en fonction de la fréquence sont ensuite calculés en utilisant l'équation (3. 9).

4.4. Validation de la procédure de mesures et du traitement sur un cas d'assemblage parfait : la plaque usinée dans la masse (PUM)

Dans cette partie, l'objectif est de valider la procédure de mesure qui sera utilisée plus tard pour les structures assemblées par collage et, pour cela, on se sert de la plaque de référence PUM pour laquelle la jonction présente une continuité totale des déplacements et des contraintes, qui permet de s'affranchir du positionnement du trajet de propagation (ligne qui va de l'émetteur au récepteur) par rapport à la longueur du « joint ». Ainsi, toute différence entre les résultats obtenus pour cette technique et une autre technique de mesure ne viendra pas du « joint » mais uniquement des procédures de mesures. Nous présentons le cas des couples de modes A_0 incident et A_0 transmis, et S_0 incident et S_0 transmis. Dans tout le reste du chapitre, si un mode m est généré et que c'est ce même mode (ou un autre mode n) qui est détecté, pour faire allusion au couple de modes considéré, nous adopterons les notations $m \rightarrow n$, avec $m, n = A_0$ ou S_0 .

Dans un premier temps, la méthode de post-traitement présentée à la section 4.3 est appliquée à deux signaux du mode A_0 (respectivement S_0) qui sont mesurés avec un récepteur à couplage air, avant et après la jonction de l'échantillon PUM. Le mode A_0 est généré par un émetteur à couplage air tandis que le mode S_0 est généré au contact. Dans un second temps, pour s'assurer de la bonne sélectivité du mode A_0 (respectivement S_0) par le récepteur à

couplage par air, celui-ci est déplacé le long du chemin de propagation (avant puis après le joint), plusieurs signaux sont alors mesurés pour ses positions successives et une double transformée de Fourier est appliquée. Cette méthode très classique permettrait de mettre en évidence, s'ils existent, des éventuels modes S_0 (respectivement A_0) incident ou transmis qui seraient détectés par le récepteur malgré son inclinaison pour ne sélectionner que le mode A_0 (respectivement S_0). Les coefficients de transmission obtenus par les deux procédés sont présentés à la Figure 3. 10. On observe que les courbes sont très similaires, excepté quelques faibles différences qui peuvent être attribuées à un effet d'ouverture angulaire du faisceau guidé : moins de 3 % en basses fréquences pour le couple $A_0 \rightarrow A_0$ (Figure 3. 10 (a)) et moins de 7 % en hautes fréquences, pour le couple $S_0 \rightarrow S_0$ (Figure 3. 10 (b)).

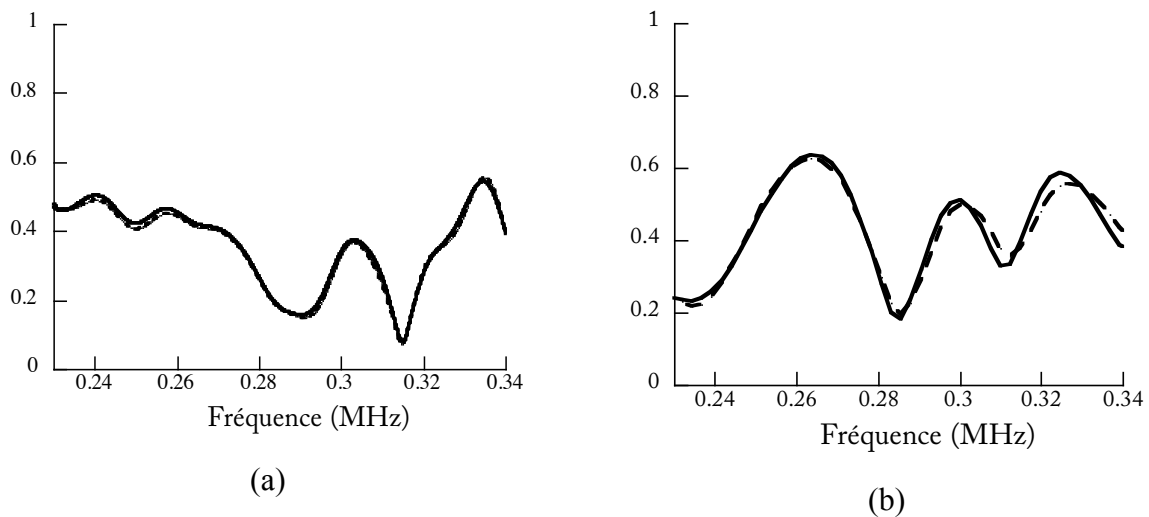


Figure 3. 10 : Comparaison des coefficients de transmission des couples de modes (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$, mesurés sur la plaque usinée dans la masse : (—) position fixe du transducteur récepteur et utilisation d'un filtre temporel et (- -) positions multiples du récepteur et application d'une 2D-FFT.

Ces résultats expérimentaux mettent en évidence la sélectivité modale très satisfaisante du transducteur à couplage aérien utilisé en réception. La méthode décrite à la section 4.3 qui consiste à placer le récepteur à couplage air en deux positions uniques (une avant et une après le joint) est donc efficace et rapide.

5. Simulation 2D de la transmission d'ondes de Lamb à travers une zone collée de type simple recouvrement

L'objectif de ce travail étant d'estimer les propriétés mécaniques des interphases, une comparaison des résultats des mesures avec ceux fournis par les simulations numériques est nécessaire.

5.1. Modèle éléments finis 2D

5.1.1. Présentation du modèle

Le modèle utilisé pour simuler la propagation des ondes de Lamb le long d'un assemblage collé est basé sur la méthode des éléments finis qui, contrairement aux méthodes analytiques ou semi-analytiques, permet de définir des géométries complexes de structures ou de défauts. Les simulations peuvent être effectuées en deux dimensions (problèmes plans ou axisymétriques) ou en trois dimensions, selon les cas de figure. Le logiciel commercial Comsol Multiphysics [181] est utilisé comme support pour la réalisation des différents modèles utilisés dans cette étude.

Dans un premier temps, nous négligeons les possibles contributions de l'ouverture angulaire du faisceau associé à l'onde guidée, le problème peut alors être considéré comme bi-dimensionnel (Figure 3. 11). L'assemblage est constitué de deux plaques d'aluminium de 4 mm d'épaisseur, collées avec un adhésif époxy d'épaisseur h^{epo} sur une zone de recouvrement de longueur L .

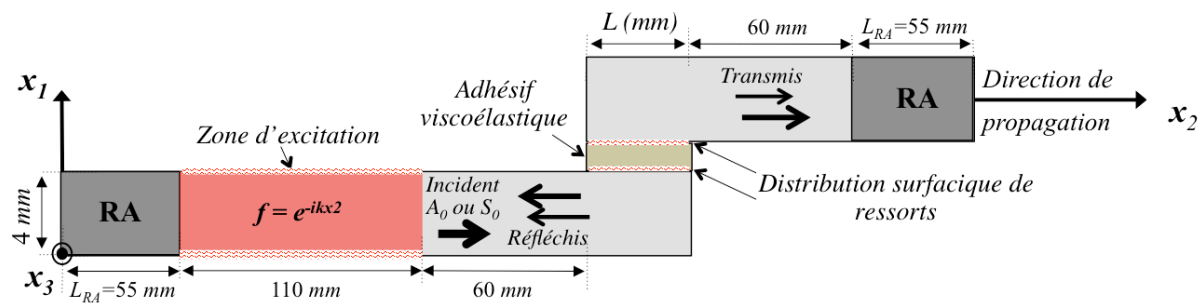


Figure 3. 11 : Présentation du modèle EF utilisé pour prédire la propagation des ondes de Lamb le long d'un assemblage collé à simple recouvrement.

La propagation d'une onde ultrasonore traduit la réponse dynamique d'un milieu à une excitation qui varie au cours du temps. Ainsi, *a priori*, l'approche la plus naturelle pour simuler cette réponse consisterait à résoudre les équations de propagation d'ondes dans le

domaine temporel, entre un instant initial (démarrage de l'excitation) et un instant final qui tient compte non seulement de la durée de propagation prévue entre le point d'excitation et le point d'observation, mais aussi de la durée du signal. Selon cette manière de procéder, l'interprétation des signaux simulés peut être faite identiquement à celle effectuée sur les signaux mesurés : ce qui constitue un gros avantage. Néanmoins, cette approche ne permet pas de tenir compte (de manière simple) de la viscoélasticité de la colle. De plus, pour les mêmes raisons, l'utilisation de couches absorbantes permettant de réduire la taille du domaine physique à mailler, n'est pas possible, et l'utilisation de "Perfectly Matched Layers" (PML), qui sont implémentées dans Comsol, ne serait pas indiquée dans le cas de problème d'ondes de Lamb [182,183]. Aussi, afin de pouvoir prendre en compte la viscoélasticité et utiliser des couches absorbantes permettant de réduire le coût numérique, les équations d'équilibre dynamique sont résolues dans le domaine fréquentiel [9,184,185]. Dans ces conditions, l'équation de propagation d'ondes et la loi de Hooke s'écrivent sous la forme :

$$\left\{ \begin{array}{l} C_{ijkl} \frac{\partial^2 \tilde{u}_j}{\partial x_i \partial x_k} + \rho \omega^2 \tilde{u}_i = 0 \\ C_{ijkl} \frac{\partial \tilde{u}_j}{\partial x_l} n_k = T_i \end{array} \right. \quad (3.12)$$

où $\tilde{u}_{i(i=1,2)}$ est la transformée de Fourier (temporelle) du déplacement, les modules C_{ijkl} ($i,j,k,l=1,2$) peuvent être réels (si le matériau est élastique) ou complexes (si le matériau est viscoélastique), $n_{k(k=1,2)}$ est le vecteur unitaire définissant la normale sortante au domaine considéré et $\tilde{T}_i = \tilde{\sigma}_{ij(i,j=1,2)} \cdot n_k$ le vecteur des contraintes.

L'introduction des conditions aux limites est nécessaire pour résoudre le système d'équations (3.12). Dans notre cas, on considère que les surfaces extérieures de la structure sont libres de contraintes, c'est à dire, $\tilde{T}_i = 0$. Ainsi, numériquement, le rayonnement des ondes ultrasonores dans l'air, consécutivement au déplacement normal de la plaque induit par les ondes de Lamb, n'est pas modélisé¹².

¹² A première vue, cette hypothèse peut paraître étonnante du fait que cette énergie rayonnée dans l'air représente précisément ce qui permet expérimentalement de détecter ces ondes de Lamb avec des transducteurs à couplage aérien. Néanmoins, l'erreur commise, *via* cette approximation, sur les coefficients de transmission est négligeable.

Le modèle utilisé pour décrire la zone de recouvrement est le modèle rhéologique adhésif (cf. *Figure 1. 13* du chapitre 1), qui, comme on l'a vu permet de s'affranchir de la discrétisation des couches d'interphases et ainsi réduire le coût numérique du calcul. La couche d'adhésif est bien prise en compte. Au niveau des interfaces internes entre le substrat et l'adhésif, les conditions aux limites sont définies par le modèle de Jones [73]. Comme évoqué au premier chapitre, les contraintes $\tilde{T}_i$ sont continues, mais par contre un saut de déplacement est autorisé. Deux distributions surfaciques de ressorts sont ensuite utilisées pour assurer ces conditions [65,73,132,186,70] :

$$\begin{cases} \tilde{T}_1 = k_L \Delta \tilde{u}_1 \\ \tilde{T}_2 = k_T \Delta \tilde{u}_2 \end{cases} \quad (3.13)$$

où ici encore k_L et k_T (en PPa/m) sont les raideurs de ressorts longitudinaux et transversaux, que l'on suppose constantes sur toute l'interface considérée, et $\Delta \tilde{u}_{1,2} = \pm |\tilde{u}_{1,2}^{adhésif} - \tilde{u}_{1,2}^{substrat}|$ est le saut de déplacement entre l'adhésif et le substrat, dont le signe dépend du milieu à partir duquel la condition est écrite.

5.1.2. Régions absorbantes

Des régions absorbantes (RA) sont également implémentées dans le modèle EF afin de réduire le domaine de calcul tout en évitant les possibles réflexions par les bords des plaques d'aluminium (*Figure 3. 11*). Dans ces couches absorbantes, le milieu de propagation est artificiellement rendu de plus en plus viscoélastique à l'approche des extrémités de la géométrie. Les parties imaginaires des modules de viscoélasticité des substrats augmentent progressivement au fur et à mesure que l'on pénètre dans la région absorbante alors que les parties réelles de ces modules diminuent. De plus, la masse volumique est progressivement rendue complexe de telle sorte que l'impédance acoustique caractéristique reste la plus constante possible. Dans le cas 2D, les expressions mathématiques définissant les caractéristiques (modules viscoélastiques et masses volumiques) de ces régions absorbantes sont données par :

$$\begin{cases} C_{ij}^{RA} = \zeta C_{ij}^{alu} \\ \rho^{RA} = \rho^{alu} / \zeta \end{cases} \quad (3.14)$$

où $\zeta = 1 - b + Ib$ et $b = \zeta \left(\frac{|x_2 - x_2^{RA(g,d)}|}{L_{RA}} \right)^3$, x_2 est la position le long de la région

absorbante, $x_2^{RA(g,d)}$ sont les positions où commencent les régions absorbantes (gauche ou droite). Le paramètre $\zeta = 1,5$ est un coefficient qui fixe le taux maximal de viscoélasticité atteint à l'extrémité de la région absorbante. Sa longueur L_{RA} est choisie égale à 1,5 fois la plus grande des longueurs d'ondes (associée au mode dont la vitesse de phase est la plus grande), soit $L_{RA} \approx 55 \text{ mm}$. La prise en compte de telles régions absorbantes dans le modèle EF permet de réduire la longueur des substrats modélisés. La réduction du coût numérique est importante, notamment lors des calculs 3D. Pour plus d'explications concernant les régions absorbantes, le lecteur pourra consulter la référence [187]. Les dimensions du domaine simulé sont données sur la Figure 3. 11.

5.1.3. Implémentation sous COMSOL

Le formalisme utilisé par le logiciel COMSOL pour résoudre un problème de propagation d'ondes dans une plaque s'écrit dans l'espace de Fourier de la manière suivante :

$$\begin{cases} c_{ijkl} \frac{\partial^2 \tilde{u}_j}{\partial x_k \partial x_l} + (\alpha_{ijk} - \beta_{ijk}) \frac{\partial \tilde{u}_j}{\partial x_k} - a_{ij} \tilde{u}_j = f_i \\ c_{ijkl} \frac{\partial \tilde{u}_j}{\partial x_{lk}} n_k + \alpha_{ijk} \tilde{u}_j n_k - \gamma_{ik} n_k + q_{ij} \tilde{u}_j = g_i \end{cases} \quad (3.15)$$

où $i = 1, 2$ et avec sommation sur les indices $j, k, l = 1, 2$. Les coefficients $c, \alpha, \beta, a, f, \gamma, q$ et g sont des coefficients pouvant prendre diverses significations physiques selon le problème traité. Ils peuvent être des matrices, vecteurs ou scalaires.

En identifiant les équations (3. 15) et (3. 12) on obtient [184] :

$$\begin{cases} \alpha = \beta = 0 \\ \gamma = q = 0 \\ f = 0 \\ g_i = T_i \end{cases} \quad (3.16)$$

Et :

$$a = \begin{pmatrix} -\rho\omega^2 & 0 \\ 0 & -\rho\omega^2 \end{pmatrix} \quad (3.17)$$

Les composantes de la matrice c sont quant à eux donnés par :

$$c = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} \\ c_{21} & c_{22} \end{pmatrix} \quad (3.18)$$

où les c_{ij} sont des matrices 2x2 données par :

$$\begin{aligned} c_{11} &= \begin{pmatrix} C_{11} & 0 \\ 0 & C_{66} \end{pmatrix} & c_{12} &= \begin{pmatrix} 0 & C_{12} \\ C_{66} & 0 \end{pmatrix} \\ c_{21} &= \begin{pmatrix} 0 & C_{66} \\ C_{12} & 0 \end{pmatrix} & c_{22} &= \begin{pmatrix} C_{66} & 0 \\ 0 & C_{22} \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (3.19)$$

où les C_{ij} sont les modules d'élasticité ou de viscoélasticité du matériau.

5.1.4. Maillage

Pour simuler la propagation d'une onde guidée dans une plaque, plusieurs études ont montré que, lorsqu'on utilise des éléments quadrangle de type Lagrange quadratique d'ordre 2 ou des éléments triangulaires, la taille maximale d'un élément doit être inférieure au quart de la plus petite longueur d'onde λ_{min} , toutes fréquences confondues et pour tous les modes susceptibles de se propager [184,188]. De plus, la taille des éléments ne doit pas varier brusquement sous peine de provoquer des phénomènes de diffractions numériques [183]. Bien sûr, dans le cas d'un domaine contenant une zone tricouche, et dont l'une des couches, l'adhésif, peut être assez mince, ce critère doit être adapté de façon à ce qu'il y ait au moins un ou deux éléments dans la couche d'adhésif.

Pour le problème à traiter, le maillage sera considéré comme satisfaisant lorsque, même après un raffinement, la solution du problème reste inchangée. Pour le cas de notre géométrie, il a été retenu d'utiliser des éléments de Lagrange rectangulaire d'ordre 2, de taille maximale $\lambda_{min}/5$.

En pratique, le calcul est effectué pour N_f fréquences. Afin de réduire les temps de calcul, le maillage du domaine n'est effectué qu'une seule fois, avant le premier calcul. Aussi, pour simplifier, la plus petite longueur d'ondes est définie par $\lambda_{min} = V_T^{adhésif} / f_{max}$, où $V_T^{adhésif}$ est la vitesse transversale de ondes dans l'adhésif et f_{max} la fréquence maximale dans le spectre de fréquences considéré. La fréquence maximale étant 0,34 MHz, $\lambda_{min} = 3,3$ mm et la taille maximale d'un élément est 0,66 mm. Ce maillage est alors constitué de 4263 éléments de domaine avec 55701 degrés de liberté.

5.1.5. Excitation d'un mode pur

Pour générer des modes de Lamb purs, une excitation spatiale est appliquée sur la plaque située à gauche de la zone de recouvrement, comme indiquée sur la *Figure 3. 11*. Une force d'excitation dirigée suivant la direction x_1 est appliquée sur chaque surface de la plaque. Elle dépend de la fréquence et du nombre d'onde du mode incident que l'on souhaite générer. Son expression est donnée par :

$$F = Ag(x_2)e^{-ik_mx_2} \quad (3. 20)$$

où A est l'amplitude, $g(x_2) = e^{-\frac{20}{L_{Excit}^2}(x_2 - L_{Excit}/2)^2}$ une modulation gaussienne de l'amplitude, k_m le nombre d'onde du mode de Lamb ($m = A_0$ ou S_0) que l'on souhaite générer et L_{Excit} la longueur de la zone d'excitation.

Dans le cas de la génération d'un mode antisymétrique (mode A_0), la force F est appliquée avec un même signe sur les deux surfaces de la plaque d'aluminium, à droite de la région absorbante de gauche et pour un mode symétrique (mode S_0), elle est appliquée avec des signes opposés. Pour toutes les fréquences, la longueur de la zone d'excitation L_{Excit} est prise égale à $3\lambda_{\max} = 110 \text{ mm}$ pour garantir la pureté du mode généré.

5.1.6. Résolution du problème

En tenant compte des considérations précédentes, la résolution du problème est faite comme schématisé sur la *Figure 3. 12* : la durée du domaine temporel est premièrement définie en tenant compte de la plus petite vitesse de groupe des ondes en présence, de la distance maximale à parcourir par ces ondes et de la durée du signal de chaque onde, notamment pour l'onde la plus dispersive. Ce domaine temporel doit permettre de contenir l'ensemble des échos qui pourraient provenir des multiples réflexions au sein de la zone de recouvrement. Pour nos simulations, cette durée est choisie égale à $\tau = 500 \mu s$. Elle fixe le pas fréquentiel des simulations qui sont, en fait, faites dans le domaine des fréquences : $\partial f = 1/\tau$. Le signal d'excitation est défini dans le domaine temporel sus-décrit (étape 1) ; il est décomposé, par transformée de Fourier temporelle, en plusieurs fréquences (étape 2). On détermine alors une plage fréquentielle pour laquelle le spectre possède une amplitude non négligeable (c'est-à-dire pas inférieure de 30 dB par rapport à son amplitude maximale). Ce spectre sera alors constitué de N_f composantes fréquentielles. Ensuite, la méthode des EF est utilisée pour résoudre l'équation d'équilibre dynamique dans le domaine spatial définissant la géométrie de

la structure assemblée par collage, avec des conditions de frontières correspondant le mieux possible aux conditions expérimentales (couplage avec l'air, excitation produite par le transducteur émetteur), et cela pour chacune des N_f fréquences (étape 3). Le modèle est construit pour simuler la propagation d'une onde de Lamb d'une plaque à l'autre, *via* la zone collée. Une fois les simulations effectuées, les déplacements normaux sont relevés en surfaces des plaques, pour chaque fréquence du calcul, de part et d'autre de la zone collée et sur des longueurs correspondant à l'étendue du champ de vue de notre récepteur ultrasonore à couplage air. Ces déplacements peuvent alors permettre de reconstruire le signal temporel en chaque point qui a fait l'objet d'un relevé (étape 4), ou alors servir à calculer le signal mesuré par un transducteur récepteur ultrasonore qui serait placé, dans l'air, au dessus de la structure (section 5.2). L'objectif est de simuler au mieux le traitement des mesures expérimentales, et en particulier, l'application des fenêtres temporelles (voir *Figure 3. 9*).

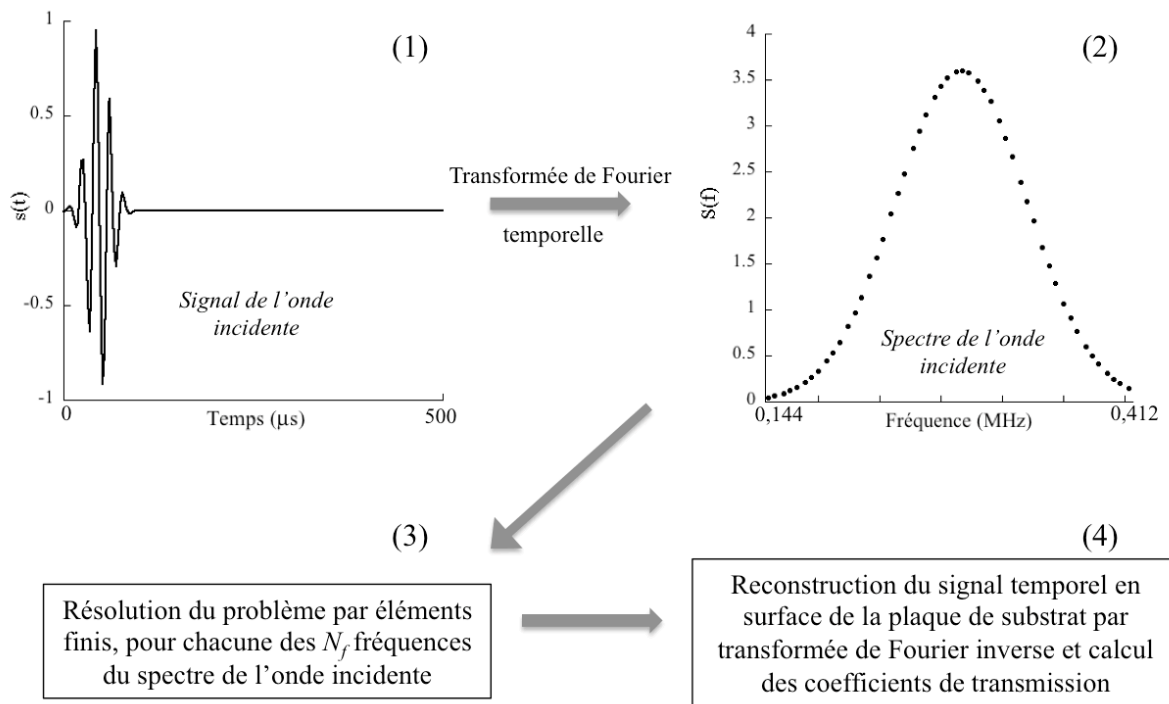


Figure 3. 12 : Schématisation de la résolution du problème de propagation d'onde dans le domaine fréquentiel avec reconstruction de la réponse temporelle du guide.

