



HAL
open science

Contribution à la conception des assemblages mécaniques utilisant des matériaux fortement dissipatifs

Adrien Chassigne

► **To cite this version:**

Adrien Chassigne. Contribution à la conception des assemblages mécaniques utilisant des matériaux fortement dissipatifs. Mécanique des solides [physics.class-ph]. Université Paris-Saclay, 2020. Français. NNT : 2020UPASC020 . tel-02892490

HAL Id: tel-02892490

<https://theses.hal.science/tel-02892490>

Submitted on 7 Jul 2020

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.

Contribution à la conception des assemblages mécaniques utilisant des matériaux fortement dissipatifs

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n°579 : Sciences mécaniques et énergétiques, matériaux
et géosciences (SMEMAG)

Spécialité de doctorat : Mécanique des solides

Unité de recherche : Laboratoire Quartz (EA7393) / Supméca, 93400, Saint-Ouen

Référent : CentraleSupélec

Thèse présentée et soutenue à Saint-Ouen, le 12/05/2020, par

Adrien CHASSAIGNE

Composition du Jury

Olivier HUBERT

Professeur des Universités, ENS Paris-Saclay

Président

Gaël CHEVALIER

Professeur des Universités, FEMTO-S

Rapporteur & Examineur

Jean-François DEÛ

Professeur des Universités, CNAM

Rapporteur & Examineur

Guilhem MICHON

Professeur des Universités, Institut Clément Ader

Examineur

Jean-Luc DION

Professeur des Universités, Supméca - Laboratoire Quartz

Directeur de thèse

Franck RENAUD

Maître de conférences, Supméca – Laboratoire Quartz

Encadrant de thèse

Lucie ROULEAU

Maître de conférences, CNAM

Invitée

À la mémoire de mon père.

Table des matières

Page de garde	i
Table des matières	vii
Table des figures	xi
Liste des tableaux	xiii
Remerciements	1
Introduction	3
1 Introduction aux matériaux polymères	7
1.1 Introduction aux polymères	8
1.1.1 Structures internes	8
1.1.2 Les domaines d'état structural	9
1.1.3 La relaxation	11
1.1.4 La classification	12
1.2 Comportements des polymères	13
1.2.1 Viscoélasticité linéaire	13
1.2.1.1 Conditions quasi statiques	13
1.2.1.2 Conditions dynamiques	16
1.2.2 Dépendance à l'amplitude	18
1.2.3 Dépendance à la précharge	18
1.3 Caractérisation des propriétés mécaniques	19
1.3.1 Les méthodes quasi statiques	20
1.3.2 Les méthodes dynamiques hors résonances	21
1.3.2.1 Oscillation forcée	21
1.3.2.2 Oscillation libre	24
1.3.3 Les méthodes dynamiques résonantes	25
1.3.4 Les méthodes de propagation d'ondes	27
1.4 Conclusion du chapitre	28
2 Principe d'équivalence et campagne d'analyse mécanique dynamique	31
2.1 L'équivalence temps-température	32
2.1.1 L'applicabilité du principe d'équivalence	33
2.1.1.1 Les critères graphiques, le Cole-Cole et le Wicket plot	34
2.1.1.2 Les limites du principe	35
2.1.2 Les lois de comportements	36
2.1.2.1 Les coefficients de translation horizontale	36
2.1.2.2 Les coefficients de translation verticale	38
2.1.3 Les algorithmes de translation	38

2.2	Campagne d'analyse mécanique dynamique sur un banc du commerce	39
2.2.1	Matériel expérimental	39
2.2.1.1	Calcul des grandeurs mécaniques	40
2.2.2	Préparation des échantillons	42
2.2.2.1	Fabrication	43
2.2.2.2	Dimensionnement	44
2.2.2.3	Domaine de linéarité	45
2.2.3	Étude du banc	46
2.2.3.1	Échantillon aluminium	46
2.2.3.2	Échantillon polymère	49
2.2.3.3	Fidélité des mesures	49
2.2.4	Résultats et discussions	52
2.3	Investigation du comportement thermomécanique avec des essais supplémentaires	54
2.4	Applicabilité du principe d'équivalence temps-température	57
2.4.1	Critères	57
2.4.2	Coefficients	57
2.4.3	Résultats et discussions	60
2.5	Conclusion du chapitre	62
3	Développement d'un banc d'analyse mécanique hautes fréquences	63
3.1	Le banc d'analyse mécanique haute fréquence, 2011	64
3.1.1	Instrumentation	66
3.1.2	Calcul des grandeurs mécaniques	67
3.1.3	Protocole expérimental	69
3.1.4	Étude du dispositif	71
3.1.4.1	Résultats expérimentaux	72
3.1.4.2	Étude numérique	73
3.1.4.3	Domaine de caractérisation	76
3.2	Amélioration du banc	77
3.2.1	Chaîne d'actionnement	78
3.2.1.1	Actionneurs & Amplificateur de puissance	79
3.2.1.2	Capteurs	82
3.2.2	Mâchoire	84
3.2.2.1	Optimisation topologique	84
3.2.2.2	Optimisation paramétrique	85
3.3	Le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence, 2018	86
3.3.1	Protocole expérimental	87
3.3.2	Étude numérique	88
3.3.3	Domaine de caractérisation	90
3.4	Conclusion du chapitre	90
4	Campagne d'analyse mécanique dynamique sur le banc haute fréquence	93
4.1	Étalonnage des capteurs	94
4.1.1	Étalonnage statique des vis instrumentées	95
4.1.2	Étalonnage dynamique des vis instrumentées	98
4.1.3	Discussions des résultats d'étalonnage	100
4.2	Campagne sur le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence	101
4.2.1	Calcul des grandeurs mécaniques	102
4.2.1.1	Étude du fonctionnement statique de la configuration optimisée	103
4.2.2	Configuration dégradée	105
4.2.2.1	Identification des paramètres du modèle rhéologique	107
4.2.2.2	Raideur des mâchoires	108

4.2.2.3	Résultats et discussions	108
4.2.3	Configuration optimisée	111
4.3	Performances du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2018	111
4.3.1	Analyse modale expérimentale	113
4.3.2	Domaine de caractérisation	114
4.4	Conclusion du chapitre	116
Conclusion		117
Annexes		121
A	Données constructeurs des adhésifs	123
B	Dessins de définition	129
Bibliographie		133
Résumé & Abstract		138

Table des figures

1.1	Module et facteur de perte d'un polymère amorphe en fonction de la température et des domaines d'état structural	9
1.2	Évolution du module en fonction de paramètres structuraux	11
1.3	Évolution de la relaxation principale α avec la fréquence en analyse mécanique dynamique	12
1.4	Structures des différentes familles de polymères	12
1.5	Expérience de fluage et de relaxation	14
1.6	Viscoélasticité linéaire.	15
1.7	Le principe de superposition de Boltzmann.	15
1.8	Comportement viscoélastique pour une sollicitation harmonique	16
1.9	Manifestation expérimentale de l'effet Payne	18
1.10	Dépendance des grandeurs viscoélastiques à la précharge	18
1.11	Performance des différentes méthodes de caractérisation en fonction de la fréquence et du temps.	20
1.12	Limite des essais de fluage et de relaxation	21
1.13	Limitation des essais dynamiques hors résonance	22
1.14	Longueur d'onde en fonction du module	23
1.15	Pendule de torsion	24
1.16	Méthode dynamique non résonante et décrétement logarithmique	25
1.17	Poutre en torsion encastree-libre à gauche et libre-libre à droite.	25
1.18	Illustration de la caractérisation par une méthode dynamique résonante.	26
1.19	Dispositif de caractérisation par propagation d'onde par immersion à gauche et par contact à droite.	27
1.20	Propagation d'onde dans l'échantillon. Le temps de vol correspond à Δt	28
2.1	Essais de fluage à différentes températures sur une poutre Bakelite®.	32
2.2	Le principe d'équivalence temps-température illustré	33
2.3	Évolution du volume en fonction de la température & Volume libre	37
2.4	Photo et schéma du banc Metravib DMA+1000 utilisé pour l'analyse mécanique dynamique	40
2.5	Modélisation du Metravib DMA+1000	41
2.6	Cisaillement simple et composé	42
2.7	Fabrication des échantillons : Montage et échantillons	43
2.8	Raideur apparente autorisée en fonction de la fréquence	44
2.9	Domaine de linéarité des adhésifs. Le module et la phase sont tracés en fonction du taux de déformation	45
2.10	Caractérisation de la Metravib DMA+1000 : Échantillon en aluminium	47
2.11	Raideur normalisée en fonction de l'amplitude sur l'échantillon en aluminium	48
2.12	Échantillon flué	49
2.13	Isochrones et isothermes de module et de facteur de perte des essais préliminaires sur l'adhésif 8364/1008.	50

2.14	Essais de répétabilité et de fidélité intermédiaire réalisés sur la Metravib DMA+1000	51
2.15	Module et facteur de perte isochrone de 2 échantillons cuits différemment de l'adhésif 8364/1008	52
2.16	Module et facteur de perte isochrone des 3 adhésifs à 1 Hz pour l'identification des T_g	53
2.17	Modules et facteurs de pertes isothermes des 3 adhésifs	54
2.18	Analyse thermogravimétrie (TGA)	55
2.19	Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) des adhésifs	55
2.20	Analyse thermomécanique (TMA) des adhésifs	56
2.21	Cole-Cole et Wicket plot isothermes des 3 échantillons obtenus sur la DMA+1000	58
2.22	Coefficients a_T et b_T identifiés pour chaque échantillon des trois adhésifs à $T_{ref} = T_g$.	58
2.23	Identifications des paramètres des lois WLF, Arrhénius et Bueche-Rouse sur l'échantillon A^* de l'adhésif 9105	59
2.24	Courbes maîtresses des trois adhésifs pour $T_{ref} = 70^\circ\text{C}$	61
2.25	Courbes maîtresses de chaque échantillon des 3 adhésifs.	61
3.1	Principe de fonctionnement du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence	64
3.2	Problématique occasionnée par une conception monobloc des mâchoires.	65
3.3	Photo du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2011 lors d'une campagne d'essai.	66
3.4	Schéma bloc de la chaîne de contrôle et de mesure du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2011	67
3.5	Modèle rhéologique du banc DMA haute fréquence 2011	67
3.6	Modèle rhéologique de la chaîne d'actionnement du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2011	68
3.7	Signal d'excitation utilisé pour les actionneurs piézoélectriques	70
3.8	Erreur commise lors d'une fuite spectrale	71
3.9	Caractérisation sur le banc 2011 de shims MSC5048.	72
3.10	Évolution normalisée obtenue par simulation sur le banc 2011 des formules de post-traitement pour différentes raideurs échantillons.	75
3.11	Modes propres du banc DMA haute fréquence 2011	76
3.12	Le domaine de caractérisation du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2011	77
3.13	Principe de fonctionnement d'un actionneur piézoélectrique	79
3.14	Démarche de sélection des actionneurs piézoélectriques illustrée pour le Noliac NAC 2125	80
3.15	Modèle rhéologique à 6 degrés de liberté du banc DMA haute fréquence 2018. . .	83
3.16	Capteurs de force sélectionnés pour le banc DMAHF 2018	83
3.17	Résultats de l'optimisation topologique.	84
3.18	Contrainte normale des surfaces en contact avec les échantillons pour les bancs 2011 et 2018	86
3.19	Photo du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018.	86
3.20	Modes propres du banc DMA haute fréquence 2018	89
3.21	Domaine de caractérisation du banc pour le banc d'analyse mécanique haute fréquence 2018	90
4.1	Machine de traction Zwick Roell Pro line Z100 TN utilisé pour l'étalonnage statique des vis instrumentées	95
4.2	Diagramme d'étalonnage de la vis M10 SN 17050480	96
4.3	Mesure du bruit à vide sur une vis instrumentée	97
4.4	Montage d'étalonnage dynamique et étude de son comportement.	98
4.5	Signaux temporels des capteurs PCB et Texys d'un essai à $0.5\ \mu\text{m}$	99

4.6	Mesures des capteurs de force en fonction de la fréquence.	100
4.7	Sensibilité dynamique en fonction de la fréquence pour plusieurs amplitudes. . .	101
4.8	Modèle rhéologique du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018.	102
4.9	Évolution normalisée des formules de post-traitement obtenue par simulation sur le banc 2018 pour différentes raideurs échantillons.	105
4.10	Banc d'analyse mécanique dynamique en configuration dégrade.	106
4.11	Identification de la raideur des mâchoires	107
4.12	Identification de la raideur des mâchoires	108
4.13	Résultats détaillés d'un essai conduit sur l'adhésif 9105/1307 sur le banc 2018 en configuration dégradée.	109
4.14	Comparaison des analyses mécaniques dynamiques sur les bancs 2011 et 2018. . .	110
4.15	Résultats d'un essai conduit sur l'adhésif 8364/1107 en configuration optimisée. .	111
4.16	Module de cisaillement de l'adhésif 8364/1107 mesuré sur les bancs DMA+1000, DMAHF 2018 et 2011.	112
4.17	Configuration de l'analyse modale expérimentale	113
4.18	Résultats de l'analyse modale expérimentale.	114
4.19	Domaine de caractérisation enrichi avec les résultats expérimentaux.	115
A.1	Module de Young et facteur de perte isochrones de l'adhésif 8364/1107 fournis par Aderis.	124
A.2	Module de Young et facteur de perte isochrones de l'adhésif 9105/1307 fournis par Aderis.	124
A.3	Fiche constructeur de l'adhésif 8364/1107.	125
B.1	Dessin de définition de mâchoires	130
B.2	Dessin de définition des supports	131

Liste des tableaux

1.1	Récapitulatif des méthodes expérimentales et de leurs performances.	30
2.1	Températures de transition vitreuse - T_g - identifiées par DMA et DSC.	56
2.2	Paramètres des lois WLF, Arrhenius et Bueche-Rouse identifiés pour chaque échantillon des 3 adhésifs à $T_{ref} = T_g$	60
3.1	Significations et calculs des grandeurs étudiées lors de l'étude statique du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2011	74
3.2	Incertitudes relative aux différentes méthodes de serrage d'un boulon.	82
3.3	Fréquences propre du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018	88
4.1	Sensibilité, décalage à zéro (ou offset) et hystérésis de la vis 1	96
4.2	Significations et calculs des grandeurs étudiées lors de l'étude statique du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2018	104

Remerciements

Il est difficile de remercier toutes les personnes ayant contribué à ces travaux en une unique section. C'est pourquoi je tiens à remercier toutes les personnes qui ont travaillé avec moi sur ce projet : merci à toutes et à tous !

Je remercie en premier lieu mon directeur de thèse, Jean-Luc Dion, de m'avoir fait confiance et de m'avoir confié ce projet de recherche. Je remercie aussi mon encadrant, Franck Renaud, pour son assistance tout au long de la thèse. Il a fait preuve d'une grande patience. Il a partagé son expérience et a prodigué ses conseils.

Je remercie Olivier Hubert, le président du jury, Gaël Chevalier et Jean-François Deü, les rapporteurs, et Guilhem Michon, un examinateur, d'avoir accepté d'examiner mes travaux. Je remercie également Lucie Rouleau d'avoir accepté l'invitation et pour son assistance dans la réalisation de l'équivalence temps-température (cf. 2.4.2).

Je remercie l'ensemble des acteurs du projet CLIMA pour avoir financé ces travaux et créé un environnement propice à la recherche et au développement en liant le monde académique et industriel.

Dans ce cadre, j'exprime ma gratitude à la société Aderis pour son accueil. Je remercie Antoine Curet et Régis David pour leur aide. Cette collaboration a été l'occasion pour moi de régler certains problèmes techniques du banc et d'apprendre énormément sur la chimie des polymères.

J'exprime aussi ma gratitude à la société Airbus pour son accueil sur le site de Suresnes et pour la réalisation d'une campagne de caractérisation. Je remercie Benoit Petitjean qui a permis ces essais et Alain Mesinele pour m'avoir accueilli dans son laboratoire. Nous avons tous deux appris beaucoup au cours de ces essais. Merci pour le temps que tu m'as consacré.

Je remercie François Deux de la société Polytech pour avoir réalisé les essais d'analyse modale expérimentale avec son matériel. Les résultats ont été d'une grande aide pour comprendre la dynamique du banc d'analyse mécanique dynamique.

Je remercie Marco Rosatello, mon fidèle co-doctorant sur ce projet, pour tout... C'est toujours plus simple de relever les défis à deux. Nous avons fait un petit bout de chemin ensemble. Merci pour tout Marco.

Je remercie les autres doctorants du laboratoire. Adrien Goeller pour ses conseils. Nos discussions se sont relevées très utiles et m'ont permis de penser à autre chose. Ensuite, je remercie Emna et Reza pour les moments passés ensemble. Ils ont transformé certaines journées très ternes.

Le soutien des équipes techniques de Supméca a été d'une grande importance dans la réussite de ces travaux. Ainsi, je remercie Nicolas Tijoux pour le temps consacré à mes problématiques de cotation fonctionnelle. Je remercie aussi Abdelghani Larbi pour son aide. Le travail réalisé a toujours été impeccable et ses conseils utiles m'évitant des erreurs. Enfin, je remercie Arkadiusz

et Christophe. Ils ont été présents à divers degrés sur tous mes essais. Ils ont su répondre à mes questions et m'aider à monter en compétences sur cet aspect.

Je remercie les membres de l'équipe de recherche Vibrations, Acoustique, et Structures (VAST). Ils ont contribué à la réussite de ces travaux à divers degrés et en insufflant une bonne ambiance au deuxième étage. Merci à Nicolas, Ronan, Jean-Baptiste, Benoit, Stéphane, Stéphanie, Imad, Alain et Martin.

Je remercie Mathilde Lalart pour les corrections orthographiques réalisées sur ma thèse. Notre collaboration a été fructueuse et a contribué à améliorer ce manuscrit.

Je remercie les membres de l'organisation des JJCAB 2018 : Aro, Arthur, Christophe, Martin et Sylvain. Ce fut une expérience enrichissante.

Je conclus cette section avec des remerciements adressés à ma famille. Je remercie en premier lieu ma mère pour son soutien malgré la maladie. Je remercie ma femme pour son soutien total, constant et son assistance. Tu as fait preuve d'une patience hors norme. Je te remercie d'avoir sacrifié ton temps pour me permettre de libérer du mien. Je remercie mon fils qui est née durant ma thèse.

Enfin, je remercie mon père qui n'a pas eu la chance de voir l'aboutissement de ces travaux. Papa, rien n'aurait été possible sans ton soutien ! Tu m'as donné la force de conduire à terme la thèse. Merci pour ton soutien et ta patience. Je t'aime.

Introduction

Le comportement dynamique d'un assemblage mécanique est défini par sa raideur, sa masse et son amortissement. Les deux premiers paramètres sont évalués avec précision par le plus grand nombre grâce aux logiciels de Conception Assisté par Ordinateur ou de simulations reposant sur la méthode des éléments finis. Le dernier, l'amortissement, est plus complexe à appréhender. Il caractérise l'atténuation du mouvement par dissipation d'énergie et doit être évalué avec précision pour qui veut prédire correctement le niveau vibratoire. Il est moins bien pris en compte en phase de conception ce qui entraîne des surdimensionnements, des surcoûts de conception ou d'exploitation, des retards, etc.

Cette difficulté a pour origine la diversité des sources d'amortissements. Ces sources reposent sur des physiques différentes, parfois couplées, qui prennent place à plusieurs échelles : de l'échelle atomique de l'ordre du dixième de nanomètre à l'échelle de la structure. Une classification proposée par [Peyret \(2012\)](#) distingue la structure de son environnement. Elle est fonction de la frontière, pas toujours évidente, entre les deux milieux distinguant les sources externes et internes. Pour les sources externes, l'amortissement provient des interactions de la structure avec son environnement par des phénomènes de couplage fluide/structure, des composants passifs ou actifs aux limites. Pour les sources internes, l'amortissement est lié aux composants et à leurs interactions avec :

- l'amortissement intrinsèque des matériaux, faible pour les métaux ou les céramiques, mais important pour les polymères.
- l'amortissement dû aux liaisons entre composants modifiant le comportement local et global des structures.
- l'amortissement par isolation vibratoire consécutif à l'ajout d'un composant souple en série. Il réduit fortement les niveaux sur une large plage de fréquence et change le comportement global de la structure.
- l'amortissement consécutif à l'ajout d'un étouffeur dynamique ou mass damper. C'est une solution localisée qui réduit les niveaux sur une plage restreinte sans modifier le comportement global de la structure.

Les travaux de thèse présentés dans ce mémoire s'intéressent à la combinaison des deux premières sources internes : l'amortissement dans les liaisons collées avec des matériaux polymères. C'est une approche qui permet d'inclure les polymères, des matériaux aux propriétés mécaniques insuffisantes pour être utilisés tels quels, dans des structures fortement sollicitées. Les polymères peuvent être mis en place sur des liaisons pour modifier le comportement dynamique global de la structure. L'intérêt industriel est certain, mais il se heurte à un certain nombre de verrous technologiques. La thèse porte sur l'un de ces verrous : la caractérisation des matériaux polymères.

La caractérisation n'est pas l'aspect d'un projet qui soulève instinctivement le plus d'interrogation. Il revêt cependant un aspect stratégique et non trivial lorsque des matériaux innovants sont utilisés. Ces matériaux aux performances supérieures ont une caractéristique commune : ils ne respectent pas les comportements types. En d'autres termes, ils n'entrent pas dans les

"cases" existantes utilisées par les ingénieurs. Ils requièrent des campagnes de caractérisations complexes dont la qualité conditionne le travail des ingénieurs et la représentativité des modèles.

Cet aspect est particulièrement marqué pour les polymères, complexes par nature. Leurs propriétés mécaniques sont sensibles à la température, la fréquence ou encore l'amplitude de déformation dans des conditions environnementales ambiantes. Ces sensibilités doivent être vérifiées et quantifiées. Pour ce faire, la méthode la plus répandue est l'Analyse Mécanique Dynamique (AMD / DMA) utilisée conjointement avec le principe d'équivalence temps-température. Ce principe consiste à répéter des essais sur une plage fréquentielle restreinte à différentes températures et à transposer les résultats sur d'autres plages de fréquences. Il permet d'obtenir des courbes maîtresses définies sur une bande fréquentielle étendue. Néanmoins, il n'est pas compatible avec l'ensemble des matériaux. C'est la raison pour laquelle un dispositif d'analyse mécanique dynamique est développé depuis plusieurs années au sein de Supméca. Ce dispositif permet une caractérisation directe ne reposant pas sur le principe d'équivalence temps-température.

La thèse a été réalisée au sein de l'équipe de recherche **V**ibrations, **A**coustique, et **S**Ttructures (VAST) située à Supméca et membre du laboratoire Quartz. Elle est réalisée dans le cadre du projet CLIMA (**C**onception de **L**iaisons **M**écaniques **A**mortissantes), un projet FUI labellisé par le pôle ASTECH en île de France et par 4 autres pôles de compétitivités ayant pour but de développer des liaisons mécaniques amortissantes et les logiciels nécessaires à leur implémentation. La thèse s'inscrit dans la continuité des travaux précédemment menés à Supméca. Les techniques de mesure et le banc développés visent des performances fréquentielles supérieures sans modifier son principe de fonctionnement. Les polymères étudiés ne respectent pas le principe d'équivalence temps-température. Ce sont des adhésifs structuraux fournis par la société Aderis, un partenaire du projet. Ils sont caractérisés en premier lieu sur un dispositif industriel pour valider l'applicabilité du principe. Ils sont ensuite étudiés sur le banc développé pour constater le gain de performance.

Les objectifs de la thèse

Le premier objectif de la thèse est de développer un dispositif de caractérisation des polymères en fonction de la fréquence, de la précharge et de la température permettant l'obtention directe du module de cisaillement jusqu'à des fréquences élevées, et ce, afin de s'affranchir du principe d'équivalence temps-température. Le second objectif de la thèse est d'étudier l'applicabilité du principe d'équivalence temps-température sur les adhésifs Aderis sélectionnés dans le cadre du projet CLIMA.

Ces objectifs sont traités dans les quatre chapitres du mémoire. **Le chapitre 1** introduit les notions utiles à la compréhension des matériaux polymères comme leurs structures et leur classification en lien avec leur comportement mécanique. Les méthodes de caractérisation sont ensuite présentées de manière non-exhaustive en préférant un développement centré sur les principes physiques des mesures plus que sur les dispositifs. L'intérêt porté à l'analyse mécanique dynamique est ainsi justifié. Ce chapitre permet d'appréhender les résultats expérimentaux présentés dans la suite du mémoire. De surcroît, il situe les travaux et les dispositifs développés dans le paysage de la caractérisation des matériaux polymères.

Le chapitre 2 traite le second objectif de la thèse, c'est-à-dire l'applicabilité du principe d'équivalence sur les adhésifs. Il s'inscrit dans la continuité du précédent avec une section bibliographique sur le principe d'équivalence. Les aspects théoriques sont détaillés et les limites sont identifiées. Ils éclairent sur les critères de respect du principe d'équivalence. Ce premier développement est suivi d'une campagne de caractérisation sur le banc d'analyse mécanique dynamique d'Airbus Suresnes, le Metravib DMA+1000 dénommé DMA Metravib par la suite. Les résultats des essais mettent en lumière les limites et les biais introduits par ce type d'essais. Ils ont motivé

le développement du nouveau banc proposé dans ce mémoire.

Le chapitre 3 introduit le banc d'Analyse Mécanique Dynamique Haute Fréquence développé en 2011 à Supméca (DMAHF 2011). Le fonctionnement statique et dynamique est étudié et un critère de performance objectif est défini. L'analyse détaillée des différentes limites physiques et technologiques jouant un rôle dans la fréquence maximale du banc précédent oriente les travaux de conception d'un nouveau banc : le banc d'Analyse Mécanique Dynamique Haute Fréquence 2018 (DMAHF 2018). Les principales parties de ces travaux sont exposées pour justifier les choix technologiques. Les résultats sont analysés afin d'identifier les performances et le domaine de caractérisation du nouveau banc.

Le chapitre 4 présente les travaux expérimentaux conduits sur le banc d'essai DMAHF 2018 conçu et réalisé. L'étalonnage des capteurs est exposé et analysé afin de produire une analyse critique des domaines d'exploitation du banc d'essai. Les résultats sont présentés et comparés pour plusieurs échantillons caractérisés sur les bancs DMA Metravib, DMAHF 2011 et DMAHF 2018. Ainsi, il est possible de confirmer et de préciser plus en détail le domaine de caractérisation et de valider les performances du banc.

Chapitre 1

Introduction aux matériaux polymères

Sommaire

1.1	Introduction aux polymères	8
1.1.1	Structures internes	8
1.1.2	Les domaines d'état structural	9
1.1.3	La relaxation	11
1.1.4	La classification	12
1.2	Comportements des polymères	13
1.2.1	Viscoélasticité linéaire	13
1.2.2	Dépendance à l'amplitude	18
1.2.3	Dépendance à la précharge	18
1.3	Caractérisation des propriétés mécaniques	19
1.3.1	Les méthodes quasi statiques	20
1.3.2	Les méthodes dynamiques hors résonances	21
1.3.3	Les méthodes dynamiques résonantes	25
1.3.4	Les méthodes de propagation d'ondes	27
1.4	Conclusion du chapitre	28

Ce chapitre introduit les notions utiles à la compréhension du comportement mécanique des polymères en lien avec leurs structures et leur classification. Les méthodes de caractérisation sont ensuite présentées de manière non exhaustive en préférant un développement centré sur les principes physiques des mesures plus que sur les dispositifs. L'intérêt porté à l'analyse mécanique dynamique est ainsi justifié. Ce chapitre permet d'appréhender les résultats expérimentaux présentés dans la suite du mémoire. De surcroît, il situe les travaux et les dispositifs développés dans le paysage de la caractérisation des matériaux polymères.

1.1 Introduction aux polymères

Le comportement mécanique des matériaux polymères est un témoin à l'échelle macroscopique de l'organisation de la matière et des mouvements en son sein. Ces mouvements, regroupés sous l'appellation de mobilité moléculaire, sont la source des propriétés de ces matériaux.

Cette section introduit les informations utiles à la compréhension du comportement mécanique des polymères et à l'interprétation des résultats d'une campagne de caractérisation. Sans chercher l'exhaustivité, les développements fournissent une vision multiéchelle et détaillent les paramètres influents tels que la température ou le temps.

1.1.1 Structures internes

Les polymères sont constitués de macromolécules, ou chaînes, formés lors du processus de polymérisation via deux familles de réaction : la polyaddition et la polycondensation (Carothers, 1929). Les macromolécules sont constituées d'un grand nombre d'entités chimiques de petite taille appelées « monomères » liées par des liaisons chimiques fortes, les liaisons covalentes. Elles comprennent le plus souvent entre 10^3 et 10^5 monomères (Combette and Ernout, 2005, chap.5, p.38-41). Leur taille est caractérisée par la masse molaire moyenne M_i de l'espèce chimique i en $\text{kg}\cdot\text{mol}^{-1}$.

À l'échelle des molécules, c'est-à-dire entre 0.1 nm et 10 nm, les macromolécules se distinguent selon leurs compositions chimiques. Elles peuvent être composées d'une unique espèce chimique formant ainsi un matériau homogène^a. Elles se dénomment homopolymères. Lorsque plusieurs espèces chimiques les composent, leurs dénominations évoluent : copolymère pour deux espèces, de terpolymère pour trois, etc. Les monomères sont alors organisés périodiquement, statistiquement, par blocs (block copolymer) ou par greffons (graft copolymer). Le matériau qui en résulte peut être homogène ou hétérogène.

À l'échelle macromoléculaire, c'est-à-dire entre 10 nm et 10 μm , les chaînes se distinguent par leur architecture. Elle peut être linéaire, formant un ensemble monodimensionnel et flexible, ou ramifié, formant un ensemble de plusieurs chaînes rattachées par des points de ramification. Ces macromolécules peuvent être liées par des liaisons chimiques fortes créant un réseau tridimensionnel. On parle alors de polymère réticulé (cross-linked polymer). Le processus de réticulation (curing) est une réaction chimique qui peut avoir lieu en présence d'un catalyseur (ex : le soufre) ou sous l'action de la chaleur. Le processus de ce genre le plus connu est la vulcanisation des caoutchoucs.

La composition chimique du matériau peut varier à cette même échelle. Le mélange de chaînes de différentes natures chimiques, ou polyblend, engendre des matériaux aux propriétés dictées par les composants chimiques et leur mélange. Un mélange miscible forme un milieu homogène tandis qu'un mélange immiscible forme un milieu hétérogène. Le comportement mécanique qui en résulte peut présenter plusieurs composantes.

À l'échelle microscopique, c'est-à-dire entre 1 μm et 1 mm, l'organisation des polymères est perceptible autorisant la distinction :

- des polymères amorphes ne présentant aucun ordre. Les chaînes sont enchevêtrées les unes aux autres et forment des pelotes ou des nœuds physiques. Le comportement mécanique qui en résulte est isotrope.

a. L'homogénéité ou l'hétérogénéité d'un matériau est liée à la notion de phase correspondant en thermodynamique à un milieu dans lequel les paramètres varient de manière continue. Ainsi, un milieu homogène ne comprend qu'une seule phase contrairement à un milieu hétérogène. Ce dernier voit ses propriétés changer brutalement à cause des différentes phases.

- des polymères présentant un ou plusieurs alignements préférentiels. La structure est ordonnée suivant un ou plusieurs axes consécutivement aux procédés de fabrication ou à des contraintes. Le comportement mécanique qui en résulte est anisotrope.
- des polymères semi-cristallins présentant des zones cristallisées ordonnées incluses dans une matrice amorphe. Ces zones se développent sous certaines conditions (vitesse de refroidissement faible, contrainte, etc.).

Cette description de la structure interne des polymères à différentes échelles illustre la complexité de ces matériaux. Elle s'attarde uniquement sur les constituants principaux et leur structure. Dans la réalité, des composants supplémentaires (adjuvants, plastifiants, charges, etc.) sont ajoutés. Ils permettent d'enclencher les réactions de polymérisation ou de réticulation, de régler les propriétés mécaniques ou encore chimiques. Il est possible d'approfondir le sujet en consultant l'ouvrage de [Combette and Ernout \(2005\)](#).

1.1.2 Les domaines d'état structural

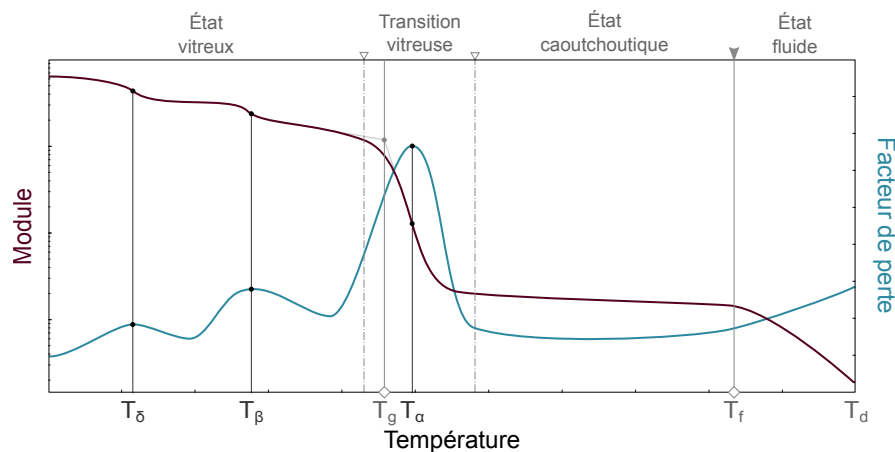


FIGURE 1.1: Module et facteur de perte d'un polymère amorphe en fonction de la température. Les domaines d'états vitreux, caoutchoutique et fluide sont délimités par les températures de transition vitreuse T_g , de fusion T_f et de décomposition thermique T_d . Les relaxations se produisent aux températures T_α , T_β et T_δ

Les domaines d'état structural sont bornés par des températures précises conditionnant la plage d'utilisation des polymères. Ils sont caractérisés par une évolution des propriétés mécaniques avec la température permettant leur identification. La figure 1.1 présente ce comportement pour le module et le facteur de perte, le module traduisant la tenue à une sollicitation mécanique et le facteur de perte l'amortissement.

Les domaines d'état sont de natures thermodynamiques, c'est-à-dire qu'ils sont définis par la température. L'énergie thermique brise les liaisons chimiques faibles modifiant la mobilité moléculaire et l'énergie mécanique requise pour provoquer un mouvement. De ce fait, la mobilité moléculaire croît avec la température ce qui entraîne une chute de la tenue mécanique et une augmentation de l'amortissement. La dépendance importante des propriétés mécaniques à la température trouve donc une explication dans les mécanismes moléculaires en jeu. Ces domaines sont introduits dans cette section.

Le domaine d'état vitreux

C'est un état hors équilibre dû à l'absence d'organisation dans la matière et aux basses températures. Il est caractérisé par une bonne tenue mécanique et un amortissement faible. La matière est comme figée ce qui rend les mouvements d'ensembles entre les chaînes impossibles. La ré-

ponse à une sollicitation mécanique est causée principalement par le déplacement des molécules autour de leur position d'équilibre : on parle d'une élasticité enthalpique. Ce comportement est similaire à celui des métaux et des céramiques.

La température de transition vitreuse, T_g

Le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique s'appelle la transition vitreuse. Cette transition est caractérisée par la variation graduelle ou brutale de certaines grandeurs thermodynamiques telles que le volume spécifique, le coefficient d'expansion volumique, l'enthalpie ou la chaleur spécifique. Elle coïncide dans certaines conditions à une évolution majeure des grandeurs mécaniques correspondant à une chute de module et un pic de facteur de pertes lors d'une élévation de la température. C'est pour cette raison que l'on parle d'un domaine de transition.

La transition vitreuse est définie à la température de transition vitreuse T_g . Les techniques expérimentales les plus à même de la mesurer sont la calorimétrie différentielle à balayage ou l'analyse thermomécanique. Les conditions expérimentales influencent le résultat quelle que soit la technique avec, par exemple, une T_g d'autant plus basse que la vitesse de chauffe est faible en analyse thermomécanique. Cette température est donc comprise sur une plage de quelques degrés Celsius fonction de la méthode et des conditions de mesures : *Elle n'est pas « unique »*.

La température de transition peut être obtenue en analyse mécanique dynamique. Plusieurs définitions sont disponibles dans la littérature, mais la plus répandue semble être sa mesure à l'intersection des asymptotes du plateau vitreux et de la transition. La figure 1.1 est construite de cette façon. Une attention particulière est requise avec cette méthode pour ne pas confondre la transition vitreuse avec d'autres phénomènes. *Pour ce faire, la T_g doit être mesurée sur un essai de fréquence inférieure ou égale à 1 Hz.*

Le domaine d'état caoutchoutique

Le domaine d'état caoutchoutique est un état intermédiaire hors équilibre (dit équilibre métastable) lié à l'absence d'organisation dans la matière. La mobilité moléculaire importante permet des mouvements d'ensembles entre chaînes et modifie la nature de la réponse élastique qui devient entropique. Elle entraîne des interactions de natures visqueuses liant les propriétés mécaniques à la vitesse de sollicitation et source de l'amortissement dans les polymères. Quant au module, il est moins élevé qu'à l'état vitreux. Il varie peu et forme le plateau caoutchoutique. Ce domaine est défini sur une plage de température dont l'étendue dépend de la structure des polymères. La figure 1.2 illustre cette dépendance et permet de distinguer :

- les polymères non réticulés qui présentent un plateau caoutchoutique si et seulement s'ils comprennent des zones cristallines ou que leur masse moléculaire dépasse un certain seuil. Dans le premier cas, les zones cristallisées maintiennent la structure tandis que les zones amorphes permettent des déformations importantes. Dans le second, les chaînes sont enchevêtrées les unes aux autres ce qui maintient l'ensemble. Cet état n'est pas permanent puisque l'augmentation de la température brise les liaisons chimiques secondaires et permet des mouvements de reptation. Les entrelacs se défont et les chaînes n'interagissent plus ensemble.
- les polymères réticulés qui présentent systématiquement un domaine d'état caoutchoutique grâce aux liaisons entre chaînes (ou pontage) assurant le maintien de la structure et le rappel élastique. Le comportement mécanique peut être hyperélastique, c'est-à-dire qu'il autorise des déformations réversibles importantes pouvant atteindre 1000 %. Il est possible lorsque le nombre de pontages est suffisamment faible. Dans le cas contraire, le réseau tridimensionnel formé par les chaînes ne permet pas de mouvement et le passage de la T_g n'entraîne pas de modifications importantes des propriétés.

La température de transition fluide, T_f

Le passage de l'état caoutchoutique à l'état fluide est délimité par la température de transition de fusion T_f . Cette transition ne concerne que les polymères semi-cristallins puisqu'elle correspond à la destruction des zones cristallisées.

Le domaine d'état fluide

Limité aux polymères non réticulés, c'est un état fluide. Les nœuds d'enchevêtrement sont rompus et les zones cristallines n'existent plus. Les macromolécules forment des pelotes qui glissent les unes sur les autres. Les caractéristiques mécaniques faibles sont propices aux opérations de mise en forme. Le module décroît jusqu'à la température de décomposition thermique T_d . Son passage entraîne la destruction irrémédiable du matériau.

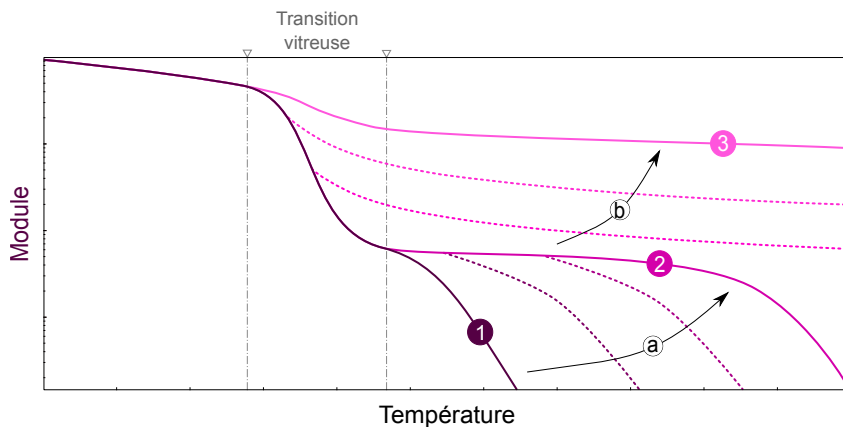


FIGURE 1.2: Évolution du module en fonction de la température pour différents polymères avec les thermoplastiques (1), les élastomères (2) et les thermodurcissables (3). L'augmentation de la masse molaire ou de la cristallinité étend le plateau caoutchoutique (a) tandis que l'augmentation du taux de réticulation minimise la chute de module entre l'état vitreux et caoutchoutique (b).

1.1.3 La relaxation

Les phénomènes de relaxation sont présentés à la figure 1.1. Ils se manifestent sous la forme d'un pic de facteur de perte plus ou moins large et d'une variation brusque du module. Ils correspondent à la relaxation principale α à la température T_α , secondaire β à la température T_β et tertiaire δ à la température T_δ avec $T_\alpha > T_\beta > T_\delta$. Ces phénomènes ont pour origine la mobilité moléculaire.

La relaxation principale α se manifeste à la frontière de la transition vitreuse et du domaine d'état structural caoutchoutique. Elle est provoquée par les mouvements d'ensembles des macromolécules. Ces mouvements dépendent de la température et entraînent des interactions visqueuses, sources de la dépendance au temps, à la vitesse de sollicitation et de l'amortissement. La figure 1.3 illustre ce comportement : une augmentation de la fréquence à amplitude constante provoque un décalage vers les hautes températures des comportements mécaniques rattachés aux domaines vitreux et caoutchoutiques.

Cette relaxation est caractérisée par une température de relaxation T_α et un temps de relaxation τ_α . La température est mesurée au sommet du pic principal du facteur de perte. Elle est régulièrement confondue avec la température de transition vitreuse en analyse mécanique dynamique. Les températures T_g et T_α sont considérées comme identiques pour des essais inférieurs ou égaux à 1 Hz.

La relaxation principale α est liée à la transition vitreuse tout en restant différente par nature.

La transition vitreuse est de nature thermodynamique tandis que la relaxation principale est de nature cinétique. La première influence l'autre sans que la réciproque soit vraie.

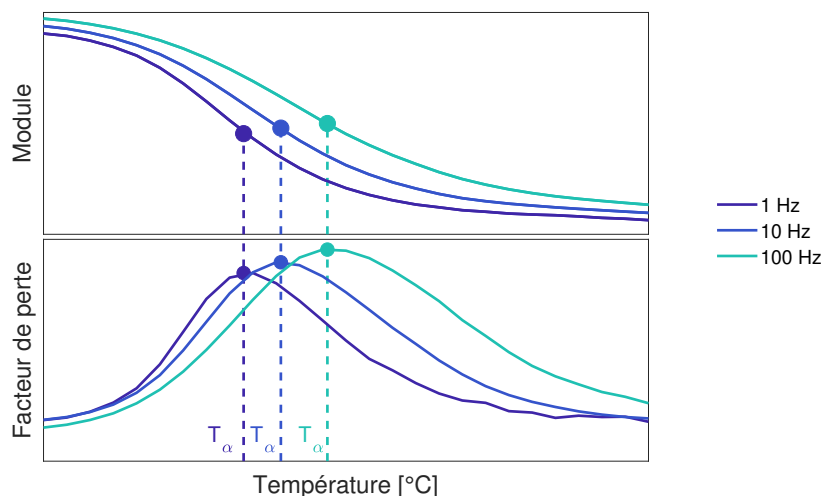


FIGURE 1.3: Évolution de la relaxation principale α avec la fréquence en analyse mécanique dynamique de l'adhésif 8364/1107. Les comportements mécaniques rattachés aux domaines d'état vitreux et caoutchoutique suivent l'augmentation de T_α avec la fréquence de sollicitation.

Les autres relaxations se manifestent dans le domaine d'état vitreux. Elles semblent liées à des mouvements locaux des chaînes polymères, mais la nature précise de ces mouvements fait débat (Hazeg, 2006). Dans le cas de la relaxation secondaire T_β , certains auteurs l'expliquent par des mouvements des groupes latéraux. Elle peut interférer avec la relaxation principale dans certains matériaux ce qui doit être pris en compte lors de la caractérisation.

1.1.4 La classification

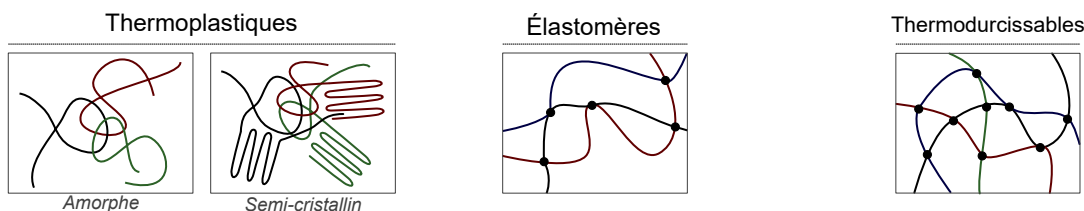


FIGURE 1.4: Structures des différentes familles de polymères

Les matériaux polymères sont classables en fonction de leur structure, leur comportement mécanique, leur mobilité moléculaire, etc. La classification présentée ici est la plus courante. Elle repose sur les différences de comportements mécaniques présentées à la figure 1.2 et de structures illustrées à la figure 1.4. On retrouve donc :

Les thermoplastiques regroupant les matériaux dont les chaînes interagissent par des liaisons chimiques faibles. Ils présentent un plateau caoutchoutique si leurs chaînes forment suffisamment de nœuds physiques (enchevêtrement) ou s'ils comprennent des zones cristallines. Dans le cas contraire, il passe de l'état vitreux à l'état fluide. Leur température de transition vitreuse conditionne leur domaine d'utilisation et de mise en forme. Ainsi, ils sont mis en forme au-dessus de leur T_g mais employés en dessous. La plage de variation de la T_g est étendue. Elle est de -80°C pour les Polyéthylènes (PE), de 105°C pour les Polyméthacrylates de méthyle (PMMA) et de 140°C pour les Polycarbonates (PC). La plupart sont recyclables un nombre de fois limité.

