



**HAL**  
open science

# Effet des défauts d'adhésion sur la résistance mécanique des assemblages collés

Mahfoudh Taleb Ali

► **To cite this version:**

Mahfoudh Taleb Ali. Effet des défauts d'adhésion sur la résistance mécanique des assemblages collés. Matériaux. Université de Bordeaux, 2018. Français. NNT : 2018BORD0061 . tel-01897782

**HAL Id: tel-01897782**

**<https://theses.hal.science/tel-01897782>**

Submitted on 17 Oct 2018

**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 DE DOCTORAT

PRÉSENTÉE À

L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR**

En

**MÉCANIQUE ET INGÉNIERIE**

Soutenue le 04 / 05 / 2018

Par

**Mahfoudh TALEB ALI**

..

Effets des défauts d'adhésion sur la résistance  
mécanique des assemblages collés

..

Directeur de thèse

**Julien JUMEL**

## Jury

Mme Véronique LAZARUS  
Mme Muriel BRACCINI  
M. Etienne BARTHEL  
M. Éric MARTIN  
Mme Stéphanie CHAIGNAUD  
M. Martin SHANAHAN  
M. Charly LOUMENA

Professeur  
Chargée de recherche CNRS  
Directeur de recherche CNRS  
Professeur  
Docteur ingénieur  
Professeur  
Ingénieur de recherche

ENSTA ParisTech  
SIMaP, INP GRENOBLE  
ESPCI PARIS  
LCTS, U. BORDEAUX  
SAFRAN  
U. BORDEAUX  
ALPHANOV

Présidente  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examinateur  
Examinatrice  
Examinateur  
Invité



# Remerciements

Ce paragraphe est l'une des rares opportunités pour remercier les gens que j'ai côtoyés pendant ma thèse. Je souhaite adresser mes sincères remerciements à toutes les personnes qui ont contribué à sa réalisation et ont permis par leur soutien et leurs conseils, de le mener à bien.

Je commencerais par remercier les rapporteurs de mon manuscrit, Madame Muriel Braccini et Monsieur Etienne Barthel pour avoir pris le temps de lire et étudier mon travail. Merci également aux autres membres du jury : Madame Véronique Lazarus, madame Stéphanie Chaignaud, monsieur Eric Martin et monsieur Charly Loumena.

Je remercie monsieur Julien Jumel qui a eu la lourde tâche de me superviser tout au long de cette aventure. Je remercie aussi monsieur Martin Shanahan pour m'avoir suivi pendant ce travail et pour ses conseils.

Durant ces années, j'ai eu le privilège de côtoyer des personnes incroyables, à la fois talentueuses et humbles. Je tiens sincèrement à les remercier sans distinctions. Vous avez été une réelle famille ces trois années et demi de thèse.

À la fin, je tiens à remercier ENORMEMENT ma femme Zeineb, elle était toujours présente pendant les moments difficiles et elle m'a toujours supporté et cru en moi. Je remercie mes parents Chaâbane et Saïda et mes beaux-parents, Mustapha et Djamila pour leurs soutiens et encouragements.

Je dédie cette thèse à ma femme Zeineb et à ma future fille Myriam. Que Dieu vous bénissent !



# Table des matières

<b>Introduction générale.....</b>	<b>3</b>
<b>.I. Défauts de collage et caractérisation.....</b>	<b>6</b>
1. Le Collage .....	7
2. Défauts de collage /Défaut d'adhésion.....	8
3. Caractérisation des interfaces collées/influence des défauts .....	12
3.1. Essais de fissurations sur assemblages collés.....	12
3.2. Mécanique de la rupture .....	16
3.3. Tour sur quelques travaux sur la rupture des interfaces hétérogènes .....	18
4. Conclusion.....	24
<b>.II. Matériaux et Méthodes .....</b>	<b>25</b>
1. Introduction .....	26
2. Matériaux des substrats et adhésif.....	26
3. Traitement de surface .....	29
3.1. Le dégraissage .....	30
3.2. Sablage .....	30
3.3. Décapage à la soude (NaOH) .....	30
3.4. Décapage chimique P2 .....	32
4. Caractérisation de surface.....	33
4.1. Mouillage.....	33
4.2. Observation microscopique .....	34
5. Fabrication des éprouvettes et tests de caractérisation .....	37
5.1. Substrats et accessoires.....	37
5.2. Collage.....	38
5.3. Choix d'une gamme de collage .....	39
5.4. Protocole d'essai et instrumentation.....	42
6. Caractérisation des interfaces collés – essai DCB.....	46
7. Essais de fissuration sur des éprouvettes DCB.....	50
8. Conclusion.....	55
<b>.III. Étude d'une interface hétérogène .....</b>	<b>57</b>
1. Introduction .....	58
2. Étude de l'effet d'un défaut longitudinal.....	61
2.1. Résultats des essais expérimentaux .....	62

2.2.	Évaluation de l'énergie de rupture lors de la propagation de fissure en présence d'un défaut longitudinal.....	66
3.	Simulation numérique .....	69
3.1.	Modélisation et détermination des paramètres de zone cohésive .....	69
3.2.	Défauts longitudinaux .....	73
4.	Propagation de la décohésion à travers un défaut de collage transversal .....	76
4.1.	Configurations d'essais .....	76
4.2.	Résultats des essais expérimentaux .....	77
4.3.	Modèle analytique de propagation de fissure .....	84
4.3.1.	Défaut de largeur infinie.....	84
4.3.2.	Défaut de largeur finie.....	88
4.3.3.	Prise en compte de la complaisance de la machine dans le calcul de l'avancée de fissure	91
4.4.	Conclusion partielle.....	95
5.	Simulation numérique de la propagation d'une fissure à travers un défaut transversal .....	97
6.	Conclusion.....	101
<b>.IV.</b>	<b>Assemblage collé des surfaces structurées.....</b>	<b>103</b>
1.	Introduction .....	104
2.	Traitement de surface et méthodologie .....	105
3.	Extension du modèle analytique à des défauts de dimensions finies .....	108
4.	Essais de fissuration .....	110
4.1.	Détermination des énergies de rupture des interfaces de faible et de forte adhésion. ....	111
4.2.	Interface avec motif à largeur variable, TiT et TiTR.....	114
4.3.	Interface avec défauts carrés, TiSQ.....	120
4.4.	Interface avec défauts circulaires TiCL.....	125
4.5.	Interface avec défauts de type bandes transversales, TiPS.....	128
5.	Conclusion.....	132
	<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>133</b>
	<b>Références .....</b>	<b>136</b>

# Introduction générale

La qualité d'un collage est un paramètre décisif quant à la fiabilité et la durabilité d'un assemblage collé. Parfois, une fausse conception d'un joint collé, un mauvais choix d'adhésif ou même un traitement de surface mal réalisé pourra avoir des conséquences spectaculaires voire dramatiques. Le 28 Avril 1988, un Boeing 737 appartenant à l'Aloha Airlines qui reliait Hilo à Honolulu à Hawaii aux États Unis a subi un accident dramatique, qui a été causé par une décompression explosive en plein vol suite à un décollement des plaques du fuselage. Des défauts liés à la technique de collage utilisée ou au traitement de surface réalisé sont mis en cause dans cet incident.



Figure 0.1. Décompression explosive du Boeing 737 d'Aloha Airlines en 1988<sup>1</sup>

Le 737 est composé de plusieurs sections semi-circulaires fixées les unes aux autres pour former la cabine de l'appareil. Chaque section chevauche la suivante sur environ 7.5 cm. Sur les premières Boeings 737 jusqu'à le numéro de série 291, les panneaux superposés ont été collés ensemble avec un adhésif époxy et ont été fixés avec trois rangées de rivets (cf. figure 0.2). Les charges de pressurisation du fuselage étaient destinées à être transférées à travers la liaison collée plutôt qu'à travers les rivets. Le collage des panneaux de la 737 a été effectué à froid (un tissu de canevas est imprégné d'un adhésif époxy, durcit à une température ambiante et maintenue à une température de  $-78.5^{\circ}\text{C}$  jusqu'à peu avant son utilisation). Le collage à froid présente des difficultés dans la mise en œuvre (qualité de préparation de surface, condensation dans le joint de colle lors de l'assemblage et le durcissement de l'adhésif). Ces difficultés provoquent l'apparition des zones de mauvaise adhésion ou absence totale d'adhésion et la susceptibilité à la corrosion. Il a été constaté que le procédé de décapage utilisé pour traiter les

---

<sup>1</sup> [www.aloha.net](http://www.aloha.net)



panneaux du fuselage n'a pas permis d'obtenir un film d'oxyde homogène sur toute la structure. De plus, la qualité physique et chimique du film d'oxyde obtenu après le décapage n'était pas favorable pour le collage et la résistance à la corrosion [1].

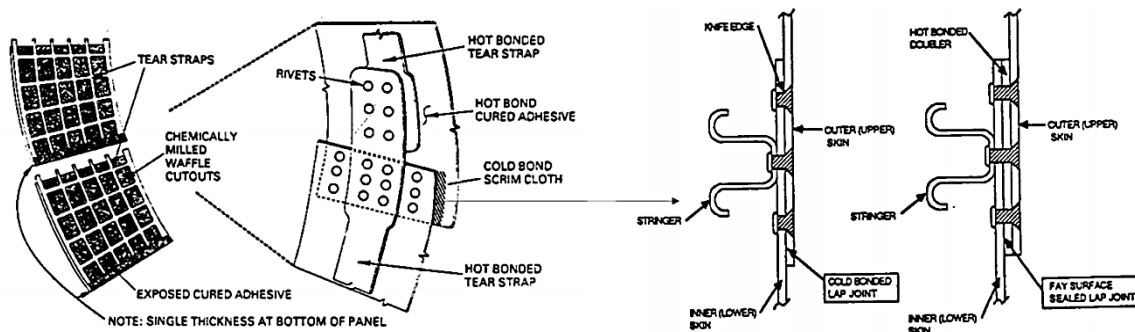


Figure 0.2. Configuration des panneaux collés du fuselage de la Boeing 737 [1]

Le Boeing 737 d'Aloha Airlines effectuait toujours ses vols plusieurs fois par jour dans une atmosphère océanique, en contact permanent avec le sel et l'humidité. L'eau a pu pénétrer dans les joints collés et a provoqué la rupture progressive de l'assemblage et favoriser l'accroissement de la corrosion. Les charges de pressurisation du fuselage sont destinées à être transférées par la liaison collée sont transférées aux rivets provoquant une concentration de contrainte importante [1]. Le processus d'endommagement était long et les concentrations de contraintes au niveau des rivets ont favorisé l'apparition de microfissures qui croient à chaque cycle de décollage/atterrissage. Cet accident a poussé les chercheurs à penser encore sur la conception des assemblages collés, les traitements de surface pour l'aéronautique et développer des techniques de contrôle non destructif des structures aéronautiques en service.

Un traitement de surface mal réalisé induit des défauts d'adhésion donc une diminution des performances de l'assemblage collé provoquant la défaillance totale de toute une structure ou un ensemble de structures. Les techniques de contrôles non destructifs actuels ne permettent pas de détecter d'une manière efficace les défauts de surface comme le « kissing bond » par exemple où il y a contact mutuel entre l'adhésif et le substrat sans transfert de chargements. De plus si on sait mécaniquement évaluer la résistance mécanique d'une interface homogène, l'impact de défauts locaux d'interface sur le comportement global de la liaison reste mal compris. C'est dans ce cadre que s'inscrit cette thèse qui vise à développer une approche analytique décrivant l'interaction entre une fissure et un défaut de surface.

Des outils d'analyse mécanique ont été mis en place afin de mieux comprendre l'effet d'un défaut de surface sur la résistance mécanique d'une structure collée. Dans le chapitre 1 de ce travail, une étude bibliographique qui introduit les modes de rupture ainsi que leur nature, les

éprouvettes de fissuration existant, les techniques de traitement de surface ainsi que les approches analytiques en mécanique de la rupture qui seront utilisées pour analyser le comportement des assemblages collés. Un résumé des quelques anciens travaux a été réalisé afin d'identifier les méthodes d'analyses utilisées, les configurations testées et les résultats obtenus.

Le chapitre 2 est une exhibition des matériaux et des méthodes utilisés dans ce travail. Il présente l'adhésif et son cycle de durcissement, le traitement de surface adopté pour préparer les surfaces avant collage, les moyens techniques, dont la machine d'essai et l'instrumentation, nécessaires pour l'exécution des essais de fissurations en mode I ainsi que des premiers essais de caractérisation pour déterminer l'énergie de rupture d'une interface homogène de forte adhésion utilisant des éprouvettes DCB. Le choix d'un traitement de surface a été effectué après une analyse qualitative visant à obtenir un joint de colle le plus homogène possible pour éviter le risque d'introduire des défauts de surface non voulus.

Après avoir caractérisé une interface forte et homogène en déterminant son énergie de rupture, les interfaces avec des défauts d'adhésion sont caractérisées dans le chapitre 3. En effet, des défauts artificiels ont été déposés sur les surfaces homogènes suivant deux configurations : des défauts transversaux et des défauts longitudinaux. Des essais de fissurations en mode I ont été réalisés et des approches analytiques correspondant aux deux configurations ont été développées. À l'issue de ces deux approches élémentaires, une approche plus complète qui permet de calculer la propagation de fissure donc la position d'arrêt en déterminant une énergie de rupture équivalente au niveau du défaut. Puis des simulations numériques utilisant la méthode de zone cohésive ont été réalisées utilisant des paramètres déterminés expérimentalement.

Finalement, le chapitre 4 présente des essais de fissurations sur des éprouvettes en alliage de titane traitées avec des rayons laser contenant des motifs de différentes formes. Ces essais de fissuration permettent de vérifier les modèles analytiques développés dans le chapitre précédent.



Défauts de collage et caractérisation

## 1. Le Collage

Le collage structural est une technique d'assemblage de plus en plus demandée aujourd'hui dans beaucoup de domaines comme l'automobile, l'aéronautique, l'aérospatial, l'industrie navale et ferroviaire (figure 1.1). Il permet d'assembler deux matériaux semblables ou différents à l'aide d'un adhésif. C'est au cours de la seconde guerre mondiale que le collage a pris un essor considérable avec la découverte des adhésifs époxydes et les résines synthétiques. Les constructeurs d'avions civils et militaires comme Boeing et Dassault ont commencé à utiliser le collage pour des pièces métalliques comme les raidisseurs, les volets, les renforts de carlingues et les pales d'hélicoptères et ce depuis les années soixante [2,3]. Dès lors, le collage n'a pas arrêté de se développer et avec l'arrivée des matériaux composites, le collage a connu encore une forte utilisation avec l'apparition de nouveaux adhésifs thermostables, résistants à la température et qui répondent aux exigences très sévères de l'industrie aéronautique et aérospatiale.



Figure 1.1 : Domaines d'application du collage structural

L'assemblage des structures *via* les méthodes classiques comme le rivetage et le vissage nécessite soit des perçages pour insérer des rivets, soit des échauffements locaux sous forme de zones affectées thermiquement provoquant ainsi un changement de microstructure des

matériaux. Ces derniers sont à l'origine des concentrations de contraintes ce qui engendre l'apparition des microfissures qui s'étendent sous l'application des chargements répétitifs et causer la ruine totale de toute une structure [4].

Le collage structural présente quelques inconvénients liés à la mise en œuvre lors de l'assemblage. La préparation des substrats à assembler est une étape obligatoire car elle détermine la qualité du collage donc la réussite de l'assemblage. Mais les traitements de surfaces qui sont généralement chimiques, sont coûteux et dangereux car ils nécessitent des substances chimiques toxiques pour l'être humain et pour l'environnement. De plus, le collage est réalisé à l'aide des colles thermoplastiques ou thermodurcissables. Ces matériaux ont parfois des faiblesses face à la température de service, un temps de durcissement parfois long ou encore des conditions de réticulations compliquées. Ces limites sont toutefois compensées par des avantages. Le collage permet de réduire le poids de l'assemblage, obtenir une étanchéité parfaite, une structure plus légère et une bonne répartition des charges. Il offre aussi une bonne résistance dans des milieux corrosifs et une isolation électrique, phonique et électromagnétique.

## **2. Défauts de collage /Défaut d'adhésion**

Le collage des structures métalliques ou non métalliques exige le respect d'un processus industriel bien défini afin de limiter le plus possible l'introduction des défauts de collage dans les joints de colle. Le traitement de surface et le collage sont les étapes les plus importantes de ce processus vu leur complexité. Produire une interface collée de façon reproductible et possédant des performances mécaniques optimisées est une opération délicate. En effet, de nombreux phénomènes chimiques et physiques interviennent lors d'une opération de collage pour créer une interaction forte entre un adhésif et les surfaces des substrats.

Le vrai défi des industriels c'est de pouvoir maîtriser cette interaction pour créer une interface forte et homogène, qui soit fiable et efficace en service. L'interface collée doit permettre la transmission des charges dans des environnements parfois sévères d'où la nécessité de maîtriser la chimie de l'adhésif pour une cohésion élevée, mais également la chimie et la physique des interfaces afin de s'assurer du développement d'interactions fortes entre les deux milieux. Naturellement, la surface d'un substrat métallique présente une couche d'oxyde qui se crée en contact avec l'air. Cette couche d'oxyde est de faible adhésion et ne permet pas d'avoir des liaisons fortes entre l'adhésif et le substrat. Il existe aussi des salissures sous forme de graisses

industrielles, lubrifiants et poussières qui rendent la surface difficile à coller [Barkhimer et al, 5]. La figure 1.2 est un schéma simplifié d'une interphase entre un adhésif et un substrat métallique.

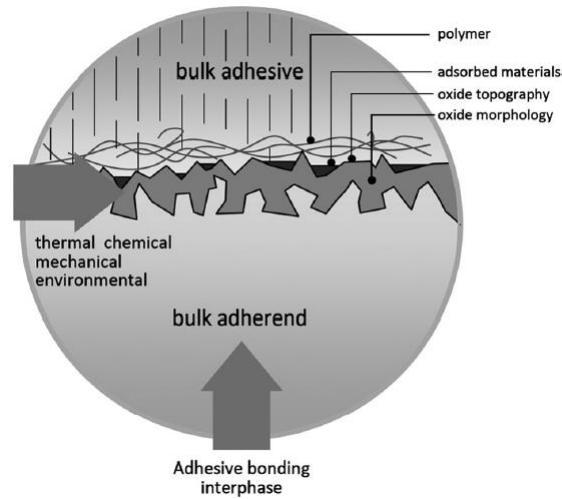


Figure 1.2. Représentation schématique simplifiée d'une interphase adhésif/substrat [Park, 6]

Afin de construire une liaison forte entre un adhésif et un substrat, il est nécessaire d'appliquer un traitement de surface adéquat choisi selon le matériau des substrats, les conditions de service et la durée de vie de l'assemblage. Les principales raisons d'appliquer un traitement de surface sont :

- Augmenter les interactions moléculaires entre l'adhésif et la surface des substrats.
- Créer une morphologie de surface adaptée au collage.

La composition chimique et la morphologie de la surface sont modifiées de sorte que l'énergie de surface du substrat est maximisée. De nombreux procédés de traitements de surface ont été développés à cet effet et peuvent assurer diverses fonctions décrites sur la figure 1.3. On distingue essentiellement 3 familles d'opérations : nettoyage/dégraissage, décapage et conversion de surface, séparées par des étapes intermédiaires obligatoires comme le rinçage et le séchage entre certaines opérations. Un contrôle de l'état de surface via des tests de mouillabilité, doit toujours être réalisé afin de vérifier son activité physico-chimique.

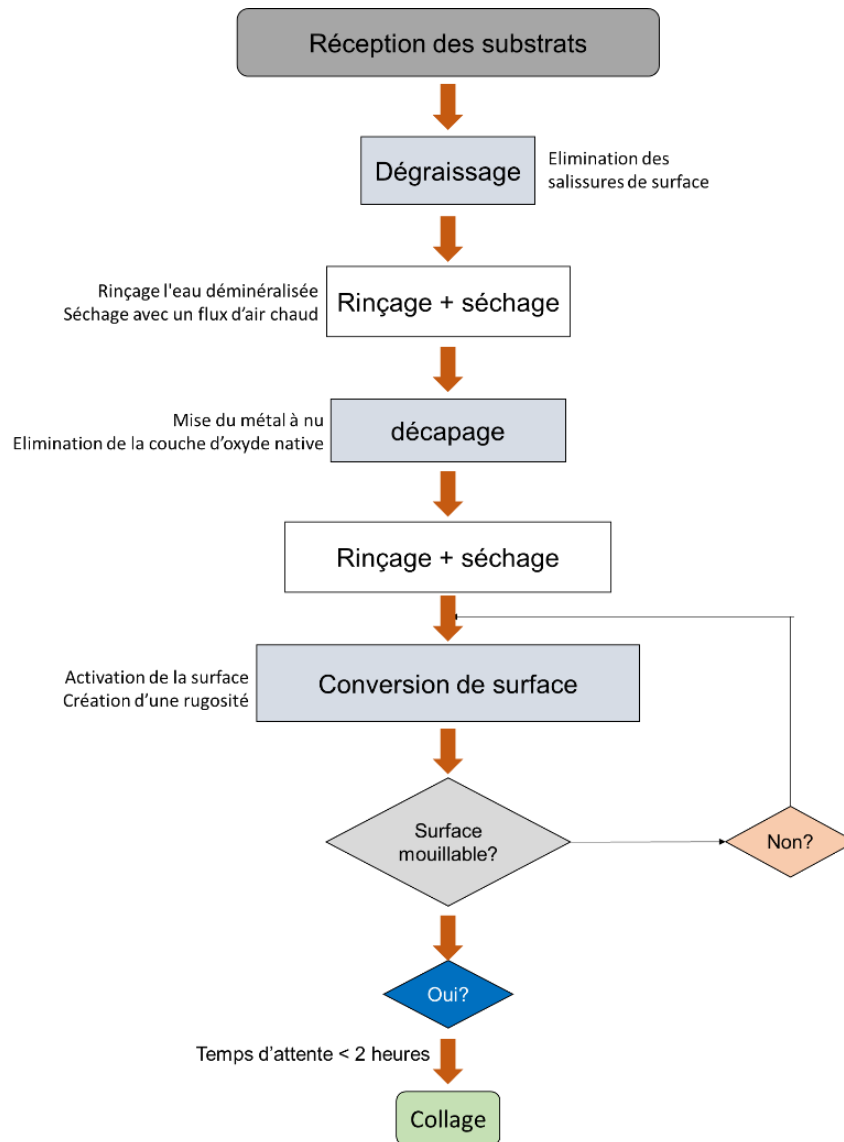


Figure 1.3. Logigramme d'un exemple de protocole de traitement de surface

En réalité, il apparaît difficile d'éviter la présence de défauts et/ou hétérogénéités susceptibles d'être produits lors de l'une des nombreuses opérations définies dans les gammes de collage et plus particulièrement durant la phase du traitement de surface. La figure 1.4 est une représentation schématique simpliste des différents types de défauts qui peuvent être rencontrés dans une interface collée. Les défauts présents dans le joint de colle sont dits cohésifs lorsqu'ils impactent les propriétés cohésives de l'adhésif. Les défauts sont dits adhésifs lorsqu'ils dégradent l'adhésion entre la colle et les substrats [Adams et al, 7], [Maxwell et al, 8], [Davis et al, 9].

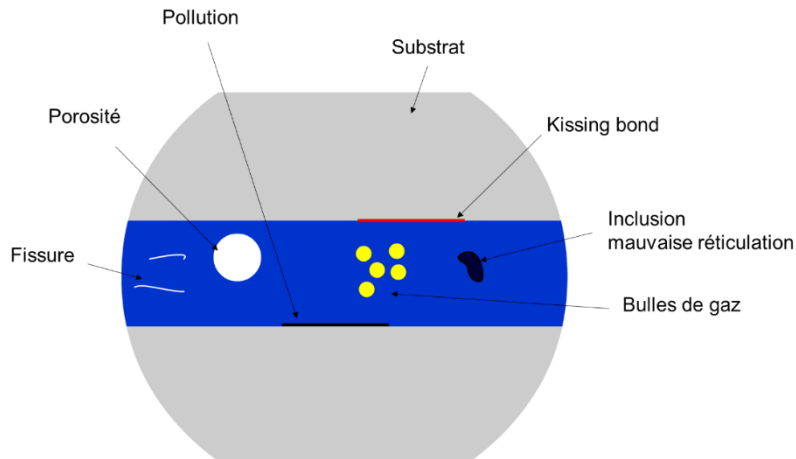


Figure 1.4. Illustration de quelques défauts de collage

Les défauts cohésifs peuvent être liés à la présence de porosités voir de manque de colle mais également à un mauvais mélange des constituants (résine / durcisseur) ou encore un cycle de cuisson non respecté [Baudot, 10]. Les défauts d'adhésion sont principalement dus à un mauvais traitement de surface ou à la présence de contaminants/pollution à la surface des substrats lors de la mise en œuvre. En environnement industriel, les contaminations peuvent avoir pour origine : la migration des additifs en surface comme les agents de durcissement, les lubrifiants ou les stabilisants [Horgnies, 11]. Les contaminants classiques sont les graisses, huiles, solvants, sueur, produits cosmétiques, poussières, vapeurs ou même à des empreintes des doigts.

Ces contaminations de surface sont généralement éliminées préalablement à chaque opération de traitement de surface au moyen de solvant ou bain de nettoyage. Cependant, certaines substances peuvent être particulièrement difficiles à éliminer telles que les composés liés à la chimie de la silicone, très volatiles et qui s'adsorbent sur les surfaces. De même la présence de polluant en surface dégrade la qualité des traitements de surface réalisés ultérieurement dégradant de ce fait l'adhésivité finale de la surface et créant des zones de faible adhésion ou d'adhésion quasi-inexistante. Les défauts jugés les plus dangereux sont appelés « kissing bonds ». Ils décrivent un contact entre adhésif et substrat (contact) sans que des liens chimiques ou physique ne soient pour autant établis de sorte que cette interface ne présente aucune résistance. Ces défauts font l'objet de nombreux travaux en particulier dans le domaine de l'instrumentation (acoustique, thermique, électromagnétisme ...) pour mettre au point des méthodes de contrôle non destructif pour les détecter.



Ces défauts qu'ils soient adhésifs ou cohésifs provoquent une rupture de l'assemblage. Le type de rupture peut être différencié selon la position du défaut en cause. Une rupture cohésive est causée par un défaut cohésif et la fissure se propage à l'intérieur de l'adhésif. Cependant, un défaut adhésif cause une rupture adhésive c'est-à-dire la fissure se propage à l'interface colle/substrat. Un troisième type de rupture, un mélange entre une rupture adhésive et cohésive peut aussi exister. La figure 1.5 illustre ces trois types de ruptures.

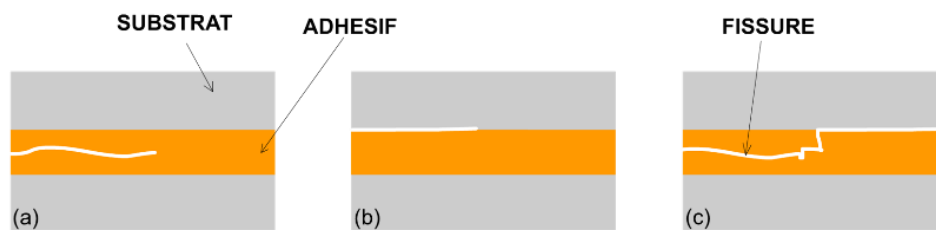


Figure 1.5. Types de rupture

(a) : rupture cohésive, (b) : rupture adhésive, (c) : rupture mixte

Étant acquis que des défauts d'adhésion sont susceptibles d'être introduits accidentellement au cours des nombreuses opérations définissant la gamme de collage, il est important dans une démarche tolérance aux dommages d'évaluer la sensibilité de la tenue mécanique de la liaison à la présence d'un tel défaut caractérisé par sa nature et sa taille.

### 3. Caractérisation des interfaces collées/influence des défauts

Pour caractériser la sévérité d'un défaut de collage, il convient d'effectuer des essais de caractérisation mécanique sur des éprouvettes contenant des défauts types. On peut trouver des travaux mettant en œuvre une telle approche. Cependant, avant de s'intéresser au comportement des assemblages en présence de défauts, il convient de présenter les techniques les plus conventionnelles de caractérisation des assemblages collés.

#### 3.1. Essais de fissurations sur assemblages collés

Il existe trois modes de fissuration (figure 1.6). Le premier est le mode d'ouverture « clivage » appelé mode I. Le clivage est un mode de traction normal au plan de fissure. Le second appelé mode II, est le mode de glissement qui correspond à un cisaillement parallèle au plan de fissure

et perpendiculaire au front de fissure. Le dernier est un mode de glissement vis, appelé mode III et il correspond à un mode de cisaillement parallèle au plan de fissure et parallèle au front de fissure.

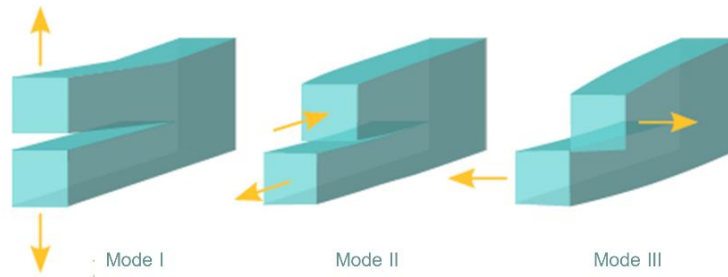


Figure 1.6. Modes de rupture [Metoui, 12]

Sur le plan expérimental, il existe beaucoup de techniques pour évaluer la qualité d'un assemblage collé en déterminant son énergie de rupture. C'est une grandeur de référence pour la représentation de la propagation dans un joint collé. L'essai le plus communément utilisé pour caractériser un assemblage collé en mode I est l'essai DCB<sup>2</sup> [ASTM-D5528, 13]. Cet essai est réalisé sur une éprouvette dite DCB, constituée de deux substrats collés avec un adhésif (figure 1.7). Une préfissure, réalisée lors de la mise en œuvre de l'assemblage permet l'amorçage de la fissure lors du chargement d'ouverture. Ce dernier est appliqué par l'intermédiaire de blocs d'attache sous forme d'un déplacement imposé et perpendiculairement au plan du joint.

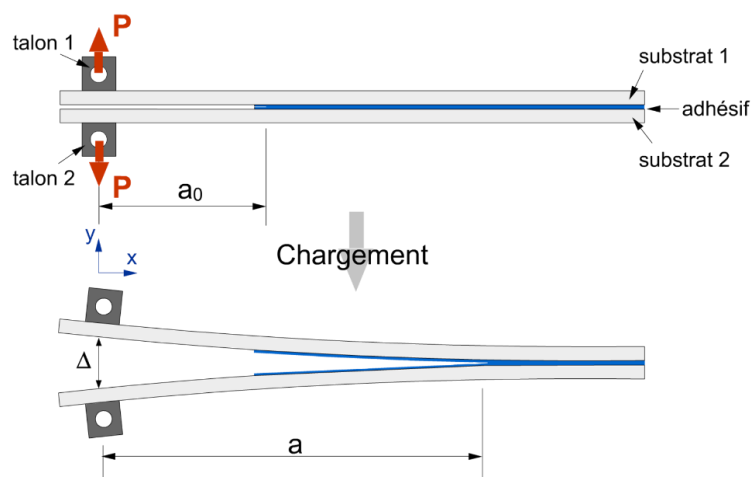


Figure 1.7. Éprouvette DCB

<sup>2</sup> Double Cantilever Beam

Comme dans l'essai DCB, l'essai de type « butt joint » (ISO 6922) a été mis en œuvre aussi pour caractériser le comportement du joint collé en traction. L'éprouvette de test est composée de deux barreaux cylindriques collés bout à bout (figure 1.8). Le chargement est appliqué sur une extrémité alors que l'autre reste fixe. La complexité de cet essai réside dans le maintien des conditions de traction axisymétriques pendant le test. En effet, si la fissure apparaît en bordure du joint, l'essai devient un essai de clivage. Par contre, si la fissure apparaît au centre de l'adhésif, la séparation est faite par cavitation ce qui rend l'interprétation plus complexe.

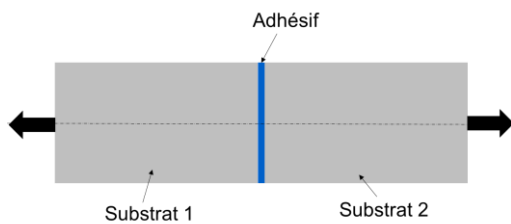


Figure 1.8. Éprouvette « butt joint »

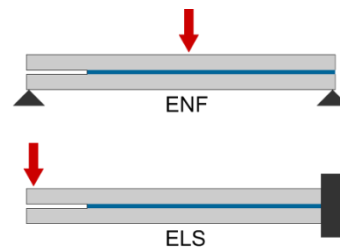


Figure 1.9. Éprouvettes ENF et ELS

Les éprouvettes ENF<sup>3</sup> et ELS<sup>4</sup> présentées dans la figure 1.9 permettent d'évaluer l'énergie de rupture en mode II. Les essais consistent en des essais de flexion où la fissure se propage parallèlement au substrat. Une combinaison entre le mode I et le mode II peut être obtenue en utilisant le montage Arcan [Cognard et al, 14, 15]. Ce dispositif composé de deux supports percés (cf. Figure 1.10), permet de régler l'inclinaison de l'éprouvette par rapport à la direction du chargement. Selon l'inclinaison, le dispositif permet de solliciter l'éprouvette en traction pure, cisaillement pur ou une combinaison des deux. Les éprouvettes utilisées dans les essais Arcan sont généralement massives ce qui permet d'éviter toute déformation qui peut impacter la réponse mécanique. Cognard et al [15] montrent que la présence des becs en bord d'éprouvette permet de réduire les effets de bords.

<sup>3</sup> End Notched Flexure

<sup>4</sup> Cracked Lap Shear

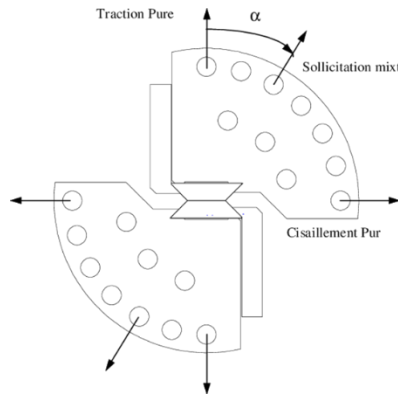


Figure 1.10. Montage Arcan

Le mode mixte (I+II) peut être obtenu aussi en réalisant des essais SLS<sup>5</sup> ou MMB<sup>6</sup>. L'éprouvette SLS (NF-EN 1465, ISO 4587) est composée de deux substrats collés sur une zone de recouvrement et équipés de deux cales collées sur leurs extrémités afin d'assurer un chargement dans l'axe de l'assemblage. La présence d'une flexion des substrats génère une contrainte normale à l'extrémité de la zone collée ce qui provoque un état de contrainte multiaxial complexe qui n'est pas limité au cisaillement pur. L'essai MMB (figure 1.11) a été développé initialement par Reeder et Crews pour étudier le délaminage dans les composites. Il permet de bien contrôler le ratio entre le mode I et le mode II moyennant un montage spécifique standardisé [ASTM D6671-01, 16]. Cet essai est une combinaison entre l'essai DCB et l'essai ENF. Les forces sont appliquées à l'éprouvette par l'intermédiaire d'un bras de levier, de rouleaux d'appuis et de charnières fixées à l'éprouvette. Une force verticale est appliquée sur l'extrémité du bras de levier et est répartie grâce à ces appuis. Le banc d'essai est conçu de telle sorte que la longueur du bras de levier soit ajustable afin de générer le ratio de mixité désiré.

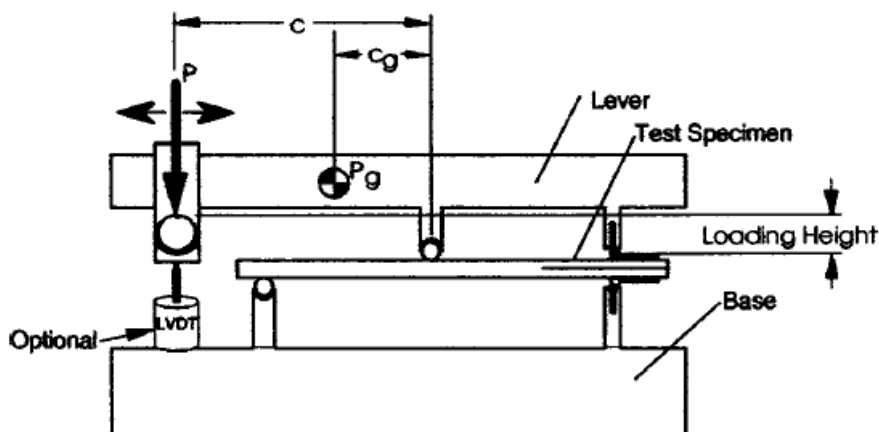


Figure 1.11 : Essai MMB [ASTM D6671-01, 16]

<sup>5</sup> Single Lap Shear

<sup>6</sup> Mixed Mode Bending

### 3.2. Mécanique de la rupture

La mécanique linéaire de la rupture permet d'établir différents critères de rupture et elle constitue un outil efficace pour analyser ou simuler les mécanismes de ruptures fragiles des matériaux élastiques linéaires. Les hypothèses à prendre en compte dans le reste de cette étude sont :

- Petites perturbations
- Matériaux élastiques linéaires
- Évolution quasi-statique
- Fissuration rectiligne dans un corps bidimensionnel

Une approche en énergie a été proposée par Griffith [17] et elle consiste à établir un bilan énergétique global du processus de fissuration. Cette approche globale est formulée pour des évolutions quasi-statiques en termes de taux de restitution d'énergie  $G$  : une fissure ne peut pas se propager tant que  $G < G_c$  où  $G_c$  désigne l'énergie de rupture de l'assemblage. En pratique, la plupart des matériaux exhibent une zone non linéaire en amont de la pointe de fissure. Lorsque celle-ci est relativement étendue par rapport aux dimensions de la structure considérée, le recours à des modèles non linéaires de mécanique de la rupture tels que l'intégrale de Rice [18] s'avère nécessaire. Cette intégrale notée  $J$ , est indépendante du contour choisi délimitant la zone fissurée et il a été démontré que dans le cas de chargements quasi-statiques et pour des matériaux avec un comportement élastique linéaire, l'intégrale  $J$  est équivalente aux taux de restitution d'énergie  $G$ .

En élasticité linéaire, tout comme dans un milieu non-linéaire, les champs mécaniques présentent une discontinuité au passage du plan de la fissure et sont continus ailleurs. Cette discontinuité est à l'origine d'une singularité du champ de déformations et de contraintes au niveau du front de fissure. Irwin [19] a développé les bases analytiques de la théorie des champs de contraintes en fond de fissure. Dans sa théorie, il définit un paramètre le facteur d'intensité  $K$  du champ de contrainte en fond de fissure.

La formule d'Irwin décrit la relation entre le facteur d'intensité de contrainte en mode I d'ouverture en pointe de fissure et le taux de restitution d'énergie associé à une propagation de la fissure dans le plan de celle-ci :

$$G = \begin{cases} \frac{1 - \nu^2}{E} K_I^2 & : \text{Déformations planes} & (1.1) \\ \frac{K_I^2}{E} & : \text{Contraintes planes} & (1.2) \end{cases}$$

Avec  $G$  est le taux de restitution d'énergie,  $\nu$  et  $E$  sont respectivement le coefficient de poisson et le module d'élasticité du matériau et  $K_I$  est le facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure.

Cette approche locale de la rupture peut être généralisée dans le cas du collage où des singularités de contraintes sont attendues à chaque singularité géométrique et interface. Ceci concerne notamment les bords de joints où des fissures sont susceptibles de s'amorcer de façon précoce. L'ordre de la singularité diffère cependant de celui attendu pour une fissure et il convient d'introduire des facteurs d'intensité des contraintes généralisés qui dépendent des angles locaux et matériaux en présence [Leguillon, 20]. En outre des critères de rupture spécifiques peuvent/doivent être introduits [Leguillon, 20].

Un modèle développé initialement par Dugdale [21] en 1960 et Barenblatt [22] en 1962 qui décrit l'amorçage et la propagation de fissure dans des situations complexes. Ce modèle appelé « modèle de zone cohésive ». Les modèles de zone cohésive, appelés aussi lois traction/séparation, combinent des critères locaux en contrainte et des critères globaux en énergie. Ils rendent compte de la fissuration au moyen d'une contrainte cohésive qui s'exprime en fonction d'un saut de déplacement correspondant à la séparation entre les deux lèvres de la fissure (cf. figure 1.12). Les modèles cohésifs conviennent parfaitement à la simulation numérique de type éléments finis.

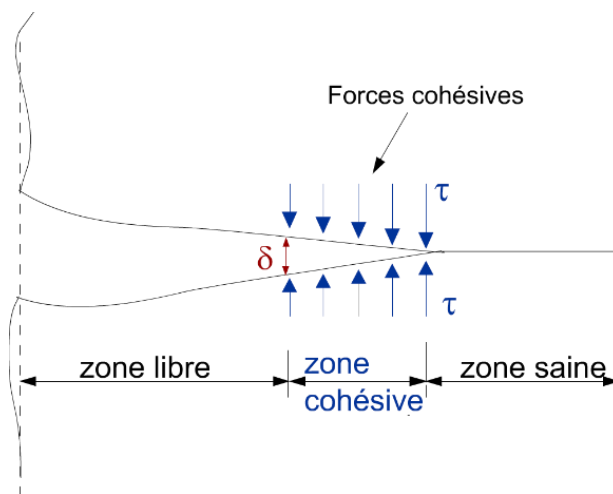


Figure 1.12. Fissure et forces cohésives

La relation entre la traction et la séparation dans la zone cohésive a été abordée par plusieurs auteurs. Needleman [23] était le premier à proposer une fonction polynomiale et exponentielle qui lit la traction à la séparation. Tvergaard et al [24] ont utilisé quant à eux une forme trapézoïdale pour décrire le comportement d'un matériau élastoplastique. Camacho et Ortiz [25] ont utilisé un modèle bilinéaire pour décrire le comportement des matériaux élastiques avec ou sans endommagement. La figure 1.13 présente les différentes lois déjà présentées.

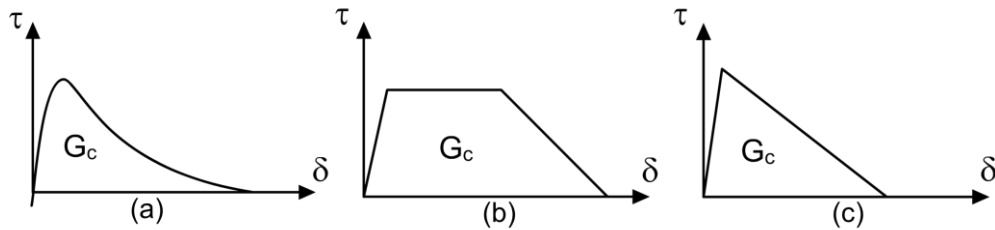


Figure 1.13. Lois de traction-séparation

(a) : Exponentielle, (b) : Trapézoïdale, (c) : Bilineaire

### 3.3. Tour sur quelques travaux sur la rupture des interfaces hétérogènes

Dans la littérature, il existe peu d'études qui se sont intéressées à l'analyse des effets induits par la présence de défauts d'adhésion sur le comportement des assemblages collés. La méthodologie utilisée par la plupart des chercheurs était d'effectuer des tests d'adhérence sur des configurations connues en y intégrant des défauts artificiels. L'existence des défauts d'interface provoquent une fluctuation dans la propagation de fissure. Ces défauts étant de nature différente, modifient la résistance de l'assemblage comme montré dans Budzik et al [26], Karachalios et al [27], Tadepalli et al [28] et Renade [29].

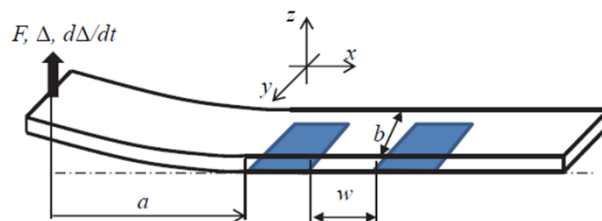


Figure 1.14. Configuration testée dans Budzik et al [26]

Budzik et al [26] ont effectué des essais de type DCB sur des éprouvettes contenant des zones de mauvaise adhésion (cf. Figure 1.14). Les résultats de ses essais sont présentés dans la figure

1.15. Les auteurs ont trouvé que l'assemblage est hautement sensible à la taille du défaut et le comportement observé peut être expliqué par une relation entre la taille du défaut et la taille de « la process zone ».

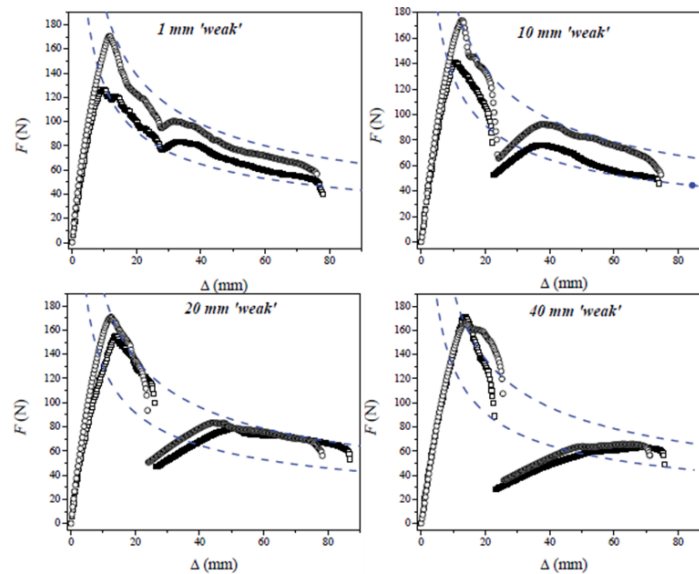


Figure 1.15. Résultats des tests DCB correspondant à la configuration présentée dans la figure 1.14. [Budzik et al, 26]

Karachalios et al [27] ont réalisés des essais sur des éprouvettes métalliques en simple recouvrement SLS contenant des défauts circulaires et rectangulaires artificiels. Karachalios et al [27] ont étudié des défauts rectangulaires et circulaires de différentes tailles situés au milieu de la zone collée. Ils ont constaté que la résistance de l'assemblage diminue d'une manière quasi-linéaire quand la taille des défauts augmente quand un adhésif de faible ténacité est utilisé. Dans le cas d'un adhésif fragile, la résistance de l'assemblage n'est pas influencée par les défauts de petites tailles et les substrats se plastifient avant la rupture du joint. Mais dans tous les cas, ils ont constaté que la résistance décroît toujours quand la taille des défauts augmente.