5.2. Traitement des résultats numériques : modélisation d'un transducteur récepteur à couplage par air

L'objectif de cette partie est de reproduire numériquement la sélectivité modale du transducteur à couplage par air à la réception.

A partir du modèle EF résolu dans le domaine des fréquences, les déplacements normaux ($\tilde{u}_1$) sont relevés en surface des plaques d'aluminium (*Figure 3. 13*), avant la zone de recouvrement (pour le mode incident) et après (pour les modes transmis), pour chaque fréquence et en tenant compte des amplitudes complexes du spectre du signal d'excitation. Ces déplacements sont relevés sur une longueur D correspondant au diamètre du transducteur récepteur utilisé expérimentalement ($D=50\text{ mm}$).

A chacun de ces déplacements ($\tilde{u}_{I,T}(x_2, f)$, pour déplacements correspondant aux modes incidents et transmis, respectivement), sont ensuite appliqués des déphasages ($\varphi_{I,T}$) qui tiennent compte de la propagation du faisceau dans l'air et de l'angle d'inclinaison du transducteur (θ). Cet angle dépend du mode que l'on souhaite détecter (mode A_0 ou S_0) et se détermine à partir de la relation de Snell Descartes (équation (3. 8)).

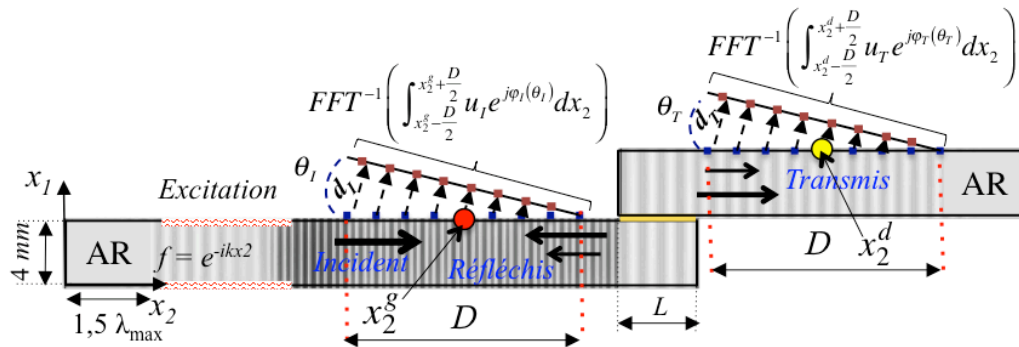


Figure 3. 13 : Géométrie de la modélisation de la sélectivité modale par le transducteur récepteur en deux dimensions d'espace, D est le diamètre du transducteur.

Dans cette manière de procéder, les ondes rayonnées dans l'air sont supposées se propager comme des ondes planes, l'ouverture angulaire du transducteur n'est pas considérée. Le faisceau rayonné est de ce fait supposé collimaté, c'est à dire, le transducteur est considéré directif [189]. Les déphasages à appliquer $\varphi_{I,T}$ sont donnés par la relation :

$$\begin{aligned}\varphi_I &= \frac{2\pi f}{V_{air}} d_I(x_2(n), \theta_I) \\ \varphi_T &= \frac{2\pi f}{V_{air}} d_T(x_2(n), \theta_T)\end{aligned}\quad (3.21)$$

où n est le nombre de points de relevé des déplacements en surface des plaques et $d_{I,T}$ la distance parcourue par le faisceau pour atteindre la face du transducteur récepteur, depuis la plaque.

Pour tenir compte de la sensibilité du transducteur (plus forte en son centre que sur ses bords), une fonction gaussienne $g(x_2)$ est appliquée aux déplacements déphasés, et l'ensemble est additionné. Une transformée de Fourier inverse est ensuite effectuée afin de reconstruire la réponse temporelle du transducteur récepteur par la relation :

$$\begin{aligned}s_I(x_2^g, t) &= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{x_2^g - \frac{D}{2}}^{x_2^g + \frac{D}{2}} \tilde{u}_I(x_2, f) \cdot g(x_2) e^{j\varphi_I} e^{i\omega t} dx_2 df \\ s_T(x_2^d, t) &= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{x_2^d - \frac{D}{2}}^{x_2^d + \frac{D}{2}} \tilde{u}_T(x_2, f) \cdot g(x_2) e^{j\varphi_T} e^{i\omega t} dx_2 df\end{aligned}\quad (3.22)$$

où $s_I(x_2^g, t)$ et $s_T(x_2^d, t)$ sont les réponses temporelles du transducteur récepteur, respectivement pour les modes incidents et transmis, pour des positions x_2^g et x_2^d avant et après le joint.

Une fois ces signaux simulés, le même traitement que celui appliqué aux signaux mesurés lors des expériences est mis en œuvre : application d'une fenêtre temporelle et d'une transformée de Fourier pour déterminer les amplitudes spectrales du mode incident et des différents modes transmis. Numériquement, en raison de la présence des régions absorbantes, il n'existe pas de contributions de modes provenant des réflexions par les bords de la structure. Néanmoins, pour s'affranchir d'éventuelles composantes des modes guidés qui ne sont pas prises en compte expérimentalement du fait de l'application de la fenêtre temporelle, cette même fenêtre temporelle est appliquée sur les signaux simulés. Les coefficients de transmission en fonction de la fréquence sont ensuite calculés en utilisant l'équation (3. 9), où $A_{Im}(f)$ et $A_{Tn}(f)$ sont, cette fois, les amplitudes des spectres des signaux temporels de l'équation (3. 22) auxquels la fenêtre temporelle sus-mentionnée a été appliquée.

6. Simulation 3D de la transmission d'ondes de Lamb à travers une zone collée de type simple recouvrement

Afin de numériquement prendre en considération l'ouverture angulaire du faisceau lors de la propagation des ondes guidées, la nécessité d'une modélisation 3D s'impose.

6.1. Modèle éléments finis 3D

6.1.1. Présentation du modèle

La géométrie du modèle est la même que celle présentée précédemment, excepté qu'elle est maintenant en trois dimensions (*Figure 3. 14*). Les équations de propagation d'ondes sont toujours résolues dans le domaine fréquentiel et les conditions aux limites sont identiques à celles présentées dans la modélisation 2D. Les coefficients obtenus par identification de l'équation (3. 15) à l'équation de propagation (3. 12) sont donnés par [184] (annexe 1).

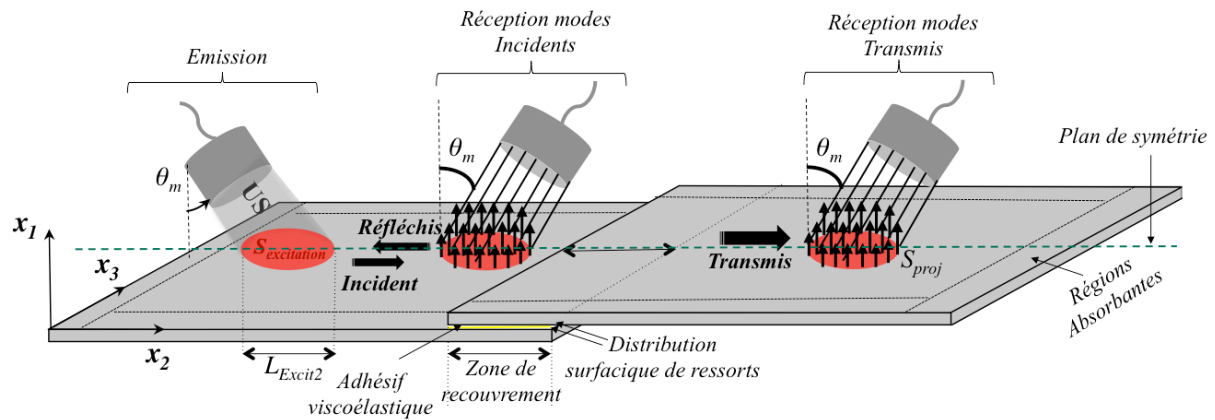


Figure 3. 14 : Schématisation du modèle EF 3D pour prédire la propagation des ondes de Lamb le long d'un assemblage collé à simple recouvrement.

La géométrie du modèle présente également une symétrie, dont la prise en compte permet de réduire par 2 sa taille (*Figure 3. 14*). Pour cela, des conditions aux limites de type Dirichlet, imposant une symétrie, sont appliquées sur une surface du domaine (*Figure 3. 15*). Cela consiste à considérer que la composante, normale à ces surfaces, du champ de déplacement est nulle. En effet, comme l est dans notre cas la largeur du domaine suivant x_3 , alors le plan de symétrie est situé en $x_3 = l/2$ et la condition de symétrie appliquée en ce plan est $u_3 = 0$.

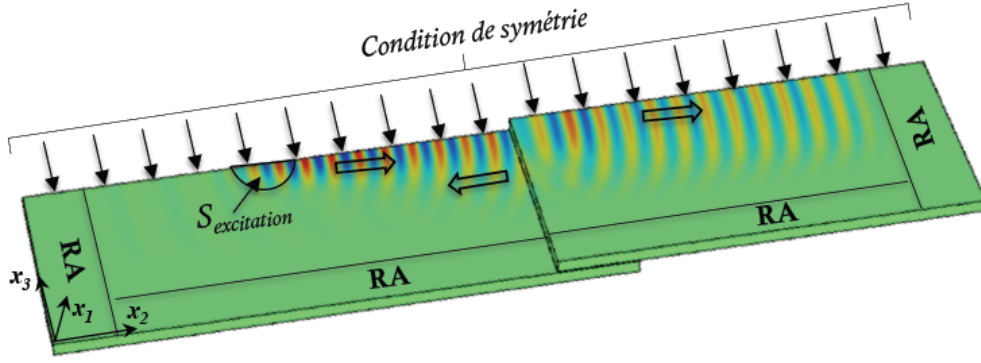


Figure 3. 15 : Réduction du modèle en prenant en compte de la condition de symétrie.

6.1.2. Régions absorbantes

Les RA pour le modèle 3D sont une simple extension des RA utilisées dans le modèle 2D. Cette fois, le matériau n'est plus simplement rendu de plus en plus viscoélastique à l'approche des extrémités de la géométrie dans la direction x_2 , mais également dans la direction x_3 . Les expressions de ces RA (équation (3. 14)) ne changent pas excepté le paramètre b .

Au niveau des substrats, puisque les RA sont appliquées aux quatre extrémités de la géométrie (Figure 3. 14), le paramètre $b = \varsigma \left(\frac{|x_2 - x_2^{RA(g,d)}| + |x_3 - x_3^{RA(g,d)}|}{L_{RA}} \right)^3$. Au sein de

l'adhésif par contre, les RA sont uniquement appliquées dans la direction x_3 et le paramètre

$b = \varsigma \left(\frac{|x_3 - x_3^{RA(g,d)}|}{L_{RA}} \right)^3$. $x_2^{RA(g,d)}$ et $x_3^{RA(g,d)}$ représentent les positions de début des régions

absorbantes (gauche ou droite) dans les directions x_2 et x_3 .

6.1.3. Maillage

Dans le cas d'une simulation 3D, des études ont montré que l'utilisation d'éléments tétraédrique dont la taille maximale d'un élément est au moins inférieure au tiers de la plus petite longueur d'onde $\lambda_{\min}$, dans le spectre de fréquences considéré, et pour tous modes susceptibles de se propager [187,190] est suffisante pour converger vers la solution du problème. Pour le cas de notre géométrie, par mesure de sécurité, il a été choisi d'utiliser un maillage tétraédrique avec une taille maximale d'élément égale à $\lambda_{\min}/5$, de manière à avoir au moins un élément dans l'épaisseur de l'adhésif. Par ailleurs, au niveau des substrats, ce maillage a été modifié dans les trois directions x_1, x_2 et x_3 , de manière à avoir au moins

quatre éléments dans l'épaisseur de chaque substrat.

Le maillage doit également être paramétré en fonction des capacités du système informatique, c'est à dire, que l'on doit définir un nombre limité de mailles sous peine d'avoir un nombre de degrés de liberté trop important, entraînant des durées de calcul rédhibitoires. En fonction du maillage et du nombre de degrés de liberté obtenus, on peut résoudre le problème à l'aide d'un solveur direct ou itératif. Dans notre cas, on privilégie l'utilisation du solveur direct car il permet de converger plus rapidement vers la solution du problème.

Compte tenu du poids important des calculs, un cluster présent à l'université de Bordeaux (Avakas) est utilisé. Une fois les calculs terminés, les données obtenues sont rapatriées vers un ordinateur de bureau. Un post-traitement est ensuite réalisé à l'aide du logiciel Matlab®, permettant de reconstruire les signaux temporels ou de calculer les coefficients de transmission.

6.2. Modélisation 3D du transducteur à couplage air pour le calcul du coefficient de transmission

6.2.1. Modélisation de l'émission

Les surfaces actives des transducteurs ultrasonores à couplage air utilisés dans nos expériences sont circulaires. Nous faisons l'hypothèse que le faisceau ultrasonore envoyé vers la plaque d'aluminium par l'émetteur (orienté selon un angle), reste collimaté durant sa propagation dans l'air. Nous supposons par ailleurs que la zone d'excitation en surface de la plaque est une ellipse. Dans ce cas, l'excitation produite par l'émetteur est modélisée comme une force normale surfacique F_{excit} définie dans les conditions aux limites et appliquée localement sur la face supérieure de la plaque d'aluminium de gauche (voir $S_{excitation}$, Figure 3.14) :

$$F_{excit} = e^{-ik_m(x_2-x_{20})} e^{-20 \left(\left(\frac{x_2-x_{20}}{L_{Excit2}} \right)^2 + \left(\frac{x_3-x_{30}}{L_{Excit3}} \right)^2 \right)} \quad (3.23)$$

où $L_{Excit2} = D/\cos(\theta)$ et $L_{Excit3} = D$ sont les longueurs de la zone d'excitation, en surface de la plaque, suivant les directions x_2 et x_3 , respectivement. Les quantités x_{20} et x_{30} sont les coordonnées du centre de l'ellipse formée, D le diamètre du transducteur, k_m le nombre d'onde du mode guidé que l'on souhaite générer et θ_m l'angle d'inclinaison du transducteur.

6.2.2. Modélisation de la réception

Lors de leur propagation, les ondes de Lamb rayonnent de l'énergie dans l'air et les directions de propagation des rayonnements suivent la loi de Snell-Descartes. Même si ce rayonnement n'est pas simulé dans le modèle EF car la structure est considérée dans le vide, la connaissance de la vitesse de phase des ondes dans l'air, et aussi celle d'un mode de Lamb donné, permettra de déterminer l'angle auquel l'on devrait incliner le récepteur afin d'optimiser la détection de ce mode. De même que précédemment, un récepteur circulaire incliné d'un angle, « visionnerait » une zone en forme d'ellipse sur la surface de la plaque (voir S_{proj} , Figure 3. 14). Expérimentalement, le signal mesuré par le transducteur récepteur est associé au déplacement normal u_1 produit en surface de la plaque d'aluminium. Ce signal peut être reproduit numériquement en intégrant les déplacements u_1 simulés sur une zone qui correspond au champ de vue du transducteur récepteur. La procédure est similaire à celle faite lors de la modélisation 2D du transducteur récepteur à couplage air (section 5.2), excepté que les déplacements sont maintenant relevés sur une zone bi-dimensionnelle et que l'intégration spatiale est suivant x_2 et x_3 . La réponse temporelle du transducteur récepteur est dans ce cas donnée par :

$$\begin{aligned}
 s_I(x_2^g, x_3^g, t) &= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{x_2^g - \frac{L_{Excit 2}}{2}}^{x_2^g + \frac{L_{Excit 2}}{2}} \int_{x_3^g - \frac{L_{Excit 3}}{2}}^{x_3^g + \frac{L_{Excit 3}}{2}} \tilde{u}_I(x_2, x_3, f) e^{-20 \left(\left(\frac{x_2 - x_{20}}{L_{Excit 2}} \right)^2 + \left(\frac{x_3 - x_{30}}{L_{Excit 3}} \right)^2 \right)} e^{j\varphi_I} e^{i\omega t} dx_2 dx_3 df \\
 s_T(x_2^d, x_3^d, t) &= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{x_2^d - \frac{L_{Excit 2}}{2}}^{x_2^d + \frac{L_{Excit 2}}{2}} \int_{x_3^d - \frac{L_{Excit 3}}{2}}^{x_3^d + \frac{L_{Excit 3}}{2}} \tilde{u}_T(x_2, x_3, f) e^{-20 \left(\left(\frac{x_2 - x_{20}}{L_{Excit 2}} \right)^2 + \left(\frac{x_3 - x_{30}}{L_{Excit 3}} \right)^2 \right)} e^{j\varphi_T} e^{i\omega t} dx_2 dx_3 df
 \end{aligned} \tag{3. 24}$$

où $s_I(x_2^g, x_3^g, t)$ et $s_T(x_2^d, x_3^d, t)$ sont les réponses temporelles du transducteur récepteur, respectivement pour les modes incidents et transmis, pour des points de coordonnées (x_2^g, x_3^g) et (x_2^d, x_3^d) avant et après le joint.

De même que précédemment (section 5.2), le même traitement que celui appliqué aux signaux mesurés lors des expériences est mis en œuvre. Les coefficients de transmission en fonction de la fréquence sont une fois de plus calculés en utilisant l'équation (3. 9).

7. Validation du procédé expérimental avec la plaque usinée dans la masse

Avant d'utiliser les outils numériques et expérimentaux, pour les assemblages collés décrits à la section 1, nous commençons par vérifier que les résultats de simulations numériques et les mesures expérimentales sont en accord sur un cas simple : la plaque usinée dans la masse, dont les dimensions sont rappelées sur la *Figure 3. 14* et les caractéristiques utilisées comme données d'entrées pour les simulations numériques sont présentées dans le *Tableau 3. 2*.

7.1. Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission

Plusieurs mesures sont réalisées pour plusieurs trajectoires de propagation disposées le long de la zone de recouvrement et repérées par les positions (1), (2) et (3) sur la *Figure 3. 14*.

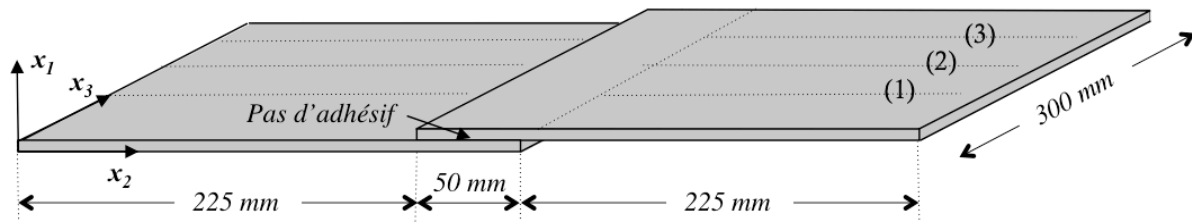


Figure 3. 16 : Dimensions et trajectoires de propagation le long de la zone de recouvrement.

La *Figure 3. 17* présente les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ pour ces trois positions.

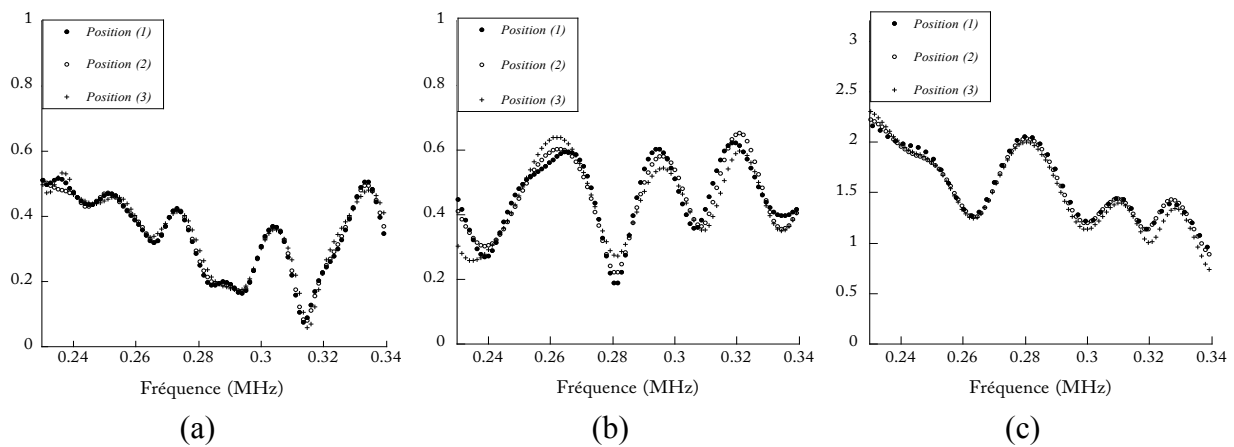


Figure 3. 17 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage usinée dans la masse, pour les différentes positions (1), (2) et (3) : (a) mode $A_0 \rightarrow A_0$, (b) mode $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) mode $S_0 \rightarrow A_0$.

Une bonne reproductibilité est obtenue pour les différents modes. Pour le couple de modes $A_0 \rightarrow A_0$, on a une variation maximale inférieure à 5 % entre les différentes mesures et pour les couples de modes $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$, on a une variation maximale inférieure à 15 %. Cette variation étant la différence relative maximale entre les différentes courbes. Comme énoncé précédemment, pour le cas du couple de modes converti $S_0 \rightarrow A_0$, on remarque que les coefficients de transmission sont supérieurs à 1.

Un très léger décalage des fréquences ($\Delta f_{\max} \leq 5 \text{ kHz}$) auxquelles apparaissent les minima et maxima de transmission est visible. Ces derniers peuvent être attribués aux (faibles) contributions des modes réfléchis par les bords latéraux de la structure, dont le temps d'arrivée après le joint, serait proche de celui du paquet d'ondes associé au mode se propageant en ligne droite (A_0 ou S_0). Ce qui expliquerait le fait que, même après application des fenêtres temporelles, l'on ne puisse pas totalement s'affranchir de leur contribution. On constate cependant que leur influence reste très faible et donc négligeable.

D'un autre côté, on peut remarquer que, pour le couple de modes $A_0 \rightarrow A_0$ par exemple, il y a moins d'oscillations en basses fréquences pour la position centrale (position (2)) sur le coefficient de transmission. Ceci pourrait s'expliquer par le fait qu'à cette position, la contribution des modes réfléchis sur les bords latéraux de la structure est plus faible. Ainsi, dans la suite de l'étude, pour les assemblages collés, lors de la comparaison entre résultats de mesures et simulations, nous choisissons de retenir les mesures réalisées au centre, c'est-à-dire, les mesures réalisées à la position (2). Toutefois, afin de vérifier l'uniformité du collage sur la longueur du joint, des mesures à différentes positions seront tout de même systématiquement réalisées.

Ces mesures en différents points permettent donc de vérifier que le dispositif expérimental permet une mesure reproductible, mais également mettent en évidence une possible contribution des bords latéraux de la structure sur les mesures des coefficients de transmission.