Les élastomères regroupant les matériaux dont les chaînes interagissent par des liaisons chimiques fortes appelées pontages. Ces pontages jouent un rôle clé dans le comportement mécanique, car ils empêchent les chaînes de se déplacer indéfiniment les unes par rapport aux autres. Ils permettent un comportement réversible étendu, l'hyperélasticité, pouvant atteindre 1000 % dans le domaine caoutchoutique. C'est la raison pour laquelle ils sont principalement utilisés au-dessus de leur température de transition vitreuse, qui est inférieure à -40 °C (Polychloroprène) dans la plupart des cas. Leur structure amorphe peut cristalliser sous l'action de la température ou de contraintes (Le Saux, 2010).

Les thermodurcissables regroupant les matériaux dont les chaînes interagissent par des liaisons chimiques fortes appelées pontages. Ils diffèrent des élastomères par leur taux de pontage 10 à 100 fois plus élevé. Cette différence conditionne le comportement mécanique global. Leur tenue mécanique est importante dans tous les domaines d'état tandis que le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique n'entraîne pas de variation importante du comportement. Leur température de transition vitreuse, plutôt élevée, est comprise entre 10 °C pour certains Polyesters et 240 °C pour le Polyépoxyde (EP). Leur structure amorphe et peu mobile ne permet pas la cristallisation. De plus, ils sont peu recyclables aux mêmes titres que les élastomères.

1.2 Comportements des polymères

Le comportement d'un solide soumis à une sollicitation mécanique est décrit par des grandeurs intrinsèques aux matériaux. Ces grandeurs, indépendantes de la géométrie, sont appelées module ou compliance. Le module est le rapport de la déformation ε sur la contrainte σ tandis que la compliance est l'inverse. De fait, elles sont liées aux différentes lois de comportement et dépendent de paramètres influant définis par le cadre d'utilisation des adhésifs. Ces paramètres sont : le temps, l'amplitude et la précharge.

Le premier, le temps, est pris en compte par la viscoélasticité. Cette loi de comportement est introduite dans la section qui suit dans son cadre linéaire. Le second, l'amplitude, voit son influence précisée afin d'éviter tout quiproquo avec l'effet Payne. Le dernier, la précharge, correspond à une contrainte orthogonale à la sollicitation. Son influence est elle aussi précisée. La compréhension de l'influence de ces paramètres est nécessaire pour analyser les résultats.

1.2.1 Viscoélasticité linéaire

La viscoélasticité est un modèle de comportement traduisant la dépendance au temps des grandeurs mécaniques. Elle implique la réversibilité des phénomènes. En conséquence, un solide soumis à une sollicitation quelconque doit revenir à sa forme originelle. On parle de viscoplasticité dans le cas contraire.

Les grandeurs viscoélastiques lient les contraintes et les déformations avec le temps. Elles diffèrent suivant les conditions d'application de la sollicitation qui peuvent être :

- **quasi statiques.** La sollicitation appliquée varie lentement dans le temps et son étude est réalisée dans le domaine temporel.
- **dynamiques.** La sollicitation appliquée varie périodiquement dans le temps et son étude est réalisée dans le domaine fréquentiel.

1.2.1.1 Conditions quasi statiques

Dans les conditions quasi statiques, le comportement viscoélastique est caractérisé par 2 expériences dans ces conditions :

L'expérience de fluage au cours de laquelle un solide viscoélastique est soumis à l'instant 0 à un échelon de contrainte uniaxiale d'amplitude σ_0 . La déformée qui en résulte est d'amplitude ε_0 , puis croît de manière constante et monotone avec le temps. Le rapport de la déformation mesurée sur la contrainte imposée permet d'exprimer la compliance de fluage :

$$J(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} \quad (1.1)$$

L'expérience de relaxation au cours de laquelle un solide viscoélastique est soumis à l'instant 0 à un échelon de déformation uniaxiale d'amplitude ε_0 . La contrainte qui en résulte est d'amplitude σ_0 , puis décroît de manière constante et monotone avec le temps. Évidemment, cette expérience n'est réalisable que s'il est possible d'appliquer un échelon de déformation instantanée. Le rapport de la contrainte mesurée sur la déformation imposée permet d'exprimer le module de relaxation :

$$E(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0} \quad (1.2)$$

Ces expériences, illustrées à la figure 1.5, définissent la compliance de fluage $J(t)$ et le module de relaxation $E(t)$, deux grandeurs viscoélastiques. Ces grandeurs comprennent une composante instantanée qui traduit le comportement élastique et une composante différée qui traduit le comportement visqueux.

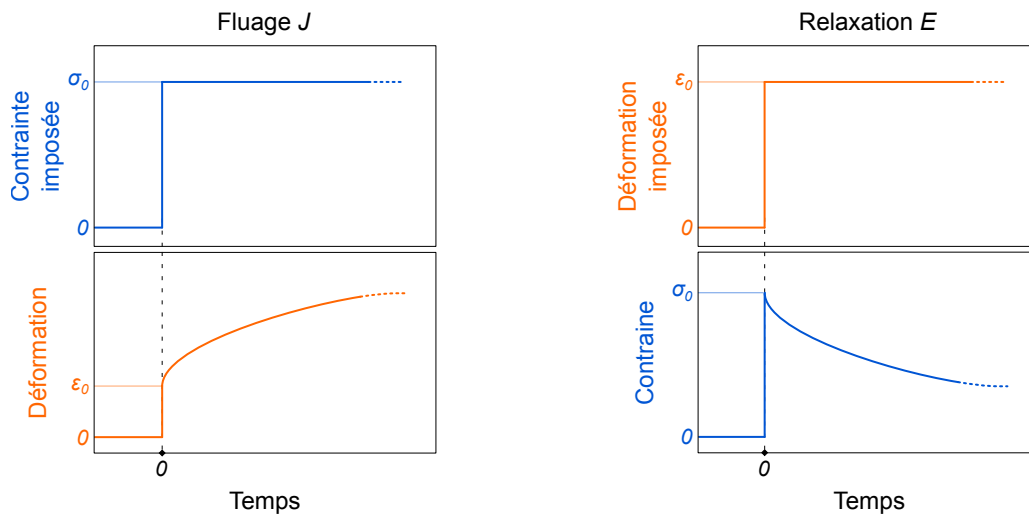


FIGURE 1.5: Expérience de fluage à gauche et de relaxation à droite

Seuls les matériaux purement élastiques présentent des propriétés mécaniques constantes avec le temps. *La linéarité d'un comportement viscoélastique se traduit par l'indépendance à l'amplitude de sollicitation.* En d'autres termes, la relation entre la contrainte et la déformation est proportionnelle. Un comportement viscoélastique linéaire est illustré à la figure 1.6 : la déformation $\varepsilon(t_a)$ à l'instant t_a pour la contrainte σ_0 est proportionnelle à la déformation au même instant pour la contrainte σ_1 . Le constat pour l'instant t_a reste valable à l'instant t_b avec $t_a \neq t_b$ sans que la relation contrainte et déformation soit la même.

La viscoélasticité linéaire est liée au principe de superposition de Boltzmann, présenté à la figure 1.7. Ce principe stipule que *la superposition des sollicitations implique la superposition homologues des réponses* (Salençon, 2009). Ainsi, la déformation $\varepsilon(t)$ dépend à chaque instant t de l'historique des contraintes σ . Il est transcrit par les relations suivantes pour les expériences

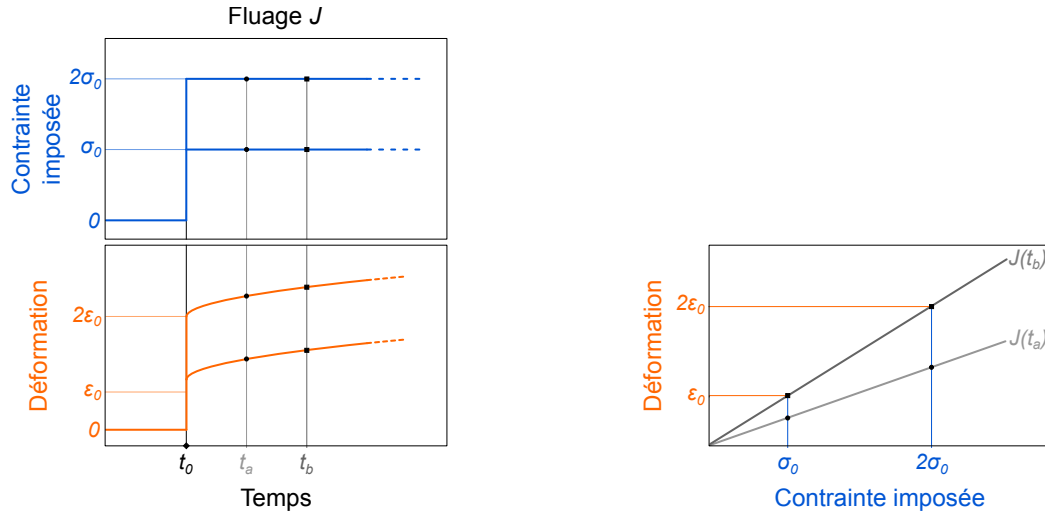


FIGURE 1.6: Viscoélasticité linéaire illustrée pour un essai de fluage, à gauche. À droite, la déformation est proportionnelle à la contrainte à un instant donnée t_a . Différente à un autre instant t_b , leur relation reste linéaire.

de fluage et de relaxation, respectivement :

$$\begin{aligned}\varepsilon(t) &= \int_{-\infty}^t J(t-\tau) \frac{\partial \sigma(\tau)}{\partial \tau} \partial \tau \\ \sigma(t) &= \int_{-\infty}^t E(t-\tau) \frac{\partial \varepsilon(\tau)}{\partial \tau} \partial \tau\end{aligned}\tag{1.3}$$

En supposant que la contrainte ou la déformation appliquées avant l'instant initial t_0 soient nulles, alors :

$$\begin{aligned}\varepsilon(t) &= J(t)\sigma(t_0) + \int_{t_0}^t J(t-\tau) \frac{\partial \sigma(\tau)}{\partial \tau} \partial \tau \\ \sigma(t) &= E(t)\varepsilon(t_0) + \int_{t_0}^t E(t-\tau) \frac{\partial \varepsilon(\tau)}{\partial \tau} \partial \tau\end{aligned}\tag{1.4}$$

Le premier terme de ces relations exprime le comportement instantané à l'instant t tandis que le second traduit le comportement différé, la mémoire du matériau. Ainsi, la viscoélasticité linéaire repose sur le principe de superposition de Boltzmann.



FIGURE 1.7: Le principe de superposition de Boltzmann.

Ce principe permet de lier la compliance de fluage et le module relaxation entre eux :

$$\int_0^t J(t-\tau) \frac{\partial E(\tau)}{\partial \tau} \partial \tau = t\tag{1.5}$$

La relation entre le module et la compliance est plus complexe que dans le cas purement élastique, mais la connaissance de l'un implique la connaissance de l'autre. L'expérience montre que la relaxation est plus rapide que le fluage.

1.2.1.2 Conditions dynamiques

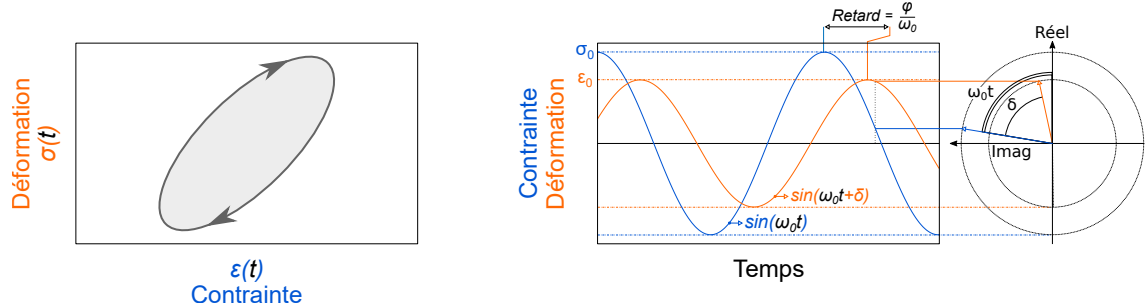


FIGURE 1.8: Comportement viscoélastique pour une sollicitation harmonique avec, à gauche, l'hystérésis visible sur un graphe contrainte/déformation et, à droite, le déphasage de la réponse.

Dans des conditions dynamiques, un solide viscoélastique soumis à une contrainte harmonique de fréquence f et d'amplitude σ_0 subit une déformation harmonique d'amplitude ε_0 mais déphasée de δ :

$$\begin{aligned}\sigma(t) &= \sigma_0 \sin(\omega_0 t) \\ \varepsilon(t) &= \varepsilon_0 \sin(\omega_0 t - \delta)\end{aligned}\quad (1.6)$$

Avec la pulsation $\omega_0 = 2\pi f$. La figure 1.8 illustre ce comportement sur des représentations temporelles contrainte/déformation : le déphasage de la réponse - synonyme de retard entre la contrainte et la déformation - laisse apparaître une ellipse caractéristique d'une hystérésis.

Le développement de la réponse $\varepsilon(t)$ met en avant les similitudes avec le comportement dans le domaine temporel :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\delta) \sin(\omega_0 t) - \varepsilon_0 \sin(\delta) \cos(\omega_0 t) \quad (1.7)$$

La réponse comprend une composante instantanée en phase, $\varepsilon_0 \cos(\delta)$, et une composante en quadrature de phase avec la sollicitation, $\varepsilon_0 \sin(\delta)$. Toutefois, la notation complexe est préférée pour exprimer les grandeurs viscoélastiques dans les conditions dynamiques. La contrainte et la déformation 1.6 s'expriment sous forme polaire grâce à la transformée de Fourier (notée d'un $\hat{\cdot}$) :

$$\begin{aligned}\hat{\sigma} &= \sigma_0 \frac{d_{\omega_0} - d_{-\omega_0}}{2i} \\ \hat{\varepsilon} &= \varepsilon_0 \frac{d_{\omega_0} e^{-i\delta} - d_{-\omega_0} e^{i\delta}}{2i}\end{aligned}\quad (1.8)$$

avec d_{ω_0} le Dirac à la pulsation ω_0 . Le module complexe s'exprime alors :

$$\begin{aligned}\hat{E} &= \frac{\hat{\sigma}}{\hat{\varepsilon}} \\ &= \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (d_{\omega_0} e^{i\delta} + d_{-\omega_0} e^{-i\delta})\end{aligned}\quad (1.9)$$

Ou sous forme cartésienne après un balayage fréquentiel, on obtient la courbe en ω :

$$\begin{aligned}\hat{E}(\omega) &= E'(\omega) + iE''(\omega) \\ &= E'(\omega) (1 + \tan \delta(\omega)) \\ &= |\hat{E}(\omega)| \exp(i\delta(\omega))\end{aligned}\quad (1.10)$$

avec la partie réelle appelée module de stockage $E'(\omega)$ transcrivant la composante instantanée, $|\hat{E}(\omega)| \cos \delta(\omega)$, et la partie imaginaire appelée le module perte $E''(\omega)$ transcrivant la composante différée, $|\hat{E}(\omega)| \sin \delta(\omega)$. Le module de $|\hat{E}(\omega)|$ s'exprime :

$$|\hat{E}(\omega)| = \sqrt{E'(\omega)^2 + E''(\omega)^2} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \quad (1.11)$$

Le facteur de perte $\tan \delta$ est une grandeur importante qui caractérise l'amortissement et l'aire de l'hystérésis. Il s'obtient en faisant le rapport du module de perte sur le module de stockage :

$$\tan \delta(\omega) = \frac{E''(\omega)}{E'(\omega)} \quad (1.12)$$

Les parties réelles et imaginaires sont liées par une relation de causalité énonçant que *l'effet ne peut devancer la cause*. Ce principe se transpose simplement dans le domaine temporel par une contrainte sur la réponse h :

$$h(t) = 0, \forall t < 0 \quad (1.13)$$

En revanche, son expression dans le domaine fréquentiel est plus complexe. Elle est réalisée à l'aide de deux relations, dites de Kramers-Kronig :

$$\begin{aligned} \ln |\hat{E}(\omega)| &= \ln |E_\infty| + \frac{2}{\pi} \int_0^\infty \frac{u \delta(u)}{\omega^2 - u^2} du \\ \delta(\omega) &= \frac{2\omega}{\pi} \int_0^\infty \frac{\ln |\hat{E}(u)|}{u^2 - \omega^2} du \end{aligned} \quad (1.14)$$

Ces relations de causalité impliquent qu'une variation de module entraîne une variation du facteur de perte.

La viscoélasticité linéaire se traduit dans le domaine dynamique par une indépendance des grandeurs viscoélastiques à l'amplitude et une hystérésis en forme d'ellipse. Ces propriétés sont utiles pour la caractérisation, car elles permettent d'identifier les erreurs de mesure.

Les développements précédents ont introduit la viscoélasticité avec le module complexe. La compliance découle de développements similaires et les relations 1.10 deviennent :

$$\begin{aligned} \hat{J}(\omega) &= J'(\omega) - J''(\omega) \\ &= J'(\omega) (1 - \tan \delta(\omega)) \\ &= |\hat{J}(\omega)| \exp(-i\delta(\omega)) \end{aligned} \quad (1.15)$$

Pour finir, les grandeurs obtenues dans les conditions quasi statiques et dynamiques sont liées. Ferry (1980) donne des relations de passage entre le domaine temporel et fréquentiel pour les modules de relaxation et de fluage. Ainsi, le module complexe s'exprime :

$$\begin{aligned} E'(\omega) &= E_0 + \omega \int_0^\infty [E(t) - E_0] \sin(\omega t) dt \\ E''(\omega) &= \omega \int_0^\infty [E(t) - E_0] \cos(\omega t) dt \end{aligned} \quad (1.16)$$

Avec E_0 le module long terme, $t \rightarrow +\infty$ équivalent à $\omega \rightarrow 0$. Pour la compliance de fluage, les relations sont :

$$\begin{aligned} J'(\omega) &= J_0 + \omega \int_0^\infty [E(t) - E_0 + \frac{t}{\eta}] \sin(\omega t) dt \\ J''(\omega) &= \omega \int_0^\infty [E(t) - E_0 + t/\eta] \cos(\omega t) dt + \frac{t}{\omega\eta} \end{aligned} \quad (1.17)$$

Avec J_0 la compliance long terme et η la viscosité en régime permanent :

$$\eta = \int_{-\infty}^{+\infty} tG(t) d \ln t \quad (1.18)$$

1.2.2 Dépendance à l'amplitude

La dépendance à l'amplitude des grandeurs viscoélastiques est la conséquence du non-respect de l'hypothèse des petites déformations symptomatique d'un comportement non linéaire. Cela se traduit expérimentalement par une non-proportionnalité entre contraintes et déformations caractérisée par la chute du module $|\hat{E}|$ et l'augmentation du facteur de perte $\tan \delta$.

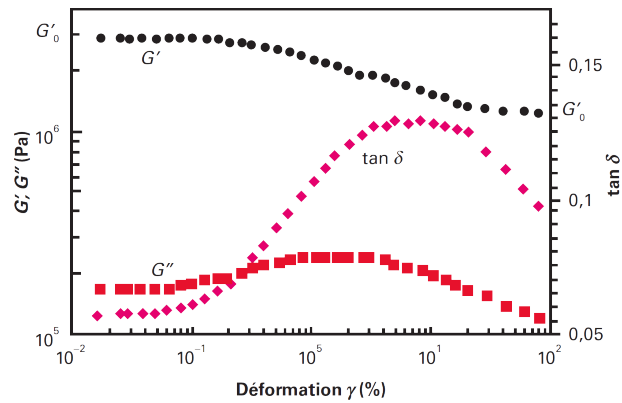


FIGURE 1.9: Manifestation expérimentale de l'effet Payne pour le module de stockage G' , de perte G'' et le facteur de perte $\tan \delta$. Source : [Majest \(2017\)](#)

Les polymères ont la particularité de présenter un domaine de linéarité qui varie fortement en fonction de leurs familles et de conditions expérimentales telles que la température, l'humidité, etc. Il est nécessaire de vérifier l'étendue de ce domaine lors d'une campagne d'essai pour être sûr de caractériser le comportement viscoélastique linéaire.

La dépendance à l'amplitude des grandeurs viscoélastiques ne doit pas être confondue avec l'effet Payne, un comportement constaté par [Payne \(1962\)](#) sur des élastomères chargés avec des particules de noir de carbone. Cet effet se présente par la chute du module et un pic de facteur $\tan \delta$ de perte au-delà d'une déformation critique ε_{crit} . Il est illustré à la figure 1.9 et ne concerne, en l'état actuel des connaissances, que les élastomères chargés.

1.2.3 Dépendance à la précharge

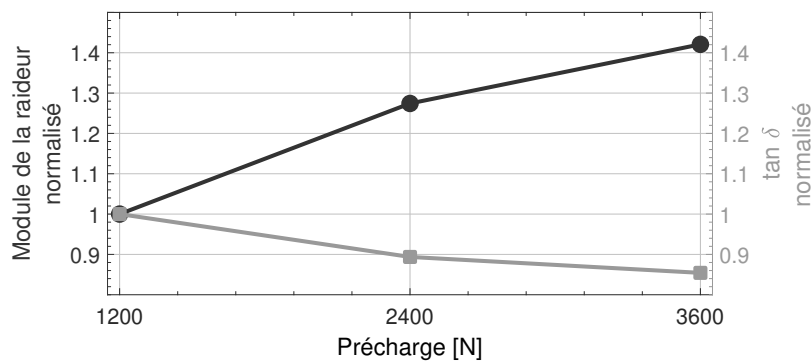


FIGURE 1.10: Dépendance des grandeurs viscoélastique à la précharge sur des composants multicouches automobiles comprenant des polymères, les shims. Données : [Renaud \(2011\)](#)

La dépendance à la précharge des grandeurs viscoélastiques est la conséquence d'un comportement non linéaire. Elle se traduit expérimentalement par une augmentation du module réel E' et une diminution du facteur de perte $\tan \delta$ avec l'accroissement de la précharge, voir la figure 1.10. Des développements théoriques menés par ([Jrad et al., 2013](#)) ont adapté le modèle visco-

élastique de Maxwell généralisé pour le prendre en compte. Des essais avec différents niveaux de précharge sont nécessaires pour vérifier cette dépendance et la caractériser.

1.3 Caractérisation des propriétés mécaniques

Le comportement mécanique dynamique d'un matériau homogène et isotrope est décrit par deux grandeurs mécaniques : le module ou la compliance et la masse volumique ρ . Les grandeurs les plus utilisées sont :

- Le module d'Young E , aussi appelé module d'élasticité, lié aux contraintes uniaxiales et caractérisant la déformation dans l'axe d'application de la contrainte. Il est usuellement obtenu par des essais de traction, compression ou flexion.
- Le module de cisaillement G , aussi appelé le coefficient de Coulomb, lié aux contraintes de cisaillement. Il est obtenu par des essais de cisaillement simple ou de torsion.
- Le module d'élasticité isostatique K , aussi appelé le module de compressibilité, lié aux contraintes de compression isostatique et caractérisant la variation volumique du matériau. Il est obtenu par des essais de compression isostatique au cours desquels un échantillon est soumis à une pression homogène sur l'ensemble de sa surface.
- Les modules d'onde de compression ou transverse M caractérisant un changement de volume localisé. Ils sont obtenus par des essais de propagation d'ondes longitudinales^b ou transverses^c
- Le coefficient de poisson ν , un coefficient adimensionnel lié aux contraintes uniaxiales qui caractérise la déformation perpendiculaire à la contrainte en traction.

Le choix des grandeurs à caractériser, qu'il s'agisse d'un module ou du coefficient, est dicté par l'application considérée. Les matériaux étudiés ici sont des adhésifs structuraux employés dans des assemblages en raison de leur tenue mécanique et de leur amortissement important. Leur capacité d'amortissement est maximisée lorsque les interfaces cisailent. *C'est pourquoi la caractérisation du module de cisaillement complexe \hat{G} est le choix de plus pertinent.* Il permet de s'affranchir des erreurs inhérentes aux passages d'un module à l'autre. [Guillot and Trivett \(2011\)](#) quantifient ce type d'erreur et renseignent les couples les plus opportuns : le module de cisaillement G et le module de compressibilité isostatique K . Ce dernier, bien que souvent considéré comme invariant, peut dépendre de la fréquence ([Rouleau et al., 2013](#)). La caractérisation menée dans ce mémoire traitera uniquement du module de cisaillement.

La dépendance du module de cisaillement à la fréquence, à la température, à l'amplitude et à la précharge doit être déterminée expérimentalement. Le premier paramètre, **la fréquence**, est le plus contraignant. Son obtention jusqu'à 10 kHz couvre les applications les plus courantes ([Renaud et al., 2011b](#)). Cette fréquence sert de référence dans ce mémoire et constitue la limite haute. La limite basse, quant à elle, est fixée à 1 Hz. Elle permet d'obtenir la température la transition vitreuse utile à la définition du domaine d'utilisation des adhésifs. La plage fréquentielle résultante conditionne les méthodes compatibles et contraint le dispositif de mesure. Il est possible d'utiliser plusieurs méthodes ou dispositifs pour la couvrir. Toutefois, cette solution augmente l'incertitude et le temps d'essai. C'est la raison pour laquelle les méthodes et les dispositifs couvrant la plage sont préférés.

Le second paramètre, **la température**, influence les propriétés mécaniques comme en témoigne la figure 1.1. Sa prise en compte pour les polymères est systématique. Elle ne cause pas de difficulté majeure. Le contrôle de la température au cours d'un essai requiert une enceinte thermique,

b. Une onde est dite longitudinale lorsque la déformation se fait dans le sens de propagation.

c. Une onde est dite transverse lorsque la déformation se fait perpendiculairement au sens de propagation.

un dispositif de chauffage et de refroidissement. L'opération est réalisée usuellement avec une bonne précision ($\pm 0.1^\circ\text{C}$). Pour les adhésifs, la plage d'intérêt dépend des conditions d'emploi. Elle est fixée entre -50°C et 150°C ici. Il n'est pas nécessaire d'aller plus haut en température, car les adhésifs n'offrent plus de tenue mécanique suffisante.

Une autre raison pour réaliser des essais en température est liée au principe d'équivalence temps-température. Ce principe permet d'étendre le domaine temporel ou fréquentiel de mesure. Il est compatible avec l'ensemble des méthodes expérimentales présentées par la suite. En conséquence, il n'est pas discriminant. Le principe d'équivalence est introduit dans la section 2.1.

Le troisième paramètre, **l'amplitude de déformation**, sert à vérifier le domaine de linéarité des matériaux pour s'assurer que les grandeurs déterminées relèvent bien du comportement viscoélastique linéaire. Le dispositif de mesure doit donc permettre de moduler l'amplitude de déformation de plusieurs ordres de grandeur à partir de l'échelle micrométrique. La vérification, réalisable à 1 Hz, précède la campagne. Cette dernière est réalisée - le plus souvent - dans le domaine linéaire pour une amplitude de déformation de quelques micromètres.

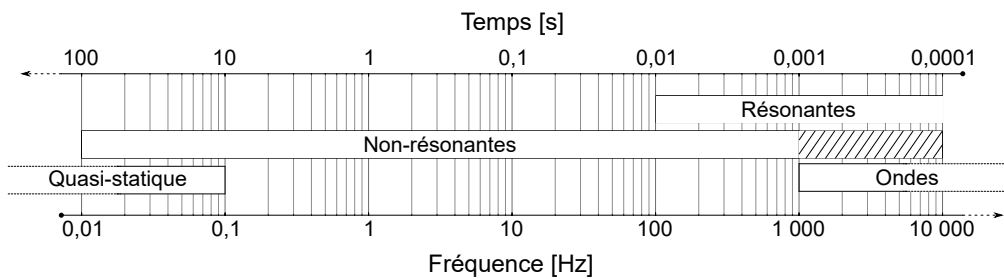


FIGURE 1.11: Performance des différentes méthodes de caractérisation en fonction de la fréquence et du temps.

Le dernier paramètre, **la précharge**, entraîne une augmentation des propriétés mécaniques. Il correspond à une contrainte appliquée perpendiculairement à l'axe de sollicitation par des moyens divers (vis, masse, actionneur etc.). Elle se doit d'être uniforme sur l'échantillon afin que le module caractérisé reflète sa réelle influence.

La suite de la section présente les méthodes de caractérisation classées suivant les phénomènes physiques utilisés pour la mesure. Les paramètres introduits sont utiles pour discriminer les méthodes entre elles. Les performances globales des méthodes sont renseignées à la figure 1.11.

1.3.1 Les méthodes quasi statiques

Les méthodes quasi statiques reposent sur les expériences de fluage et de relaxation présentées à la section 1.2.1.1. Les essais peuvent être réalisés en cisaillement simple autorisant la précharge des échantillons. Les modules obtenus dans le domaine temporel en fonction de la température, de l'amplitude et de la précharge sont transposés dans le domaine fréquentiel avec les relations 1.16 et 1.17.

Lors des essais de fluage, la force f_0 peut être appliquée sur un échantillon cylindrique d'épaisseur e et de rayon r par différents systèmes de chargement. Le plus simple est de suspendre une masse inerte pour solliciter l'échantillon. Le déplacement $u(t)$ est ensuite mesuré par un système déporté et la compliance de fluage en cisaillement $J(t)$ est déterminée par la relation suivante :

$$J(t) = \frac{\pi r^2}{e f_0} u(t) \quad (1.19)$$

Lors des essais de relaxation, la déformation u_0 peut être par une vis. La force $f(t)$ est alors mesurée par un capteur placé en série avec l'échantillon. Cette mise en série facilite les mesures,

mais ajoute une contrainte en raideur sur les échantillons qui doivent être plus souples que le capteur. Le module de cisaillement $G(t)$ est déterminé par la relation suivante :

$$G(t) = \frac{e}{\pi r^2 u_0} f(t) \quad (1.20)$$

Dans les deux cas, il est conseillé de soumettre les échantillons à plusieurs cycles afin d'améliorer la répétabilité des mesures. Plusieurs essais peuvent être effectués simultanément en plaçant des échantillons en série ou en parallèle respectivement pour le fluage ou la relaxation.

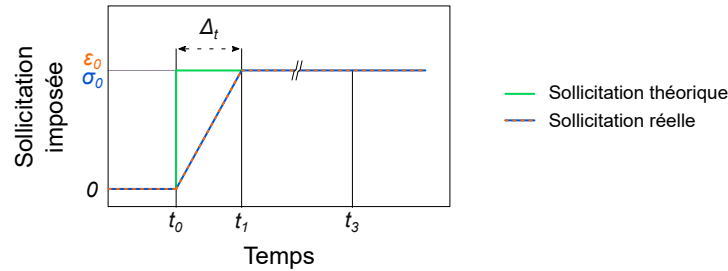


FIGURE 1.12: Le temps d'application de la sollicitation, $\Delta_t = t_1 - t_0$, lors d'un essai de fluage ou de relaxation est non nul. Son raccourcissement accroît les phénomènes transitoires et contraint l'utilisation d'un délai t_3 plus important avant mesures pour les dissiper.

Ces essais diffèrent des expériences introduites précédemment puisque *la sollicitation ne peut être appliquée instantanément, voir la figure 1.5*. La force ou le déplacement sont appliqués dans un laps de temps Δ_t très court. Un laps de temps réduit accroît les phénomènes transitoires et le temps nécessaire pour les amortir, les mesures débutant au temps t_3 (Lakes, 2004).

Ce délai constitue une limite technique incontournable qui réduit la fréquence maximale mesurable. À titre d'exemple, l'obtention des modules à 10 kHz correspond à un temps d'application et d'amortissement inférieur à 10^{-4} s. Ce délai est bien loin de ce qui est possible en réalité puisque le temps d'application usuel est d'une seconde et le délai avant mesure est d'une dizaine de secondes. Cette limite restreint la plage à des fréquences inférieures à 1 Hz.

La limite basse fréquence est imposée par la durée maximale de l'expérience. Ainsi, une mesure de 17 minutes débutant 10 s après l'application de la force couvre une plage fréquentielle de trois décades [10^{-1} Hz ; 10^{-3} Hz]. Le même essai sur une durée de 17 heures couvre une décade supplémentaire [10^{-1} Hz ; 10^{-4} Hz]. L'accroissement de la plage fréquentielle de mesure devient rapidement prohibitif. Pour ces raisons pratiques, la plage fréquentielle des méthodes quasi statiques est considérée comme comprise entre 0.1 Hz et 10^{-4} Hz.

En conclusion, les méthodes quasi statiques ne sont pas adaptées pour l'étude des adhésifs structuraux, car la plage fréquentielle cible n'est pas couverte.

1.3.2 Les méthodes dynamiques hors résonances

Les méthodes d'analyse hors résonances, ou non-résonantes, peuvent être employées avec des sollicitations périodiques forcées, c'est-à-dire entretenues, ou libres. Les deux solutions présentent des spécificités introduites ci-dessous.

1.3.2.1 Oscillation forcée

Les méthodes d'analyse hors résonances sous oscillations forcées sont regroupées sous les termes d'Analyse Mécanique Dynamique (AMD) ou, pour les anglophones, Dynamical Mechanical Analysis (DMA). Leur principe illustré à la figure 1.8 consiste à soumettre un échantillon à une sollicitation harmonique bien au-dessous des résonances du dispositif ou de l'échantillon et à mesurer

la réponse déphasée. Le module est acquis à plusieurs fréquences, températures et amplitudes par balayage. La densité de point de mesure de ces balayages est fixée librement ce qui permet une caractérisation "continue" des paramètres.

Ces méthodes d'analyses ont donné naissance à toute une gamme de dispositifs regroupés majoritairement sous deux appellations :

- Les bancs d'analyses mécaniques dynamiques. Ils sont équipés d'un excitateur électromagnétique, pneumatique ou hydraulique imposant une sollicitation uniaxiale. Ils sont compatibles avec les essais de traction, compression, cisaillement, flexion.
- Les pendules de torsion. Ils sont équipés d'un moteur imposant une sollicitation en torsion.

Ces dispositifs permettent de caractériser le module de cisaillement complexe \hat{G} par des essais de cisaillement simple ou de torsion. La précharge uniforme et perpendiculaire à l'axe d'excitation des échantillons n'est possible que pour le cisaillement simple. C'est donc ce mode de déformation qui présente un intérêt dans notre étude. Sa bonne exécution requiert des échantillons respectant un facteur de forme. Cette condition géométrique est normée (ISO 6721-6, 1996). Une autre condition s'impose aux échantillons en raison des dispositifs de mesure : leur raideur doit être suffisamment faible pour que la déformation mesurée soit celle de l'échantillon et suffisamment importante pour que les comportements dynamiques n'interfèrent pas.

Les grandeurs physiques mesurées au cours d'une analyse mécanique dynamique à amplitude constante sont le déplacement u_0 et la force $f(\omega)$. Elles permettent de calculer le module de cisaillement :

$$|\hat{G}(\omega)| = \frac{e}{u_0 s} f(\omega) \quad (1.21)$$

avec e l'épaisseur et s la surface de l'échantillon. Le facteur de perte $\tan \delta(\omega)$ est directement obtenu de la mesure de la phase $\delta(\omega)$.



FIGURE 1.13: Limitation des essais dynamiques hors résonance. À gauche, le champ de déformation est uniforme, la longueur d'onde λ est bien supérieure à l'épaisseur e , $\lambda \gg e$. À droite, la longueur d'onde est égale à l'épaisseur, $\lambda = e$. Le champ de déformation qui en résulte est non-homogène.

La plage fréquentielle couverte par ces dispositifs s'étend sur plusieurs décades. La limite supérieure est imposée par deux phénomènes. Le premier est relatif aux résonances de l'échantillon, de l'actionneur ou d'autres composants du banc. Il contraint fortement la conception et l'utilisation du banc. Les modes de traction/compression sont contrôlés par le rapport de raideur de l'échantillon et du banc (Placet and Foltete, 2010). Les modes transverses sont inhérents au banc et à l'échantillon.

La plupart des fabricants proposent des bancs capables d'atteindre 1 kHz. Un unique dispositif à la connaissance de l'auteur atteint les 10 kHz. Il repose sur le principe de la masse sismique. L'échantillon est positionné entre un actionneur et une masse importante comparativement aux autres. La caractérisation débute au-dessus de la fréquence de résonance de l'ensemble, la masse agissant dès lors comme un encastrement. Cette solution n'a pas fait l'objet de publication et n'est pas accessible. De plus, elle contraint très fortement l'échantillon qui guide la masse. Elle n'est donc pas considérée dans ce mémoire et la limite usuelle retenue est de 1 kHz.

Le second phénomène jouant un rôle dans la définition de la fréquence maximale est la vitesse de sollicitation. Son augmentation au-delà d'une certaine limite entraîne la non-uniformité des champs de contraintes et de déformations illustrée à la figure 1.13. Ce comportement s'explique par son rapprochement de la vitesse de propagation des ondes transverses v_T gouvernée par le module de cisaillement complexe $|\hat{G}|$ et la masse volumique ρ :

$$v_T = \sqrt{\frac{|\hat{G}(\omega)|}{\rho}} \quad (1.22)$$

Or, cette vitesse est liée à la longueur d'onde λ :

$$\lambda = \frac{v_T}{f} \quad (1.23)$$

Avec f la fréquence. Ainsi, lorsque la longueur d'onde est du même ordre de grandeur que l'épaisseur de l'échantillon, la déformation n'est plus homogène : *Elle ne peut plus être assimilée à une déformée statique globale puisqu'elle correspond à une déformée locale créée par la propagation d'une onde mécanique. La physique et les équations changent.* La caractérisation en analyse mécanique dynamique est possible que si la longueur d'onde est supérieure à l'épaisseur de l'échantillon. Un critère liant module et longueur d'onde peut être établi à partir des relations 1.22 et 1.23. Il autorise l'identification du module ou de l'épaisseur maximale :

$$|\hat{G}(\omega)| = \rho f^2 \lambda^2 \quad (1.24)$$

Sa représentation graphique est donnée à la figure 1.14 pour une fréquence de 10 kHz. La longueur d'onde associée à un module de 10 MPa est de 10 mm. L'épaisseur maximale autorisant la caractérisation doit donc être inférieure à 10 mm. Elle est déterminée à l'aide du ratio de la longueur d'onde sur l'épaisseur. Ce ratio doit être supérieur ou égal à 10 ($\lambda/e \geq 10$) pour que la déformation s'assimile à un comportement quasi-statique global. L'échantillon ne peut pas dépasser 1 mm.

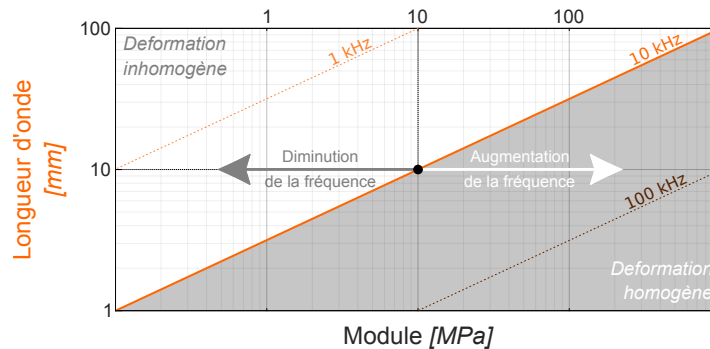


FIGURE 1.14: Longueur d'onde en fonction du module sur une échelle logarithmique. Pour un échantillon constitué d'un matériau de 10 MPa, la longueur d'onde d'une sollicitation harmonique de 10 kHz est de 10 mm. Dans ces conditions, une analyse mécanique dynamique sur un échantillon de 1 mm est possible.

La limite fréquentielle inférieure est imposée par la résolution des moyens de mesure. Elle est souvent inférieure à 0.1 Hz. Elle nécessite plusieurs technologies pour déterminer la déformation. Cette dernière est mesurée directement par des capteurs de déplacement à basses fréquences et indirectement à hautes fréquences par des accéléromètres. Ce changement de capteur est effectué aux alentours de 100 Hz. Il doit être surveillé pour vérifier qu'il n'ajoute pas d'erreur dans la mesure.

En conclusion, les méthodes de caractérisation hors résonance par oscillation forcée sont adaptées pour l'étude des adhésifs structuraux bien que la plage fréquentielle cible ne soit pas couverte directement.

1.3.2.2 Oscillation libre

Les méthodes dynamiques en oscillation libre consistent à écarter un ensemble mécanique de sa position d'équilibre en lui imposant une déformation et à le libérer. Le système oscille alors librement autour du premier mode propre jusqu'à retrouver sa position d'équilibre, voir la figure 1.16. Ces méthodes sont considérées comme non résonantes, car la longueur d'onde est très supérieure aux dimensions de l'échantillon. La déformation subie est similaire à la déformée statique. Ces méthodes sont précises lorsque le dispositif oscille suffisamment. C'est pour cette raison qu'elles sont adaptées à l'étude des matériaux faiblement amortissants dont le facteur de perte $\tan \delta$ est inférieur à 0.3 (Krawczak, 2000).

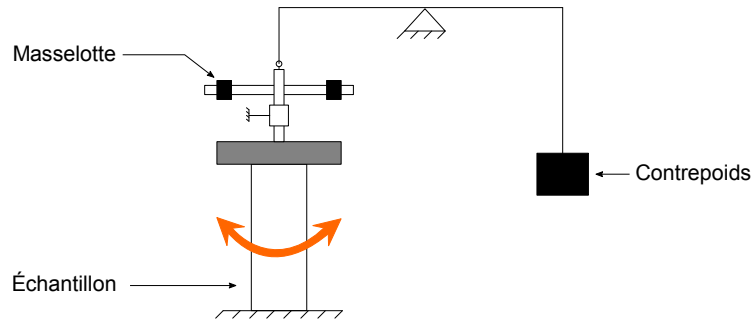


FIGURE 1.15: Pendule de torsion

Les dispositifs les plus répandus permettent de déterminer le module de cisaillement complexe \hat{G} à partir d'essai de torsion. Ils sont regroupés sous l'appellation « pendule de torsion », schématisée à la figure 1.15. Ils permettent d'imposer une déformation angulaire à un échantillon encastré d'un côté et lié à un système de mesure de l'autre. Le dispositif est ensuite relâché et les oscillations sont mesurées en fonction du temps, de la température et de l'amplitude. La précharge suivant l'axe de rotation, créé par la masse du système de mesures, est réglable grâce à un contrepoids. La fréquence d'oscillation du dispositif est la fréquence de caractérisation. Elle est donnée par la relation pour un échantillon cylindrique de rayon r et de hauteur l :

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\pi r^4 G}{2l j_{\Delta}}} \quad (1.25)$$

Avec k la raideur en torsion de l'ensemble de mesures et j_{Δ} le moment d'inertie. Il est possible de modifier cette fréquence en jouant sur le moment d'inertie. L'opération est effectuée grâce à des masselottes mobiles déplacées perpendiculairement à l'axe de rotation. La plage fréquentielle ainsi obtenue est restreinte et usuellement comprise entre 0.1 Hz et 10 Hz. La caractérisation est continue.

La grandeur physique mesurée au cours d'une analyse mécanique dynamique en oscillation libre est le déplacement angulaire. Son oscillation décroissante autorise le calcul du décrément logarithmique Λ et la pseudo-pulsation ω_p :

$$\Lambda = \ln \frac{A_{n-1}}{A_n} \quad (1.26)$$

$$\omega_p = \frac{2\pi}{T}$$

Avec T la pseudo-période. Ces grandeurs permettent de calculer le module de cisaillement réel

G' et imaginaire G'' avec une bonne précision :

$$\begin{aligned} G'(\omega_p) &= \frac{j\Delta\omega_p^2}{\alpha} \left[1 - \frac{\Lambda^2}{4\pi^2} \right] \\ G''(\omega_p) &= \frac{j\Delta\omega_p^2\Lambda}{\pi\alpha} \end{aligned} \quad (1.27)$$

α un facteur de forme qui vaut $\pi r^4/2l$ lorsque l'échantillon est cylindrique. La précision de la mesure augmente avec la diminution de l'amortissement.

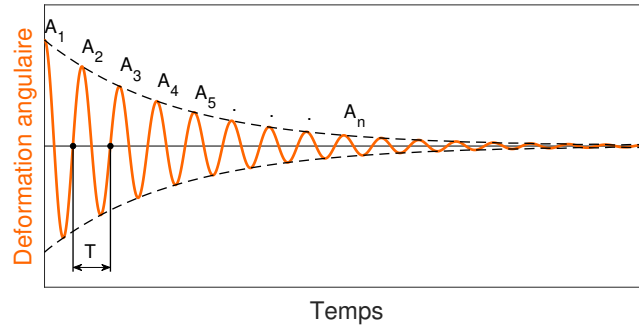


FIGURE 1.16: Méthode dynamique non résonante et décretement logarithmique

En conclusion, cette méthode de caractérisation n'est pas adaptée pour l'étude des adhésifs, car la plage fréquentielle cible est trop restreinte.

1.3.3 Les méthodes dynamiques résonantes

Les méthodes résonantes reposent sur l'étude du comportement d'un échantillon à ses résonances. Elles consistent à soumettre un échantillon à un balayage harmonique d'amplitude constante aux alentours de ces fréquences de résonance. Les déplacements sont alors mesurés pour construire la courbe de réponse en fréquence. Les grandeurs viscoélastiques sont déterminées à partir de la fréquence propre et de l'amortissement des modes propres observés.



FIGURE 1.17: Poutre en torsion encastree-libre à gauche et libre-libre à droite.

La plage fréquentielle et la répartition des points de mesure sont fixées par l'échantillon et son matériau. Ce comportement s'illustre aisément sur un échantillon de type de poutre en torsion puisque l'expression analytique des fréquences de résonance f des modes de torsion existe :

$$f_{r,i} = \frac{\lambda_i^2}{2\pi L} \sqrt{\frac{IG}{\rho j_\delta}} \quad (1.28)$$

avec L la longueur de la poutre, I le moment quadratique, j_δ le moment d'inertie, ρ la masse volume et λ_i une grandeur définie à chaque résonance i égale à i (un nombre entier naturel) lorsque les conditions aux limites sont libres-libres. Cette relation témoigne de l'importance des paramètres géométriques et matériaux dans la définition de la plage fréquentielle. Elle justifie la

nature discontinue des méthodes dynamiques résonantes. Il est possible d'augmenter la densité de mesure en utilisant des échantillons de dimensions différentes, mais cette approche reste limitée par nature. De même, la dépendance au module rend complexes les essais en température. *Le module variant avec elle, les fréquences changent et la plage diminue.* Cela rend impossible l'utilisation d'une représentation isochrone pourtant riche en information. Ces méthodes ne sont donc pas adaptées pour des mesures dans la plage de transition vitreuse.