Renade [29] a effectué des essais DCB sur des éprouvettes en alliage d'aluminium 6061-T6511 de dimensions (305 mm  $\times$  25.4 mm  $\times$  12.7 mm). Les surfaces collées contiennent des zones de mauvaise adhésion créées avec un dépôt de cuivre (cf. figure 1.16.a)



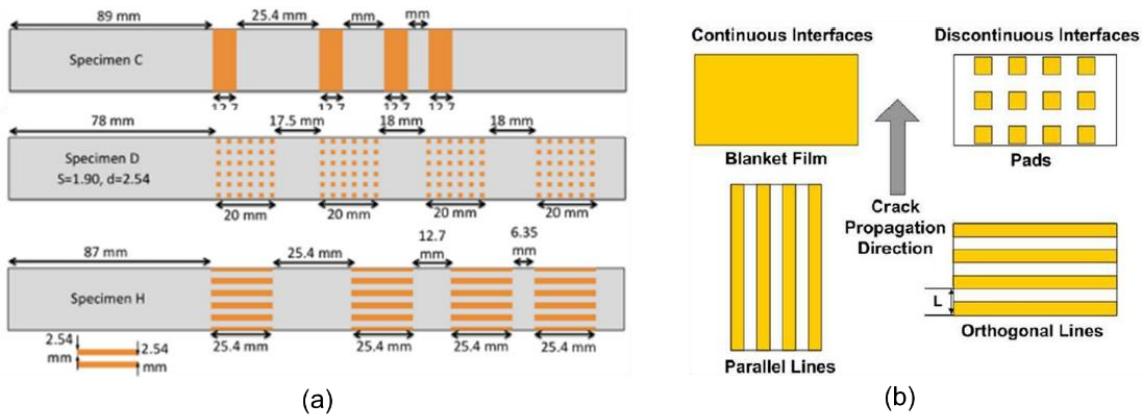


Figure 1.16. Surface structurée, motifs en cuivre.

(a) : [Renade, 29]

(b) : [Tadepalli et al, 28]

Même résultats que dans Budzik et al [26], une fluctuation dans la variation du taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure a été observée, correspondant à l'existence de ces défauts. Par contre, le niveau de chute dans l'énergie de rupture est piloté par les surfaces de fortes adhésion et l'espacement entre les zones de faible adhésion. Restant dans le même contexte, Tadepalli et al [28] ont étudié les interfaces structurées Cu/Cu comme présenté dans la figure 1.15.b. Le but de leurs travaux était d'étudier l'influence de motifs de cuivre de différents tailles, formes et dispositions sur la résistance de l'assemblage collé. Moyennant des tests de clivage, ils ont constaté que la résistance du joint adhésif s'est renforcée quand les motifs sont disposés perpendiculairement à la direction de propagation de fissure et quand leurs tailles diminuent (cf. figure 1.17).

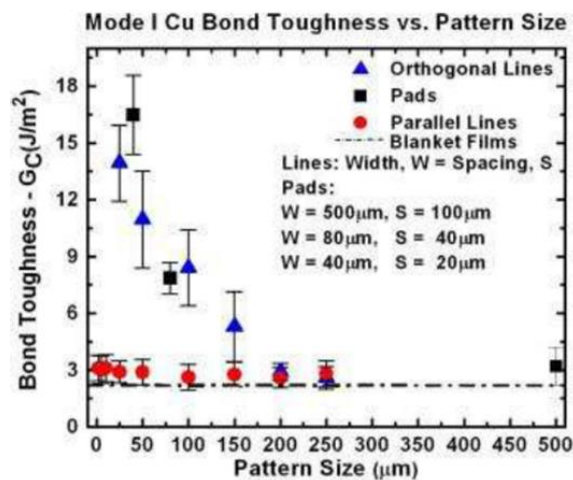


Figure 1.17. Énergie de rupture du joint collé en fonction vs taille des motifs

[Tadepali et al, 28]

Cuminatto et al [30] et Cuminatto et al [31] ont également étudié les interfaces structurées. Dans cette étude, des essais de fissuration de type clivage en coin et flexion 4 points ont été réalisés sur des éprouvettes contenant des motifs en bandes longitudinales et transversales. Dans le cas où les bandes sont transversales, il a été constaté que l'énergie de rupture est plus élevée à cause du phénomène du piégeage quand la fissure traverse une zone d'adhésion plus élevée contrairement aux bandes longitudinales où l'énergie d'adhésion mesurée est moins élevée (cf. Figure 1.18). Cette étude a été étendue en créant un modèle analytique permettant de caractériser la décohésion des interfaces structurées. Il pourra être un outil d'aide à la conception des surfaces structurées en choisissant la périodicité et la largeur des motifs qui permettent de contrôler la stabilité de la décohésion. Cependant, ce modèle reste limité à des interfaces contenant des motifs dont la largeur est égale à la largeur des substrats.

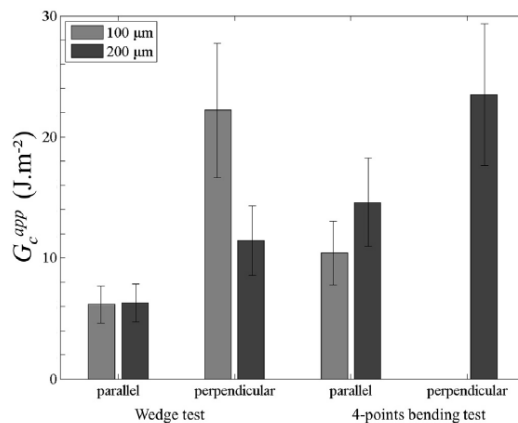


Figure 1.18. Énergie de rupture mesurée sur des échantillons collés (bandes longitudinales et transversales) [Cuminatto et al, 30]

L'évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la fraction forte/faible adhésion est une problématique qui a intéressé de nombreuses équipes. Certains comme Budzik et al [32] et Litteken et al [33] ont observé une variation non linéaire de l'énergie de rupture en fonction de la fraction surfacique de forte/faible adhésion. Contrairement à Renade [29] et Chan [34] qui ont trouvé une variation linéaire (cf. figure 1.19).

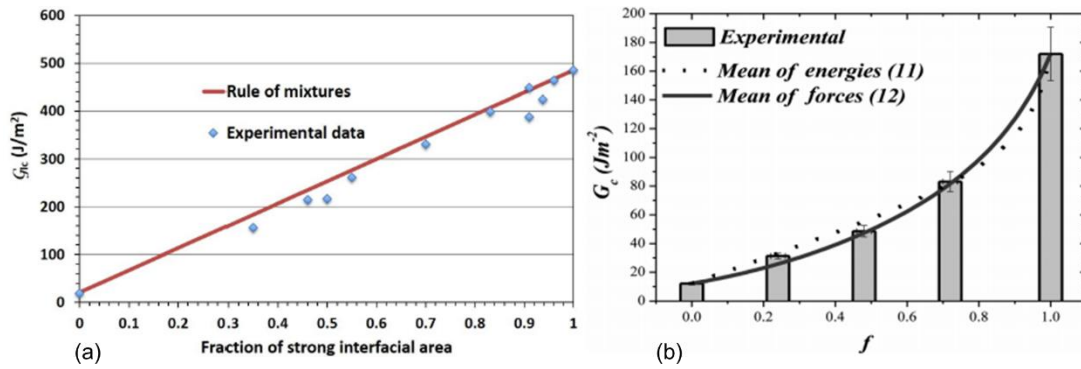


Figure 1.19. Évolution de l'énergie de rupture en fonction de la fraction de forte/faible adhésion

(a) : Évolution linéaire [Renade, 29]

(b) : Évolution non linéaire [Budzik et al, 32]

L'interaction entre une fissure et un défaut de surface provoque une accélération dans la propagation de fissure et une chute d'effort de propagation donc une chute de l'énergie de rupture locale. Par contre l'interaction entre une fissure et une hétérogénéité de forte adhésion cause un ralentissement ou un arrêt de la propagation avant de continuer à se propager avec une vitesse inférieure à celle du début. Le piégeage de la fissure a été initié théoriquement dans les travaux de Rice [35]. Face à des obstacles de forte adhésion, le front de fissure se déforme du fait du contraste entre les énergies de ruptures locales lors du piégeage (cf. figure 1.20). La théorie de perturbation du front de fissure qui a été largement étudié par Vasoya et al [36], Legrand et al [37], Patinet et al [38], Vasoya [39], permet de prédire la propagation de fissure dans un milieu hétérogène avec des modèles d'ordre 1 puis d'ordre 2, pour une meilleure corrélation entre l'expérimental et le théorique, et déterminer les énergies de ruptures locales ou les facteurs d'intensité de contrainte locales à partir d'une forme perturbée d'un front de fissure.

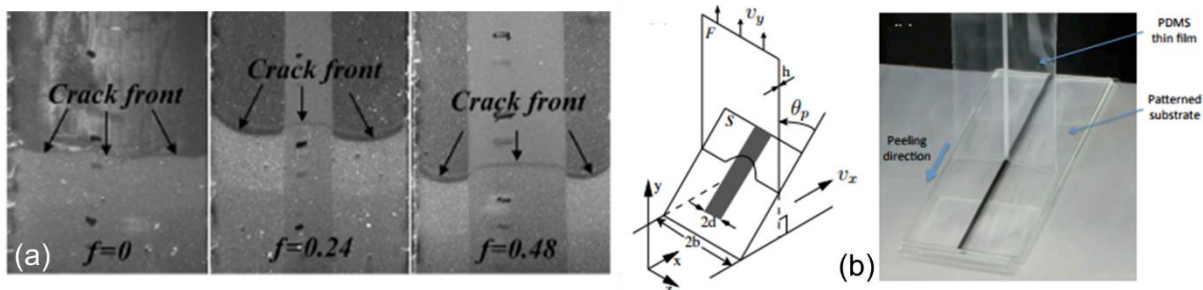


Figure 1.20. Déformation du front de fissure par piégeage

(a) : [Budzik et al, 32]

(b) : [Vasoya et al, 36]

La théorie de perturbation de front de fissure consiste à étudier la dynamique du front de fissure, modélisé par une ligne élastique, se propageant dans un milieu hétérogène. Le but des travaux de Vasoya et al [36], Dalmas et al. [38], Schmittbuhl and Maloy [40], DeLaplace et al. [41], Chopin [42], Santucci et al. [43], Lazarus et al [44] était de déterminer une distribution de l'énergie de rupture locale justifiant la déformation du front de fissure en interaction avec un milieu présentant une différence de ténacité locale. Ils ont utilisé une approche locale de mécanique de la rupture qui consistait à étudier la variation du facteur d'intensité de contrainte au front de fissure puis à en déduire l'énergie de rupture globale. L'essai le plus couramment utilisé était l'essai de clivage sur éprouvette collée composée de deux plaques en plexiglass (cf. figure 1.21). Les surfaces collées des deux plaques ont subi une modification afin de créer des hétérogénéités locales, donc une différence de ténacité. Grâce à la transparence des deux plaques, le front de fissure en mouvement a pu être visualisé puis utilisé pour déterminer la distribution de l'énergie de rupture en se basant sur des schémas analytiques. La théorie de perturbation consiste aussi, à prédire le seuil de propagation des fissures qui représente un paramètre important dans la conception des structures collés par rapport à leur durabilité.

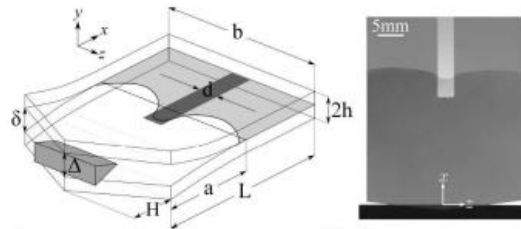


Figure 1.21. Schématisation d'un essai de clivage sur une éprouvette DCB en plexiglass [Patinet et al, 38]

Jumel [45] a proposé un outil numérique basée sur la méthode de différence finie pour étudier l'effet des fluctuations des propriétés des joints de colle sur la propagation de fissure. La variation locale de l'énergie de rupture a pu être estimée en évaluant la longueur de fissure effective. Cependant, la propagation de fissure instable le long de l'interface rend les petites valeurs de l'énergie de rupture correspondant aux zones de faible adhésion immesurables.

## 4. Conclusion

Cette revue bibliographique a permis essentiellement de prendre connaissance des défauts de collage susceptibles d'exister dans les joints collés de surface et les différentes approches proposées pour décrire l'initiation et la propagation de fissures au sein d'interfaces présentant ce type de défauts. Pour étudier le comportement macroscopique d'un assemblage collé, nous préconisons l'utilisation d'une approche globale basée sur la détermination du taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure effective. D'autres approches locales ont été décrites dans ce chapitre permettant de déterminer les singularités de contraintes locales dans le joint adhésif ou de modéliser le comportement de l'adhésif pour des applications en éléments finis. Enfin, une revue de travaux de caractérisation des interfaces hétérogènes sous forme de défauts de surface où des zones où l'adhésion est renforcée causant un piégeage du front de fissure et une hausse de la résistance du joint collé.

Dans le chapitre suivant de ce manuscrit nous présenterons le système étudié dans le cadre de ce travail et les méthodologies d'analyse proposées pour décrire l'interaction fissuration / défaut. On décrira en particulier les traitements de surface mis en place pour assurer une rupture cohésive de l'assemblage à l'état nominal et un joint homogène. Nous présenterons également les protocoles de test de caractérisation mis en œuvre.

# .II.

Matériaux et Méthodes

## **1. Introduction**

Une difficulté inhérente à l'étude des interfaces et liaisons collées consiste en la réalisation d'échantillons de tests permettant leur caractérisation mécanique en respectant les conditions de mise en œuvre de l'adhésif telles qu'employées pour la fabrication des pièces réelles. Nous décrivons dans ce chapitre l'ensemble des travaux préalables conduits pour définir une gamme de collage reproductible et garantissant une rupture cohésive de l'interface.

Les propriétés mécaniques de l'interface sont caractérisées au moyen d'essais de fissuration en mode I de type DCB, nous rappelons ici le principe de cet essai ainsi que l'instrumentation et les techniques d'analyse qui ont été mises en œuvre pour sonder les propriétés de l'interface.

## **2. Matériaux des substrats et adhésif**

Les substrats utilisés dans cette étude sont réalisés en alliage d'aluminium à haute résistance de type 7075-T6 utilisés notamment pour des applications structurales en aéronautique et aérospatial. Cet alliage contient 1.6% de cuivre, 2.5% de Magnésium, 0.23% de Chrome et 5.6% de Zinc. Il a une masse volumique de 2.8Kg/dm<sup>3</sup>, une résistance à la rupture de 565 MPa, allongement avant rupture de 11%, un module d'Young de 73 GPa et un coefficient de Poisson de 0.33. Cette nuance est retenue pour s'assurer qu'au cours des essais mécaniques sur assemblages, les substrats ne subiront aucune déformation permanente.

Dans cette étude, nous utilisons un adhésif structural époxy en film proposé par la société 3M et de désignation commerciale AF191U. Il offre une résistance mécanique et une ténacité élevées. Cette version du film adhésif n'est pas supportée, on s'affranchit ainsi pour la suite de l'étude de toute perturbation que pourrait apporter la présence d'une trame destinée à contrôler l'épaisseur du film adhésif. Selon la documentation commerciale, le module d'Young est de 2.5 GPa et le coefficient de Poisson est de 0.33.



Figure 2.1. Film adhésif AF191U [46]

Plusieurs cycles de cuisson sont proposés pour assurer la réticulation de l'adhésif. Les propriétés finales dépendent du cycle retenu (cf. figure 2.2). Ainsi, le durcissement de l'adhésif peut être effectué dans une étuve ou dans un autoclave en employant une technique de moulage sous vide. La pression appliquée et la dépression produite dans la poche doivent être contrôlées avec soin. En effet, un dégazage est susceptible d'apparaître durant la cuisson, qui peut entraîner une porosité importante du film adhésif si ces paramètres ne sont pas maîtrisés. Nous avons retenu pour la suite du travail un cycle de réticulation à 177°C sous 3bar de pression en autoclave. La montée en température est réalisée avec une pente de 4 à 5°C par minute. Pour garantir un joint adhésif homogène, un vide de 900mbar est tout d'abord appliqué pour compacter le joint. Lors de la montée en température, cette dépression est réduite à 330 mbar pour éviter l'apparition des porosités par phénomène de moussage qui nuit à la résistance de l'assemblage collé.

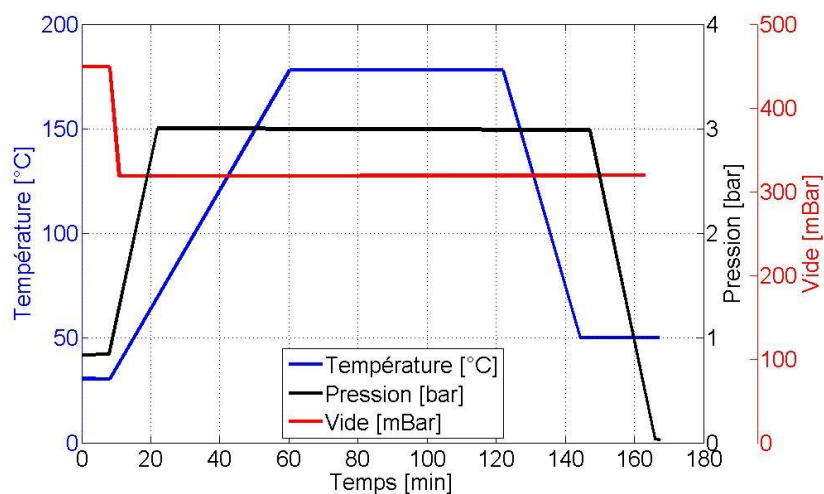


Figure 2.2. Cycle de cuisson de l'adhésif AF191U [46]



Après application du cycle de réticulation, le produit initialement mou et jaune clair, devient dur et jaune orangé. Pour vérifier la qualité de l'adhésif après cuisson, des échantillons témoins ont été réalisés. Le film adhésif est placé entre deux substrats recouvert de film anti-adhésif. Le film n'étant pas supporté et l'adhésif devenant très fluide en phase de chauffage, il est nécessaire de placer des bandes de film anti-adhésif sur les bords des substrats pour contrôler l'épaisseur finale du film après réticulation. Le film est déposé sur l'ensemble du contour du substrat servant ainsi de dispositif de confinement qui contribuera à diminuer le taux de porosité au sein du film de colle. Le résultat obtenu est présenté dans la figure 2.3.

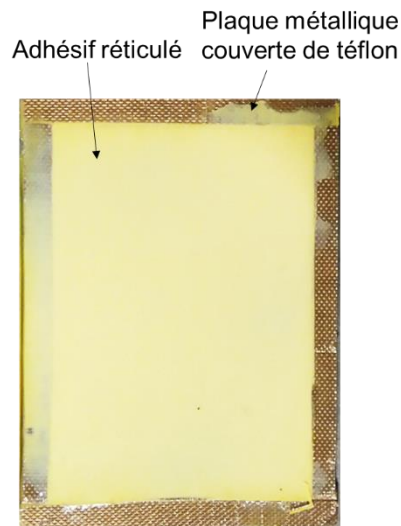


Figure 2.3. Réticulation homogène de l'adhésif AF191U

La qualité du film d'adhésif ainsi obtenu est très dépendante du cycle de réticulation adopté et en particulier du contrôle de la pression extérieure et la dépression appliquées. Une mise sous pression insuffisante ne permet pas de chasser les bulles d'air qui peuvent être emprisonnées durant le drapage du film sur le substrat (figure 2.4). De même une dépression trop importante dans la bache à vide durant la cuisson fait apparaître de nombreuses microporosités, l'adhésif étant sujet au phénomène de moussage dans ce cas (cf. figure 2.5).

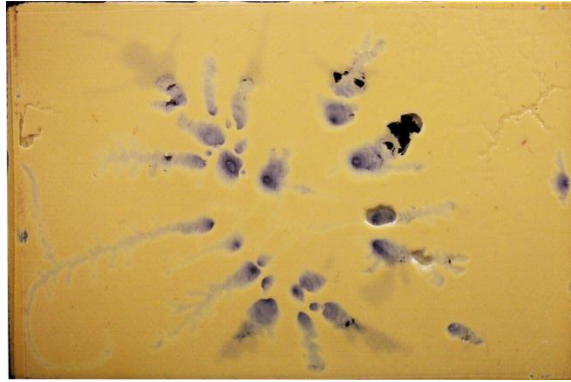


Figure 2.4. Adhésif réticulé avec un manque de pression de maintien

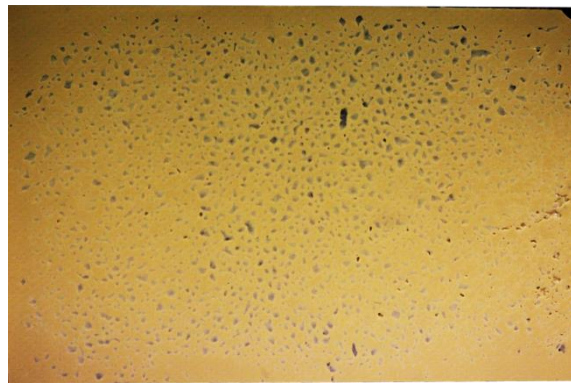


Figure 2.5. Adhésif réticulé avec un manque de pression du vide

### **3. Traitement de surface**

La seule maîtrise de la qualité du film adhésif n'est pas suffisante pour produire un collage résistant. En effet, Il faut pour cela créer une interface adhésif/substrat forte de façon à assurer une rupture cohésive de l'adhésif. Pour cela il convient de définir et mettre en œuvre un protocole de traitement de surface adapté, ici aux substrats en aluminium 7075-T6. Un traitement de surface appelé FPL (Forest Product Laboratory) a été proposé par 3M pour préparer les substrats en alliage d'aluminium pour collage avec l'adhésif AF191U. Cependant, ce traitement a été banni dans l'union européenne à cause des réglementations environnementales exigées pour limiter l'utilisation du Chrome (Cr) qui est une substance toxique. À cette technique de préparation nous avons préféré la préparation dite P2 développée en substitution. Les différentes étapes ont été validées de façon à garantir la reproductibilité des fabrications ainsi que décrit ci-dessous.

### 3.1. Le dégraissage

La première opération effectuée consiste en un nettoyage / dégraissage des substrats qui sont placés dans un bain d'acétone dans une cuve à ultrasons (cf. figure 2.6) durant 10 minutes à 30°C. Les éprouvettes sont ensuite rincées à l'eau déminéralisée puis séchées avec un flux d'air tiède (30°C environ).



Figure 2.6. Dégraissage des substrats dans un bain à ultrasons

### 3.2. Sablage

Un lot d'éprouvettes a été décapé par sablage en projetant des grains d'alumine ( $Al_2O_3$ ) de diamètre 210 $\mu$ m (corindon blanc F80) sur la surface. Ce sablage est réalisé manuellement en utilisant une cabine Guyson Formule 1400, avec une pression 0.4MPa. Les substrats sont maintenus à une distance d'environ 20 cm de la buse jusqu'à l'obtention d'une surface uniformément sablée. Les substrats sablés sont ensuite nettoyés en suivant le protocole précédemment décrit. Un brossage avec une brosse nylon est également effectué afin d'extraire les particules d'alumines qui restent emprisonnées dans les aspérités de surface.

### 3.3. Décapage à la soude (NaOH)

Les substrats peuvent également être décapés par voie chimique au moyen d'une solution alcaline après avoir subi un nettoyage préalable. Cette solution est composée de 80g de pastilles de soude diluées dans 1 litre d'eau déminéralisée. Le décapage est effectué en immergeant pendant 10 minutes les substrats dans cette solution chauffée à 40°C (voir

figure 2.7.a). Pendant le décapage, les corps gras éventuels sont transformés en savons solubles dans l'eau grâce à l'action de la soude [Wery, 47]. Les graisses non saponifiables remontent en surface et sont émulsifiées en présence d'agents tensio-actifs (voir figure 2.7.b). Finalement, les substrats subissent une défloculation permettant de détacher de la matière solide de la surface du substrat (voir figure 2.7.c).

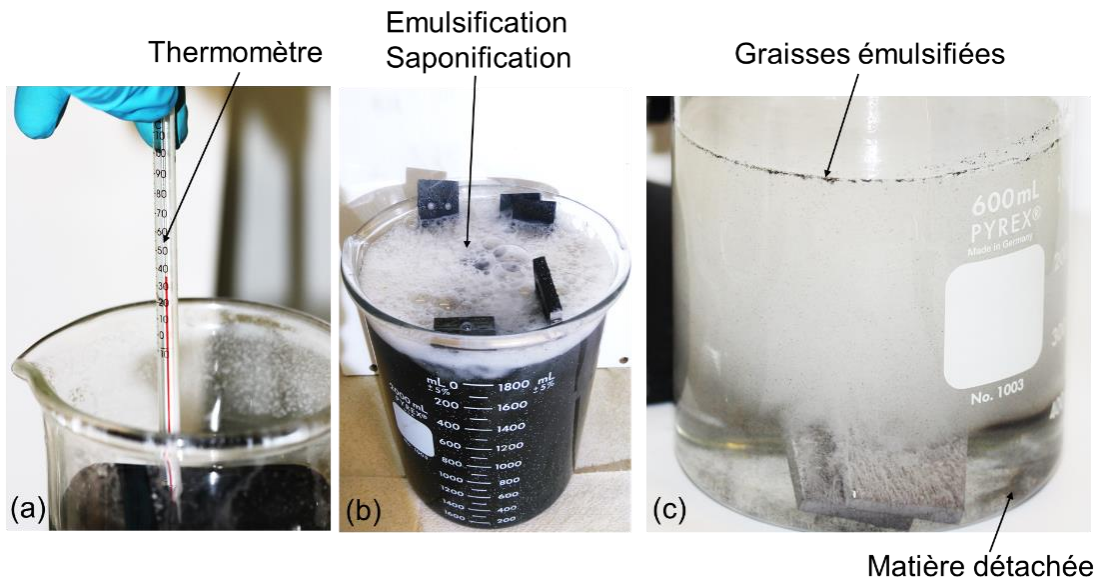


Figure 2.7. Décapage par immersion dans une solution de NaOH

(a) : bain décapant à base de soude à 40°C, (b) : saponification et émulsification

(c) : représentation des graisses émulsifiées et la matière détachée des substrats

Durant le décapage, une couche noire se forme en surface de la pièce. Il s'agit de tetrahydroxyaluminate de sodium  $\text{Na}[\text{Al}(\text{OH})_4]$  qui se forme par la réaction de l'hydroxyde de l'aluminium  $\text{Al}(\text{OH})_3$  avec la soude. Une fois les substrats retirés du bain alcalin et rincés à l'eau, la couche noircie est dissoute en versant de l'acide nitrique 65% (voir figure 2.8). Les substrats sont enfin rincés à l'eau déminéralisée et séchés avec un flux d'air tiède.

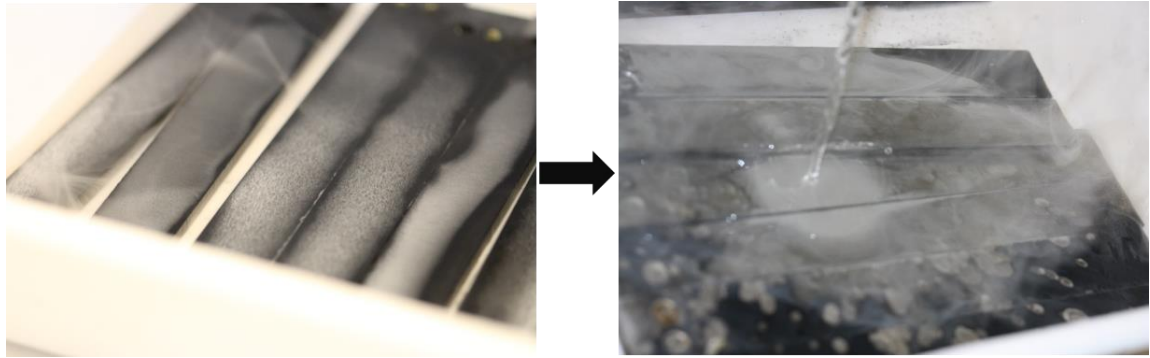


Figure 2.8. Dissolution de la couche de tetrahydroaluminate de sodium avec de l'acide nitrique

### 3.4. Décapage chimique P2

Après décapage, il reste à apporter des modifications à la surface pour activer les mécanismes qui favorisent l'adhésion. Le décapage P2 est utilisé ici. Il consiste à immerger les substrats dans une solution composée d'un litre d'eau, 185mL d'acide sulfurique 85% et 127g de sulfate de fer III (45% wt H<sub>2</sub>O, 37% wt H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 15% wt Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>). La température de la solution de décapage doit être comprise entre 60°C et 70°C avec une agitation continue pour assurer une homogénéité thermique et un débullage constant de la surface. Le maintien de la température et l'agitation ont été assurés au moyen d'un agitateur magnétique chauffant (voir figure 2.9.a ; figure 2.9.b). Pendant le décapage, la réaction chimique de l'aluminium avec la solution de décapage provoque un dégagement de bulles de gaz fines visibles sur la surface des substrats (voir figure 2.9.c). Cette étape de décapage ne peut jamais être réalisée seule. En effet, il faut auparavant appliquer les protocoles de dégraissage et décapage alcalin décrits précédemment. Le décapage met le métal à nu ce qui permet à la solution P2 de construire une couche très fine active, de haute énergie de surface et qui possède une bonne résistance à la corrosion. Après avoir sorti les substrats du bain décapant contenant la solution P2, ils ont été rincés avec de l'eau déminéralisée puis séchés avec de l'air tiède. La surface obtenue est très sensible et il faut veiller à ne pas la contaminer.

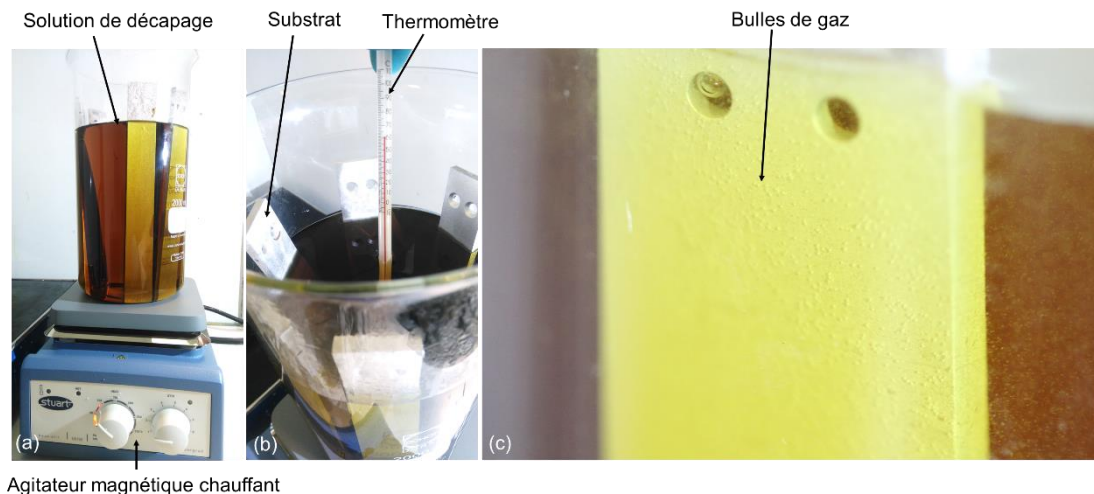


Figure 2.9. Traitement de surface P2.

(a) : Décapage avec agitation continue et maintien de la température de la solution

(b) : Contrôle de la température de la solution (60°C – 70°C)

(c) : Formation de bulles de gaz fines sur la surface

#### 4. Caractérisation de surface

En collage, le traitement de surface sert à améliorer l'état de surface pour qu'elle adhère à l'adhésif. C'est pour cette raison que la surface à coller doit être chimiquement active et physiquement appropriée. L'activation chimique de la surface est contrôlée en observant la mouillabilité de la surface avec un liquide. La morphologie de la surface est également observée au microscope électronique à balayage, une rugosité adaptée favorise l'ancrage mécanique et améliore de ce fait l'adhésion colle / substrat.

##### 4.1. Mouillage

Des mesures d'angle de contact ont été effectuées sur des échantillons après les différents traitements de surface, en utilisant la méthode de la goutte posée sur un goniomètre « Krüss DSA30 » (cf. figure 2.10). Le mouillage des surfaces a été effectué avec de l'eau déminéralisée car elle possède une très forte tension de surface. Les résultats des essais de mouillage sont présentés dans la figure 2.11 ainsi que les angles de contacts mesurés avec le logiciel « Drop Shape Analysis ». Ces résultats mettent bien en évidence l'augmentation de l'activité physico-chimique après le traitement NaOH+P2.

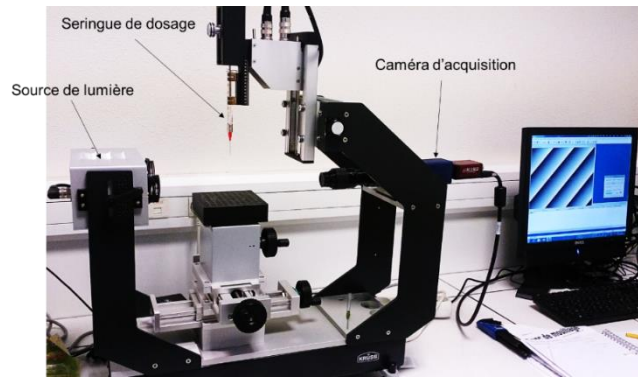


Figure 2.10. Goniomètre

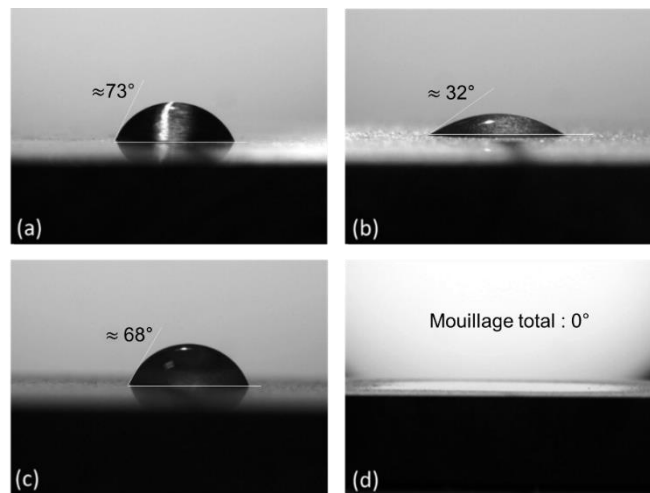


Figure 2.11 : Angle de contact.

(a) : surface dégraissée, (b) : Surface sablée

(c) : surface décapée avec NaOH, (d) : surface décapée NaOH + P2

On observe en particulier une mouillabilité totale de la surface traitée P2. En effet, si la présence du liquide en surface est toujours visible, l'angle de contact est nul du fait de l'étalement très important du liquide. Sur les surfaces dégraissées à l'acétone, sablées et décapées, le liquide ne s'étale pas mais forme une goutte dont l'angle de contact révèle la faible activité de la surface.

Ces essais de mouillage fournissent une indication de la qualité d'adhésion de la surface et confirment que le substrat traité avec la solution P2 présente une meilleure mouillabilité donc probablement une meilleure adhésion.

#### 4.2. Observation microscopique

La surface du substrat après dégraissage à l'acétone a été observée avec un microscope optique (figure 2.12). On observe que la couche d'oxyde d'aluminium native ne se décroche pas après un dégraissage à l'acétone. Cette couche solide est hétérogène et elle présente une faible énergie

de surface et ne favorise pas le collage. La surface sablée quant à elle, a été observée avec un microscope électronique à balayage (MEB). Une rugosité importante (2.13) a été observée en présence de pics très vifs parfois fragiles (figure 2.14) et des particules de sable incrustées dans les creux. Une analyse chimique de la surface (figure 2.15) a été effectuée également montrant la présence de quelques traces de Titane (Ti) ce qui montre que même avec un rinçage intensif, la surface peut encore contenir encore des traces de sable. En effet, le sable a été utilisé pour sabler des substrats en alliage de titane.

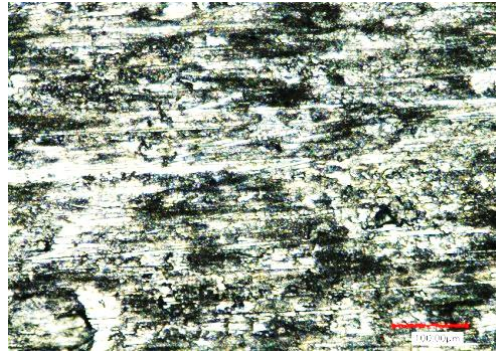


Figure 2.12. Cliché d'une surface dégraissée à l'acétone

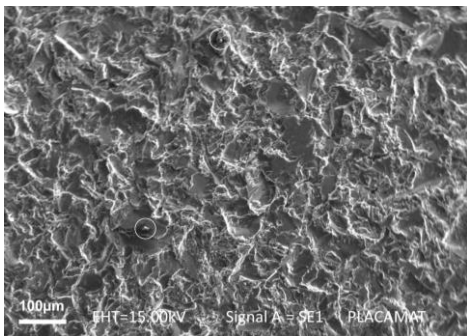


Figure 2.13. Cliché MEB d'une surface sablée. Les cercles blancs indiquent la position de particules de sable incrustées

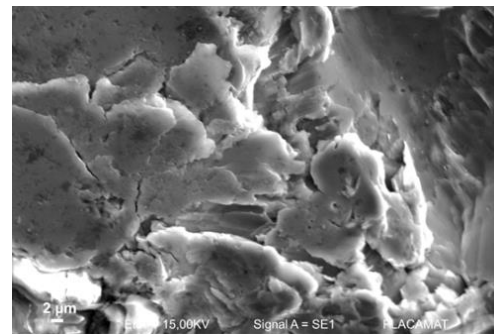


Figure 2.14. Cliché MEB d'une surface sablée présentant des pics fragiles

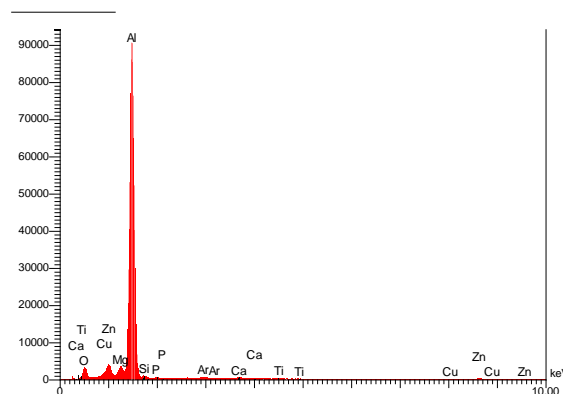


Figure 2.15. Composition chimique d'une surface sablée.



La surface des échantillons décapée à la soude et « nettoyée » à l'acide nitrique est également observée au MEB (cf. figure 2.16). La surface présente des cratères de différentes tailles dont on peut distinguer qu'ils suivent la microstructure du métal. Cette morphologie est due à l'attaque par la solution basique des grains de surface.

Finalement, la surface du substrat après préparation P2 observée au MEB est présentée sur la figure 2.17. La structure de surface produite par le premier décapage subsiste. Cependant à une échelle plus fine, on peut distinguer la présence de porosité/rugosité plus fine de ce que produit la solution à base de soude. Cette morphologie est très propice au collage car elle favorise l'ancrage mécanique de l'adhésif tout en améliorant l'affinité de la surface.

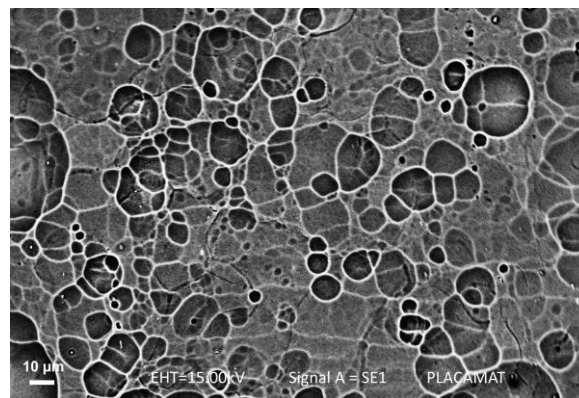


Figure 2.16. Cliché MEB d'une surface décapée avec NaOH

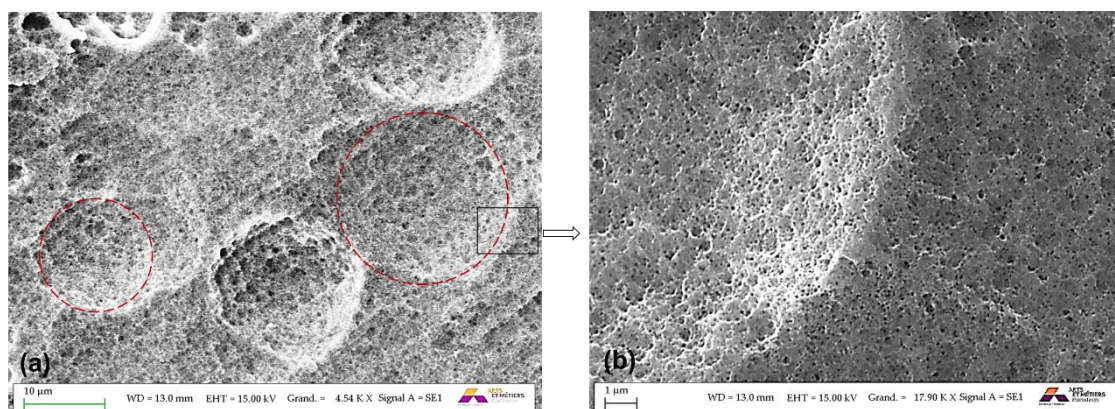


Figure 2.17. Clichés MEB des surfaces après décapage P2. (a) : 100µm, (b) : 1µm

## 5. Fabrication des éprouvettes et tests de caractérisation

### 5.1. Substrats et accessoires

Plusieurs géométries de substrats ont été employées pour réaliser les différentes éprouvettes DCB supports de ce travail (cf. figure 2.18 ; figure 2.19). Les substrats sont de largeur 25mm et de longueur 200mm. Dans la partie utile de l'éprouvette, l'épaisseur est de 5mm. Dans un premier cas, le substrat est produit à partir d'une plaque de 10mm d'épaisseur ce qui permet d'intégrer à la géométrie de la pièce, le passage de goupille qui permet la fixation à la machine d'essai. Dans le second cas, le substrat est percé de deux trous chanfreinés qui permettent le passage de vis avec lesquels sont fixés des talons rapportés. Techniquement, les substrats restent très similaires. On notera cependant que dans le second cas (fixation des talons par vissage), l'axe des goupilles de fixation est plus éloigné de la fibre neutre du substrat que dans le premier cas.

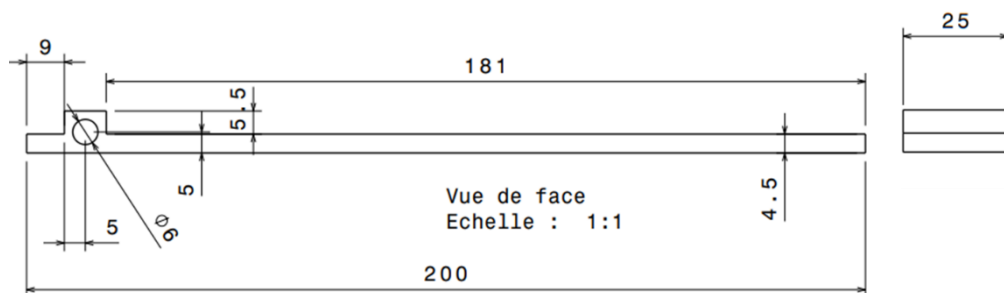


Figure 2.18. Esquisse du premier type des substrats

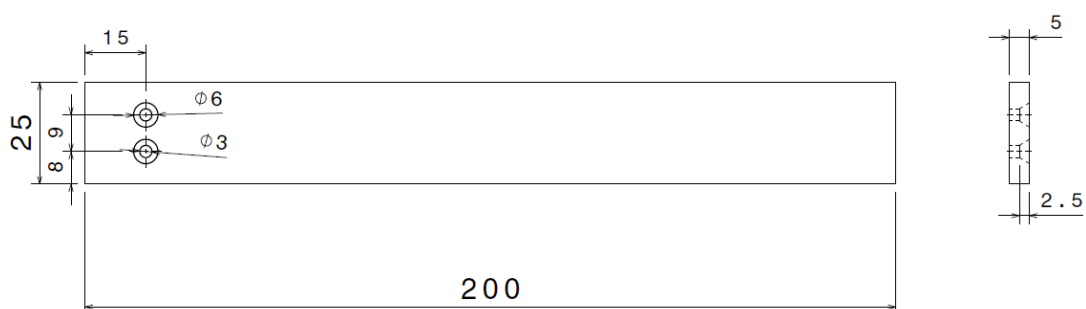


Figure 2.19. Esquisse du deuxième type des substrats

## 5.2. Collage

L'application du film adhésif est réalisée immédiatement après le traitement P2 pour limiter tout risque de contamination des surfaces. Il est découpé en bandes de largeur 20 mm et de longueur 140 mm correspondant à la taille de la zone à coller. Pour délimiter la zone à coller, des masques de film antiadhésifs sont réalisés au préalable en utilisant une table de découpe et placés sur les substrats. Ce système de masquage joue également le rôle de cale d'épaisseur et assure le confinement de l'adhésif durant la cuisson. Le film adhésif est déposé progressivement, les bulles potentiellement emprisonnées après opération de dépose sont retirées au moyen d'un rouleau débulleur.

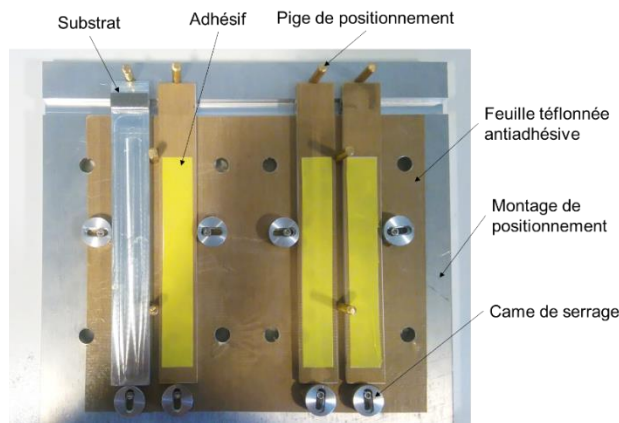


Figure 2.20. Positionnement des éprouvettes avant cuisson



Figure 2.21. Régulateur de pression

Les substrats sont placés sur un montage présenté sur la figure 2.20 qui assure le positionnement relatif correct des substrats supérieurs et inférieurs avant, puis durant la cuisson. L'ensemble est placé dans un système de mise sous vide équipé d'un régulateur permettant de réguler la dépression de 0 à 900mBar (figure 2.21). La cuisson est réalisée dans une étuve ou dans un autoclave. Dans le premier cas, seule la température est régulée, l'autoclave permet de réguler en outre la dépression dans la poche à vide ainsi que la pression extérieure. Le cycle de cuisson utilisé est présenté sur la figure 2.2. Après cuisson, l'excès de colle qui fuit sur les côtés de l'éprouvette est retiré par ponçage puis polissage. Enfin, l'éprouvette peut être instrumentée au moyen de jauges de déformation et préparée en vue de mesures par corrélation d'image (voir figure 2.21).