7.2. Confrontation entre résultats de mesures et simulations 2D et 3D

Les mesures des coefficients de transmission étant reproductibles, elles sont maintenant confrontées aux résultats de simulations 2D et 3D. Les résultats sont présentés à la *Figure 3.18*. En comparant les simulations 2D aux mesures expérimentales, on observe que les allures des courbes des coefficients de transmission sont très similaires. Tous les minima et maxima de transmission expérimentaux sont retrouvés numériquement et quasiment aux mêmes fréquences (moyennant un léger décalage en fréquence de quelques kHz , soit $\Delta f_{\max} = 2 \text{ kHz}$

pour le couple de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $\Delta f_{\max} = 5 \text{ kHz}$ pour le couple $S_0 \rightarrow S_0$ et $\Delta f_{\max} = 3 \text{ kHz}$ pour le couple $S_0 \rightarrow A_0$). Cependant, on observe une forte différence en amplitude, qui est moins marquée pour le couple de modes $A_0 \rightarrow A_0$.

Cette différence entre les amplitudes mesurées et calculées peut être attribuée à la non prise en compte, dans la modélisation 2D, des phénomènes de rayonnement dans l'air et d'ouverture angulaire du faisceau ultrasonore lors de la propagation. En effet, lors de la propagation du faisceau ultrasonore expérimental, l'énergie n'est pas seulement collimatée dans la direction de propagation. Il y a aussi une perte d'énergie dans les directions voisines, ce qui provoque une chute de l'amplitude des modes mesurés le long de la direction centrale. Ce phénomène n'est pas évidemment modélisé dans les simulations 2D.

En comparant cette fois, les résultats de mesures aux simulations 3D, on observe que les simulations 3D sont en meilleur accord avec les mesures expérimentales en terme d'amplitude, comparées aux simulations 2D (Figure 3. 18). Les quelques différences résiduelles pourraient s'expliquer par quelques erreurs dans les mesures expérimentales, l'absence de rayonnement dans l'air dans la modélisation ou encore des imprécisions dans les données d'entrée des simulations numériques (propriétés mécaniques et/ou géométriques de la structure).

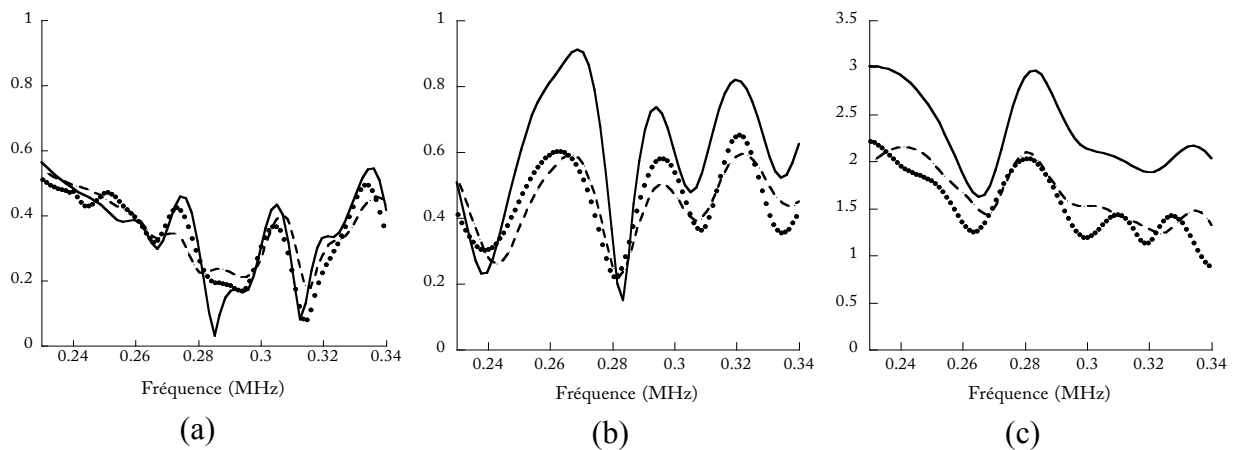


Figure 3. 18 : Confrontation entre résultats de mesures (•••), simulations 2D (—) et 3D (---), des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage usiné dans la masse : (a) couple $A_0 \rightarrow A_0$, (b) couple $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) couple $S_0 \rightarrow A_0$.

La simulation 3D dans laquelle le phénomène d'ouverture angulaire du faisceau ultrasonore est pris en compte, permet donc d'apporter des corrections sur les amplitudes des coefficients de transmission calculés (Figure 3. 18). Toutefois, il s'avère que, pour le cas de la

plaque usinée dans la masse, ce phénomène d'ouverture angulaire est plus marqué pour les couples de modes $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$, contrairement au couple $A_0 \rightarrow A_0$.

Cette confrontation permet donc de valider le procédé de mesures utilisé dans ce travail, mais également les modèles développés, dans le domaine fréquentiel de l'étude. Par la suite, ces outils expérimentaux et numériques seront utilisés pour évaluer l'adhésion aux interfaces de joints collés. Lors de la section 8.4, nous verrons que c'est malgré tout un modèle 2D qui sera utilisé pour l'évaluation des raideurs d'interfaces.

8. Assemblages collés

La section précédente nous a permis de valider les outils expérimentaux et numériques sur le cas d'un assemblage parfait (la plaque usinée dans la masse), dans un domaine de fréquence compris entre 230 kHz et 340 kHz. Ces derniers sont maintenant utilisés pour l'évaluation de l'adhésion aux interfaces de joints collés. Cette partie est consacrée à l'étude des deux assemblages collés *DSi80* et *D80* décrits à la section 1. Pour rappel, l'adhésif époxy (réticulé à 80 %) et les substrats en aluminium constituant ces assemblages, sont les mêmes que ceux utilisés au chapitre 2 pour la réalisation des assemblages collés tri-couches. Leurs propriétés mécaniques sont rappelées dans le *Tableau 3. 2*. Plusieurs paramètres de l'assemblage peuvent influencer sur la mesure du coefficient de transmission des modes de Lamb à travers une zone de recouvrement. Il s'agit entre autres des modules de viscoélasticité de l'adhésif et des substrats, leurs épaisseurs et masses volumiques respectives, la qualité des interphases ainsi que la géométrie du joint de colle.

8.1. Étude de sensibilité des coefficients de transmission des modes de Lamb

8.1.1. Sensibilité aux raideurs d'interfaces

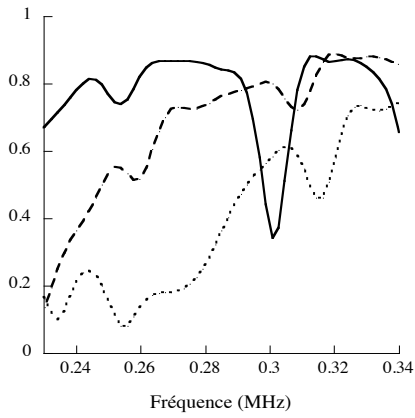
La démarche utilisée ici est la même que celle de la section 6.1 du chapitre 2. Considérons trois niveaux d'adhésion aux interphases. Le premier est celui des interphases nominales, pour lequel les valeurs des raideurs d'interfaces longitudinales et transverses (k_L et k_T) sont supposées égales à celles estimées au chapitre 2 (section 6.4), pour l'assemblage tri-couche *DSi80* : soit $k_L = 4,15 \text{ PPa/m}$ et $k_T = 1,68 \text{ PPa/m}$. Tel que précisé au chapitre 2, ces valeurs sont en bons accords avec celles qu'on peut retrouver dans la littérature pour une interphase à adhésion nominale [65,132,191,192]. Pour les second et troisième niveaux, les valeurs des raideurs d'interfaces correspondantes sont prises égales aux valeurs nominales divisées par 50 et 100, respectivement. Les simulations numériques 2D de la propagation des

modes A_0 et S_0 à travers une zone de recouvrement sont réalisées entre 230 kHz et 340 kHz en variant successivement la raideur longitudinale ou la raideur transverse et les post-traitements sont effectués pour calculer les coefficients de transmission. Les autres paramètres utilisés dans cette étude de sensibilité sont ceux de l'assemblage DSi80 (Tableau 3. 1). Ils restent dans le cas présent, fixes lors des différents calculs.

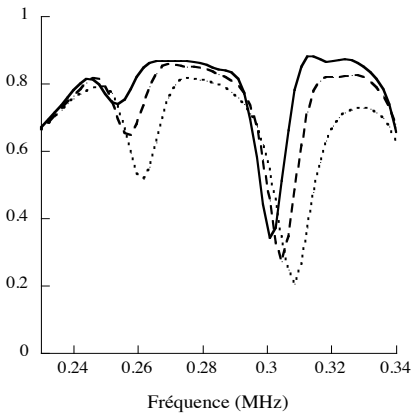
La sensibilité des coefficients de transmission à la variation des raideurs d'interfaces est présentée à la Figure 3. 19. On constate que les coefficients de transmission des trois couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ sont fortement sensibles à la variation des raideurs d'interfaces (k_L et k_T), dans le domaine fréquentiel de l'étude. A titre d'exemple, le coefficient de transmission du couple de modes $A_0 \rightarrow A_0$, lorsque k_L est modifiée (Figure 3. 19 (a)), varie de 86 % et 89 % à 234 kHz et 254 kHz, respectivement, le coefficient de transmission du couple $S_0 \rightarrow S_0$ (Figure 3. 19 (c)), varie de 62 % et 85 % à 252 kHz et 310 kHz, respectivement et celui du couple $S_0 \rightarrow A_0$ varie de 74 % et 62 % à 248 kHz et 282 kHz, respectivement. Lorsque c'est la raideur k_T qui est maintenant modifiée, le coefficient de transmission du couple de modes $A_0 \rightarrow A_0$ (Figure 3. 19 (b)), varie de 40 % et 73 % à 262 kHz et 310 kHz, respectivement, celui du couple $S_0 \rightarrow S_0$ (Figure 3. 19 (d)), varie de 68 % et 55 % à 254 kHz et 257 kHz, respectivement, alors que le coefficient de transmission du couple $S_0 \rightarrow A_0$ varie de 85 % à 254 kHz. De plus, on observe des décalages en fréquence non négligeables sur les minima et maxima de transmission : approximativement $\Delta f_{\max} = 15 \text{ kHz}$ pour le couple $A_0 \rightarrow A_0$, $\Delta f_{\max} = 24 \text{ kHz}$ pour le couple $S_0 \rightarrow S_0$ et $\Delta f_{\max} = 14 \text{ kHz}$ pour le couple $S_0 \rightarrow A_0$, lorsque k_L est modifiée et $\Delta f_{\max} = 8 \text{ kHz}$ pour le couple $A_0 \rightarrow A_0$, $\Delta f_{\max} = 14 \text{ kHz}$ pour le couple $S_0 \rightarrow S_0$ et $\Delta f_{\max} = 8 \text{ kHz}$ pour le couple $S_0 \rightarrow A_0$, lorsque k_T change. On observe que le couple de modes $S_0 \rightarrow A_0$, apporte quasiment les mêmes informations que les deux autres couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$. Dans la suite de cette section consacrée à l'étude de sensibilité, pour simplifier, seuls les deux couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ seront analysés.

Étant donné que les raideurs d'interfaces sont utilisées dans cette étude pour modéliser la qualité d'adhésion entre substrats et adhésif, les coefficients de transmission seraient donc de bons candidats pour caractériser l'adhésion aux interfaces de joints collés. Une tentative pour estimer les valeurs des raideurs d'interfaces (k_L , k_T) sera donc faite par la suite en comparant les résultats des simulations et des mesures. Si les coefficients de transmission des couples $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ étaient sensibles chacun à la variation d'une raideur particulière (k_L ou k_T), la stratégie pour quantifier ces raideurs consisterait alors à envisager d'utiliser un des couples de modes pour estimer une raideur d'interface, ensuite se servir d'un autre couple de

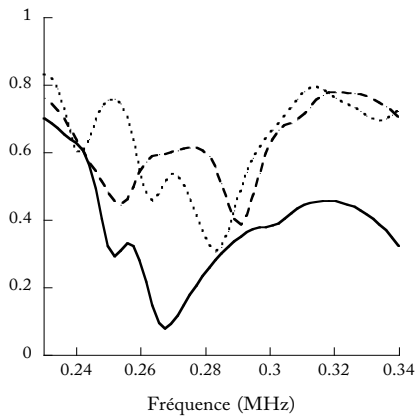
modes pour remonter à la seconde raideur d'interface. Toutefois, une telle stratégie n'est pas possible ici car les coefficients de transmission des couples de modes présentés à la Figure 3.19 sont tous sensibles aux variations des deux raideurs d'interfaces k_L et k_T . La démarche adoptée consistera donc à optimiser simultanément les deux raideurs d'interfaces à partir de chacun des trois coefficients de transmission mesurés, donc pour chaque couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$, puis à vérifier si les solutions obtenues pour les valeurs des raideurs k_L et k_T sont les mêmes, ou pas, quel que soit le couple de modes employé.



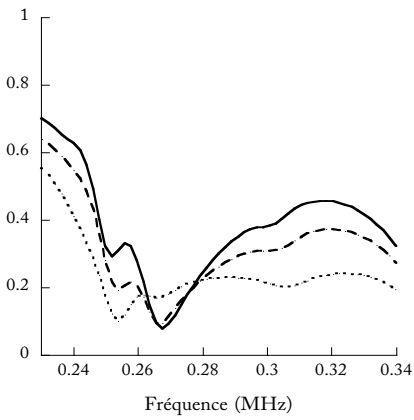
(a)



(b)



(c)



(d)

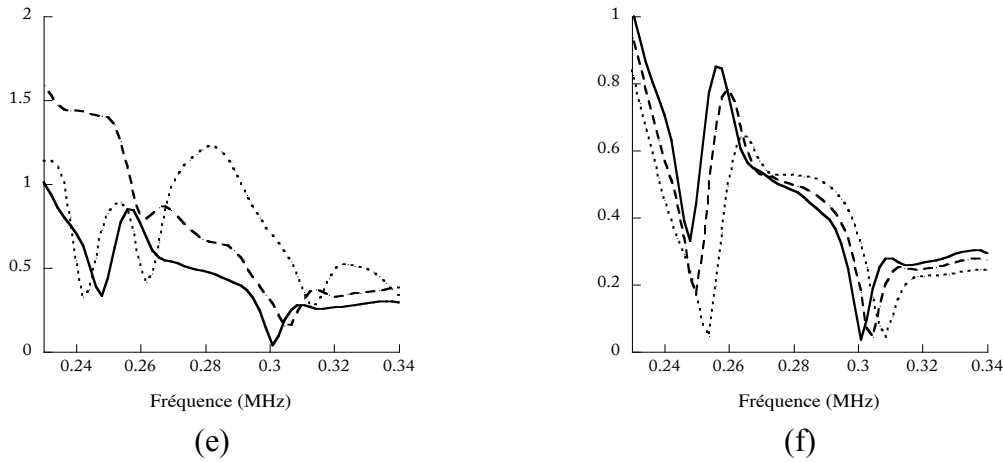


Figure 3. 19 : Prédiction numérique de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a et b) $A_0 \rightarrow A_0$, (c et d) $S_0 \rightarrow S_0$ et (e et f) $S_0 \rightarrow A_0$, à la variation des raideurs d'interfaces : (a et c) (—) k_L et k_T nominaux, (---) $k_L/50$ et k_T nominale et (.....) $k_L/100$ et k_T nominale, (b et d) (—) k_L et k_T nominaux, (---) k_L nominale et $k_T/50$ et (.....) k_L nominale et $k_T/100$ et (e et f) (—) k_L et k_T nominaux, (---) k_L nominale et $k_T/50$ et (.....) k_L nominale et $k_T/100$.

8.1.2. Sensibilité aux modules d'élasticité de l'adhésif et des substrats

Comme au chapitre précédent, l'influence d'une variation de $\pm 5\%$ des modules d'élasticité de l'adhésif sur les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$, est analysée numériquement et comparée à une variation de $\pm 2\%$ des modules d'élasticité des substrats. Comme le montre la Figure 3. 20, les variations des modules d'élasticité de la couche d'adhésif ainsi que celles des modules d'élasticité des substrats, au sein de leur intervalle de confiance, influencent les coefficients de transmission.

Sur la Figure 3. 20, on observe que les variations de $\pm 5\%$ des modules d'élasticité de l'adhésif et $\pm 2\%$ des modules d'élasticité des substrats, produisent des sensibilités quasi-similaires sur les coefficients de transmission, avec de faibles décalages en fréquences (approximativement $\Delta f_{\max} = 10 \text{ kHz}$, pour le mode $A_0 \rightarrow A_0$ et $\Delta f_{\max} = 5 \text{ kHz}$, pour le mode $S_0 \rightarrow S_0$), qui induisent des différences en amplitudes élevées à certaines fréquences. Par exemple, pour une variation de $\pm 5\%$ des modules d'élasticité de l'adhésif (Figure 3. 20 (a)), le coefficient de transmission du couple $A_0 \rightarrow A_0$ varie de 32 % et 24 % à 298 kHz et 305 kHz, respectivement, alors que celui du couple $S_0 \rightarrow S_0$ (Figure 3. 20 (c)), varie de 40 % et 66 % à 248 kHz et 264 kHz, respectivement. Pour le cas d'une variation de $\pm 2\%$ des modules d'élasticité des substrats, le coefficient de transmission du couple de modes $A_0 \rightarrow A_0$ (Figure 3. 20 (b)) varie de 52 % et 57 %, à 298 kHz et 305 kHz, respectivement, alors que celui du couple $S_0 \rightarrow S_0$ (Figure 3. 20 (d)) varie de 46 % et 35 % à 264 kHz et 273 kHz, respectivement.

D'autre part, on constate que le couple $A_0 \rightarrow A_0$ serait moins sensible à la variation des modules d'élasticité de l'adhésif, comparé au couple $S_0 \rightarrow S_0$, alors qu'il serait plus sensible que le couple $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation des modules d'élasticité des substrats.

Toutefois, les sensibilités observées restent inférieures à celles produites par des variations des raideurs d'interfaces.

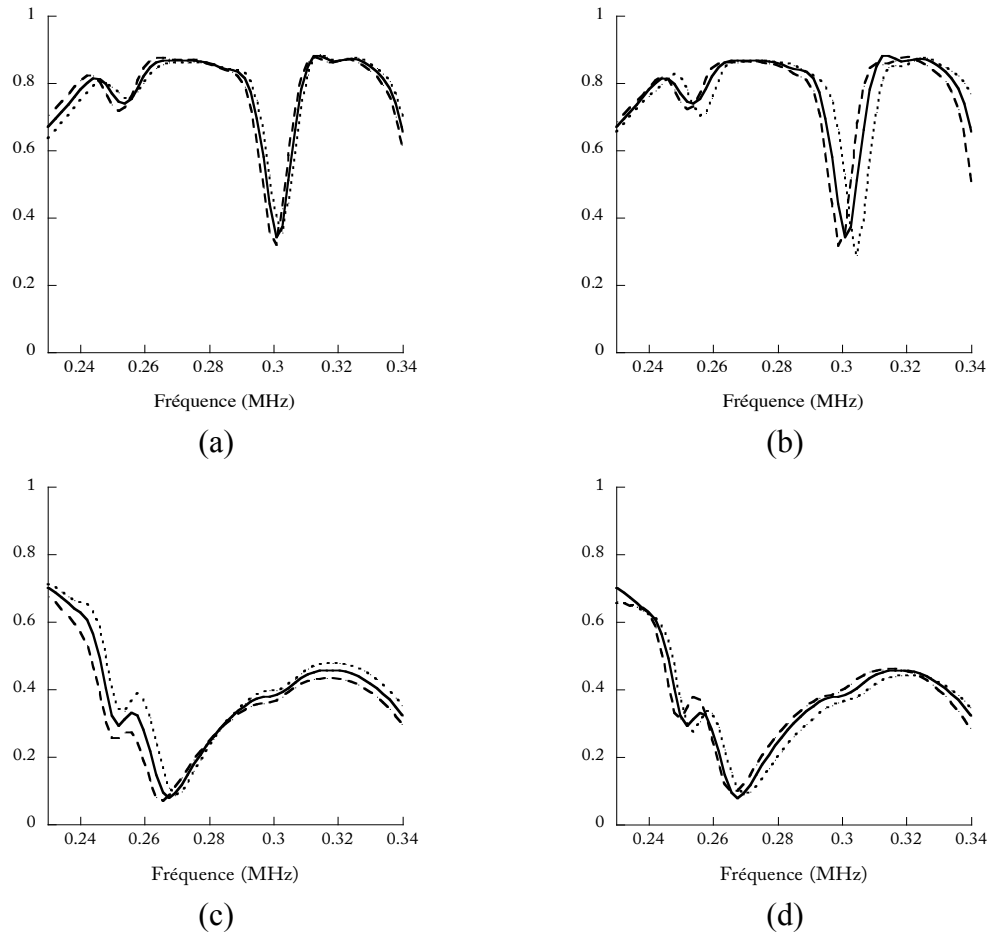


Figure 3. 20 : Prédiction numérique de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a et b) $A_0 \rightarrow A_0$ et (c et d) $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation des modules de viscoélasticité de $-x\%$ (---) et $+x\%$ (.....) : (a et c) de l'adhésif ($x=5$) et (b et d) des substrats ($x=2$).

8.1.3. Sensibilité à l'épaisseur de l'adhésif et des substrats

Les épaisseurs des adhésifs sont mesurées grâce à la technique de mesure présentée à la section 4.3.2 du chapitre 2. Elles sont estimées à $\pm 3\%$ près. Les substrats par contre sont connus à $\pm 2\%$ près. L'influence de ces incertitudes de mesures, sur les coefficients de transmission des couples de modes de Lamb $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ est analysée. Les résultats sont présentés à la Figure 3. 21. On observe un faible changement global sur les différentes courbes. De plus, les fréquences auxquelles apparaissent les minima et maxima de

transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ sont peu sensibles (moins de 5 %) à la variation des épaisseurs de l'adhésif et des substrats. Une telle sensibilité serait difficilement mesurable expérimentalement. Les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ seraient donc peu sensibles à la variation de $\pm 3 \%$ de l'épaisseur de l'adhésif et de $\pm 2 \%$ de celle des substrats, sauf très localement, autour de 254 kHz et 300 kHz, pour le coefficient de transmission du couple $A_0 \rightarrow A_0$ (Figure 3. 21 (a) et (b)), et à 256 kHz pour celui du couple $S_0 \rightarrow S_0$ (Figure 3. 21 (c) et (d)). Ici, on constate que le couple $S_0 \rightarrow S_0$ serait plus sensible à la variation de l'épaisseur des substrats qu'à la variation de l'épaisseur de l'adhésif.

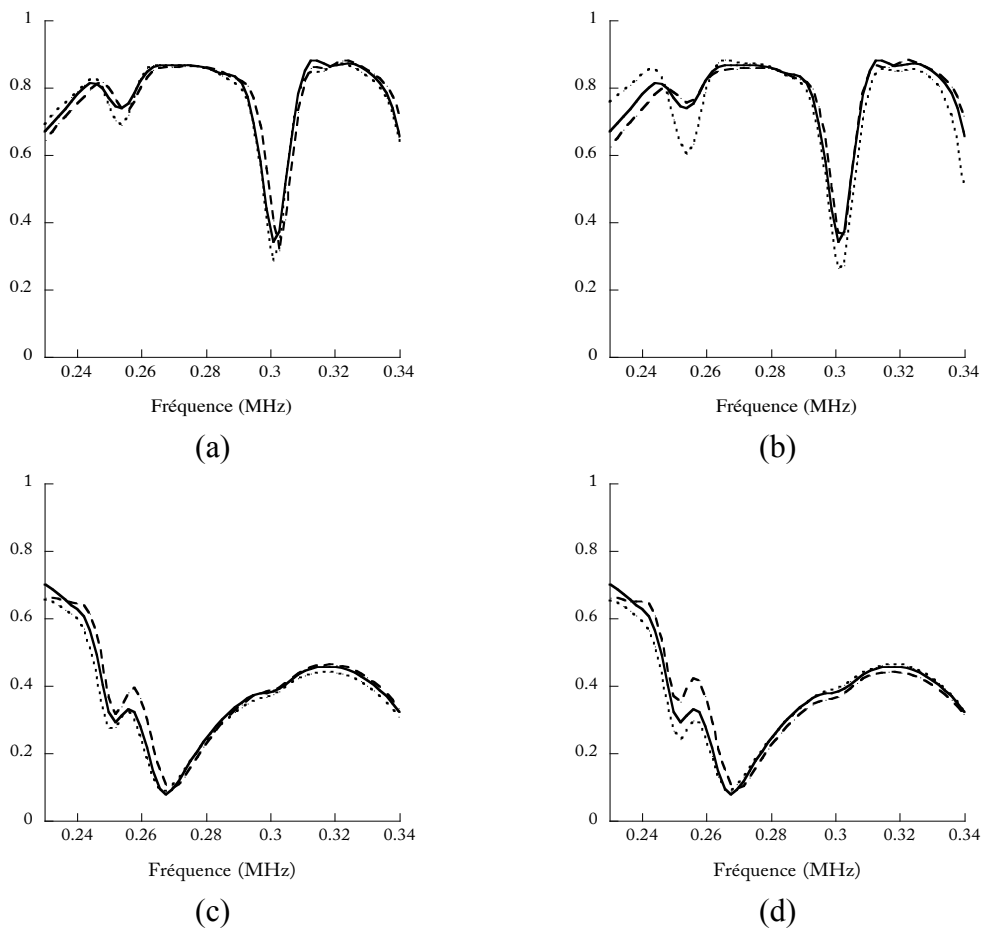


Figure 3. 21 : Prédiction numérique de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a et b) $A_0 \rightarrow A_0$ et (c et d) $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation de l'épaisseur de $-x \%$ (---) et $+x \%$ (.....) : (a et c) de l'adhésif ($x=3$) et (b et d) des substrats ($x=2$).

