



HAL
open science

Caractérisation et modélisation des joints de colles sous sollicitations bi-axiales statiques

Jaime Destouesse Villa

► **To cite this version:**

Jaime Destouesse Villa. Caractérisation et modélisation des joints de colles sous sollicitations bi-axiales statiques. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. ENSTA Bretagne - École nationale supérieure de techniques avancées Bretagne, 2018. Français. NNT : 2018ENTA0008 . tel-02368707

HAL Id: tel-02368707

<https://theses.hal.science/tel-02368707>

Submitted on 18 Nov 2019

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

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

THESE DE DOCTORAT DE

L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DE TECHNIQUES AVANCEES BRETAGNE
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 602

Sciences pour l'Ingénieur

Spécialité : Mécanique des Solides, des Matériaux, des structures et des surfaces

Par

Jaime DESTOUESSE VILLA

CARACTERISATION ET MODELISATION DES JOINTS DE COLLES SOUS SOLLICITATIONS BI-AXIALES STATIQUES

Soutenance prévue à Brest le 16/11/2018

Unité de recherche : Institut de Recherche Dupuy De Lôme

Rapporteurs avant soutenance :

Lucas F.M. DA SILVA Associate Professor, Faculty of Engineering of the University of Porto, Portugal
Zoheir ABOURA Professeur des Universités, Université de technologie de Compiègne, ROBERVAL

Composition du Jury :

Président :	Michel GREDIAC	Professeur des Universités, Université Clermont Auvergne, Institut Pascal
Examineurs :	Nathalie GODIN Frédéric JACQUEMIN	Maître de Conférences HDR, INSA-Lyon, MATEIS Professeur des Universités, Université de Nantes, GeM
Dir. de thèse :	David THEVENET	Professeur de l'ENSTA Bretagne, IRDL
Encadrement :	Claudiu BADULESCU Malick DIAKHATE	Maître de Conférences de l'ENSTA Bretagne, IRDL Maître de Conférences, Université de Bretagne Occidentale, IRDL

Invité(s)

Nicolas CARRERE Ingénieur HDR, SAFRAN Tech - Composites

REMERCIEMENTS

Ce n'est pas simple de finir une aventure telle que l'est un doctorat, C'est un « Roller coaster » que je n'aurais pas pu accomplir sans les soutiens de mes proches, mes encadrants et de partenaires industriels. Je suis alors reconnaissante envers toutes ces personnes qui m'ont accompagnée pendant tout le chemin.

Je tiens tout d'abord à remercier à mes co-encadrants de thèse, Claudiu Badulescu et Malick Diakhate, pour votre patience, vos conseils, mais plus particulièrement pour tout le temps que vous m'avez consacré pour discuter de choses personnelles ainsi que professionnelles. J'ai appris énormément de choses et je vous en suis et serai reconnaissante. Je tiens aussi à remercier à mon directeur de thèse David Thevenet, pour la confiance et la disponibilité qu'il m'a accordées. Ce n'était pas facile de reprendre mes travaux, mais tu as toujours trouvé le moment pour y suivre et participer.

Je souhaite également remercier l'encadrement industriel, William Albouy et Matthieu Stackler, pour la qualité de nos échanges notamment au travers des discussions scientifiques et techniques. Je remercie chaleureusement à Nicolas Carrere qui m'a introduit au monde de la recherche et a également apportée beaucoup à ma formation professionnelle. Merci pour ta confiance, tes idées, et les encouragements.

Je remercie à Safran Composites pour avoir financé cette thèse et m'avoir permis de travailler dans les meilleures conditions. Ainsi qu'à tout l'équipe *IRDL* de l'ENSTA-Bretagne de m'avoir accueilli et des échanges scientifiques lors des réunions « gâteau » du PTR2.

Je tiens à remercier à mes parents qui m'ont soutenu durant toute ma vie. **MERCI D'ETRE LA DURANT LES HAUTS ET LES BAS !**

C'est bien évidemment à Lina que vont mes remerciements, **MERCI POUR TON SOUTIEN ET POUR TOI.**

Mes remerciements vont également aux membres du jury, en particulier Messieurs Lucas Da Silva, professeur associé de la faculté d'ingénierie de l'université de Porto et, Zoheir Aboura, professeur de l'université de technologie de Compiègne, qui ont accepté de rapporter cette mémoire de Thèse.

TABLE DES MATIERES

Introduction.....	1
<i>Collage structural</i>	<i>1</i>
<i>L'industrie aéronautique</i>	<i>1</i>
<i>Contexte industriel</i>	<i>2</i>
<i>Objectif général.....</i>	<i>4</i>
<i>Problématique de l'étude</i>	<i>5</i>
<i>Présentation de l'approche scientifique.....</i>	<i>5</i>
<i>Bibliographie.....</i>	<i>8</i>
Chapitre I. Développement de l'essai Scarf modifié.....	11
<i>I.1. Besoin industriel</i>	<i>13</i>
<i>I.2. Choix de l'essai de caractérisation mécanique des adhésifs.....</i>	<i>18</i>
<i>I.3. Modèle éléments finis.....</i>	<i>20</i>
<i>I.4. Dimensionnement des éprouvettes Scarf modifié.....</i>	<i>22</i>
<i>I.5. Influence des défauts de collage sur le comportement mécanique des assemblages de type Scarf modifié.....</i>	<i>29</i>
<i>I.6. Identification des défauts de collage lors des essais mécaniques.....</i>	<i>35</i>
<i>I.7. Conclusion</i>	<i>36</i>
<i>I.8. Bibliographie</i>	<i>39</i>
Chapitre II. Caractérisation mécanique d'un adhésif à partir de l'essai Scarf modifié	42
<i>II.1. Assemblages collés Scarf modifié</i>	<i>44</i>
<i>II.2. Préparation de l'échantillon Scarf modifié</i>	<i>45</i>
<i>II.3. Mesure de champs de déplacement de l'échantillon Scarf modifié</i>	<i>54</i>
<i>II.4. Caractérisation expérimentale d'un film d'adhésif base époxy.....</i>	<i>56</i>
<i>II.5. Conclusion</i>	<i>66</i>
<i>II.6. Bibliographie</i>	<i>68</i>

Chapitre III. Stratégie de caractérisation et d'identification du comportement mécanique des assemblages collés	69
<i>III.1. Modélisation du comportement mécanique des adhésifs.....</i>	<i>71</i>
<i>III.2. Méthode directe de caractérisation du comportement mécanique des adhésifs....</i>	<i>81</i>
<i>III.3. Méthode d'identification rapide d'une loi de comportement.....</i>	<i>90</i>
<i>III.4. Conclusion</i>	<i>102</i>
<i>III.5. Bibliographie</i>	<i>103</i>
Chapitre IV. caractérisation des mécanismes d'endommagement	105
<i>IV.1. L'émission acoustique.....</i>	<i>107</i>
<i>IV.2. Classification non-supervisée des évènements acoustiques.....</i>	<i>119</i>
<i>IV.3. Analyse de l'endommagement par tomographie à rayons X</i>	<i>124</i>
<i>IV.4. Conclusion</i>	<i>135</i>
<i>IV.5. Bibliographie</i>	<i>137</i>
Chapitre V. Suivi des déformations par fibre optique à réseau de Bragg.....	139
<i>V.1. Fibre optique à réseau de Bragg (FBG).....</i>	<i>141</i>
<i>V.2. Suivi des déformations lors de la phase de polymérisation.....</i>	<i>145</i>
<i>V.3. Suivi de la déformation du joint de colle lors des essais Scarf modifié.....</i>	<i>156</i>
<i>V.4. Conclusion</i>	<i>164</i>
<i>V.5. Bibliographie</i>	<i>166</i>
Conclusion et perspectives.....	168

TABLE DES FIGURES

Introduction

<i>Figure. 1. Matériaux utilisés dans l'aéronautique.</i>	<i>2</i>
<i>Figure. 2. Pyramide de validation et certification des structures aéronautiques [11].</i>	<i>4</i>

Chapitre I

<i>Figure I. 1. (a) Essai simple recouvrement, (b) contrainte de von Mises au milieu du joint de colle, (c) contrainte de von σ_{xy} sur la longueur.</i>	<i>14</i>
<i>Figure I. 2. (a) Essai TAST, (b, c) contraintes (σ_{VM}, σ_{xy}) au milieu du joint de colle.</i>	<i>15</i>
<i>Figure I. 3. (a) Essai bout-à-bout, (b) contrainte de von Mises dans le joint de colle.</i>	<i>16</i>
<i>Figure I. 4. (a) Essai Scarf, (b) contrainte de von Mises dans le joint de colle.</i>	<i>17</i>
<i>Figure I. 5. (a) Essai Arcan modifié, (b) contrainte de von Mises dans le joint de colle.</i>	<i>18</i>
<i>Figure I. 6. Eprouvette Scarf modifié.</i>	<i>20</i>
<i>Figure I. 7. Maillage du modèle EF des éprouvettes Scarf modifié.</i>	<i>21</i>
<i>Figure I. 8. Conditions aux limites des essais Scarf modifié.</i>	<i>22</i>
<i>Figure I. 9. Géométrie de l'éprouvette Scarf modifié.</i>	<i>23</i>
<i>Figure I. 10. Contrainte «idéale» au milieu du joint de colle des échantillons Scarf modifié.</i>	<i>23</i>
<i>Figure I. 11. Géométries du bec analysées.</i>	<i>24</i>
<i>Figure I. 12. Distribution de la contrainte de von Mises en fonction de la géométrie du bec.</i>	<i>24</i>
<i>Figure I. 13. Distribution de la contrainte de von Mises dans le joint de colle en fonction de la longueur de bras (paramètre L_{bras}).</i>	<i>25</i>
<i>Figure I. 14. (a) Fonction seuil du critère de von Mises, (b) distribution de la contrainte de von Mises dans le substrat Scarf modifié.</i>	<i>26</i>
<i>Figure I. 15. Distribution de la contrainte dans le joint de colle en fonction de la hauteur des bras (paramètre h).</i>	<i>27</i>
<i>Figure I. 16. Distribution de la contrainte dans le joint de colle en fonction de la largeur (w).</i>	<i>28</i>
<i>Figure I. 17. Défauts étudiés lors du collage des éprouvettes Scarf modifié. (a) défaut d'alignement hors plan, (b) défaut de parallélisme hors plan, (c) défaut d'alignement tangentiel, (d) défaut d'hétérogénéité de l'épaisseur du joint de colle.</i>	<i>30</i>

<i>Figure I. 18. (a) Enveloppe élastique de Drucker-Prager, (b) distribution de la contrainte de von Mises dans le joint de colle d'une éprouvette Scarf modifié 0° sans défaut de collage.</i>	<i>31</i>
<i>Figure I. 19. Effort nécessaire pour atteindre la limite d'élasticité de l'adhésif en fonction des défauts d'alignement hors plan.</i>	<i>32</i>
<i>Figure I. 20. Limite d'élasticité en fonction des défauts d'alignement tangentiel.</i>	<i>33</i>
<i>Figure I. 21. Effort nécessaire pour atteindre la limite d'élasticité en fonction des défauts de parallélisme hors plan.</i>	<i>34</i>
<i>Figure I. 22. Effort nécessaire pour atteindre la limite d'élasticité en fonction des défauts d'hétérogénéité.</i>	<i>34</i>
<i>Figure I. 23. Nocivité des défauts de collage.</i>	<i>35</i>
<i>Figure I. 24. Nuage de points sur la surface de l'échantillon pour un défaut de parallélisme hors plan.</i>	<i>36</i>
<i>Figure I. 25. Comportement mécanique de l'assemblage, avec et sans défaut de collage.</i>	<i>36</i>
 Chapitre II	
<i>Figure II. 1. Plan d'usinage de l'éprouvette Scarf modifié 0°.</i>	<i>44</i>
<i>Figure II. 2. Plan d'usinage de l'éprouvette Scarf modifié 22.5°.</i>	<i>45</i>
<i>Figure II. 3. Plan d'usinage de l'éprouvette Scarf modifié 45°.</i>	<i>45</i>
<i>Figure II. 4. Première partie du dispositif de collage.</i>	<i>46</i>
<i>Figure II. 5. Deuxième partie du dispositif de collage.</i>	<i>46</i>
<i>Figure II. 6. Vue d'ensemble du dispositif de collage.</i>	<i>47</i>
<i>Figure II. 7. Eprouvette massique extraite des substrats Scarf modifié à la fin du cycle de polymérisation.</i>	<i>47</i>
<i>Figure II. 8. Epaisseur du joint mesuré sur la longueur de l'éprouvette Scarf modifié 0°.</i>	<i>48</i>
<i>Figure II. 9. Préparation de l'adhésif avant collage.</i>	<i>49</i>
<i>Figure II. 10. Principales étapes de collage des éprouvettes Scarf modifié.</i>	<i>51</i>
<i>Figure II. 11. Cycle de polymérisation.</i>	<i>52</i>
<i>Figure II. 12. Température du joint de colle pendant le cycle de polymérisation.</i>	<i>52</i>
<i>Figure II. 13. Analyse calorimétrique différentielle (DSC) de l'adhésif.</i>	<i>53</i>
<i>Figure II. 14. Système de corrélation d'images numériques GOM 5M, (b) mise en place de l'échantillon Scarf modifié dans la machine d'essais.</i>	<i>54</i>
<i>Figure II. 15. Préparation de l'échantillon avant essai.</i>	<i>55</i>

<i>Figure II. 16. Zones de post-traitement.</i>	56
<i>Figure II. 17. Résultats macroscopiques du comportement des assemblages Scarf modifié sous sollicitation monotone. (a) $\delta=0^\circ$, (b,c) $\delta=22.5^\circ$, (d,e) $\delta=45^\circ$.</i>	57
<i>Figure II. 18. Comportement mécanique des assemblages Scarf modifié. (a) direction normale, (b) direction tangentielle.</i>	58
<i>Figure II. 19. Raideur mécanique en fonction de points expérimentaux essai $\delta=0^\circ$.</i>	59
<i>Figure II. 20. Comportement mécanique des assemblages Scarf modifié à différentes vitesses de sollicitation (0.02, 0.2 et 2 kN/s). (a) $\delta=0^\circ$, (b,c) $\delta=22.5^\circ$, (d,e) $\delta=45^\circ$.</i>	60
<i>Figure II. 21. Essais de fluage sous sollicitation de traction.</i>	62
<i>Figure II. 22. Fluage du régime linéaire et non-linéaire sous sollicitation en traction.</i>	62
<i>Figure II. 23. Essais de fluage sous sollicitation en traction-cisaillement.</i>	63
<i>Figure II. 24. Fluage du régime linéaire sous sollicitation en traction-cisaillement.</i>	64
<i>Figure II. 25. Essai de chargement incrémental. (a) effort appliqué, (b) comportement mécanique macroscopique.</i>	65
<i>Figure II. 26. Faciès de rupture des éprouvettes Scarf modifié.</i>	66
Chapitre III	
<i>Figure III. 1. Méthode d'identification inverse, technique itérative.</i>	73
<i>Figure III. 2. Méthode d'identification inverse, technique d'optimisation.</i>	74
<i>Figure III. 3. (a) Déplacements relatifs des substrats (b) repère échantillon Scarf modifié.</i>	75
<i>Figure III. 4. Essais monotones jusqu'à rupture Scarf modifié 45°, (a) force/déplacement normal, (b) force/déplacement tangentiel.</i>	76
<i>Figure III. 5. Cartographie d'erreur, (a) composante en traction, (b) composante en cisaillement.</i>	76
<i>Figure III. 6. Intersection de l'erreur minimale des couples (E,v).</i>	77
<i>Figure III. 7. Validation des paramètres élastiques linéaires, (a) 0°, (b) 22.5°.</i>	78
<i>Figure III. 8. Influence du coefficient de Poisson des substrats sur le comportement mécanique macroscopique de l'assemblage.</i>	79
<i>Figure III. 9. Raideur élastique en fonction du coefficient de Poisson des substrats ($E_{Subs} = 72$ GPa).</i>	79
<i>Figure III. 10. Influence du module d'Young des substrats sur le comportement mécanique macroscopique de l'assemblage.</i>	80
<i>Figure III. 11. Raideur élastique en fonction du module d'Young des substrats ($\nu_{Subs} = 0.32$).</i>	80

<i>Figure III. 12. Distribution de la contrainte de von Mises dans le joint de colle des éprouvettes Scarf modifié $\delta = 0^\circ$.</i>	81
<i>Figure III. 13. Echantillon Scarf modifié 45°.</i>	82
<i>Figure III. 14. Contrainte de von Mises au milieu du joint de colle, modèles 2D et 3D.</i>	82
<i>Figure III. 15. Distribution des contraintes (comportement linéaire) : (a) section L_1, et (b) section L_2.</i>	83
<i>Figure III. 16. Distribution des contraintes (comportement non-linéaire) : (a) section L_1, et (b) section L_2.</i>	84
<i>Figure III. 17. Modèle EF avec correction des déplacements des substrats.</i>	86
<i>Figure III. 18. Zones de post-traitement de l'échantillon Scarf modifié.</i>	87
<i>Figure III. 19. Procédure associée à la méthode expérimentale de caractérisation mécanique du joint de colle.</i>	88
<i>Figure III. 20. Comportement mécanique d'un adhésif industriel au moyen d'essais Scarf modifié sous sollicitation monotone. (a) $\delta = 0^\circ$, (b,c) $\delta = 22.5^\circ$, (d,e) $\delta = 45^\circ$, sous l'hypothèse de déformations planes ($\epsilon_{zz} = \epsilon_{xz} = 0$).</i>	89
<i>Figure III. 21. Cartographie d'erreur pour différents couples (E_{Adh}, ν_{Adh}), (a) traction, (b) cisaillement.</i>	93
<i>Figure III. 22. Intersection de l'erreur minimale ($<0.1\%$) des couples (E, ν).</i>	93
<i>Figure III. 23. (a) Identification de la déformation seuil (composante normale). (b) identification de la déformation seuil (composante cisaillement).</i>	94
<i>Figure III. 24. (a) Enveloppe expérimentale de la fonction seuil essai Scarf modifié, (b) comparaison des fonctions seuil Arcan modifié et Scarf modifié.</i>	95
<i>Figure III. 25. Modèle EF cube pour l'identification des paramètres non-linéaires.</i>	97
<i>Figure III. 26. Comportement mécanique de l'adhésif expérimental et numérique (a) composante normale, (b) composante en cisaillement.</i>	99
<i>Figure III. 27. Comportement mécanique de l'adhésif (a) 0°, (b) 22.5°.</i>	100
<i>Figure III. 28. Validation du comportement macroscopique des assemblages Scarf modifié sous sollicitation monotone.</i>	101

Chapitre IV

<i>Figure IV. 1. Types d'ondes, (a) continues, (b) discrètes.</i>	107
<i>Figure IV. 2. Représentation d'une salve [9].</i>	108

<i>Figure IV. 3. Système d'acquisition EA.</i>	109
<i>Figure IV. 4. Courbe de sensibilité des capteurs Nano30 [13].</i>	110
<i>Figure IV. 5. (a) Mise en place du système d'EA, (b) éprouvette après rupture.</i>	111
<i>Figure IV. 6. (a) Essais sur échantillon monobloc, (b) sources acoustiques détectées.</i>	112
<i>Figure IV. 7. Suivi des sources acoustiques dans l'adhésif sans marquissette, (a) énergie, (b) localisation.</i>	113
<i>Figure IV. 8. Suivi des sources acoustiques dans l'adhésif sans marquissette, (a) énergie, (b) localisation.</i>	114
<i>Figure IV. 9. Analyse des données acoustiques lors d'essais monotones sur des échantillons Scarf modifié. (a,b) $\delta = 0^\circ$, (c,d) $\delta = 22.5^\circ$, (e,f) $\delta = 45^\circ$.</i>	116
<i>Figure IV. 10. Scarf modifié 0° (a) cumul de l'énergie et des évènements au cours du temps, (b) Pic du ratio DME superposé avec l'effort machine.</i>	117
<i>Figure IV. 11. Pic du ratio DME superposé avec le comportement mécanique de l'assemblage Scarf modifié (a) $\delta = 0^\circ$, (b) $\delta = 22.5^\circ$, (c) $\delta = 45^\circ$.</i>	118
<i>Figure IV. 12. Activité acoustique lors de l'essai Scarf modifié 0° sous sollicitation cyclique (chargement incrémental).</i>	119
<i>Figure IV. 13. Clustérisation des évènements acoustiques (a) score Laplacien, (b) coefficients de corrélation, (c) nombre optimal de classes.</i>	121
<i>Figure IV. 14. Classification des évènements acoustiques de l'essai Scarf modifié (a) 0°, (b) 22.5°, (c) 45°.</i>	122
<i>Figure IV. 15. Localisation des évènements acoustiques au cours de l'essai Scarf modifié (a) 0°, (b) 22.5°, (c) 45°.</i>	123
<i>Figure IV. 16. Estimation de l'endommagement de la surface collée.</i>	124
<i>Figure IV. 17. (a) Analyses tomographiques à différents stades lors des essais Scarf modifié, (b) images tomographiques des éprouvettes Scarf modifié.</i>	125
<i>Figure IV. 18. Localisation linéaire des sources d'EA, (a) stade T1, (b) stade T2.</i>	126
<i>Figure IV. 19. Analyse tomographique de l'échantillon Scarf modifié 0° (a) état initial, (b), tomographique T1, (c) tomographique T2</i>	128
<i>Figure IV. 20. Géométrie des échantillons.</i>	128
<i>Figure IV. 21. Système de tomographie Phoenix VtomeX.</i>	129

<i>Figure IV. 22. (a) Obtention des éprouvettes mini-Scarf, (b) plan des éprouvettes Scarf modifié sans bec (largeur 6 mm).</i>	130
<i>Figure IV. 23.(a) Préparation de l'essai mini-Scarf, (b) effort appliqué.</i>	131
<i>Figure IV. 24. Suivi de l'activité acoustique dans un essai mini-Scarf 0° 400µm [25].</i>	132
<i>Figure IV. 25. Suivi de l'activité acoustique dans un essai mini-Scarf 45° 400µm [25].</i>	132
<i>Figure IV. 26. Reconstruction volumique de la marquissette à partir d'images tomographiques [25].</i>	133
<i>Figure IV. 27. Image tomographique (a) état initial, (b) dernier scan [25].</i>	133
<i>Figure IV. 28. Évolution au cours de l'essai [25].</i>	134
<i>Figure IV. 29. Image tomographique dernier scan (a) filtre gaussien, (b) avec filtre, (c) reconstruction volumique [25].</i>	134
<i>Figure IV. 30. Mini-Scarf 45°, (a) état initial, (b) dernier scan, (c) endommagement [25].</i>	135
Chapitre V	
<i>Figure V. 1. (a) Constitution d'une fibre optique, (b) Réflexion à l'interface noyau/gaine.</i>	141
<i>Figure V. 2. Principe de la fibre optique à réseau de Bragg.</i>	142
<i>Figure V. 3. Image SEM d'une fibre optique à réseau de Bragg.</i>	143
<i>Figure V. 4. Caractéristiques géométriques du réseau de Bragg.</i>	144
<i>Figure V. 5. Dispositif d'acquisition des mesures.</i>	145
<i>Figure V. 6. (a) Maillage global de l'échantillon, (b) maillage dans la fibre optique.</i>	147
<i>Figure V. 7. (a) Déformation numérique en fonction de l'épaisseur, (b) champ de déformation (exx) sur le milieu du plan du joint, d'épaisseur 400µm et 2000µm.</i>	148
<i>Figure V. 8. Conditions aux limites du modèle numérique (chargement thermique).</i>	148
<i>Figure V. 9. (a) Déformation en fonction de l'épaisseur d'un échantillon Scarf modifié, (b) champ de déformation dans le joint de colle.</i>	149
<i>Figure V. 10. Evolution de l'indice de réfraction en fonction de la température.</i>	150
<i>Figure V. 11. (a) Procédure de collage, (b) échantillon massique avec fibre optique.</i>	151
<i>Figure V. 12. (a) mise en œuvre de l'essai thermique, (b)échantillon massique.</i>	152
<i>Figure V. 13. Déformation thermique de l'adhésif en fonction de la température.</i>	153
<i>Figure V. 14. Déformation moyenne thermique de l'alliage aluminium 7075 T6 en fonction de la température.</i>	154

<i>Figure V. 15. Déformation mesurée par capteur à réseau de Bragg lors du cycle de polymérisation.</i>	155
<i>Figure V. 16. Déformation thermique par EF lors du refroidissement.</i>	156
<i>Figure V. 17. Distribution de contraintes (a) sans fibre optique, (b) avec fibre optique (MPa), dans le plan milieu du joint de colle.</i>	157
<i>Figure V. 18. Etat de contraintes dans le joint de colle.</i>	158
<i>Figure V. 19. (a) Déformation ϵ_{xx}, (b) Déformation ϵ_{yy}, éprouvette Scarf modifié</i>	159
<i>Figure V. 20. Comparaison du comportement macroscopique des essais Scarf modifié (a) composante en traction DN, (b) composante en cisaillement DT.</i>	159
<i>Figure V. 21. (a) Dispositif expérimental de flexion 4 points, (b) déformation EF au milieu du joint de colle.</i>	160
<i>Figure V. 22. (a) Mesure de la déformation par capteur FBG et système SCIN, (b) Comparaison des résultats expérimentaux / modèle numérique.</i>	161
<i>Figure V. 23. (a) Comportement macroscopique essai Scarf modifié 0°, (b) déformation au cœur du joint de colle mesurée par le capteur à réseau de Bragg.</i>	162
<i>Figure V. 24. Comparaison de la valeur absolue de la déformation (ϵ_{xx}) obtenue par le capteur à réseau de Bragg et par EF (Scarf 0°).</i>	163
<i>Figure V. 25. Comparaison de la valeur absolue de la déformation (ϵ_{xx}) obtenue par le capteur à réseau de Bragg et par EF (Scarf 45°).</i>	164

Annexes

<i>Figure A. 1. Comparaison du comportement mécanique des assemblages Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ des deux colles sollicités à différentes vitesses, (a) 0.02 kN/s, (b) 0.2 kN/s, (d) 2 kN/s.</i>	175
<i>Figure A. 2. Comparaison du comportement mécanique des assemblages Scarf modifié $\delta = 22.5^\circ$ des deux colles sollicités à différentes vitesses, (a) 0.02 kN/s, (b) 0.2 kN/s, (d) 2 kN/s.</i>	176
<i>Figure A. 3. Comparaison du comportement mécanique des assemblages Scarf modifié $\delta = 45^\circ$ des deux colles sollicités à différentes vitesses, (a) 0.02 kN/s, (b) 0.2 kN/s, (d) 2 kN/s.</i>	177
<i>Figure A. 4. Faciès de rupture des essais monotones jusqu'à rupture des éprouvettes Scarf modifié colle non-supportée.</i>	178
<i>Figure A. 5. (a) Géométrie des éprouvettes massiques d'adhésif, (b) plaque d'adhésif et découpage des éprouvettes.</i>	179
<i>Figure A. 6. (a) Vue de face, mouchetis pour la SCIN, (b) positionnement des capteurs EA.</i>	180

Figure A. 7. Suivi de l'activité acoustique essai sur échantillon Bulk, (a) nombre cumulé d'évènements, (b) énergie, (c) localisation des sources d'EA. 181

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I

<i>Tableau 1. Critère de choix de l'essai de caractérisation mécanique.</i>	19
<i>Tableau 2. Configurations retenues pour l'essai Scarf modifié</i>	29
<i>Tableau 3. Paramètres géométriques des échantillons Scarf modifié</i>	29
<i>Tableau 4. Paramètres du critère exponentiel pour une colle à base époxy [25].</i>	30

Chapitre II

<i>Tableau 1. Ecart type de l'épaisseur du joint de colle.</i>	48
<i>Tableau 2. Fréquences d'acquisition et gamme de déformations. [4]</i>	55
<i>Tableau 3. Limite d'élasticité des essais Scarf modifié</i>	59

Chapitre III

<i>Tableau 1. Paramètres élastiques de l'adhésif structural</i>	94
<i>Tableau 2. Paramètres de la loi élasto-plastique de l'adhésif structural.</i>	98

Chapitre IV

<i>Tableau 1. Paramètres de réglage du système.</i>	110
<i>Tableau 2. Distance entre capteurs.</i>	111
<i>Tableau 3. Efforts à chaque analyse tomographique.</i>	125
<i>Tableau 4. Paramètres du système tomographique.</i>	126
<i>Tableau 5. Récapitulatif des essais.</i>	131

Chapitre V

<i>Tableau 1. Propriétés mécaniques, thermiques et optiques des fibres optiques</i>	144
---	-----

Annexes

<i>Tableau 1. Composition chimique de l'alliage d'aluminium AW7075 T6</i>	174
<i>Tableau 2. Composition chimique du fil calibré en acier.</i>	174
<i>Tableau 3. Les dimensions des éprouvettes massives.</i>	179
<i>Tableau 4. Paramètres du système tomographique</i>	182

INTRODUCTION

Collage structural

L'assemblage multi-matériaux peut se définir comme une méthode stratégique, permettant d'assurer la liaison entre des matériaux de différentes natures, afin de répondre aux exigences mécaniques imposées par l'application finale. Les techniques les plus couramment utilisées sont : le rivetage, le boulonnage et le soudage.

Toutefois, l'assemblage par collage structural suscite un intérêt grandissant dans de nombreux secteurs industriels tels que le génie civil, l'industrie navale, automobile, ou encore aéronautique. L'emploi de telles techniques présente des avantages spécifiques, contrairement aux méthodes par ajout d'éléments mécaniques souvent utilisées lors d'assemblages multi-matériaux. Par conséquent, l'utilisation du collage pour des applications aéronautiques semble pertinente, notamment dans le but de se substituer à des techniques plus « classiques » qui engendrent des problématiques telles que : *(i)* concentrations de contraintes liées au perçage, *(ii)* modifications microstructurales de la zone affectée thermiquement ou *(iii)* corrosion à long terme.

L'industrie aéronautique

L'industrie aéronautique montre une croissance constante, car elle représente un secteur stratégique pour le développement de l'économie et de la technologie. Par ailleurs, les avancées technologiques dans ce secteur, s'orientent de nos jours vers une optimisation de la performance et de la sécurité des structures, entièrement liée aux matériaux et aux procédés de fabrication [1].

Depuis le premier vol motorisé en 1903, le « Wright Flyer » constitué de matériaux tels que le bois, le tissu (93%) et très peu de pièces métalliques (7%), les structures aéronautiques ont beaucoup évolué. Dès 1920, l'aluminium fit son apparition dans l'aéronautique avec le premier avion entièrement constitué de ce « nouveau » matériau : le « Junkers F13 », son utilisation a notamment permis d'économiser du carburant, d'augmenter la charge transportable et de rendre trois fois plus résistante la structure par rapport aux structures en bois [2,3]. Néanmoins, les avancées récentes dans le domaine de la science des matériaux et la constante nécessité de disposer de structures toujours plus performantes ont conduit à des progrès considérables notamment grâce à

l'utilisation de matériaux composites (*Figure. 1*). En conséquence, la consommation du carburant a réduit et la vitesse des structures aéronautiques a augmentée [4]. Cependant, l'utilisation de matériaux composites nécessite des techniques particulières, notamment lors des opérations d'assemblage des différents composants. Accompagnés de ces grandes avancées, les assemblages collés se présentent comme une alternative de plus en plus fiable permettant : (i) un allègement supplémentaire des structures aéronautiques, (ii) une baisse des coûts de fabrication, (iii) une répartition plus homogène des contraintes, (iv) une haute résistance à la corrosion, (v) une réduction des concentrations de contraintes liées aux perçages et (vi) une meilleure tenue en fatigue de l'assemblage, due au caractère viscoélastique de certains adhésifs, [5].

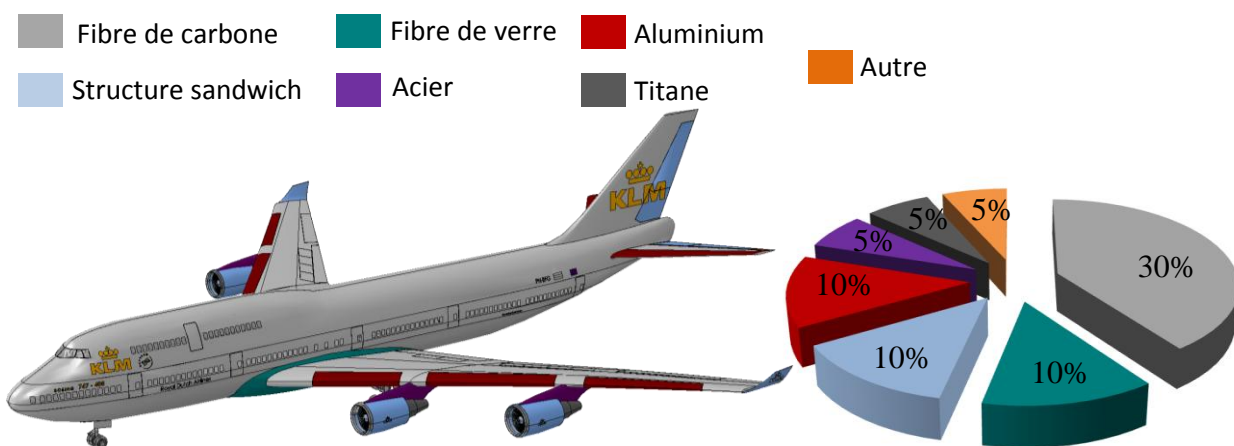


Figure. 1. Matériaux utilisés dans l'aéronautique.

La technique de collage est principalement utilisée pour l'assemblage de pièces aéronautiques telles que : panneaux sandwichs (nid d'abeille), panneaux de fuselage, raidisseurs et longerons (ailes), divers bords d'attaque, surfaces de contrôle de vol (volets, ailerons, aérofreins, gouvernails), portes, trappes de train d'atterrissage, carénages divers et capotage des nacelles moteurs [6].

Contexte industriel

Dans l'industrie aéronautique, la sécurité et la navigabilité sont des points clés, directement liées aux enjeux commerciaux des sociétés. Peu de secteurs exigent une vérification et une validation exhaustive des normes de qualité pour la certification des structures, comme celui de l'aéronautique [7–10]. Par conséquent, cela a requis la mise en place de différentes normes décrivant le protocole nécessaire pour assurer la qualité des produits aéronautiques et spatiaux. Elles s'appliquent à la conception, le développement, la production et l'installation, afin de garantir le bon fonctionnement et la mise en service de la structure finale. De ce fait, il est également

nécessaire de mettre en place des essais mécaniques, afin de vérifier la résistance des pièces et de l'ensemble de la structure, vis-à-vis des modes de ruines rencontrés en service (fluage, fatigue, vieillissement...).

La réalisation d'essais mécaniques lors de phases de conception étant très longue et très coûteuse, la méthode d'analyse par éléments finis (*EF*) ouvre la possibilité de réduire cette quantité d'essais, dans les processus de dimensionnement et de certification, en les substituant par des simulations. Cependant, des étapes de compréhension des mécanismes de déformation, préalables aux simulations de la structure finale, restent nécessaires. Le processus industriel peut être divisé en trois phases, comme illustré sur la pyramide des essais (*Figure. 2*). Au sommet de la pyramide se positionne l'ensemble de la structure aéronautique. A ce niveau, l'analyse des risques ainsi que la validation du dimensionnement des structures, sont souvent réalisées à partir d'essais mécaniques. A un niveau inférieur, à l'échelle des sous-ensembles, les simulations devraient pouvoir remplacer dans certains cas les expériences. Cependant, l'identification des propriétés intrinsèques aux matériaux reste nécessaire à partir d'éprouvettes élémentaires représentatives de la sollicitation et les phénomènes étudiés aux échelles supérieures.

Même si le collage structural semble être un moyen d'assemblage pertinent, compte tenu des arguments présentés auparavant, l'utilisation d'adhésifs présente néanmoins quelques inconvénients, qui restreignent leur utilisation dans des pièces sous chargement complexe, tels que :

- des concentrations de contraintes locales au niveau des bords libres, qui peuvent entraîner une rupture prématurée de l'assemblage ;
- des contraintes résiduelles dans l'adhésif, lors de la phase de polymérisation ;
- l'alignement rigoureux des pièces à assembler, dans le but de minimiser l'impact de défauts sur la résistance de l'assemblage ;
- des températures d'utilisation limitées ($< 200^{\circ} \text{C}$) ;
- la nécessité d'appliquer un prétraitement aux surfaces à assembler (dégraissage, traitement mécanique tel que sablage, traitement chimique...) ;

Dans le but d'accroître l'utilisation du collage structural dans les structures aéronautiques, cette technique doit être intégrée dès le stade de la conception, ce qui nécessite que les bureaux d'études disposent d'outils et d'informations pertinentes. Pour cela, il est nécessaire de connaître finement le comportement mécanique des assemblages validé par des essais sur des structures représentatives. De ce fait, ces travaux de thèse s'intéressent sur la phase de caractérisation mécanique des adhésifs au moyen d'éprouvettes élémentaires (base de la pyramide).

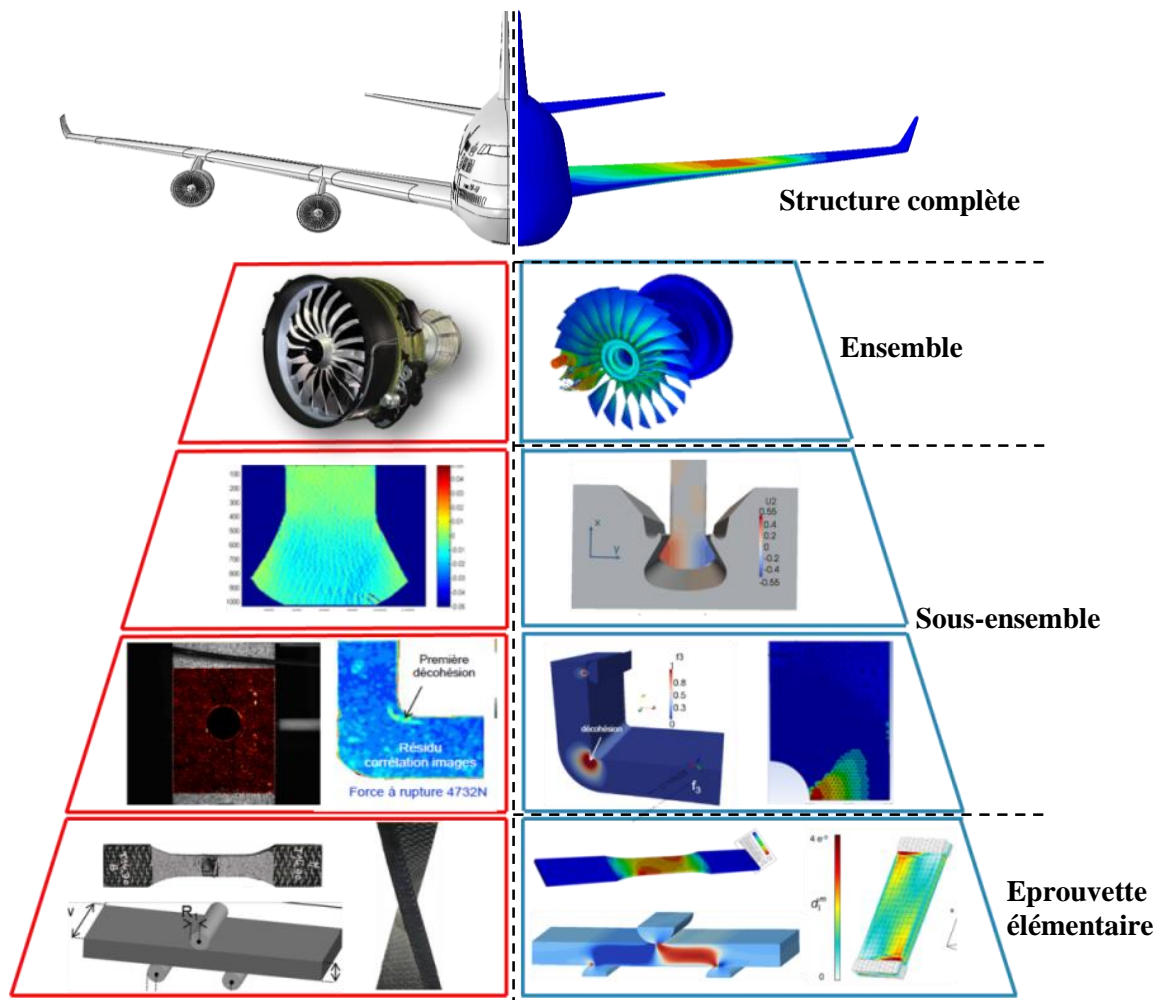


Figure. 2. Pyramide de validation et certification des structures aéronautiques [11].

Objectif général

L'objectif principal de ces travaux de thèse, menés au sein de Safran Composites et de l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme (*IRD*), se focalise sur la mise en place d'une méthodologie de caractérisation mécanique simple et efficace. Celle-ci doit donc permettre de comprendre les mécanismes d'endommagement et de caractériser le comportement mécanique d'un assemblage en vue de sa modélisation. Il s'agira donc de mettre en place les éléments théoriques, numériques et expérimentaux, ainsi que de sélectionner le moyen le plus adapté pour caractériser la rupture des collages sous chargements quasi-statiques bi-axiaux.

Ces travaux s'inscrivent dans une démarche globale de développement industriel au terme de laquelle Safran Composites capitalisera des compétences en termes de caractérisation des assemblages collés. Les éléments méthodologiques proposés, concernent à la fois des technologies expérimentales, des modèles, leur processus d'identification et des outils de calculs, destinés à être mis à disposition des filiales du groupe.

Problématique de l'étude

Pour atteindre l'objectif fixé, ces travaux de thèse devront soulever des points de blocage majeurs, identifiés à plusieurs niveaux. Tout d'abord, d'un point de vue expérimental : *(i)* choix des configurations d'essais optimales et *(ii)* instrumentation des essais permettant des mesures locales, mais également d'un point de vue théorique et numérique pour *(iii)* modéliser le comportement mécanique des adhésifs.

Le premier point du volet expérimental, concerne le choix d'un essai de caractérisation mécanique. La littérature propose différents moyens pour caractériser l'adhésif, il s'agit ici de développer (ou adapter) et d'exploiter un ensemble d'essais uni-axiaux et multi-axiaux pour caractériser le comportement mécanique et la rupture des adhésifs sous sollicitations quasi-statiques. Ces essais doivent limiter au maximum les effets de bords dans les joints de colle. Le deuxième point est lié à la difficulté d'obtenir des informations locales sur la répartition des contraintes. Cette difficulté est inhérente au caractère « fin » des joints de colle. Les mesures traditionnellement employées sur ce type d'essais ne donnent accès qu'à des informations globales qui moyennent les informations locales. Il s'agit donc d'intégrer dans une ou plusieurs configurations d'essai, une instrumentation capable de renseigner des informations liées aux grandeurs mécaniques locales (contraintes et déformations), sans pour autant modifier significativement le comportement du milieu qui les entoure. Il est également nécessaire d'exploiter l'information liée aux mécanismes d'endommagement et de rupture du joint de colle. De ce fait, une analyse approfondie de l'adhésif étudié est essentielle.

Les volets théorique et numérique a pour objectif la modélisation du comportement de l'adhésif au sein d'un assemblage, qui peut être divisé en deux régimes : linéaire et non-linéaire. Il s'agit donc de proposer une démarche d'identification des paramètres d'une loi de comportement en utilisant la méthode des éléments finis. Cette approche permettra de déterminer le comportement macroscopique de l'assemblage, à partir de la description des mécanismes de chaque élément constituant (adhésif, substrats) : la mise en place de ce dernier point étant rendu complexe en raison des difficultés d'observation.

Présentation de l'approche scientifique

Le dimensionnement des structures collées nécessite principalement une connaissance approfondie des caractéristiques mécaniques (propriétés, comportement, résistance ultime...) de l'adhésif utilisé. De ce fait, deux types d'échantillon peuvent être utilisés : *(i)* des échantillons massiques ou *(ii)* des assemblages collés. Les essais sur éprouvettes massiques ont l'avantage de

permettre une caractérisation rapide des propriétés mécaniques intrinsèques au matériau telles que : le module d'Young et le coefficient de Poisson [12]. Cependant, ce type d'éprouvette ne permet pas d'étudier l'adhésion et, la présence de porosités peut s'avérer critique lors de la caractérisation mécanique. Enfin, il a été observé qu'il était possible d'obtenir, pour un même adhésif, des propriétés mécaniques différentes en fonction de l'échantillon utilisé, étant donné que la polymérisation de l'adhésif dans l'assemblage est plus complexe [13]. Par conséquent, la caractérisation mécanique de l'adhésif étudié sera exclusivement réalisée à partir d'essais sur assemblages collés. Pour parvenir à cet objectif, le chapitre *I* de cette thèse présentera tout d'abord une comparaison détaillée des essais les plus couramment utilisés, afin de sélectionner le plus adapté au besoin industriel. Le développement d'un nouvel essai dit « Scarf modifié » sera également présenté.

Le chapitre *II* présentera, la méthodologie expérimentale et les essais destinés à caractériser le comportement de l'adhésif. Des essais de traction monotone jusqu'à rupture permettront de mettre en évidence les différents régimes du comportement mécanique de l'adhésif. Il sera également présenté différents types d'essais dans le but d'analyser l'influence de la vitesse de sollicitation et les phénomènes visqueux mis en jeu. Cette caractérisation sera réalisée par stéréocorrélation d'images numériques (*SCIN*). Celle-ci, consiste principalement à identifier les champs de déplacements à partir de deux images grâce aux variations de niveau de gris identifiées sur la surface investiguée de l'objet [14]. Cette méthode vise donc à mesurer principalement le déplacement sur des zones codées avec un motif aléatoire (mouchetis) et par la suite, des techniques de dérivation permettent d'obtenir les déformations. Il est en effet possible de se « rapprocher » du joint de colle afin d'en assurer une mesure très locale et, d'autre part d'accéder à une très bonne résolution de mesure ($1\mu m$ en déplacement) [15–18].

Dans la littérature, différents modèles ont été proposés afin de prédire le comportement mécanique des adhésifs. Des modèles viscoélastiques pour prendre en compte la dépendance du comportement au temps [19–21], des modèles élasto-plastiques [22] ou encore visco-plastiques [23], associés à une déformation permanente sont généralement utilisés. Cependant, l'identification des paramètres d'une loi de comportement nécessite souvent un recours aux méthodes d'identification inverse, qui sont coûteuses en temps de calcul [24]. Par conséquent, dans le but de répondre à cette problématique, il sera proposé dans le chapitre *III*, une méthode originale d'identification des paramètres d'une loi de comportement, directement à partir de la courbe σ/ε .

Dans le but d'obtenir des informations relatives aux grandeurs caractéristiques du joint de colle, les essais sur assemblages collés doivent être accompagnés d'une ou plusieurs techniques d'instrumentation. Le chapitre *IV* présentera les travaux expérimentaux menés pour caractériser les

mécanismes d'endommagement du joint de colle à partir de l'utilisation de la technique d'émission acoustique (EA) [25] et de la tomographie à rayon X [26].

Enfin, le dernier chapitre de la thèse présentera l'implantation de capteurs à réseau de Bragg, technique permettant d'accéder aux mesures locales de la déformation au milieu du joint de colle : ce qui pourrait représenter un réel apport en termes de connaissance sur l'état de réticulation de l'adhésif, pendant la durée du cycle de cuisson ainsi que des déformations lors des essais mécaniques [27].

Bibliographie

- [1] Jayakrishna K, Kar VR, Sultan MTH, Rajesh M. Materials selection for aerospace components. *Sustain. Compos. Aerosp. Appl.*, Elsevier; 2018, p. 1–18. doi:10.1016/B978-0-08-102131-6.00001-3.
- [2] Marsh G. Metals shed weight to compete. *Mater Today* 2001;4:25–9. doi:10.1016/S1369-7021(01)80212-1.
- [3] Starke EA, Staley JT. Application of modern aluminium alloys to aircraft. *Fundam. Alum. Metall.*, Elsevier; 2011, p. 747–83. doi:10.1533/9780857090256.3.747.
- [4] Holmes M. Aerospace looks to composites for solutions. *Reinf Plast* 2017;61:237–41. doi:10.1016/j.repl.2017.06.079.
- [5] Scarselli G, Corcione C, Nicassio F, Maffezzoli A. Adhesive joints with improved mechanical properties for aerospace applications. *Int J Adhes Adhes* 2017;75:174–80. doi:10.1016/J.IJADHADH.2017.03.012.
- [6] Higgins A. Adhesive bonding of aircraft structures. *Int J Adhes Adhes* 2000;20:367–76. doi:10.1016/S0143-7496(00)00006-3.
- [7] De Florio F, De Florio F. Type Certification. *Airworthiness*, Elsevier; 2016, p. 85–122. doi:10.1016/B978-0-08-100888-1.00005-7.
- [8] Ashforth C, Ilcewicz L. 3.1 Certification and Compliance Considerations for Aircraft Products with Composite Materials. *Compr. Compos. Mater. II*, Elsevier; 2018, p. 1–25. doi:10.1016/B978-0-12-803581-8.09944-6.
- [9] Zhuguo Z, Yingchun Z, Xupo O. Study on Key Certification Issues of Composite Airframe Structures for Commercial Transport Airplane. *Procedia Eng* 2011;17:247–57. doi:10.1016/J.PROENG.2011.10.026.
- [10] Junchi X. Overview of Certification of Aeroplane Takeoff and Landing Performance on Contaminated Runways. *Procedia Eng* 2011;17:13–23. doi:10.1016/J.PROENG.2011.10.003.
- [11] Carrere N. 1er Séminaire associé au PRC2 recherche composite. 2017.
- [12] Dolev G, Ishai O. Mechanical Characterization of Adhesive Layer in-situ and as Bulk Material. *J Adhes* 1981;12:283–94. doi:10.1080/00218468108071207.
- [13] Davies P, Sohier L, Cognard JY, Bourmaud A, Choqueuse D, Rinnert E, et al. Influence of adhesive bond line thickness on joint strength. *Int J Adhes Adhes* 2009;29:724–36. doi:10.1016/j.ijadhadh.2009.03.002.
- [14] Mudassar AA, Butt S. Improved Digital Image Correlation method. *Opt Lasers Eng*

- 2016;87:156–67. doi:10.1016/J.OPTLASENG.2015.10.002.
- [15] Comer AJ, Katnam KB, Stanley WF, Young TM. Characterising the behaviour of composite single lap bonded joints using digital image correlation. *Int J Adhes Adhes* 2013;40:215–23. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2012.08.010.
- [16] Zhou H, Fernando D, Chen G, Kitipornchai S. The quasi-static cyclic behaviour of CFRP-to-concrete bonded joints: An experimental study and a damage plasticity model. *Eng Struct* 2017;153:43–56. doi:10.1016/J.ENGSTRUCT.2017.10.007.
- [17] Kosmann J, Klapp O, Holzhüter D, Schollerer MJ, Fiedler A, Nagel C, et al. Measurement of epoxy film adhesive properties in torsion and tension using tubular butt joints. *Int J Adhes Adhes* 2018;83:50–8. doi:10.1016/J.IJADHADH.2018.02.020.
- [18] Wang X, Ahn J, Kaboglu C, Yu L, Blackman BRK. Characterisation of composite-titanium alloy hybrid joints using digital image correlation. *Compos Struct* 2016;140:702–11. doi:10.1016/J.COMPSTRUCT.2015.12.023.
- [19] Chiu WK, Jones R. Unified constitutive model for thermoset adhesive, FM73. *Int J Adhes Adhes* 1995;15:131–6.
- [20] Crocombe AD. Modelling and predicting the effects of test speed on the strength of joints made with FM73 adhesive. *Int J Adhes Adhes* 1995;15:21–7.
- [21] Majda P, Skrodzewicz J. A modified creep model of epoxy adhesive at ambient temperature. *Int J Adhes Adhes* 2009;29:396–404.
- [22] Mahnken R. Simulation of strength difference coupled to softening in elasto-plasticity for adhesive materials. *Int J Adhes Adhes* 2012;32:1–14. doi:10.1016/j.ijadhadh.2011.08.006.
- [23] Jousset P, Rachik M. Implementation, identification and validation of an elasto-plastic-damage model for the finite element simulation of structural bonded joints. *Int J Adhes Adhes* 2014;50:107–18.
- [24] Ilioni A, Badulescu C, Carrère N, Davies P, Thévenet D. A viscoelastic-viscoplastic model to describe creep and strain rate effects on the mechanical behaviour of adhesively-bonded assemblies. *Int J Adhes Adhes* 2017. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.12.003.
- [25] Brotherhood CJ, Drinkwater BW, Dixon S. The detectability of kissing bonds in adhesive joints using ultrasonic techniques. *Ultrasonics* 2003;41:521–9. doi:10.1016/S0041-624X(03)00156-2.
- [26] Zheng S, Vanderstelt J, McDermid JR, Kish JR. Non-destructive investigation of aluminum alloy hemmed joints using neutron radiography and X-ray computed tomography. *NDT E Int*

2017;91:32–5. doi:10.1016/J.NDTEINT.2017.06.004.

- [27] Colpo F, Humbert L, Giaccari P, Botsis J. Characterization of residual strains in an epoxy block using an embedded FBG sensor and the OLCR technique. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2006;37:652–61. doi:10.1016/J.COMPOSITESA.2005.05.009.

Chapitre I.

DEVELOPPEMENT DE L'ESSAI SCARF MODIFIE

INTRODUCTION

L'objectif de ce chapitre est de sélectionner un moyen d'essai adapté à la caractérisation mécanique d'adhésifs sous sollicitations bi-axiales quasi-statiques. Cet essai doit non seulement pouvoir être utilisé dans les laboratoires industriels de Safran, mais aussi être facilement mis en œuvre.

Dans les deux premières parties de ce chapitre, différents essais destinés à caractériser le comportement mécanique hors plan des adhésifs seront présentés, afin d'identifier leurs avantages et leurs inconvénients, et de sélectionner celui qui répondra au mieux au besoin industriel. L'essai de type Arcan modifié se révèle être le moyen le plus adapté pour la caractérisation du comportement mécanique d'adhésifs. Cet essai permet en effet de solliciter un adhésif, suivant différentes directions de chargement (compression / traction / cisaillement) tout en minimisant les effets de bord. Cependant, le collage des éprouvettes Arcan, ainsi que leur mise en place dans la machine d'essai, peuvent s'avérer délicats nécessitant alors un dispositif expérimental et des pièces d'interface spécifiques. Ce protocole expérimental constitue un frein à la valorisation de l'essai de type Arcan modifié en milieu industriel. L'essai de type Scarf constitue quant à lui une alternative intéressante dans la mesure où il permet d'une part, une sollicitation multiaxiale du joint de colle et d'autre part, la mise en place rapide dans la machine d'essai (sans pièces d'interface). Cependant, la distribution de contraintes reste non-homogène dans le joint de colle et les effets de bord peuvent perturber la caractérisation efficace de l'adhésif. Ces observations ont conduit au développement d'un nouvel essai appelé Scarf modifié, basé sur les travaux de Carrère *et al.* [1]. Dans les troisième et quatrième parties, une étude d'optimisation de la géométrie de l'échantillon Scarf modifié sera présentée. Cette optimisation géométrique vise à éliminer les effets de bord mais également à rendre homogène la distribution de contrainte dans le joint de colle. Enfin, dans la dernière partie, une analyse de l'influence de différents défauts de collage sur le comportement mécanique du joint, et plus particulièrement sur la limite d'élasticité, a été réalisée.

SOMMAIRE

I.1. Besoin industriel.....	13
<i>I.1.1. Essais de caractérisation du comportement mécanique de l'adhésif.....</i>	<i>14</i>
I.1.1.1. Essai de simple recouvrement (SLJ single lap joint)	14
I.1.1.2. Essai TAST (Thick Adherend Shear Test).....	15
I.1.1.3. Essai bout à bout	16
I.1.1.4. Essai Scarf	16
I.1.1.5. Essai Arcan modifié	17
I.2. Choix de l'essai de caractérisation mécanique des adhésifs.....	18
<i>I.2.1. Bilan des essais de caractérisation mécanique de l'adhésif.....</i>	<i>18</i>
<i>I.2.2. Proposition d'un nouvel essai.....</i>	<i>19</i>
I.3. Modèle éléments finis.....	20
I.4. Dimensionnement des éprouvettes Scarf modifié	22
I.4.1. Géométrie des becs	24
I.4.2. Longueur des bras.....	25
I.4.3. Hauteur des bras.....	26
I.4.4. Largeur des substrats.....	27
I.4.5. Configurations de l'éprouvette Scarf modifié étudiées.....	28
I.5. Influence des défauts de collage sur le comportement mécanique des assemblages de type Scarf modifié	29
I.5.1. Défauts d'alignement hors plan des substrats	31
I.5.2. Défauts d'alignement tangentiel des substrats	32
I.5.3. Défauts de parallélisme hors plan des substrats	33
I.5.4. Défaut d'hétérogénéité de l'épaisseur du joint de colle	34
I.6. Identification des défauts de collage lors des essais mécaniques	35
I.7. Conclusion.....	36
I.8. Bibliographie	39

I.1. Besoin industriel

Les assemblages collés permettent une répartition des contraintes plus homogène que celles rencontrées dans les techniques d'assemblage conventionnelles qui nécessitent un ajout de pièces mécaniques. Cependant, cette distribution n'est pas parfaitement uniforme et souvent affectée par les effets de bord ; ce qui peut alors conduire à des ruptures prématurées de l'assemblage. Il est cependant possible de minimiser ces effets de bord, en particulier pour les essais de caractérisation du comportement mécanique d'adhésifs [2]. Plusieurs auteurs ont proposé différentes configurations d'essais (éprouvette et métrologie associée), dans le but d'identifier le comportement des adhésifs sous sollicitations mécaniques. Néanmoins, certains essais engendrent des contraintes de pelage ou de clivage, qui représentent une difficulté majeure pour la bonne caractérisation du comportement mécanique des assemblages collés [3,4].

Les développements technologiques sur la caractérisation des assemblages collés en milieu industriel, sont principalement ciblés sur la facilité et la rapidité de mise en œuvre, ainsi que la bonne reproductibilité des sollicitations uni-axiales ou bi-axiales (traction, compression ou cisaillement) dans le joint de colle. Les outils actuellement disponibles posent parfois de nombreuses questions en termes de conception, de caractérisation ou encore de modélisation, ce qui limitent leur utilisation et leur certification pour des assemblages structuraux critiques.

L'un des principaux objectifs de la thèse est de développer un moyen d'essai, adapté à la caractérisation mécanique d'adhésifs sous sollicitations bi-axiales quasi-statiques. Il s'agit donc d'intégrer dans une ou plusieurs configurations d'essai, une instrumentation capable de renseigner les grandeurs mécaniques locales (et plus particulièrement, pouvoir accéder à la répartition des contraintes dans le joint de colle). Ce moyen doit impérativement pouvoir être intégrable et utilisable dans les laboratoires industriels de Safran.

Aussi, pour répondre à ce besoin, le moyen d'essai proposé doit : (i) réduire au maximum les effets de bords afin de garantir une caractérisation fiable du comportement mécanique ; (ii) conduire à une distribution de contraintes la plus homogène possible, principalement sur la zone centrale ; (iii) être facilement usinable ; (iv) être utilisable sans pièces d'interface machine/éprouvette ; (v) permettre une multi-instrumentation lors des essais mécaniques.

I.1.1. Essais de caractérisation du comportement mécanique de l'adhésif

Cette section a pour objectif de présenter de manière détaillée les essais mécaniques les plus couramment utilisés, pour la caractérisation expérimentale du comportement mécanique des adhésifs sous sollicitations quasi-statiques hors-plan. Les résultats de modélisation présentés sont obtenus par EF, en utilisant des éléments C3D8R et à partir d'un comportement élastique pour la colle et les substrats. Une attention particulière a été portée à la taille et à la convergence du maillage.

I.1.1.1. Essai de simple recouvrement (SLJ single lap joint)

L'essai de type simple recouvrement, est un essai normalisé (ASTM D 1002 ou EN 2243-1) [5] couramment utilisé dans le milieu industriel pour caractériser la tenue mécanique d'assemblages collés, et ce grâce à sa facilité de mise en œuvre. Le joint de colle est sollicité, en appliquant des efforts aux extrémités d'un assemblage constitué de deux substrats rectangulaires d'épaisseur fine, comme illustré sur la Figure I. 1-a.

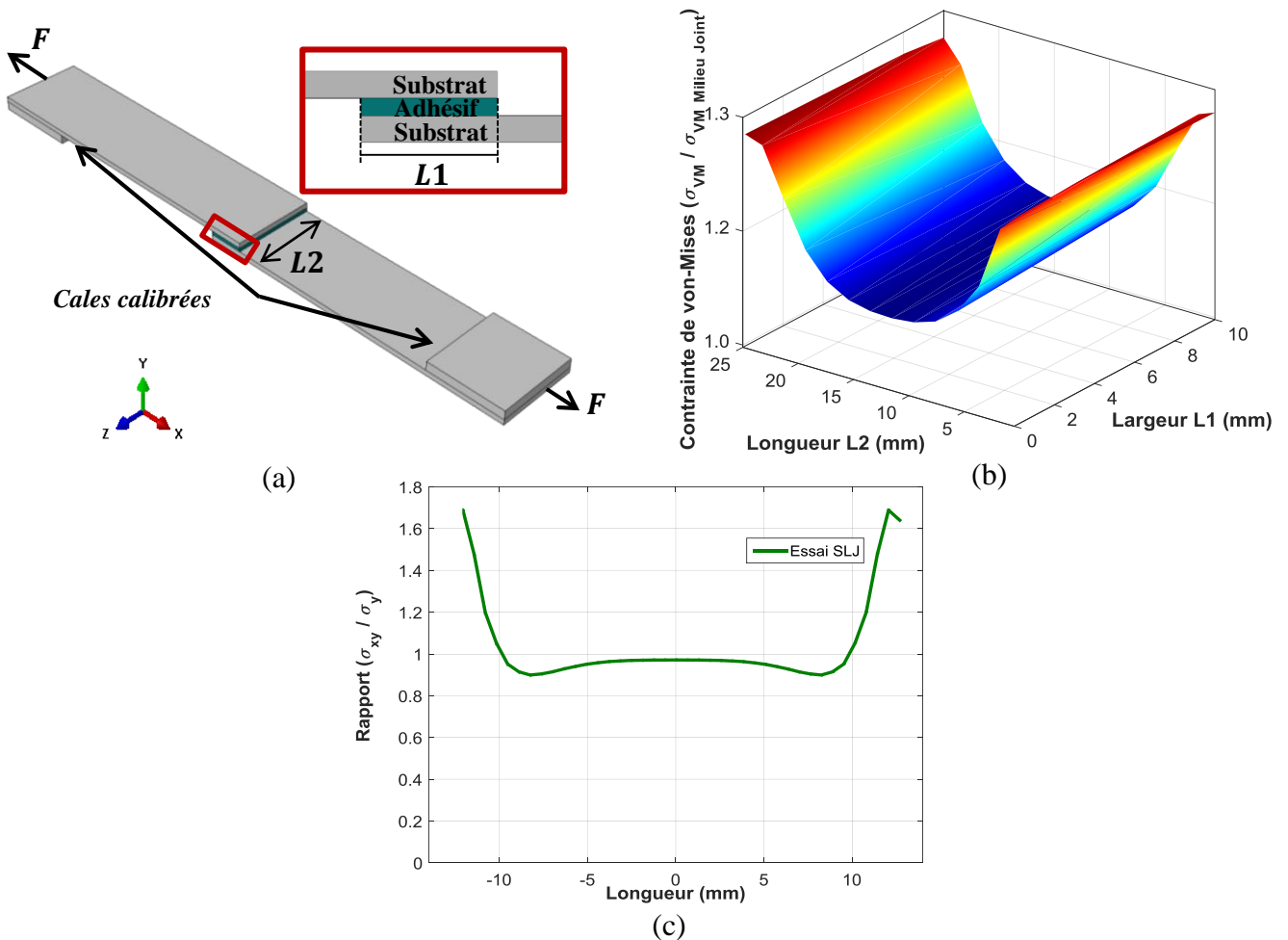


Figure I. 1. (a) Essai simple recouvrement, (b) contrainte de von Mises au milieu du joint de colle, (c) contrainte de von σ_{xy} sur la longueur.

Néanmoins, l'utilisation de ce type d'essai présente quelques inconvénients tels que la distribution non-homogène de la contrainte dans le joint de colle, ainsi que les effets de bord élevés (*Figure I. 1-b*) qui favorisent l'apparition et la propagation de fissures au niveau de l'interface adhésif/substrats conduisant à la rupture prématurée de l'assemblage. Plusieurs auteurs ont proposé des géométries différentes, afin de réduire les effets de bord libres [6]. Cependant, la sollicitation du joint de colle n'est pas purement uni-axiale (*Figure I. 1-c*), et ce du fait des contraintes de pelage dues à la flexion des substrats lors de l'essai [7]. Toutefois, cet essai reste l'essai le plus utilisé pour certifier les performances de collage car il combine les deux aspects fondamentaux : l'adhésion et l'adhérence.

I.1.1.2. Essai TAST (*Thick Adherend Shear Test*)

L'essai TAST (ASTM D5656, [8]) fait référence à une modification de la géométrie des substrats utilisés dans l'essai simple recouvrement [9]. L'utilisation de substrats plus épais apporte une rigidité supérieure à l'éprouvette (*Figure I. 2-a*) : cet aspect tend à diminuer fortement les contraintes de pelage (*Figure I. 2-c*). Malgré les différentes modifications apportées à cet essai [10,11], les effets de bord restent élevés (*Figure I. 2-b*) et la sollicitation du joint de colle n'est pas purement uni-axiale ; ce qui rend alors difficile la caractérisation complète du comportement mécanique d'adhésifs.

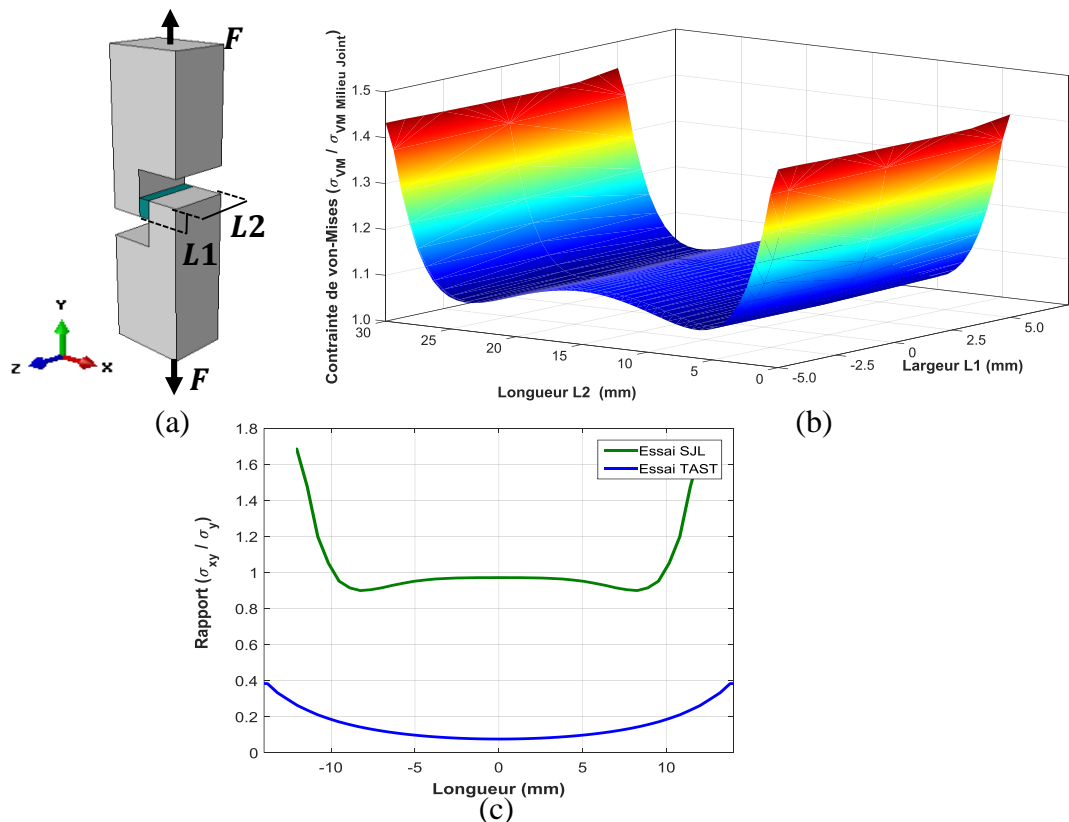


Figure I. 2. (a) Essai TAST, (b, c) contraintes (σ_{VM}, σ_{xy}) au milieu du joint de colle.

I.1.1.3. Essai bout à bout

Les essais de type bout-à-bout, sont souvent utilisés pour caractériser le comportement mécanique linéaire des adhésifs (module d'Young, coefficient de Poisson et module de Colomb) sous sollicitation bi-axiale en traction-compression/torsion [12]. Cet essai est composé de deux barreaux cylindriques collés bout-à-bout et la sollicitation est appliquée aux extrémités des substrats (*Figure I. 3-a*). Ce type d'essai génère des effets de bords non négligeables dus à la différence de propriétés mécaniques entre la colle et les substrats (*Figure I. 3-b*). Arnaud *et al.* [13] ont proposé un nouveau dispositif cylindrique collé bout à bout en utilisant des becs usinés dans les substrats et proches du joint de colle, dans le but de réduire les singularités générées aux bords. Néanmoins, l'usinage des substrats, la procédure de collage et la mise en place du dispositif dans la machine d'essai restent des opérations complexes à réaliser en milieu industriel.

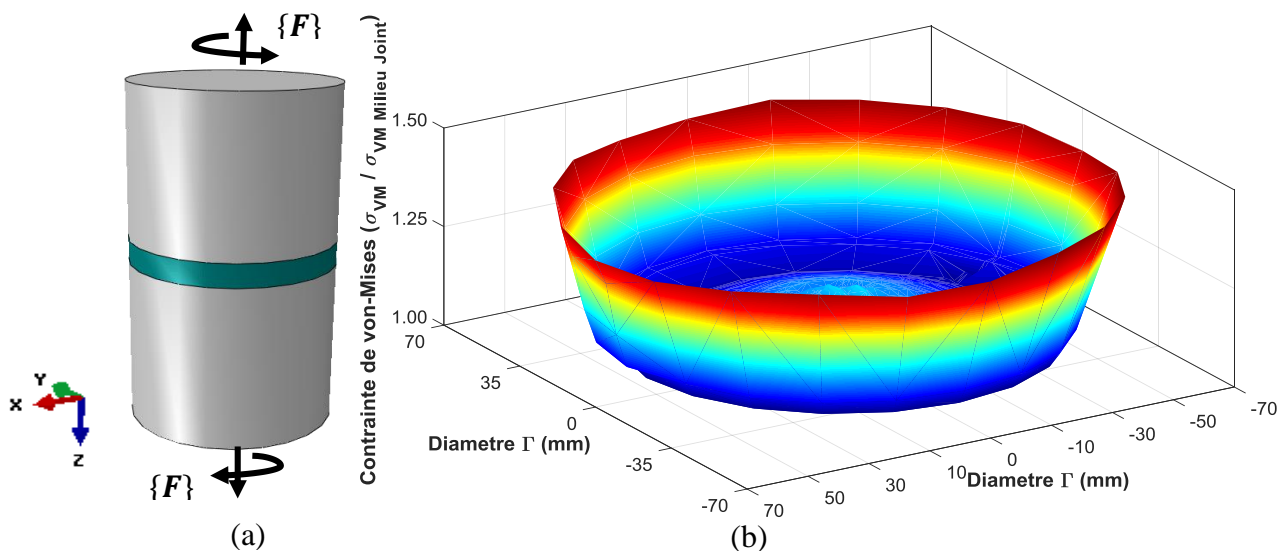


Figure I. 3. (a) Essai bout-à-bout, (b) contrainte de von Mises dans le joint de colle.

I.1.1.4. Essai Scarf

Les assemblages de type Scarf (STP1455, [14]) sont issus d'une technique destinée à la réparation des structures composites secondaires dans l'industrie aéronautique et aérospatiale, grâce à son efficacité et sa haute résistance mécanique par rapport aux autres techniques de réparation [15,16]. Ces avantages ont mené au développement d'un essai avec une mise en place simple, qui permet de caractériser la tenue et le comportement mécanique des adhésifs. Cet essai est composé de deux barreaux (métalliques ou composites) collés bout-à-bout avec un joint de colle incliné d'un angle (δ) [$0^\circ, 90^\circ$], permettant une sollicitation bi-axiale du joint de colle, comme montré sur la *Figure I. 4-a*.

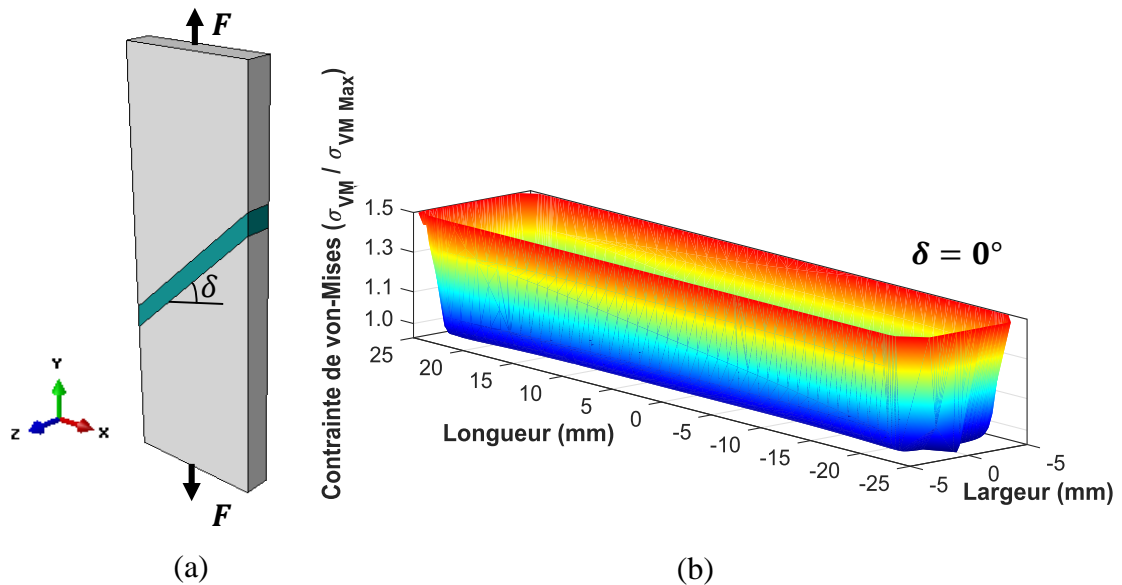


Figure I. 4. (a) Essai Scarf, (b) contrainte de von Mises dans le joint de colle.

Même si cet essai est relativement simple à réaliser et ne nécessite aucun montage additionnel lors de la sollicitation mécanique, il présente trois inconvénients majeurs : (i) une concentration de contraintes au voisinage du bord libre du joint de colle, qui pourrait entraîner une rupture prématurée de l'assemblage; (ii) une distribution de contraintes dans le joint de colle non uniforme (Figure I. 4-b); (iii) une mixité de la sollicitation relativement limitée $\delta \in [0^\circ, 90^\circ]$.

1.1.1.5. Essai Arcan modifié

Dans le but d'analyser le comportement mécanique d'assemblages collés sous sollicitations bi-axiales en traction compression / cisaillement, Cognard *et al.* [17] a développé l'essai de type Arcan modifié. Cet essai est réalisé à l'aide d'un dispositif expérimental composé de deux demi-lunes en acier à haute résistance munies de trous. Une éprouvette rectangulaire aluminium/adhésif/aluminium, munie de becs permettant de limiter les singularités au niveau des bords est introduite entre ces deux demi-lunes (Figure I. 5-a).

Ce dispositif permet de solliciter un adhésif de manière quasi-homogène (distribution quasi-uniforme de la contrainte dans le joint de colle, Figure I. 5-b) suivant plusieurs directions de chargement, (γ angle entre l'axe de sollicitation et la normale au plan du joint de colle) : Traction ($\gamma = 0^\circ$), Cisaillement ($\gamma = 90^\circ$), Traction cisaillement ($0^\circ < \gamma < 90^\circ$), et Compression cisaillement ($90^\circ < \gamma < 135^\circ$) [18].