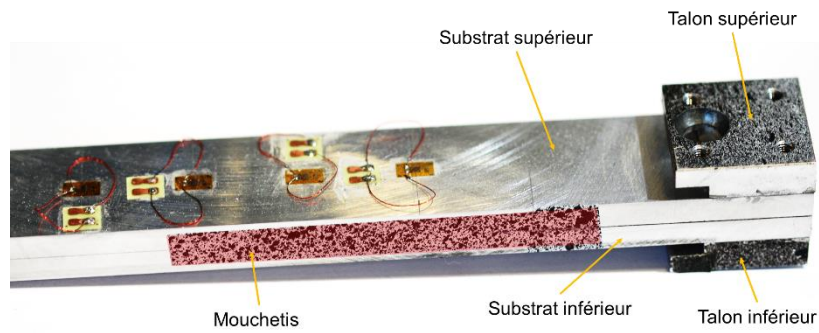


Figure 2.21. Eprouvette avec talons collés et mouchetis

### 5.3. Choix d'une gamme de collage

Durant la cuisson en autoclave, une pression de 3 bar est recommandée de même qu'un vide ne dépassant pas 300 mbar dans la poche à vide. La documentation technique de l'adhésif AF191 indique qu'une cuisson hors autoclave est possible. Cependant les premiers tests réalisés conduisant à la formation d'une couche de colle présentent des porosités importantes voire des manques de colle. Il nous a semblé que le compactage apporté par la pression de l'autoclave pouvait manquer dans la gamme de collage utilisée. Pour compenser ce compactage, les deux substrats après accostage ont été placés sous une presse de capacité 10 T dont l'effort appliqué à l'échantillon est ajusté pour que le film soit soumis à une pression de 3 bar (cf. Figure 2.22). D'autres systèmes de serrage type pinces ou serre-joints (cf. Figure 2.23) ont également été testés sans possibilité dans ce cas de contrôler la pression imposée. L'effort de la presse est maintenu pendant un minimum de 2 minutes laissant à l'adhésif le temps de se relaxer. La position après pressage a été maintenue avec des étaux.

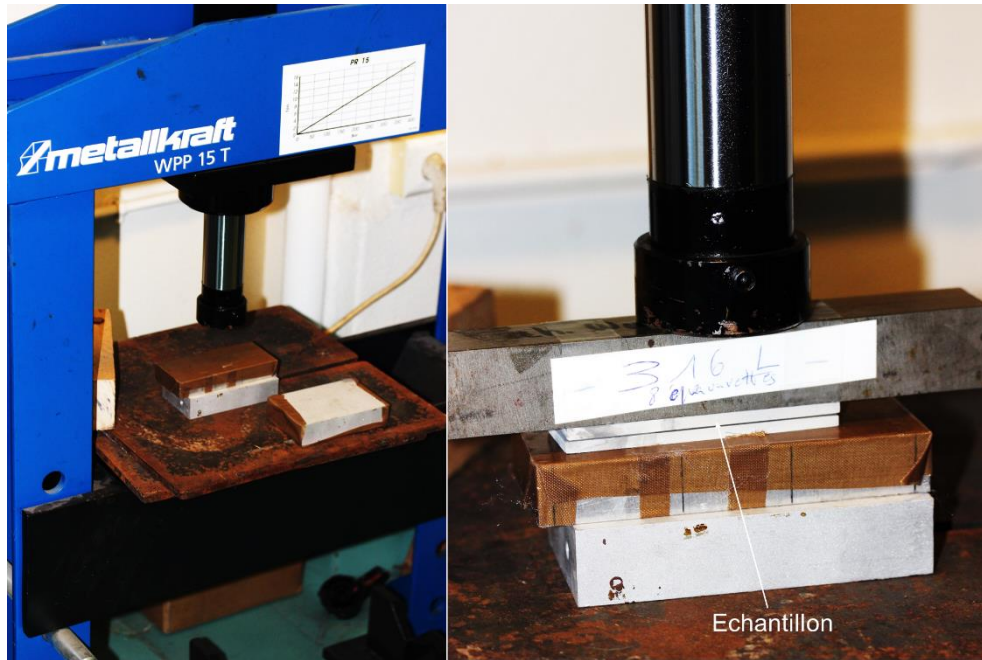


Figure 2.22. Pressage des échantillons



Figure 2.23. Maintien des positions après pressage

Des collages de petites dimensions ( $2 \times 2 \text{ cm}^2$ ) ont été effectués en respectant les étapes décrites précédemment. Le but était de contrôler l'efficacité des préparations de surface (sablage + dégraissage, décapage NaOH, préparation P2). Après collage, les substrats sont séparés par clivage ou tronçonnés et polis pour observation du film d'adhésif sur la tranche. Les résultats de ces tests sont présentés sur la figure 2.24.

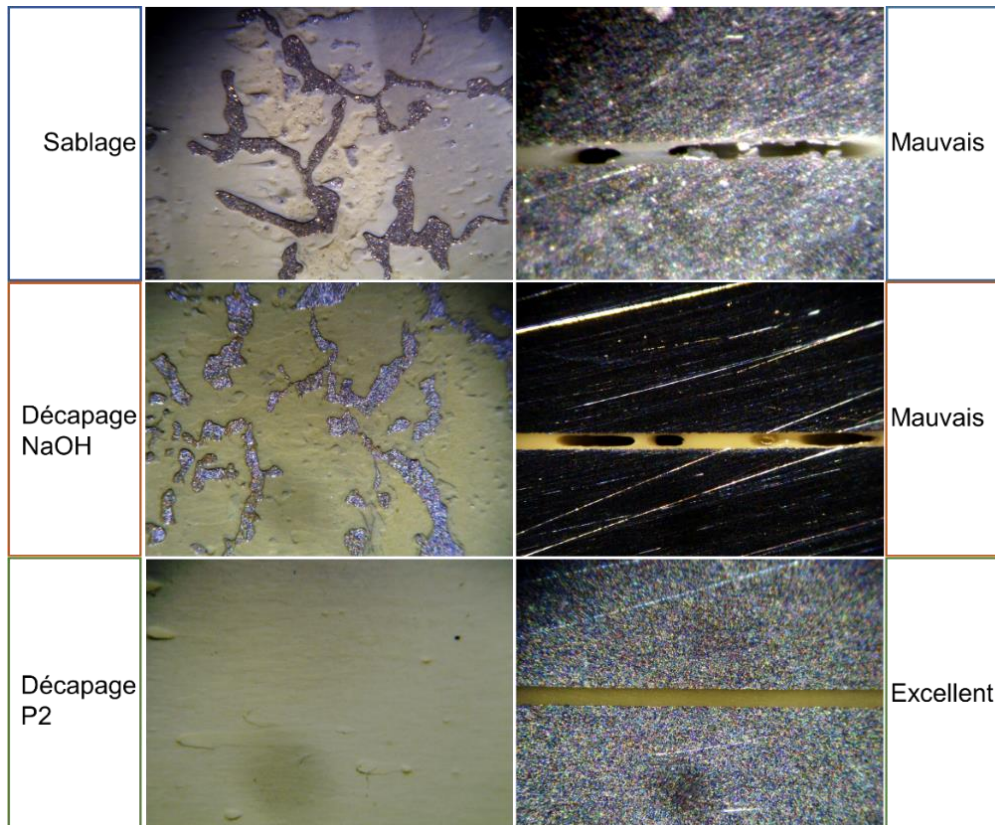


Figure 2.24. Observation du joint de colle des échantillons

Dans le cas des surfaces sablées, on observe des porosités importantes du joint de colle mais également des ruptures adhésives voire cohésives interfaciales dans le substrat liées au détachement de particules de sablage incrustées en surface (cf. figure 2.25). De même on constate que le mouillage de l'adhésif sur la surface décapée à la soude est insuffisant.

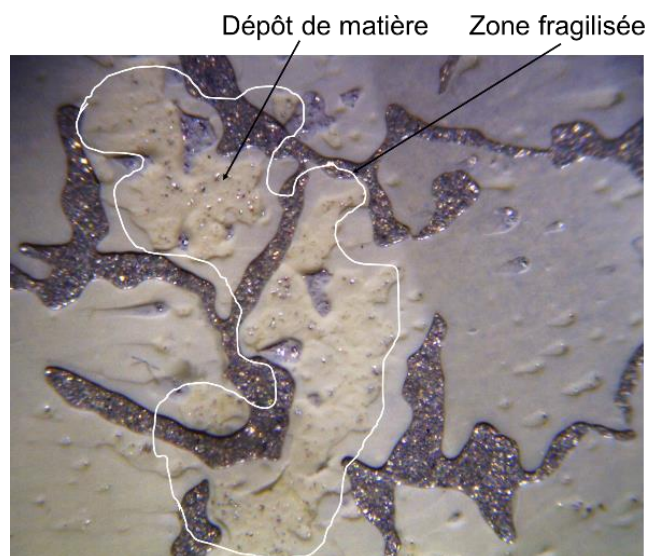


Figure 2.25. Surface de rupture d'une éprouvette sablée

A l'inverse, la préparation P2 produit un film exempt de porosité y compris au niveau de l'interface où on observe qu'il remplit les aspérités de surface (cf. figure 2.26). Cette observation permet également de contrôler l'épaisseur du joint de colle qui est d'environ 100  $\mu\text{m}$  conformément à l'épaisseur du film de masquage utilisé.

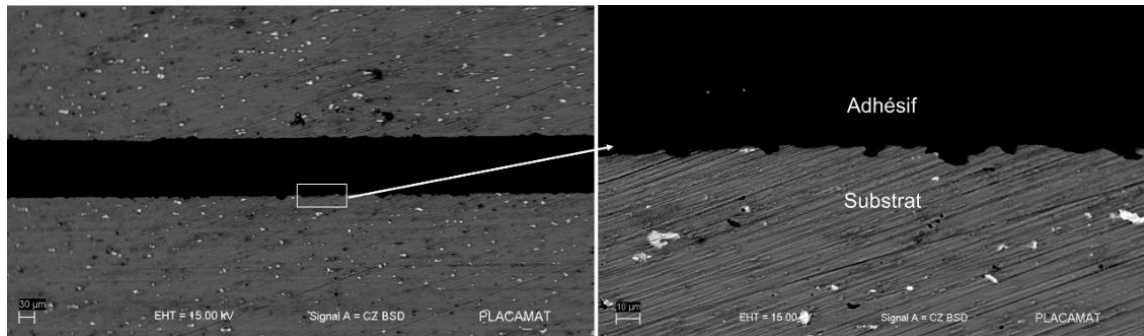


Figure 2.26. Cliché MEB d'un joint de colle quelle conditions de préparation (Traitement de surface NaOH+P2)

#### 5.4. Protocole d'essai et instrumentation

Pour la suite de ce travail, les caractéristiques mécaniques de l'interface collée seront évaluées au moyen de l'essai DCB, qui permet de mesurer le taux de restitution d'énergie critique c'est-à-dire l'énergie nécessaire pour produire une séparation complète d'une surface unitaire.

Les essais DCB sont réalisés sur un moyen d'essai mécanique constitué de deux vérins électromécaniques montés en opposition de capacité 1kN. Un schéma simplifié de la machine d'essai est présenté sur la figure 2.27 et la machine d'essai réelle est présentée sur la figure 2.28.

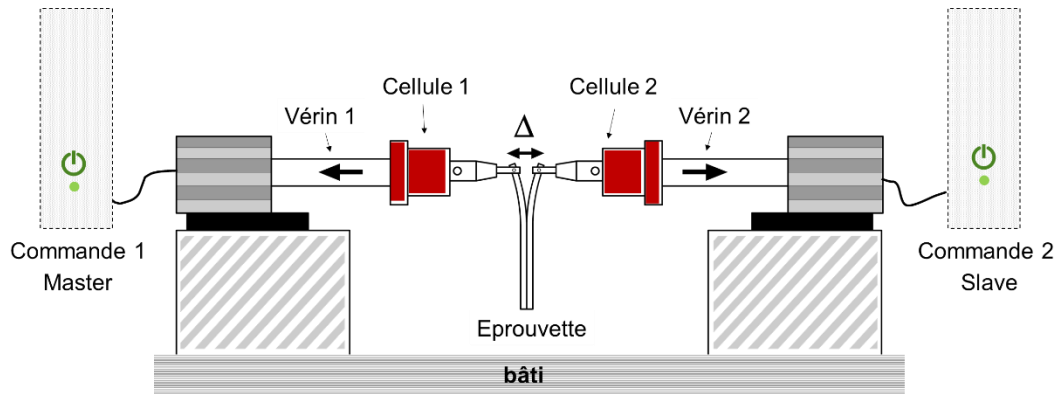


Figure 2.27. Schéma simplifié de la machine biaxes

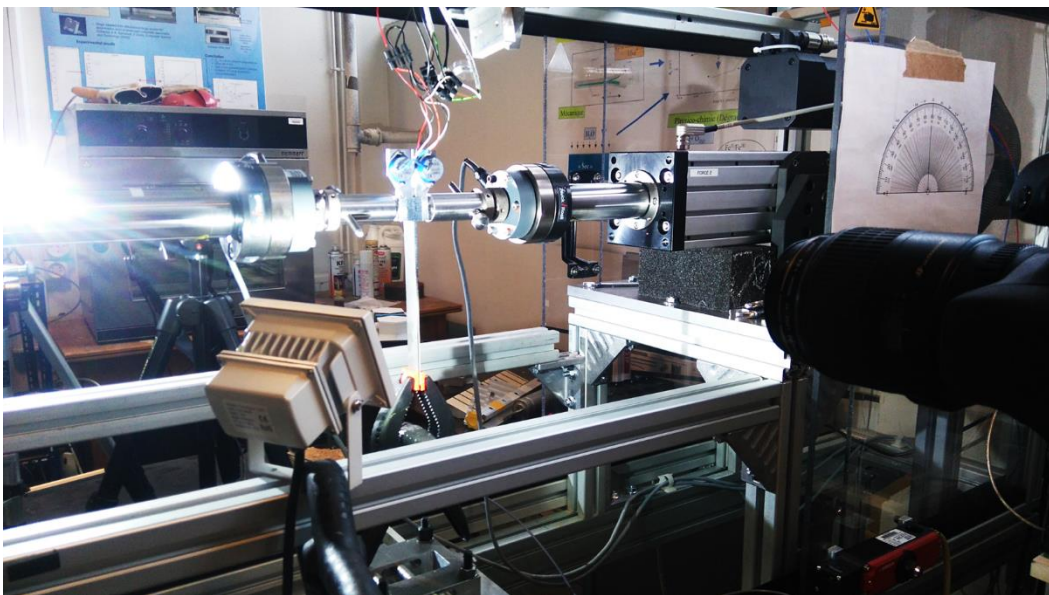


Figure 2.28. Machine d'essais biaxes

Un système d'attache spécifique est employé pour chaque type de géométrie de substrat. Pour les substrats présentant un passage de goupille intégré, les outillages présentés sur la figure 2.29 sont utilisés, pour les substrats plats, des talons sont finalement rapportés par collage à la colle cyanoacrylate permettant une fixation par rotule sur le moyen d'essai mécanique. Ce dernier système évite toute application d'efforts parasites durant l'essai. Ces talons, rotule et pièces d'adaptation machine sont présentés sur la figure 2.30.



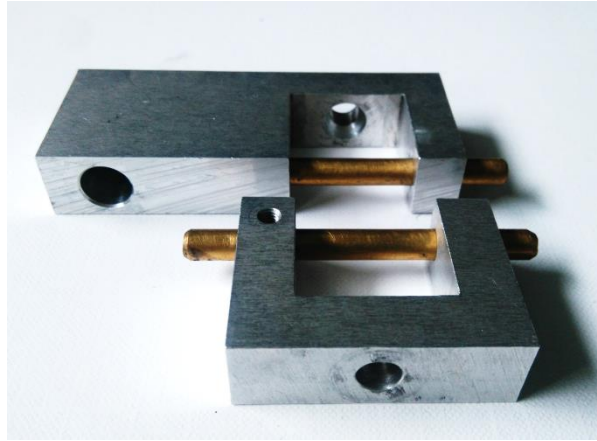


Figure 2.29. Système d'attache des éprouvettes de la figure 2.18 à la machine d'essai

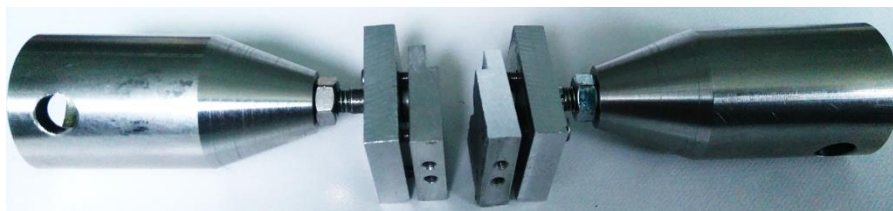


Figure 2.30. Système d'attache des éprouvettes de la figure 2.19 à la machine d'essai

Enfin des perçages sur les faces supérieures des talons ont été réalisés pour fixer deux inclinomètres (figure 2.31). Ces derniers permettent de mesurer la rotation des substrats au point d'application de l'effort, permettant un calcul direct du taux de restitution d'énergie ainsi qu'expliqué plus loin. Durant l'essai, les deux vérins sont mis en mouvement simultanément, une même vitesse de rentrée des vérins étant imposée. L'éprouvette est sollicitée de façon symétrique, donc en mode I, le plan de joint restant fixe ce qui facilite le suivi de la scène par caméra. L'électronique de pilotage assure la synchronisation de l'ensemble des équipements et des acquisitions.

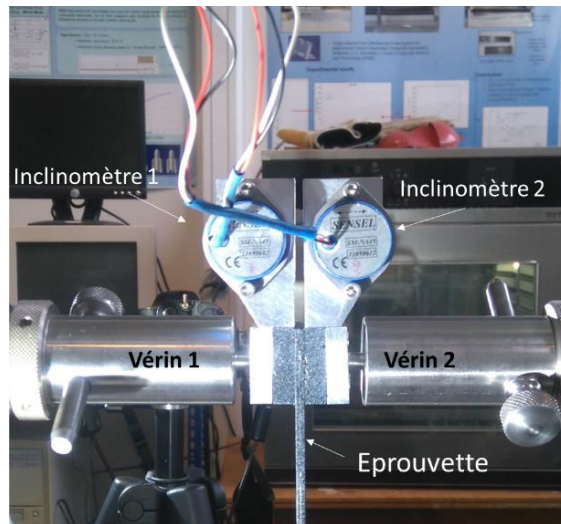


Figure 2.31. Inclinomètres montés sur une éprouvette

Pour la suite de l'étude, il est important d'évaluer la complaisance du moyen d'essai incluant les systèmes d'attache. Pour cela, nous employons la corrélation d'image pour suivre le déplacement relatif au niveau des talons qui peut être comparé à la mesure du déplacement délivrée par la machine d'essai mécanique. Un mouchetis a été déposé sur un des deux côtés de l'éprouvette en appliquant successivement une couche homogène de peinture acrylique noire puis en pulvérisant des gouttelettes de peinture acrylique blanche. Des images de la zone d'ancrage de l'éprouvette sur la machine sont acquises périodiquement au moyen d'un reflex numérique de type Canon 70D équipé d'un objectif macro 100mm. Un autre appareil photo de type canon 750D équipé d'un objectif 28-55 mm est utilisé pour observer l'intégralité de l'éprouvette durant le test. La détection du mouvement à partir des images est effectuée en utilisant le logiciel Vic2D. Une photo de l'installation est présentée dans la figure 2.32.

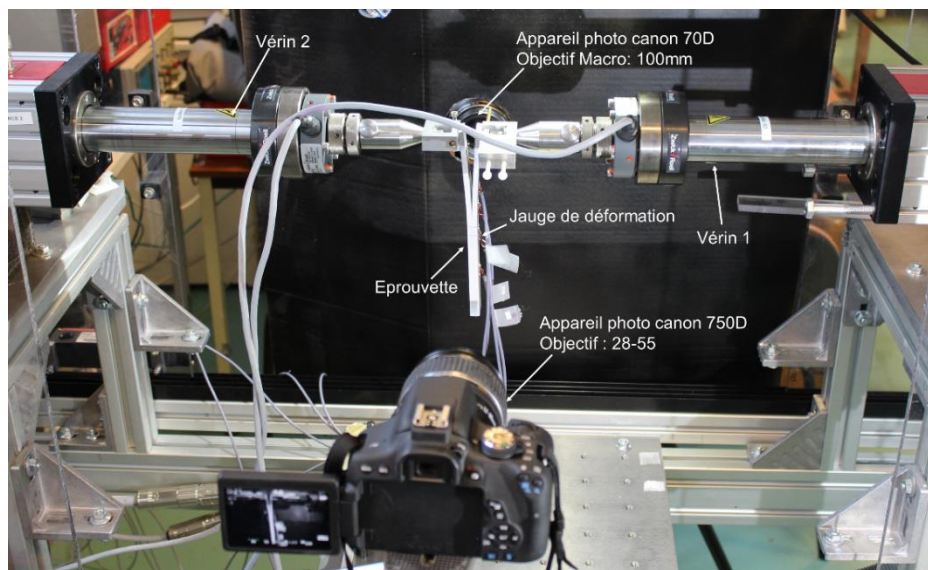


Figure 2.32. Photo de la manipulation et acquisition des photos

## 6. Caractérisation des interfaces collés – essai DCB

L'essai DCB est employé dans ce travail pour caractériser le comportement mécanique des interfaces, en fonction du type de traitement de surface réalisé sur les substrats. Ces traitements sont appliqués de façon homogène sur l'ensemble de la surface ou de façon hétérogène ou en présence de pollution pour simuler la présence de défauts d'adhésion. Nous rappelons ici le principe de cet essai de fissuration en mode I et l'analyse qui est effectuée pour déterminer le taux de restitution d'énergie de l'interface à partir des données expérimentales.

Une représentation schématique d'un essai sur éprouvette DCB (Double Cantilever Beam) est présentée sur la figure 2.33. L'éprouvette est constituée de deux substrats élancés assimilables à des poutres et partiellement collés. Un insert positionné sur une extrémité du plan de joint simule une décohésion initiale. L'éprouvette est sollicitée en mode I en appliquant deux forces opposées et d'égale intensité,  $P$ , à l'extrémité de la zone non collée. La longueur de la décohésion, ou longueur de fissure, correspond à la distance entre le front de fissure et la position du point d'application de l'effort. On note  $\Delta$  le déplacement relatif des deux substrats de la position d'application du chargement.

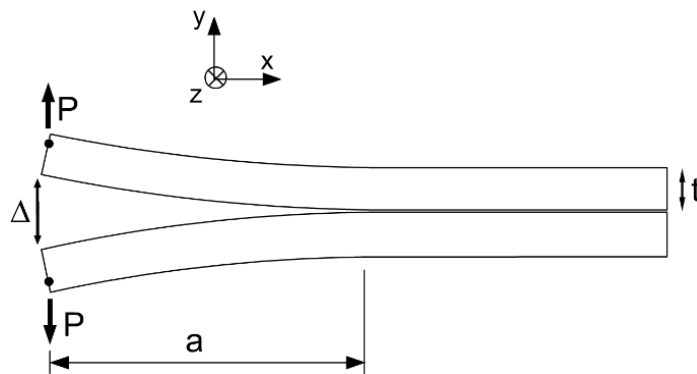


Figure 2.33. Schéma d'une configuration DCB

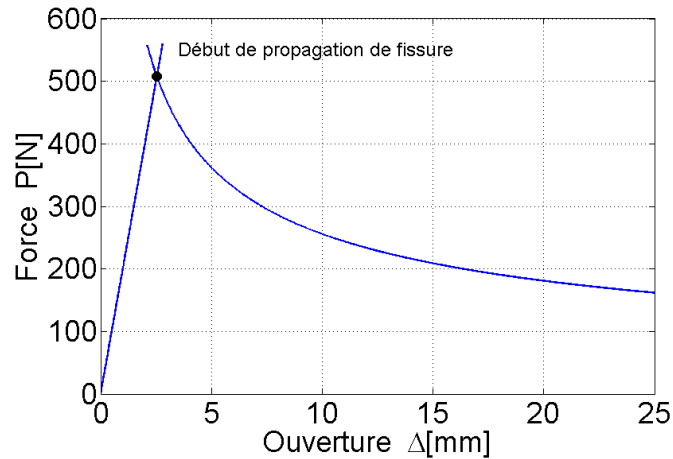


Figure 2.34 : Réponse mécanique théorique d'une éprouvette DCB en mode I

La détermination des propriétés mécaniques de l'interface repose sur l'analyse de la réponse  $P(\Delta)$  enregistrée durant l'essai. En particulier, on s'intéresse ici à la phase de propagation pour laquelle on observe une diminution progressive de l'effort appliqué.

En effet, l'allure typique de l'évolution,  $P(\Delta)$ , enregistrée durant un essai DCB est présentée sur la figure 2.34. Durant la phase initiale de l'essai, l'effort augmente progressivement de façon linéaire tant que l'ensemble de l'éprouvette reste sollicité dans son domaine d'élasticité. Un adoucissement peut être observé suite à cette première phase de chargement si préalablement à la phase de propagation de fissure se développe en pointe de fissure une zone plastique étendue (dans l'adhésif et/ou les substrats). Un pic d'effort marque le début de la phase de la propagation de la fissure. Dans le cadre de ce travail, l'extension de la zone plastique en pointe de fissure est très limitée et le comportement global du système s'apparente à un comportement élastique fragile. Le cadre classique de la mécanique linéaire de la rupture peut être appliqué ainsi qu'expliqué ci-dessous.

Les conditions de propagation d'une fissure sont établies au moyen d'un bilan énergétique global proposé par Griffith. Ainsi, pour que la décohésion s'étende, il faut que l'énergie nécessaire à la réalisation de ce phénomène dissipatif puisse être apportée par le travail des forces extérieures appliquées et par l'énergie potentielle élastique stockée dans la structure. On se place ici dans le cadre d'un phénomène quasi-statique, isotherme et on néglige tout autre mécanisme dissipatif tel que pourrait produire la plastification des substrats.

Dans ce cadre, la condition de propagation formulée par Griffith s'énonce :

$$G = -\frac{1}{2w} \left( \frac{dC}{da} \right) P^2 = G_c \quad (2.1)$$

où  $G$  désigne le taux de restitution d'énergie et  $G_c$  le taux de restitution d'énergie critique.

$w$  est la largeur de l'éprouvette,  $C$  la complaisance de l'éprouvette du substrat et «  $a$  » la longueur de fissure. La détermination de  $G$  nécessite donc de proposer un modèle mécanique de l'éprouvette d'essai permettant de déterminer l'évolution de sa complaisance en fonction de la longueur de fissure.

Dans le cas présent, du fait de la géométrie des substrats ces derniers sont assimilés à des poutres d'Euler Bernoulli. En supposant par ailleurs que la complaisance de l'interface est négligeable on peut considérer que ces poutres sont encastées à la position correspondant au front de fissure. L'éprouvette est donc assimilable à deux poutres en flexion simple dont la complaisance vaut :

$$C = \frac{\Delta}{P} = \frac{2a^3}{3EI} \quad (2.2)$$

Avec  $I$  le moment quadratique de la section droite du substrat.

La mesure de la complaisance permet donc d'évaluer la longueur instantanée de fissure à partir de la relation (2.2):

$$a_{eff} = \sqrt[3]{\frac{3EI \Delta}{2 P}} \quad (2.3)$$

En outre en utilisant les relations 2.1 et 2.2, le taux de restitution d'énergie peut être déterminé au moyen de l'expression :

$$G = \frac{a^2 P^2}{wEI} \quad (2.4)$$

On constate en particulier que le moment de flexion au front de fissure,  $aP$ , contrôle la propagation de fissure. Enfin, si on s'intéresse à la phase de propagation uniquement, en considérant que  $G = G_C$ , et en remplaçant le paramètre  $a$  dans la relation (2.4) par l'expression (2.3), on obtient la relation :

$$P = (wG_C)^{3/4} \left( \frac{9}{4} EI \right)^{1/4} \frac{1}{\sqrt{\Delta}} \quad (2.5)$$

qui décrit l'évolution force / déplacement lors de la phase de propagation.

Dans cette analyse, le comportement de l'interface collée n'est décrit qu'à travers le seul paramètre  $G_c$  et la complaisance de l'interface collée supposée négligeable. L'épaisseur de cette interface n'est cependant pas négligeable et l'élasticité de l'adhésif doit être prise en compte. Un modèle simple peut ainsi être proposé pour décrire l'état mécanique de l'adhésif. Les substrats sont modélisés par une poutre de Timoshenko, l'adhésif dont on suppose le comportement élastique et modélisé par une distribution continue de ressort de rigidité  $k_e$ . Dans zone collée, l'équilibre des efforts de cohésion dans les substrats et dans l'adhésif s'écrit :

$$\frac{dM(x)}{dx} + T(x) = 0 \quad (2.6)$$

$$\frac{dT(x)}{dx} - k_e v = 0 \quad (2.7)$$

où  $M$  et  $T$  désignent respectivement le moment de flexion de la poutre et l'effort de cisaillement.  $v$  correspond à la déflexion locale du substrat. La raideur de l'interface peut être estimée au moyen de la relation :

$$k_e = 2w \frac{E_a^*}{t_a} \quad (2.8)$$

où  $E_a$  est le module d'Young de l'adhésif,  $t_a$  est l'épaisseur du joint de colle et  $w$  est la largeur des substrats. Par ailleurs, selon le modèle de Timoshenko, le moment de flexion  $M(x)$  et l'effort tranchant sont décrits par les équations constitutives (2.9) et (2.10).

$$M(x) = EI \frac{d\varphi(x)}{dx} \quad (2.9)$$

$$T(x) = \kappa GS \left[ \frac{dv(x)}{dx} - \varphi(x) \right] \quad (2.10)$$

où  $\kappa GS$  désigne la rigidité en cisaillement de de la poutre,  $S$  étant la section de la poutre,  $\kappa$  le coefficient de section réduite et  $G$  le module de cisaillement du substrat. Dans le cas d'une section rectangulaire le coefficient  $\kappa$  vaut  $5/6$ . En combinant les équations (2.9) et (2.10) avec (2.8), on obtient une équation différentielle d'ordre 4 :

$$\frac{d^4 v(x)}{dx^4} - \frac{k}{\kappa GS} \frac{d^2 v(x)}{dx^2} + \frac{k}{EI} v(x) = 0 \quad (2.11)$$

qui contrôle l'évolution de la déformation de l'adhésif au voisinage du front de fissure. Dans l'équation 2.11, on fait apparaître le paramètre :

$$\lambda = \frac{\sqrt{2}}{2} \left( \frac{k_e}{EI} \right)^{1/4} \quad (2.12)$$

homogène à un nombre d'onde qui contrôle l'extension de la zone dans laquelle se développe un fort gradient de contrainte au voisinage du front de fissure. Dans notre configuration, l'extension de cette zone de gradient peut être estimée en utilisant la relation (2.12) par le paramètre  $\lambda^{-1} \approx 2.5\text{mm}$ .

## 7. Essais de fissuration sur des éprouvettes DCB

Les essais de fissuration en mode I sont utilisés pour mettre en évidence l'effet d'un défaut d'adhésion localisé sur la résistance d'un assemblage. Avant de traiter le cas d'interfaces hétérogènes, des essais de fissuration sont réalisés sur des échantillons produits dans des

conditions nominales, les substrats ayant été soumis à un traitement P2. Les essais sont ici conduits, ainsi que pour le reste de ce travail, à une vitesse d'ouverture moyenne résultante de **2 mm/min** à température ambiante.

Les données expérimentales, représentées sous la forme de l'évolution de l'effort appliqué en fonction de l'ouverture de l'éprouvette imposée sont présentées sur la figure 2.35. Le comportement observé est conforme à celui présenté sur la figure 3.34, qui correspond à un comportement élastique fragile de la colle. En effet, lors de la phase de chargement, la réponse force/déplacement est linéaire. Une fois le pic d'effort atteint, la fissure se propage de manière stable, la force diminue lentement et la complaisance augmente progressivement.

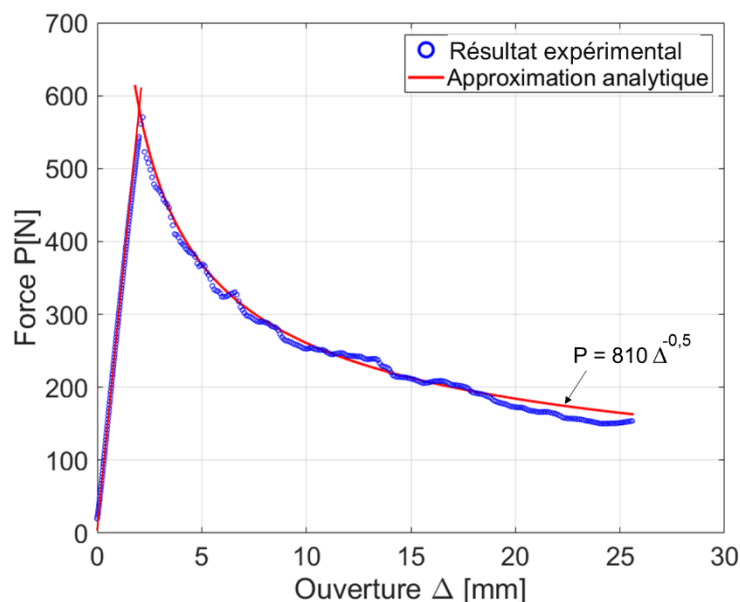


Figure 2.35 : Courbes force/déplacement des interfaces homogènes : forte et faible adhésion.

La courbe de tendance représentée et tracée en utilisant l'énergie de rupture d'une interface forte calculée plus loin, correspond à la relation 2.5 ce qui valide l'utilisation de la mécanique linéaire de la rupture pour analyser les essais réalisés sur ce type d'adhésif. Durant la phase de propagation, quelques fluctuations sont observées sur la courbe de réponse par rapport à la courbe de tendance. Celles-ci peuvent être dues à la présence d'hétérogénéités au sein de l'interface. Cependant, le faciès de rupture de l'éprouvette présenté sur la figure 2.36 montre que la rupture est entièrement cohésive.



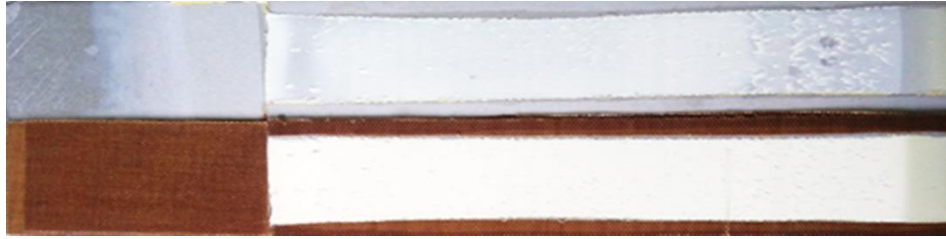


Figure 2.36 : Surface de rupture d'une éprouvette DCB  
présentant une rupture cohésive

Pour l'analyse des expériences, il est intéressant de suivre la position de la décohesion. Mesurer la complaisance instantanée de l'éprouvette permet, au moyen de la relation (2.3), d'obtenir une première estimation de la position de la fissure. Un moyen complémentaire pour suivre la progression de la fissure consiste à placer des jauges de déformation sur les substrats le long du trajet de propagation. L'éprouvette précédemment caractérisée était équipée de 4 jauges de déformations positionnées comme décrit sur la figure 2.37.

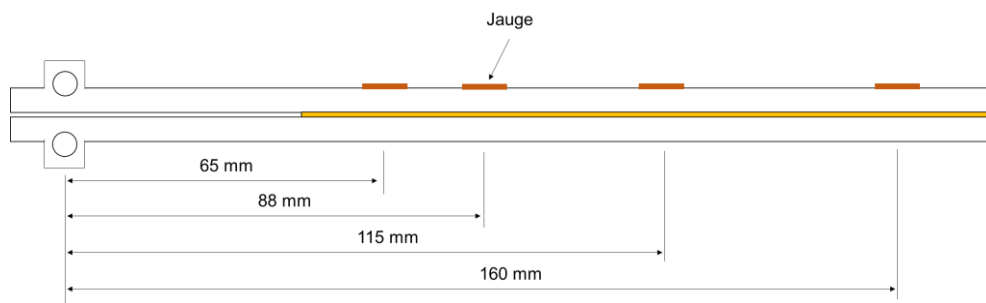


Figure 2.37. Position des jauges par rapport au lieu de chargement

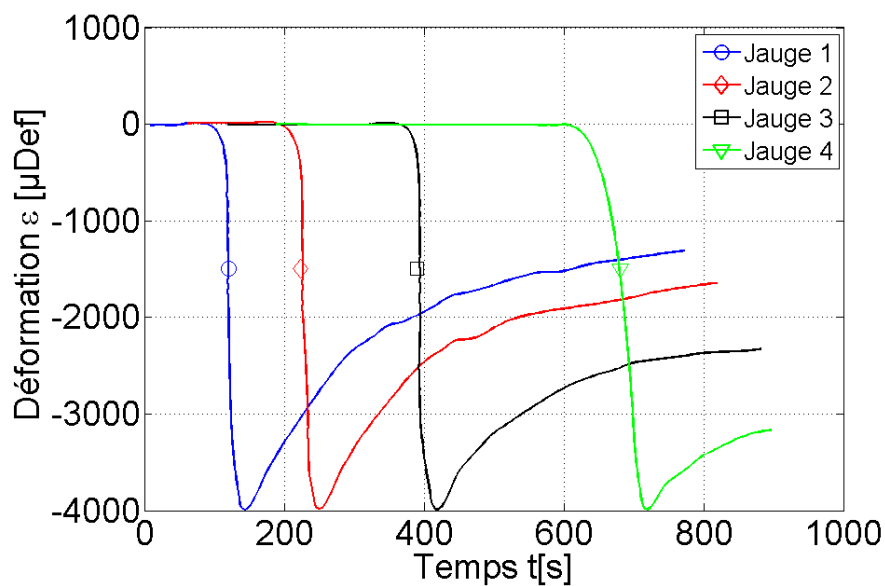


Figure 2.38. Signaux des jauges collées sur une éprouvette avec forte interface

Les évolutions des signaux extensométriques enregistrés durant l'essai sont présentées sur la figure 2.38. On peut montrer [Ben Salem, 48] que la déformation minimale est atteinte au voisinage immédiat de la décohésion. Détecter les minimums de déformation permet donc de localiser la fissure instantanée. Ces positions peuvent par ailleurs être comparées aux valeurs obtenues par mesure de complaisance. Ces résultats sont présentés sur la figure 2.39.

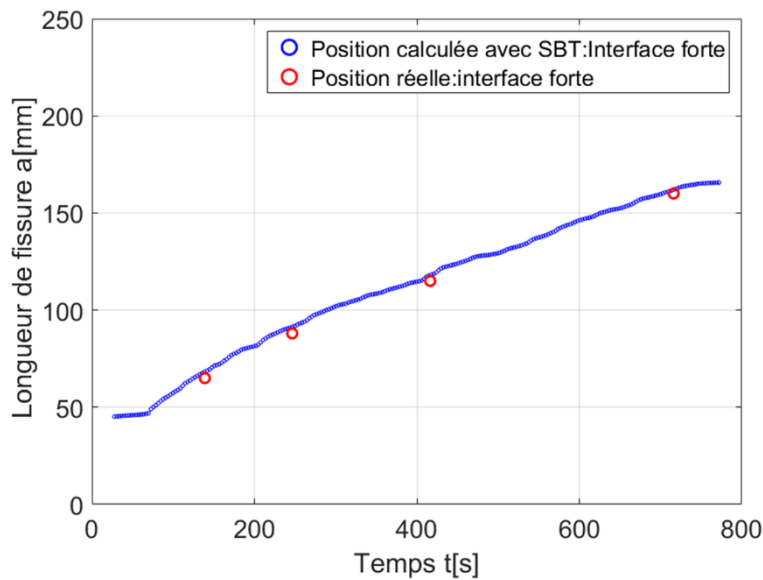


Figure 2.39 : Évolution de la longueur de fissure en fonction du temps

L'évolution de la longueur de fissure en cours d'essai se décompose en deux parties. La première partie correspond à la partie linéaire de la courbe Force/Déplacement et la longueur de fissure reste constante jusqu'à le début de propagation. A ce moment-là, l'endommagement s'initie et la fissure commence à avancer d'une manière stable jusqu'à rupture totale de l'éprouvette. Un léger décalage systématique est observé entre les positions de fissure relevées par les deux méthodes. Cet écart correspond à la correction de longueur de fissure généralement utilisée proche de la valeur du paramètre  $\lambda^{-1}$ .

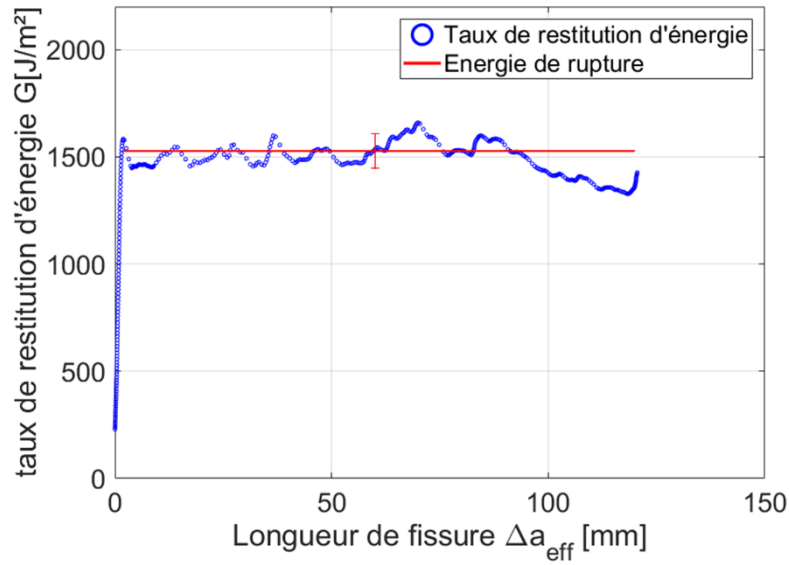


Figure 2.40 : Taux de restitution d'énergie le long de la zone collée.

Le dépouillement final de l'essai DCB se présente sous la forme d'une courbe en R, sur laquelle est reportée l'évolution de  $G$  en fonction de l'avancée de la fissure (figure 2.40). Le comportement s'apparente à nouveau à un comportement élastique fragile puisque le taux de restitution d'énergie critique reste constant au cours d'essai, modulo quelques fluctuations associées à la variabilité intrinsèque du matériau. Nous avons cherché à quantifier plus précisément cette dernière. En effet, l'échantillonnage des données expérimentales est effectué en temps de sorte que les premiers stades de la propagation sont sous-échantillonnés en  $x$  en comparaison à la fin de l'expérience. Il n'est donc pas rigoureux de calculer un écart type directement à partir des points expérimentaux. Une pondération doit être effectuée pour que cet écart type décrive les fluctuations spatiales des propriétés de l'interface collée.

On calcule donc ici la probabilité cumulée sur chaque évènement  $G_c < G$ , comme suit :

$$C(G) = \frac{1}{L} \sum_{i=2}^{N-1} \frac{a_{eff}^{i+1} - a_{eff}^{i-1}}{2} ; (G_c \leq G_c^i) \quad (2.13)$$

La comparaison entre la probabilité cumulée calculée à partir des points expérimentaux et celle obtenue par pondération spatiale est présentée sur la figure 2.41.

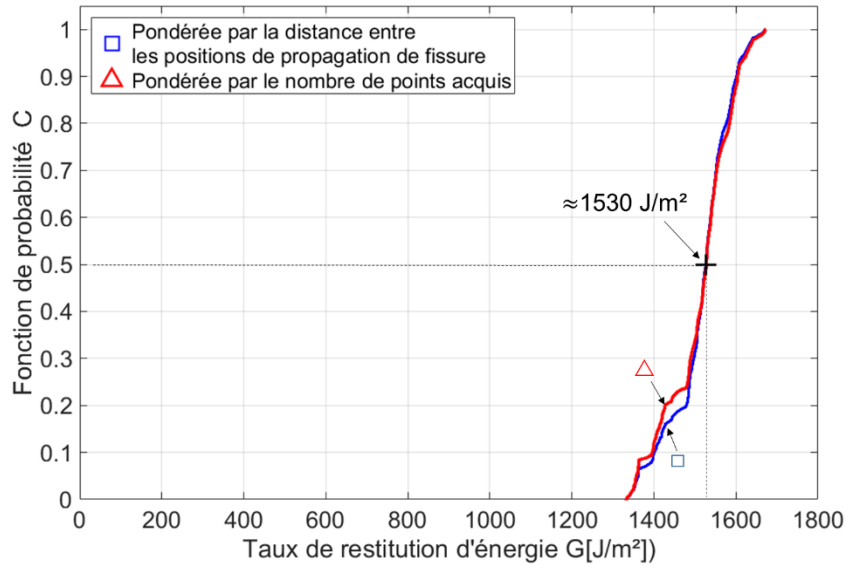


Figure 2.41 : Courbes de densité de probabilité calculées en fonction du nombre de points et des intervalles entre les positions de la fissure.  
(Interface forte)

Pour une interface forte qui apparaît ici homogène, peu de fluctuations sont observées et les deux analyses donnent des résultats très proches. L'énergie de rupture de l'interface homogène forte obtenue dans les conditions nominales de cuisson et traitement P2 des substrats est de **1530 J/m<sup>2</sup>**.

Cette analyse macroscopique a permis de décrire le comportement de l'interface dont la résistance à la décohésion est décrite avec le seul paramètre  $G_c$ . De même les caractéristiques d'interfaces plus faibles ont pu être caractérisées. Ces interfaces faibles sont par la suite considérées comme des défauts d'adhésion. Ces informations constitueront des données de base pour quantifier la résistance d'un assemblage collé contenant des hétérogénéités de surface.

## 8. Conclusion

Un traitement de surface pour les substrats en alliage d'aluminium a été choisi suite à une étude qualitative. Cette étude s'est basée sur l'observation de la morphologie de surface ainsi que son activité physico-chimique via des tests de mouillage. Les surfaces des échantillons préparées avec la solution P2 présentent une rugosité apparente sur deux échelles. Ceci a permis

d'augmenter l'accrochage mécanique de l'adhésif ainsi que la mouillabilité des surfaces traitées.

Des méthodes pratiques de préparation de surface, de fabrication des éprouvettes DCB ont été mises en place afin de garantir des surfaces homogènes et éviter d'incorporer des défauts aléatoires indésirables dans les joints de colle. Le traitement de surface prometteur pour cette étude est le décapage P2. La corrélation d'image, les jauges extensométriques et les inclinomètres sont les instruments utilisés dans cette étude.

L'énergie de rupture d'une interface de forte adhésion déterminée dans ce chapitre servira comme base pour les essais et les analyses à venir. La partie suivante concerne l'étude des assemblages collés contenant des défauts d'interface. Les défauts intégrés sont artificiels et ils sont réalisés avec une pulvérisation locale du téflon sec.

# III.

Étude d'une interface hétérogène

## 1. Introduction

Un verrou important limitant l'utilisation plus large de la technologie du collage pour la réalisation de liaisons structurales, est la sensibilité de ce procédé d'assemblage à la présence de défauts d'adhésion. Ces défauts d'adhésion s'ils ne sont pas pris en compte, ils affaiblissent considérablement la résistance mécanique de la liaison. Ces défauts sont essentiellement liés à la présence de pollution de surface et/ou une préparation de surface inappropriée. Ils sont d'autant plus critiques qu'actuellement indétectables avec les techniques d'inspection non destructives actuelles.