8.1.4. Sensibilité à la masse volumique de l'adhésif et des substrats

Au chapitre 2 (section 3), les masses volumiques de l'adhésif et des substrats étaient connues à $\pm 3 \%$, respectivement. La sensibilité des coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ à une telle variation de la masse volumique est présentée à la

Figure 3. 22. On observe que ce pourcentage de variations de la masse volumique de l'adhésif influence peu (moins de 1 %) les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ (Figure 3. 22 (a)) et $S_0 \rightarrow S_0$ (Figure 3. 22 (c)). Par contre, le même pourcentage de variation sur la masse volumique des substrats provoque des décalages non négligeables en fréquence, notamment sur les positions des minima et maxima de transmission (approximativement $\Delta f_{\max} = 10 \text{ kHz}$, pour le couple $A_0 \rightarrow A_0$ et $\Delta f_{\max} = 10 \text{ kHz}$, pour le couple $S_0 \rightarrow S_0$), provoquant ainsi des variations d'amplitudes des coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ (Figure 3. 22 (b)) et $S_0 \rightarrow S_0$ (Figure 3. 22 (d)) d'environ 40 %.

Les paramètres à estimer dans ce travail étant les raideurs d'interfaces, si une incertitude de $\pm 3 \%$ est commise sur la mesure de la masse volumique de l'adhésif, elle n'influencera en aucun cas, l'estimation de ces paramètres d'interphases. Cependant, si c'est le cas pour la masse volumique des substrats, elle provoquera certainement une estimation erronée des paramètres recherchés.

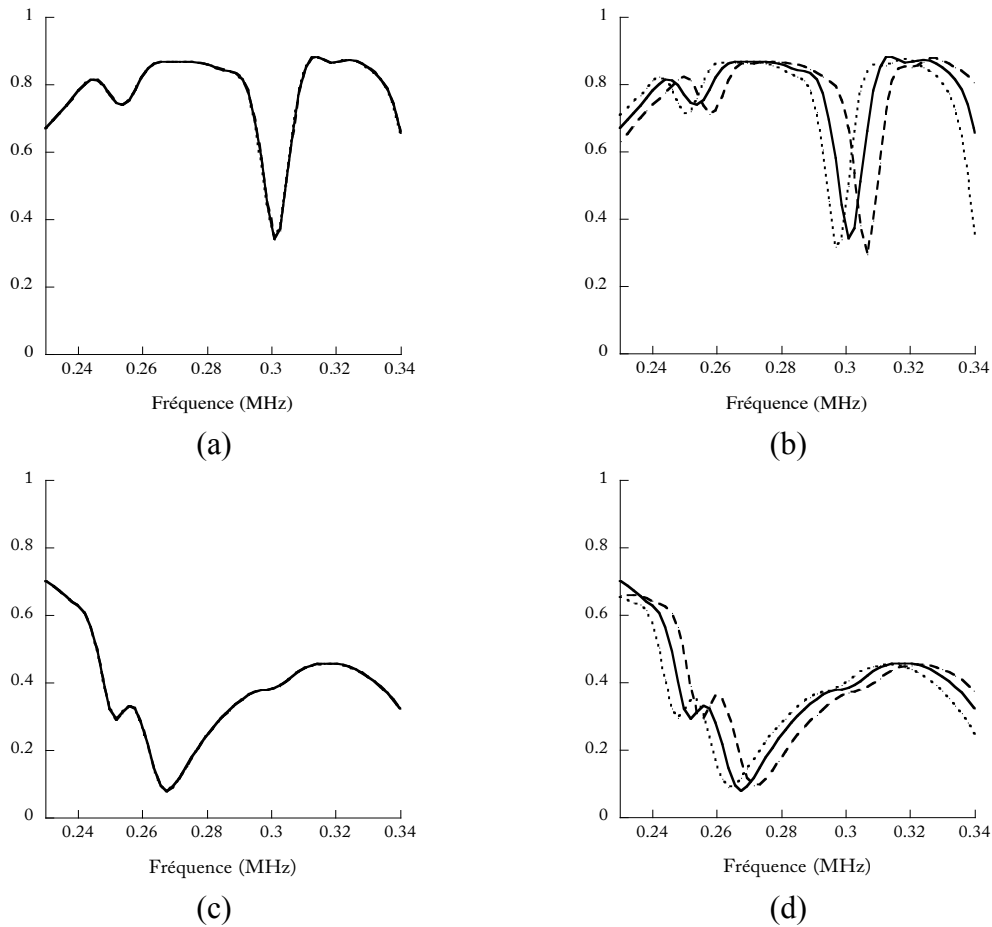


Figure 3. 22 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a et b) $A_0 \rightarrow A_0$ et (c et d) $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation de la masse volumique de -3 % (---) et +3 % (.....) : (a et c) de l'adhésif et (b et d) des substrats.

8.1.5. Sensibilité à la longueur de recouvrement

Enfin, l'influence d'une variation de la longueur de recouvrement du joint de $\pm 5\%$ est prise en compte pour le calcul des coefficients de transmission des modes de Lamb $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$. A la Figure 3. 23, on remarque que les deux couples de modes sont sensibles à une variation de $\pm 5\%$ de la longueur de recouvrement du joint (ce taux de variation correspond approximativement à une variation de 18% de $\lambda_{\min}$ et de $5,5\%$ de $\lambda_{\max}$, tous modes confondus et dans tout le domaine de fréquence de l'étude). C'est surtout un fort décalage en fréquences (approximativement $\Delta f_{\max} = 35\text{ kHz}$, pour le couple $A_0 \rightarrow A_0$ et $\Delta f_{\max} = 20\text{ kHz}$, pour le couple $S_0 \rightarrow S_0$) qui est observé et qui indique l'importance de connaître précisément la longueur de recouvrement du joint, pour conditionner correctement le problème inverse dont le but sera l'évaluation des raideurs d'interfaces k_L et k_T .

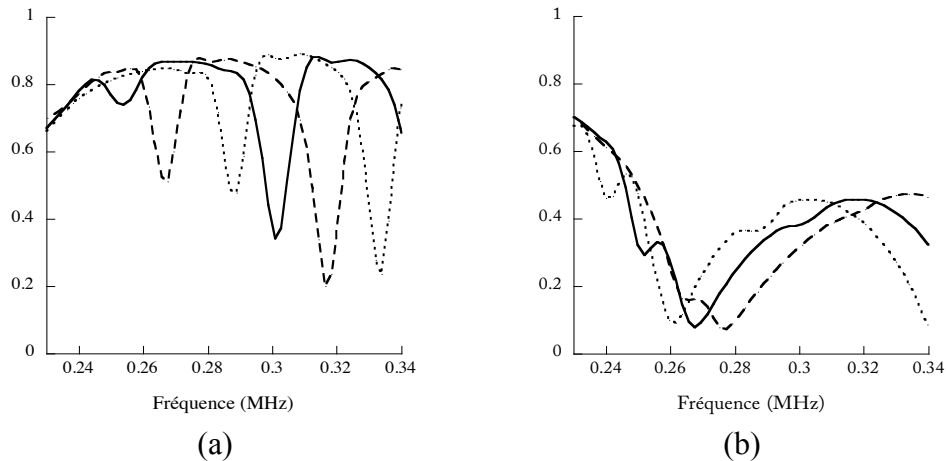


Figure 3. 23 : Prédictions numériques de la sensibilité du coefficient de transmission des couples de modes (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$, à la variation de la longueur de recouvrement : (—) $L=26,1\text{ mm}$, (---) $L=24,795\text{ mm}$ (-5%) et (— · —) $L=27,405\text{ mm}$ ($+5\%$).

Cette étude de sensibilité numérique permet de constater que les trois couples de modes ($A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$) sont sensibles, mais pas dans les mêmes proportions, aux variations des différents paramètres de l'assemblage (épaisseur de l'adhésif et des substrats, longueur de recouvrement du joint, etc.), ainsi qu'à la variation des raideurs d'interfaces, dans le domaine fréquentiel de l'étude. Pour le cas des assemblages étudiés, nous nous intéressons à l'évaluation des raideurs d'interfaces qui quantifient le niveau d'adhésion ; d'après la précédente étude de sensibilité, une estimation de ces paramètres est possible si les autres paramètres de l'assemblage sont supposés *a priori* bien connus.

8.2. Étude de la dispersion des mesures des coefficients de transmission

Considérons les deux assemblages de l'étude : l'assemblage DSi80 (pour lequel les interphases auraient des propriétés nominales) et l'assemblage D80 (pour lequel les interphases auraient des propriétés dégradées). Comme ce fut le cas pour la plaque usinée dans la masse, pour chaque couple de modes ($A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$), une série de mesures est réalisée sur chacun des assemblages DSi80 et D80, dans les trois positions représentées par les nombres (1), (2) et (3) sur la Figure 3. 24. Le but étant d'étudier la reproductibilité des mesures des coefficients de transmission. Ces mesures sont réalisées dans les mêmes conditions expérimentales qu'à la section 7, avec les mêmes transducteurs.

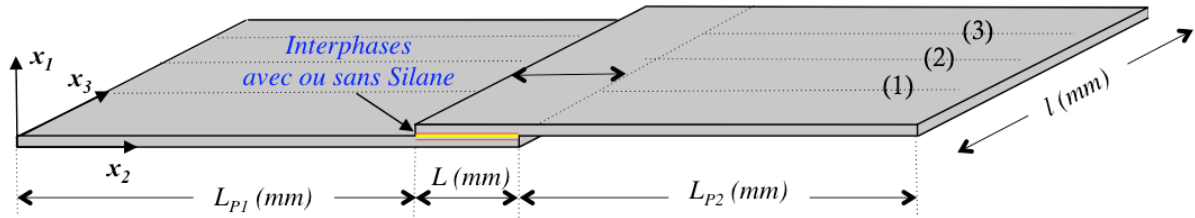


Figure 3. 24 : Trajectoires de propagation le long de la zone de recouvrement pour les assemblages DSi80 et D80.

Les Figure 3. 25 et Figure 3. 26 présentent les coefficients de transmission des modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ pour trois séries de mesures (positions (1), (2) et (3), cf. Figure 3. 24).

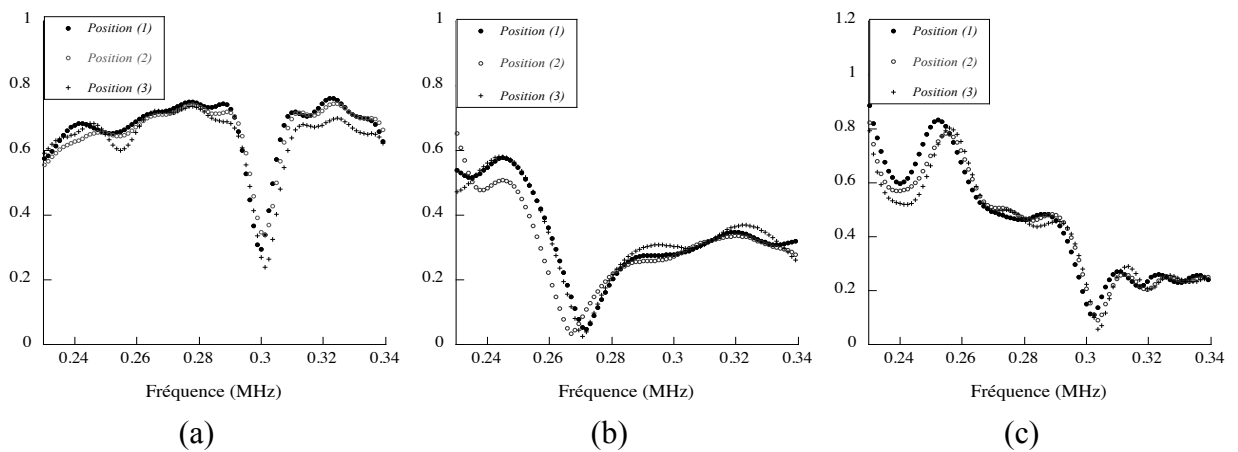


Figure 3. 25 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage DSi80, pour les différentes positions (1), (2) et (3) : (a) couple $A_0 \rightarrow A_0$, (b) couple $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) couple $S_0 \rightarrow A_0$.

Pour chacun des assemblages, une dispersion acceptable (inférieure à 20 %) est obtenue pour les différents couples de modes. Comme précédemment, on observe un léger décalage des fréquences des minima et maxima de transmission ($\Delta f_{\max} \leq 5 \text{ kHz}$), qui fait partie de la reproductibilité expérimentale, mais aussi de l'uniformité imparfaite du joint collé sur sa longueur.

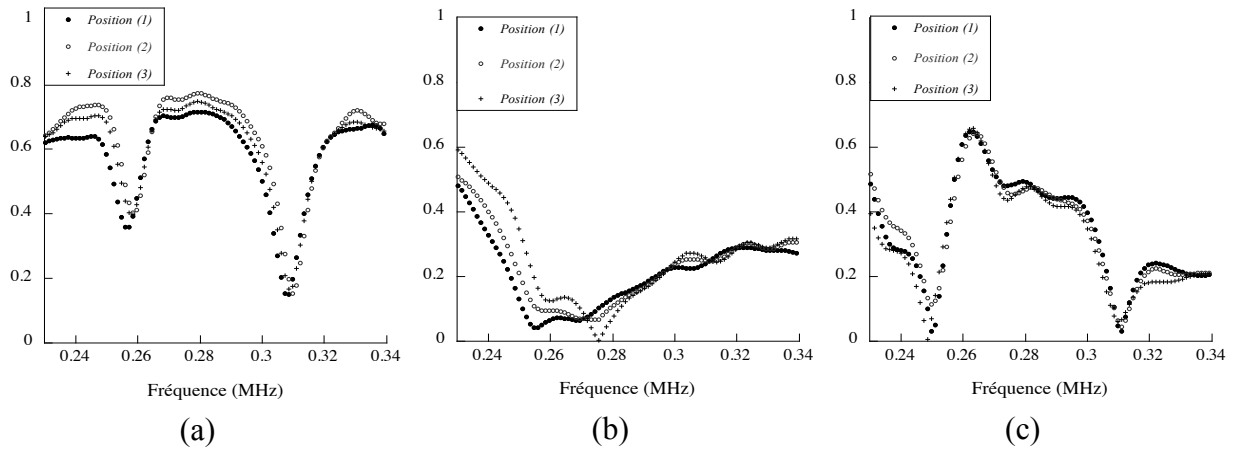


Figure 3. 26 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage D80, pour les différentes positions (1), (2) et (3), pour les couples : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$.

Ces différentes mesures permettent donc de vérifier que le procédé de traitement de surfaces appliqué aux substrats d'aluminium avant collage est assez reproductible sur toute la zone collée. Ils permettent également de confirmer de la reproductibilité du procédé de mesure sur ces deux assemblages collés.

L'étude de sensibilité numérique (section 8.1.1) a montré que les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ sont sensibles à la variation des raideurs d'interfaces utilisées pour modéliser l'état des interphases. Étant donné que notre objectif dans cette étude est d'évaluer ces raideurs d'interfaces, il est important de vérifier expérimentalement que les trois couples de modes de Lamb susceptibles d'être mesurés sont sensibles aux traitements de surfaces des substrats et donc à la qualité des interphases.

8.3. Sensibilité expérimentale des coefficients de transmission des modes de Lamb à la qualité d'adhésion

La Figure 3. 27 présente l'influence des traitements de surface sur les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$. On observe que les allures des courbes des coefficients de transmission des trois couples de modes sont différentes en

fonction du traitement de surface, donc que ces coefficients sont sensibles aux traitements de surface des substrats avant assemblage, et donc à la qualité d'adhésion aux interphases entre substrats et adhésif. Ce résultat expérimental confirme que les coefficients de transmission sont de bons candidats pour caractériser l'adhésion.

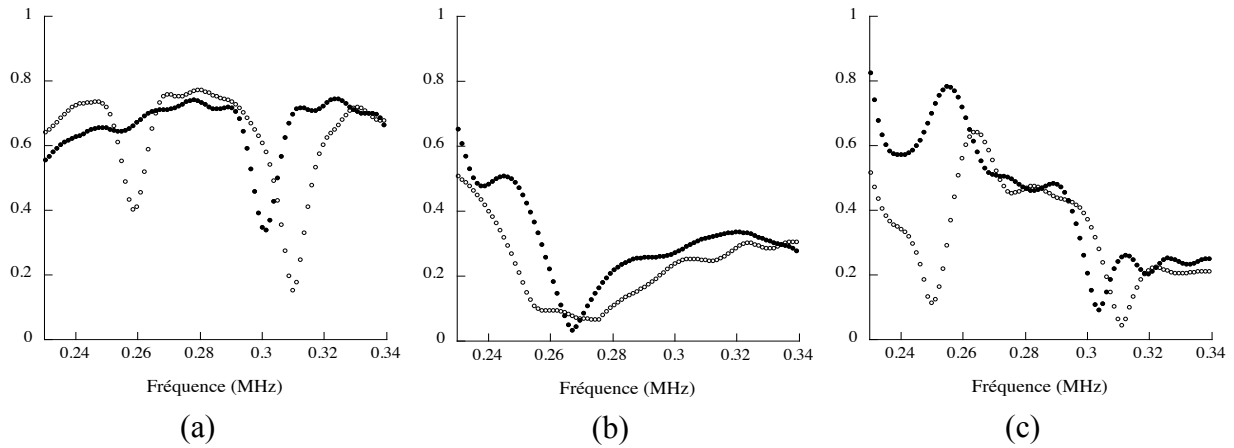


Figure 3. 27 : Sensibilité expérimentale des coefficients de transmission aux traitements des surfaces des substrats avant assemblage pour les couples : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$. ; DSi80 (••) et D80 (ooo).

A présent que la sensibilité des coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ aux traitements de surface des substrats est confirmée, on peut maintenant envisager d'estimer les raideurs d'interfaces k_L et k_T , par comparaison entre coefficients de transmission mesurés et calculés. Le modèle 2D est utilisé pour cette investigation. Quelques raisons de ce choix sont présentées au paragraphe suivant.

8.4. Choix du modèle 2D pour l'optimisation des paramètres d'interphases

Considérons l'assemblage DSi80 pour lequel les propriétés des interphases sont supposées nominales. Les simulations 2D et 3D de la propagation des trois couples de modes de Lamb $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ à travers la zone de recouvrement sont réalisées et comparées. Les résultats sont présentés à la Figure 3. 28. Dans tous les calculs (2D et 3D), les valeurs des raideurs d'interfaces longitudinales et transverses sont prises égales à $k_L = 4,15 \text{ PPa/m}$ et $k_T = 1,68 \text{ PPa/m}$, respectivement. Elles correspondent aux valeurs nominales établies à la section 6.3 du chapitre 2.

On observe que les allures des courbes des coefficients de transmission obtenus *via* les modèles 2D et 3D sont similaires. Tous les minima et maxima de transmission sont retrouvés et positionnés quasiment aux mêmes fréquences (moyennant un décalage maximal de 3 kHz

qui reste inférieur à la dispersion des mesures). Cependant, des différences assez significatives en amplitude sont observées. Elles sont attribuées au phénomène d'ouverture angulaire du faisceau ultrasonore qui se produit lors de la propagation modélisée 3D.

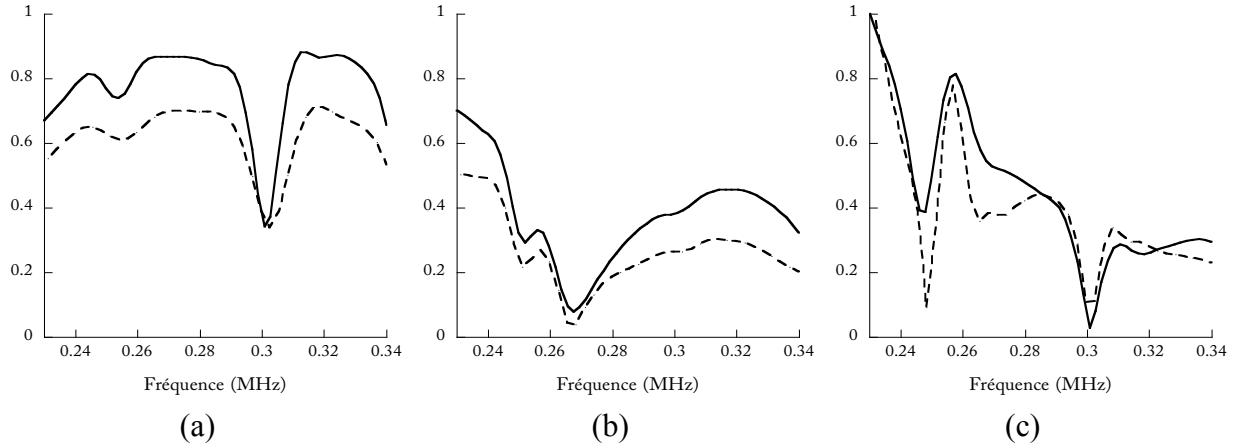


Figure 3. 28 : Comparaison entre coefficients de transmission calculés à partir des modèles 2D (—) et 3D (---) pour l'assemblage DSi80, et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$.

Les modèles bi et tri dimensionnels permettent donc de prédire la transmission des modes de Lamb à travers une zone de recouvrement collée. Le modèle 2D omet les effets d'ouverture angulaire des faisceaux ultrasonores qui sont *a priori* bien simulés en 3D. Par contre, les formes des courbes calculées avec ces deux modèles, dans le domaine de fréquence choisi, sont très similaires et prédisent des positions en fréquence quasiment identiques pour les minima et les maxima des coefficients de transmission. Or, il se trouve que les formes de ces coefficients et/ou les positions en fréquence de leurs minima et maxima dépendent des valeurs des raideurs d'interfaces k_L et k_T , d'après l'étude de sensibilité précédente (Figure 3. 19). On peut donc raisonnablement envisager d'utiliser les coefficients de transmission mesurés et le modèle EF 2D pour estimer les valeurs de k_L et k_T qui conduiront au meilleur accord avec les coefficients de transmission calculés, sous réserve bien sûr que les autres paramètres du problème soient le plus précisément connus (propriétés mécaniques et géométriques des substrats et de la colle). Pour la suite du chapitre, il est donc décidé d'utiliser la modélisation EF 2D pour tenter d'accéder aux valeurs des raideurs d'interfaces des deux assemblages DSi80 et D80.