Cette même géométrie conditionne l'excitation, la mesure et l'identification des grandeurs. Une géométrie simple rend possible l'expression analytique du module aux résonances et son identification à partir d'une unique courbe. À l'inverse, une géométrie complexe requiert des dispositifs onéreux et des méthodes d'identification avancées (Guillaume et al., 1998). Les géométries les plus utilisées sont :

- les poutres. Elles ont une longueur supérieure aux dimensions de leur section. Elles peuvent être homogènes si le matériau est suffisamment rigide. Dans le cas contraire, des sections métalliques peuvent être ajoutées pour augmenter la tenue mécanique. Une unique section correspond à la méthode d'Oberst (Jones, 1974) tandis que deux sections symétriques correspondent à la poutre d'Oberst modifiée (Kergourlay, 2004).
- les plaques. Elles ont une épaisseur faible devant les autres dimensions. Butaud et al. (2015) utilisent cette géométrie couplée à un vibromètre laser et un modèle éléments finis pour caractériser un polymère à mémoire de forme, le tBA/PEGDMA.

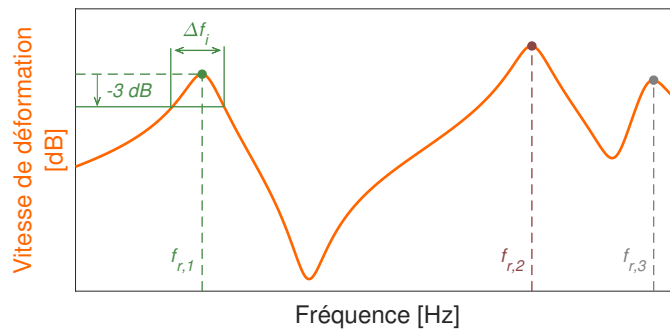


FIGURE 1.18: Illustration de la caractérisation par une méthode dynamique résonante. Vitesse de déformation en fonction de la fréquence d'un système à 3 degrés de liberté. Le facteur de perte est identifié grâce à la méthode de la bande passante, à -3 dB.

Les conditions aux limites jouent sur la qualité des mesures. Les plus utilisées sont encastrées-libres et libres-libres. Les mesures encastré-libre entraînent une sous-estimation du module et une surestimation de l'amortissement d'autant plus grand que l'amortissement est faible. Ce biais ne peut être corrigé totalement. Dans le cas libre-libre, la poutre est suspendue par des câbles souples positionnés sur les nœuds modaux. Un écart de positionnement entraîne une augmentation du module et l'amortissement mesurés.

Ces méthodes permettent également de caractériser le module de cisaillement complexe \hat{G} en torsion. En considérant un échantillon de type poutre, le module de stockage est déterminé à partir de la fréquence propre du mode considéré et des propriétés de l'échantillon :

$$G' = \frac{4\pi^2 \rho I l^2 f_{r,i}^2}{k a_n^2} \quad (1.29)$$

avec ρ la masse volumique, I le moment quadratique de la section, l la longueur de la poutre, $f_{r,i}$ la fréquence de résonance du $i^{\text{ème}}$ mode, k un terme lié à la rigidité en torsion et a_n un facteur numérique fonction du montage et du mode. Dans le cas d'une section rectangulaire de hauteur

h et de largeur b , le terme k vaut $1/3 bh^3(1 - 0.63h/b)$. Le facteur de perte peut être déterminé par la méthode de la bande passante illustrée à la figure 1.18. Il s'exprime sous la forme suivante :

$$\tan \delta = \frac{\Delta f_i}{f_{r,i}} \frac{1}{1 - \omega_a^2/a^2} \quad (1.30)$$

avec $\omega_D (= \sqrt{\rho l^2 \omega^2 / G'})$ la fréquence adimensionnelle et Δf_i la largeur de bande du pic de résonance à -3 dB. Ce calcul préconisé dans la norme ISO 6721-3 (1996) n'est valable que sur les représentations utilisant la vitesse de déformation exprimée en décibel. Le facteur de perte peut être obtenu avec d'autres méthodes telles que le lissage du cercle de Nyquist.

L'obtention du module sur une plage fréquentielle s'effectue sur les modes de torsion. La plage usuelle débute aux alentours de 100 Hz et peut dépasser les 10 kHz. La limite haute fréquence est imposée par :

- l'amortissement du matériau, car l'hypothèse de non-superposition modale est mise à mal par un amortissement trop important.
- la longueur d'onde λ qui doit rester supérieure ou égale aux dimensions de l'échantillon.

En conclusion, les méthodes dynamiques résonantes ne sont pas adaptées pour caractériser les adhésifs. Les échantillons ne peuvent pas être soumis à une précharge uniforme du fait de leur géométrie et la caractérisation dans la zone de transition vitreuse est complexe.

1.3.4 Les méthodes de propagation d'ondes

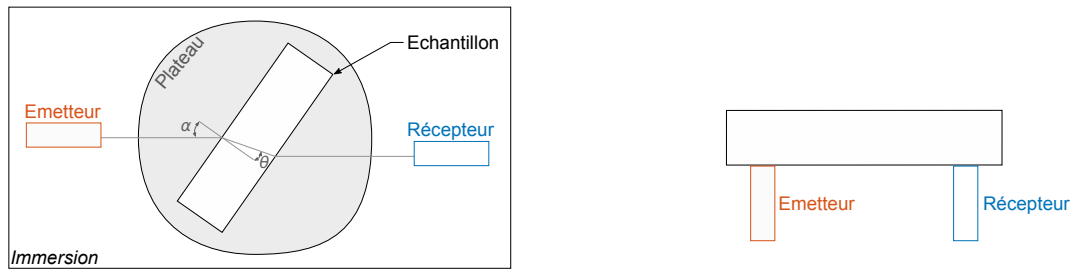


FIGURE 1.19: Dispositif de caractérisation par propagation d'onde par immersion à gauche et par contact à droite.

Les méthodes de propagation d'ondes consistent à étudier la vitesse de propagation d'une onde et son atténuation dans un échantillon. Elles se différencient des méthodes résonantes par la longueur d'onde inférieure à la dimension de l'échantillon dans la direction de propagation.

Les dispositifs expérimentaux existants sont présentés à la figure 1.19. Les émetteurs et récepteurs peuvent être positionnés au contact de l'échantillon ou à distance. Dans le cas d'un positionnement à distance, l'échantillon est placé sur un plateau et plongé dans un fluide incompressible. Il est possible de faire varier l'angle θ pour une caractérisation transverse ou longitudinale sans manutention.

Ces dispositifs permettent de caractériser le module de cisaillement complexe \hat{G} en fonction de la température par des essais de propagation d'onde transverse. Dans le cas d'un essai avec contact (Lake, 1998), les mesures peuvent être effectuées sur deux échantillons de longueur l_1 et l_2 . Les grandeurs identifiables, illustrées à la figure 1.20, sont la vitesse de propagation transverse v_T et de l'atténuation α :

$$\begin{aligned} v_T &= \frac{l_1 - l_2}{\Delta t} \\ \alpha_T &= \frac{\ln(A_1/A_2)}{l_1 - l_2} \end{aligned} \quad (1.31)$$

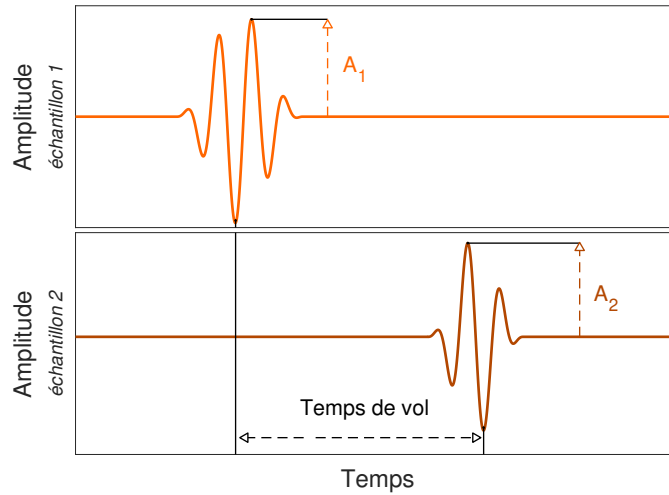


FIGURE 1.20: Propagation d'onde dans l'échantillon. Le temps de vol correspond à Δt .

avec Δt la différence de temps de propagation et A_i l'amplitude. Le module de cisaillement réel G' et le facteur de perte sont ensuite calculés :

$$\begin{aligned} G' &= \rho v_T^2 \\ \tan \delta &= \frac{2 v_T^2 \alpha_T}{\omega} \end{aligned} \quad (1.32)$$

La plage fréquentielle de ces essais débute lorsque la longueur d'onde est plus de 10 fois inférieure à la dimension de l'échantillon dans la direction de propagation. Elle s'arrête à des fréquences bien supérieures à 10 kHz, lorsque la longueur d'onde est telle que le matériau ne peut plus être considéré comme homogène. En fonction de la plage considérée, on parle d'onde acoustique entre 3 kHz et 10 kHz et d'onde ultrasonore^d entre 500 kHz et 5 MHz. C'est la méthode de propagation d'onde acoustique qui présente un intérêt pour la caractérisation des adhésifs.

En conclusion, les méthodes de propagation d'ondes ne sont pas adaptées pour caractériser les adhésifs. Elles ne permettent pas de réaliser des essais sur une plage d'amplitude étendue.

1.4 Conclusion du chapitre

Ce chapitre introduit le comportement mécanique des polymères en lien avec leurs structures, de l'échelle atomique à l'échelle macroscopique. Les paramètres influents dans le cadre d'utilisation des adhésifs sont identifiés et caractérisés. Il s'agit du temps, de la température, de la précharge et de l'amplitude de déplacement. La viscoélasticité, une loi de comportement traduisant la dépendance des grandeurs mécaniques aux temps, est présentée dans son cadre linéaire. Ces développements illustrent la complexité comportementale des polymères. Ils fournissent les connaissances requises pour comprendre les résultats expérimentaux présentés dans la suite du mémoire.

Cette première partie est complétée par l'étude des démarches de caractérisation adaptées aux polymères. Les grandeurs viscoélastiques décrivant le comportement dynamique sont présentées. La grandeur étudiée est sélectionnée. Il s'agit du module de cisaillement complexe. Ce choix est justifié par le rôle des adhésifs dans les assemblages : ils amortissent en cisillant dans les interfaces. Il permet de s'affranchir des erreurs inhérentes aux passages d'un module à l'autre. Les méthodes de caractérisation sont ensuite présentées en préférant un développement centré sur

d. Une onde ultrasonore appartient au domaine des ultrasons qui débute au-dessus de 20 kHz, la limite supérieure du spectre auditif humain.

les principes physiques des mesures plus que sur les dispositifs. Un récapitulatif des paramètres importants de chacune de ces méthodes est disponible à la table 1.1.

Les méthodes capables de caractériser le module de cisaillement en fonction des paramètres influant sont identifiées. Il s'agit des méthodes dynamiques hors résonance par oscillation forcée et des méthodes ondulatoires. C'est la première, plus connue sous l'appellation *analyse mécanique dynamique*, qui a été sélectionnée. Ce choix a été dicté par :

- la caractérisation continue et indépendante de la géométrie des échantillons des paramètres influents.
- la moindre influence de l'échantillon dans le calcul du module limitant l'incertitude.
- les essais sur une plage étendue en amplitude.

L'analyse mécanique dynamique est très largement répandue dans l'industrie. Elle permet de caractériser, en plus du comportement mécanique, les comportements thermomécaniques des polymères. Sa plage fréquentielle type est limitée et ne permet pas d'atteindre la fréquence maximale cible de 10 kHz. Cependant, elle peut être étendue grâce au principe d'équivalence temps-température. Ce principe permet de s'affranchir des limites du dispositif de mesure afin de déterminer les propriétés mécaniques sur une plage étendue. Il est présenté et étudié dans le chapitre qui suit.

	Quasi-statique	Hors résonances		Résonances	Propagation d'onde
		<i>Forcé</i>		<i>Libre</i>	
Mode de déformation	Cisaillement simple Torsion	Cisaillement simple Torsion	Torsion	Torsion	/
Mesure	$f(t)$	$f(\omega), \delta(\omega)$	$u(t)$	$f(\omega), \delta(\omega)$	$f(\omega)$
Module	$G(t) = \frac{e}{\pi r^2 u_0} f(t)$	$ \hat{G}(\omega) = \frac{e}{u_0 s} f(\omega)$ $\tan \delta(\omega)$	$G'(\omega) = \frac{j \Delta \omega^2}{\alpha} [1 - \frac{\Lambda^2}{4\pi^2}]$ $G''(\omega) = \frac{j \Delta \omega^2 \Lambda}{\pi \alpha}$	$G'(\omega) = \frac{4\pi^2 \rho l^2 f_{r,i}}{k \alpha_n^2}$ $\tan \delta(\omega) = \frac{\Delta f_i}{f_{r,i}} \frac{1}{1 - \omega_i^2 / \alpha^2}$	$G'(\omega) = \rho v_T^2$ $\tan \delta(\omega) = \frac{2 v_T^2 \alpha_T}{\omega}$
Plage fréquentielle	[10 ⁻⁴ Hz - 1 Hz]	[1 Hz - 1 kHz]	[0.1 Hz - 10 Hz]	[100 Hz - 10 kHz]	[2 kHz - 10 kHz]
Point de mesure	libre	libre	libre	$f_{r,i} = \frac{\lambda_i^2}{2\pi L} \sqrt{\frac{IG}{\rho j \delta}}$	libre
Longueur d'onde	/	$\lambda \gg e$	$\lambda > e$	$\lambda = e$	$\lambda < e$
Amplitude	libre	libre	libre	libre	limitée

TABLE 1.1: Récapitulatif des méthodes expérimentales et de leurs performances.

Chapitre 2

Principe d'équivalence et campagne d'analyse mécanique dynamique

Sommaire

2.1	L'équivalence temps-température	32
2.1.1	L'applicabilité du principe d'équivalence	33
2.1.2	Les lois de comportements	36
2.1.3	Les algorithmes de translation	38
2.2	Campagne d'analyse mécanique dynamique sur un banc du commerce	39
2.2.1	Matériel expérimental	39
2.2.2	Préparation des échantillons	42
2.2.3	Étude du banc	46
2.2.4	Résultats et discussions	52
2.3	Investigation du comportement thermomécanique avec des essais supplémentaires	54
2.4	Applicabilité du principe d'équivalence temps-température	57
2.4.1	Critères	57
2.4.2	Coefficients	57
2.4.3	Résultats et discussions	60
2.5	Conclusion du chapitre	62

Ce chapitre traite l'applicabilité du principe d'équivalence sur des adhésifs Aderis. Il s'inscrit dans la continuité du précédent avec une section bibliographique sur le principe d'équivalence temps-température. Les aspects théoriques sont présentés dans leur intégralité et les limites sont identifiées. Ils éclairent sur les critères de respect du principe d'équivalence. Ce premier développement est suivi d'une campagne de caractérisation sur le banc d'analyse mécanique dynamique d'Airbus Suresnes, le Metravib DMA+1000. Les résultats des essais mettent en lumière les limites du dispositif : l'impossibilité d'atteindre des fréquences élevées.

2.1 L'équivalence temps-température

Les méthodes de caractérisation présentées au chapitre 1 fournissent les fonctions viscoélastiques par mesure directe sur une plage restreinte à quelques décades, 2 ou 3 le plus souvent. Cette plage s'étend difficilement à cause des limitations inhérentes aux dispositifs de mesure ou aux méthodes de caractérisation. Une propriété des polymères illustrée à la figure 2.1 permet son extension sans modifier le domaine de mesure. Observée par Leaderman (1941) sur des essais quasi statiques de fluage, elle lie les essais à différentes températures : les mesures à haute température et court terme semblent identiques à celles obtenues à basse température et long terme. Autrement dit, la translation des courbes entraîne leur superposition. C'est le point de départ empirique du principe d'équivalence temps-température.

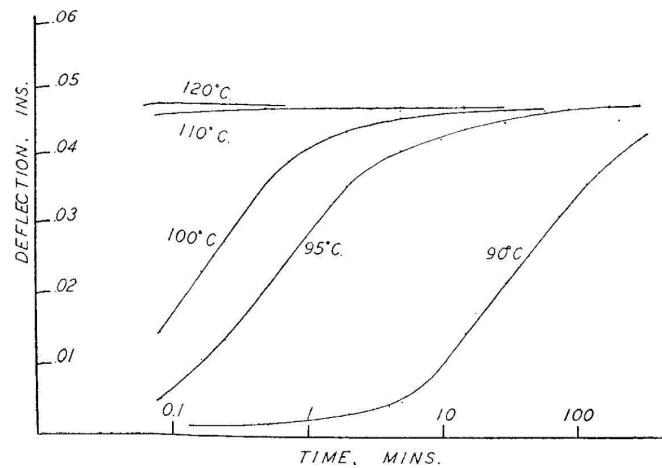


FIGURE 2.1: Essais de fluage à différentes températures sur une poutre en Bakelite® (polymère). Source : Leaderman (1941)

Dans la pratique, le principe d'équivalence nécessite de reproduire des mesures sur une plage temporelle ou fréquentielle à différentes températures. Les courbes ainsi obtenues sont appelées isothermes. Leur translation en fréquence et en amplitude par rapport à une température de référence permet de former une courbe maîtresse. Cette courbe traduit le comportement isotherme à la température de référence sur une plage plus étendue que celle utilisée pour la mesure. Bien qu'introduit dans le domaine temporel, le principe d'équivalence est valable dans le domaine fréquentiel. On parle alors d'équivalence temps-fréquence.

La figure 2.2 présente le principe sur un essai d'analyse mécanique dynamique. Les isothermes de module et de phase mesurées aux températures T_1 , T_2 et T_3 sont translatées suivant l'axe des abscisses. Ces translations horizontales sont relatives à une température de référence T_r , dans l'exemple T_2 . Elles sont matérialisées par les coefficients adimensionnels a_{T,T_r} fonction de la température T et de la température de référence T_r :

$$f_r = a_{T,T_r} f \quad (2.1)$$

Les isothermes de module sont translatées suivant l'axe des ordonnées. Ces translations verticales sont matérialisées par les coefficients adimensionnels b_{T,T_r} fonction de la température T et de la température de référence T_r :

$$\begin{aligned} \hat{G}_{f_r,T} &= b_{T,T_r} (G'_{f_r,T} + iG''_{f_r,T}) \\ &= b_{T,T_r} |\hat{G}_{f_r,T}| e^{i\delta_{f_r,T}} \end{aligned} \quad (2.2)$$

Dans la pratique, les coefficients b_{T,T_r} sont proches de l'unité. Les coefficients de translation obtenus pour un ensemble de mesure à une température de référence T_r peuvent être calculés

pour une autre température de référence T_b avec les équations suivantes :

$$a_{T,T_b} = \frac{a_{T,T_r}}{a_{T_b,T_r}} \quad | \quad b_{T,T_b} = \frac{b_{T,T_r}}{b_{T_b,T_r}} \quad (2.3)$$

Ce principe empirique est très répandu dans le milieu académique et industriel. Il présente un intérêt considérable dans la caractérisation de matériau polymère, car il permet d'acquérir des données inaccessibles expérimentalement. Néanmoins, il ne fonctionne pas sur l'ensemble des polymères. C'est pourquoi des auteurs ont proposé des critères et des outils pour vérifier son applicabilité.

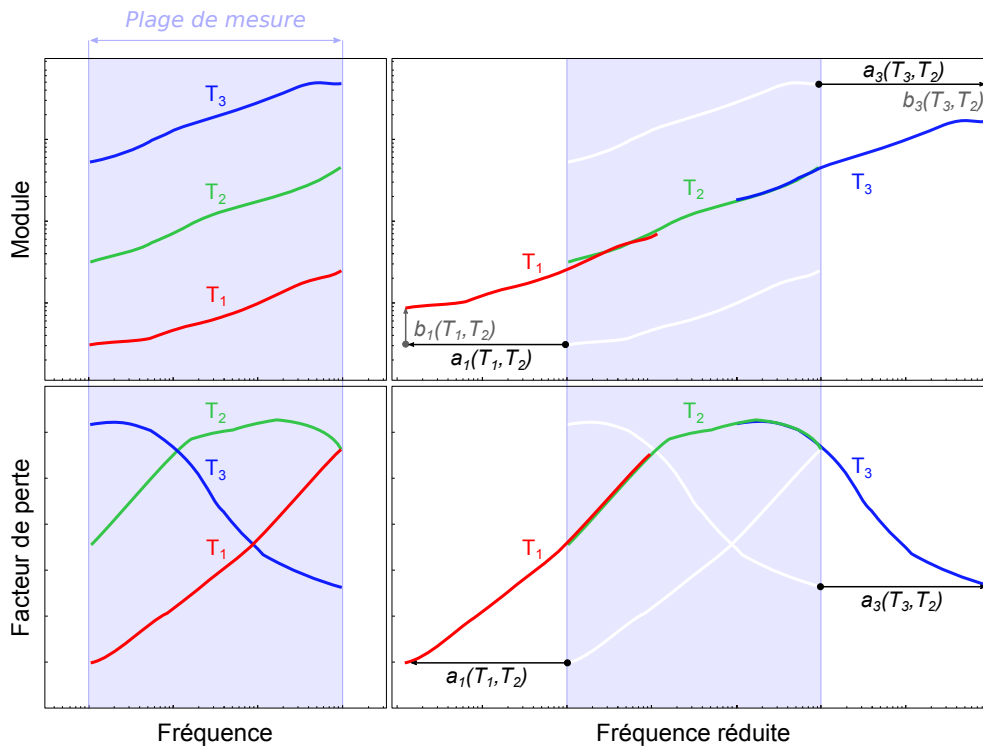


FIGURE 2.2: Le principe d'équivalence fréquence-température illustré. À gauche, les mesures isothermes du module et de la phase sont effectuées sur une plage fréquentielle réduite. À droite, la température de référence T_2 est sélectionnée pour construire la courbe maîtresse. Les isothermes de modules à T_1 et T_3 sont traduites horizontalement et verticalement. Les courbes de phases sont traduites horizontalement.

2.1.1 L'applicabilité du principe d'équivalence

Schwarzl and Staverman (1952) proposent une classification suivant la compatibilité des matériaux avec le principe d'équivalence. Les matériaux sont dits **thermo-rhéologiquement simples** ou **complexes** s'ils sont respectivement compatibles ou incompatibles. Ferry (1980, chapitre 11) détaille trois critères pour classer les polymères :

- 1^{er} critère** Les courbes isothermes doivent se superposer effectivement une fois les translations verticales ou horizontales réalisées.
- 2nd critère** Les coefficients doivent fonctionner sur l'ensemble des fonctions viscoélastiques rattachées au matériau.
- 3^{ème} critère** Les coefficients de translation doivent suivre une loi de comportement. Ces lois sont introduites à la section 2.1.2.

Il complète cette classification par des remarques sur la structure des matériaux considérés. Celle-ci ne doit pas subir d'évolutions majeures au cours d'un essai pour que le principe soit applicable. [Tobolsky and McLoughlin \(1955\)](#) le confirment en étudiant un polymère semi-cristallin aux abords de la température de fusion. Il en va de même si le taux de réticulation ou d'enchevêtrement évolue trop au cours d'un essai.

Pour les matériaux multicomposants, les différentes phases peuvent s'exprimer sur les grandeurs mécaniques rendant le principe caduc. [Child and Ferry \(1957\)](#) observent ce comportement sur un poly-n-butyl méthacrylate qui présente une relaxation principale α et secondaire β proches. Les auteurs proposent une stratégie d'équivalence basée sur l'identification de deux coefficients de translation.

La vérification de l'ensemble des critères valide le principe d'équivalence temps-température. Cette démarche peut être complétée par des essais sur plusieurs dispositifs reposant sur différentes méthodes de caractérisation afin d'étendre la plage fréquentielle par des mesures directes. Les données ainsi obtenues permettent un regard critique sur la courbe maîtresse. Cette approche est appliquée avec succès par [Butaud \(2016\)](#) pour valider l'applicabilité du principe d'équivalence sur un polymère à mémoire de forme, le tBA/PEGDMA. Toutefois, elle nécessite un domaine de linéarité, fonction de l'amplitude, étendu.

2.1.1.1 Les critères graphiques, le Cole-Cole et le Wicket plot

Deux représentations graphiques sont couramment utilisées lors de l'emploi de l'équivalence temps-température. Elles nécessitent les données expérimentales brutes pour être tracées et sont riches en informations :

Le Cole-Cole plot est une représentation graphique des fonctions viscoélastiques dans le plan complexe dans laquelle le module de perte G'' est tracé en fonction du module de stockage G' en échelle log-log. Inspirée des travaux des frères Robert et Kenneth Cole ([1941](#)) sur les spectres de relaxation diélectrique, elle est adaptée aux grandeurs viscoélastiques par [Nolle \(1950\)](#) et [Takahashi \(1954\)](#). Le passage à l'échelle logarithmique, proposé par différents auteurs dont [Harrell and Nakajima \(1984\)](#), met en avant la superposition des isothermes. Cette superposition est capitale pour le principe d'équivalence puisqu'elle traduit l'indépendance à la température des grandeurs viscoélastiques du matériau considéré. Ces constatations sont reprises par [Dae Han and Kim \(1993\)](#) pour étudier l'applicabilité du principe pour des polymères multi-composants. Ce critère sert aussi à étudier la structure des polymères : [Harrell and Nakajima \(1984\)](#) s'intéressent à l'architecture, [Chuang and Han \(1984\)](#) à la compatibilité dans les polyblends et [Han \(1988\)](#) à la masse moléculaire.

Le Wicket plot est une représentation graphique des fonctions viscoélastiques présente sous différentes formes dans la littérature. Dans la première, le facteur de perte $\tan \delta$ est tracé en fonction du module de stockage G' formant, pour la plupart des polymères, un arceau ou U inversé. Le nom du critère est tiré de ce trait, wicket signifiant arceau. Plusieurs utilisations de ce critère sont faites dans la littérature ([Jones, 1990](#); [Szabo and Keough, 2002](#)). La première est semblable à celle du diagramme de Cole-Cole, la dépendance à la température des grandeurs viscoélastiques se matérialisant aussi comme un défaut de superposition des isothermes. Le matériau est alors considéré comme thermo-rhéologiquement complexe. La seconde permet d'identifier les relaxations et leurs interférences, ces dernières formant des arceaux indépendants. La dernière utilisation permet de vérifier la qualité des données expérimentales. Dans la seconde forme du diagramme, la phase δ est tracée en fonction du module de cisaillement $|\hat{G}|$. Utilisées par [Van Gorp and Palmén \(1998\)](#) pour étudier l'applicabilité du principe d'équivalence temps-température, les courbes sont similaires. C'est cette forme qui sera utilisée dans la suite de ce mémoire.

Ces critères graphiques sont d'une grande importance pour étudier l'applicabilité, car la superposition des isothermes implique que les mécanismes à l'échelle moléculaires ont la même dépendance à la température. Cela ne se traduit pas automatiquement par l'applicabilité du principe d'équivalence, notamment pour les mélanges de polymères (Dae Han and Kim, 1993). *En conséquence, la superposition des isothermes est une condition nécessaire mais pas suffisante pour que le principe d'équivalence puisse s'appliquer.* De plus, les critères graphiques renseignent sur le besoin d'un recalage vertical. Les décalages observables peuvent être corrigés dans une certaine mesure par une translation verticale dont les effets diffèrent d'une représentation à l'autre. Les isothermes sont décalées suivant les deux axes (homothétie) sur le diagramme de Cole-Cole tandis qu'elles sont translatées suivant l'axe des abscisses sur le diagramme de Wicket. Quelle que soit la nécessité de recaler verticalement, les coefficients b_{T,T_r} restent faibles vis-à-vis des coefficients horizontaux et ne peuvent pas combler des écarts importants.

2.1.1.2 Les limites du principe

Les critères et les outils de vérification décrits précédemment ne renseignent pas une délimitation nette du principe d'équivalence pour les familles connues de polymère (thermoplastique, élastomère ou thermodurcissable). Ils indiquent uniquement le comportement d'un matériau qui respecte ce principe et, de fait, souligne le caractère empirique du principe. Il est alors légitime de se demander s'il existe un paramètre ou un groupe de paramètres permettant de déterminer qu'un ensemble polymère respecte le principe d'équivalence.

Dans la pratique, il n'en est rien : aucune classification n'est disponible. La littérature fourmille d'études traitant de l'applicabilité. On peut citer les travaux de Plazek (1996) qui présente des exemples de matériaux thermo-rhéologiquement complexes appartenant aux thermoplastiques tels que polyisobutylène ou PIB, polystyrène ou PS, polyacétate de vinyle ou PVA ou encore le polyméthacrylate de méthyle ou PMMA. Tandis que Van Gorp and Palmen (1998) et Dae Han and Kim (1993) s'intéressent aux mélanges de polymères, les polyblends. Ils montrent au travers d'exemples tirés de la littérature que le principe ne tient pas à tour de rôle entre des matériaux miscibles et non miscibles (équivalent à homogène et hétérogène).

Bien qu'il ne soit pas possible, dans l'état actuel des connaissances, d'adopter une approche non empirique pour valider le principe d'équivalence. Le principe ne perd pas de son utilité pour autant. Les critères proposés par Ferry doivent être vérifiés pour le valider sur les matériaux considérés. Cette démarche comprend les étapes suivantes :

1. Les mesures isothermes sont réalisées.
2. Les graphiques de Cole-Cole et de Wicket sont tracés afin de vérifier l'indépendance en température des grandeurs mesurées et le besoin d'un recalage vertical. L'indépendance en température, caractérisée par la superposition effective des isothermes, permet de définir les plages de validités du critère ou son caractère caduc.
3. Les isothermes sont translatées horizontalement et verticalement si besoin. La superposition effective des isothermes est validée visuellement (1^{er} critère).
4. Les lois de comportement décrivant les coefficients de translation a_{T,T_r} et b_{T,T_r} sont identifiées et leurs paramètres déterminés (3^{ème} critère).
5. Les coefficients de translation sont vérifiés sur d'autres grandeurs viscoélastiques (2^{ème} critère). Cette étape nécessite des essais supplémentaires. Elle n'est pas systématique.
6. La caractérisation est répétée sur d'autres dispositifs de mesure afin de couvrir une plage fréquentielle plus importante. Cette dernière étape, optionnelle, permet de juger la pertinence de l'ensemble des essais précédant. Elle ne peut couvrir l'étendue de la courbe maîtresse.

2.1.2 Les lois de comportements

De nombreux auteurs ont cherché à identifier les lois de comportement et les phénomènes physiques en jeu dans le principe d'équivalence temps-température. Ces recherches ont conduit à la formulation de loi empirique et théorique permettant de déterminer les coefficients de translation pour n'importe quelle température. Les théories les plus courantes présentées par [Ferry \(1980\)](#) dans *Viscoelastic properties of polymers* sont détaillées dans les sections qui suivent.

2.1.2.1 Les coefficients de translation horizontale

Les coefficients de translation horizontale a_{T,T_r} décrivent la dépendance à la température des phénomènes de relaxation. Ils sont définis par Ferry comme le rapport des spectres de relaxation $\hat{\tau}$ à la température T et $\hat{\tau}_r$ à la température de référence T_r :

$$a_{T,T_r} = \frac{\hat{\tau}}{\hat{\tau}_r} \quad (2.4)$$

En partant de cette relation, Ferry utilise les expressions des temps de relaxation proposées par [Rouse \(1953\)](#) modélisant les interactions entre macromolécules par un coefficient de friction ζ_0 :

$$a_{T,T_r} = \frac{[a^2\zeta_0]_T T_r}{[a^2\zeta_0]_{T_r} T} \quad (2.5)$$

avec a un paramètre géométrique moléculaire défini dans la théorie des mouvements browniens, ζ_0 un paramètre de frottement des chaînes monomères et ρ la masse volumique du matériau. Les paramètres définis à l'échelle moléculaire sont difficilement identifiables. La relation peut être simplifiée dans le cas des polymères en solution diluée. Le paramètre ζ_0 est alors lié à la viscosité statique η :

$$a_{T,T_r} = \frac{\eta T_r \rho_r}{\eta_r T \rho} \quad (2.6)$$

Cette relation fonctionne sur les polymères de faibles masses moléculaires, comme en témoigne [Ferry et al. \(1953\)](#), mais échoue à décrire la dépendance à la température des phénomènes de relaxation pour les polymères réticulés ou de masse moléculaire importante. En effet, l'augmentation de la masse moléculaire ou l'apparition de pontage entraînent une complexification des interactions non modélisées par la théorie de Rouse. [Plazek \(1965\)](#) illustre cette limite sur un polystyrène où le principe ne permet pas une superposition satisfaisante des isothermes.

La relation WLF

Une autre relation est proposée par [Williams et al. \(1955\)](#) et connue sous l'acronyme **WLF** pour Williams, Landy et Ferry. Elle est tirée des observations des auteurs sur l'allure des coefficients a_{T,T_r} et se base sur la relation développée par [Doolittle \(1951\)](#) liant viscosité et température : $\log \eta = A + B/(T - T_\infty)$. Son domaine de validité s'étend jusqu'à 100 °C au-dessus de la température de transition vitreuse T_g , $T_g < T < T_g + 100$:

$$\log a_{T,T_r} = \frac{-C_1^r(T - T_r)}{C_2^r + T - T_r} \quad (2.7)$$

avec C_1^r et C_2^r les paramètres à la température de référence T_r . Le calcul de ces paramètres à une autre température T_b se fait avec les équations :

$$C_1^b = \frac{C_1^r C_2^r}{C_2^r + T_b - T_r} \quad (2.8)$$

$$C_2^b = C_2^r + T_b - T_r \quad (2.9)$$

En choisissant la température de référence égale à la température de transition vitreuse T_g , les auteurs déterminent des paramètres "universels" $C_1^g = 17,44$ et $C_2^g = 51,6$. Ces paramètres fonctionnent pour un certain nombre de polymères mais leur efficacité est limitée (Schwarzl and Zahrádnik, 1980). Ils renseignent sur l'ordre de grandeur des coefficients.

Cette expression empirique n'a pas de lien avec la physique du phénomène. Ferry propose une théorie qui repose sur la notion de volume libre inspirée par Doolittle (1951). Le volume libre, illustré à la figure 2.3, correspond à l'espace non occupé entre les molécules. Cet espace représente une portion croissante du matériau une fois la transition vitreuse T_g passée. Son augmentation influe sur la viscosité et permet d'exprimer les paramètres C_1 et C_2 en fonction de paramètres physiques :

$$C_1 = \frac{B}{2.303f_g} \quad | \quad C_2 = \frac{f_g}{\alpha_v} \quad (2.10)$$

avec α_v le coefficient d'expansion thermique volumique, B un paramètre matériau unitaire dans la plupart des cas et f_g la fraction de volume libre. D'autres théories sont explorées par Emri (2005) pour lier les coefficients de translation à des paramètres physiques. Elles sont peu utilisées dans la pratique, à la connaissance de l'auteur de ce mémoire.

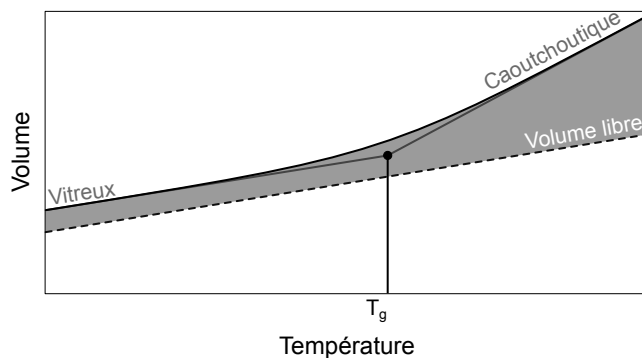


FIGURE 2.3: Évolution du volume en fonction de la température. L'intersection des deux asymptotes renseigne sur la température de transition vitreuse T_g . Cette température est fonction de la vitesse de refroidissement. Le volume libre est représenté par la zone grisée.

Au-delà des développements théoriques qui cherchent une justification physique, cette loi est admise et valide le 3^{ème} critère du principe d'équivalence défini à la section 2.1.1. Cette validation repose sur la relation 2.7 modifiée :

$$\frac{T_r - T}{\log(a_{T,T_r})} = \frac{1}{C_1^r}(T - T_r) + \frac{C_2^r}{C_1^r} \quad (2.11)$$

Elle permet d'identifier les paramètres C_1^r et C_2^r par la méthode des moindres carrés linéaires. Le graphique associé, tel que $x = T_r - T/\log(a_{T,T_r})$ et $y = T - T_r$, autorise la représentation des coefficients de translation et de la loi WLF. Le critère est validé si les coefficients suivent la loi WLF.

La relation Arrhenius

Pour les températures inférieures à la transition vitreuse ou supérieures à $T_g + 100$, les coefficients a_{T,T_r} peuvent être déterminés par la relation **d'Arrhenius** :

$$\log a_{T,T_r} = \frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_r} \right) \quad (2.12)$$

avec E_a l'énergie d'activation du processus de relaxation et R la constante des gaz parfaits $8.3144 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Cette loi valide le principe d'équivalence en vérifiant le 3^{ème} critère défini à la section 2.1.1. Cette validation repose sur la relation 2.12 modifiée :

$$\log(a_{T,T_r}) = \frac{E_a}{R} \frac{1}{T} - \frac{E_a}{R} \frac{1}{T_r} \quad (2.13)$$

Elle permet d'identifier l'énergie d'activation du processus de relaxation par la méthode des moindres carrés linéaires. Le graphique associé, tel que $x = \log(a_{T,T_r})$ et $y = 1/T$, autorise la représentation des coefficients de translation et de la loi Arrhenius. Le critère est validé si les coefficients suivent la loi Arrhenius.

2.1.2.2 Les coefficients de translation verticale

Les coefficients de translation verticale b_{T,T_r} caractérisent l'évolution de la densité en fonction de la température. La théorie de Rouse, appelé par certains Bueche-Rouse, prédit que le module de relaxation est proportionnel à la densité ρ et la température T pour les polymères non enchevêtrés. Elle définit les coefficients b_{T,T_r} comme le rapport de ce produit à la température T et T_r :

$$b_{T,T_r} = \frac{T_r \rho_r}{T \rho} \quad (2.14)$$

Les coefficients de translation verticale peuvent aussi s'exprimer en fonction du coefficient de dilatation volumique isobare α_v , sous réserve que la masse n'évolue pas au cours de l'essai :

$$b_{T,T_r} = \frac{T_r}{T} (1 + \alpha_v(T)(T - T_r)) \quad (2.15)$$

Le coefficient de dilatation linéaire α_l est préféré pour les matériaux isotropes car il est plus facilement mesurable :

$$b_{T,T_r} = \frac{T_r}{T} (1 + \alpha_l(T)(T - T_r))^3 \quad (2.16)$$

Les coefficients de translation verticale peuvent donc s'identifier par des essais thermomécaniques. Dans la pratique, les translations sont réalisées à partir des isothermes grâce à différents algorithmes. Les coefficients sont déterminés à posteriori et les paramètres de lois identifiés.

2.1.3 Les algorithmes de translation

Les coefficients de translation sont identifiables de différentes façons. La première qui vient à l'esprit est la méthode manuelle (Ferry, 1980). Les coefficients sont déterminés par un opérateur qui translate les courbes en jugeant de leur bonne superposition. Cette méthode chronophage souffre de deux biais principaux. Le premier est son absence de sens physique. Le second est son imprécision due à la variabilité des résultats (Zhao et al., 2007) et à l'étendue des courbes maîtresses.

Des méthodologies ont été développées pour s'affranchir de ce dernier biais. Certaines reposent sur des algorithmes d'optimisations basés sur les moindres carrés. Elles approchent alors les isothermes par des polynômes (Sihn and Tsai, 1999; Honerkamp and Weese, 1993). C'est la solution qui semble être utilisée par la société Metravib (Metravib, 2000). D'autres méthodes n'établissent pas d'hypothèse sur la forme de la fonction viscoélastique. C'est le cas de l'algorithme CFS proposée par Gergesova et al. en 2011 et 2016. Il détecte les zones de recouvrement entre isothermes et détermine les coefficients en minimisant l'aire formée par les recouvrements. La qualité des résultats est liée à la taille des zones de recouvrement, le nombre de points expérimentaux et la pente des courbes. Ces méthodes souffrent du même biais que la méthode manuelle : *elles ne tiennent pas compte de la physique du phénomène.*

Pour pallier ce biais, des approches reposant sur des modèles viscoélastiques ont été proposées par plusieurs auteurs. On citera celles reposant sur le modèle de Maxwell fractionnaire (Guedes,

2011) ou encore le modèle Havriliak-Negami (Madigosky et al., 2006). Elles donnent un sens physique aux coefficients, mais nécessitent de connaître à priori le modèle représentatif du matériau testé. Le modèle peut être pertinent (Butaud, 2016) ou limité (Dupuy, 2008).

Des approches différentes sont proposées pour se défaire de cette limitation. Elles reposent sur le respect du principe de causalité énonçant que *l'effet ne peut devancer la cause*. Son expression, simple dans le domaine temporel ($h(t) = 0, \forall t < 0$), est complexe dans le domaine fréquentiel. Elle contraint la phase et le module. On parle des relations de Kramers-Kronig :

$$\begin{aligned} \ln |\hat{G}(\omega)| &= \ln |G_\infty| + \frac{2}{\pi} \int_0^\infty \frac{u \delta(u)}{\omega^2 - u^2} du \\ \delta(\omega) &= \frac{2\omega}{\pi} \int_0^\infty \frac{\ln |\hat{G}(u)|}{u^2 - \omega^2} du \end{aligned} \quad (2.17)$$

Booij and Thoone (1982) en proposent une approximation reprise par Caracciolo et al. (2001) et Chailleux et al. (2006) pour déterminer les coefficients de translation. Parot and Duperray (2007) montrent que l'approximation conduit à une forte sensibilité au bruit de mesure. Ils développent une approche exacte moins sensible au bruit reprise par Rouleau et al. (2013) dans une boucle d'optimisation. Les coefficients optimaux sont ainsi déterminés. L'optimisation peut être pondérée en fonction du module et de la phase.

2.2 Campagne d'analyse mécanique dynamique sur un banc du commerce

Cette section présente une campagne d'analyse mécanique dynamique menée sur le banc Metravib DMA+1000 d'Airbus Group Innovations. La méthode de calcul des grandeurs mécaniques est introduite afin de présenter les sources d'erreur systématique et les corrections apportées. Il s'ensuit la présentation de la campagne et de la préparation des échantillons qui sert à déterminer la plage de variation des paramètres jusqu'à l'analyse des résultats.

2.2.1 Matériel expérimental

Le banc Metravib DMA+1000 d'Airbus Group Innovations est illustré et schématisé à la figure 2.4. Il dispose de plusieurs porte-échantillons standards pour la caractérisation de matériau dans différents états (solide, pâteux ou liquide), pour différentes contraintes (traction, compression, flexion ou cisaillement) et géométries (cylindrique, film, etc.) variés. Ces porte-échantillons sont positionnés dans une enceinte thermique à proximité d'une sonde. La température est contrôlée et varie de -70°C à 500°C . Le refroidissement est assuré par de l'azote liquide et le chauffage par un four.

Le système d'excitation est un pot vibrant capable de générer une force sinusoïdale crête à crête de 1000 N pour un déplacement allant de $1\mu\text{m}$ à 12mm entre 10^{-5}Hz et 10^3Hz . Une précontrainte statique de 300 N ou une déformée 6 mm peuvent être imposées aux échantillons suivant l'axe d'excitation. Les grandeurs mécaniques sont mesurées avec plusieurs technologies afin de couvrir les plages de variations des paramètres. La force est mesurée par le pot vibrant en dessous de 0.6 Hz puis par une cellule de force. Les déplacements sont mesurés par des capteurs de déplacement en dessous de 90 Hz puis par plusieurs accéléromètres. Le changement de capteurs est géré par le logiciel mais conduit à des écarts comme nous le verrons plus loin.

Les essais présentés dans la section sont réalisés sur les adhésifs retenus dans le projet CLIMA : 8364/1008, 8364/1107 et 9105/1307. Ils sont caractérisés en cisaillement via le porte-échantillon de cisaillement pour matériau solide. Cette configuration ne permet pas de précharger suivant l'axe normal des échantillons.

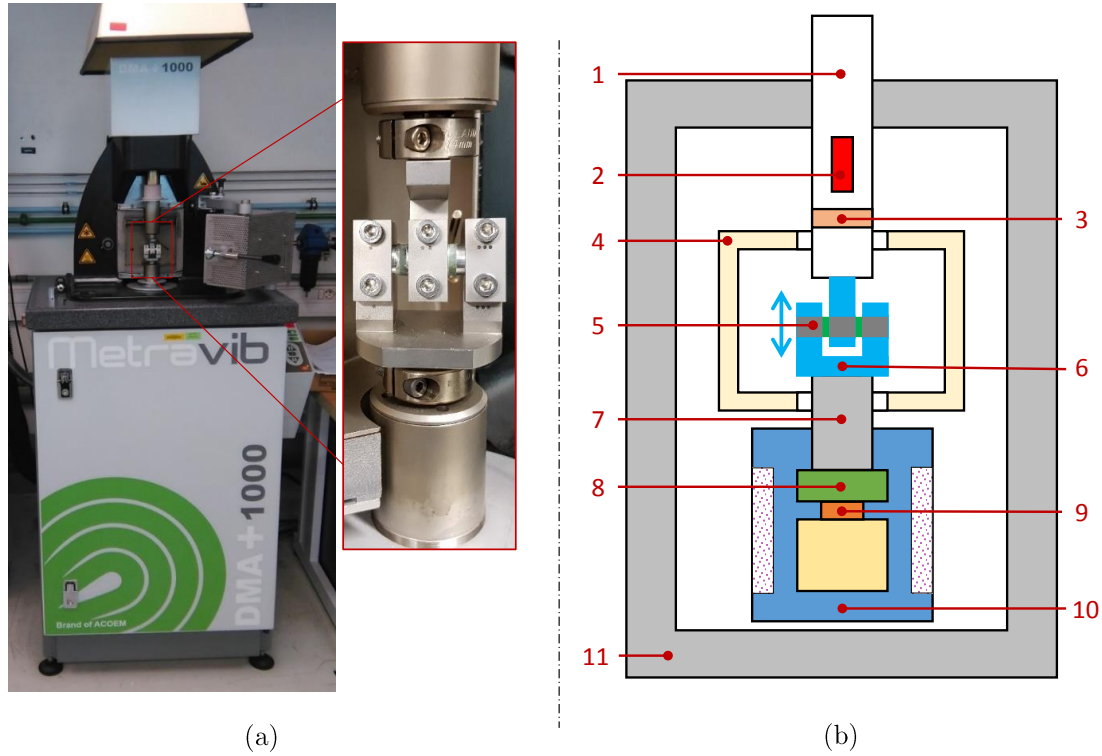


FIGURE 2.4: (a) Photo du banc Metravib DMA+1000 avec le porte-échantillon de cisaillement. (b) Schéma détaillant les composants principaux du banc avec : l'ensemble colonne supérieure (comprenant la colonne supérieure motorisée [1], l'accéléromètre bâti [2] et le capteur de force [3]), l'ensemble colonne inférieure (comprenant la colonne inférieure [7], le capteur de déplacement [8] et l'accéléromètre [9]), le bâti [11], le four [4], le pot vibrant [10], l'échantillon [5] et le porte échantillon [6].