Pour fiabiliser la conception de la liaison et prendre en compte la présence de défauts de collage, il convient d'augmenter les dimensions du plan de joint. L'endommagement de la liaison est alors piloté non plus par un critère de résistance généralement associé à un mode de rupture brutal mais plutôt par la propagation stable d'une décohésion dont l'extension doit être contrôlée de façon à ce que la surface collée ne devienne pas trop faible et conduise au mode de rupture décrit précédemment. La situation des défauts d'adhésion est cependant plus complexe. En effet, ce défaut peut être étendu ou d'extension finie. Dans ce second cas, sa présence modifie les conditions d'initiation s'il est placé en bord de joint, à l'inverse les conditions de propagation seront modifiées lorsque le défaut est placé loin des bords de joint où l'adhésif est a priori peu sollicité. Nous nous intéressons dans le cadre de ce travail à cette deuxième situation c'est-à-dire à décrire la propagation d'une fissure lorsqu'elle rencontre un défaut d'adhésion d'extension limitée.

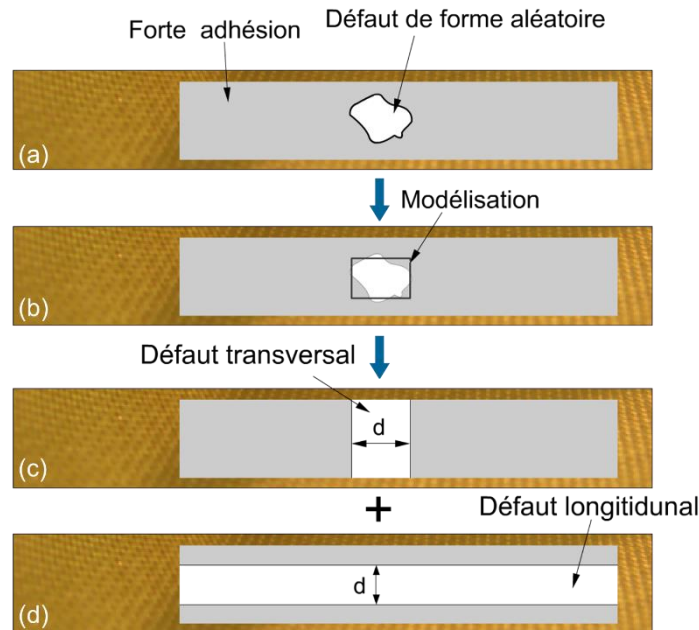


Figure 3.1. Modélisation d'un défaut d'interface :

- (a) Défaut de géométrie complexe, (b) Géométrie simplifiée du défaut
- (c) Décomposition en bande transversale, (d) Décomposition en bande longitudinale

La figure 3.1 illustre les simplifications successives qui seront proposées pour traiter ce problème. En effet, le contour du défaut de collage peut avoir une géométrie complexe (cf. figure 3.1.a) et une étude générique est ici difficilement réalisable ce qui nous amène à considérer des géométries de défauts idéales. Deux directions peuvent être considérées pour cet essai de fissuration que sont la direction de propagation et la direction transverse (c.à.d. perpendiculaire à la direction de propagation). Et le défaut sera alors représenté comme un rectangle équivalent caractérisé par sa longueur (sens fissuration) et sa largeur (sens transverse) dont l'interaction avec le processus de fissuration sera sensiblement identique (cf. figure 3.1.b). Cependant pour simplifier à nouveau l'analyse nous considérerons deux types de défauts particuliers que sont les défauts d'adhésion transversaux et longitudinaux. Dans le premier cas (cf. figure 3.1.c), le défaut de collage est d'extension finie selon la direction de propagation mais occupe toute la largeur du substrat. A l'inverse, dans le second cas le défaut occupe une bande (ici centrale) de largeur finie sur l'ensemble du trajet de propagation (cf. figure 3.1.d). Géométriquement chacun de ces défauts est caractérisé par une unique dimension, la nature du défaut d'adhésion d'un point de vue mécanique sera ici caractérisée par sa seule énergie de rupture. On distinguera ici deux types d'interaction selon l'orientation du défaut : interaction avec un défaut longitudinal et interaction avec défaut transversal.



La surface de faible adhésion est obtenue en polluant la surface au moyen d'un lubrifiant sec en aérosol contenant des particules de PTFE en suspension (fournisseur : RadioSpares réf. RS 132-469). Cette pollution est tout d'abord déposée sur l'ensemble de la surface des substrats ayant subi les étapes de décapage P2. La mouillabilité des surfaces avant et après dépôt du polluant est contrôlée au moyen de la méthode de la goutte posée. La présence de ce polluant est aisément détectée puisqu'après le traitement P2, le mouillage est total et l'angle de contact ne peut être mesuré tandis qu'en présence de pollution au téflon un angle de contact d'environ 120° est mesuré. Cet angle de contact important indique clairement une surface impropre au collage.

Pour quantifier la perte d'adhésion liée à la présence de la pollution, des substrats ayant suivis la préparation de surface P2 puis sur lesquels, est déposée une couche « uniforme » de polluant sont assemblés selon le protocole de collage décrit dans le paragraphe II.5.2, puis des essais de fissuration sont ensuite réalisés de façon à quantifier la perte d'adhésion liée à la présence de polluant. Les réponses force/déplacement obtenues durant ces essais et la courbe en R résultante sont présentées sur les figure 3.2 et 3.3 respectivement. Le taux de restitution d'énergie critique est significativement diminué par la présence du polluant puisque sa valeur diminue en moyenne d'un facteur 10. Si le faciès de rupture révèle une rupture totalement adhésive (cf. figure 3.4) laissant la surface polluée libre de toute trace visible d'adhésif résiduel on constate cependant des fluctuations importantes sur la courbe force/déplacement. Ceci indique une surface fortement hétérogène du fait probablement de la déposition non uniforme du téflon à la surface du substrat. Ce type d'interface faible sera conservée pour la suite du travail car elle nous parait le plus représentatif des « kissing bond », défauts jugés les plus dangereux. En effet la perte d'adhésion est très significative mais subsiste néanmoins. Le film d'adhésif laissé en surface du second substrat semble intact et exempt de tout défaut.

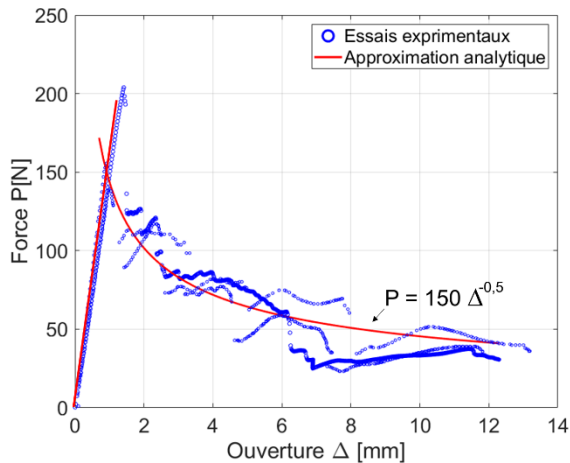


Figure 3.2 : Courbes force/déplacement d'une interface faible

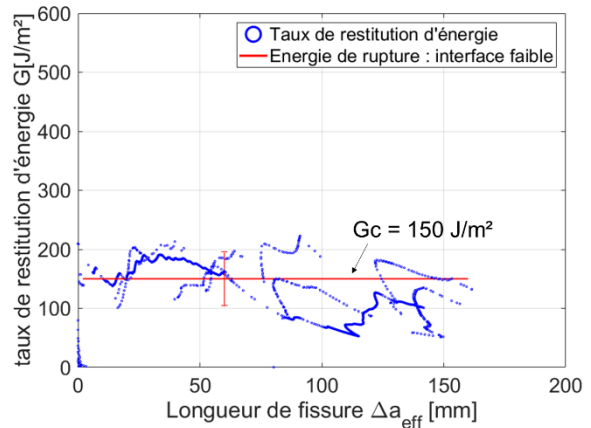


Figure 3.3 : Taux de restitution d'énergie le long de la zone collée d'une interface faible



Figure 3.4 : Surface de rupture d'une éprouvette à interface faible

Pour la suite de ce travail, nous nous intéressons désormais à des défauts de taille finie pour évaluer la criticité du défaut vis-à-vis des conditions de propagation de fissure. Ces défauts de géométrie calibrée sont obtenus par la méthode décrite dans le paragraphe III.1 mais en employant un masque délimitant le contour du défaut et positionné sur la surface. L'aérosol contenant le polluant est vaporisé à une distance suffisante de l'éprouvette pour s'assurer que le masque ne se soulève pas lors de cette opération et que les particules de PTFE se déposent sur la surface délimitée par le masque. Nous étudierons ici successivement le cas de défauts longitudinaux puis transverses. Le cas de configurations où l'extension des défauts est limitée selon les deux dimensions sera traité au chapitre IV.

## 2. Étude de l'effet d'un défaut longitudinal

Dans un premier temps nous nous intéressons à l'analyse des conditions de propagation de la décohésion en présence d'un défaut d'adhésion longitudinal. La pollution est déposée sur une bande centrale de l'éprouvette parallèlement au chemin de propagation. La largeur de cette bande reste fixe. En conséquence, le taux de restitution critique d'énergie varie le long du front de fissure passant brutalement d'une valeur associée à une cohésion forte puis une adhésion

faible puis à nouveau une cohésion forte. Pour observer l'effet de ce défaut d'adhésion, quatre échantillons ont été réalisés dont les bandes centrales de faible adhésion ont respectivement pour largeur 4, 8, 12 et 16 mm (cf. figure 3.5). Les substrats ont été ensuite assemblés au moyen de l'adhésif AF191U suivant la gamme décrite au chapitre II pour produire des éprouvettes DCB.



Figure 3.5. Configurations de défauts longitudinaux étudiés de largeur  $d = 4, 8, 12$  et  $16\text{mm}$ .

Le résultat obtenu après préparation de surface et dépôt de la pollution est présenté sur la figure 3.5. La pollution est clairement localisée sur une bande bien délimitée de la surface.

## 2.1. Résultats des essais expérimentaux

Les éprouvettes sont rompues en amorçant puis propageant une décohésion de façon stable en réalisant un essai DCB à vitesse d'ouverture résultante constante de  $2\text{mm}/\text{min}$ . Les réponses force/ouverture mesurées sur l'ensemble des essais sont représentées sur la figure 3.6.

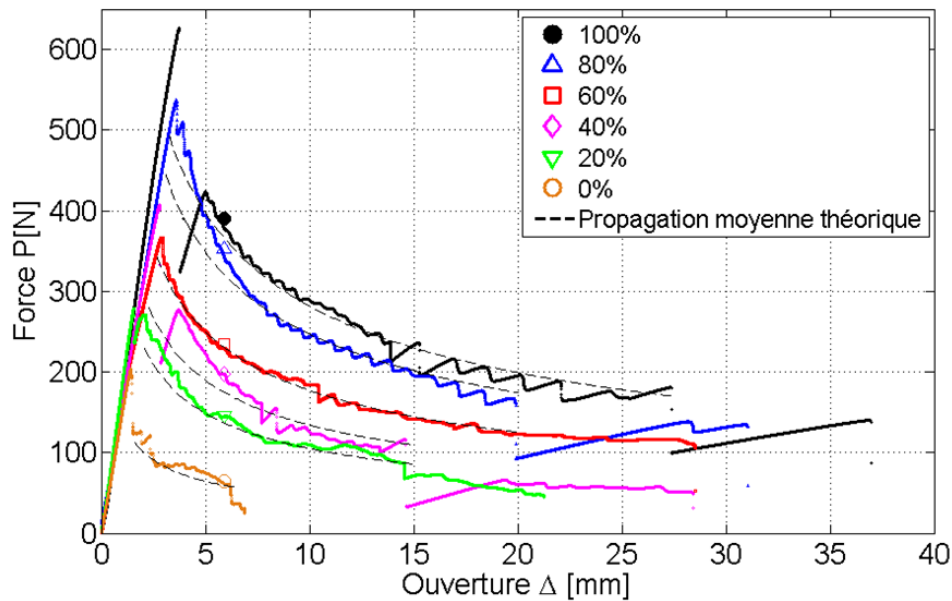


Figure 3.6. Courbes force/déplacement des éprouvettes avec défauts longitudinaux.

Ainsi qu'on pouvait s'y attendre, la résistance à la propagation décroît lorsque la largeur de la bande polluée augmente. Les faciès de rupture des éprouvettes après essais sont présentés sur la figure 3.7. Les surfaces ayant subies le traitement P2 seul, présentent un faciès de rupture cohésif alors que celles sur lesquelles a été déposée la pollution, une rupture adhésive est observée. Par ailleurs pour visualiser la forme du front de fissure durant la propagation qui doit être perturbée par la présence de cette interface hétérogène, du liquide de ressuage coloré est inséré entre les substrats en cours d'essai pour marquer la position du front de fissure dans la largeur de l'éprouvette. A la transition entre les zones présentant une rupture cohésive et adhésive on observe un saut de la position de la fissure selon la direction de propagation de l'ordre de  $\delta x = 2.5\text{mm}$ . Cette valeur ne semble pas dépendre la configuration d'essai (cf. largeur du défaut d'adhésion). Hormis ce décalage, la forme du front de fissure ne semble pas être modifiée le long de la zone collée. En effet, il est connu que le front de fissure présente un aspect courbe lors d'un essai DCB que produit la courbure anticlastique du substrat observable lorsqu'une sollicitation de flexion est appliquée. Ainsi la longueur de la fissure est plus importante que sur les bords de 1.5mm. Cette courbure n'est pas liée à la présence d'un défaut d'adhésion.

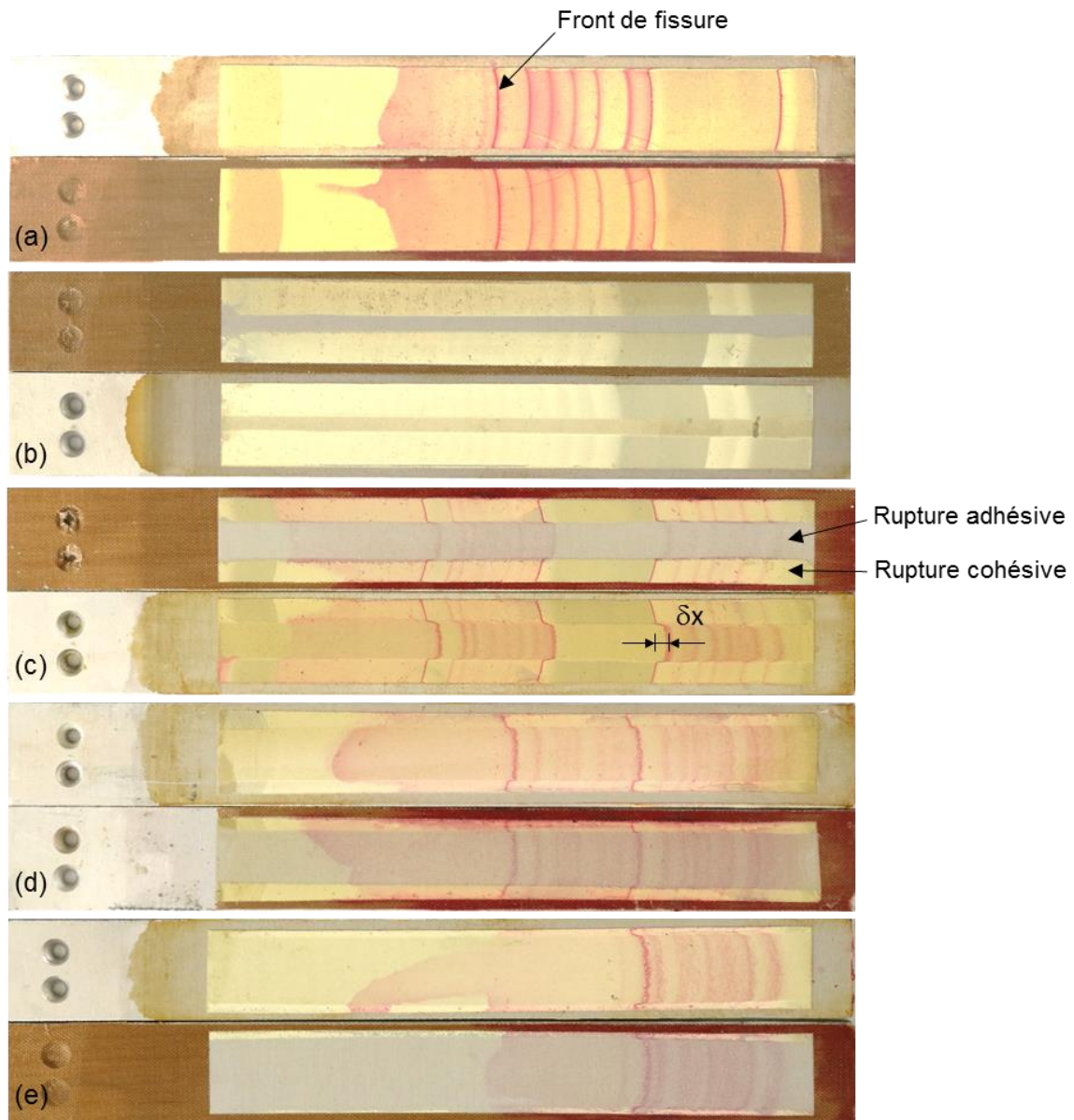


Figure 3.7. Surfaces de rupture des éprouvettes avec défauts longitudinaux :  
 (a) surface homogène, (b) 4mm, (c) 8 mm, (d) 12mm, (e) :16mm

Pour analyser de façon plus quantitative les conditions de propagation de la fissure en présence de ce type de défaut, les réponses force / ouverture subissent le même traitement que celui appliqué en présence d'une interface homogène pour déterminer un taux de restitution critique d'énergie global. La courbe en R résultant de ce traitement pour l'ensemble des éprouvettes est représenté sur la figure 3.8. Les différents états de surface sont distingués par la fraction linéique de la largeur traitée P2 / largeur totale, soit  $f_s = \frac{w-d}{w}$ .

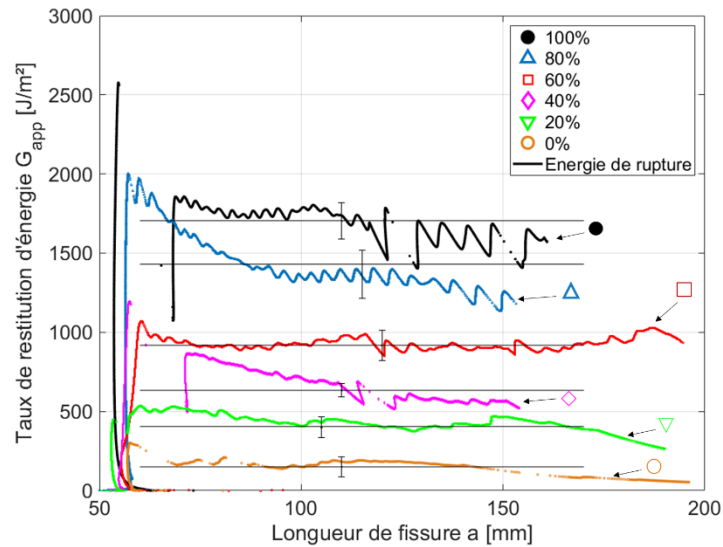


Figure 3.8. Évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure en variant la fraction de la zone de faible/forte adhésion (interface 100% forte jusqu'à interface 100% faible).

Le résultat de ce traitement indique effectivement que cette interface composite se comporte au sens de l'essai DCB comme une interface homogène dont les performances subissent un abattement dû à la pollution de surface. Le taux de restitution d'énergie apparent reste sensiblement le même durant l'ensemble de la propagation. Comme présenté au paragraphe II.6, le taux de restitution critique moyen est calculé ainsi que sa variabilité. Les résultats sont reportés sur la figure 3.9 et montrent une évolution qui n'est pas strictement linéaire.

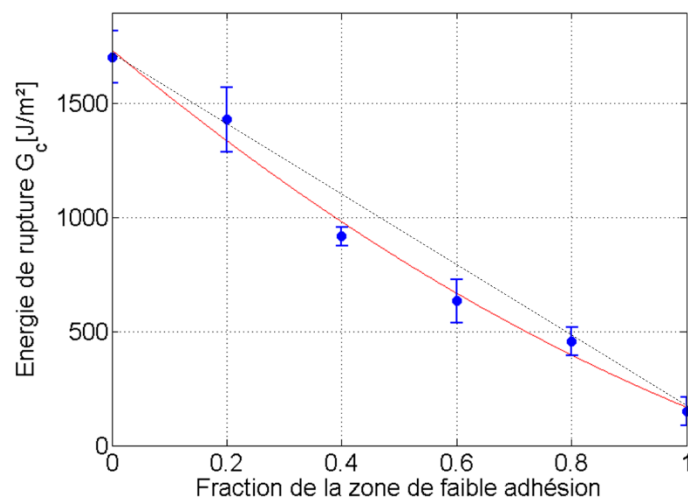


Figure 3.9. Variation de l'énergie de rupture en fonction de la fraction de l'interface faible : Résultat expérimental.

## 2.2. Évaluation de l'énergie de rupture lors de la propagation de fissure en présence d'un défaut longitudinal

L'approche la plus intuitive pour évaluer le taux de restitution critique apparent lors de la propagation de la décohéation en présence d'un défaut longitudinal consiste à utiliser une simple loi des mélanges (équation 3.1).

$$Gc = (1 - f_w) Gc_s + f_w Gc_w \quad (3.1)$$

Avec  $Gc_s$  l'énergie de rupture d'une interface forte,  $Gc_w$  l'énergie de rupture d'une interface faible et  $f_w$  la fraction de zone de faible adhésion.

Cette relation indique que le taux de restitution d'énergie mesuré varie linéairement en fonction de la fraction linéique  $f_w$ . Cependant les résultats présentés sur la figure 3.9 semblent indiquer que la variation n'est pas linéaire. Deux analyses simples peuvent expliquer cet écart reposant sur une évaluation des efforts de cohésion dans les substrats au front de fissure.

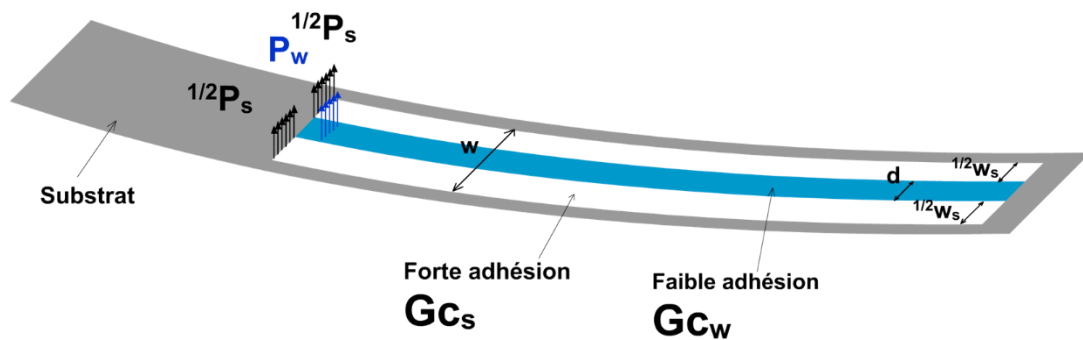


Figure 3.10. Interface hétérogène avec défaut longitudinal

Ainsi l'effort d'ouverture,  $P$ , appliqué pour forcer la séparation, doit être équilibré par les forces de cohésion dans les substrats au front de fissure qui peuvent être décomposés en :

$$P = P_s + P_w \quad (3.2)$$

$P_s$  décrit l'effort appliqué dans la zone de forte adhésion (rupture cohésive) et  $P_w$  décrit l'effort appliqué dans la zone présentant les défauts d'adhésion.

D'autre part, l'effort appliqué sur les substrats dans la phase de propagation de fissure, en considérant que l'énergie de rupture reste constante et à ouverture imposée, est donnée par la relation 2.20. La somme des deux efforts conduit donc à la relation :

$$P = \left( \frac{Et^3}{27\Delta^2} \right)^{1/4} [w_s Gc_s^{3/4} + d Gc_w^{3/4}] \quad (3.3)$$

L'équation 2.20 peut être réarrangée afin de déterminer l'expression de  $G_c$ . L'énergie de rupture totale de l'assemblage s'écrit alors en fonction de l'effort de propagation:

$$Gc = \frac{3P^{4/3}}{t} \left( \frac{\Delta^2}{Ew^4} \right)^{1/3} \quad (3.4)$$

En remplaçant  $P$  par son expression, l'équation 3.4 devient :

$$Gc = \left[ \frac{w_s}{w} Gc_s^{3/4} + \frac{d}{w} Gc_w^{3/4} \right]^{4/3} \quad (3.5)$$

En posant  $f_s = \frac{w_s}{w}$ ,  $f_w = \frac{d}{w}$  et  $r = \frac{Gc_w}{Gc_s}$ , l'équation 3.5 devient :

$$Gc = \frac{Gc_w}{r} [1 + f_w(r^{3/4} - 1)]^{4/3} \quad (3.6)$$

Ou aussi :

$$Gc = Gc_s [r^{3/4} + f_s(1 - r^{3/4})]^{4/3} \quad (3.7)$$

En pratique, il apparaît que la propagation de la décohésion est plutôt contrôlée par le moment de flexion appliqué au front de fissure plutôt que par l'effort tranchant. Le flux de moment provoquant la propagation vaut donc :

$$m_c = \frac{\sqrt{EIwGc}}{w} \quad (3.8)$$



En présence d'une interface hétérogène le moment résultant vaut donc :

$$M_{tot} = \frac{\sqrt{EIdGc^w}}{w} + \frac{\sqrt{EI(w-d)Gc^s}}{w} \quad (3.9)$$

De sorte que le taux de restitution apparent vaut en posant  $f_w = \frac{d}{w}$  et  $r = \frac{Gc_w}{Gc_s}$  :

$$Gc^{app} = Gc^s \left( f_w \sqrt{r} + (1 - f_w) \right)^2 \quad (3.10)$$

L'évolution théorique du taux de restitution critique d'énergie apparent de l'interface calculé utilisant les relations 3.7, 3.1 et 3.10, est tracée dans la figure 3.11. On constate effectivement que ce modèle fait apparaître un abattement sur la résistance de l'interface par rapport à celle prévue par la simple loi des mélanges basée sur les énergies et il permet de calculer efficacement l'énergie de rupture apparente d'une interface hétérogène. En effet, ce modèle a montré une coïncidence avec les résultats issues des expériences (cf. figure 3.12). La loi des mélanges basée sur les moments exprimée par la relation 3.10 a montré une bonne cohérence entre les résultats expérimentaux et ceux estimés analytiquement.

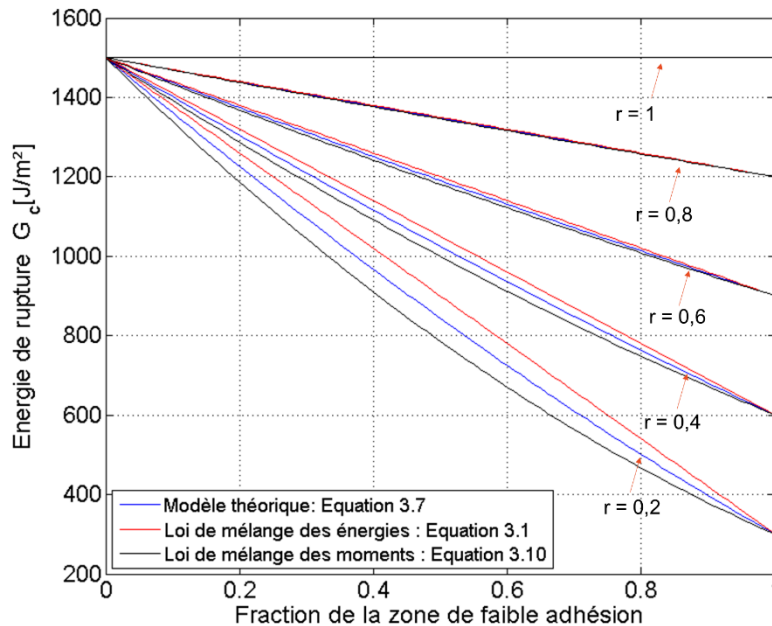


Figure 3.11. Approximation théorique de l'énergie de rupture en fonction de la fraction de la zone de faible adhésion pour des différentes valeurs de  $\frac{Gc_w}{Gc_s}$ .

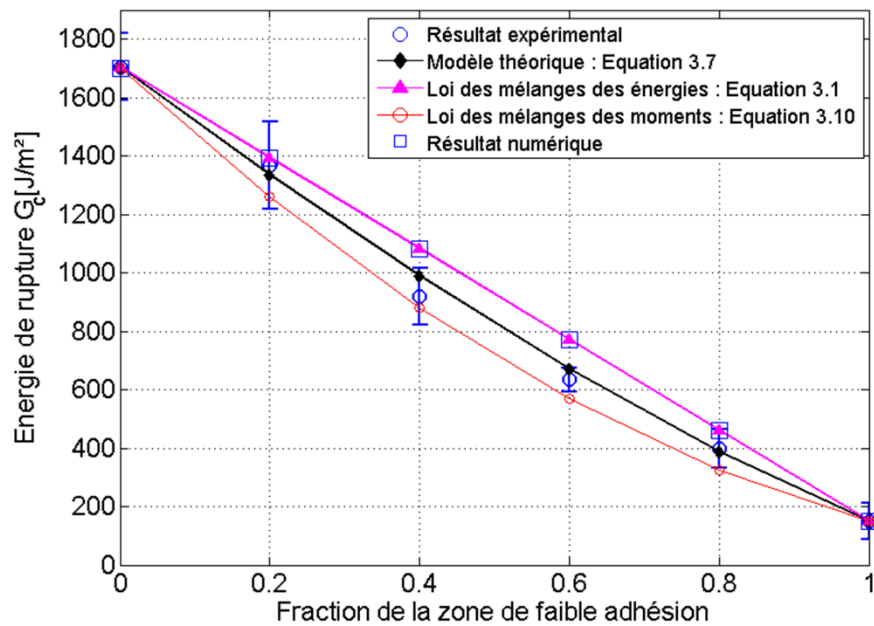


Figure 3.12. Comparaison entre le résultat expérimental et l'approximation théorique de l'énergie de rupture de l'assemblage.

### 3. Simulation numérique

Pour décrire plus complètement le processus de décohésion en présence d'une interface hétérogène, des simulations numériques sont réalisées. Elles permettront de simuler les essais exprimés sous forme de réponse Force / ouverture mais également valider la déformation du front de fissure observé expérimentalement.

#### 3.1. Modélisation et détermination des paramètres de zone cohésive

Pour arrêter des paramètres de calcul robustes, les essais réalisés en présence d'une interface homogène ont tout d'abord été simulés au moyen d'un modèle numérique bidimensionnel au moyen d'Abaqus CAE. Le schéma du modèle est présenté sur la figure 3.13, il reproduit la géométrie de l'éprouvette (substrats de 200 mm de longueur, 25 mm de largeur et 5 mm d'épaisseur). Les deux substrats sont reliés par une couche d'adhésif de 150 mm de longueur, de largeur 20 mm et d'épaisseur 0.1 mm. Les substrats sont en alliage d'aluminium de module

d'Young 70 GPa et de coefficient de poisson 0.33. Le module d'Young de l'adhésif vaut 2.5 GPa et le coefficient de poisson vaut 0.33.

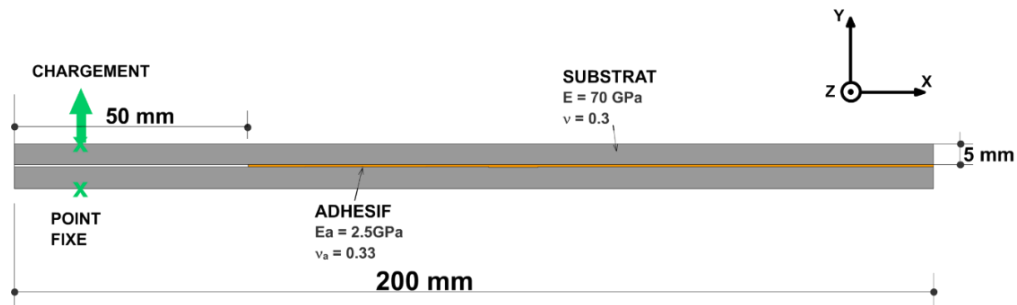


Figure 3.13. Géométrie utilisée pour la modélisation sous Abaqus

Les substrats sont discrétisés au moyen d'éléments à 4 nœuds, CPE4, dont leur épaisseur varie de 1.5 mm à 0.05 mm de l'extérieur des substrats vers l'intérieur. L'adhésif est représenté au moyen d'une couche d'éléments cohésifs de type COH2D4 (cf. figure 3.14). La taille des éléments cohésifs,  $l_e$ , doit être réglée en fonction de l'extension de la zone de gradients de contrainte en pointe de fissure,  $lpz^7$ , de même que le nombre d'éléments  $N_e$  dans celle-ci. La taille de la process zone est proche de 3mm, ainsi que déterminé par différents moyens (observation des faciès de rupture, suivi extensométrique, ...) décrit plus loin.

Dans la littérature, il n'existe pas de consensus sur le nombre d'éléments requis pour obtenir des résultats de simulation robustes. Mi et al [49] ont suggéré d'utiliser au moins 2 éléments, Falk et al [50], 2 à 5 éléments, tandis que Moës et Belytschko [51] n'utilisaient pas moins de 10 éléments. Turon et al [52] et Hermes [53] ont montré qu'il faut au moins 5 éléments dans la process zone pour un essai DCB. Nous retenons pour la suite des simulations la valeur,  $N_e = 10$ , la taille des éléments cohésifs dans la direction de propagation est donc de 0.27mm. Pour faciliter la manipulation des éléments et l'affectation des paramètres de zone cohésive pendant les prochaines simulations, la taille des éléments cohésifs est fixée à 0.25mm.

<sup>7</sup> Longueur de la Process Zone

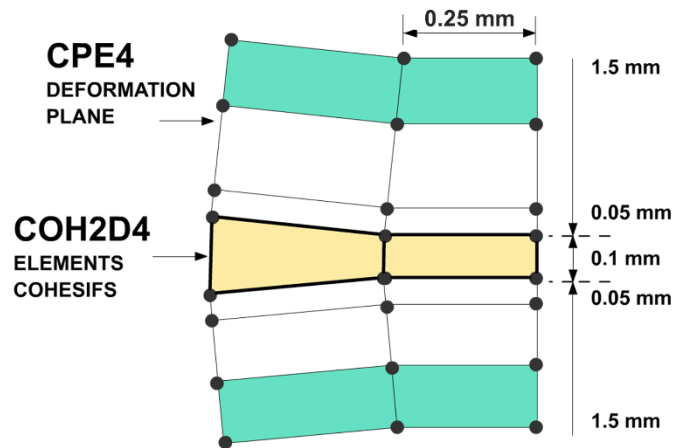


Figure 3.14. Types d'éléments utilisés et leurs dimensions.

Les conditions aux limites imposées au modèle miment celles appliquées à l'éprouvette pendant l'essai. Ainsi le coin inférieur gauche est bloqué en translation mais laissé libre en rotation autour de l'axe Z. Le coin supérieur gauche est bloqué en translation suivant X, laissé libre autour de Z et se déplace progressivement selon l'axe Y.

Le comportement de l'interface (adhésif + état de surface des substrats) a été modélisé avec une loi traction-séparation (Loi de Zone Cohésive) comme présenté dans la figure 3.15. Le modèle de zone cohésive est caractérisé par deux paramètres que sont la rigidité de l'interface, sa contrainte à rupture et le taux de restitution d'énergie critique. Ces trois paramètres ont été déterminés expérimentalement. On rappelle que l'énergie de rupture d'une interface homogène faible est environ  $150 \text{ J/m}^2$  et celle d'une interface homogène forte est d'environ  $1530 \text{ J/m}^2$ .

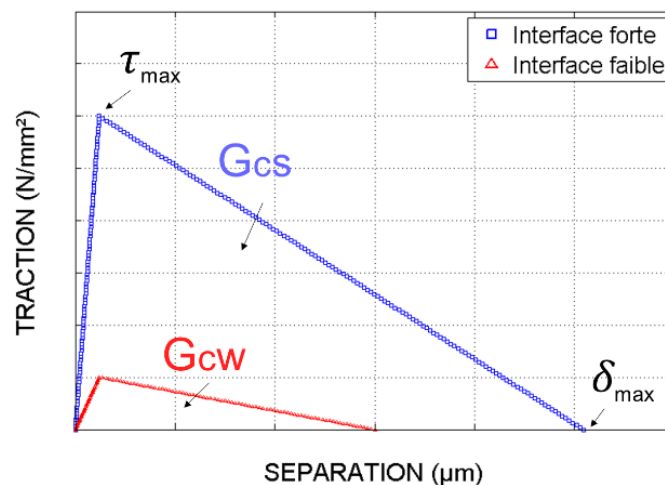


Figure 3.15. Formes de lois de zones cohésives

La contrainte maximale de traction et la rigidité initiale pour une interface forte sont respectivement appelées  $\tau_{smax}$  et  $K_s$  et celles d'une interface faible sont appelées  $\tau_{wmax}$  et  $K_w$ . Les rigidités initiales des interfaces forte et faible, égales car il s'agit du même adhésif, dans l'hypothèse d'une déformation plane, sont respectivement déterminées par les relations (3.11) et (3.12) :

$$K_s = \frac{1}{t_a} \frac{E_a(1 - \vartheta)}{(1 + \vartheta)(1 - 2\vartheta)} \quad (3.11)$$

$$K_w = K_s \quad (3.12)$$

Des simulations numériques ont été effectuées pour vérifier l'adéquation des résultats expérimentaux avec ceux obtenus numériquement. Les paramètres de loi de zone cohésive correspondant à une interface forte sont présentés dans la figure 3.16. Parmi ces paramètres, la contrainte maximale locale de traction est déterminée plus loin. Les résultats sont présentés sur la figure 3.17 valident les paramètres du modèle pour l'interface forte.

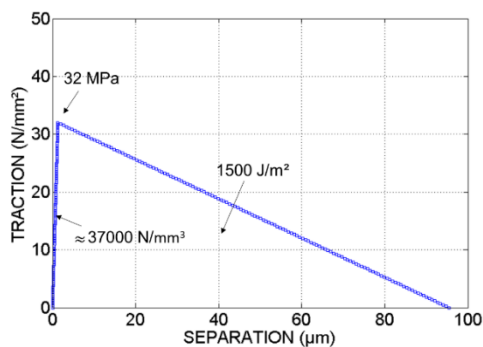


Figure 3.16. Loi de zone cohésive utilisée pour modéliser **une interface forte** (adhésif + état de surface)

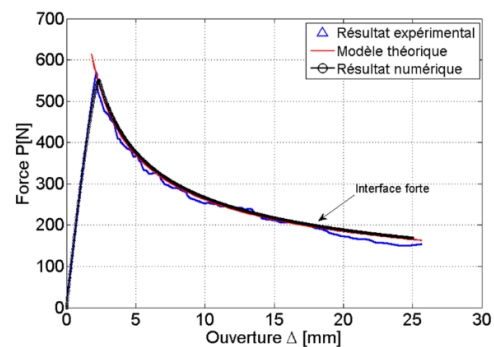


Figure 3.17. Modèle numérique vs résultat expérimental vs modèle analytique pour **une interface forte**

De même les paramètres de zone cohésive de l'interface faible ont été déterminés au moyen d'une étude paramétrique sur la contrainte à la rupture en fixant l'énergie de rupture, connue, et la rigidité initiale a priori identique à celle de la zone saine.

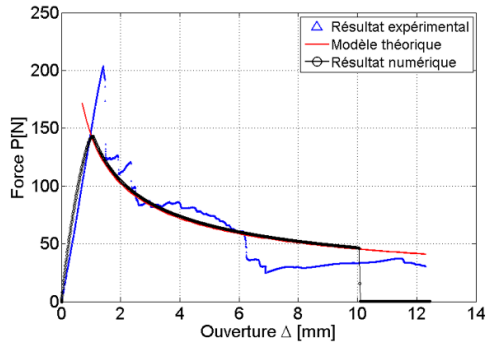


Figure 3.18. Modèle numérique vs résultat expérimental vs modèle analytique pour **une interface faible**

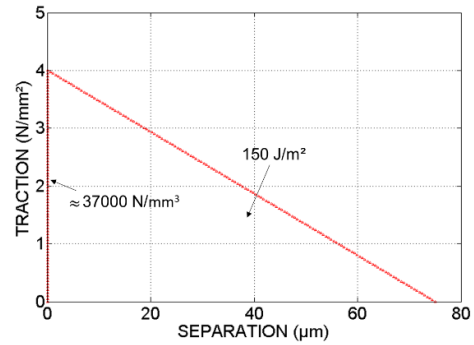


Figure 3.19. Loi de zone cohésive utilisée pour modéliser **une interface faible** (adhésif + état de surface)

Il est impossible de reproduire l'évolution force / déplacement, le dépôt de polluant sur la surface conduit à une fluctuation important de  $G_c$  le long du trajet de fissuration. Cette variabilité ne peut être reproduite avec le modèle cohésif utilisé. Cependant, en moyenne la réponse force/déplacement est reproduite de façon satisfaisante par le modèle numérique en utilisant une contrainte maximale en traction égale à 4 MPa, une énergie de rupture de  $150 \text{ J/m}^2$  et une rigidité initiale de  $37000 \text{ N/mm}^3$ . Ces paramètres sont résumés dans la figure 3.19.

### 3.2. Défauts longitudinaux

La simulation de la propagation de la décohésion en présence d'une interface composite nécessite la construction d'un modèle numérique tridimensionnel. Les substrats sont modélisés par des éléments « shell » et l'interface (adhésif + état de surface) avec des éléments cohésifs 3D.

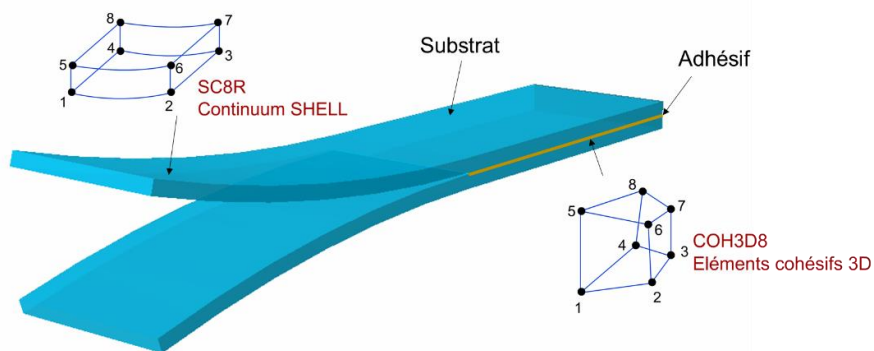


Figure 3.20. Modélisation 3D et éléments finis utilisés

L'adhésif est discrétisé avec une rangée d'éléments cohésifs d'épaisseur 0.1mm, de longueur (direction de propagation) 0.25 mm et de largeur 0.25mm. Le maillage réalisé est représenté sur la figure 3.21 ci-dessous.

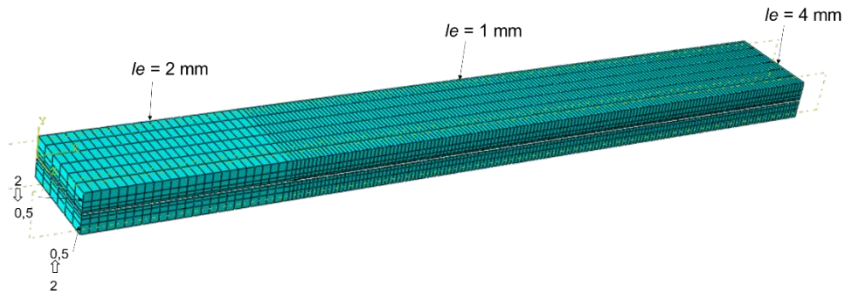


Figure 3.21. Maillage des substrats

Les matériaux utilisés dans cette partie sont ceux utilisés dans le paragraphe précédent. Les substrats sont en aluminium avec un module d'Young de 70 GPa et un coefficient de poisson de 0.3. Tandis que les interfaces fortes et faibles sont modélisées par les lois de zone cohésives présentées dans la figure 3.22.

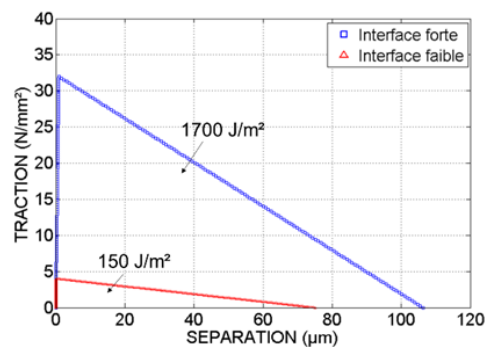


Figure 3.22. Lois de zones cohésives : interfaces faible et forte

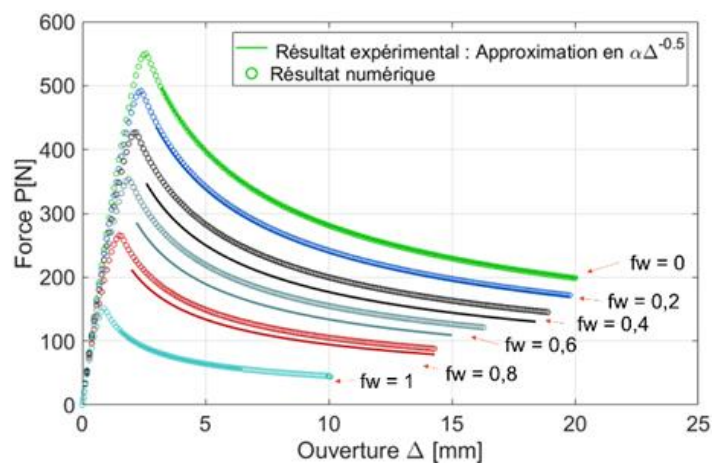


Figure 3.23. Courbes force/déplacement : Approximation analytique du résultat expérimental et du résultat numérique

Les résultats des calculs effectués en présence d'une interface composite sont présentés dans la figure 3.23 et comparés avec les courbes théoriques obtenues avec les solutions analytiques. De ces différentes évolutions peuvent être à nouveau calculées les taux de restitution critique d'énergie apparents qui peuvent être à nouveau comparés aux valeurs mesurées ainsi qu'aux différents modèles (figure 3.24).