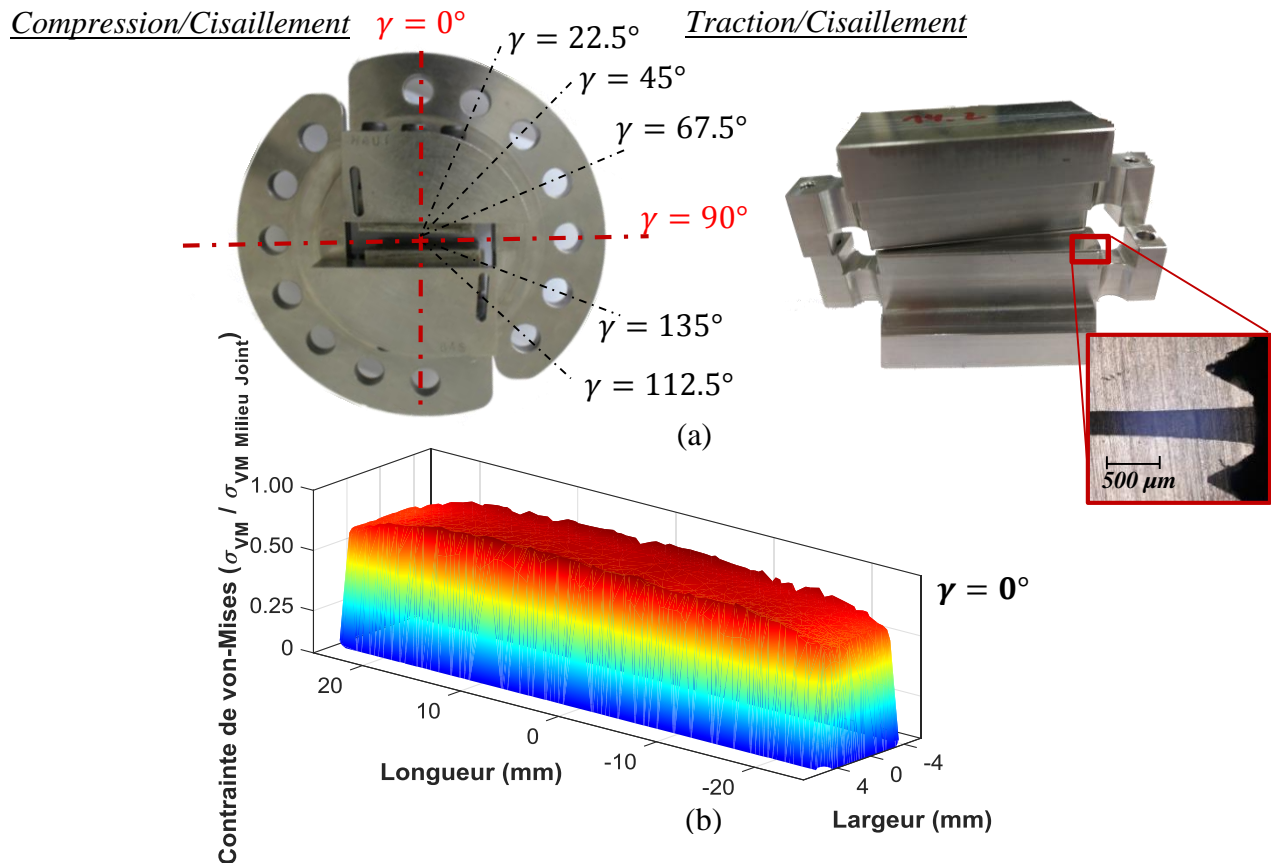


Figure I. 5. (a) Essai Arcan modifié, (b) contrainte de von Mises dans le joint de colle.

L'essai de type Arcan modifié présente deux inconvénients majeurs pour son implantation en milieu industriel : tout d'abord, (i) la phase de collage nécessite l'utilisation d'un système d'oreilles (dispositif de collage), dans le but d'assurer le bon positionnement relatif des deux substrats et de garantir une épaisseur de colle uniforme. Ce processus de collage peut s'avérer long et délicat. Ensuite, (ii) la mise en place de l'éprouvette dans la machine d'essai, requiert un système de demi-lunes dans lequel il faut également positionner l'échantillon avec précision pour garantir le mode de sollicitation souhaitée et ainsi éviter la présence de jeu entre les deux parties. Enfin, le montage Arcan dans cette version est peu adapté aux sollicitations cycliques, notamment dans le cas de rapports de charges négatifs.

I.2. Choix de l'essai de caractérisation mécanique des adhésifs

I.2.1. Bilan des essais de caractérisation mécanique de l'adhésif

Après avoir mis en évidence les avantages et inconvénients des différents essais mécaniques proposés dans la littérature pour caractériser le comportement mécanique des assemblages collés, le choix d'un essai doit être effectué afin de répondre au besoin industriel.

Le *Tableau 1*, montre les points positifs/négatifs des essais présentés précédemment, en fonction des critères les plus importants pour garantir une caractérisation fiable du comportement mécanique d'adhésifs.

Tableau 1. Critère de choix de l'essai de caractérisation mécanique.

<i>Critères de choix</i>	<i>SLJ</i>	<i>TAST</i>	<i>Bout à bout</i>	<i>Scarf</i>	<i>Arcan modifié</i>
<i>Minimisation des effets de bord</i>	–	–	–	–	+
<i>Homogénéité de la contrainte</i>	–	–	–	–	+
<i>Sollicitation multiaxiale</i>	–	–	+	+	+
<i>Simplicité de mise en œuvre (en milieu industriel)</i>	+	–	–	+	–
<i>Multi-instrumentation</i>	+	–	+	+	–

(–) : Défavorable

(+) : Favorable

I.2.2. Proposition d'un nouvel essai

L'essai de type Scarf se présente alors comme le moyen le plus adapté pour répondre au besoin industriel, grâce à : (i) sa simplicité de mise en œuvre sur une machine de traction conventionnelle ; (ii) son aptitude à permettre la sollicitation bi-axiale du joint de colle (sur une plage limitée) ; (iii) sa capacité à appliquer une sollicitation du joint de colle à des vitesses élevées avec très peu d'effet d'inertie ; (iv) également, sa capacité à permettre la réalisation d'essais cycliques avec des rapports de charges positifs ou négatifs sans être perturbé par les jeux rencontrés dans l'essai Arcan modifié ; (v) sa capacité à permettre l'adaptation d'une multi-instrumentation de l'échantillon, lors d'essais mécaniques (*SCIN*, émission acoustique, fibre optique à réseau de Bragg et tomographie).

Néanmoins, les singularités observées au niveau des bords libres des échantillons Scarf et la distribution non-homogène de la contrainte dans le joint de colle, représentent toujours un inconvénient majeur pour la caractérisation et l'identification du comportement mécanique d'adhésifs. Il a été démontré que l'un des moyens les plus efficaces pour limiter les effets de bords, consiste à usiner des becs tout autour des substrats et au voisinage du joint de colle, comme l'a proposé Cognard [19] pour les éprouvettes Arcan modifié. Pourtant, l'usinage de becs tout autour des substrats Scarf, reste une opération difficile à réaliser pour des angles différents de $\delta = 0^\circ$. Pour éliminer cet inconvénient, Carrère *et al.* [1] propose l'utilisation d'une nouvelle géométrie de

l'éprouvette Scarf. La *Figure I. 6*, présente l'échantillon Scarf modifié, où à la différence des éprouvettes Scarf classiques, des bras et des becs ont été ajoutés afin de minimiser les effets de bords autour de la surface collée. Pourtant, la géométrie de l'éprouvette, et plus particulièrement la géométrie des bras, reste à optimiser, de façon à homogénéiser la contrainte et réduire complètement les singularités des bords libres. En conséquence, avant d'utiliser cet essai pour caractériser expérimentalement le comportement mécanique de l'adhésif industriel, une étude paramétrique à l'aide d'un calcul par éléments finis (*EF*) portant sur l'influence des paramètres géométriques a été réalisée.

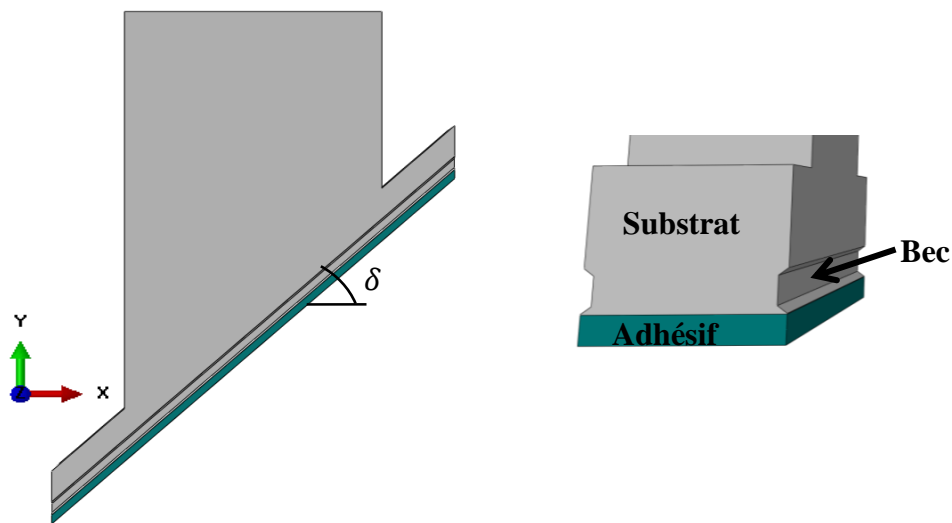


Figure I. 6. Eprouvette Scarf modifié.

I.3. Modèle éléments finis

(a) Modélisation de l'essai Scarf modifié

Une modélisation en 3D par éléments finis (*EF*) des éprouvettes Scarf modifié $\delta = 0^\circ$, pour un comportement élastique linéaire a été construite dans le but d'optimiser la géométrie des substrats. Les modèles par *EF* ont été réalisés sous Abaqus® [20], en utilisant des éléments quadratiques de type C3D20 avec intégration complète. La *Figure I. 7* présente le maillage global du modèle 3D de l'éprouvette Scarf modifié 0° , un maillage fin au voisinage des bords libres a été généré afin d'obtenir une bonne évaluation du gradient de contrainte et de la déformation dans le joint de colle. Pour information, le modèle possède 75000 éléments, dont 25000 dans le joint de colle (22 éléments dans l'épaisseur du joint), ce maillage a été choisi à l'issue d'une étude de convergence.

Les substrats de l'éprouvette Scarf modifié sont modélisés pour un comportement élastique linéaire avec les paramètres suivants (alliage d'aluminium de nuance: 7075 T6) : module d'Young

$E_{Alu} = 72 \text{ GPa}$, coefficient de Poisson $\nu_{Alu} = 0.32$ et limite d'élasticité de $\sigma_y = 520 \text{ MPa}$ [21]. Dans le but d'obtenir des résultats généraux pour l'ensemble des adhésifs qui peuvent être utilisés, la colle est modélisée en utilisant les propriétés élastiques linéaires caractéristiques d'une colle à base époxy : module d'Young $E_{Adh} = 2 \text{ GPa}$ et coefficient de Poisson $\nu_{Adh} = 0.40$ [22].

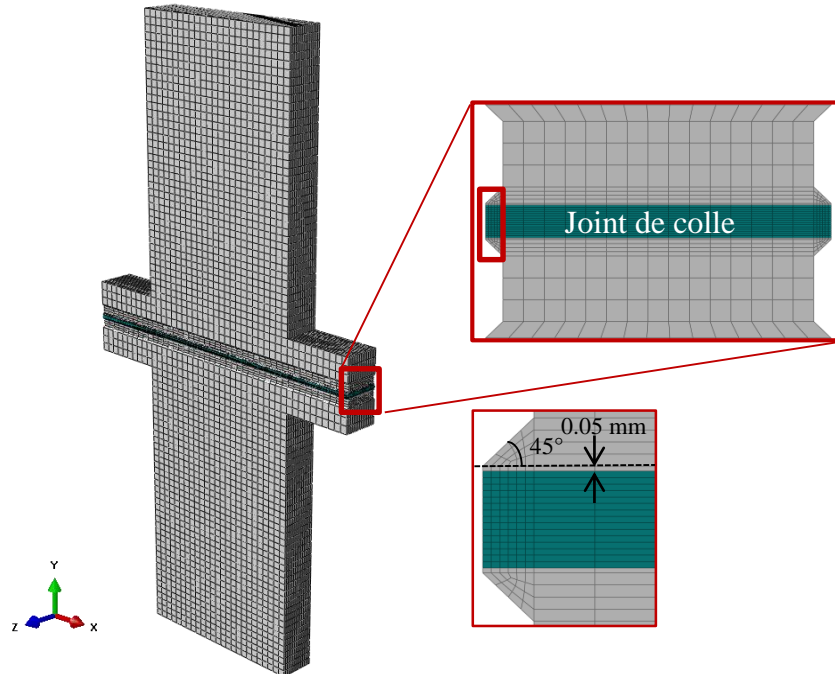


Figure I. 7. Maillage du modèle EF des éprouvettes Scarf modifié.

(b) Conditions aux limites

Les essais de type Scarf modifié sont réalisés sur une machine de traction uniaxiale. L'échantillon est fixé directement dans les mors de serrage de la machine d'essai sur une longueur de 40 mm afin d'éviter le glissement de l'éprouvette Scarf modifié. Pour bien représenter les conditions d'essai d'une éprouvette Scarf modifié, deux points de référence ont été définis et reliés à la surface (surface de serrage) en utilisant la fonction d'interaction « *Kinematic coupling* », comme montré dans la Figure I. 8.

Au niveau du point de référence « RP-1 », l'effort ($F = 10 \text{ kN}$) est appliqué selon la direction y (solicitation hors plan du joint de colle). Ensuite, tous les déplacements, excepté celui dans la direction de sollicitation, sont bloqués :

$$\begin{cases} U_x = 0 \\ U_y \neq 0 \\ U_z = 0 \\ U_R = 0 \end{cases}$$

Au niveau du point de référence « RP-2 », l'éprouvette est complètement encastrée, ce qui représente le mors fixe de la machine d'essai :

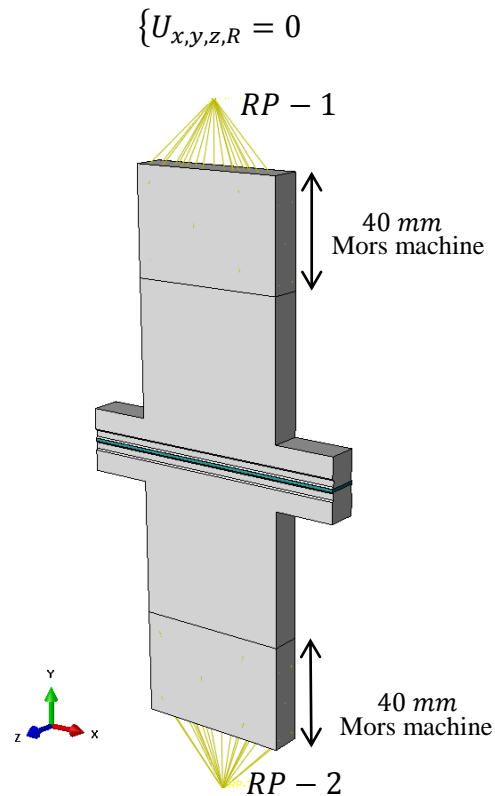


Figure I. 8. Conditions aux limites des essais Scarf modifié.

I.4. Dimensionnement des éprouvettes Scarf modifié

La Figure I. 9, présente la géométrie des échantillons Scarf modifié, les paramètres w et L_n représentent respectivement la largeur et la longueur nominale (sur la zone centrale) de l'échantillon. La surface nominale S_n est définie par : $L_n \times w$ avec $L_n = \frac{L}{\cos(\delta)}$. Par conséquent, la longueur totale (L_T) du joint de colle est dépendante de l'angle des substrats Scarf modifié : $L_T = L_n + 2 \times L_{bras}$. Le paramètre géométrique L a été fixé égal à 50 mm afin de garder la même longueur nominale (lorsque $\delta = 0^\circ$) utilisée dans les échantillons Arcan modifié développés au sein de l'IRDL.

L'objectif de ces travaux étant de développer un essai pour la caractérisation expérimentale des adhésifs, une répartition homogène de la contrainte dans le joint de colle est recherchée. Théoriquement, cette contrainte devrait être nulle sur la longueur des bras (L_{bras}) et constante ($\neq 0$) sur la zone centrale de l'éprouvette (L_n) (Figure I. 10), afin de remonter de façon simple à la contrainte dans l'adhésif.

Dans le but d'homogénéiser au maximum la contrainte sur la surface nominale (S_n), et de réduire les effets de bord, l'étude de l'optimisation de la géométrie des éprouvettes Scarf modifié, portera sur deux paramètres liés à la géométrie des bras : la longueur des bras (L_{bras}) et la hauteur des bras (h). Nous nous sommes intéressés également à l'influence de la largeur des substrats (w) sur la distribution des contraintes dans le joint de colle.

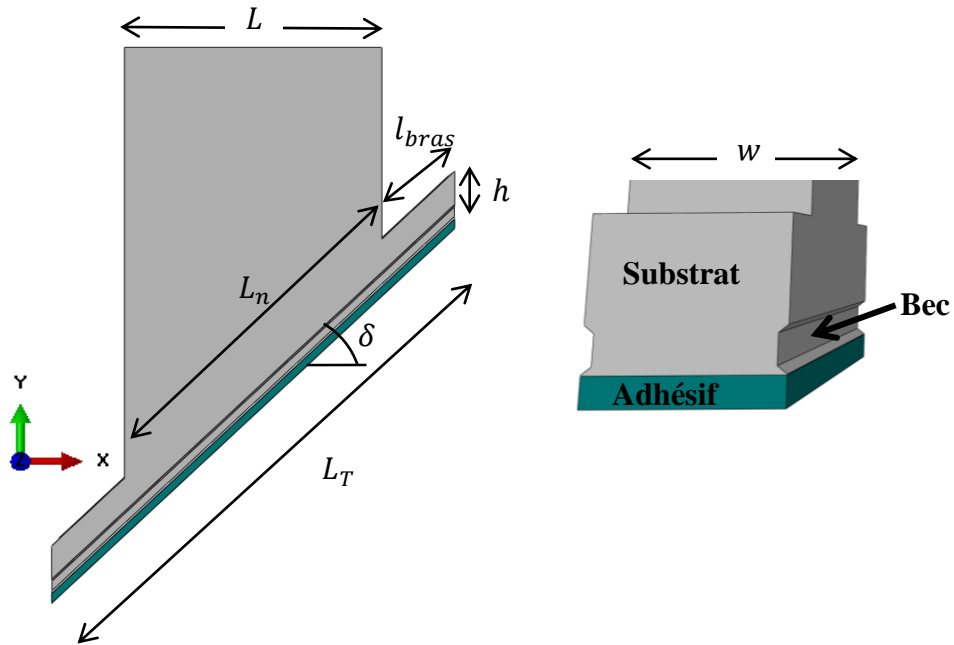


Figure I. 9. Géométrie de l'éprouvette Scarf modifié.

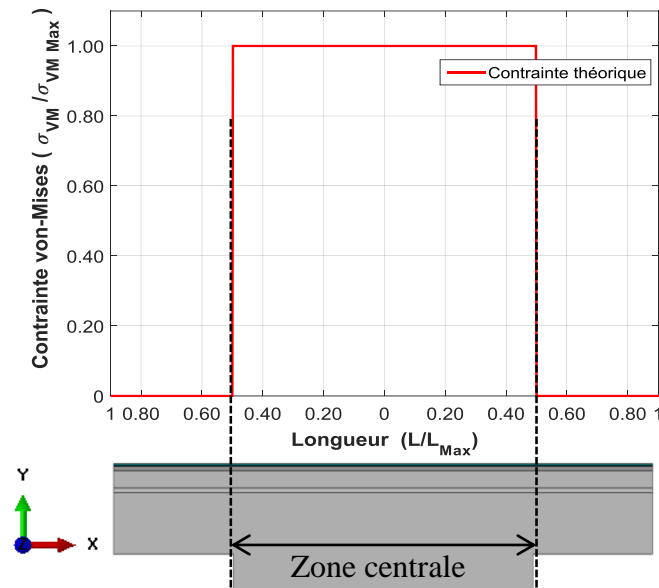


Figure I. 10. Contrainte «idéale» au milieu du joint de colle des échantillons Scarf modifié.

I.4.1. Géométrie des becs

L'effet de la géométrie du bec a été analysée numériquement afin d'identifier celle qui réduit au maximum les effets de bords lors de l'essai Scarf modifié. La première géométrie étudiée présente une forme arrondie, très simple à usiner à partir d'une fraise boule, et la deuxième géométrie de forme angulaire avec un angle $\beta = 45^\circ$ telle que proposée par Cognard [23] pour les échantillons Arcan modifié (Figure I. 11).

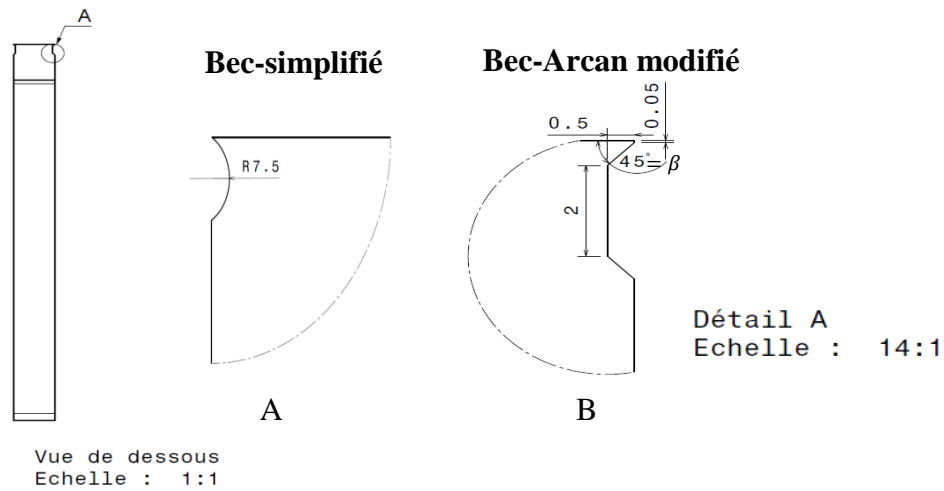


Figure I. 11. Géométries du bec analysées.

Les résultats de cette analyse (Figure I. 12) montrent une évolution de la distribution très hétérogène au voisinage des becs, pour une configuration des substrats avec des becs arrondis. En revanche, l'implémentation de becs similaires à ceux de l'échantillon Arcan modifié, présente une distribution des contraintes plus homogène dans le joint de colle et plus proche de l'état « idéal ». Ces observations ont permis de choisir les becs avec un angle de 45° par rapport à la surface de collage (comme présenté dans la Figure I. 11) pour l'essai Scarf modifié.

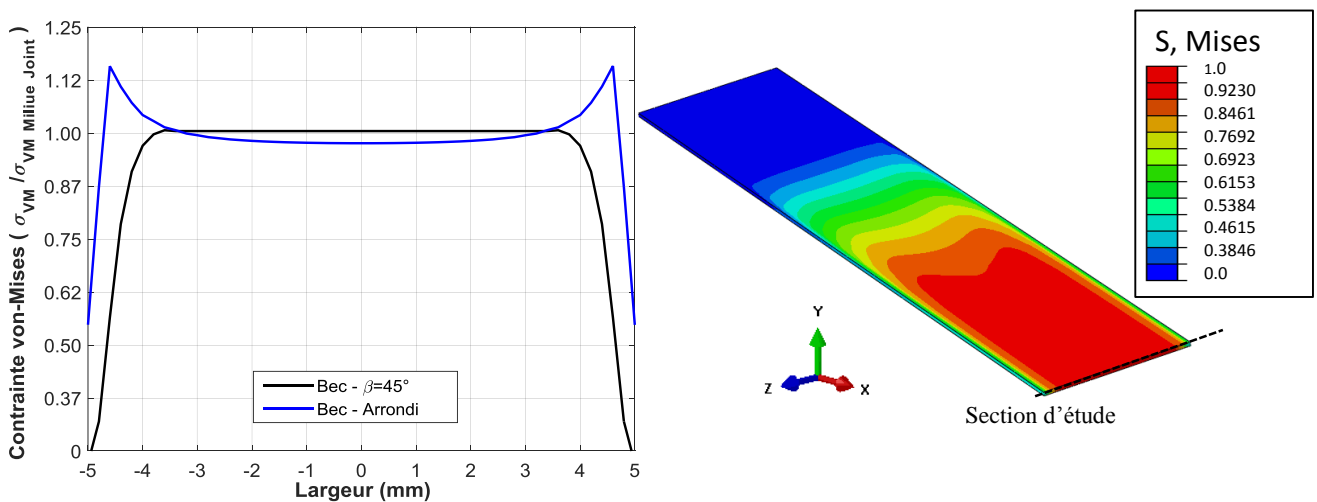


Figure I. 12. Distribution de la contrainte de von Mises en fonction de la géométrie du bec.

I.4.2. Longueur des bras

Le premier paramètre géométrique à prendre en compte dans cette étude d'optimisation est la longueur de bras (paramètre L_{bras} , *Figure I. 9*). Afin d'étudier l'influence de ce paramètre sur la distribution de la contrainte ; les autres paramètres géométriques ont été fixés à : $h = 20 \text{ mm}$ et $w = 9.5 \text{ mm}$.

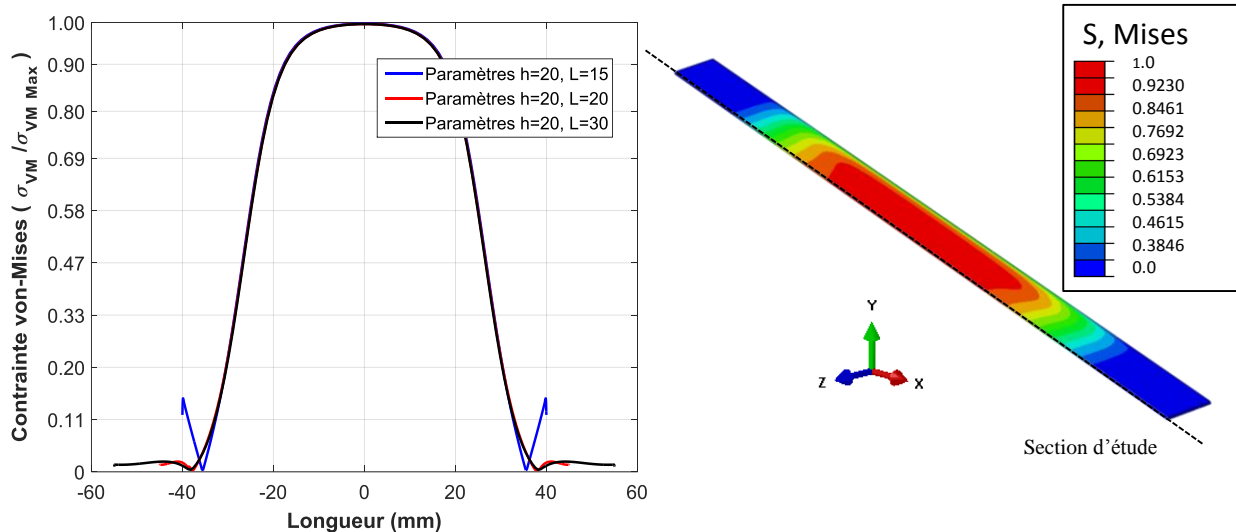


Figure I. 13. Distribution de la contrainte de von Mises dans le joint de colle en fonction de la longueur de bras (paramètre L_{bras}).

La *Figure I. 13* montre l'évolution de la contrainte de von Mises (σ_{vm}), normalisée par la valeur maximale (obtenue au milieu du joint de colle), en fonction de la longueur des bras (L_{bras}). La contrainte sur la longueur nominale (entre $-\frac{L}{2} < x < \frac{L}{2}$) est très peu influencée par ce paramètre. A contrario, la longueur des bras joue un rôle important sur la distribution de la contrainte aux extrémités (entre $-\frac{L}{2} > x > \frac{L}{2}$). La contrainte aux bords diminue au fur et à mesure que la longueur des bras (L_{bras}) augmente.

Dans le but de réduire les effets de bord, des dimensions supérieures ou égales à $L_{bras} = 20 \text{ mm}$ seront privilégiées. Cependant, avec des valeurs du paramètre L_{bras} élevées (bras très longs), on risque de plastifier les bras pendant l'essai mécanique, et ainsi ne pas pouvoir les réutiliser. Afin de vérifier que le comportement mécanique des substrats reste élastique linéaire, pour une longueur de bras égale à $L_{bras} = 20 \text{ mm}$, un comportement élasto-plastique de l'alliage d'aluminium 7075 T6, proposé par Senthil [24], a été introduit dans ce modèle. La simulation est faite à partir d'un modèle 2-D de l'essai Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ qui prend en compte le congé de raccordement ($R1=1\text{mm}$) des substrats (*Figure I. 14-b*). Un effort de 50 kN (valeur maximale à rupture couramment observée pour des colles époxy) a été imposé. Les dimensions suivantes ont été

utilisées : $L_{bras} = 20 \text{ mm}$, $h = 20 \text{ mm}$ et $w = 9.5 \text{ mm}$. Le modèle utilise des éléments quadratiques avec intégration réduite (CPS8R), avec un maillage fin dans la zone proche du congé entre le bras et la section centrale de l'échantillon. Une étude de convergence au maillage a été réalisée préalablement. La *Figure I. 14-a*, représente la fonction seuil du critère de plasticité de von Mises, exprimée dans la base des contraintes principales (σ_1 , σ_2), pour deux alliages d'aluminium utilisés pour l'usinage de substrats : AW7075 T6 ($\sigma_y = 520 \text{ MPa}$) et AW6065 T6 ($\sigma_y = 270 \text{ MPa}$). L'état de contraintes dans les substrats, est représenté par les points noirs. Ce résultat montre que l'utilisation des substrats de nuance AW7075 T6 n'entraîne pas la plastification des bras lors d'un essai mécanique avec une force appliquée de 50 kN . A contrario, des substrats de nuance AW6065 T6 laissent apparaître une plasticité localisée au niveau de bras (*Figure I. 14-b*).

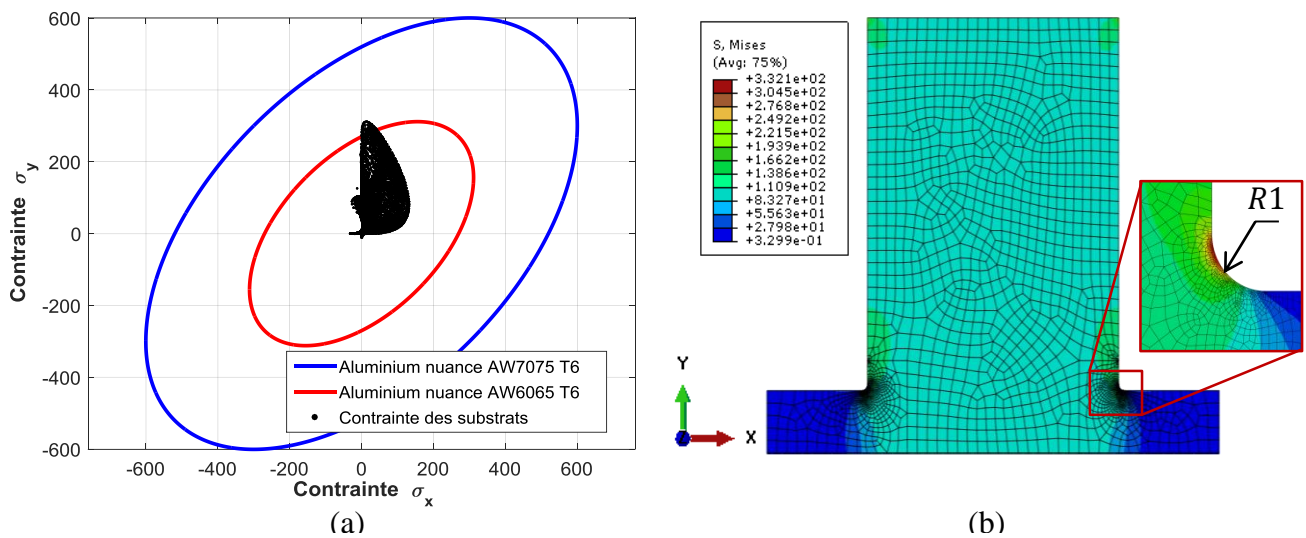


Figure I. 14. (a) Fonction seuil du critère de von Mises, (b) distribution de la contrainte de von Mises dans le substrat Scarf modifié.

I.4.3. Hauteur des bras

Le deuxième paramètre étudié est la hauteur des bras de l'échantillon Scarf modifié (paramètre h , *Figure I. 9*). Pour cette étude, les autres paramètres géométriques ont été fixés à : $L_{bras} = 20 \text{ mm}$ et $w = 9.5 \text{ mm}$.

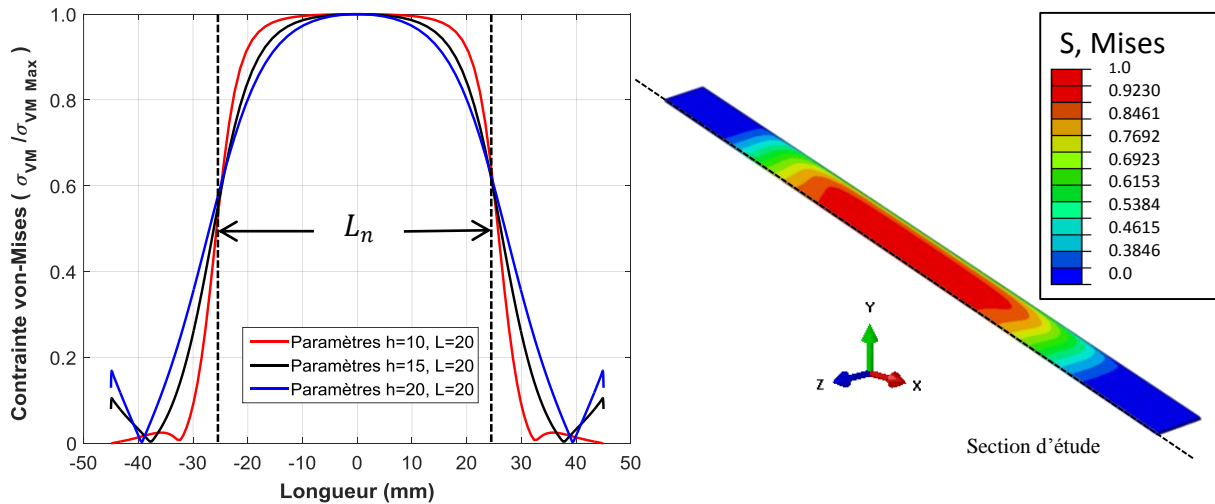


Figure I. 15. Distribution de la contrainte dans le joint de colle en fonction de la hauteur des bras (paramètre h).

La Figure I. 15 montre l'évolution de la contrainte de von Mises (σ_{vm}) normalisée par la valeur maximale (obtenue au milieu du joint de colle), en fonction de la hauteur des bras (h). Ce paramètre a une influence non négligeable sur la distribution de la contrainte tout au long de la surface collée. Tout d'abord, on observe une distribution de la contrainte dans la longueur nominale (entre $-\frac{L}{2} < x < \frac{L}{2}$), qui devient beaucoup plus homogène sur toute la partie centrale (L_n) en réduisant la hauteur des bras. Ensuite, on observe que ce paramètre influence également la contrainte aux extrémités (entre $-\frac{L}{2} > x > \frac{L}{2}$), car des dimensions h élevées peuvent conduire à l'apparition d'effets de bords et de contraintes non-négligeables dans les bras, ainsi qu'à la plastification des substrats. Ces résultats nous amènent à utiliser des bras de hauteur égale à 10mm .

I.4.4. Largeur des substrats

Le dernier paramètre étudié, est la largeur de l'échantillon (paramètre w). La Figure I. 16, présente l'évolution de la contrainte de von Mises (σ_{vm}) en fonction de la largeur du joint sur une section (au milieu du joint de colle). Les résultats présentés, sont globalement proches de la distribution de contrainte recherchée. Néanmoins, pour de grandes dimensions du paramètre (w), la résistance à rupture de l'échantillon augmente de façon considérable, ceci pourrait alors devenir un facteur limitant dans le choix de la machine d'essai (cellule d'effort élevée). Avec de faibles valeurs du paramètre (w), on risque de rencontrer des problèmes pendant la phase de collage (défaut de collage), et augmenter ainsi la dispersion des résultats expérimentaux. Aussi, nous avons choisi un compromis en adaptant une largeur d'éprouvette égale à $w = 9.5\text{mm}$ qui correspond à la largeur d'un échantillon Arcan modifié : ce choix facilitera alors la comparaison des résultats. Ce résultat

montre également que l'utilisation des becs usinés sur les côtés, diminue énormément les singularités des bords libres.

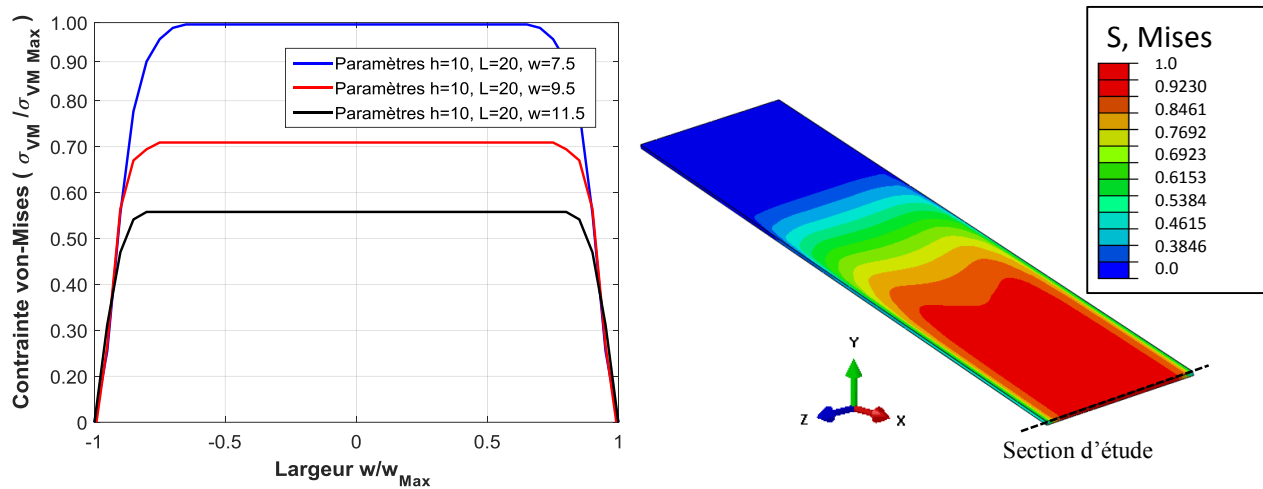


Figure I. 16. Distribution de la contrainte dans le joint de colle en fonction de la largeur (w).

I.4.5. Configurations de l'éprouvette Scarf modifié étudiées

Comme énoncé précédemment, les essais de type Scarf modifié permettent de caractériser le comportement mécanique d'adhésifs, selon plusieurs modes de sollicitation hors-plan, en faisant varier l'angle (δ) entre l'axe horizontal et le plan du joint de colle. Il est cependant inconcevable de réaliser des essais pour tous les angles de sollicitation possibles ($\delta = [0^\circ; 90^\circ]$). C'est pourquoi un choix doit être fait.

Au vu des performances en termes d'usinage et de machine d'essai, il n'est pas possible d'utiliser un angle supérieur à $\delta = 45^\circ$ (la surface collée devient importante et par conséquent l'effort à rupture augmente). Par conséquent, les angles considérés dans ce travail seront compris entre la borne maximale $\delta = 45^\circ$ (sollicitation homogène en traction/cisaillement, ratio $\frac{F_N}{F_T} = 1$) et la borne minimale: $\delta = 0^\circ$ (sollicitation en traction). Une configuration intermédiaire à $\delta = 22.5^\circ$, a été ajoutée, afin de disposer d'un point supplémentaire destiné à valider des résultats. Le *Tableau 2*, présente les angles des substrats Scarf modifié choisis pour cette étude.

Tableau 2. Configurations retenues pour l'essai Scarf modifié

Angle δ	Sollicitation traction	Sollicitation cisaillement
0°	+++	N.A
22.5°	++	+
45°	++	++

N.A : Non-applicable

(+) : Niveau de sollicitation

Le Tableau 3, présente les paramètres géométriques des substrats Scarf modifié retenus pour la caractérisation expérimentale du comportement mécanique de l'adhésif industriel (cf. chapitre II).

Tableau 3. Paramètres géométriques des échantillons Scarf modifié

Paramètre	L	w	L_{arm}	h	L_n
Dimension (mm)	50	9.5	20	10	$\frac{50}{\cos(\delta)}$

I.5. Influence des défauts de collage sur le comportement mécanique des assemblages de type Scarf modifié

L'objectif de cette étude est d'analyser l'influence de différents défauts de collage sur le comportement mécanique et plus particulièrement sur la plasticité qui pourra se développer dans des assemblages de type Scarf modifié. Notre approche consiste donc à appliquer un critère d'élasticité aux différents cas de défauts, qui peuvent être engendrés lors de la phase de collage. Ces travaux porteront sur trois défauts : (i) désalignement hors plan des substrats ; (ii) désalignement tangentiel des substrats ; (iii) défaut de parallélisme entre substrats (Figure I. 17-a,b,c), ainsi que sur un défaut lié à la technique utilisée pour maîtriser l'épaisseur du joint de colle : (iv) hétérogénéité de l'épaisseur du joint de colle (Figure I. 17-d).

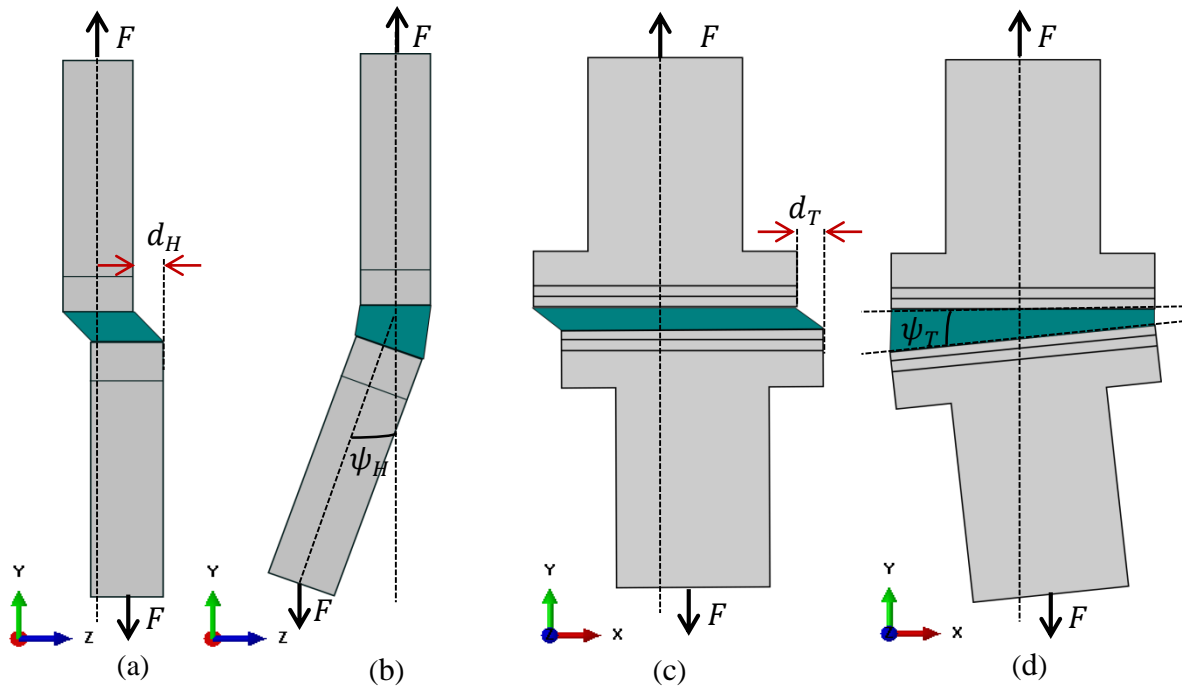


Figure I. 17. Défauts étudiés lors du collage des éprouvettes Scarf modifié.(a) défaut d'alignement hors plan, (b) défaut de parallélisme hors plan, (c) défaut d'alignement tangentiel, (d) défaut d'hétérogénéité de l'épaisseur du joint de colle.

Pour analyser l'impact de ces défauts, le critère de Drucker-Prager (équation 2), conduit à une bonne représentation de l'enveloppe élastique des adhésifs à base époxy [1][22]. Le Tableau 4, présente les paramètres du critère de Drucker-Prager, utilisés afin de tracer l'enveloppe élastique (Figure I. 18-a) d'une colle à base époxy et possédant les paramètres élastiques linéaires suivants : module d'Young $E_{Adh} = 2 \text{ GPa}$ et coefficient de Poisson $\nu_{Adh} = 0.40$.

$$a(\sigma_{vm})^b + P_h - P_0 = 0 \quad (2)$$

σ_{vm} est la contrainte de von Mises, P_h représente la pression hydrostatique et a, b, P_0 sont des paramètres du matériau.

Tableau 4. Paramètres du critère exponentiel pour une colle à base époxy [25].

Paramètres	a	b	$P_0 \text{ (MPa)}$
Valeur	$2.34E - 4$	3.10	41.32

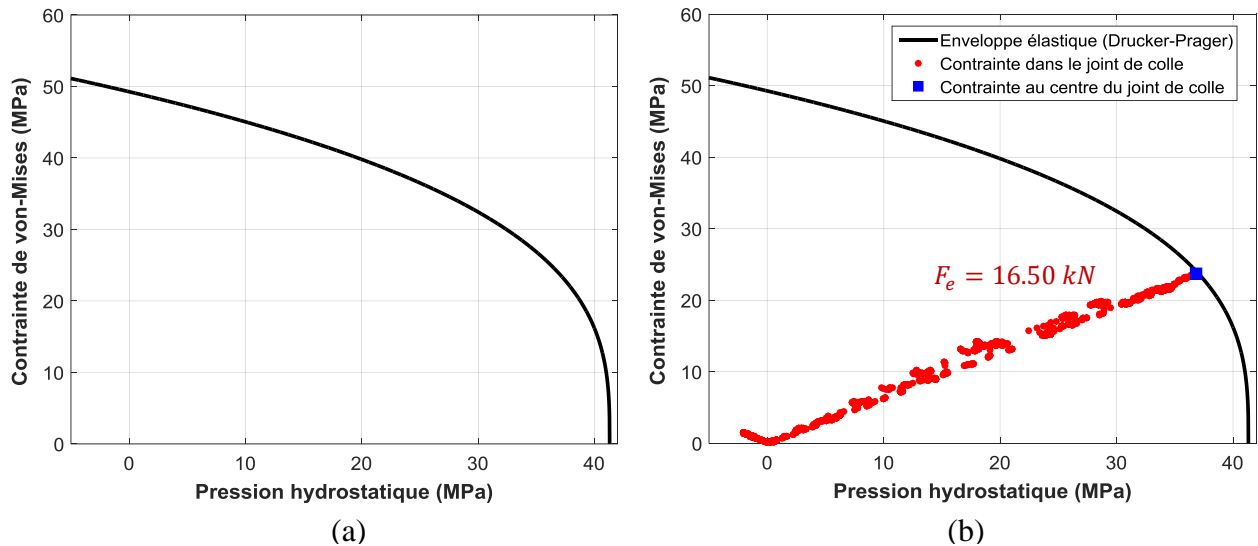


Figure I. 18. (a) Enveloppe élastique de Drucker-Prager, (b) distribution de la contrainte de von Mises dans le joint de colle d'une éprouvette Scarf modifié 0° sans défaut de collage.

Pour analyser l'influence des différents défauts de collage sur la limite d'élasticité des assemblages de type Scarf modifié, on s'intéresse principalement à la configuration $\delta = 0^\circ$ (solicitation en traction). Des modèles *EF*, sont implémentés sous ABAQUS[®], en appliquant un effort de chargement égal à $1N$. Etant donné que les modèles numériques sont élastiques linéaires, un facteur multiplicateur (α , dépendant de l'effort) peut être appliqué, afin de déterminer, la contrainte de von-Mises (σ_{vm}) et la pression hydrostatique (P_h) dans le joint de colle, pour un effort donné (équation 3). Le but ici, est de relever la valeur de force F_e , pour laquelle au moins un des éléments du joint de colle atteint la limite d'élasticité (Figure I. 18-b).

$$\begin{aligned} F_e &= 1N \times \alpha \\ \sigma_{vm} &= \sigma_{vm} |_{1N} \times \alpha \\ P_h &= P_h |_{1N} \times \alpha \end{aligned} \quad (3)$$

I.5.1. Défauts d'alignement hors plan des substrats

L'apparition de ce type de défaut pourrait être due à l'absence d'une pièce dans le dispositif de collage pour assurer la planéité des deux substrats tout au long de la phase de préparation, et du cycle de polymérisation. En appliquant le critère présenté précédemment, l'effort permettant d'atteindre la limite d'élasticité de l'adhésif a été calculé pour six valeurs de défauts d'alignement hors plan (paramètre d_H ; $[0 ; 1000 \mu m]$), celui-ci est représenté sur la Figure I. 19-a. La valeur $d_H = 0$ représente alors l'état sans défaut et $d_H = 1000\mu m$, indique le défaut maximal attribué. La modélisation de ce défaut de collage, est réalisée en deux étapes de calcul, dans le but de prendre

en compte le redressement initial des substrats une fois l'éprouvette serrée dans les mors (étape 1) de la machine et ensuite lorsque la sollicitation mécanique est appliquée (étape 2).

Le résultat montre une évolution décroissante de l'effort (F_e) lorsqu'on augmente la dimension du défaut. Pour des défauts inférieurs à $d_H = 400\mu\text{m}$, un écart maximum de 0.03 kN a été observé, ce qui représente $\sim 0.18\%$ d'erreur. Ensuite, il a été observé que l'écart entre efforts (sans défaut et avec défaut) augmente considérablement, pour un défaut de 10% la largeur de l'échantillon ($d_H = 1\text{ mm}$), l'erreur augmente d'environ 3% par rapport l'effort d'une éprouvette sans défaut de collage.

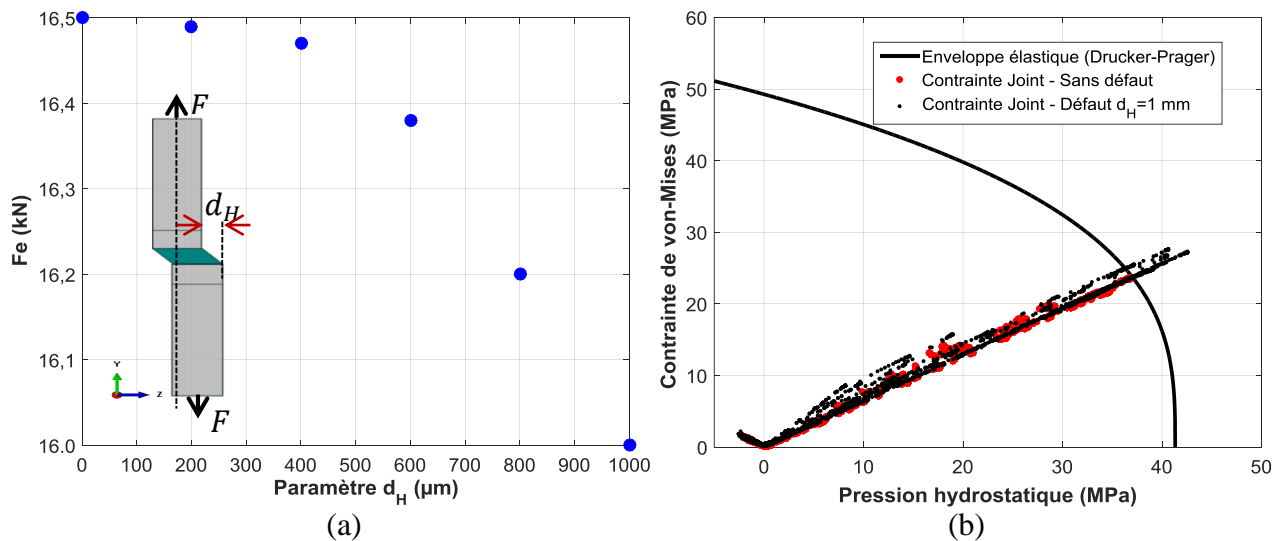


Figure I. 19. Effort nécessaire pour atteindre la limite d'élasticité de l'adhésif en fonction des défauts d'alignement hors plan.

La distribution de la contrainte dans le joint de colle (sans défaut et avec défaut $d_H = 1\text{ mm}$) pour le même effort ($F_e = 16.5\text{ kN}$), est représentée sur la Figure I. 19-b. La première conclusion qui peut être tirée est que la distribution est légèrement affectée par ce type de défaut.

I.5.2. Défauts d'alignement tangentiel des substrats

Un autre type de défaut de collage, peut se traduire par un désalignement des substrats selon la direction tangentielle. Celui-ci peut apparaître dans le cas où le montage dédié au processus de collage n'assure pas l'alignement parfait des substrats. La Figure I. 20-a, met en évidence la chute de l'effort à appliquer pour atteindre la limite d'élasticité de l'adhésif dans un échantillon Scarf modifié 0° , en fonction du défaut d'alignement tangentiel (paramètre d_T ; $[0; 1000\mu\text{m}]$). Toutefois, cette influence est négligeable avec une erreur maximale ($d_T = 1000\mu\text{m}$) égale à 0.12% .

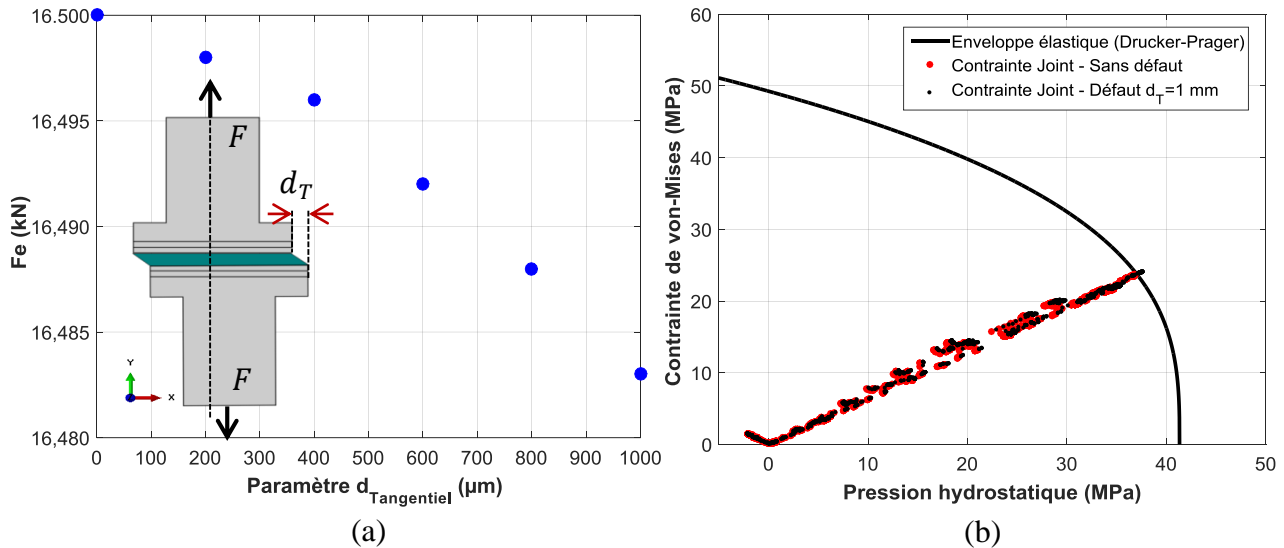


Figure I. 20. Limite d'élasticité en fonction des défauts d'alignement tangentiel.

La Figure I. 20-b, présente la distribution de la contrainte sans défaut et avec défaut ($d_T = 1 \text{ mm}$) du joint de colle dans le plan (σ_{vm}, P_h) . Aucune différence notable n'a pas été observée sur la distribution de la contrainte dans le joint de colle.

I.5.3. Défauts de parallélisme hors-plan des substrats

Les défauts de parallélisme hors plan des substrats, peuvent être rencontrés dans des échantillons collés, en appliquant une pression constante, tout au long du cycle de polymérisation (comme c'est souvent le cas sur des films de colle) ou, par l'absence d'une surface de collage suffisamment plane. Sur ces modèles EF , il a été également modélisé le « redressement » de l'échantillon au moment du serrage dans les mors de la machine d'essai. Ce qui représente une précontrainte du joint avant d'appliquer le chargement mécanique imposé. Le paramètre ψ_H , représentant l'angle hors plan entre les substrats, varie entre $[0^\circ; 1^\circ]$. La Figure I. 21-a, montre l'évolution de l'effort à appliquer pour atteindre la limite d'élasticité en fonction du défaut étudié, les résultats obtenus permettent de voir en particulier un affaiblissement, d'environ 0.7 kN à chaque incrément d'angle. Pour le défaut maximal étudié, correspondant à $\psi_H = 1^\circ$, une erreur de 19% est obtenue par rapport à la configuration sans défaut. La distribution de contrainte dans le joint de colle est donc cette fois fortement influencée par ce type de défaut comme illustré par la Figure I. 21-b. Il est possible de constater l'augmentation de la composante de von Mises (contrainte de cisaillement), ce qui explique la chute d'effort (F_e); cette différence montre l'importance de réussir un collage avec des substrats parfaitement parallèles (direction hors plan), afin de s'assurer d'une bonne caractérisation du comportement mécanique.

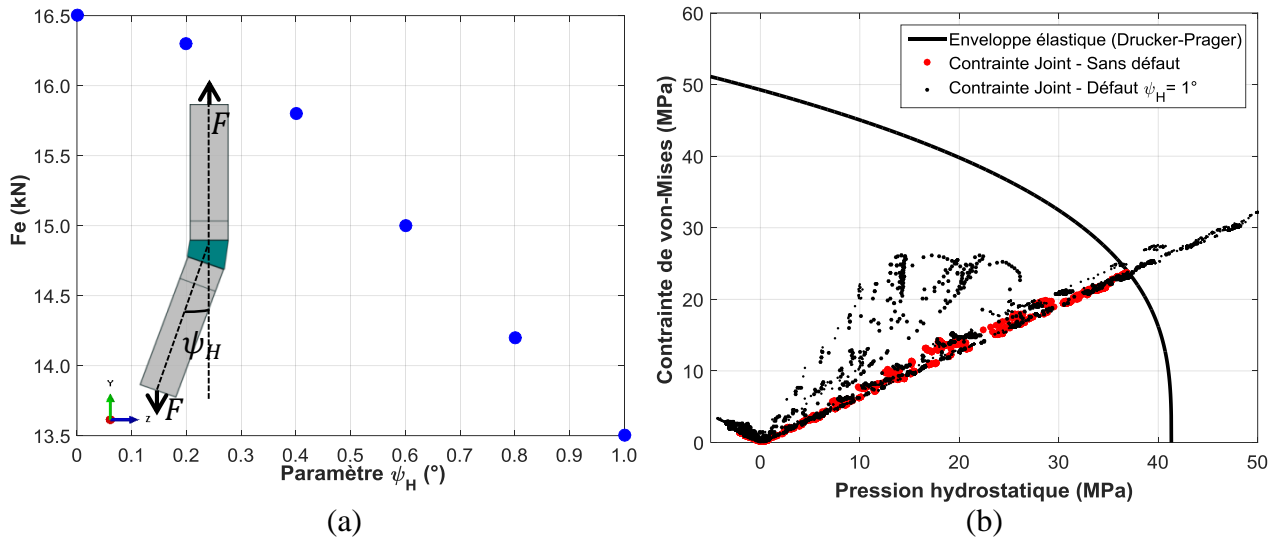


Figure I. 21. Effort nécessaire pour atteindre la limite d'élasticité en fonction des défauts de parallélisme hors plan.

I.5.4. Défaut d'homogénéité de l'épaisseur du joint de colle

Les défauts d'homogénéité de l'épaisseur du joint de colle, sont directement liés à l'application d'une mauvaise technique pour maîtriser l'épaisseur du joint de colle. L'analyse de ce défaut est traduite par un angle ψ_T [0°; 1°], entre les plans des deux surfaces collées. L'évolution de l'effort en fonction du défaut est tracée sur la Figure I. 22-a, ce paramètre a une faible influence sur la limite d'élasticité, un affaiblissement de 0.3 kN est observé, pour un angle maximum égal à 1°. La Figure I. 22-b, présente la distribution de la contrainte dans le joint de colle, une légère différence peut être observée sur quelques éléments qui a priori sont plus sollicités en cisaillement.

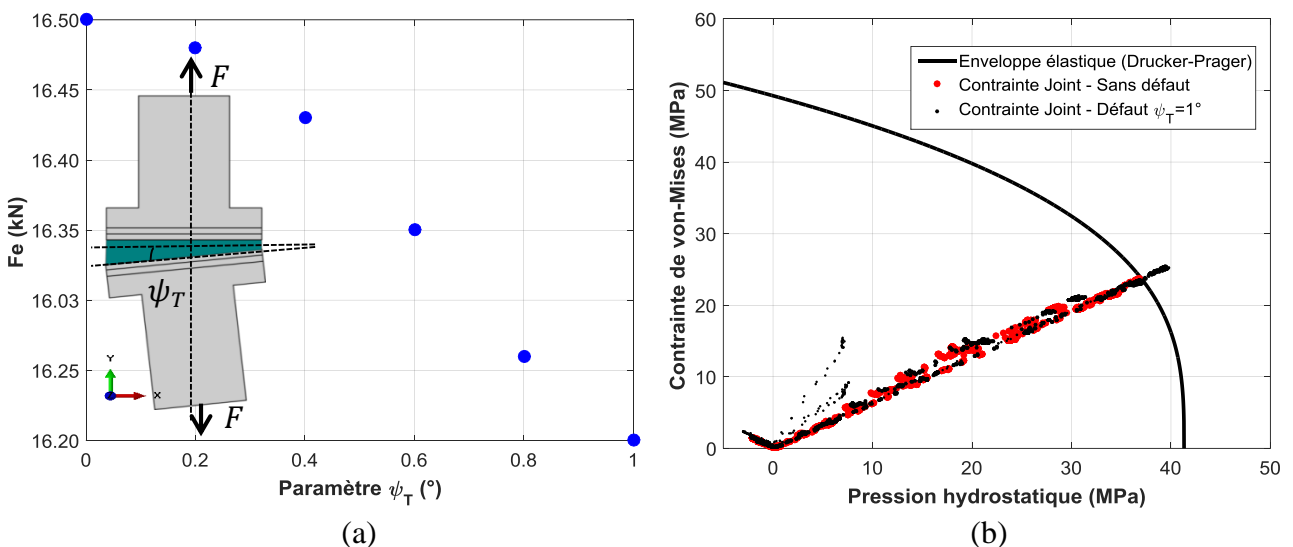


Figure I. 22. Effort nécessaire pour atteindre la limite d'élasticité en fonction des défauts d'homogénéité.

Afin d'identifier le défaut de collage le plus nocif sur le comportement mécanique des assemblages de type Scarf modifié, l'erreur entre l'effort à appliquer sur une éprouvette sans et avec un défaut maximal attribué, est représentée sur la *Figure I. 23*. Le résultat montre que le défaut de parallélisme hors plan est considéré comme le plus critique, puisqu'ils engendrent une chute d'effort de 19%. Une diminution de 3% de l'effort a quant à elle été observée lors de l'introduction d'un défaut d'alignement hors plan ($d_T = 1 \text{ mm}$). Le défaut d'homogénéité du joint de colle, correspond à une diminution de l'effort de 1.8%. Finalement, le défaut d'alignement tangentiel engendre une chute de l'effort négligeable (0.10%).

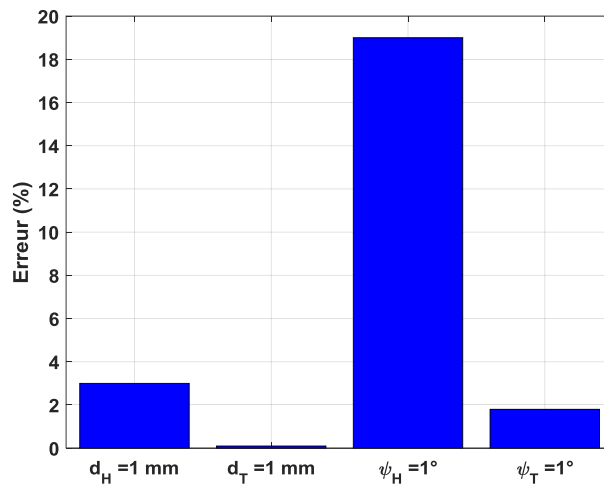


Figure I. 23. Nocivité des défauts de collage.

I.6. Identification des défauts de collage lors des essais mécaniques

Les défauts de collage présentés précédemment peuvent avoir une forte influence sur la caractérisation expérimentale du comportement mécanique des adhésifs, une procédure d'identification des défauts a été implémentée lors des essais mécaniques, en utilisant la technique de Stéréo Corrélation d'Images Numériques (*cf.* Chapitre II). Cette procédure s'intéresse principalement à l'identification de l'angle entre les substrats, (défaut le plus critique sur le comportement mécanique), dans le but d'avoir un premier critère de sélection des éprouvettes. A partir de la mesure par *SCIN*, il est possible de retrouver l'angle entre les deux substrats, qui donnera ainsi l'accès au défaut de parallélisme hors-plan comme illustré sur la *Figure I. 24*.

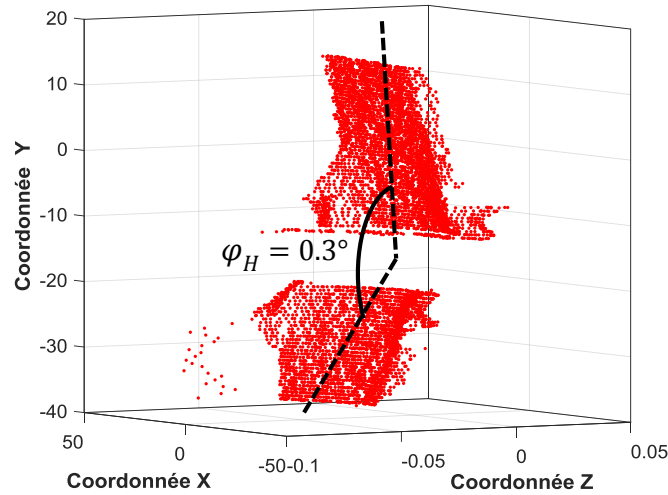


Figure I. 24. Nuage de points sur la surface de l'échantillon pour un défaut de parallélisme hors plan.

La courbe du comportement mécanique (force/déplacement relatif) d'un échantillon, présentant un défaut de parallélisme hors plan égal à $\varphi_H = 0.3^\circ$, est comparée directement au comportement mécanique d'une éprouvette sans défaut (Figure I. 25). Ce résultat confirme, la baisse de la limite d'élasticité apparente, ainsi qu'une raideur élastique moins importante. Toutefois l'erreur commise reste faible et comparable à ce qui peut être observé sur des essais Arcan modifié avec les pratiques utilisées à l'IRDL.

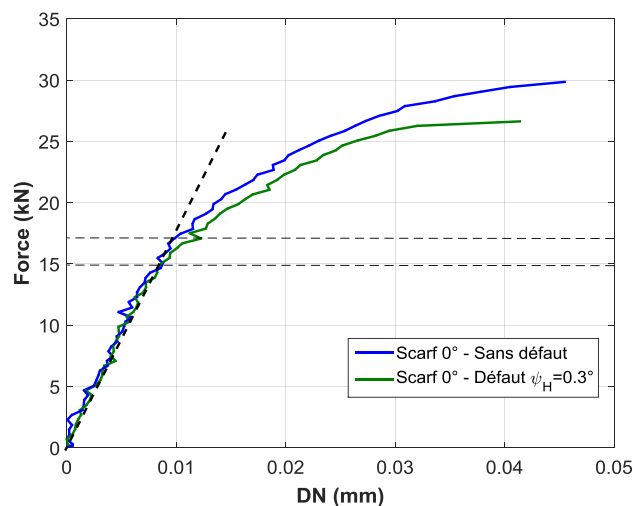


Figure I. 25. Comportement mécanique de l'assemblage, avec et sans défaut de collage.

I.7. Conclusion

L'objectif de ce chapitre vise à comparer différents essais mécaniques tirés de la littérature, afin de sélectionner le moyen le plus adapté, pour caractériser le comportement mécanique d'adhésifs en milieu industriel. Cet essai doit (i) être simple en termes de mise en œuvre ; (ii)

permettre de solliciter un adhésif de manière quasi-homogène (iii) suivant plusieurs directions de chargement et (iv) permettre une multi-instrumentation. Parmi les différents moyens tirés de la littérature, l'essai Arcan modifié se présente globalement, comme le moyen le plus pertinent pour la caractérisation mécanique des adhésifs. Néanmoins, la mise en œuvre de ce type d'essai soulève quelques difficultés concernant son utilisation en milieu industriel. Une alternative très prometteuse pour l'essai Arcan, est représentée par l'essai Scarf modifié, pouvant potentiellement répondre au besoin industriel, en apportant des modifications à la géométrie des substrats, tout en conservant les principaux avantages.

Une étude numérique a été réalisée dans le but d'optimiser la géométrie des éprouvettes Scarf modifié proposées par Carrère [1]. Cette étude met en évidence l'importance de la géométrie des bras, afin de rendre quasi-homogène la contrainte sur la surface nominale (S_n) du joint de colle, mais également de limiter les singularités au voisinage des bords libres. Il a été par ailleurs observé, que la longueur de bras (L_{bras}) conduit principalement à la diminution des effets de bord, où l'usinage des becs reste une opération difficile. L'analyse de ce paramètre montre que lorsque la longueur augmente, les effets de bord aux extrémités diminuent. La hauteur des bras (h), influence notamment l'homogénéité de la contrainte sur la longueur nominale (L_n). L'utilisation de bras épais, génère une distribution de la contrainte en forme de cloche avec la valeur maximale au centre de la longueur totale (L_T) et quasi-constante sur toute la longueur. Au fur et à mesure que la hauteur (h) diminue, le niveau de contrainte augmente. Cependant, la contrainte a tendance à s'homogénéiser sur la zone centrale et, devient quasi-nulle au niveau des bras (L_{bras}), proche de l'état de contrainte recherchée. Par contre, des valeurs h trop faibles peuvent favoriser la plastification des substrats. Le dernier paramètre étudié est la largeur (w) de l'éprouvette Scarf modifié. Si on fait varier ce paramètre, on constate alors une évolution de la résistance globale de l'éprouvette (effort à rupture), sans constater un changement significatif de la forme des distributions de contraintes. Ce paramètre pourrait avoir un effet bénéfique si l'on souhaite minimiser la dispersion due aux éventuels défauts de collage mais il augmentera significativement l'effort à rupture : cela limitera alors l'essai à des machines ayant une capacité supérieure à 50 kN. Inversement, de faibles largeurs (w), favorisent la rupture prématurée de l'assemblage mais également la sensibilité aux défauts de collage en augmentant la dispersion des résultats expérimentaux.

Enfin, une stratégie simple, sous l'hypothèse d'un comportement élastique du joint de colle a été proposée, afin d'estimer l'effort F_e à appliquer sur une configuration Scarf modifié, pour atteindre la limite d'élasticité au point le plus sollicité. Pour cela, le critère de Drucker-Prager a été utilisé. La stratégie proposée a permis de comparer différentes configurations géométriques,

affectées par divers types de défauts de collage. Les résultats mettent en évidence que les défauts les plus influents sur l'effort (F_e) sont les défauts de parallélisme hors plan des substrats. Dans un cadre industriel, si cet essai devait être utilisé pour caractériser le comportement de l'adhésif utilisé, il serait alors recommandé de vérifier la conformité géométrique des éprouvettes après le collage.

I.8. Bibliographie

- [1] Carrere N, Badulescu C, Cognard J-Y, Leguillon D. 3D models of specimens with a scarf joint to test the adhesive and cohesive multi-axial behavior of adhesives. *Int J Adhes Adhes* 2015;62:154–64. doi:10.1016/j.ijadhadh.2015.07.005.
- [2] Adams RD. *Adhesive bonding: science, technology and applications*. Elsevier; 2005.
- [3] da Silva LFM, Öchsner A, Adams RD. *Handbook of Adhesion Technology*. vol. 53. 2013. doi:10.1017/CBO9781107415324.004.
- [4] Blackman BRK, Kinloch AJ, Taylor AC, Wang Y. The impact wedge-peel performance of structural adhesives. *J Mater Sci* 2000;35:1867–84. doi:10.1023/A:1004793730352.
- [5] ASTM. Standard test method for: Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal - to - Metal) 1999:1–5. doi:10.1520/D3433-99.
- [6] Grant LDR, Adams RD, da Silva LFM. Experimental and numerical analysis of single-lap joints for the automotive industry. *Int J Adhes Adhes* 2009;29:405–13. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2008.09.001.
- [7] Cognard JY, Créac’hcadec R, Maurice J. Numerical analysis of the stress distribution in single-lap shear tests under elastic assumption—Application to the optimisation of the mechanical behaviour. *Int J Adhes Adhes* 2011;31:715–24. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2011.07.001.
- [8] ASTM D. 5656, ‘Standard test method for thick-adherend metal lap-shear joints for determination of the stress-strain behavior of adhesives in shear by tension loading.’ *Annu B ASTM Stand* 2001;15:473–8.
- [9] da Silva LFM, da Silva R a. M, Chousa J a. G, Pinto a. MG. Alternative Methods to Measure the Adhesive Shear Displacement in the Thick Adherend Shear Test. *J Adhes Sci Technol* 2008;22:15–29. doi:10.1163/156856108X292241.
- [10] Cognard JY, Créac’hcadec R, Sohier L, Davies P. Analysis of the nonlinear behavior of adhesives in bonded assemblies-Comparison of TAST and Arcan tests. *Int J Adhes Adhes* 2008;28:393–404. doi:10.1016/j.ijadhadh.2008.04.006.
- [11] Krieger RB. Stiffness characteristics of structural adhesives for stress analysis in hostile environment. *Soc. Adv. Mater. Process Eng. Natl. Tech. Conf. 7 th*, Albuquerque, N. Mex, 1975, p. 1975.
- [12] Adams RD, Peppiatt NA. Stress Analysis of Adhesive Bonded Tubular Lap Joints. *J Adhes*

- 1977;9:1–18. doi:10.1080/00218467708075095.
- [13] Arnaud N, Créac'hcadec R, Cognard JY. A tension/compression–torsion test suited to analyze the mechanical behaviour of adhesives under non-proportional loadings. *Int J Adhes Adhes* 2014;53:3–14. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2014.01.013>.
- [14] Kedward KT, Kim H. *Joining and repair of composite structures*. Astm international; 2004.
- [15] Campilho RDSG, de Moura MFSF, Pinto AMG, Morais JLL, Domingues JJMS. Modelling the tensile fracture behaviour of CFRP scarf repairs. *Compos Part B Eng* 2009;40:149–57. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2008.10.008>.
- [16] Augustin T, Karsten J, Kötter B, Fiedler B. Health monitoring of scarfed CFRP joints under cyclic loading via electrical resistance measurements using carbon nanotube modified adhesive films. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2018;105:150–5. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.11.015>.
- [17] Cognard JY, Davies P, Gineste B, Sohier L. Development of an improved adhesive test method for composite assembly design. *Compos Sci Technol* 2005;65:359–68. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.09.008>.
- [18] Cognard JY, Sohier L, Davies P. A modified Arcan test to analyze the behavior of composites and their assemblies under out-of-plane loadings. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2011;42:111–21. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.10.012>.
- [19] Cognard JY. Numerical analysis of edge effects in adhesively-bonded assemblies application to the determination of the adhesive behaviour. *Comput Struct* 2008;86:1704–17. doi:10.1016/j.compstruc.2008.02.003.
- [20] Dassault Systèmes. *Abaqus CAE* n.d.
- [21] Gao H, Zhang Y, Wu Q, Song J, Wen K. Fatigue life of 7075-T651 aluminium alloy treated with vibratory stress relief. *Int J Fatigue* 2017. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.11.011>.
- [22] Cognard JY, Badulescu C, Maurice J, Créac'hcadec R, Carrère N, Vedrine P. On modelling the behaviour of a ductile adhesive under low temperatures. *Int J Adhes Adhes* 2014;48:119–29. doi:10.1016/j.ijadhadh.2013.09.014.
- [23] Cognard JY, Davies P, Sohier L, Créac'hcadec R. A study of the non-linear behaviour of adhesively-bonded composite assemblies. *Compos Struct* 2006;76:34–46. doi:10.1016/j.compstruct.2006.06.006.
- [24] Senthil K, Iqbal MA, Chandel PS, Gupta NK. Study of the constitutive behavior of 7075-


T651 aluminum alloy. Int J Impact Eng 2017;108:171–90.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2017.05.002>.

- [25] Cognard JY, Sohier L, Créac’hcadec R, Lavelle F, Lidon N. Influence of the geometry of coaxial adhesive joints on the transmitted load under tensile and compression loads. Int J Adhes Adhes 2012;37:37–49. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2012.01.013>.


Chapitre II.

CARACTERISATION MECANIQUE D'UN ADHESIF A PARTIR DE L'ESSAI SCARF MODIFIE

INTRODUCTION

 Ce chapitre présente le protocole de collage des éprouvettes Scarf modifié, ainsi que les résultats expérimentaux des différentes campagnes d'essais réalisées. Celles-ci ont eu pour but la caractérisation du comportement mécanique d'un film d'adhésif supporté sous sollicitations bi-axiales quasi-statiques.