9. Utilisation des outils de mesures et de simulations pour l'évaluation des paramètres d'interphases

L'objectif de cette partie est de déterminer les valeurs des paramètres d'interphases (k_L et k_T) qui, en vertu des résultats du chapitre 2, et notamment des bonnes corrélations entre les valeurs mesurées pour ces raideurs et les résultats d'essais mécaniques, quantifient le niveau d'adhésion aux interphases de joints collés. La procédure utilisée est la suivante : en supposant que les propriétés des substrats et de l'adhésif sont connues, le modèle 2D est utilisé pour calculer les coefficients de transmission. Ensuite, l'optimisation des paramètres k_L et k_T est réalisée. Les coefficients de transmission sont donc calculés pour différents jeux de valeurs des paramètres k_L et k_T , et comparés à chaque fois aux coefficients mesurés. Les valeurs des raideurs d'interfaces sont modifiées jusqu'à ce que les coefficients de transmission calculés et mesurés soient en meilleur accord dans tout le domaine fréquentiel de l'étude.

Considérons d'abord l'assemblage DSi80 pour lequel le niveau d'adhésion est nominal. Dans ce cas, les valeurs des raideurs d'interfaces sont censées être élevées. Les valeurs des raideurs d'interfaces obtenues au chapitre 2 pour l'assemblage tri-couche DSi80 ($k_L=4,15 \text{ PPa/m}$ et $k_T=1,68 \text{ PPa/m}$) sont utilisées pour calculer les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ qui sont alors comparés aux coefficients de transmission mesurés (Figure 3. 29). Pour chacun des trois modes, un assez bon accord est obtenu, excepté la différence en amplitude qui est due à l'ouverture angulaire du faisceau, lors des expériences, qui n'est pas prise en compte dans le modèle EF 2D.

Les valeurs de ces raideurs d'interfaces sont ensuite modifiées de $\pm 20 \%$ et on a observé que cela produisait des changements de l'ordre de 6% sur les amplitudes des coefficients de transmission calculés et un décalage maximal $\Delta f_{\max} \leq 5 \text{ kHz}$ des minima et maxima de transmission. Ainsi, une solution retenue qui minimise la différence entre les coefficients de transmission mesurés et calculés pour l'assemblage DSi80 est : $k_L=4,1 \text{ PPa/m}$ et $k_T=1,7 \text{ PPa/m}$, avec un intervalle de confiance de l'ordre de $\pm 20 \%$ (pour chaque raideur). Cette solution est satisfaisante quel que soit le couple de modes de Lamb considéré $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ ou $S_0 \rightarrow A_0$, c'est-à-dire que ce jeu de valeurs permet d'obtenir la meilleure adéquation possible entre les coefficients de transmission mesurés et calculés pour chacun des trois couples de modes. Ceci veut probablement dire que la mesure d'un seul couple $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ ou $S_0 \rightarrow A_0$ pourrait suffire pour estimer les valeurs de k_L et k_T , ce qui est plutôt une bonne nouvelle pour simplifier la procédure de caractérisation des raideurs d'interfaces.

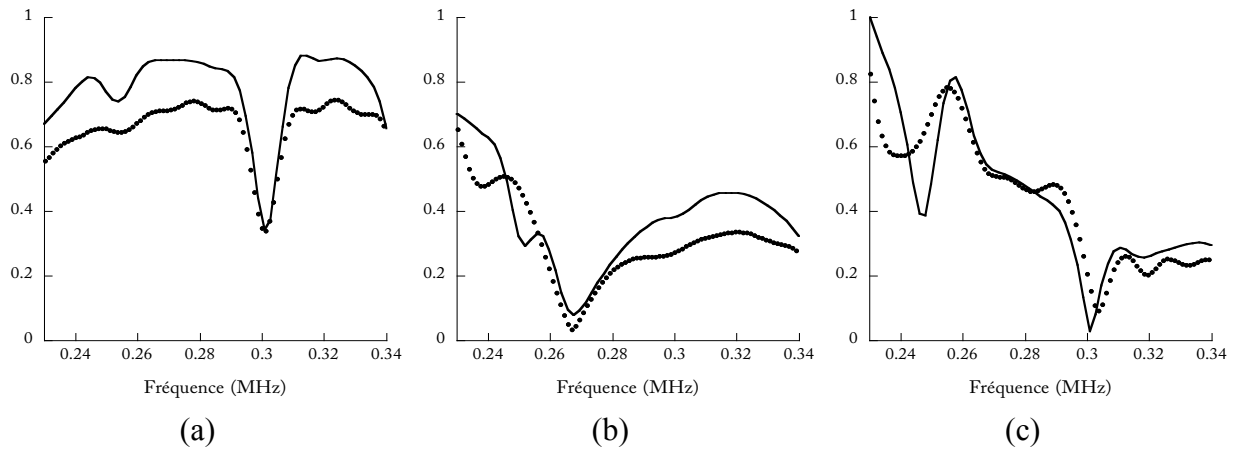


Figure 3. 29 : Comparaison entre coefficients de transmission (•••) mesurés et (—) calculés avec les raideurs d'interfaces établies au chapitre 2, pour l'assemblage DSi80 et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$.

Considérons maintenant l'assemblage D80 pour lequel le niveau d'adhésion est supposé très faible. De la même manière que précédemment, les coefficients de transmission sont calculés avec les valeurs nominales des paramètres k_L et k_T (celles obtenues au chapitre 2 pour l'échantillon DSi80 bien collé) et comparés aux coefficients de transmission mesurés. Un désaccord important est obtenu entre les coefficients de transmission ainsi calculés et les coefficients de transmission mesurés, ce qui est normal puisque l'échantillon ayant servi aux mesures est *a priori* mal collé. Par conséquent, les valeurs des raideurs k_L et k_T ont été progressivement abaissées jusqu'à ce que les coefficients de transmission calculés soient les plus proches possibles des coefficients de transmission mesurés, pour les trois couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ ou $S_0 \rightarrow A_0$. Les valeurs de raideurs d'interfaces (k_L et k_T) sont alors trouvées égales à 0,23 PPa/m et 0,04 PPa/m à $\pm 3\%$, respectivement. Cette solution numérique est obtenue quel que soit le couple de modes de Lamb utilisé ($A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ ou $S_0 \rightarrow A_0$).

Les nouvelles valeurs de k_L et k_T révèlent une baisse significative par rapport aux valeurs des raideurs d'interfaces obtenues pour l'assemblage DSi80. Ceci indique que l'absence de Silane influence fortement sur la qualité d'adhésion aux interphases des assemblages étudiés (aluminium/adhésif/aluminium). En outre, pour un état d'adhésion faible, la valeur de la raideur transverse k_T est en bon accord avec celle qu'on peut retrouver dans la littérature [132].

Les coefficients de transmission mesurés et calculés (après ajustement des raideurs d'interfaces) sont représentés sur la Figure 3. 30. Un assez bon accord est obtenu pour les

différents couples de modes, excepté le niveau d'amplitude qui est plus élevée pour les simulations numériques car le modèle EF 2D ne prends pas en compte l'ouverture angulaire des faisceaux ultrasonores.

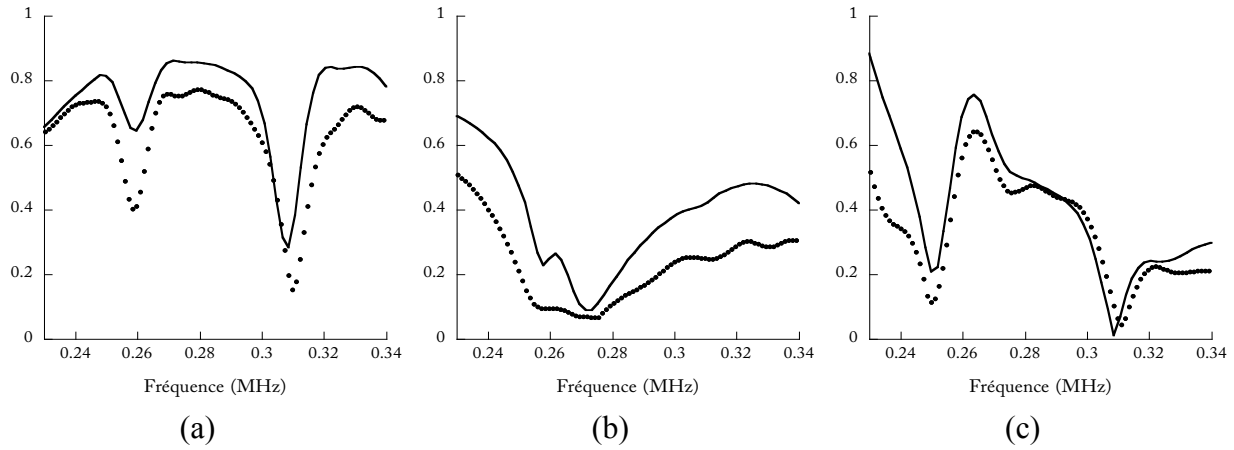


Figure 3. 30 : Comparaison entre coefficients de transmission (•••) mesurés et (—) calculés après ajustement des valeurs des raideurs d'interfaces, pour l'assemblage D80 et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$.

Un récapitulatif des valeurs des raideurs d'interfaces estimées est présenté au *Tableau 2. 13*. Ces résultats « d'optimisation » des raideurs d'interfaces montrent que les traitements de surface utilisés dans cette étude ont des influences différentes sur les deux raideurs d'interfaces longitudinales et transverses. En effet, k_L diminue moins que k_T lorsque l'interphase est dégradée : $k_{L(D80)} \cong k_{L(DSi80)}/18$ alors que $k_{T(DSi80)} \cong k_{T(D80)}/42$. Ceci confirme la nécessité d'utiliser ces deux paramètres pour espérer une bonne caractérisation de l'état d'adhésion aux interphases. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus au chapitre 2, pour des assemblages tri-couches ayant subi les mêmes traitements de surfaces. Les ondes guidées ultrasonores sont donc sensibles à l'absence (ou à la présence) de Silane.

Tableau 3. 3 : Présentation des valeurs des raideurs d'interfaces estimées.

Raideurs d'interfaces	DSi80	D80
k_L (PPa/m)	4,10 (± 20 %)	0,23 (± 3 %)
k_T (PPa/m)	1,70 (± 20 %)	0,04 (± 3 %)

Toutefois, même s'il est possible d'estimer les valeurs des raideurs d'interfaces qui caractérisent le niveau d'adhésion, à partir d'une comparaison entre coefficients de

transmission mesurés et calculés *via* un modèle 2D, pour une meilleure correspondance avec les mesures expérimentales, l'utilisation d'un modèle 3D permettant de prendre en compte l'ouverture angulaire du faisceau ultrasonore lors de sa propagation est préférable. Pour illustrer ceci, les calculs 3D sont réalisés en utilisant les valeurs de (k_L et k_T) présentées au *Tableau 3. 3*. Les résultats obtenus sont ensuite comparés aux mesures et aux simulations 2D (cf. *Figure 3. 31*, pour l'assemblage DSi80 et *Figure 3. 32*, pour l'assemblage D80).

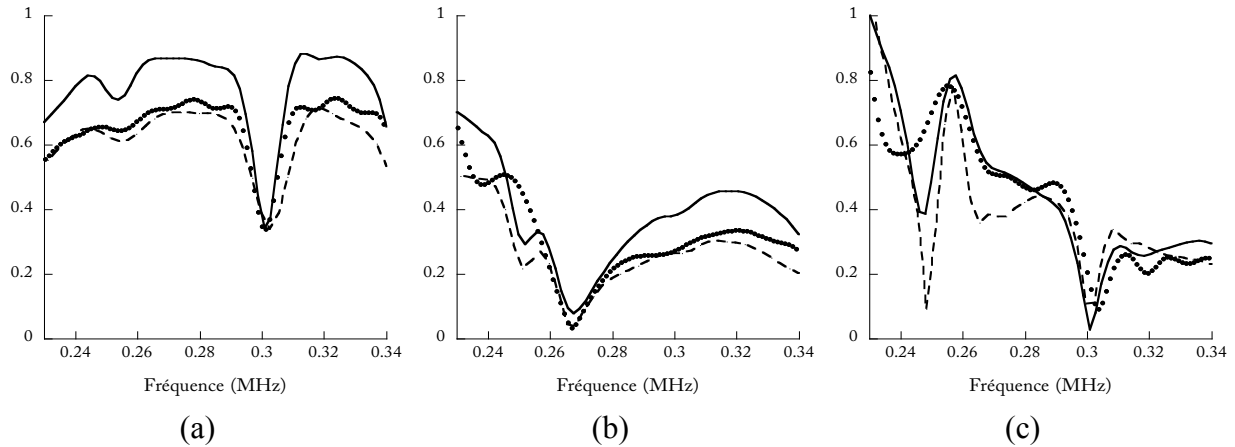


Figure 3. 31 : Comparaison entre coefficients de transmission (•••) mesurés et calculés avec (—) le modèle 2D et (- - -) le modèle 3D, pour l'assemblage DSi80, et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$.

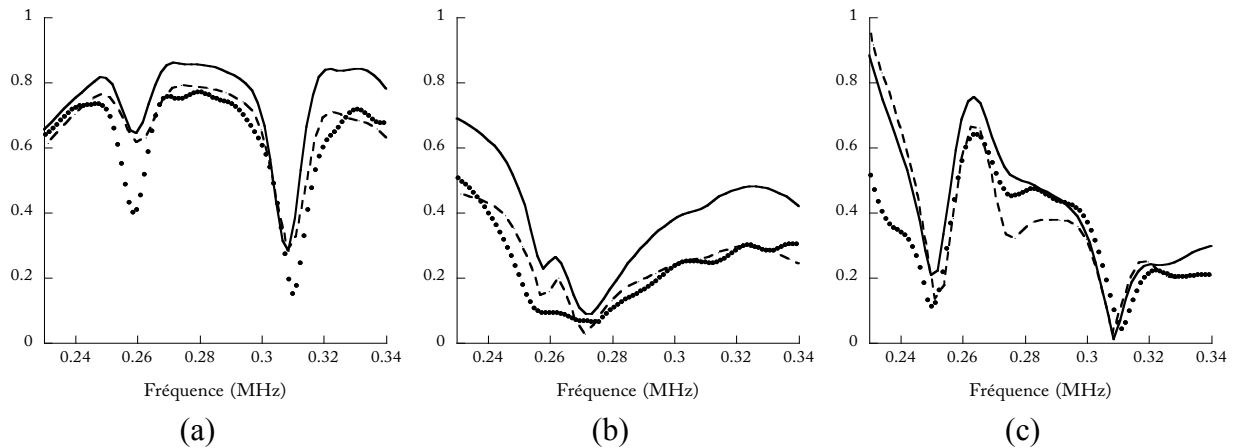


Figure 3. 32 : Comparaison entre coefficients de transmission (•••) mesurés et calculés avec (—) le modèle 2D et (- - -) le modèle 3D, pour l'assemblage D80, et pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$, (b) $S_0 \rightarrow S_0$, et (c) $S_0 \rightarrow A_0$.

Comme vu précédemment pour la plaque usinée dans la masse (section 7.2), la prise en compte de l'ouverture angulaire du faisceau ultrasonore dans les simulations 3D apporte une correction en amplitudes des coefficients de transmission calculés, et conduit à un meilleur

accord entre les simulations et les mesures expérimentales. Néanmoins, il reste encore quelques légères différences entre les simulations 3D et les mesures expérimentales qui pourraient provenir du fait que le rayonnement des modes guidés dans l'air, lors de leur propagation le long de l'assemblage, n'est pas modélisé. Les données d'entrée du modèle (dimensions et caractéristiques des substrats et de l'adhésif), la pureté du mode S_0 ou encore les erreurs de mesures des coefficients de transmission, peuvent être à l'origine des écarts observés.

Conclusions du chapitre

L'objectif de ce chapitre était d'étudier la propagation des ondes guidées de type Lamb le long d'assemblages collés à simple recouvrement, dans le but d'en extraire une information sur la qualité de l'adhésion. Une démarche pour l'évaluation non destructive permettant d'estimer les raideurs d'interfaces en fonction des traitements de surfaces appliqués aux substrats avant collage a été proposée. Cette dernière démontre le fort potentiel des ondes guidées de type Lamb à quantifier le niveau d'adhésion aux interphases de joints collés. Afin de faire varier la qualité d'adhésion aux interphases, les surfaces des substrats ont été traitées différemment : avec et sans silane. Des mesures de coefficients de transmission ont ensuite été réalisées sur ces deux assemblages, chacun constitué de deux substrats en aluminium collés avec un adhésif époxy. La reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour les couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ a été évaluée pour chaque échantillon et pour trois positions de la paire émetteur-récepteur. Elle a permis de vérifier que le procédé de traitement de surfaces appliqué aux substrats d'aluminium avant collage est bien reproductible sur toute la zone collée. Enfin, elle a permis de confirmer la reproductibilité du procédé de mesures.

Nous avons observé une bonne sensibilité des coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ et $S_0 \rightarrow A_0$ aux traitements des surfaces des substrats avant collage, et donc à la variation d'adhésion aux interphases entre substrats et adhésif. Cette sensibilité expérimentale a permis de confirmer le fait que les modes de Lamb sont de bons candidats pour caractériser l'adhésion. Des modèles éléments finis 2D et 3D ont été développés et utilisés pour simuler les mesures expérimentales. Ces modèles ont été résolus dans le domaine fréquentiel et tiennent compte de la viscoélasticité de l'adhésif, de la taille finie des transducteurs et de la géométrie du joint (simple recouvrement, dans le plan de propagation seulement ou dans l'espace 3D, selon le cas). Afin de modéliser une variation de la qualité

d'adhésion au niveau des interphases entre substrat et adhésif, des distributions spatiales de ressorts longitudinaux (k_L) et transversaux (k_T) sont utilisées. Les coefficients de transmission calculés à partir du modèle 2D (après ajustement des raideurs d'interfaces) sont en bon accord avec les mesures expérimentales, excepté une différence en amplitude. Les valeurs obtenues pour les raideurs d'interfaces (k_L et k_T) et pour les deux échantillons (DSi80 bien collé et D80 mal collé) confirment la nécessité d'utiliser ces deux paramètres pour caractériser correctement les interphases. Les valeurs de ces raideurs d'interfaces ont été trouvées plus élevées lorsque l'adhésion aux interphases est nominale, et nous avons observé qu'elles diminuent lorsque le niveau d'adhésion est faible. Ces raideurs d'interfaces varient certes en fonction du niveau d'adhésion, mais pas dans les mêmes proportions et les mêmes solutions sont obtenues quel que soit le couple de modes de Lamb considéré ($A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ ou $S_0 \rightarrow A_0$). Par contre, ces raideurs d'interfaces peuvent être évaluées si les propriétés mécaniques et les dimensions des substrats et de la couche adhésive sont bien connues.

Les simulations 3D ont permis de prendre en compte l'ouverture angulaire du faisceau ultrasonore et d'apporter des corrections sur les amplitudes des coefficients de transmission calculés. Nous avons observé qu'ils étaient en meilleur accord avec les mesures expérimentales que les coefficients de transmission calculés en 2D.

Notons que les résultats obtenus dans cette étude ont été possibles grâce à l'emploi de matériaux simples et bien connus (aluminium et adhésif isotropes et élastiques, d'épaisseurs précisément mesurées) et à une préparation très soignée et parfaitement maîtrisée des surfaces des substrats. Ces conditions idéales nous ont permis d'atteindre notre objectif qui consistait à évaluer les raideurs d'interface entre substrats et adhésif. Pour des cas de structures industrielles, la connaissance des propriétés des matériaux risque de ne pas être toujours aussi bonne. Néanmoins, les résultats obtenus avec les structures « cas d'école » employées ici sont très encourageants, notamment en ce qui concerne la variation monotone entre les raideurs d'interfaces mesurées par ondes de Lamb (par ailleurs corroborées par les mesures *via* les ondes de volume de transmises) et les résultats des essais destructifs. On peut donc stipuler que la mesure du coefficient de transmission des ondes de Lamb est une piste prometteuse pour différencier une bonne interphase d'une mauvaise, voire pour quantifier le niveau d'adhésion aux interphases. Les résultats présentés dans ce chapitre sont complétés par des campagnes de mesures ultrasonores menées sur d'autres assemblages en aluminium fournis par AIRBUS DS (voir annexe 2).

Conclusions générales et perspectives

Ce travail de thèse s'est inscrit dans le contexte de l'évaluation non destructive de la cohésion et/ou de l'adhésion des assemblages collés, par des méthodes ultrasonores. Les assemblages collés offrent des performances mécaniques élevées tout en permettant d'éviter les concentrations de contraintes présentes lors de l'utilisation des rivets, par exemple. Néanmoins, la qualité de ces assemblages est fortement liée aux procédures de réalisation du collage. De plus, le manque de méthodes permettant de contrôler de manière non destructive ces assemblages constitue un des principaux freins à l'utilisation massive des colles pour assembler des pièces dans l'industrie. Les industriels expriment donc le besoin de solutions pour l'évaluation non destructive permettant de qualifier et quantifier les performances d'un joint de colle. Le projet ANR ISABEAU, regroupant des équipes universitaires spécialistes de la physico-chimie, de la mécanique et du contrôle non destructif par ultrasons, s'est inscrit dans ce contexte. L'objectif de ce projet consiste à développer des méthodes non destructives innovantes pour l'évaluation de l'adhésion aux interfaces de joints de colle, en vue de proposer des solutions applicables dans un contexte industriel.

Le chapitre 1 de ce travail a permis de rappeler les principaux paramètres qui peuvent plus ou moins influencer la cohésion et l'adhésion dans un joint de colle. Il a aussi permis de dresser un état de l'art sur les stratégies de CND/END existantes dans la littérature, en particulier celles mettant en jeu les ultrasons. Cette analyse bibliographique a permis de positionner le sujet de cette thèse par rapport à l'avancement du progrès scientifique, et vis-à-vis du besoin industriel.

Le chapitre 2 concernait la caractérisation des propriétés cohésives et/ou adhésives des joints collés de type tri-couches, par transmission d'ondes ultrasonores de volume. Une méthode d'évaluation non destructive a été proposée : elle permet d'une part d'estimer les modules d'élasticité du joint adhésif (les interphases entre l'adhésif et les substrats étant supposées parfaites), et d'autre part de déterminer les raideurs d'interfaces (k_L et k_T) en fonction des traitements de surfaces appliqués aux substrats avant collage (les propriétés de la couche d'adhésif étant supposées connues). L'étude a débuté par la caractérisation, au moyen de méthodes ultrasonores, des différents matériaux constituant les assemblages collés, pris individuellement. Cela a permis d'avoir des données d'entrées pour les différentes simulations numériques. L'influence de l'état des interphases sur la détermination des modules d'élasticité d'un adhésif au sein d'un assemblage collé a ensuite été analysée grâce à la simulation

numérique de la transmission d'ondes planes ultrasonores. Il a été montré, sans faire l'hypothèse d'isotropie sur la couche d'adhésif lors de sa caractérisation, qu'une anisotropie apparente indicative des faiblesses inter-faciales est observée. Les résultats obtenus *via* un modèle statique basé sur une loi des mélanges ont donné des résultats similaires qui ont permis de comprendre et d'expliquer l'anisotropie détectée par les ultrasons. Des mesures expérimentales ont alors été réalisées sur des assemblages collés de laboratoire pour lesquels les surfaces des substrats ont subi différents traitements. Les résultats expérimentaux sont en très bon accord avec les prédictions numériques, à savoir que l'anisotropie apparente révélant des interphases de mauvaise qualité a bien été confirmée par les mesures faites sur les éprouvettes collées. Ensuite, deux raideurs d'interfaces (k_L pour compression et k_T pour cisaillement) ont été estimées, à partir des signaux ultrasonores mesurés, pour caractériser l'état mécanique des interphases entre substrats et adhésif. Il a été montré que ces propriétés inter-faciales peuvent être évaluées si les propriétés des substrats et celles de la couche d'adhésif sont bien connues. Ces raideurs d'interfaces sont élevées lorsque le collage est préparé pour conduire à une adhésion nominale aux interphases ; elles diminuent lorsque la préparation des interphases est faite pour créer un niveau d'adhésion moyen ou très faible. Le processus d'optimisation de ces raideurs d'interfaces a montré qu'elles ne variaient pas dans les mêmes proportions. La comparaison de leurs valeurs avec les résultats d'essais mécaniques (contrainte à la rupture) a permis de vérifier leur lien avec la qualité de l'adhésion aux interphases substrat-adhésif. La méthode ultrasonore proposée permet aussi de différencier une bonne adhésion d'une mauvaise, même si les propriétés de la couche adhésive sont inconnues, grâce aux deux paramètres d'anisotropie β_1 et β_2 : la contrainte à la rupture évolue dans le même sens que les raideurs d'interfaces, mais en sens contraire par rapport aux paramètres d'anisotropie ; l'important est que ces évolutions soient monotones, ce qui est le cas. Ce chapitre a permis de démontrer les potentialités des ondes ultrasonores de volume à qualifier et quantifier les propriétés mécaniques des joints collés et celles des interphases.