2.2.1.1 Calcul des grandeurs mécaniques

Lors d'une analyse dynamique mécanique, un échantillon est soumis à une sollicitation harmonique de fréquence f à la température T . L'analyse peut être conduite avec un déplacement ou une force imposée. Dans le cas présent, la sollicitation est une force $F(t)$:

$$F(t) = F_0 \sin(\omega t) \quad (2.18)$$

avec $\omega = 2\pi f$, la pulsation. La réponse est mesurée après quelques cycles de stabilisation. La nature viscoélastique de l'échantillon entraîne une déformation sinusoïdale $U(t)$ d'amplitude U_0 . Cette déformation est de même fréquence mais déphasé de δ :

$$U(t) = U_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (2.19)$$

La raideur qui en résulte est complexe \hat{K}_m . Elle est obtenue dans le domaine fréquentiel à l'aide de la transformée de Fourier :

$$\begin{aligned} \hat{K}_m(\omega) &= \frac{\hat{F}}{\hat{U}} \\ &= |\hat{K}_m| e^{i\delta} \\ &= K'_m + iK''_m \end{aligned} \quad (2.20)$$

avec le module de la raideur complexe $|\hat{K}_m| = \sqrt{K'^m{}^2 + K''^m{}^2}$. Elle renseigne le comportement à la fréquence d'excitation. La répétition de l'opération à différentes fréquences permet

de construire la réponse sur la plage fréquentielle cible. La détermination des propriétés matériaux de l'échantillon n'est pas immédiate, car plusieurs phénomènes contribuent aux mesures et nécessitent des corrections.

La première correction compense les effets inertiels. Ces effets provoquent une surestimation de l'effort. Ils sont modélisés par une force, $\hat{F}_{inertie}$, soustraite aux mesures :

$$\hat{F}_{inertie} = -mU_0\omega^2 \quad (2.21)$$

avec la masse mobile m , à l'amplitude U_0 et au carré de la pulsation ω .

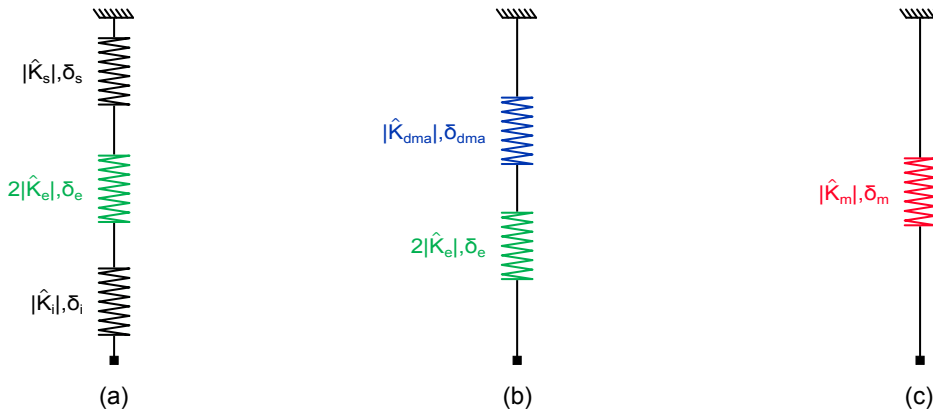


FIGURE 2.5: Modélisation du Métravib DMA+1000 avec des éléments rhéologiques. (a) La chaîne d'actionnement du banc avec le montage de cisaillement, les sections supérieures K_s et inférieures K_i . (b) Le banc est représenté par une raideur équivalente K_{dma} . (c) La raideur mesurée K_m lors des essais est la raideur équivalente de (a) et (b).

La deuxième correction compense la contribution du banc aux mesures. Elle est effectuée grâce à des modèles reposant sur des éléments rhéologiques. Ces modèles, présentés à la figure 2.5, sont issus de la documentation officielle. Ils regroupent les composants en groupes cinématiques :

- l'ensemble supérieur \hat{K}_s encastré dans le bâti supposé infiniment rigide,
- l'ensemble inférieur \hat{K}_i connecté au pot vibrant et les échantillons.
- l'échantillon \hat{K}_e de cisaillement composé de deux sections polymères semblables de même raideur. Leur montage parallèle introduit un facteur 2 dans les relations, car la raideur équivalente est obtenue par sommation.

Les raideurs utilisées sont complexes afin de prendre en compte les comportements dissipatifs. Le modèle est gouverné par la relation suivante, liant \hat{K}_m aux autres raideurs machines :

$$\frac{1}{\hat{K}_m} = \frac{1}{\hat{K}_s} + \frac{1}{2\hat{K}_e} + \frac{1}{\hat{K}_i} \quad (2.22)$$

Les ensembles supérieurs et inférieurs peuvent être regroupés afin d'exprimer la raideur DMA :

$$\frac{1}{\hat{K}_m} = \frac{1}{\hat{K}_{dma}} + \frac{1}{2\hat{K}_e} \quad (2.23)$$

Il devient possible d'exprimer la raideur des échantillons :

$$2\hat{K}_e = \frac{\hat{K}_m \hat{K}_{dma}}{\hat{K}_m + \hat{K}_{dma}} \quad (2.24)$$

avec (Dupuy, 2008) :

$$2 K'_e = \frac{|\hat{K}_m| |\hat{K}_{dma}| (|\hat{K}_{dma}| \cos(\delta_m) + |\hat{K}_m| \cos(\delta_{dma}))}{|\hat{K}_{dma}|^2 + |\hat{K}_m|^2 - 2|\hat{K}_m| |\hat{K}_{dma}| \cos(\delta_m - \delta_{dma})} \quad (2.25)$$

$$2 K''_e = \frac{|\hat{K}_m| |\hat{K}_{dma}| (|\hat{K}_{dma}| \sin(\delta_m) - |\hat{K}_m| \sin(\delta_{dma}))}{|\hat{K}_{dma}|^2 + |\hat{K}_m|^2 - 2|\hat{K}_m| |\hat{K}_{dma}| \cos(\delta_m - \delta_{dma})} \quad (2.26)$$

$$\delta_{eq} = \arctan\left(\frac{K''_e}{K'_e}\right) \quad (2.27)$$

Le calcul de \hat{K}_e requiert donc une connaissance préalable du comportement mécanique du banc DMA. Il est possible d'estimer l'erreur induite par la contribution du banc en posant \hat{K}_e proportionnelle à \hat{K}_{dma} :

$$\exists \alpha \in [0, +\infty] \text{ tel que } \hat{K}_{dma} = \alpha \hat{K}_e \quad (2.28)$$

La relation 2.23 devient alors :

$$\hat{K}_m = \frac{\alpha}{1 + \alpha} \hat{K}_e \quad (2.29)$$

La contribution du banc à la mesure diminue avec α . Il est préconisé dans la norme ISO 6721-6 (1996) de dimensionner les échantillons tels que $\alpha \geq 50$. L'erreur commise dans ces conditions en prenant $\hat{K}_m \approx \hat{K}_e$ sous-estime \hat{K}_e de 1.96 %. Cette préconisation semble suivie par Metravib au travers la raideur limite K_{lim} de $20 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ conseillée pour les échantillons. Au-delà, une correction doit nécessairement s'appliquer.

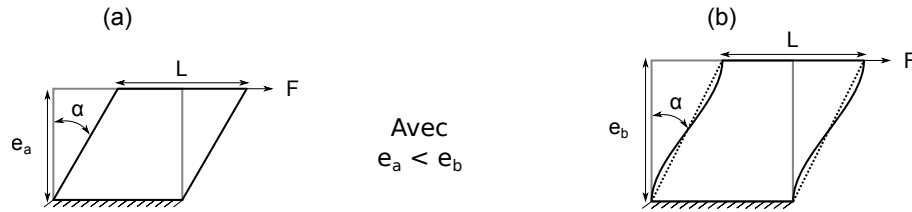


FIGURE 2.6: Cisaillement simple (a) et cisaillement avec flexion (b)

La dernière correction est appliquée lors du calcul du module de cisaillement réel G' par le facteur correctif F_c :

$$G' = |\hat{K}_e| \frac{e}{S_e} (1 + F_c) \cos(\delta_e) \quad (2.30)$$

Avec $|\hat{K}_e|$, e , S_e et δ_e respectivement le module de la raideur, l'épaisseur, la surface et la phase de l'échantillon. Le facteur de correction prend en compte la flexion subie par l'échantillon, un phénomène illustré à la figure 2.6. Il fait intervenir le module de traction réel E' et un facteur de forme k égale à $k^2 = h^2/12$ pour une section rectangulaire ou $k^2 = d^2/16$ pour une section circulaire :

$$F_c = \frac{G' e^2}{12 E k^2} \quad (2.31)$$

Cette correction est nécessaire lorsque les échantillons sont trop épais. Un critère géométrique proposé dans la norme limite la contribution de la flexion à moins de 3% : le rapport diamètre sur épaisseur doit être strictement supérieur à 4, $d \geq 4e$. Le module de perte G'' est obtenu avec la relation :

$$G'' = G' \tan(\delta_e) \quad (2.32)$$

2.2.2 Préparation des échantillons

Le montage de cisaillement double utilise des échantillons cylindriques de 10 mm de diamètre pour une hauteur supérieure à 42 mm. Les échantillons sont constitués d'un assemblage de 3

cylindres d'aluminium de 14 mm de hauteur liés par 2 cylindres en polymère. L'épaisseur est limitée par le porte-échantillon : elle ne peut pas dépasser 5 mm.

Les jonctions entre les composants dépendent de la nature du matériau testé. Elles peuvent être réalisées à l'aide d'un adhésif de type cyanoacrylate. Une attention particulière est alors requise pour maximiser la raideur du collage afin de minimiser sa contribution aux mesures. Cette solution n'est pas pertinente ici puisque les matériaux étudiés sont des adhésifs compatibles avec l'aluminium. Les composants sont donc collés par les échantillons. Pour faciliter la fabrication, le joint de colle reprend la forme et le diamètre du cylindre limitant le dimensionnement au seul choix de l'épaisseur.

Les étapes préparatoires de la campagne sont présentées dans les sections qui suivent. Elles détaillent la fabrication des échantillons, leurs dimensionnements et leurs domaines de linéarité fonction de l'amplitude. Elles permettent de définir les plages de variation en fréquence, température et amplitudes.

2.2.2.1 Fabrication

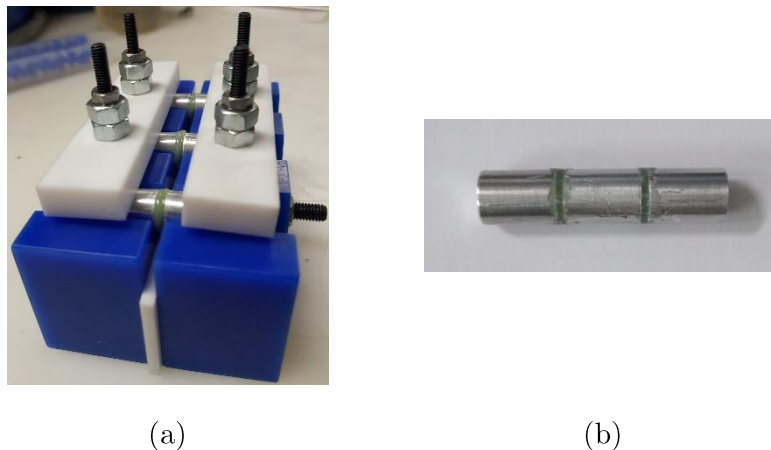


FIGURE 2.7: Fabrication des échantillons : (a) Montage de fabrication. (b) Échantillon complet nettoyé

Les échantillons sont sujets à des défauts de cylindricité et d'homogénéité principalement dus à une épaisseur non maîtrisée ou à la présence de bulles. Un protocole de fabrication spécifique a été développé afin de limiter ses défauts. Il s'appuie sur le montage présenté à la figure 2.7 permettant de fabriquer 3 demi-échantillons à la fois.

Le montage est fabriqué avec de la paraffine (bleu) et du Téflon (blanc) afin d'empêcher l'adhérence des adhésifs. Il assure la cylindricité grâce à des profils en V à 60° usinés dans la masse avant découpe. Ces profils imposent l'alignement aux composants des échantillons. L'épaisseur des joints de colle est assurée par des cales en Téflon calibrées positionnées entre les blocs d'aluminium avant collage.

La fabrication débute par le nettoyage des surfaces utiles en aluminium à l'aide d'un détergent puissant, usuellement de l'acétone ou du Méthyle Éthyle Cétone (MEC). Le montage est assemblé une première fois avec une cale Téflon à la place des sections polymères. L'alignement des profils en V doit être précis parce qu'il conditionne la cylindricité. L'ensemble est ensuite démonté pour permettre l'application des adhésifs avant d'être remonté. C'est une opération délicate qui assure l'homogénéité du collage et requiert un certain savoir-faire. Pour finir, les échantillons sont orientés verticalement et retournés plusieurs fois pendant leur polymérisation. Cette étape réduit le risque de coulée. Elle est imposée par le mélange résine/durcisseur trop fluide et limite

l'épaisseur à 2 mm. Le surplus de matière est retiré au cutter dès que la polymérisation est suffisante. L'opération est à répéter pour obtenir un jeu de trois échantillons. Le contrôle des échantillons est effectué au pied à coulisse.

2.2.2.2 Dimensionnement

Le dimensionnement consiste à régler la raideur apparente de l'échantillon en jouant sur son épaisseur. Il nécessite une connaissance préalable des propriétés mécaniques d'un matériau, tout du moins de leur ordre de grandeur et de leur dépendance à la température. Ces données ont été fournies par le fabricant des adhésifs.

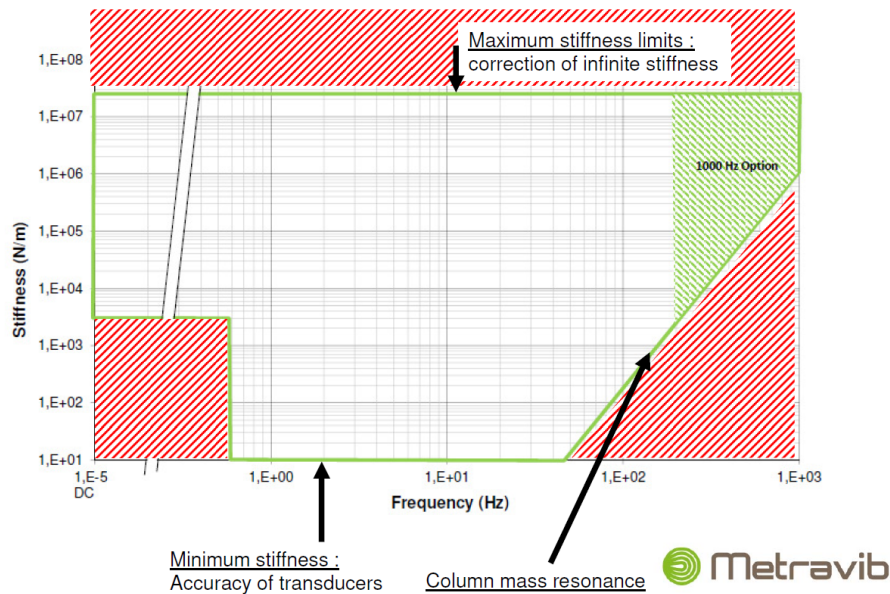


FIGURE 2.8: Raideur apparente autorisée en fonction de la fréquence. Source : documentation officielle du banc Metravib DMA+1000.

Le processus de dimensionnement est formalisé par Metravib à l'aide d'un diagramme présenté à la figure 2.8. Le diagramme fournit le domaine de caractérisation définissant les raideurs compatibles pour une analyse mécanique dynamique en fonction de la fréquence. Il détaille les phénomènes physiques bornant le domaine. Ces phénomènes sont, dans le cadre de l'étude :

- la contribution du banc aux mesures, dénommé « *correction of infinite stiffness* » sur le diagramme. La limite se manifeste sous la forme d'une limite haute en raideur indépendante de la fréquence. Elle sera appelée dans la suite du chapitre la raideur apparente maximale K_{lim} . Elle est égale à $20 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.
- l'influence des comportements dynamiques parasites, dénommés « *column mass resonance* » sur le diagramme. La limite est causée par la résonance de la colonne. Elle se manifeste sous la forme d'une limite basse en raideur dépendante de la fréquence. Elle est représentée par une asymptote oblique et contraint uniquement les essais au-dessus de 500 Hz.

Ces données servent à définir l'épaisseur, l'unique paramètre influant la raideur apparente des échantillons. Cette dernière peut varier entre 0.15 mm et 2 mm respectivement en raison des recommandations du fabricant et du protocole de fabrication. Ces deux valeurs extrêmes permettent de déterminer le module maximal mesurable en considérant la raideur apparente maximale du banc, K_{lim} :

$$G_{max} = \frac{2eK_{lim}}{S_e} \quad (2.33)$$

Les modules identifiés valent 255 MPa pour un échantillon de 2 mm et 64 MPa pour un échantillon de 0.5 mm. Ils renseignent les plus faibles températures accessibles lors des essais grâce aux données fournies à l'annexe A. Ainsi, les essais peuvent débuter à 30 °C pour les références 8364 et à 75 °C pour la référence 9105 en considérant l'épaisseur minimisant la raideur, c'est-à-dire 2 mm. C'est cette épaisseur qui a été retenue pour l'ensemble des échantillons.

Les conditions optimales de caractérisation sont atteintes pour des températures élevées ce qui illustre la bonne tenue mécanique des adhésifs. Les propriétés à température ambiante sont donc inaccessibles dans les conditions optimales. Leur intérêt pour le projet CLIMA a poussé à débuter les essais dès 20 °C. Cette approche est rendue possible par la correction de la contribution du banc aux mesures présentées à la section 2.2.1.1.

2.2.2.3 Domaine de linéarité

Introduit à la section 1.2.2, le domaine de linéarité traduit l'indépendance des propriétés mécaniques à l'amplitude et le respect de l'hypothèse des petites déformations. Le comportement au-delà est caractérisé par la chute du module et l'augmentation du facteur de perte. Il doit être défini au début de chaque campagne pour s'assurer que les grandeurs mesurées relèvent bien de la viscoélasticité linéaire. Les essais présentés ici ont été effectués dans ce but, à basse température pour identifier le domaine à l'état vitreux et à haute température pour identifier le domaine dans la zone de transition vitreuse. Les paramètres utilisés sont :

Fréquence : 1 Hz.

Température : 0 °C et 100 °C.

Amplitude : 1 µm à 100 µm avec 60 points de mesure.

Les résultats sont donnés à la figure 2.9 sous la forme du module et du facteur de perte normalisé en fonction de l'allongement relatif ϵ . Des anomalies localisées à faible et haute amplitude sont présentes, mais invisibles sur la figure. Les anomalies à faible amplitude apparaissent en dessous de 3 µm d'amplitude. Elles se manifestent par la superposition des mesures et semblent provoquées par le rapport signal sur bruit trop faible. Les préconisations du fabricant étayent cette interprétation puisqu'il conseille de ne pas descendre sous 5 µm d'amplitude. La seconde anomalie - à haute amplitude - est caractérisée par le même comportement. Elle est causée par la saturation en force du banc. C'est pour cette raison que l'essai à 0 °C sur l'adhésif 9105/1307 n'est pas présenté.

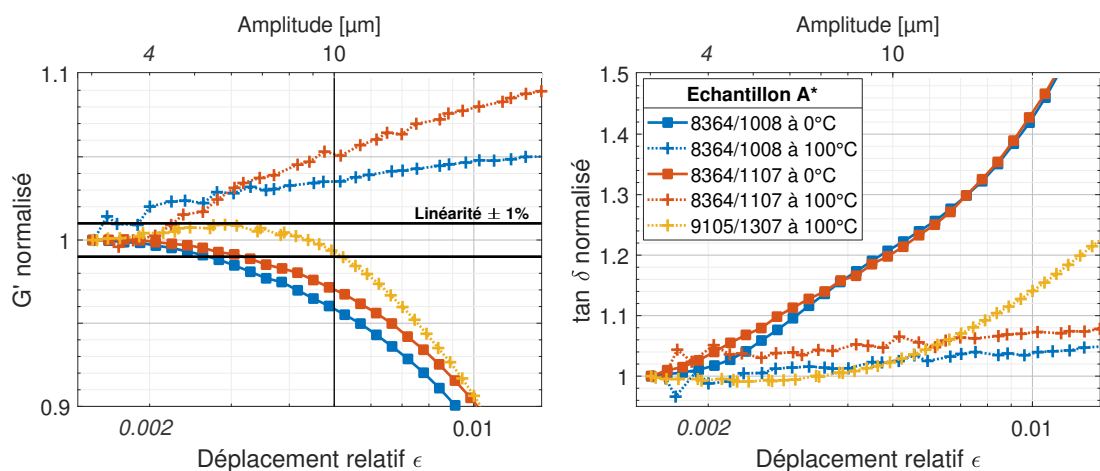


FIGURE 2.9: Domaine de linéarité des adhésifs à 1 Hz pour l'échantillon A*. Le module et phase normalisés sont tracés en fonction du taux de déformation et de l'amplitude à deux températures.

Le domaine de linéarité du matériau a été déterminé en identifiant une variation de plus de 1 % des propriétés mécaniques à partir de $3\ \mu\text{m}$. À 0°C , la limite du domaine est atteinte pour un allongement relatif ε de :

- 2.60×10^{-3} correspondant à une amplitude de $5.21\ \mu\text{m}$ pour l'adhésif 8364/1008.
- 3.04×10^{-3} correspondant à une amplitude de $6.09\ \mu\text{m}$ pour l'adhésif 8364/1107.

Le comportement mesuré permet de définir le domaine linéaire. Ce dernier est peu étendu. À 100°C , la limite est atteinte pour :

- 1.88×10^{-3} correspondant à une amplitude de $3.77\ \mu\text{m}$ pour l'adhésif 8364/1008.
- 2.06×10^{-3} correspondant à une amplitude de $4.11\ \mu\text{m}$ pour l'adhésif 8364/1107.
- 5.23×10^{-3} correspondant à une amplitude de $10.45\ \mu\text{m}$ pour l'adhésif 9105.

L'augmentation du module avec l'amplitude sur les mesures à 100°C des adhésifs 8364/1107 ne correspond pas à un comportement attendu. Elle peut être provoquée par des interférences du banc dans la mesure ou le comportement caoutchoutique, de type hyperélastique. L'adhésif 9105 présente le domaine linéaire le plus étendu.

La faible étendue du comportement linéaire est à considérer avec précaution. Les essais à 0°C ont été réalisés à une température inférieure à celles de la campagne tandis que les essais à 100°C présentent des comportements anormaux. Les résultats permettent de définir l'amplitude d'essai. Elle doit être la plus faible possible. Elle est de $3\ \mu\text{m}$.

2.2.3 Étude du banc

L'étude du dispositif expérimental a pour objectif de confirmer la plage fréquentielle de la campagne et de fournir les données nécessaires au post-traitement, c'est-à-dire K_{dma} . Elle n'est pas nécessaire en condition normale d'utilisation du banc lorsque les préconisations du fabricant sont respectées.

Cette étude a été réalisée sur deux échantillons de natures distinctes. Le premier est en aluminium. Son comportement purement élastique et sa raideur importante placent le banc dans des conditions extrêmes permettant d'évaluer la contribution du banc avec précision. Le second échantillon est l'un des adhésifs testés. Il permet d'observer le comportement du banc dans des conditions réelles de mesure. Cette étude est complétée par une réflexion sur la fidélité des mesures.

2.2.3.1 Échantillon aluminium

L'objectif est de caractériser le comportement dynamique du banc décrit par K_{dma} en fonction des paramètres de la campagne : la fréquence et la température. Un échantillon en aluminium est utilisé dans ce but. Son comportement mécanique est décrit avec précision par une loi purement élastique dans la plage de température considérée. Il doit donc être indépendant de la fréquence. En revanche, l'étendue de la plage en température laisse penser que les propriétés mécaniques vont varier entre 5 et 10%, d'après les données fournies par [Blevins \(1979\)](#)[Chap. 16].

L'échantillon est un cylindre monobloc de $10\ \text{mm}$ de diamètre et de $46\ \text{mm}$ de longueur. Les caractéristiques de l'aluminium ont été déterminées par des essais de propagation d'onde ultrasonore et résonant dont le principe est donné au chapitre 1. Le module de cisaillement G_{alu} et le coefficient de poisson ν identifiés valent respectivement $22.2\ \text{MPa}$ et 0.33 à 25°C . Ils servent à estimer la raideur théorique de l'échantillon $K_{theorique}$:

$$K_{theorique} = \frac{G_{alu} S_e}{e(1 + F_c)} \quad (2.34)$$

L'épaisseur de l'échantillon correspond à l'entrefer^a de 5 mm du porte échantillon. Elle ne permet pas de respecter les conditions géométriques pour la flexion pure, voir la section 2.2.1.1 et la figure 2.6. Une correction est donc nécessaire. C'est pour cette raison que le terme de correction F_c est utilisé. La raideur théorique vaut $175 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Elle dépasse la raideur limite K_{lim} ($20 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) définie par Metravib ce qui rend l'estimation de \hat{K}_{dma} plus précise. Les paramètres utilisés pour les mesures sont :

Fréquence : 1 Hz à 1000 Hz avec 6 mesures par octave.

Température : $-50 \text{ }^\circ\text{C}$ à $100 \text{ }^\circ\text{C}$ avec des mesures par palier stabilisé tous les $50 \text{ }^\circ\text{C}$. La vitesse de chauffe est de $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ et le temps de stabilisation à chaque palier est de 3 min. Le nombre de températures est limité pour réduire le temps d'essai.

Amplitude : 100 N à 350 N avec une mesure tous les 50 N. Les essais sont contrôlés en force pour ne pas saturer la machine limitée à 500 N.

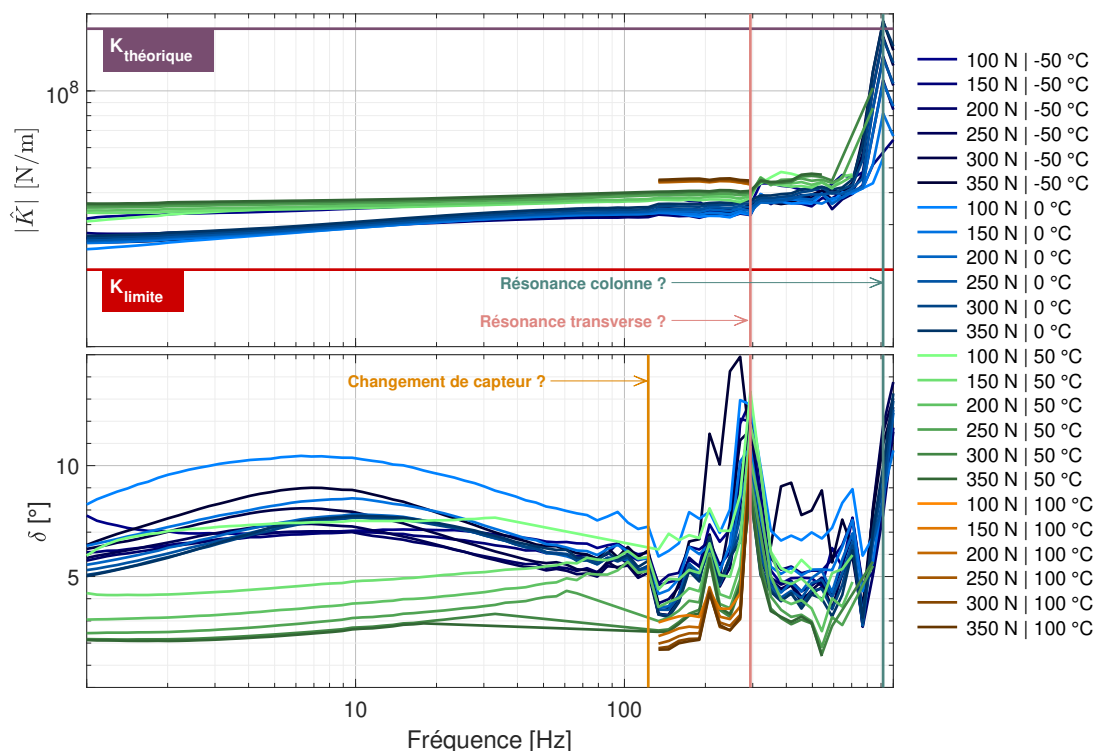


FIGURE 2.10: Caractérisation de la Metravib DMA+1000 : Isothermes de raideur et de phase d'un échantillon en aluminium pour 3 températures et 6 forces. La raideur limite K_{lim} vaut $20 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et la raideur théorique vaut $175 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

Les résultats de ces essais sont présentés à la figure 2.10 sous la forme d'isothermes de raideurs et de phases. Les mesures comportent des anomalies qui restreignent le nombre de points exportés à $50 \text{ }^\circ\text{C}$ et $100 \text{ }^\circ\text{C}$, à tel point que les données obtenues à $100 \text{ }^\circ\text{C}$ sont inexploitable. La cause de ces anomalies est probablement le non-respect d'un ou plusieurs critères vérifiés par le logiciel à chaque mesure (étendue de la zone de tolérance de l'asservissement, le nombre d'essais pour atteindre la valeur consigne, etc.). Les critères par défaut ont été conservés du fait des conditions extrêmes non représentatives des conditions normales d'utilisation.

La raideur K_m mesurée à $50 \text{ }^\circ\text{C}$ pour une sollicitation de 350 N est de $30 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Elle est 5.8 fois inférieure à $K_{theorique}$. Cet écart peut s'expliquer avec relation 2.29 : si la raideur de l'échantillon est supérieure à celle du banc alors la mesure renseigne la raideur du banc. Les résultats présentés sont donc représentatifs du dispositif de mesure DMA et non de l'échantillon. Toutefois,

a. L'entrefer est l'espace vide entre la section inférieure et supérieure du porte échantillon

il n'est pas possible de déterminer K_{dma} car une correction automatique et systématique est appliquée par le logiciel pour réduire la contribution de la raideur K_{dma} . Cette correction n'est pas désactivable sans le concours du fabricant. Les résultats présentés dans cette section seront donc limités à la raideur apparente K_m .

Les résultats sont entachés d'anomalies. Le comportement mesuré ne correspond pas à celui d'un échantillon en aluminium :

- Il n'est pas élastique. Le module augmente de 26.5 % à 100 Hz tandis que la phase est non-nulle et oscille entre 2° et 10° . C'est un comportement qui rappelle celui des polymères qui peuvent être présents dans certains composants.
- Il dépend de l'amplitude. La raideur mesurée varie avec l'amplitude, voir la figure 2.11. À -50°C , l'augmentation de l'amplitude entraîne un assouplissement alors que, pour les températures supérieures, cela conduit à une rigidification. Les interactions entre les composants sont peut-être la cause de ce comportement. Ils peuvent provoquer du frottement ou la disparition des jeux fonctionnels avec la température.
- Il est influencé par les résonances du banc DMA au-delà de 200 Hz. La première se manifeste par un pic de phase corrélé à une légère augmentation du module à 300 Hz. Elle semble provoquée par le premier mode de flexion de la colonne, un comportement transverse lié à la qualité de l'échantillon, du montage ou encore de la conception du banc. Une attention particulière ayant été portée à la fabrication de l'échantillon (diamètre et coaxialité), le défaut doit provenir du montage ou de la conception. **Cette anomalie est problématique car l'analyse mécanique dynamique se veut une méthode non résonante.** Une seconde résonance visible à 900 Hz coïncide cette fois avec une forte augmentation du module. Elle semble liée à la résonance de la colonne. Dans les deux cas, une analyse plus poussée est nécessaire pour identifier les modes.
- Il est influencé par le changement de capteur. La chute brutale de la phase (2° en moyenne à 116 Hz) non corrélée à une variation du module semble liée au changement de technologie de mesure et ce bien que le changement de capteur soit donné à la fréquence de 90 Hz dans la documentation.

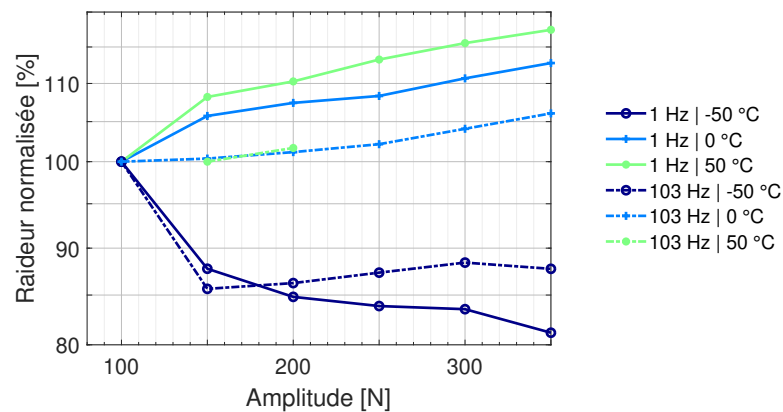


FIGURE 2.11: Raideur normalisée $|\hat{K}_m|/|\hat{K}_m(100N)|$ en fonction de l'amplitude sur l'échantillon en aluminium pour 3 températures à 1 Hz et 103 Hz

En conclusion, le dispositif DMA Metravib utilisé a un comportement mécanique complexe qui interfère sur les essais pour des échantillons ne respectant pas la raideur limite. La démarche de correction présentée à la section 2.2.1.1 ne peut pas être utilisée du fait des corrections appliquées par les logiciels. La prise en compte du comportement nécessite le concours du fabricant pour accéder aux données brutes. Tels quels, les résultats sur l'échantillon en aluminium ne sont pas exploitables au-dessus de 100 Hz.

2.2.3.2 Échantillon polymère

L'essai sur un échantillon polymère a été effectué sur l'adhésif 8364/1008 dans les conditions déterminées lors du dimensionnement (cf. la section 2.2.2.2). L'échantillon fait donc 2 mm d'épaisseur et les essais débutent à 20 °C. Le jeu de paramètres est :

Fréquence : 1 Hz à 1000 Hz avec 6 mesures par octave.

Température : 20 °C à 150 °C avec des mesures par palier stabilisées tous les 5 °C. La vitesse de chauffe est de 3 °C/min et le temps de stabilisation à chaque palier est de 3 min. Les paramètres cinétiques sont fixés pour le reste de ce chapitre.

Amplitude : 3 µm.



FIGURE 2.12: Échantillon flué

À la fin de la campagne, l'échantillon présente une déformation permanente dans l'axe de la colonne. Le cylindre central en aluminium a flué en direction de l'ensemble inférieur rattaché au pot vibrant. Une photo de l'échantillon est donnée à la figure 2.12. Ce problème a été résolu en imposant un cycle de refroidissement rapide à la fin des essais. Néanmoins, le comportement constaté interroge la présence d'un chargement résiduel suivant l'axe de sollicitation en dépit du respect du protocole d'équilibrage.

Les résultats sont présentés à la figure 2.13 sous la forme d'isotherme et d'isochrone du module de cisaillement G' et du facteur de perte $\tan \delta$. Une première anomalie est visible sur les isothermes. Elle est caractérisée par une chute du facteur de perte à 116 Hz plus marquée en dessous de 85 °C. Cette anomalie a déjà été constatée lors des essais avec l'échantillon en aluminium : il s'agit du changement de capteur.

Une seconde anomalie s'observe au-dessus 189 Hz sur les isothermes et les isochrones de module et de phase. Elle est visible uniquement lorsque la température dépasse les 80 °C. Elle semble causée par le mode de colonne décrit à la figure 2.8. Cette hypothèse est étayée par les données constructeurs (cf. annexe A) qui présentent une chute importante des propriétés mécaniques dans ces zones. La raideur apparente de l'échantillon dépasse la limite basse conseillée par Metravib.

Ces résultats mettent en évidence que le comportement dynamique au-delà de 116 Hz est problématique. Les essais seront étudiés jusqu'à 120 Hz dans la suite du chapitre.

2.2.3.3 Fidélité des mesures

Tous les dispositifs expérimentaux fournissent des mesures entachées d'erreurs. L'étude de ces erreurs est du domaine de la métrologie, la science des mesurages^b et ses applications. Les notions de métrologie utilisées dans cette section sont définies et standardisées par le [Joint Committee for Guides in Metrology \(2008\)](#), un organisme international regroupant des institutions nationales.

Ainsi, les mesurages effectués lors d'une analyse mécanique dynamique sont entachés d'erreurs. Ils sont par nature inexacts, c'est-à-dire qu'ils donnent une valeur différente de la grandeur vraie définissant l'exactitude de mesure. Leur répétition permet de définir deux notions essentielles en métrologie : la justesse et la fidélité de la mesure.

La première, *la justesse de la mesure*, est l'écart entre des mesures successives et la valeur vraie ou de référence. L'écart peut être provoqué par des erreurs systématiques dont la cause est

b. Le mesurage est un processus consistant à obtenir expérimentalement une ou plusieurs grandeurs physiques.

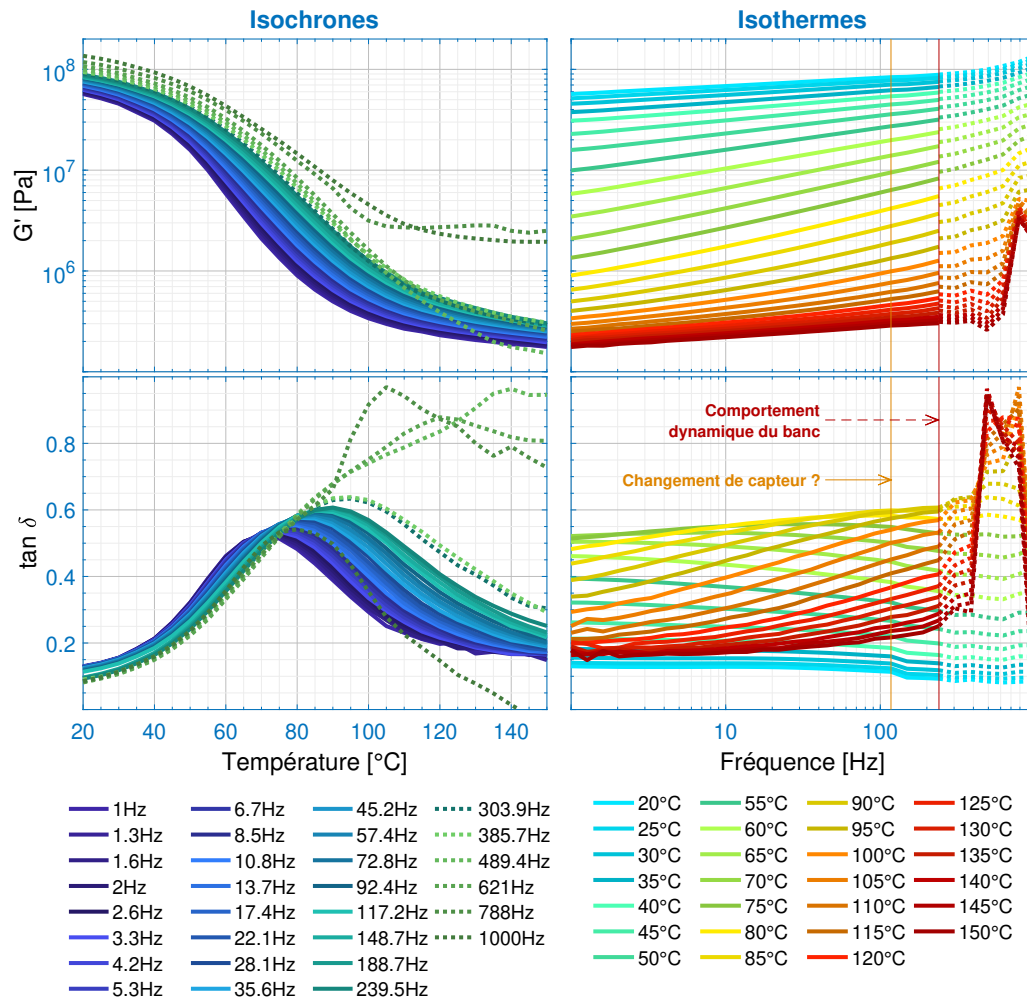


FIGURE 2.13: Isochrones et isothermes de module et de facteur de perte des essais préliminaires sur l'adhésif 8364/1008.

connue ou non. Certaines sont prises en compte lors du calcul des grandeurs mécaniques à la section 2.2.1.1 : la contribution du banc à la raideur, l'inertie et la flexion de l'échantillon.

La seconde, la *fidélité de la mesure*, est l'écart entre des mesures successives dans des conditions définies de :

- **répétabilité.** Ces conditions concernent un ensemble de conditions de mesurage qui comprennent la même procédure, le même observateur, le même instrument de mesure dans les mêmes conditions et le même lieu, ainsi que sur un même objet ou des objets similaires dans une courte période de temps, mais peuvent comprendre d'autres conditions que l'on fait varier. On parle alors de répétabilité de mesure.
- **fidélité intermédiaire.** Ces conditions concernent un ensemble de conditions de mesurage qui comprennent la même procédure et le même lieu répétés sur le même objet ou un objet similaire pendant une période de temps étendue. Les conditions que l'on fait varier peuvent comprendre de nouveaux étalonnages, étalons, opérateurs et systèmes de mesures. On parle alors de fidélité intermédiaire de mesure.
- **reproductibilité.** Ces conditions concernent un ensemble de conditions de mesurage qui comprennent des lieux différents, des opérateurs différents et des systèmes de mesures différents ainsi que des mesurages répétés sur le même objet ou des objets similaires. On parle alors de reproductibilité des mesures.

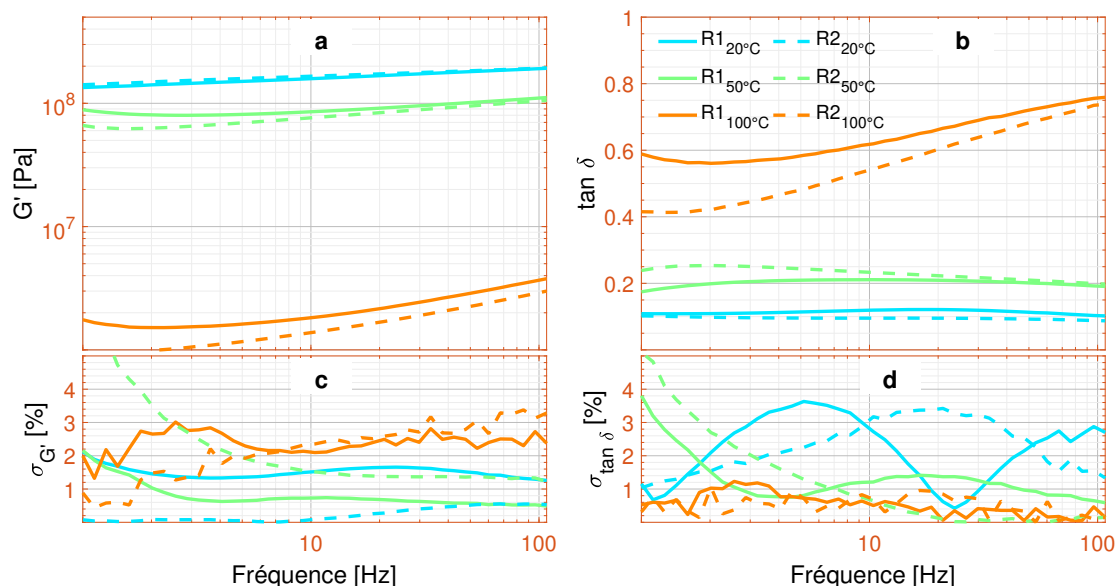


FIGURE 2.14: Essais de répétabilité (R1) et de fidélité intermédiaire (R2) réalisés sur la Metravib DMA+1000 avec : (a)(b) Isothermes moyennes des modules et des facteurs de perte de l'échantillon 8364/1107. (c)(d) Écart-type correspondant en % des essais R1 et R2.

Cette section présente une ébauche d'étude de répétabilité et de fidélité intermédiaire des mesures sur le banc Metravib. L'objectif est de valider le protocole expérimental et d'estimer l'incertitude^c. Le manque de temps a conduit à limiter le nombre d'essais à 3 par conditions expérimentales. Il n'est donc pas possible de réaliser une analyse statistique pertinente des résultats.

Les essais, menés sur l'échantillon A de l'adhésif 8364/1107, ont débuté par l'étude de répétabilités conduite en répétant les mesures 3 fois dans un court laps de temps, sans modifier le paramétrage et le montage. Ces essais ont été suivis par l'étude de la fidélité intermédiaire conduite en répétant deux fois les mesures après le démontage/montage complet du porte-échantillon, mais sans modifier le paramétrage et le montage. Les paramètres utilisés pour les essais sont :

Fréquence : 1 Hz à 120 Hz avec 6 mesures par octave.

Température : 20 °C, 50 °C et 100 °C. Les températures sélectionnées placent l'échantillon dans trois états (vitreux, transition et caoutchoutique) différents.

Amplitude : 3 μm .

Les résultats moyennés sont présentés à la figure 2.14. Ils présentent des écarts entre les essais de répétabilités (R1) et de fidélités (R2), plus marqués à basse fréquence et haute température. Ils sont dus à des corrections apportées au protocole de mise en position et d'équilibrage dynamique entre les deux types d'essais pour correspondre à la méthodologie du laboratoire Airbus. Ces résultats montrent que la mise en position et l'équilibrage jouent un rôle important dans les résultats. C'est pourquoi une attention particulière a été portée sur ce point pour la campagne de caractérisation.