Quatre types d'essais ont été utilisés dans le but de caractériser le comportement mécanique de l'adhésif étudié au moyen de l'éprouvette Scarf modifié. La campagne de caractérisation comprend : (i) des essais de traction monotone jusqu'à rupture, afin d'évaluer le comportement mécanique (résistance) de la colle mais également de mettre en évidence les différents types de régimes mécaniques (linéaire et/ou non-linéaire) de l'adhésif ; (ii) des essais à différentes vitesses de sollicitation dans le but d'étudier l'influence de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique de l'adhésif ; (iii) des essais de fluage à paliers multiples pour analyser le comportement mécanique de l'adhésif sous chargement à long terme (effet de la viscosité). Ces essais ont une importance cruciale pour déterminer la formulation de la loi de comportement. Finalement, on s'intéresse aux (iv) essais sous chargement incrémental croissant, l'idée étant d'observer les endommagements éventuels de l'adhésif. Pour cette étape de caractérisation du comportement macroscopique (force/déplacement relatif des substrats), la technique de Stéréo Corrélation d'Images Numériques (SCIN) a été utilisée, car elle permet de mesurer les champs complets de déplacement (3D - surfacique) de la zone investiguée. A partir de ces champs de déplacement, nous pouvons déterminer les déplacements relatifs des substrats, mais aussi accéder, par dérivation, aux champs de déformations indispensables pour l'identification du comportement de l'adhésif (*cf.* chapitre III).



SOMMAIRE

II.1. Assemblages collés Scarf modifié.....	44
II.1.1. Adhésif structurel.....	44
II.1.2. Substrats Scarf modifié.....	44
II.1.2.1. Matériaux.....	44
II.1.2.2. Conception des éprouvettes Scarf modifié.....	44
II.2. Préparation de l'échantillon Scarf modifié.....	45
II.2.1. Montage de collage.....	45
II.2.2. Contrôle de l'épaisseur du joint de colle.....	47
II.2.3. Préparation de l'adhésif.....	48
II.2.4. Collage de l'éprouvette Scarf modifié.....	49
II.2.5. Cycle de polymérisation.....	51
II.2.5.1. Cycle de polymérisation.....	51
II.2.5.2. Taux de polymérisation de l'adhésif.....	53
II.3. Mesure de champs de déplacement de l'échantillon Scarf modifié.....	54
II.4. Caractérisation expérimentale d'un film d'adhésif base époxy.....	56
II.4.1. Essais monotones jusqu'à rupture.....	56
II.4.2. Influence de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique.....	59
II.4.3. Essais de fluage à paliers multiples.....	61
II.4.3.1. Scarf modifié 0°.....	61
II.4.3.2. Scarf modifié 45°.....	63
II.4.4. Essais cycliques (charge/décharge) sous chargement incrémental.....	64
II.4.5. Faciès de rupture.....	65
II.5. Conclusion.....	66
II.6. Bibliographie.....	68

II.1. Assemblages collés Scarf modifié

II.1.1. Adhésif structurel

Le film adhésif d'épaisseur 0.33 mm (à l'état non polymérisé), est un adhésif à base époxy thermodurcissable, conçu pour l'industrie aéronautique et aérospatiale, afin d'assembler des composants métal-métal ou métal-composite. Il est composé d'une résine à base époxy supportée d'une grille de nylon (marquissette) afin de faciliter sa manipulation lors d'applications sur de grandes surfaces de collage.

II.1.2. Substrats Scarf modifié

II.1.2.1. Matériaux

Les substrats Scarf modifié sont prélevés dans une plaque d'alliage aluminium AW7075-T6 d'épaisseur 10 mm , dont la composition chimique est indiquée dans l'annexe A.1.1. Cet alliage d'aluminium présente les propriétés mécaniques suivantes : module d'Young $E = 72 \text{ GPa}$, coefficient de poisson de $\nu = 0.32$ et limite d'élasticité de $\sigma_y = 503 \text{ MPa}$ [1]. Les substrats sont découpés au jet d'eau, avec une vitesse de découpe de 7.6 m/min et une précision dimensionnelle de $\pm 0.05 \text{ mm}$. Les becs, destinés à réduire les effets de bord, sont usinés par fraisage dans ces substrats en utilisant un centre d'usinage CNC à 4 axes.

II.1.2.2. Conception des éprouvettes Scarf modifié

Les *Figure II. 1* à *Figure II. 3* présentent les géométries (dimensions en mm) des substrats pour chacune des configurations utilisées (0° , 22.5° et 45°), issues de l'analyse paramétrique faite au chapitre I. La tolérance générale pour les côtes non tolérancées est égale à $\pm 0.05 \text{ mm}$. Les becs utilisés sont identiques pour les trois configurations des éprouvettes Scarf modifié (0° , 22.5° et 45°).

(a) Substrat Scarf modifié 0°

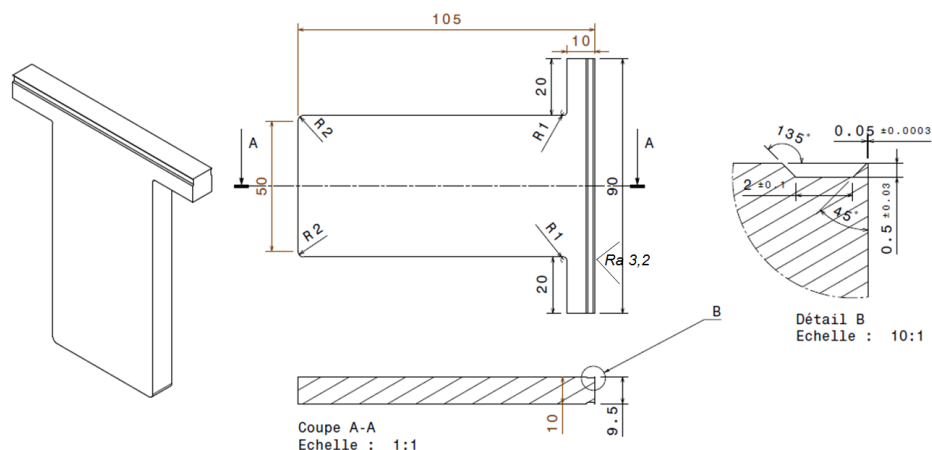


Figure II. 1. Plan d'usinage de l'éprouvette Scarf modifié 0° .

(b) Substrat Scarf modifié 22.5°

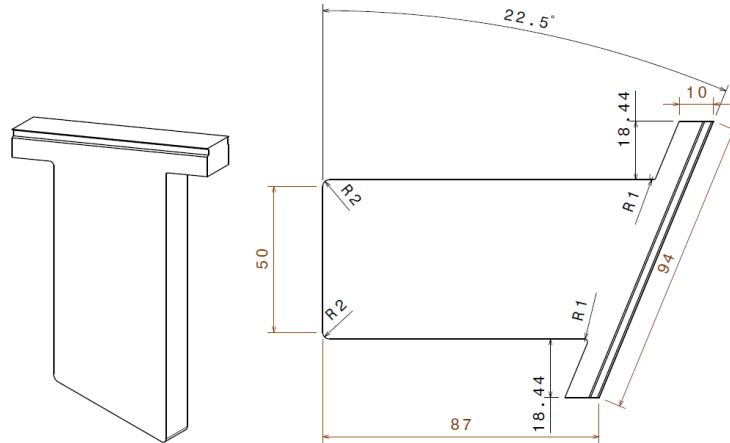


Figure II. 2. Plan d'usinage de l'éprouvette Scarf modifié 22.5°.

(c) Substrat Scarf modifié 45°

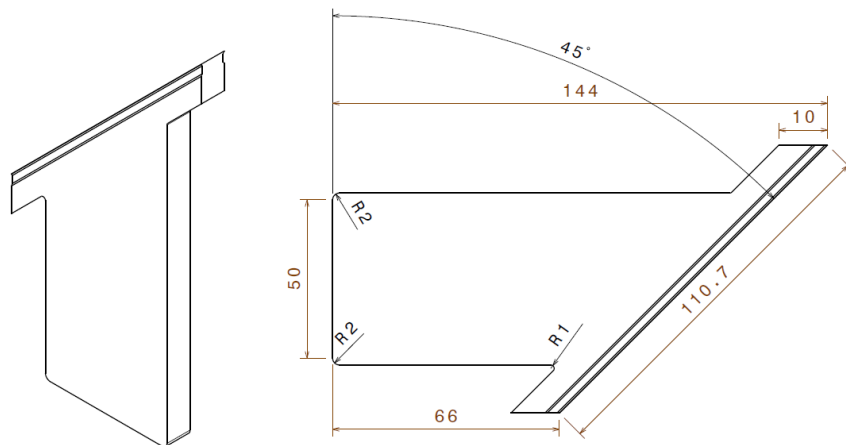


Figure II. 3. Plan d'usinage de l'éprouvette Scarf modifié 45°.

II.2. Préparation de l'échantillon Scarf modifié

Afin d'assurer les mêmes conditions expérimentales pour chaque échantillon, et de réduire la dispersion des résultats. Une procédure de collage des éprouvettes Scarf modifié a été développée et suivie scrupuleusement pour chacune des campagnes expérimentales. Cette section présente le protocole expérimental utilisé pour assurer la bonne préparation des éprouvettes.

II.2.1. Montage de collage

Le collage des éprouvettes Scarf modifié nécessite un alignement rigoureux des substrats tout au long du cycle de polymérisation de l'adhésif. Le moindre désalignement (présence d'un défaut) peut impacter la caractérisation expérimentale de l'adhésif (*cf.* chapitre I).

Afin d'assurer de bonnes conditions de collage, un dispositif d'assemblage a été développé au sein de l'IRDL (Figure II. 6). Ce dispositif est composé d'une plaque métallique (6), d'un vérin

pneumatique (3) connecté à un manomètre (4) (Figure II. 5) et d'une plaque support (5) (Figure II. 4) qui assure la planéité des substrats dans le plan xy . Le substrat (1) est positionné à l'aide de trois cylindres (appuis inférieurs) qui bloquent son déplacement selon les directions x et y , ensuite le deuxième substrat (2) est bloqué selon y au moyen de l'appui supérieur. La rotation de ce deuxième substrat est annulée par son contact avec le substrat (1). Les deux brides empêchent le mouvement hors plan z de l'éprouvette. Le vérin pneumatique de diamètre intérieur $\phi_{\text{vérin}} = 12$ mm est utilisé pour transmettre une pression contrôlée sur les deux substrats, cette pression pouvant varier entre 0 et 6 bars (réseau air comprimé). Une fois l'effort appliqué sur la pièce support du ressort, celle-ci sera ensuite bloquée à l'aide des vis pour garder une pression quasi-constante tout au long du cycle de polymérisation de l'adhésif, et cela grâce au ressort de raideur 10 N/mm ($l = 29$ mm, $\phi_{\text{ressort}} = 15$ mm).

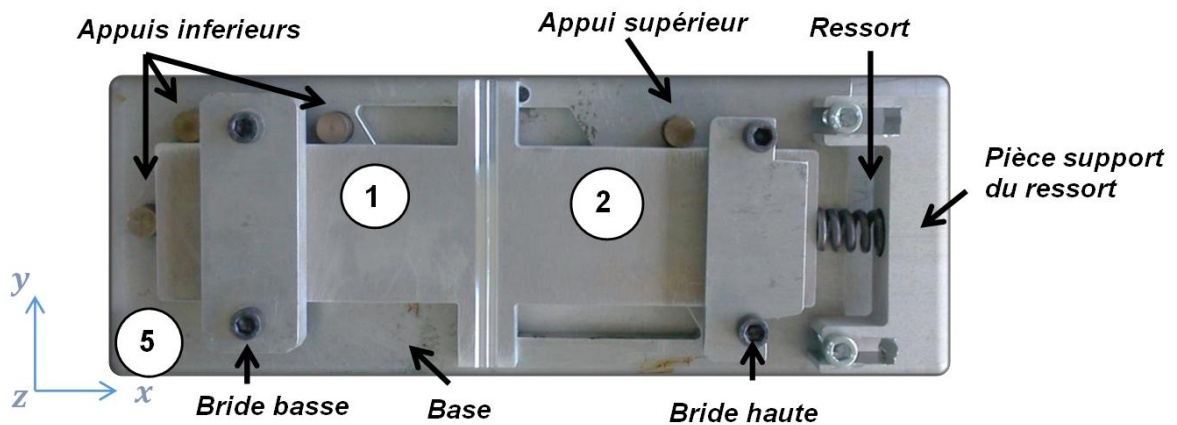


Figure II. 4. Première partie du dispositif de collage.



Figure II. 5. Deuxième partie du dispositif de collage.



Figure II. 6. Vue d'ensemble du dispositif de collage.

II.2.2. Contrôle de l'épaisseur du joint de colle

La maîtrise de l'épaisseur du joint de colle et de son homogénéité représentent une étape clé du processus de collage, afin de déterminer les bonnes propriétés mécaniques de l'adhésif, tout en assurant une bonne reproductibilité et répétabilité [2].

Dans le but de contrôler l'épaisseur du joint de colle des éprouvettes Scarf modifié, nous avons utilisé des fils calibrés en acier de diamètre $\phi_{fil} = 200 \pm 0.1 \mu m$ (épaisseur de l'application industrielle), dont la composition chimique est indiquée dans l'annexe A.1.2. Ces fils calibrés sont positionnés aux extrémités de l'échantillon Scarf modifié, sur des entailles d'environ 4 mm découpées dans le film adhésif (Figure II. 9-D). Leur présence à ces endroits n'affecte pas le comportement mécanique macroscopique (force/déplacement), car le niveau de contrainte y est quasi-nul (cf. chapitre I). Afin de vérifier la bonne épaisseur du joint de colle obtenue à partir de cette technique, de la cire de démoulage a été appliquée sur les surfaces à coller de cinq éprouvettes Scarf modifié 0° . Ensuite, le collage des éprouvettes a été fait en suivant le protocole de collage (cf. sections II.2.3 et II.2.4) et les éprouvettes ont été polymérisées en appliquant le cycle de polymérisation recommandé par Safran (cf. section II.2.5). Une fois le cycle de polymérisation achevé, il est possible d'obtenir une éprouvette massique (Figure II. 7). A l'aide d'un micromètre (précision de $1 \mu m$), l'épaisseur sur la longueur du joint est mesurée.

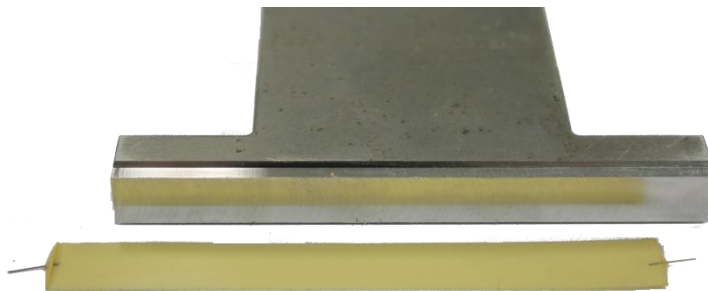


Figure II. 7. Eprouvette massique extraite des substrats Scarf modifié à la fin du cycle de polymérisation.

La *Figure II. 8*, montre la valeur moyenne (sur les cinq échantillons) de l'épaisseur du joint mesurée sur la longueur de l'éprouvette Scarf modifié 0°. Ensuite, le *Tableau 1* présente l'écart type de l'épaisseur à chaque position de mesure. Les résultats obtenus laissent apparaître une épaisseur homogène du joint de colle au sein de l'éprouvette Scarf modifié. Ils confirment également une bonne maîtrise de l'épaisseur souhaitée (200 µm) en utilisant cette technique.

Tableau 1. Ecart type de l'épaisseur du joint de colle.

Position de la mesure (mm)	0 (extrémité)	15	30	45	60	75	90 (extrémité)
Valeurs moyennes	200.5	201	200	200	201	200	201
Ecart type (µm)	±0.3	±0.4	±0.2	±0.2	±0.2	±0.4	±0.5

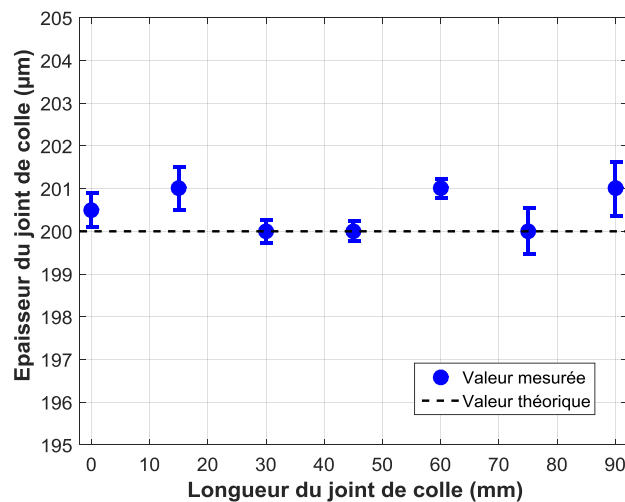


Figure II. 8. Epaisseur du joint mesuré sur la longueur de l'éprouvette Scarf modifié 0°.

II.2.3. Préparation de l'adhésif

Avant le collage des éprouvettes Scarf modifié, il est nécessaire de préparer l'adhésif pour faciliter la mise en place des substrats dans le montage de collage. Ces étapes sont listées ci-après :

- Sortir l'adhésif du congélateur (stockage à -18°C) et le conserver dans son sac hermétique environ 30 minutes à température ambiante, afin de ne pas faire apparaître d'humidité sur l'adhésif. (*Figure II. 9-A*) ;
- Pour chacune des configurations, découper l'adhésif, sans enlever les protections, en bandes de largeur constante de 10mm avec une lame cutter (*Figure II. 9-B* et *Figure II. 9-C*). Les dimensions précises pour chaque configuration sont les suivantes :
 - Éprouvettes Scarf modifié 0° : 9,5 mm x 90 mm,
 - Éprouvettes Scarf modifié 22.5° : 9,5 mm x 94 mm,

- Éprouvettes Scarf modifié 45° : 9,5 mm x 111 mm.

- Découper deux entailles de 4 mm de longueur, à chaque extrémité de la bande d'adhésif, afin de pouvoir y introduire le fil calibré ($\phi = 200\mu\text{m}$) utilisé pour le contrôle de l'épaisseur du joint de colle (Figure II. 9-D) ;
- Découper à l'aide d'une pince coupante, deux morceaux de fil calibré de longueur $l = 10\text{mm}$ pour chaque éprouvette (Figure II. 9-E). Lors de la découpe du fil calibré, il convient de s'assurer qu'il ne reste pas de bavures métalliques (suite au découpage du fil) sur le morceau du fil : vérification sous microscope optique ou projecteur de profil.

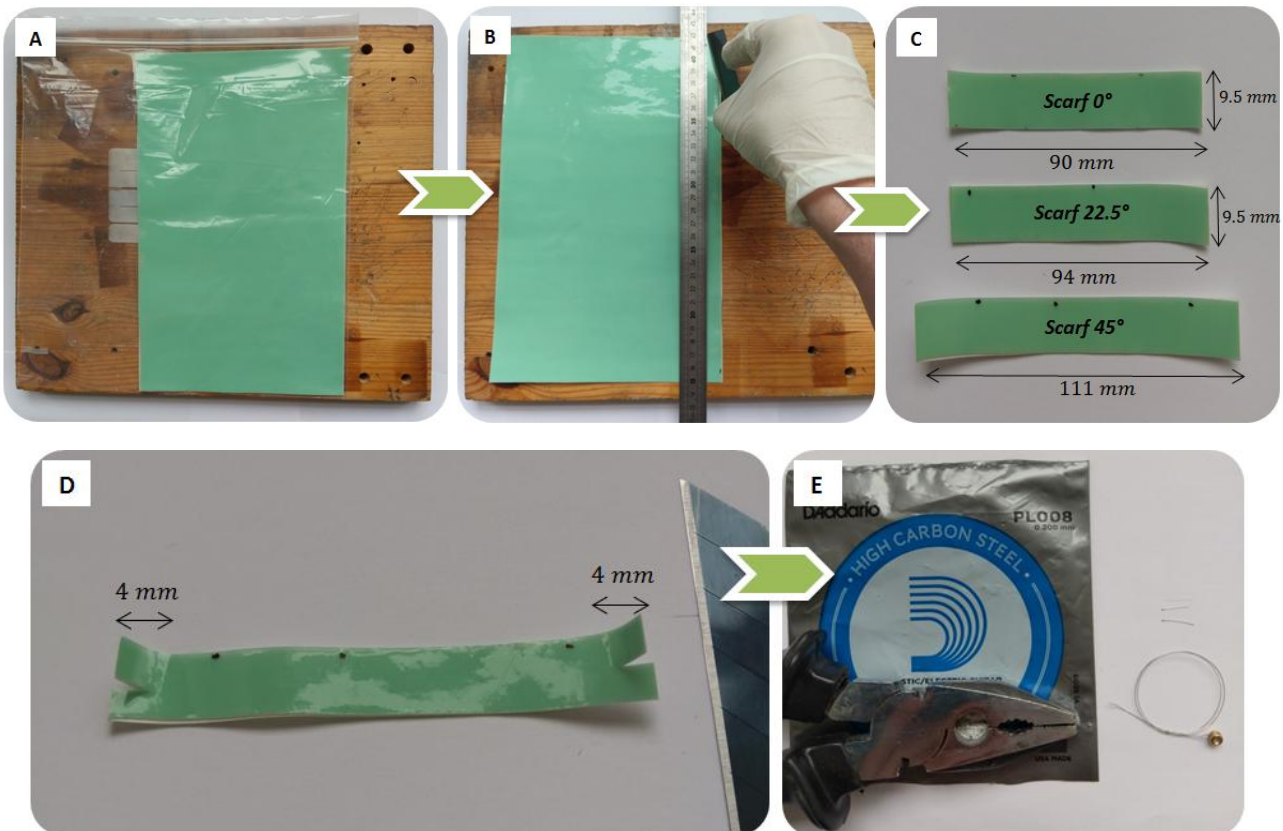


Figure II. 9. Préparation de l'adhésif avant collage.

II.2.4. Collage de l'éprouvette Scarf modifié

La répétabilité des essais mécaniques est un point particulièrement recherchée, car elle témoigne de l'entière maîtrise du processus de collage et de la caractérisation expérimentale des échantillons. Pour garantir une bonne reproductibilité, une procédure de collage a été rédigée afin de s'assurer que pour toutes les campagnes d'essais, les échantillons ont été obtenus en respectant rigoureusement les mêmes étapes de préparation. Ces étapes sont décrites ci-après et de manière très factuelle.

- Poser le papier de verre, grade 220 sur une surface plane (*Figure II. 10-A*) ;
- Rayer les surfaces de collage des substrats au moyen du papier de verre en appliquant une légère pression uniforme afin d'enlever les premières couches brillantes de la surface (*Figure II. 10-B*) ;
- Nettoyer la surface rayée avec un chiffon imprégné d'acétone (*Figure II. 10-C*) ;
- Sécher les substrats avec un chiffon propre ;
- Retirer la bride basse du montage de collage (*Figure II. 10-D*) ;
- Positionner un de substrats en contact avec les trois appuis inférieurs simultanément (*Figure II. 10-D*) ;
- Mettre à nouveau la bride basse (*Figure II. 10-E*) ;
- Serrer les deux vis de la bride basse ;
- Retirer une des protections du film de colle ;
- Appliquer le film de colle sur la surface de collage du substrat qui n'a pas été positionné dans le montage de collage (*Figure II. 10-F*) ;
- Appliquer manuellement une pression sur le film de protection du joint de colle ;
- Déposer dans chacune de rainures du film de colle le fil calibré (*Figure II. 10-G*) ;
- A l'aide d'un cutter, retirer le second film de protection de la colle ;
- Retirer la bride haute du montage de collage (*Figure II. 10-H*) ;
- Positionner le deuxième substrat en contact de l'appui supérieur (*Figure II. 10-H*) ;
- Mettre à nouveau la bride haute ;
- Serrer légèrement les vis de la bride haute ;
- Mettre le ressort dans la pièce de support (*Figure II. 10-I*) ;
- Appliquer une pression adéquate au cycle de polymérisation dans le vérin pneumatique (*Figure II. 10-I*) ;
- Serrer les vis de la pièce de support du ressort ;
- Retirer la pression du vérin pneumatique ;
- Retirer le vérin pneumatique ;
- Déposer l'ensemble « montage de collage – éprouvette » dans l'étuve ;
- Démarrer le programme du cycle de polymérisation de l'adhésif.



Figure II. 10. Principales étapes de collage des éprouvettes Scarf modifiées.

II.2.5. Cycle de polymérisation

II.2.5.1. Cycle de polymérisation

Afin d'assurer les conditions nécessaires pour une polymérisation complète de l'adhésif dans le cadre d'applications industrielles, un cycle de polymérisation de l'adhésif structural a été développé par Safran. Le cycle de polymérisation est le suivant (Figure II. 11) :

- Rampe de montée de $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$;
- Plateau à 150°C pendant 3 heures ;
- Pression constante de 3 bars.

Il n'est pas possible de contrôler à la fois la pression et l'épaisseur du joint de colle dans une étuve classique (sans autoclave). De ce fait, le ressort introduit dans le montage de collage (Figure II. 6), permet d'appliquer une pression quasi constante de 3 bars, tout au long du cycle de

polymérisation. Cette pression jouera un rôle important au début de la phase de polymérisation lorsque l'adhésif, initialement sous forme de film, se fluidifiera vers les températures proches de 150°C. En effet, le ressort applique une pression sur le substrat qui rentrera en « contact » avec les deux fils calibrés, et permettra alors d'établir une épaisseur constante au sein du joint de colle.

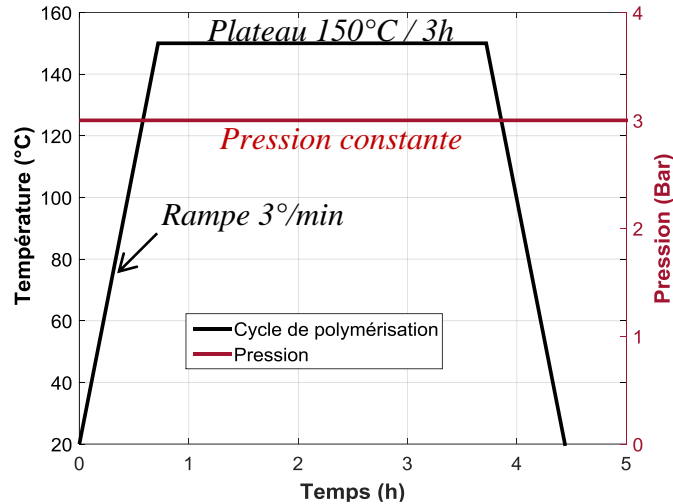


Figure II. 11. Cycle de polymérisation.

Dans le but d'analyser la température au cœur du joint de colle tout au long du cycle de polymérisation, un thermocouple de type K de diamètre 100µm et de plage de mesure [− 80°C, 250°C], a été positionné au milieu du joint de colle d'une éprouvette Scarf modifié. La Figure II. 12, présente la température mesurée dans l'étuve en fonction du temps (courbe rouge), ainsi que la température mesurée au milieu du joint de colle en fonction du temps (courbe bleue). Ce résultat montre qu'il n'y a pas de différence notable entre la température mesurée au cœur du joint de colle et la température de l'étuve.

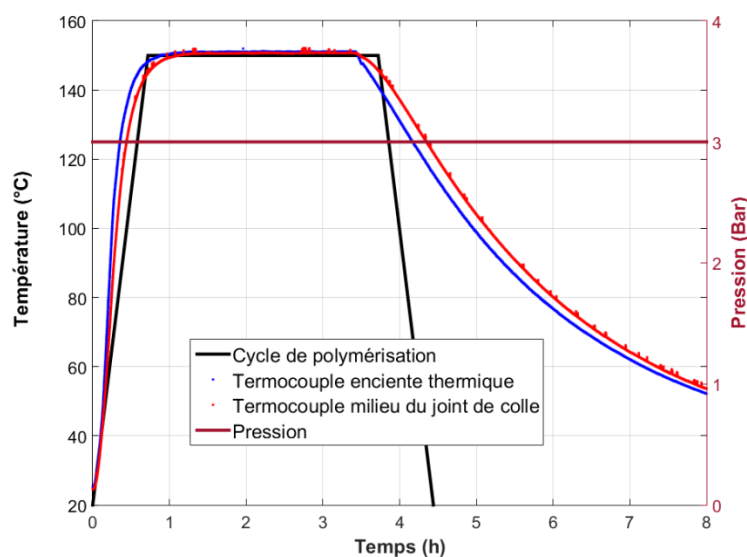


Figure II. 12. Température du joint de colle pendant le cycle de polymérisation.

II.2.5.2. Taux de polymérisation de l'adhésif

Préalablement à la caractérisation mécanique, les données « fournisseur » ont été complétées par un certain nombre d'essais permettant d'accéder aux propriétés physicochimiques.

L'analyse calorimétrique différentielle (*DSC*) permet de mesurer le taux de réticulation de l'adhésif étudié dans les éprouvettes Scarf modifié après le cycle de polymérisation. L'instrument utilisé est une machine DSC 214 (NETZSCH instrument) avec une plage de températures de fonctionnement $[-170^{\circ}\text{C}, 600^{\circ}\text{C}]$, dans laquelle est déposée une capsule de référence hermétique en aluminium et une capsule contenant $10 - 15 \text{ mg}$ de l'adhésif ayant suivi le cycle de polymérisation et extrait des éprouvettes Scarf modifié (cf. section II.2.2). Les mesures s'effectuent sous atmosphère d'azote et la calibration de l'appareil est réalisée à l'indium. La vitesse de chauffage pour la détermination de l'exothermie de la réaction est fixée à $3 \pm 0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ et la plage de température est $[-30^{\circ}\text{C}, 275^{\circ}\text{C}]$. La même analyse calorimétrique différentielle est appliquée à un échantillon d'adhésif non polymérisé.

La *Figure II. 13* présente l'exothermie de réaction des deux échantillons analysés (cuit et non polymérisé). Les enthalpies de réaction (aire sous la courbe) ont été déterminées et introduites dans l'équation (1), afin d'établir le taux de polymérisation de l'adhésif dans les éprouvettes Scarf modifié après le cycle de polymérisation.

$$T_p(\%) = \left(1 - \frac{\Delta H_p}{\Delta H_{Np}}\right) \times 100 \quad (1)$$

où $\Delta H_p = 17.52 \text{ J/g}$ et $\Delta H_{Np} = 204 \text{ J/g}$ représentent respectivement les réactions exothermiques de l'échantillon polymérisé et non polymérisé. Le taux de polymérisation de l'adhésif obtenu est de 91.4 %.

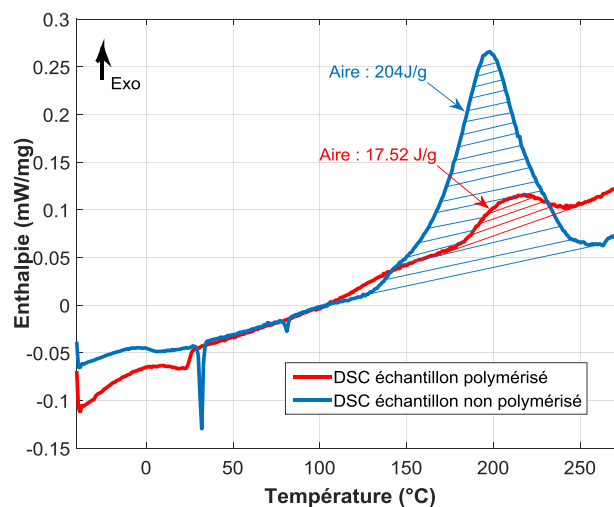


Figure II. 13. Analyse calorimétrique différentielle (*DSC*) de l'adhésif.

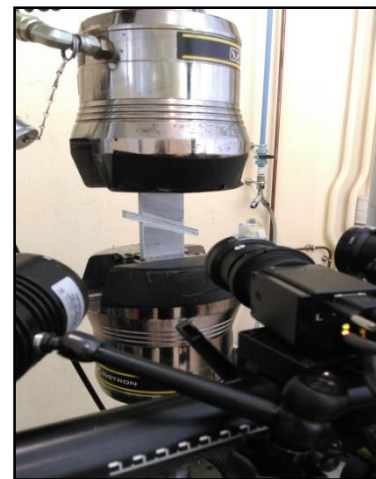
II.3. Mesure de champs de déplacement de l'échantillon Scarf modifié

Les essais de type Scarf modifié sont réalisés sur une machine de traction/compression hydraulique uni-axiale INSTRON 1342 avec une capacité maximale de $\pm 100 \text{ kN}$. Des mors de serrage hydraulique ou mécanique peuvent être utilisés, afin de fixer l'échantillon directement sur la machine d'essai. Le fait de ne pas avoir un système de fixation (comme dans le cas des essais Arcan modifié), permet une plus large gamme de solutions d'instrumentation de l'essai. Dans ces travaux de thèse, trois techniques d'instrumentation ont été implémentées : (i) Stéréo Corrélation d'Images Numériques (*SCIN*); (ii) Suivi par Emission Acoustique (*EA*) ; (iii) Fibre optique à réseau de Bragg (*FBG*). Cette section présente plus en détail la technique *SCIN* utilisée pour caractériser le comportement mécanique de l'adhésif de l'étude dans le cadre des essais Scarf modifié. Les techniques *EA* et *FBG* seront présentées plus en détail dans les chapitres *IV* et *V*.

La mesure des champs de déplacements par *SCIN* a été réalisée à l'aide du système optique GOM-5M (*Figure II. 14-a*). Le système est composé de deux caméras, qui permettent d'acquérir des images avec une fréquence d'acquisition constante mais ajustable jusqu'à 7 images/s, d'un système d'éclairage et d'une unité centrale. Les deux caméras sont positionnées à une distance d'environ 20 cm de l'échantillon afin d'observer une zone proche du joint collé au centre de l'éprouvette (*Figure II. 14-b*). La résolution en déplacement de ce système de mesure, pour un volume de corrélation de $30 \times 24 \times 15 \text{ mm}^3$ (taille mire calibrée), est de $0.01 \mu\text{m}$. Les fréquences d'acquisition possibles et la gamme de déformations mesurées du système GOM-5M sont décrites dans le *Tableau 2* [3].



(a)



(b)

Figure II. 14. Système de corrélation d'images numériques GOM 5M, (b) mise en place de l'échantillon Scarf modifié dans la machine d'essais.

Il est important de noter que dans l’optique d’utiliser cet essai dans un cadre industriel, l’utilisation d’un système de corrélation d’images numériques 2D est suffisant pour obtenir le comportement macroscopique (force/déplacement) de l’assemblage. Pourtant l’analyse des défauts de collage lors des essais, nécessite l’utilisation d’un système 3D.

Tableau 2. Fréquences d’acquisition et gamme de déformations. [4]

Système	Fréquence max	Mesure des déformations pour une mire de calibrage 10 × 8 mm ²	
		Gamme	résolution
GOM 5M	7Hz	0.02% à > 100%	0.01%

Le codage sous forme de mouchetis, nécessaire à la Stéréo Corrélation d’Images Numériques (SCIN), est obtenu par projection de taches de peinture noire sur un fond blanc au niveau de la surface cible de l’échantillon Scarf modifié (Figure II. 15). Dans le but de mesurer les champs de déplacements et de calculer par la suite la déformation des substrats au voisinage du joint de colle, une grille « repère » placée au centre et perpendiculaire au joint de colle est tracée, comme indiquée dans la Figure II. 15-b. Cette grille sert de référence pendant la phase de post-traitement, afin de récupérer les déplacements et déformations moyens des zones 2 et 3 par rapport à la zone 1 (élimination du mouvement corps rigide), comme montré dans la Figure II. 16.

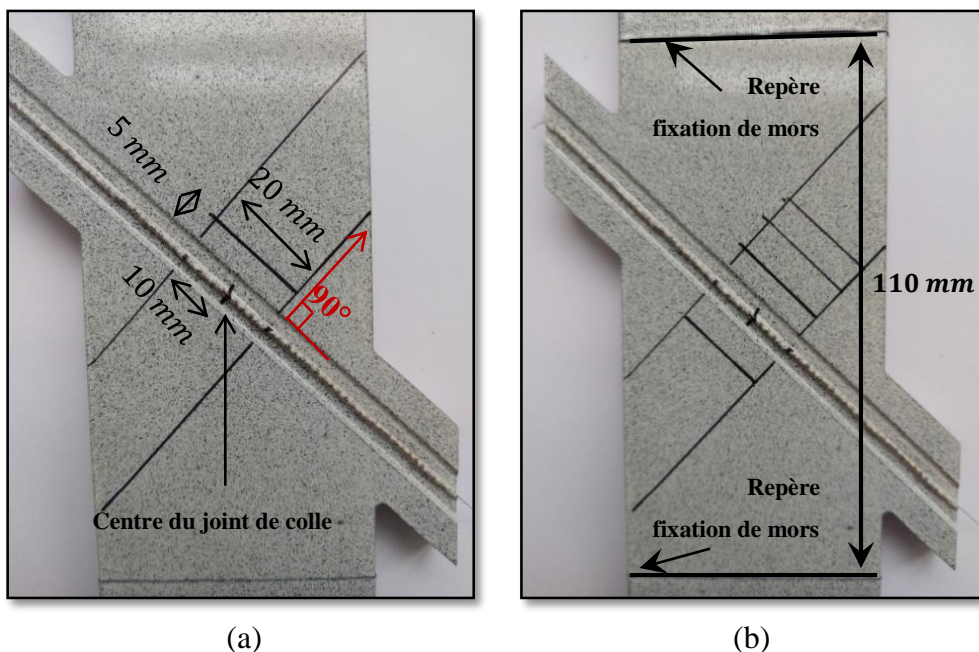


Figure II. 15. Préparation de l’échantillon avant essai.

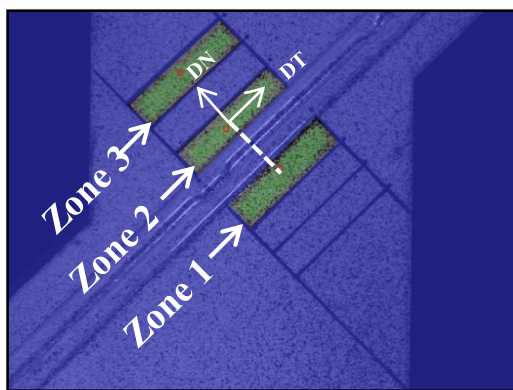


Figure II. 16. Zones de post-traitement.

II.4. Caractérisation expérimentale d'un film d'adhésif base époxy

La caractérisation mécanique des adhésifs requiert la mise en place de différents essais mécaniques pertinents afin de mettre en évidence de manière simple et claire le comportement mécanique de l'assemblage. L'objectif de cette section est de présenter les résultats issus de différentes campagnes d'essais réalisées sur l'adhésif structural sous sollicitations locales multi-axiales quasi-statiques à l'aide de l'essai Scarf modifié.

Les essais mécaniques ont été menés à température ambiante et pilotés en effort imposé de 0.2 kN/s . Le système optique GOM-5M est synchronisé avec la machine d'essai, afin de récupérer l'effort appliqué à chaque prise d'image (fréquence égale à 1 Hz).

II.4.1. Essais monotones jusqu'à rupture

La première campagne d'essais s'intéresse plus particulièrement à la réponse macroscopique (force/déplacement relatif) du joint de colle sous sollicitation monotone jusqu'à rupture des éprouvettes Scarf modifié. La Figure II. 17 présente les résultats obtenus de trois essais pour chacune de sollicitations utilisées : traction ($\delta = 0^\circ$), traction-cisaillement ($\delta = 22.5^\circ$) et traction-cisaillement ($\delta = 45^\circ$). Le déplacement relatif entre les deux substrats est décomposé, selon la direction normale (Figure II. 17 a, b et d) et la direction tangentielle (Figure II. 17 c et e), mais la force reste celle mesurée par la machine de traction.

Les résultats des essais monotones montrent une bonne répétabilité de l'essai et une dispersion faible ($< 2\%$ sur l'effort à rupture et $< 3\%$ sur le déplacement relatif). Pour chaque configuration de l'essai Scarf modifié, deux régimes peuvent être observés. Tout d'abord, un régime élastique caractérisé par une dépendance linéaire entre le déplacement relatif et la force appliquée, suivi d'un deuxième régime non linéaire jusqu'à rupture du joint de colle. Les déplacements à rupture observés, sont compris entre 12% et 15% de l'épaisseur du joint de colle.

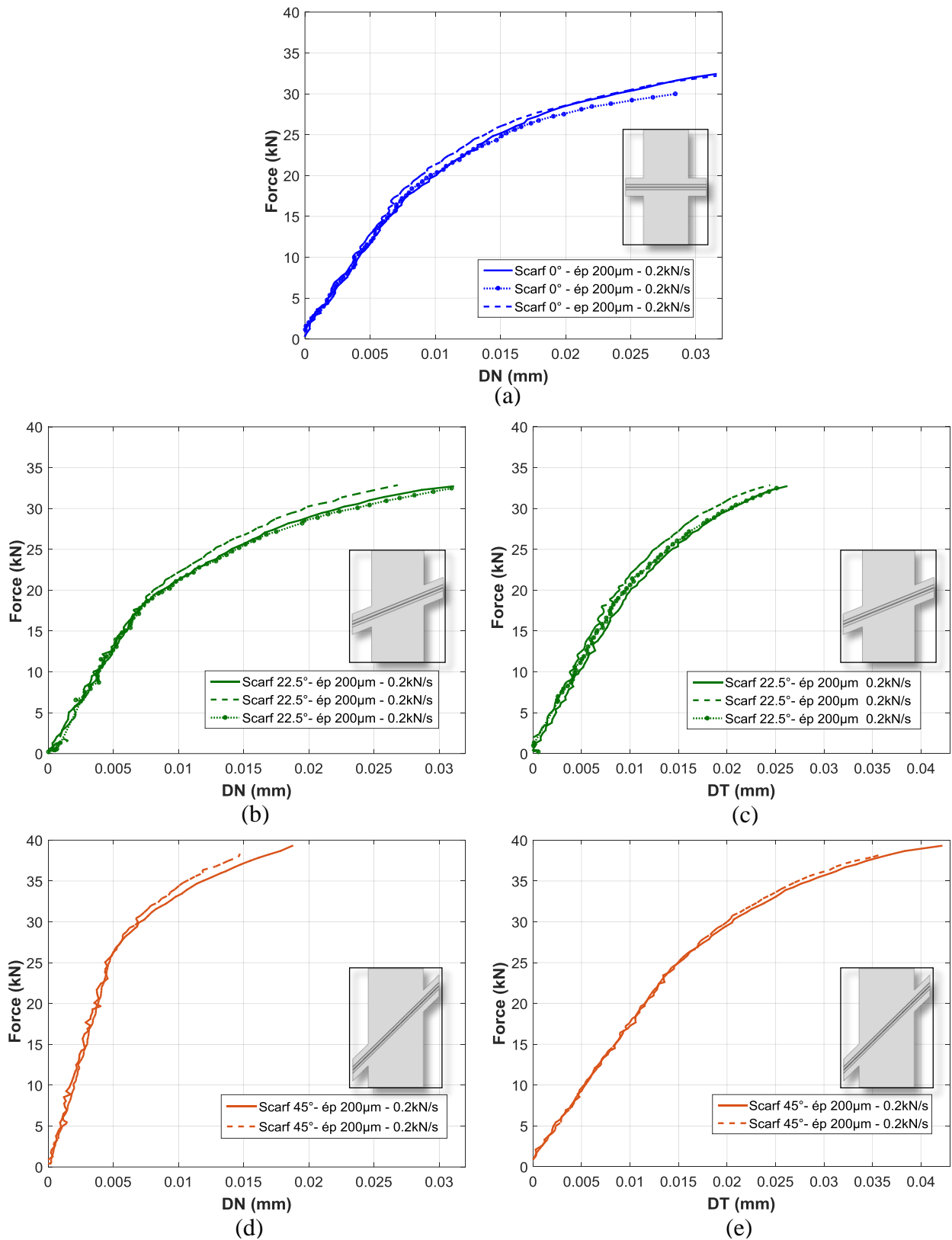


Figure II. 17. Résultats macroscopiques du comportement des assemblages Scarf modifié sous sollicitation monotone. (a) $\delta=0^\circ$, (b,c) $\delta=22.5^\circ$, (d,e) $\delta=45^\circ$.

La Figure II. 18 montre la comparaison des courbes de comportement mécanique obtenues pour les différentes configurations des essais Scarf modifié ($\delta = 0^\circ, 22.5^\circ$ et 45°). Avant

d'analyser ces résultats, il est important de rappeler que la surface collée varie d'une configuration à une autre. On constate que la rigidité selon la direction normale (*Figure II. 18-a*), entre la configuration à $\delta = 0^\circ$ et la configuration à $\delta = 22.5^\circ$ reste relativement proche malgré une augmentation de la surface collée pour $\delta = 22.5^\circ$. Ce n'est plus le cas en comparant la configuration à $\delta = 0^\circ$ avec celle à $\delta = 45^\circ$. L'augmentation de la rigidité est sans doute due principalement à l'augmentation de la surface collée, car on peut retrouver la relation suivante :

$$\frac{S_{45^\circ}}{S_{0^\circ}} \approx \frac{F_{e\ 45^\circ}}{F_{e\ 0^\circ}} \approx \sqrt{2}$$

où S_{0° et S_{45° représentent les surfaces collées nominales respectivement pour les configurations $\delta = 0^\circ$, $\delta = 45^\circ$ et $F_{e\ 0^\circ}$ et $F_{e\ 45^\circ}$ sont les limites d'élasticité pour les deux configurations.

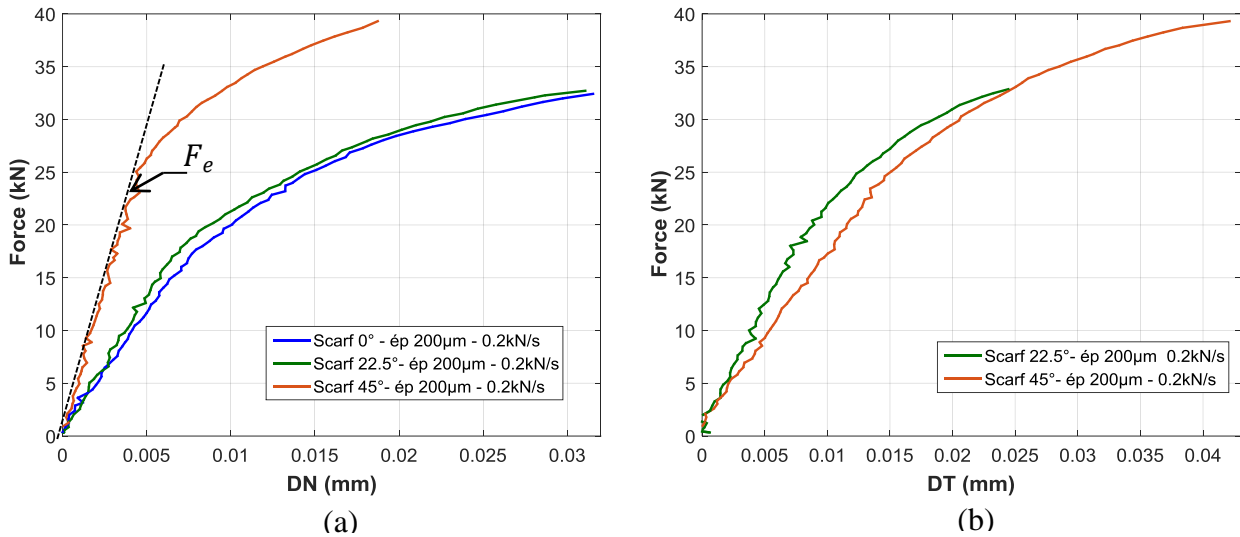


Figure II. 18. Comportement mécanique des assemblages Scarf modifié. (a) direction normale, (b) direction tangentielle.

Afin d'identifier la limite d'élasticité de chacune des configurations de l'essai Scarf modifié, le ratio (F/DN) est déterminé et tracé pour chaque point de la courbe du comportement mécanique (*Figure II. 19*). Ce fait met en évidence le point où la baisse de la raideur mécanique est critique. La limite d'élasticité est obtenue en séparant les deux régimes. Les limites d'élasticité, identifiées pour chaque configuration d'essai Scarf modifié sont reportées au *Tableau 3*.

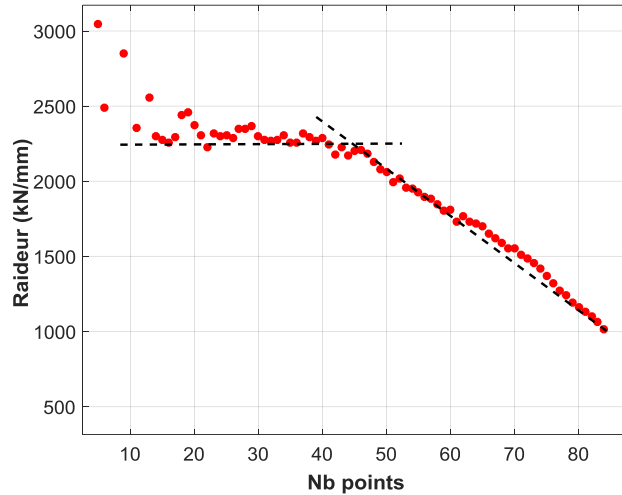


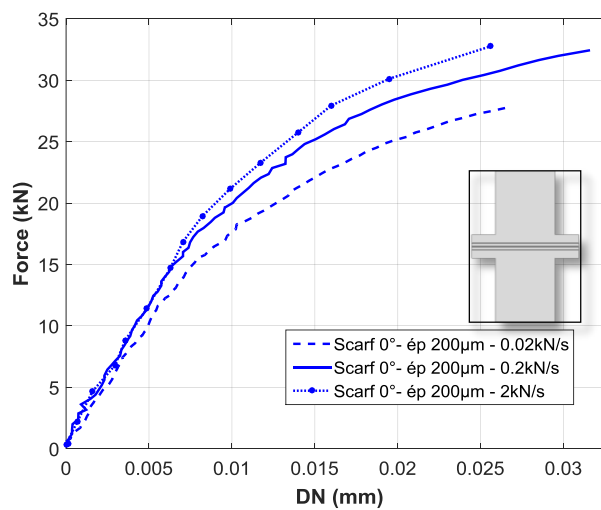
Figure II. 19. Raideur mécanique en fonction de points expérimentaux essai $\delta=0^\circ$.

Tableau 3. Limite d'élasticité des essais Scarf modifié.

Configuration de l'essai	Scarf modifié 0°	Scarf modifié 22.5°	Scarf modifié 45°
Limite d'élasticité	$17.5 \pm 0.7 \text{ kN}$	$19.6 \pm 0.9 \text{ kN}$	$25.3 \pm 0.3 \text{ kN}$

II.4.2. Influence de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique

L'objectif de cette section est d'évaluer l'influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique de l'adhésif structural. Trois vitesses de sollicitation (0.02 kN/s , 0.2 kN/s et 2 kN/s) ont été utilisées pour chacune des configurations d'essai Scarf modifié. La Figure II. 20, présente le comportement mécanique (force/déplacement relatif) de l'adhésif sous l'effet de la vitesse de sollicitation à l'aide des éprouvettes Scarf modifié.



(a)

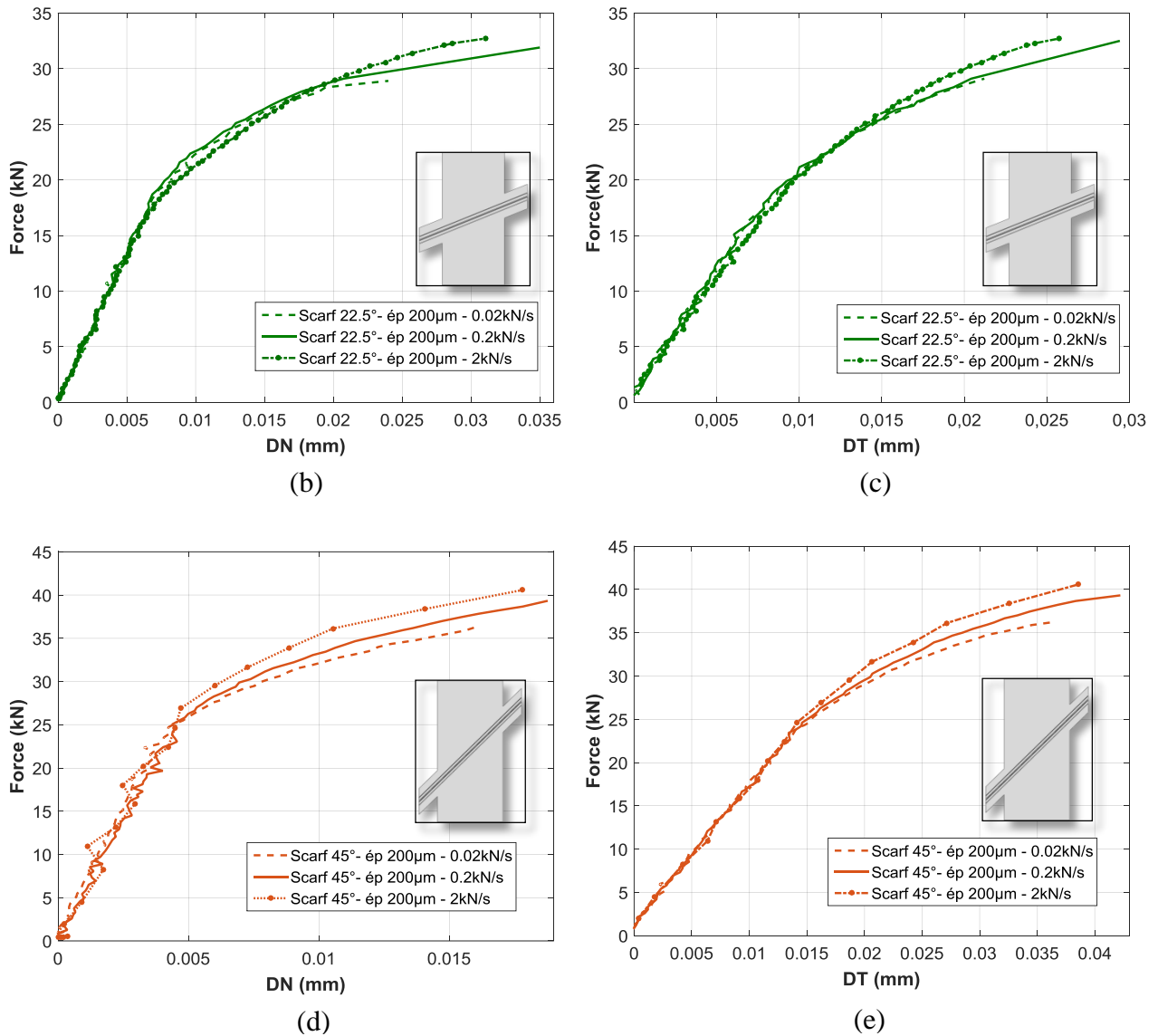


Figure II. 20. Comportement mécanique des assemblages Scarf modifié à différentes vitesses de sollicitation (0.02, 0.2 et 2 kN/s). (a) $\delta=0^\circ$, (b,c) $\delta=22.5^\circ$, (d,e) $\delta=45^\circ$.

Le début des courbes expérimentales est essentiellement caractérisé par un comportement mécanique quasi-élastique linéaire. Sur ce premier régime, à l'exception de l'essai à 0° on n'observe pas une forte influence de la vitesse de sollicitation. A contrario, sur le régime non-linéaire, on observe une influence non-négligeable de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique ainsi que sur l'effort à rupture. En effet, on constate un niveau d'effort à rupture croissant avec la vitesse de sollicitation, ceci a été observé pour les trois configurations de l'essai Scarf modifié.

A l'exception des essais Scarf modifié 0° sollicités à 0.02 kN/s, on observe que la limite d'élasticité (F_e) de l'adhésif étudié est peu affectée par la vitesse de sollicitation.

II.4.3. Essais de fluage à paliers multiples

Le phénomène physique du fluage est observé en appliquant un chargement constant qui génère une déformation à long terme sur un matériau. La déformation engendrée lors d'une telle sollicitation peut entraîner la rupture du matériau ; ce phénomène représente alors un point important pour la conception de structures ainsi qu'au choix de la technique d'assemblage à utiliser. L'objectif de cet essai est d'étudier le comportement au fluage de l'adhésif structurel sollicité en traction (éprouvette Scarf modifié 0°) et en traction-cisaillement (éprouvette Scarf modifié 45°), afin de mettre en évidence l'effet de la viscosité sur le comportement linéaire et non-linéaire du matériau.

II.4.3.1. Scarf modifié 0°

Les essais de fluage des éprouvettes Scarf modifié 0° ont été réalisés en appliquant quatre paliers (charge/décharge) d'effort, chaque palier ayant une durée de 2000s, dans le but de permettre à l'adhésif de sortir du fluage primaire [5,6].

Les trois premiers paliers de fluage (1 kN; 7 kN et 14 kN) observés sur la *Figure II. 21-a* sont réalisés à des efforts inférieurs à la limite d'élasticité. Les valeurs de force pour ces paliers représentent ($3\%F_{Max}$; $21\%F_{Max}$ et $45\%F_{Max}$) où $F_{Max} = 32$ kN désigne la force à rupture pour l'essai de traction monotone sur Scarf modifié à 0°. Le quatrième palier ($65\% F_{Max}$) a pour vocation d'évaluer le comportement de la colle pour un chargement de fluage lorsque la valeur de la force appliquée dépasse le seuil d'élasticité (on rentre dans le régime non linéaire). La phase de décharge a suivi les mêmes paliers que pour la montée, à l'exception du palier à 1 kN, où la force imposée est égale à 0.

La *Figure II. 21-b* montre l'évolution du déplacement relatif mesuré dans la direction normale au joint de colle en fonction du temps pour deux essais de fluage réalisés sur des éprouvettes Scarf modifié 0°. Ce déplacement évolue relativement peu sur les 3 premiers paliers, mais on peut constater une évolution significative sur le quatrième palier. Sur la phase de décharge, le déplacement évolue peu mais à la fin de l'essai on retrouve un déplacement non nul. Ceci s'explique par deux faits : (i) la part la plus importante de déplacement résiduel vient du fait que la force au quatrième palier a dépassé la limite d'élasticité. On constate que sur ce régime, le comportement mécanique est très sensible à la viscosité. (ii) Même si pour les trois premiers paliers le déplacement relatif entre les deux substrats évolue peu sur la phase de fluage, il est possible qu'à la fin de l'essai ces déplacements dus à la viscoélasticité n'aient pas eu le temps de se relaxer complètement.

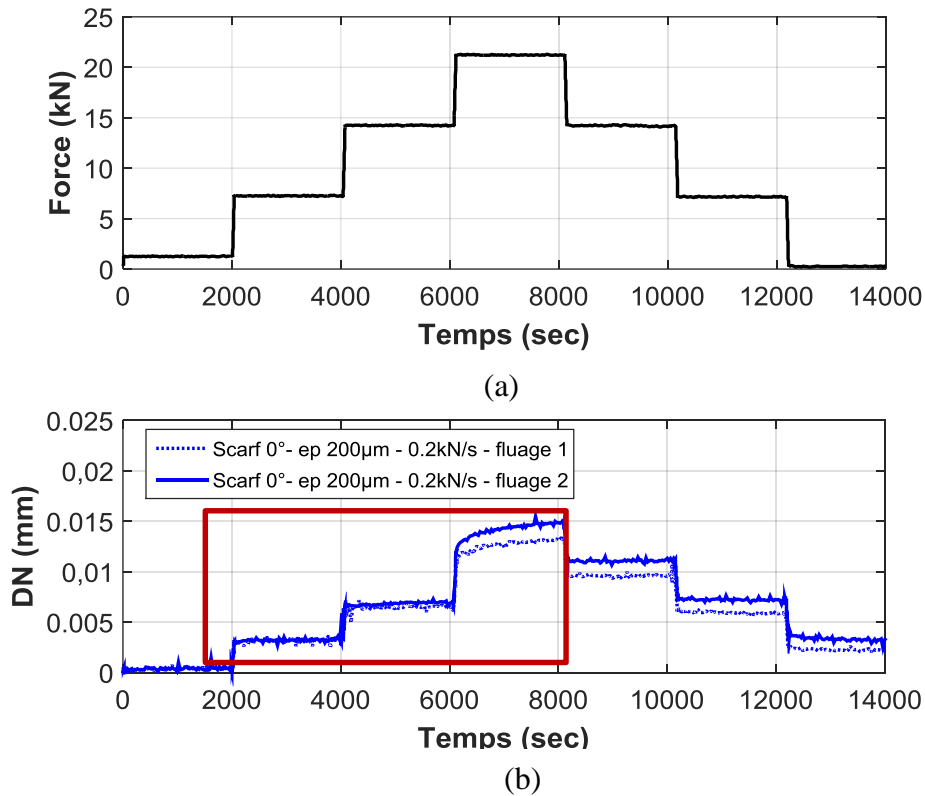


Figure II. 21. Essais de fluage sous sollicitation de traction.

La Figure II. 22 présente plus en détail l'évolution du déplacement normal en fonction du temps, des deuxième, troisième et quatrième paliers de fluage. Pour des niveaux de chargement inférieurs à la limite d'élasticité (sous sollicitation de traction), la dispersion entre les deux essais est faible (5%) ; mais l'écart devient plus important (12%) dès qu'on dépasse le seuil d'élasticité. Ces dispersions sont sans doute dues à des défauts de collage qui peuvent accélérer la localisation de la déformation dans le joint de colle. Cependant, le déplacement maximal sur le quatrième palier est de $15 \mu\text{m}$, une valeur relativement faible qui pourrait potentiellement être affectée par le bruit de mesure de la SCIN.

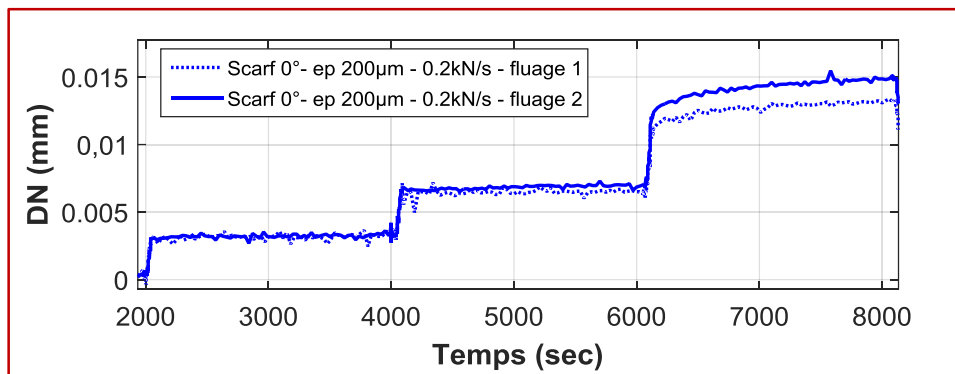


Figure II. 22. Fluage du régime linéaire et non-linéaire sous sollicitation en traction.

II.4.3.2. Scarf modifié 45°

Les essais de fluage sous sollicitation de traction-cisaillement (Scarf modifié 45°) ont été réalisés en appliquant les mêmes paliers d'effort et la même durée que ceux utilisés pour les essais Scarf modifié 0°. En effet la limite d'élasticité des essais Scarf modifié à 45° est plus élevée que celle des essais Scarf modifié 0°, car la surface de collage est plus importante. Par conséquent, les quatre paliers appliqués restent sur le régime linéaire du comportement mécanique de l'adhésif sollicité en traction-cisaillement.

La Figure II. 23 -a montre les paliers d'effort appliqués. La Figure II. 23 -b et la Figure II. 23-c présentent respectivement les déplacements relatifs dans les directions normale et tangentielle en fonction du temps pour deux essais de fluage réalisés sur des éprouvettes Scarf modifié 45°.

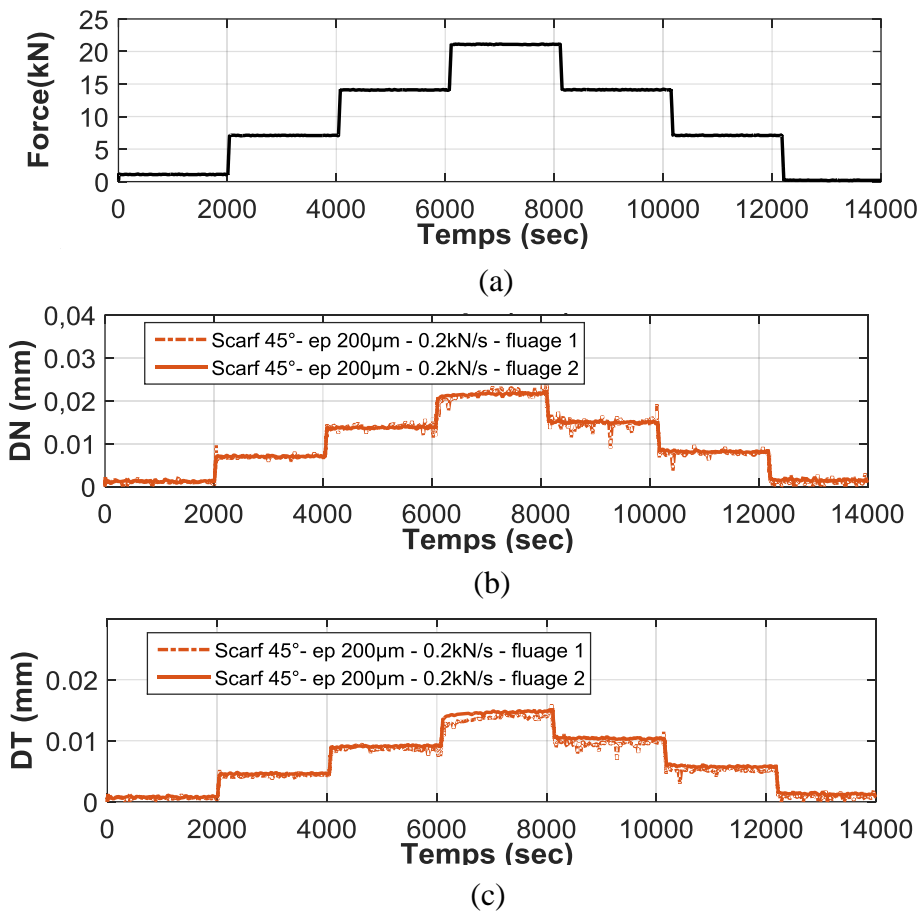


Figure II. 23. Essais de fluage sous sollicitation en traction-cisaillement.

La Figure II. 24 représente un « zoom » du déplacement normal en fonction du temps des deuxième et troisième paliers de fluage. Comme nous l'avons vu précédemment, il y a très peu d'effet de la viscoélasticité sur le comportement normal (DN) et tangential (DT). Par contre, on constate que pour le quatrième palier, le déplacement tangential met en lumière une viscoélasticité notable. Ce résultat est intéressant car il montre clairement que la colle flue légèrement même si la

force associée au quatrième palier de fluage est en dessous de la limite d'élasticité. Ce phénomène pourrait être encore plus visible sur les essais cycliques. On retient que pour une modélisation robuste il est fortement conseillé d'intégrer la viscoélasticité dans la modélisation. On peut également observer une dispersion très raisonnable pour ces essais.

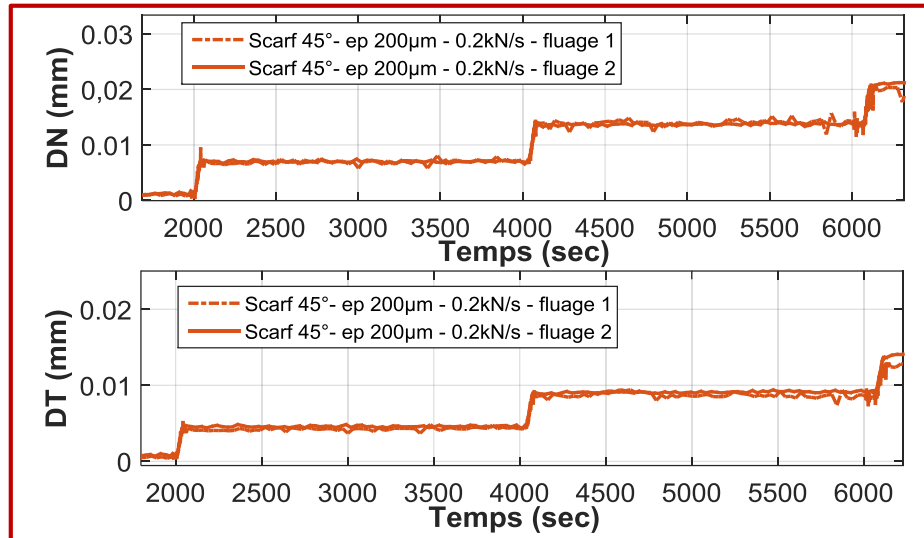


Figure II. 24. Fluage du régime linéaire sous sollicitation en traction-cisaillement.

II.4.4. Essais cycliques (charge/décharge) sous chargement incrémental

Les adhésifs peuvent présenter un comportement mécanique complexe, notamment dû aux différents mécanismes de déformation, et leur couplage (élasticité, viscosité, plasticité...). Ces mécanismes ne peuvent pas être mis en évidence à partir de simples essais monotones jusqu'à rupture [7]. Même si l'objectif de ces travaux n'est pas d'étudier le comportement cyclique des assemblages collés, cette section présente quelques essais sous chargement incrémental pour la configuration Scarf modifié à 0° , dans le but d'appréhender la réponse macroscopique expérimentale de l'adhésif étudié.

Dix cycles de charge/décharge ont été appliqués en augmentant progressivement la force de l'incrément avec un pas de 3.2 kN soit 10% de l'effort à rupture des essais monotones des éprouvettes $\delta = 0^\circ$ ($F_{max} = 32 \text{ kN}$). Ces essais sont menés jusqu'à rupture des éprouvettes, comme indiqué dans la Figure II. 25-a.

La Figure II. 25-b montre la courbe force/déplacement relatif normal obtenue sous chargement cyclique incrémental ainsi que la courbe force/déplacement normal d'un essai Scarf modifié 0° sous chargement monotone (tous les deux pilotés en effort imposé avec une vitesse de chargement de 0.2 kN/s).

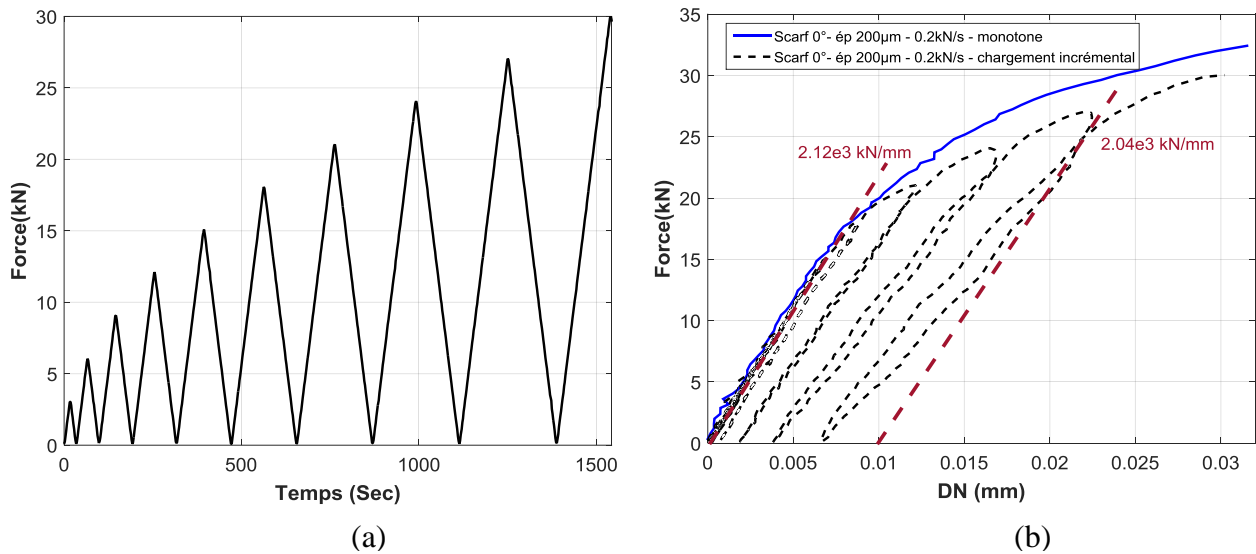


Figure II. 25. Essai de chargement incrémental. (a) effort appliqué, (b) comportement mécanique macroscopique.

Sous chargement cyclique incrémental, il est possible d'observer de façon claire une forme hystérétique (qui confirme le caractère dissipatif de l'adhésif) dont l'amplitude augmente avec le chargement appliqué, ainsi qu'une diminution d'environ 3.7% de la raideur élastique (prise à la décharge [8]) à la fin de la sollicitation cyclique ($F = 100\%F_{max}$). Sous les six premiers cycles de sollicitation, le comportement mécanique reste identique au comportement mécanique sous sollicitation monotone. Une fois la limite d'élasticité dépassée ($F = 70\%F_{max}$), on observe un écart important par rapport à la courbe monotone (déformation permanente), résultant de mécanismes dissipatifs tel que de l'endommagement de l'adhésif.

II.4.5. Faciès de rupture

La Figure II. 26, présente les faciès de rupture représentatifs d'éprouvette Scarf modifié observés pour les différents essais monotones réalisés. Pour la sollicitation en traction de l'adhésif structurel à l'aide de l'éprouvette Scarf modifié 0° (Figure II. 26-a) on montre à l'aide du microscope numérique Keyence [9] que les faciès de rupture obtenus sont totalement cohésifs. Pour la sollicitation en traction-cisaillement de l'adhésif (Scarf modifié 22.5° et 45°), les faciès de rupture obtenus sont très localement en mode mixte (ou cohésif superficiel) caractérisés par des petites zones périodiques, au milieu d'une maille de la marquise, où l'on devine les substrats (Figure II. 26-b). Néanmoins, le procédé de préparation de surface et de collage s'avère robuste et efficace, car dans la quasi-totalité des essais, les ruptures se révèlent cohésives.

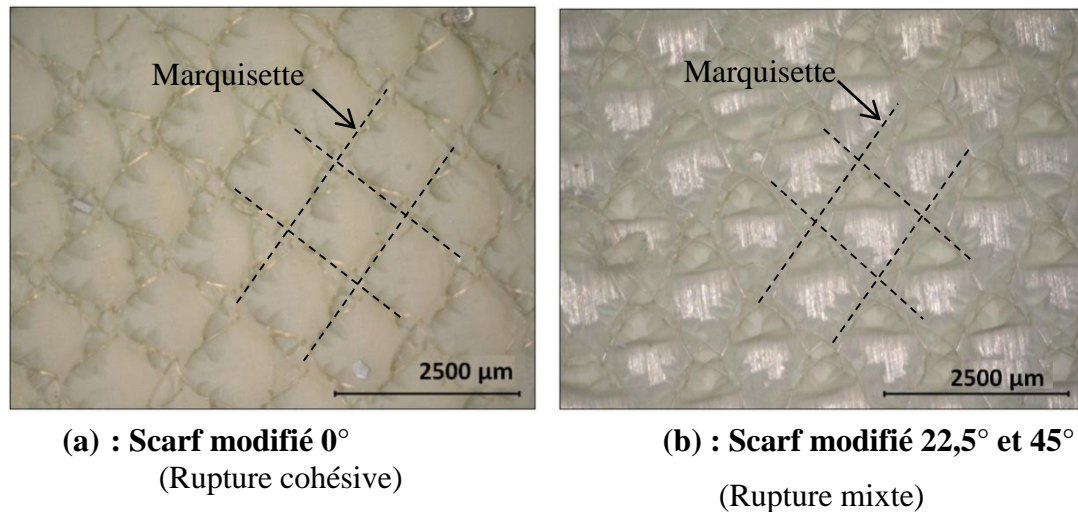


Figure II. 26. Faciès de rupture des éprouvettes Scarf modifiées.

II.5. Conclusion

Ce chapitre porte principalement sur la procédure de collage (montage de collage, cycle de polymérisation, contrôle de l'épaisseur et déroulement de l'essai Scarf modifié), ainsi que sur la caractérisation expérimentale d'un film supporté d'adhésif structural base époxy au moyen d'essais Scarf modifié, sous sollicitations bi-axiales quasi-statiques.

Tout d'abord, un montage de collage a été développé, pour assurer des conditions très similaires aux spécifications imposées par la procédure de collage. Une première caractéristique importante de ce montage est la maîtrise de la pression, qui doit être constante et égale à 3 bars, tout au long du cycle de polymérisation de l'adhésif. Le positionnement rigoureux des substrats (planéité de l'échantillon, maîtrise de l'épaisseur du joint...) est la deuxième condition nécessaire afin de minimiser les potentiels défauts de collage, et par conséquent d'assurer une caractérisation expérimentale fiable du comportement mécanique de l'adhésif. L'épaisseur constante du joint de colle est obtenue grâce à des fils calibrés ($\phi = 200 \mu\text{m}$) qui ont été placés au niveau des bras, où le niveau de contrainte est assez faible (*cf.* chapitre I). Cette technique confirme une très bonne maîtrise de l'épaisseur aux valeurs souhaitées.