Le chapitre 3 a été consacré à l'étude de l'évolution du coefficient de transmission des modes de Lamb à travers un joint collé. Une méthode d'évaluation non destructive permettant d'estimer les raideurs d'interfaces en fonction des traitements de surfaces appliqués aux substrats avant collage a été proposée. Cette dernière a démontré le fort potentiel des ondes guidées de type Lamb à quantifier le niveau d'adhésion aux interphases de joints collés. Comme précédemment, il a été montré que ces propriétés inter-faciales peuvent être évaluées si les propriétés des substrats et celles de la couche adhésive sont bien connues. De même, ces

raideurs inter-faciales ont été trouvées plus élevées lorsque l'adhésion aux interphases est nominale, et elles diminuent lorsque le niveau d'adhésion est faible. Les mêmes jeux de valeurs ont été trouvés quel que soit le couple de modes de Lamb considéré : $A_0 \rightarrow A_0$, $S_0 \rightarrow S_0$ ou $S_0 \rightarrow A_0$. Des modèles numériques en deux (2D) et trois dimensions (3D), basés sur la méthode des éléments finis (EF), ont été développés *via* le logiciel Comsol Multiphysics®. Ces modèles ont permis de simuler la propagation d'ondes de Lamb à travers une zone de recouvrement. Une routine de post-traitement a permis de calculer les coefficients de transmission, à partir des champs de déplacements calculés par EF. Les coefficients de transmission prédits par le modèle 2D (avec ajustement des valeurs des raideurs d'interfaces) se sont révélés être en bon accord avec les mesures expérimentales, excepté une différence en amplitude. Les simulations 3D ont permis de prendre en compte l'ouverture angulaire du faisceau ultrasonore guidé qui apporte la correction en amplitude nécessaire pour que les coefficients de transmission calculés soient en meilleur accord avec les mesures expérimentales. Ce chapitre a finalement permis de montrer que la mesure du coefficient de transmission est un bon moyen pour estimer les propriétés mécaniques des interphases, et donc pour quantifier le niveau d'adhésion.

Une première perspective du travail présenté au chapitre 2 consisterait à réaliser des mesures ultrasonores et essais mécaniques supplémentaires. En effet, les méthodes ultrasonores développées au chapitre 2 ont été appliquées sur huit assemblages seulement. Il serait donc nécessaire d'effectuer davantage de mesures avec plus d'échantillons afin de conforter les résultats obtenus. Cela permettrait véritablement d'asseoir les méthodes développées sur des cas d'assemblages collés constitués de substrats en aluminium, avant de passer à d'autres assemblages plus complexes. Par exemple, la suite de l'étude pourrait consister à tester les méthodes proposées sur des assemblages réalisés avec des adhésifs industriels qui peuvent éventuellement être anisotropes. Cela permettrait, d'une part, de vérifier si l'anisotropie apparente induite par une dégradation de l'interphase est masquée ou pas par l'anisotropie de l'adhésif, et d'autre part, d'étudier l'effet des dégradations d'interphases sur la mesure des raideurs d'interfaces de tels assemblages.

Une autre piste serait de tester l'efficacité des méthodes développées aux cas des substrats composites, qui sont connus pour être des matériaux anisotropes, viscoélastiques et hétérogènes. On pourrait alors étudier l'influence de l'anisotropie des substrats sur le phénomène d'anisotropie apparente du joint, ainsi que sur la détermination des propriétés d'interphases. La nécessité d'adapter ces méthodes à de tels assemblages est un challenge

important pour les applications industrielles, puisque les composites sont plus utilisés que les métaux pour la réalisation de structures collées.

Les faiblesses cohésives (réticulation incomplète de l'adhésif) et adhésives (qualité d'adhésion) examinées au chapitre 2 étaient uniformément distribuées (soit dans l'adhésif lui-même ou soit au niveau des interphases), et les transducteurs utilisés étaient de grandes dimensions afin de satisfaire la condition d'ondes planes introduite dans le modèle. Il serait donc intéressant d'envisager une inspection plus locale des joints adhésifs, en utilisant des faisceaux focalisés ou bornés. Cela permettrait, par exemple, de réaliser des cartographies des paramètres β_1 et β_2 et/ou des raideurs d'interfaces k_L et k_T pour informer l'utilisateur de la structure collée sur l'uniformité de la qualité du joint collé.

Enfin, on pourrait envisager d'étudier la réponse d'une interphase défectueuse à une sollicitation ultrasonore de grande amplitude, afin de chercher à identifier, dans le signal ultrasonore mesuré, d'éventuelles composantes fréquentielles qui seraient caractéristiques de la présence du défaut. En effet, lorsque les interphases sont ainsi sollicitées, un phénomène de « clapping » peut se produire, générant une réponse non linéaire qui peut se manifester par l'apparition d'harmoniques (d'ordres plus élevés ou pas) de la fréquence d'excitation, ou se manifester par des phénomènes de modulation en fréquence [193,194]. Par exemple, *Yan et al* [195] sont parvenus à détecter expérimentalement la présence des « kissing bonds » simulés par un contact sans adhésion entre un adhésif et les substrats, à partir de la mesure de l'amplitude des harmoniques supérieures.

Concernant les ondes guidées, les valeurs des raideurs d'interfaces estimées ont été obtenues par ajustement manuel, elles ne constituent donc pas, pour le moment, des solutions faciles à obtenir. Une première perspective serait donc de développer une routine d'optimisation numérique automatisée qui permettrait, à partir de l'ensemble des coefficients de transmission mesurés pour les différents couples de modes, d'avoir un unique jeu de valeurs des raideurs d'interfaces (k_L et k_T) qui minimisent l'écart quadratique entre coefficients de transmission calculés et mesurés, pour chaque assemblage. Il serait également intéressant d'étudier la propagation des ondes guidées le long de la zone de recouvrement (par opposition à la propagation perpendiculairement qui a été réalisée dans cette thèse), dans une perspective d'estimation des raideurs d'interfaces. La modélisation 3D pourrait également être améliorée en prenant en compte l'ouverture angulaire des transducteurs ultrasonores (car pour l'instant, les faisceaux ultrasonores se propageant de l'émetteur à la plaque ou de la plaque au récepteur sont des faisceaux collimatés), ainsi que d'éventuelles variations d'épaisseur du joint. L'approche non linéaire évoquée précédemment pourrait également être

envisagée avec des ondes guidées, dans le but d'évaluer le niveau d'adhésion aux interphases de joints collés. Enfin, la méthode proposée devrait être adaptée au cas d'assemblages collés composites.

Ce travail étant effectué dans une optique de proposer des solutions applicables dans un contexte industriel, il serait indispensable de tester les différentes stratégies proposées dans cette thèse à des assemblages industriels. De plus, des essais mécaniques supplémentaires devraient être réalisés afin de confirmer davantage les corrélations observées dans cette thèse entre les paramètres ultrasonores mesurés de manière non destructive et la contrainte à la rupture pour divers types d'essais mécaniques.

Annexe 1 : Coefficients à implémenter sous COMSOL en 3D

Le formalisme utilisé en 3D par le logiciel COMSOL est similaire à celui d'un problème bi-dimensionnel. Les coefficients obtenus par identification de l'équation (3. 15) à l'équation de propagation (3. 12) du chapitre 3 sont donnés par [184] :

$$\begin{cases} \alpha = \beta = 0 \\ \gamma = q = 0 \\ f = 0 \\ g_i = T_i \end{cases} \quad (3. 25)$$

Et :

$$a = \begin{pmatrix} -\rho\omega^2 & 0 & 0 \\ 0 & -\rho\omega^2 & 0 \\ 0 & 0 & -\rho\omega^2 \end{pmatrix} \quad (3. 26)$$

Les composantes de la matrice c sont quant à eux donnés par :

$$c = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} \\ c_{21} & c_{21} & c_{23} \\ c_{31} & c_{32} & c_{33} \end{pmatrix} \quad (3. 27)$$

où les c_{ij} sont des matrices 3x3 données par :

$$\begin{aligned} c_{11} &= \begin{pmatrix} C_{11} & 0 & 0 \\ 0 & C_{66} & 0 \\ 0 & 0 & C_{55} \end{pmatrix} & c_{12} &= \begin{pmatrix} 0 & C_{12} & 0 \\ C_{66} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} & c_{13} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & C_{13} \\ 0 & 0 & 0 \\ C_{55} & 0 & 0 \end{pmatrix} \\ c_{21} &= \begin{pmatrix} 0 & C_{66} & 0 \\ C_{21} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} & c_{22} &= \begin{pmatrix} C_{66} & 0 & 0 \\ 0 & C_{22} & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} & c_{23} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C_{23} \\ 0 & C_{44} & 0 \end{pmatrix} \\ c_{31} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & C_{55} \\ 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & 0 & 0 \end{pmatrix} & c_{32} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \\ 0 & C_{23} & 0 \end{pmatrix} & c_{33} &= \begin{pmatrix} C_{55} & 0 & 0 \\ 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & C_{33} \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (3. 28)$$

où les C_{ij} sont les modules d'élasticité ou de viscoélasticité du matériau.

Annexe 2 : Les assemblages AIRBUS DS

Deux assemblages de géométrie simple recouvrement ont été fournis par AIRBUS DS. C'est en effet les mêmes assemblages que ceux utilisés par *Castaings* [132]. Chacun d'eux est composé de deux plaques d'aluminium de 3 mm d'épaisseur, de 250 mm de longueur et 200 mm de largeur, collées avec un adhésif époxy (référence AF3109) d'environ 0,2 mm d'épaisseur, sur une longueur de recouvrement d'environ 50 mm. Afin de faire varier la qualité d'adhésion, deux traitements de surfaces ont été appliqués aux substrats en aluminium avant collage. Pour le premier assemblage, les surfaces des substrats ont été dégraissées et sablées, ce qui est supposé *a priori* conduire à une adhésion nominale. Cet assemblage est donc considéré comme l'échantillon de référence et noté SBI (pour *Sand-Blasted Interface*). Pour le second, les surfaces des substrats ont uniquement été dégraissées, pour avoir *a priori* une adhésion très faible. Cet assemblage est noté NSBI (pour *Non Sand-Blasted Interface*). Les propriétés mécaniques des différents constituants des assemblages sont présentées dans le *Tableau A. 1*. La stratégie proposée au chapitre 3 est appliquée à ces deux assemblages afin d'évaluer ses performances sur des assemblages industriels. Les deux couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ sont principalement étudiés.

Tableau A. 1 : Propriétés mécaniques des constituants des assemblages SBI et NSBI [132].

<i>Milieu</i>	<i>C₁₁ (GPa)</i>	<i>C₆₆ (GPa)</i>	<i>ρ (kg/m³)</i>
<i>Aluminium</i>	112	27	2780
<i>Époxy AF3109</i>	3,70 (1+I 0,03)	1,02 (1+I 0,03)	1170

A.2.1. Étude de la reproductibilité des mesures des coefficients de transmission

Comme ce fut le cas pour les assemblages DSi80 et D80, pour chaque couple de modes ($A_0 \rightarrow A_0$ ou $S_0 \rightarrow S_0$), une série de mesures est réalisée sur chacun des assemblages SBI et NSBI, dans trois positions. Les *Figure A. 1* et La *Figure A. 2* présentent les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ pour trois séries de mesures.

Pour l'assemblage SBI, une dispersion acceptable ($\approx 10\%$) est obtenue pour les deux couples de modes. Comme précédemment, on observe un très léger décalage des fréquences des minima et maxima de transmission ($\Delta f_{\max} \leq 5 \text{ kHz}$), qui fait partie de la reproductibilité expérimentale, mais aussi de l'uniformité imparfaite du joint collé sur sa longueur. Ces différentes mesures permettent de vérifier que le procédé de traitement de surfaces appliqué aux substrats d'aluminium avant collage est assez reproductible sur toute la zone collée. De

plus, ils mettent en évidence la quasi-uniformité de l'épaisseur du joint de colle le long de la zone de recouvrement.

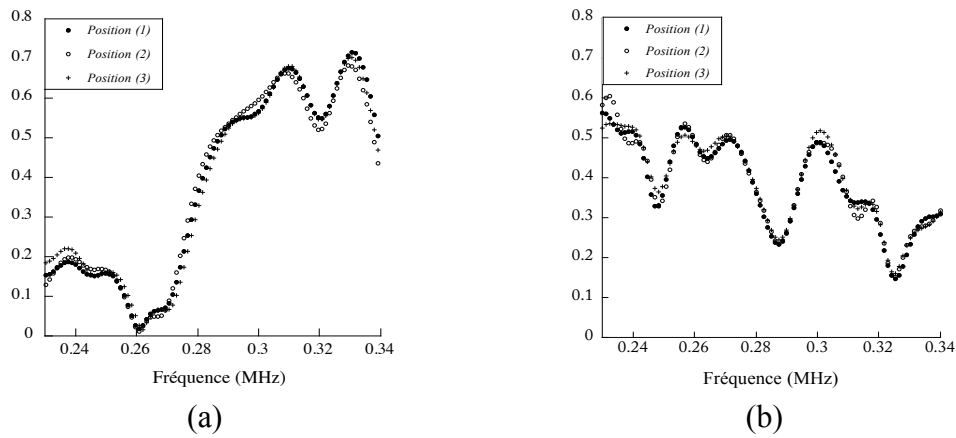


Figure A. 1 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage SBI, pour les différentes positions : (a) couple $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) couple $S_0 \rightarrow S_0$.

Pour l'assemblage NSBI (Figure A. 2) par contre, une plus grande dispersion ($\approx 40\%$) est obtenue pour les différents modes. Dans ce cas, les mesures montrent que le procédé de traitement de surface appliqué aux substrats d'aluminium avant collage ne serait peut être plus assez uniforme sur toute la zone collée et/ou que l'épaisseur du joint de colle le long de la zone de recouvrement aurait quelques variations. Notons qu'une dispersion similaire (22 %) avait également été obtenue par *Castaings* [132] sur les amplitudes des signaux mesurés sur cet assemblage, pour 5 positions des transducteurs émetteur et récepteur.

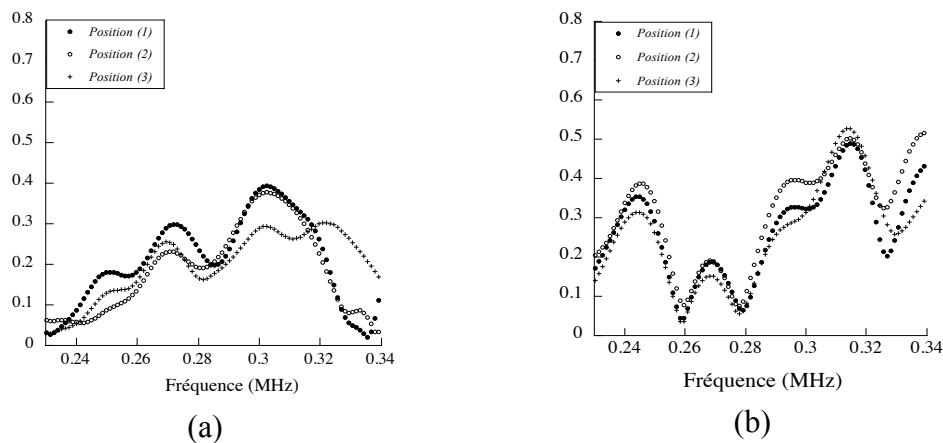


Figure A. 2 : Reproductibilité des mesures des coefficients de transmission pour le cas de l'assemblage NSBI, pour les différentes positions : (a) couple $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) couple $S_0 \rightarrow S_0$.

A.2.2. Sensibilité expérimentale des coefficients de transmission des modes de Lamb à la qualité d'adhésion

La Figure A. 3 présente l'influence du traitement de surface sur les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$. On peut observer que les allures des courbes des coefficients de transmission des deux couples de modes sont différentes en fonction du traitement de surfaces. En effet, les coefficients de transmission de ces couples de modes changent nettement selon que les surfaces des substrats aient été sablées ou pas, et donc suivant la qualité d'adhésion aux interphases entre substrats et adhésif.

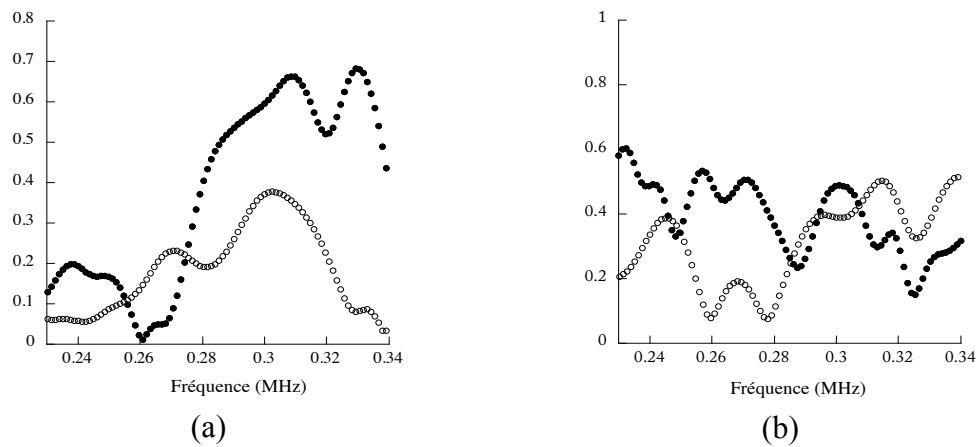


Figure A. 3 : Sensibilité expérimentale des coefficients de transmission aux traitements des surfaces des substrats (sablés ou pas) pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$; SBI (•••) et NSBI (ooo).

A.2.3. Utilisation des outils de mesures et de simulations 2D pour l'évaluation des paramètres d'interphases

La sensibilité des coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ aux traitements de surfaces des substrats étant confirmée, on va maintenant tenter d'estimer les paramètres k_L et k_T supposés être corrélés à l'état des interphases des différents assemblages, par comparaison entre coefficients de transmission mesurés et calculés. La procédure ici est identique à celle utilisée à la section 9 du chapitre 3.

Considérons l'assemblage SBI pour lequel le niveau d'adhésion est *a priori* nominal. Dans ce cas, les raideurs d'interfaces sont censées être élevées. La valeur de la raideur d'interface transverse obtenue par **Castaigns** [132] est utilisée comme donnée d'entrée pour calculer les coefficients de transmission des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ mais la valeur de la raideur d'interface longitudinale est modifiée jusqu'à ce que les coefficients de transmission calculés et mesurés soient autant que possible en bon accord. Les coefficients de transmission

mesurés et calculés (avec la valeur de la raideur transverse et ajustement de la raideur longitudinale) sont comparés. Ils sont présentés sur la *Figure A. 4*. Pour chacun des deux couples de modes, un assez bon accord est obtenu, excepté aux basses fréquences (inférieures à 270 kHz). De même que pour les plaques ISABEAU (chapitre 3), la différence en amplitude est observée. Elle est attribuée à l'ouverture angulaire du faisceau, lors des expériences, qui n'est pas prise en compte dans le modèle EF 2D. Les valeurs des raideurs d'interfaces qui fournissent un tel accord sont $k_L=3,75 \text{ PPa/m}$ et $k_T=1,50 \text{ PPa/m}$, à $\pm 20 \%$ respectivement. Le même jeu de valeurs est obtenu quelque soit le couple de modes de Lamb utilisé ($A_0 \rightarrow A_0$ ou $S_0 \rightarrow S_0$). On peut remarquer que la valeur de la raideur longitudinale (k_L) est en bon accord avec les ordres de grandeurs retrouvés dans la littérature pour une interphase nominale [65,133].

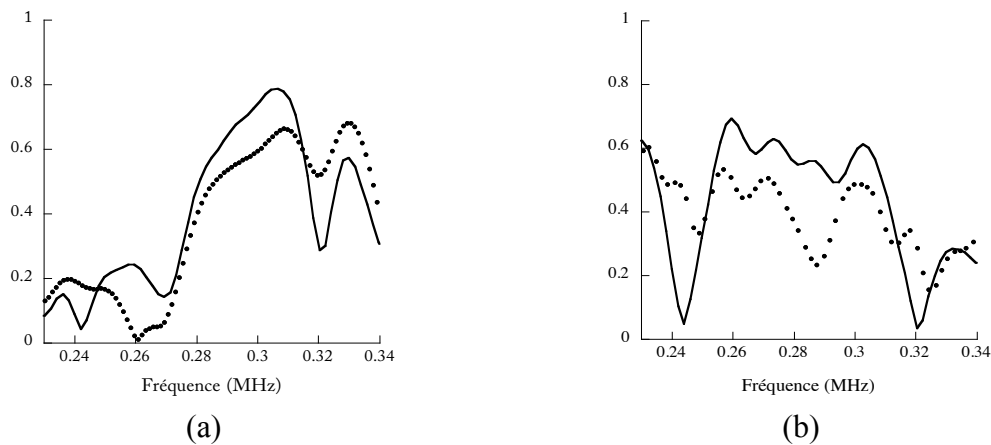


Figure A. 4 : Comparaison entre coefficients de transmission (•••) mesurés et (—) calculés avec la valeur de k_T obtenue par Castaings [132] et ajustement de la valeur de k_L , pour l'assemblage SBI, pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$.

Considérons maintenant l'assemblage NSBI pour lequel le niveau d'adhésion est supposé très faible. Les valeurs de raideurs d'interfaces obtenues après ajustement des valeurs des deux raideurs d'interfaces dépendent du couple de modes étudié : $k_L=0,25 \text{ PPa/m}$ et $k_T=0,015 \text{ PPa/m}$ à $\pm 3 \%$ pour le couple $A_0 \rightarrow A_0$, tandis que $k_L=0,075 \text{ PPa/m}$ et $k_T=0,03 \text{ PPa/m}$ à $\pm 2 \%$ pour le couple $S_0 \rightarrow S_0$. La différence significative obtenue entre ces deux jeux de solutions pourrait provenir de la mauvaise préparation du joint, notamment de sa mauvaise uniformité qui a été décelée lors des mesures de reproductibilité en diverses positions (*Figure A. 2*). Ces résultats montrent ainsi la nécessité de réaliser des mesures sur des assemblages dont l'uniformité du joint (épaisseur, raideur, etc.) est la mieux contrôlée possible. Les coefficients de transmission mesurés et calculés (après ajustement des valeurs des raideurs d'interfaces) sont représentés sur la *Figure A. 5*. Pour chacun des deux couples de modes, hors mis la

différence en amplitude qui provient du modèle EF 2D qui ne simule pas l'ouverture angulaire des faisceaux, un accord juste satisfaisant est obtenu.