Les résultats montrent un écart-type inférieur à 4% pour l'ensemble des essais. Leur analyse poussée n'est pas possible à cause du manque de signification des grandeurs statistiques. Cependant, les essais de fidélité montrent une légère dépendance à la température caractérisée par l'augmentation de l'écart-type du module et la diminution de l'écart-type du facteur de perte avec la température. Une explication possible pour ces comportements peut être l'évolu-

c. L'incertitude de mesure est un paramètre strictement positif qui caractérise la dispersion des valeurs mesurées. Elle comprend la justesse et la fidélité des mesures.

tion importante des caractéristiques mécaniques de l'échantillon. La chute de la raideur avec la température réduit la contribution de la machine aux mesures (cf. 2.29) et augmente l'influence des défauts de l'échantillon. De même, l'augmentation de l'amortissement avec la température lisse les résultats.

2.2.4 Résultats et discussions

La campagne est réalisée dans le respect de la norme ISO 6721-6 (1996) et des usages du laboratoire. Chaque adhésif est caractérisé avec 3 échantillons tirés du même lot de fabrication. Le jeu de paramètres utilisé, défini lors des étapes préparatoires, est :

Fréquence : 1 Hz à 120 Hz avec 6 mesures par octave.

Température : 20 °C à 150 °C avec des mesures par palier stabilisées tous les 5 °C.

Amplitude : 3 μm .

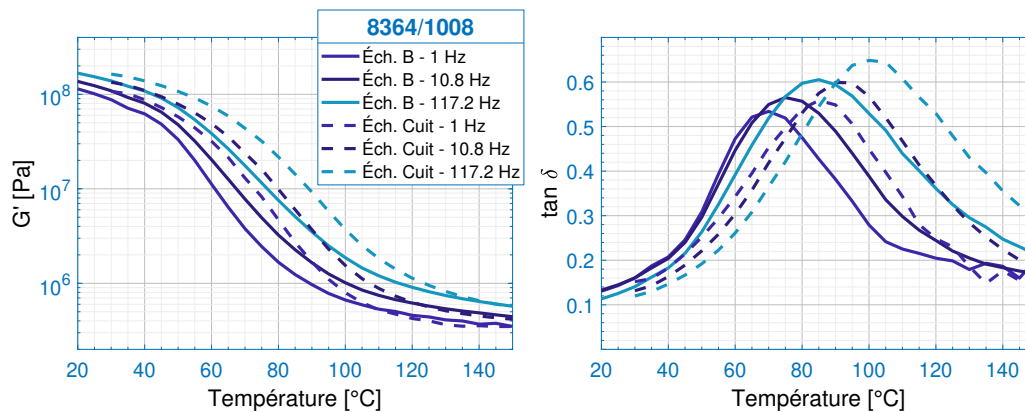


FIGURE 2.15: Module et facteur de perte isochrone d'un échantillon cuit 2 h à 200 °C (trait pointillé) et de l'échantillon B n'ayant subi que le cycle de température de la campagne (trait plein) pour l'adhésif 8364/1008.

Les résultats non présentés ont mis en évidence un décalage du comportement mécanique associé à la transition vitreuse (chute de module et pic de phase) vers les hautes températures des échantillons A de chaque référence. Cette différence est supérieure à l'écart-type maximal constaté lors des essais de fidélité intermédiaire de la section 2.2.3.3. En revanche, les échantillons concernés présentent tous un point commun : *ils ont été utilisés pour vérifier la plage de linéarité des polymères*. Cela signifie qu'ils ont subi un cycle de température de plusieurs dizaines de minutes jusqu'à 100 °C.

Le phénomène a été confirmé grâce à un essai supplémentaire effectué sur un échantillon cuit 2 h à 200 °C de l'adhésif 8364/1008. Les résultats sont donnés à la figure 2.15 sous la forme du module et du facteur de perte isochrones comparés à ceux d'un échantillon ayant subi un unique cycle de température. Le comportement observé après un cycle de température est plus marqué après la cuisson. La température de relaxation principale T_{α} , mesurée au pic de facteur de perte, augmente de 16 °C en moyenne sur les trois courbes. Ce décalage s'accompagne d'une augmentation du facteur de perte.

Un comportement similaire est observé par Al-Safy et al. (2013) sur un adhésif commercialisé sous l'appellation MBrace. Les auteurs l'obtiennent en modulant le taux de réticulation grâce au temps de cuisson. Le phénomène constaté ici diffère un peu, le processus de réticulation ayant été réactivé. Il a un nom, le post-curing. Ses conséquences sur l'applicabilité du principe d'équivalence temps-température sont fortes puisque, pour rappel, *l'évolution de la structure moléculaire au cours d'un essai est évoquée par Ferry comme disqualifiant*. En effet, un point de mesure obtenu à haute température correspondra au comportement d'un matériau à la structure

interne différente de celui que l'on souhaite caractériser car recuit. Il est possible de le limiter en forçant la réticulation complète des adhésifs. Cette solution n'est pas souhaitable dans le cas présent. Elle nécessite de cuire les adhésifs ce qui n'est pas préconisé par les fabricants. Les propriétés mécaniques sont garanties par le fabricant lorsque les adhésifs polymérisent entre 18 °C et 23 °C.

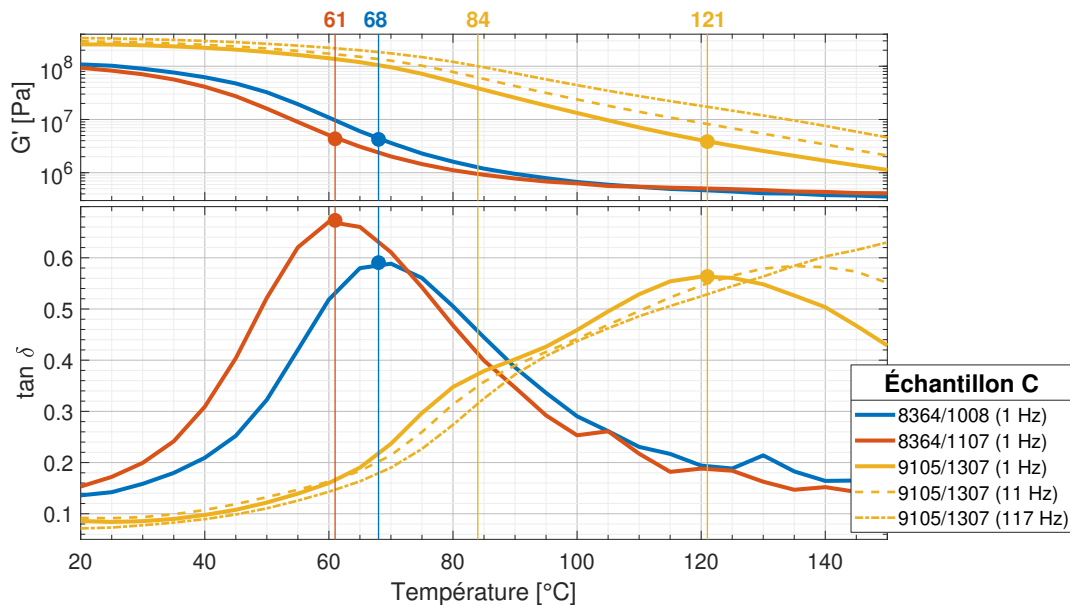


FIGURE 2.16: Module et facteur de perte isochrone de l'échantillon C des 3 adhésifs à 1 Hz pour l'identification des températures de transition vitreuse T_g . L'adhésif 9105/1307 est tracé avec deux isochrones pour montrer le lien entre les pics et les phénomènes de relaxation α et β .

Les isochrones 1 Hz du module de cisaillement réel G' et du facteur de perte $\tan \delta$ sont présentées à la figure 2.16 pour les échantillons C. Cette représentation permet d'estimer les températures de transitions vitreuses des polymères et comparer leurs comportements. Pour rappel, la T_g est déterminée au pic de facteur de perte :

- L'adhésif 9105/1307 présente un facteur de perte étendue composé de 2 pics : le premier autour de 84 °C et le second à 121 °C. Plusieurs explications sont possibles. La première est que les pics sont provoqués par 2 transitions vitreuses. Ce comportement, présenté par [Teyssède and Lacabanne \(1997\)](#), est causé par 2 phases distinctes dans l'adhésif. Cette hypothèse est appuyée par la transformation incomplète (polymérisation ou réticulation) des adhésifs sources d'hétérogénéités. La seconde explication est que la relaxation principale α et secondaire β sont proches. Ce comportement observé par [Perez and Gobin \(1977\)](#) est courant chez certains polymères, notamment les PMMA. L'isochrone 11 Hz, tracé à la figure 2.16, appuie cette hypothèse puisque l'augmentation de la fréquence entraîne une translation légèrement différente des deux pics. Ce comportement caractéristique des relaxations ne peut correspondre à la transition vitreuse, indépendante de la fréquence. L'applicabilité de l'équivalence est remise en question dans les deux cas.
- L'adhésif 8364 présente une température de transition vitreuse à 68 °C pour le durcisseur 1008 et à 61 °C pour le durcisseur 1107. Le durcisseur influence le comportement mécanique dans la zone de transition : le module du 1008 présente un décalage de la zone de transition vers les hautes températures et un facteur de perte moindre. Les isochrones se superposent sur le plateau vitreux et caoutchoutique. La relaxation principale change et le pic de facteur de perte est plus faible.

Les températures de transition vitreuse identifiées pour l'ensemble des échantillons sont données à la table 2.1. Les T_g identifiées sur les échantillons n'ayant subi qu'un unique cycle en température (B et C) varient de quelques degrés. Les cycles en température supplémentaires provoquent l'augmentation notable des T_g pour les adhésifs 8364. Le durcisseur 1107 présente une augmentation de 10 °C de sa T_g plus importante que le 1008. En revanche, l'adhésif 9105 présente une température de transition plus faible après les cycles.

Les résultats complets sont présentés à la figure 2.17 sous la forme d'isothermes. Ces courbes servent au principe d'équivalence temps-température : elles subissent les translations.

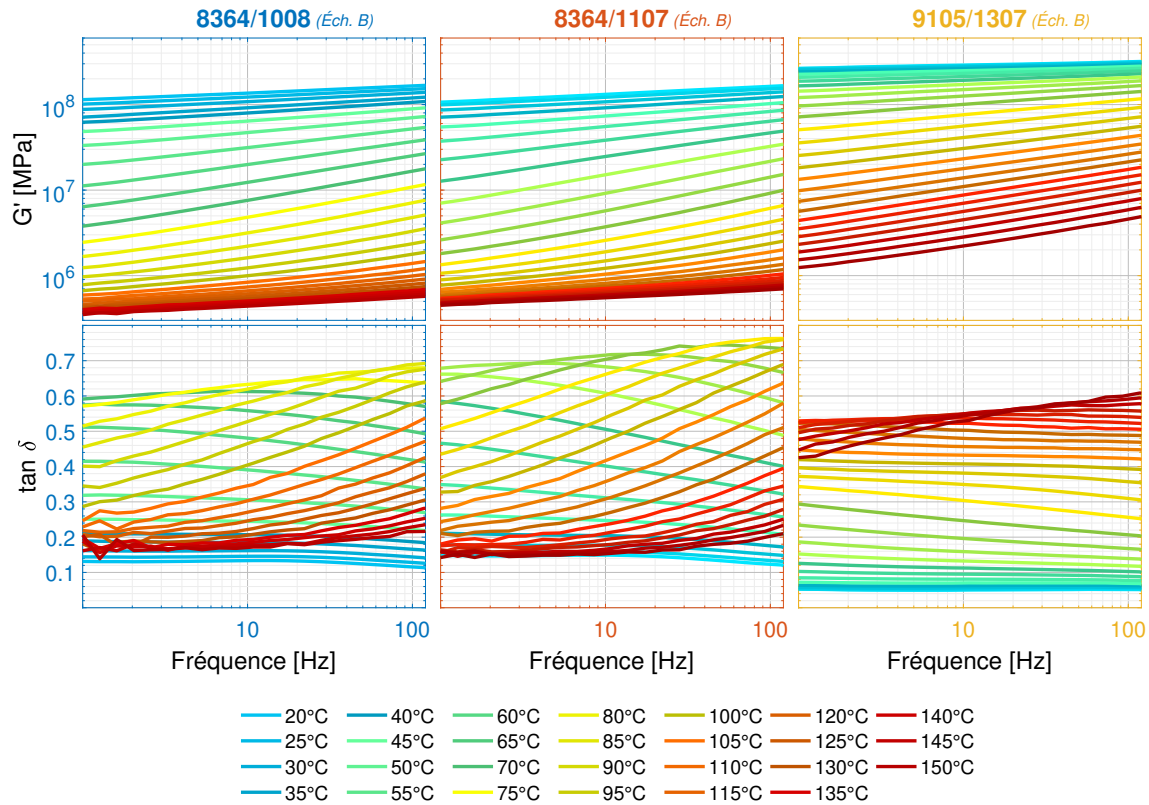


FIGURE 2.17: Modules et facteurs de pertes isothermes des échantillons B des 3 adhésifs

2.3 Investigation du comportement thermomécanique avec des essais supplémentaires

Cette section s'attache à enrichir les résultats fournis par la campagne d'analyse mécanique dynamique avec des essais thermomécaniques complémentaires. L'objectif est de confirmer les températures de transition vitreuse identifiées par DMA et d'approfondir la compréhension du comportement des adhésifs. Pour ce faire, des essais thermomécaniques classiquement utilisés dans le laboratoire d'Airbus pour acquérir ou confirmer des données supplémentaires sur les polymères sont réalisés. Les 3 techniques utilisées sont : l'analyse thermogravimétrie (TGA), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et l'analyse thermomécanique ou (TMA).

Analyse thermogravimétrie, TGA

Une TGA consiste à soumettre un échantillon à une température croissante et à mesurer la variation de sa masse. Elle permet de mesurer le taux de composés volatils, la température de dégradation des polymères ou encore le taux de charge. Elle peut être couplée à une étude de

la composition chimique des gaz. Dans notre cas, ces essais ont pour vocation de déterminer la plage de température viable des essais DSC et TMA en identifiant la température de dégradation des polymères, leur pyrolyse. Le dispositif expérimental utilisé est une PerkinElmer TGA Q500. Les adhésifs sont chauffés de 20 °C jusqu'à 380 °C.

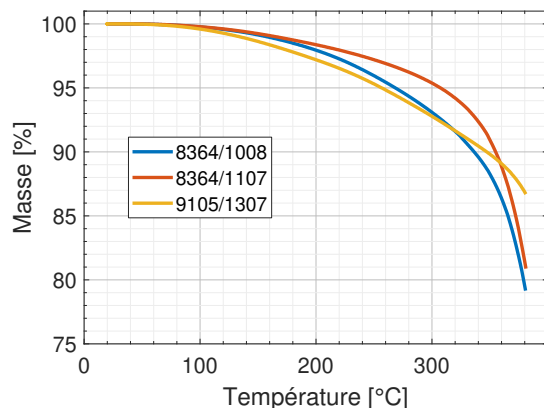


FIGURE 2.18: Analyse thermogravimétrie (TGA)

Les résultats de l'analyse TGA sont présentés à la figure 2.18. Les courbes débutent par une faible diminution (env. 5/10 %) de la masse caractéristique de l'évaporation des composés volatils. Cette phase est suivie d'un brusque changement de la pente provoqué par la pyrolyse des polymères. Elle débute pour l'ensemble des adhésifs après 350 °C. C'est la température maximale retenue pour les essais DSC et TMA.

Analyse calorimétrique différentielle, DSC

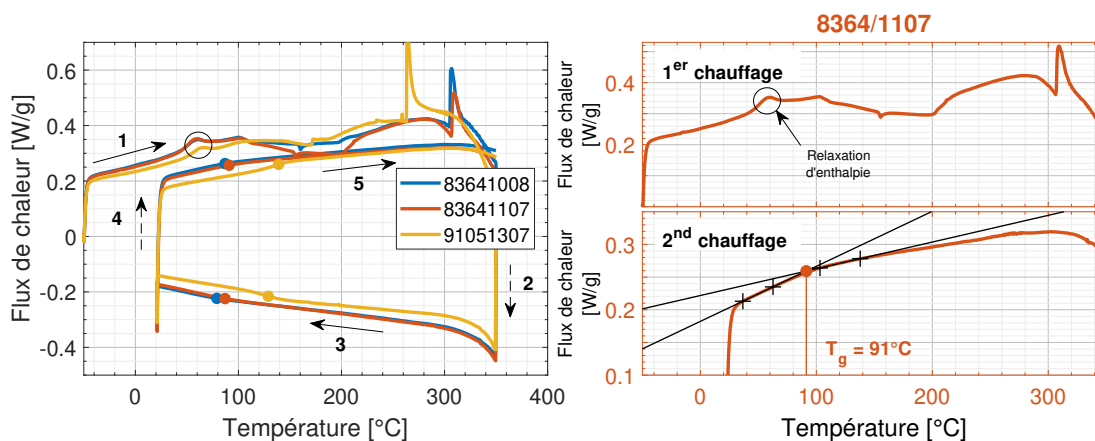


FIGURE 2.19: Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) des adhésifs. À gauche, l'intégralité du cycle en température pour l'ensemble des adhésifs avec : (1) la première chauffe, (3) le refroidissement, (5) la seconde chauffe et (2)(4) l'inversion du flux de chaleur. À droite, un zoom sur les 2 cycles de chauffage de l'adhésif 8364/1107 pour illustrer les pics de relaxation d'enthalpie et les T_g .

Une DSC consiste à mesurer la différence de flux de chaleur entre deux échantillons au cours d'un cycle en température. Les échantillons sont positionnés dans 2 creusets percés autorisant le dégazage des composés volatils. L'un des creusets contient le matériau étudié et l'autre une référence (vide ou matériau inerte sur la plage). Ces essais permettent de détecter, sans être exhaustif : les températures de transition (vitreuses et fusion), les températures de fusion ou de cristallisation, l'enthalpie de réaction qui renseigne sur le taux de réticulation. Le dispositif

expérimental utilisé est une PerkinElmer DSC Q2000. Les échantillons sont soumis à 2 chauffages et un refroidissement entre -50 °C et 350 °C .

Les résultats présentés à la figure 2.17 sont interprétés en grande partie à l'aide la documentation Mettler-Toledo (2000). La transition vitreuse est caractérisée par un changement de pente ou un palier. La température T_g est mesurée à l'intersection des asymptotes obliques. Un exemple d'identification est donné sur la figure pour l'adhésif 8364/1107. Les températures identifiées sont données à la table 2.1.

		8364/1008	8364/1107	9105/1307
DMA	A* (2 cycles)	72 °C	74 °C	115 °C
	B (1 cycle)	70 °C	64 °C	120 °C
	C (1 cycle)	68 °C	61 °C	121 °C
	Cuisson	86 °C	-	-
DSC	Refroidissement	79 °C	87 °C	129 °C
	2 nd chauffage	87 °C	91 °C	139 °C

TABLE 2.1: Températures de transition vitreuse - T_g - identifiées par DMA et DSC.

Lors de la chauffe initiale, les premiers pics visibles à 52 °C et 58 °C respectivement pour les adhésifs 8364 et 9105 correspondent à la relaxation d'enthalpie. Ils sont causés par les tensions internes résultantes du procédé de fabrication et de l'historique thermique du polymère. Dans le cas présent, ils sont probablement liés au processus de réticulation, une réaction exothermique. Ils masquent la T_g .

Lors du refroidissement et de la seconde chauffe, les températures de transitions vitreuses sont mesurables. L'allure différente de la transition pour l'adhésif 9105 - les paliers aux points de la courbe jaune - peut s'expliquer par la présence d'agents plastifiants. Ces derniers modifient l'allure de la transition s'ils sont présents en grandes quantités. Les T_g identifiées augmentent à chaque cycle et sont plus élevées que celles mesurées par DMA. Ces résultats montrent un comportement similaire des adhésifs pour des cycles de températures importantes. Ils étayent l'activation du processus de réticulation par cuisson pour l'ensemble des adhésifs. Les températures identifiées après cuisson et sur la DSC sont proches. Il n'est pas possible de conclure sur l'état d'avancement de la réticulation.

Analyse thermomécanique, TMA

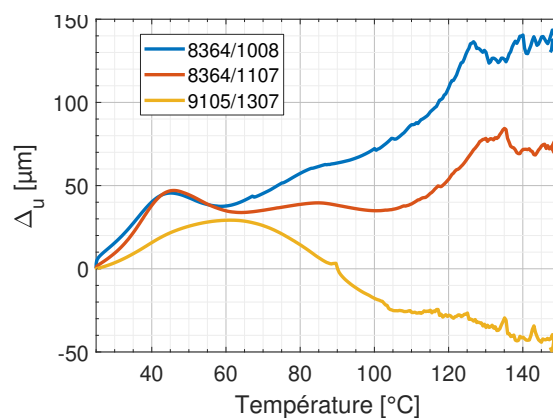


FIGURE 2.20: Analyse thermomécanique (TMA) des adhésifs

Une TMA consiste à mesurer une dimension d'un échantillon au cours d'un cycle en température. C'est un essai qui permet de déterminer avec précision la température de transition vitreuse, de

fusion et le coefficient d'expansion linéaire. Le résultat type, illustré à la figure 2.3, consiste en une augmentation du volume. La T_g est définie à l'intersection des asymptotes du comportement vitreux et caoutchoutique.

Les résultats sont donnés à la figure 2.20. Les adhésifs présentent des pics entre 45 °C et 65 °C qui ne correspondent à aucun comportement connu des auteurs. Leurs proximités avec les pics de relaxation d'enthalpie laissent penser que le processus de réticulation influence l'essai. De plus, le comportement diffère pour les adhésifs 8364 et 9105. Les premiers présentent une augmentation complexe de la dimension avec la température tandis que le second présente une diminution avec la température qui évoque le fluage.

2.4 Applicabilité du principe d'équivalence temps-température

Les résultats précédents attestent de l'incompatibilité des adhésifs avec le principe d'équivalence. Néanmoins, la démarche est appliquée jusqu'au bout. Les critères graphiques de Wicket et de Cole-Cole sont étudiés afin de vérifier l'indépendance à la température des grandeurs mesurées et définir les plages de validité du principe. Ensuite, les coefficients de translation sont identifiés et les courbes maîtresses sont présentées. La démarche est appliquée sur l'ensemble des résultats pour observer la variabilité des coefficients de translation, des paramètres des lois et des courbes maîtresses.

2.4.1 Critères

Les diagrammes de Cole-Cole et Wicket, introduits à la section 2.1.1.1, sont tracés pour chaque adhésif à la figure 2.21. L'adhésif 9105/1307 a un comportement dépendant de la température :

- Sur le diagramme de Cole-Cole par la superposition des isothermes sur une plage très restreinte allant de 120 °C à 150 °C.
- Sur le diagramme de Wicket par la non-superposition des isothermes et la courbe formant un arceau déformé.

Ces résultats indiquent que l'adhésif est thermo-rhéologiquement complexe et qu'il ne peut prétendre au principe d'équivalence temps-température. Les translations verticales ne peuvent corriger les comportements observés.

Les adhésifs 8364 présentent un comportement indépendant de la température à haute température. Les isothermes se superposent de 75 °C à 150 °C sur les deux diagrammes. Aucune différence notable entre les durcisseurs n'est visible. Un recalage vertical peut améliorer les résultats sans permettre la superposition complète des isothermes. Ces résultats indiquent que les adhésifs peuvent prétendre au principe d'équivalence temps-température sur les plages superposées.

Pour tous les adhésifs, les mesures à basse température traduisent une dépendance à la température. Ces comportements anormaux semblent causés par la contribution du banc aux mesures : la raideur des échantillons est trop importante.

2.4.2 Coefficients

Les coefficients de translations ont été déterminés par L. Rouleau avec sa méthode basée sur la relation de Kramers-Koning (Rouleau et al., 2013). L'identification est réalisée en deux étapes. La première, dite d'initialisation, détermine les coefficients de glissement initiaux à partir d'une méthode reposant sur les moindres carrés. La seconde étape, dite d'optimisation, détermine les coefficients de glissement qui respectent au mieux les relations de Kramers-Kronig.

Les coefficients de translations des trois adhésifs sont présentés à la figure 2.22 pour la température de référence T_{ref} la plus proche de la T_g . Les coefficients de translation horizontaux

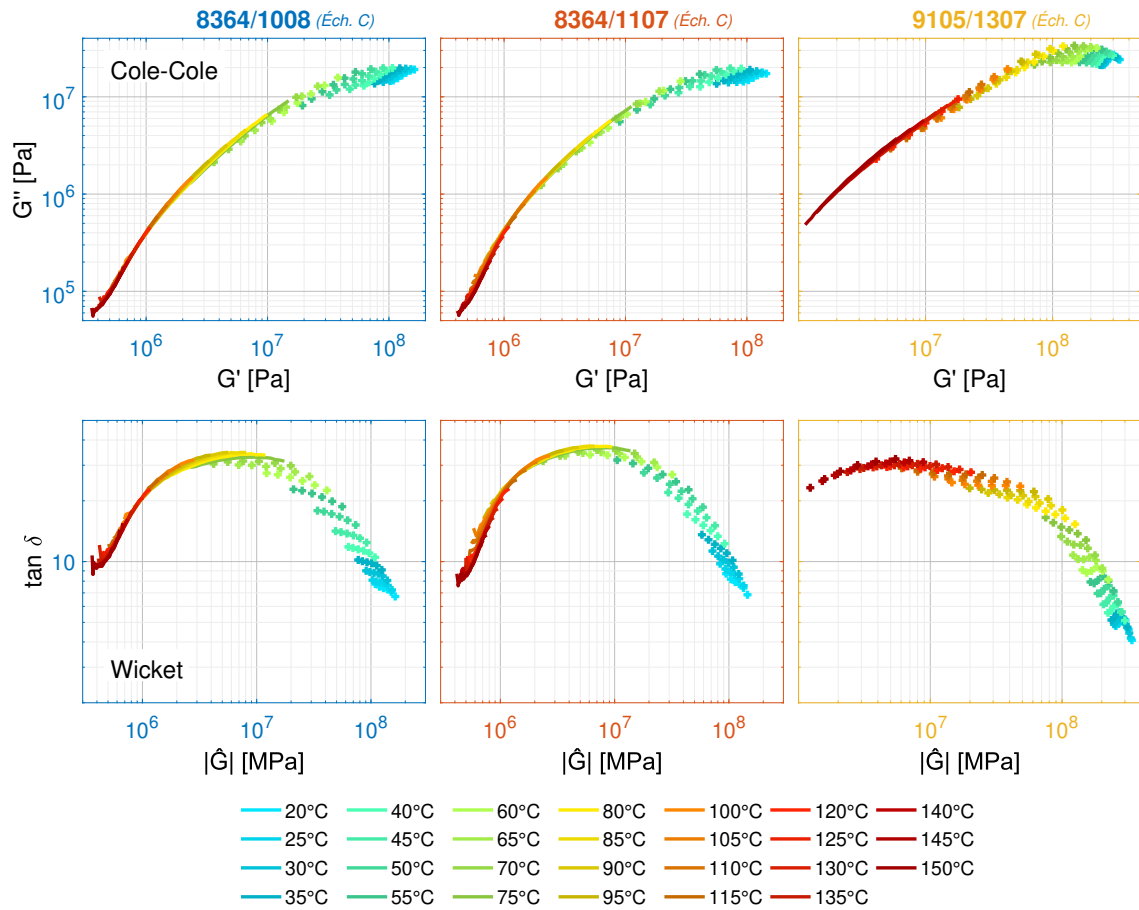


FIGURE 2.21: Cole-Cole et Wicket plot isothermes de l'échantillon C des 3 adhésifs. Les zones superposées sont représentées par des traits pleins. Elles définissent la plage où le principe peut tenir.

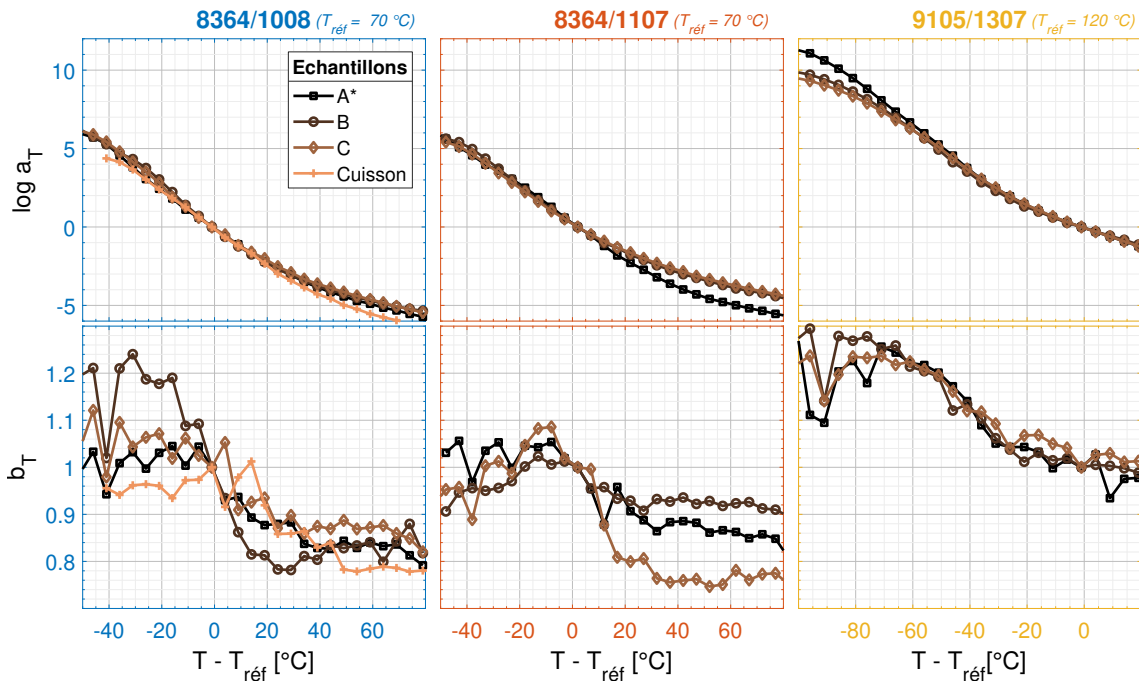


FIGURE 2.22: Coefficients a_T et b_T identifiés pour chaque échantillon des trois adhésifs à $T_{ref} = T_g$.

a_{T,T_r} sont influencés par le post-curing. L'influence se traduit sur l'échantillon 8364/1008 par la diminution des coefficients aux températures extrêmes. Elle se traduit aussi sur les échantillons soumis à un cycle en température supplémentaire - notés A^* - par leur diminution à haute température pour les adhésifs 8364 ou leur augmentation à basse température pour l'adhésif 9105. Les coefficients de translation verticaux b_{T,T_r} sont insensibles au phénomène. Ils suivent une tendance peu marquée avec la température. Ils oscillent autour de l'unité.

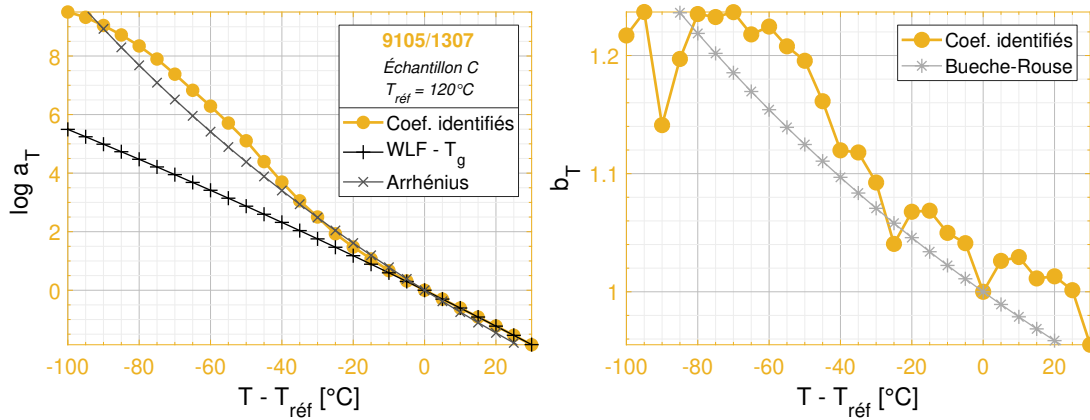


FIGURE 2.23: Identifications des paramètres des lois WLF, Arrhénius et Bueche-Rouse sur l'échantillon A^* de l'adhésif 9105.

Le 3^{ème} critère de Ferry peut être vérifié dès lors que les coefficients ont été déterminés. Ces derniers doivent suivre une loi de comportement (WLF, Arrhenius ou Bueche-Rouse), introduite à la section 2.1.2, pour que le principe soit applicable. L'identification est illustrée à la figure 2.23 sur l'échantillon A^* de l'adhésif 9105. La température de référence T_{ref} est la plus proche possible de la T_g . Les paramètres pour l'ensemble des échantillons et des adhésifs sont donnés à la table 2.2.

Les résultats pour l'adhésif 9105 sont variables :

- La loi WLF approche correctement les coefficients de translation horizontaux a_T après la T_g . Cependant, l'identification réalisée uniquement pour $T > T_g$ fournit des paramètres négatifs.
- La loi d'Arrhénius ne permet pas d'approcher correctement les coefficients de translation horizontaux a_T en dessous de la T_g . Une identification par section, entre -100 °C et -40 °C puis entre -50 °C et 0 °C, est possible. C'est une approche suggérée par Child and Ferry (1957) pour des matériaux présentant des relaxations structurales principale α et secondaire β proches.
- La loi de Bueche-Rouse transcrit la tendance des coefficients b_T bien que des écarts importants soient visibles.

Ces résultats ne permettent pas de valider le critère pour l'adhésif 9105. A contrario, les coefficients identifiés pour les adhésifs 8364 sont physiques, c'est-à-dire que leur ordre de grandeur est classique. Ils fournissent en plus une estimation correcte des coefficients.

Les paramètres identifiés présentent un grand intérêt, car ils permettent de calculer les coefficients à d'autres températures. Ils montrent une variabilité importante entre chaque échantillon sans corrélation avec les cycles de cuisson. Ils sont à mettre en perspective. Les essais ont été conduits sur un nombre réduit d'échantillons ce qui ne permet pas de réaliser une étude statistique. Il serait intéressant d'approfondir la démarche sur des adhésifs totalement polymérisés.

	WLF		Arrhénius	Bueche-Rouse	
	$C1$	$C2 [K]$	$E_a [10^{-5} J.mol^{-1}]$	$\alpha [10^4 K^{-1}]$	
8364/1008	A*	13.24	101.73	1.09	6.18
	B	10.53	74.62	8.71	2.86
	C	12.95	107.29	1.10	6.08
	Cuit	12.66	84.02	1.11	4.36
8364/1107	A*	13.00	96.39	9.82	5.85
	B	9.65	88.77	9.29	6.15
	C	9.94	99.13	9.27	8.92
9105/1307	A*	-50.46	-837.20	1.06	7.28
	B	-201.31	-3580.77	1.20	5.96
	C	-63.64	-1058.4	9.83	6.59

TABLE 2.2: Paramètres des lois WLF, Arrhenius et Bueche-Rouse identifiés pour chaque échantillon des 3 adhésifs à $T_{ref} = T_g$.

2.4.3 Résultats et discussions

L'applicabilité du principe se vérifie, dans une dernière étape, par la superposition des isothermes de module $|\hat{G}|$ et de facteur de perte $\tan \delta$. Cette étape correspond à la validation du premier critère donné par Ferry, voir la section 2.1.1. Les courbes maîtresses des trois adhésifs sont présentées à la figure 2.24 pour $T_{ref} = T_g$. La plage utile, définie entre 1 Hz et 10 kHz, correspond aux données fréquentielles couvrant la plupart des applications en dynamique des structures. Elle traduit l'évolution de la courbe maîtresse avec la relation 2.3. Cette dernière est invariante et se translate suivant la température de référence retenue : vers la gauche - les basses fréquences - pour une température de référence plus élevée et vers la droite - les hautes fréquences - pour une température de référence inférieure.

La superposition des isothermes de module pour l'ensemble des adhésifs se distingue de celle du facteur de perte. L'adhésif 9105/1307 ne présente aucune zone de superposition pour $\tan \delta$ tandis que le double pic constaté à la figure 2.16 n'est pas présent. *L'échec du principe d'équivalence pour cet adhésif est confirmé.* Ces constatations s'ajoutent à celles faites précédemment avec les critères graphiques qui illustrent la dépendance des grandeurs mécaniques à la température et l'interaction entre les phénomènes de relaxation. Ensuite, les lois identifiées retranscrivent l'évolution en température des coefficients avec des coefficients négatifs éloignés de ce qui est donné dans la littérature (échec du 3^{ème} critère de Ferry).

Les adhésifs 8364 présentent des zones superposées situées dans le domaine de transition vitreuse entre 80 °C et 150 °C. Elles laissent penser que le principe d'équivalence tient pour ces adhésifs. L'étude de l'ensemble de courbes maîtresses offre une nouvelle perspective à ces zones compatibles. Les résultats de tous les échantillons sont présentés à la figure 2.25. Le comportement cuit de l'adhésif 8364/1107 diffère fortement des autres dans la zone de transition avec le module et le facteur de perte respectivement 2.9 et 25 % plus important. Toutefois, cet adhésif est moins sensible au post-curing que le 8364/1008. L'erreur commise en utilisant les courbes maîtresses est très importante. Le principe d'équivalence ne tient donc pas.

En conclusion, le principe d'équivalence n'est pas applicable sur les adhésifs testés. La source principale de cette incompatibilité est - pour l'adhésif 8364 - la réticulation incomplète. Il est possible de résoudre ce défaut en imposant des conditions de mise en œuvre différentes. Ces modifications entraînent une évolution du comportement mécanique qui ne respecte plus les données fabricants.

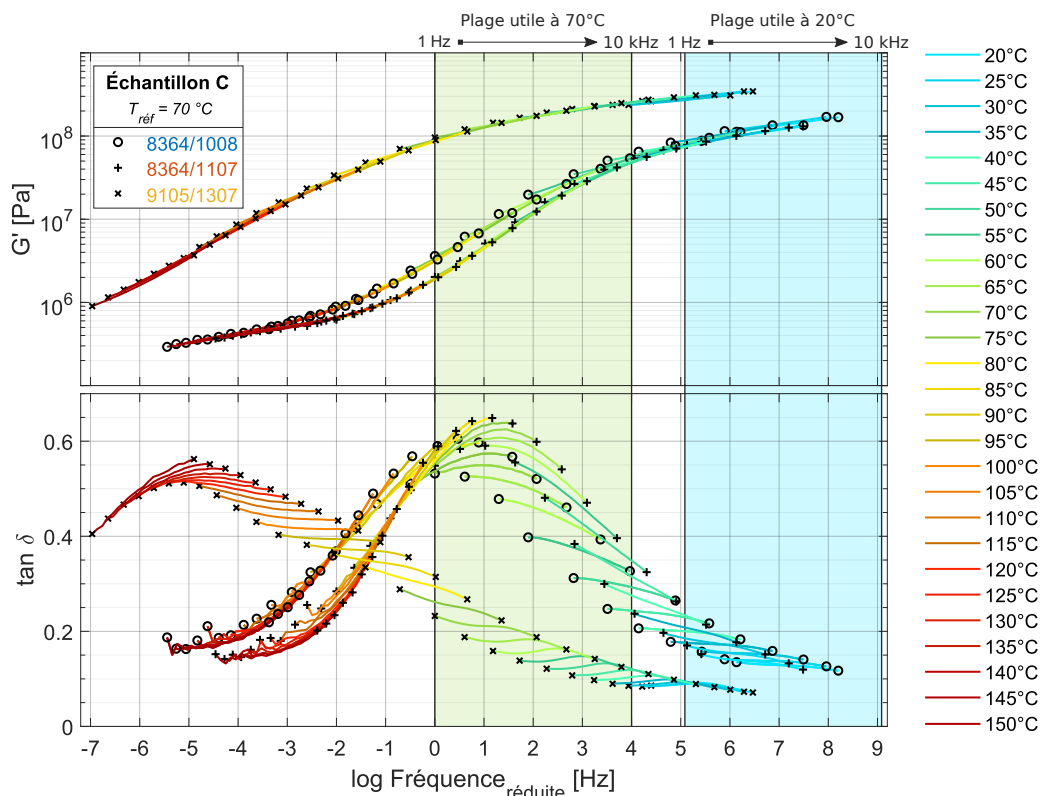


FIGURE 2.24: Courbes maîtresses des trois adhésifs. Les plages utiles, définies entre 1 Hz et 10 kHz, sont renseignées à 70 °C et 20 °C. Elles correspondent aux données utiles pour la plupart des applications en dynamique des structures.

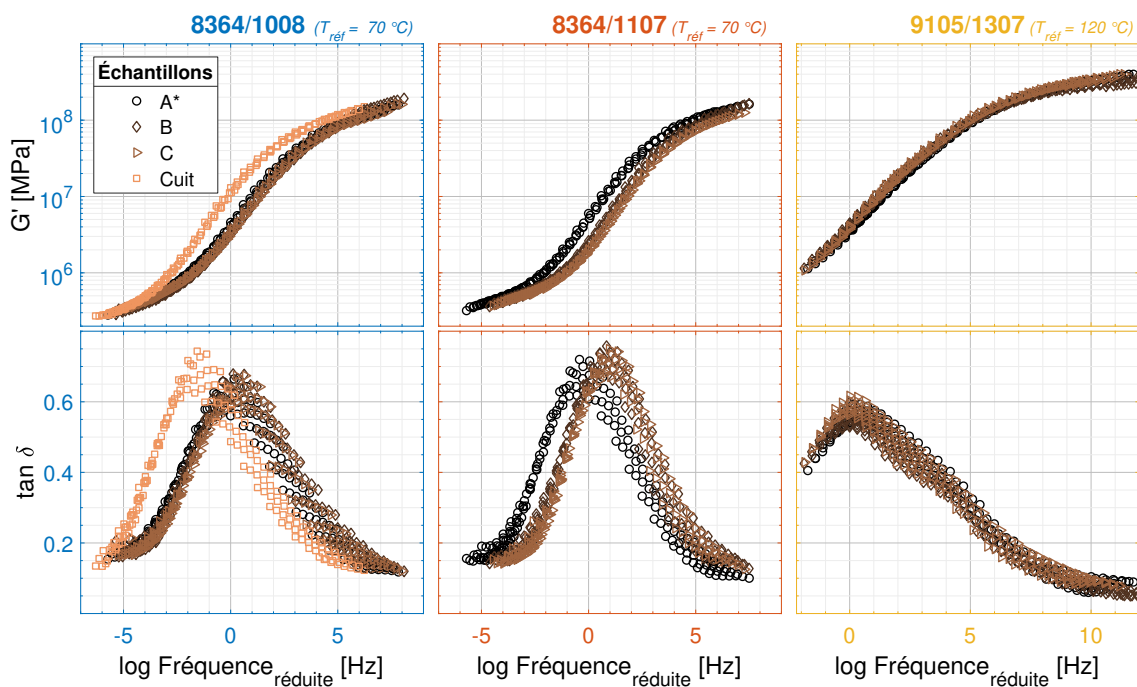


FIGURE 2.25: Courbes maîtresses de chaque échantillon des 3 adhésifs. Elles illustrent l'influence de la cuisson sur le comportement de l'adhésif 8364. La cuisson modifie le comportement des adhésifs 8364 dans le domaine de transition vitreuse invalidant le principe d'équivalence.

2.5 Conclusion du chapitre

L'étude bibliographique de l'équivalence temps température met en évidence le caractère profondément empirique du principe. Les différents développements théoriques sont limités à des catégories de polymères spécifiques. Il en ressort qu'aucune classification ne permet de déterminer un groupe de polymères compatibles. La démarche de validation du principe est donc systématiquement nécessaire.

Cette démarche a été appliquée avec un dispositif d'analyse mécanique dynamique du commerce sur les adhésifs de la société Aderis. Ces dispositifs sont de véritables couteaux suisses de la caractérisation qui ne se limitent pas à la seule méthode d'analyse mécanique dynamique. Ils permettent d'étudier une large palette de matériaux sous différentes contraintes et sous différentes formes. L'étude avancée du banc DMA+100 montre cependant les limites d'une telle diversité, notamment lorsque les conditions d'utilisation ne sont pas optimales. Ainsi, la raideur limite conseillée pour limiter la contribution du banc aux mesures est rapidement atteinte sur le montage de cisaillement double. Les corrections appliquées ne sont pas maîtrisées et nécessitent l'intervention de Metravib. Ensuite, la fréquence maximale constatée est inférieure à celles définies par Metravib. Ce comportement est lié à l'effondrement des grandeurs mécaniques dans le domaine de transition vitreuse, les essais au-delà d'une certaine température sollicitant la résonance de la colonne. Ils illustrent de l'étroitesse de la fenêtre en raideur permettant la caractérisation à 1 kHz.

Les résultats de la campagne montrent que la réticulation des adhésifs est incomplète et augmente au cours des essais. Ce comportement - le post-curing - est activé avec l'augmentation de la température. Il est, au vu de l'étude bibliographique, disqualifiant : un point de mesure obtenu à une température correspondra au comportement d'un matériau différent car recuit. La vérification de l'applicabilité du principe d'équivalence a toutefois été poussée jusqu'au bout. Les courbes maîtresses tracées permettent de préciser les raisons de l'échec du principe d'équivalence pour chacun des adhésifs. Ainsi :

- **Les adhésifs 8364** sont sensibles au post-curing, le 1107 plus que le 1008. Leur comportement après cuisson évolue principalement dans le domaine de transition vitreuse avec le module et le facteur de perte respectivement 2.9 et 25 % plus important. L'erreur commise en utilisant les courbes maîtresses est donc très importante. Ces résultats infirment les plages compatibles identifiées avec les critères d'applicabilité, le Cole-Cole et le Wicket Plot. En conséquence, les adhésifs 8364 ne sont pas compatibles avec le principe d'équivalence.
- **L'adhésif 9105** ne présente pas une sensibilité à la cuisson très importante, tout du moins en première approche. Les courbes maîtresses ne témoignent pas d'une superposition effectivement des isothermes quelle que soit la plage. Elles confirment les premiers constats faits avec les critères graphiques de Cole-Cole et de Wicket. En conséquence, l'adhésif n'est pas compatible avec le principe d'équivalence.