Les différentes campagnes d'essais menées et présentées dans ce chapitre, montrent les principaux éléments du comportement mécanique macroscopique (force/déplacement relatif) de l'adhésif étudié sous sollicitations bi-axiales quasi-statiques. A partir des résultats des essais monotones menés jusqu'à rupture, deux régimes peuvent être observés ; tout d'abord une dépendance linéaire entre la force et le déplacement, suivi d'un régime non-linéaire jusqu'à rupture de l'échantillon. Les déplacements à rupture observés, sont compris entre 12% et 15 % de l'épaisseur du joint de colle (200µm). Ensuite, les résultats obtenus lors d'essais à différentes

vitesse de sollicitation montrent une faible dépendance à la vitesse de chargement sur le premier régime et une forte dépendance sur le régime non-linéaire.

Des essais de fluage à paliers multiples ont été menés sur deux configurations d'essai Scarf modifié ($\delta = 0^\circ$ et 45°) afin d'identifier l'effet de la viscosité sur le déplacement relatif. Pour les paliers avec des efforts inférieurs à la limite élastique, les résultats montrent peu de fluage sur le déplacement relatif et ce, pour les deux types de sollicitation : traction et cisaillement ; mais à long terme l'effet de la viscosité peut s'avérer plus important. Si les paliers de fluage présentent des efforts supérieurs à la limite d'élasticité, une visco-plasticité est très clairement visible.

Des essais cycliques sous chargement incrémental ont été réalisés sur des échantillons Scarf modifié à 0° . On retient tout d'abord la présence de boucles d'hystérésis, dont l'amplitude augmente. Ce résultat met en évidence le comportement visqueux de l'adhésif. Le déplacement relatif est différé lors des premiers cycles et l'éprouvette tend à retrouver sa longueur initiale après que la contrainte soit redevenue nulle. Nous avons par ailleurs noté que pour une force supérieure à la limite d'élasticité, le joint de colle présente une déformation permanente témoignant de la présence de mécanismes dissipatifs comme de l'endommagement. Cette observation est confirmée également par la perte de raideur de l'ordre de 31% pour le dernier cycle.

Pour l'ensemble des essais réalisés au moyen d'éprouvettes Scarf modifié, les faciès de rupture sont principalement cohésifs (ou cohésifs superficiels), ce qui confirme une bonne préparation des échantillons (en l'absence de ruptures adhésives) et permet d'envisager une caractérisation robuste du comportement mécanique de l'adhésif.

A partir de ces points clés observés sur les résultats expérimentaux, quelques idées se dessinent, afin de proposer les mécanismes indispensables pour une loi de comportement mécanique de l'adhésif sous chargement quasi-statique. Très peu de fluage pendant le régime linéaire, conduit à opter pour un comportement élastique ou viscoélastique suivi d'un comportement visco-plastique pour le régime non-linéaire du comportement mécanique de l'adhésif.

II.6. Bibliographie

- [1] ASM International. Metals Handbook, Vol.2 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 10th ed. 1990.
- [2] Davies P, Sohier L, Cognard JY, Bourmaud A, Choqueuse D, Rinnert E, et al. Influence of adhesive bond line thickness on joint strength. *Int J Adhes Adhes* 2009;29:724–36. doi:10.1016/j.ijadhadh.2009.03.002.
- [3] GOM. Aramis software version 6.3.1. 2011.
- [4] Heinz S, Tu J, Jackson M, Wiggins J. Digital image correlation analysis of strain recovery in glassy polymer network isomers. *Polymer (Guildf)* 2016;82:87–92. doi:https://doi.org/10.1016/j.polymer.2015.11.026.
- [5] Badulescu C, Germain C, Cognard J-Y, Carrère N. Characterization and modelling of the viscous behaviour of adhesives using the modified Arcan device. *J Adhes Sci Technol* 2015;29:443–61. doi:10.1080/01694243.2014.991483.
- [6] Ilioni A, Badulescu C, Carrère N, Davies P, Thévenet D. A viscoelastic-viscoplastic model to describe creep and strain rate effects on the mechanical behaviour of adhesively-bonded assemblies. *Int J Adhes Adhes* 2017. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.12.003.
- [7] Thevenet D, Créac'hcadec R, Sohier L, Cognard JY. Experimental analysis of the behavior of adhesively bonded joints under tensile/compression–shear cyclic loadings. *Int J Adhes Adhes* 2013;44:15–25. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2013.01.011.
- [8] Olajide SO, Arhatari BD. Recent progress on damage mechanisms in polymeric adhesively bonded high-performance composite joints under fatigue. *Int J Fatigue* 2017;95:45–63. doi:10.1016/J.IJFATIGUE.2016.10.009.
- [9] KEYENCE France. Microscope numérique - série VHX-5000 n.d. <http://www.keyence.fr/products/microscope/digital-microscope/vhx-5000/index.jsp>.

Chapitre III.

STRATEGIE DE CARACTERISATION ET D'IDENTIFICATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DES ASSEMBLAGES COLLES

INTRODUCTION

La distribution des contraintes dans le joint de colle lors d'essais mécaniques est rarement uniforme. Le comportement mécanique du joint est souvent décrit par des modèles qui intègrent les mécanismes de déformation réversible (élasticité), irréversible (plasticité) et dépendant du temps. Il n'est donc pas possible d'utiliser des stratégies simplifiées pour identifier le comportement mécanique des adhésifs. La méthode de calcul par éléments finis permet d'étudier plus finement la distribution de l'état des contraintes dans les adhésifs, lorsqu'ils assurent l'assemblage d'éléments structurels présentant des géométries et des comportements complexes. L'utilisation d'une modélisation par éléments finis dans une approche de type « identification inverse » permet de déterminer les valeurs des paramètres du modèle de comportement mécanique. Si la stratégie d'identification inverse peut être utilisée de manière rapide pour obtenir les paramètres élastiques, son application sur la partie non-linéaire peut s'avérer quant à elle très coûteuse en temps de calcul. Ceci explique son utilisation très marginale dans le milieu industriel.

Ce chapitre a pour objectif de présenter les travaux réalisés sur le développement d'une méthode de caractérisation du comportement mécanique des adhésifs, permettant d'accéder directement à la courbe (σ, ε) au milieu du joint de colle, sous différentes hypothèses et à partir des déformations mesurées avec la technique de *SCIN*. Dans le but de valider les hypothèses faites, ainsi que le comportement mécanique obtenu pour l'adhésif structurel, une loi de comportement élasto-plastique implémentée sous Abaqus (subroutine UMAT), a été directement identifiée sur les courbes (σ, ε) . Une bonne concordance a été observée entre le comportement mécanique identifié avec cette nouvelle méthode et le comportement macroscopique expérimental de l'essai Scarf modifié.

SOMMAIRE

III.1. Modélisation du comportement mécanique des adhésifs	71
<i>III.1.1. Stratégie d'identification inverse</i>	<i>71</i>
III.1.1.1. Technique de balayage paramétrique	72
III.1.1.2. Technique d'optimisation	72
<i>III.1.2. Identification des paramètres élastiques linéaires de l'adhésif étudié</i>	<i>74</i>
III.1.2.1. Modèle par EF utilisé pour l'identification des paramètres élastiques.....	74
III.1.2.2. Effet des propriétés élastiques des substrats sur l'identification des propriétés élastiques de l'adhésif	78
<i>III.1.3. Bilan de la méthode d'identification inverse</i>	<i>80</i>
III.2. Méthode directe de caractérisation du comportement mécanique des adhésifs	81
<i>III.2.1. Description de la méthode</i>	<i>84</i>
<i>III.2.2. Stratégie de caractérisation proposée</i>	<i>87</i>
<i>III.2.3. Caractérisation du comportement mécanique d'un adhésif industriel.....</i>	<i>88</i>
III.3. Méthode d'identification rapide d'une loi de comportement	90
<i>III.3.1. Loi de comportement.....</i>	<i>90</i>
<i>III.3.2. Identification des paramètres.....</i>	<i>91</i>
III.3.2.1. Identification du comportement élastique de l'adhésif.....	92
III.3.2.2. Identification des paramètres de la fonction seuil	94
III.3.2.3. Identification des paramètres non-linéaires	96
<i>III.3.3. Résultats et validation des paramètres identifiés.....</i>	<i>98</i>
III.3.3.1. Paramètres identifiés.....	98
III.3.3.2. Validation locale du comportement mécanique de l'adhésif.....	99
III.3.3.3. Validation du comportement macroscopique de l'essai Scarf modifié	100
III.4. Conclusion.....	102
III.5. Bibliographie	103

III.1. Modélisation du comportement mécanique des adhésifs

La caractérisation du comportement intrinsèque de l'adhésif (σ, ε) , représente une étape essentielle lors de la conception de structures collées et la prédiction de leur rupture [1–3]. D'une manière générale, les assemblages collés présentent souvent une distribution non-homogène des contraintes tout au long du joint de colle (*cf.* Chapitre I). Par conséquent, la courbe (σ, ε) intrinsèque au comportement mécanique de l'adhésif, est généralement difficile à acquérir, ce qui rend complexe l'identification des paramètres d'une loi de comportement [4]. Pour analyser les contraintes dans le joint de colle, deux approches peuvent être utilisées : l'approche de type analytique, basée sur des formulations simplifiées (souvent issues des théories linéaires et comportement unidirectionnel) qui cherchent à décrire l'évolution des contraintes sous sollicitation mécanique de l'adhésif [5–8]. Cependant, cette approche est limitée lorsque le cas d'étude devient complexe, comme par exemple : géométrie complexe, une distribution non-homogène de la contrainte dans le joint de colle, le comportement non-linéaire de l'adhésif, la prise en compte d'effets thermiques ou encore une variation de l'épaisseur du joint. La seconde approche de type numérique, est basée sur des modèles de type éléments finis (*EF*). Elle est capable de résoudre des problèmes plus complexes, et permet une analyse globale qui prend en compte la distribution non-homogène de la contrainte dans le joint de colle et, la non-linéarité du comportement mécanique des matériaux. Cette deuxième approche permet également d'étudier l'influence de plusieurs paramètres sur le comportement mécanique macroscopique d'un assemblage ou de réaliser une confrontation entre des réponses numériques et expérimentales [9–11].

Etant donné que l'un des objectifs de ce travail de thèse s'intéresse particulièrement à la caractérisation du comportement mécanique des adhésifs, des approches de type numérique (*EF*), semblent appropriées (particulièrement pour le comportement élastique), afin d'identifier les paramètres d'une loi de comportement de l'adhésif étudié au moyen de l'essai Scarf modifié.

III.1.1. Stratégie d'identification inverse

La stratégie d'identification inverse est utilisée pour déterminer les paramètres (d'une loi de comportement) qui définissent le comportement mécanique d'un matériau et, dans notre cas, celui de la colle [12]. Par conséquent, cette stratégie est très utilisée pour caractériser le comportement des adhésifs dans les assemblages collés présentant des géométries complexes, en supposant que le comportement des substrats reste dans le domaine élastique lors de la sollicitation, tel que proposé par R. Adams *et al* [13].

Cette stratégie d'identification inverse peut s'appliquer de deux manières différentes : (i) technique de balayage paramétrique ou (ii) technique d'optimisation. Cependant, pour aboutir à une identification fiable des paramètres, une grande rigueur est exigée sur la définition des conditions aux limites observées expérimentalement, sur la convergence du maillage dans le joint de colle, ainsi que sur les valeurs des paramètres élastiques des substrats, module d'Young (E_{subs}) et coefficient de Poisson (ν_{subs}).

III.1.1.1. Technique de balayage paramétrique

Cette technique est généralement utilisée lorsque le temps de calcul des modèles reste court. Par conséquent, elle est souvent utilisée pour identifier les paramètres élastiques linéaires des adhésifs, à partir d'un balayage discret des paramètres (E_{Adh}, ν_{Adh}) [14]. La *Figure III. 1*, présente la procédure détaillée et les outils utilisés, afin d'identifier le comportement élastique de l'adhésif en utilisant l'essai Scarf modifié. Une fonction MATLAB® est utilisée pour récupérer les données expérimentales du comportement élastique (force/déplacements relatifs) issues de la corrélation d'images numériques, associées à une configuration géométrique ($\delta = 0, 22.5$ ou 45°), mais également pour générer des couples de valeurs possibles des paramètres (E_{Adh}, ν_{Adh}). Les modèles numériques de l'essai Scarf modifié sont initialisés avec un premier jeu de paramètres et au moyen d'un script codé sous Python™, la force appliquée ainsi que les déplacements relatifs des substrats sont extraits sur les mêmes zones de post-traitement, que celles utilisées expérimentalement (*cf.* chapitre II, section II.3). Une fois tous les calculs achevés, l'erreur entre les réponses numériques et expérimentales est calculée pour chaque couple de paramètres. L'un des avantages de cette technique est de pouvoir réutiliser cette base de données pour l'identification d'autres types de colles lorsque les paramètres se trouvent dans l'intervalle des couples (E_{Adh}, ν_{Adh}) utilisés.

III.1.1.2. Technique d'optimisation

La technique d'optimisation est généralement utilisée et justifiée lorsque l'on souhaite identifier des paramètres qui décrivent le comportement non-linéaire de l'adhésif. Etant donné que le nombre de paramètres à identifier peut-être important, le temps de calcul est long et l'intervalle des valeurs possibles des paramètres reste difficile à estimer. Contrairement à la technique de balayage paramétrique, cette technique permet de coupler un modèle éléments finis représentatif de l'essai analysé, à un algorithme d'optimisation (généralement un algorithme de descente) pour reproduire au mieux les résultats expérimentaux. La *Figure III. 2*, synthétise les étapes clés de la technique d'optimisation. Tout d'abord, un jeu de paramètres initiaux est nécessaire pour amorcer la boucle de calcul. Ensuite, les résultats numériques nécessaires sont récupérés automatiquement et comparés aux résultats expérimentaux afin de calculer la différence quadratique entre les deux

résultats, tel que présenté dans l'équation 1. Dans le cas particulier de l'essai Scarf modifié, ces grandeurs représentent les déplacements relatifs (normal et tangentiel) des substrats, dans deux zones proches du joint de colle (Figure III. 3-a).

L'algorithme d'optimisation de descente « SIMPLEXE » [15] tente de minimiser cet écart entre les réponses numériques et expérimentales, en proposant différents jeux de paramètres. Le critère d'arrêt est validé quand la tolérance, égale à la différence entre les écarts minimisés de deux itérations successives, est inférieure à une valeur imposée par l'utilisateur (classiquement 10^{-6}) [16]. Cette stratégie pouvant être perturbée par des minima locaux, il faut alors s'assurer que la fonction erreur admet un minimum. Dans ce cas, les calculs réalisés ne sont pas enregistrés et le nombre d'itérations nécessaires pour retrouver le jeu de paramètres optimal est directement lié : (i) à la construction et la nature de la fonction erreur, (ii) aux valeurs initiales des paramètres à identifier et à l'algorithme utilisé.

$$\begin{cases} Erreur (N) = \sum_{i=1}^n \left| \frac{(DN_{Exp} - DN_{EF})^2}{DN, T_{EF}} \right|_i \\ Erreur (T) = \sum_{i=1}^n \left| \frac{(DT_{Exp} - DT_{EF})^2}{DT_{EF}} \right|_i \end{cases} \quad (1)$$

n, DN, T_{Exp} et DN, T_{EF} sont, respectivement, le nombre de points expérimentaux du comportement mécanique, le déplacement expérimental (normal et tangentiel) et le déplacement numérique (normal et tangentiel).

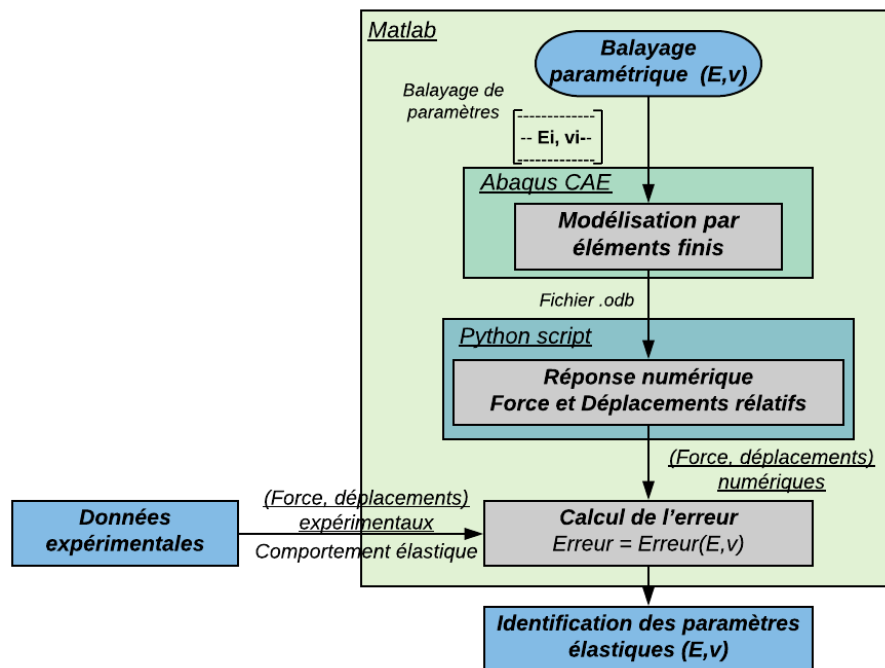


Figure III. 1. Méthode d'identification inverse, technique itérative.

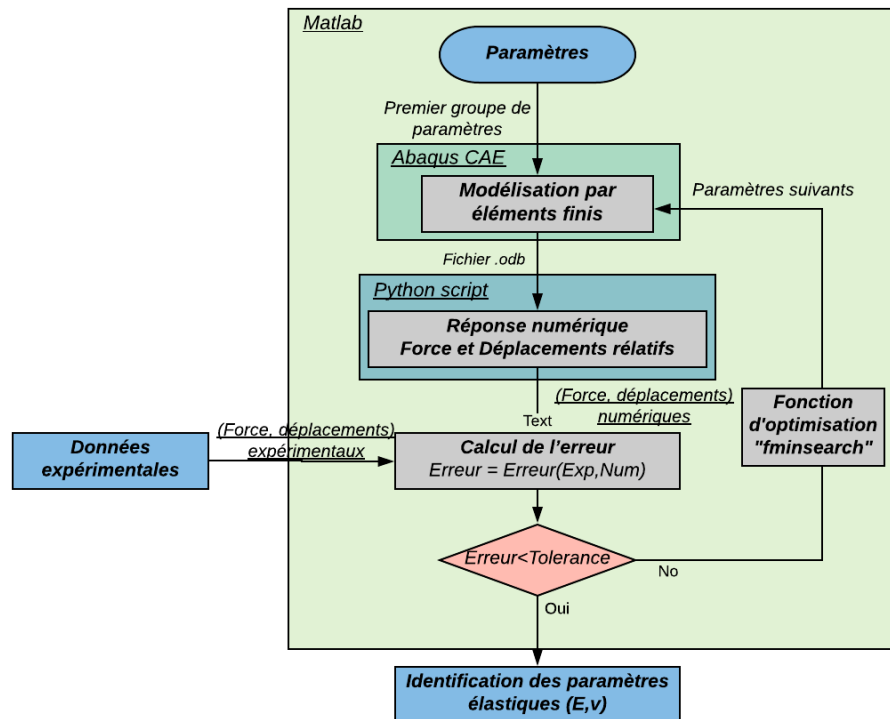


Figure III. 2. Méthode d'identification inverse, technique d'optimisation.

III.1.2. Identification des paramètres élastiques linéaires de l'adhésif étudié

La plupart des matériaux solides possèdent un domaine dit d'élasticité, dans lequel les sollicitations mécaniques n'entraîne qu'une variation de déformation qui est donc complètement réversible [17]. De ce fait, l'identification des paramètres élastiques linéaires représente une étape nécessaire et peut être considérée indépendante du choix de la phase non-linéaire de la loi de comportement mécanique.

III.1.2.1. Modèle par EF utilisé pour l'identification des paramètres élastiques

L'identification des paramètres élastiques de l'adhésif est réalisée au moyen d'un modèle 3D par éléments finis de l'essai Scarf modifié $\delta = 45^\circ$ avec un effort imposé de 15 kN (force en dessous de la « limite d'élasticité » $F_e = 24$ kN, Figure III. 4-a,b), respectant les conditions (maillage, conditions aux limites et la géométrie optimisée) présentées dans le chapitre I pour l'éprouvette $\delta = 0^\circ$. L'intérêt de modéliser cette configuration d'essai est de pouvoir disposer pour un même essai du comportement mécanique du joint de colle dans la direction normale (DN, assemblage principalement sollicité en traction), et dans la direction tangentielle (DT, assemblage principalement sollicité en cisaillement). Le comportement mécanique des substrats, de nuance 7075 T6, est supposé élastique linéaire avec les valeurs suivantes : module d'Young $E_{Subs} =$

72 GPa et coefficient de Poisson $\nu_{Subs} = 0.32$. Ces valeurs sont issues du catalogue du fournisseur.

Dans le but d'identifier les paramètres élastiques de l'adhésif étudié, une série de simulations est réalisée, en s'appuyant sur la technique de balayage paramétrique. Ce balayage est réalisé sur des intervalles caractéristiques des matériaux polymères $E_{Adh} = [500, 6000] MPa$ avec un pas égal à 100 MPa et $\nu_{Adh} = [0.01, 0.49]$ avec un pas égal à 0.01. Généralement, pour avoir une meilleure approximation des paramètres élastiques, un balayage avec un pas inférieur pourrait être réalisé, mais aurait pour conséquence une augmentation considérable du temps de calcul. Pour rester acceptable en termes de temps de calcul, mais également par rapport à la précision de l'identification, une série de 2800 calculs (4 jours sur une machine de bureau d'études (BE) de type : Intel® Xeon®, 8Go de RAM et 1 CPU utilisé) a été faite.

Expérimentalement, les déplacements relatifs (normal et tangentiel, *Figure III. 3-a*) sont exprimés dans le repère local (selon l'angle δ de l'essai, *Figure III. 3-b*). Pour pouvoir confronter les résultats expérimentaux avec ceux obtenus par simulation, il est indispensable d'exprimer ces derniers dans le repère local associé au joint de colle en utilisant (*l'équation 2*). Finalement, l'erreur entre les déplacements numériques et expérimentaux est calculée pour tous les couples de paramètres (E_{Adh}, ν_{Adh}) à partir de *l'équation 1*.

$$\begin{bmatrix} DN_{EF} \\ DT_{EF} \\ 0 \end{bmatrix}_{Local} = \begin{bmatrix} \cos(\delta) & -\sin(\delta) & 0 \\ \sin(\delta) & \cos(\delta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} DN_{EF} \\ DT_{EF} \\ 0 \end{bmatrix}_{Global} \quad (2)$$

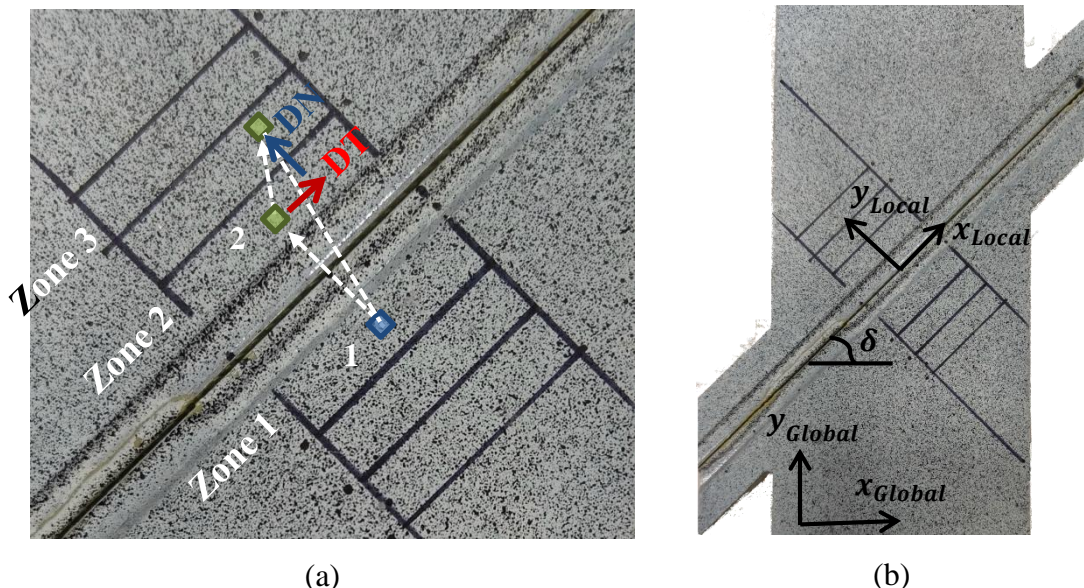


Figure III. 3. (a) Déplacements relatifs des substrats (b) repère échantillon Scarf modifié.

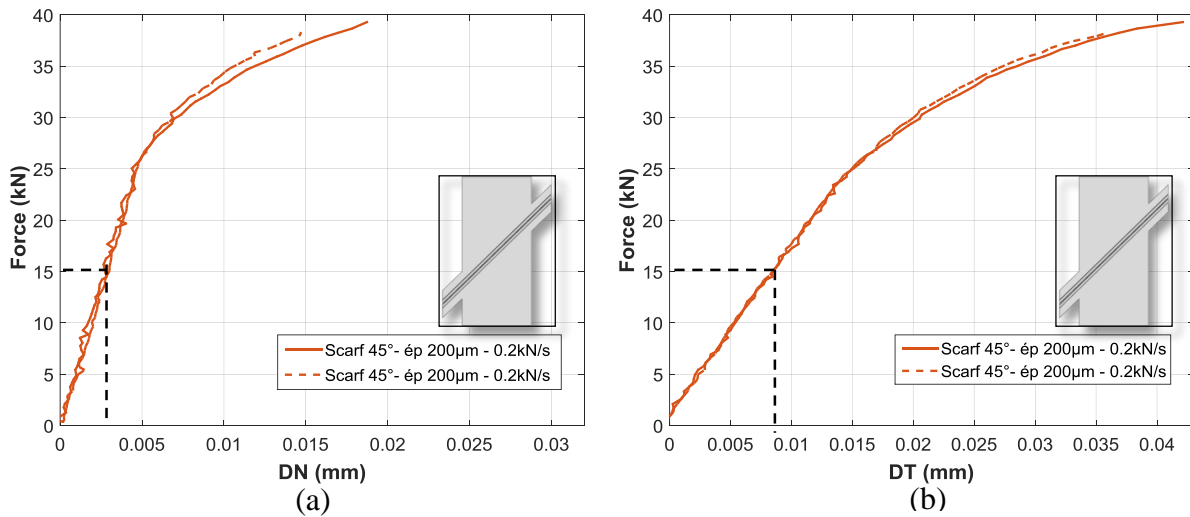


Figure III. 4. Essais monotones jusqu'à rupture Scarf modifié 45°, (a) force/déplacement normal, (b) force/déplacement tangentiel.

Les Figure III. 5-a,b, présentent la cartographie de l'erreur obtenue en fonction des paramètres élastiques linéaires (E_{Adh}, ν_{Adh}). La Figure III. 6 montre les paramètres : $E_{Adh} = 1300 \pm 150 \text{ MPa}$ et $\nu_{Adh} = 0.43 \pm 0.01$ permettant de reproduire le comportement élastique linéaire à la fois dans la direction normale (traction) et dans la direction tangentielle (cisaillement).

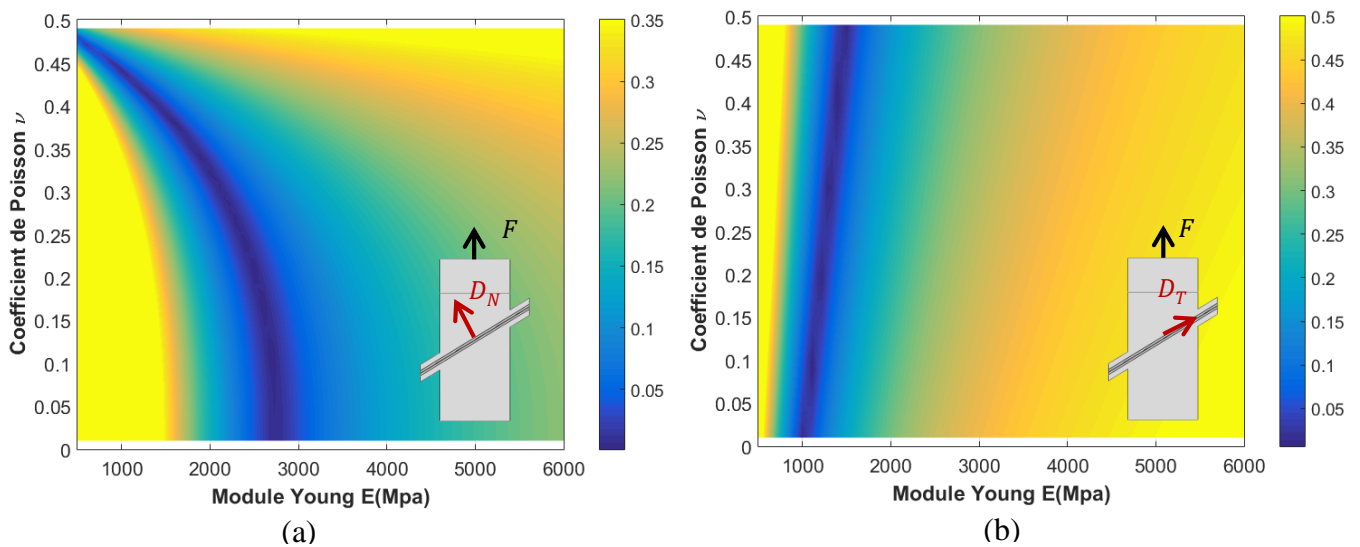


Figure III. 5. Cartographie d'erreur, (a) composante en traction, (b) composante en cisaillement.

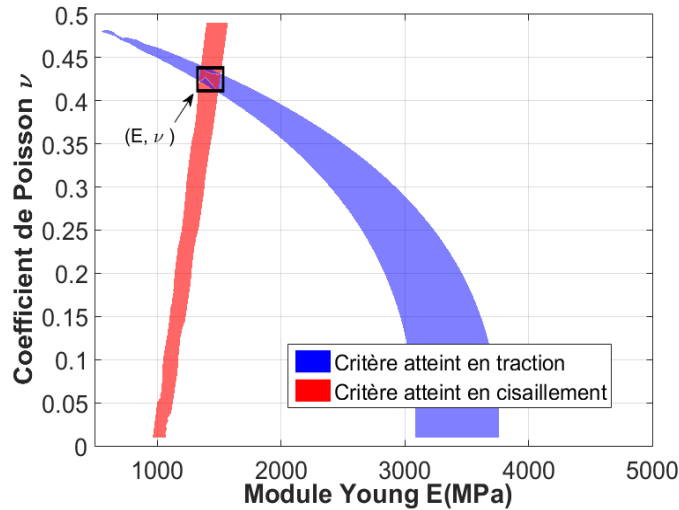
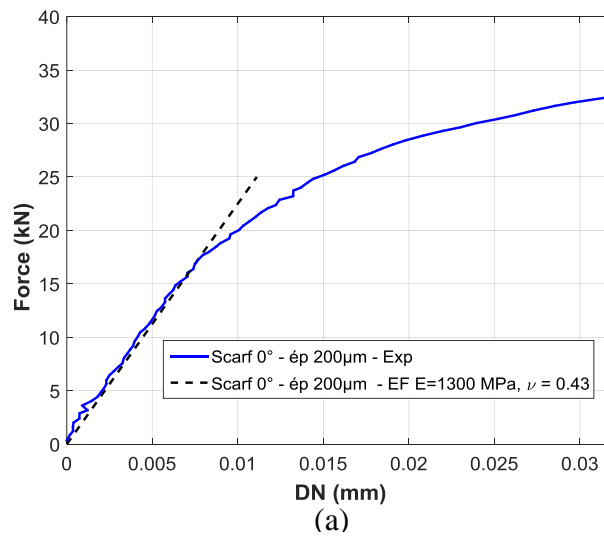


Figure III. 6. Intersection de l'erreur minimale des couples (E, ν) .

Pour vérifier que le couple de paramètres (E_{Adh}, ν_{Adh}) identifié est cohérent, la réponse EF pour des sollicitations à $\delta = 0^\circ$ et à 22.5° (qui n'ont pas été utilisés lors de la phase de l'identification) est comparée avec les résultats expérimentaux correspondants, comme illustré sur la Figure III. 7. Un bon accord sur le comportement élastique linéaire a été observé. Cette comparaison valide les paramètres élastiques identifiés pour l'adhésif étudié.



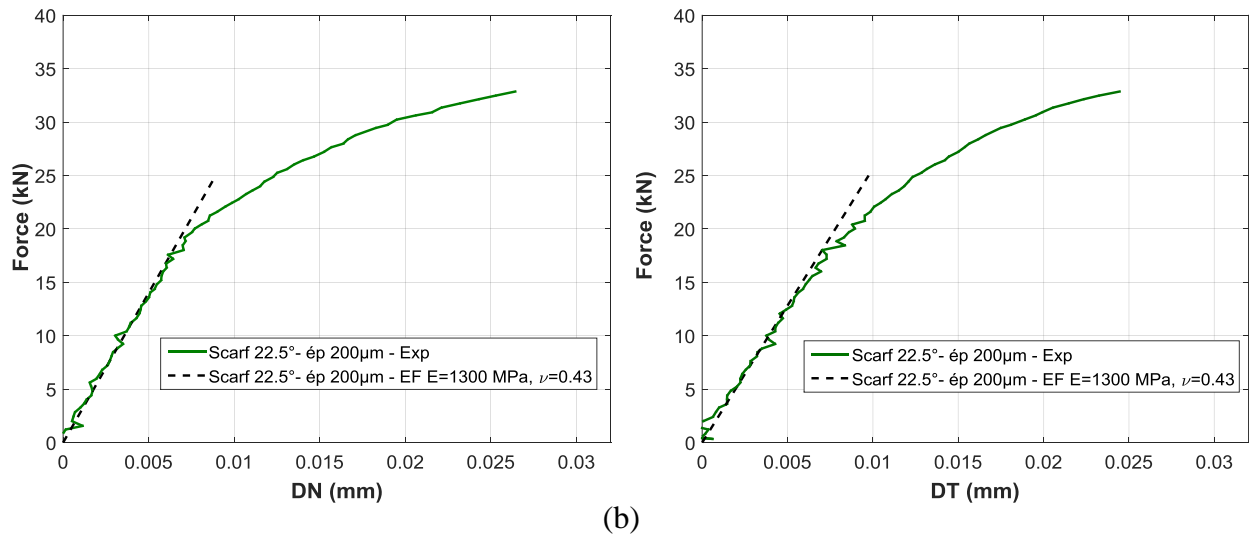


Figure III. 7. Validation des paramètres élastiques linéaires, (a) 0° , (b) 22.5° .

III.1.2.2. Effet des propriétés élastiques des substrats sur l'identification des propriétés élastiques de l'adhésif

Etant donné que les propriétés élastiques (E_{Subs} , ν_{Subs}) de l'alliage d'aluminium utilisé lors de l'usinage des substrats n'ont pas été caractérisées expérimentalement, une étude de sensibilité de ces paramètres a été faite afin de mettre en évidence leur influence sur l'identification des paramètres élastiques de l'adhésif. La première étape consiste à fixer dans le modèle *EF* de l'essai Scarf modifié 45° , le module d'Young des substrats à $E_{Subs} = 72 \text{ GPa}$ et à faire varier le coefficient de Poisson (ν_{Subs}) dans l'intervalle $[0.3, 0.33]$ avec un pas de 0.01. Ces limites ont été choisies au vu des écarts de propriétés observés pour l'alliage d'aluminium 7075 T6.

La Figure III. 8 présente les réponses macroscopiques (force/déplacement) obtenues par *EF* et comparées à celles obtenues expérimentalement. Aucune différence significative n'a été observée pour les différents jeux de paramètres utilisés. La Figure III. 9 présente la raideur de la composante normale (F/DN) en fonction du coefficient de Poisson (ν_{Subs}). L'écart entre la raideur expérimentale et la raideur *EF* devient plus importante pour une valeur de $\nu_{Subs} = 0.33$. Toutefois, l'erreur entre ces deux valeurs (expérimentale et *EF*) demeure négligeable puisqu'elle est inférieure à 1%.

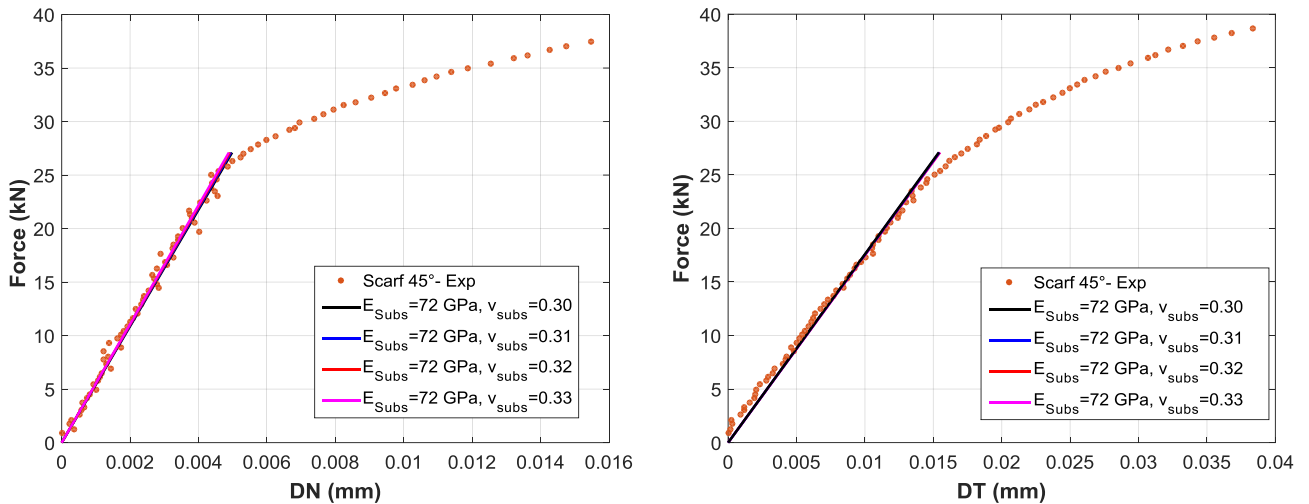


Figure III. 8. Influence du coefficient de Poisson des substrats sur le comportement mécanique macroscopique de l'assemblage.

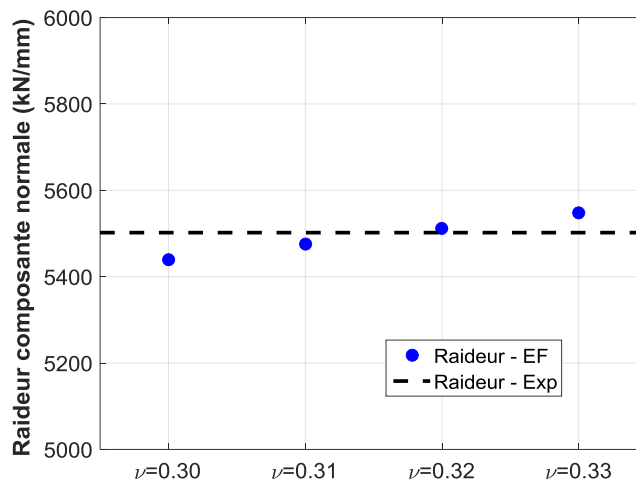


Figure III. 9. Raideur élastique en fonction du coefficient de Poisson des substrats ($E_{Subs} = 72 \text{ GPa}$).

La deuxième étape, consiste à fixer le coefficient de Poisson des substrats à $\nu_{Subs} = 0.32$ et faire varier le module d'Young des substrats dans l'intervalle $[70 \text{ GPa}, 73 \text{ GPa}]$ avec un pas de 1 GPa . D'une manière générale, une faible influence du paramètre (E_{Subs}) sur la raideur (composante normale) a été observée (Figure III. 10). L'erreur entre la raideur expérimentale et celle obtenue par EF est représentée sur la Figure III. 11.

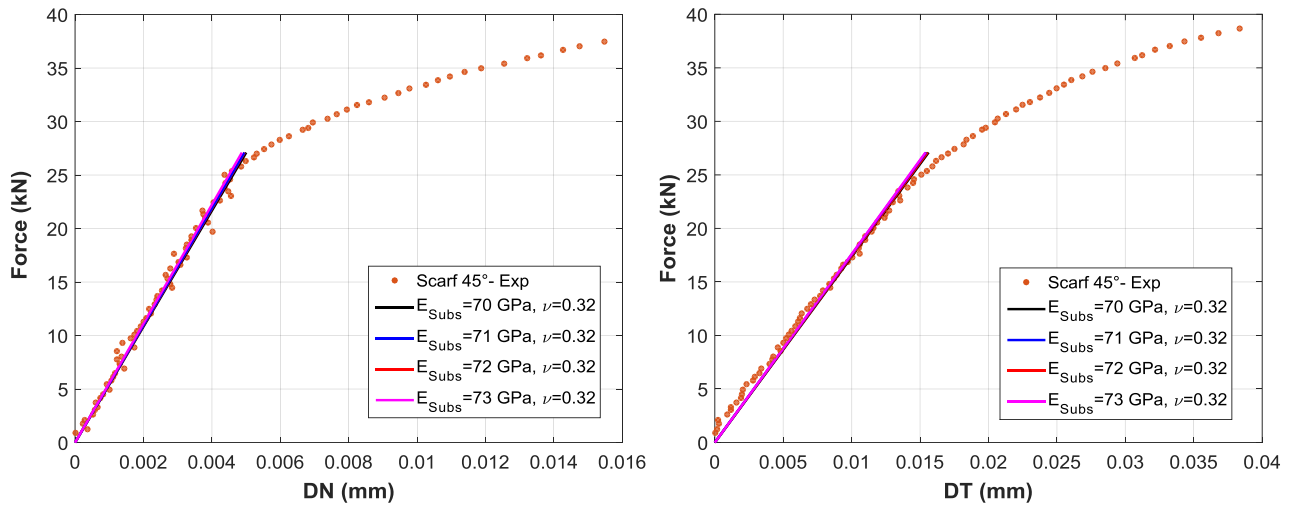


Figure III. 10. Influence du module d'Young des substrats sur le comportement mécanique macroscopique de l'assemblage.

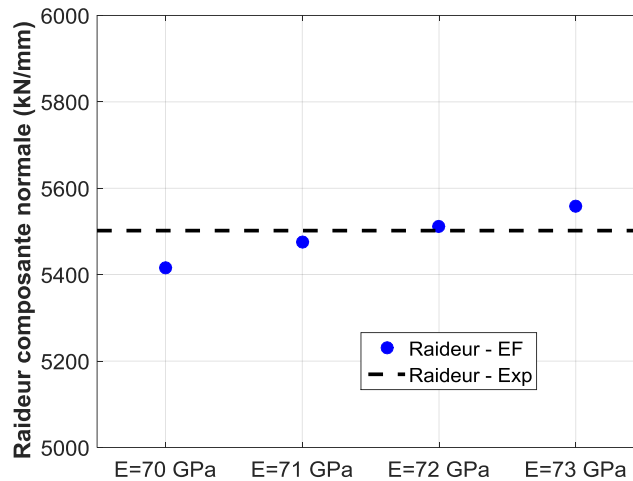


Figure III. 11. Raideur élastique en fonction du module d'Young des substrats ($\nu_{Subs} = 0.32$).

III.1.3. Bilan de la méthode d'identification inverse

Les méthodes numériques, basées essentiellement sur des modèles éléments finis (étude paramétrique et optimisation), permettent entre autres, de prédire le comportement mécanique des adhésifs quelle que soit leur complexité. Malgré les nombreux avantages, ces méthodes présentent quelques difficultés pour permettre leur implémentation en milieu industriel. La principale difficulté est liée à la performance et la capacité de stockage de données. En effet, les calculs d'identification inverse deviennent très coûteux en temps de calcul, et nécessitent d'avoir une machine entièrement dédiée à cette opération. De plus, pour le comportement mécanique non-linéaire, le couplage entre

paramètres peut conduire à des difficultés de convergence et des questions sur l'unicité de la solution, nécessitant de relancer l'algorithme plusieurs fois pour vérifier le jeu de paramètres. En raison de la complexité de l'implémentation de la méthode d'identification inverse en milieu industriel, un moyen plus efficace permettant la caractérisation du comportement mécanique des adhésifs est nécessaire.

III.2. Méthode directe de caractérisation du comportement mécanique des adhésifs

Dans cette section, une nouvelle méthode de caractérisation expérimentale du comportement mécanique d'un adhésif, basée sur la *SCIN*, est proposée. Plus concrètement, l'objectif visé est d'obtenir le comportement mécanique d'un adhésif (σ, ε) , directement à partir des données expérimentales des essais Scarf modifié (*F, DN et DT*).

Cette méthode présente l'avantage d'une analyse locale au milieu du joint de colle, lieu où la contrainte σ_{VM} est maximale (point A, *Figure III. 12*), mais également d'une évaluation directe du comportement mécanique des joints de colle, sans passer par de nombreux modèles numériques.

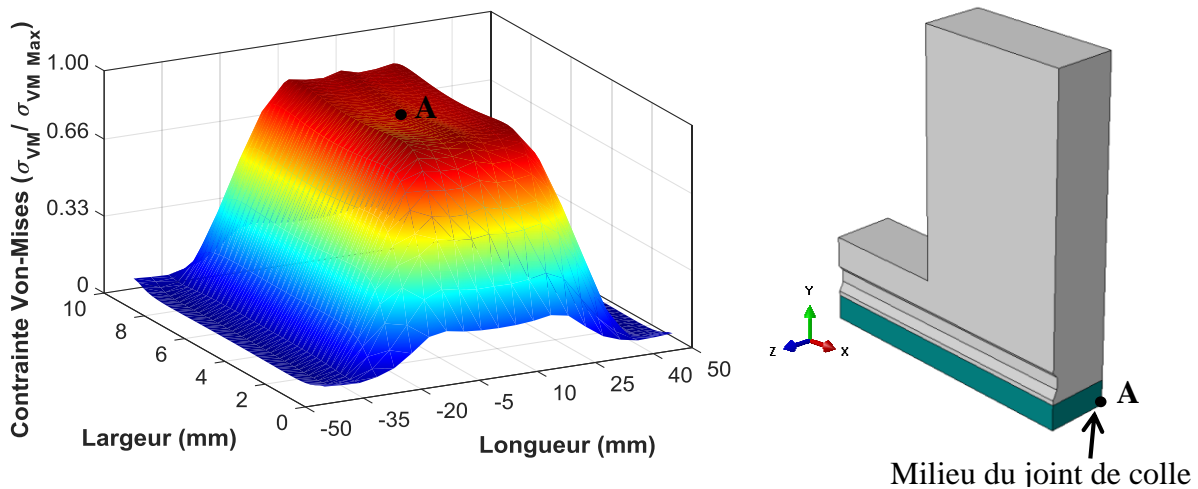


Figure III. 12. Distribution de la contrainte de von Mises dans le joint de colle des éprouvettes Scarf modifié $\delta = 0^\circ$.

Cette méthode de caractérisation suppose trois hypothèses : (i) état de contraintes planes dans les substrats métalliques; (ii) état de déformations planes dans le milieu du joint de colle (film mince et souple inséré entre deux blocs suffisamment rigides [18]); (iii) continuité de la contrainte hors-plan (la contrainte normale dans les substrats est égale à la contrainte au milieu du joint de colle) (*Figure III. 13-a*).

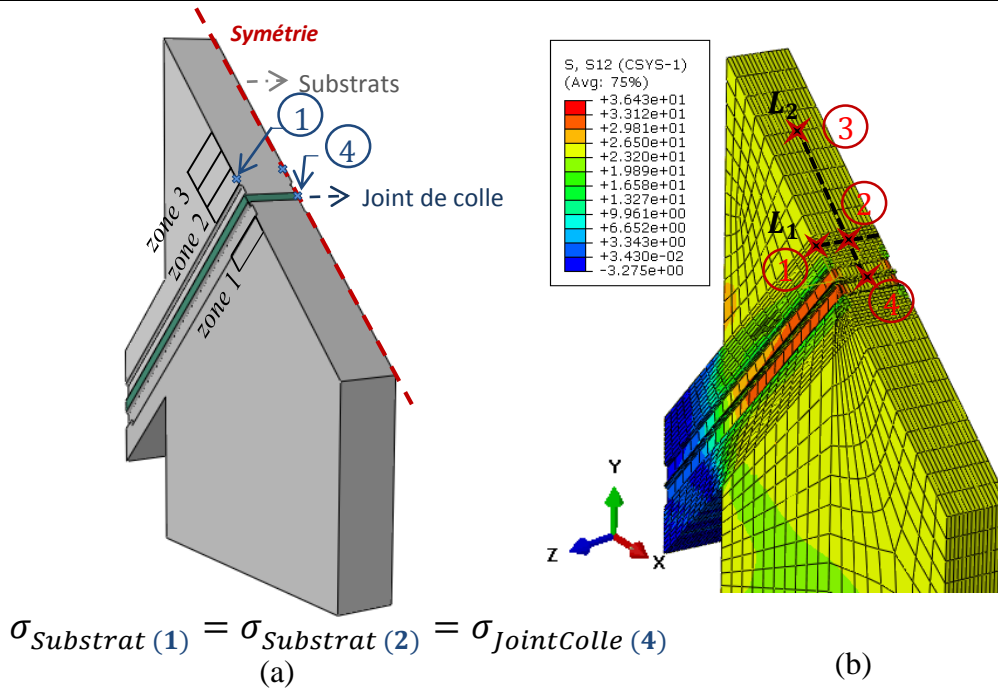


Figure III. 13. Echantillon Scarf modifié 45°.

La première hypothèse peut être analysée à partir d'un modèle numérique par *EF* de l'essai Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ (comportement élastique linéaire). L'état de déformations planes dans le joint de colle est vérifié en comparant la contrainte au milieu du joint de colle à partir de trois modélisations différentes : (i) 3D ; (ii) 2D contraintes planes ; (iii) 2D déformations planes. La Figure III. 14 montre que l'état de contraintes obtenu dans le cas d'une modélisation 2D en déformations planes est très proche de celui obtenu avec la modélisation 3D, (correspondant au cas réel).

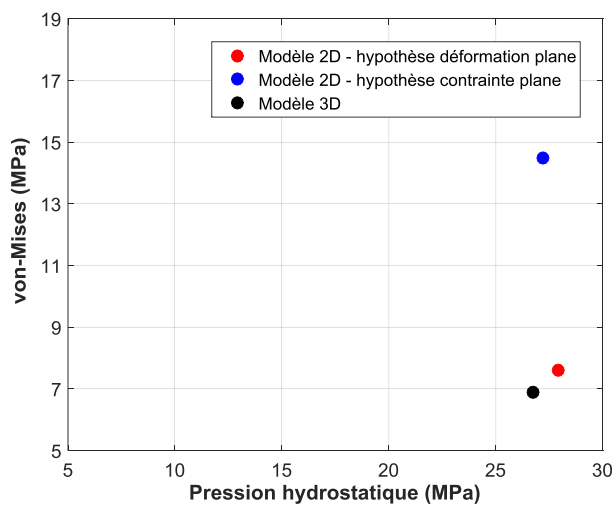


Figure III. 14. Contrainte de von Mises au milieu du joint de colle, modèles 2D et 3D.

Les deux autres hypothèses peuvent être analysées à partir de la distribution des contraintes sur deux sections dans l'échantillon Scarf modifié $\delta = 45^\circ$. Une première section (L_1 – *Figure III. 13-b*) est placée sur toute la largeur du substrat ($w = 9.5 \text{ mm}$) et positionnée au niveau de la zone 2 de post-traitement des données issues de la SCIN (*cf.* chapitre II). La deuxième section (L_2), perpendiculaire au joint de colle est placée entre les points 3 et 4 (*Figure III. 13-b*) où le point 3 représente le centre de la zone 3 de post-traitement et le point 4 est positionné au milieu du joint de colle. Les contraintes hors plan sont analysées d'abord à partir du comportement linéaire puis, à partir du comportement non-linéaire. La loi de comportement et les paramètres de l'adhésif sont issus des travaux de Badulescu *et al.* [19].

La *Figure III. 15-a* montre les composantes du tenseur des contraintes sur la section L_1 , lorsque l'adhésif présente un comportement élastique linéaire. Ces résultats confirment que la contrainte σ_{zz} est quasi nulle au niveau des substrats métalliques. Toutefois, les contraintes hors plan σ_{yy} et σ_{xy} ne sont pas nulles mais restent quasi constantes sur toute la largeur des substrats (section L_1). Ces éléments permettent de valider que la contrainte calculée, à partir des déformations mesurées sur la surface de l'échantillon, reste très proche de celle obtenue au milieu du substrat. La *Figure III. 15-b* présente l'évolution des contraintes σ_{yy} et σ_{xy} le long de la section L_2 : ces résultats mettent en évidence que les contraintes hors plan dans le joint de colle (point 4) restent proches de celles obtenues dans le substrat dans les zones 2 et 3 de post-traitement.

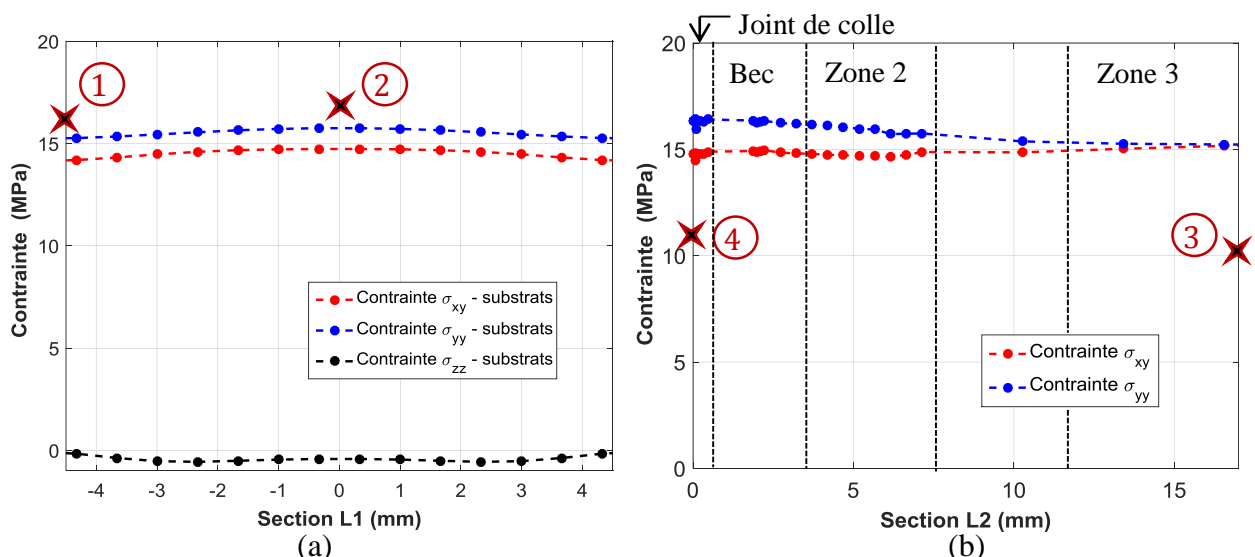


Figure III. 15. Distribution des contraintes (comportement linéaire) : (a) section L_1 , et (b) section L_2 .

En considérant cette fois le comportement non-linéaire de l'adhésif, le même constat peut être établi que dans le cas élastique en analysant les contraintes au sein des substrats dans la section

L_1 (Figure III. 16-a). La Figure III. 16-b montre les contraintes hors plan le long de la section L_2 , à ce niveau la contrainte σ_{yy} reste constante et égale à celle obtenue dans les substrats. A contrario de ce qui a été observé précédemment, la contrainte σ_{xy} révèle une évolution linéaire qui diminue à proximité du joint de colle. Au niveau de la zone 2 de post-traitement, les contraintes sont « perturbées » en raison de la présence du bec.

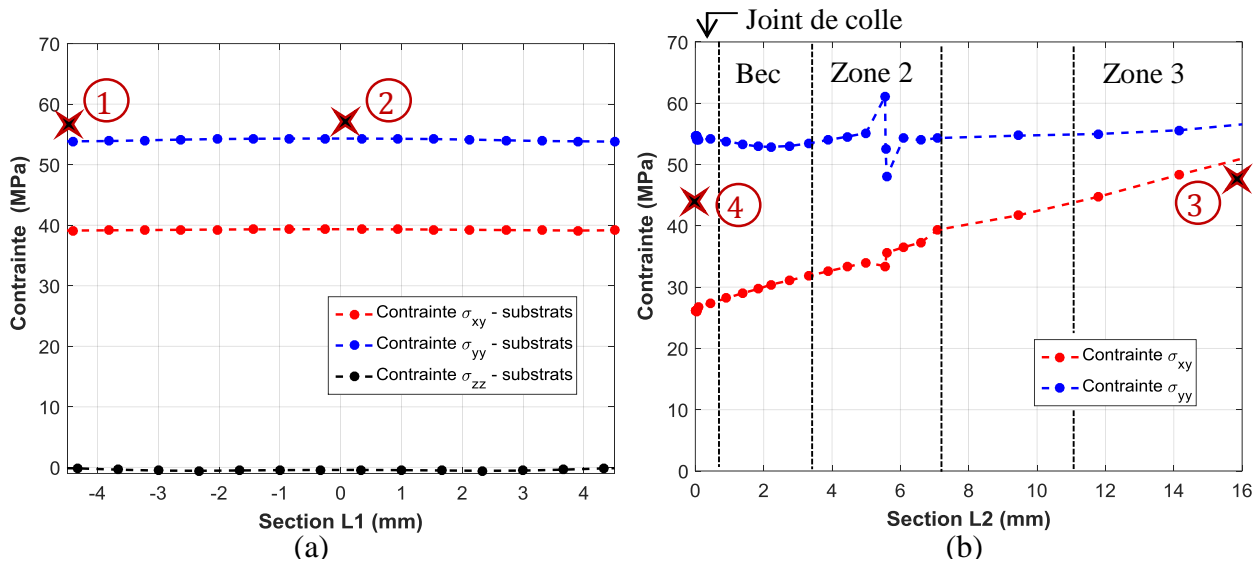


Figure III. 16. Distribution des contraintes (comportement non-linéaire) : (a) section L_1 , et (b) section L_2 .

Au vu de ces résultats, l'hypothèse d'un état de contraintes planes dans les substrats métalliques, et d'un état de déformations planes au milieu du joint de colle semblent justifiées. L'hypothèse de continuité de la composante σ_{yy} est également validée, étant donné que cette composante dans les substrats et au sein du joint de colle est identique pour un comportement linéaire et non-linéaire de l'adhésif. Cependant, lorsque l'adhésif présente un comportement non linéaire, la contrainte de cisaillement σ_{xy} au sein du joint de colle n'est plus égale à celle obtenue dans les substrats (zones 2 et 3) avec un écart de $\sim 25\%$. De ce fait, cette dernière hypothèse n'est pas systématiquement justifiée.

III.2.1. Description de la méthode

Généralement, il n'est pas possible d'obtenir directement la contrainte dans le joint de colle à partir des systèmes des mesures existantes, sauf dans le cas d'une distribution homogène où il est alors possible de remonter à la contrainte en divisant la force par l'aire de la surface collée. Par ailleurs, il est très facile de mesurer les déplacements relatifs à l'aide de systèmes optiques de type SCIN et de calculer les déformations moyennes des substrats dans les zones de post-traitement. Ces

déformations ainsi que les propriétés élastiques des substrats (E_{Sub}, ν_{Sub}) peuvent alors être utilisées pour calculer directement l'état de contraintes dans les substrats sous l'hypothèse de contraintes planes (équation 3) puis, accéder aux contraintes au cœur du joint de colle. La contrainte σ_{yy} dans le joint de colle est obtenue directement à partir de l'une de zones de post-traitement. Toutefois, une extrapolation linéaire entre les contraintes des zones 2 et 3 sera réalisée, dans le but d'obtenir la contrainte σ_{xy} au sein de l'adhésif.

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{bmatrix}_{Adh} = \frac{E_{Subs}}{(1 - \nu_{Subs}^2)} \begin{bmatrix} 1 & \nu_{Subs} & 0 \\ \nu_{Subs} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1 - \nu_{Subs}}{2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{bmatrix}_{Subs} \quad (3)$$

Une fois l'état de contraintes au cœur du joint de colle déterminé, il reste à calculer les déformations, afin de pouvoir obtenir les courbes (σ, ε). Ces déformations permettront de décrire complètement le comportement mécanique de l'adhésif.

Dans la littérature, les déformations du joint de colle sont principalement calculées à partir des déplacements de substrats, sous l'hypothèse que les substrats se déforment peu par rapport au joint de colle. Ces déformations sont obtenues avec les expressions de l'équation 4 (hypothèse des petites perturbations). Cependant, le calcul des déformations devient très complexe dans le cas des essais Scarf modifié, car la zone de mesure des déplacements (Figure III. 17-a) reste éloignée du joint de colle du fait du bec (à une distance $d_{SCIN} = 5 \text{ mm}$, Figure III. 17-a). Il est donc nécessaire de corriger ces déformations avec les expressions de l'équation 5, qui prennent en compte la différence entre le déplacement total mesuré par SCIN (D_{N,T_total}) et le déplacement dû aux substrats.

$$\begin{aligned} \varepsilon_{yy_Adh} &= \frac{D_{N_Adh}}{e} \\ \varepsilon_{xy_Adh} &= \frac{1}{2} \frac{D_{T_Adh}}{e} \end{aligned} \quad (4)$$

$$\begin{aligned} D_{N,T_total} &= D_{N,T_Adh} + 2 \times D_{N,T_subs} \\ \begin{bmatrix} \varepsilon_{yy} \end{bmatrix}_{Adh} &= \frac{(D_{N_total} - 2 \times D_{N_subs})}{e} \\ \begin{bmatrix} \varepsilon_{xy} \end{bmatrix}_{Adh} &= \frac{1}{2} \frac{(D_{T_total} - 2 \times D_{T_subs})}{e} \end{aligned} \quad (5)$$

où D_{N_total} , D_{T_total} sont respectivement les déplacements normal et tangentiel (issus des données de la SCIN), e représente l'épaisseur du joint de colle et D_{N,T_subs} représentent les déplacements relatifs des substrats, entre l'interface colle/substrats (direction normale et tangentielle) et le centre de la zone de post-traitement (déplacement entre les points A et B, Figure III. 17-b).

Dans le but de déterminer D_{N_subs} et D_{T_subs} , un modèle 3D de l'essai Scarf modifié a été réalisé sous AbaqusTM, en respectant les mêmes conditions aux limites que celles décrites dans le chapitre I (cf. section I.3). Les substrats sont toujours modélisés avec les caractéristiques élastiques associées à l'alliage d'aluminium 7075 T6, tandis que la colle est modélisée en utilisant les propriétés élastiques linéaires caractéristiques d'une colle à base époxy. Etant donné que durant l'essai les substrats ne plastifient pas, la dépendance entre l'effort appliqué et le déplacement des substrats (à une distance d_{SCIN}) reste linéaire (Figure III. 17-c). Cette relation peut être décrite par $D_{Subs} = \sigma_{yy,xy}/k_{N,T}$, où k représente la pente et σ_{yy} ou σ_{xy} la contrainte dans les substrats. A partir de cette loi de comportement, on détermine le facteur k qui sera multiplié par la force expérimentale, afin de corriger la déformation due aux substrats (entre l'interface colle/aluminium et la zone de post-traitement) telle que présentée par l'équation 6.

$$\begin{aligned} [\varepsilon_{yy}]_{Adh} &= \frac{(D_{N_total} - 2 \times k_N \times \sigma_{yy})}{e} \\ [\varepsilon_{xy}]_{Adh} &= \frac{1}{2} \frac{(D_{N_total} - 2 \times k_T \times \sigma_{xy})}{e} \end{aligned} \quad (6)$$

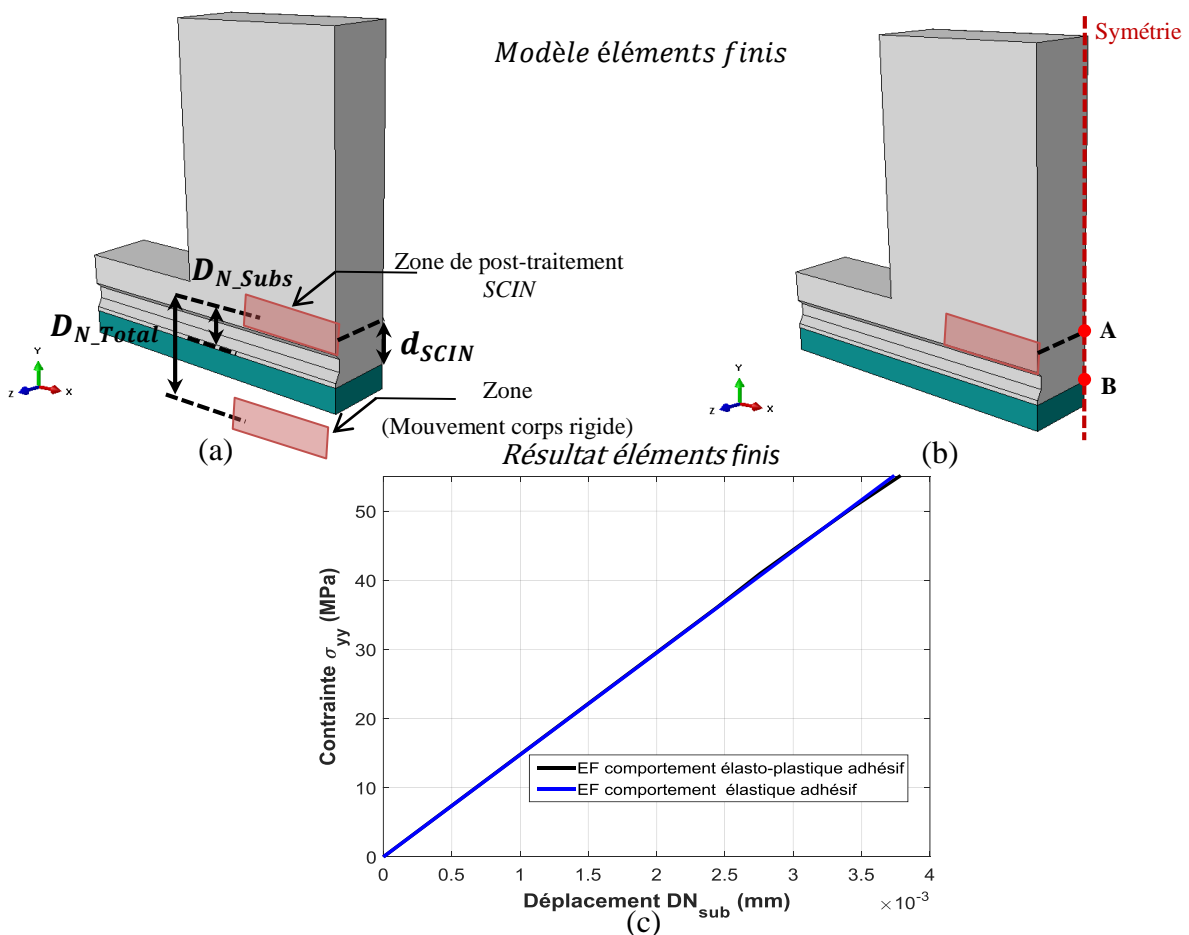


Figure III. 17. Modèle EF avec correction des déplacements des substrats.

III.2.2. Stratégie de caractérisation proposée

Cette section présente la procédure et les outils nécessaires à l'identification du comportement mécanique des adhésifs avec la méthode proposée dans la *section III.2.1*. Les déformations des substrats sont calculées sur les zones 2 et 3 (valeur moyenne sur la zone) (*Figure III. 18-a*). Compte tenu du très faible niveau de déformation des substrats, un bruit de mesure significatif lié à la technique de la *SCIN* peut être observé, une interpolation linéaire sera donc utilisée pour évaluer les déformations (*Figure III. 18-b*) et accéder aux contraintes dans le joint de colle (*équation 3*). La contrainte σ_{yy} au sein de l'adhésif est calculée directement à partir des déformations *CIN* obtenues dans la zone 3, afin d'éviter les déformations « bruitées » de la zone 2 (bec). Puis, la contrainte σ_{xy} est calculée à partir d'une extrapolation linéaire entre la contrainte dans la zone 3 et celle dans la zone 2.

La force et les déplacements relatifs (entre l'interface du joint de colle et le milieu de la zone de post-traitement (zone 2) sont récupérés à partir des résultats numériques pour chaque configuration de l'essai Scarf modifié ($\delta = 0, 22.5$ et 45°). Ces déplacements relatifs permettront de calculer le facteur $k_{N,T}$, qui sera multiplié par la contrainte expérimentale, afin de corriger la déformation obtenue par *SCIN*. La *Figure III. 19* présente un schéma qui représente la procédure appliquée dans le but d'obtenir le comportement mécanique de l'adhésif sous la forme d'une courbe contrainte - déformation (σ, ε).

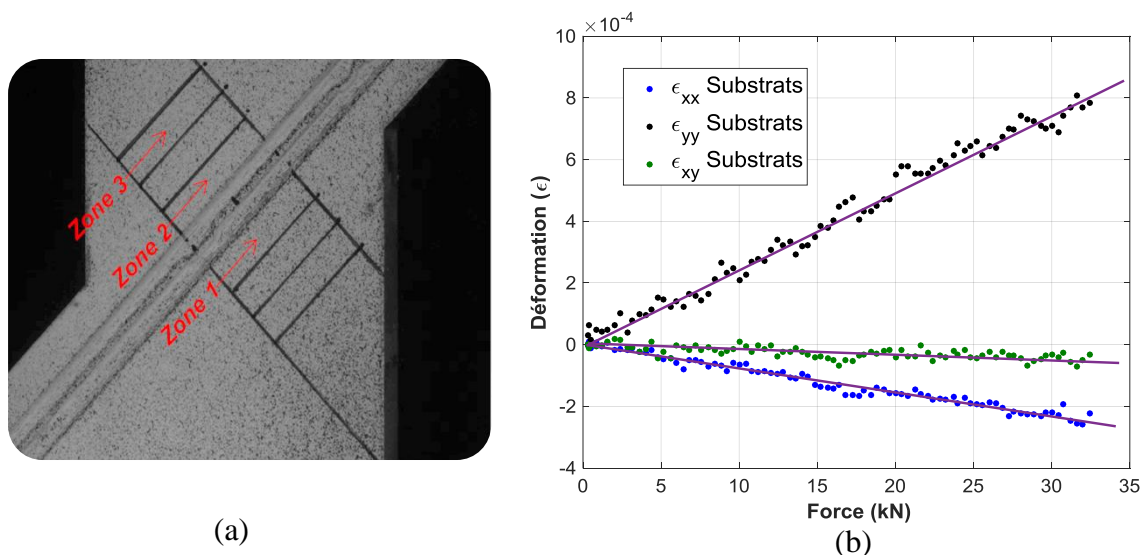


Figure III. 18. Zones de post-traitement de l'échantillon Scarf modifié.

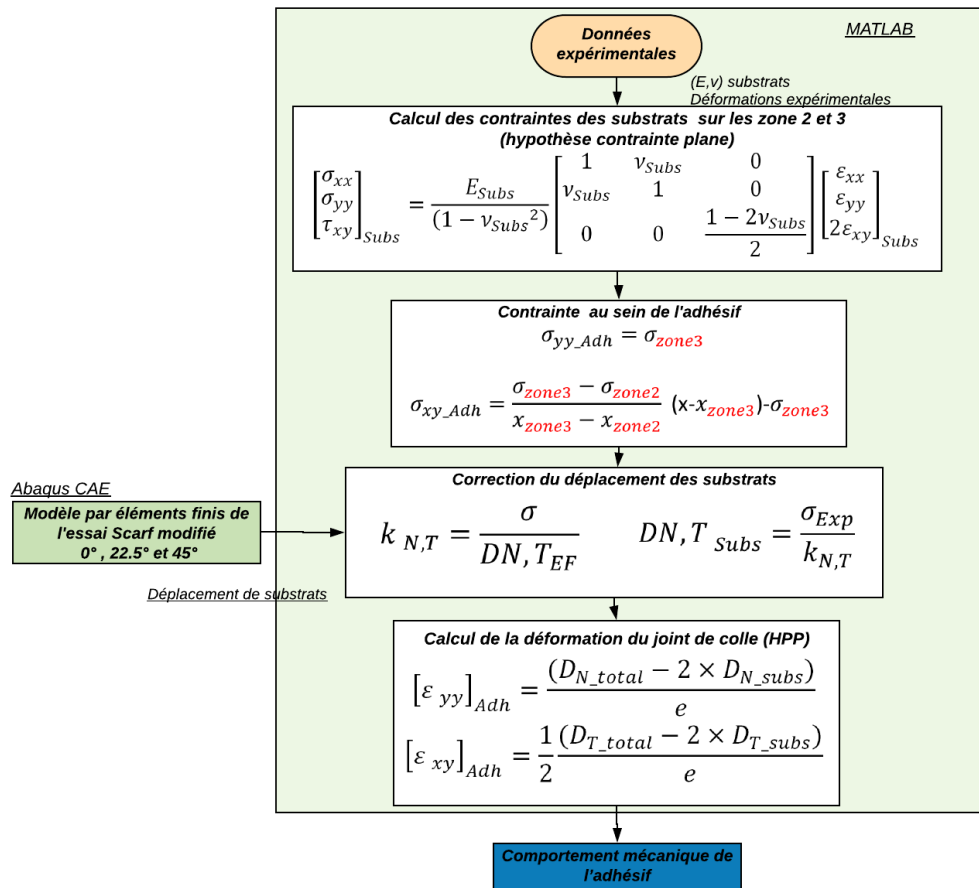


Figure III. 19. Procédure associée à la méthode expérimentale de caractérisation mécanique du joint de colle.

III.2.3. Caractérisation du comportement mécanique d'un adhésif industriel

La méthode de caractérisation proposée est utilisée dans le but d'obtenir directement le comportement mécanique de l'adhésif sous la forme de courbes (σ, ε) , pour les différentes sollicitations bi-axiales, à partir des trois configurations d'essai Scarf modifié (0°, 22.5° et 45°), comme illustré sur la Figure III. 20. Tout d'abord, les résultats obtenus montrent la présence de deux régimes (linéaire et non-linéaire) de l'adhésif étudié, déjà mis en évidence dans les résultats macroscopiques (force/déplacement) (cf. chapitre II). Il est également observé que le premier régime (Figure III. 20) semble être plus affecté par le bruit de mesure. Cela s'explique principalement par le fait que les niveaux de déformations mesurés sont proches de la limite de détection du système de mesure par SCIN. La limite entre les deux régimes est clairement plus visible en traction qu'en cisaillement. Ces courbes permettent dans un premier temps d'obtenir l'enveloppe de rupture dans le plan contrainte normale-contrainte tangentielle mais également la possibilité d'identifier directement les paramètres d'un modèle de comportement mécanique.

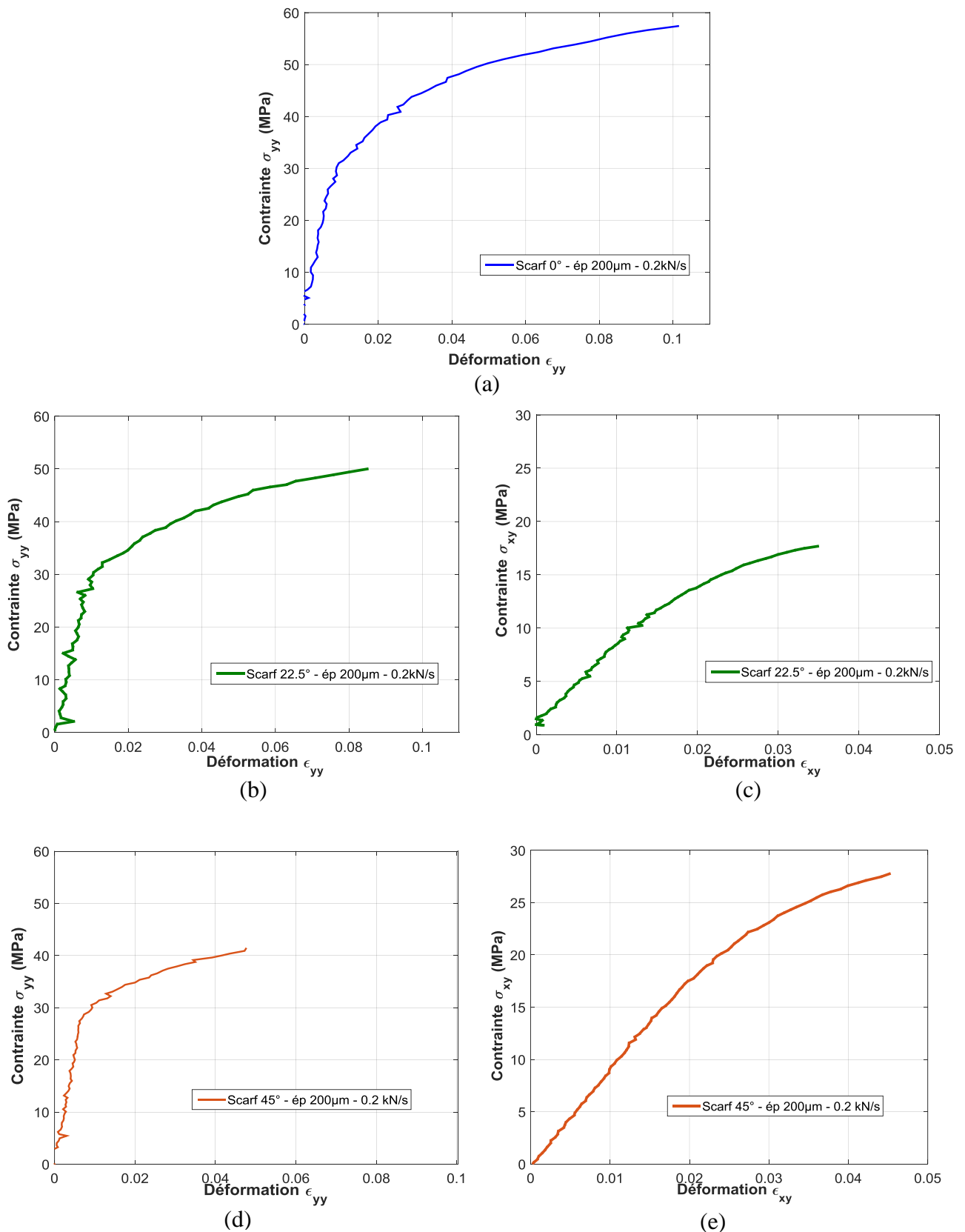


Figure III. 20. Comportement mécanique d'un adhésif industriel au moyen d'essais Scarf modifié sous sollicitation monotone. (a) $\delta = 0^\circ$, (b,c) $\delta = 22.5^\circ$, (d,e) $\delta = 45^\circ$, sous l'hypothèse de déformations planes ($\epsilon_{zz} = \epsilon_{xz} = 0$).