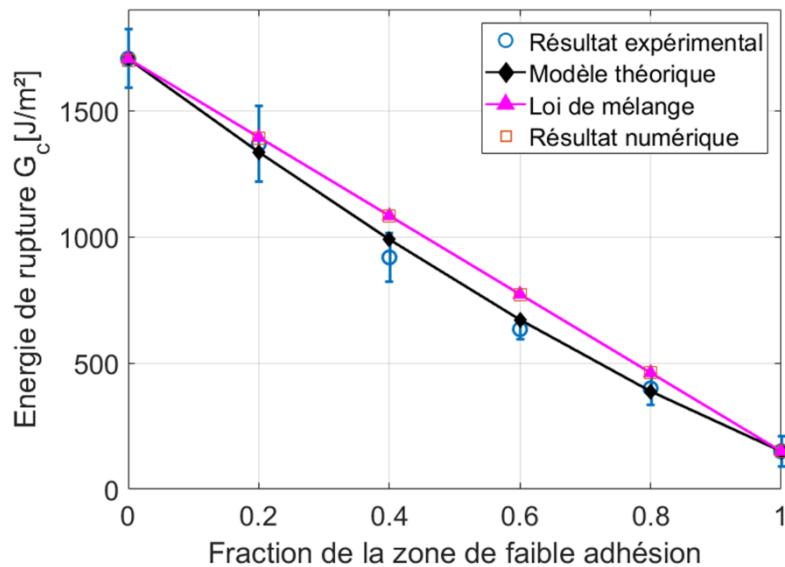


Figure 3.24. Évolution de l'énergie de rupture en fonction de la fraction de la zone de mauvaise adhésion : résultat numérique, expérimental et théorique

On observe ici que les résultats numériques se superposent parfaitement avec la loi des mélanges simple puisque l'évolution est linéaire. D'un point de vue énergétique ce résultat est cohérent puisque la forme du front de fissure n'est pas modifiée au cours de la propagation. Cependant bien que faible, l'évolution non linéaire des résultats semble réelle. L'écart entre ces deux résultats est probablement lié à l'utilisation d'un modèle trop pauvre ne prenant en particulier pas en compte les phénomènes se produisant dans l'épaisseur de l'adhésif en particulier à la transition entre les interfaces saine et polluée.

Les faciès de rupture des éprouvettes simulées sont présentés dans la figure 3.25 où la variable de l'endommagement SDEG est visualisée. L'endommagement dans la zone de faible adhésion est plus rapide par rapport à celui dans la zone de forte adhésion ce qui explique la déformation du front de fissure dans la partie centrale. Les formes des fronts de fissures obtenues à partir des simulations numériques sont similaires à ceux observés sur les faciès de rupture des éprouvettes testées dans le paragraphe III.2.1. La forme du front de fissure est conservée à la



transition de la zone de forte adhésion à la zone de faible adhésion (partie centrale) et cela est dû à la présence d'un moment de flexion local provoquant cette courbure, ce qui est cohérent avec la loi des mélange des moments.

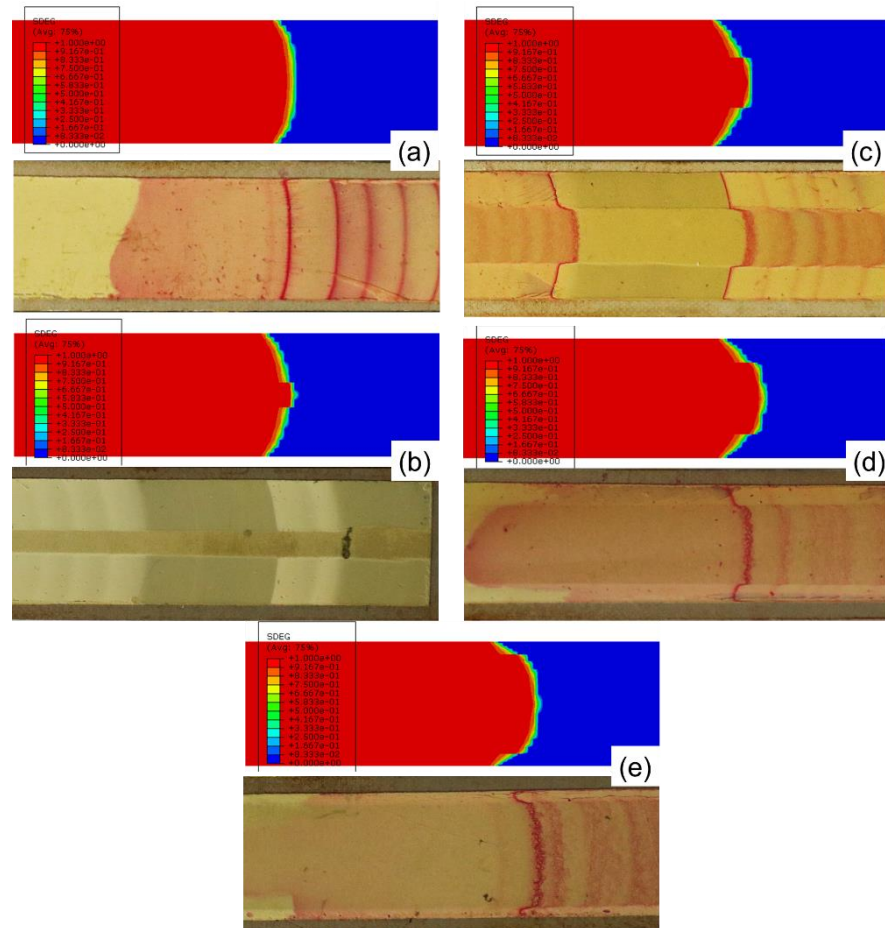


Figure 3.25. Endommagement des éléments cohésifs et forme du front de fissure selon la fraction de la zone de faible adhésion  $f_w$  :

(a)  $f_w = 0$ , (b)  $f_w = 0.2$ , (c)  $f_w = 0.4$ , (d)  $f_w = 0.6$ , (e)  $f_w = 0.8$

## 4. Propagation de la décohésion à travers un défaut de collage transversal

### 4.1. Configurations d'essais

Les défauts d'adhésion produits en surface des substrats aluminium après décapage P2 correspondent à des bandes rectangulaires sur lesquelles est appliqué le lubrifiant sec. Ces bandes occupent l'intégralité de la largeur du substrat et sont de dimension  $d$  selon la direction de propagation. Le côté le plus proche de la position initiale de la fissure est positionné à une

distance de 92mm de la position d'application de l'effort. Quatre largeurs de défauts sont considérées : 0.5mm, 1mm, 5mm et 10mm. Après réalisation de l'ensemble de la procédure, la présence des zones polluées est clairement visible en surface ainsi que présenté sur la figure 3.26. Suite à cette opération de préparation de surface les substrats sont assemblés en suivant le cycle de cuisson présenté dans la figure 2.2.

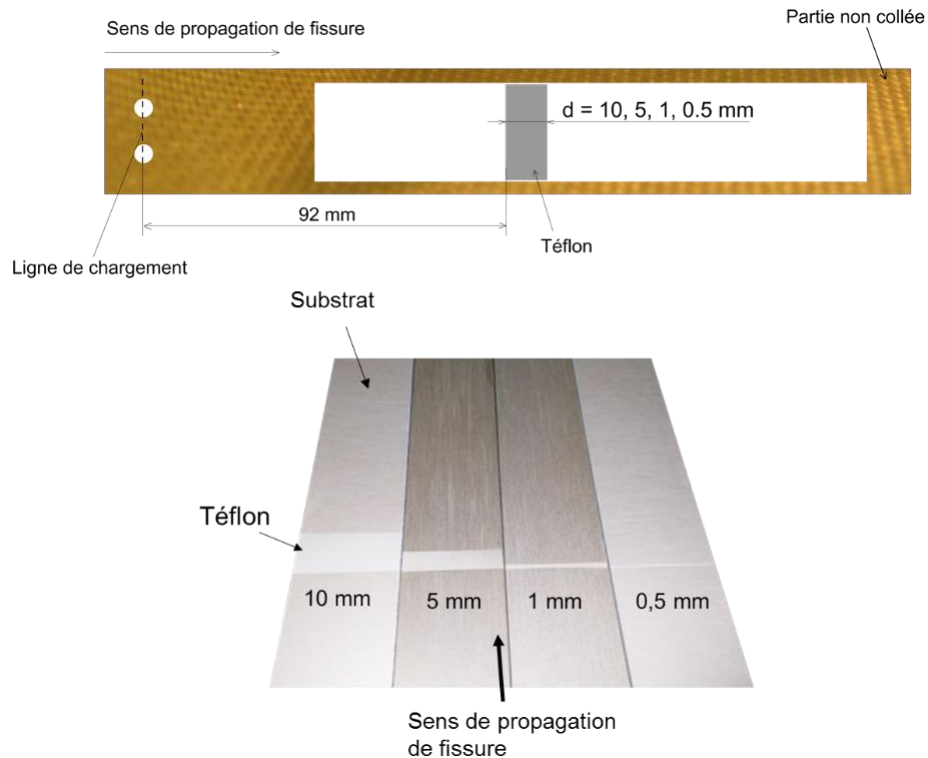


Figure 3.26. Configurations des défauts transversaux étudiés

Les éprouvettes sont ensuite équipées de talons permettant l'installation dans le banc d'essai de fissuration et l'application des efforts. En outre des jauges de déformation ont été collées sur les substrats le long du trajet de fissuration de façon à suivre l'avancée de la fissure. L'ensemble des essais est réalisé à une vitesse d'ouverture constante de 2mm/min.

#### 4.2. Résultats des essais expérimentaux

Les évolutions Force/déplacement relevées lors des essais de fissuration réalisés sur les quatre éprouvettes présentant des défauts de collage d'extension 0.5, 1, 5 et 10mm sont représentés

sur la figure 3.27. Ces réponses sont comparées à celles mesurées en présence d'interfaces homogènes de forte et faible adhésion.

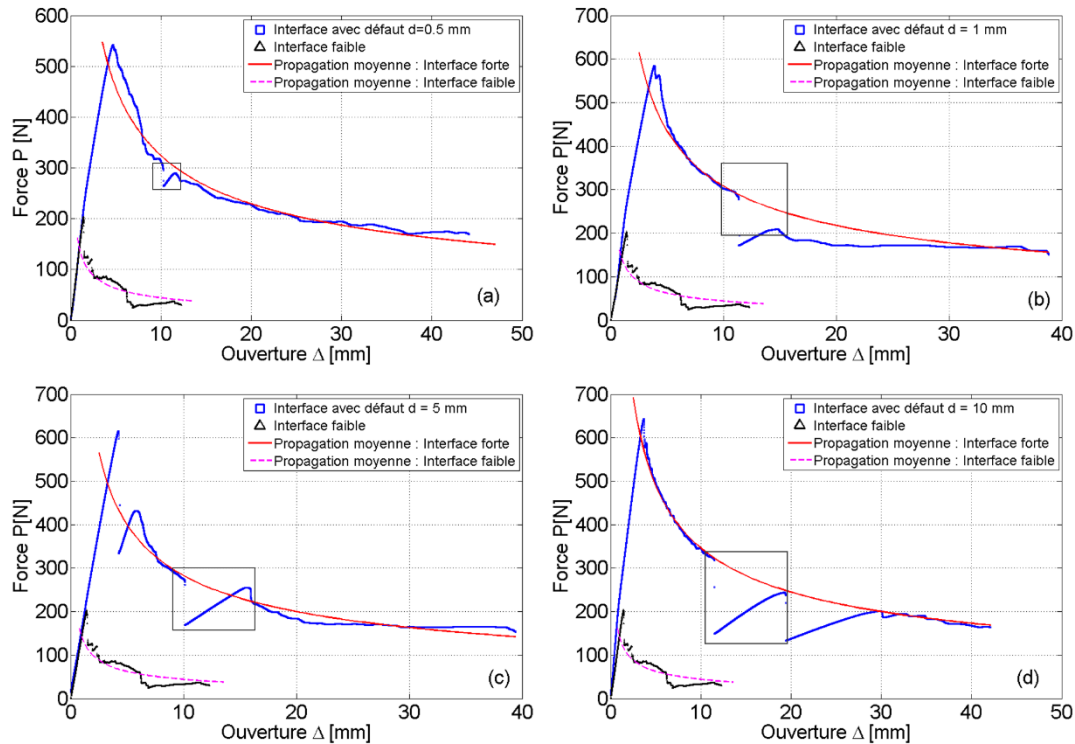


Figure 3.27. Évolution de la force  $P$  en fonction de l'ouverture  $D$  pendant des essais DCB sur des éprouvettes contenant des défauts transversaux : (a)  $d = 0.5$  mm, (b)  $d = 1$  mm, (c)  $d = 5$  mm, (d)  $d = 10$  mm

La présence des défauts d'adhésion est immédiatement identifiable sur ces courbes et est marquée par l'apparition d'un saut brutal de la force appliquée lié à la propagation rapide de la fissure à travers le défaut. Durant les phases de propagation stable de la fissure, l'évolution force/déplacement se superpose à celle obtenue sur éprouvette DCB réalisée avec préparation de surface homogène P2. La présence d'un défaut de collage étendu dans la direction transverse au sens de propagation est donc associée à l'apparition d'une propagation instable qu'il convient d'étudier.

Les réponses force/déplacement sont mises en regard des faciès de rupture observés après séparation complète des deux substrats et présentées sur la figure 3.28. En effet, les différents stades de la propagation sont facilement identifiables. Ainsi que présenté dans le paragraphe III.2.1, la propagation stable de la fissure dans une interface forte apparaît en jaune clair marquant un faciès de rupture de type cohésive. Lorsqu'elle se propage dans une zone polluée,

la surface est mise à nu et apparaît en gris. Sur cette série d'éprouvette, le faciès de rupture cohésif n'apparaît malheureusement pas parfaitement homogène et peut être confondu avec une rupture mixte ou adhésive. Il apparaît que dans ces zones, la fissure se propage au voisinage des surfaces mais reste de nature cohésive ainsi que l'atteste le niveau d'évolution de l'effort enregistré dans ces phases de propagation. La décohéation s'étend durant la phase dynamique de propagation au-delà de la seule dimension longitudinale du défaut. En effet, la rupture dynamique engendre un faciès de rupture très différent de celui observé en quasi statique rendant la surface de l'adhésif plus transparente qui apparaît alors en gris clair ou jaune foncé suivant les points de vue.

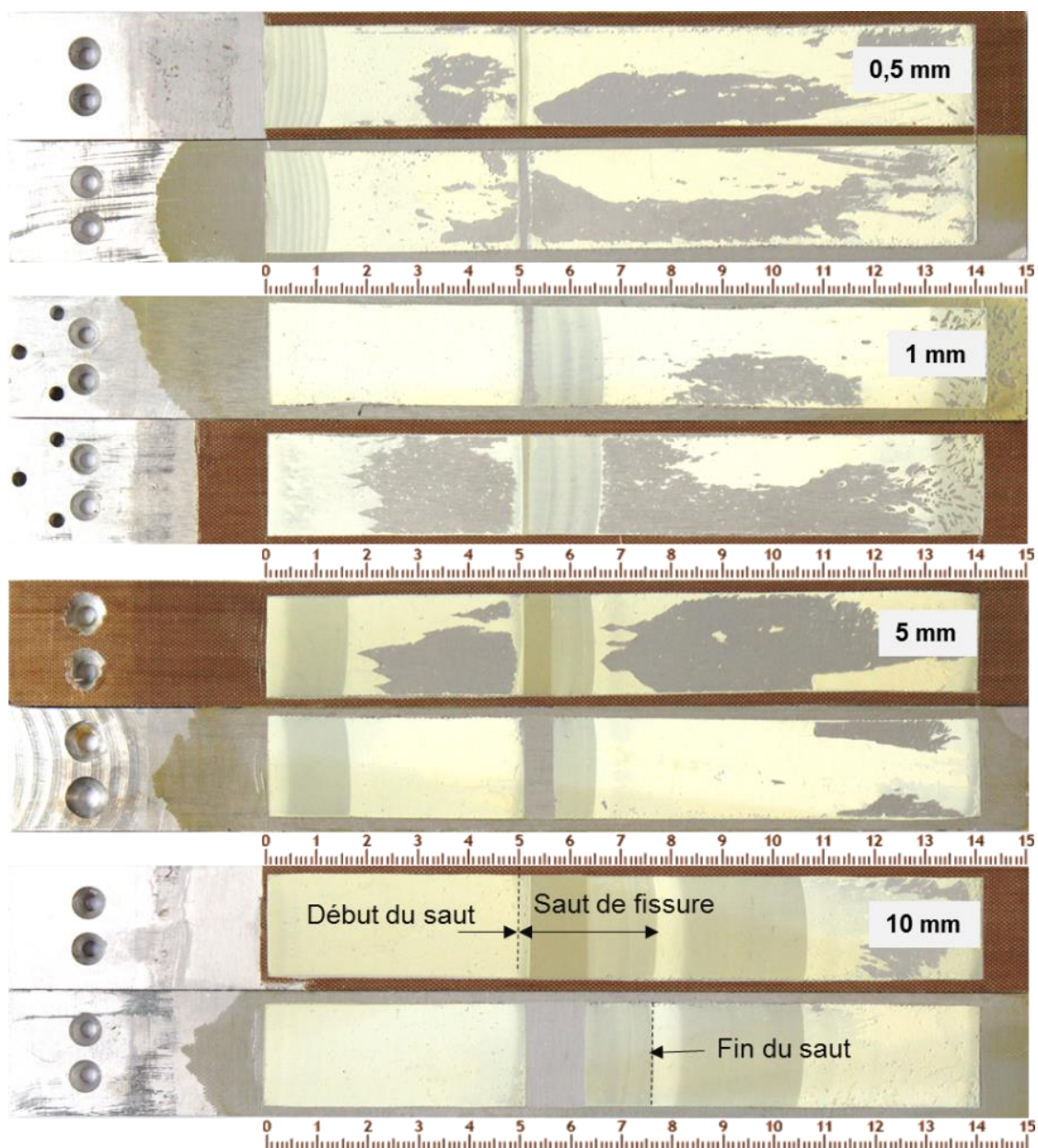


Figure 3.28. Faciès de rupture des éprouvettes avec des défauts transversaux

Le seul changement d'aspect de la surface rompue permet donc de déterminer l'avancée de la fissure à chaque transition entre les différents régimes de propagation. Les critères de déclenchement et d'arrêt de la fissuration seront discutés plus loin.

Pour sonder la présence d'une contrainte de cohésion le long de l'interface collée et suivre la propagation de la fissure, des jauges de déformation (Vishay EA-06-062AP-120) ont été positionnées le long du trajet de fissuration sur la face externe d'un des substrats. Les évolutions des signaux extensométriques relevés lors de l'essai réalisé sur l'éprouvette présentant un défaut d'adhésion de 1 mm sont présentées sur la figure 3.29. La déformation de peau du substrat atteint sa valeur minimale lorsque le front de fissure est au voisinage immédiat de la position de la jauge ce qui permet de suivre l'avancée de la fissure et corréler la longueur de fissure instantanée à la valeur apparente évaluée à partir des seules mesures ouverture et efforts (cf. équation 2.28). Ces mesures ont été répétées pour les quatre échantillons testés.

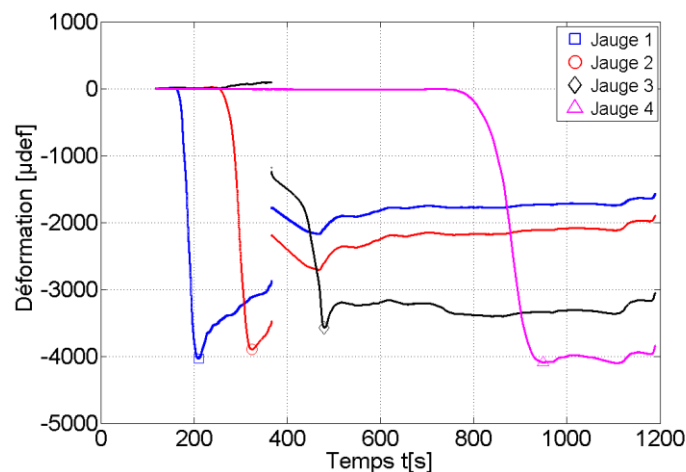


Figure 3.29. Signaux des jauges de déformations en fonction du temps

L'évolution de la longueur apparente de fissure durant ces quatre essais de fissuration est présentée sur la figure 3.30. Sont également reporté les positions de fissure relevées au moyen du suivi extensométrique. Ces points apparaissent systématiquement décalés par rapport à l'évolution  $a_{SBT}$ <sup>8</sup>. De même que la longueur de fissure observée sur les faciès de rupture diffère légèrement des valeurs calculées aux positions de début et d'arrêt de la fissuration dynamique.

<sup>8</sup> Simple Beam Theory

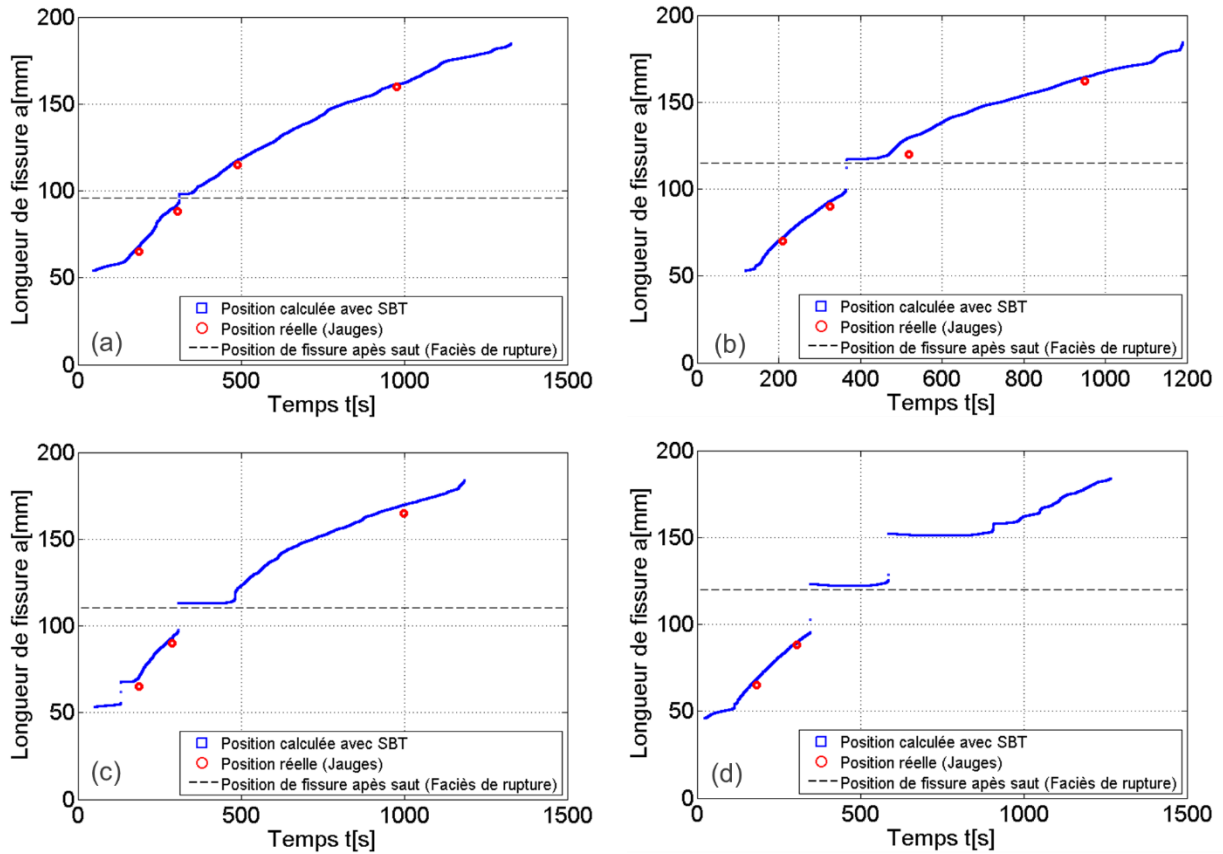


Figure 3.30. Longueur de fissure calculée avec la méthode SBT et positions réelles issues des mesures par jauges :  
 (a)  $d = 0.5$  mm, (b)  $d = 1$  mm, (c)  $d = 5$  mm, (d)  $d = 10$  mm

La figure 3.31 montre sur l'ensemble des mesures réalisées, la corrélation faite entre les valeurs  $a_{SBT}$ , les positions de fissure relevées sur les faciès de rupture et les mesures extensométriques indiquant la position géométrique du front de fissure. Cette corrélation est linéaire et la pente est proche de 1. Ces différentes mesures constituent donc un indicateur fiable de l'avancée de la fissure et non nécessairement de sa position exacte. En effet, il est connu pour ces essais qu'une correction de longueur de fissure doit être appliquée pour tenir compte notamment de la complaisance de l'interface collée qui est négligée dans le modèle SBT. Ainsi le modèle simple de Winkler conduit à l'expression suivante de la longueur de fissure corrigée :

$$a_{SBT} = a + \frac{1}{\lambda} = a + \sqrt{2} \left( \frac{EI}{k} \right)^{1/4} \quad (3.13)$$

L'ordonnée à l'origine de cette courbe d' « étalonnage » permet d'évaluer l'extension de la zone en pointe de fissure où se développent les efforts de cohésion ou « process zone ». La valeur du paramètre  $1/\lambda$  est ainsi d'environ 3 mm. En utilisant la relation 3.13 en considérant les paramètres suivants pour les caractéristiques des substrats et de l'interface collée on obtient **2.5 mm**.

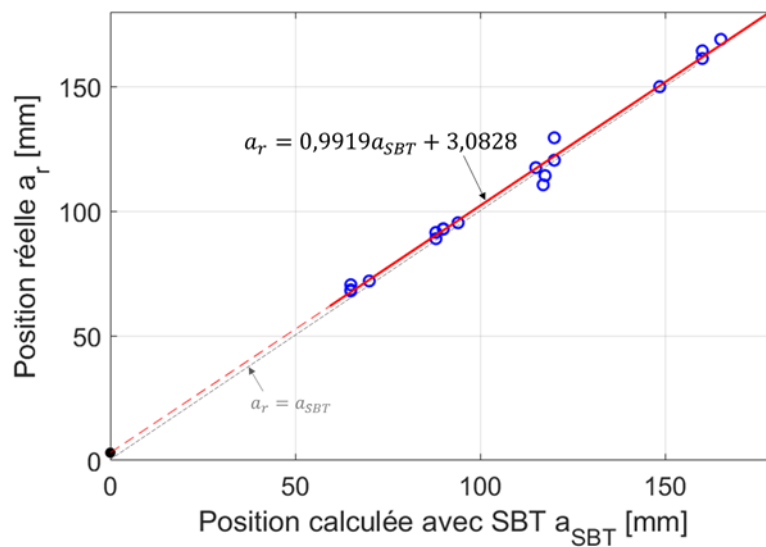


Figure 3.31. Corrélation entre les positions analytiques et expérimentales de la fissure

Ces signaux de déformation peuvent être également exploités pour évaluer l'évolution des contraintes de pelage dans l'adhésif au front de fissure. En effet, selon Jumel et al [55], ces contraintes peuvent être obtenues par la relation :

$$\sigma(a) = \frac{-EI}{tw} \frac{d^2 \varepsilon}{d^2 a} \quad (3.14)$$

Trois jauges (1, 2 & 4) ont pu être exploitées de façon satisfaisante pour ce calcul. L'évolution des signaux de déformation avant la traversée de la fissure est présentée sur la figure 3.30, les distributions de contrainte reconstruites sont présentées sur les figures 3.33 et 3.34.

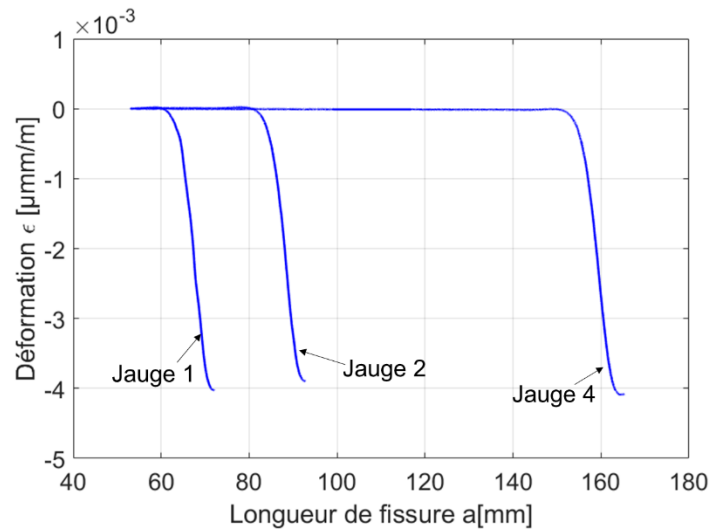


Figure 3.32. Parties des signaux de jauges utilisées pour le calcul de la contrainte maximale de traction.

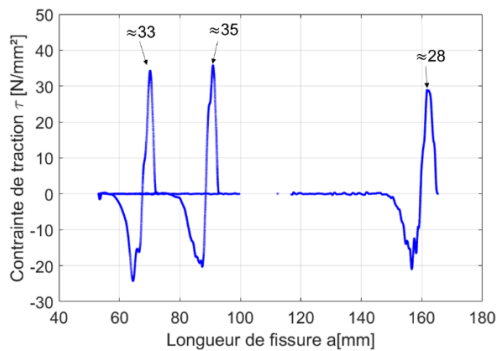


Figure 3.33. Évolution de la contrainte de traction.

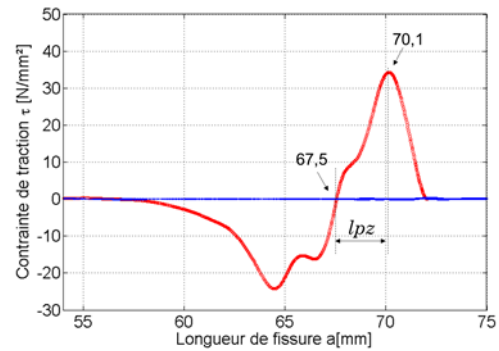


Figure 3.34. Longueur de la process zone «  $lpz$  ».

Cette opération de reconstruction de la distribution des contraintes de pelage permet également de mieux quantifier l'extension de la process zone. Ainsi, si on considère l'étendue de la zone voyant des contraintes positives, on trouve 2.6 mm (cf. figure 3.34).

Enfin, la dimension de la « process zone » peut être évaluée en observant les faciès de rupture des éprouvettes en fin de propagation. En effet, on observe expérimentalement que la propagation reste stable tant que les efforts de cohésion restent nuls sur l'extrémité de l'éprouvette. Lorsque l'adhésif est sollicité, il ne reste plus de marge pour propager de façon



stable le long du ligament restant est une rupture instable est observée visible une nouvelle fois par une modification du faciès de rupture. Ceci est illustré sur la figure 3.35, où est mis en évidence la largeur de la bande affectée par une rupture dynamique de l'interface collée. Sur les éprouvettes testées, la largeur de cette bande est  $\approx 2.7\text{mm}$  ce qui reste cohérent avec les valeurs déterminées précédemment.

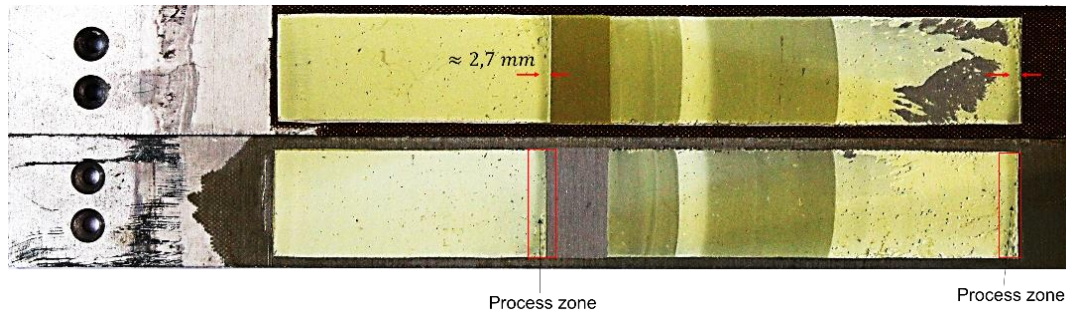


Figure 3.35. Visualisation de la « process zone » sur le faciès de rupture d'une éprouvette DCB.

### 4.3. Modèle analytique de propagation de fissure

Le phénomène spécifique lié à l'interaction d'une fissure avec un défaut d'adhésion de type transverse est l'apparition d'un régime dynamique de propagation. Nous avons pu mettre en évidence que dans ce cas, l'extension de la décohésion ne se limitait pas à la seule taille du défaut d'adhésion ce qui accroît donc sensiblement la dangerosité de ce phénomène. Il convient dès lors de proposer un modèle d'interaction qui sera développé ici dans un cadre uniquement unidimensionnel.

#### 4.3.1. Défaut de largeur infinie

Avant de traiter les quatre configurations étudiées expérimentalement nous développons nos hypothèses de travail dans un cadre plus simple où le front de fissure rencontre une diminution brutale du taux de restitution critique d'énergie de l'interface. Dans cette configuration, le défaut s'étend sur toute la zone collée (Figure 3.36)

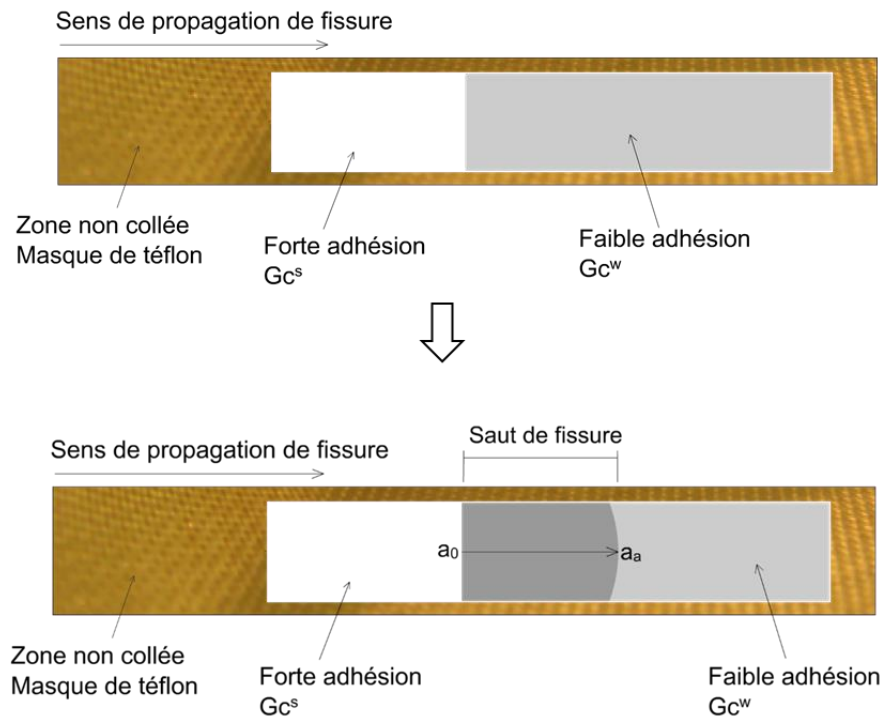


Figure 3.36. Interfaces hétérogènes avec défauts transversaux :  
défaut de largeur infinie

L'analyse des conditions de propagation de la fissure au cours d'un essai DCB repose sur un bilan énergétique entre travail fourni par l'effort imposé à l'éprouvette, énergie stockée sous forme d'énergie potentielle de déformation et dissipation liée à la propagation de la décohésion. Ce bilan n'a pas été effectué à notre connaissance pour ces essais en incluant la présence de défauts d'adhésion.

L'essai est effectué à vitesse de déplacement imposée. Lors de la propagation dynamique de la fissure, on peut considérer que l'ouverture  $\Delta$  imposée reste constante. L'application du modèle SBT conduit à la condition suivante :

$$G_c = \frac{9EI\Delta^2}{4wa^4} \quad (3.15)$$

reliant longueur de fissure, ouverture imposée et  $G_c$  le taux de restitution d'énergie critique local de l'interface. Dans une description purement bidimensionnelle, et conformément à la description SBT considérant que la complaisance de l'interface est négligeable on considèrera

que la présence du défaut d'adhésion se traduit par une chute instantanée de l'énergie d'adhésion.  $G_c^s$  désigne le taux de restitution critique de l'interface forte et  $G_c^w$  celui de l'interface faible. Lorsque le front de fissure atteint la position du défaut d'adhésion défini par la longueur  $a_0$ , l'ouverture vaut :

$$\Delta = \sqrt{\frac{wG_c}{EI} \frac{2}{3}} a_0^2 \quad (3.16)$$

En supposant maintenant dans une approche quasi-statique du problème, que l'ouverture imposée est la même, la longueur de fissure critique,  $a_{a,1}$ , vérifiant la condition 3.16 dans la zone de faible adhésion vaut :

$$a_{a,1} = \sqrt{\frac{3\Delta}{2}} \left( \frac{EI}{wG_c^w} \right)^{1/4} \quad (3.17)$$

En conséquence dans une approche quasi-statique du problème le saut de longueur de fissure au passage d'une zone de forte adhésion à une zone de faible adhésion est donnée par la relation :

$$\Delta a = a_{a,2} - a_0 = \sqrt{\frac{3\Delta}{2}} \left( \frac{EI}{w} \right)^{1/4} \left[ \left( \frac{1}{G_c^w} \right)^{1/4} - \left( \frac{1}{G_c^s} \right)^{1/4} \right] \quad (3.18)$$

En combinant les relations (3.17) et (3.18), on peut obtenir la relation:

$$\frac{\Delta a}{a_{a,1}} = 1 - \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} \right)^{1/4} \quad (3.19)$$

où la variation relative de la longueur de fissure est liée à la variation relative du taux de restitution critique d'énergie de surface.

Cependant, il faut remarquer que cette analyse simple ne considère que deux positions d'équilibre successives sans tenir compte des conditions de passage entre ces deux états. Dans le cas présent, la propagation est dynamique et il semble nécessaire de tenir compte dans le bilan, l'énergie potentielle qui a pu être stockée avant qu'elle se transforme en énergie cinétique lors du saut de fissure. La position d'arrêt de la fissure,  $a_{a,2}$ , est donc potentiellement différente de la valeur  $a_{a,1}$ . Nous effectuons donc un bilan énergétique entre deux états statiques successifs définis par les positions  $a_0$  et  $a_{a,2}$  et pour une ouverture  $\Delta$  fixée. La variation d'énergie potentielle sert donc à alimenter la propagation de fissure dans la zone de faible adhésion de sorte que le bilan d'énergie devient :

$$\frac{1}{2}(P_0 - P_a)\Delta = wG_c^w(a_{a,2} - a_0) \quad (3.20)$$

Où  $P_0$  et  $P_a$  sont respectivement les forces appliquées avant et après la propagation, et  $a_0$  et  $a_{a,2}$  sont respectivement la longueur de fissure initiale et la longueur de fissure après le saut. Les sources de dissipation thermiques ou acoustiques ainsi que l'effet de la vitesse de propagation sur l'énergie de rupture  $G_c$  sont négligés dans ce bilan. En combinant les relations (3.15) et (3.20), on trouve :

$$\left(\frac{a_0}{a_{a,2}}\right)^3 + \left(\frac{a_0}{a_{a,2}}\right)^2 + \left(\frac{a_0}{a_{a,2}}\right) = \frac{3G_c^w}{G_c^s} \quad (3.21)$$

La variation relative de longueur de fissure est donc obtenue en cherchant la racine positive et réelle du polynôme (équation 3.21). Le résultat est représenté sur la figure 3.37.

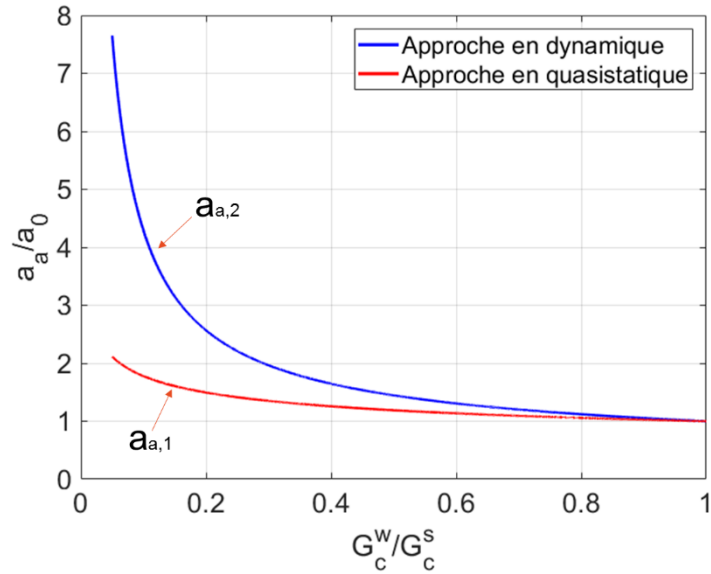


Figure 3.37. Évolution de la longueur de fissure après le saut en fonction du rapport des énergies de rupture des zones de forte et faible adhésion calculée en conditions quasi-statique et dynamique de propagation.

Le résultat obtenu est clairement différent de celui obtenu à partir de la simple analyse quasi statique, la position d'arrêt  $a_{a,2}$  de la fissure ainsi obtenue étant systématique supérieure à la valeur  $a_{a,1}$ .

#### 4.3.2. Défaut de largeur finie

Dans les essais présentés au paragraphe III.4.2, l'extension des défauts est finie. Il faut donc modifier le bilan énergétique 3.20 pour tenir compte du fait que l'énergie n'est que partiellement dissipée dans la zone de faible adhésion, une partie potentiellement significative reste dissipée pour propager la fissure dans la zone de forte adhésion suivant le défaut (cf. figure 3.38).

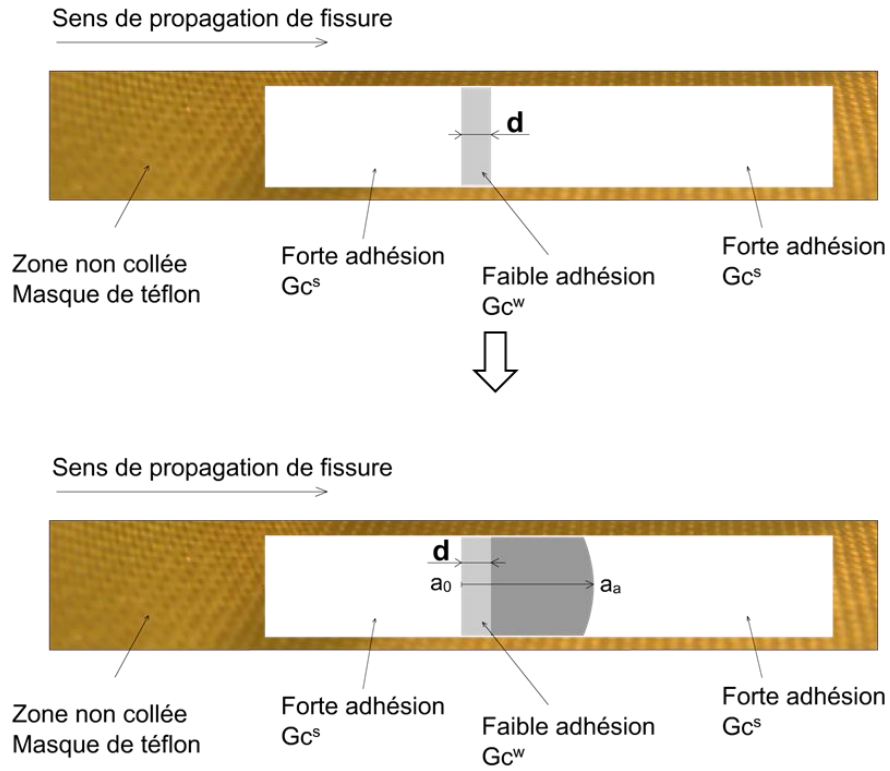


Figure 3.38. Illustration d'un défaut de taille finie.

On obtient alors :

$$\frac{1}{2}(P_0 - P_a)\Delta = wG_c^w d + wG_c^s(a_a - a_0 - d) \quad (3.22)$$

En combinant l'équation (3.21) avec l'équation (3.22), on obtient finalement:

$$3\left(\frac{a_a}{a_0}\right)^4 + \left[3\frac{d}{a_0}\left(\frac{G_c^w}{G_c^s} - 1\right) - 4\right]\left(\frac{a_a}{a_0}\right)^3 + 1 = 0 \quad (3.23)$$

L'avancée relative de la fissure est donc maintenant obtenue en cherchant la racine positive et réelle du polynôme de degré 4 (équation 3.23). Les coefficients de ce polynôme sont sans dimension et l'avancée de la fissure sera donc d'autant plus importante que la longueur initiale de fissure est grande. Les conditions d'avancée de la fissure étant par ailleurs contrôlées par les rapports  $G_c^w/G_c^s$  et  $d/a_0$  et l'évolution de la longueur de fissure après le saut en condition dynamique de propagation est présentée dans la figure 3.39.

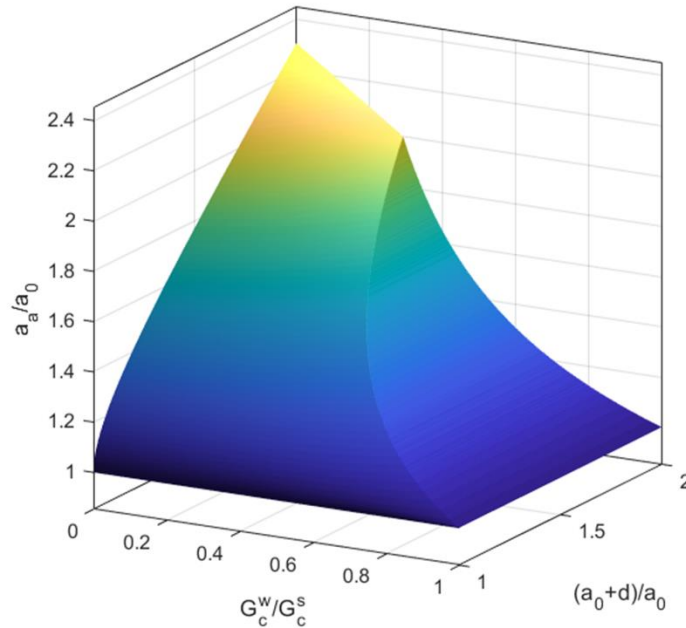


Figure 3.39. Évolution de la longueur de fissure après la traversée d'un défaut de taille finie dans la direction de propagation en fonction du contraste de l'énergie de rupture des surfaces de faible et forte adhésion calculée en condition dynamique de propagation

Les valeurs de la longueur de fissure  $a_a$  telles que prévues par la relation 3.23, sont représentées sur la figure 3.40 en fonction de la largeur du défaut et pour différents rapport  $G_c^w/G_c^s$ . On considère ici un défaut à 92mm de point d'application de l'effort correspondant à nos configurations d'essai. Sont également reportées les positions de l'avancée de fissure dans une approche dynamique en présence d'un défaut d'adhésion de longueur infinie. Cette analyse met en évidence deux types d'interactions. Pour un défaut de faible extension, trop peu d'énergie est consommée dans la partie de faible adhésion et le défaut se propage au-delà du défaut dans la partie de forte adhésion. Ceci explique les phases de rechargement linéaire après la phase de propagation brutale. Pour des défauts de dimension plus importante, la propagation s'arrête avant que la fin du défaut ne soit atteinte. On retrouve donc la condition d'arrêt que prévoit l'analyse avec défaut de longueur infinie.