L'incompatibilité des adhésifs avec le principe d'équivalence temps-température additionnée à l'impossibilité, avec le porte-échantillon retenu, d'acquérir des données fiables à haute fréquence et à température ambiante illustrent l'impossible caractérisation des matériaux innovants avec des moyens conventionnels. Ces résultats poussent au développement d'un banc pour l'analyse mécanique dynamique ne reposant pas sur le principe d'équivalence. C'est la raison pour laquelle un banc d'analyse mécanique haute fréquence en cisaillement est développé dans le prochain chapitre.

Chapitre 3

Développement d'un banc d'analyse mécanique hautes fréquences

Sommaire

3.1	Le banc d'analyse mécanique haute fréquence, 2011	64
3.1.1	Instrumentation	66
3.1.2	Calcul des grandeurs mécaniques	67
3.1.3	Protocole expérimental	69
3.1.4	Étude du dispositif	71
3.2	Amélioration du banc	77
3.2.1	Chaîne d'actionnement	78
3.2.2	Mâchoire	84
3.3	Le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence, 2018	86
3.3.1	Protocole expérimental	87
3.3.2	Étude numérique	88
3.3.3	Domaine de caractérisation	90
3.4	Conclusion du chapitre	90

Ce chapitre introduit le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence développé en 2011 à Supméca par [Renaud et al. \(2011a\)](#). Son fonctionnement est détaillé et étudié. Les résultats permettent d'établir un critère de performance, le domaine de caractérisation, et d'identifier les limites physiques et technologiques limitant sa fréquence maximale de fonctionnement. Ces résultats sont utilisés pour orienter les travaux de conception du nouveau banc. Les principales parties de ces travaux sont exposées pour justifier les divers choix technologiques. Les résultats sont ensuite analysés afin d'identifier le nouveau domaine de caractérisation.

3.1 Le banc d'analyse mécanique haute fréquence, 2011

Le banc d'analyse mécanique haute fréquence, ou DMAHF, est un dispositif de caractérisation développé par [Renaud et al. \(2011a\)](#) qui repose sur la méthode d'analyse dynamique hors résonances sous oscillations forcées introduite à la section 1.3.2.1. Une bonne compréhension de son fonctionnement et de ses limites est nécessaire pour appréhender la suite du mémoire. C'est la raison pour laquelle leurs travaux sont détaillés dans cette section.

Le dispositif est conçu pour déterminer le module de cisaillement d'échantillons solides sur une large plage fréquentielle [100 Hz ; 3 kHz]^a à des amplitudes de l'ordre du micromètre et sous une précharge normale à l'axe de sollicitation. Son objectif premier est la caractérisation jusqu'aux hautes fréquences, en l'occurrence plusieurs milliers de Hertz, sans recourir au principe d'équivalence temps-température introduit au chapitre 2. Le module ainsi obtenu est issu de mesures réelles et non extrapolées. On parlera de **caractérisation directe**. Le fonctionnement à haute fréquence n'est pas sans conséquence puisqu'il engendre des difficultés de conception liées aux interférences dynamiques du banc sur les mesures.

Son principe de fonctionnement est illustré à la figure 3.1. Les échantillons sont positionnés entre les mâchoires et les supports. Les mâchoires jouent le rôle de bâti en maintenant l'ensemble. Elles permettent en plus d'appliquer une précharge statique F_p normale à la sollicitation. Les supports font partie de la chaîne d'actionnement. Ils imposent le cisaillement aux échantillons en oscillant en phase depuis leurs positions d'équilibre, mais en direction opposée. Le banc est suspendu par l'une des mâchoires afin de découpler le comportement dynamique du banc de son environnement.

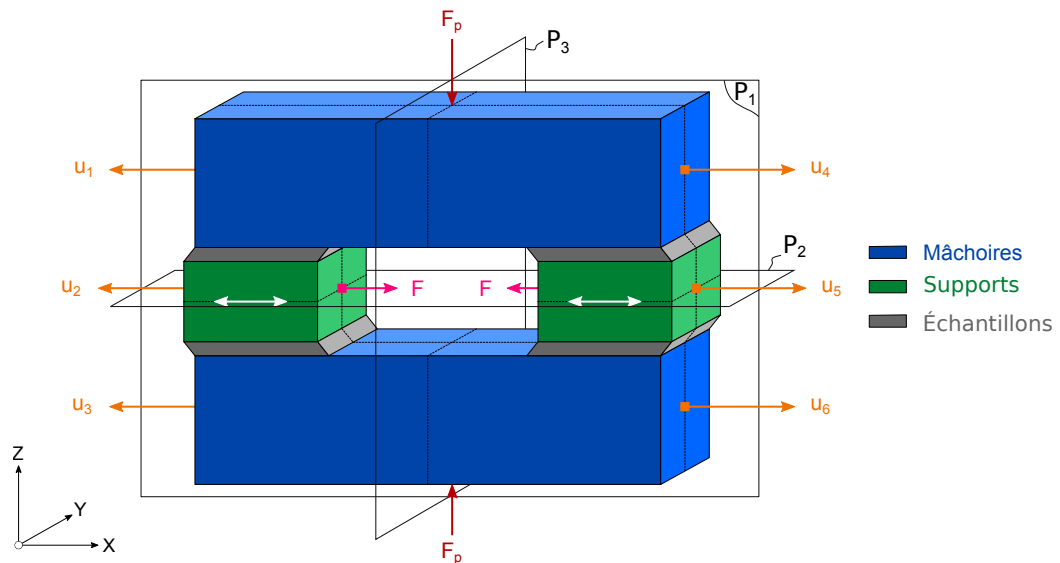


FIGURE 3.1: Principe de fonctionnement du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence. Les supports sont soumis à un déplacement harmonique opposé et en phase.

Les échantillons sont positionnés sur les supports deux à deux symétriquement aux plans P_3 et P_2 . Cet arrangement permet de déconnecter la chaîne d'actionnement du bâti en la positionnant entre les supports. Il en résulte une contrainte de cisaillement pure sans flexion parasite. Leur section rectangulaire permet de calculer simplement les grandeurs mécaniques tout en facilitant

a. Les échantillons qui ont servi au développement du banc sont des shims, des patches constitués d'un empilement de caoutchouc et de métal lié avec des adhésifs. Ils servent de traitement vibratoire précontraint ([Granger and Ross, 2009](#)) sur les freins à disque automobile pour limiter les phénomènes de crissement. Leur bande fréquentielle d'intérêt débute à 100 Hz et atteint 10 kHz.

la fabrication. Les dimensions de 20 mm par 30 mm ont été retenues afin d'appliquer une pression de 4 MPa liée aux conditions d'utilisation des Shims pour une force F_p raisonnable. L'épaisseur est libre, mais doit respecter les contraintes introduites à la section 2.2.1.1 pour réaliser un cisaillement pur.

Leur maintien en position est réalisé par frottement, collage ou une combinaison des deux. Dans le premier cas, une précharge est appliquée pour empêcher le glissement aux interfaces. Dans le second cas, les interfaces sont collées par un produit à base de cyanoacrylate. Cette solution nécessite de maîtriser l'uniformité du joint de colle et son épaisseur afin de garantir la fiabilité des résultats.

La chaîne d'actionnement comprend les deux supports en aluminium liés par deux ensembles électromécaniques montés en parallèle et composés d'un actionneur et d'un capteur de force en série. Le choix de l'aluminium pour ces pièces se justifie par la faible masse embarquée. Les actionneurs piézoélectriques sont des P-842.10 de la marque Physik Instrumente (PI). Ils génèrent une force maximale F de 800 N ou un déplacement maximal de 15 μm . Ils sont branchés en parallèle à l'amplificateur de puissance afin de maximiser l'amplitude de fonctionnement. Leur capacité électrique équivalente de 3 μF limite la bande passante à 2 kHz pour une amplitude de 1 μm et à 10 kHz pour une amplitude de 0.1 μm . Les capteurs de force de marque Brüel & Kjær (B&K) sont des séries 8200, eux aussi piézoélectriques. Ils sont liés aux actionneurs grâce à un raccord en acier 10-32 UNF.

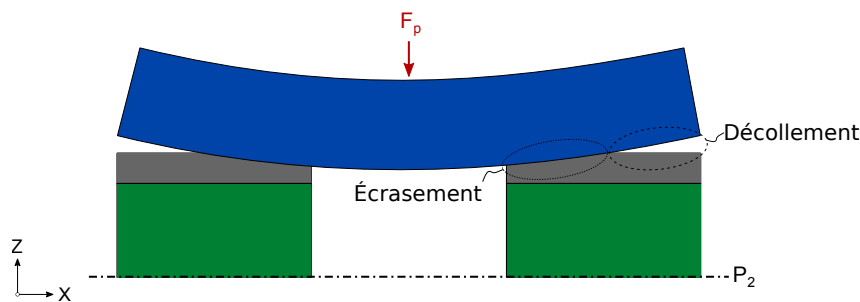


FIGURE 3.2: Une conception monobloc des mâchoires entraîne des zones d'écrasement et de décollement pour une précharge F_p . Ce comportement se rapproche de celui d'une poutre sur deux appuis simples.

Les mâchoires sont en aluminium pour les mêmes raisons que les supports. Elles sont dimensionnées pour une précharge de 5 kN correspondant à une pression de 4 MPa par échantillons tout en minimisant la déformation suivant l'axe de caractérisation. La force de précharge F_p est appliquée avec une vis M6 en un point situé à l'intersection des plans de symétrie P_1 et P_3 afin d'être équirépartie et de faciliter son application et sa mesure.

Elles sont pensées pour maximiser l'uniformité de la précharge. En effet, une conception monobloc engendre des zones d'écrasement et de décollement comme illustré à la figure 3.2. Il en résulte un champ de pression non uniforme sur les échantillons et une caractérisation erronée. Une solution pour limiter ce comportement est d'augmenter la raideur en flexion en augmentant significativement l'épaisseur de la mâchoire ou en diminuant l'espacement des supports. Elle n'est pas viable dans le cas présent puisqu'elle détériore le comportement dynamique dans la plage de caractérisation.

La solution retenue est de percer un trou oblong centré sur la zone d'application de la précharge. Le chargement est ainsi réparti au centre des échantillons ce qui entraîne l'homogénéisation des champs de pression. Cette solution n'est pas parfaite, car il subsiste une variation de pression. Toutefois, elle améliore indubitablement l'uniformité du champ de pression.

3.1.1 Instrumentation

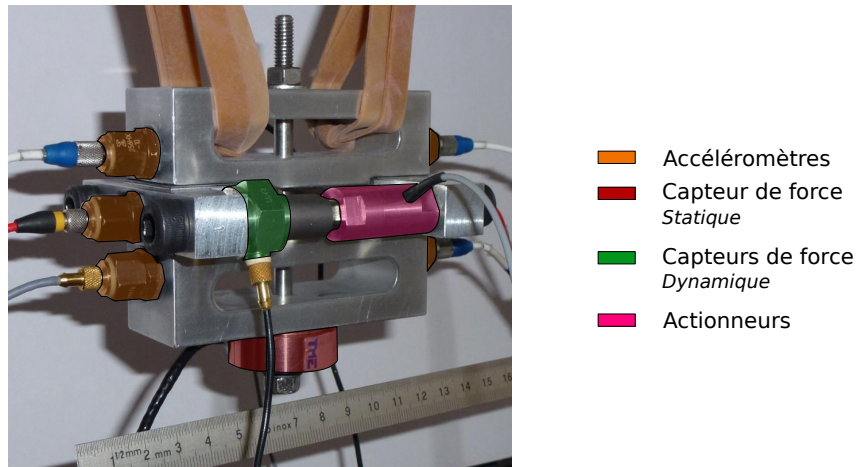


FIGURE 3.3: Photo du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2011 lors d'une campagne d'essai. Les capteurs et les actionneurs sont mis en avant. Crédit : F. Renaud.

Les grandeurs physiques nécessaires au calcul du module de cisaillement sont la déformée u et la force F . Elles sont obtenues à partir de mesures directes ou indirectes effectuées en continu lors de l'expérience et présentées à la figure 3.1. La figure 3.3 quant à elle présente le banc au cours d'une campagne de caractérisation avec l'ensemble des capteurs.

La déformation u des échantillons est la valeur moyenne des déplacements relatifs des supports par rapport aux mâchoires, calculées à partir des mesures de déplacement u_i . Les déplacements sont obtenus par une double intégration temporelle des accélérations mesurées à l'aide d'accéléromètres piézoélectriques monoaxiaux, des Isotron 256 HX-10. Le choix de cette technologie est imposé par les fréquences et l'amplitude de travail. L'accélération pouvant atteindre plusieurs centaines de g ($g = 9.81 \text{ m.s}^{-2}$), les capteurs retenus permettent des mesures jusqu'à 500 g en oscillation harmonique.

Les accéléromètres sont maintenus à l'aide de colle Cyanoacrylate sur les différentes pièces. Cette fixation autorise une caractérisation jusqu'à 10 kHz sans que les capteurs n'interfèrent avec les mesures et sans qu'ils se comportent comme des masses ajoutées aussi appelées mass damper (Durant, 2008). Le positionnement est effectué au début de la campagne.

La force F est mesurée par deux capteurs de force piézoélectrique, des B&K[®] 8200. Ils mesurent en compression jusqu'à 5 kN et en traction jusqu'à -1 kN. Ils autorisent des mesures dynamiques jusqu'à 10 kHz.

La force de précharge F_p est mesurée ponctuellement à chaque modification de sa valeur avec un capteur annulaire à jauge d'extensométrie, le TME F402C. Le capteur est relié à une alimentation, un conditionneur externe et un multimètre servant au réglage.

La chaîne de contrôle et de mesure est représentée sous la forme d'un schéma bloc à la figure 3.4. Le banc est piloté grâce à une application dédiée développée en Labview[®]. L'ordinateur est relié à un châssis National Instruments[®], ou NI, PXIe 1062Q qui regroupe un contrôleur NI PXIe8370, un générateur de signaux NI PXI 6733 et une carte d'acquisition NI PXIe4496. Ces composants permettent de générer les signaux transmis aux actionneurs via l'amplificateur de puissance Cedrat Technologies LA75C, d'acquérir les signaux analogiques et de les numériser. La carte d'acquisition possède 16 entrées analogiques échantillonnées à 204.8 kHz en 24 bits.

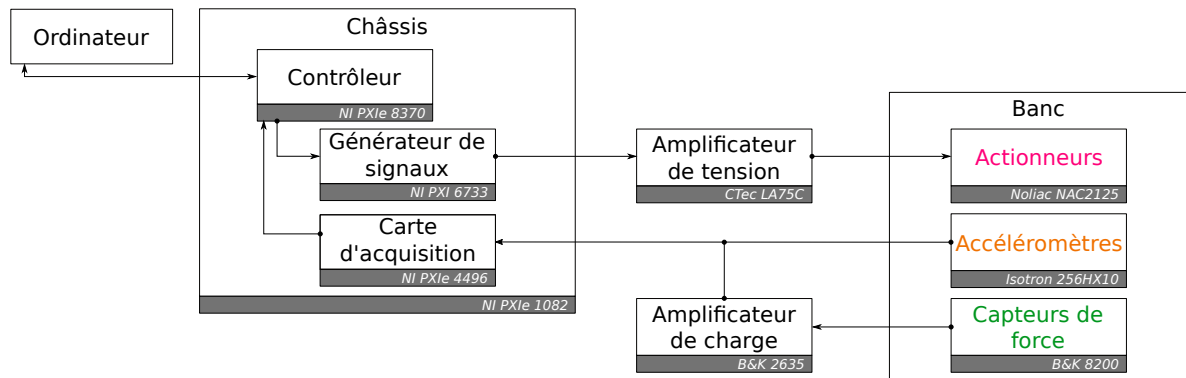


FIGURE 3.4: Schéma bloc de la chaîne de contrôle et de mesure du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2011

3.1.2 Calcul des grandeurs mécaniques

Le calcul du module de cisaillement nécessite un traitement particulier pour prendre en compte deux types d'erreurs. Le premier type est lié aux forces inertielles générées par les masses en mouvement. Ces forces voient leur influence grandir avec le carré de la fréquence :

$$\hat{F}_{inertie}(\omega) = m\hat{A}(\omega) = -m(2\pi f)^2\hat{U} \quad (3.1)$$

avec la masse m , l'accélération $\hat{A}(\omega)$, la fréquence f et l'amplitude constante \hat{U} . À titre d'exemple, l'inertie d'une masse de 200 g oscillant à une amplitude constante d'un micromètre vaut 0.079 N à 100 Hz et de 197 N à 5 kHz. Cet exemple représentatif du banc permet de constater que ces forces atteignent jusqu'à 12 % de la force maximale générée par les actionneurs. L'erreur alors commise est non-négligeable et entraîne une surestimation de la raideur. Une correction est nécessaire et facile à mettre en place, car les masses sont connues avec précision.

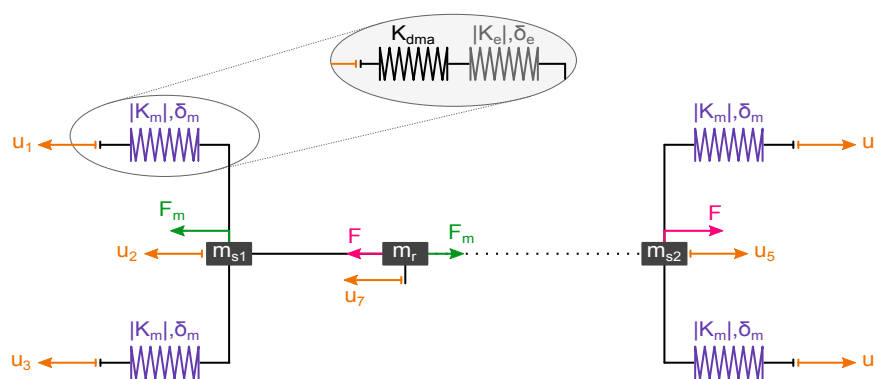


FIGURE 3.5: Modèle rhéologique à 6 degrés de liberté du banc DMA haute fréquence 2011

Le modèle développé corrige ce type d'erreur. Il retranscrit le fonctionnement plan du banc en traction/compression avec des éléments rhéologiques de type masses ponctuelles et ressorts. Il est illustré à la figure 3.5. Les échantillons sont modélisés individuellement par des raideurs $K_m(t)$ positionnées entre les mâchoires et les supports.

La chaîne d'actionnement comprend deux sections parallèles et symétriques modélisées en une unique section équivalente. La force mesurée $F_m(t)$ de l'ensemble est obtenue en additionnant les mesures des deux capteurs de forces $F_m(t) = F_{m1}(t) + F_{m2}(t)$. Elle diffère de la force $F(t)$ imposée par l'actionneur et de celle subie par les échantillons, car elle exclut l'inertie. C'est la

raison pour laquelle trois masses ponctuelles sont utilisées m_{s1} , m_r et m_{s2} . Ces masses regroupent les composants physiques en se calquant sur la topologie du banc.

Les masses sont obtenues expérimentalement en effectuant des essais sur une chaîne d'actionnement seule, c'est-à-dire suspendues sans échantillon ni mâchoire. L'identification s'appuie sur le modèle rhéologique du banc et ne considère que les degrés de liberté 2, 7 et 5 sans les échantillons, voir la figure 3.6. Les équations de la dynamique s'obtiennent en appliquant le principe fondamental de la dynamique :

$$\begin{aligned} m_{s1}\ddot{U}_1(t) &= -F_m(t) \\ m_r\ddot{U}_2(t) &= -F_m(t) + F_p(t) \\ m_{s2}\ddot{U}_3(t) &= -F_p(t) \end{aligned} \quad (3.2)$$

Il est alors possible d'exprimer ces masses en fonction des mesures et en posant m_t , la masse totale de la chaîne d'actionnement ($m_t = m_{s1} + m_r + m_{s2}$) :

$$\begin{aligned} m_{s2}(t) &= m_t \frac{\ddot{U}_2(t)}{\ddot{U}_2(t) + \ddot{U}_5(t)} \\ F(t) &= (m_t - m_{s2}(t)) \ddot{U}_2(t) \\ m_{s1}(t) &= m_{s1} - m_r = 2 \frac{F_m(t)}{\ddot{U}_2(t)} - m_t + m_{s2}(t) \end{aligned} \quad (3.3)$$

Ces grandeurs sont indépendantes de la fréquence dans les conditions normales de caractérisation. Elles peuvent donc être identifiées sur une plage plus ou moins large avec une incertitude de l'ordre de 1%. Les masses identifiées valent 110 g pour m_{s1} , 37 g pour m_r et 133 g pour m_{s2} .

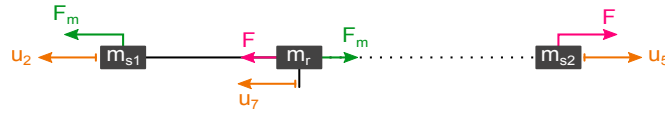


FIGURE 3.6: Modèle rhéologique de la chaîne d'actionnement du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2011

Cette étape préparatoire passée, les équations de la dynamique du modèle rhéologique complet s'obtiennent avec la même approche :

$$\begin{aligned} m_{s1}\ddot{U}_2(t) &= -K_m(t)(2U_2(t) - U_1(t) - U_3(t)) + F_m(t) \\ m_{s2}\ddot{U}_5(t) &= -K_m(t)(2U_5(t) - U_4(t) - U_6(t)) - F(t) \end{aligned} \quad (3.4)$$

Avec la force générée par l'actionneur piézoélectrique $F(t) = F_m(t) + m_r\ddot{U}_3(t)$. La raideur mesurée K_m s'obtient en sommant les équations :

$$K_m(t) = \frac{F_{moyenne}(t)}{X_{moyenne}(t)} = \frac{(m_{s1} - m_r)\ddot{U}_2(t) + m_{s2}\ddot{U}_5(t) - 2F_m(t)}{2U_2(t) + 2U_5(t) - U_1(t) - U_3(t) - U_4(t) - U_6(t)} \quad (3.5)$$

Le passage dans le domaine fréquentiel est réalisé à l'aide de la transformée de Fourier. De même, l'utilisation d'un signal monofréquentiel permet le calcul des déplacements avec une double intégration, $\hat{A}(\omega) = -\omega^2 \hat{U}(\omega)$. La formule de post-traitement 3.5 devient alors :

$$\hat{K}_m(\omega) = \omega^2 \frac{(m_{s1} - m_r)\hat{A}_2(\omega) + m_{s2}\hat{A}_5(\omega) - 2\hat{F}_m(\omega)}{2\hat{A}_2(\omega) + 2\hat{A}_5(\omega) - \hat{A}_1(\omega) - \hat{A}_3(\omega) - \hat{A}_4(\omega) - \hat{A}_6(\omega)} \quad (3.6)$$

C'est avec cette relation que les grandeurs mécaniques sont calculées. Le numérateur, la force, fait intervenir les mesures des capteurs de forces et les termes d'inerties. Le dénominateur, la

déformée, correspond au déplacement relatif des sections mobiles par rapport aux mâchoires. *Ce dernier inclut la déformation des échantillons, mais aussi celle du banc entre les accéléromètres.* Cela traduit la contribution quasi statique du banc aux mesures, la seconde source d'erreur. En conséquence, la raideur $\hat{K}_m(\omega)$ diffère de celle des échantillons $\hat{K}_e(\omega)$.

Il est possible de limiter l'erreur en respectant la règle de dimensionnement introduite à la section 2.2.1.1 et tirée de la norme ISO 6721-6 (1996). Cette règle stipule que l'échantillon doit être plus souple que le banc. Le ratio minimum entre la raideur échantillons $\hat{K}_e(\omega)$ et du banc K_{dma} doit être supérieure ou égale à 50 afin que l'erreur commise soit inférieure à 2 %, $K_{dma}/\hat{K}_e(\omega) \leq 50$.

Il est aussi possible de limiter l'erreur en modélisant le comportement quasi statique du banc, comme illustré dans l'encart de la figure 3.5. Cette approche permet de déterminer la raideur échantillon à partir de la raideur du banc K_{dma} estimée expérimentalement sur le banc sans échantillons et avec une précharge importante. La valeur n'a pas été identifiée, les différents essais ne convergeant pas. Toutefois, elle a été estimée supérieure ou égale à $500 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et dépendante à l'espacement des accéléromètres. L'incertitude sur K_{dma} contribue directement à l'incertitude globale et croit avec le ratio $K_{dma}/\hat{K}_e(\omega)$.

C'est la seconde solution qui est préférée ici, car elle est simple à mettre en œuvre et efficace. Les échantillons et le banc sont liés aux mesures par la suivante :

$$\hat{K}_m(\omega) = \frac{\hat{K}_e(\omega)K_{dma}}{\hat{K}_e(\omega) + K_{dma}} \quad (3.7)$$

La raideur échantillons K_e corrigée est donc :

$$\hat{K}_e(\omega) = \frac{\hat{K}_m(\omega)K_{dma}}{K_{dma} - \hat{K}_m(\omega)} \quad (3.8)$$

Le module de cisaillement G de l'échantillon s'obtient avec la relation suivante :

$$\hat{G}(\omega) = 2\hat{K}_e(\omega) \frac{e}{S} \quad (3.9)$$

avec e l'épaisseur et S la surface d'un échantillon. Aucune correction liée à la flexion n'est apportée, car le facteur de forme préconisé dans la norme est respecté.

3.1.3 Protocole expérimental

Une campagne compte trois phases :

1^{er} phase Les essais sont conduits sur la chaîne d'actionnement seule afin de déterminer les paramètres de masse m_{s1} , m_r et m_{s2} .

2^{ème} phase Les essais sont conduits sur le banc monté sans échantillons afin de terminer la raideur du banc K_{dma} . Le maintien en position est effectué par la force de précharge F_p , usuellement 5000 N.

3^{ème} phase La caractérisation des échantillons débute.

Le montage de la chaîne d'actionnement et des capteurs est réalisé au cours des deux premières phases. Il requiert une attention particulière afin de garantir le bon fonctionnement du banc. Certaines étapes sont plus délicates que d'autres en raison de leur influence sur le résultat final. Elles sont au nombre de trois. La première concerne le positionnement des surfaces utiles des supports en contact avec les échantillons. Ces surfaces doivent être situées sur un même plan. Un défaut modifie le mode de déformation et expose les échantillons à des sollicitations complexes. La solution à ce problème consiste à positionner et maintenir le montage sur l'une

des mâchoires avant de serrer les supports. Elle demande de la pratique pour être effectuée avec précision. La seconde étape délicate concerne les actionneurs. Ces composants sont à manipuler avec précaution et à protéger des contraintes parasites, particulièrement lors du serrage. Les céramiques piézoélectriques sont fragiles et cèdent lorsqu'elles subissent une légère flexion ou torsion. La troisième étape délicate concerne la propreté des surfaces utiles en contact avec les échantillons. Ces surfaces doivent être nettoyées à l'aide d'un détergent adéquat, de l'acétone ou d'un produit équivalent. Cela permet de garantir la qualité des contacts aux interfaces.

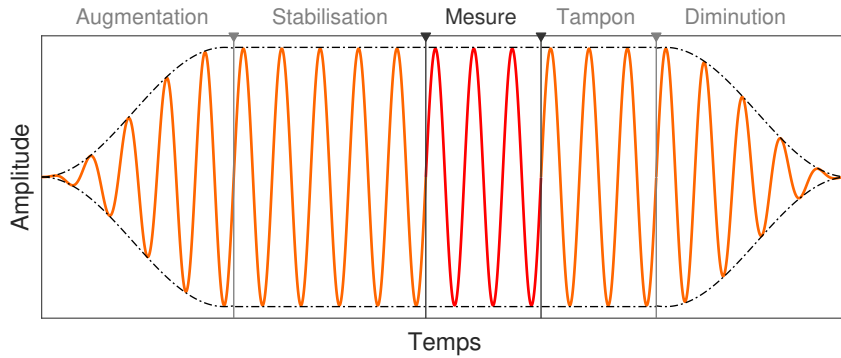


FIGURE 3.7: Signal d'excitation utilisé pour les actionneurs piézoélectriques

La caractérisation est effectuée en répétant le signal de la figure 3.7 pour différentes fréquences. Ces fréquences sont réparties linéairement ou logarithmiquement sur la plage fréquentielle d'étude. Cette répartition nécessite de définir les paramètres suivants : densité de points, fréquences de départ et d'arrivée. La configuration courante utilisée dans ce mémoire est un balayage logarithmique avec 12 points par octave. Le logiciel de contrôle génère les signaux sinusoïdaux monofréquentiels et les transmet à l'amplificateur de puissance. Ces signaux illustrés à la figure 3.7 se décomposent en 5 phases distinctes au cours desquelles :

1. L'amplitude augmente progressivement jusqu'à la valeur cible.
2. L'amplitude est maintenue pour atteindre le régime permanent.
3. La mesure est effectuée.
4. L'amplitude est maintenue pour prévenir tout retard éventuel de l'électronique.
5. L'amplitude décroît progressivement jusqu'à zéro.

Les durées de chacune de ces phases sont définies par un nombre de périodes N_p . Elles sont limitées afin d'éviter l'auto-échauffement des échantillons. Les signaux temporels des capteurs s sont sauvegardés et leurs spectres sont calculés avec la transformée de Fourier discrète, DFT :

$$S(f) = \sum_{n=0}^N s(n)e^{2i\pi n \frac{f}{N}} \quad (3.10)$$

Avec N le nombre de points de mesure. Le résultat théorique attendu est un Dirac à la fréquence $f_{excitation}$. Il est obtenu lorsque la DFT est appliquée un signal comprenant un nombre entier de périodes. Si cette condition n'est pas respectée, des fuites spectrales se produisent et entraînent une erreur sur la fréquence et l'amplitude mesurée, voir la figure 3.8.

Le logiciel de contrôle évite ces écueils en sélectionnant des fréquences d'excitations proches de celles choisies par l'utilisateur garantissant ainsi un nombre entier de périodes soit mesuré. Cette correction s'appuie sur l'égalité des temps d'excitation avec le nombre de périodes N , la durée d'une période d'échantillonnage T_{ec} et la durée d'une période d'excitation T_{ex} :

$$N_{ex}T_{ex} = N_{ec}T_{ec} \quad (3.11)$$

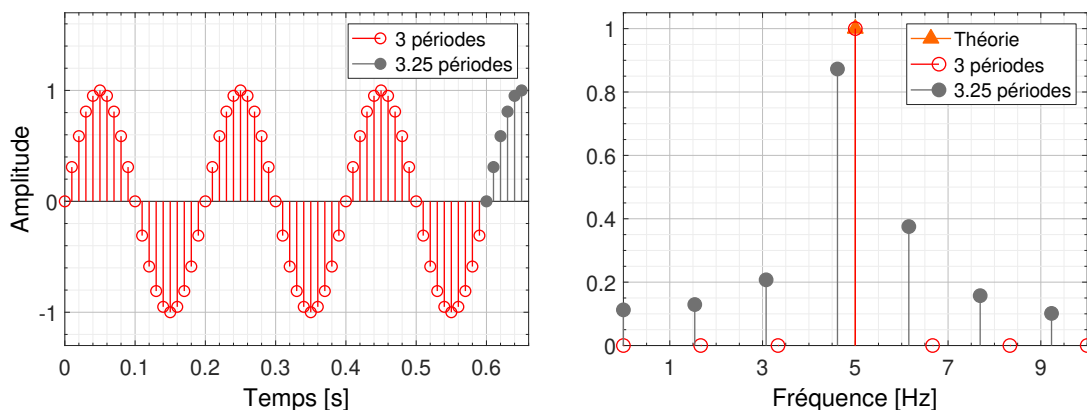


FIGURE 3.8: Erreur commise lors d'une fuite spectrale. La transformée de Fourier appliquée sur le signal sinusoïdal comprenant un nombre entier de périodes fournit le résultat théorique. Le signal non entier provoque une fuite spectrale qui fausse la fréquence et l'amplitude identifiées.

Cette égalité s'exprime avec les fréquences d'échantillonnage et d'excitation en sachant que $T = 1/f$:

$$f_{ex} = \frac{N_{ex}}{N_{ec}} f_{ec} \quad (3.12)$$

Ainsi, le nombre de périodes mesurées est entier lorsque les nombres de périodes d'excitation et d'échantillonnage sont des entiers naturels.

L'amplitude de déformation est maintenue constante quelle que soit la fréquence d'excitation grâce à un asservissement. L'amplitude moyenne des déformations relatives entre les supports et les mâchoires est calculée pour chacune des mesures ω_i tel que $\hat{U}_r(\omega_i) = 2\hat{U}_2(\omega_i) + 2\hat{U}_5(\omega_i) - \hat{U}_1(\omega_i) - \hat{U}_3(\omega_i) - \hat{U}_4(\omega_i) - \hat{U}_6(\omega_i)$. Si la valeur mesurée \hat{U}_r n'est pas dans la zone de tolérance U_c , alors la sollicitation est répétée en modifiant la tension telle que :

$$V_{n+1} = V_n \frac{U_c}{\hat{U}_r} \quad (3.13)$$

L'opération est effectuée jusqu'à 3 fois de suite pour chaque fréquence d'excitation. Au-delà, le contrôleur passe automatiquement à la fréquence suivante.

3.1.4 Étude du dispositif

Le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence développée par [Renaud et al. \(2011a\)](#) est le point de départ de cette thèse. L'objectif traité dans ce chapitre est de développer un banc reposant sur le même principe de fonctionnement mais plus performant, c'est-à-dire atteignant des fréquences plus élevées. Pour ce faire, les performances du banc doivent être évaluées à l'aide d'un critère objectif : *le domaine de caractérisation*. Ce critère est une représentation graphique de l'ensemble des raideurs échantillons admissibles pour une caractérisation par analyse mécanique dynamique en fonction de la fréquence. Il est utilisé par Metravib comme guide de dimensionnement pour les échantillons, voir la figure 2.8.

Sa construction est l'objet de cette section. Elle nécessite d'identifier les comportements limitant du banc. Elle débute par l'analyse d'une campagne de caractérisation d'un shim automobile. Le comportement et les performances sont ainsi détaillés pour une raideur donnée en condition réelle d'utilisation. La réflexion est étendue à d'autres raideurs grâce à une approche numérique reposant sur des modèles éléments finis. Les résultats permettent la construction du domaine.

3.1.4.1 Résultats expérimentaux

Les résultats d'un essai sur des Shims MSC5048 maintenus en position par une précharge de 1200 N et sollicités à 200 nm d'amplitude sont donnés à la figure 3.9. La raideur des échantillons K_e est comparée à la raideur apparente K_{ap} ne bénéficiant d'aucune correction et déterminé avec la relation :

$$\hat{K}_{ap}(\omega) = \frac{\hat{F}_m(\omega)}{U_2(\omega) + U_5(\omega)} \quad (3.14)$$

L'écart entre ces deux approches témoigne de l'importance des corrections apportées par le post-traitement avec la prise en compte :

- des forces inertielles, $\hat{F}i_{M_{s1}-M_r}$ et $\hat{F}i_{M_{s2}}$. Elles deviennent prédominantes à 2 kHz : la force mesurée suit alors l'évolution des forces inertielles. Elles conduisent à surestimer la raideur, 9.6 % à 300 Hz, et modifient son évolution en fréquence.
- de la raideur avec la relation 3.8. Cette correction est invisible ici étant donné la faible raideur des Shims MSC5048 ($\approx 10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) comparativement à celle du banc identifiée supérieure ou égale à $500 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. L'erreur commise en la négligeant sous-estime la raideur en décalant les courbes : elle est systématique (cf section 2.2.3.3).

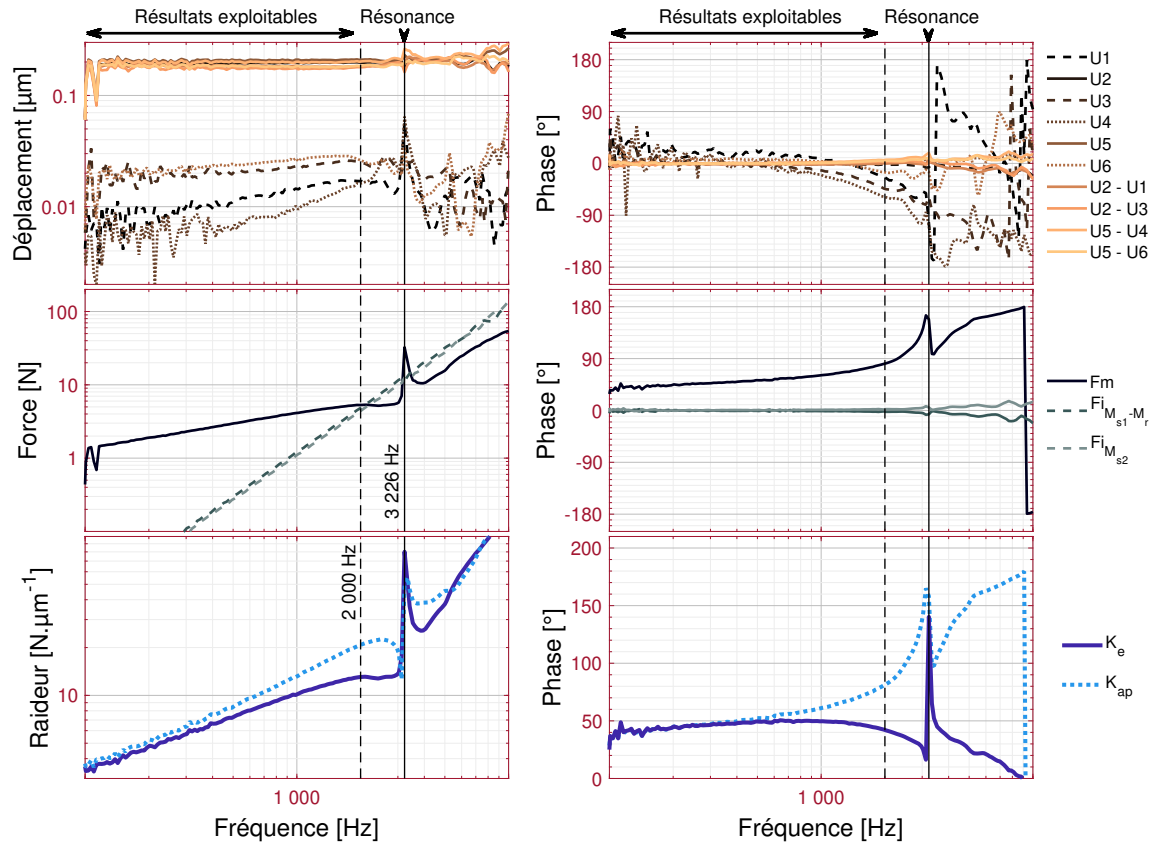


FIGURE 3.9: Caractérisation des Shims MSC5048 maintenus par une précharge de 1200 N, à 200 nm d'amplitude. Les deux premières lignes présentent les spectres des capteurs avec $Fi_{M_{s1}-M_r}$ et $Fi_{M_{s2}}$, les forces inertielles engendrées par les masses. Le pic visible à 3226 Hz est causé par l'interférence du banc avec les mesures limitant la plage fréquentielle à 2 kHz.

L'essai est compris dans la plage usuelle d'amplitude entre 100 nm et 1 µm. Les spectres de déplacements mettent en évidence la limite basse fréquence du banc engendrée par les déplacements \hat{U}_1 , \hat{U}_3 , \hat{U}_4 et \hat{U}_6 des mâchoires en moyenne dix fois plus faibles que ceux des supports (\hat{U}_2 , \hat{U}_5). Cet écart se traduit par une forte dispersion en dessous de 500 Hz dû à la faiblesse du signal par rapport au bruit du système de mesure. Les corrections inertielles mises en œuvre avec la

relation 3.5 voit son intérêt diminuer avec celui des déplacements relatifs. Il est donc considéré comme imprécis de conduire des essais en dessous de 100 Hz. Toutefois, cette limite dépend d'un autre paramètre : la raideur de l'échantillon. On comprendra aisément que la souplesse des échantillons contribue à diminuer les déplacements aux bornes des mâchoires puisque ceux-ci se déforment davantage. L'affirmation est donc valable pour la plage de raideur considérée, c'est-à-dire $10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

Ce comportement restrictif est causé par la chaîne de mesure qui comprend les capteurs et les systèmes d'acquisition. Une première solution est de ne considérer que les déplacements des supports. Elle réduit la limite basse fréquence d'un facteur 10, mais nécessite un modèle rhéologique plus détaillé. Une seconde solution est de modifier la nature des capteurs de déplacements. Elle est utilisée sur la machine Metravib DMA+1000, les déplacements étant mesurés par des capteurs directs à basse fréquence et des accéléromètres à haute fréquence.

Un autre comportement limitant est visible à 3226 Hz sur l'ensemble des courbes. Il se manifeste sous la forme d'un pic dont l'origine est le comportement dynamique du banc. Il est inhérent aux dispositifs d'analyse mécanique avec lesquels *la caractérisation doit être effectuée en dehors de toute résonance du dispositif et des échantillons*. L'influence du mode sur les mesures précède le pic et débute à 2000 Hz. Une approche numérique a été adoptée pour l'étudier. Elle est présentée dans la section qui suit.

3.1.4.2 Étude numérique

L'étude est réalisée avec la méthode des éléments finis et le logiciel Abaqus 6.14. Le modèle du banc comprend 151 952 éléments volumiques tétraédriques quadratiques ou hexaédriques linéaires pour 1 041 174 degrés de libertés. Les composants sont assemblés par des contraintes "Tie" créant une continuité cinématique aux nœuds d'interfaces afin de simuler un encastrement. Une CAO détaillée a été utilisée avec notamment les modèles fournis par les fabricants des actionneurs et des capteurs de force. Ces modèles ne rendent pas compte de la géométrie réelle des pièces, mais suffisent à l'étude. Les matériaux utilisés sont de l'acier ^b, de l'aluminium ^c, de la céramique ^d et des polymères ^e.

L'utilisation d'éléments volumiques est dictée par la géométrie du banc. Les pièces ne se prêtent pas à une modélisation monodimensionnelle ou bidimensionnelle, car leurs formes complexes sont incompatibles avec les hypothèses géométriques de ces théories (poutre, plaque). L'approche volumique a été préférée de par la mauvaise performance de la théorie des plaques pour décrire les déformations de cisaillement d'un matériau viscoélastique (Plouin and Balmes, 1999; Balmes and Bobillot, 2002). Les échantillons ($20 \times 30 \times 2 \text{ mm}^3$) ont donc été modélisés par des hexaèdres dans les limites conseillées par Abaqus (aspect ratio).

L'étude numérique a été conduite en deux étapes. La première visait l'étude du comportement statique pour valider le post-traitement et recalibrer le modèle avec les données expérimentales disponibles. La seconde visait l'étude de la dynamique via des analyses aux valeurs propres du banc pour déterminer la limite de caractérisation hors résonance. Les simulations ont été répétées successivement avec des paramètres matériaux échantillons différents pour construire la limite à $1000 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, $10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, $1 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et $0.1 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. La limite a été interpolée linéairement entre ces points et au-delà.

b. $\rho = 7200 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ | $\nu = 0.30$ | $E = 210 \text{ GPa}$

c. $\rho = 2700 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ | $\nu = 0.33$ | $E = 70 \text{ GPa}$

d. $\rho = 7800 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ | $\nu = 0.20$ | $E = 135.8 \text{ GPa}$

e. $\rho = 1000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ | $\nu = 0.49$ | $E = 10 \text{ GPa} / 1 \text{ GPa} / 0.1 \text{ GPa} / 10 \text{ MPa} / 1 \text{ MPa}$

Étude statique

L'étude statique a pour objectif de confirmer l'efficacité du post-traitement et de l'instrumentation pour le calcul des propriétés mécaniques. La modélisation du système s'appuie sur le montage en série des composants. La raideur mesurée théorique $K_{m(th)}$ est liée à la raideur échantillon théorique $K_{e(th)}$ et la raideur du banc K_{dma} par la relation suivante :

$$K_{m(th)} = \frac{K_{e(th)}K_{dma}}{K_{e(th)} + K_{dma}} \quad (3.15)$$

La notation (th) indique que les grandeurs sont issues de cette relation. Elle différencie les grandeurs mécaniques théoriques de celles obtenues par simulation, notées (s) et introduites par la suite. La raideur du banc est une donnée du problème. Elle a été identifiée grâce à une simulation éléments finis et à la relation 3.6. La simulation a été conduite sur le banc monté sans échantillon, les interfaces entre les supports et les mâchoires étant encastrées à l'aide d'une contrainte "Tie". Les mesures ont été relevées au niveau des capteurs. Elle vaut $1169.5 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. La différence entre cette valeur identifiée numériquement et celle minorée expérimentalement provient des conditions aux limites. En effet, la précharge de 5 kN ne permet pas l'encastrement des interfaces.

La raideur mesurée $K_{m(th)}$ évolue en fonction de la raideur de l'échantillon. Il est possible d'évaluer l'erreur commise en posant la relation suivante :

$$\exists \alpha \in [0, +\infty] \text{ tel que } K_{dma} = \alpha K_{e(th)} \quad (3.16)$$

La relation 3.15 devient alors :

$$K_{m(th)} = \frac{\alpha}{1 + \alpha} K_{e(th)} \quad (3.17)$$

En considérant un échantillon aussi raide que le banc ($\alpha = 1$), l'erreur commise lors de la mesure sous-estime les propriétés mécaniques de 50 %. Cette erreur est indépendante de la fréquence : elle est systématique.

Notations	Significations	Formules
$K_{e(th)}$	Raideur échantillon théorique	0.1, 1, 10, 100, 1000 $\text{N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$
$K_{m(th)}$	Raideur mesurée théorique	$\frac{K_{e(th)}K_{dma}}{K_{e(th)} + K_{dma}}$
$K_{m(s)}$	Raideur mesurée issue des éléments finis	$\frac{-2F_m}{2U_2 + 2U_5 - U_1 - U_3 - U_4 - U_6}$
$K_{e(s)}$	Raideur échantillon issue des éléments finis	$\frac{K_{m(s)}K_{dma}}{K_{m(s)} - K_{dma}}$
$K_{a(s)}$	Raideur apparente issue des éléments finis	$\frac{F_m}{U_2 + U_5}$

TABLE 3.1: Significations et calculs des grandeurs étudiées lors de l'étude statique du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2011

Cette modélisation est limitée aux phénomènes de traction/compression. Une simulation élément fini a été conduite pour confirmer sa pertinence. Les calculs ont été effectués avec un déplacement imposé transposant le fonctionnement normal du banc sans précharge, c'est-à-dire celui de l'actionneur imposant une déformation de $1 \mu\text{m}$. Les résultats donnés à la figure 3.10 présentent l'évolution des raideurs mesurées avec les différentes formules de post-traitement :

- la raideur apparente $K_{ap(s)}$ obtenue avec la relation 3.14 n'apportant aucune correction,
- la raideur mesurée $K_{m(s)}$ obtenue avec la relation 3.6 prenant en compte les phénomènes inertiels (inexistant ici) et les déplacements relatifs,

- la raideur échantillons $K_{e(s)}$ obtenue avec la relation 3.8 à partir de 3.6. Elle prend en compte la contribution du banc.