III.3. Méthode d'identification rapide d'une loi de comportement

Une fois la méthode de caractérisation expérimentale appliquée et, après avoir obtenu le comportement mécanique de l'adhésif étudié sous forme de courbes contrainte-déformation, il est fondamental de passer par une étape de validation. Cette opération permet de s'assurer de la validité des hypothèses et de la cohérence des résultats obtenus. La validation de la méthode proposée est confirmée par un bon accord entre les résultats macroscopiques (courbe force/déplacement) obtenus lors de la caractérisation expérimentale et les résultats obtenus par *EF*. Néanmoins, l'implémentation et l'identification de la loi de comportement de l'adhésif demeurent nécessaires.

L'objectif de cette section est d'identifier les paramètres de la loi permettant de décrire le comportement mécanique de l'adhésif dans les assemblages de type Scarf modifié. Cette identification est réalisée à partir des courbes contrainte/déformation obtenues précédemment. Une fois les paramètres de la loi de comportement identifiés, une simulation numérique par EF des éprouvettes Scarf modifié est réalisée. L'ensemble de ces calculs permettra de valider le comportement mécanique de l'adhésif obtenu, ainsi que la méthode de caractérisation proposée.

III.3.1. Loi de comportement

Lors de la caractérisation expérimentale, les résultats obtenus ont conduit à opter pour un modèle de comportement de type viscoélastique viscoplastique, afin de modéliser fidèlement le comportement mécanique de l'adhésif étudié. Néanmoins, étant donné que l'objectif de ces travaux ne porte pas sur la modélisation du comportement mécanique de l'adhésif, l'utilisation d'une loi simple sera privilégiée : celle-ci permettra alors de valider la méthode de caractérisation proposée. La loi de comportement choisie, doit être à la fois simple, pour permettre des analyses rapides mais suffisamment élaborée pour modéliser correctement les deux régimes observés. Par conséquent, la loi de comportement mécanique utilisée est basée sur un modèle élasto-plastique avec un écrouissage cinématique non-linéaire, tel qu'il a été proposé par Mahnken & Schlimmer [20]. Ce modèle peut être décrit de la façon suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : (\underline{\underline{\varepsilon}}_{Tot} - \underline{\underline{\varepsilon}}^P) \quad (7)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{Tot} = \underline{\underline{\varepsilon}}^E + \underline{\underline{\varepsilon}}^P \quad (8)$$

où $\underline{\underline{\sigma}}$ est le tenseur des contraintes (d'ordre 2), $\underline{\underline{C}}$ est le tenseur de rigidité (d'ordre 4), $\underline{\underline{\varepsilon}}_{Tot}$ est le tenseur des déformations totales, $\underline{\underline{\varepsilon}}^E$ est le tenseur des déformations élastiques (d'ordre 2) et $\underline{\underline{\varepsilon}}^P$ est le tenseur des déformations plastiques (d'ordre 2).

La fonction seuil est basée sur une formulation de type Drucker-Prager définie à partir de l'équation 9) :

$$F_Y = \sqrt{\sigma_{VM}^2 + a_1 Y_0 P_H + a_2 P_H^2} + Y \quad (9)$$

$$\underline{\sigma} = \underline{S} + P_H \underline{I}_d; \quad \sigma_{VM} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{S} : \underline{S}}; \quad \text{et} \quad P_H = \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\sigma}) \quad (10)$$

où σ_{VM} est la contrainte de von-Mises, P_H est la pression hydrostatique, le tenseur des contraintes $\underline{\sigma}$ peut-être décomposé en deux parties : une partie déviatorique (\underline{S}) et une partie hydrostatique ($P_H \underline{I}_d$) où, \underline{I}_d est le tenseur identité d'ordre 2 (équation 10). Les paramètres a_1 et a_2 , définissent la forme de la fonction seuil et Y_0 représente la contrainte de von-Mises associée à la limite d'élasticité initiale en cisaillement.

La fonction d'écroissance est définie par :

$$Y = Y_0 + q(1 - e^{-be_v}) + He_v \quad (11)$$

où e_v est une variable interne définie par :

$$\dot{e}_v Y_0 = \underline{\sigma} : \underline{\dot{\varepsilon}}^P \quad (12)$$

$$d\underline{\varepsilon}^P = d\lambda \frac{dG}{d\underline{\sigma}} \quad (13)$$

Finalement, la fonction d'écoulement est définie par :

$$G = \sqrt{\sigma_{VM}^2 + a_2^* P_H^2} - Y \text{ avec } P_H \geq 0 \quad (14)$$

Cette loi de comportement élasto-plastique, a été implémentée au sein de l'IRDL, sous forme d'une subroutine UMAT, codée en langage Fortran sous l'hypothèse des petites perturbations.

III.3.2. Identification des paramètres

Cette section a pour objectif, l'identification des paramètres mécaniques de la loi élasto-plastique proposée par Mahnken & Schlimmer : (i) (E, ν) du comportement élastique ; (ii) (a_1, a_2, Y_0) de la fonction seuil ; (iii) (q, b, H) liés à l'écroissance cinématique et (iv) (a_1^*, a_2^*) à l'écoulement. De manière générale, cette identification est faite directement à partir des résultats (σ, ε) obtenus pour la configuration $\delta = 45^\circ$ (Figure III. 20-d,e).

III.3.2.1. Identification du comportement élastique de l'adhésif

L'adhésif est supposé dans un état de déformations planes. Cette hypothèse nous permettra de décrire le comportement élastique linéaire associé à cet état de déformation (équation 15). Les paramètres élastiques, qui caractérisent le comportement réversible (E_{Adh} , ν_{Adh}), pourront être identifiés directement sur les courbes (σ , ε), obtenues pour la configuration Scarf modifié $\delta = 45^\circ$. Tout d'abord, les expressions analytiques de la partie élastique : normale et en cisaillement ($[K_{yy}]_{An}$, $[K_{xy}]_{An}$) sont déterminées, comme indiquée par l'équation 16.

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{bmatrix}_{Adh} = \frac{E_{Adh}}{(1 + \nu_{Adh})(1 - 2\nu_{Adh})} \begin{bmatrix} 1 - \nu_{Adh} & \nu_{Adh} & 0 \\ \nu_{Adh} & 1 - \nu_{Adh} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1 - 2\nu_{Adh}}{2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 \\ \varepsilon_{yy} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{bmatrix}_{Adh} \quad (15)$$

$$[K_{yy}]_{An} = \left[\frac{\sigma_{yy}}{\varepsilon_{yy}} \right]_{Adh} = \frac{E_{Adh}}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)_{Adh}} (1 - \nu_{Adh}) \quad (16)$$

$$[K_{xy}]_{An} = \left[\frac{\tau_{xy}}{\varepsilon_{xy}} \right]_{Adh} = \frac{2 \times E_{Adh}}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)_{Adh}} \left(\frac{1 - 2\nu_{Adh}}{2} \right)$$

Des couples (E_{Adh} , ν_{Adh}) sont générés à partir d'un balayage paramétrique (dans les mêmes intervalles que ceux utilisés dans la section III.1.3), dans le but de calculer les courbes tangentes (dites analytiques, indice An) au comportement élastique pour chaque jeu de paramètres. Une fonction erreur (équation 17) est définie comme la différence quadratique entre la tangente analytique et la tangente expérimentale (définie par deux points du comportement élastique linéaire).

$$[Erreur]_{yy} = \frac{([K_{yy}]_{Exp} - [K_{yy}]_{An})^2}{[K_{yy}]_{Exp}} \quad (17)$$

$$[Erreur]_{xy} = \frac{([K_{xy}]_{Exp} - [K_{xy}]_{An})^2}{[K_{xy}]_{Exp}}$$

De la même façon que pour l'analyse paramétrique réalisée dans le cadre de l'identification inverse, cette approche analytique permet de déterminer tous les jeux de paramètres qui décrivent correctement le comportement élastique linéaire de l'adhésif étudié. La Figure III. 21 montre la carte d'erreur en fonction des paramètres (E_{Adh} , ν_{Adh}) pour les composantes en traction et en cisaillement. Sur ces courbes, la zone bleue foncée représente tous les couples conduisant à une erreur minimum ($< 0.1\%$). Les paramètres élastiques sont identifiés en superposant le minimum

des deux erreurs : pour la composante en traction et la composante en cisaillement, comme illustré sur la *Figure III. 22*.

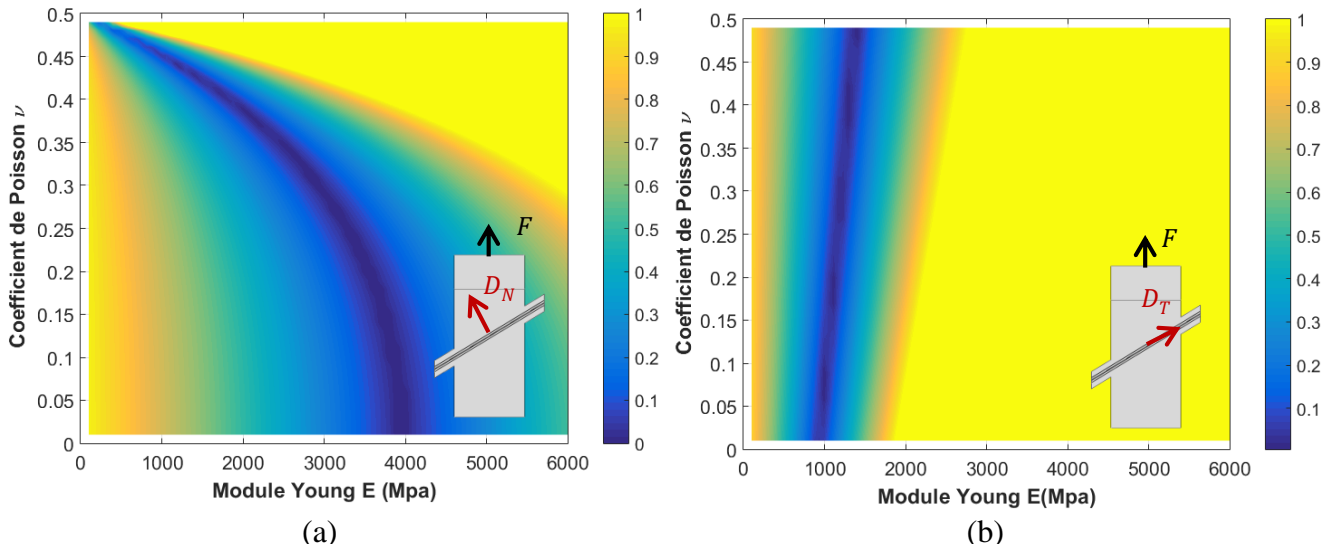


Figure III. 21. Cartographie d'erreur pour différents couples (E_{Adh}, ν_{Adh}) , (a) traction, (b) cisaillement.

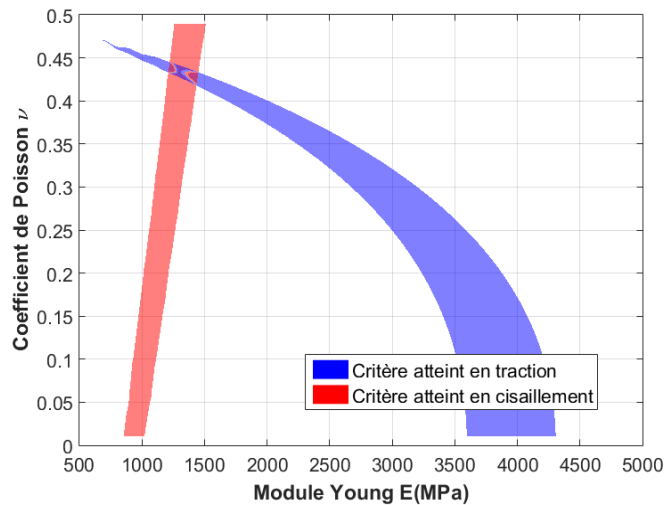


Figure III. 22. Intersection de l'erreur minimale ($<0.1\%$) des couples (E, ν) .

Dans le Tableau 1, on compare les résultats obtenus avec les deux méthodes d'identification des paramètres élastiques linéaires, présentées dans ce chapitre, ainsi que le temps d'identification associé. D'une manière générale, les résultats obtenus directement à partir des courbes (σ, ϵ) , sont comparables à ceux obtenus à partir de la méthode d'identification inverse.

Tableau 1. Paramètres élastiques de l'adhésif structurel

Méthode d'identification	E	ν	Temps d'identification
Approche par EF	$1300 \pm 150 \text{ MPa}$	0.430 ± 0.01	~4 jours
Approche analytique	$1310 \pm 180 \text{ MPa}$	0.432 ± 0.01	~1 minute

III.3.2.2. Identification des paramètres de la fonction seuil

La deuxième étape dans l'identification des paramètres du modèle élasto-plastique est dédiée à l'identification des paramètres a_1, a_2 et Y_0 de la fonction seuil (F_Y). Cette manière d'identifier la fonction seuil est appelée « expérimentale » car les données nécessaires sont issues exclusivement des résultats expérimentaux. Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer les contraintes $(\sigma_{xx}, \sigma_{yy}, \sigma_{xy})_{el}$ associées à la limite d'élasticité (Figure III. 23-a,b), sur les courbes (σ, ϵ) obtenues pour chacune des configurations ($\delta = 0^\circ, 22.5^\circ$ et 45°). Ces contraintes sont obtenues en se basant sur le critère de perte de linéarité utilisé lors de l'identification de la limite d'élasticité F_e (cf. chapitre II, section II.4.1). La contrainte de von-Mises (σ_{VM}) et la pression hydrostatique (P_H) sont quant à elles calculées à partir de l'équation 18 (hypothèse de déformations planes). Les contraintes obtenues pour chaque configuration d'essai sont tracées dans le plan (σ_{VM}, P_H) et une fonction d'optimisation est utilisée pour identifier les paramètres a_1, a_2 et Y_0 qui permettront à la fonction seuil de passer au mieux par ces points, comme illustré sur la Figure III. 24-a.

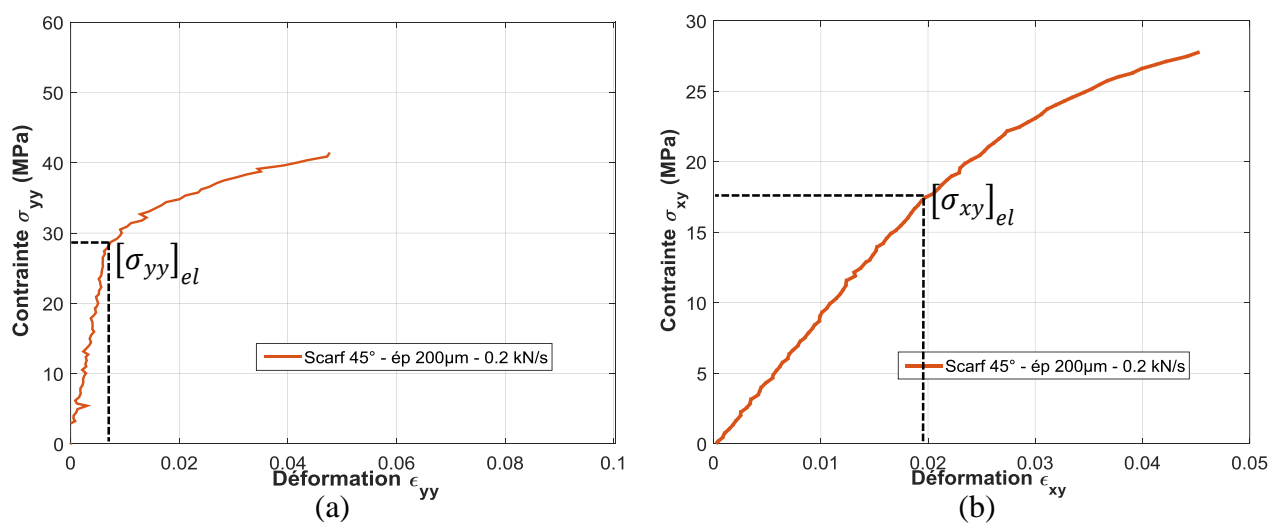


Figure III. 23. (a) Identification de la déformation seuil (composante normale). (b) identification de la déformation seuil (composante cisaillement).

$$\sigma_{VM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + 3(\sigma_{xy})^2} \quad (18)$$

$$P_H = \frac{\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}}{3}$$

Ces paramètres peuvent être identifiés différemment à partir d'une analyse numérique [19] des essais Scarf modifié, modélisés par EF et pour un effort correspondant à la limite d'élasticité F_e pour chaque configuration. Les contraintes (σ_{VM}, P_H) sont récupérées au milieu du joint de colle puis les paramètres sont identifiés comme précédemment. Cette identification « numérique » (courbe rouge, *Figure III. 24-b*) est alors comparée au résultat de l'identification « expérimentale », une bonne correspondance entre les paramètres identifiés a été observée en utilisant ces deux méthodes.

Cependant, étant donné que la mixité de la sollicitation est relativement limitée $\delta = [0^\circ, 45^\circ]$, l'identification par EF des paramètres $(a_1, a_2 \text{ et } Y_0)$ a également été faite à partir de modèles EF de l'essai Arcan modifié pour 3 configurations $\gamma = [0^\circ, 45^\circ, \text{ et } 90^\circ]$, en s'appuyant sur les travaux expérimentaux réalisés par Badulescu [21] sur le même adhésif. Cette identification a pour objectif de valider les fonctions seuils identifiées à partir des essais Scarf modifié. La *Figure III. 24-b* présente les fonctions seuils identifiées à partir de deux essais, ces résultats mettent en avant que les fonctions seuil (expérimentale et numérique) identifiées à partir de l'essai Scarf modifié, sont très proches de celles obtenues avec l'essai Arcan modifié, même si une configuration en cisaillement ($\gamma = 90^\circ$) n'a pas été prise en compte lors de l'identification (Scarf modifié).

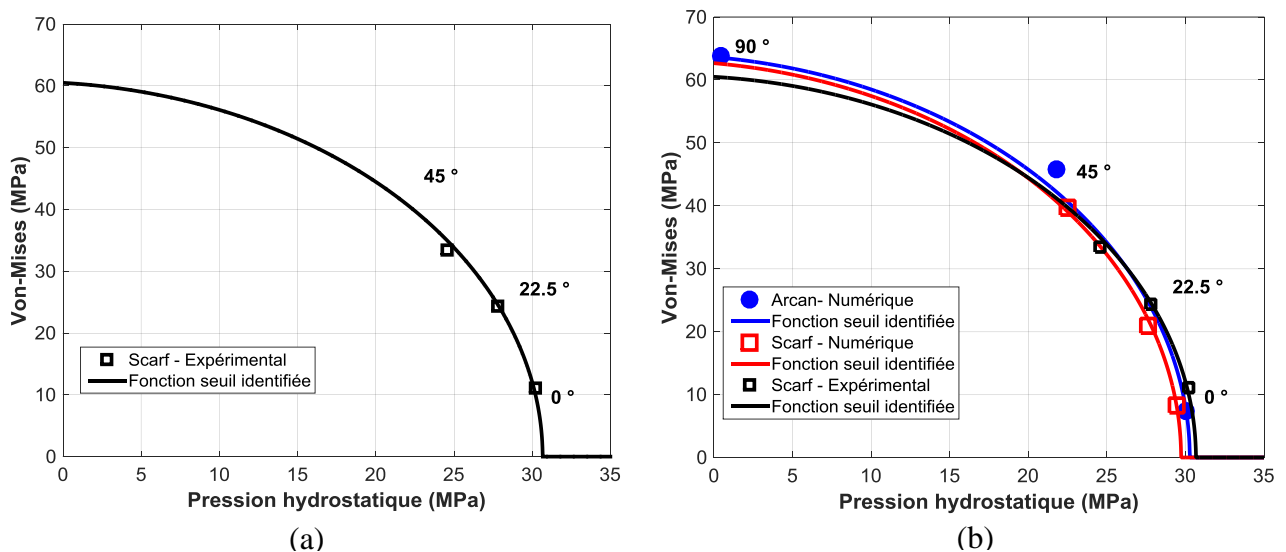


Figure III. 24. (a) Enveloppe expérimentale de la fonction seuil essai Scarf modifié, (b) comparaison des fonctions seuil Arcan modifié et Scarf modifié.

III.3.2.3. Identification des paramètres non-linéaires

Une fois les paramètres de la fonction seuil identifiés, il reste à identifier les paramètres non-linéaires correspondant à la fonction d'érouissage (q, b, H) et la fonction d'écoulement (a_1^*, a_2^*). Cette identification est réalisée conformément à la technique d'optimisation développée dans la section III.1.1, qui compare la réponse numérique obtenue à partir d'un modèle de type cube (EF) sollicité en traction-cisaillement ($F_N = F_T$, Figure III. 25) à la réponse expérimentale (courbe (σ, ε)) obtenue pour la configuration Scarf modifié $\delta = 45^\circ$.

Etant donné que la loi de comportement était déjà implémentée, l'approche de type numérique (EF) est utilisée dans le but d'identifier les paramètres non linéaires du comportement de l'adhésif. Cependant, il est à noter que cette identification est tout à fait possible en utilisant une approche purement analytique à partir des équations du modèle.

a) Construction du modèle éléments finis de type cube

La Figure III. 25 présente le modèle EF utilisé afin de générer des états de contraintes spécifiques à ceux observés au milieu du joint de colle, lors de l'essai Scarf modifié $\delta = 45^\circ$. La géométrie du modèle est représentée par un cube de largeur 1 mm. Le maillage du modèle 3D, utilise un seul élément linéaire à intégration réduite de type C3D8R.

Sur le point de référence « RP-1 », l'effort est appliqué selon la direction x et y (F_N et F_T égales à 40 N, afin de générer une contrainte associée à celle obtenue dans les courbes (σ, ε)). Ce point de référence est directement lié à la face 3 en utilisant l'option « kinematic coupling ». Tous les déplacements du « RP-1 », excepté ceux dans la direction de sollicitation sont bloqués :

$$\begin{cases} U_x \neq 0 \\ U_y \neq 0 \\ U_z = 0 \\ U_R = 0 \end{cases}$$

Afin d'assurer l'état de déformations planes du joint de colle, trois conditions aux limites supplémentaires doivent être appliquées au modèle (Figure III. 25):

- La face 1 et la face opposée, sont bloquées selon la direction z ;
- La face 2 reste libre dans toutes les directions ;
- La partie inférieure est complètement encastrée.

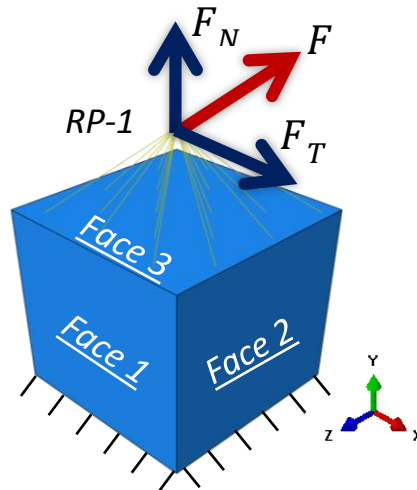


Figure III. 25. Modèle EF cube pour l'identification des paramètres non-linéaires.

b) Identification des paramètres non-linéaires de l'adhésif structural

La technique d'optimisation présentée dans la section III.1.1 est utilisée pour identifier les cinq paramètres non-linéaires (q, b, H, a_1^* et a_2^*) de la loi de comportement. D'une manière générale, un premier jeu de paramètres est initialement appliqué dans le modèle numérique. Une fois la simulation EF réalisée, les contraintes et déformations numériques sont récupérées sur l'un des nœuds (face 3 du cube) et comparées aux résultats expérimentaux (courbe (σ, ε)) obtenus pour la configuration $\delta = 45^\circ$.

Un critère d'erreur est défini comme étant la différence quadratique entre la déformation numérique et la déformation expérimentale (l'équation 19). Si pour un jeu de paramètres appliqué, l'erreur n'est pas inférieure 0.1%, l'algorithme d'optimisation utilisé (SIMPLEXE) propose un nouveau jeu de paramètres [22].

$$Erreur = \sum_{i=1}^n \left| \frac{(\varepsilon_{Exp} - \varepsilon_{EF})^2}{\varepsilon_{Exp}} \right|_i \quad (19)$$

où n , ε_{Exp} et ε_{EF} sont, respectivement, le nombre de points expérimentaux du comportement mécanique, la déformation expérimentale et la déformation numérique.

Dans le cas de l'adhésif étudié, l'identification des paramètres non-linéaires a été aboutie peu après 80 itérations, ce qui correspond à environ 30 min de calcul (machine de BE de type : Intel® Xeon®; 8Go de RAM et 1 CPU utilisé). Néanmoins, le nombre d'itérations est dépendant des paramètres initiaux.

III.3.3. Résultats et validation des paramètres identifiés

L'objectif de cette section est de présenter les résultats de l'identification des paramètres de la loi élasto-plastique, ainsi que la validation du comportement mécanique obtenu à partir de la méthode développée.

III.3.3.1. Paramètres identifiés

Le *Tableau 2* présente l'ensemble des paramètres mécaniques identifiés pour la loi de comportement élasto-plastique de type « Mahnken & Schlimmer », afin de décrire le comportement mécanique de l'adhésif étudié.

Tableau 2. Paramètres de la loi élasto-plastique de l'adhésif structural.

<i>Comportement mécanique</i>	<i>Paramètres</i>	<i>Valeur</i>	<i>unités</i>
Comportement élastique linéaire	E	1300	MPa
E, ν	ν	0.43	—
Fonction seuil :	a_1	0.3	—
$F_Y = \sqrt{\sigma_{VM}^2 + a_1 Y_0 P_H + a_2 P_H^2} + Y_0$	a_2	3.3	—
	Y_0	60.5	MPa
Fonction d'érouissage	q	21.54	MPa
$Y = Y_0 + q(1 - e^{-be_v}) + He_v$	b	38.62	—
	H	26.43	MPa
Fonction d'écoulement			
$G = \sqrt{\sigma_{VM}^2 + a_2^* P_H^2} - Y; P_H \geq 0$	a_2^*	0.6	—

La *Figure III. 26* présente le comportement mécanique de l'adhésif (σ, ε) obtenu à partir de la méthode proposée, ainsi que la courbe (σ, ε) issue du modèle *EF* avec les paramètres de la loi matériaux identifiés pour l'adhésif structural. Le résultat sous sollicitation normale ($\sigma_{yy}, \varepsilon_{yy}$) (*Figure III. 26-a*) est considéré comme acceptable car le modèle arrive à décrire de manière précise les deux régimes (linéaire et non-linéaire). Sur le comportement en cisaillement ($\sigma_{xy}, \varepsilon_{xy}$) obtenu par *EF* (*Figure III. 26-b*), le seuil numérique entre les deux régimes est clairement visible, contrairement au seuil expérimental, où il est plus difficile à identifier. Ce phénomène peut

s'expliquer en partie par le fait que, même si expérimentalement les courbes (σ, ε) peuvent être déterminées au cœur du joint de colle, l'état de sollicitation dans l'adhésif n'est pas indépendant, car la sollicitation est appliquée à l'assemblage (effet structure). On rappelle ici que les courbes (σ, ε) sont issues des déplacements relatifs des substrats. Ce phénomène, est moins visible pour la sollicitation en traction $\delta = 0^\circ$, car dans ce cas, la distribution de contraintes dans la partie centrale de l'échantillon Scarf modifié est plus homogène (*cf.* chapitre I).

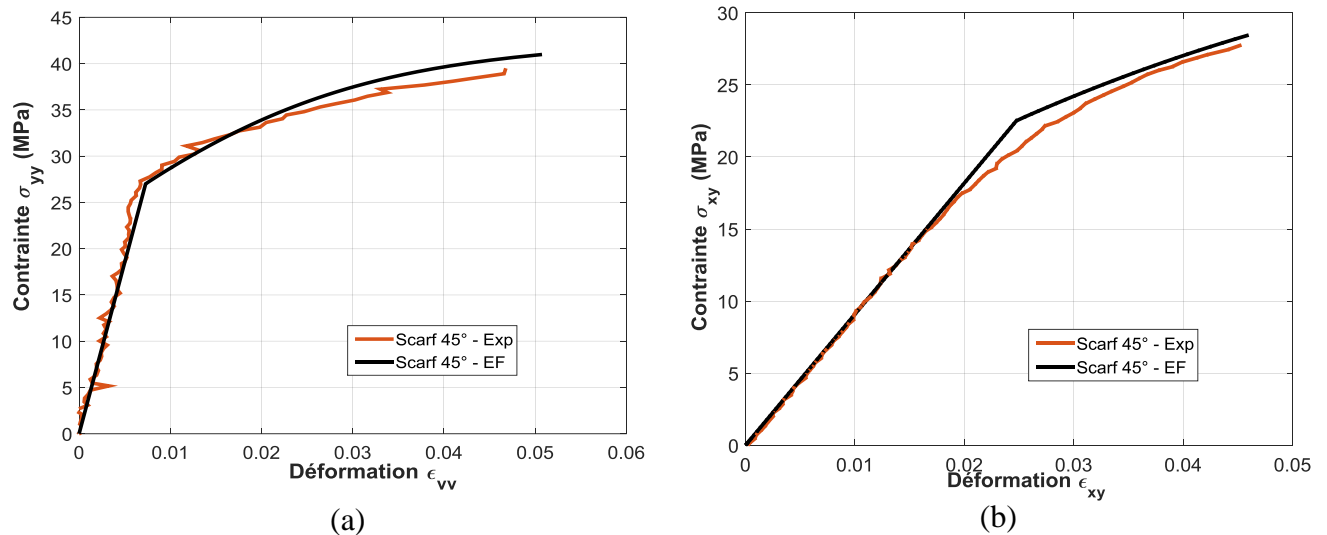


Figure III. 26. Comportement mécanique de l'adhésif expérimental et numérique (a) composante normale, (b) composante en cisaillement.

III.3.3.2. Validation locale du comportement mécanique de l'adhésif

Tout d'abord, une validation locale des paramètres identifiés est faite en comparant les courbes (σ, ε) obtenues expérimentalement, pour les configurations $\delta = 0^\circ$ et 22.5° (qui n'ont pas été utilisées lors de la phase d'identification des paramètres non-linéaires), à celles obtenues avec le modèle (EF) de type cube avec la sollicitation correspondante à chaque configuration.

La Figure III. 27 montre la comparaison entre les résultats obtenus par EF et ceux obtenus expérimentalement. La modélisation avec les paramètres identifiés semble être très représentative du comportement mécanique de l'adhésif obtenu à partir des deux configurations analysées, ce dernier point valide à la fois la méthode d'identification proposée et les paramètres identifiés.

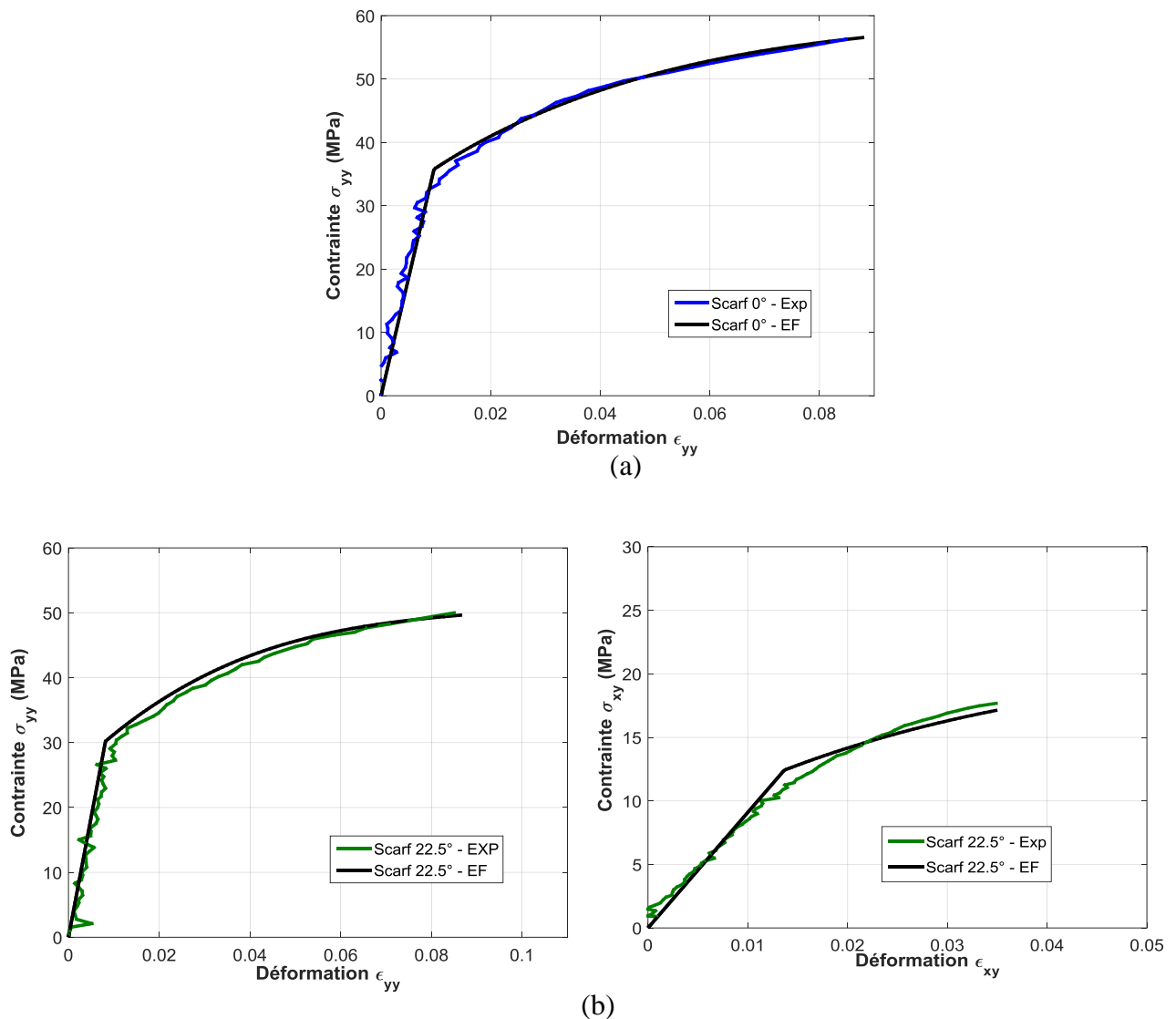


Figure III. 27. Comportement mécanique de l'adhésif (a) 0° , (b) 22.5° .

III.3.3.3. Validation du comportement macroscopique de l'essai Scarf modifié

Une validation des paramètres matériaux identifiés pour modèle élasto-plastique, ainsi que le comportement mécanique obtenu avec la méthode proposée, est effectuée à l'aide de la modélisation des essais Scarf modifié. En effet, cette simulation prend en compte le comportement complet (linéaire et non-linéaire) de l'adhésif étudié, et la validation est réalisée en comparant le comportement mécanique macroscopique (force/déplacement) obtenu par EF à celui obtenu expérimentalement.

La Figure III. 28 montrent la corrélation entre les résultats des modèles numériques et les résultats expérimentaux de l'essai Scarf modifié sous les trois configurations. Dans l'ensemble, les résultats numériques sont en bon accord avec le comportement macroscopique obtenu expérimentalement.

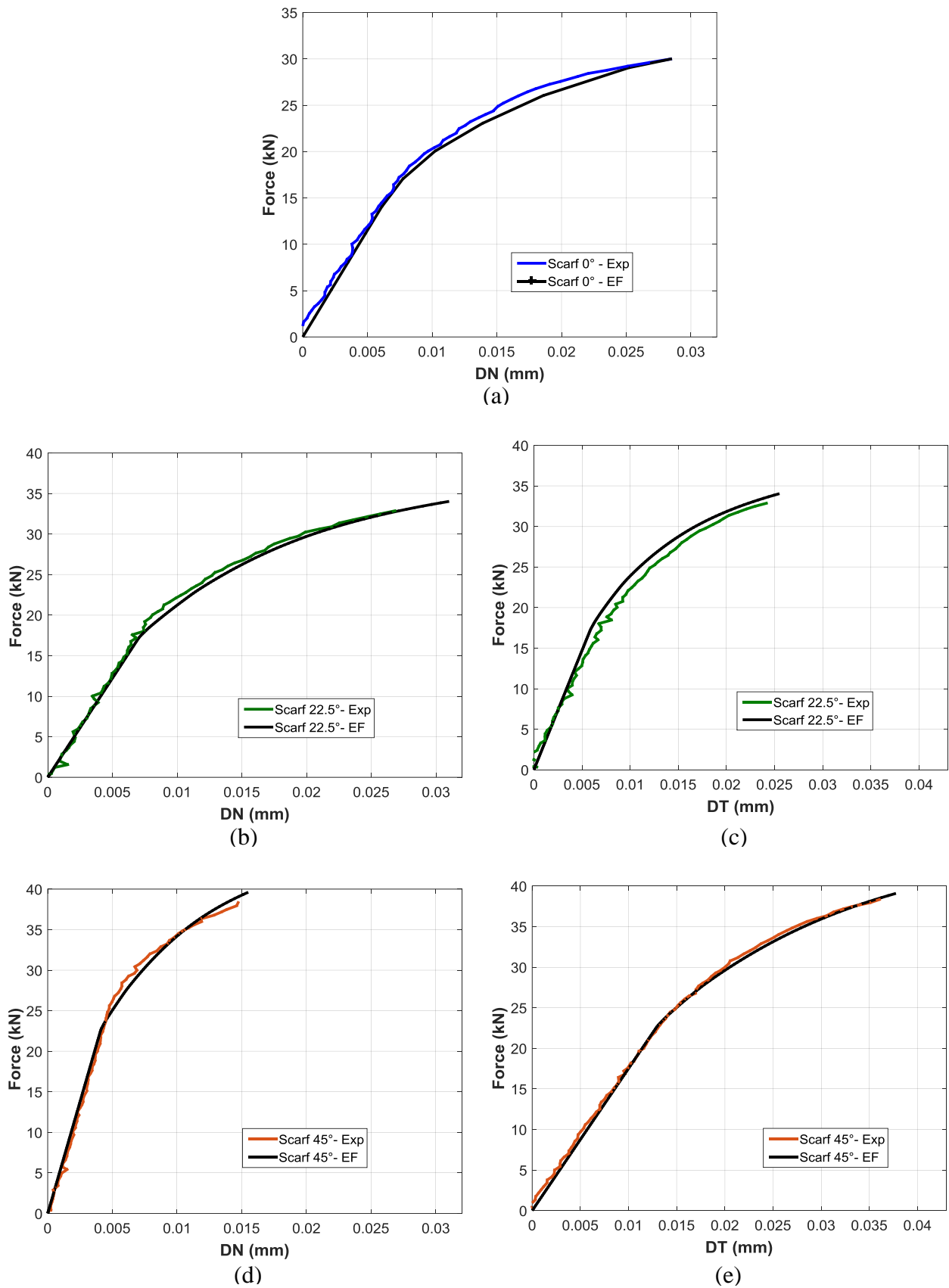


Figure III. 28. Validation du comportement macroscopique des assemblages Scarf modifié sous sollicitation monotone.

III.4. Conclusion

Ce chapitre porte sur la caractérisation et la modélisation d'un l'adhésif structural sous sollicitations bi-axiales quasi-statiques. Tout d'abord, cette étude s'intéresse à l'identification des paramètres élastiques linéaires (E_{Adh}, ν_{Adh}), à partir d'une méthode numérique d'identification inverse en minimisant l'écart entre les résultats expérimentaux issus de l'essai Scarf modifié et les résultats d'une chaîne de calcul par *EF*. Cependant, l'identification de ces paramètres nécessite un temps de calcul important (4 jours), point défavorable pour implémenter cette méthode en milieu industriel.

Une nouvelle méthode de caractérisation expérimentale du comportement mécanique des adhésifs (σ, ε), est donc proposée. Celle-ci est basée sur plusieurs hypothèses vérifiées numériquement, à partir de l'état de contraintes obtenu dans les substrats et dans la colle lors de la simulation d'un essai Scarf modifié. Cette méthode a l'avantage de diminuer le temps de calcul nécessaire à l'identification des paramètres associés à une loi de comportement (joint de colle). Les données nécessaires pour mener à bien la caractérisation expérimentale du joint de colle sont obtenues en s'appuyant sur la *SCIN* réalisée sur les substrats d'un essai Scarf modifié.

Une loi de comportement initialement développée pour les matériaux polymères est utilisée pour modéliser le comportement mécanique complet de l'adhésif étudié. Ce modèle est basé sur une formulation élasto-plastique, capable de représenter les deux régimes observés : linéaire et non-linéaire. L'identification de ce modèle est directement établie sur les résultats du comportement mécanique de l'adhésif obtenu par la méthode proposée. Tout d'abord, les paramètres élastiques (E_{Adh}, ν_{Adh}) sont identifiés, cette fois-ci directement à partir du régime linéaire de la courbe (σ, ε) pour la configuration Scarf modifié $\delta = 45^\circ$. Les résultats sont très proches de ceux obtenus préalablement avec la méthode numérique d'identification inverse. La fonction seuil est quant à elle identifiée à partir des contraintes seuils des trois configurations de l'essai Scarf modifié.

Finalement, les paramètres non-linéaires (fonction d'écrouissage et d'écoulement) sont identifiés à partir du comportement mécanique obtenu avec la configuration à $\delta = 45^\circ$ et d'un modèle *EF* (cube avec un seul élément). Cette approche permet de réduire drastiquement le temps de calcul pour l'identification des paramètres de la loi de comportement. Un modèle 3D des essais Scarf modifié est alors utilisé dans le but de valider la méthode de caractérisation proposée, ainsi que les hypothèses et les résultats obtenus. Les résultats macroscopiques (force/déplacement) obtenus expérimentalement sont comparés à ceux obtenus par *EF*. Une bonne corrélation des résultats a été observée, ce qui permet de valider la méthode de caractérisation du comportement des adhésifs et la méthode d'identification rapide des paramètres de la loi.

III.5. Bibliographie

- [1] Kemal Apalak M, Davies R, Gul Apalak Z. Analysis and design of adhesively-bonded double-containment corner joints. *J Adhes Sci Technol* 1995;9:267–93. doi:10.1163/156856195X01166.
- [2] Chamis CC, Murthy PLN. Simplified Procedures for Designing Adhesively Bonded Composite Joints. *J Reinf Plast Compos* 1991;10:29–41. doi:10.1177/073168449101000102.
- [3] Käufer H. Design of constructive adhesive joints for the optimization of manufacture and strength. *Konstruktion* 1984;36:371–7.
- [4] Mauricea J, Cognard JY, Creac’Hcadec R, Davies P, Sohier L, Mahdi S. Characterization and modelling of the 3D elastic-plastic behaviour of an adhesively bonded joint under monotonic tension/compression-shear loads: Influence of three cure cycles. *J Adhes Sci Technol* 2013;27:165–81. doi:10.1080/01694243.2012.701528.
- [5] da Silva LFM, das Neves PJC, Adams RD, Wang A, Spelt JK. Analytical models of adhesively bonded joints-Part II: Comparative study. *Int J Adhes Adhes* 2009;29:331–41. doi:10.1016/j.ijadhadh.2008.06.007.
- [6] da Silva LFM, das Neves PJC, Adams RD, Spelt JK. Analytical models of adhesively bonded joints-Part I: Literature survey. *Int J Adhes Adhes* 2009;29:319–30. doi:10.1016/j.ijadhadh.2008.06.005.
- [7] Stein N, Rosendahl PL, Becker W. Homogenization of mechanical and thermal stresses in functionally graded adhesive joints. *Compos Part B Eng* 2017;111:279–93. doi:10.1016/j.compositesb.2016.11.061.
- [8] Cabello M, Zurbitu J, Renart J, Turon A, Martínez F. A general analytical model based on elastic foundation beam theory for adhesively bonded DCB joints either with flexible or rigid adhesives. *Int J Solids Struct* 2016;94–95:21–34. doi:10.1016/J.IJSOLSTR.2016.05.011.
- [9] HART-SMITH, J. L. Adhesive-Bonded Double-Lap Joints. NASA Contract Rep 1973.
- [10] da Silva LFM, Lima RFT, Teixeira RMS. Development of a Computer Program for the Design of Adhesive Joints. *J Adhes* 2009;85:889–918. doi:10.1080/00218460903307761.
- [11] Dragoni E, Goglio L, Kleiner F. Designing bonded joints by means of the JointCalc software. *Int J Adhes Adhes* 2010;30:267–80. doi:10.1016/J.IJADHADH.2009.11.002.
- [12] Oliveira I, Teixeira P, Ferreira F, Reis A. Inverse Characterization of Material Constitutive Parameters for Dynamic Applications. *Procedia Eng* 2015;114:784–91. doi:10.1016/J.PROENG.2015.08.027.
- [13] Adams, Robert D and Comyn, John and Wake WC. Structural adhesive joints in engineering. Springer Science & Business Media; 1997.

-
- [14] Ilioni A, Badulescu C, Carrère N, Davies P, Thévenet D. A viscoelastic-viscoplastic model to describe creep and strain rate effects on the mechanical behaviour of adhesively-bonded assemblies. *Int J Adhes Adhes* 2017. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.12.003>.
- [15] Nelder JA, Mead R. A Simplex Method for Function Minimization. *Comput J* 1965;7:308–13.
- [16] Lagarias, J. C., J. A. Reeds, M. H. Wright and PEW. Convergence Properties of the Nelder-Mead Simplex Method in Low Dimensions. *SIAM J Optim* 1998;Vol9:112–147.
- [17] Lemaitre J, Chaboche JL, Benallal A, Desmorat R. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod; 2009.
- [18] Andrews EH, Stevenson A. Fracture energy of epoxy resin under plane strain conditions. *J Mater Sci* 1978;13:1680–8. doi:10.1007/BF00548731.
- [19] Cognard JY, Badulescu C, Maurice J, Créac'Hcadec R, Carrère N, Vedrine P. On modelling the behaviour of a ductile adhesive under low temperatures. *Int J Adhes Adhes* 2014;48:119–29. doi:10.1016/j.ijadhadh.2013.09.014.
- [20] Mahnken R, Schlimmer M. Simulation of strength difference in elasto-plasticity for adhesive materials. *Int J Numer Methods Eng* 2005;63:1461–77. doi:10.1002/nme.1315.
- [21] Badulescu, C Carrère N. Rapport confidentiel - Etude sur la caractérisation d'un adhésif et d'un composite au travers d'essai de type Arcan. 2017.
- [22] Wickelmaier F, Schmid C. A Matlab function to estimate choice model parameters from paired-comparison data. *Behav Res Methods, Instruments, Comput* 2004;36:29–40. doi:10.3758/BF03195547.

Chapitre IV. CARACTERISATION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT

INTRODUCTION

Lorsqu'une structure est assemblée par collage, le joint de colle se trouve confiné entre deux substrats, L'accès en continu aux informations sur les performances mécaniques et l'état de santé du joint de colle est un challenge expérimental fort. La technique de diagnostic par émission acoustique (EA) apparait alors comme une méthode apte pour répondre à cette problématique puisqu'elle permet la détection en temps réel des ondes élastiques générées par les différents mécanismes d'endommagement de l'assemblage collé.

Ce chapitre est principalement consacré à l'identification des différents mécanismes microscopiques (microfissuration, cavitation, décollement...) à l'origine des ondes élastiques générées au sein du joint de colle. L'interprétation de cette activité acoustique a permis de proposer un critère d'évaluation du micro-endommagement au travers de l'analyse de l'évolution du nombre cumulé d'évènements et de l'énergie libérée par évènement. Grâce à un algorithme de classification, une interprétation plus approfondie de cette activité acoustique a été effectuée. Les évènements acoustiques sont regroupés en classes pouvant potentiellement correspondre aux différents mécanismes d'endommagement du joint de colle. Dans le but d'identifier les mécanismes d'endommagement associés à chacune de ces classes, il est donc proposé de réaliser des essais de traction monotone instrumentés par EA et par tomographie à rayon X. Des essais sur éprouvettes Scarf modifié interrompus ont été réalisés à différents stades. Une fois l'effort ciblé atteint, l'éprouvette est scannée au tomographe. Cette procédure n'a cependant pas permis d'observer l'endommagement du joint de colle, et par conséquent, une méthode alternative est proposée : l'analyse tomographique sur échantillons mini-Scarf.



SOMMAIRE

IV.1. L'émission acoustique.....	107
IV.1.1. <i>Principe de l'émission acoustique</i>	107
IV.1.2. <i>Caractéristiques d'une salve acoustique</i>	108
IV.1.3. <i>Système d'émission acoustique</i>	108
IV.1.4. <i>Choix des capteurs et paramètres d'acquisition.....</i>	109
IV.1.5. <i>Mise en place du système d'instrumentation (EA).....</i>	110
IV.1.6. <i>Post-traitement des données acoustiques</i>	111
IV.1.7. <i>Activité acoustique dans une éprouvette monobloc en aluminium</i>	112
IV.1.8. <i>Influence de la nature de la colle sur son activité acoustique</i>	113
IV.1.9. <i>Activité acoustique lors des essais monotones jusqu'à rupture.....</i>	115
IV.1.10. <i>Activité acoustique lors des essais cycliques sous chargement incrémental ...</i>	118
IV.2. Classification non-supervisée des évènements acoustiques.....	119
IV.2.1. <i>Classification EA d'essais monotones jusqu'à rupture</i>	121
IV.2.1.1. <i>Classification des évènements acoustiques</i>	121
IV.2.1.2. <i>Localisation linéaire des évènements acoustiques</i>	122
IV.3. Analyse de l'endommagement par tomographie à rayons X.....	124
IV.3.1. <i>Essais Scarf modifié interrompus</i>	124
IV.3.1.1. <i>Tomographe</i>	125
IV.3.1.2. <i>Analyse des données acoustiques.....</i>	126
IV.3.1.3. <i>Analyse des images tomographiques</i>	127
IV.3.2. <i>Essais interrompus sur éprouvettes mini-Scarf</i>	128
IV.3.2.1. <i>Système de tomographie par rayons X.....</i>	129
IV.3.2.2. <i>Préparation des éprouvettes mini-Scarf.....</i>	129
IV.3.2.3. <i>Mise en place dans la machine d'essai et déroulements des essais.....</i>	130
IV.3.2.4. <i>Récapitulatif des essais.....</i>	131
IV.3.2.5. <i>Résultat des essais mini-Scarf</i>	131
IV.4. Conclusion.....	135
IV.5. Bibliographie	137

IV.1. L'émission acoustique

L'émission acoustique (EA) est définie par la norme NF A 09-350 [1], comme un phénomène de libération d'énergie sous forme d'onde élastique transitoire au sein d'un matériau soumis à une sollicitation. Cette libération d'énergie peut-être due à de nombreux phénomènes en général irréversibles, tels que : (i) les mécanismes de déformation plastique, (ii) les mécanismes de rupture, (iii) la fissuration, (iv) les frottements, (v) les impacts mécaniques, (vi) la transformation des phases, ou encore (vii) la corrosion [2–4].

Les premières applications de la technique d'émission acoustique datent des années 50 avec le travail de Kaiser [5] sur l'analyse des ondes acoustiques générées lors d'essais de traction incrémentale sur des éprouvettes métalliques. Il a démontré que si la pièce métallique est de nouveau sollicitée, aucune nouvelle activité acoustique ne sera détectée tant que le niveau de la sollicitation restera inférieur à celui qui avait généré la dernière activité acoustique (effet KAISER ou propriété d'irréversibilité).

IV.1.1. Principe de l'émission acoustique

Le principe de la technique de l'EA est basé sur trois principales étapes. Tout d'abord, la détection de l'onde élastique transitoire : cette étape a pour objectif d'enregistrer et de convertir l'onde élastique transitoire en un signal de type électrique. La deuxième étape consiste à conditionner (amplifier) les signaux, afin de pouvoir les traiter correctement. Deux types de signaux sont généralement rencontrés : (i) les signaux caractéristiques d'une émission acoustique dite discrète et (ii) les signaux caractéristiques d'une émission acoustique continue.

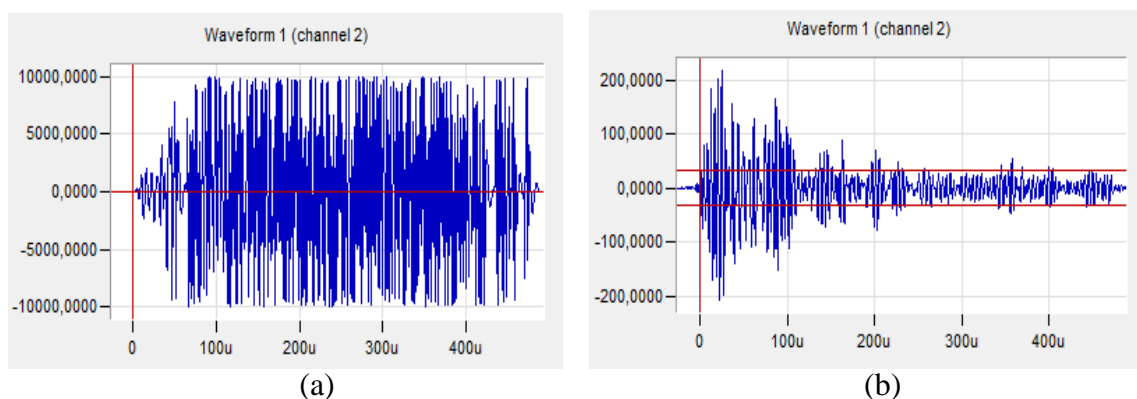


Figure IV. 1. Types d'ondes, (a) continues, (b) discrètes.

Les signaux continus sont identifiés lorsque les salves du signal ne peuvent être séparées les unes des autres, ce type d'onde est souvent rencontrée dans le cas de détection de fuite dans un réservoir sous pression (Figure IV. 1-a). A contrario, les signaux discrets sont identifiés lorsque les salves peuvent être séparées les unes des autres (Figure IV. 1-b). Enfin, la dernière étape de la

technique de l'EA, vise à réaliser le traitement et l'interprétation des signaux, pour lesquels plusieurs techniques peuvent être utilisées, telles que : la transformée de Fourier, la clustérisation, l'analyse harmonique, localisation... [6–8].

IV.1.2. Caractéristiques d'une salve acoustique

L'onde acoustique (ou salve), est caractérisée par un signal oscillatoire qui peut être défini par de nombreux paramètres, comme illustré sur la *Figure IV. 2*.

- amplitude maximale (dB) ;
- durée de la salve (μs) : correspond au temps qui sépare le premier du dernier dépassement de seuil ;
- temps de montée (μs) : correspond au temps entre le premier dépassement de seuil et la détection de l'amplitude maximale ;
- nombre de coups : correspond au nombre d'alternances dépassant le seuil ;
- fréquence moyenne (kHz) : correspond au nombre de coups divisé par la durée ;
- fréquence pic (kHz) : correspond à la valeur de la fréquence pour laquelle la transformée de Fourier du signal présente un maximum ;
- énergie (aJ) : correspond à l'aire du signal.

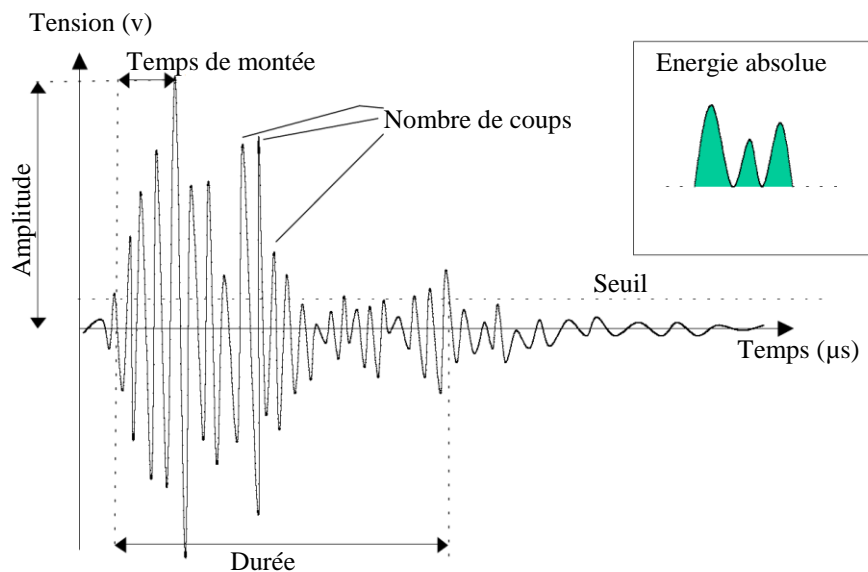


Figure IV. 2. Représentation d'une salve [9].

IV.1.3. Système d'émission acoustique

Le système d'émission acoustique est composé de capteurs piézoélectriques qui détectent et convertissent les vibrations en signaux électriques, la sensibilité en déplacement est de l'ordre de 10^{-13} m [10,11]. Les signaux obtenus en sortie de capteurs présentent une faible intensité, d'où la nécessité de les amplifier en utilisant un préamplificateur (gain 20, 40 et 60 dB). Enfin, la chaîne

d'acquisition se termine par l'enregistrement des signaux au moyen de cartes d'acquisition placées au sein d'un PC. Lors de ce travail de thèse, le suivi de l'activité acoustique dans le joint de colle est réalisé en utilisant le système d'acquisition MICRO II, équipé de quatre voies d'acquisition et développé par MISTRAS Group (*Figure IV. 3*).

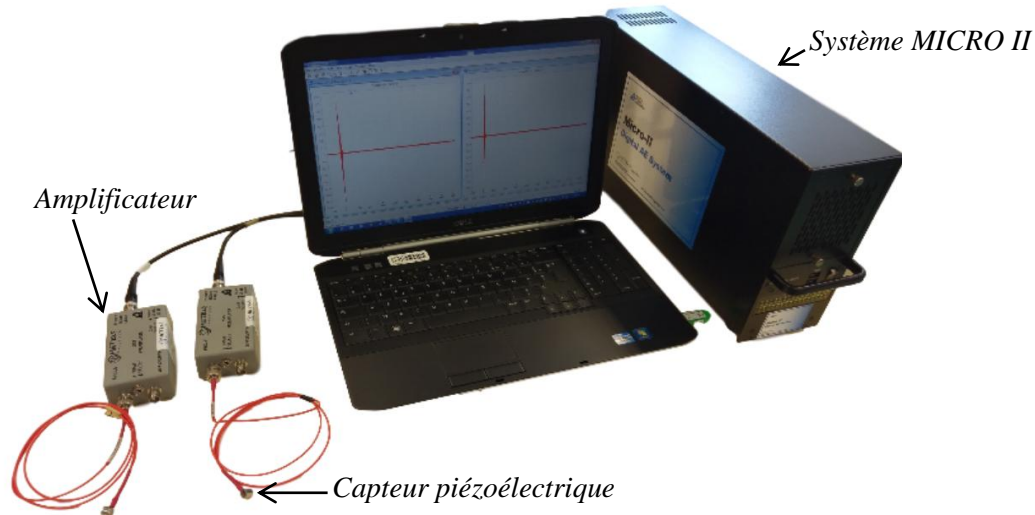


Figure IV. 3. Système d'acquisition EA.

IV.1.4. Choix des capteurs et paramètres d'acquisition

Lors du suivi de l'activité acoustique, différents paramètres d'acquisition doivent être définis pour assurer un bon enregistrement des sources acoustiques :

- seuil d'acquisition : correspond au seuil d'amplitude (dB) en dessous duquel les sources acoustiques ne sont pas détectées. Ce paramètre est utilisé dans le but de filtrer les bruits de machine lors de l'essai mécanique ;
- Peak Definition Time (PDT) : correspond à la fenêtre de temps qui débute lors du premier franchissement de seuil, et qui permet la détection de l'amplitude maximale du signal ;
- Hit Definition Time (HDT) : définit la fin du signal acoustique, il doit être assez long pour enregistrer toute la salve, mais pas trop long pour éviter l'enregistrement d'échos ;
- Hit Lockout Time (HLT) : correspond à la fenêtre de temps qui débute à la fin de l'acquisition du signal acoustique, et pendant laquelle aucun autre signal acoustique n'est enregistré.

Le *Tableau 1* présente les paramètres utilisés afin de suivre correctement l'activité acoustique lors des essais Scarf modifié. Le seuil d'acquisition a été fixé en enregistrant l'activité acoustique d'une éprouvette mise en place sur la machine d'essais (sans sollicitation). L'analyse de

cette activité acoustique permet d'évaluer l'amplitude (dB) du bruit environnant. Les autres paramètres acoustiques (PDT, HDT et HLT) ont été ajustés en utilisant la technique du « cassé de mines ». Cette technique est également utilisée pour identifier la vitesse de propagation de l'onde élastique dans les éprouvettes Scarf modifié. Cette valeur de vitesse de propagation définit la précision de la localisation des sources acoustiques dans le joint de colle. Dans cette étude les capteurs de type Nano30, caractérisés par une plage de sensibilité 125-750 kHz [12], sont utilisés, afin de suivre l'activité acoustique lors des essais mécaniques (*Figure IV. 4*). Ce choix est fait, dans le but de conserver le même type de capteur d'EA utilisé chez Safran Composites.

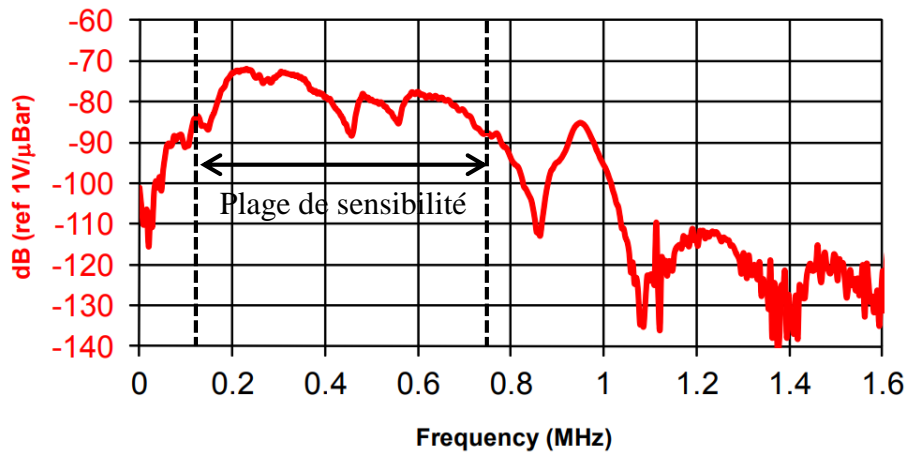


Figure IV. 4. Courbe de sensibilité des capteurs Nano30 [13].

Tableau 1. Paramètres de réglage du système.

Paramètre	Seuil d'acquisition (dB)	PDT	HDT	HLT	Pré-trigger	Vitesse de propagation (m/s)
Valeur	55	150	600	1000	50 μ s	3200

IV.1.5. Mise en place du système d'instrumentation (EA)

Les capteurs piézoélectriques (Nano30) sont couplés à l'éprouvette Scarf modifié en utilisant un gel silicone et des pinces, cette configuration permet d'améliorer la transmission des ondes élastiques transitoires de l'éprouvette aux capteurs. La localisation des sources acoustiques couvre toute la longueur du joint de colle, grâce au positionnement des capteurs au niveau des bras, comme illustré sur la *Figure IV. 5*. Les distances entre capteurs pour chacune des configurations de l'éprouvette Scarf modifié sont résumées dans le *Tableau 2*.

Tableau 2. Distance entre capteurs.

Configuration	Scarf modifié 0°	Scarf modifié 22.5°	Scarf modifié 45°
Distance (mm)	84	84	98

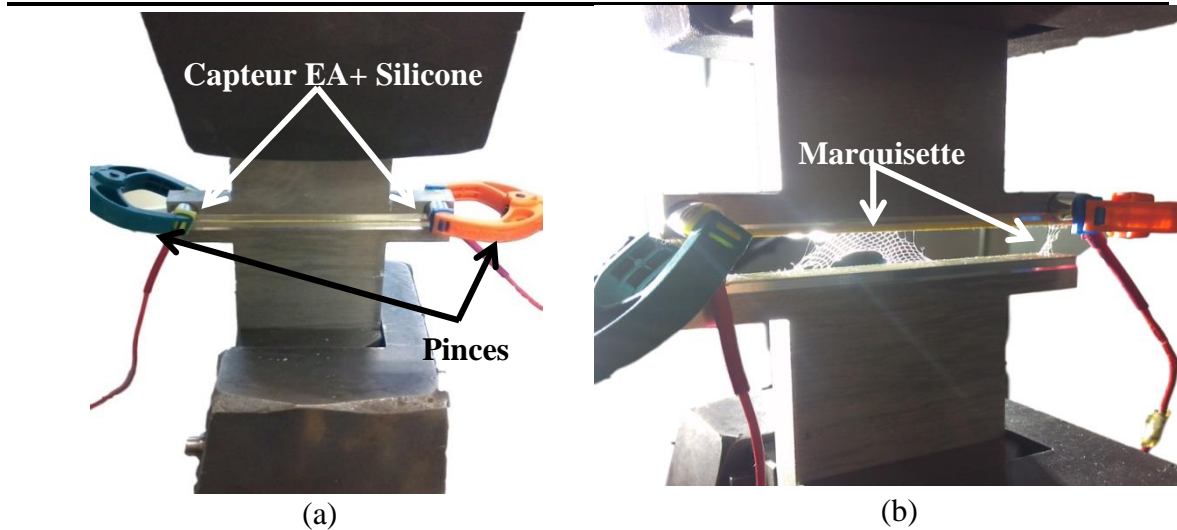


Figure IV. 5. (a) Mise en place du système d'EA, (b) éprouvette après rupture.

IV.1.6. Post-traitement des données acoustiques

Deux niveaux de post-traitement des données acoustiques peuvent être réalisés : l'analyse mono-paramétrique, à partir des courbes d'évolution de certains paramètres acoustiques, et l'analyse multi-paramétrique / statistique pour laquelle deux types de méthodes peuvent être utilisés, dans le but de regrouper les événements en classes (ou clusters) : (i) la classification supervisée, cette méthode nécessite des données précises déjà identifiées et de classes bien définies, afin de construire un modèle statistique [14,15]. (ii) La classification non-supervisée ne nécessite quant à elle aucune information, elle est fondée directement sur la base de données acoustiques. Cependant, une sélection pertinente des paramètres acoustiques est nécessaire, car des paramètres acoustiques redondants peuvent fausser la classification de l'ensemble. Parmi ces techniques, les plus utilisées sont : le k-means, le réseau de neurones artificiels et l'algorithme fuzzy-C. Dans ce travail de thèse, un intérêt majeur est porté sur la méthode de K-means, en raison de sa simplicité et de son efficacité [16].

Le post-traitement mono-paramétrique des signaux acoustiques enregistrés est réalisé au moyen du logiciel AEwin®, puis la classification des événements est achevée en utilisant des routines du « Statistics toolbox » sous MATLAB®, tel que présenté par Li *et al.* [17]. D'une part, l'analyse de l'activité acoustique porte seulement sur les événements localisés entre les deux capteurs et d'autre part, deux filtres sont appliqués, dans le but de garder les signaux exploitables :

(i) suppression de signaux pour lesquels l'énergie est nulle; (ii) suppression des signaux sous le capteur.

Dans ce qui suit, le terme « évènement acoustique » désigne une source acoustique localisée entre les deux capteurs acoustiques.

IV.1.7. Activité acoustique dans une éprouvette monobloc en aluminium

Une des premières vérifications consiste à s'assurer que les sources acoustiques enregistrées lors des essais sont directement liées aux phénomènes agissant dans le joint de colle et ne sont pas générées par la déformation des substrats métalliques. Ainsi, un échantillon monobloc Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ a été usiné à partir d'une plaque d'alliage d'aluminium de nuance 7075 T6 (Figure IV. 6-a), puis sollicité en traction monotone jusqu'à un effort de 35 kN. Cette valeur est supérieure à celle observée lors de la rupture des assemblages Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ (cf. chapitre II).

La Figure IV. 6-b présente la force acquise par la machine d'essai (axe de gauche), ainsi que l'amplitude (axe de droite) des sources acoustiques enregistrées lors de l'essai mécanique. Le résultat montre que la plupart de ces sources présente une amplitude inférieure au bruit « machine » (55 dB), valeur identifiée lors de la calibration des paramètres acoustiques. Ensuite, une source acoustique d'amplitude moyenne (55 – 65 dB) apparaît tout au début de la sollicitation, ce qui pourrait être lié au frottement lors de l'alignement de l'échantillon. D'après ces résultats, il semblerait que les substrats métalliques ne produisent pas de sources acoustiques lors de sollicitations inférieures à l'effort à rupture des assemblages Scarf modifié.

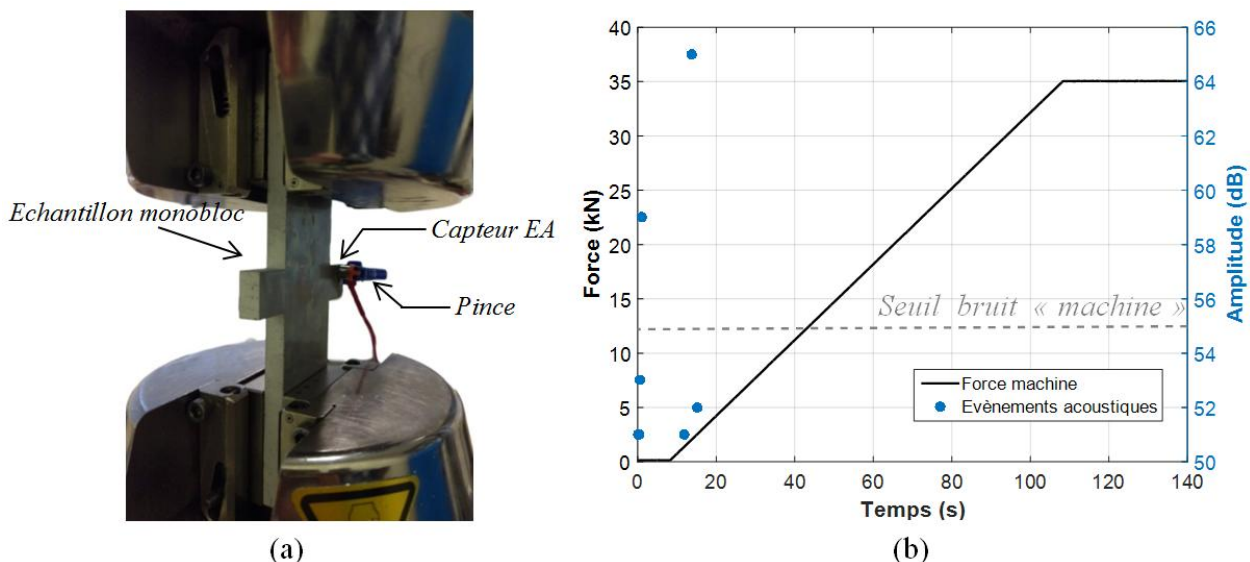


Figure IV. 6. (a) Essais sur échantillon monobloc, (b) sources acoustiques détectées.

IV.1.8. Influence de la nature de la colle sur son activité acoustique

L'adhésif étudié est composé d'un support, qui pourrait générer des sources acoustiques lors de la sollicitation. Ainsi, il semble nécessaire d'analyser tout d'abord l'influence de celui-ci sur l'activité acoustique générée. Par conséquent, cette étude consiste à mettre en évidence les différences entre un adhésif supporté et le même adhésif non-supporté. Ce qui pourrait alors différencier les sources acoustiques, liées à la marquise et qui peuvent être dues à : (i) la décohésion de la marquise, ou (ii) la rupture de la marquise ; sans oublier les événements acoustiques qui pourraient être liés à la résine époxy, comme par exemple : (iii) la microfissuration du joint de colle (rupture cohésive), ou (iv) la décohésion de l'adhésif au niveau de l'interface (rupture adhésif). Des essais mécaniques réalisés ont montré que l'absence de marquise dans l'adhésif, n'influence pas le comportement mécanique (force/déplacement) de l'assemblage. Une comparaison plus approfondie du comportement mécanique des deux films de colle (sans et avec marquise) est présentée en Annexe A.2.

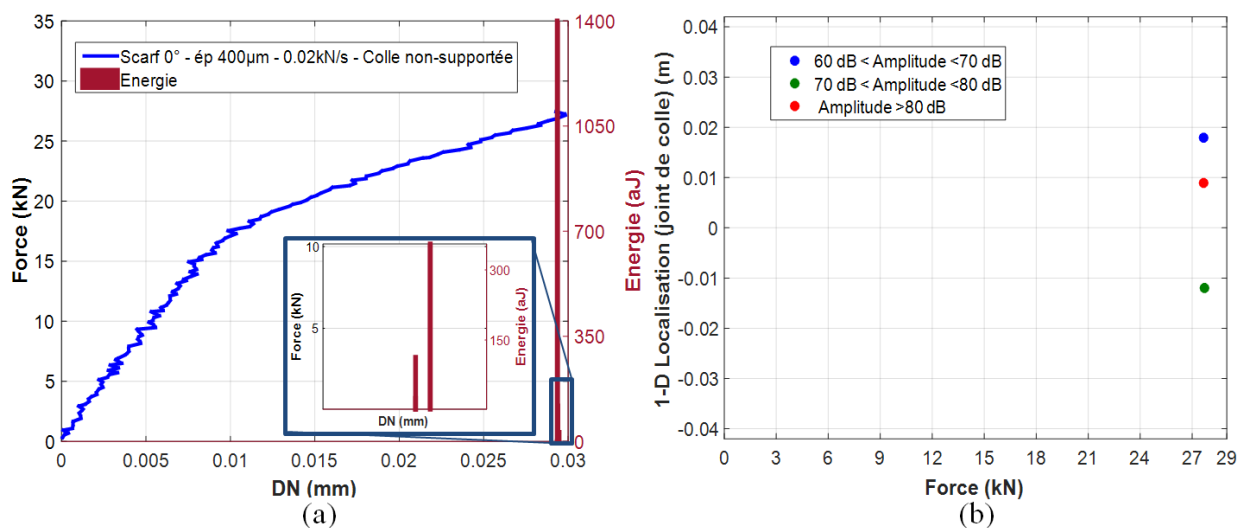


Figure IV. 7. Suivi des sources acoustiques dans l'adhésif sans marquise, (a) énergie, (b) localisation.

La Figure IV. 7 présente les résultats obtenus pour un essai Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ (adhésif non-supporté) sollicité à 0.02 kN/s et dont le joint de colle a une épaisseur de $400 \mu\text{m}$. Ces conditions d'essai ont été choisies, car d'une part à basse vitesse de sollicitation, la libération des ondes est plus lente, et d'autre part pour assurer la rupture cohésive dans le joint de colle, en doublant l'épaisseur. La Figure IV. 7 -a montre les niveaux d'énergie des événements acoustiques, le résultat montre que l'adhésif stocke de l'énergie tout au long de l'essai, et une libération soudaine de cette énergie se produit à la fin de l'essai avec trois événements acoustiques (d'amplitude supérieure à 60 dB). La localisation des événements acoustiques, montre que l'activité enregistrée

est générée de manière symétrique à $\pm 0.01 \text{ mm}$ du centre du joint de colle (*Figure IV. 7 -b*). Les faciès de rupture observés à la fin de l'essai sont présentés en Annexe A.3.