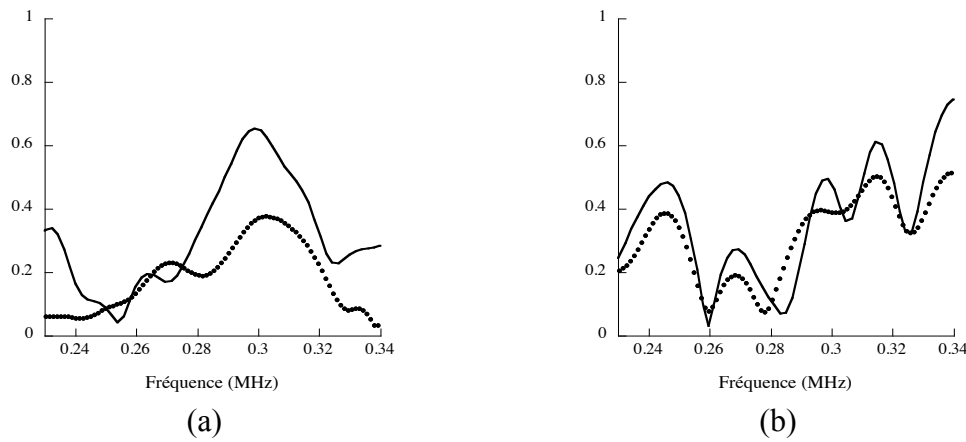


Figure A. 5 : Comparaison entre coefficients de transmission (•••) mesurés et (—) calculés après ajustement des raideurs d'interfaces, pour l'assemblage NSBI, pour les couples de modes : (a) $A_0 \rightarrow A_0$ et (b) $S_0 \rightarrow S_0$.

Le résultat important ici est le fait que, lorsqu'on utilise le couple de modes $A_0 \rightarrow A_0$ ou $S_0 \rightarrow S_0$ pour l'estimation des raideurs d'interfaces, les valeurs des raideurs k_L et k_T obtenues pour l'assemblage NSBI possèdent un rapport de 3 et 2, respectivement ($k_{LS0} \cong k_{LA0}/3$ et $k_{TS0} \cong 2k_{TA0}$), ce qui est d'un ordre de grandeur plus faible que les rapports entre les valeurs des raideurs d'interfaces k_L et k_T , obtenues pour les deux assemblages SBI et NSBI : $k_{L(NSBI)} \cong k_{L(SBI)}/15$ et $k_{T(NSBI)} \cong k_{T(SBI)}/100$ pour le couple $A_0 \rightarrow A_0$, tandis que $k_{L(NSBI)} \cong k_{L(SBI)}/50$ et $k_{T(NSBI)} \cong k_{T(SBI)}/50$ pour le couple $S_0 \rightarrow S_0$. En effet, même si l'on tient compte des incertitudes obtenues sur l'estimation des raideurs d'interfaces pour l'assemblage NSBI, les valeurs des raideurs d'interfaces sont nettement inférieures à celles mesurées pour l'assemblage SBI, indiquant ainsi une assez bonne sensibilité des couples de modes $A_0 \rightarrow A_0$ et $S_0 \rightarrow S_0$ à ces paramètres qui quantifient l'état d'adhésion aux interphases.

Ces résultats montrent que les traitements de surface appliqués ont toujours une influence visible sur les deux raideurs d'interfaces longitudinales et transverses même si les échantillons ne sont pas très bien préparés et présentent une uniformité imparfaite de leur joint collé. Ceci confirme la nécessité d'utiliser les deux paramètres k_L et k_T pour espérer une bonne caractérisation des interphases. De plus, ces raideurs varient en fonction du niveau d'adhésion, mais pas forcément dans les mêmes proportions. De même que précédemment, pour une meilleure correspondance avec les mesures expérimentales en terme d'amplitude, l'utilisation du modèle 3D permettant de prendre en compte l'ouverture angulaire du faisceau ultrasonore est nécessaire.

Bibliographie

- [1] M. Barquins, K. Fadel, "Adhésion et collage," *Découverte*, vol. 271, pp. 31-46, 1999.
- [2] P. Cognard, "Collage des matériaux- Mécanismes, classification des colles," *Technique de l'ingénieur*, vol. BM7615, 2002.
- [3] E.D Ceretti, B. Monasse, "Assemblage des matériaux par collage," vol. AM3758:10, 2008.
- [4] G. Critchlow, D. Brewis, "Review of surface pretreatments for aluminium alloys," *Intern. Journ. Adhes. Adhes.*, vol. 16 (4), pp. 255-275, 1996.
- [5] R.D Adams, N.A Peppiat, "Stress analysis of adhesive-bonded lap joints," *Journ. Strain Anal. Eng. Sage publication*, vol. 9 (3), 1974.
- [6] E. Nottorf, S. Engelstad, M. Renieri, "Certification Aspects of Large Integrated Bonded Structure," in *ASIP Conference*, San Antonio, Texas, 2006.
- [7] K.L Mittal, "Adhesion measurement of thin films, thick films and bulk coatings," *American Society for Testing and Materials*, pp. 5-7, 1978.
- [8] C. Magali, "Rôle des interfaces et interphases dans les assemblages collés," INSA, Lyon, Thèse de doctorat 2007.
- [9] B. Le Crom, "Evaluation ultrasonore des réparations de structures métalliques par collage de patches composites," Université Bordeaux, Thèse de doctorat 4024, 2010.
- [10] M.A Bruneaux, "Durabilité des assemblages colles : modélisation mécanique et physico-chimique," École Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, Thèse de doctorat 2004.
- [11] C.C.H Guyott, P. Cawley, R.D Adams, "The nondestructive testing of adhesively bonded structure: a review," *Journal of Adhesion*, vol. 20, pp. 129-159, 1986.
- [12] J.J Bikerman, *The Science of Adhesive Joints*. New York: Acad. Press, 1968.
- [13] M. Wery, "Décapage chimique des surfaces métalliques," *Techniques de l'ingénieur, Matériaux métalliques*, vol. M1456-1, 2001.
- [14] R.L.V Kumar, M.R Bhat, C.R.L Murthy, "Some studies on evaluation of degradation in composite adhesive joints using ultrasonic techniques," *Ultrasonics*, vol. 53 (6), pp. 1150–1162, 2013.
- [15] P.B Nagy, "Ultrasonic classification of imperfect interfaces," *Journal of NDE*, vol. 11, pp. 127-139, 1992.
- [16] T. Kundu, A. Maji, T. Ghosh, K. Maslov, "Detection of kissing bonds by Lamb waves," *Ultrasonics*, vol. 35, pp. 573–580, 1998.
- [17] D. Jiao, J.L. Rose, "An ultrasonic interface layer model for bond evaluation," *Journal of Adhes Sci Technol*, vol. 5, pp. 631–646, 1991.
- [18] C.J Brotherhood, B.W Drinkwater, F.J Guild, "The effect of compressive loading on the ultrasonic detectability of kissing bonds in adhesive joints," *Journal of NDE*, vol. 21 (3), pp. 95–104, 2003.
- [19] A.I Lavrentyev, S.I Rokhlin, "Ultrasonic spectroscopy of imperfect interfaces between a layer and two solids," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 103 (2), pp. 657–664, 1998.
- [20] N.P Marty, N. Desai, J. Anderson, "NDT of kissing bond in aeronautical structures," in *16th World Conference for NDT*, Montreal, Canada, 2004.
- [21] J.W McBain, D.G Hopkins, "On adhesives and adhesive action," *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 29 (2), pp. 188-204, 1925.
- [22] G. Ortiz H. Toutanji, "The effect of surface preparation on the bond interface between FRP sheets and concrete members," *Composite Structures*, vol. 53 (4), pp. 457-462, 2001.
- [23] W.J Choi, H.S Choi, H. Kwon, S.H Kim S.Y Park, "Recent trends in surface treatment technologies for airframe adhesive bonding processing: a review (1995–2008)," *The Journal of Adhesion*, vol. 86 (2), pp. 192-221, 2010.

- [24] J. Deruelle, "Préparation des surfaces -Introduction," *Techniques de l'ingénieur*, vol. M1435, 1998.
- [25] F. Kong, B. Carlson, R. Kovacevic M. Asgharifar, "An experimental and numerical study of effect of textured surface by arc discharge on strength of adhesively bonded joints," *Journal of Mech. Eng. Automat.*, vol. 2, pp. 229–242, 2012.
- [26] A.F Harris, A. Beevers, "The effects of grit-blasting on surface properties for adhesion," *International Journal of Adhes. Adhes*, vol. 19, pp. 445–452, 1999.
- [27] Y. Boutar, S. Naïmi, S. Mezlini, M.B.S Ali, "Effect of surface treatment on the shear strength of aluminium adhesive single-lap joints for automotive applications," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 67, pp. 38-43, 2016.
- [28] H. Monternot, D. Benazet, H. Ancenay, "Guide du collage du CETIM," Paris, 1978.
- [29] L.H Sharpe, H. Schonhorn, *Surface energetics, adhesion and adhesive joints*, In: *Contact angle, wettability and adhesion*, American Chemical Society, Ed.: F.M. Fowkes, 1964.
- [30] M. Aufray, A.A Roche, "Epoxy-amine/metal interphases: Influences from sharp needle-like crystal formation," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 27, pp. 387-393, 2007.
- [31] S. Buchan, W.D Rae, "Chemical nature of the rubber to glass bond," *Trans. Inst. Rubb. Ind.*, vol. 20, pp. 205-216, 1946.
- [32] M. Barquins, K. Fadel, "Adhésion et collage," *Découverte*, vol. 271, pp. 31-46, 1999.
- [33] J.C Prévo, "Le collage : une technique d'assemblage industrielle," Dossier technologique des Pays de Savoie, ARAMM, Lettre N° 6.
- [34] P.R Underhill, D.L DuQuesnay, "The Dependence of the Fatigue Life of Adhesive Joints on Surface Preparation," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 26 (1–2), pp. 62–66, 2006.
- [35] M.L Abel, A.N.N Adams, A.J Kinloch, S.J Shaw, J.F Watts, "The Effects of Surface Pretreatment on the Cyclic-Fatigue Characteristics of Bonded Aluminum-Alloy Joints," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 26 (1–2), pp. 50–61, 2006.
- [36] S.M Shepard, "Introduction to active thermography for nondestructive evaluation," *Anti-Corrosion Methods and Materials*, vol. 44 (4), pp. 236–239, 1997.
- [37] D. Palumbo, R. Tamborrino, U. Galietti, P. Aversa, A. Tati, V.A.M. Luprano, "ultrasonic analysis and lock-in thermography for debonding evaluation of composite adhesive joints," *NDT & E International*, vol. 78, pp. 1–9, 2016.
- [38] G. Framezelle, F. Lepiller, J. Hatsch, S. Remond, "Contrôle non destructif de structures composites pour l'aéronautique," in *Journées Cofrend*, Dunkerque, 2011.
- [39] D.L Balageas, "Defense and illustration of time-resolved pulsed thermography for NDE," *Quant. InfraRed Thermogr. Journal*, vol. 9 (1), pp. 3–32, 2012.
- [40] F. Lopez, C. Ibarra-Castanedo, V.P Nicolau, X. Maldague, "Optimization of pulsed thermography inspection by partial least-squares regression," *NDT & E International*, vol. 66, pp. 128–138, 2014.
- [41] H. Fernandes, C. Ibarra-Castanedo, H. Zhang, X. Maldague, "Thermographic Non-destructive Evaluation of Carbon Fiber-Reinforced Polymer Plates After Tensile Testing," *Journal of Nondestruct. Eval.*, vol. 34 -35, pp. 1-10, 2015.
- [42] X. Maldague, "Applications of infrared thermography in non-destructive evaluation," Université Laval, Quebec City, Canada, 2000.
- [43] X. Maldague, *Theory and practice of infrared technology for non-destructive testing*, Wiley series, Ed., 2001.
- [44] R. Al-mahaidi R. Tashan, "Investigation of the parameters that influence the accuracy of bond defect detection in CFRP bonded specimens using IR thermography," *Composite Structures*, vol. 94, pp. 519-531, 2012.
- [45] M. Omar, M. Hassan, K. Donohue, K. Saito, R. Alloo, "Infrared thermography for inspecting the adhesion integrity of plastic welded joints," *NDT&E International*, vol. 39 (1), pp. 1–7,

- 2006.
- [46] H. Berglind, A. Dillenz, "Detecting glue deficiency in laminated wood—a thermography method comparison," *NDT&E International*, vol. 36 (6), pp. 395-399, 2003.
 - [47] M. Genest, M. Martinez, N. Mrad, G. Renaud, A. Fahr, "Pulsed thermography for nondestructive evaluation and damage growth monitoring of bonded repair," *Composite Structures*, vol. 88, pp. 112–120, 2009.
 - [48] J.A Schroeder, T. Ahmed, B. Chaudhry, S. Shepard, "Non-destructive testing of structural composites and adhesively bonded composite joints: pulsed thermography," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33 (11), pp. 1511–1517, 2002.
 - [49] S. Johnson, "Thermoelastic stress analysis for detecting and characterizing static damage initiation in composite lap shear joints," *Composites Part B: Engineering*, vol. 56, pp. 740–748, 2014.
 - [50] M.Y.Y Hung, H.M Shang, "Nondestructive testing of specularly reflective objects using reflection three-dimensional computer vision technique," *Opt. Eng.*, vol. 42 (5), pp. 1343-1347, 2003.
 - [51] F.W.Y Chan, T.W Yeung, "Non-destructive evaluation of adhesive bonding using reflective fringe pattern technique," *Journal of Nondestruct. Eval.*, vol. 27, pp. 105–114, 2008.
 - [52] D. Fei, K. Shankar, "Non Destructive Inspection of Weak Bonds in Adhesively Bonded Joints," in *International Conference on Composite Materials*, vol. 12, Paris, France, 1999.
 - [53] W. Steinchen, L. Yang, *Digital shearography, theory and application of digital speckle pattern interferometry*, SPIE press, Ed. USA, 2004.
 - [54] K. Shankar, D. Fei, "Modelling of Weak Bonds in Adhesively Fastened Joints," in *Joint NASA/FAA/DoD Conference on Aging Aircraft*, vol. 2, Williamsburg, 1999.
 - [55] Y. Hung, W. Luo, L. Lin, H. Shang, "Evaluating the soundness of bonding using shearography," *Composite Structures*, vol. 50, pp. 353–362, 2000.
 - [56] F. Liu, L. Li, E. Guo, Z. Cao S. Liu, "Evaluation of Rubber-Composites Bonding Components by Using Laser Electronic Shearography," in *World Conference on Nondestructive Testing*, vol. 17, Shanghai, China, 2008, pp. 25-28.
 - [57] J.D Fillon, "Contrôle non destructif," *Technique de l'ingénieur*, vol. R 1400, 1996.
 - [58] H.A Jama, E.M Hussein, P.L Sullivan, "Detection of debonding in composite-aluminum joints using gamma-ray compton scattering," *NDT&E International*, vol. 31 (2), pp. 99–103, 1998.
 - [59] D. Vavrik, I. Jeon, E. Lehmann, A. Kaestner, J. Vacik, "Inspection of the metal composite materials using a combination of X-ray radiography and Neutron Imaging," in *International workshop on radiation imaging detectors*, vol. 12, Robinson College, Cambridge, U.K, 2010.
 - [60] H. Trétout, "Review of advanced ultrasonic techniques for aerospace structures," in *ECNDT Proceedings (NDT.net)*, vol. 3 (9), 1998.
 - [61] R.D Adams, B.W Drinkwater, "Nondestructive testing of adhesively bonded joints," *NDT&E International*, vol. 2 (30), pp. 93-98, 1997.
 - [62] P.B Nagy, L. Adler, "Non destructive evaluation of adhesive joints by guided waves," *Journal of Appl. Phys.*, vol. 66 (10), pp. 4658-4663, 1989.
 - [63] P.C Xu, S.K Datta, "Guided waves in a bonded plate: a parametric study," *Journal of Appl. Phys.*, vol. 67 (11), pp. 6779-6786, 1990.
 - [64] S.I Rokhlin, "Lamb waves interaction with lap-shear adhesive joints: theory and experiment," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 89, pp. 2758-2765, 1991.
 - [65] A. Baltazar, L. Wang, B. Xie, S.I Rokhlin, "Inverse ultrasonic determination of imperfect interfaces and bulk properties of a layer between two solids," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 114 (3), pp. 1424–1434, 2003.
 - [66] M.K Budzik, B. Mascaro, J. Jumel, M. Castaings, M. Shanahan, "Monitoring of Crosslinking of a DGEBA-PAMAM Adhesive in Composite/Aluminium Bonded Joint using Mechanical and Ultra-Sound Techniques," *Intern. Journ. of Adhes. and Adhes.*, vol. 35, pp. 120-128, 2012.

- [67] B.W Drinkwater, M. Castaings, B. Hosten, "The measurement of A0 and S0 Lamb wave attenuation to determine the normal and shear stiffnesses of a compressively loaded interface," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 113 (6), pp. 3161-3170, 2003.
- [68] H. Shih-Chuan, L. Yi-Chuan, "Assessment of adhesive bond strength using the ultrasonic technique," *Journal of Adhes.*, vol. 90, pp. 545-554, 2014.
- [69] B. Hosten, M. Castaings, "Finite elements methods for modelling the guided waves propagation in structures with weak interfaces," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 117 (3), pp. 1108-1113, 2005.
- [70] S.I Rokhlin, Y.J Wang , "Analysis of boundary-conditions for elastic wave interaction with an interface between two solids," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 89, pp. 503-515, 1991.
- [71] W. Possart, J.K Krüger, C. Wehlack, U. Müller, C. Petersen, R. Bactavatchalou, A. Meiser, , ""Formation and structure of epoxy network interphases at the contact to native metal surfaces," *Comptes Rendus Chimie*, vol. 9 (1), pp. 60-79, 2006.
- [72] A.I Lavrentyev, S.I Rokhlin, "Models for ultrasonic characterization of environmental degradation of interfaces in adhesive joints," *Journal of Applied Physics*, vol. 76, pp. 4643-4650, 1994.
- [73] J.P Jones, J.S Whitter, "Waves in a flexible bounded interface," *Journ. Appl. Mech.*, vol. 34, pp. 905-909, 1967.
- [74] V. Vlasie, M. Rousseau, "Acoustical validation of the rheological models for a structural bond," *Wave motion*, vol. 37 (4), pp. 333-349, 2003.
- [75] V. Vlasie, S. De Barros, M. Rousseau, L. Champaney, "Ultrasonic rheological model of cohesive and adhesive zones in aluminium joints: validation by mechanical tests," *Arch. Appl. Mech.*, vol. 75 (4-5), pp. 395-411, 2006.
- [76] A.K Moidu, A.N Sinclair, J.K Spelt, "A New Ultrasonic Technique for the Interfacial Characterization of Adhesive Joints," *IEEE Ultrasonics Symposium*, pp. 757-760, 1996.
- [77] A.K Moidu , A.N Sinclair, J.K Spelt, "Nondestructive Characterization of Adhesive Joint Durability Using Ultrasonic Reflection Measurements," *Research in Nondestructive Evaluation*, vol. 11 (2), pp. 81-95, 1999.
- [78] P. Cawley, "Low-frequency NDT techniques for the detection of disbonds and delaminations," *British journal of non-destructive testing*, vol. 32, pp. 454-461, 1990.
- [79] P. Cawley, R. Adams, "The mechanics of the coin-tap method of nondestructive testing," *Journal of sound and Vibration*, vol. 122 (22), pp. 299-316, 1988.
- [80] P. Cawley, "The impedance method of non-destructive inspection," *NDT International*, vol. 17, pp. 59-65, 1984.
- [81] Y.Y Lange, "Low frequency acoustic NDT methods," *Soviet Journal of NDT*, pp. 788-797, 1978.
- [82] P. Cawley, "The detection of delaminations using flexural waves," *NDT International*, vol. 23, pp. 207-213, 1990.
- [83] P. Cawley, R.D Adams, "Sensitivity of the coin-tap method of nondestructive testing," *Mater. Eval.*, vol. 47, pp. 558-563, 1989.
- [84] R.D Adams, P. Cawley, *Research Techniques in Non-Destructive Testing*, 8th ed., Academic Press, Ed. London: R. S. Sharpe, 1985.
- [85] R.E Challis, R.J Freemantle, G.P Wilkinson, J.D.H White, "Compression wave NDE of adhered metal lap joints: uncertainties and echo feature extraction," *Ultrasonics*, vol. 34 (4), pp. 315-319, 1996.
- [86] P. Mylavarapu, E. Woldesenbet, "Non-Destructive characterization of bondlines in composite adhesive joints," *Journ. of Adhesion Science and Technology*, vol. 20 (7), pp. 647-660, 2006.
- [87] C.C.H Guyott, P. Cawley, "The ultrasonic vibration characteristics of adhesive joints," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 83 (2), pp. 632-640, 1988.
- [88] S.A Titov, R.Gr Maev, A.N Bogachenkov, "Pulse-echo NDT of adhesively bonded joints in automotive assemblies," *Ultrasonics*, vol. 48, pp. 537-546, 2008.

- [89] E.B Ndiaye, P. Maréchal, H. Duflo, "Adhesion characterization and defect sizing of sandwich honeycomb composites," *Ultrasonics*, vol. 62, pp. 103-111, 2015.
- [90] B. Mojškerc, T. Kek, J. Grum, "Pulse-Echo Ultrasonic Testing of Adhesively Bonded Joints in Glass Façades," *Journal of Mechanical Engineering*, vol. 62 (3), pp. 147-153, 2016.
- [91] A. Baudot, J. Moysan, C. Payan, N. Ylla, J. Galy, B. Verneret, A. Baillard, "Improving adhesion strength analysis by the combination of ultrasonic and mechanical tests on single lap joints," *Journal of Adhesion, Taylor & Francis*, vol. 90 (5-6), pp. 555-568, 2014.
- [92] S.I Rokhlin, D. Marom, "Study of adhesive bonds using low-frequency obliquely incident ultrasonic waves," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 80 (2), pp. 585-590, 1986.
- [93] A. Pilarski, J.L Rose, "Ultrasonic oblique incidence for improved sensitivity in interface weakness determination," *NDT International*, vol. 21 (4), pp. 241-246, 1988.
- [94] A. Pilarski, J.L Rose, "A transverse wave ultrasonic oblique incidence technique for interfacial weakness detection in adhesive bonds," *Journal of Applied Physics*, vol. 63 (2), pp. 300-307, 1988.
- [95] A. Blouin, C. Néron, B. Campagne, J.P Monchalain, "Applications of laser tapping and laser ultrasonics to aerospace composite structures," *Non-Destructive Testing and Condition Monitoring*, vol. 52 (3), pp. 130-133, 2010.
- [96] J.J Loomis, H.J Maris, A.A Bailes III, L.E Seiberling G. Tas, "Picosecond ultrasonics study of the modification of interfacial bonding by ion implantation," *Applied Physics Letters*, vol. 72, pp. 2235-2237, 1998.
- [97] M.A Ghanem, T. Dehoux, O.F Zouani, A. Gadalla, M.C Durrieu, B. Audoin, "Remote opto-acoustic probing of single-cell adhesion on metallic surfaces," *Journal of Biophotonics*, pp. 1-7, 2013.
- [98] P. Cawley, M.J Hodson, "The NDT of adhesive joints using ultrasonic spectroscopy," *Review of progress in QNDE*, vol. 8B, pp. 1377-1384, 1988.
- [99] C.C.H Guyott, P. Cawley, "Evaluation of the cohesive properties of adhesive joints using ultrasonic spectroscopy," *NDT International*, vol. 21 (4), pp. 233-240, 1988.
- [100] B. Hosten, M. Castaings, "Transfer matrix of multilayered absorbing and anisotropic media. Measurements and simulations of ultrasonic wave propagation through composite materials," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 94 (3), pp. 1488-1495, 1993.
- [101] S.I Rokhlin, M. Hefets, M. Rosen, "An ultrasonic interface wave method for predicting the strength of adhesive bonds," *Journal of applied physics*, vol. 52 (4), pp. 2847-2851, 1981.
- [102] S. Dixon, D. Jaques, S.B Palmer, "The development of shear and compression elastic moduli in curing epoxy adhesives measured using non-contact ultrasonic transducers," *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol. 36 (6), pp. 753-759, 2003.
- [103] P. Fraisse, F. Schmit, A. Zarembowitch, "Ultrasonic inspection of very thin adhesive layers," *Journal of Appl. Phys.*, vol. 72 (8), pp. 3264-3271, 1992.
- [104] A.I Lavrentyev, S.I Rokhlin, "Determination of elastic moduli, density, attenuation and thickness of a layer using ultrasonic spectroscopy at two angles," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 102 (6), pp. 3467-3477, 1997.
- [105] M. Castaings, "Layer Stiffness Matrix -Measurement of viscoelastic modules," in *Materials and Acoustics Handbook*, C. Potel M. Bruneau, Ed. London: ISTE-WILEY, 2009.
- [106] A. Baltazar, S.I Rokhlin, C. Pecorari, "On the relation between ultrasonic micromechanic properties of contacting rough surfaces," *Journ. Mech. Phys. Solids*, vol. 50, pp. 1397-1416, 2002.
- [107] D.W Schindel, D.A Hutchins, W.A Grandia, "Capacitive and piezo-electric air coupled transducers for resonant ultrasonic inspection," *Ultrasonics*, vol. 34, pp. 621-627, 1996.
- [108] M.J.S Lowe, P. Cawley, "The applicability of plate wave techniques for the inspection of adhesive and diffusion bonded joints," *Journ. Nondestruct. Eval.*, vol. 13 (4), pp. 185-199, 1994.