Les grandeurs étudiées sont récapitulées à la table 3.1. Les résultats sont normalisés par rapport à la raideur théorique $K_{e(th)}$. Ils sont à comparer à l'évolution théorique de la raideur mesurée $K_{m(th)}$ d'un échantillon en série avec K_{dma} . Cette évolution est tracée avec la relation 3.8.

Les résultats illustrent et quantifient les effets de chacune des corrections en fonction de la raideur de l'échantillon. Ils étayent l'intérêt du modèle puisque les différentes étapes suivent l'évolution théorique attendue. Ainsi, l'utilisation des déplacements relatifs avec $K_{m(s)}$ permet de s'approcher de l'évolution théorique $K_{m(th)}$, l'écart obtenu avec la mesure apparente $K_{ap(s)}$ augmentant plus rapidement à l'approche d'un ratio $k_{dma}/k_{e(th)}$ unitaire. De même, la prise en compte de la contribution du banc aux mesures permet une correction importante mais imparfaite. Une erreur de 10 % pour un ratio unitaire subsiste après toutes les corrections. La raison probable est l'apparition de contrainte de flexion avec la rigidification de l'ensemble. Les déformées présentées à la même figure montrent ce phénomène. Une solution pour réduire l'erreur est d'effectuer un recalage avec les modèles éléments finis. Elle présente l'avantage de ne pas complexifier le post-traitement.

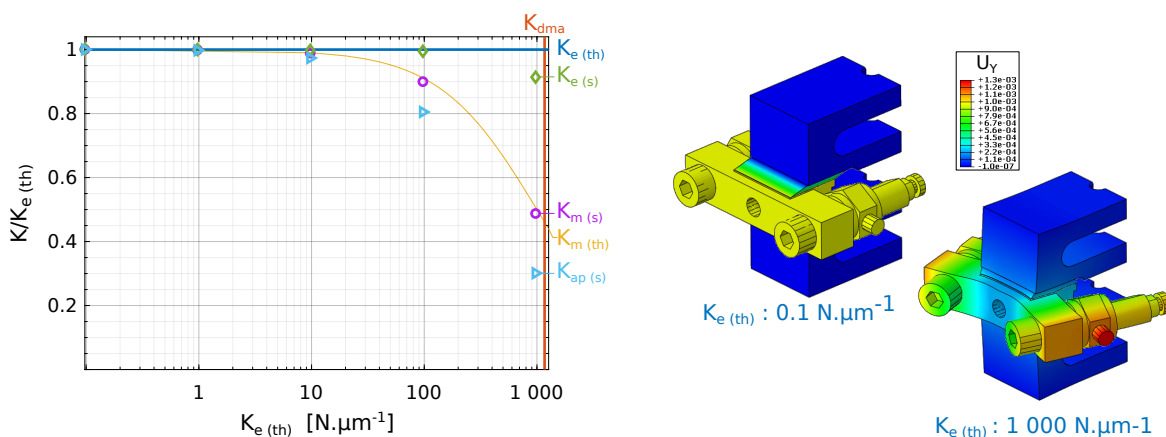


FIGURE 3.10: Évolution normalisée obtenue par simulation sur le banc 2011 des formules de post-traitement pour des différentes raideurs échantillons. Ces résultats présentent l'intérêt du post-traitement développé et de l'instrumentation. Une erreur non négligeable est commise lorsque la raideur des échantillons tend vers celle du banc : les déformations se complexifient.

Étude dynamique : analyses aux valeurs propres

Ces analyses visent à comprendre la dynamique du banc en fonction de la raideur des échantillons. Le choix d'une analyse réelle est préféré à une analyse complexe à cause de la taille importante du modèle et du nombre de simulations. L'approche complexe alourdit inutilement le calcul : le complément d'information qui en résulte est faible. Les simulations ainsi allégées utilisent un modèle de comportement purement élastique pour les échantillons. Elles fournissent les bases modales Φ formées par les vecteurs propres φ_i tronquée aux N premiers modes, $\Phi = [\varphi_1 \dots \varphi_N]$. L'étude comparative de ces résultats avec les données expérimentales permet d'évaluer le comportement dynamique du banc. L'erreur commise en ne considérant pas la viscoélasticité touche principalement les fréquences propres.

Le banc présente une densité modale importante dans la plage d'intérêt qui augmente avec la souplesse des échantillons :

- 20 modes propres entre 3496 Hz et 10 kHz pour $K_e = 1000 \text{ N.}\mu\text{m}^{-1}$,
- 24 modes propres entre 3238 Hz et 10 kHz pour $K_e = 100 \text{ N.}\mu\text{m}^{-1}$,

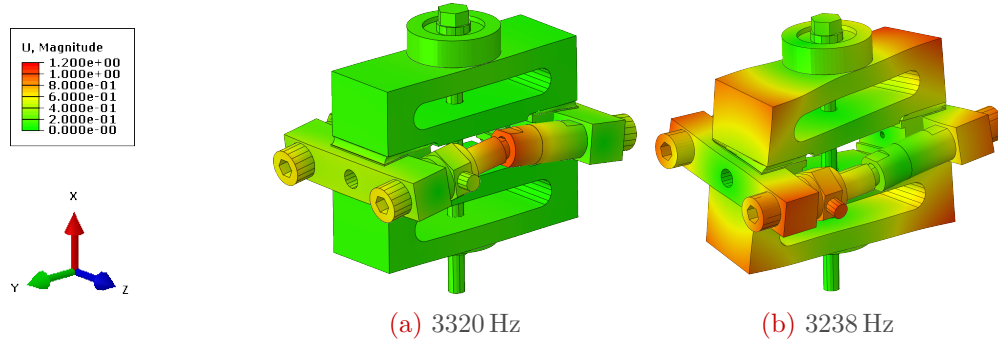


FIGURE 3.11: Mode propre du banc DMA haute fréquence 2011 avec en (a) le quatorzième mode de l'analyse avec des échantillons de $10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et en (b) le premier mode propre de l'analyse avec des échantillons de $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

- 27 modes propres entre 1864 Hz et 10 kHz pour $K_e = 10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$
- 32 modes propres entre 689 Hz et 10 kHz pour $K_e = 1 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

Le comportement parasite observé expérimentalement sur les shims à 3226 Hz (cf. section 3.1.4.1) correspond à un mode de flexion de la chaîne d'actionnement observé à 3320 Hz sur la simulation à $10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et illustré à la figure 3.11. L'écart fréquentiel peut s'expliquer par les hypothèses simplificatrices de la simulation et la différence de raideur des échantillons.

Ce comportement se transforme avec la raideur des échantillons créant une famille de modes dont la fréquence propre évolue peu avec la raideur. Leur déformée présente les modifications les plus importantes. Elle passe d'une déformation globale de type torsion pour un échantillon raide à une déformation localisée sur la chaîne d'actionnement de type flexion pour un échantillon souple. Cette localisation croissante avec la souplesse des échantillons traduit un découplage entre les différents composants. C'est une composante clé permettant de comprendre les limites du banc liées à *la nature structurelle des échantillons*.

Les résultats renseignent les limites fréquentielles supérieures pour plusieurs raideurs. Ces limites sont dictées par le premier mode propre du banc. La fréquence de caractérisation la plus élevée est atteinte pour les échantillons de plus de $10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$: le premier mode propre est alors à 3320 kHz. Les déformées modales évoluent au-delà, mais les fréquences des premiers modes restent significativement les mêmes. Lorsque la raideur est inférieure à $10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, la limite est imposée par des comportements rigides de sous-ensemble : les déformations sont localisées dans les échantillons. La fréquence propre du premier mode diminue alors fortement passant de 1864 kHz à 689 kHz pour des échantillons de $10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et $1 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ respectivement.

La fréquence maximale de caractérisation de 2 kHz est identifiée en considérant une zone tampon définie à partir des résultats expérimentaux. Cette zone est utilisée pour prendre en compte l'influence des modes et limiter l'erreur sur les résultats.

3.1.4.3 Domaine de caractérisation

Le domaine de caractérisation est présenté à la figure 3.12. Il est défini dans le plan des raideurs échantillons en fonction de la fréquence. Ces bornes sont définies par les capteurs, l'amplificateur et la dynamique du banc.

Les limites fréquentielles bornant verticalement le domaine sont au nombre de deux. La première, introduite à la section 3.1.4.1, est imposée par la technologie des capteurs de déplacements, des accéléromètres, qui ne permet pas une mesure précise des déplacements de faible amplitude à basse fréquence. Elle est fixée à 100 Hz. La seconde est imposée par l'amplificateur de puissance Cedrat Technologies LA75C qui sature à 2 kHz environ lorsqu'il alimente une capacité de $3 \mu\text{F}$.

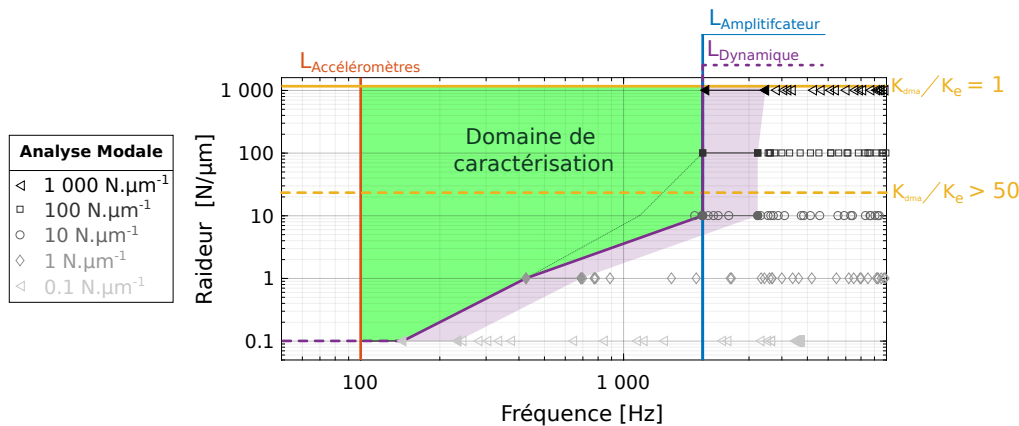


FIGURE 3.12: Le domaine de caractérisation du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2011 représente la raideur échantillon compatible en fonction de la plage fréquentielle. Ces bornes sont définies par des limites physiques de différentes natures causées par les accéléromètres ($L_{\text{Accéléromètres}}$), l'alimentation en puissance des actionneurs ($L_{\text{Amplificateur}}$) et le comportement dynamique du banc ($L_{\text{Dynamique}}$).

Elle restreint la caractérisation haute fréquence pour les essais réalisés à l'amplitude constante de $1 \mu\text{m}$.

Les limites bornant le domaine horizontalement sont elles aussi au nombre de deux. La première est liée à l'erreur induite par la contribution des déformations du banc. L'approche normée impose de respecter un rapport supérieur ou égal à 50 entre la raideur du banc $1169.5 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et des échantillons. Elle restreint l'entendue du domaine sans être justifiée, car le post-traitement permet de corriger la contribution du banc aux mesures. C'est pourquoi une seconde limite est utilisée avec un ratio unitaire. Le choix de ce ratio unitaire limite l'incertitude, mais aussi par le comportement dynamique qui ne s'améliore pas au-delà. La seconde limite est liée à la résolution des mesures de force. Elle est causée par le bruit inhérent aux systèmes de mesure causé ici par l'amplificateur de charge B&K 2635. Ce composant empêche de caractériser des échantillons dont la raideur est inférieure à $0.01 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

La dernière limite dépend à la fois de la raideur et de la fréquence puisqu'elle a pour origine le comportement dynamique du banc. Elle est construite à partir de l'étude numérique menée à la section précédente, 3.1.4.2. Une zone tampon est utilisée pour contenir l'influence du mode sur les mesures. Elle est fixée à partir des résultats expérimentaux sans plus d'investigations.

Le domaine est un indicateur objectif des performances fréquentielles des dispositifs DMA utile au dimensionnement des échantillons. Il a permis d'identifier les phénomènes physiques limitant la fréquence maximale de caractérisation. Une nouvelle conception peut être entreprise sur la base de ces travaux afin d'aller plus haut en fréquence. Ces travaux sont présentés dans la section qui suit.

3.2 Amélioration du banc

L'objectif est de se rapprocher des 10 kHz sans changer le principe de fonctionnement du banc. Pour ce faire, les limites déterminées à la construction du domaine de caractérisation ont été utilisées afin d'identifier les phénomènes limitant la fréquence maximale de caractérisation.

Le premier phénomène limitant est l'alimentation en puissance des actionneurs. Il dépend de l'amplitude de fonctionnement avec une limite à 2000 Hz à $1 \mu\text{m}$ d'amplitude ou plus de 10 kHz à 100 nm d'amplitude. Le choix ici est de rester sur une plage d'amplitude comprise entre 100 nm

et 1 μm . Il est alors nécessaire de modifier les composants incriminés, c'est-à-dire l'actionneur ou l'amplificateur. Ce changement est délicat, car il impacte d'autres aspects du banc et joue sur le coût du projet. Cette contrainte économique a été prise en compte pour limiter le montant des investissements tout en offrant des performances accrues.

Le second phénomène limitant est le comportement dynamique du banc décrit à la section 3.1.4.2. Il dépend de la masse, la raideur du dispositif et de la raideur des échantillons. Les modifications visent à améliorer la fréquence maximale d'utilisation en tenant compte des particularités du banc. La nature structurelle des échantillons est une contrainte forte qui ne permet pas de modifier la nature de la limite dynamique. L'approche mise en place ici est de modifier les composants et leur intégration dans le but de minimiser les masses embarquées et de maximiser la raideur. Les efforts sont concentrés sur le sous-ensemble chaîne d'actionnement.

Ces travaux d'amélioration sont aussi l'occasion d'améliorer et d'ajouter des fonctions au banc. Ainsi, l'optimisation de mâchoire pour assurer l'homogénéité de la précharge a été investiguée à l'aide d'outils numériques. Ensuite, la réalisation d'essais en température est traitée. Les composants sélectionnés fonctionnent entre -50°C et 100°C . Le nombre de matériaux utilisés est minimisé pour limiter les variations de précharge trop importante.

3.2.1 Chaîne d'actionnement

Les comportements en torsion et de flexion de la chaîne d'actionnement contribuent à limiter la bande fréquentielle de caractérisation. L'identification des paramètres qui les influencent est un prérequis à la conception. Pour ce faire, la chaîne d'actionnement est assimilée à une poutre bien qu'elle ne respecte pas les conditions géométriques de cette théorie. Cela reste pertinent pour mener un raisonnement qualitatif en phase de préconception, les solutions analytiques étant disponibles dans la littérature. Ainsi, les fréquences propres d'une poutre en flexion f_{F_i} et en torsion f_{T_i} sont données par Blevins (1979) :

$$\begin{aligned} f_{F_i} &= \frac{\lambda_i^2}{2\pi L^2} \sqrt{\frac{EI}{m}} \\ f_{T_i} &= \frac{\lambda_i}{2\pi L} \sqrt{\frac{CG}{\rho I_p}} \end{aligned} \quad (3.18)$$

Avec λ_i un coefficient fonction du mode i et des conditions aux limites, E le module de Young, G le module de cisaillement, m la masse par unité de longueur, ρ la masse volumique, C une constante de torsion de la section, I le moment quadratique et I_p le moment quadratique polaire. Les moments quadratiques caractérisent la géométrie d'une section. Ils valent pour une section rectangulaire de largeur b et de hauteur h :

$$\begin{aligned} I &= \frac{bh^3}{12} \\ I_p &= \frac{bh}{12}(b^2 + h^2) \end{aligned} \quad (3.19)$$

Ces relations mettent en évidence les paramètres influents et les modifications qui doivent leur être apportées :

- La longueur L . Sa diminution entraîne une augmentation de la fréquence propre.
- Le ratio des propriétés mécaniques sur la masse volumique, E ou G/ρ . C'est un critère commun en dynamique qui doit être minimisé pour augmenter la fréquence propre (à géométrie égale).
- La section de l'ensemble. Une augmentation de la section améliore la dynamique globale de la poutre. La hauteur h joue plus sur la flexion alors que la largeur b joue plus sur la torsion.

Ces paramètres permettent d'identifier les pistes utiles à l'amélioration du comportement dynamique du banc. Ainsi, la démarche de conception présentée vise à diminuer la longueur de la chaîne d'actionnement à section constante tout en utilisant des matériaux plus raides à masse équivalente. Ces préconisations impactent le choix des composants et leur intégration. Elles impliquent le changement des composants électromécaniques et la création de nouveaux supports.

3.2.1.1 Actionneurs & Amplificateur de puissance

Les actionneurs utilisés précédemment sont des P-842.10 de la marque Physik Instrumente (PI). Ils génèrent 800 N en compression dite force bloquée F_b , 300 N en traction ou 15 μm de course pour 57 $\text{N}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ de raideur axiale et 1.5 μF de capacité. Leur céramique PICMA de 18 mm de haut est la source de ce comportement. Elle est encapsulée dans un cylindre en acier de 14 mm de diamètre et 37 mm de haut pour une masse totale de 31 g. La capsule a un rôle important puisqu'elle protège les céramiques de l'environnement (humidité, courant de fuite, etc.), facilite leurs mises en œuvre et applique une précharge. Cette précharge protège les céramiques des contraintes de traction susceptible de les détériorer.

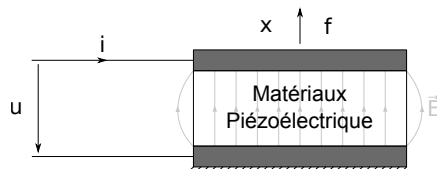


FIGURE 3.13: Principe de fonctionnement d'un actionneur piézoélectrique mono-couche.

Ces actionneurs fonctionnent grâce à l'effet Piézoélectrique. Le PICMA est constitué d'une alternance d'armatures conductrices et d'un matériau piézoélectrique, le PIC252, dérivé des PZT (Titano-Zirconate de Plomb). Il produit un signal électrique lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique. À l'inverse, il produit une déformation lorsqu'il est soumis à un champ électrique. Cet effet réversible est illustré à la figure 3.13 pour un empilement simple. L'utilisation de cette technologie n'est pas remise en question ici, car elle répond à l'application en termes de : résolution, encombrement, bande passante, raideur et course.

Les contraintes dimensionnelles poussent à sélectionner des actionneurs plus compacts. Cela conduit à l'abandon des actionneurs encapsulés plus long et plus lourd au profit d'actionneurs nus. Les fonctions associées à la capsule sont alors déportées sur la chaîne d'actionnement entraînant l'augmentation du niveau d'intégration. Ces nouveaux actionneurs sont montés sans collage afin de les préserver des efforts de traction en opération dynamique. Une précharge est alors nécessaire pour les maintenir en position et garantir le contact, les forces d'inertie s'opposant aux forces de rappel élastique. Cette précharge doit être appliquée uniformément sans augmenter l'encombrement total. Le choix d'actionneurs annulaires est donc pertinent parce qu'il permet d'assurer cette fonction à l'aide d'une vis traversante. L'assemblage qui en résulte est compacte et n'augmente pas la section de l'ensemble.

Les actionneurs sélectionnés sont des NAC2125 de Noliac. Ils font 20 mm de diamètre extérieur et 12 mm de diamètre intérieur pour seulement 2 mm de hauteur, 18.5 fois moins que précédemment. Cette compacité leur confère une raideur importante de 2561 $\text{N}\cdot\mu\text{m}^{-1}$. Ils génèrent 8450 N de force bloquée ou 3.3 μm de course pour 200 V de tension et 0.8 μF de capacité.

Une couche de protection diélectrique a été mise en place par le fabricant sur les surfaces utiles. Ces protections, fabriquées avec un matériau similaire à la céramique utilisée, font 1 mm d'épaisseur. Elles protègent les actionneurs lors des manipulations en assurant l'isolation électrique des pastilles en contact avec des pièces conductrices. Elles protègent aussi mécaniquement la céramique.

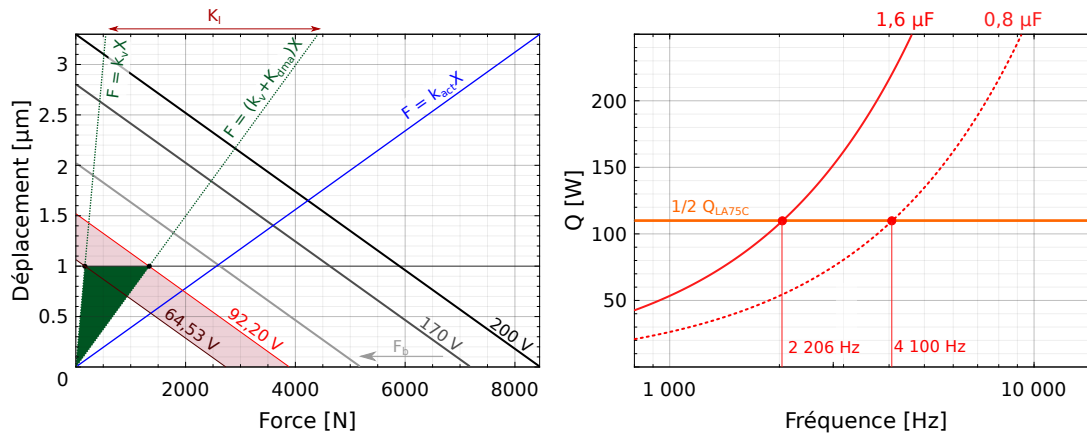


FIGURE 3.14: Démarche de sélection des actionneurs piézoélectriques illustrée pour le Noliac NAC 2125 avec : à gauche le fonctionnement statique et à droite la puissance requise en opération dynamique pour deux cas de charge.

Le fonctionnement statique et dynamique de ces actionneurs est détaillé dans la suite de cette section et illustré à la figure 3.14. Leur sélection parmi les références de plusieurs marques repose sur les descriptions qui suivent. Elle témoigne d'un compromis sur l'ensemble des contraintes de conception (performances dynamiques, dimensions, fonctionnement statique, etc.)

Fonctionnement statique

La force F et la déformée X d'un actionneur sont liées à la tension crête à crête U_{cc} à ces bornes, (PI, 2014) :

$$X = -\frac{F}{k_{act}} + \frac{U_{cc}f_b}{x_0k_{act}} \quad (3.20)$$

avec x_0 la course de l'actionneur, k_{act} la raideur de l'actionneur et f_b la force bloquée. Cette relation linéaire traduit le comportement statique de l'actionneur : *La déformation est égale à la course quand il n'est pas chargé et, à l'inverse, elle est nulle lorsqu'une précharge supérieure ou égale à la force bloquée lui est appliquée.* Ainsi, la force et la déformée ne sont pas égales à la course ou la force bloquée de l'actionneur dans les conditions normales d'utilisation du banc.

Le comportement nominal des NAC 2125 de l'amplificateur ne peut être obtenu avec l'amplificateur de puissance linéaire LA75C, car il ne fournit que 170 V de tension. Cette tension inférieure aux préconisations du constructeur réduit de 17,7 % la déformée et la force produite. Ce comportement est une nouvelle fois modifié par la précharge. Cette force f_p qui maintient l'assemblage et les contacts en opération dynamique doit être inférieure à la force bloquée. Les fabricants conseillent de la fixer à la moitié de la force bloquée. Cette préconisation n'est pas respectée, car trop restrictive. Une force de 2 kN suffit au bon fonctionnement tout en entraînant la diminution de la course et la force maximale à 2,02 µm et 5182 N.

Le cadre de fonctionnement étant fixé, il est possible d'étudier l'actionneur dans ces conditions de fonctionnement, c'est-à-dire contre un ressort K_l . Cette raideur est créée par les échantillons, les vis traversantes M10 et le banc. Elle est minimale dans le cas le plus souple lorsque la chaîne d'actionnement est montée seule. Elle est alors égale à la raideur des vis en acier inoxydable, $165,3 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ d'après une estimation analytique^f. Elle tend dans le cas le plus raide vers la raideur du banc puisqu'elle ne peut la dépasser, voir la relation 2.29 au chapitre 2. En prenant le banc précédent comme référence, cette raideur est égale à $1335 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

f. $E = 210 \text{ GPa}$, 70 mm de long et 8,16 mm de diamètre

La plage de fonctionnement de l'actionneur est ainsi définie. Elle ne permet pas de profiter de l'ensemble des possibilités offertes par l'actionneur, mais répond aux besoins de l'application. Ainsi, la tension maximale nécessaire à une déformation de l'ordre du micromètre est de 92.20 V dans le cas rigide et 64.53 V dans le cas souple. Ces valeurs sont utiles à l'étude du comportement dynamique des actionneurs. Toutefois, elles ne sont qu'une projection, car la raideur du nouveau banc est inconnue à cette étape de la conception.

Fonctionnement dynamique

Les actionneurs sont assimilables à un condensateur électrique (CTec, 2012). Ils sont donc caractérisés par une capacité C_p qui lie la variation de tension dans le temps du/dt au courant i :

$$i = C_p \frac{du}{dt} \quad (3.21)$$

En opération dynamique, une tension sinusoïdale de fréquence f est appliquée aux bornes de l'actionneur. La relation précédente devient alors :

$$i \approx 2\pi f C_p u_p \quad (3.22)$$

avec u_p la tension crête à crête. Cette relation proportionnelle entre le courant, la tension, la capacité et la fréquence est source du phénomène de saturation évoqué à la section 3.1.4.3. L'augmentation de la fréquence conduit à atteindre le courant maximal i_{max} de l'amplificateur qui ne peut alors plus maintenir la consigne. L'amplitude de fonctionnement ne peut alors plus être maintenue. La puissance est donnée par la relation suivante :

$$Q \approx 4f C_p U_p^2 \quad (3.23)$$

La fréquence maximale f_{max} pour une configuration donnée s'exprime alors :

$$f_{max} \approx \frac{Q_{max}}{U_p^2 C_p \pi} \quad (3.24)$$

Elle dépend de la capacité C_p des actionneurs fonction du branchement électrique des actionneurs. Le branchement peut être réalisé en série ou en parallèle. Dans le premier cas, la tension aux bornes est réduite de moitié tandis que la capacité est inchangée. La déformation est plus faible, mais la fréquence maximale vaut 4100 Hz. Dans le second cas, la tension est inchangée et la capacité est doublée. La capacité équivalente est de 1.6 μ F et la fréquence maximale est moindre. Elle atteint 2206 Hz. Bien que la caractérisation à 1 μ m d'amplitude ne soit pas possible jusqu'à 10 kHz, c'est cette dernière solution qui a été retenue.

Remarque La capacité d'un actionneur dépend de la géométrie de la couche diélectrique et des propriétés matériaux :

$$C = \epsilon \frac{a}{e} \quad (3.25)$$

avec ϵ la permittivité diélectrique, a la section et e l'épaisseur. L'épaisseur joue un rôle important, car son augmentation entraîne une diminution de la capacité. Elle permet d'utiliser des tensions de commande plus importante ce qui conduit à distinguer les actionneurs basses tensions et hautes tensions. Les premiers ont des couches diélectriques de quelques centaines de micromètres. Les tensions de commande sont généralement inférieures à 200 V. Les seconds ont une couche diélectrique bien plus épaisse, dépassant le millimètre. Les tensions de commande peuvent atteindre 1000 V.

Ces actionneurs hautes tensions sont particulièrement bien adaptés aux dispositifs d'analyse mécanique. Cependant, ils engendrent un surcoût dû à l'achat d'un amplificateur adapté. C'est la raison pour laquelle ils n'ont pas été retenus.

3.2.1.2 Capteurs

Les nouveaux actionneurs modifient en profondeur la conception de la chaîne d'actionnement. L'utilisation d'une vis traversante intégrée à la chaîne impose de changer les capteurs B&K 8200. À cette nécessité, s'ajoute celle de mesurer la précharge appliquée individuellement à chacune des vis. Cette précharge conditionne le fonctionnement des actionneurs et est en mesure de provoquer une asymétrie de fonctionnement en cas de différence trop marquée. Par conséquent, elle doit être appliquée avec précision.

Les méthodes pour appliquer un chargement précis sur un boulon sont variées (Dols, 2016) : le serrage au couple, le serrage à l'angle, le serrage à la limite élastique, les tensionneurs, les vis instrumentées, etc. Cette diversité cache des degrés d'incertitude variés. Une classification proposée par l'Agence spatiale européenne (2010) et renseignée à la table 3.2 est utilisée pour les discriminer. Les solutions adéquates pour le banc sont les vis instrumentées et les mesures d'élongation des écrous parce qu'elles présentent un degré d'incertitude moindre. Les vis instrumentées sont retenues dans notre cas pour des raisons purement pratiques, un membre du projet CLIMA en développe.

Method of preload application	Uncertainty factor (ϵ)
Torque measurement of unlubricated bolts	± 0.35
Torque measurement of cadmium-plated bolts	± 0.30
Torque measurement of lubricated bolts	± 0.25
Hydraulic fasteners	± 0.15
Preload indicating washers	± 0.10
Ultrasonic measurement devices	± 0.10
Bolt elongation measurement	± 0.05
Instrumented bolts	± 0.05

TABLE 3.2: Incertitudes relative aux différentes méthodes de serrage d'un boulon. Source : Agence spatiale européenne (2010)

Les vis instrumentées sont équipées d'un ensemble de capteurs qui mesurent leurs déformations afin de déterminer leurs chargements. Il en existe une importante variété dépendant du type de capteur et de leur mise en œuvre : alésage du corps de vis, usinage de la tête de vis, jauges de déformation ou encore capteur optique. Les vis utilisées s'appuient sur la solution brevetée (Demeocq, 2015) de la société Texense, un partenaire du projet CLIMA. Ils ont développé un capteur dont la mesure est effectuée sur un trou conique usiné sur la tête de vis et coaxial à celle-ci. Un ensemble de jauges d'extensométrie placées sur cette surface mesure une ou plusieurs contraintes internes utiles à la détermination du chargement en traction.

Ces vis sont capables de mesurer la composante statique, la précharge, et la composante dynamique, la force générée par l'actionneur. Toutefois, il n'est pas envisageable de les utiliser seules sur le banc. Pour s'en convaincre, un modèle rhéologique du nouveau banc est nécessaire. Il est présenté à la figure 3.15.

Les équations de la dynamique s'obtiennent en appliquant le principe fondamental de la dynamique aux degrés de liberté :

$$\begin{aligned}
 m_1 \ddot{U}_2(t) &= F(t) - F_m(t) - K_m(t)(2U_2(t) - U_1(t) - U_3(t)) \\
 m_2 \ddot{U}_5(t) &= F(t) - F_m(t) - K_m(t)(2U_5(t) - U_4(t) - U_6(t))
 \end{aligned}
 \tag{3.26}$$

Les mesures des vis sont modélisées par une force unique $F_m(t)$ égale à leurs sommes. Elles sont liées à leur comportement statique modélisé par une raideur pure, $F_m(t) = 2K_{vis}(U_5 + U_2)$. La

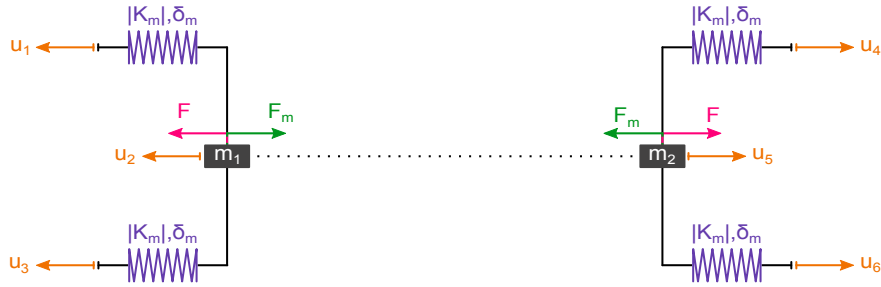


FIGURE 3.15: Modèle rhéologique à 6 degrés de liberté du banc DMA haute fréquence 2018. La force mesurée F_m représente l’effort de rappel des vis instrumentées.

somme des deux équations permet d’exprimer la raideur échantillons K_m :

$$K_m(t) = \frac{2F(t) - 2F_m(t) - m_1\ddot{U}_2(t) - m_2\ddot{U}_5(t)}{2U_2(t) + 2U_5(t) - U_1(t) - U_3(t) - U_4(t) - U_5(t)} \quad (3.27)$$

Cette équation est insoluble, car la force appliquée par les actionneurs $F(t)$ est inconnue. La raideur échantillons ne peut être calculée à partir des seules mesures des vis instrumentées. La force $F(t)$ exercée sur les supports par les actionneurs doit être mesurée. Cette mesure exige un capteur de force supplémentaire positionné entre les supports.

Ce capteur doit être annulaire et compact. Le choix se porte sur les pastilles NAC 2125 déjà utilisées comme actionneur, voir figure 3.16. Il permet de respecter le plan de symétrie P3 (Figure 3.1), de limiter la masse embarquée et de réduire l’encombrement, mais nécessite le développement d’une électronique spécifique. De plus, il autorise aussi le développement d’une pastille couplant actionnement et mesure (Rakotondrabe et al., 2016).

Les capteurs de force choisis pour le nouveau banc sont tous deux expérimentaux. Leur étalonnage présenté au chapitre 4 débute par celui des vis instrumentées. Il est effectué en statique et en dynamique puisque les vis sont utiles à l’étalonnage des NAC. Des montages spécifiques ont été développés dans ce but. Les NAC sont étalonnés dans des conditions proches des conditions d’utilisation en opération, c’est-à-dire montés sur la chaîne d’actionnement. Dans ces conditions, l’indétermination est levée :

$$2F_m(t) = 2F(t) + m_1\ddot{U}_2(t) + m_2\ddot{U}_5(t) \quad (3.28)$$

La force mesurée est égale à la force appliquée par les actionneurs moins les inerties.

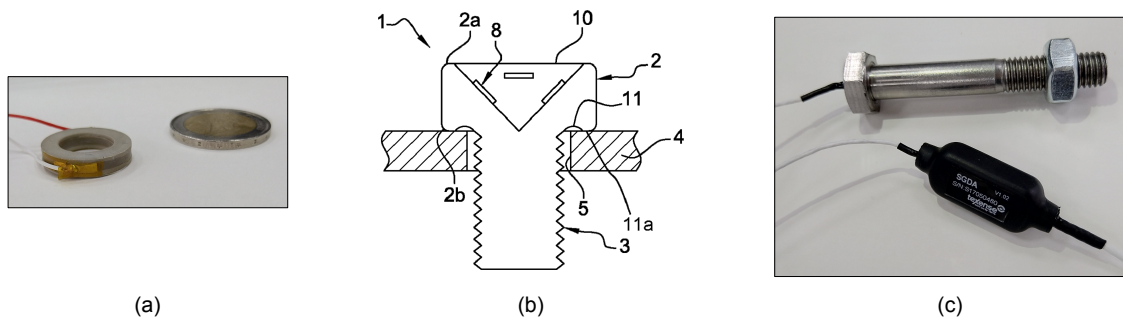


FIGURE 3.16: Capteurs de force sélectionnés pour le banc DMAHF 2018 avec : (a) l’actionneur / capteur Noliac NAC2125, (b) le schéma de principe de la vis instrumentée TeXys (Demeocq, 2015) et (c) une photo de la vis instrumentée avec son conditionneur.

3.2.2 Mâchoire

Le changement de position des échantillons contraint à adapter les mâchoires. C'est l'occasion d'étudier l'efficacité de la géométrie de ces pièces conçues pour maximiser l'uniformité de la précharge sur les échantillons. Une démarche d'optimisation topologique est mise en place dans ce but. Cette approche permet de déterminer la meilleure forme possible dans un volume initial par rapport à un ensemble de contraintes (Allaire and Benäim, 2012).

L'optimisation topologique présentée repose sur la méthode des éléments finis et le module Optis-struct du logiciel Hypermesh. Le volume initial est maillé avec des éléments volumiques auxquels une densité unitaire pouvant varier a été affectée. Cette densité sert de variable d'optimisation. Une fonction objectif est minimisée jusqu'à identifier un minimum local grâce à la méthode du gradient.

Le résultat obtenu est complexe. Il doit être interprété afin de construire une pièce s'approchant de la topologie optimisée. Une seconde démarche d'optimisation est alors appliquée sur cette géométrie optimisée en faisant varier les frontières de la forme. C'est une optimisation paramétrique.

3.2.2.1 Optimisation topologique

La figure 3.17 présente le modèle, les conditions aux limites et les résultats de la démarche d'optimisation sur les mâchoires du banc DMAHF 2011. Le volume utilisé englobe les mâchoires. Il est divisé en deux sections : une section de travail en bleu et une section exclue en rouge. La densité des éléments bleu varie entre 0 et 1 contrairement aux éléments rouges donc la densité est fixée à 1. Les sections exclues sont limitrophes aux zones d'application des conditions limites. Elles transcrivent l'impossibilité de dégrader les zones de contact.

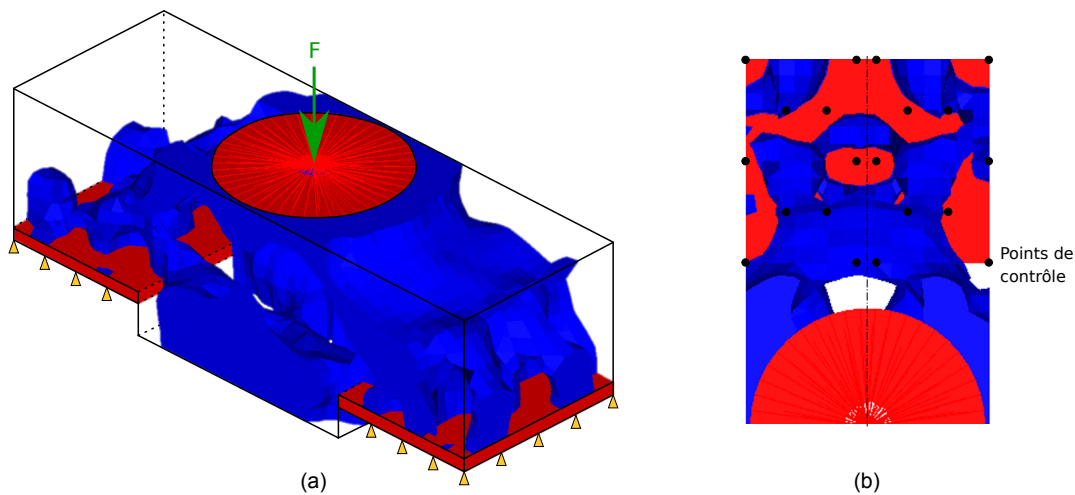


FIGURE 3.17: Résultats de l'optimisation topologique avec : (a) la vue 3D des éléments de plus de 0.63 de densité, (b) la vue du dessus de la mâchoire centrée sur une surface de contact avec ces 20 points utilisés dans la fonction objectif.

La force appliquée à la mâchoire est égale 5 kN. Elle est répartie de façon homogène sur la surface circulaire supérieure de 28 mm de diamètre. Les surfaces en contact avec les échantillons sont en appui. L'objectif ici est de déterminer la topologie assurant la pression de contact la plus homogène sur les échantillons. La fonction objectif définie dans ce but cherche à minimiser l'écart entre la force de réaction moyenne \bar{R}_z et la force de réaction R_{z_i} d'un ensemble de points

de contrôle sélectionné sur les surfaces en appuis plans :

$$\min \left(\sum_{j=1}^n \bar{R}_z - R_{z_i} \right) \quad (3.29)$$

Des contraintes supplémentaires sont utilisées pour garantir la pertinence des solutions : les modes propres doivent être supérieurs à 10 kHz et la raideur dans l'axe de sollicitation doit être supérieure à $340 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

Les résultats présentent les éléments dont la densité est supérieure à 0.63 pour une fonction objectif comprenant 40 points de contrôles. L'asymétrie visible est très légère et liée à la densité des éléments. La répartition de ces points est donnée sur la vue du dessus (b). Elle illustre la dépendance de la fonction objectif aux points de contrôle : *la matière est supprimée aux points de contrôle*. Plusieurs simulations avec plus ou moins de points montrent des résultats similaires. Une solution aurait été de sélectionner l'ensemble de nœuds comme points de contrôle. Elle n'est pas envisageable puisque la construction du modèle n'est pas automatique : chaque point de contrôle doit être ajouté manuellement en plusieurs étapes. Une telle fonction comprendrait plusieurs milliers de points.

La simulation fournit des résultats exploitables et confirme la pertinence de la géométrie initiale. Le trou oblong qui permet de répartir la contrainte sur les deux surfaces des échantillons est présent bien qu'invisible sur la figure 3.17. C'est la géométrie qui remplit le mieux le volume manquant lors de la reconstruction. Le renfort inférieur entre les échantillons est bien présent. Elle augmente la raideur des mâchoires lorsque les surfaces sont soumises au cisaillement. Les mâchoires sont construites à partir de ces résultats.

3.2.2.2 Optimisation paramétrique

Les mâchoires optimisées sont des parallélépipèdes rectangles percés d'un trou oblong traversant parallèle aux échantillons et d'un perçage traversant de 6.5 mm normal aux échantillons. Les échantillons sont placés sur la surface inférieure plane de ce parallélépipède. Le renfort n'est plus possible dans la nouvelle configuration, car l'espace séparant les supports est trop faible.

L'optimisation paramétrique concerne le trou oblong centré de longueur L et la hauteur h . Les conditions aux limites appliquées sont les mêmes que précédemment : appui plan et force centré sur une surface circulaire coaxiale avec la vis de précharge. Ces travaux ont été réalisés sur le logiciel Abaqus manuellement en une vingtaine d'étapes.

Les résultats de cette optimisation sont présentés à la figure 3.18 et comparés à la solution de 2011. L'amplitude A_{18} des contraintes normales est moindre tandis que le maximum est décentré. Une petite portion de la surface est soumise à une contrainte négative, en d'autres mots le contact n'est pas assuré. Elle diminue jusqu'à disparaître avec l'augmentation de la surface d'applications de la précharge. La force est appliquée de la même façon pour les deux simulations : sur une surface circulaire de 12 mm de diamètre.

Des modifications supplémentaires ont été apportées aux mâchoires pour faciliter le protocole expérimental. Le premier est un épaulement parallèle aux échantillons sur le pourtour de la pièce. Il permet le collage direct des échantillons avec un écartement constant. Le second ajout est des perçages 10-32 UNF. Ils permettent de fixer la position des capteurs et ainsi de lever la variabilité de leur positionnement. La fixation est alors réalisée avec des goujons. Cette solution est plus performante pour limiter l'effet mass damper des accéléromètres que le collage. Elle permet une caractérisation au-delà de 10 kHz.

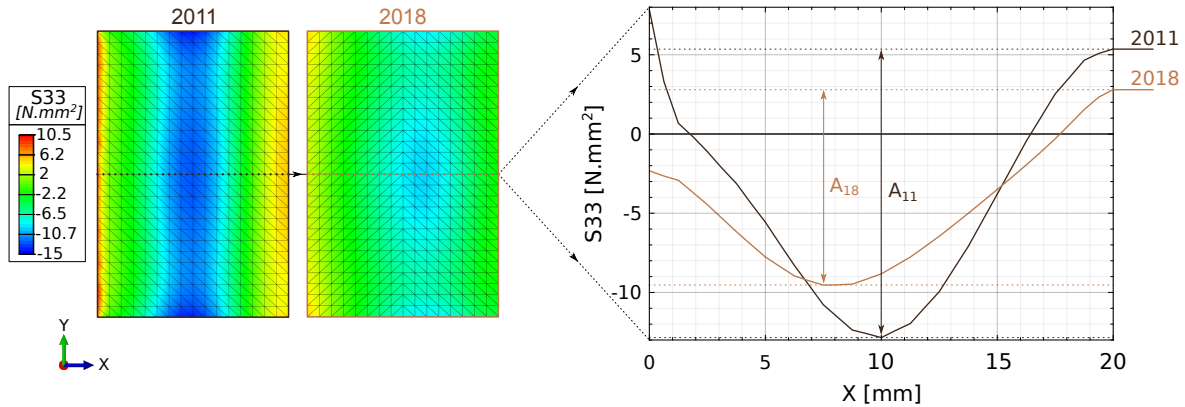


FIGURE 3.18: Contrainte normale des surfaces en contact avec les échantillons pour les bancs 2011 et 2018. Les courbes à droite présentent la contrainte suivant l'axe d'excitation X au milieu des échantillons. L'amplitude de variation du banc dans sa version 2018 est minimisée. La variation suivant Y est négligeable dans les deux cas.

3.3 Le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence, 2018

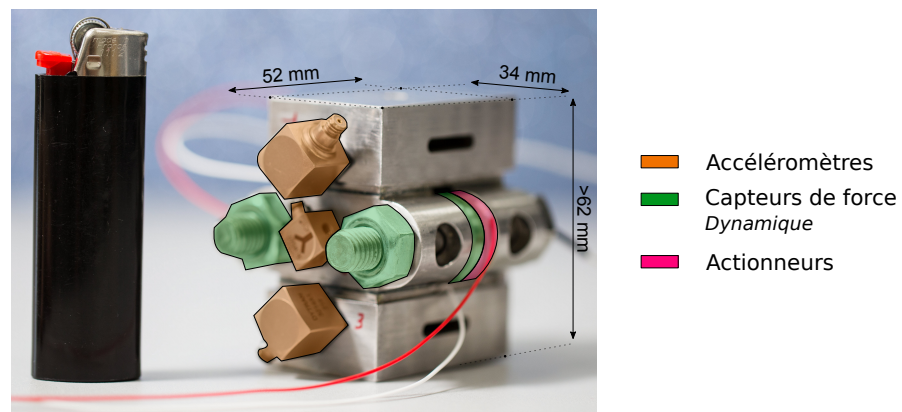


FIGURE 3.19: Photo du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018. Les capteurs et les actionneurs sont mis en avant à l'exception du capteur de force statique normal.