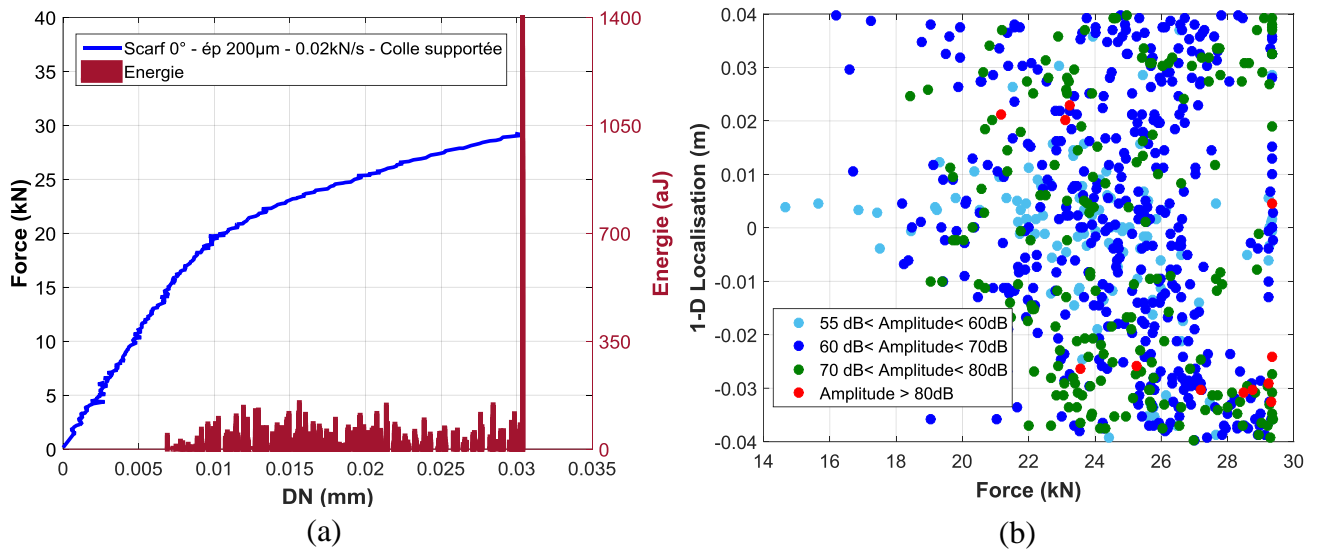


Figure IV. 8. Suivi des sources acoustiques dans l'adhésif avec marquissette, (a) énergie, (b) localisation.

La *Figure IV. 8* montre les résultats obtenus pour la configuration $\delta = 0^\circ$, collée en utilisant l'adhésif supporté, et sollicitée à 0.02 kN/s . Une épaisseur du joint de colle de $200 \mu\text{m}$ a été utilisée, dans le but d'appliquer un seul film d'adhésif (une seule marquissette). La *Figure IV. 8-a* présente l'énergie des évènements acoustiques enregistrée au cours de l'essai, ce résultat met en évidence la présence d'un nombre plus important d'évènements (~ 855) avant la rupture de l'échantillon. La localisation des évènements acoustiques montre que l'activité est présente sur toute la longueur du joint de colle et des amplitudes dans l'intervalle $[55 - 99 \text{ dB}]$ sont enregistrées (*Figure IV. 8 -b*).

L'ensemble de ces résultats permet d'identifier qu'aucun évènement acoustique n'est lié à la plasticité de l'adhésif. De plus, le fait d'introduire la marquissette au sein de la résine époxy va avoir une influence notable sur l'activité acoustique enregistrée. Celle-ci est liée à la quasi-totalité des ondes élastiques libérées. Au vu de ces résultats, l'analyse de l'activité acoustique de l'adhésif non-supporté ne permettra pas d'apporter d'informations complémentaires, pour caractériser l'endommagement dans le joint de colle.

IV.1.9. **Activité acoustique lors des essais monotones jusqu'à rupture**

Une étude du nombre d'évènements cumulés, ainsi que de l'énergie acoustique a été menée dans le but d'analyser les sources d'EA, vis-à-vis du comportement mécanique des échantillons Scarf modifié et de l'adhésif supporté. En analysant l'évolution du nombre cumulé d'évènements au cours des essais monotones sur la configuration $\delta = 0^\circ$ (*Figure IV. 9-a*), quatre régimes acoustiques peuvent être identifiés au travers des changements de pente. Le premier régime correspond à l'enregistrement du premier évènement. Le deuxième régime présente une pente très prononcée due à l'apparition d'un nombre important d'évènements acoustiques. Le troisième régime est caractérisé par une pente moins prononcée que celle du second régime (moins d'évènements enregistrés) et, le quatrième régime représente la rupture de l'assemblage, qui s'accompagne d'une augmentation considérable du nombre d'évènements acoustiques. Pour la configuration $\delta = 22.5^\circ$, cette évolution (*Figure IV. 9-c*) présente trois régimes dont la rupture qui est toujours caractérisée par de nombreux évènements qui apparaissent sur une plage de temps réduit. Enfin, à la différence des autres configurations, le résultat des échantillons $\delta = 45^\circ$, met en évidence un très faible nombre d'évènements pendant le quatrième régime (*Figure IV. 9-e*). Cette remarque pourrait expliquer le fait que la rupture des échantillons à $\delta = 45^\circ$ soit moins « brutale » que dans les autres cas.

Il est important de noter que pour l'ensemble de ces configurations, les régimes des courbes évènements cumulés se manifestent sur la courbe du comportement mécanique par un changement de pente. Ce qui met en évidence des phénomènes qui pourraient être associés aux mécanismes d'endommagement lors de ce passage. Enfin, l'analyse de l'énergie acoustique lors des essais Scarf modifié (*Figure IV. 9-b-d-e*) montre que celle-ci reste faible au cours de l'essai par rapport à celle observée lors de la rupture : une augmentation du niveau d'énergie semble être associée à la présence de macro-fissuration dans le joint de colle (régime IV). En comparant les trois configurations, l'énergie à rupture est plus faible (700 aJ) à $\delta = 22.5^\circ$, qu'à $\delta = 0^\circ$ ou $\delta = 45^\circ$ (1200 aJ).

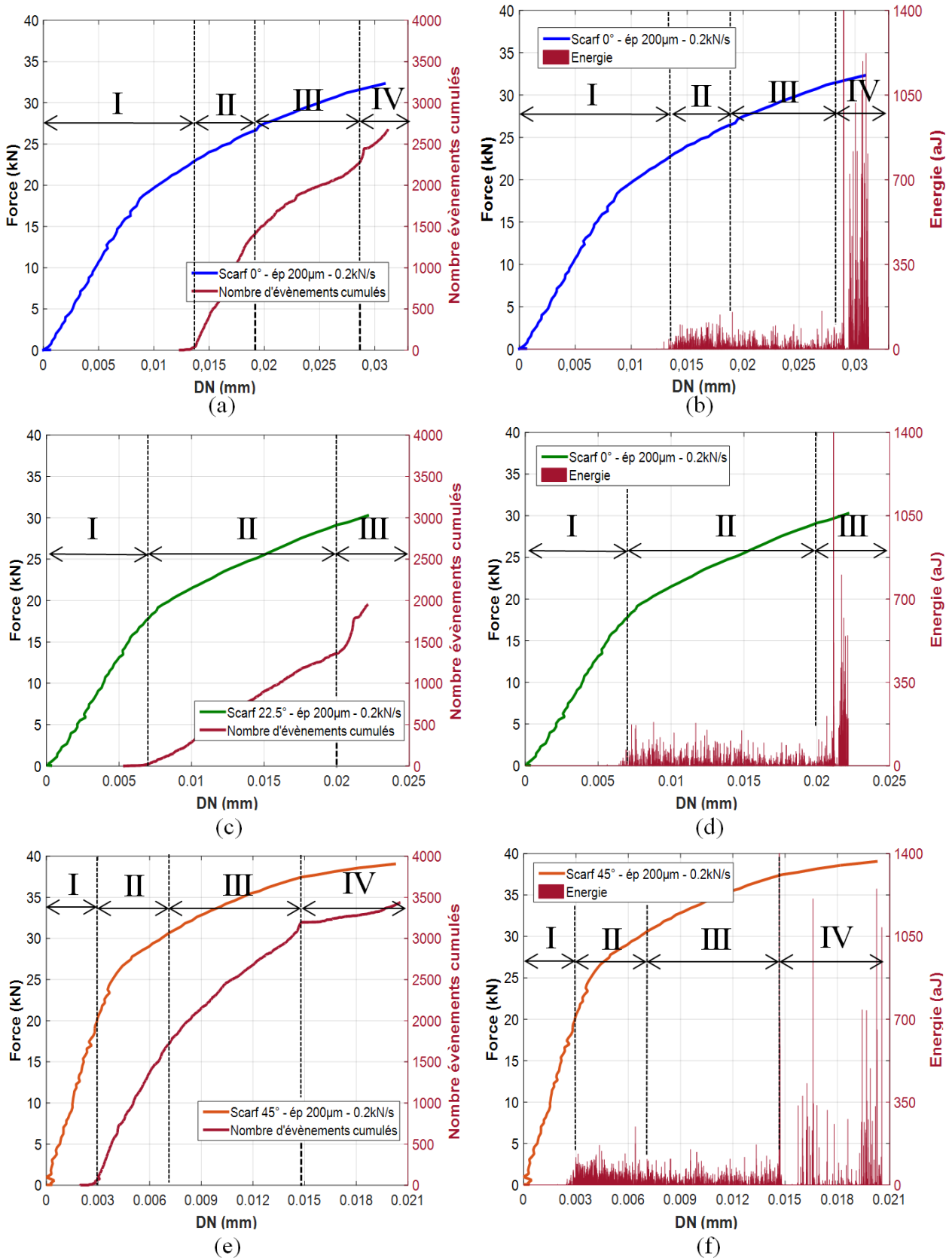


Figure IV. 9. Analyse des données acoustiques lors d'essais monotones sur des échantillons Scarf modifié . (a,b) $\delta = 0^\circ$, (c,d) $\delta = 22.5^\circ$, (e,f) $\delta = 45^\circ$.

A partir de l'ensemble de ces données, il est donc possible de représenter à chaque instant (τ), l'énergie cumulée et le nombre cumulé d'évènements au cours de l'essai (*Figure IV. 10-a*). Une analyse du rapport entre ces deux grandeurs (équation 1), permet d'identifier l'arrivée des premiers évènements acoustiques fortement énergétiques (pic maximal de ce ratio), qui se traduit par l'initiation d'un micro endommagement (D_{ME}) du joint de colle. En superposant ce résultat avec l'effort appliqué par la machine d'essai, il est alors possible de déterminer la force liée à ce phénomène, comme illustré sur la *Figure IV. 10-b*. Il est à noter que dans cette analyse, les évènements acoustiques enregistrés lors de la rupture ne sont pas pris en compte, étant donné que l'on se focalise sur les régimes acoustiques *I, II* et *III* (*I* et *II* pour $= 22.5^\circ$), pendant lesquels débute l'endommagement du joint de colle.

$$D_{ME} = \text{Max} \left(\frac{\sum_{i=1}^n \text{Energie cumulée}}{\sum_{i=1}^n \text{évènements cumulés}} \right) \Big|_i \quad (1)$$

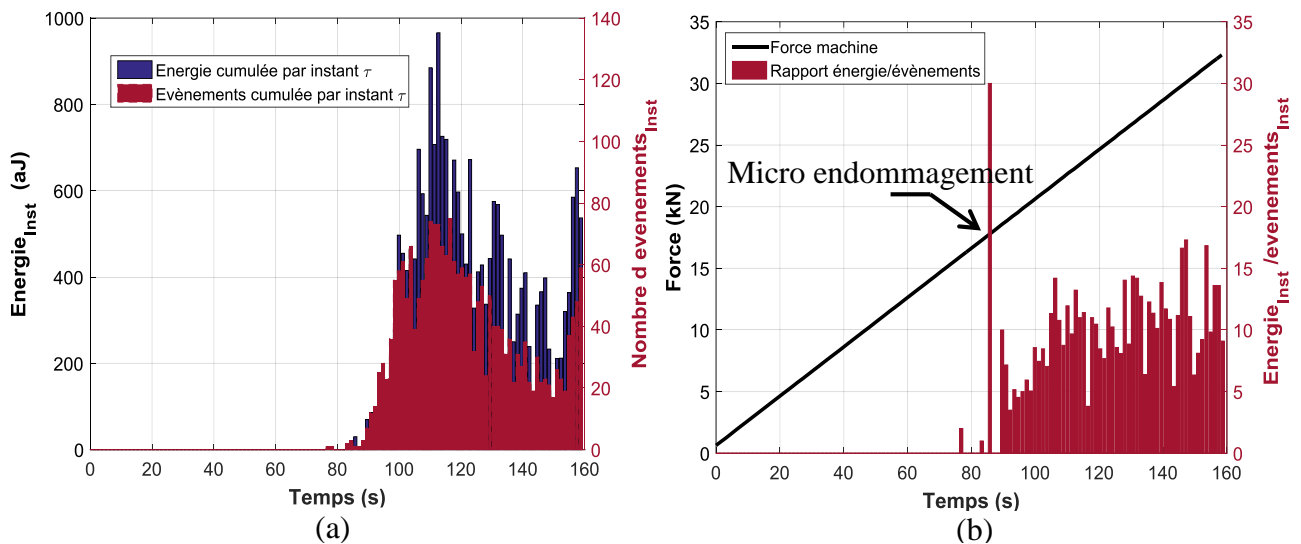


Figure IV. 10. Scarf modifié 0°(a) cumul de l'énergie et des évènements au cours du temps, (b) Pic du ratio D_{ME} superposé avec l'effort machine.

L'évolution de ce rapport est superposée au comportement macroscopique (force/déplacement normal), comme présenté sur la *Figure IV. 11*. Cette comparaison mécanique-émission acoustique permet de mettre en évidence que pour l'adhésif étudié, la valeur maximale du rapport coïncide avec le seuil (ou la frontière) entre les régimes linéaire et non-linéaire. Ainsi, un intérêt particulier sera porté aux phénomènes acoustiques enregistrés lors de cette transition.

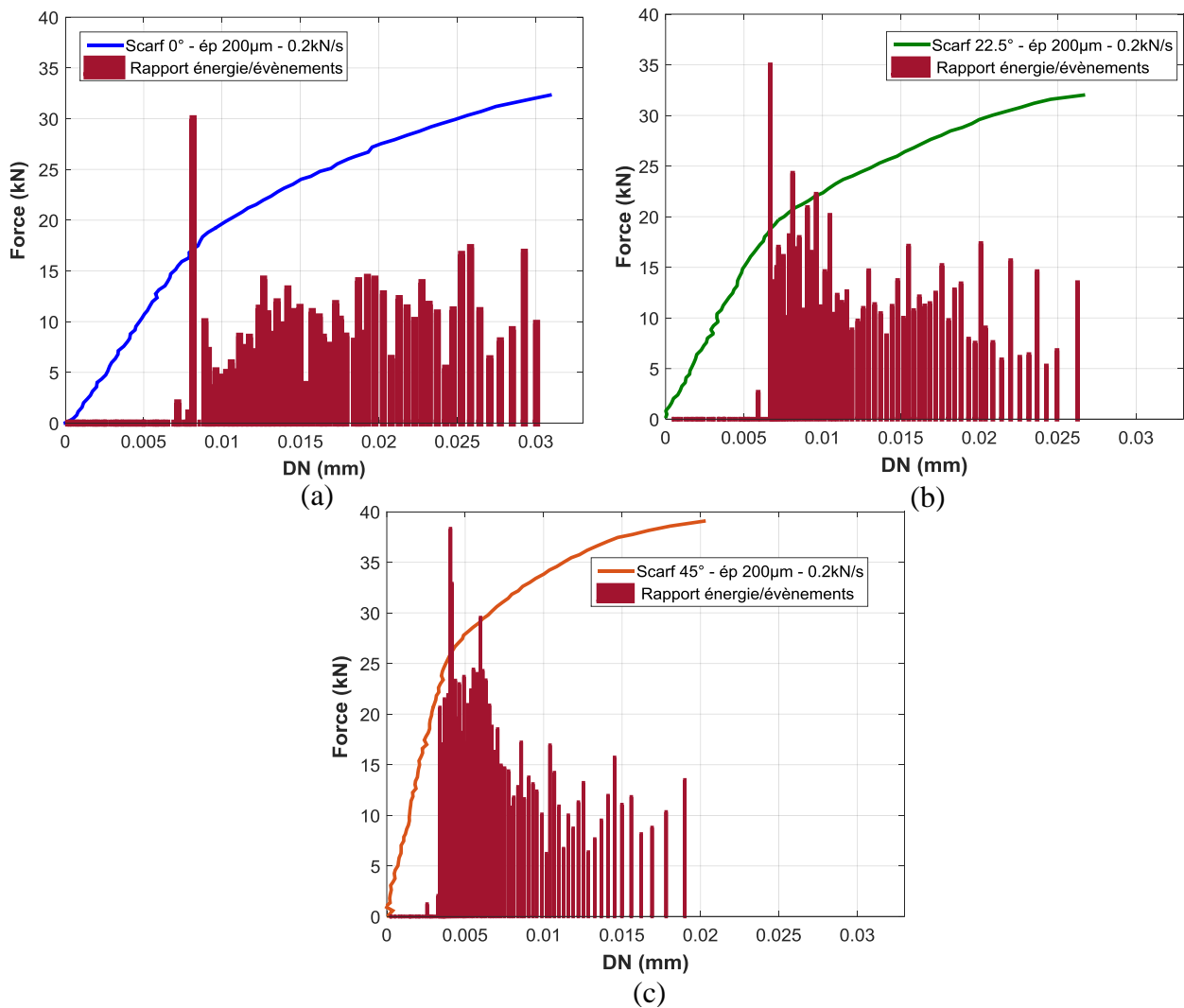


Figure IV. 11. Pic du ratio D_{ME} superposé avec le comportement mécanique de l'assemblage Scarf modifié (a) $\delta = 0^\circ$, (b) $\delta = 22.5^\circ$, (c) $\delta = 45^\circ$.

IV.1.10. Activité acoustique lors des essais cycliques sous chargement incrémental

Dix cycles de charge/décharge ont été appliqués sur une éprouvette Scarf modifié $\delta = 0^\circ$, en augmentant progressivement la force avec un pas de 3.2 kN, tel que présenté dans la section II.4.4 du chapitre II. La Figure IV. 12-b présente l'énergie acoustique ainsi que le comportement macroscopique (force/déplacement). La Figure IV. 12-a montre la force appliquée, ainsi que la localisation des événements acoustiques dans le joint de colle (0 m étant le centre du joint de colle et ± 0.04 m l'extrémité de l'échantillon (bras)). Les événements sont également groupés en fonction de l'amplitude avec des intervalles choisis aléatoirement sur la plage d'étude [55-100 dB] : (i) amplitude basse (entre 50 dB et 64 dB); (ii) amplitude moyenne (entre 65 dB et 79 dB) et (iii) amplitude haute (≥ 80 dB). Le résultat montre que les premiers événements arrivent au pic du

sixième incrément, ce qui correspond à un effort $F = 18 \text{ kN}$, ces évènements de basse et moyenne amplitude sont localisés au centre et sur l'un des deux côtés de l'échantillon. Sur l'incrément suivant ($F = 21 \text{ kN}$), il est observé l'apparition des premiers évènements acoustiques fortement énergétiques (haute amplitude), mais également des évènements d'amplitude basse et moyenne qui sont détectés au même instant et sur toute la longueur du joint de colle. Pour les cycles suivants, les signaux de haute amplitude sont concentrés aux extrémités.

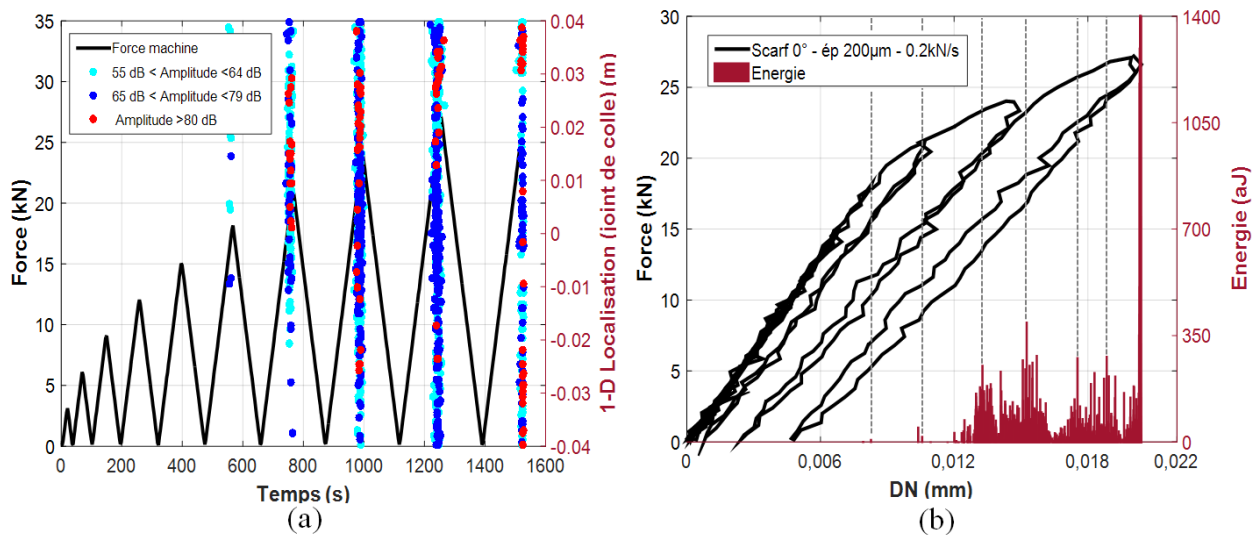


Figure IV. 12. Activité acoustique lors de l'essai Scarf modifié 0° sous sollicitation cyclique (chargement incrémental).

IV.2. Classification non-supervisée des évènements acoustiques

Une fois l'analyse mono-paramétrique réalisée, une classification non-supervisée des évènements acoustiques est mise en place, dans le but de regrouper les évènements de caractéristiques similaires.

Sept paramètres acoustiques ont été sélectionnés, dans le but de réaliser une classification non-supervisée des évènements acoustiques (cinq dans le domaine temporel : l'amplitude, l'énergie, le nombre de coups, la durée et le temps de montée (rise time) ; deux dans le domaine fréquentiel : la fréquence pic et la fréquence centroïde). Tout d'abord, il est nécessaire de sélectionner les paramètres les plus pertinents, afin d'éliminer ceux qui sont redondants. Cette sélection est réalisée à partir du score Laplacien [18,19], et d'une analyse des coefficients de corrélation. Ensuite, une analyse en composantes principales (ACP) est utilisée, dans le but de représenter les sources acoustiques, dans le sous-espace des « composantes principales » (paramètres acoustiques principaux). Le nombre optimal de classes est défini à partir de deux indices de clustérisation, souvent utilisés dans la littérature : (i) l'indice de Davies-Bouldin (DB) [20,21] et (ii) le coefficient

de silhouette (SC) [22,23]. Le nombre optimal de clusters est donné par la valeur maximale de l'indice SC et la valeur minimale de l'indice DB, ce qui permettra d'avoir des classes compactes et bien séparées [24]. Enfin, la méthode de k-means ++ basée sur un algorithme itératif est utilisée, afin de relier les évènements acoustiques enregistrés, au barycentre de la classe la plus proche.

La *Figure IV. 13-a* montre le résultat du score Laplacien obtenu pour chacun des paramètres acoustiques analysés, il est observé que tous les paramètres, à l'exception du temps de montée (Rise time) ont une valeur supérieure ou égale à 0.9. Ce qui traduit la pertinence de ces paramètres pour classer la population acoustique des essais Scarf modifié. La *Figure IV. 13-c* présente la corrélation de sept paramètres en fonction de l'amplitude et de la fréquence pic. Le résultat montre que les paramètres acoustiques : fréquence pic (P-Freq), fréquence centroïde (C-Freq) et énergie (Energy) sont les moins corrélés avec l'amplitude. Vis-à-vis de la fréquence pic (P-Freq), les paramètres les moins corrélés sont : l'amplitude (Amp), l'énergie (Energy) et la durée du signal (duration). L'analyse combinée des valeurs du score Laplacien et des coefficients de corrélation nous conduit à sélectionner quatre paramètres (Amplitude, Energie, Fréquence Centroïde et Fréquence pic) pour proposer une classification non supervisée des données acoustiques.

Pour différents nombres de classes, l'évaluation mathématique des indices de clustérisation (DB, SC) en fonction du nombre de classes est présentée en *Figure IV. 13-b*. Les résultats montrent que lors des essais Scarf modifié ($\delta = 0^\circ, 22.5^\circ$ et 45°), le nombre de classes qui conduit à une maximisation de l'indice SC et une minimisation de l'indice DB est de quatre. Par la suite les évènements acoustiques seront distribués sur quatre « Clusters ».

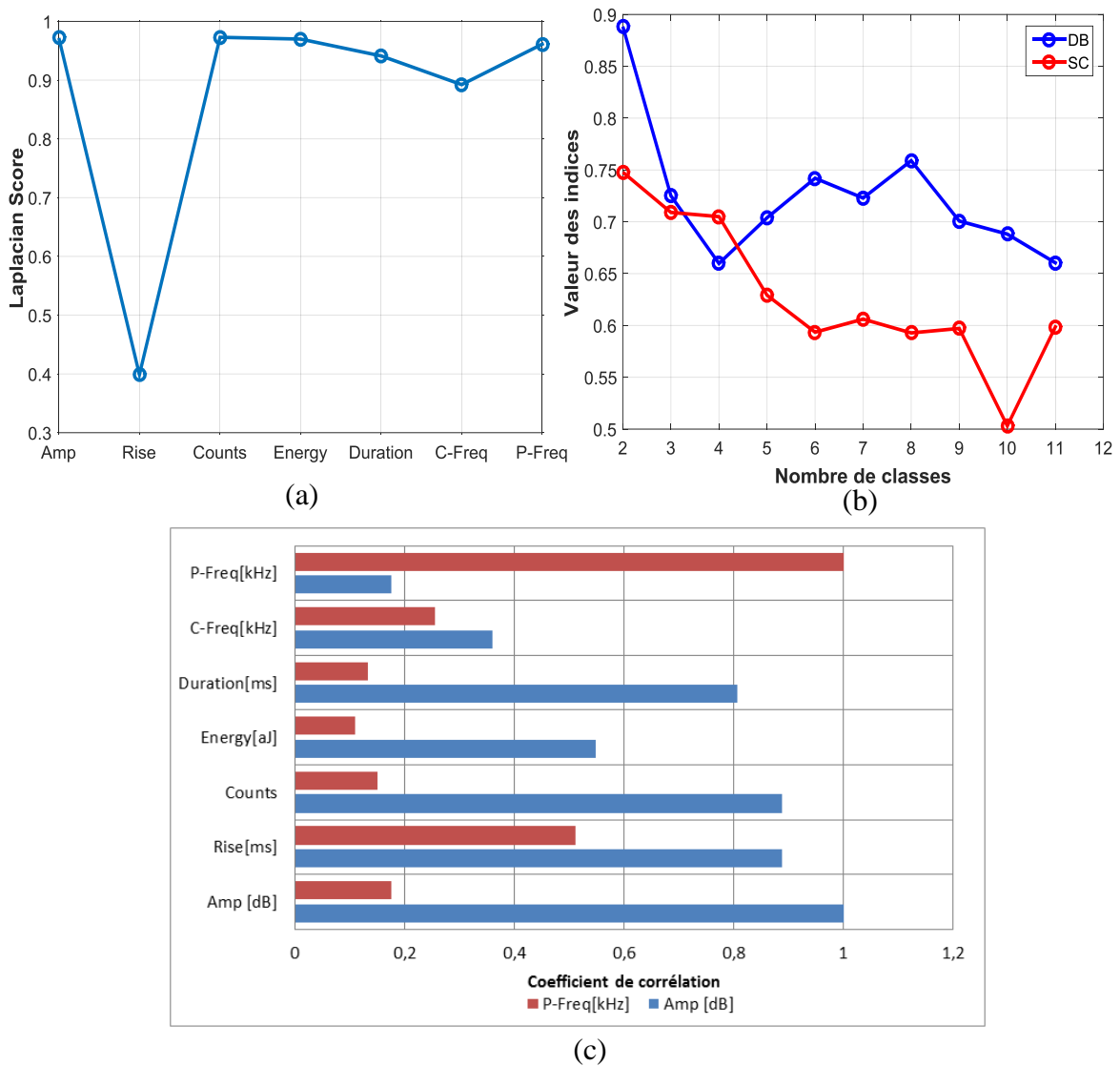


Figure IV. 13. Clustérisation des évènements acoustiques (a) score Laplacien, (b) coefficients de corrélation, (c) nombre optimal de classes.

IV.2.1. Classification EA d’essais monotones jusqu’à rupture

IV.2.1.1. Classification des évènements acoustiques

Pour chacune des configurations de l’éprouvette Scarf modifié, une représentation graphique des évènements des quatre classes identifiées, est faite dans le plan Amplitude – Fréquence pic (Figure IV. 14). Les résultats montrent que pour les trois configurations, les évènements acoustiques sont répartis sur deux bandes de fréquence : l’une entre 150 et 200 kHz, et l’autre entre 200 et 350 kHz encadrant la fréquence de résonance (300 kHz) du capteur. Au vu de ces résultats, il est possible d’identifier pour les configurations $\delta = 0^\circ$ et 45° des zones sur lesquelles il est possible de trouver les frontières entre classes. Cependant, pour la configuration $\delta = 22.5^\circ$, il est difficile de définir des frontières.

Pour la configuration $\delta = 45^\circ$ sur la bande inférieure, une frontière établie à $73 \pm 1.5 \text{ dB}$ sépare le Cluster #3 du Cluster #4. Sur la deuxième bande, la frontière entre le Cluster #1 et le Cluster #2, se situe aux alentours de $65 + 2.5 \text{ dB}$. Cependant, pour la configuration $\delta = 0^\circ$ la taille de ces zones se réduit, permettant d'identifier plus facilement la frontière : une première à $73 \pm 0.5 \text{ dB}$ sépare le Cluster #3 du Cluster #4, et un deuxième à $65 \pm 1.5 \text{ dB}$ qui sépare le Cluster #1 et le Cluster #2. A ce niveau, il est également constaté que le Cluster #2 et le Cluster #3 ont tendance à s'entremêler et établir une frontière devient alors plus difficile.

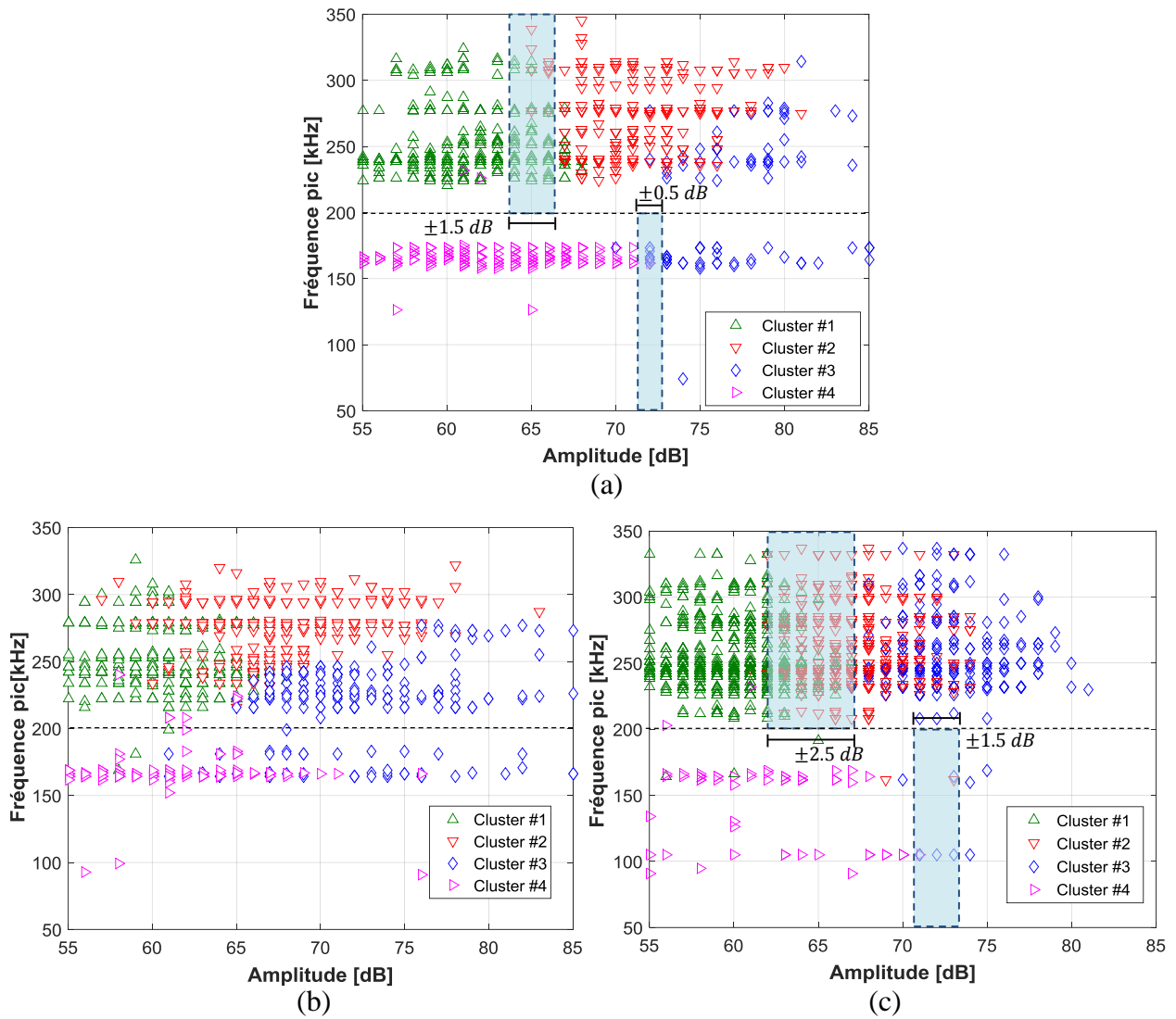


Figure IV. 14. Classification des événements acoustiques de l'essai Scarf modifié (a) 0° , (b) 22.5° , (c) 45° .

IV.2.1.2. Localisation linéaire des événements acoustiques

La localisation linéaire (entre capteurs) des événements acoustiques dans le joint de colle est présentée en fonction de la force appliquée (axe des abscisses), comme illustré sur la Figure IV. 15. En général, les événements des différentes classes sont présents sur toute la longueur du joint.

Cependant, les observations au microscope numérique des faciès de rupture n'ont pas apporté d'informations permettant d'identifier les différents mécanismes d'endommagement associés à chacune des classes identifiées.

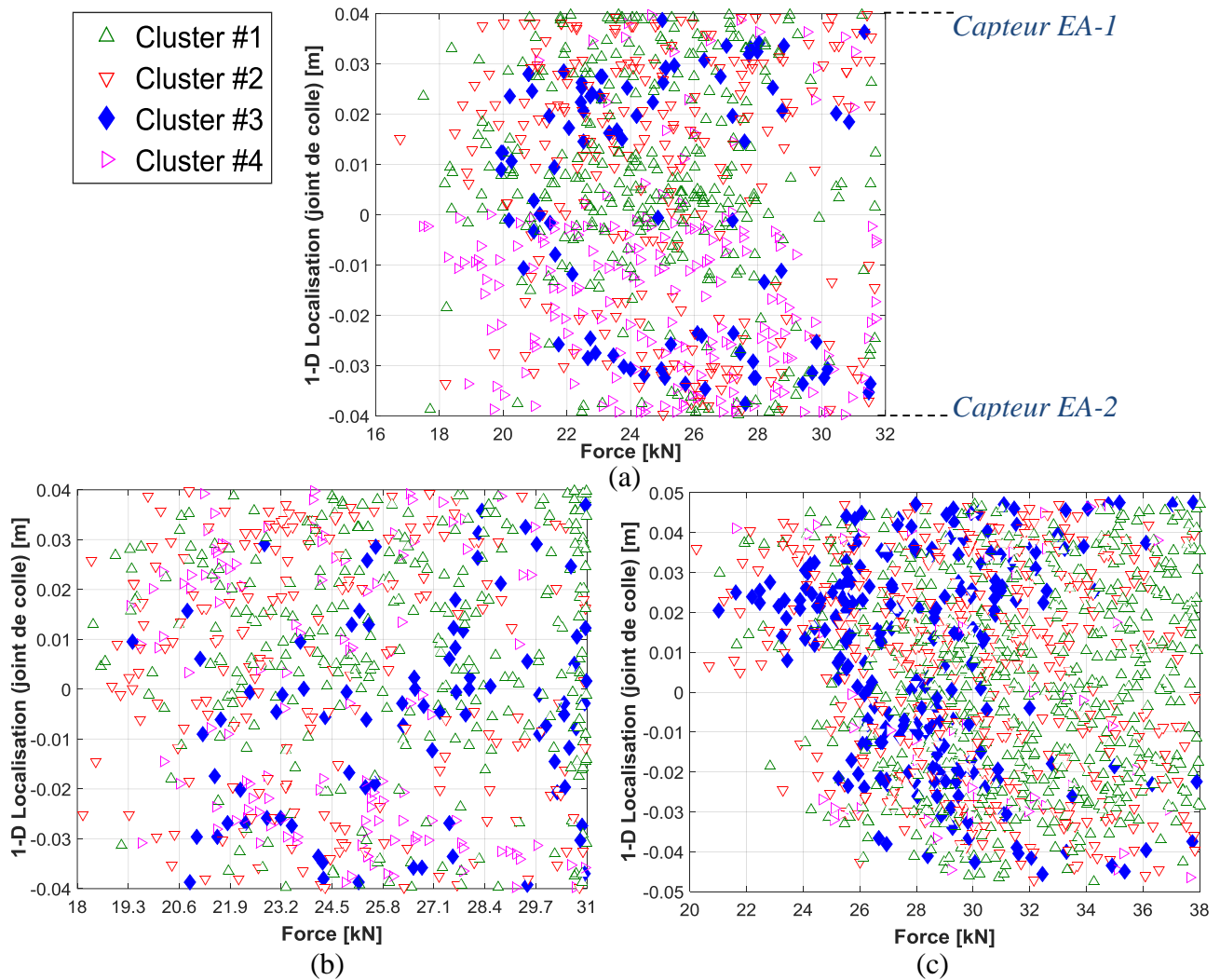


Figure IV. 15. Localisation des événements acoustiques au cours de l'essai Scarf modifié (a) 0° , (b) 22.5° , (c) 45° .

Les résultats de localisation des événements acoustiques montrent que pour différents modes de sollicitation du joint de colle, les premiers événements qui apparaissent sont affectés au Cluster #1 et au Cluster #2, et sont détectés peu après le dépassement de la limite d'élasticité (*cf.* chapitre II). Les événements du Cluster #3 commencent à apparaître lorsque la force appliquée atteint $\sim 60\%$ de la valeur à rupture. Pour les configurations $\delta = 0^\circ$ et 45° , les mesures acoustiques de la classe #3 laisse apparaître une forme en cloche qui débute au centre du joint de colle et s'étend, au fur et à mesure que la force en augmente, vers les extrémités (bras). Cependant, lors de l'essai Scarf modifié $\delta = 22.5^\circ$ cette forme cloche n'est pas visible.

Au travers de cette analyse, le Cluster #3 pourrait être directement liée à la microfissuration dans le joint de colle et les Clusters #1, #2 et #4 reliés à la déformation de la marquissette. Selon cette hypothèse, il serait possible de réaliser une évaluation quantitative de la progression de l'endommagement de la surface collée au cours de l'essai, comme illustré sur la *Figure IV. 16*.

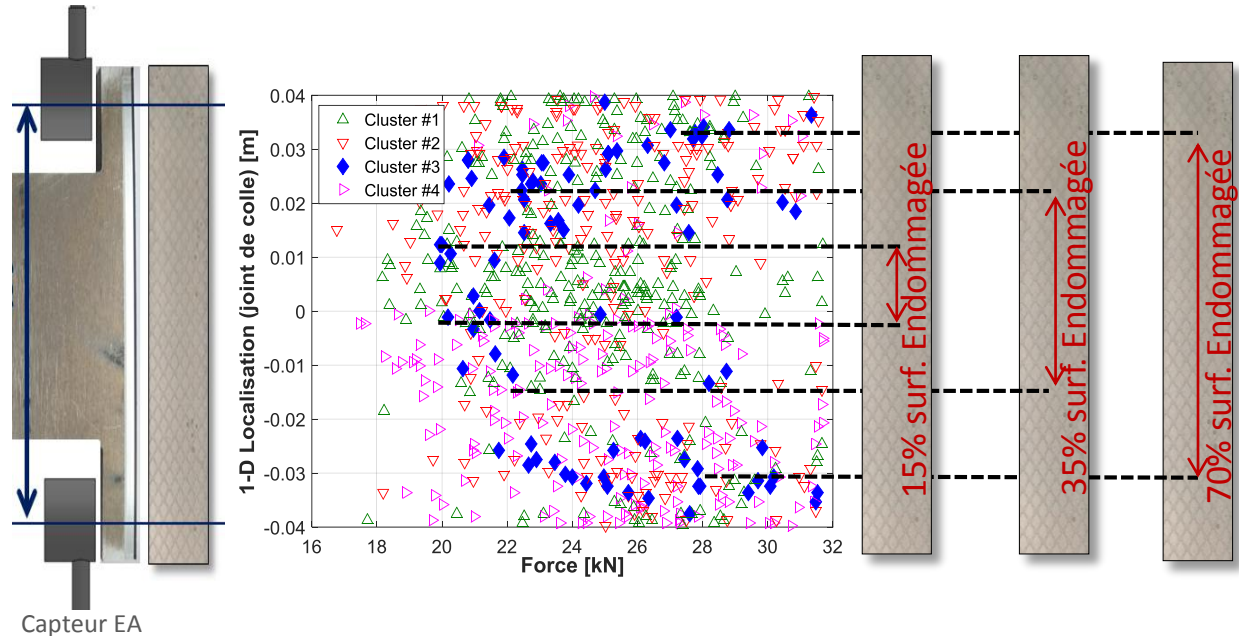


Figure IV. 16. Estimation de l'endommagement de la surface collée.

IV.3. Analyse de l'endommagement par tomographie à rayons X

Comme exposé précédemment, l'analyse des faciès de rupture des éprouvettes Scarf modifié n'est pas suffisante pour caractériser les phénomènes d'endommagement à l'origine des sources d'EA. Cependant, la technique de tomographie semble bien adaptée pour répondre à cette problématique.

IV.3.1. Essais Scarf modifié interrompus

Des essais monotones interrompus à différents stades de chargement (définis au moyen de l'activité acoustique) ont été réalisés au sein du laboratoire de Safran Composites. L'objectif ici est de réaliser des scans tomographiques lors de ces interruptions et de relier les phénomènes observés à des événements acoustiques. Ces informations pourront être utilisées afin de caractériser l'endommagement des assemblages de type Scarf modifié (*Figure IV. 17-b*). Etant donné que le tomographe utilisé n'intègre pas de platine de traction, l'éprouvette est sollicitée dans une machine de traction électromécanique à une force définie au préalable. Lorsque l'effort prédéfini est atteint, l'éprouvette est déchargée, démontée, puis passée au tomographe, et une fois le scan terminé,

l'éprouvette est à nouveau sollicitée et la procédure répétée.

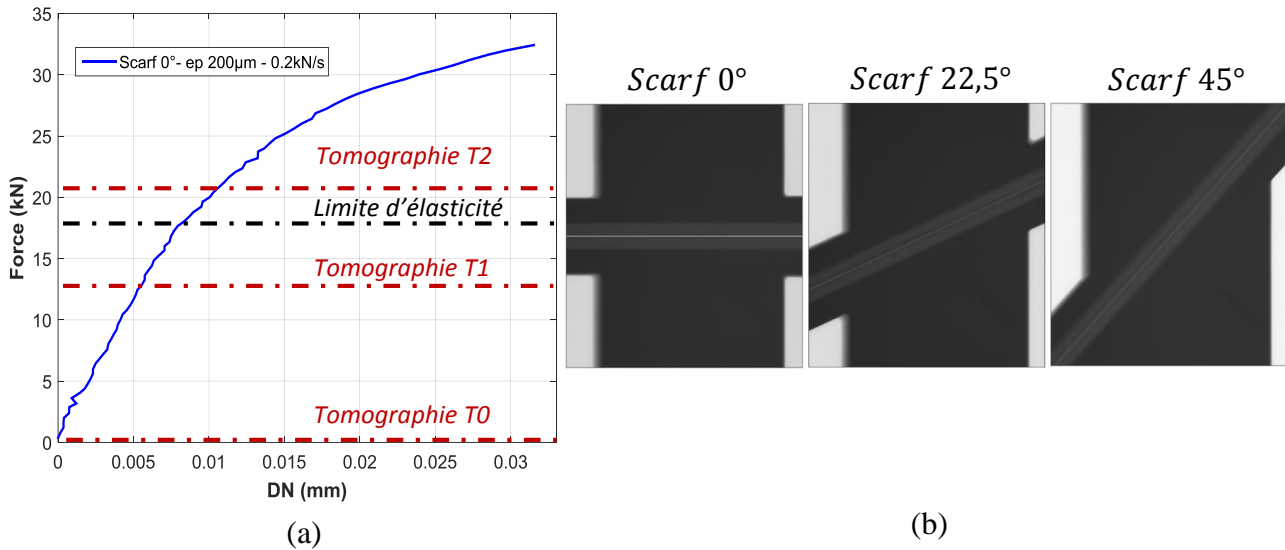


Figure IV. 17. (a) Analyses tomographiques à différents stades lors des essais Scarf modifié, (b) images tomographiques des éprouvettes Scarf modifié.

La Figure IV. 17-a montre les trois stades prédéfinis pour les analyses tomographiques des échantillons Scarf modifié. Une première analyse est réalisée à l'état initial avant la sollicitation mécanique. Celle-ci permet de connaître l'état du joint de colle à l'issue de la polymérisation. Une seconde analyse tomographique est faite avant d'atteindre la limite d'élasticité, dans le but de vérifier que l'adhésif n'est pas endommagé avant l'apparition des premiers événements d'EA. Enfin, la dernière analyse est réalisée après le dépassement de la limite d'élasticité, ce qui permettra d'identifier les mécanismes d'endommagement associés aux signaux acoustiques. Le Tableau 3, présente les niveaux d'effort appliqués avant les différents scans tomographiques pour chaque configuration de type Scarf modifié. Cependant, les résultats présentés dans cette section correspondent uniquement à la configuration $\delta = 0^\circ$, étant donné que des résultats très similaires ont été observés pour les deux autres configurations.

Tableau 3. Efforts à chaque analyse tomographique.

Stades de tomographie	Effort $\delta = 0^\circ$ (kN)	Effort $\delta = 22.5^\circ$ (kN)	Effort $\delta = 45^\circ$ (kN)
Tomographie T0	0	0	0
Tomographie T1	14	16	18
Tomographie T2	20	26	27

IV.3.1.1. Tomographe

Les paramètres principaux du tomographe GE V|Tome|X L450/300 utilisé lors de cette analyse, sont résumés dans le Tableau 4.

Tableau 4. Paramètres du système tomographique.

Paramètre	Tension source RX	Intensité source RX	Projections sur 360°	Temps d'exposition	Moyenne	Durée scan	Taille voxel
Valeur	140 (kV)	250 (µA)	2000	131 (ms)	3 images/projection	18 (min)	30 (µm)

IV.3.1.2. Analyse des données acoustiques

Une machine d'essai électromécanique a été utilisée pour réaliser ces essais à température ambiante et en déplacement imposé à 0.5 mm/min. Dans ces conditions expérimentales, le seul paramètre acoustique modifié est le seuil d'acquisition, fixé à 35 dB. La Figure IV. 18 montre la localisation linéaire des sources acoustiques en fonction de la force relevée avant les deuxième et troisième interruptions, pour un l'échantillon Scarf modifié $\delta = 0^\circ$. Lors du premier niveau de sollicitation, très peu d'évènements ont été enregistrés et localisés dans le joint de colle. Cependant, à ce stade, la limite d'élasticité n'est pas atteinte, ce qui permet de conclure que ces évènements correspondent au bruit de la machine ou au glissement/frottement de l'éprouvette dans les mors de la machine. Au deuxième niveau de sollicitation, de nombreux évènements (endommagement) caractérisés par un niveau d'amplitude dans l'intervalle [35,100]dB sont enregistrés à partir de 15kN et au centre du joint de colle. Lorsque l'effort augmente, l'apparition des évènements est détectée sur toute la longueur du joint de colle. A ce stade, l'éprouvette est démontée de la machine d'essai et scannée au tomographe.

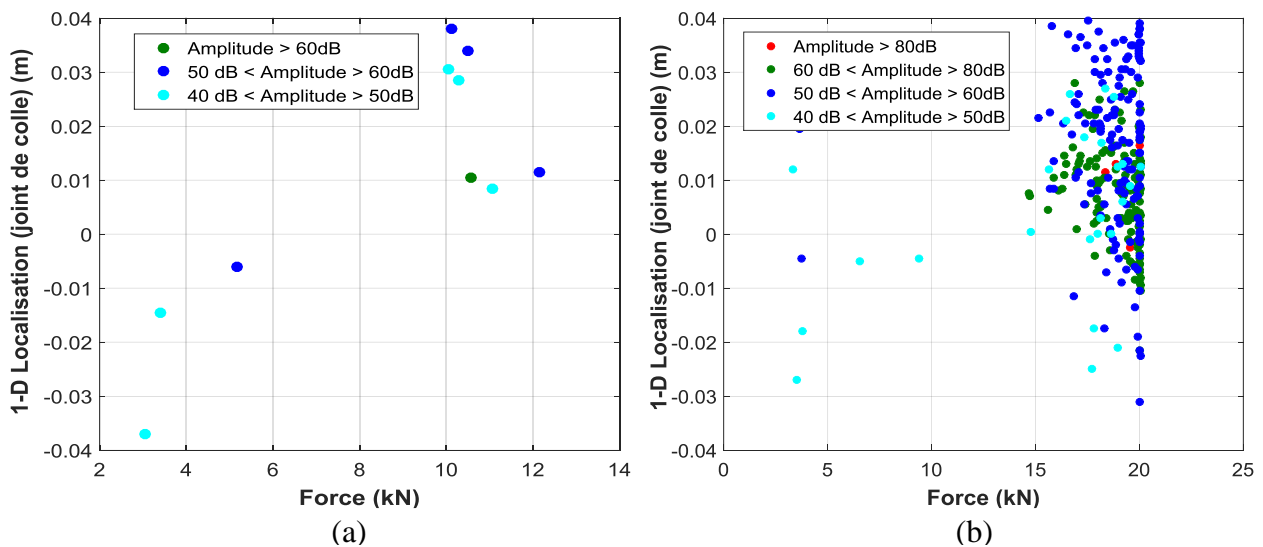


Figure IV. 18. Localisation linéaire des sources d'EA, (a) stade T1, (b) stade T2.

IV.3.1.3. Analyse des images tomographiques

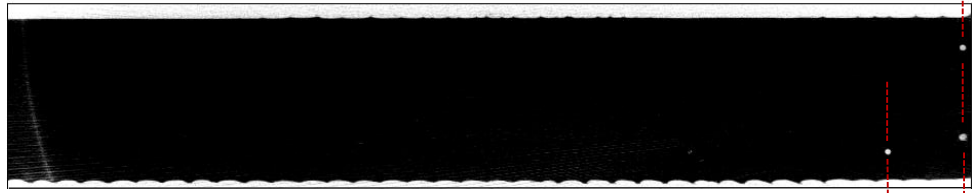
Les images tomographiques obtenues ont été assemblées afin de reconstruire les coupes du volume de l'échantillon. Ensuite, un post-traitement est appliqué pour ne conserver que le volume du joint de colle, et corriger les artefacts dus au faisceau ou aux bruits parasites. La *Figure IV. 19* présente l'image tomographique du joint de colle à chaque stade de scan réalisé.

A l'état initial (*Figure IV. 19-a*), l'image tomographique permet de s'assurer qu'il n'y a pas de défauts apparents à l'exception de quelques bulles d'air, repérées aux extrémités du bras. L'analyse tomographique (*Figure IV. 19-b*) au stade T1 (solicitation inférieure à la limite d'élasticité), ne montre aucun changement significatif de l'état du joint de colle ni aucune évolution de la taille des bulles. Lors du dernier scan tomographique, au-delà de la limite d'élasticité (stade T2), le joint de colle n'a pas pu être scanné intégralement, comme illustré sur la *Figure IV. 19-c*. De manière générale, l'état du joint au dernier stade ne présente pas d'endommagement visible, malgré ce qui a été mis en évidence grâce aux analyses acoustiques. Cependant, il est possible de percevoir des cavités (cercles rouges, *Figure IV. 19-c*) qui pourraient être liés à l'endommagement.

Les résultats de cette analyse, ont permis de mettre en avant deux conclusions. La résolution minimale du tomographe (30 μm) utilisée, n'est pas suffisante pour caractériser l'endommagement des éprouvettes Scarf modifié. De plus, il est possible que lors de la phase de décharge, la fermeture des fissures se produise. C'est pourquoi, afin de répondre à cette problématique, il est proposé de redimensionner les échantillons Scarf, et d'utiliser un système tomographique plus adapté, afin notamment de maintenir l'éprouvette sollicitée lors des scans.

Analyse tomographique T0 "état initial "

(a)



Analyse tomographique T1 "avant limite d'élasticité"

(b)



Analyse tomographique T2 "après limite d'élasticité"

(c)



Figure IV. 19. Analyse tomographique de l'échantillon Scarf modifié 0° (a) état initial, (b), tomographique T1, (c) tomographique T2

IV.3.2. Essais interrompus sur éprouvettes mini-Scarf

Cette section a pour but de présenter les travaux collaboratifs (auxquels j'ai participé) menés entre Safran Composites et le laboratoire MATEIS de l'INSA Lyon, lors d'un projet de fin d'études réalisé par J. Minvielle [25]. Ces travaux visent à caractériser l'endommagement du joint de colle à partir des éprouvettes mini-Scarf (Figure IV. 20) instrumentées par EA et par tomographie à rayon X.

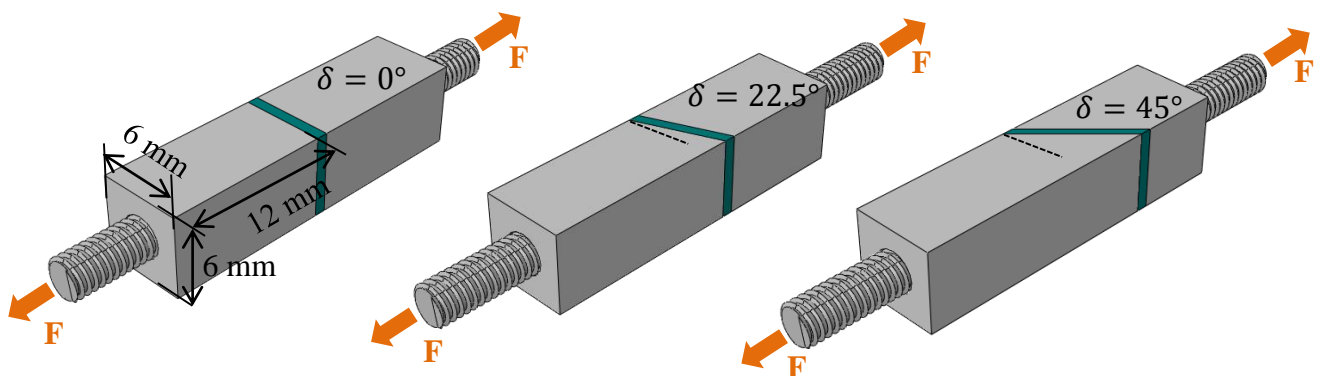


Figure IV. 20. Géométrie des échantillons.

L'utilisation des éprouvettes à géométrie réduite, permet de s'adapter au système de tomographie à rayon X étant d'obtenir une meilleure résolution (taille du voxel). Cependant, l'usinage des bras et des becs des éprouvettes Scarf modifié, reste une opération complexe à cette

échelle. En conséquence, il a été proposé d'utiliser des éprouvettes Scarf à échelle réduite dans le but de garder les mêmes sollicitations ($\delta = 0^\circ, 22.5^\circ$ et 45°) utilisées dans ce travail de thèse. Néanmoins, de fortes concentrations de contraintes sont atteintes au niveau des bords libres.

IV.3.2.1. *Système de tomographie par rayons X*

Le système de tomographie utilisé dans cette étude est le Phoenix VtomeX. Il est composé d'un émetteur de faisceau de rayons X, d'un détecteur de type Varian Paxscan avec une matrice de 1920×1536 pixels, ainsi que d'une platine de traction. Cette platine est constituée d'une part d'un moteur permettant de tourner l'échantillon sur son axe propre et, d'autre part d'une vis sans fin reliée à un moteur afin de transmettre un effort de traction à l'échantillon (*Figure IV. 21*). Les principaux paramètres utilisés lors des acquisitions sous tomographe, sont résumés en annexe A.5.

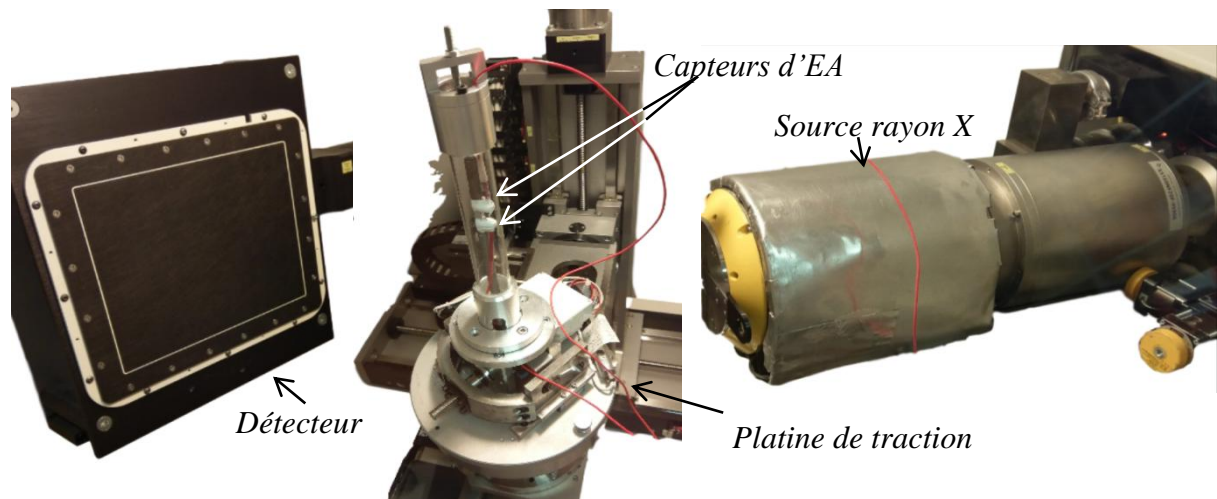


Figure IV. 21. Système de tomographie Phoenix VtomeX.

IV.3.2.2. *Préparation des éprouvettes mini-Scarf*

Les éprouvettes mini-Scarf munies d'un joint de colle de $200 \mu\text{m}$ et $400 \mu\text{m}$ sont découpées au jet d'eau (*Figure IV. 22-a*) à partir d'échantillons Scarf modifié. Les substrats sans becs utilisés présentent une section usinée afin d'obtenir une largeur de joint de 6 mm (*Figure IV. 22-b*). Cette procédure a été adoptée dans le but de garder le protocole et dispositif de collage utilisés auparavant dans cette étude (*cf. Chapitre II*). Une fois les éprouvettes mini-Scarf obtenues, des trous taraudés de profondeur 7 mm sont réalisés afin de pouvoir assurer la transmission de l'effort dans la direction de traction. Le collage et la préparation des éprouvettes mini-Scarf ont été réalisés au sein de l'IRDL en appliquant l'adhésif supporté, puis les échantillons ont été envoyés au laboratoire MATEIS, où les essais ont été réalisés.

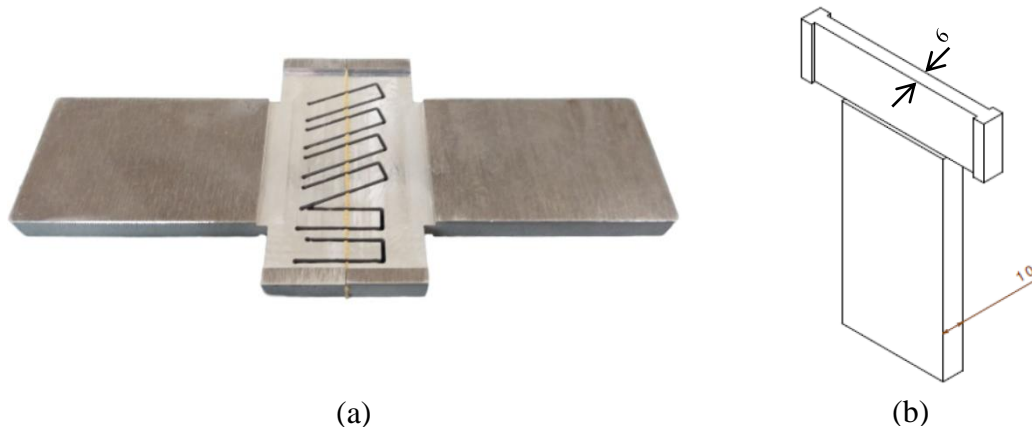


Figure IV. 22. (a) Obtention des éprouvettes mini-Scarf, (b) plan des éprouvettes Scarf modifié sans bec (largeur 6 mm).

IV.3.2.3. Mise en place dans la machine d'essai et déroulements des essais

Une analyse sur la sensibilité de trois capteurs (Nano30, S9225 et Pico) a été réalisée, afin de sélectionner le capteur le plus adapté à ce type d'essai. Le résultat a mis en évidence que l'amplitude enregistrée par les capteurs S9225 et Pico diminue significativement avec la distance d'apparition de la source d'EA. Aussi, seul le capteur Nano30 sera retenu comme dans le cas des essais Scarf modifié. Les mêmes paramètres d'acquisition (cf. section IV.1.4) seront utilisés à l'exception du seuil d'acquisition fixé à 35 dB.

Les capteurs d'EA sont couplés à l'échantillon en utilisant un ruban de téflon enroulé autour des capteurs et du gel silicone qui favorise la transmission (Figure IV. 23-a). Le premier capteur est positionné à une distance de 7mm et le second à une distance de 5mm du joint de colle, afin d'éviter que les capteurs ne fassent obstacle au faisceau RX lors de la rotation. L'échantillon est vissé sur les tiges de la platine de traction avec un léger jeu qui permettra par la suite l'alignement de l'éprouvette lors de la mise sous tension. La sollicitation des échantillons est réalisée à différents paliers d'effort, et une fois le palier atteint, une petite décharge est appliquée suivi d'un plateau d'effort constant, comme illustré sur la Figure IV. 23-b. La décharge a pour objectif de limiter les effets dus à la relaxation et ainsi d'éviter une rupture prématurée de l'échantillon. Les essais sont pilotés en déplacement imposé à 0.001 mm/s. L'activité acoustique est enregistrée au cours des phases de chargement et les scans tomographiques sont menés, une fois l'effort stabilisé, sur une durée de 27 min avec taille du voxel de 4.5 µm. Les valeurs d'effort des paliers sont différentes pour chaque essai, étant donné que l'activité acoustique est faible et concentrée à la fin de l'essai.

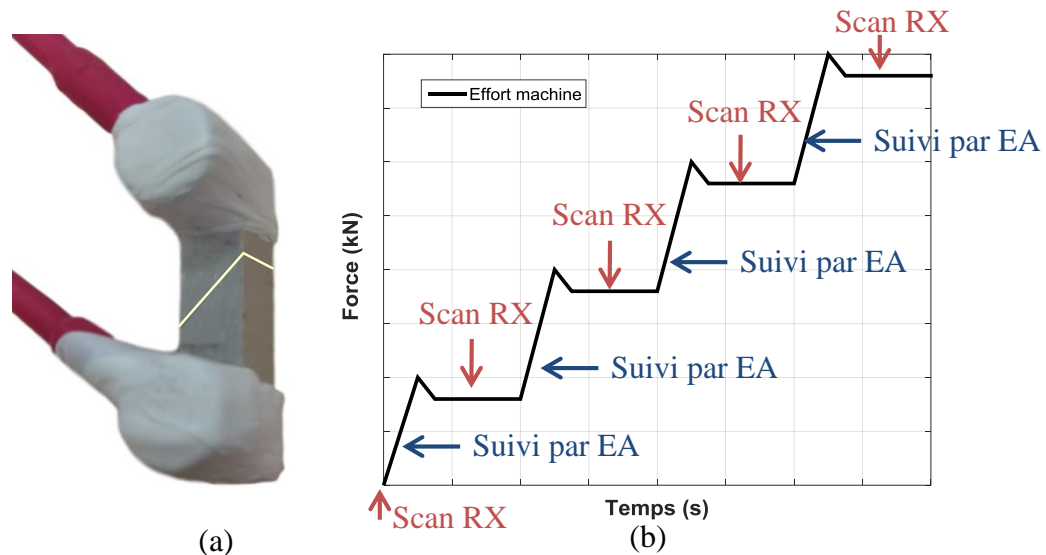


Figure IV. 23.(a) Préparation de l'essai mini-Scarf, (b) effort appliqué.

IV.3.2.4. Récapitulatif des essais

Neuf éprouvettes instrumentées par EA et tomographie à rayon X ont été sollicitées, le *Tableau 5* résume les résultats des essais les pour chacune des configurations et pour chaque épaisseur (200 μm et 400 μm).

Tableau 5. Récapitulatif des essais.

Configuration	Nom / épaisseur	Hits/Events	Rupture (N)
Mini-Scarf 0°	Mini-Scarf 0°-1 ép-200 μm	656/217	1330
	Mini-Scarf 0°-2 ép-400 μm	188/61	1270
Mini-Scarf 22.5°	Mini-Scarf 22.5°ép-200 μm	1766/147	1340
Mini-Scarf 45°	Mini-Scarf 45°-1 ép-200 μm	94/4	1701
	Mini-Scarf 45°-2 ép-400 μm	475/139	1582

IV.3.2.5. Résultat des essais mini-Scarf

Cette section a pour objectif de présenter les résultats les plus représentatifs obtenus lors des essais sur éprouvettes mini-Scarf.

(a) Emission acoustique

Le suivi de l'activité acoustique lors d'essais à paliers multiples n'est pas exploitable, étant donné que l'apparition d'évènements s'est produite lors de la rupture de l'éprouvette. Néanmoins, une analyse de l'activité acoustique lors d'essais de traction monotone hors tomographe a été réalisée. Les capteurs acoustiques sont positionnés selon l'axe longitudinal de l'échantillon. De ce

fait, la localisation des événements acoustiques des éprouvettes mini-Scarf, est plus difficile à obtenir avec précision, à cause de la faible épaisseur du joint de colle. La *Figure IV. 24* montre l'activité acoustique enregistrée au cours du temps lors des essais mini-Scarf 0° : Aucun événement n'est localisé à proximité du joint de colle, avant la rupture. Les événements enregistrés avant la rupture peuvent être dus au frottement au niveau des vis. A contrario, les événements acoustiques des essais mini-Scarf 45° , sont localisés au niveau du joint de colle (*Figure IV. 25*). Cependant, les sources d'EA sont générées à la fin de l'essai.

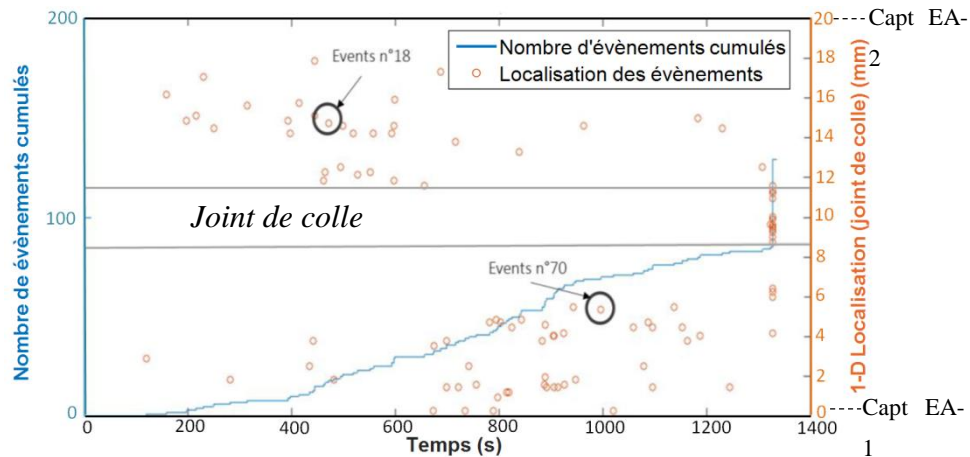


Figure IV. 24. Suivi de l'activité acoustique dans un essai mini-Scarf 0° 400 μ m [25].

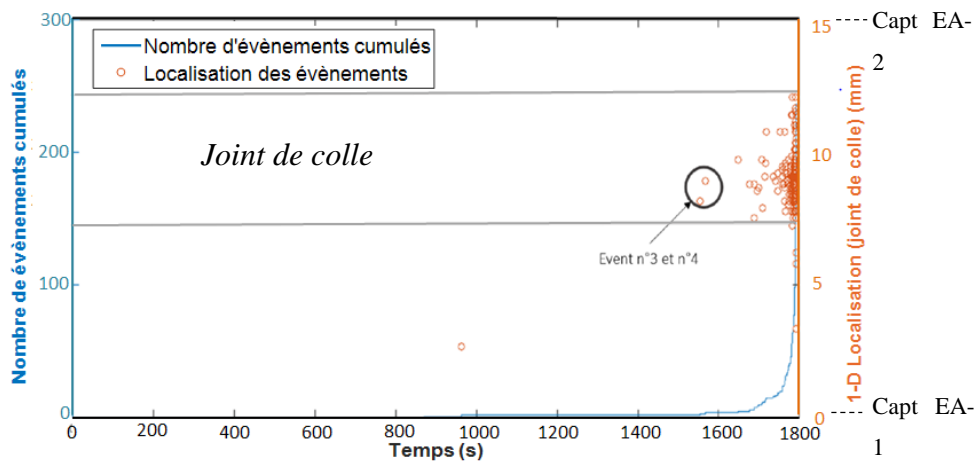


Figure IV. 25. Suivi de l'activité acoustique dans un essai mini-Scarf 45° 400 μ m [25].

(b) Analyse des images tomographiques

Lors du post-traitement des images tomographiques, celles du joint de colle sont isolées, soit un total de 50 images (slides) pour chaque scan. La plupart des images tomographiques présentent du bruit qui pourrait éventuellement être lié au contraste entre les densités des matériaux, ainsi qu'à

la qualité du faisceau ou du détecteur. Cependant, les images tomographiques permettent de distinguer le quadrillage de la marquissette (cercle gris, *Figure IV. 26*).

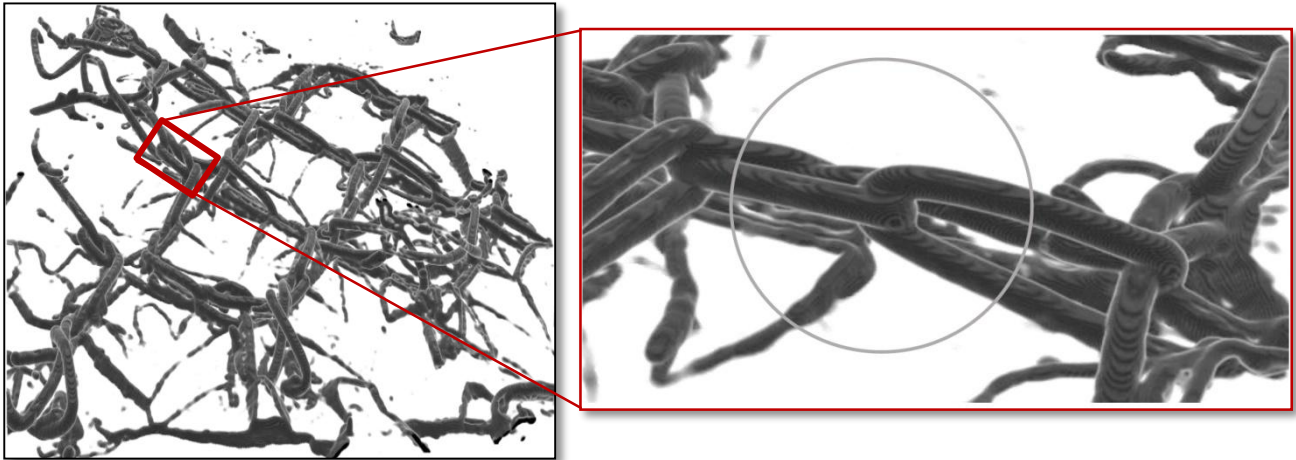


Figure IV. 26. Reconstruction volumique de la marquissette à partir d'images tomographiques [25].

○ Eprouvette mini-Scarf 0 :

La *Figure IV. 27* montre les analyses tomographiques du joint de colle pour l'échantillon mini-Scarf 0° d'épaisseur 200 μm , lors de l'état initial et lors du dernier scan (1200 N) avant rupture. Il est possible d'observer de « points noirs », dans des zones très localisées à certains endroits de la marquissette (*Figure IV. 27-a*). Au fur et à mesure que l'effort augmente, ce phénomène s'accroît, le nombre de points augmente, comme illustré sur la *Figure IV. 27-b* avant la rupture. Son suivi au cours des différents scans tomographiques, permet d'identifier qu'à partir de 800N la taille de ce points augmente (*Figure IV. 28*).

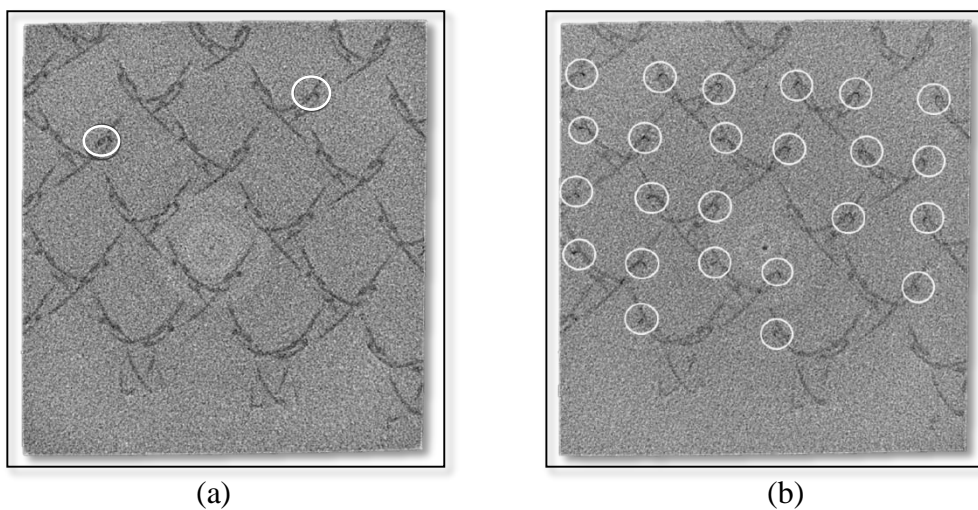


Figure IV. 27. Image tomographique (a) état initial, (b) dernier scan [25].

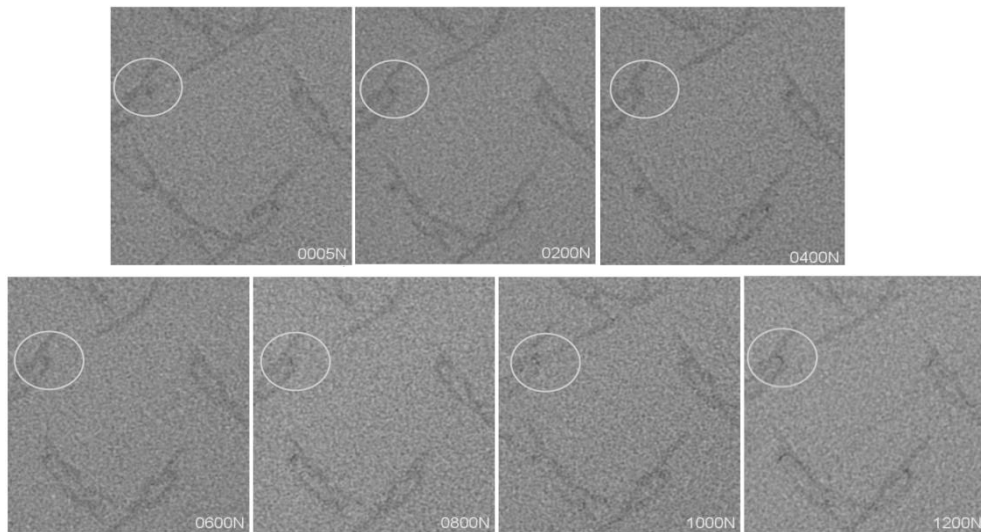


Figure IV. 28. Évolution au cours de l'essai [25].