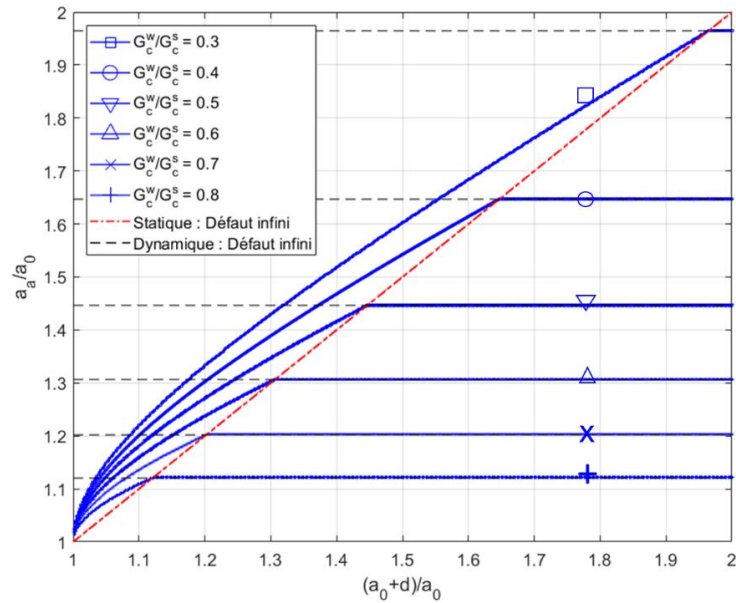


Figure 3.40. Évolution de la longueur de fissure en condition dynamique en fonction des énergies de ruptures des surfaces de faible et forte adhésion.

#### 4.3.3. Prise en compte de la complaisance de la machine dans le calcul de l'avancée de fissure

Pour compléter l'analyse précédente, il est nécessaire de prendre en compte dans l'analyse l'effet de la complaisance de la machine d'essai qui en se déformant sous charge, stocke potentiellement une quantité importante d'énergie potentielle libérée lors de la propagation.

La complaisance du moyen d'essai est évaluée en effectuant un test fictif sur une éprouvette DCB ne présentant pas d'amorce de fissure et possédant en conséquence une rigidité élevée. Le déplacement global mesuré par la machine est comparé au déplacement relatif entre les deux talons mesuré localement par corrélation d'image.

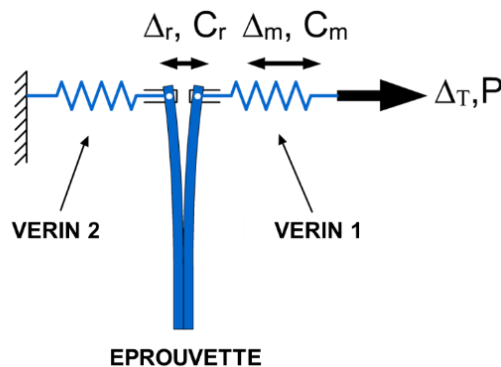


Figure 2.38 : Complaisance de la machine



La complaisance totale du système (machine + éprouvette)  $C_T$  est décrite par l'équation (3.24), avec  $C_r$  la complaisance de l'éprouvette et  $C_m$  la complaisance de la machine.

$$C_T = C_r + C_m \quad (3.24)$$

D'où on peut écrire la relation en déplacement :

$$\Delta_T = \Delta_r + \Delta_m \quad (3.25)$$

Avec  $\Delta_T$  est le déplacement total mesuré par la machine,  $\Delta_r$  le déplacement réel correspondant à l'ouverture de l'éprouvette et  $\Delta_m$  est le déplacement dans la ligne de chargement de la machine. Une détermination expérimentale de la complaisance de la machine a été effectuée. Des éprouvettes DCB rigides, ne disposant pas de préfiissures ont été testées et les résultats des essais sont présentés dans la figure 2.39.a.

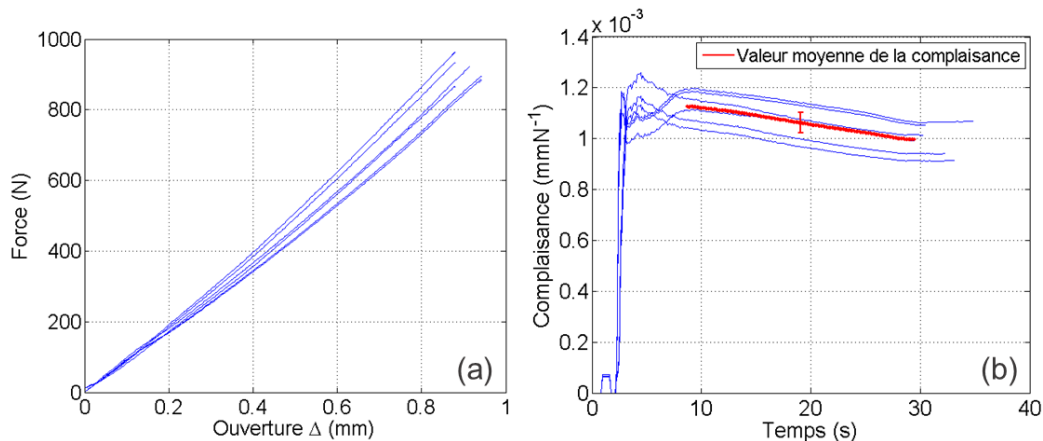


Figure 2.39 : Détermination de la complaisance de la machine :

(a) Courbes force/déplacement

(b) Évolution de la complaisance en fonction du temps.

Les réponses enregistrées lors de 6 expériences successives sont représentées sur la figure 2.39. La complaisance instantanée calculée comme le rapport  $\Delta/P$  diminue en cours d'essai entre les valeurs  $1.2 \cdot 10^{-3}$  et  $9 \cdot 10^{-4} \text{ mm.N}^{-1}$ , soit une valeur moyenne de la complaisance machine de  $C_m = 1.1 \cdot 10^{-3} \text{ mmN}^{-1} \pm 4 \cdot 10^{-4} \text{ mmN}^{-1}$ . Cette valeur est faible au regard de la complaisance des éprouvettes DCB qui sont supérieures de deux ordres de grandeur dans les conditions d'essai qui sont les nôtres.

L'énergie potentielle de déformation du système doit donc être prise de façon globale comme suit :

$$W_e = \frac{1}{2}(C_r + C_m)P^2 \quad (3.26)$$

Lorsque la décohésion s'étend, ce n'est donc plus l'ouverture de l'éprouvette qui reste constante du fait des déformations des outillages et des éléments de transmission. Cependant l'expression du taux de restitution critique d'énergie reste identique à celle obtenue en considérant une complaisance machine négligeable (3.27).

$$G = -\frac{1}{w} \left( \frac{dW_e}{da} \right)_{\Delta_T=cst} = \frac{1}{2w} \frac{dC}{da} P^2 \quad (3.27)$$

En conséquence, la condition d'initiation de la décohésion reste la même ( $G \geq G_c$ ). Pour vérifier que la propagation est stable, il faut vérifier que l'augmentation de la longueur de fissure ne se traduit pas par une augmentation du taux de restitution d'énergie soit  $\left( \frac{dG}{da} \right)_{\Delta_T=cst} \leq 0$ .  $\Delta_T$  étant le déplacement total imposé par une partie supposée rigide du moyen d'essai de sorte que l'éprouvette et une partie flexible de la machine sont mises en série. Cette condition conduit à la relation (3.28):

$$\left( \frac{dG}{da} \right)_{\Delta_T=cst} = \frac{1}{2w} \left[ \frac{d^2C}{da^2} P^2 - 2P \left( \frac{dC}{da} \right)^2 \cdot \frac{\Delta_T}{(C_r + C_m)^2} \right] \quad (3.28)$$

En appliquant cette condition au cas d'un essai DCB, on peut déterminer la valeur minimale de la longueur de fissure qui assure une propagation stable de la fissuration. Cette valeur dépend des complaisances de la machine et de la rigidité en flexion des éprouvettes et elle s'écrit:

$$a_c \geq \sqrt[3]{\frac{3C_m EI}{4}} \quad (3.29)$$

En tenant compte de la complaisance de la machine dans l'équation (3.22), on obtient :

$$\Delta W_e = \frac{1}{2} \Delta T^2 \left[ \frac{1}{C(a) + C_m} - \frac{1}{C(a + \Delta a) + C_m} \right] = wdG_c^w + w(\Delta a - d)G_c^s \quad (3.30)$$

En combinant l'équation (3.30) avec la relation (3.29), on obtient :

$$\begin{aligned} 3 \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^4 + \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^3 \left[ 3 \frac{d}{a_0} \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} - 1 \right) - 2 \left( \frac{a_c}{a_0} \right)^3 - 4 \right] + 6 \left( \frac{a_c}{a_0} \right)^3 \left( \frac{a_a}{a_0} \right) \\ + 6 \left( \frac{a_c}{a_0} \right)^3 \left( \frac{d}{a_0} \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} - 1 \right) - \frac{2}{3} \right) + 1 = 0 \end{aligned} \quad (3.31)$$

La valeur de l'avancée de la fissure doit maintenant être représentée pour une diminution donnée du taux de restitution d'énergie non seulement en fonction de l'extension du défaut mais également en fonction de la complaisance de la machine. Pour rapporter l'ensemble des paramètres à une dimension caractéristique, c'est le paramètre  $a_c$  qui sera considéré. L'avancée de la fissure est ainsi représentée pour deux valeurs du rapport  $G_c^w/G_c^s$  en fonction de l'extension du défaut et du paramètre  $a_c$  (cf. Figure 3.41 et 3.42). On peut observer qu'en présence d'une complaisance significative du moyen d'essai, l'avancée de fissure est plus importante que celle calculée dans le cas où la complaisance est nulle. La complaisance de la machine d'essai ( $C_m = 1.1 \cdot 10^{-6} \text{ mN}^{-1}$ ) déterminée dans le chapitre précédent est faible. Elle n'aura pas d'effet remarquable sur la propagation de fissure.

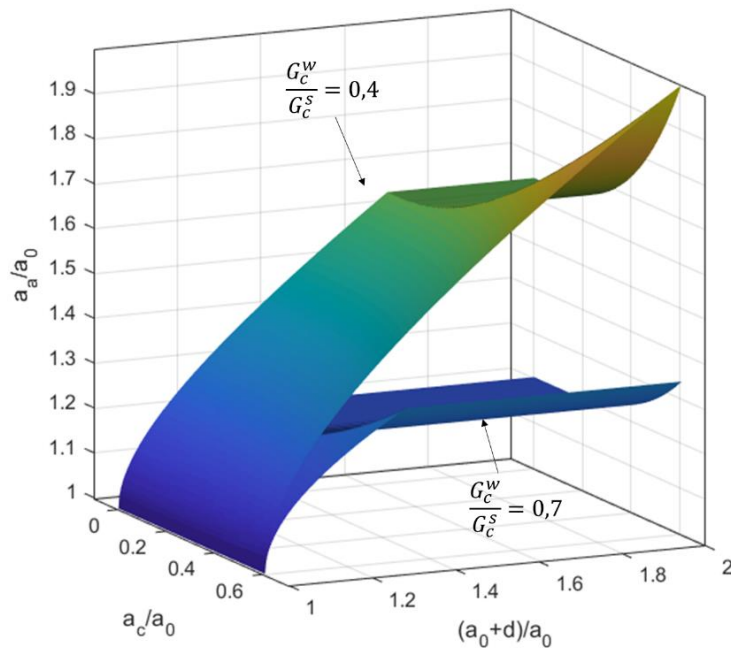


Figure 3.41. Saut de fissure en fonction de la largeur du défaut et de la complaisance de la machine.

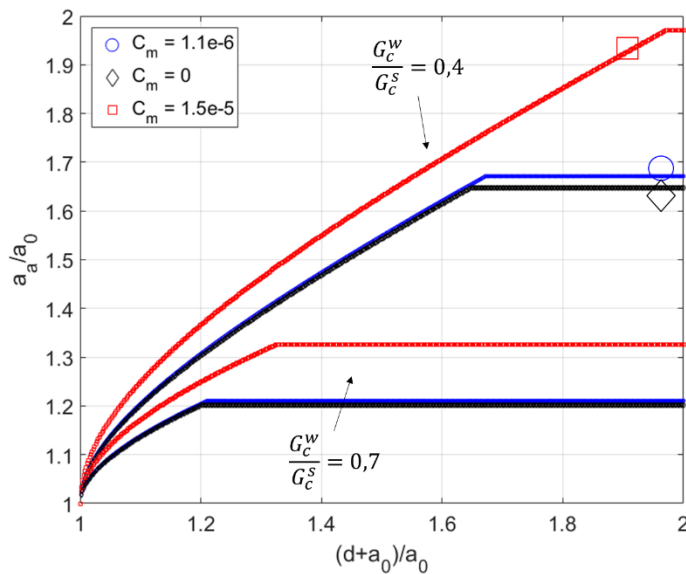


Figure 3.42. Effet de la complaisance de la machine sur le saut de fissure

#### 4.4. Conclusion partielle

La complaisance de la machine étant négligeable, les avancées de fissure observées expérimentalement et prévues par notre bilan énergétique considérant un moyen d'essai rigide sont tracées sur la figure 3.43. Compte tenu de la simplicité de l'analyse proposée, on peut

considérer ces résultats comme très satisfaisants. En effet, on constate effectivement que l'extension de la décohésion est bien plus importante que la seule dimension du défaut lorsque celui-ci est petit. Cet effet est ensuite moins marqué lorsque l'extension du défaut devient plus importante.

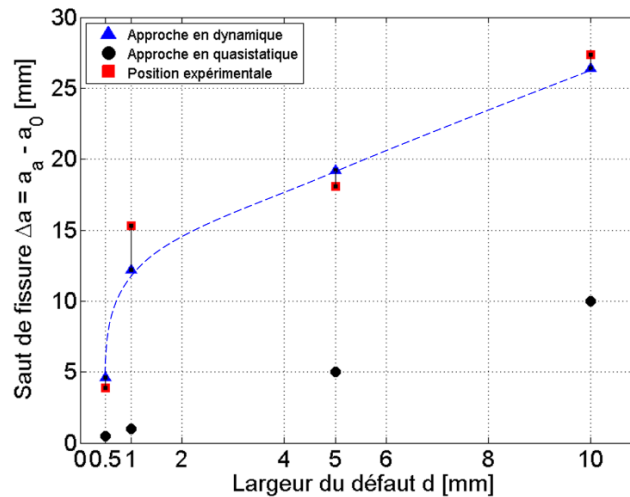


Figure 3.43. Évolution du saut de fissure en fonction de la largeur du défaut.

Une illustration des différents cas traités dans les paragraphes précédents est présentée dans la figure 3.44. En condition quasi-statique de propagation et dans le cas d'un défaut de largeur finie, la fissure avance avec une distance égale à la largeur du défaut. L'effort ainsi chute à une position bien déterminée, notée (1) puis accroît jusqu'à reprendre la propagation. Le deuxième cas correspond à un défaut de largeur infinie. En quasi-statique ou en dynamique, la fissure se propage à une distance critique déterminée à partir du contraste entre les énergies de ruptures des interfaces de faible et forte adhésion. L'effort chute alors pour atteindre la position (2). Finalement, en condition dynamique de propagation et dans le cas d'un défaut de largeur finie, la fissure est la somme entre un saut en quasi-statique et une distance supplémentaire causée par l'effet d'inertie due la libération de l'énergie potentielle emmagasiné en cours de la fissuration et transformée en énergie cinétique. Le défaut provoque une chute dans l'effort qui atteint la position (3).

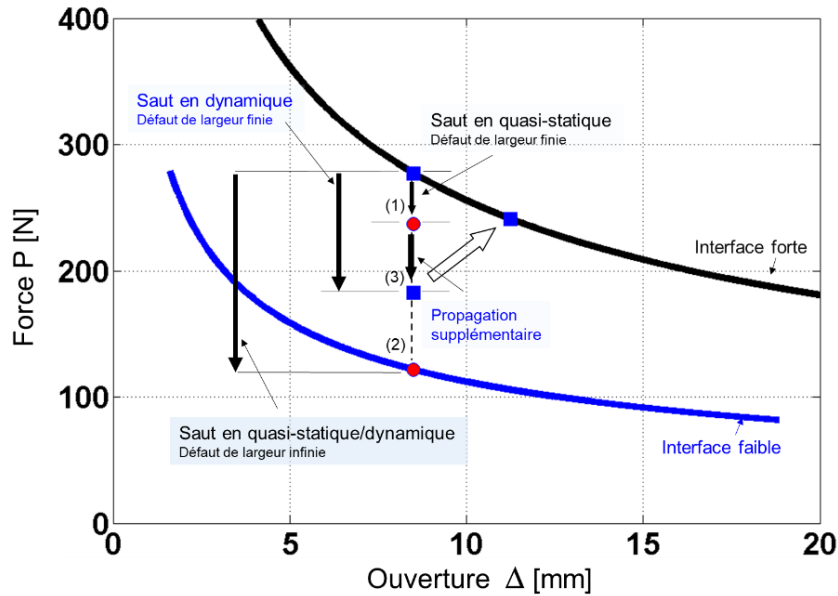


Figure 3.44. Illustration de la propagation de fissure d'une interface forte à une interface faible en quasi-statique et en dynamique.

## 5. Simulation numérique de la propagation d'une fissure à travers un défaut transversal

Le modèle numérique construit (présenté dans la figure 3.13) a été modifié afin d'y intégrer des défauts transversaux en appliquant les paramètres de loi de zone cohésive d'une interface faible sur une bande transversale de largeur finie.

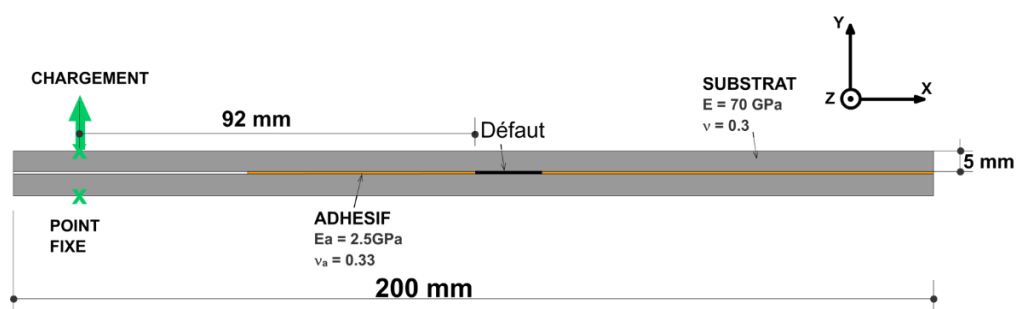


Figure 3.45. Modèle avec défaut transversal

Les paramètres de zone cohésive déterminés dans le paragraphe précédent ont été utilisés dans cette partie d'étude pour modéliser des interfaces faibles (défauts) et des interfaces fortes. Le nouveau modèle utilisé est présenté dans la figure 3.45. Des simulations numériques ont été réalisées en variant à chaque fois la largeur de la bande transversale. Les analyses ont été

effectuées en dynamique implicite afin de prendre en compte l'effet de l'inertie mis en jeu lors d'un saut de fissure. Le pas de calcul a été contrôlé de manière à avoir un pas de temps assez grossier au début des calculs et un pas de temps très petit ( $\text{pas de temps} = 1e^{-4}$ ) quand la pointe de fissure se rapproche du défaut. Le temps total de simulation a été fixé à 600 secondes permettant d'atteindre une vitesse de chargement d'environ 2mm/min. Cette manipulation permet de gagner en temps de simulation et avoir une précision dans le calcul de la propagation. Les résultats des simulations sont présentés dans la figure 3.46.

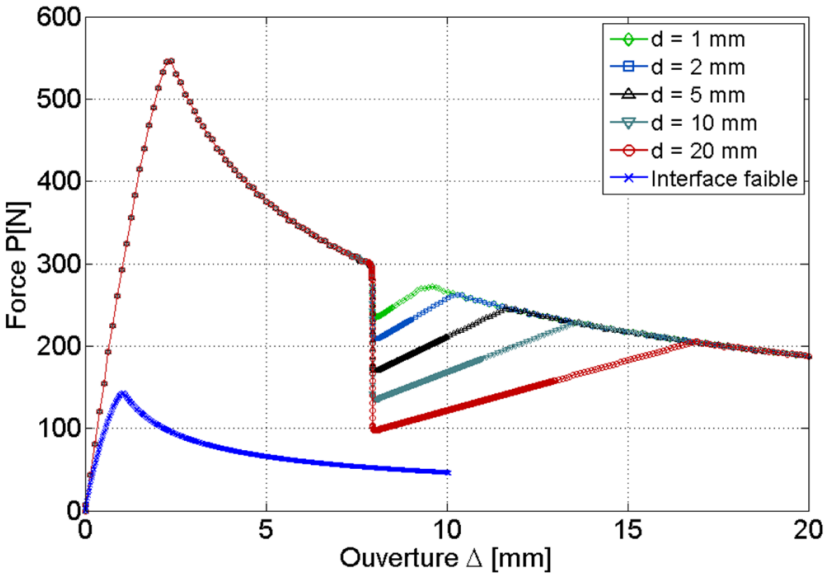


Figure 3.46. Résultats numériques : Courbes force/déplacement

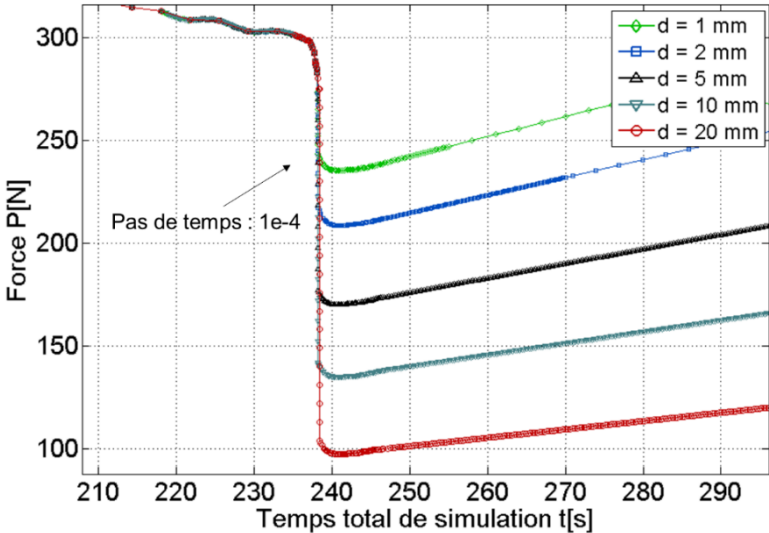


Figure 3.47. Évolution de la force en fonction du temps total de la simulation.

Les courbes force/déplacement obtenues avec les simulations numériques présentent un comportement similaire à celui observé expérimentalement avec la propagation de fissure instable. Dans la figure 3.47, l'évolution de la force en fonction du temps total de simulation est représentée. Le passage de la zone de forte adhésion à la zone de faible adhésion puis à la zone de forte adhésion est continu en présence de points de calcul dans la zone où la force chute. Ceci montre que l'effet dynamique lors du saut de fissure a été pris en compte lors des simulations en imposant un pas de calcul très fin. Après le saut, l'effort croît pour atteindre la nouvelle position d'équilibre dans l'interface forte sans enregistrer des oscillations autour d'une position moyenne correspondant à la position d'arrêt de fissure. Lorsque la région endommagée en pointe de fissure atteint la zone de faible énergie de rupture,  $G_c^w$  (cf. figure 3.48), le saut de fissure se produit. De manière équivalente, ceci est observé lorsque la contrainte maximale normale dans l'interface atteint la région de faible adhésion (cf. figure 3.49). La distance de saut de fissure est ensuite calculée comme étant la différence entre la position d'arrêt et la position initiale avant le saut.

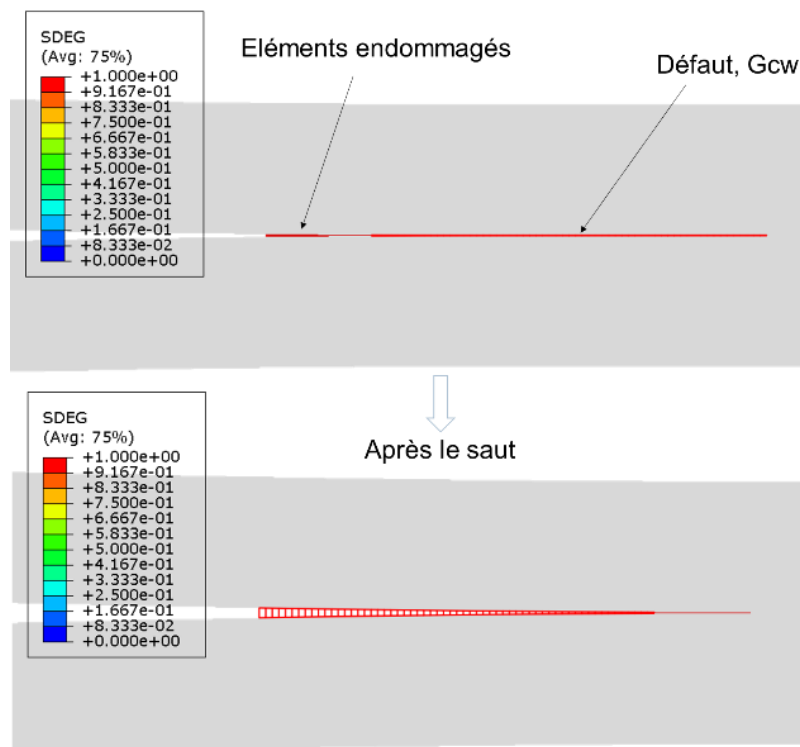


Figure 3.48. Évolution de l'endommagement des éléments cohésifs avant et après le saut de fissure.



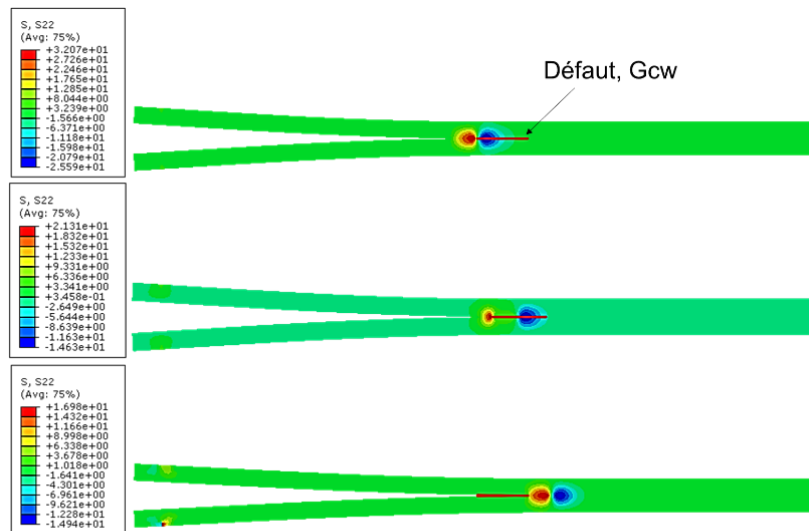


Figure 3.49. Évolution de la contrainte maximale de traction avant et après le saut de fissure.

Les sauts de fissures relevés depuis les simulations et ceux estimés à partir du modèle analytique décrit par l'équation 3.23 ont été rapportés dans la figure 3.50. Une très légère différence a été constatée et c'est probablement dû aux paramètres du calcul qui restent approximatifs.

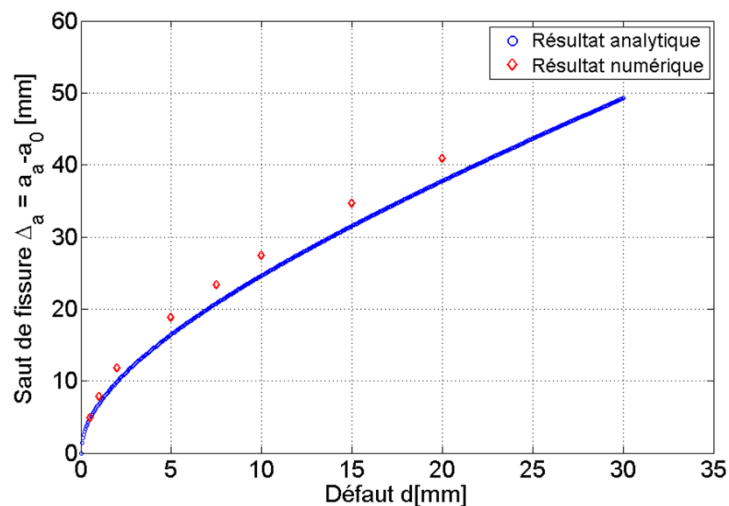


Figure 3.50. Évolution du saut de fissure en fonction de la largeur d'un défaut transversal : Superposition des résultats numériques et analytiques.

## 6. Conclusion

Une approche analytique qui prédit la propagation de fissure dans un joint adhésif contenant des défauts a été développée. Le problème a été décomposé essentiellement en deux grandes parties. La première concerne l'interaction d'une fissure avec un défaut de type bandes longitudinales. Le modèle développé (équation 3.7) a permis de calculer une énergie apparente équivalente locale en se basant sur la largeur du défaut et les énergies de rupture des interfaces de faible et de forte adhésion. L'énergie de rupture apparente semble avoir un comportement non linéaire en fonction de la fraction de la zone de faible/forte adhésion. En effet, une légère déviation a été constatée et ceci est probablement lié au comportement de l'adhésif sollicité en cisaillement sur les lignes de transitions entre une zone de faible adhésion et une zone de forte adhésion. Cette approche a été validée par des expériences réalisées sur des éprouvettes DCB contenant des défauts caractérisés par une adhésion quasi-inexistante. Une parfaite superposition entre les résultats analytiques et expérimentales a été constatée.

Des simulations numériques sur Abaqus CAE ont été effectuées pour reproduire les essais expérimentaux en utilisant la méthode de zone cohésive. Cette dernière nécessitait la connaissance de beaucoup de paramètres dont les plus importants sont les contraintes maximales de pelage et les énergies de ruptures pour des interfaces de faible et forte adhésion. Les simulations ont été exécutées en conditions statiques de propagation et les résultats obtenus montrent que la variation de l'énergie de rupture apparente en fonction de la fraction de la zone de faible/forte adhésion est en effet linéaire suivant la loi des mélanges. Ainsi, le modèle construit ne tient pas en compte ne tient pas en compte les phénomènes physiques internes lors du cisaillement en passage d'une rupture cohésive à une rupture adhésive. Ces simulations ont permis également d'observer la déformation du front de fissure et retrouver les mêmes formes trouvées expérimentalement.

Le deuxième volet de ce chapitre concernait l'étude de la propagation d'une fissure traversant un défaut. Ainsi, un saut de fissure a été quantifié en se basant sur les valeurs des énergies de rupture des interfaces faible et forte et de la largeur du défaut. Le modèle analytique développé a été validé par des expériences réalisées sur des éprouvettes DCB. Des éprouvettes contenant des défauts caractérisés par une adhésion quasi-inexistante ont été testées à une vitesse

d'ouverture constante de 2 mm/min. Les sauts de fissures remarqués pendant les expériences et visibles sur les courbes force/déplacement ont été quantifiés utilisant le modèle analytique décrit par l'équation 3.23. Ce modèle inclue l'effet dynamique durant la propagation de fissure et permet d'imiter, malgré une légère différence, les résultats obtenues avec le modèle analytique.

# .IV.

Assemblage collé des surfaces structurées

## 1. Introduction

Après avoir étudié dans le chapitre III la décohésion des interfaces collées en présence de défauts modèles (transversaux et longitudinaux), nous souhaitons maintenant valider les modèles proposés dans des configurations plus complexes. Les défauts sont ici d'extension finie dans les deux directions du plan du joint. La technique proposée précédemment pour produire des défauts d'adhésion calibrés semble cependant ici trop « artisanale » pour permettre la réalisation de motifs complexes dont on peut contrôler précisément le contour. Pour ce travail, nous avons bénéficié du support de Alphanov, le centre technologique optique et lasers spécialisé dans les procédés laser, le micro-usinage, le développement des sources laser et de composants fibrés en région Aquitaine. Il a assuré la réalisation des motifs par texturation de surface Laser. Ce travail a également bénéficié du soutien de Safran, qui a fourni l'adhésif et les substrats pour les besoins de ce travail.

Ces deux partenaires sont en effet intéressés par l'impact d'une texturation de surface laser sur la tenue mécanique d'une interface collée. Cette technique de préparation de surface dite par voie sèche apparaît aujourd'hui comme une alternative prometteuse aux méthodes dites par voie humide où les pièces sont immergées dans une succession de bains (de nettoyage, rinçage, décapage, conversion ...) avant collage final. Cette dernière méthode est de moins en moins utilisée du fait des limitations importantes voire des interdictions programmées de l'usage des substances chimiques dangereuses. Dans le cas présent les traitements de surface ont été appliqués à des substrats en alliage de titane fortement utilisés en aéronautique notamment sur les pièces moteur [Cole, 54].

De nombreux paramètres opératoires influencent la nature de la surface produite par un surfaçage laser que ce soit en termes de morphologie ou de nature chimique. Ainsi, la vitesse de balayage, le diamètre du spot et la distance interligne ou encore la fluence, peuvent être simplement modifiés par l'opérateur. En outre, la nature du laser à considérer dépend de l'interaction laser matière, de la longueur d'onde du faisceau et également du régime continu ou impulsif. Dans ce deuxième cas, la durée et la fréquence d'impulsion sont également à considérer. L'effet des conditions de préparation de surface sur le taux de restitution d'énergie critique d'un collage titane/ AF191 a été étudié lors d'une précédente étude [Loumena et al, 56]. Des exemples de surfaces texturées sont présentés dans la figure 4.1.

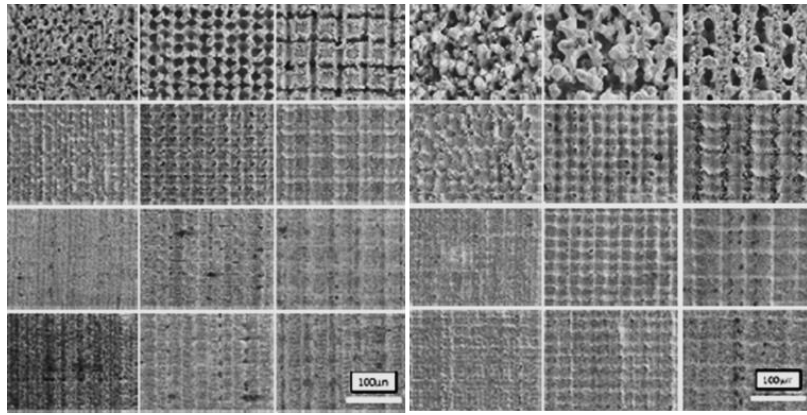


Figure 4.1. Exemple de surfaces texturées [Loumena et al, 56]

Palmieri et al [57], Specht et al [58] et Baburj et al [59] ont réalisé des essais mécaniques d'adhérence sur des éprouvettes SLS et DCB en alliage de Titane Ti-6Al-4V en vue de tester la fiabilité du traitement en fonction des paramètres appliqués.

## 2. Traitement de surface et méthodologie

Pour ce travail des éprouvettes DCB ont été réalisées en assemblant des substrats en alliage de titane Ti6Al4V (cf. tableau 4.1) avec l'adhésif AF191U. Les substrats ont pour épaisseur 1.6 mm, sont de largeur 25 mm et de longueur 200 mm. Avant le traitement de surface, les substrats ont été soigneusement dégraissés à l'acétone dans un bain à ultrasons. Un unique type de traitement de surface a été réalisé dont on a vérifié au préalable qu'il garantissait une rupture cohésive. La surface est irradiée avec un laser de puissance 4W, et est balayé à une vitesse de 250mm/s dans les deux sens, longitudinal et transversal, du substrat avec un pas de 10 µm. Un laser Boras G30 (Eolite Systems) a été utilisé produisant un faisceau visible de longueur d'onde 550 nm.

Tableau 4.1. Propriétés de l'alliage de titane Ti6Al4V

Composition en masse (%)					E	v
Ti	Al	V	Fe	O	110000 MPa	0.33
90	6	4	<0.25	<0.2		

La surface obtenue et présentée sur la figure 4.2, est observée par microscopie électronique à balayage. La texturation de surface ainsi réalisée présente une rugosité importante propice à un bon ancrage mécanique de l'adhésif. Des mesures d'angle de contact réalisées avec de l'eau

distillée et non présentées ici, indiquent un mouillage total signe d'une forte énergie de surface propice au collage.

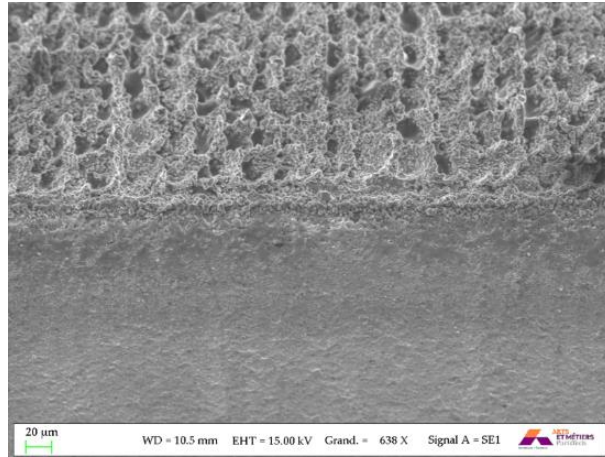


Figure 4.2. Cliché d'une surface traitée par Laser d'un substrat en Ti6Al14V (Puissance 4W, vitesse de balayage 25 mm/s, pas 10 μm).

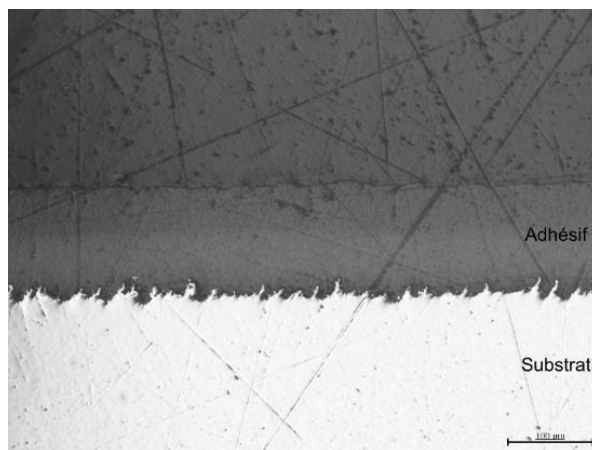


Figure 4.3. Ancrage de l'adhésif dans les creux de la surface texturée (Puissance 4W, vitesse de balayage 25 mm/s, pas 10 μm).

La figure 4.3 montre une observation réalisée par microscopie optique de l'empilement adhésif / substrat après essai de rupture. Des coupes d'un substrat ont été réalisées après essai avant enrobage et polissage. On observe que l'adhésif pénètre facilement dans les aspérités de surface et qu'après essai, aucune décohésion n'est visible à l'interface métal / adhésif. La rupture est donc bien cohésive.

Pour poursuivre les analyses présentées au chapitre III, nous employons la technique de texturation laser pour créer des motifs sur la surface des substrats simulant des défauts d'adhésion d'extension finie selon les deux directions de la surface. La surface initiale est à

nouveau soigneusement dégraissée avant texturation laser. L'effet de ce seul nettoyage avant collage n'est pas suffisant et une rupture adhésive est généralement observée. La surface brute nettoyée sera donc assimilée ici à la surface de faible adhésion, la surface texturée laser est donc considérée comme la surface de forte adhésion avec rupture cohésive. Les différents motifs réalisés pour ce travail sont présentés sur la figure 4.4. Ces substrats avec motifs sont assemblés à un substrat ayant subi une texturation sur l'ensemble de la surface à assembler de façon à s'assurer que la transition cohésive / adhésive se produise toujours du même côté de l'éprouvette.

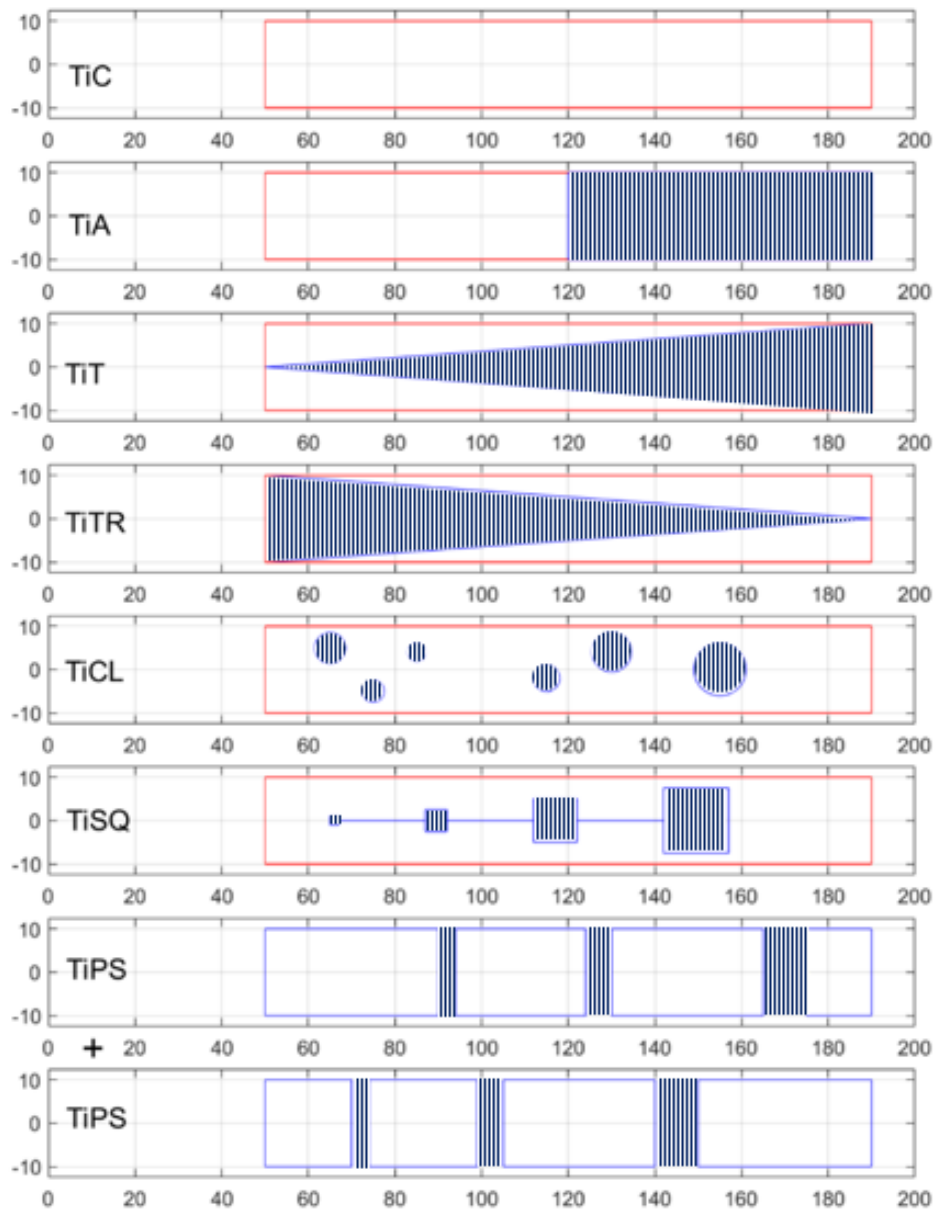


Figure 4.4. Configurations des éprouvettes à étudier (les défauts sont représentés par des zones hachurées)



Les taux de restitution d'énergie critique des interfaces fortes (surfaces texturées) et faible (surfaces dégraissées) ont été caractérisés en réalisant des essais DCB sur différentes éprouvettes. Un premier essai a été réalisé où les deux surfaces ont subi une texturation laser puis sur une deuxième éprouvette où la surface d'un seul substrat a été texturée, l'autre étant simplement dégraissée (configuration TiC et TiA).

La zone collée est délimitée au moyen d'un masque réalisé sur un tissu adhésif en téflon comme sur la figure 4.5. Ce masque assure aussi le confinement de l'adhésif et joue le rôle de cale d'épaisseur. Le cycle de cuisson reste identique à celui décrit au chapitre II et est réalisé en autoclave. Les substrats sont maintenus en position durant la réticulation en utilisant un outillage adapté et l'ensemble est placé dans une poche à vide.

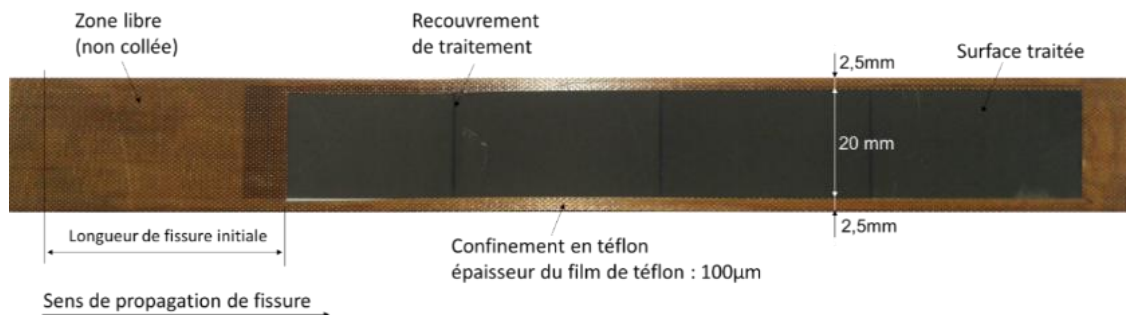


Figure 4.5. Exemple d'éprouvette testée (Traitement complet TiC)

Les autres motifs réalisés permettent d'étudier différents types de configurations. Les éprouvettes TiT et TiTR présentent une variation linéaire de la largeur de la zone traitée le long de l'éprouvette. Nous espérons ainsi étudier au moyen d'un unique essai l'influence de la largeur de la zone de forte adhésion sur la valeur du taux de restitution d'énergie critique apparent. Les éprouvettes TiSQ et TiCL qui contiennent respectivement des défauts de forme carrée et circulaire permettent d'étudier l'effet de la taille et la forme d'un défaut sur l'énergie de rupture. La dernière configuration TiPS, a des motifs sur les deux substrats. Cette configuration permet d'obtenir selon la position le long de l'éprouvette, différentes qualités d'interface sur les deux substrats à la fois. On espère à grâce à cela observer des bifurcations de la décohésion d'une interface à l'autre.

### 3. Extension du modèle analytique à des défauts de dimensions finies

Dans le chapitre précédent, deux modèles analytiques ont été développés. Le premier concernait l'évaluation de la longueur de fissure après l'atteinte d'un défaut d'interface transversal. Ce

défaut est caractérisé par une adhésion quasi-inexistante provoquant un saut de fissure. La longueur de fissure après le saut dépend de la largeur du défaut  $d$ , et l'écart entre les énergies de rupture des zones de faible et forte adhésion. Le deuxième modèle concernait l'évaluation de l'énergie de rupture locale d'un assemblage contenant un défaut d'interface longitudinal. Il a été constaté que l'évolution de l'énergie équivalente locale n'est pas linéaire et elle dépend du « contraste » entre les énergies de rupture des interfaces de forte et de faible adhésion et aussi de la largeur du défaut.