- [109] M.J Santos, J. Perdigao, P. Faia , "Ultrasonic guided waves scattering effects from defects in adhesively bonded lap joints using pitch and catch and pulse-echo techniques," *Journ. of Adhes.*, vol. 84, pp. 421-438, 2008.
- [110] H. Lourme, "Etude des assemblages collés par ondes guidées ultrasonores. étude expérimentale et modélisation par éléments finis," Université Bordeaux, Thèse de doctorat 3902, 2010.
- [111] N. Quaegebeur, P. Micheau, P. Masson, M. Castaings, "Methodology for optimal configuration in Structural Health Monitoring of composite bonded joints," *Smart Mater. Struct.*, vol. 21 (10), pp. 1-11, 2012.
- [112] S. Dixon, C. Edwards, S.B Palmer, J. Reed, "Considerations for the ultrasonic inspection of metal-adhesive bonds using EMATs," *Journ. NonDestruct. Eval.*, vol. 19, pp. 95-103, 2000.
- [113] S. De Barros, A.L Gama, M. Rousseau, B. Collet, "Characterization of bonded plates with Lamb and SH waves using a quasi-static approximation," *Latin American Journal of Solids and structures*, vol. 1, pp. 379-399, 2004.
- [114] P.B Nagy, L. Adler, "Adhesive joint characterization by leaky guided interface waves," *Review of Progress in QNDE*, vol. 8B, pp. 1417-1424, 1989.
- [115] F. Lanza di Scalea, P. Rizzo, "Propagation of ultrasonic guided waves in lap-shear adhesive joints: case of incident A0 Lamb wave," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 115, pp. 146-157, 2004.
- [116] D. Clorennec, C. Prada, D. Royer, "Laser ultrasonic inspection of plates using Zero-Group Velocity Lamb modes," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency control*, vol. 57 (5), pp. 1125-1132, 2010.
- [117] F. He, S.I Rokhlin, L. Adler, "Application of SH and Lamb wave EMAT's for evaluation of adhesive joint in thin plate," *Review of progress in QNDE*, vol. 7B, pp. 911-918, 1987.
- [118] M.J.S Lowe, R.E Challis, C.W Chan, "The transmission of Lamb waves across adhesively bonded lap joints," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 107 (3), pp. 1333-1345, 2000.
- [119] J. Koreck, C. Valle, J. Qu, L.J Jacobs, "Computational characterization of adhesive layer properties using guided waves in bonded plates," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 115 (1), pp. 146-156, 2004.
- [120] M. Cès, D. Clorennec, D. Royer, C. Prada, "Thin layer Characterization by ZGV Lamb modes," *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 269, pp. 1-8, 2011.
- [121] C. Prada, D. Clorennec, D. Royer, "Local vibration of an elastic plate and zero-group velocity Lamb modes," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 124 (1), pp. 203-212, 2008.
- [122] O. Baggens, N. Ryden, "Poisson's ratio from polarization of acoustic zero-group velocity Lamb mode," *EL Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 138 (1), pp. 88-92, 2015.
- [123] K. Heller, L.J Jacobs, J. Qu, "Characterization of adhesive bond properties using Lamb waves," *NDT & E International*, vol. 33 (8), pp. 555-563, 2000.
- [124] N.A Ismaili, D. Chenouni, Z. Lakhliai, M.E.-C El-Kettani, B. Morvan, J.L Izbicki, "Determination of Epoxy Film Parameters in a Three-Layer Metal/Adhesive/Metal Structure," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 56 (9), pp. 1955-1959, 2009.
- [125] Y. Bar-cohen, A.K Mal, C.C Yin, "Ultrasonic Evaluation of Adhesive Bonding," *Journ. of Adhes.*, vol. 29, pp. 257-274, 1989.
- [126] M. Cès, "Etude théorique et expérimentale des résonances mécaniques locales de modes guidées par des structures complexes," Université Paris Diderot, Thèse de doctorat 2012.
- [127] N. Mori, S. Biwa, "Transmission of Lamb waves and resonance at an adhesive butt joint of plates," *Ultrasonics*, vol. 72, pp. 80-88, 2016.
- [128] M. Debilly, F. Leomy, "Experimental investigation of the interaction of elastic longitudinal and shear waves with a solid-solid interface for different contacts," *Review of progress in QNDE*, vol. 11B, pp. 1339-1346, 1992.
- [129] M. Castaings, B. Hosten, D. Francois, "The sensitivity of surface guided modes to the bond quality between a concrete block and a composite plate," *Ultrasonics*, vol. 42, pp. 1067-1071,

- 2004.
- [130] S. Mezil, J. Laurent, D. Royer, C. Prada, "Non contact probing of interfacial stiffnesses between two plates by zero-group velocity Lamb modes," *Applied Physics Letters*, vol. 105, pp. 1-4, 2014.
 - [131] M. Castaings, B. Hosten, D. François, "Corrélation entre contrôle destructif et non destructif du collage entre une plaque composite et une structure béton," *Acta Acoustica united with Acoustica*, vol. 90, pp. 712-719, 2004.
 - [132] M. Castaings, "SH ultrasonic guided waves for the evaluation of interfacial adhesion," *Ultrasonics*, vol. 54, pp. 1760-1775, 2014.
 - [133] S. Mezil, F. Bruno, S. Raetz, J. Laurent, D. Royer, C. Prada, "Investigation of interfacial stiffnesses of a tri-layer using Zero-Group Velocity Lamb modes," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 138 (5), pp. 3202-3209, 2015.
 - [134] D. Royer, E. Dieulesaint, *Ondes Élastiques dans les Solides—Tome 1: Propagation Libre et Guidée.*: Elsevier Masson, 1996.
 - [135] A. Leleux, "Contrôle non destructif de composites par ondes ultrasonores guidées, générées et détectées par multiéléments," Université de Bordeaux, Thèse de doctorat 2012.
 - [136] M. Castaings, B. Hosten, T. Kundu, "Inversion of ultrasonic, plane-wave transmission data in composite plates to infer viscoelastic material properties," *NDT&E International*, vol. 33, pp. 377-392, 2000.
 - [137] J.E Zimmer, J.R Cost, "Determination of elastic constants of a uni-directional fiber composite using ultrasonic velocity measurement," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 47, pp. 795-803, 1970.
 - [138] R.A Kline, S.K Sahay, "Sensitivity analysis for elastic property reconstruction of anisotropic media," *Review of Progress in QNDE*, vol. 11, pp. 1429-1435, 1992.
 - [139] B. Hosten, B. Castagnede, "Optimisation du calcul des constantes élastiques à partir des mesures de vitesses d'une onde ultrasonore," *C.R. Acad. Sc. Paris Série II*, pp. 297-300, 1983.
 - [140] B. Castagnede, "Mesure des constantes élastiques de solides anisotropes par une méthode ultrasonore," Université de Bordeaux 1, Thèse de Doctorat 2001.
 - [141] S. Baste, M. Deschamps, "Identification des constantes d'élasticité à partir des vitesses de propagation dans un plan principal de symétrie," *C.R. Acad. Sc. Paris Série II*, pp. 1521-1526, 1983.
 - [142] B. Hosten, M. Castaings, T. Kundu, "Identification of viscoelastic moduli of composite materials from the plate transmission coefficient," *Review of Progress in QNDE*, vol. 17, pp. 1117-1124, 1998.
 - [143] B. Hosten, "Reflection and transmission of acoustic plane waves on an immersed orthotropic and viscoelastic solid layer," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 89 (6), pp. 2745-2752, 1991.
 - [144] M. Castaings, "Propagation ultrasonore dans les milieux stratifiés plans constitués de matériaux absorbants et orthotropes," Université de Bordeaux 1, Thèse de Doctorat 1993.
 - [145] W.H Press, S.A Teukolsky, W.T Vetterling, B.P Flannery, *Numerical Recipes in C - The Art of Scientific Computing*, 2nd ed.: Cambridge Univ. Press, 1997.
 - [146] S. Baudouin, B. Hosten, "Comparison between predictions and measurement of viscoelastic moduli in composite materials versus temperature using ultrasonic immersion technique with oil," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 102 (6), pp. 3450-3457, 1997.
 - [147] B. Hosten, M. Castaings, "Surface impedance matrices to model the propagation in multilayered media," *Ultrasonics*, vol. 41, pp. 501-507, 2003.
 - [148] C. Gauthier, "Evaluation et caractérisation de l'adhésion par méthodes ultrasonores dans un assemblage aluminium/époxy/aluminium," Université du Havre, Thèse de doctorat 2016.
 - [149] F. Lionetto, A. Maffezoli, "Monitoring the cure state of thermosetting resins by ultrasound," *Materials*, vol. 6, pp. 3783-3804, 2013.
 - [150] C. Gauthier, D. Leduc, J. Galy, M.E El kettani, J.L Izbicki, "Discrimination of Epoxy Curing by High Lamb Modes Order," *Physics Procedia*, vol. 70, pp. 300-304, 2015.

- [151] J.M Berthelot, *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures*, 4th ed.: Tec & Doc Lavoisier, 2005.
- [152] J.C Halpin, S.W Tsai, "Effects of environmental factors on composite materials," AFML-Technical Report 1969.
- [153] S.W Tsai, J.D.D Melo, *Composite Materials Design and Testing-Unlocking mystery with invariants.*: JEC Groupe, 2015.
- [154] S.L Pfleeger N Fenton, *Software Metrics : A Rigourous and Practical Approach*, 2nd ed. London: PWS Pub, 1997.
- [155] S.I Rokhlin, L. Wang, "Stable recursive algorithm for elastic wave propagation in layered anisotropic media: Stiffness matrix method," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 112 (3), pp. 822–834, 2002.
- [156] L. Wang, B. Xie, S.I Rokhlin, "Determination of embedded layer properties using adaptive time-frequency domain analysis," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 111, pp. 2644–2653, 2002.
- [157] M.V. Golub, A. Boström, "Interface damage modeled by spring boundary conditions for in-plane elastic waves," *Wave Motion*, vol. 48, pp. 105–115, 2011.
- [158] A. Boström, M. Golub, "Elastic SH wave propagation in a layered anisotropic plate with interface damage modelled by spring boundary conditions," *Q. Journ. Mech. Appl. Math.*, vol. 62, pp. 39–52, 2009.
- [159] S. Biwa, S. Hiraiwa, E. Matsumoto, "Stiffness evaluation of contacting surfaces by bulk and interface waves," *Ultrasonics*, vol. 47, pp. 123–129, 2007.
- [160] J. Galy, N. Ylla, J. Moysan, A.E Mahi, "Evaluation of the level of adhesion in epoxy-aluminum joints combining mechanical and NDT measurements," in *Thermosets*, 2015.
- [161] R. Kahraman, M. Sunar, B. Yilbas, "Influence of adhesive thickness and filler content on the mechanical performance of aluminium singlap-joints bonded with aluminium powder filled epoxy adhesive," *Journ. of Mat. Proc. Tech.*, vol. 205, pp. 183–189, 2008.
- [162] H. Lourme, B. Hosten, P. Brassier, "Sensitivity of the guided waves to the adhesion of lap joints: Finite Element modelling and experimental investigations," *Springer Proceedings in Physics*, vol. 128, pp. 261–270, 2009.
- [163] H. Lamb, "On waves in an elastic plate," *Proceedings of the Royal Society*, vol. A93, pp. 114–128, 1917.
- [164] B.A Auld, *Acoustic fields and waves in solids: tome 2*, 2nd ed.: R.E. Krieger, 1990.
- [165] E. Le Clézio, "Diffraction des ondes de Lamb par des fissures verticales," Université Bordeaux 1, Thèse de doctorat 2472, 2001.
- [166] A. Bernard, M.J.S Lowe, M. Deschamps, "Guided waves energy velocity in absorbing and non-absorbing plates," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 110 (1), pp. 186–196, 2001.
- [167] W.T Thomson , "Transmission of elastic waves through a stratified medium," *Journ. Appl. Phys.*, vol. 21, pp. 89–93, 1950.
- [168] I. Bartoli, A. Marzani, F. Lanza di Scalea, E. Viola, "Modeling wave propagation in damped wave guides of arbitrary cross-section," *Journ. Sound Vib.*, vol. 295, pp. 685–707, 2006.
- [169] D. R Mahapatra, S. Gopalakrishnan, "A spectral finite element model for analysis of axial-flexural-shear coupled wave propagation in laminated composite beams," *Composite Structures*, vol. 59 (1), pp. 67–88, 2003.
- [170] M.V Predoi, M. Castaings, B. Hosten, C. Bacon, "Wave propagation along transversely periodic structures," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 121 (4), pp. 1935–1944, 2007.
- [171] M. Castaings, M.J.S Lowe, "Finite element model for wave guided along solid system of arbitrary section coupled to infinite solid media," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 123 (2), pp. 696–708, 2008.
- [172] F. H Quintanilla, M. J. S Lowe, R. V Craster, "Modeling guided elastic waves in generally anisotropic media using a spectral collocation method," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 137 (3), pp. 1180–1194, 2015.

- [173] B.T. Khuri-Yakub, "Novel high frequency air transducers," *Quant. Non Destruct. Eval.*, vol. 9, pp. 795-798, 1990.
- [174] M.J. Anderson, J.A. Hill, C.M. Fortunko, N.S. Dogan, R.D. Moore, "Broadband electrostatic transducers: modelling and experiments," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 97 (1), pp. 262-272, 1995.
- [175] D.W. Schindel, D.A. Hutchins, W.A. Grandia, , "Capacitive and piezoelectric aircoupled transducers for resonant ultrasonic inspection," *Ultrasonics*, vol. 34, pp. 621-627, 1996.
- [176] M. Babic , "A 200-kHz ultrasonic transducer coupled to the air with a radiating membrane," *IEEE Trans. Ultr. Ferr. Freq. Contr.*, vol. 38 (3), pp. 252-255, 1991.
- [177] G. Hayward, J. A. Hossack, "Unidimensional modeling of 1-3 composite transducers," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 88 (2), pp. 599-608, 1990.
- [178] S.P. Kelly, R. Farlow, G. Hayward, , "Applications of Through-Air Ultrasound for rapid NDE scanning in the aerospace industry," *IEEE Transactions on Ultrasonics*, vol. 43, pp. 581- 591, 1996.
- [179] B. Hosten, C. Biateau, M. Castaings, D. Rozière, "Etude et caractérisation de transducteurs à couplage par air pour l'évaluation et le contrôle non destructifs des matériaux," *Instr. Mes. Métrol.*, vol. 1, pp. 169–189, 2001.
- [180] M. Castaings, "Contrôle et évaluation non destructifs de matériaux par ondes ultrasonores guidées," Université Bordeaux 1, Habilitation à Diriger des Recherches 230, 2002.
- [181] Comsol. Comsol 5.2. [Online]. www.comsol.com/product-download
- [182] E. Bécache, S. Fauqueux, P. Joly, "Stability of perfectly matched layers, group velocities and anisotropic waves," *Journ. Comput. Phys.*, vol. 188 (2), pp. 399–433, 2003.
- [183] M. Drozd, "Efficient Finite Element modelling of ultrasound waves in elastic media," Imperial College London, PhD thesis 2008.
- [184] M. Castaings, C. Bacon, B. Hosten, M.V Predoi, "Finite element predictions for the dynamic response of thermo-viscoelastic material structures," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 115, pp. 1125–1133, 2004.
- [185] M. Drozd, M.J.S Lowe, P. Cawley, L. Moreau, M. Castaings, "Efficient numerical modeling of absorbing regions for boundaries of guided wave problems," *Review of Progress in QNDE*, vol. 25, pp. 126-133, 2006.
- [186] V.V Belloncle, M. Rousseau, "Empirical rheological model for rough or grooved bonded interfaces," *Ultrasonics*, vol. 47, pp. 10–14, 2007.
- [187] W. Ke, M. Castaings, C. Bacon, "3D Finite Element simulations of an air-coupled ultrasonic NDT system," *NDT&E International*, vol. 42, pp. 524–533, 2009.
- [188] D. Alleyne, P. Cawley, "The interaction of Lamb waves with defect," *IEEE Trans. Ultrasonics, Ferroelectrics and frequency control*, vol. 39, pp. 381-397, 1992.
- [189] M. Castaings, P. Cawley, "The generation, propagation and detection of Lamb waves in plates using air-coupled ultrasonic transducers," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 100 (5), pp. 3070-3077, 1996.
- [190] L. Moreau, "Simulation de la diffraction d'ondes guidées ultrasonores par des défauts dans des plaques," Université de Bordeaux 1, Thèse de doctorat 3543, 2007.
- [191] S.C Her, Y.C Lin, "Assessment of adhesive bond strength using the ultrasonic technique," *Journ. of Adhes.*, vol. 90, pp. 545-554, 2014.
- [192] V.V Belloncle, M. Rousseau, "Ultrasonic measurements of pretreated aluminum joints durability during hot cycles," *Res. Nondestruct. Eval*, vol. 20, pp. 131-144, 2009.
- [193] C. Pecorari, "Nonlinear interaction of plane ultrasonic waves with an interface between rough surfaces in contact," *Journ. Acoust. Soc. Am.*, vol. 113, pp. 3065-3072, 2003.
- [194] J. Chen, D. Zhang, Y. Mao, J. Cheng, "Contact acoustic nonlinearity in a bonded solid-solid interface," *Ultrasonics*, vol. 44, pp. 1355-1358, 2006.

- [195] D. Yan, B.W Drinkwater, S.A Neild, "Measurements of the ultrasonic nonlinearity of kissing bond in adhesive joints," *NDT& E International*, vol. 42, pp. 459-466, 2009.

Évaluation non destructive par ultrasons de l'adhésion aux interfaces de joints collés

Cette thèse a pour objectif de développer des méthodes ultrasonores pour l'END de l'adhésion de joints collés. Pour aborder ce problème, les assemblages sont réalisés avec des substrats en aluminium (isotrope, élastique) et un adhésif de type époxy (isotrope, viscoélastique). Selon la géométrie des assemblages, deux méthodes sont proposées pour obtenir une information quantitative sur le niveau d'adhésion. La première est adaptée à des échantillons de type tri-couches avec recouvrement total. Elle consiste à analyser la transmission d'ondes ultrasonores planes de volume à travers l'assemblage immergé dans l'eau. Les conséquences d'un mauvais traitement de surface des substrats sur la mesure des modules de viscoélasticité du joint adhésif sont étudiées. Il a été montré que des interphases dégradées provoquent une anisotropie apparente des modules mesurés pour le joint de colle. Cette anisotropie a été quantifiée à l'aide de deux paramètres β_1 et β_2 dont les valeurs permettent de révéler la qualité des interphases. Ensuite, les modules élastiques (ou raideurs k_L et k_T) des interphases ont été estimés, en supposant les propriétés de l'adhésif connues. On montre que leurs valeurs sont maximales lorsque l'adhésion est nominale, et qu'elles diminuent franchement lorsque l'adhésion est dégradée, mais dans des proportions différentes. Des mesures de la contrainte à rupture, réalisées sur des échantillons préparés dans les mêmes conditions, corroborent la chute des modules des interphases. La seconde méthode est adaptée à des échantillons collés avec un recouvrement partiel. Elle est basée sur la mesure du coefficient de transmission d'ondes de Lamb se propageant d'un substrat à l'autre, à travers la zone de recouvrement. Une étude de sensibilité numérique (par éléments finis) des coefficients de transmission des modes de Lamb a montré que les propriétés mécaniques des interphases (modélisées par des raideurs surfaciques) peuvent être évaluées si les autres caractéristiques de l'assemblage sont connues. Des mesures expérimentales de ces coefficients de transmission ont ensuite été réalisées avec deux échantillons. L'un d'eux possède des interphases à adhésion nominale et l'autre des interphases dégradées. Une confrontation entre les résultats des mesures obtenus pour les différents modes et les simulations numériques permet de déterminer les valeurs des raideurs d'interfaces pour chaque échantillon. Là encore, il est observé qu'une mauvaise adhésion se traduit par des valeurs faibles des raideurs d'interfaces, qui peuvent être quantifiées, cette fois, grâce aux ondes ultrasonores guidées.

Mots-clés : collage, adhésion, interphases, modules d'élasticité, anisotropie, raideurs d'interface, ultrasons, ondes de volume, ondes de Lamb, contrôle et évaluation non destructifs.

Ultrasonic non-destructive evaluation of the adhesion at the interfaces of bonded joints

The aim of this thesis is to develop NDT ultrasonic methods for the evaluation of the adhesion at interfaces in bonded joints. To address this problem, the assemblies are made of aluminum substrates (isotropic, elastic) and epoxy adhesive (isotropic, viscoelastic). Depending on the geometry of the studied assemblies, two methods are proposed to obtain quantitative information on the adhesion level. The first method is suitable for three-layered plate-like samples. It consists in analyzing the transmission of bulk ultrasonic plane waves through the assembly immersed in water. The consequences of an inappropriate surface treatment of the substrates on the measurement of viscoelastic *moduli* of the joint are studied. It has been shown that degraded interphases cause an apparent anisotropy of the measured elastic *moduli* of the joint. This anisotropy was quantified using two parameters β_1 and β_2 whose values can reveal the quality of the interphases. Then, the elastic *moduli* (or stiffnesses k_L and k_T) of the interphases were estimated, assuming that the adhesive layer properties are known. It was shown that their values are higher when the adhesion is nominal, and are strongly decreased when the adhesion is degraded. Measurements of the mechanical strength, on samples prepared under the same conditions, confirmed the drops in these elastic *moduli*. The second method is more suitable for lap joint samples. It is based on the Lamb wave transmission coefficient measured from one substrate to the other, across the overlap zone. A numerical sensitivity analysis (finite element model) of the transmission coefficients of Lamb waves showed that the mechanical properties of the interphases (modeled by interfacial stiffnesses) can be evaluated if the other characteristics of the assembly are well known. Experimental measurements of the transmission coefficients were then performed on two samples. One of them has interphases with nominal adhesion and the other has degraded interphases. A comparison between the measured results obtained for the different modes and numerical simulations was used to determine the values of the interfacial stiffnesses for each sample. Again, it was observed that poor adhesion leads to low values of the interfacial stiffnesses of the interphases, that can be quantified using guided ultrasonic waves.

Keywords : bonding, adhesion, interphases, elastic *moduli*, anisotropy, interfacial stiffnesses, ultrasound, bulk waves, Lamb waves, non-destructive testing and evaluation.