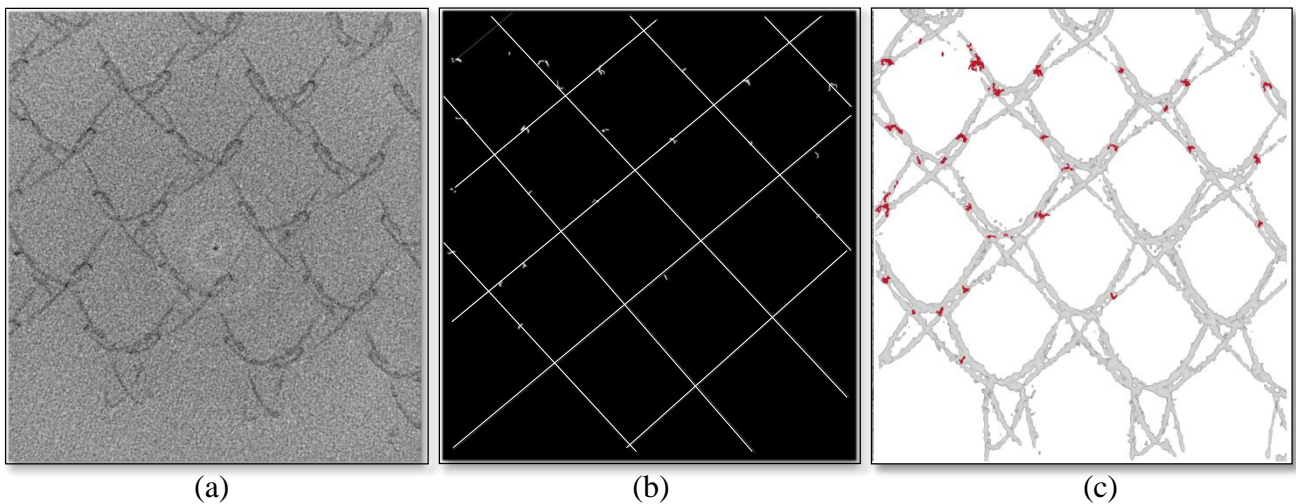


Figure IV. 29. Image tomographique dernier scan (a) filtre gaussien, (b) avec filtre, (c) reconstruction volumique [25].

La résolution et les bruits parasites des images tomographiques, ne permettent pas d'identifier directement les mécanismes d'endommagement liés aux phénomènes observés. Cependant, une technique de marquage manuel (à partir des faciès de rupture) a permis de répondre à cette problématique. Il est observé que les phénomènes de points noirs sont positionnés de façon précise, sur les côtés des mailles (Figure IV. 29-b). La reconstruction des images 3D à partir de coupes permet de conclure sur l'apparition d'une décohésion (ou microfissuration) autour des fibres de nylon (Figure IV. 29-c).

- Eprouvette mini-Scarf 22.5° et 45°:

L'observation des échantillons 22.5° et 45° par tomographie à rayon X est différente et plus complexe que celle sur mini-scarf 0°, car le faisceau de rayons X traverse nécessairement une

épaisseur d'aluminium pendant les scans. Ainsi, la qualité des images obtenues diminue (bruit parasite plus important) et il n'est pas possible de visualiser la marquise. Néanmoins, l'analyse menée sur les essais mini-Scarf 45° permet d'identifier l'endommagement dans le joint de colle (*Figure IV. 30*). A contrario de la configuration mini-Scarf 0°, l'endommagement observé sur ces configurations est localisé à proximité des intersections du quadrillage.

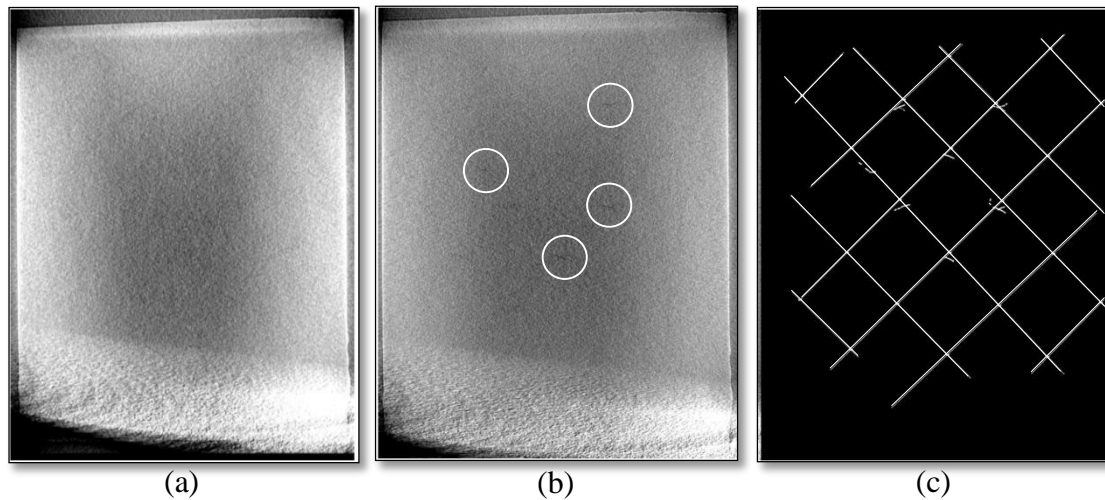


Figure IV. 30. Mini-Scarf 45°, (a) état initial, (b) dernier scan, (c) endommagement [25].

IV.4. Conclusion

L'objectif principal du chapitre portait sur la caractérisation des mécanismes d'endommagement au sein d'assemblages Scarf modifié, à partir du suivi de l'activité acoustique lors d'essais mécaniques. Tout d'abord, une comparaison de l'activité acoustique a été réalisée entre l'adhésif supporté et non-supporté. Les résultats obtenus ont mis en évidence que les sources acoustiques enregistrées sont générées par la marquise. Puis, une analyse globale des sources acoustiques du joint de colle a été réalisée, en observant le nombre cumulé d'évènements et l'énergie libérée. L'évolution du nombre cumulé d'évènements a mis en évidence l'existence de quatre régimes acoustiques, qui pourront être reliés au comportement mécanique. Le dernier régime acoustique est souvent caractérisé par l'arrivée d'un nombre important d'évènements sur une plage de temps réduite. L'analyse de l'énergie a montré que la rupture de l'assemblage est accompagnée de sources d'EA fortement énergétiques.

La méthode de classification non-supervisée k-means++ a été utilisée, dans le but de regrouper les différentes sources d'EA en classes. Lors de cette classification sept paramètres acoustiques ont été sélectionnés (cinq dans le domaine temporel et deux dans le domaine fréquentiel), les paramètres acoustiques les moins corrélés pour classer la population sont : l'amplitude, l'énergie, la fréquence centroïde et la fréquence pic. L'évaluation des indices de

Davies-Bouldin et du coefficient de silhouette a montré que les sources d'EA peuvent être regroupées en quatre classes (clusters) bien distinctes, dans le plan de l'amplitude et de la fréquence pic. La localisation linéaire des événements acoustiques a mis en évidence que les événements correspondants au Cluster #3, naissent au centre de la surface collée et se concentrent vers les extrémités (bras) suivant une forme en cloche (cas 0° et 45°). Il semblerait que cette classe soit reliée à la microfissuration autour de la marquise et que les Cluster #1, Cluster #2 et Cluster #4 soient liés à la déformation de la grille au sein de l'adhésif. Cette classe permet de faire une estimation quantitative de la surface endommagée en faisant l'hypothèse que ces sources acoustiques sont liées à une microfissuration du joint de colle.

Une première tentative destinée à identifier les mécanismes d'endommagement de chacune de classes a été réalisée sur des essais Scarf modifié interrompus, instrumentés par EA et tomographie à rayon X. En termes d'EA, les résultats montrent la présence d'événements acoustiques peu après que la limite d'élasticité eut été dépassée. Cependant, la résolution de 30µm du tomographe utilisé n'a pas été suffisante pour visualiser l'évolution de l'endommagement dans le joint de colle, en raison de la taille de l'éprouvette. Une approche a été proposée dans le but de répondre à cette problématique, celle-ci vise à appliquer l'instrumentation du système d'EA et du tomographe à rayon X, sur des éprouvettes Scarf à géométrie réduite. Afin de pouvoir utiliser un système de tomographie de meilleure résolution (4.5µm), un travail a été mené dans le cadre d'un projet de fin d'études au laboratoire MATEIS (INSA-Lyon). Les conclusions de ce travail sont :

- Peu de signaux EA ont été enregistrés pour les essais sous tomographe. Aussi, l'analyse acoustique a été menée principalement sur des essais hors-tomographe. L'activité acoustique localisée entre les deux capteurs, présente une amplitude supérieure à 50 dB, tel qu'observé lors des essais Scarf modifié.
- Des analyses tomographiques, l'existence de points noirs, localisés au niveau des côtés des mailles de la marquise, a été mise en évidence. Ces phénomènes de forme incurvée sont observés dès l'état initial et évoluent (la taille augmente) lorsque l'effort appliqué augmente. A partir de ces analyses, il est possible de conclure que l'endommagement était dû à de la décohésion de l'adhésif au niveau de la marquise. Cependant, il n'est pas possible de le relier avec le Cluster #3 observé lors des essais Scarf modifié.

IV.5. Bibliographie

- [1] Norme AFNOR (Association française de normalisation) NF A 09-350. Vocabulaire utilisé en émission acoustique. Norme AFNOR 1984.
- [2] Patil S, Karkare B, Goyal S. Corrosion induced damage detection of in-service RC slabs using acoustic emission technique. *Constr Build Mater* 2017;156:123–30. doi:10.1016/J.CONBUILDMAT.2017.08.177.
- [3] Taura H, Nakayama K. Behavior of acoustic emissions at the onset of sliding friction. *Tribol Int* 2018;123:155–60. doi:10.1016/J.TRIBOINT.2018.01.025.
- [4] Dzaye ED, De Schutter G, Aggelis DG. Study on mechanical acoustic emission sources in fresh concrete. *Arch Civ Mech Eng* 2018;18:742–54. doi:10.1016/J.ACME.2017.12.004.
- [5] Kaiser J. An investigation into the occurrence of noises in tensile tests, or a study of acoustic phenomena in tensile tests. PhD Thesis 1950.
- [6] Barile C, Casavola C, Pappalettera G, Vimalathithan PK. Experimental wavelet analysis of acoustic emission signal propagation in CFRP. *Eng Fract Mech* 2018. doi:10.1016/J.ENGFRACTMECH.2018.05.030.
- [7] Zhou W, Zhao W, Zhang Y, Ding Z. Cluster analysis of acoustic emission signals and deformation measurement for delaminated glass fiber epoxy composites. *Compos Struct* 2018;195:349–58. doi:10.1016/J.COMPSTRUCT.2018.04.081.
- [8] de Oliveira R, Marques a. T. Health monitoring of FRP using acoustic emission and artificial neural networks. *Comput Struct* 2008;86:367–73. doi:10.1016/j.compstruc.2007.02.015.
- [9] Stackler M. Etude des endommagements dans les assemblages composites collés. 2015.
- [10] Godin N, Deschanel S, Courbon J. Émission acoustique: identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement et prévision de la durée de vie. *Matériaux Tech* 2009;97:35–42.
- [11] Godin N, Reynaud P, Fantozzi G. *Acoustic Emission and Durability of Composite Materials*. John Wiley & Sons; 2018.
- [12] Sensors GP. Sensor Summary Chart 2012.
- [13] Ravindra HV, Srinivasa YG, Krishnamurthy R. Acoustic emission for tool condition monitoring in metal cutting. *Wear* 1997;212:78–84. doi:10.1016/S0043-1648(97)00137-3.
- [14] Assi L, Soltangharaei V, Anay R, Ziehl P, Matta F. Unsupervised and supervised pattern

- recognition of acoustic emission signals during early hydration of Portland cement paste. *Cem Concr Res* 2018;103:216–25. doi:10.1016/J.CEMCONRES.2017.10.019.
- [15] Kravchuk R, Landis EN. Acoustic emission-based classification of energy dissipation mechanisms during fracture of fiber-reinforced ultra-high-performance concrete. *Constr Build Mater* 2018;176:531–8. doi:10.1016/J.CONBUILDMAT.2018.05.039.
- [16] Godin N, Huguet S, Gaertner R, Salmon L. Clustering of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers. *NDT E Int* 2004;37:253–64. doi:10.1016/J.NDTEINT.2003.09.010.
- [17] Li L, Lomov S V., Yan X, Carvelli V. Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven glass/epoxy composites. *Compos Struct* 2014;116:286–99. doi:10.1016/j.compstruct.2014.05.023.
- [18] Diakhate M, Bastidas-Arteaga E, Moutou Pitti R, Schoefs F. Cluster analysis of acoustic emission activity within wood material: Towards a real-time monitoring of crack tip propagation. *Eng Fract Mech* 2017;180:254–67. doi:10.1016/j.engfracmech.2017.06.006.
- [19] He X, Cai D, Niyogi P. Laplacian score for feature selection. *Adv. Neural Inf. Process. Syst.*, 2006, p. 507–14.
- [20] Davies DL, Bouldin DW. A cluster separation measure. *IEEE Trans Pattern Anal Mach Intell* 1979;224–7.
- [21] Bolshakova N, Azuaje F, Cunningham P. An integrated tool for microarray data clustering and cluster validity assessment. *Bioinformatics* 2004;21:451–5.
- [22] Aranganayagi S, Thangavel K. Clustering categorical data using silhouette coefficient as a relocating measure. *Conf. Comput. Intell. Multimed. Appl. 2007. Int. Conf.*, vol. 2, IEEE; 2007, p. 13–7.
- [23] Rousseeuw PJ, Kaufman L. Finding groups in data. *Ser 1990* 34 1990:111–2.
- [24] Li L, Lomov S V., Yan X. Correlation of acoustic emission with optically observed damage in a glass/epoxy woven laminate under tensile loading. *Compos Struct* 2015;123:45–53. doi:10.1016/j.compstruct.2014.12.029.
- [25] Minvielle J. Utilisation couplée de l'émission acoustique et de la tomographie pour étudier les mécanismes de déformation et d'endommagement d'assemblages collés. Lyon: 2018.

Chapitre V. SUIVI DES DEFORMATIONS PAR FIBRE OPTIQUE A RESEAU DE BRAGG

INTRODUCTION

De nombreuses techniques expérimentales telles que les jauges de déformation, la corrélation d'images numériques, l'interférométrie de moiré,... sont classiquement utilisées pour mesurer la déformation afin de caractériser le comportement mécanique des assemblages collés. Cependant, ces techniques donnent accès aux champs cinématiques uniquement en surface de l'échantillon [1]. Pour accéder aux informations dans le volume, il est indispensable d'utiliser une autre technique telle que l'analyse tomographique, l'émission acoustique ou bien la fibre optique à réseau de Bragg.

La fibre optique à réseau de Bragg est un capteur qui permet de mesurer à la fois les déformations dues à une sollicitation mécanique, et à une variation de température. Ce type d'instrumentation permet d'envisager une mesure précise au sein même de la structure lors des procédés de fabrication, et ainsi assurer un suivi tout au long de sa durée de vie.

Ce chapitre porte sur la faisabilité de l'implantation de capteurs à réseau de Bragg afin d'accéder aux informations (thermiques et mécaniques) au cœur de l'adhésif dans les échantillons de type Scarf modifié. Tout d'abord, nous allons présenter les phénomènes qui régissent les capteurs à réseau de Bragg. Puis, une étude numérique sur le caractère intrusif des fibres à réseau de Bragg sera menée lors d'une sollicitation thermique sur deux types d'échantillons : (i) massique et (ii) Scarf modifié. Par la suite, une analyse locale de la déformation longitudinale (ϵ_{xx}) lors du cycle de polymérisation sera effectuée, dans le but de permettre la validation d'un modèle numérique (thermomécanique) développé à Safran. Finalement le dernier point abordé vise à évaluer la faisabilité de l'introduction de la fibre optique à réseau de Bragg au milieu du joint de colle, lors d'une sollicitation bi-axiale quasi-statique au moyen d'éprouvettes Scarf modifié.

SOMMAIRE

V.1. Fibre optique à réseau de Bragg (FBG)	141
V.1.1. Principe de la fibre optique à réseau de Bragg (FBG).....	141
V.1.2. Choix de la fibre optique.....	143
V.1.3. Choix du réseau de Bragg.....	144
V.1.4. Interrogateur optique FS22-DI.....	144
V.2. Suivi des déformations lors de la phase de polymérisation.....	145
V.2.1. Etude de l'intrusivité de la FBG sur la mesure de la déformation thermique.	146
V.2.1.1. Intrusivité de la FBG sur un échantillon massif.....	146
V.2.1.2. Intrusivité de la FBG sur un échantillon Scarf modifié 0.....	148
V.2.1.3. Bilan sur le caractère intrusif de la fibre optique.....	149
V.2.2. Caractérisation expérimentale au moyen de la FBG.....	149
V.2.2.1. Caractérisation du coefficient photo-élastique du réseau de Bragg.....	150
V.2.2.2. Caractérisation du comportement thermique de l'adhésif structurel.....	151
V.2.2.3. Coefficient de dilatation thermique (CDT) des substrats métalliques.....	153
V.2.3. Mesure de la déformation résiduelle dans le joint de colle	154
V.2.3.1. Caractérisation expérimentale	154
V.2.3.2. Validation par EF de la déformation résiduelle	155
V.3. Suivi de la déformation du joint de colle lors des essais Scarf modifié.....	156
V.3.1. Modèle numérique de l'essai Scarf instrumenté par FBG.....	157
V.3.2. Influence de la fibre optique sur le comportement mécanique	159
V.3.3. Mesure de la déformation dans un échantillon sollicité en flexion 4 points....	160
V.3.4. Essais Scarf FBG	161
V.3.4.1. Caractérisation de la déformation (ϵ_{xx}) lors de l'essai Scarf modifié 0° ...	162
V.3.4.2. Caractérisation de la déformation (ϵ_{xx}) lors de l'essai Scarf modifié 45° .	163
V.3.4.3. Bilan.....	164
V.4. Conclusion.....	164
V.5. Bibliographie	166

V.1. Fibre optique à réseau de Bragg (FBG)

La fibre optique est constituée de deux milieux cylindriques d'indices de réfraction différents (le noyau et la gaine optique, *Figure V. 1-a*), permettant de confiner et de guider la lumière dans le noyau, dont le diamètre est de l'ordre de $8 \mu\text{m}$. Généralement, autour de la gaine optique, un revêtement (en polyacrylate, ou en polyamide) est ajouté, afin d'assurer la tenue mécanique et de faciliter la manipulation de la fibre optique.

La transmission de la lumière au sein de la fibre optique est basée sur le principe de la réflexion totale du rayon lumineux (à l'interface noyau/gaine optique). Dans le but de confiner la lumière et d'éviter une atténuation de l'intensité entre les deux milieux, il est nécessaire que l'indice de réfraction du noyau (η_N) soit plus élevé que celui de la gaine optique (η_{GO}) (*Figure V. 1-b*).

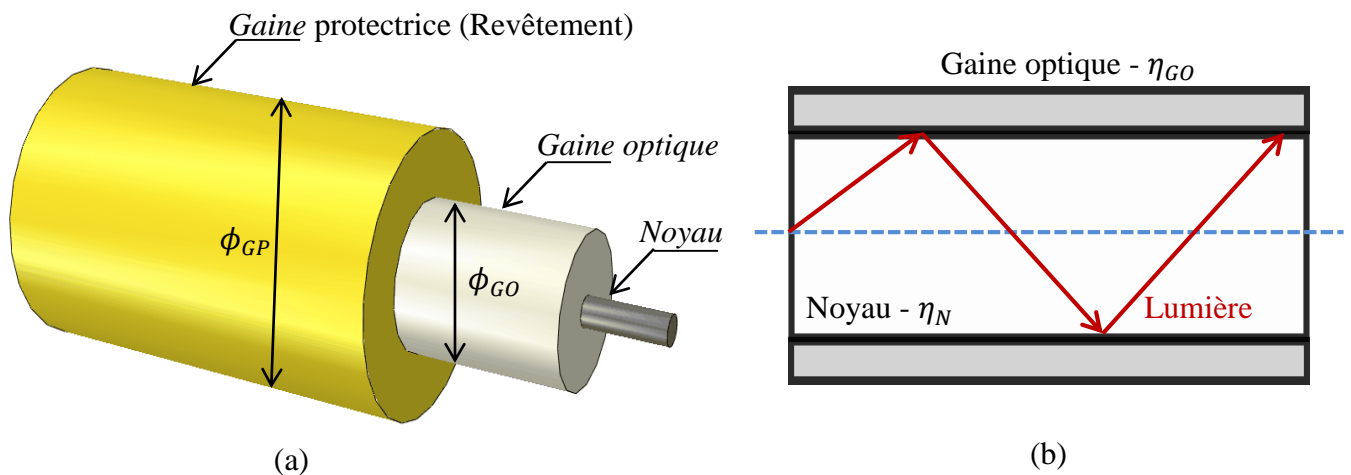


Figure V. 1. (a) Constitution d'une fibre optique, (b) Réflexion à l'interface noyau/gaine.

V.1.1. Principe de la fibre optique à réseau de Bragg (FBG)

La fibre optique à réseau de Bragg est constituée d'une microstructure périodique (réseau de Bragg) gravée sur quelques millimètres du noyau d'une fibre optique (de type télécommunication standard). Cette gravure est réalisée en exposant le noyau à une lumière ultraviolette de haute intensité (principe de photoinscription) ; processus qui induira un changement permanent des propriétés physiques de la fibre optique [2]. Le réseau de Bragg, fonctionne comme un miroir qui réfléchit une longueur d'onde λ_b lorsqu'un faisceau lumineux (tout le spectre de la lumière) se transmet par le noyau de la fibre [3], comme illustré sur la *Figure V. 2*.

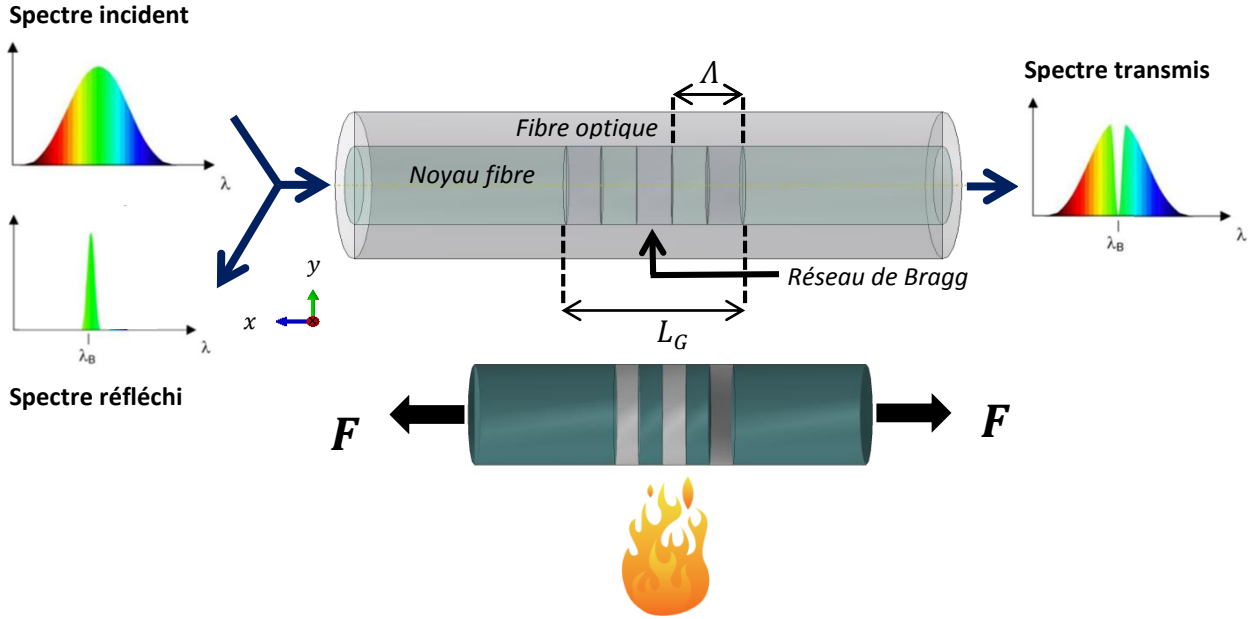


Figure V. 2. Principe de la fibre optique à réseau de Bragg.

La longueur d'onde réfléchie, est directement dépendante de l'indice de réfraction du noyau de la fibre optique η_{eff} , ainsi que de la périodicité du réseau de Bragg Λ , comme présenté dans l'équation 1 (loi de Bragg) [4,5].

$$\lambda_B = 2 \eta_{eff} \Lambda \quad (1)$$

Lorsque le réseau de Bragg se trouve sous sollicitation thermique et/ou mécanique dans la direction longitudinale (\vec{x}) de la fibre optique, la périodicité du réseau change et la longueur d'onde réfléchie change également. De par ce fait, la différence entre l'état sollicité et l'état initial ($\Delta\lambda_B$) peut être reliée directement à la déformation longitudinale ε_{xx} , comme présenté dans l'équation 2.

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = \frac{\Delta\eta_{eff}}{\eta_{eff}} + \frac{\Delta\Lambda}{\Lambda}$$

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = (1 - P_e)\varepsilon_{xx} + (\alpha_{FBG} + \xi)\Delta T \quad (2)$$

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = K_E\varepsilon_{xx} + K_T\Delta T$$

où P_e représente le coefficient photo-élastique directement relié au matériau de la fibre optique, ε_{xx} la déformation longitudinale, α_{FBG} le coefficient de dilatation thermique du noyau de la fibre optique, ΔT la variation de température et ξ un coefficient thermo-optique qui représente la variation de l'indice de réfraction due à la variation thermique (paramètre dépendant du matériau de la fibre ainsi que de la longueur d'onde du réseau). Le premier terme de l'équation 2 (K_E) est directement relié à la sensibilité mécanique du réseau de Bragg. Tandis que le deuxième terme (K_T)

représente la sensibilité thermique. De manière générale ce dernier terme est égal à zéro pour des processus iso-thermiques [6].

Lorsque la fibre optique à réseau de Bragg est noyée dans un autre matériau et sollicitée thermiquement, deux phénomènes seront observés par le capteur : (i) la déformation thermomécanique (ε^T_{xx}) due à la différence de coefficient de dilatation thermique entre la fibre optique et le matériau hôte (équation 5), mais également (ii) l'effet thermo-optique dû à la variation de l'indice de réfraction avec la température (équation 4).

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = (1 - P_e)\varepsilon^T_{xx} + (\alpha_{FBG} + \xi)\Delta T \quad (4)$$

$$\varepsilon^T_{xx} = [\varepsilon^T_{xx}]_{Adh} - [\varepsilon^T_{xx}]_{FBG} = (\alpha_{Adh} - \alpha_{FBG})\Delta T \quad (5)$$

En s'appuyant sur les équations 4 et 5, il est alors possible de corriger la déformation totale (ε^T_{xx}) mesurée par le capteur, afin d'accéder uniquement à la déformation thermomécanique du matériau hôte (pour notre cas d'étude, la déformation de l'adhésif) grâce à l'équation suivante :

$$[\varepsilon^T_{xx}]_{Adh} = \frac{\Delta\lambda_B/\lambda_B + (1 - P_e)\alpha_{FBG}\Delta T - (\alpha_{FBG} + \xi)\Delta T}{(1 - P_e)} \quad (6)$$

V.1.2. Choix de la fibre optique

La fibre optique à réseau de Bragg est un capteur souvent utilisé dans de nombreux domaines d'applications [7–9], dont le principe d'utilisation est relativement simple, et permettant des mesures telles que la déformation et la température. Les fibres (noyau et gaine optique) sont couramment fabriquées à partir de silice, dont le diamètre de la gaine optique (ϕ_{GO}) peut varier entre 40 et 125 μm et auquel s'ajoute le diamètre $\phi_{GP} \in [25, 125] \mu m$ de la gaine mécanique protectrice, car les fibres optiques de faible diamètre ($< 100 \mu m$) deviennent très fragiles lors de leur manipulation. Des fibres optiques d'un diamètre total $\phi_{FO} = 150 \mu m$ (avec un revêtement polyamide) et dénudées sur toute la longueur du réseau $\phi_{GO} = 125 \mu m$ (Figure V. 3), ont été choisies afin de suivre la déformation longitudinale « locale » au milieu du joint de colle. Cela impose alors d'augmenter l'épaisseur du joint à 400 μm , d'une part pour rendre la fibre la moins intrusive possible, et d'autre part pour pouvoir introduire la fibre optique entre deux films de colle, pour obtenir une structure de type sandwich (substrat/colle/FBG/colle/substrat).

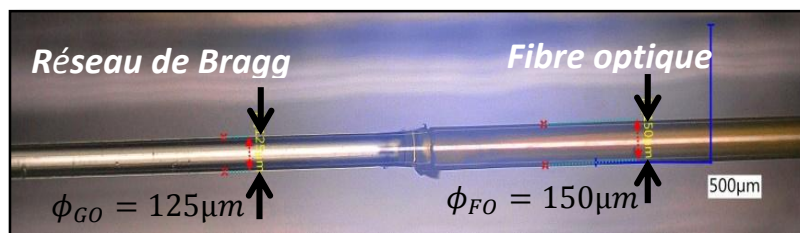


Figure V. 3. Image SEM d'une fibre optique à réseau de Bragg.

V.1.3. Choix du réseau de Bragg

Les caractéristiques géométriques du réseau de Bragg (L_G, Λ) peuvent varier selon le besoin et l'application finale. Dans le but d'assurer une résolution de mesure de $1\mu m$, la longueur minimale (L_G) proposée par le fournisseur HBM est égale à 8 mm (avec des méthodes de fabrication complexes [10]). Cependant, dans ce travail de thèse une longueur du réseau de 10 mm est utilisée, afin de rester sur une petite longueur du réseau et de réduire les coûts de fabrication (Figure V. 4). Il est à noter que la grandeur mesurée par les capteurs FBG, correspond à la valeur moyenne sur toute la longueur du réseau. La plage de mesure du capteur à réseau de Bragg utilisé, est de $[-2500\mu m, 2500\mu m]$. Les propriétés des fibres optiques utilisées lors de ce travail de thèse sont résumées dans le Tableau 1 [11,12].

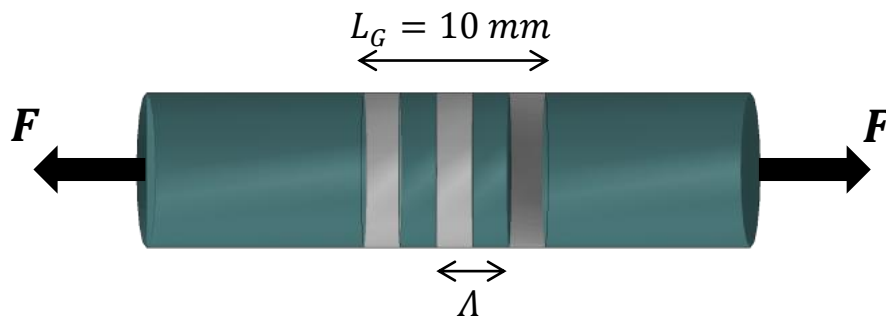


Figure V. 4. Caractéristiques géométriques du réseau de Bragg.

Tableau 1. Propriétés mécaniques, thermiques et optiques des fibres optiques

Propriétés de du FBG	Value
Module d'Young (E_{FBG})	70 GPa
Coefficient de Poisson (ν_{FBG})	0.19
Indice de réfraction (n_{eff})	1.45
Constante photoélastique (p_e)	0.21
Coefficient de dilatation thermique (α_{FBG})	$5.10 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
Coefficient thermo-optique (ξ)	<u>A identifier</u>

V.1.4. Interrogateur optique FS22-DI

Le dispositif d'acquisition de mesure, utilisé dans cette étude est le système HBM FS22-DI (Figure V. 5). Il est composé d'un interrogateur optique, dispositif qui permet une détection précise et stable de toutes les valeurs en crête de la longueur d'onde (λ_B) (de résolution et de répétabilité $< 1\mu m$). Il permet également une fréquence d'acquisition constante dans l'intervalle [50 Hz, 100 Hz, 200 Hz, et 500 Hz]. Dans ces travaux de thèse, une acquisition de la déformation à une fréquence de 50 Hz a été utilisée.

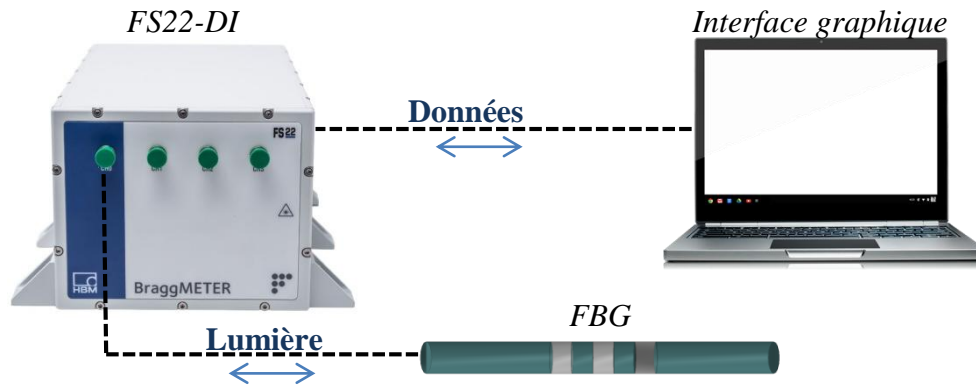


Figure V. 5. Dispositif d'acquisition des mesures.

V.2. Suivi des déformations lors de la phase de polymérisation

La phase de développement d'un procédé d'élaboration représente un point clé dans l'évaluation du comportement et de la résistance finale d'une structure. L'acquisition des informations sur ce procédé permet de définir et d'optimiser les paramètres qui assurent une qualité finale de la pièce [13–15].

La fibre optique à réseau de Bragg peut être utilisée pour acquérir une quantité importante d'informations pendant l'élaboration des structures collées. En effet, elle permet d'accéder à des grandeurs physiques telles que la température et la déformation, pendant le cycle de polymérisation de l'adhésif. La mesure de ces grandeurs au sein du joint de colle, permet en particulier d'accéder aux déformations résiduelles lors de la phase de réticulation et aux contraintes résiduelles de l'adhésif [16].

L'analyse des contraintes résiduelles joue un rôle fondamental dans le comportement mécanique de l'adhésif, car à travers de la mesure de ces grandeurs, il est possible de déterminer, sous certaines hypothèses, les véritables niveaux de contraintes, de façon à mieux prévoir le comportement mécanique et la rupture de l'assemblage. Pour obtenir ces contraintes, il est important de mesurer finement les déformations au milieu du joint de colle.

Dans le but d'analyser la déformation thermique lors de la phase de polymérisation des joints de colle de faible épaisseur (éprouvettes Scarf modifié), la technique des *FBG* est utilisée comme moyen d'instrumentation. Cette technique se positionne comme une candidate potentielle pour l'instrumentation du processus d'assemblage, mais également comme un moyen permettant de suivre l'état de la structure collée tout au long de sa durée de vie, pour certaines applications industrielles [17,18].

La fibre optique pourrait éventuellement devenir intrusive dans des joints de colle fins ($200\mu m - 1000\mu m$). Dans ce but une étude par éléments finis a tout d'abord été réalisée, sur deux types d'échantillons : (i) éprouvette massique et (ii) éprouvette Scarf modifié $\delta = 0^\circ$. Ces modélisations ont permis d'étudier l'effet de la fibre optique sur la mesure de la déformation thermique. Ensuite, une caractérisation expérimentale des différents composants a été partiellement réalisée au moyen de la *FBG*. Finalement, un suivi de la déformation thermique des éprouvettes Scarf modifié lors de la phase de polymérisation a pu être effectué.

V.2.1. Etude de l'intrusivité de la FBG sur la mesure de la déformation thermique

V.2.1.1. Intrusivité de la FBG sur un échantillon massique

(a) Modèle par éléments finis

Une modélisation 3D par *EF* d'un échantillon massique de colle de dimensions $3\text{ cm} \times 3\text{ cm} \times e\text{ cm}$ avec la fibre optique placée au cœur de l'échantillon a été réalisée, afin d'analyser l'effet de l'intrusivité sur les champs de déformations thermiques, et ce, pour différentes épaisseurs (e) comprises entre 400 et $2800\mu m$ (Figure V. 6). Ces modèles utilisent 6000 éléments linéaires de type C3D8R avec intégration réduite dont huit éléments dans l'épaisseur. L'adhésif structural ainsi que la fibre optique sont modélisés avec un comportement thermoélastique avec les paramètres élastiques (E_{Adh}, ν_{Adh}) identifiés (cf. chapitre III) et un coefficient de dilatation thermique $\alpha_{Adh} = 63 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ (proche de la valeur caractéristique de colles à basse époxy). La fibre optique est modélisée en utilisant les paramètres ($E_{FBG}, \nu_{FBG}, \alpha_{FBG}$) du Tableau 1.

Afin d'assurer une bonne représentation des conditions de l'essai (cf. section V.2.3.2), un champ thermique de $\Delta T = 40^\circ\text{C}$ est appliqué sur tout l'échantillon, et trois conditions aux limites sont utilisées (Figure V. 6-a) :

- La face 1, est bloquée selon la direction x .
- La face 2, est bloquée selon la direction y .
- La face 3, est bloquée selon la direction z .

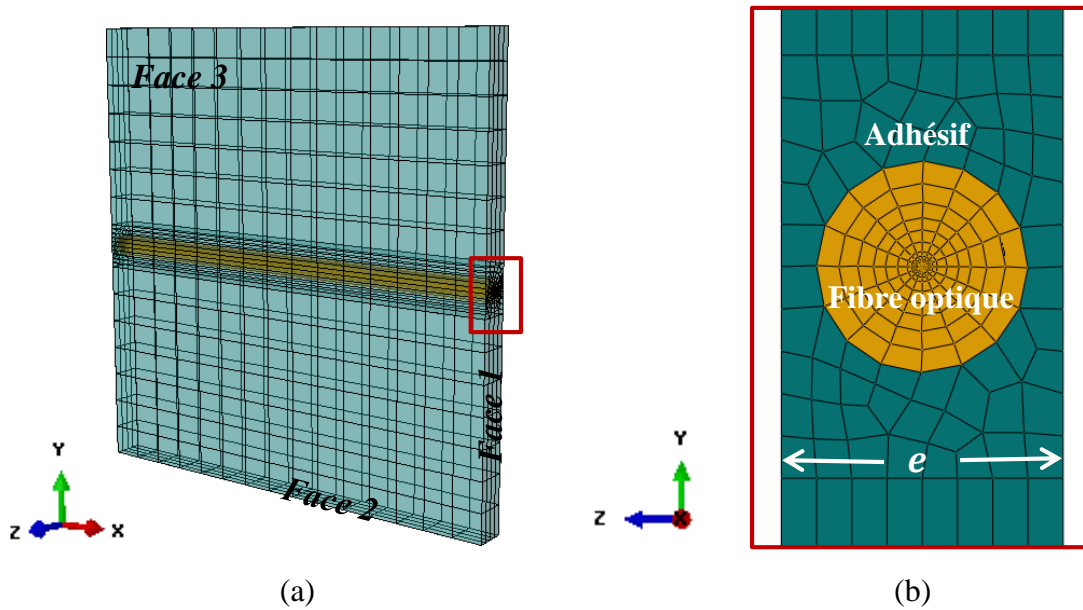


Figure V. 6. (a) Maillage global de l'échantillon, (b) maillage dans la fibre optique.

(b) Résultats du modèle numérique de l'échantillon massif

L'objectif de ces différentes modélisations est dans un premier temps d'étudier le caractère intrusif de la fibre optique, en comparant la déformation (ε_{xx}) obtenue au cœur de la fibre optique à la déformation théorique définie par l'équation 3. Puis, d'observer l'effet de l'épaisseur de l'adhésif par rapport à l'intrusivité de la fibre, afin d'identifier la valeur du paramètre e pour laquelle l'erreur entre la déformation théorique et numérique devient minimale.

$$[\varepsilon_{xx}]_{Adh} = \alpha_{Adh} \times \Delta T \quad (3)$$

La Figure V. 7-a, représente l'évolution de la déformation thermique (ε_{xx}) en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Pour une épaisseur $e = 400\mu m$, une différence de 9% a été observée par rapport à la déformation dite théorique. Au fur et à mesure que l'épaisseur augmente, la déformation longitudinale obtenue au cœur de la fibre se rapproche considérablement de la valeur théorique. Pour une épaisseur de $2000\mu m$, il est possible d'obtenir une déformation avec une différence inférieure à 1% par rapport à la valeur attendue. De ce fait, le caractère intrusif de la fibre dans un échantillon massif d'épaisseur supérieure à $2000\mu m$, peut-être considéré comme négligeable. Cette analyse a également permis d'observer l'évolution du champ de déformation de l'adhésif autour de la fibre optique en fonction de l'épaisseur. Il est important de noter que pour des épaisseurs faibles, ce champ est fortement perturbé. Cependant, il devient de plus en plus homogène lorsque l'épaisseur de l'échantillon augmente, comme illustré sur la Figure V. 7-b.

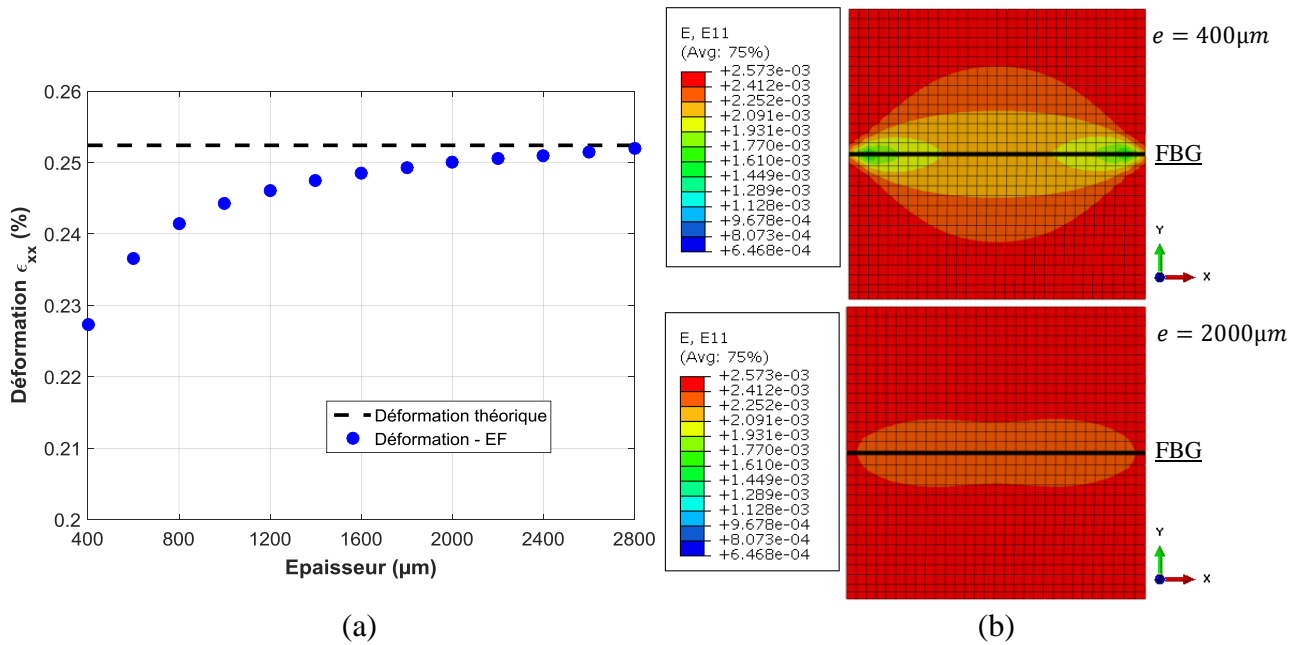


Figure V. 7. (a) Déformation numérique en fonction de l'épaisseur, (b) champ de déformation (ϵ_{xx}) sur le milieu du plan du joint, d'épaisseur $400\mu\text{m}$ et $2000\mu\text{m}$.

V.2.1.2. Intrusivité de la FBG sur un échantillon Scarf modifié 0

(a) Modèle par éléments finis

L'échantillon Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ avec la fibre optique noyée au milieu du joint de colle, est modélisé pour différentes épaisseurs du joint de colle dans l'intervalle $[400 ; 2000 \mu\text{m}]$. Le même champ thermique que précédemment ($\Delta T = 40^\circ\text{C}$) est appliqué sur tout l'échantillon et les conditions aux limites utilisées sont les suivantes (Figure V. 8):

- La face 1, est bloquée selon la direction x .
- La face 2, est bloquée selon la direction y .
- La face 3, est bloquée selon la direction z .

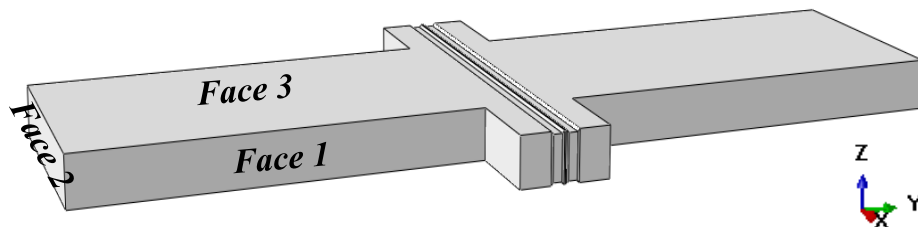


Figure V. 8. Conditions aux limites du modèle numérique (chargement thermique).

Les valeurs des paramètres thermoélastiques des substrats pour ces modèles sont les suivantes : $E_{Subs} = 72\text{GPa}$, $\nu_{Subs} = 0.32$ et $\alpha_{Subs} = 23 \times 10^{-6}\text{C}^{-1}$ (coefficient de dilatation thermique caractéristique des alliages aluminium 7075 T6 [19]).

(b) Résultats du modèle numérique de l'échantillon Scarf modifié 0°

Les résultats de ces modèles numériques mettent en évidence que la déformation thermique (ϵ_{xx}) obtenue au cœur de la fibre optique varie très peu en fonction de l'épaisseur du joint de colle dans un échantillon Scarf modifié, comme illustré sur la Figure V. 9-a. Ce phénomène, peut s'expliquer en partie par le fait que l'étude porte sur un joint fin reste confiné entre deux substrats métalliques dont le coefficient de dilatation thermique est inférieur à celui de l'adhésif : la dilatation thermique de la structure collée sera alors pilotée en grande partie par les substrats.

La Figure V. 9-b présente le champ de déformation thermique dans le joint de colle, le résultat ne montre aucune influence de la fibre optique sur la distribution de la déformation et, cette dernière reste homogène sur tout le joint de colle.

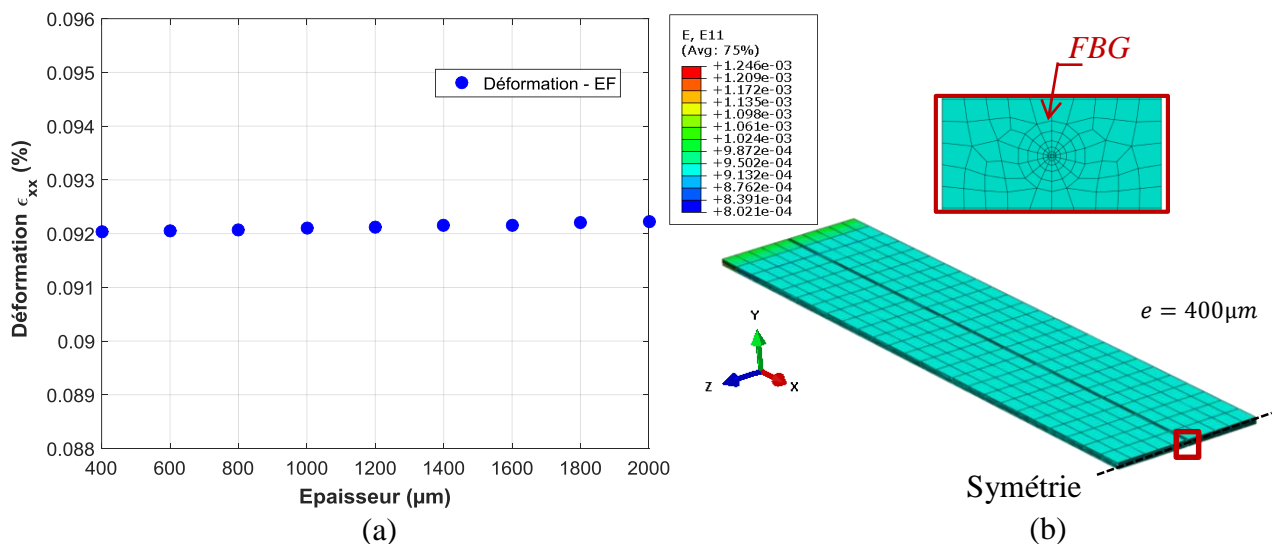


Figure V. 9. (a) Déformation en fonction de l'épaisseur d'un échantillon Scarf modifié, (b) champ de déformation dans le joint de colle.

V.2.1.3. Bilan sur le caractère intrusif de la fibre optique

Au regard des différents résultats numériques obtenus lors de l'analyse du caractère intrusif de la fibre optique, il semblerait que la présence de la FBG ait un impact beaucoup plus important sur un échantillon massif que sur un joint de colle d'une éprouvette Scarf modifié. De ce fait, la mesure établie par le capteur, lors du cycle de polymérisation de l'échantillon Scarf modifié ne devrait pas être perturbée.

V.2.2. Caractérisation expérimentale au moyen de la FBG

Avant de quantifier la déformation résiduelle lors de la phase de polymérisation de l'adhésif structurel, il convient dans un premier temps, de caractériser le comportement thermique des matériaux utilisés (fibre optique, adhésif et substrats métalliques).

V.2.2.1. Caractérisation du coefficient photo-élastique du réseau de Bragg

Préalablement à la caractérisation de la déformation thermique de l'adhésif étudié, il est nécessaire d'identifier le coefficient thermo-optique (ξ) associé à la variation de l'indice de réfraction liée au changement de la température. Cela permettra de corriger la déformation mesurée par la FBG (équation 6), lorsque la structure est sollicitée thermiquement, afin de remonter à la déformation thermomécanique de l'adhésif.

La caractérisation de ce paramètre est réalisée par le suivi de la déformation mesurée par fibre optique à réseau de Bragg (libre, non noyée dans l'adhésif), dans une enceinte thermique, et en appliquant le cycle de polymérisation utilisé pour l'adhésif structural (3h @ 150°C).

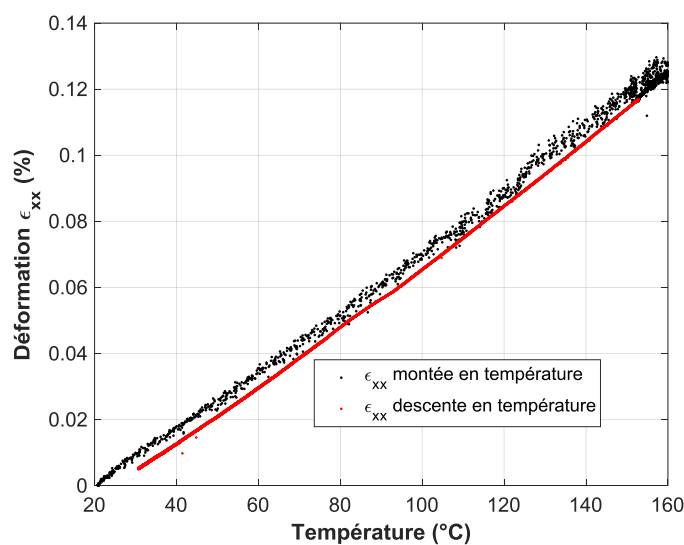


Figure V. 10. Evolution de l'indice de réfraction en fonction de la température.

La Figure V. 10 montre l'évolution de la déformation du réseau de Bragg en fonction de la température. La déformation peut être décomposée en deux parties distinctes : (i) la déformation mesurée pendant la phase de montée en température (points noirs). Cette bande de points, dense et dispersée s'explique par le fait d'avoir un système de ventilation actif pour réguler la température interne pendant la phase d'échauffement. Ensuite, (ii) la déformation est mesurée pendant la phase de descente en température (ligne rouge). Pour cette phase, le système de ventilation n'est pas actif.

La valeur du coefficient thermo-optique du capteur à réseau de Bragg, est de $8.9 \times 10^{-6} \mu def / ^\circ C$. Ce paramètre correspond à la pente de la droite de la Figure V. 10, moins la dilatation thermique de la fibre optique (α_{FBG}).

V.2.2.2. *Caractérisation du comportement thermique de l'adhésif structural*

L'objectif de cette étude est de caractériser le coefficient de dilatation thermique (*CDT*) de l'adhésif étudié à partir de la fibre optique à réseau de Bragg, noyée dans un échantillon de colle massique.

(a) *Procédé d'obtention des éprouvettes massiques*

Les éprouvettes massiques sont obtenues à l'aide d'un montage de collage, constitué de deux plaques d'alliage aluminium imprégnées d'une couche fine de cire de démoulage. Un premier film d'adhésif de dimensions $3\text{ cm} \times 3\text{ cm}$ est déposé sur la première plaque. Ensuite, le réseau de Bragg (10 mm de longueur) est positionné sur le film et centré sur celui-ci. Le contrôle de l'épaisseur du film adhésif est réalisé grâce à des cales calibrées de $400\mu\text{m}$ (*Figure V. 11-a*). Une seconde plaque munie à son tour d'un film d'adhésif de $3\text{ cm} \times 3\text{ cm}$, est posée au contact de la première, puis fixée à l'aide de vis. Dans le but de suivre la température pendant la polymérisation, un thermocouple de type T de diamètre $100\mu\text{m}$ et de plage de mesure $[-270^\circ\text{C}, 370^\circ\text{C}] \pm 0.1^\circ\text{C}$, a été positionné au voisinage de l'échantillon. Une fois le cycle de polymérisation achevé (*cf.* chapitre II), il est possible d'obtenir un échantillon massique (adhésif/FBG/adhésif), comme illustré sur la *Figure V. 11-b*. Cette procédure suppose qu'à la fin du cycle de polymérisation, la fibre optique reste fixée et positionnée au milieu du joint de colle, dans la direction de l'épaisseur, grâce à la grille de nylon (marquissette) de chaque film structural.

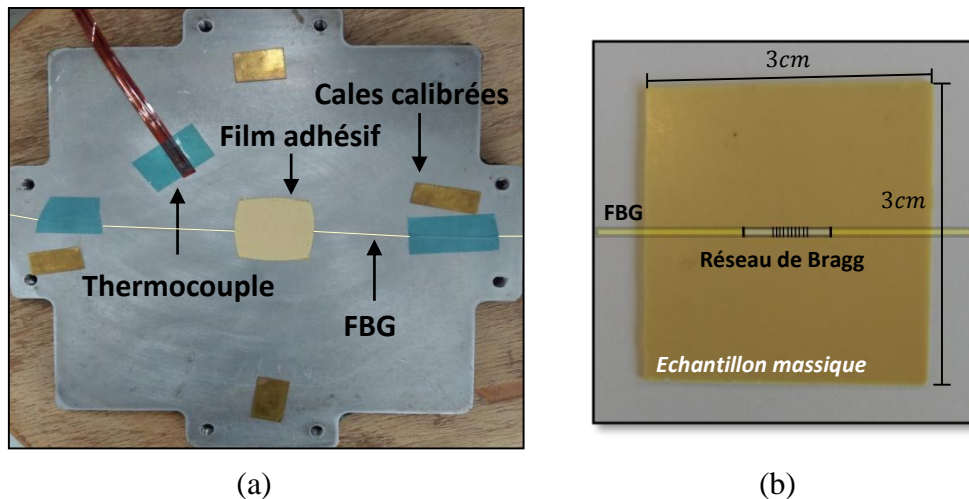


Figure V. 11. (a) Procédure de collage, (b) échantillon massique avec fibre optique.

(b) *Procédure expérimentale*

Dans le but d'identifier le coefficient de dilatation thermique de l'adhésif étudié, une analyse thermique sur échantillon massique, est menée à différents paliers de température dans l'intervalle $[-40^\circ\text{C}, 80^\circ\text{C}]$ et un pas de $10 \pm 1^\circ\text{C}$, pendant une durée de 45 min , afin d'assurer

l'homogénéisation de la température dans l'échantillon. Lors de l'analyse thermique, la température de référence a été fixée à 20°C.

L'enceinte utilisée est une étuve thermique SERVATHIN R404-A caractérisée par une plage de température de fonctionnement dans l'intervalle $[-70^{\circ}\text{C}, 210^{\circ}\text{C}]$ et d'hygrométrie $[5\%, 95\%] \pm 0.5\%$, dans laquelle est déposée l'échantillon sur un système de fixation céramique (très peu de déformation thermique) (*Figure V. 12-a*). Afin de fournir des mesures de champs de déformation, en complément de celles fournies par la fibre optique à réseau de Bragg, le système de SCIN (GOM 5M) a été placé à 20 cm de l'enceinte et en face de l'échantillon. Cela est possible grâce à la présence d'une fenêtre d'observation sur l'enceinte climatique et des mouchetis (peinture haute température) déposés sur la surface de l'échantillon (*Figure V. 12-b*). Il est à noter que deux échantillons identiques ont été instrumentés séparément, l'un avec un capteur à réseau de Bragg et l'autre avec le système de SCIN (sans la fibre optique noyée dans la colle) puis, sollicités en température lors de deux essais distincts.

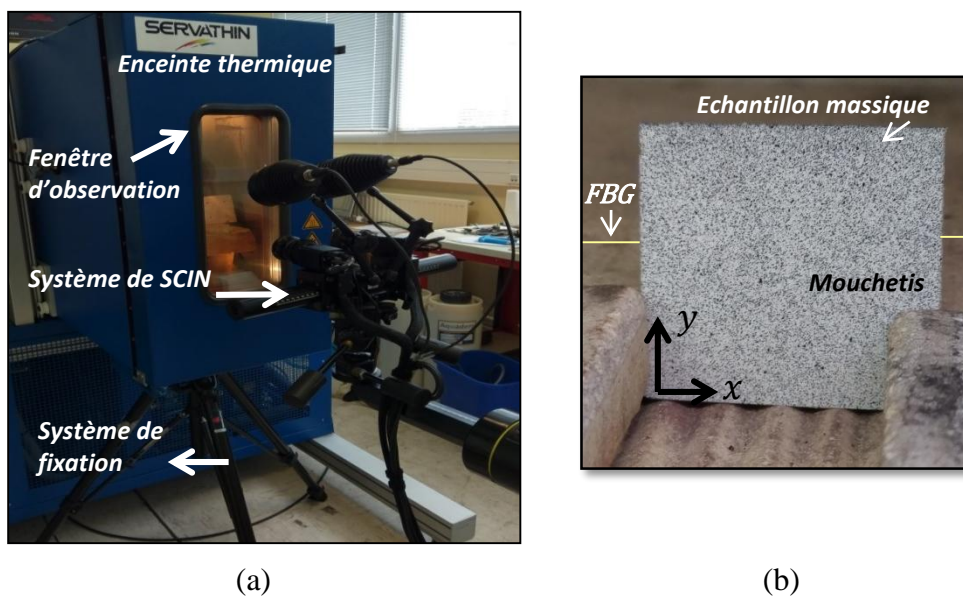


Figure V. 12. (a) mise en œuvre de l'essai thermique, (b) échantillon massif.

La déformation par SCIN est mesurée sur toute la plage de température. Par contre, la mesure de la déformation à partir de la fibre optique à réseau de Bragg, est faite sur les intervalles de températures positives entre $[20^{\circ}\text{C}, 80^{\circ}\text{C}]$, de façon à éviter une sollicitation en compression de la fibre optique. Car, une fois le cycle de polymérisation achevé, la déformation mesurée par la fibre optique est légèrement supérieure à la valeur minimale de la plage de mesure ($-2500\mu\text{m}$) du capteur FBG.

(c) Coefficient de dilatation thermique (CDT) de l'adhésif étudié

La Figure V. 13, présente les déformations thermiques ($\epsilon_{xx}, \epsilon_{yy}$) en fonction de la température, mesurées par SCIN à la surface de l'échantillon, ainsi que la déformation (ϵ_{xx}) mesurée par le capteur à réseau de Bragg au milieu du joint de colle. Les résultats obtenus montrent une évolution linéaire de la déformation thermique du joint de colle sur tout l'intervalle de températures mesurée par FBG (positives et négatives), mais également une bonne corrélation entre les valeurs mesurées suivant les deux directions (x, y). Par ailleurs, pour des températures inférieures à 50°C , la déformation ϵ_{xx} mesurée par le capteur à réseau de Bragg et corrigée par l'équation 6, demeure légèrement inférieure à celle mesurée par SCIN. En revanche, pour des températures supérieures, un écart d'environ 20% entre les deux mesures a été observé, cet écart augmente au fur et à mesure que la température augmente. Ce fait pourrait être lié au caractère intrusif de la fibre optique dans un échantillon de faible épaisseur ($400\ \mu\text{m}$), comme présenté dans la section V.2.2.1. Le coefficient de dilatation thermique de l'adhésif obtenu à l'issue de ces mesures est $63.4 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$.

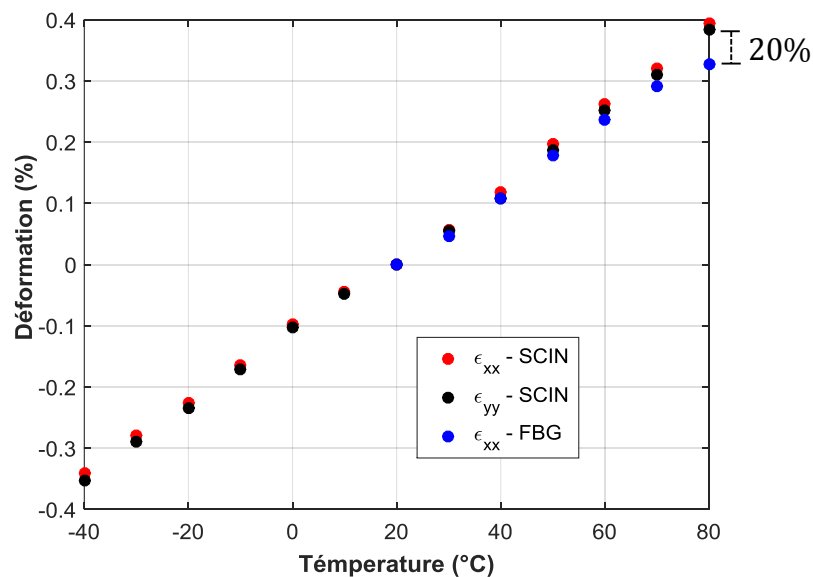


Figure V. 13. Déformation thermique de l'adhésif en fonction de la température.

V.2.2.3. Coefficient de dilatation thermique (CDT) des substrats métalliques

L'identification du coefficient de dilatation thermique des substrats est réalisée en appliquant la même procédure expérimentale que celle utilisée pour identifier le CDT de l'adhésif. Cette fois-ci, un barreau métallique (AW 7075 T6) de section droite $100\ \text{mm} \times 100\ \text{mm}$ et d'épaisseur $9.5\ \text{mm}$ est déposé dans l'étuve thermique (SERVATHIN R404-A) et sollicité thermiquement dans l'intervalle $[20^\circ\text{C}, 60^\circ\text{C}]$, avec un pas de $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$. La technique de SCIN a été également utilisée dans le but de mesurer la déformation thermique ($\epsilon_{xx}, \epsilon_{yy}$) lors de l'essai,

comme illustré sur la *Figure V. 14*. Le CDT de l'alliage AW7075 T6 est estimé à $23 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$, ce qui est conforme avec les données de la littérature pour ce type d'alliage d'aluminium.

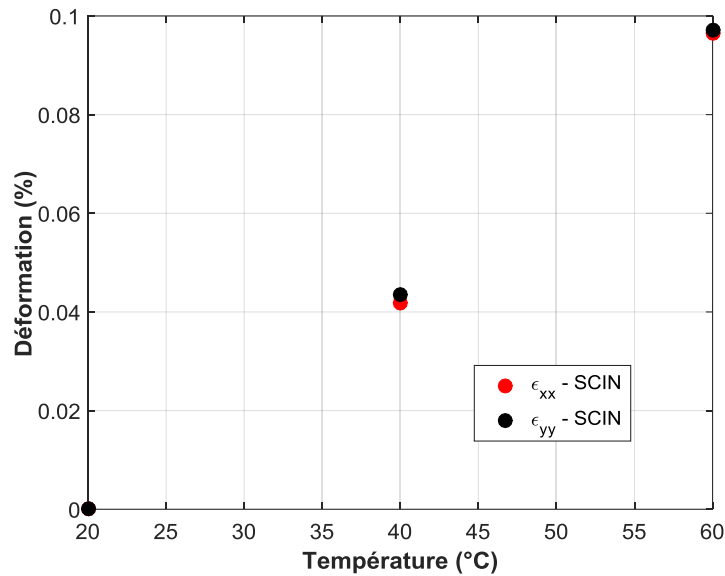


Figure V. 14. Déformation moyenne thermique de l'alliage aluminium 7075 T6 en fonction de la température.

V.2.3. Mesure de la déformation résiduelle dans le joint de colle

V.2.3.1. Caractérisation expérimentale

La déformation (ϵ_{xx}) au sein de l'adhésif, peut être évaluée au cours de la phase de cuisson et de refroidissement (du cycle de polymérisation), grâce à la mesure acquise par le réseau de Bragg placé au cœur du joint de colle d'un échantillon Scarf modifié ($\delta = 0^\circ$). L'obtention de l'éprouvette est réalisée en suivant le protocole de collage associé (cf. Chapitre II, Section II.2). Etant donné que le film de colle à l'état non-polymérisé possède une épaisseur égale à 0.33 mm , deux films sont utilisés dans le but d'obtenir une épaisseur finale du joint de $400 \mu\text{m}$. Le contrôle de l'épaisseur du joint de colle est réalisé à l'aide de fils calibrés de diamètre de $\phi_{fil} = 400 \pm 1 \mu\text{m}$ et positionnés aux extrémités de l'échantillon.

La *Figure V. 15-a* représente l'évolution de la déformation *in-situ* dans l'échantillon lors de la phase de polymérisation. Ce résultat met en évidence que la déformation (ϵ_{xx}) mesurée par le capteur à réseau de Bragg, reste constante tout au long du palier de 3 heures à 150°C . Cependant, lors de la phase de refroidissement une déformation négative (contraction) a été observée, ce phénomène correspond au retrait thermique, mais également au durcissement total de l'adhésif. Il est à noter que pendant tout le cycle de polymérisation, la dépendance entre la déformation thermique et la température n'est pas linéaire comme illustrée sur la *Figure V. 15-b*. A la fin du cycle de polymérisation une déformation résiduelle égale à -0.18% est obtenue au milieu du joint

de colle. En faisant l'hypothèse que la température est homogène sur toute la structure, il est alors possible de déterminer les deux autres déformations principales à partir de l'expression $\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{zz} = -\nu_{FBG}\varepsilon_{yy}$ [6].

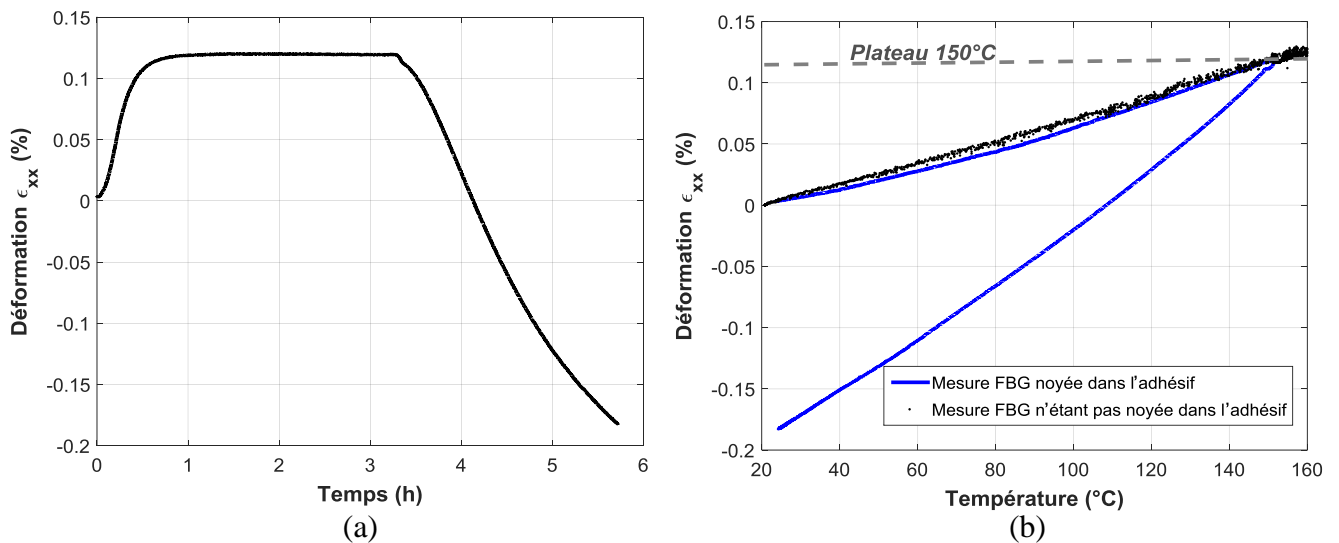


Figure V. 15. Déformation mesurée par capteur à réseau de Bragg lors du cycle de polymérisation.

V.2.3.2. Validation par EF de la déformation résiduelle

La mesure de déformation par le capteur à réseau de Bragg au cours du cycle de polymérisation, et plus particulièrement la déformation résiduelle à l'issue de la fin du cycle, représente une grandeur fondamentale pour l'analyse des contraintes résiduelles dans les échantillons Scarf modifié. Ces contraintes résiduelles pourront être utilisées afin d'accéder (sous certaines hypothèses) aux véritables niveaux de contraintes des courbes (σ, ε) identifiés dans le chapitre III. Cependant, la mise en évidence de contraintes résiduelles exige l'utilisation de modèles complexes du comportement thermique, capables de prendre en compte les réactions physico-chimiques de l'adhésif.

Un modèle thermique de l'adhésif structural a été développé et implémenté en interne chez Safran, puis validé à partir des déformations mesurées par le capteur à réseau de Bragg lors du cycle de polymérisation [20]. Néanmoins, l'utilisation de ce modèle demeurant confidentiel, une approche plus simple a été développée dans le but d'évaluer qualitativement le suivi de la déformation lors des procédés d'élaboration des structures collées.

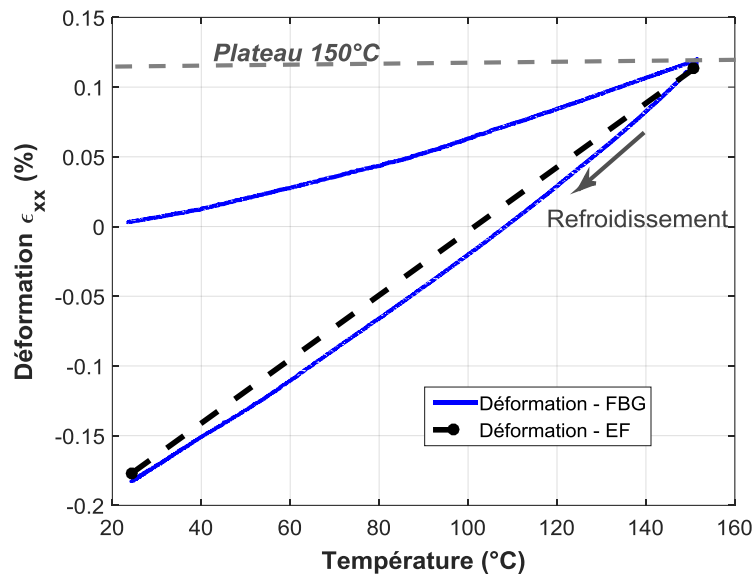


Figure V. 16. Déformation thermique par EF lors du refroidissement.

Le modèle numérique (comportement thermoélastique) décrit dans la section V.2.1.2 (sans fibre optique), ainsi que les propriétés thermiques obtenues lors de la caractérisation expérimentale α_{Adh} , α_{subs} et α_{FBG} (cf. section V.2.2) sont utilisés, dans le but de simuler la phase de refroidissement du cycle de polymérisation.

La Figure V. 16 présente la déformation numérique (ϵ_{xx}) obtenue au milieu du joint de colle, comparée à celle mesurée par le capteur à réseau de Bragg. Ce résultat montre que le modèle thermoélastique est capable de reproduire la déformation lors du refroidissement avec un écart maximal de 0.016%. Cette différence pourrait s'expliquer en partie par le fait que le modèle ne prend pas en compte l'influence du retrait chimique de l'adhésif, mais également par le fait d'avoir un champ de température non-homogène dans le joint de colle. Cependant, la déformation résiduelle obtenue par EF issue du refroidissement est sensiblement égale à celle obtenue expérimentalement.

V.3. Suivi de la déformation du joint de colle lors des essais Scarf modifié

La fibre optique à réseau de Bragg peut être utilisée comme moyen de mesure, permettant ainsi d'accéder aux déformations au cœur du joint de colle, lors de sollicitations mécaniques. Cette section a pour objectif d'étudier la faisabilité de l'intégration de fibres optiques à réseau de Bragg, lors des essais mécaniques afin d'envisager une implantation au sein même des laboratoires industriels de Safran Composites. Tout d'abord, une analyse numérique sur la distribution de contraintes dans l'adhésif est réalisée pour deux modèles (avec et sans fibre optique). La seconde

étape vise à vérifier la mesure faite par le réseau de Bragg, établie à partir d'un échantillon sollicité en flexion quatre points. Dans le but de valider cette mesure (*FBG*), une confrontation entre la déformation (ϵ_{xx}) obtenue par le réseau de Bragg et la mesure faite par le système de *SCIN* a été réalisée. Une troisième étape consiste à réaliser une analyse expérimentale du caractère intrusif de la fibre optique, afin d'identifier leur influence sur le comportement mécanique macroscopique (force/déplacement relatif) des échantillons Scarf modifié. La dernière étape de ces travaux, a pour objectif d'analyser la déformation (ϵ_{xx}) mesurée par *FBG* au sein du joint de colle lors des sollicitations mécaniques au moyen de l'essai Scarf modifié.

V.3.1. Modèle numérique de l'essai Scarf instrumenté par *FBG*

Cette section présente deux études numériques s'appuyant sur le modèle *EF* de l'éprouvette Scarf modifié ($\delta = 0^\circ$), détaillé dans le chapitre *I*, pour un effort appliqué $F = 15 \text{ kN}$ (valeur en dessous de la limite d'élasticité de l'adhésif). La première vise à analyser la distribution des contraintes (σ_{VM}, P_H) dans le joint de colle, afin d'identifier l'influence de la fibre optique sur les champs de contraintes. La seconde est utilisée dans le but d'analyser la déformation au cœur de la fibre optique ainsi que la déformation au milieu du joint de colle (modèle sans fibre optique).

(a) Distribution des contraintes dans le joint de colle

La distribution de contraintes dans la section droite correspondant au milieu du joint de colle (selon la direction normale à l'épaisseur) est analysée pour la configuration $\delta = 0^\circ$ avec et sans fibre optique à l'intérieur du joint, comme illustré sur la *Figure V. 17*.

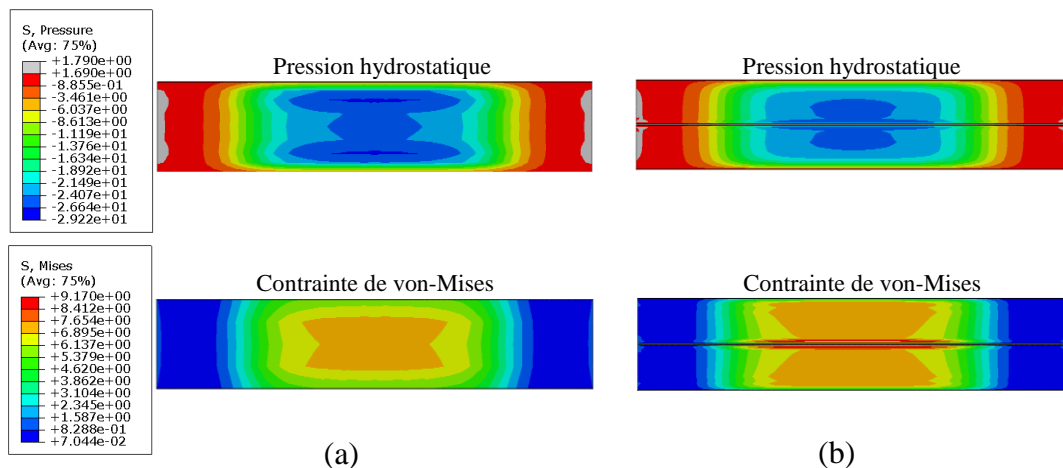


Figure V. 17. Distribution de contraintes (a) sans fibre optique, (b) avec fibre optique (MPa), dans le plan milieu du joint de colle.

Tout d'abord, le fait d'introduire une fibre optique a un effet notable sur la distribution des contraintes (von-Mises et pression hydrostatique) au niveau de la partie centrale du joint de colle (où les contraintes sont plus élevées). Ensuite, il est également observé une forte concentration de

contraintes dans l'adhésif tout autour de la fibre optique (*Figure V. 17-b*). Ce dernier point peut avoir une influence importante sur l'interface fibre optique / adhésif lors de la sollicitation hors-plan du joint de colle.