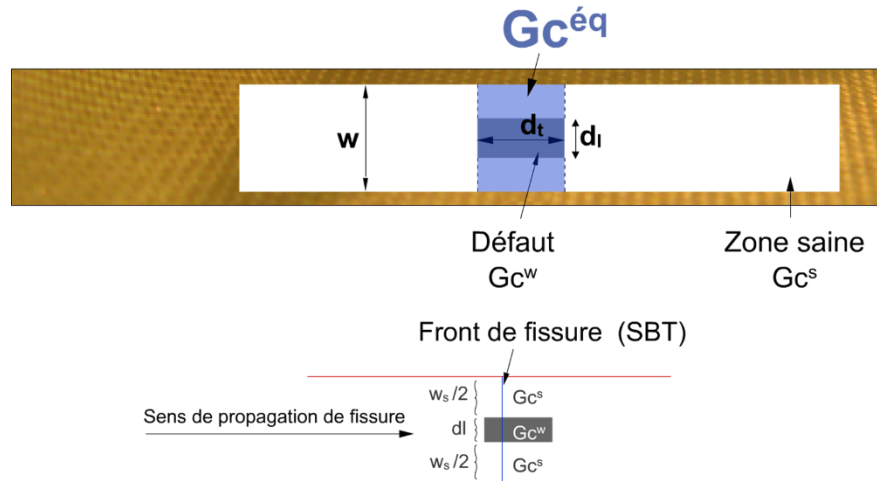


Figure 4.6. Schéma explicatif du calcul de l'énergie de rupture équivalente locale.

L'idée dans cette étape est de compléter ces deux modèles et de construire un modèle complet qui permet d'évaluer l'effet d'un défaut de dimensions finies sur la propagation de la fissure. Un schéma explicatif est présenté sur la figure 4.6. L'idée est de calculer une énergie de rupture équivalente dans la zone contenant le défaut puis d'évaluer la nouvelle position de la fissure. Le calcul de l'énergie équivalente est effectué moyennant l'équation 3.7 et la longueur de fissure est calculée en utilisant l'équation 3.23.

Dans ce cas, l'équation 3.23 devient :

$$3 \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^4 + \left[ 3 \frac{d_t}{a_0} \left( \frac{G_c^{eq}}{G_c^s} - 1 \right) - 4 \right] \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^3 + 1 = 0 \quad (4.1)$$

Or l'énergie équivalente locale s'écrit en se basant sur l'équation 3.7 :

$$G_c^{eq} = G_c^s \left[ \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} \right)^{3/4} + \frac{w_s}{w} \left( 1 - \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} \right)^{3/4} \right) \right]^{4/3} \quad (4.2)$$

D'où finalement, la nouvelle position de fissure est évaluée en résolvant l'équation :

$$3 \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^4 + \left[ 3 \frac{d}{a_0} \left( \left[ \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} \right)^{3/4} + \frac{w_s}{w} \left( 1 - \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} \right)^{3/4} \right) \right]^{4/3} - 1 \right) - 4 \right] \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^3 + 1 = 0 \quad (4.3)$$

#### 4. Essais de fissuration

Après cuisson, les bavures de colle sur les bords des éprouvettes ont été retirées par ponçage. En effet, une bavure locale engendre un pic d'effort lors du passage de la fissure qui engendre des erreurs sur l'évaluation du taux de restitution d'énergie critique. Des talons ont ensuite été rapportés sur les bords libres des éprouvettes pour les attacher à la machine d'essai. Les essais ont été réalisés sur un dispositif d'essai biactionneur en imposant une vitesse de chargement moyenne résultante de 2 mm/min.

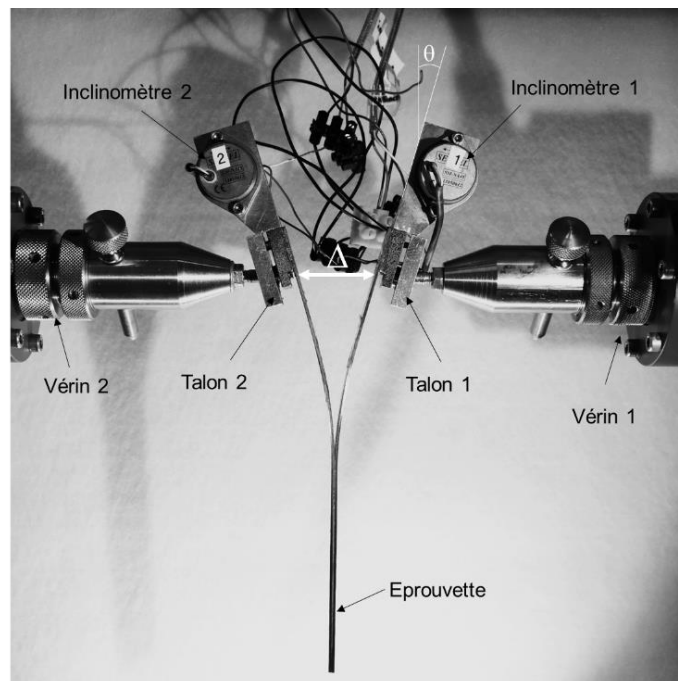


Figure 4.7 : Éprouvette montée sur la machine d'essai biaxes (Inclinomètres pour mesurer l'angle de rotation  $\theta$ ).

Des inclinomètres ont été fixés sur le haut de l'éprouvette (cf. figure 4.7) pour mesurer l'angle de rotation des deux substrats en cours d'essai. Ces mesures permettront de calculer directement le taux de restitution d'énergie.

#### 4.1. Détermination des énergies de rupture des interfaces de faible et de forte adhésion.

Des essais DCB ont été effectués sur les éprouvettes TiC et TiA pour déterminer les énergies de rupture d'une interface forte et d'une interface faible. Les surfaces de rupture des éprouvettes TiA testées sont présentées sur la figure 4.8 et les courbes force/déplacement correspondant aux deux configurations sont présentées sur la figure 4.9. Pour les éprouvettes TiA, la rupture provoquée par l'absence d'un traitement de surface est adhésive. La surface de rupture reste lisse et aucun résidu de colle n'est observé sur le substrat. Alors que pour la deuxième zone des substrats où il y a présence de traitement, la rupture était totalement cohésive.

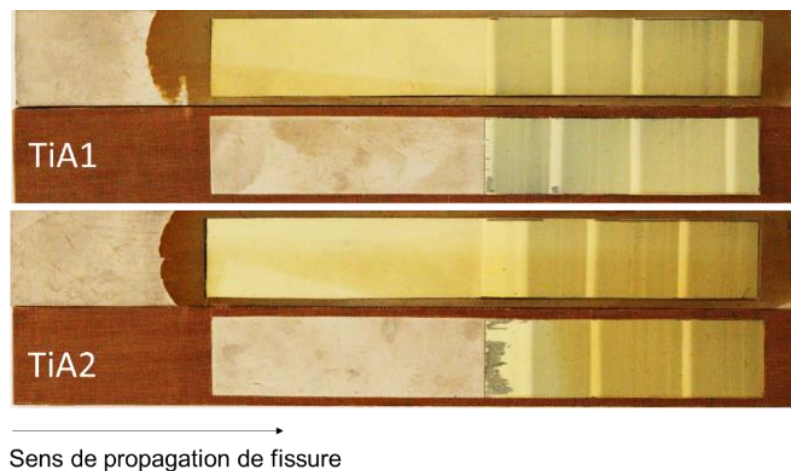


Figure 4.8. Surface de rupture des éprouvettes TiA

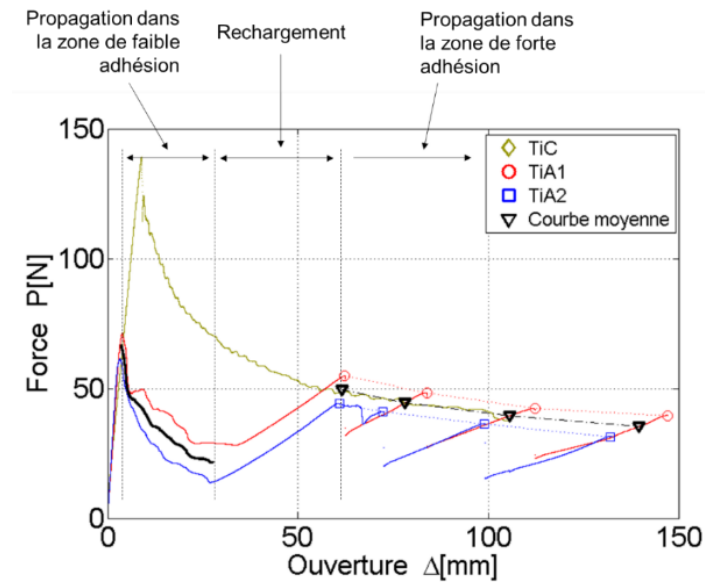


Figure 4.9. Courbes force/déplacement des éprouvettes TiC, TiA1 et TiA2

L'évolution moyenne de l'effort pendant la phase de propagation de fissure en fonction de l'ouverture de l'éprouvette dans le cas de la configuration TiA est présentée dans la figure 4.9. La première partie qui correspond à la propagation de la fissure dans la zone de mauvaise adhésion, permet de calculer l'énergie de rupture d'une interface faible. Cependant, l'énergie de rupture d'une interface forte est déterminée à partir de l'essai sur l'éprouvette TiC et la deuxième partie des éprouvettes TiA. On observe que dans cette région, la propagation de fissure est instable. Cette instabilité n'aura pas d'influence sur le calcul de l'énergie de rupture effective puisque seules les positions justes avant les sauts sont considérées. L'évolution moyenne est tracée en fonction des pics qui correspondent aux positions d'arrêt de la fissure. L'évolution de la longueur de fissure en fonction de l'ouverture de l'éprouvette est représentée sur la figure 4.10 et l'évolution du taux de restitution d'énergie sur la figure 4.11. Dans la zone de forte adhésion, la fissure est censée se propager plus lentement que dans la zone de faible adhésion mais les sauts de fissure brutaux influencent la vitesse de propagation de fissure. Dans le cas idéal, la position de la fissure doit coïncider avec la courbe TiC (présentée en vert) dans la zone de forte adhésion. La position théorique de la fissure correspondant aux éprouvettes TiA est présentée dans la figure 4.10.

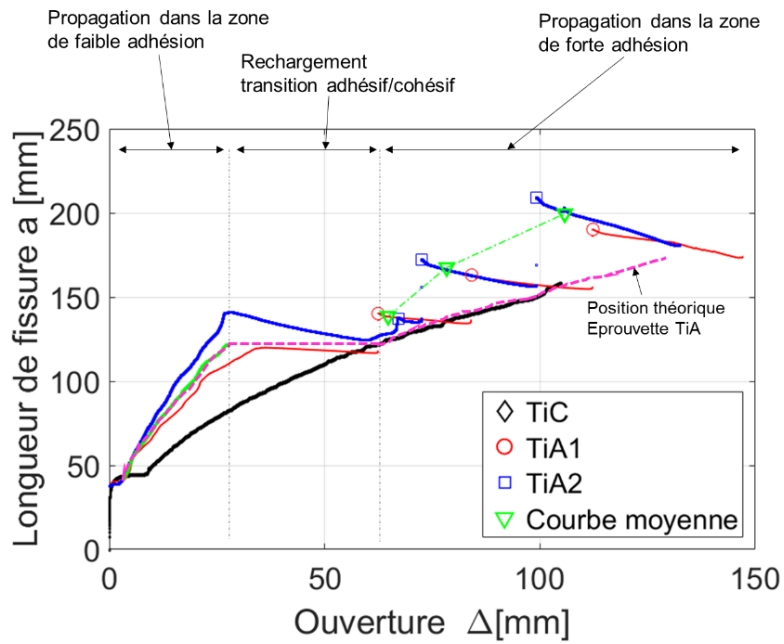


Figure 4.10. Évolution de la longueur de fissure en fonction de l'ouverture de l'éprouvette

Les taux de restitution d'énergie sont quasi-constants dans les zones de faible et forte adhésion. Les fluctuations sévères observées dans la deuxième moitié de l'éprouvette sont dues au phénomène du « stick slip ». En effet, quand le taux de restitution d'énergie augmente et dépasse la valeur critique de l'énergie de rupture, à une ouverture monotone et une fissure en arrêt, un saut de fissure brutal se produit en libérant de l'énergie potentielle.

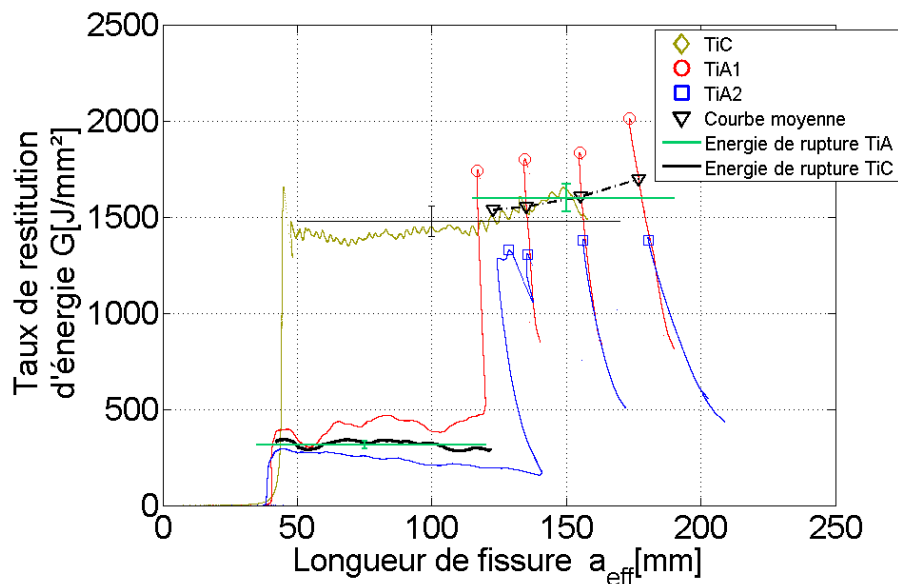


Figure 4.11. Évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure.

Les énergies des ruptures d'une interface de faible adhésion et une interface de forte adhésion déterminées sont répertoriées dans le tableau 4.2.

Tableau 4.2. Énergies de rupture d'une interface faible et forte

Interface faible, $G_c^w$	Interface forte, $G_c^s$
300 J/m <sup>2</sup>	1550 J/m <sup>2</sup>

Ces énergies serviront dans les analyses suivantes pour quantifier les effets des hétérogénéités d'interface plus complexes.

#### 4.2. Interface avec motif à largeur variable, TiT et TiTR

Pour mieux comprendre l'effet de la variation de propriétés de l'interface sur l'énergie de rupture, des motifs de forme triangulaire ont été gravés sur les substrats. Il s'agit de créer un gradient de surface de forte/mauvaise adhésion pour obtenir une variation continue de l'énergie de rupture le long de la zone collée comme le montre la figure 4.12. Pour les éprouvettes « TiT » l'aire de la surface de forte adhésion augmente et celle de faible adhésion diminue et inversement pour les éprouvettes « TiTR ».

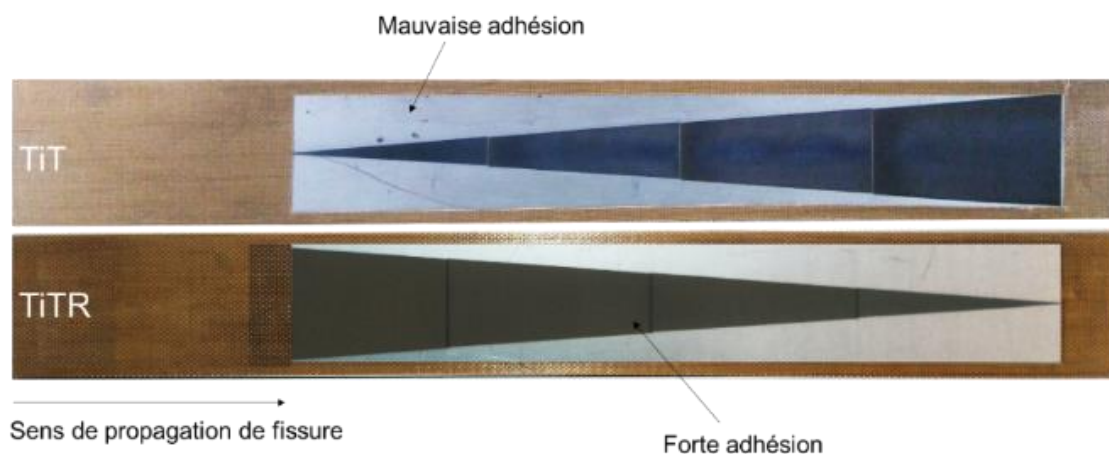


Figure 4.12. Éprouvettes traitées Laser. TiC : traitement complet  
TiT(i=1,2) et TiTR(i=1,2) motif en forme de triangle

Des essais DCB ont été effectués sur ces éprouvettes dans les mêmes conditions évoquées précédemment et leurs surfaces de rupture sont présentées sur la figure 4.13. Une rupture adhésive a été constatée dans les zones de mauvaise adhésion et une rupture cohésive dans les

zones de forte adhésion. La rupture cohésive ne s'est effectuée pas exactement dans le milieu de l'adhésif mais elle était très proche de l'interface dans le cas des éprouvettes TiTR puisqu'un résidu de colle a été observé en surface au moyen d'un microscope optique.

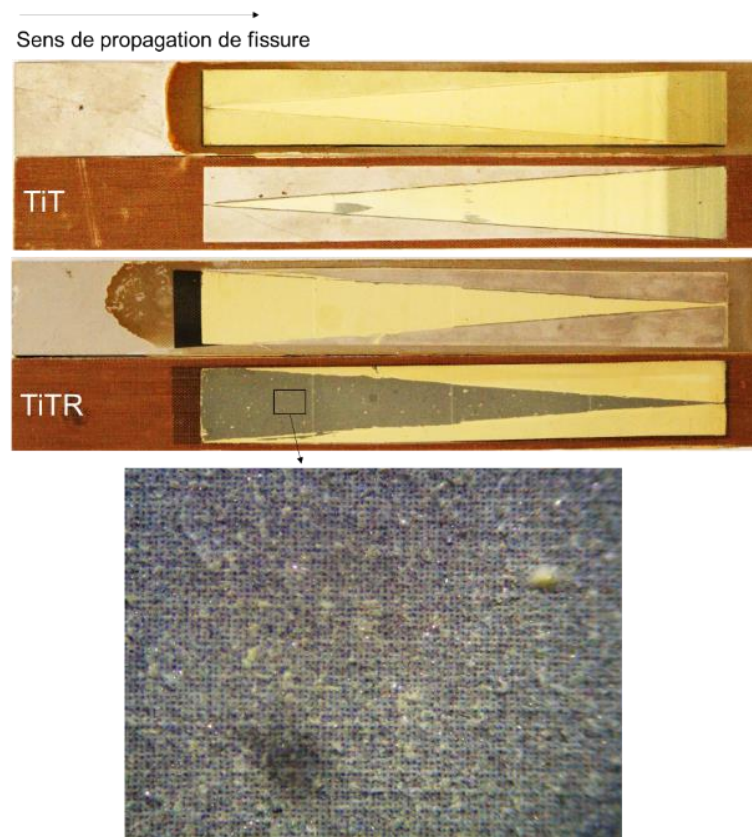


Figure 4.13. Surface de rupture des éprouvettes TiT et TiTR

L'effort de fissuration des éprouvettes TiT1, TiT2 (Figure 4.14), TiT1R et TiT2R (Figure 4.15) dépend des interfaces forte et faible. En effet, pour les configurations TiT1 et TiT2, l'effort de rupture au début de la propagation est presque égal à l'effort de rupture d'une interface faible. Dès que la largeur de la zone de faible adhésion diminue, l'effort de propagation tend vers l'effort de propagation de fissure dans une interface forte.



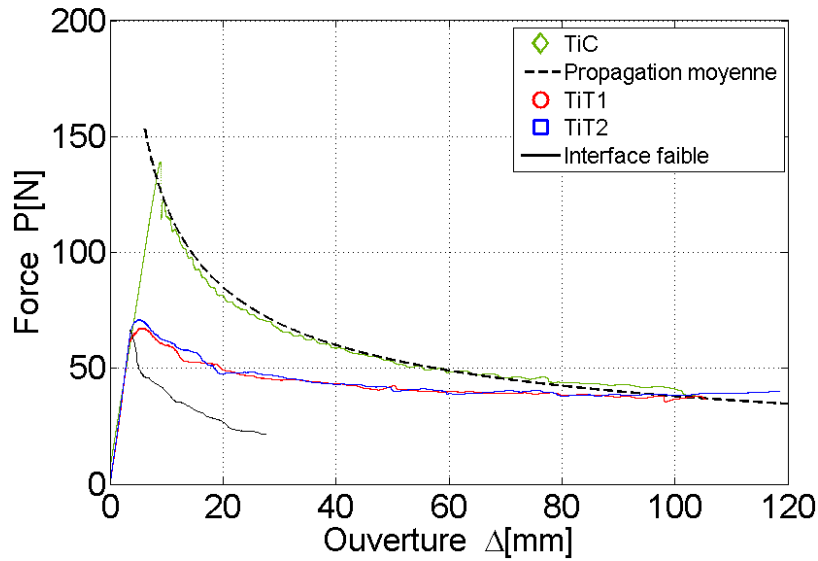


Figure 4.14. Courbes force/déplacement des éprouvettes TiT1 et TiT2

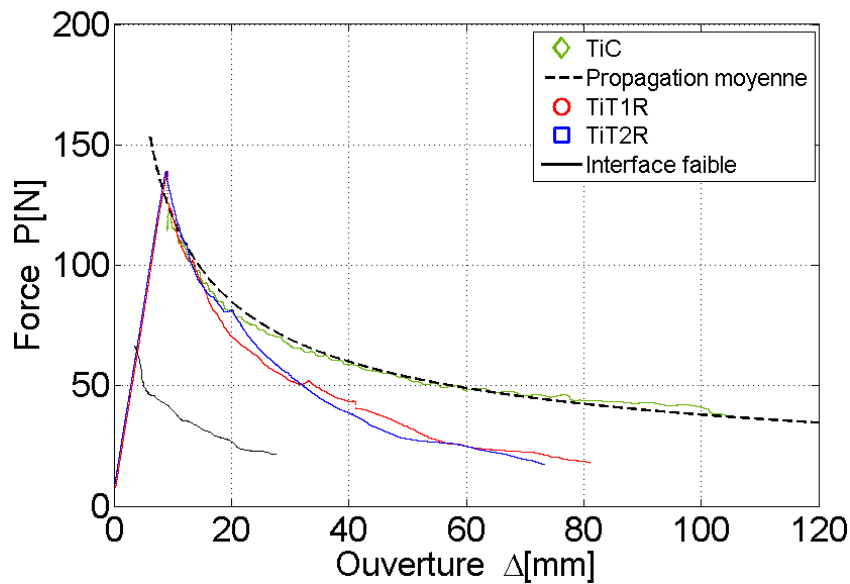


Figure 4.15. Courbes force/déplacement des éprouvettes TiT1R et TiT2R

L'évolution du taux de restitution d'énergie des éprouvettes TiT et TiTR a été tracée respectivement sur les figures 4.16 et 4.17. L'énergie de rupture au début de propagation correspond à celle d'une interface faible. Cependant, l'énergie de rupture à la fin de la longueur collée est égale à l'énergie de rupture d'une interface forte. De même pour les éprouvettes TiTR, la zone de forte adhésion est importante au début et faible à la fin de la zone collée.

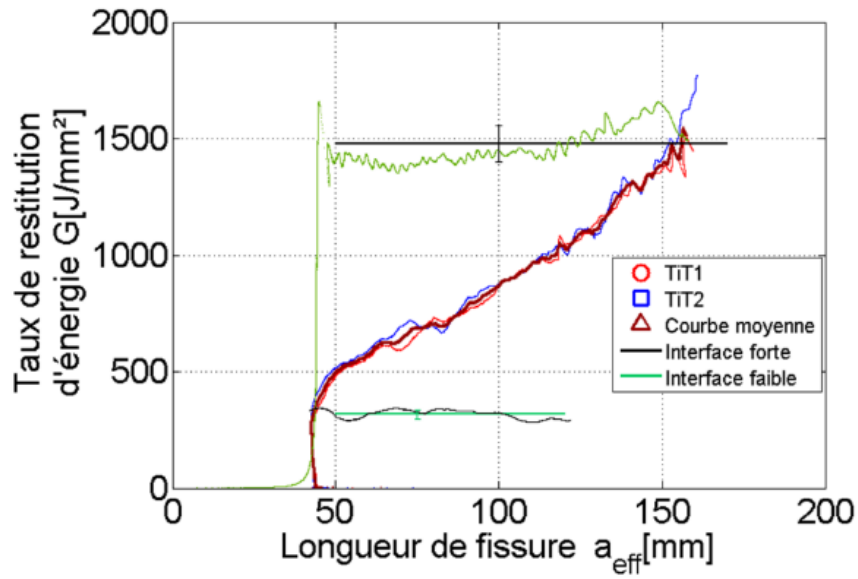


Figure 4.16. Évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure des éprouvettes TiT1, TiT2 et l'évolution moyenne.

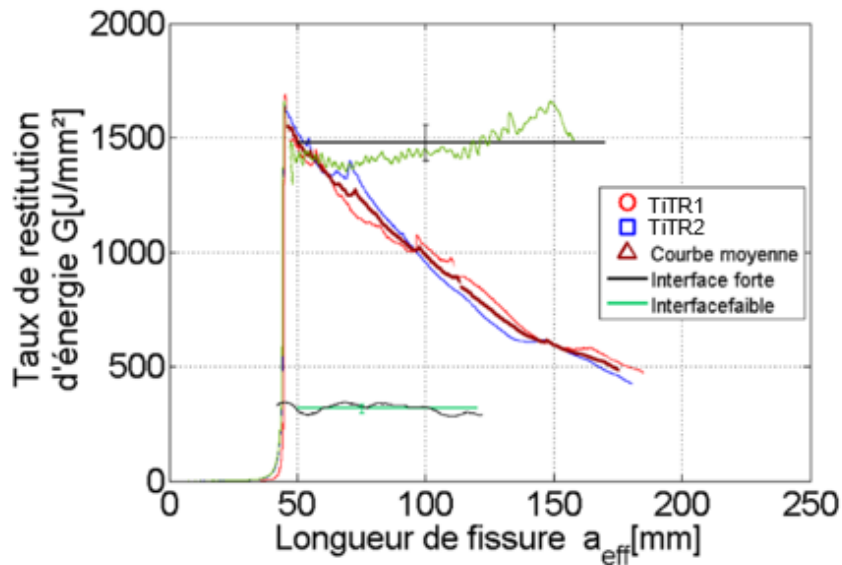


Figure 4.17. Évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure des éprouvettes TiTR1, TiTR2 et l'évolution moyenne.

L'évolution du taux de restitution d'énergie le long de la zone collée dépend directement de la fraction de la zone de faible/forte adhésion. En effet, le modèle théorique de propagation de fissure dans une interface hétérogène a été vérifié. L'approche analytique décrite par l'équation

3.7 est utilisée ici pour calculer l'évolution du taux de restitution d'énergie le long de la zone collée.

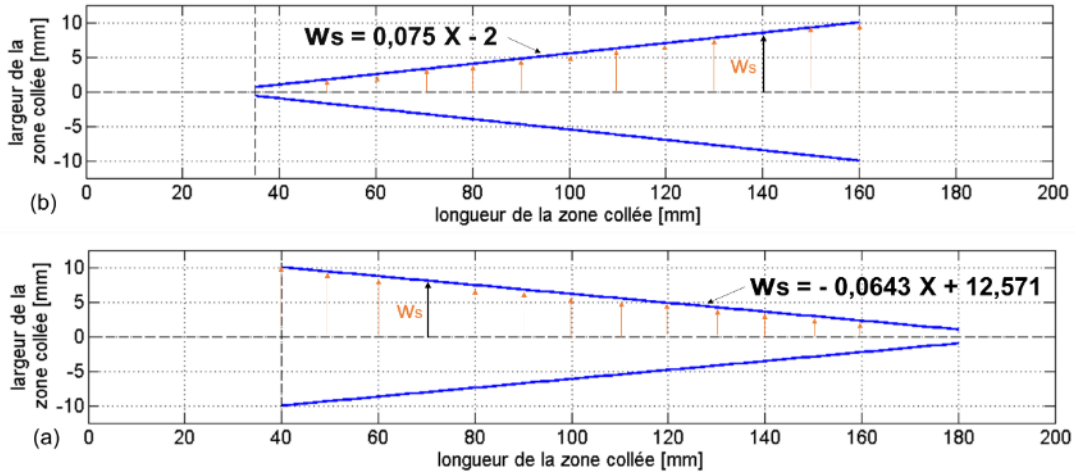


Figure 4.18. Profils des motifs en triangle. (a) : TiT, (b) : TiTR

La demi-largeur évolutive du motif est notée  $w_s$ . En se référant à la figure 4.18, les équations qui permettent de calculer l'énergie de rupture effective pour les deux configurations TiT et TiTR s'écrivent respectivement en posant  $f_s = \frac{2w_s}{w}$  :

$$G_{TiT} = Gc_s \left[ r^{3/4} + \frac{1.5a - 4}{w} (1 - r^{3/4}) \right]^{4/3} \quad (4.4)$$

$$G_{TiTR} = Gc_s \left[ r^{3/4} + \frac{0.129a - 25.14}{w} (1 - r^{3/4}) \right]^{4/3} \quad (4.5)$$

La superposition de l'évolution du taux de restitution d'énergie calculée analytiquement avec celle issue des expériences est présentée dans les figures 4.19 et 4.20 respectivement pour les configurations TiT et TiTR. Une parfaite coïncidence entre les résultats expérimentaux avec ceux issus du calcul analytique a été observée. Dans les figures 4.21 et 4.22, les taux de restitution d'énergie sont tracés en fonction de la fraction de la zone de forte adhésion pour les configurations TiT et TiTR. Ces évolutions ont été approchées analytiquement utilisant le modèle décrit par l'équation 3.7 et la loi de mélange des moments décrite par l'équation 3.10. Une bonne corrélation a été obtenue avec ces deux modèles montrant bien l'abatement par rapport à l'évolution linéaire obtenue avec la loi de mélange des énergies (équation 3.1).

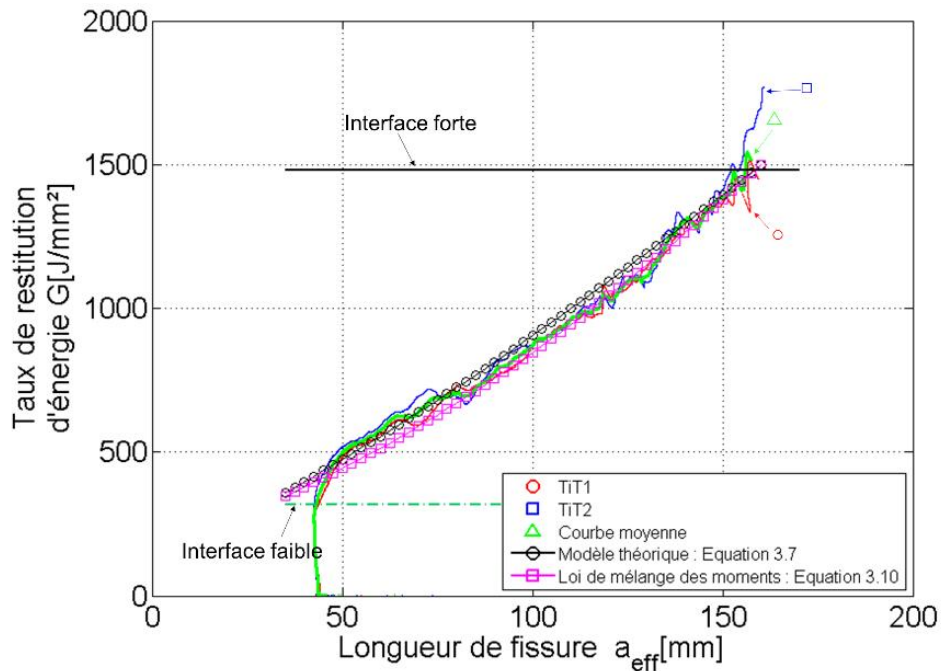


Figure 4.19. Vérification du modèle analytique avec les configurations TiT

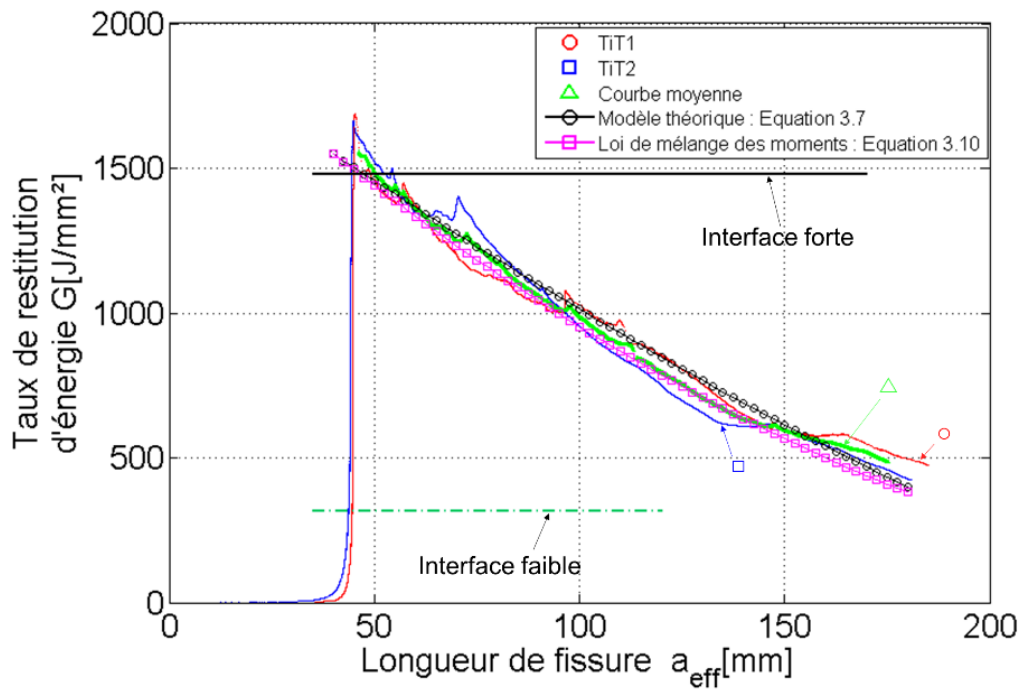


Figure 4.20. Vérification du modèle analytique avec les configurations TiTR

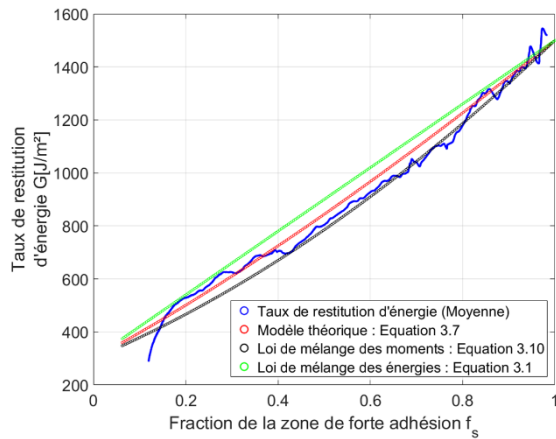


Figure 4.21. Évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la fraction de la zone de forte adhésion pour la configuration TiT

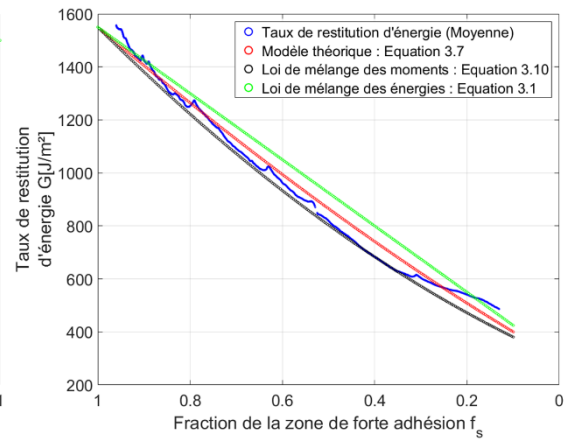


Figure 4.22. Évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la fraction de la zone de forte adhésion pour la configuration TiTR

### 4.3. Interface avec défauts carrés, TiSQ

Les éprouvettes TiSQ qui contiennent des défauts de forme carrée de taille  $2 \times 2 \text{ mm}^2$ ,  $5 \times 5 \text{ mm}^2$ ,  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  et  $15 \times 15 \text{ mm}^2$  sont présentées sur la figure 4.23. L'objectif de cet essai est d'observer l'influence de la taille d'une zone de faible adhésion sur la propagation de fissure et l'énergie de rupture.

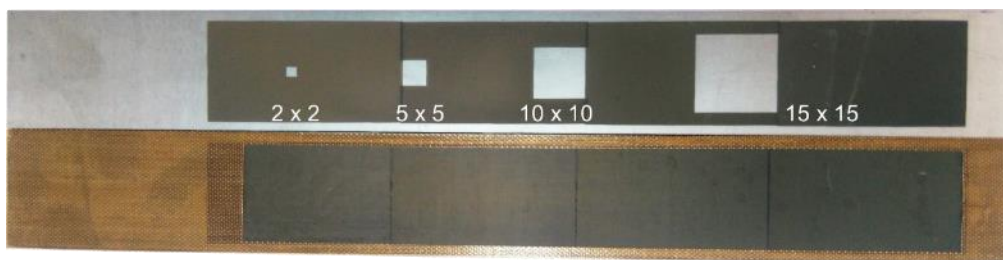


Figure 4.23. Photo de la configuration TiSQ

Les éprouvettes ont été équipées de deux inclinomètres pour mesurer l'angle de rotation des substrats lors des essais. Les surfaces de rupture des éprouvettes TiSQ sont présentées sur la figure 4.24. Les faciès de rupture des éprouvettes montrent qu'une rupture adhésive a été obtenue à l'emplacement des défauts et une rupture cohésive dans les zones traitées, même si elle est très proche de l'interface.

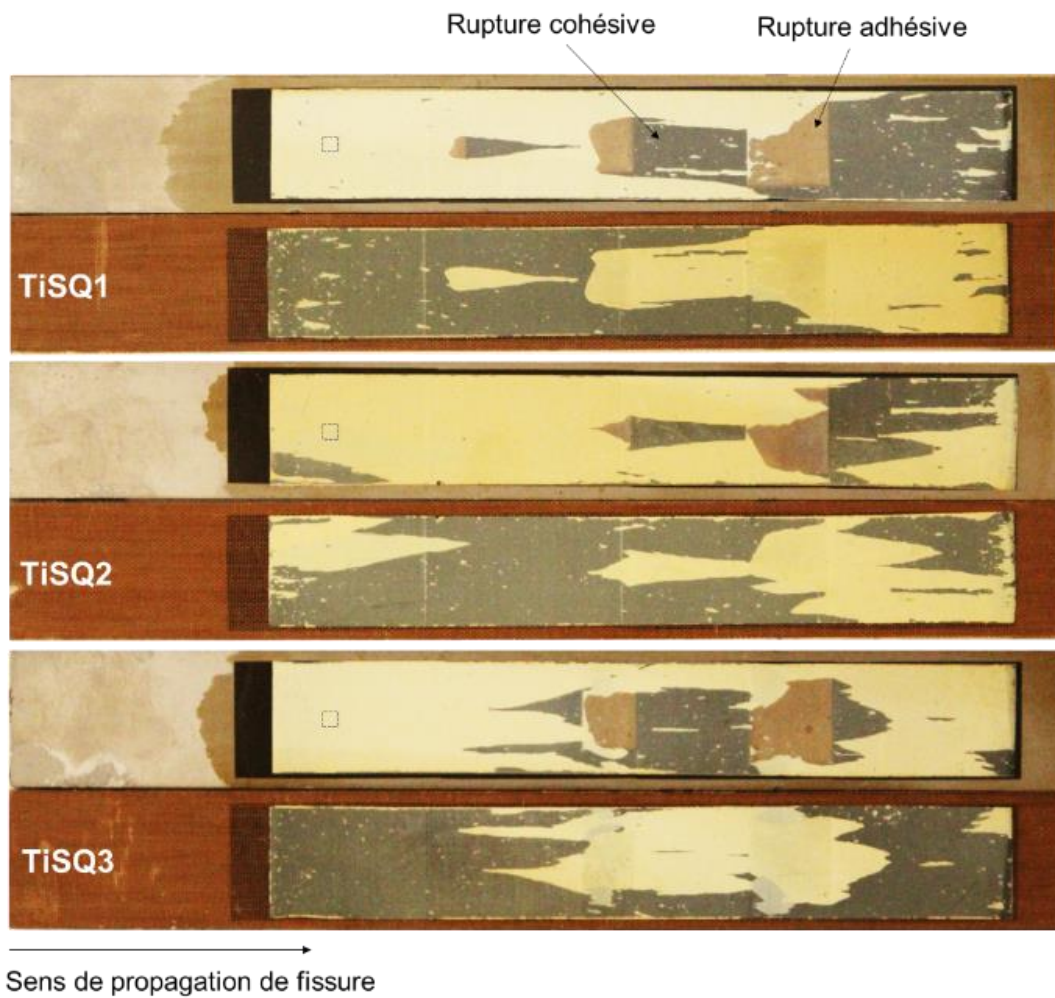


Figure 4.24. Surfaces de rupture des éprouvettes TiSQ (1, 2,3)

Les courbes force/déplacement des éprouvettes TiSQ sont tracées sur la figure 4.25. Les courbes de propagation moyenne d'une interface forte et celle d'une interface avec défauts sont également représentées.

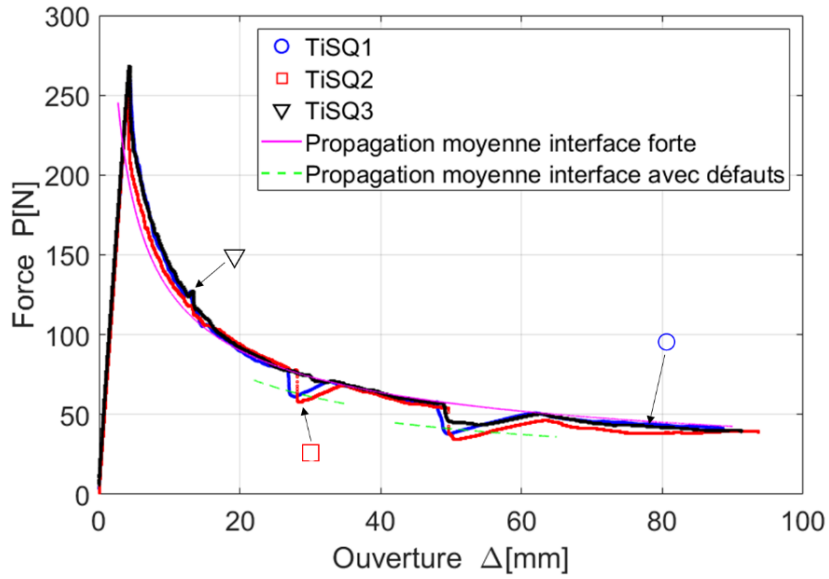


Figure 4.25. Courbes Force/déplacement des éprouvettes TiSQ.

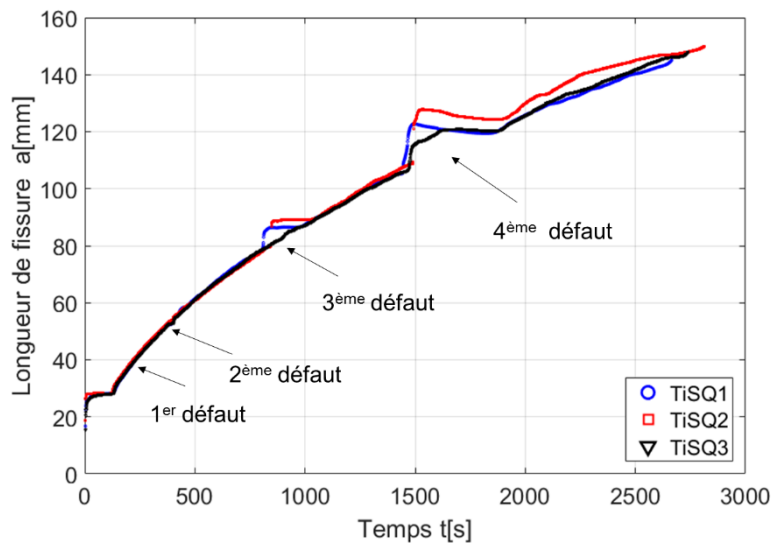


Figure 4.26. Évolution de la longueur de fissure en fonction du temps.

Le premier défaut de largeur 2 mm n'a pas été détecté par la fissure pour les 3 essais et la rupture était totalement cohésive. Le deuxième défaut a été difficilement détecté. En effet, une rupture adhésive est apparue que sur une seule éprouvette et son effet sur la propagation et l'avancée de fissure n'a pas été remarquable (cf. figure 4.26). Une hausse légère de l'effort a été constatée sur les courbes force/déplacement (voir figure 4.25) et est causée par une surépaisseur dans le traitement due à un recouvrement du matériau fondu.

Le taux de restitution d'énergie, tracé sur la figure 4.27 a été calculé en utilisant les méthodes SBT et  $J(\theta)$ . Les angles d'ouverture qui ont servi pour le calcul de  $J(\theta)$ , ont été mesurés en utilisant des inclinomètres attachés aux talons collés sur les bords libres des éprouvettes. Le taux de restitution d'énergie est directement influencé par l'existence des défauts.

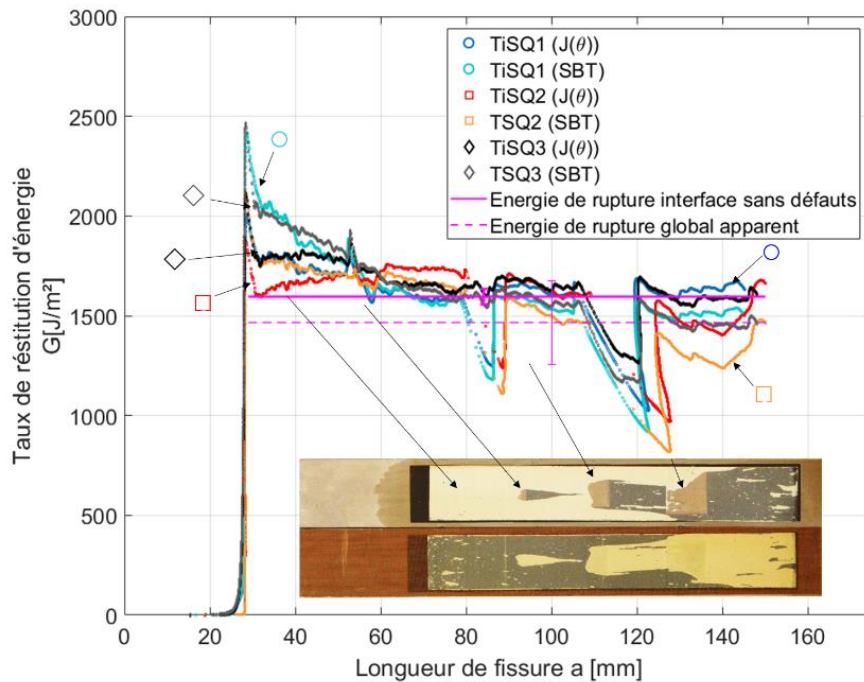


Figure 4.27. Taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure des éprouvettes TiSQ.

L'énergie de rupture locale au niveau d'un défaut d'adhésion peut être estimée en utilisant le modèle théorique de propagation de fissure en interaction avec des défauts transversaux et le modèle théorique de propagation de fissure dans une interface contenant des défauts longitudinaux.