Les états de contraintes dans les deux cas analysés précédemment sont tracés dans le plan (σ_{VM}, P_H) afin d'observer plus en détail l'influence de la fibre optique lors d'une sollicitation mécanique. La *Figure V. 18-a* présente la distribution des contraintes du modèle sans fibre optique (points rouges), ainsi que celle obtenue par un modèle avec fibre optique (points noirs), ces nuages de points représentent uniquement les contraintes dans le joint de colle. Le fait de comparer ces deux états de contraintes met en évidence que la distribution est légèrement affectée, par contre le niveau de contrainte locale atteint pour un échantillon avec fibre optique est quasiment deux fois supérieur à celui obtenu sans fibre optique. Par conséquent, un échantillon avec fibre optique au cœur de l'adhésif risque de plastifier pour un chargement plus faible, comme présenté sur la *Figure V. 18-b* avec la superposition de la fonction seuil (de type Drucker-Prager) identifiée pour l'adhésif structurel (*cf.* chapitre III).

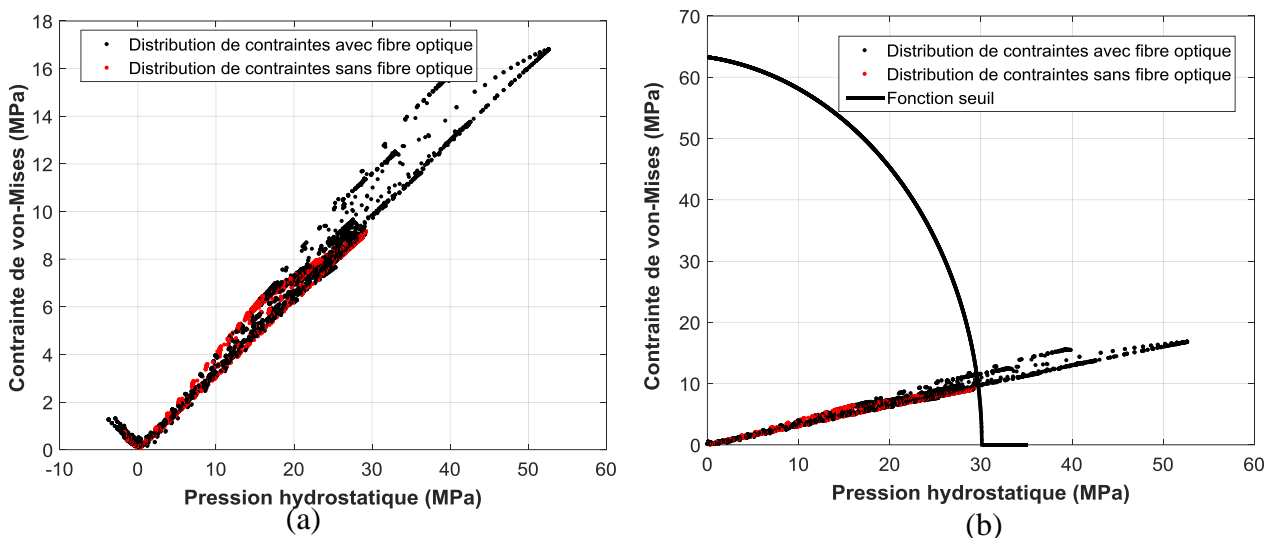


Figure V. 18. Etat de contraintes dans le joint de colle.

(b) Déformation

La deuxième analyse numérique a pour objectif de déterminer si lors d'une sollicitation hors-plan du joint (Scarf modifié), la déformation (ϵ_{xx}) obtenue au cœur de la fibre optique est égale à celle obtenue au milieu du joint de colle. La *Figure V. 19-a* présente la déformation sur toute la longueur du joint de colle pour les deux modèles (avec et sans fibre), le résultat *EF* montre que les déformations (ϵ_{xx}) obtenues sont équivalentes. Par contre, la déformation hors-plan de l'adhésif est beaucoup plus importante que celle observée avec la fibre optique, comme illustré sur la *Figure V. 19-b*.

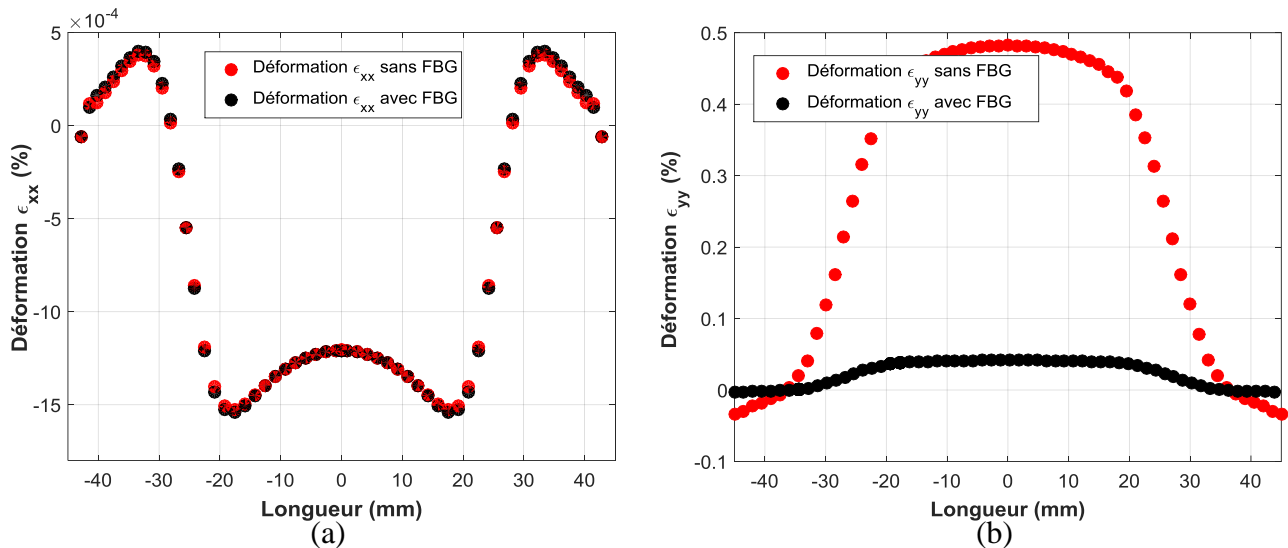


Figure V. 19. (a) Déformation ϵ_{xx} , (b) Déformation ϵ_{yy} , éprouvette Scarf modifié

V.3.2. Influence de la fibre optique sur le comportement mécanique

Dans le but d'évaluer la performance mécanique d'assemblages Scarf modifié avec fibre optique au cœur du joint, des essais ont été réalisés, afin de comparer le comportement mécanique macroscopique (force/déplacement) avec et sans fibre optique, comme illustré sur la Figure V. 20. Ces essais sont réalisés en utilisant deux configurations de l'éprouvette Scarf modifié ($\delta = 0$ et 45°), avec une fibre optique (sans réseau de Bragg) déposée entre deux films de colle (épaisseur finale de $400 \mu\text{m}$).

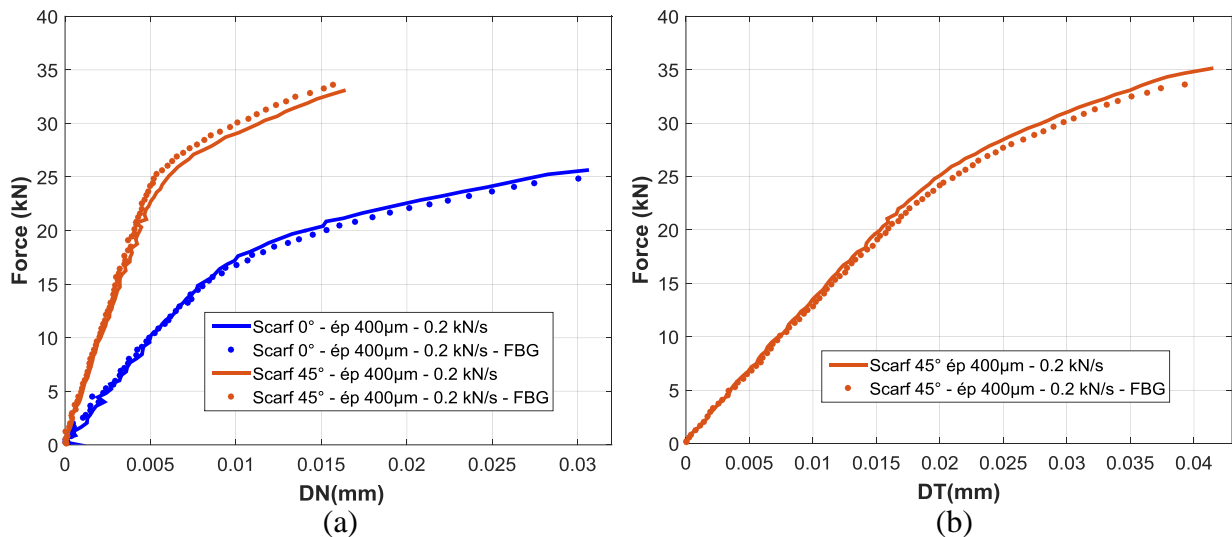


Figure V. 20. Comparaison du comportement macroscopique des essais Scarf modifié (a) composante en traction DN, (b) composante en cisaillement DT.

Les résultats obtenus ne montrent pas de différences notables entre le comportement macroscopique avec fibre (courbe pointillée) et sans fibre (courbe continue), des écarts à rupture de

l'ordre de 3.3% et 3% (effort), ont été observés pour les configurations à $\delta = 0^\circ$ et à $\delta = 45^\circ$. Ces résultats mettent en évidence le caractère faiblement intrusif de la fibre optique sur le comportement macroscopique des assemblages collés.

V.3.3. Mesure de la déformation dans un échantillon sollicité en flexion 4 points

Sachant que la fibre optique n'influence que peu le comportement mécanique macroscopique des assemblages collés, la deuxième étape avant l'implantation du réseau dans l'essai Scarf modifié, est de vérifier la mesure réalisée dans le joint. Dans le but de vérifier la déformation mesurée par le réseau de Bragg dans le domaine linéaire de l'adhésif, une fibre optique à réseau de Bragg a été introduite dans un échantillon dit trilames (aluminium/colle/aluminium), sollicité en flexion quatre points (*Figure V. 21-a*) pour quatre paliers de chargement ($F = [0.5, 1, 1.5, 2] \text{ kN}$). Cet essai représente un cadre d'étude « simple » permettant une exploitation rigoureuse de la déformation du joint de colle, qui reste constante entre les rouleaux supérieurs (*Figure V. 21-b*).

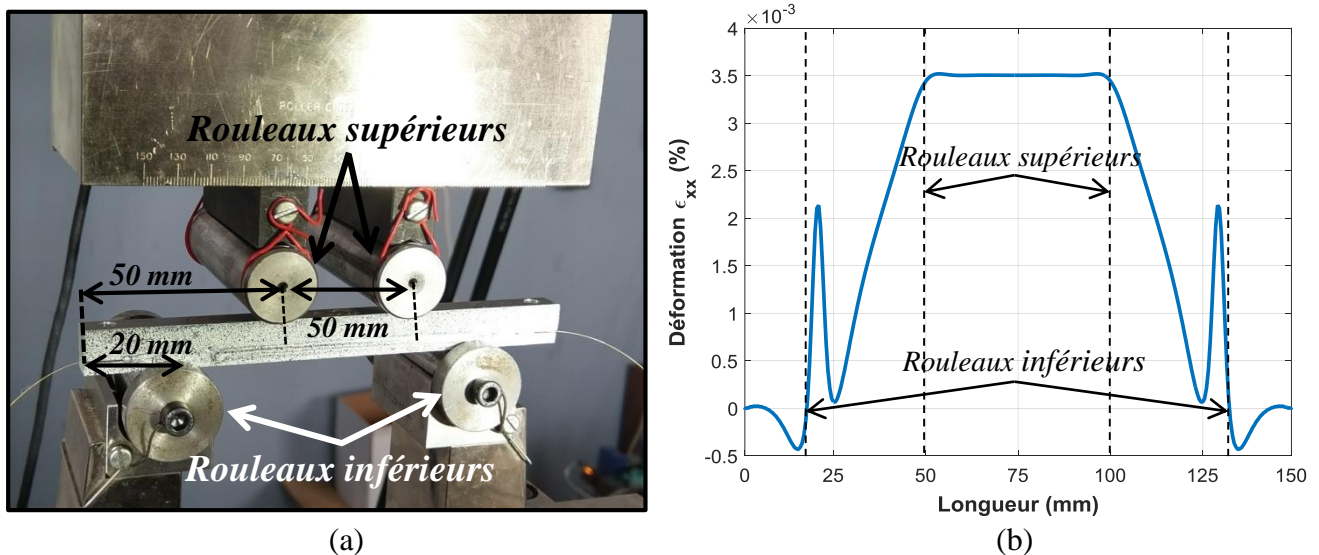


Figure V. 21. (a) Dispositif expérimental de flexion 4 points, (b) déformation EF au milieu du joint de colle.

L'échantillon est composé de deux barreaux en alliage aluminium 7075 T6, de longueur 150 mm et largeur 10 mm. Le premier barreau fait 10 mm d'épaisseur et le deuxième fait 4 mm d'épaisseur, afin de ne pas positionner le joint de colle sur l'axe neutre de la poutre (endroit où la contrainte et la déformation sont nulles). Un film de colle est appliqué sur chacune des surfaces préalablement poncées et nettoyées et, le capteur à réseau de Bragg, est positionné longitudinalement au centre de l'échantillon. La maîtrise de l'épaisseur du joint de colle est faite à l'aide de cales calibrées d'épaisseur 400 μm , positionnées aux extrémités.

La déformation longitudinale (ϵ_{xx}) lors de l'essai est mesurée à partir du capteur *FBG*, et du système de *SCIN*. Les mesures observées par les deux techniques sont comparées, comme illustré sur la *Figure V. 22-a*. La déformation mesurée par le système de *SCIN*, apparaît légèrement bruitée sur les différents paliers de sollicitation. Cela est dû à la résolution de la technique, celle-ci est de l'ordre de 1×10^{-3} [21]. Contrairement aux systèmes de mesure par fibre optique où la résolution de la déformation peut atteindre 5×10^{-6} . Il existe une faible différence ($< 6\%$) entre la déformation obtenue par *SCIN* au niveau de la surface et la déformation mesurée par le capteur *FBG* au cœur de l'échantillon.

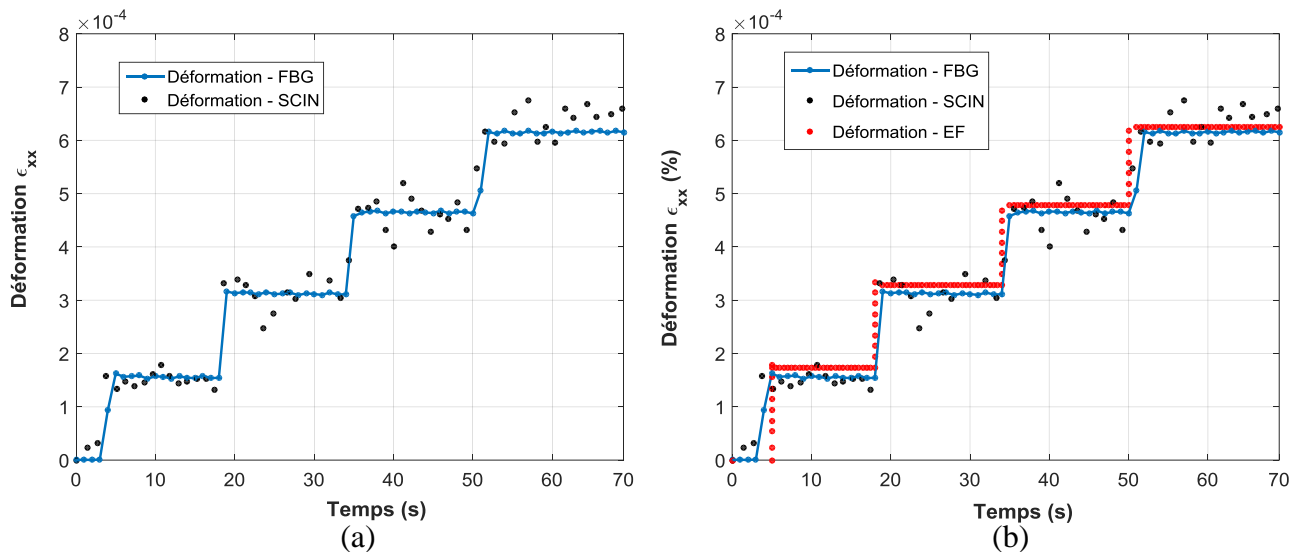


Figure V. 22. (a) Mesure de la déformation par capteur FBG et système SCIN, (b) Comparaison des résultats expérimentaux / modèle numérique.

Un modèle éléments finis (3D), associé à un comportement élastique (colle, substrats et fibre optique), de l'essai de flexion quatre points a été réalisé en appliquant le chargement expérimental. La déformation (ϵ_{xx}) récupérée au milieu du joint de colle (élément au centre) est superposée avec celle obtenue expérimentalement (*Figure V. 22-b*). Une bonne corrélation est observée sur l'ensemble des résultats. Ce fait permet de valider la concordance entre la mesure de la déformation (ϵ_{xx}) faite par le capteur FBG et la solution théorique.

V.3.4. Essais Scarf FBG

Afin de vérifier si l'instrumentation par fibre optique à réseau de Bragg est adaptée à la caractérisation de la déformation (ϵ_{xx}) lors des essais Scarf modifié, deux séries d'essais ont été réalisés avec le capteur à réseau de Bragg placé au cœur du joint de colle à $\delta = 0^\circ$ et 45° , puis comparés aux résultats numériques.

V.3.4.1. Caractérisation de la déformation (ϵ_{xx}) lors de l'essai Scarf modifié 0°

Etant donné que le capteur à réseau de Bragg est capable de mesurer uniquement la déformation longitudinale (ϵ_{xx}) et que les essais au moyen de l'éprouvette Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ sont principalement sous sollicitation en traction hors plan. L'objectif d'instrumenter cet essai avec le capteur à réseau de Bragg, est de mettre en évidence la possibilité de mesurer la déformation due à l'effet Poisson, sachant que cette configuration est la plus sensible à cet effet.

Une première campagne sous chargement monotone interrompu a été menée en appliquant quatre paliers d'effort ($F[1\text{ kN}, 5\text{ kN}]$ pas de 1 kN). La force maximale a été choisie, afin d'éviter la plastification du joint de colle avec la fibre optique. Dans le but d'homogénéiser la température des échantillons, leur mise en place dans la machine d'essai a été réalisée $3h$ avant d'appliquer la sollicitation mécanique. La *Figure V. 23-a* présente le comportement macroscopique (force/déplacement normal) issu de la mesure faite par le système de SCIN, et la *Figure V. 23-b* montre la déformation mesurée par le capteur à réseau de Bragg au cœur du joint de colle. Il est à noter que sur deux éprouvettes sollicitées sous les mêmes conditions, le résultat de la déformation ϵ_{xx} mesurée par le capteur à réseau de Bragg est assez reproductible.

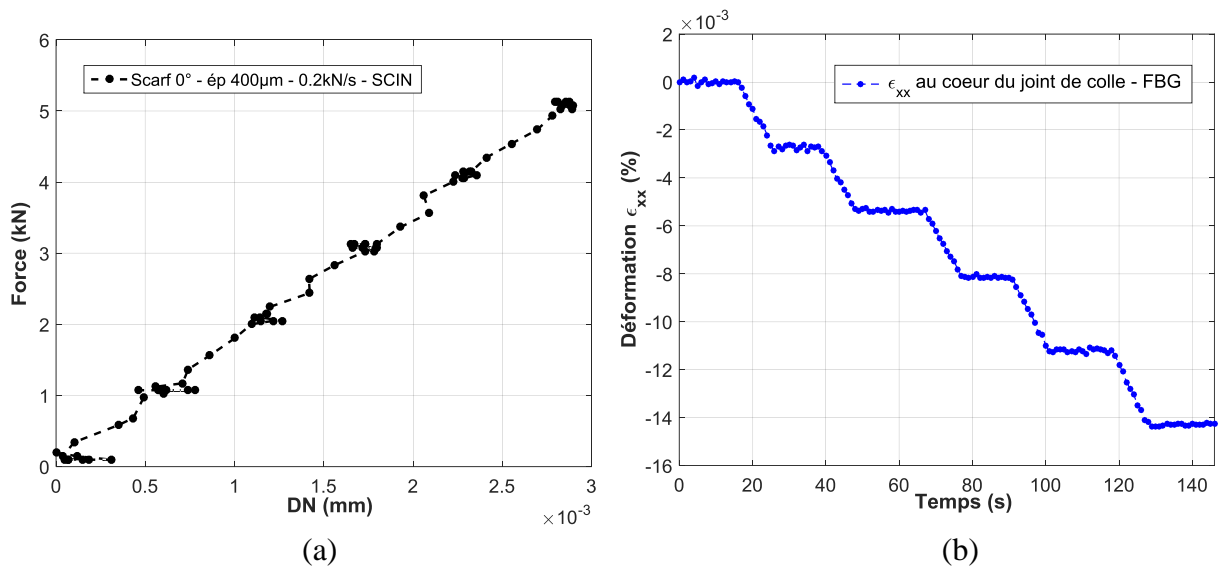


Figure V. 23. (a) Comportement macroscopique essai Scarf modifié 0° , (b) déformation au cœur du joint de colle mesurée par le capteur à réseau de Bragg.

Une comparaison entre la déformation mesurée expérimentalement (*FBG*) et la déformation obtenue par *EF* au cœur du joint de colle a été réalisée, afin de vérifier la corrélation mesures / calculs. Les résultats de cette confrontation montrent tout d'abord une différence importante qui augmente au fur et à mesure que l'effort augmente. Il est également à noter que la mesure établie à

partir du capteur à réseau de Bragg surestime la déformation (ϵ_{xx}) obtenue par EF au sein du joint de colle, comme illustré sur la *Figure V. 24*.

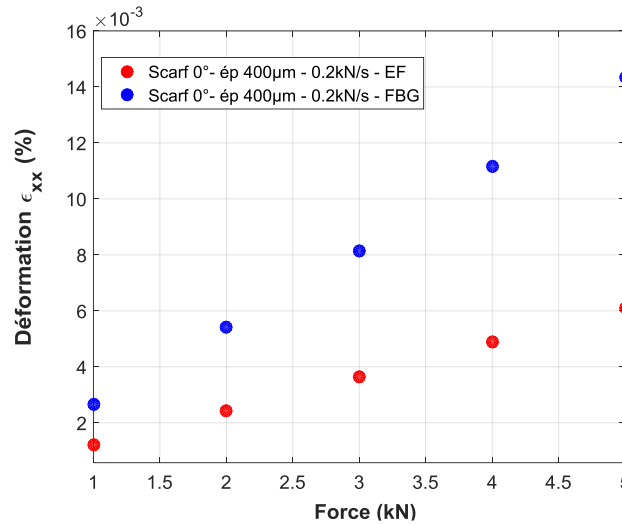


Figure V. 24. Comparaison de la valeur absolue de la déformation (ϵ_{xx}) obtenue par le capteur à réseau de Bragg et par EF (Scarf 0°).

Pour l'instant cette différence n'est pas expliquée. Cependant, des questions peuvent se poser sur la pertinence du modèle EF , mais également sur le fait d'introduire une fibre optique dans un matériau hôte (de propriétés élastiques très différentes) qui peut avoir une influence notable sur le comportement au niveau de l'interface, ainsi que sur la déformation mesurée par le capteur à réseau de Bragg.

V.3.4.2. Caractérisation de la déformation (ϵ_{xx}) lors de l'essai Scarf modifié 45°

Un second essai (éprouvette Scarf modifié $\delta = 45^\circ$) a été réalisé sous les mêmes conditions que précédemment ($F[1\text{ kN}, 5\text{ kN}]$, pas de 1 kN), afin de comparer les mesures issues des deux techniques, cette fois sous une sollicitation avec une composante en cisaillement beaucoup plus importante que sur l'essai à $\delta = 0^\circ$.

La *Figure V. 25* présente la déformation moyenne mesurée par le capteur FBG lors de chaque palier d'effort appliqué, ainsi que la déformation au cœur de l'adhésif obtenue par EF . De même que pour l'essai Scarf modifié sollicité en traction, la déformation mesurée par le capteur à réseau de Bragg ne correspond pas à la déformation numérique (EF). Ce résultat met en évidence que même pour une sollicitation en traction-cisaillement du joint de colle, le capteur à réseau de Bragg n'est pas capable de mesurer correctement la déformation au cœur de l'adhésif sous sollicitation hors-plan au moyen de l'essai Scarf modifié.

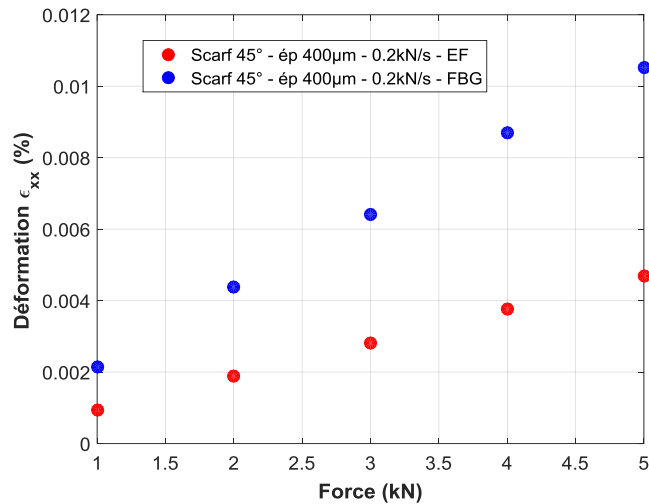


Figure V. 25. Comparaison de la valeur absolue de la déformation (ϵ_{xx}) obtenue par le capteur à réseau de Bragg et par EF (Scarf 45°).

V.3.4.3. Bilan

Les résultats expérimentaux obtenus par FBG sous sollicitation mécanique bi-axiale quasi-statique au moyen d'éprouvettes Scarf modifié, surestiment la déformation ϵ_{xx} au milieu du joint de colle. Il est donc nécessaire de mener un travail plus approfondi sur le comportement au niveau de l'interface colle/FBG, étant donné que de fortes concentrations des contraintes ont été observées. De plus, comme la sollicitation dans de ce type d'éprouvette est principalement hors-plan, la fibre optique peut être soumise à une déformée géométrique (ovalisation) qui modifie la section droite de la fibre, et peut potentiellement changer les propriétés optiques du réseau (indice de réfraction).

Dans la littérature il a été montré qu'il est possible de mesurer les déformations longitudinales et transversales à partir de la technique des *FBG*, en s'appuyant sur la superposition d'un capteur à réseau de Bragg et d'un capteur LPG (Long-Period Grating) comme proposé par R. Guyard et *al.* [4]. L'utilisation de cette technique pourrait être très intéressante lors d'un essai Scarf modifié. Cependant, cette nouvelle architecture à deux capteurs superposés, est très couteuse en termes d'équipement, mais également en termes de fabrication (des techniques de gravure spéciales sont requises).

V.4. Conclusion

La problématique principale traitée dans ce chapitre était d'analyser la faisabilité de l'implantation d'une fibre optique à réseau de Bragg dans des joints de colle de faible épaisseur, dans le but de caractériser la déformation ϵ_{xx} lors du cycle de polymérisation, mais également lors des essais sous sollicitations bi-axiales menés sur éprouvette Scarf modifié.

Une première partie a consisté à analyser en détail le caractère intrusif de la fibre optique placée au cœur de l'adhésif. Une analyse numérique sur deux types d'échantillons sous sollicitation thermique a été réalisée en faisant varier l'épaisseur du joint de colle. Ces résultats ont mis en évidence d'une part que les champs de déformation dans un échantillon massif de faible épaisseur ($< 200\mu m$) étaient fortement influencés par la présence d'un capteur (fibre optique) au cœur de l'adhésif. D'autre part, sur l'échantillon Scarf modifié, la fibre optique n'avait aucune influence sur la valeur de la déformation ε_{xx} relevée au cœur de la fibre optique noyée dans le joint de colle. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que la dilatation thermique de l'ensemble de l'échantillon était pilotée par les substrats qui possèdent une rigidité plus importante que celle de l'adhésif. Une fois cette analyse achevée, un capteur à réseau de Bragg a été placé au cœur du joint de colle d'une éprouvette sous la configuration $\delta = 0^\circ$, afin de mesurer la déformation ε_{xx} tout au long du cycle de polymérisation. Le résultat obtenu a été utilisé par Safran dans le but de valider leur modèle de comportement thermique de l'adhésif.

La deuxième partie du chapitre portait sur l'analyse de la déformation ε_{xx} lors d'une sollicitation mécanique au moyen d'éprouvettes Scarf modifié et d'un capteur à réseau de Bragg. Tout d'abord, une analyse numérique a montré une forte influence de la fibre optique sur l'état de contraintes dans le joint de colle, ce qui conduit à une plastification prématurée des éléments proches de la fibre. La déformation ε_{xx} au cœur du joint de colle a été mesurée par le capteur à réseau de Bragg lors d'essais à $\delta = 0^\circ$ et 45° , cette mesure expérimentale est comparée à celle obtenue par *EF* au milieu du joint de colle. Les résultats montrent que pour ces deux configurations les données expérimentales et ces obtenus par *EF* ne correspondent pas, sans pouvoir à ce stade justifier de façon précise l'origine de ces différences.

V.5. Bibliographie

- [1] Canal LP, Sarfaraz R, Violakis G, Botsis J, Michaud V, Limberger HG. Monitoring strain gradients in adhesive composite joints by embedded fiber Bragg grating sensors. *Compos Struct* 2014;112:241–7. doi:10.1016/j.compstruct.2014.02.014.
- [2] Kawasaki BS, Hill KO, Johnson DC, Fujii Y. Narrow-band Bragg reflectors in optical fibers. *Opt Lett* 1978;3:66–8. doi:10.1364/OL.3.000066.
- [3] Hill KO, Meltz G. Fiber Bragg grating technology fundamentals and overview. *J Light Technol* 1997;15:1263–76. doi:10.1109/50.618320.
- [4] Guyard R, Leduc D, Lecieux Y, Lupi C. Superposition of fiber Bragg and LPG gratings for embedded strain measurement. *Comptes Rendus Phys* 2016;17:1027–37. doi:10.1016/j.crhy.2016.07.014.
- [5] Ramly R, Kuntjoro W, Rahman MKA. Using Embedded Fiber Bragg Grating (FBG) Sensors in Smart Aircraft Structure Materials. *Procedia Eng* 2012;41:600–6. doi:10.1016/J.PROENG.2012.07.218.
- [6] Economidou SN, Karalekas D. Optical sensor-based measurements of thermal expansion coefficient in additive manufacturing. *Polym Test* 2016;51:117–21. doi:10.1016/J.POLYMERTESTING.2016.03.001.
- [7] Cheng L-K, Toet PM. Innovative Fiber Bragg Grating Sensors for Highly Demanding Applications. *Opto-Mechanical Fiber Opt. Sensors*, Elsevier; 2018, p. 175–209. doi:10.1016/B978-0-12-803131-5.00007-6.
- [8] Kaur G, Kaler RS, Kwatra N. Investigations on highly sensitive fiber Bragg gratings with different grating shapes for far field applications. *Opt - Int J Light Electron Opt* 2017;131:483–9. doi:10.1016/J.IJLEO.2016.11.102.
- [9] Liu R, Liang D, Asundi A. Small diameter fiber Bragg gratings and applications. *Measurement* 2013;46:3440–8. doi:10.1016/J.MEASUREMENT.2013.05.016.
- [10] Manuvinakurake M, Gandhi U, Mangalanathan U, Nayak M. Design, fabrication and testing of fiber bragg grating based fixed guided beam pressure sensor. *Optik (Stuttg)* 2018;158:1063–72. doi:10.1016/J.IJLEO.2017.12.206.
- [11] HBM SAS. FBG polyamide information sheet. 2017.
- [12] Sorensen L. The response of embedded FBG sensors to non-uniform strains in CFRP composites during processing and delamination 2007:154.
- [13] Mieloszyk M, Ostachowicz W. Moisture contamination detection in adhesive bond using embedded FBG sensors. *Mech Syst Signal Process* 2017;84:1–14. doi:10.1016/J.YMSSP.2016.07.006.

- [14] Qi Y, Jiang D, Ju S, Zhang J. Investigation of strain history in fast and conventional curing epoxy matrix composites by FBGs. *Compos Sci Technol* 2018;159:18–24. doi:10.1016/J.COMPSCITECH.2018.02.019.
- [15] Larson NM, Zok FW. Insights from in-situ X-ray computed tomography during axial impregnation of unidirectional fiber beds. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2018;107:124–34. doi:10.1016/J.COMPOSITESA.2017.12.024.
- [16] Cognard JY, Badulescu C, Maurice J, Créac’Hcade R, Carrère N, Vadrine P. On modelling the behaviour of a ductile adhesive under low temperatures. *Int J Adhes Adhes* 2014;48:119–29. doi:10.1016/j.ijadhadh.2013.09.014.
- [17] Li F, Du Y, Sun X, Zhao W. Sensing performance assessment of twisted CFRP with embedded fiber Bragg grating sensors subjected to monotonic and fatigue loading. *Sensors Actuators A Phys* 2018;271:153–61. doi:10.1016/J.SNA.2018.01.027.
- [18] Tan CH, Mahamd Adikan FR, Shee YG, Yap BK. Non-destructive fiber Bragg grating based sensing system: Early corrosion detection for structural health monitoring. *Sensors Actuators A Phys* 2017;268:61–7. doi:10.1016/J.SNA.2017.10.048.
- [19] ASTM. Standard test method for: Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal - to - Metal) 1999:1–5. doi:10.1520/D3433-99.
- [20] N. Carrere. Prediction of the process induced stress in bonded structures. AB2017 4th Int. Conf. Struct. Adhes. Bond., 2017, p. 152.
- [21] Delpueyo D, Grédiac M, Balandraud X, Badulescu C. Investigation of martensitic microstructures in a monocrystalline Cu-Al-Be shape memory alloy with the grid method and infrared thermography. *Mech Mater* 2012;45:34–51. doi:10.1016/j.mechmat.2011.09.007.
- [22] Lupi DL and YL and P-AM and C. Architecture of optical fiber sensor for the simultaneous measurement of axial and radial strains. *Smart Mater Struct* 2013;22:75002.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Depuis plusieurs décennies, le collage structural suscite un intérêt grandissant pour des applications aéronautiques. Cependant, les structures collées sont soumises à des chargements complexes pendant leur cycle de vie. C'est pourquoi une caractérisation fiable et efficace du joint de colle est nécessaire, afin d'optimiser la phase de conception de structures aéronautiques. De par ce fait, l'objectif principal de ces travaux de thèse, était de proposer une méthodologie simple et efficace destinée à la caractérisation et la modélisation des joints de colle sous sollicitations bi-axiales quasi-statiques.

La première partie de ces travaux de thèse a porté sur le choix du couple éprouvette/essai à utiliser, dans le but de caractériser le comportement mécanique de l'assemblage collé. Une comparaison des points positifs/négatifs de ces différents couples a été présentée en fonction des critères les plus pertinents. Ce bilan a permis de mettre en évidence que la plupart des éprouvettes proposées dans la littérature, peuvent générer de forts gradients de contraintes localisés près des extrémités libres du joint de colle, à l'exception de l'essai Arcan modifié. Cependant, quelques difficultés inhérentes à son utilisation en milieu industriel empêchent leur implantation dans les laboratoires industriels : (i) dispositif de collage complexe, (ii) processus de collage long et délicat et (iii) requiert un système de demi-lunes pour fixer l'échantillon à la machine d'essai.

L'essai Scarf modifié se présente alors comme une alternative intéressante pour réaliser une caractérisation fiable du comportement mécanique des adhésifs. Une optimisation de la géométrie des bras a été réalisée à partir d'analyse de trois paramètres: (i) la longueur de bras (L_{bras}), (ii) la hauteur de bras (h) et (iii) la largeur des substrats (w). Le résultat de cette analyse a montré que L_{bras} permet de réduire les effets de bord, lorsqu'elle augmente. Le paramètre h , influence quant à lui l'homogénéité de la contrainte sur la longueur utile. Au fur et à mesure que la hauteur diminue, le niveau de contrainte s'homogénéise et devient quasi-nulle au niveau des bras. Enfin, l'analyse de la largeur des substrats a mis en évidence que ce paramètre influence plus particulièrement la résistance à rupture de l'assemblage. Une analyse des divers types de défauts de collage a été réalisée : (i) désalignement hors plan des substrats ; (ii) désalignement tangentiel des substrats ; (iii) défaut de parallélisme entre substrats ; (iv) inhomogénéité de l'épaisseur du joint de colle.

Les résultats mettent en évidence que les défauts les plus influents sur le comportement mécanique des assemblages Scarf modifié, sont les défauts de parallélisme hors plan des substrats. Dans un cadre industriel, il est donc particulièrement recommandé de vérifier, après collage, la conformité géométrique des éprouvettes.

La deuxième partie de la thèse a porté sur la caractérisation expérimentale de l'adhésif, à partir de l'essai Scarf modifié. Une fois l'essai mis en place, la caractérisation du comportement mécanique de l'assemblage a été faite pour différentes sollicitations, telles que : chargement monotone à différentes vitesses de sollicitation, fluage à paliers multiples et sollicitations cycliques sous chargement incrémental. L'ensemble des résultats a permis de mettre en évidence trois caractéristiques principales du comportement de l'adhésif étudié : (i) la présence de deux régimes (linéaire et non-linéaire), (ii) l'influence de la vitesse de sollicitation sur le régime non-linéaire et (iii) peu de fluage. Ce type de comportement mécanique pourrait être modélisé en utilisant des mécanismes de type viscoélastique-viscoplastique.

La technique d'identification inverse, souvent utilisée pour identifier les paramètres d'une loi de comportement, se révèle généralement très coûteuses en temps de calcul. Aussi, afin de répondre à cette problématique, la troisième partie de cette étude, a été consacrée au développement d'une nouvelle méthode de caractérisation expérimentale du comportement intrinsèque des adhésifs (σ, ε). La méthode proposée est basée sur les données expérimentales issues de la *SCIN*, ainsi que sur deux hypothèses (validées par *EF*) :

- état de déformations planes dans le milieu du joint de colle ;
- état de contraintes planes dans les substrats métalliques ;

La contrainte dans l'adhésif (σ_{Adh}) est donc calculée à partir de l'hypothèse de contraintes planes, en utilisant les propriétés élastiques des substrats (E_{Subs}, ν_{Subs}) et les déformations ($\varepsilon_{xx}, \varepsilon_{yy}, \varepsilon_{xy}$) issues du système de *SCIN*.

Le calcul de la déformation dans l'adhésif (ε_{Adh}) étant complexe dans le cas des essais Scarf modifié su fait du bec, une correction de ces déformations a été réalisée à partir de modèles par *EF*.

A partir des courbes ($\sigma_{Adh}, \varepsilon_{Adh}$) obtenues pour l'adhésif étudié, les paramètres d'une loi de comportement mécanique, basée sur une formulation élasto-plastique (de type Mahnen & Schlimmer), ont été identifiés. Puis, la validation de la méthode proposée et de ses hypothèses a été confirmée par une bonne corrélation entre les résultats macroscopiques (courbe force/déplacement) et les résultats obtenus par *EF*. Cette méthode a l'avantage de permettre une caractérisation rapide du comportement mécanique de l'adhésif. Celle-ci pourrait alors être utilisée pour des sollicitations complexes et des durées d'essais importantes, dans le but de minimiser les temps de calcul.

Un autre apport considérable de cette étude concerne le suivi de l'endommagement du joint de colle à partir de la technique d'EA. L'analyse mono-paramétrique des événements acoustiques des adhésifs (supporté et non-supporté) a mis en évidence qu'aucun événement ne pouvait être relié à la plasticité de la colle, sinon aux phénomènes d'endommagement dans la marquise.

La classification non-supervisée des événements acoustiques a permis d'identifier l'existence de quatre classes (Clusters) bien distinctes dans le plan amplitude et fréquence pic. Le suivi des classes en fonction de l'effort appliqué a montré que pour les configurations $\delta = 0^\circ$ et $\delta = 45^\circ$, les événements du Cluster #3 présentent une forme de cloche. Il semblerait que cette classe soit reliée à la microfissuration autour de la marquise et que les Clusters #1, #2 et #4 soient liés à la déformation de la grille au sein de l'adhésif. Dans le but de vérifier ces hypothèses, la technique de tomographie à rayon X a été utilisée lors des essais monotones interrompus. Cependant, en raison de la résolution $30 \mu\text{m}$, insuffisante pour observer la taille de l'échantillon Scarf modifié, aucun phénomène n'a pu être observé. Pour répondre à cette problématique, il a été proposé d'utiliser des échantillons de géométrie réduite, instrumentés par EA et tomographe à rayon X (résolution de $4.5 \mu\text{m}$). Le résultat de ce travail a mis en évidence que l'endommagement du joint de colle a lieu dans la marquise et est potentiellement dû à une décohésion. Néanmoins, l'activité acoustique n'a pu être reliée aux phénomènes observés.

La dernière partie de ce travail a porté sur la faisabilité de l'implantation de capteurs à réseau de Bragg afin d'accéder aux informations au cœur de l'adhésif des échantillons Scarf modifié. Des analyses portant sur l'intrusivité de la fibre optique ont été menées par *EF* sur deux types d'échantillons, éprouvette massique et Scarf modifié. De ces résultats, il apparaît que les champs de déformation mesurés dans un échantillon massique de faible épaisseur ($< 200 \mu\text{m}$) étaient fortement influencés par la présence du capteur. A contrario, la fibre optique n'avait aucune influence sur la valeur de la déformation longitudinale ε_{xx} , relevée au cœur du joint de colle dans l'échantillon Scarf modifié. Puis, le réseau de Bragg a été utilisé pour suivre la déformation lors du cycle de polymérisation du joint de colle. Finalement, la déformation longitudinale ε_{xx} a été mesurée par le capteur à réseau de Bragg, lors de la sollicitation de l'échantillon Scarf modifié. La mesure expérimentale est comparée à celle obtenue par *EF* au cœur du joint de colle, les résultats montrent que les données expérimentales ne sont pas en bon accord avec ceux obtenus par *EF*. Des futurs travaux devront être réalisés, dans le but d'expliquer ces différences.

Les résultats expérimentaux et numériques obtenus jusqu'à présent ont permis d'établir certaines conclusions quant à la caractérisation et la modélisation des assemblages collés de type Scarf modifié. Cependant, plusieurs questions ouvertes restent à traiter plus finement. Par la suite, quelques perspectives destinées à compléter le travail effectué seront présentées.

D'un point de vue expérimental, la mixité de la sollicitation est relativement limitée dans le cas de l'essai Scarf modifié ($\delta \in [0^\circ, 90^\circ]$), il apparaît alors intéressant d'analyser le comportement de l'adhésif dans le plan compression/cisaillement, à partir de l'essai Arcan modifié ($\gamma = 90^\circ, 135^\circ$). Ce complément d'essais, permettra de réaliser l'identification des paramètres de la loi de comportement sur un spectre de sollicitations plus large. De même, il sera intéressant de compléter ce travail expérimental par une enveloppe de rupture complète, qui pourrait par la suite être utilisée pour la formulation d'un critère de rupture.

En termes du suivi de l'endommagement des joints de colle, il est donc recommandé d'analyser plus en détail les événements acoustiques enregistrés lors de la sollicitation des éprouvettes mini-Scarf. Tout d'abord, il est nécessaire d'identifier les sources acoustiques générées par le joint de colle et de filtrer les événements au niveau des interfaces de fixation de l'échantillon (vis). Une classification de ces événements, permettra de réaliser une comparaison avec celle obtenue sur l'échantillon Scarf modifié. L'intérêt étant d'identifier, si l'une de ces classes a la même signature que celle obtenue pour le Cluster #3. Ce dernier permettra de valider l'hypothèse liée à la microfissuration autour de la marquise.

Comme il a été présenté dans le chapitre V, le modèle thermomécanique de l'adhésif a été validé à partir des mesures issues du capteur à réseau de Bragg lors du refroidissement, une fois le cycle de polymérisation achevé. Il semble important d'analyser les contraintes résiduelles au milieu du joint de colle, dans le but de recalculer la contrainte utilisée pour décrire le comportement intrinsèque de l'adhésif. Ce type d'analyse devrait également être appliquée à des échantillons bi-composant (titane/composite), dont la fibre optique pourrait mesurer la contrainte résiduelle due à la dilatation thermique de composants différents.

A partir des expériences réalisées, il a été conclu que l'utilisation de modèles viscoélastique-viscoplastique semblent pertinents pour prédire correctement le comportement mécanique de l'adhésif étudié. Safran composites a donc réalisé l'implémentation, dans un code de calcul explicite, d'une loi de comportement adaptée et capable de rendre compte du comportement mécanique jusqu'à rupture d'un assemblage. Ce travail s'appuie notamment sur les résultats obtenus au moyen de l'essai Scarf modifié lors de ce travail de thèse.

Le comportement en fatigue de l'adhésif demeure très important, notamment afin de dimensionner correctement les pièces collées des structures aéronautiques. Aussi, il s'avèrerait intéressant d'analyser le comportement l'adhésif étudié pour ce type de sollicitation. D'autant que l'échantillon Scarf modifié semble à nouveau bien adapté à cette étude, étant donné qu'à différence de l'essai Arcan modifié, il est possible d'appliquer de rapports de charges négatifs.

ANNEXE

SOMMAIRE

A.1. Composition chimique de composants	174
A.1.1. <i>Composition chimique d'alliage AW7075-T6</i>	<i>174</i>
A.1.2. <i>Composition chimique des fils calibrés</i>	<i>174</i>
A.2. Comportement mécanique de l'adhésif supporté et non-supporté	174
A.2.1. <i>Objectif de l'étude.....</i>	<i>174</i>
A.2.2. <i>Procédure de collage</i>	<i>174</i>
A.2.3. <i>Résultats configuration Scarf modifié 0°</i>	<i>175</i>
A.2.4. <i>Résultats configuration Scarf modifié 22.5°</i>	<i>176</i>
A.2.5. <i>Résultats configuration Scarf modifié 45°</i>	<i>177</i>
A.2.6. <i>Conclusion de l'analyse.....</i>	<i>178</i>
A.3. Faciès de rupture sans marquise	178
A.4. Essais sur éprouvette massique de colle	178
A.4.1. <i>Procédure d'obtention des éprouvettes massiques de colle.....</i>	<i>179</i>
A.4.2. <i>Mise en place dans la machine d'essai.....</i>	<i>179</i>
A.4.3. <i>Analyse des sources acoustiques.....</i>	<i>180</i>
A.5. Les paramètres d'acquisition tomographe Phoenix VtomeX (INSA-Lyon).....	182

A.1. Composition chimique de composants

A.1.1. Composition chimique d'alliage AW7075-T6

Le *Tableau 1* présente la composition chimique de la plaque d'alliage aluminium AW7075-T6 utilisée pour extraire les substrats.

Tableau 1. Composition chimique de l'alliage d'aluminium AW7075 T6

<i>Composant</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Mg</i>	<i>Cr</i>	<i>Zn</i>	<i>Ti</i>
% en masse	0.40	0.50	1.20 – 2.00	0.30	2.10 – 2.90	0.18 – 0.28	5.10 – 6.10	0.20

A.1.2. Composition chimique des fils calibrés

Le *Tableau 2* présente la composition chimique des fils calibrés utilisée pour contrôler l'épaisseur du joint de colle des échantillons Scarf modifié.

Tableau 2. Composition chimique du fil calibré en acier.

<i>Composant</i>	<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>V</i>	<i>Cu</i>	<i>Si</i>
% en masse	0.93	0.43	0.60	0.03	0.21	0.16	0.24

A.2. Comportement mécanique de l'adhésif supporté et non-supporté

A.2.1. Objectif de l'étude

Cette annexe décrit la campagne d'essais réalisée afin de comparer le comportement mécanique assemblages Scarf modifié collées en utilisant l'adhésif supporté et non-supporté. Cette étude portera sur le comportement ainsi que la rupture à différentes vitesses de sollicitation (0.02 kN/s, 0.2kN/s et 2kN/s).

A.2.2. Procédure de collage

Pour assurer une bonne reproductibilité des essais, la même procédure de collage des échantillons Scarf modifié, tel que présente sur le chapitre II a été utilisée. Il est également à noter que le deux adhésifs sont polymérisés en suivant le cycle de polymérisation 3 heures à 150°C.

A.2.3. Résultats configuration Scarf modifié 0°

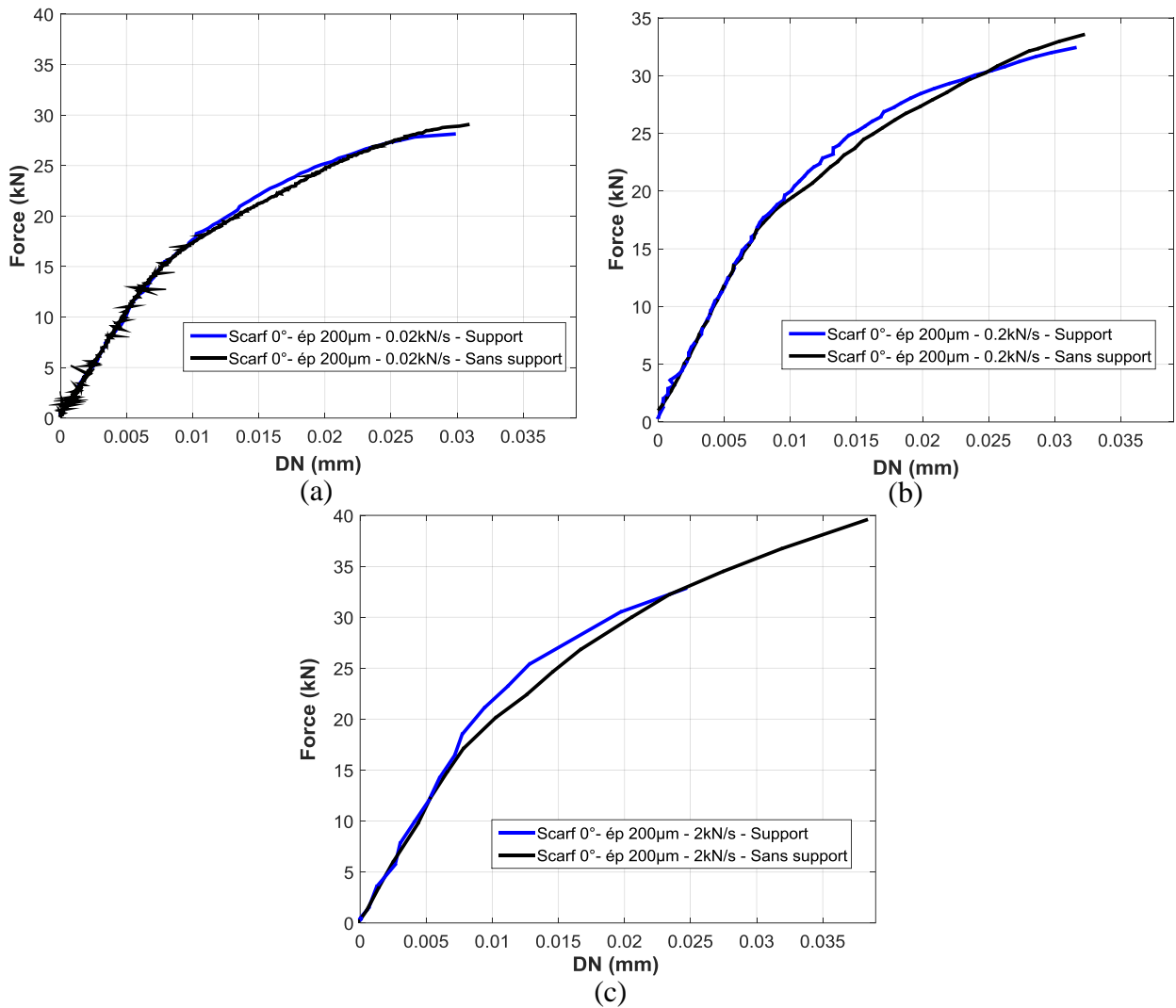


Figure A. 1. Comparaison du comportement mécanique des assemblages Scarf modifié $\delta = 0^\circ$ des deux colles sollicités à différentes vitesses, (a) 0.02 kN/s, (b) 0.2 kN/s, (d) 2 kN/s.

A.2.4. Résultats configuration Scarf modifié 22.5°

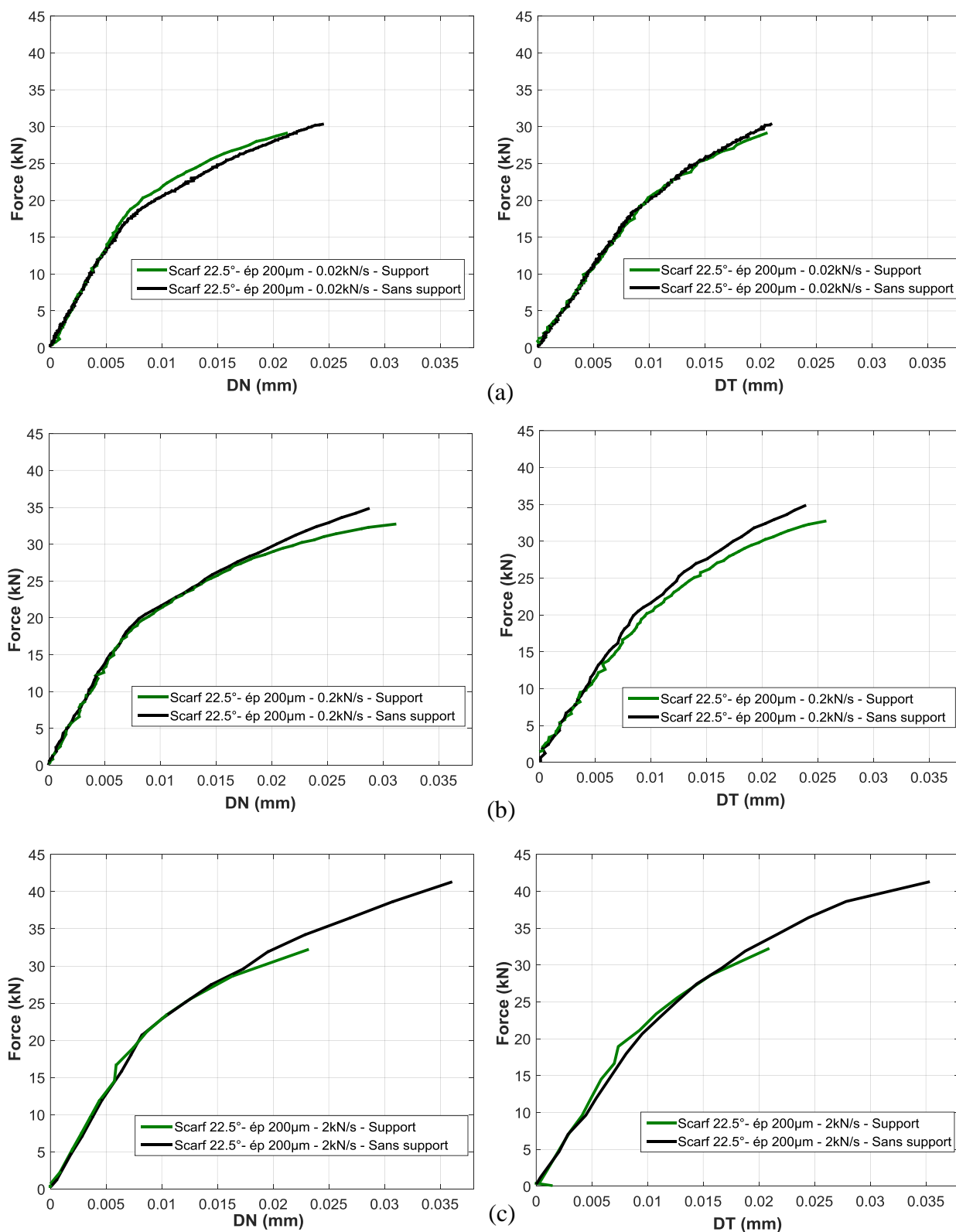


Figure A. 2. Comparaison du comportement mécanique des assemblages Scarf modifié $\delta = 22.5^\circ$ des deux colles sollicités à différentes vitesses, (a) 0.02 kN/s, (b) 0.2 kN/s, (d) 2 kN/s.

A.2.5. Résultats configuration Scarf modifié 45°

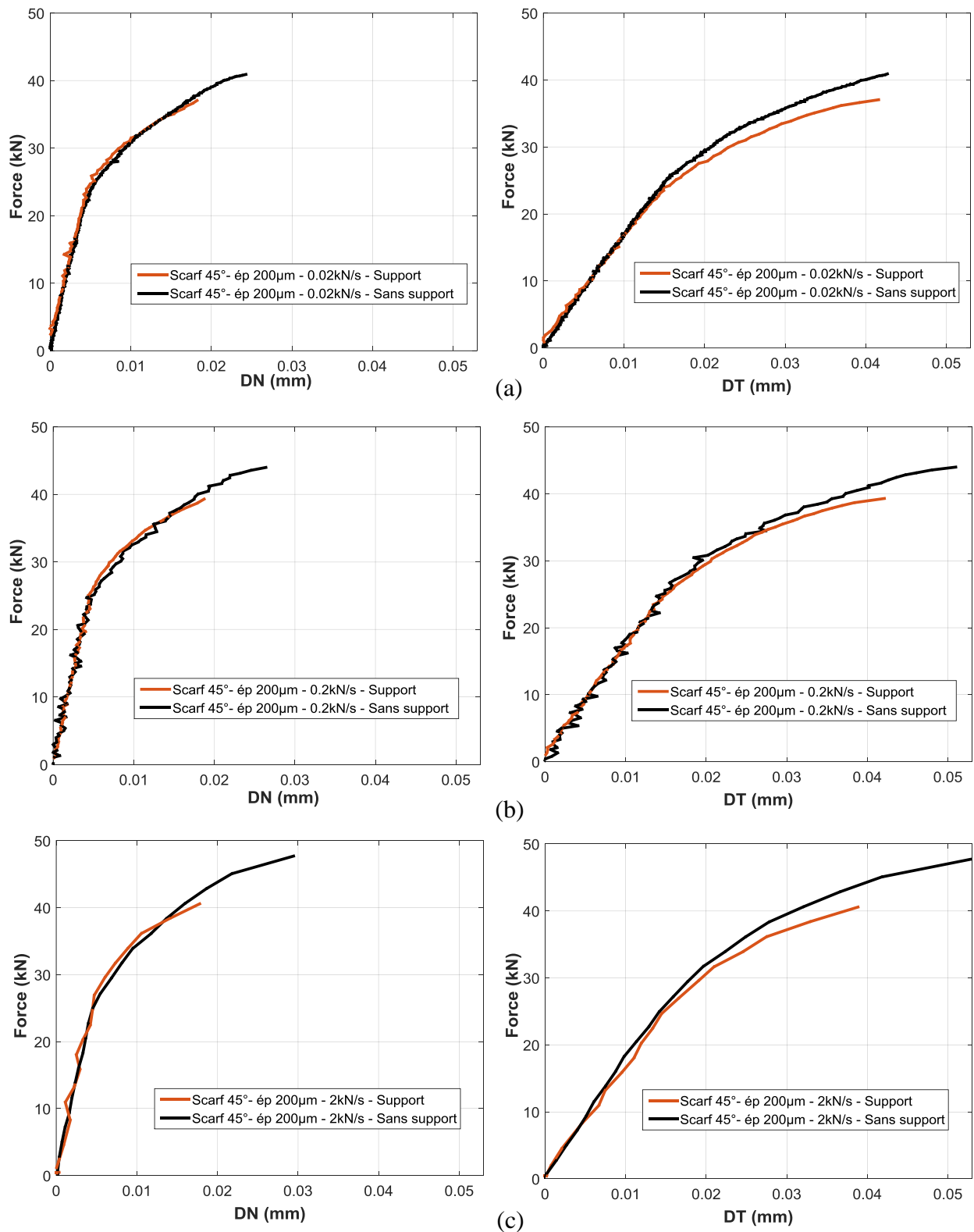


Figure A. 3. Comparaison du comportement mécanique des assemblages Scarf modifié $\delta = 45^\circ$ des deux colles sollicités à différentes vitesses, (a) 0.02 kN/s, (b) 0.2 kN/s, (d) 2 kN/s.

A.2.6. Conclusion de l'analyse

En vue de ces résultats, il a été conclu que pour les vitesses de 0.02kN/s et 0.2 kN/s le comportement mécanique des assemblages Scarf modifié reproductible. Cependant, il est observé sur les trois configurations de l'essai que le fait d'augmenter la vitesse de sollicitation augmente considérablement la force à la rupture de l'assemblage.

A.3. Faciès de rupture sans marquise

La *Figure A. 4*, présente les faciès de rupture représentatifs de l'essai Scarf modifié observés pour l'adhésif non-supporté. Les faciès de rupture sont caractéristiques d'une rupture fragile du joint de colle.

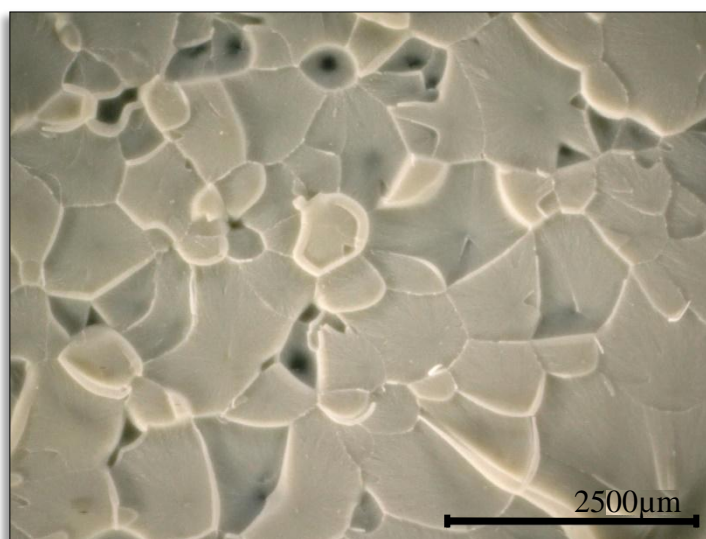


Figure A. 4. Faciès de rupture des essais monotones jusqu'à rupture des éprouvettes Scarf modifié colle non-supportée.

A.4. Essais sur éprouvette massique de colle

Une approche alternative afin d'analyser les phénomènes d'endommagement de l'adhésif est l'utilisation d'éprouvettes massiques de colle lors des essais interrompus complétés par des analyses tomographiques. L'objectif du choix de ce type d'éprouvette est d'augmenter le nombre d'images à analyser en augmentant l'épaisseur observée par tomographie. Cependant, il est important de noter que le mode de sollicitation sur ce type d'éprouvette ne correspond pas à celui appliqué au joint de colle via l'éprouvette Scarf modifié. De ce fait, il est d'abord nécessaire de caractériser l'activité acoustique et les différentes classes, afin d'identifier les différents stades des scans tomographiques lors des essais sur éprouvette massique.

A.4.1. Procédure d'obtention des éprouvettes massives de colle

Les éprouvettes massives (quatre échantillons) sont découpées au jet d'eau à partir d'une plaque $1m \times 1m$ d'adhésif (supporté) polymérisée, composée de dix films, afin d'obtenir une épaisseur finale de 3 mm (Figure A. 5-b). Le collage de la plaque est réalisé chez Safran Composites, en déposant l'ensemble des films (non-polymérisés) entre deux plaques anti-adhérentes, puis polymérisés avec le cycle présenté dans le chapitre II (cf. Section II.2.5). Lors de cette étude les éprouvettes utilisées présentent des dimensions différentes de celles normalisées, selon la norme NF EN ISO 527, afin de disposer d'une largeur utile ($w1$) d'éprouvette pour positionner toute la surface du capteur (rayon du capteur Nano30 de 8 mm) . Les dimensions des éprouvettes haltères utilisés sont résumées dans le Tableau 3.

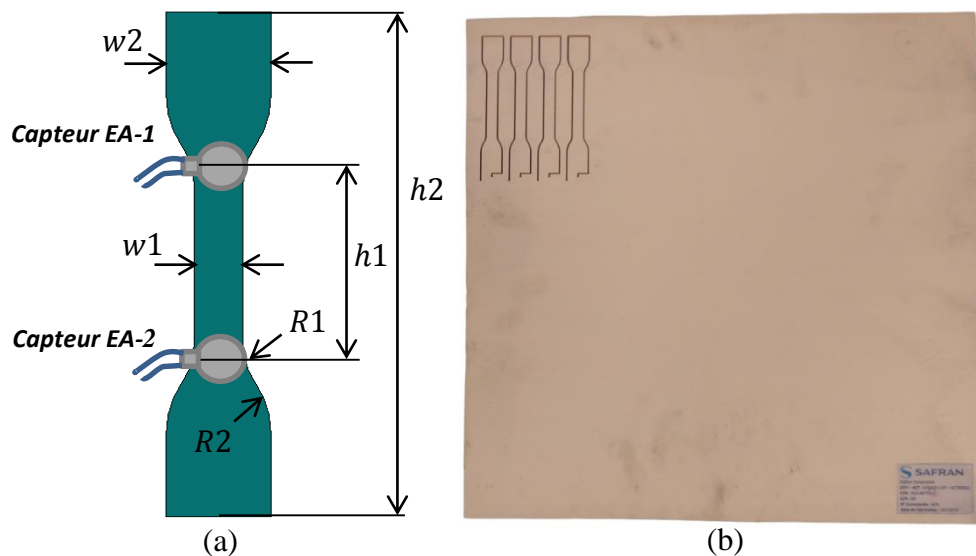


Figure A. 5. (a) Géométrie des éprouvettes massives d'adhésif, (b) plaque d'adhésif et découpage des éprouvettes.

Tableau 3. Les dimensions des éprouvettes massives.

paramètre	$h1$	$h2$	$w1$	$w2$	$R1$	$R2$	ép
Dimensions (mm)	50	110	8	16	10	15	3

A.4.2. Mise en place dans la machine d'essai

Les essais sont réalisés sur la même machine de traction INSTRON 1342 ($\pm 100\text{ kN}$) utilisée lors des essais de caractérisation mécanique de l'adhésif. Des talons en aluminium ont été collés aux extrémités de l'éprouvette, dans le but de maximiser l'adhérence et d'éviter les glissements dans les mors hydrauliques. Ce type d'éprouvette est instrumenté par SCIN sur l'une

des faces (*Figure A. 6-a*) et par capteurs EA sur la face opposée (*Figure A. 6-b*). Les capteurs acoustiques sont positionnés à une distance de $\pm 25 \text{ mm}$ du centre de l'échantillon, dans le but de localiser les évènements acoustiques sur la longueur utile (h_1). La machine d'essai est pilotée en effort imposé de 5 N/s et l'enregistrement des deux systèmes est synchronisé.

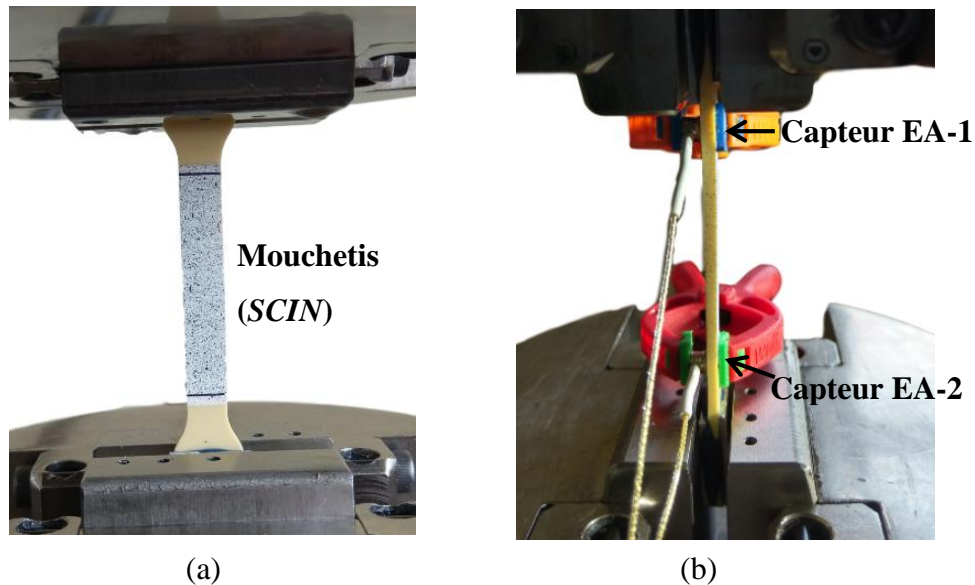


Figure A. 6. (a) Vue de face, mouchetis pour la SCIN, (b) positionnement des capteurs EA.

A.4.3. Analyse des sources acoustiques

La *Figure A. 7-a,b* montre le comportement mécanique (contrainte/déformation), la contrainte σ_{yy} est calculée comme le ratio entre la force et la section utile ($w_1 \times \text{ép}$) et, la déformation ε_{yy} est issue directement des données de la SCIN. L'évolution du nombre cumulé d'évènements superposée avec le comportement mécanique permet de mettre en évidence l'apparition de très peu d'évènements faiblement énergétiques (*Figure A. 7b*) sur une plage de temps réduite, et peu avant la rupture de l'éprouvette. Etant donné le faible nombre d'évènements enregistrés, la classification des sources n'a pu être réalisée. En termes de localisation, les sources d'EA sont détectées dans une zone proche du capteur EA-2, endroit où a eu lieu la rupture de l'éprouvette (*Figure A. 7-c*).

Cette étude a permis de mettre en avant les différences observées en termes d'activité acoustique entre les éprouvettes massiques et les éprouvettes Scarf modifié, ce phénomène peut s'expliquer par le fait que lors de l'essai Scarf modifié le joint de colle (de faible épaisseur) et la marquisete sont sollicités dans la direction hors plan. A contrario, l'éprouvette massique de colle est sollicitée selon la direction longitudinale des tissus de nylon. Il peut être conclu que ce type

d'approche n'est pas fiable pour caractériser l'endommagement des joints de colle. De plus, des stades d'interruption n'ont pas pu être identifiés pour réaliser des scans tomographiques.

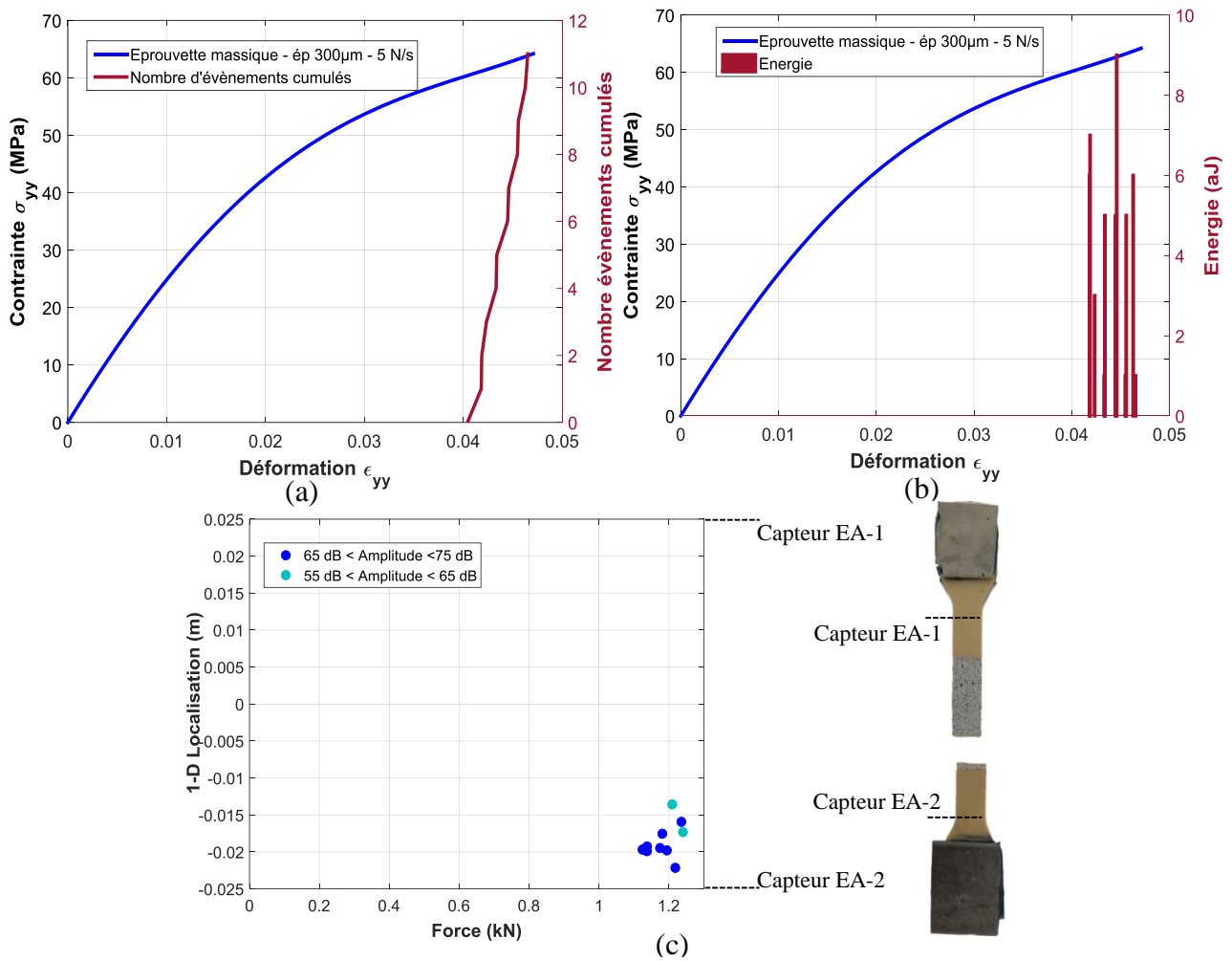


Figure A. 7. Suivi de l'activité acoustique essai sur échantillon Bulk, (a) nombre cumulé d'évènements, (b) énergie, (c) localisation des sources d'EA.

A.5. Les paramètres d'acquisition tomographe Phoenix VtomeX (INSA-Lyon)

Les paramètres principaux du tomographe Phoenix VtomeX utilisé dans le cadre du stage à l'INSA-Lyon, sont résumés dans le *Tableau 4*.

Tableau 4. Paramètres du système tomographique

<i>Paramètre</i>	<i>Tension source RX</i>	<i>Intensité source RX</i>	<i>Projections sur 360°</i>	<i>Temps d'exposition</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Durée scan</i>	<i>Taille voxel</i>
Valeur	80 (kV)	280 (μ A)	1200	333 (ms)	3 images/projection	27 (min)	4.5 (μ m)

Titre : Caractérisation et modélisation des joints de colle sous sollicitations quasi-statiques bi-axiales

Mots clés : Assemblage collés, Essai Scarf modifié, systèmes d'instrumentation

Résumé : Le collage structural se présente comme une alternative intéressante aux méthodes classiques d'assemblages par ajout d'éléments mécaniques pour alléger les structures aéronautiques. Cependant, l'utilisation de cette méthode soulève de nombreuses questions en termes de conception, caractérisation ou modélisation. Ce travail, à fort caractère expérimental, vise deux grands objectifs : (i) sélectionner les moyens d'instrumentation les plus adaptés pour la caractérisation du comportement jusqu'à rupture des assemblages collés et (ii) prédire le comportement des assemblages collés à partir d'une caractérisation et d'une modélisation complète sous chargements quasi-statiques bi-axiaux, en utilisant un type d'essai simple et industrialisable. Dans un premier temps, pour atteindre ces objectifs,

un nouvel essai appelé Scarf modifié a été proposé, afin de caractériser le comportement mécanique du joint de colle, en minimisant les effets de bord par la présence de becs.

La deuxième partie de la thèse porte sur le développement d'une stratégie de caractérisation simplifiée du comportement de joint de colle, sous certaines hypothèses (états de contraintes/déformations, continuité du champ de contraintes). Cette stratégie a permis d'obtenir le comportement intrinsèque de l'adhésif sous la forme de courbes $\sigma=f(\varepsilon)$. La dernière partie abordée dans ces travaux, s'intéresse quant à elle à l'identification et la sélection des moyens de métrologie les plus appropriés, pour accompagner la caractérisation expérimentale.

Title : Characterization and modeling of adhesive bonded joints under quasi-static loadings

Keywords : Adhesively bonded joints, modified Scarf joint, instrumentation systems

Abstract: Today, structural bonding presents an interesting alternative to conventional methods of assembly, in order to reduce the weight within aeronautical structures. However, the use of this method raises many questions in terms of design, characterization or modeling. This work presents a robust experimental work, aiming two main objectives: (i) select the most suitable instrumentation for the characterization of the behavior of bonded joints up to failure and (ii) predict the behavior of bonded joints from complete characterization and modeling under quasi-static bi-axial loading, using a simple test, directly integrated to industry. In a first stage, to achieve this goal, modified Scarf test has been proposed to characterize the mechanical behavior of adhesive joints.

This type of specimen allows applying multi-axial loadings without having high-stress concentrations near the edges. The second part of the thesis deals with the development of a strategy for simplifying the characterization of a bonded joint using some hypotheses (stress/strain states). This strategy allows obtaining the intrinsic behavior of the adhesive in the form of the curves $\sigma=f(\varepsilon)$. The last part of this work deals with the identification and selection of the most appropriate instrumentation systems in the experimental characterization.