Le modèle de propagation de fissure décrit par l'équation 4.3 permet de retrouver les valeurs des nouvelles positions d'équilibre après la traversée des défauts. La figure 4.28 présente un schéma explicatif du calcul effectué.



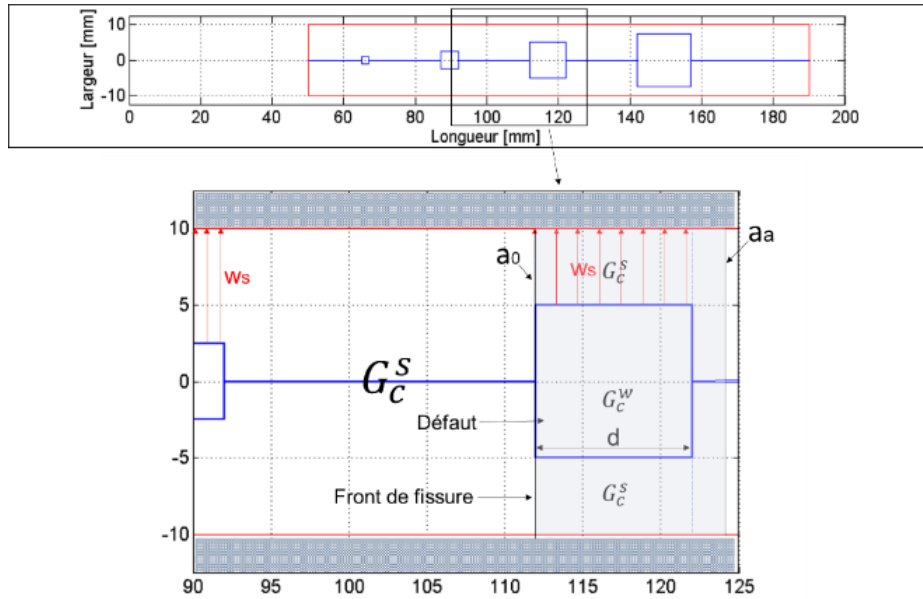


Figure 4.28. Schéma explicatif pour calculer la propagation de fissure dans le cas d'un défaut de forme carrée ou rectangulaire.

Chaque défaut est calculé en utilisant l'équation 4.3 et en se référant au schéma présenté dans la figure 4.28. Les positions calculées analytiquement ont été superposées avec les positions obtenues expérimentalement et reportées dans la figure 4.29. Ils y sont reportés aussi les positions des sauts de fissure calculées en conditions dynamiques de propagation.

$$3 \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^4 + \left[ 3 \frac{d}{a_0} \left( \left[ \left( \frac{G_c^W}{G_c^S} \right)^{3/4} + \frac{2W_s}{w} \left( 1 - \left( \frac{G_c^W}{G_c^S} \right)^{3/4} \right) \right]^{4/3} - 1 \right) - 4 \right] \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^3 + 1 = 0 \quad (4.6)$$

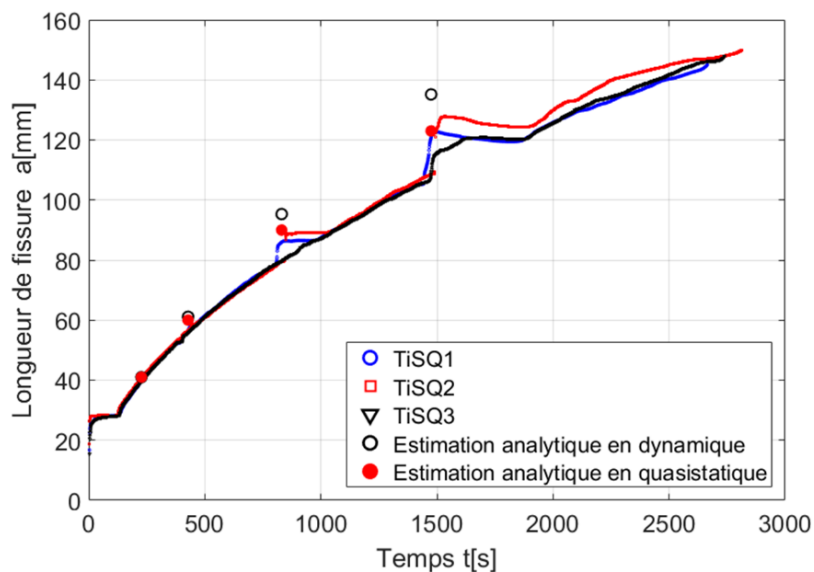


Figure 4.29. Superposition de l'estimation théorique du saut de fissure avec les résultats expérimentaux.

#### 4.4. Interface avec défauts circulaires TiCL

La configuration TiCL a été également testée dans les mêmes conditions évoquées dans les paragraphes précédents. Les surfaces de rupture des éprouvettes testées sont présentées dans la figure 4.30. Les défauts circulaires étaient partiellement découverts par la fissure.

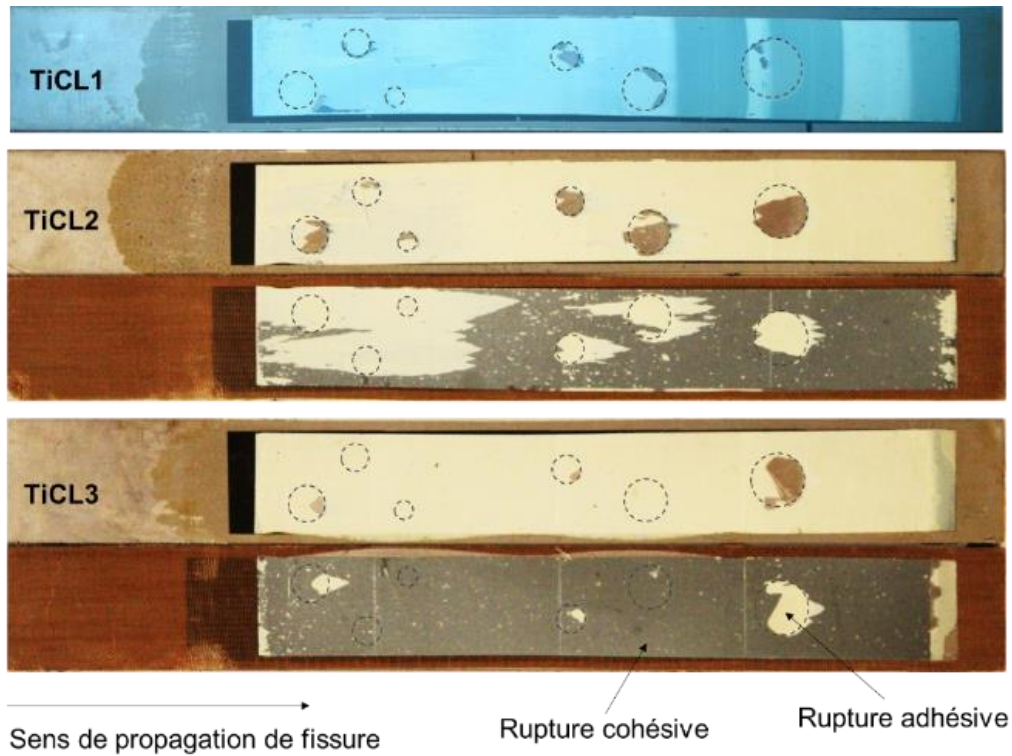


Figure 4.30. Surface de rupture des éprouvettes TiCL

Les défauts de surface circulaires n'ont pas un effet significatif sur la propagation de fissure et le taux de restitution d'énergie. En effet, les perturbations causées par les défauts sont peu visibles sur les courbes force/déplacement et les courbes d'évolution du taux de restitution d'énergie présentées respectivement dans les figures 4.31 et 4.32.

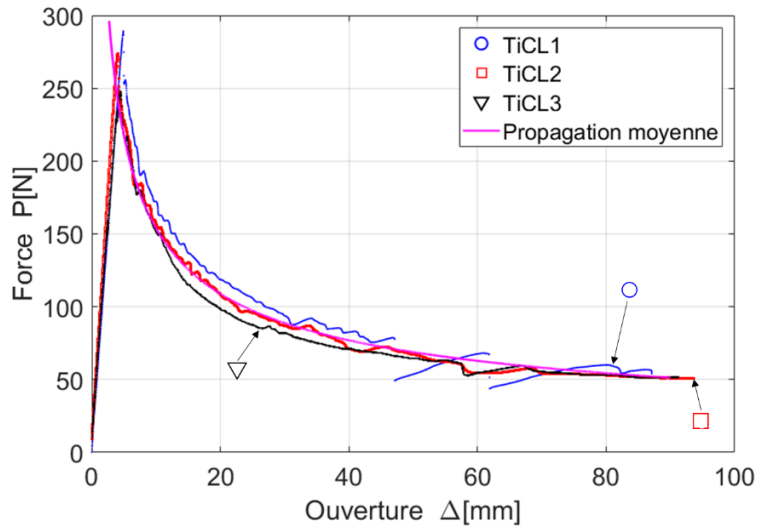


Figure 4.31. Courbes force/déplacement des éprouvettes TiCL

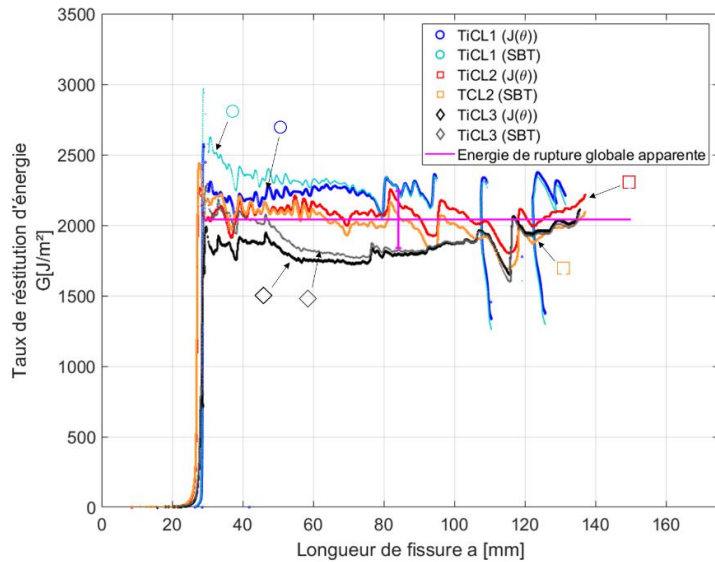


Figure 4.32. Taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure.

Une estimation analytique des positions d'arrêt de la fissure lors de la traversée des défauts circulaires est effectuée utilisant l'équation 4.3 et en se référant au schéma explicatif présenté dans la figure 4.33. La longueur du défaut représente le diamètre du cercle et est notée  $d$ . Quant à la largeur du défaut, notée  $w_f$ , elle représente la longueur de la corde évolutive en fonction de la longueur. On a tracé sur la figure (4.34) l'évolution de la largeur d'un défaut de diamètre 12 mm.

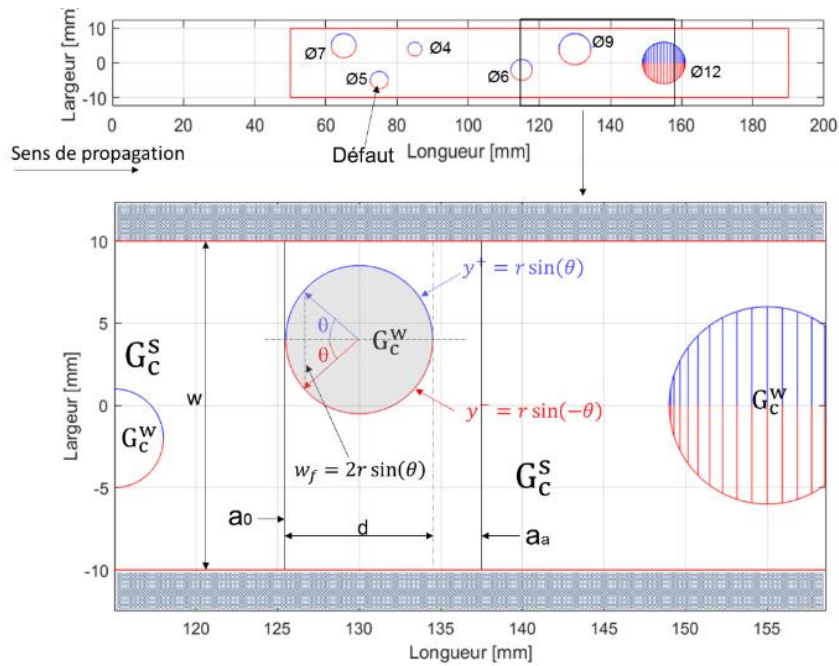


Figure 4.33. Schéma explicatif pour calculer la propagation de fissure dans le cas d'un défaut de forme circulaire

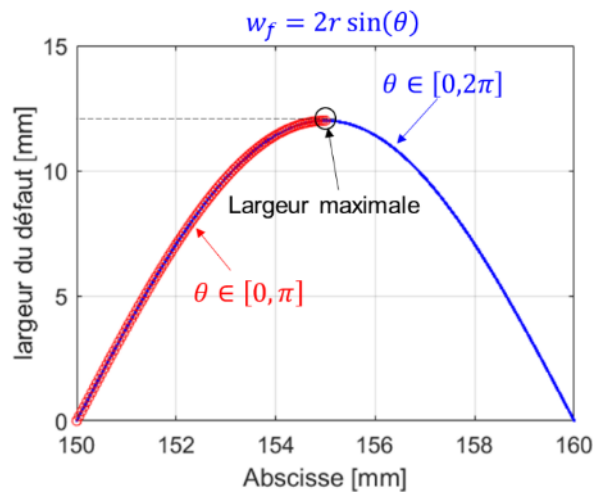


Figure 4.34. Évolution de la largeur du défaut circulaire

L'équation 4.3 s'écrit en fonction de  $\theta \in [0, \pi]$  correspondant à une largeur maximale du défaut, et  $r$ , le rayon du défaut, comme dans l'équation (4.4). Cette équation permet d'estimer analytiquement, en conditions dynamiques de propagation, les positions des sauts de fissure provoqués par l'existence de défauts. Ces estimations sont présentées dans la figure 4.35 ainsi que les positions estimées en conditions quasi-statiques.

$$3 \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^4 + \left[ 3 \frac{d}{a_0} \left( \left[ \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} \right)^{3/4} + \left( 1 - \frac{2r \sin(\frac{\theta}{2})}{w} \right) \left( 1 - \left( \frac{G_c^w}{G_c^s} \right)^{3/4} \right) \right]^{4/3} - 1 \right) - 4 \left( \frac{a_a}{a_0} \right)^3 + 1 \right] = 0 \quad (4.7)$$

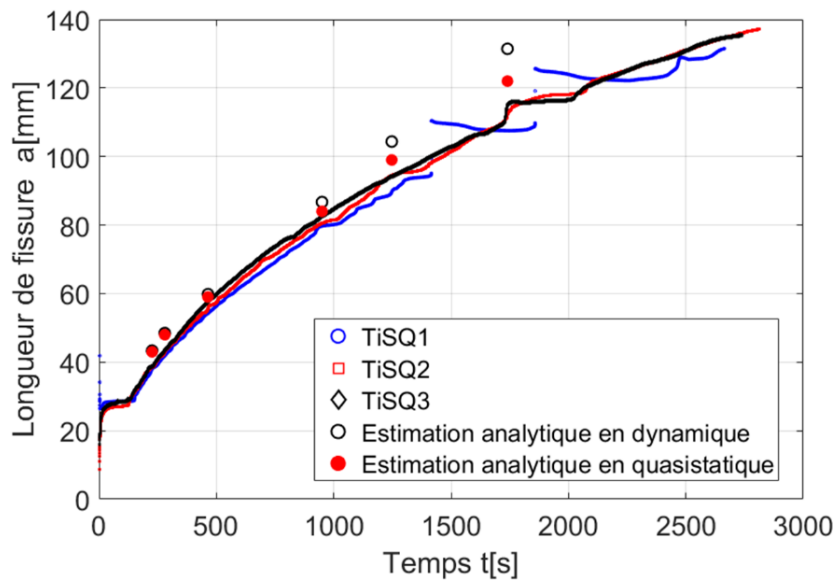


Figure 4.35. Superposition de l'estimation analytique du saut de fissure avec les résultats expérimentaux.

#### 4.5. Interface avec défauts de type bandes transversales, TiPS

La dernière configuration TiPS testée est un lot de 3 éprouvettes contenant des défauts transversaux de largeur  $d$ . Dans ce cas de figure, les défauts ont été créés sur les deux surfaces des éprouvettes comme montré dans la figure 4.4. Les conditions des tests sont identiques aux essais précédents et les surfaces de rupture sont présentées dans la figure 4.36.

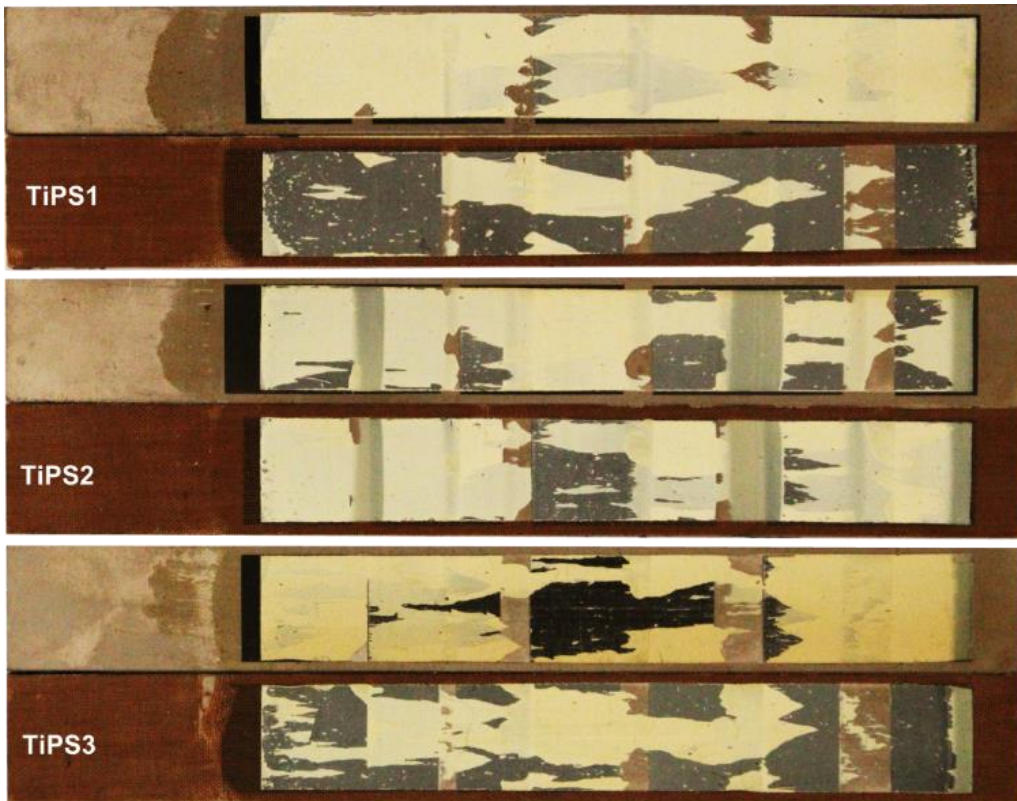


Figure 4.36. Surface de rupture des éprouvettes TiPS.

Les surfaces de rupture présentent des ruptures adhésives, parfois mixtes dans les défauts, et des ruptures cohésives ailleurs. Les réponses mécaniques des éprouvettes sont présentées dans la figure 4.37 ainsi que le taux de restitution d'énergie dans la figure 4.38.

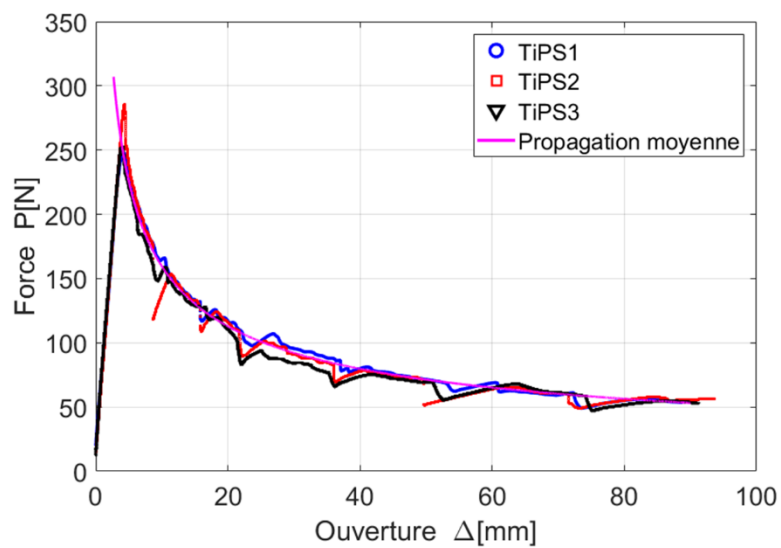


Figure 4.37. Courbes force/déplacement des éprouvettes TiPS.

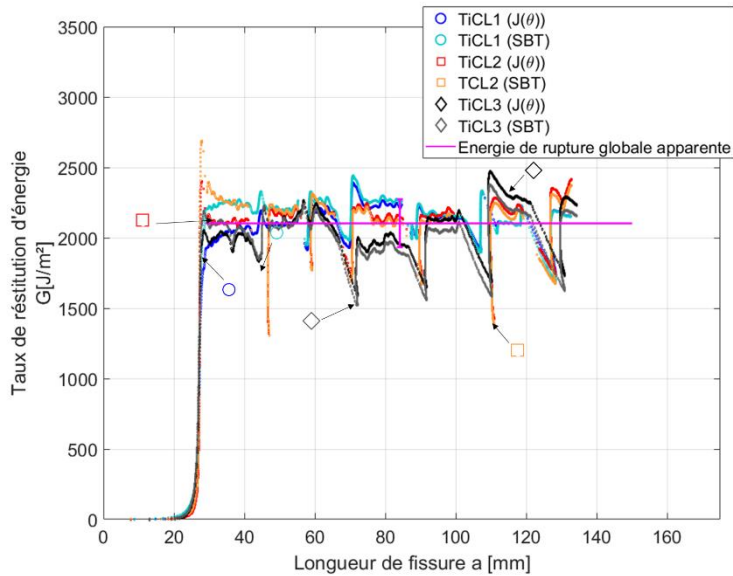


Figure 4.38. Taux de restitution d'énergie des éprouvettes TiPS.

Les perturbations sur dans les courbes force/déplacement et les courbes du taux de restitution d'énergie pendant la phase de propagation sont dues aux défauts créés sur les surfaces des substrats. La propagation de fissure est influencée par la variation de l'énergie de rupture locale due à la variation des propriétés de l'interface. Contrairement aux éprouvettes en alliage d'aluminium testées dans les chapitres précédents où le contraste des énergies des surfaces de forte et de faible adhésion est important, la surface non traitée dans ces essais possède une énergie d'adhésion non négligeable qui amortit le saut de fissure.

Les positions de fissure après les sauts effectués peuvent être estimées en condition quasi-statique où dynamique en utilisant l'équation 3.23. En quasi-statique, le saut de fissure après la traversée d'un défaut est égal à la largeur de ce dernier (cf. Figure 4.39). Les positions d'arrêt de la fissure calculées en quasi-statique et en dynamique sont reportées dans la figure 4.40.

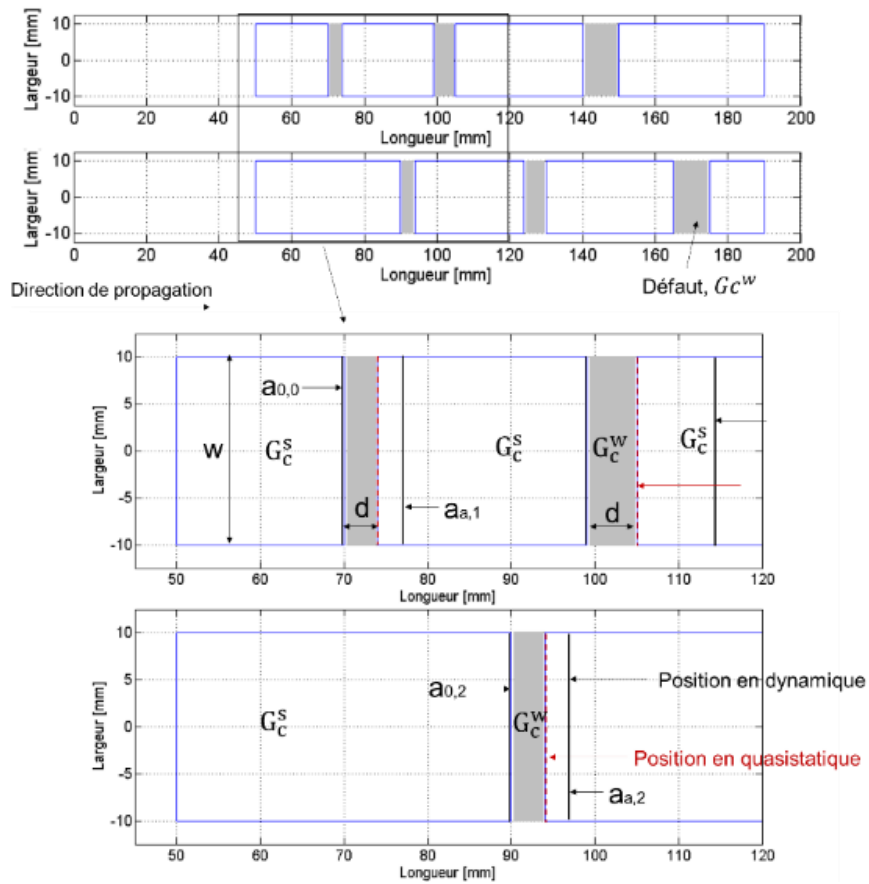


Figure 4.39. Schéma explicatif pour calculer la propagation de fissure dans le cas d'un défaut de type bande transversale en condition de propagation dynamique et quasi-statique

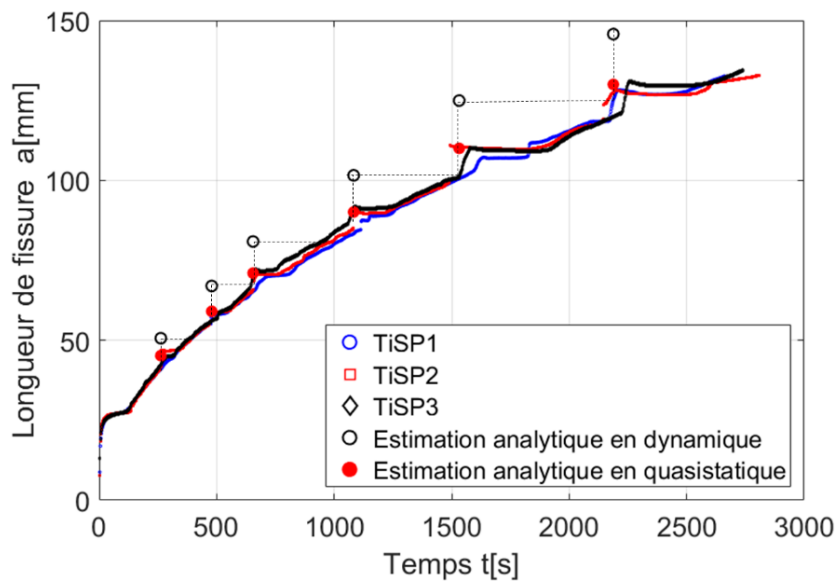


Figure 4.40. Superposition de la position d'arrêt de fissure estimée analytiquement avec les résultats expérimentaux.



## 5. Conclusion

Durant ce chapitre, différentes configurations ont été testées afin de vérifier l'approche analytique de propagation de fissure développée dans le chapitre précédent. Des éprouvettes en alliage de titane ont été traitées avec des rayons laser. La surface obtenue se caractérise par une structure poreuse qui a favorisé l'ancrage de l'adhésif et la mouillabilité.

Dans un premier lieu, les énergies de rupture d'une interface forte et une interface faible ont été déterminées en utilisant les éprouvettes TiC et TiA. Ces énergies serviront comme données de base pour effectuer des calculs sur des éprouvettes contenant des défauts de formes complexes. Les éprouvettes contenant des motifs de forme triangulaire ont permis de vérifier le modèle d'homogénéisation décrit par l'équation 3.7. Ce modèle consiste à calculer une énergie macroscopique locale en fonction de la fraction et des énergies de rupture des zones de mauvaise et forte adhésion. Les calculs issus du modèle analytique ont montré une parfaite coïncidence avec l'évolution du taux de restitution d'énergie le long de la zone collée. Les éprouvettes contenant des défauts de forme carrée TiSQ et de forme circulaire TiCL ont été vérifiées en utilisant le modèle analytique complet en condition dynamique. Les résultats des éprouvettes contenant des défauts de type bandes transversales TiSP ont été vérifiés en utilisant le modèle analytique développé en condition dynamique et décrit par l'équation 3.23. Les calculs en dynamique ont surestimé les sauts de fissure après la traversée du défaut. Tandis qu'en condition quasi-statique de propagation, les positions de la fissure estimées coïncident parfaitement avec celles obtenues expérimentalement. L'effet de l'inertie pendant la propagation de fissure dans le cas des éprouvettes testées est négligeable voire inexistant. Les substrats en alliage de titane, moins épais et moins rigides, se déforment plus au niveau du front de fissure. Cette déformation importante permet d'accompagner la propagation de fissure qui reste statique. En comparant aux éprouvettes en alliage d'aluminium testées dans le chapitre précédent, la rigidité et la masse des substrats sont importantes ce qui favorisera l'apparition des effets liés à l'inertie lors de la libération de l'énergie potentielle.

## Conclusion générale et perspectives

Ce travail de thèse consistait à comprendre les effets des défauts d'adhésion sur la résistance mécanique des assemblages collés et à développer un outil analytique fiable pour prédire la propagation de fissure dans une interface hétérogène. Le collage structural est de plus en plus utilisé dans tous les domaines remplaçant le rivetage, le soudage et l'assemblage boulonné à cause de ses nombreux avantages comme l'allègement de structure et la répartition des chargements qui permettent d'éviter la concentration de contraintes. La qualité d'assemblage est néanmoins fortement liée au traitement de surface avant collage qui doit être réalisé minutieusement afin de ne pas générer des défauts dans les joints. Depuis l'accident d'Aloha Airlines en 1988, le collage et le contrôle des assemblages collés ont connu une croissance, mais jusqu'à ce jour, il n'existe pas vraiment une méthode non destructive capable de détecter un défaut d'adhésion lié à un mauvais traitement de surface. Le seul recours est alors de réaliser des essais destructifs sur des éprouvettes en imitant le plus possible la situation réelle afin d'essayer de quantifier la résistance de cet assemblage miniaturisé et estimer l'endommagement en calculant la longueur de propagation de fissure.

L'analyse bibliographique réalisée dans le chapitre 1 a permis de prendre connaissance de la nature des défauts, des types de rupture des joints adhésifs et des traitements de surface utilisés pour préparer les substrats avant collage. De plus, un résumé des travaux réalisés sur l'étude des interfaces hétérogènes a été effectué afin d'examiner de près les méthodes analytiques, les essais mécaniques et l'instrumentation utilisés.

Après avoir pris connaissance des différents traitements de surface et des différents outils et moyens techniques qui peuvent être utilisés pour analyser les phénomènes physiques mis en jeu pendant les essais mécaniques, le chapitre 2 a présenté les matériaux et les méthodes utilisés ainsi que les premiers essais de caractérisation des interfaces de faible et de forte adhésion. Dans ce chapitre, une étude qualitative pour vérifier le cycle de durcissement de l'adhésif et le traitement de surface adopté a été effectuée. Le traitement de surface choisi pour l'étude est un décapage avec une solution à base de NaOH suivi d'un autre décapage avec une solution composée d'acide sulfurique, de sulfate de fer III et d'eau déminéralisée. Ce traitement a été vérifié qualitativement avec des essais de mouillage, des observations microscopiques et des tests de fissuration. Les ruptures obtenues avec ce traitement sont toujours cohésives avec un joint de colle dense et homogène. Une fois le traitement de surface fixé, une interface forte homogène a été caractérisée en déterminant une énergie de rupture effective.

Dans le chapitre 3, des interfaces contenant des défauts d'adhésion ont été étudiées. Le problème a été décomposé en deux grandes parties. Un défaut d'une forme aléatoire est en effet une superposition entre un défaut transversal et un défaut longitudinal. Après avoir effectué les essais de fissuration sur des éprouvettes contaminées par des défauts transversaux et longitudinaux, des modèles analytiques permettant d'estimer le saut de fissure après la traversée d'un défaut en condition quasi-statique et dynamique de propagation ont été développés. La variation du taux de restitution d'énergie d'une interface contenant des défauts de type bandes longitudinales ne varie pas linéairement suivant la loi de mélange simple mais suit une allure un peu courbée. Cela est dû au comportement de l'adhésif sollicité en cisaillement au niveau des lignes entre la zone de faible adhésion et de forte adhésion. À l'issue de la décomposition du modèle en deux parties et en se basant sur les modèles élémentaires, un modèle plus complet décrivant l'effet d'un défaut de forme aléatoire a été développé. Des simulations numériques ont été faites à la fin du chapitre pour simuler les essais de fissuration réalisés en utilisant la méthode de loi de zone cohésive. Les paramètres de la loi de zone cohésive nécessaires, ont été déterminés expérimentalement. Les résultats issus de la simulation ont été confrontés aux résultats expérimentaux et une très légère différence a été constatée. Cela est probablement dû à l'imprécision des paramètres de la loi de zone cohésive car la contrainte locale de traction a été déterminée de façon approximative. Néanmoins, le modèle numérique reste fiable et un ajustement des paramètres de simulation est nécessaire.

Finalement, dans la dernière partie de ce manuscrit, les modèles analytiques développés dans le chapitre précédent ont été vérifiés en réalisant des essais de fissuration sur des éprouvettes en alliage de titane. Les substrats en alliage de titane ont subi un traitement de surface laser sur la totalité de la zone collée ou localement pour créer un gradient d'énergie de surface. Les essais de fissuration ont été exécutés dans les conditions fixées dans le chapitre 2. Les résultats expérimentaux trouvés se superposent parfaitement avec les résultats analytiques. Il a été constaté aussi que la propagation de fissure était quasi-statique même en rencontrant des zones de faible adhésion et que les sauts de fissure peuvent être vérifiés avec le modèle analytique de propagation de fissure en quasi-statique. Ceci est dû à l'absence de l'inertie lors de la propagation qui est un paramètre qui dépend fortement de la masse de l'éprouvette. En effet, les éprouvettes en alliage de titane en comparaison avec les éprouvettes en alliage d'aluminium, sont moins épaisses et se déforment plus en front de fissure ce qui permet d'accompagner la propagation et empêcher des sauts brutaux.

À l'issue de ce travail, une première perspective peut être envisagée. Elle consiste à déterminer plus précisément les lois de zone cohésive expérimentalement et à développer un modèle numérique plus fiable qui tient compte des interactions physiques entre les zones de faible et de forte adhésion. Cela permettra de prédire le comportement de quelques assemblages sans avoir recours à des essais expérimentaux.

Une autre piste intéressante à développer consisterait à sortir du cadre de l'analyse des essais DCB pour un cadre plus général. L'idée est d'étendre le modèle analytique développé et qui a montré sa fiabilité vers des structures plus grandes. Il serait également intéressant d'étudier l'effet de l'inertie et de la vitesse de sollicitation sur la propagation de fissure. L'inertie est un paramètre important à prendre en compte dans les calculs. En effet, la propagation de fissure dépend fortement de la présence d'un effet lié ou non à l'inertie. Une perspective à envisager est d'étendre le modèle développé en y ajoutant le paramètre décrivant l'inertie pour qu'il soit généralisé.

Les assemblages collés sont présents dans des environnements climatiques sévères. En aéronautique par exemple, les assemblages collés subissent simultanément des sollicitations mécaniques et climatologiques. Il faudra donc penser à étudier l'efficacité des assemblages collés dans ces conditions. Une étude paramétrique est alors à envisager. Elle prendra en compte l'effet de la température (chaleur, froid), l'effet de l'humidité ou de la salinité du milieu de service sur la propagation de fissure dans des structures présentant des contaminations de surface. Le but de cette perspective serait de coupler les conditions environnementales avec les sollicitations mécaniques et la nature des défauts d'adhésion afin de prédire leurs nocivités sur la propagation de fissure, la résistance et la durabilité de l'assemblage.

# Références

- [1] National Transportation Safety Board Bureau of Accident Investigation Washington, D.C. 20594, Aircraft Accident Official Report- Aloha Airlines, Flight 243, Boeing 737-200, N73711, near Maui, Hawaii, April 28, 1988 - June 14, 1989
- [2] M. Barquins, K. Fadel, "Adhésion et collage," *Découverte*, vol. 271, pp. 31-46, 1999.
- [3] P. Cognard, "Collage des matériaux- Mécanismes, classification des colles," *Techniques de l'ingénieur*, vol. BM7615, 2002.
- [4] E.D Ceretti, B. Monasse, "Assemblage des matériaux par collage," vol. AM3758:10, 2008.
- [5] Barkhimer, J., Erich, M., & Nair, G. (2015). Effect of Time Delay between Etching and Adhesive Bonding ("Outlife" Time) on Lap-Shear Strength of Aluminum Alloys Using Environmentally-Friendly P2 Etch.
- [6] Park, S. Y., Choi, W. J., Choi, H. S., Kwon, H., & Kim, S. H. (2010). Recent trends in surface treatment technologies for airframe adhesive bonding processing: a review (1995–2008). *The Journal of Adhesion*, 86(2), 192-221.
- [7] Adams R.D., Cawley P., A review of defect types and nondestructive testing techniques for composites and bonded joints. *NDT International*, 21(4): p. 208–222. 1988.
- [8] Maxwell J. D., Andrew McG, Assessing Adhesive Bond Failures: Mixed-Mode Bond Failures Explained, June 2010. Page 5 of 12.
- [9] Davis, M.J. and Bond, D.A. The importance of failure mode identification in adhesive bonded aircraft structures and repairs. in *ICCM 12*. Paris, France. 1999.
- [10] Baudot, A. (2015). Étude et mise au point de méthodes de mesures non destructives permettant de caractériser les paramètres critiques de l'adhésion sur structures collées (Doctoral dissertation, Aix-Marseille).
- [11] Horgnies, M. (2004). Adhésion et adhérence entre les peintures automobiles et des adhésifs sensibles à la pression: influence du nettoyage sur la physico-chimie et la tenue mécanique des interfaces (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- [12] Metoui, S. (2015). Separated representations for the multiscale simulation of the mechanical behavior and damages of composite materials (Doctoral dissertation, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers-ENSAM).
- [13] ASTM D55228-94a. Standard test method for mode I interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber-reinforced polymer matrix composites. In: *Annual book of ASTM standards* vol. 15.06. USA: ASTM;2002

- [14] Cognard, J. Y., Créac'hcadec, R., Sohier, L., & Davies, P. (2008). Analysis of the nonlinear behavior of adhesives in bonded assemblies—Comparison of TAST and Arcan tests. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 28(8), 393-404.
- [15] Cognard, J. Y., Davies, P., Gineste, B., & Sohier, L. (2005). Development of an improved adhesive test method for composite assembly design. *Composites Science and Technology*, 65(3-4), 359-368.
- [16] Standard, A. S. T. M. (2003). Standard test method for mixed mode I-mode II interlaminar fracture of unidirectional fiber-reinforced polymer matrix composites, D 6671-01. *Annual Book of ASTM Standards*, 15, 400-411.
- [17] Griffith, A. A. (1921). The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical transactions of the royal society of London. Series A, containing papers of a mathematical or physical character*, 221, 163-198.
- [18] Rice, J. R. (1968, June). A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *ASME*.
- [19] Irwin G.R. (1960) Fracture mode transition for a crack traversing a plate, *J. of Basics Engineering* 82:417-423.
- [20] Leguillon, D. (2002). Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 21(1), 61-72.
- [21] Dugdale, D. S. (1960). Yielding of steel sheets containing slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 8(2), 100-104.
- [22] Barenblatt, G. I. (1962). The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture. *Advances in applied mechanics*, 7, 55-129.
- [23] Needleman, A. (1990). An analysis of tensile decohesion along an interface. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 38(3), 289-324.
- [24] Tvergaard, V. (1990). Effect of fibre debonding in a whisker-reinforced metal. *Materials science and engineering: A*, 125(2), 203-213.
- [25] Camacho, G. T., & Ortiz, M. (1996). Computational modelling of impact damage in brittle materials. *International Journal of solids and structures*, 33(20-22), 2899-2938.

- [26] Budzik, M. K., & Jensen, H. M. (2016). Experimental study of cracks at interfaces with voids. *Procedia Structural Integrity*, 2, 277-284.
- [27] Karachalios, E. F., Adams, R. D., & da Silva, L. F. (2013). Strength of single lap joints with artificial defects. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 45, 69-76.
- [28] Tadepalli, R., Turner, K. T., & Thompson, C. V. (2008). Effects of patterning on the interface toughness of wafer-level Cu–Cu bonds. *Acta Materialia*, 56(3), 438-447.
- [29] Ranade, S. R. (2014). Performance Evaluation and Durability Studies of Adhesive Bonds.
- [30] Cuminatto, C., Braccini, M., Schelcher, G., Parry, G., & Parrain, F. (2013). Mechanical resistance of patterned BCB bonded joints for MEMS packaging. *Microelectronic Engineering*, 111, 39-44.
- [31] Cuminatto, C., Parry, G., & Braccini, M. (2015). A model for patterned interfaces debonding—Application to adhesion tests. *International Journal of Solids and Structures*, 75, 122-133.
- [32] Budzik, M. K., Jumel, J., & Shanahan, M. E. (2013). Adhesive fracture of heterogeneous interfaces. *Philosophical magazine*, 93(19), 2413-2427, Budzik, M. K., Jumel, J., & Shanahan, M. E. (2012). Antagonist adhesion effects due to variable substrate surface. *Soft Matter*, 8(32), 8321-8326
- [33] Litteken, C. S., & Dauskardt, R. H. (2003). Adhesion of polymer thin-films and patterned lines. *International journal of fracture*, 120(1), 475-485
- [34] Chan, E. P., Ahn, D., & Crosby, A. J. (2007). Adhesion of patterned reactive interfaces. *The Journal of Adhesion*, 83(5), 473-489.
- [35] Rice J.R. (1985) First-order perturbation in elastic fields due to variation in location of a planar crack front. *J. Appl. Mech.* 52:571-579
- [36] Vasoya, M., Unni, A. B., Leblond, J. B., Lazarus, V., & Ponson, L. (2016). Finite size and geometrical non-linear effects during crack pinning by heterogeneities: An analytical and experimental study. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 89, 211-230.
- [37] Legrand, L., Patinet, S., Leblond, J. B., Frelat, J., Lazarus, V., & Vandembroucq, D. (2011). Coplanar perturbation of a crack lying on the mid-plane of a plate. *International journal of fracture*, 170(1), 67-82.

- [38] Patinet, S., Alzate, L., Barthel, E., Dalmas, D., Vandembroucq, D., & Lazarus, V. (2013). Finite size effects on crack front pinning at heterogeneous planar interfaces: Experimental, finite elements and perturbation approaches. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 61(2), 311-324
- [39] Vasoya, M. (2014). Propagation de fissures chargées en tension dans des matériaux fortement hétérogènes (Doctoral dissertation, UPMC, Paris Sorbonne)
- [40] Schmittbuhl, J., & Måløy, K. J. (1997). Direct observation of a self-affine crack propagation. *Physical review letters*, 78(20), 3888.
- [41] Delaplace, A., Schmittbuhl, J., & Måløy, K. J. (1999). High resolution description of a crack front in a heterogeneous plexiglas block. *Physical Review E*, 60(2), 1337.
- [42] Chopin, J. (2010). *Statique et dynamique d'un front de fissure en milieu hétérogène* (Doctoral dissertation, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI).
- [43] Santucci, S., Grob, M., Toussaint, R., Schmittbuhl, J., Hansen, A., & Maløy, K. J. (2010). Fracture roughness scaling: A case study on planar cracks. *EPL (Europhysics Letters)*, 92(4), 44001.
- [44] Lazarus, V. (2011). Perturbation approaches of a planar crack in linear elastic fracture mechanics: a review. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 59(2), 121-144.
- [45] Jumel, J. (2017). Crack propagation along interface having randomly fluctuating mechanical properties during DCB test finite difference implementation—Evaluation of  $G_c$  distribution with effective crack length technique. *Composites Part B: Engineering*, 116, 253-265.
- [46] 3M Scotch-Weld™ Structural Adhesive Film AF 191, Technical Datasheet March 2009.
- [47] Wery, M. (2001). Décapage chimique des surfaces métalliques. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, (M1456), M1456-1
- [48] Ben Salem, N. (2012). *Fiabilité des assemblages structuraux collés pour applications spatiales* (Doctoral dissertation, Bordeaux 1).
- [49] Mi, Y., Crisfield, M. A., Davies, G. A. O., & Hellweg, H. B. (1998). Progressive delamination using interface elements. *Journal of composite materials*, 32(14), 1246-1272.



- [50] Falk, M. L., Needleman, A., & Rice, J. R. (2001, March). A critical evaluation of cohesive zone models of dynamic fracture. In *Proceedings of the 5th European mechanics of materials conference on scale transitions from atomistics to continuum plasticity* (pp. 43-50).
- [51] Moës, N., & Belytschko, T. (2002). Extended finite element method for cohesive crack growth. *Engineering fracture mechanics*, 69(7), 813-833.
- [52] Turon, A., Davila, C. G., Camanho, P. P., & Costa, J. (2007). An engineering solution for mesh size effects in the simulation of delamination using cohesive zone models. *Engineering fracture mechanics*, 74(10), 1665-1682.
- [53] Hermes, F. H. (2010). Process zone and cohesive element size in numerical simulations of delamination in bi-layers. *Department of mechanical engineering*.
- [54] Cole, R. T., Bateh, E. J., & Potter, J. (1982). Fasteners for composite structures. *Composites*, 13(3), 233-240
- [55] Jumel, J., Salem, N. B., Budzik, M. K., & Shanahan, M. E. (2015). Measurement of interface cohesive stresses and strains evolutions with combined mixed mode crack propagation test and Backface Strain Monitoring measurements. *International Journal of Solids and Structures*, 52, 33-44.
- [56] Loumena, C., Cherif, M., Ali, M. T., Jumel, J., & Kling, R. (2017, February). Laser surface preparation for adhesive improvement of Ti6Al4V. In *Proc. of SPIE Vol* (Vol. 10092, pp. 100921F-1).
- [57] Palmieri, F. L., Watson, K. A., Morales, G., Williams, T., Hicks, R., Wohl, C. J. & Connell, J. W. (2012). Laser Ablation Surface Preparation of Ti-6Al-4V for Adhesive Bonding.
- [58] Specht, U., Ihde, J., & Mayer, B. (2014). Laser induced nano-porous Ti–O-layers for durable titanium adhesive bonding. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 45(12), 1116-1122.
- [59] Baburaj, E. G., Starikov, D., Evans, J., Shafeev, G. A., & Bensaoula, A. (2007). Enhancement of adhesive joint strength by laser surface modification. *International journal of adhesion and adhesives*, 27(4), 268-276.