Le banc est présenté à la figure 3.19 avec ces capteurs et ces actionneurs. Les améliorations ont conduit à un dispositif plus compact et plus massif. Les dessins de définition des supports et des mâchoires sont présentés en annexe B. Ils contiennent la cotation fonctionnelle définissant les dimensions et les positions relatives des surfaces dans des plages de tolérances. Son élaboration non triviale n'est pas détaillée ici. Elle est nécessaire au vu du fort degré d'hyperstatisme^g du système afin d'assurer sa montabilité et son fonctionnement du dispositif.

Matériaux

Les supports et les mâchoires du banc ont été fabriqués avec une même famille de matériau afin de permettre la caractérisation en température. L'utilisation de différents matériaux aurait entraîné

g. Un assemblage est dit hyperstatique lorsqu'il se fait avec plus de contraintes que nécessaire. Un exemple commun de ce phénomène est celui de la chaise et du tabouret. Une chaise à quatre pieds en contact avec le sol forme une liaison hyperstatique. Un défaut de planéité se traduit alors par un contact manquant ou la déformation de la chaise. Au contraire, un tabouret à trois pieds forme une liaison isostatique puisque les pieds sont en contact avec les sols dans toutes les configurations.

des variations dimensionnelles avec la température modifiant les précharges. Ces variations ne peuvent être négligées sur la plage de température [0 °C ; 100 °C].

L'aluminium a été abandonné au profit de l'acier inoxydable, car la visserie aluminium n'est pas adaptée aux conditions d'utilisation du banc. L'acier inoxydable a été choisi pour son faible coût et sa résistance à la corrosion. Il n'améliore pas les performances dynamiques, car le rapport E/ρ est proche, si ce n'est identique, à celui de l'aluminium. Le gain résulte uniquement de l'optimisation de la chaîne d'actionnement. Il se traduit ici par une division par 8 de la longueur et augmentation de section. Des usinages spécifiques ont été réalisés sur les supports pour les alléger, les perçages normaux à la précharge statique et la sollicitation.

Chaîne d'actionnement

Le maintien en contact dans la chaîne d'actionnement est assuré par les forces de rappel élastique des vis et viscoélastique des échantillons. Il est assuré lorsque ces forces sont supérieures à tout instant aux forces inertielles. Il est possible d'évaluer la fréquence où le contact n'est plus assuré en se plaçant dans les conditions les plus défavorables, c'est-à-dire le banc monté sans échantillon et sans mâchoire à l'amplitude maximale, à partir de la relation 3.28 :

$$2\hat{F}_m(\omega) = 2\hat{F}(\omega) - \omega^2(m_1\hat{U}_2(\omega) + m_2\hat{U}_5(\omega)) \quad (3.30)$$

La force mesurée F_m est égale la force de rappel élastique des vis instrumentées, $\hat{F}_m(\omega) = 2K_v(\hat{U}_5(\omega) + \hat{U}_2(\omega))$. La raideur K_v de vis instrumentée s'estime analytiquement :

$$K_v = \frac{AE}{L} \quad (3.31)$$

avec E le module de Young^h, A la section et L la longueur de la vis. L'estimation est effectuée sur un volume cylindrique simplifié de 8.16 mm de diamètre sur 48 mm de hauteur correspondant aux volumes réels hors filet (Chevalier, 2004). Cette estimation sous-estime la raideur. Elle est égale à 228.78 N. μm^{-1} . Les masses mobiles utiles au calcul des forces inertielles sont estimées à 200 g avec la CAO. Dans ces conditions, les forces inertielles surpassent les forces élastiques à 11 293 Hz.

3.3.1 Protocole expérimental

Le déroulé d'une campagne reste inchangé avec, pour rappel :

- 1^{ère} phase** Les essais sur la chaîne d'actionnement seule afin de déterminer les paramètres de masse m_1 , m_2 .
- 2^{ème} phase** Les essais sur le banc monté sans échantillons afin de valider le montage.
- 3^{ème} phase** La caractérisation des échantillons débute.

Les modifications apportées ont trait aux montages et à l'acquisition des mesures. Dans le premier cas, une évolution notable du protocole est due à la nature des matériaux testés : des adhésifs compatibles avec l'acier. La possibilité de coller directement les échantillons sur le banc monté rend le maintien en position plus robuste. Elle a conduit à la conception d'un protocole spécifique pour le collage des échantillons dans lequel l'épaisseur du joint à coller est contrôlée par des cales calibrées en L. Ces cales en Téflon se positionnent entre les mâchoires et les supports sur les épaulements prévus à cet effet.

Le protocole de collage débute par le montage de la chaîne d'actionnement avec des pastilles métalliques identiques aux pastilles NAC. Les surfaces utiles sont nettoyées méticuleusement à l'aide de détergent (MEC, Acétone, etc.). Les surfaces limitrophes aux joints sont masquées avec un rouleau adhésif en silicone tandis que le reste du banc est recouvert de graisse. Ces

h. $E_{\text{Acier}} = 210 \text{ GPa}$

protections empêchent l'adhérence des colles sur les surfaces non utiles. L'adhésif est appliqué au centre des surfaces en quantité importante avant l'assemblage. Cette opération délicate est réalisée par Aderis. L'ensemble est maintenu par la vis de précharge statique le temps de la polymérisation. Les couloirs sont simplement retirés à l'aide d'un cutter chauffé.

Le banc obtenu est dit collé à l'opposé du banc modulaire. Il ne peut être démonté sans entraîner la destruction des échantillons. Les paires de mâchoires et de supports utilisés sont donc immobilisées durant la caractérisation. Quatre paires ont été réalisées pour la fabrication de trois bancs collés et d'un banc modulaire.

Le montage de la chaîne d'actionnement est plus complexe que sur le banc précédant à cause du plus grand degré d'intégration des composants. L'alignement des surfaces utiles en contact avec les échantillons doit être réalisé en même temps que le centrage des actionneurs/capteur. Ces étapes sont importantes puisqu'elles assurent la qualité des résultats : le centrage garantit un contact complet des actionneurs avec les supports et empêche les concentrations de contrainte tandis que l'alignement assure le cisaillement simple. Ces opérations sont réalisées avec la chaîne d'actionnement montée entre les mâchoires légèrement serrées afin de protéger les actionneurs des efforts de torsion.

La seconde catégorie de modifications est liée à l'acquisition des mesures. Les changements de capteurs nécessitent l'ajout d'une nouvelle carte d'acquisition, la NI PXI4472. La carte utilisée jusqu'à présent, la NI PXIe4496, ne mesure pas la composante statique des signaux. Le signal émis à l'amplificateur linéaire est acquis sur les deux cartes afin de corriger les signaux. Les deux cartes fonctionnant avec un léger décalage, une correction de phase est appliquée aux mesures.

Mode	Fréquence propre			
	1000 N. μm^{-1}	100 N. μm^{-1}	10 N. μm^{-1}	1 N. μm^{-1}
1	3948 Hz	3940 Hz	1330 Hz	470 Hz
2	3950 Hz	3943 Hz	1873 Hz	594 Hz
3	9474 Hz	3985 Hz	1999 Hz	661 Hz
4	10 585 Hz	5751 Hz	2072 Hz	679 Hz
5	10 592 Hz	5990 Hz	2137 Hz	692 Hz
6	10 960 Hz	6178 Hz	2270 Hz	781 Hz
7	11 165 Hz	6498 Hz	3963 Hz	1677 Hz
8	11 223 Hz	6926 Hz	3967 Hz	2267 Hz
9	11 258 Hz	10 596 Hz	5017 Hz	2288 Hz
10	13 404 Hz	10 613 Hz	6718 Hz	3524 Hz
11	13 734 Hz	11 177 Hz	6832 Hz	3917 Hz
12	14 509 Hz	11 218 Hz	8235 Hz	3969 Hz
13	14 576 Hz	11 231 Hz	10 249 Hz	3972 Hz
14	19 188 Hz	11 722 Hz	10 400 Hz	4187 Hz
15	20 040 Hz	12 936 Hz	10 628 Hz	10 613 Hz

TABLE 3.3: Fréquence propre du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018 pour différentes raideurs d'échantillons

3.3.2 Étude numérique

L'étude numérique a été conduite sur un modèle éléments finis comprenant 185 225 éléments volumiques tétraédriques quadratiques ou hexaédriques linéaires pour 1 107 261 degrés de liberté. Il est construit avec la même méthode que celui présenté à la section 3.1.4.2 mais avec des

échantillons de $20 \times 30 \times 1 \text{ mm}^3$. Les matériaux utilisés dans le modèle sont l'acierⁱ, la céramique^j et des polymères^k. Les modules des polymères ont été choisis pour construire la limite dynamique du domaine à $10\,000 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, $1000 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, $10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et $1 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

Un premier calcul statique a été réalisé pour déterminer la raideur du banc K_{dma} . Le modèle utilisé est celui du banc monté sans échantillons, les interfaces entre les supports et les mâchoires étant encastées à l'aide d'une contrainte "Tie". Les mesures ont été relevées au niveau des capteurs. La raideur K_{dma} identifiée vaut $11\,105 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

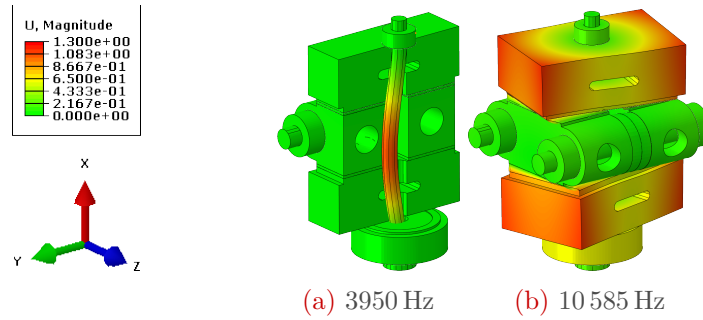


FIGURE 3.20: Mode propre du banc DMA haute fréquence 2018 pour un échantillon de $3000 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ avec en (a) le second mode de de flexion de la vis de précharge et en (b) le second mode de flexion limitant pour l'analyse.

Des analyses aux valeurs propres réelles ont ensuite été réalisées pour plusieurs échantillons afin de déterminer le comportement dynamique du banc. Les résultats sont donnés sous la forme de fréquence propre à la table 3.3 ou de déformée modale à la figure 3.20. Le banc présente une densité modale réduite dans la plage d'intérêt :

- 3 modes propres entre 3948 Hz et 10 kHz pour $K_e = 1000 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ correspondant uniquement à des modes locaux des vis,
- 8 modes propres entre 3940 Hz et 10 kHz pour $K_e = 100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$,
- 12 modes propres entre 1330 Hz et 10 kHz pour $K_e = 10 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$,
- 14 modes propres entre 470 Hz et 10 kHz pour $K_e = 1 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

La densité modale dans la plage d'intérêt a fortement diminué à raideur équivalente ce qui permet d'affirmer que le comportement global du banc est amélioré. Les modes propres dans la plage d'intérêt et pour un ratio K_{dma}/K_e sont des modes de vis. Ils sont considérés comme non sollicités en fonctionnement. Le premier mode problématique apparaît à 10 585 Hz et correspond à la torsion du banc suivant l'axe de précharge des échantillons. Il permet de définir une fréquence maximale en considérant une zone d'influence construite comme celle définie à la section 3.1.4.3. Dans ces conditions, la fréquence maximale est supposée à 5362 Hz.

Lorsque le ratio K_{dma}/K_e diminue, le comportement du banc se dégrade avec l'apparition du découplage entre les supports et la chaîne d'actionnement. Ces modes sont considérés comme problématiques, car sollicités par une excitation faiblement asymétrique. Ils sont donc considérés comme limitants, mais cette hypothèse devra être validée.

Les performances du banc version 2018 équivalent a celles de la version 2011 à $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Cela peut s'expliquer par le choix de l'acier, alourdissant considérablement le dispositif. Le gain principal provient de la rigidification des sous-ensembles et du banc.

i. $\rho = 7200 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ | $\nu = 0.30$ | $E = 210 \text{ GPa}$
j. $\rho = 7850 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ | $\nu = 0.20$ | $E = 62.5 \text{ GPa}$
k. $\rho = 1000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ | $\nu = 0.49$ | $E = 50 \text{ GPa} / 5 \text{ GPa} / 500 \text{ MPa} / 5 \text{ MPa}$

3.3.3 Domaine de caractérisation

Le domaine de caractérisation est présenté à la figure 3.21 et comparé avec celui du banc 2011. La limite imposée par les accéléromètres est inchangée et reste à 100 Hz. La limite imposée par la saturation de l'amplificateur de puissance est modifiée. Elle atteint 2206 Hz pour un branchement parallèle. Elle restreint la caractérisation haute fréquence pour les essais réalisés à l'amplitude constante de $1 \mu\text{m}$.

Les limites horizontales sont liées à l'erreur induite par la contribution des déformations du banc. La première est définie par un ratio unitaire entre la raideur du banc et celle des échantillons. La raideur du banc a été estimée avec la méthode des éléments finis et vaut $11\,105 \text{ N}\cdot\mu\text{m}^{-1}$. Elle a augmenté d'un facteur 10. La seconde limite est liée à la résolution des mesures de force. Elle sera étudiée lors de l'étalonnage des capteurs de force au prochain chapitre.

La limite dynamique est construite à partir de l'étude numérique précédente. Les comportements dynamiques - modes propres - sont représentés par des marqueurs aux fréquences et aux raideurs correspondants. Les premiers modes sont utilisés pour définir une zone d'influence limitant l'erreur. Cette zone est construite de la même façon que celle du banc 2011, mais sans l'apport des essais. Cela a conduit à considérer tous les modes comme influant à l'exception des modes des vis.

La nouvelle version du banc présente une amélioration significative de ces performances malgré sa conception sous contraintes. La performance est dictée par la nature des échantillons et leur dimensionnement. La fréquence maximale de fonctionnement est atteinte pour des échantillons de plus de $1000 \text{ N}\cdot\mu\text{m}^{-1}$. Elle est de 5362 Hz, soit 268 % d'augmentation par rapport à l'ancien banc. Elle peut être atteinte pour une amplitude inférieure au micromètre puisque l'amplificateur sature avant.

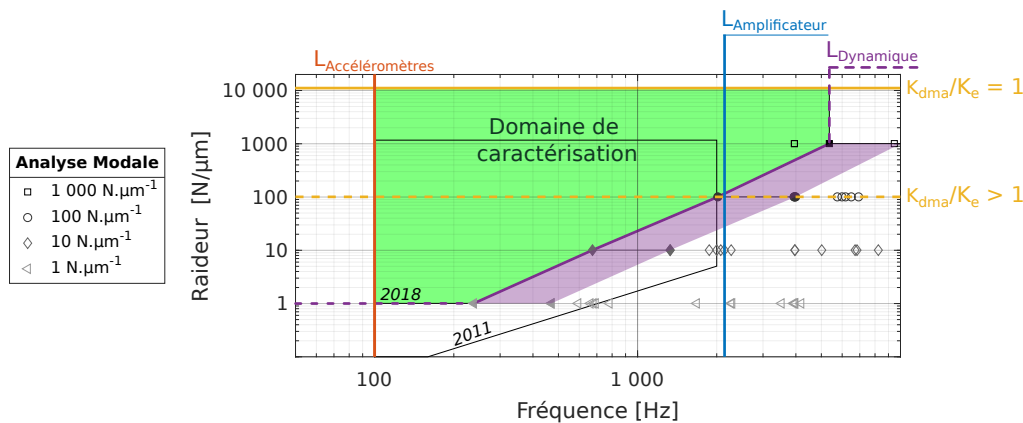


FIGURE 3.21: Domaine de caractérisation du banc pour le banc d'analyse mécanique haute fréquence 2018. Il représente la raideur échantillon en fonction de la plage fréquentielle atteignable.

3.4 Conclusion du chapitre

La présentation et l'étude du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2011 ont permis de mieux appréhender le fonctionnement du banc et de valider son fonctionnement global. Cette étude a servi de base aux travaux d'amélioration. Le banc obtenu, dénommé banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018, respecte le principe de fonctionnement de l'ancien tout en étant plus compact et plus massif. Il intègre des solutions de mesure innovantes devant être validées par un étalonnage afin de confirmer leur intérêt. Cet aspect sera traité dans le chapitre suivant.

L'utilisation d'un critère de performance sert au dimensionnement et permet de comparer les deux dispositifs. La nouvelle version du banc présente une amélioration de ses performances fréquentielles. L'amélioration est fonction de la raideur des échantillons puisque ces derniers jouent un rôle important dans la dynamique du banc : ils maintiennent la chaîne d'actionnement. Ainsi, la performance est dictée par la nature des échantillons et leur dimensionnement. La fréquence maximale de fonctionnement est atteinte pour des échantillons de plus de $1000 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Elle est de 5362 Hz, soit 268 % d'augmentation par rapport à l'ancien banc.

Les deux dispositifs vont être utilisés pour caractériser les adhésifs Aderis. Ces campagnes seront présentées au prochain chapitre. Elles permettront la validation des performances estimées et la comparaison avec le banc Metravib DMA+1000.

Chapitre 4

Campagne d'analyse mécanique dynamique sur le banc haute fréquence

Sommaire

4.1	Étalonnage des capteurs	94
4.1.1	Étalonnage statique des vis instrumentées	95
4.1.2	Étalonnage dynamique des vis instrumentées	98
4.1.3	Discussions des résultats d'étalonnage	100
4.2	Campagne sur le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence	101
4.2.1	Calcul des grandeurs mécaniques	102
4.2.2	Configuration dégradée	105
4.2.3	Configuration optimisée	111
4.3	Performances du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2018	111
4.3.1	Analyse modale expérimentale	113
4.3.2	Domaine de caractérisation	114
4.4	Conclusion du chapitre	116

Ce chapitre expose les travaux réalisés sur le banc d'essai conçu et réalisé. L'étalonnage des capteurs est présenté et analysé afin de produire une analyse critique du domaine d'exploitation du banc d'essai. Les résultats sont présentés et comparés pour plusieurs échantillons caractérisés sur l'ensemble des bancs DMA utilisés dans ce mémoire. Ils permettent de confirmer et de préciser plus en détail le domaine de caractérisation et de valider les performances du banc.

4.1 Étalonnage des capteurs

L'étalonnage est défini par le [Joint Committee for Guides in Metrology \(2008\)](#) comme une "opération qui, dans des conditions spécifiées, établit en une première étape une relation entre les valeurs et les incertitudes de mesure associées qui sont fournies par des étalons et les indications correspondantes avec les incertitudes associées, puis utilise en une seconde étape cette information pour établir une relation permettant d'obtenir un résultat de mesure à partir d'une indication". Cette définition absconse signifie qu'un appareil de mesure est étalonné à partir d'un appareil étalon en mesurant une même grandeur. Les mesures sont ensuite comparées pour définir les propriétés de l'appareil étalonné.

Le processus d'étalonnage est d'ordinaire délégué au fabricant du capteur ou du dispositif de mesure qui fournit le certificat de calibration. Il ne l'est pas ou doit être complété pour les capteurs de forces sélectionnés au chapitre 3 du fait de leur caractère expérimental. Les premiers capteurs, les vis instrumentées de la société Texys, sont en cours de développement. Leur étalonnage est nécessaire pour corroborer et compléter celui fourni par Texys. Ce processus débute dans des conditions statiques pour s'assurer que les précharges sont correctement mesurés. Il est poursuivi en condition dynamique.

Les seconds capteurs, les pastilles céramiques NAC 2125, sont vendus comme actionneurs et non comme capteurs. Ils servent à mesurer la force dynamique générée par les actionneurs entre les supports et sont nécessaires pour lever l'indétermination soulevée à la relation 3.27. Ils nécessitent des développements spécifiques pour traiter et conditionner le signal analogique. Ces développements n'ont pas abouti sur la période de thèse et ne feront pas l'objet d'une présentation. Ils sont toujours en cours au sein du laboratoire. La conséquence de ce changement est l'impossibilité de réaliser la campagne de caractérisation sur le banc dans la configuration optimisée conçue au chapitre 3. Cette problématique est traitée dans la section 4.2.

Les vis instrumentées

Les vis instrumentées mises en œuvre sur le banc ont été conçues à partir de :

- Deux vis M10^a en acier inoxydable montées sur la chaîne d'actionnement pour mesurer la précharge statique des actionneurs et étalonner les pastilles NAC. Elles sont dénommées vis 1 (Numéro de Série : 17050481) et vis 2 (NS : 17050480) dans la suite de l'étude. Elles ont été dimensionnées pour un chargement statique et dynamique pouvant atteindre 5000 N entre 100 Hz et 10 kHz.
- Une vis M6^b en acier inoxydable montée sur les mâchoires pour mesurer la précharge des échantillons. Elle est dénommée vis 3 (NS :17050482) dans la suite de l'étude. Elle a été dimensionnée pour un chargement purement statique de 5000 N.

Les vis sélectionnées sont partiellement filetées afin de maximiser leurs raideurs. Leurs têtes hexagonales, instrumentées par Texys, sont percées d'un trou conique coaxial à l'axe de vis. Un ensemble de jauges de déformations orientées tangentiellement et perpendiculairement à l'axe de vis est collé sur cette surface. Ces jauges sont des capteurs passifs reposant sur le principe physique de piézorésistance. Elles traduisent les déformations en variation de résistivité ([Asch et al., 2006](#)). Le signal analogique résultant est mesuré grâce à un pont de Wheatstone qui maximise la précision des mesures, limite l'influence de la température et extrait les déformations d'intérêt. Les composantes hautes fréquences du signal sont supprimées à l'aide d'un filtre Butterworth de premier ordre. Ce filtre possède un gain linéaire jusqu'à 15 kHz qui décroît au-delà de -6 dB par décade.

a. TH M10X65 INOX A2 PF DIN 931

b. TH M6X90 INOX A2 PF DIN 931

L'étalonnage est réalisé en deux étapes. La première, dite statique, consiste à déterminer la sensibilité^c des vis sur la plage de fonctionnement nominal [0 N, 5 kN] avec une sollicitation quasi statique. La linéarité du comportement, l'hystérésis ou encore le décalage du zéro (offset) sont identifiés à cette occasion. Cette étude est complétée par l'identification de la résolution et l'influence de certaines grandeurs (température, position du boulon, etc.).

La seconde étape, dite dynamique, consiste à évaluer la sensibilité en fonction de la fréquence. Le montage est étudié pour définir les limites fréquentielles de l'étude. Le comportement est ensuite observé en fonction de plusieurs paramètres : amplitudes, mise en position, répétabilité.

4.1.1 Étalonnage statique des vis instrumentées

L'étalonnage a été réalisé sur la machine de traction Zwick Roell Proline Z100 TN illustrée à la figure 4.1. Les vis ont été maintenues par des mors en aciers liés au banc par une liaison pivot. Elles ont été positionnées au centre des mors par un perçage avec un jeu fonctionnel réduit de 10.1 mm de diamètre. Des rondelles épaisses - 4 mm d'épaisseur - en acier ont été utilisées avec la vis M6 pour répartir la charge sous la tête de vis.

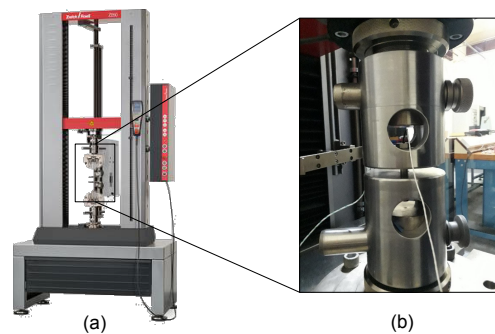


FIGURE 4.1: Machine de traction Zwick Roell Pro line Z100 TN utilisé pour l'étalonnage statique des vis instrumentées avec en (a) une vue d'ensemble tirée de la documentation commerciale et en (b) le système de mors fabriqué pour l'occasion.

Les vis ont été soumises à des cycles de chargement/déchargement de 5 kN à température ambiante (25 °C) et à la vitesse constante de 50 N.s⁻¹. Certains cycles ont été réalisés avec des paliers tous les 1 kN maintenus 60 s. Ils sont regroupés sous l'appellation "Essai 1X" dans la suite de la section. Les autres ont été réalisés sans palier, la force maximale étant maintenue 60 s. Ils sont regroupés sous l'appellation "Essai 2X" dans la suite de la section.

Sensibilité & linéarité

Les comportements des deux vis M10 étant sensiblement les mêmes, les résultats sont détaillés uniquement pour la vis 1 à la figure 4.2 et à la table 4.1. Le diagramme d'étalonnage présente l'évolution de la tension en fonction de la force. La sensibilité, qui caractérise la pente de la courbe, est obtenue par régression linéaire. Elle vaut $4.2103 \times 10^{-4} \text{ V.N}^{-1}$ en moyenne. On lui préférera son expression inverse, plus lisible, de 2375.14 N.V^{-1} . La valeur obtenue est inférieure à celle fournie par le fabricant de 4.94 %. Cette différence significative est équivalente à celle constatée sur la seconde vis, 4.43 %. Aucune explication n'a été trouvée pour expliquer cet écart. Les mesures montrent un fonctionnement linéaire, c'est-à-dire que le signal est compris dans un

c. La sensibilité est le quotient de la variation d'une valeur fournie par un système de mesure par la variation correspondante dans la valeur de la grandeur mesurée. Elle peut dépendre de la valeur de la grandeur mesurée ([Joint Committee for Guides in Metrology, 2008](#)). Dans le cas des vis instrumentées, elle correspond au quotient de la tension en Volt sur la force en Newton.

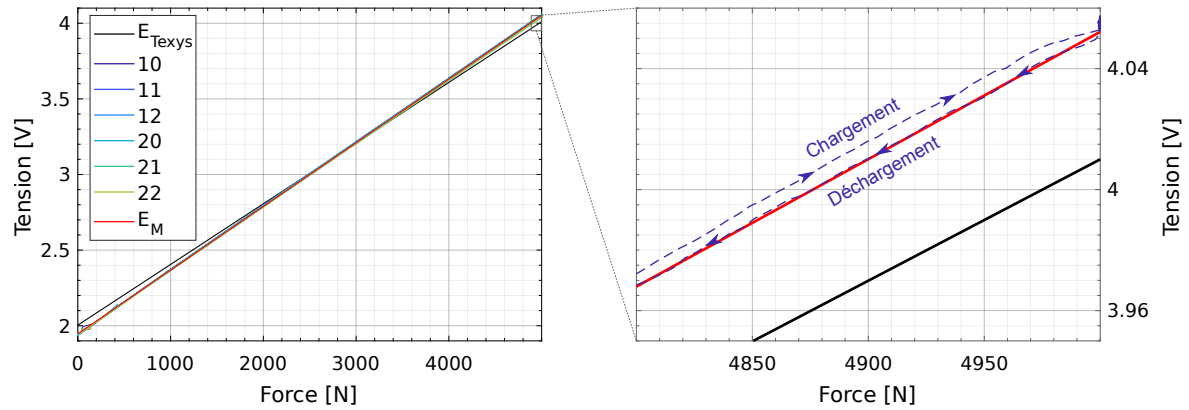


FIGURE 4.2: Diagramme d'étalonnage de la vis M10 SN 17050480 avec, à gauche, les six résultats dénommés 10 à 22 sur le domaine d'emploi nominal ayant permis l'étalonnage et l'identification de la sensibilité E_M . Ils sont comparés avec la sensibilité constructeurs E_{Texys} . À droite, un zoom sur une plage plus restreinte de l'essai 10 pour illustrer l'hystérésis.

intervalle de tolérance inférieur à 1 % pour l'ensemble des essais. Ces résultats correspondent aux données constructeurs.

La vis M6 n'a pas été étalonnée, car elle a été détériorée lors des essais : ses filets ont plastifié. Cette détérioration résulte d'un choc de plus de 8 kN occasionné par un défaut de mise en contact. Les filetages ont été réparés par les passages successifs d'un écrou. Cependant, les caractéristiques du capteur ont subi des modifications significatives. Le zéro est passé de 2.02 V à 3.21 V (soit +49.17 %) et la sensibilité a augmenté de 6.13 % sans influencer la linéarité ou l'hystérésis. Ces modifications semblent témoigner d'un changement au niveau des jauges. La vis paraît utilisable avec les paramètres identifiés. Elle n'a toutefois pas été retenue pour mesurer la précharge des échantillons. Le capteur TME, utilisé sur le banc précédent, a été privilégié.

	Sensibilité $N.V^{-1}$	Offset N	Hystérésis %
Constructeur	2492.52	-4632.40	-
Essai 10	2372.89	-4625.30	0.380
Essai 11	2370.55	-4608.90	0.372
Essai 12	2371.04	-4644.30	0.380
Essai 20	2370.49	-4644.30	0.466
Essai 21	2384.19	-4634.10	0.249
Essai 22	2381.14	-4631.70	0.188
Moyenne étalonnage	2375.14	-4626.52	0.339
<hr/>			
Différence constructeur/étalonnage	-4.94 %	-0.13 %	-

TABLE 4.1: Sensibilité, décalage à zéro (ou offset) et hystérésis de la vis 1 comparés à l'étalonnage constructeur. La sensibilité et l'offset sont renseignés en Newton par Volt et en Newton pour faciliter leurs lectures. Elles sont obtenues en Volt par Newton et Volt avec la régression linéaire sur la figure 4.2.

Hystérésis

Les mesures font apparaître un comportement différent entre les phases de chargement et de déchargement caractéristique d'une hystérésis. Cette hystérésis est quantifiée en mesurant l'écart

le plus important entre les deux phases. Il ne représente en moyenne que 0.339 % de la pleine échelle sur la première vis. Il est "constant", c'est-à-dire que l'écart entre le chargement et le déchargement ne varie pas. Les mesures sur la seconde vis présentent une hystérésis deux fois plus importante, 0.648 %. Cet écart peut être lié à la mise en position différente des vis. En effet, des études non publiques réalisées dans le cadre du projet CLIMA ont montré une dépendance de l'hystérésis aux conditions de contact sous la tête de vis. Pour finir, le comportement est observé sur un unique cycle ce qui ne permet pas de conclure. Les résultats sont peu précis.

Paramètres influents

Les paramètres influents étudiés sont :

- **la vitesse**, avec des essais à 100 N.s^{-1} et 1000 N.s^{-1} . Des non-linéarités localisées au niveau des paliers sont constatées sur les mesures à 1000 N.s^{-1} . Elles sont légères, c'est-à-dire qu'elles entraînent une diminution de la plage de linéarité de 0.5 %. Il n'est pas exclu que ce soit dû au banc de traction utilisé.
- **la mise en position des vis**, avec trois positions. Ces essais n'ont pas fait apparaître de variation significative du comportement.
- **la position des écrous**, avec trois positions. Ces essais n'ont pas fait apparaître de variation significative du comportement.
- **la température**, avec un essai à chargement constant (1400 N) de la vis 1 montée sur un bloc d'acier inoxydable. Le montage a été laissé 24 h dans les locaux du laboratoire. La température a varié de 15°C et la force mesurée de 2 %. Cette variation traduit une dépendance de la sensibilité à la température. Elle n'affecte pas la justesse^d de la précharge, cette dernière étant appliquée à la même température que l'étalonnage. Cependant, elle est à mettre en perspective avec la plage de fonctionnement prévue du banc allant de -50°C et 150°C . Une étude plus poussée est requise pour les essais en température.

Les manipulations ont mis en évidence l'influence du couple de serrage. Le couple contribue aux mesures sans ajouter de précharge, car la valeur mesurée décroît et se stabilise lorsqu'il est retiré. Ce comportement correspond à un retour élastique hystérétique et entraîne une surestimation pouvant atteindre 15 %. Il peut être dû à la sensibilité aux déformations de torsion des jauges.

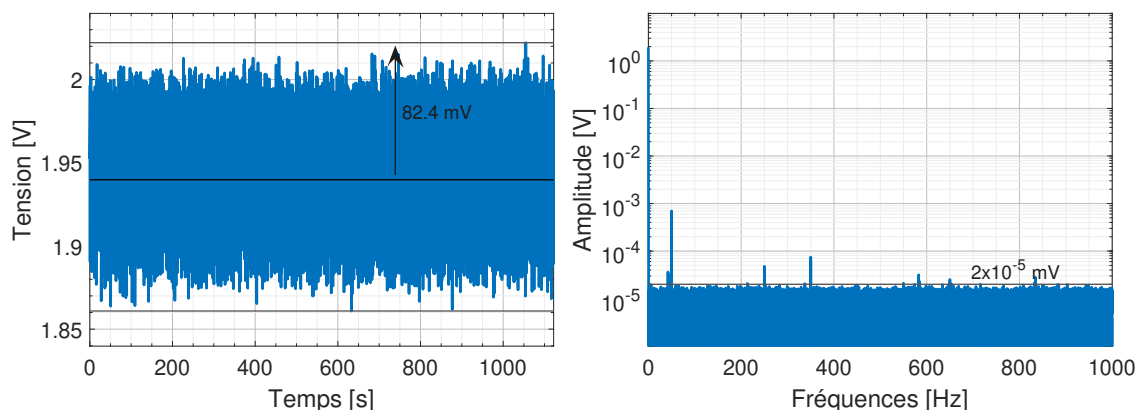


FIGURE 4.3: Mesure du bruit à vide sur la vis 1 avec à gauche le signal temporel mesuré à 2000 Hz durant ≈ 18 min et à droite sa transformée de Fourier.

Cette influence sur les mesures n'impacte pas la justesse et la fidélité^d des mesures statiques, le serrage étant répété successivement. Elle est problématique lorsque les vis sont soumises à des contraintes multiples (flexion, torsion, etc.) lors d'opération dynamique par exemple. En effet,

d. Notion définie à la section 2.2.3.3.

les modes introduisent des contraintes complexes dont l'influence peut débuter dans la plage de caractérisation. C'est une source d'erreur qui nécessite une étude approfondie.

Résolution

La résolution^e des vis dépend du système d'acquisition numérisant le signal analogique. Ce signal est acquis entre -10 V et $+10\text{ V}$ sur une carte 24 bits. La quantification en tension comprend donc 2^{24} points de mesures. La plus petite variation de tension mesurable correspond à l'écart de tension entre ces points. Elle est de $5.96 \times 10^{-8}\text{ V}$ sur la vis 1 et équivaut à une force de 0.149 mN .

Dans la pratique, la résolution est limitée par le bruit du système d'acquisition (inherent noise). Le bruit est lié à plusieurs phénomènes physiques (température, etc.). Il a été évalué ici sur la vis 1 à vide par une mesure de plusieurs minutes échantillonné à 2 kHz , voir la figure 4.3. La transformée de Fourier du signal temporel renseigne le bruit moyen jusqu'à 1 kHz de $2 \times 10^{-5}\text{ V}$. Ce bruit correspond à une variation de 49.85 mN et caractérise la résolution des vis instrumentées. Cette résolution suffit aux mesures statiques et dynamiques du banc d'analyse mécanique.

4.1.2 Étalonnage dynamique des vis instrumentées

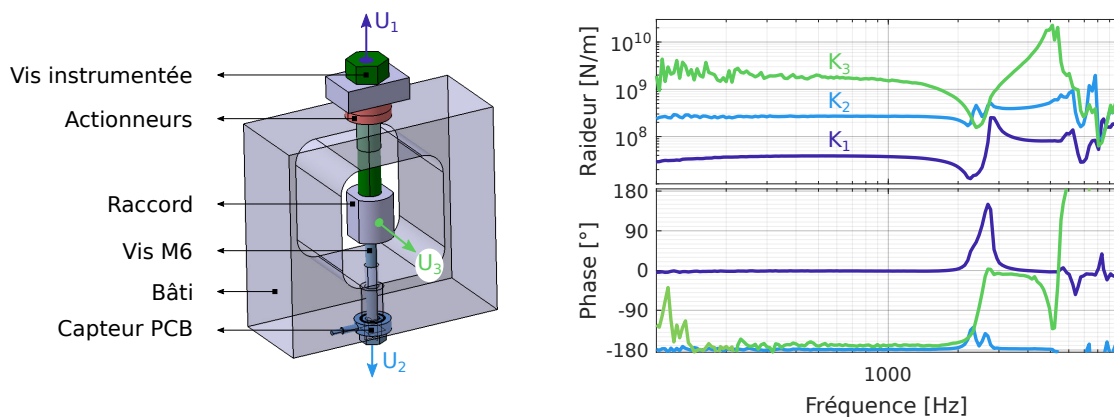


FIGURE 4.4: À gauche le montage utilisé pour l'étalonnage dynamique des vis instrumentées avec un capteur de force PCB. À droite, les raideurs dynamiques mesurées avec les accéléromètres et le capteur PCB. La raideur $\hat{K}_3(\omega)$ calculée avec des mesures normales aux vis renseigne le premier mode propre du banc : un mode flexion des vis à 2460 Hz . Il limite le domaine de caractérisation et entraîne des réjections sur les mesures de déplacement $\hat{U}_1(\omega)$ et $\hat{U}_2(\omega)$ colinéaires aux vis.

L'étalonnage dynamique a été réalisé sur un montage présenté à la figure 4.4. Le montage lie une vis instrumentée à un capteur de force étalon, le PCB 201B04. Ce capteur de force piézoélectrique doit être préchargé de 1780 N pour que sa sensibilité soit garantie. L'erreur de mesure du capteur est de 1% et correspond au domaine de linéarité du capteur. L'actionnement est réalisé à l'aide de deux pastilles NAC 2125 montées en série et branchées en parallèle. Des accéléromètres sont positionnés sur les vis et leurs raccords pour étudier la dynamique du banc.

L'ensemble des essais présentés dans cette section ne concerne que la vis 1. Le protocole expérimental du banc (signal, FFT, etc.) présenté à la section 3.1.3 est utilisé. Le comportement dynamique est détaillé sur la même figure à l'aide des raideurs dynamiques $K_i(\omega)$ calculées à

e. La résolution est la plus petite variation de la grandeur mesurée qui produit une variation perceptible de l'indication correspondante. Elle peut dépendre, par exemple, du bruit, interne ou externe, ou du frottement. Elle peut aussi dépendre de la valeur de la grandeur mesurée. (Joint Committee for Guides in Metrology, 2008)

partir des mesures de force du capteur PCB, F_{PCB} :

$$K_i(\omega) = -\omega^2 \frac{F_{PCB}(\omega)}{A_i(\omega)} \quad (4.1)$$

Avec l'accélération A_i du capteur i et la pulsation propre ω . La raideur $\hat{K}_3(\omega)$ est particulièrement intéressante puisqu'elle renseigne le premier mode propre du banc, un mode de flexion à 2.46 kHz. Ce mode s'observe particulièrement bien sur cette courbe, car les déplacements ont été mesurés perpendiculairement à l'axe d'excitation. C'est donc un mode transverse à l'excitation. Les autres courbes - correspondant à des déplacements dans l'axe de sollicitation - présentent des anti-résonances aux mêmes fréquences causées par ce même mode. Ces constats permettent d'estimer la plage fréquentielle d'étalonnage du banc, limitée à 2 kHz.

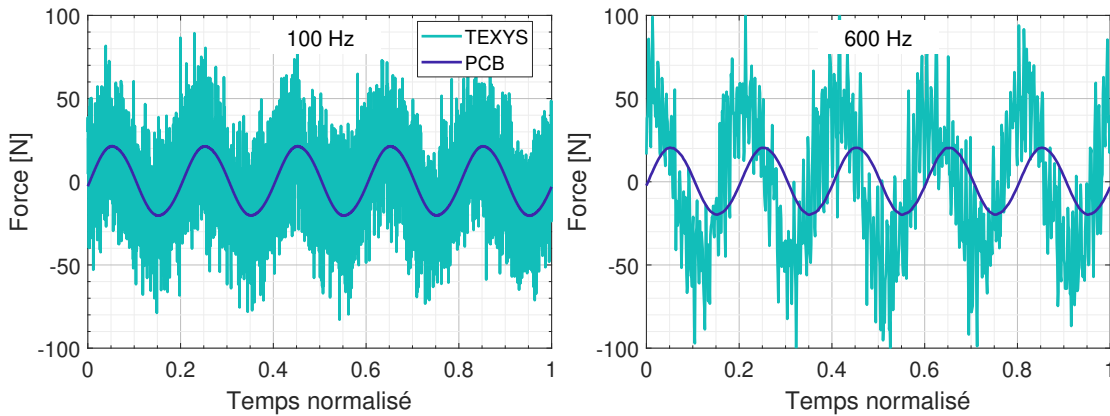


FIGURE 4.5: Signaux temporels des capteurs PCB et Texys d'un essai à $0.5 \mu\text{m}$. La vis Texys a un signal fortement bruité et déphasé du capteur PCB.

L'étalonnage débute par l'observation des signaux temporels des capteurs de force d'un essai à $0.53 \mu\text{m}$ d'amplitude, figure 4.5. Les réponses présentent des différences significatives avec le capteur étalon qui fournit un signal lisse indépendant de la fréquence et le capteur Texys qui fournit un signal bruité, déphasé et dépendant de la fréquence. Ces différences caractérisent trois anomalies :

1. La première est le bruit. Il est anormal à cette amplitude, le signal étant bien supérieur à la résolution. Il ne semble pas lié au système d'acquisition puisque le signal du PCB est propre. Il semble probable que les jauges, le conditionneur et son filtrage ou l'alimentation soient en cause. Ce comportement rend les vis inutilisables pour une utilisation comme étalon des pastilles NAC.
2. La seconde est l'accroissement de la force mesurée par le capteur Texys entre 100 Hz et 600 Hz. Le phénomène est confirmé et amplifié sur les courbes fréquentielles présentées à la figure 4.6. Ce comportement n'est pas provoqué par la dynamique du banc : les modes ne sont pas sur cette plage et les inerties sont négligeables (quelques newtons tout au plus à 1 kHz).
3. La dernière est la phase. La mesure semble en avance de phase (phase positive et croissante) par rapport au signal pilotant les actionneurs, le signal dit GBF.^f Cela traduit probablement par un retard de plus d'une demi-période. Ce comportement n'est pas lié à la dynamique du banc.

f. Les cartes d'acquisitions utilisent leur propre horloge interne. Ces horloges ne sont pas synchronisées ce qui génère une phase entre les mesures des cartes. L'acquisition du signal GBF avant amplification sur les deux cartes sert de référence et permet de compenser le phénomène.

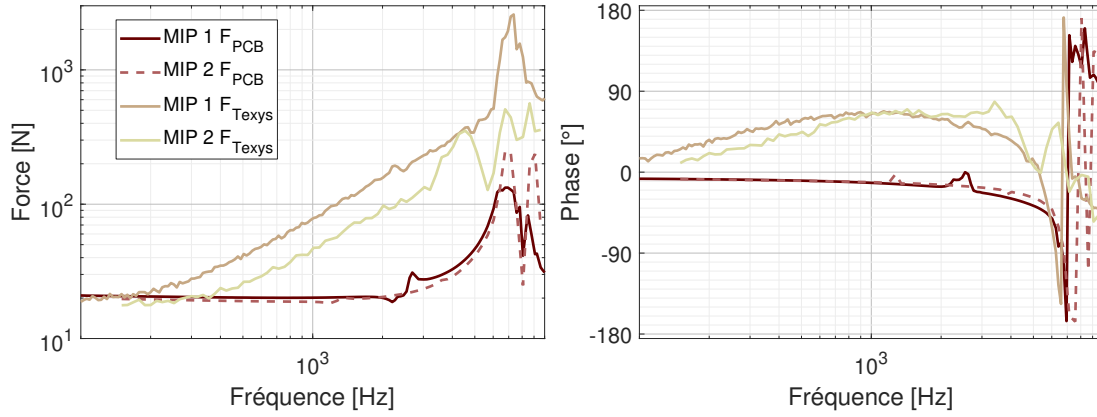


FIGURE 4.6: Force mesurée par les capteurs de force en fonction de la fréquence pour un essai à $0.53\ \mu\text{m}$ d'amplitude et deux Mises en Position, MIP. Les vis instrumentées présentent un comportement atypique caractérisé par une augmentation de la force indépendante du comportement mécanique et une avance de phase occasionnée par un retard important. Les essais ne sont pas répétables.

À ces constats, s'ajoute la non-répétabilité de la manipulation. Les mesures à la figure 4.6 sont issues de deux mises en position consécutives à un démontage complet du dispositif d'étalonnage. Le capteur PCB présente un comportement invariant jusqu'à 2 kHz - variabilité inférieure au pour cent - entre deux montages. Des divergences notables apparaissent au-delà avec la disparition du mode de flexion ou des pics plus marqués à 7 kHz. Elles peuvent être causées par la variation de position ou la disparition des jeux à l'assemblage. À l'inverse, la vis instrumentée présente une variabilité importante se traduisant des 200 Hz par une diminution de 39.83 % de la force mesurée à 1 kHz.

Pour finir cette étude, la sensibilité dynamique a été déterminée en considérant l'égalité des forces mesurées, $\hat{F}_{pcb}(\omega) = \hat{F}_{Texys}(\omega)$, en dépit des constats précédents. La force mesurée par les vis instrumentées, $\hat{F}_{Texys}(\omega)$, est définie par la relation suivante :

$$\hat{F}_{Texys}(\omega) = \hat{U}_{Texys}(\omega)\alpha(\omega) + \beta \quad (4.2)$$

avec $\hat{U}_{Texys}(\omega)$ la tension, $\alpha(\omega)$ la sensibilité et β l'offset. La sensibilité est calculée en combinant l'égalité des mesures de force et la relation précédente :

$$\alpha(\omega) = \frac{\hat{F}_{pcb}(\omega) - \beta}{\hat{U}_{Texys}(\omega)} \quad (4.3)$$

Le diagramme d'étalonnage est tracé avec cette relation. Il est donné à la figure 4.7 pour plusieurs amplitudes. Son étude est pertinente uniquement jusqu'à 200 Hz du fait des variabilités. La sensibilité semble peu dépendante à l'amplitude, pas plus de 0.08 %. Cette dépendance peut être provoquée par la dynamique du banc : les modes propres, même éloignés des fréquences considérées, peuvent présenter une telle influence. Le capteur est considéré comme indépendant de l'amplitude.

4.1.3 Discussions des résultats d'étalonnage

Les résultats mettent en évidence des anomalies dans les mesures dynamiques des vis instrumentées. Les causes de ces anomalies sont indéterminées même si des pistes ont été évoquées. Ces pistes n'incriminent pas nécessairement les vis, en témoignent les interrogations sur le dispositif d'étalonnage :

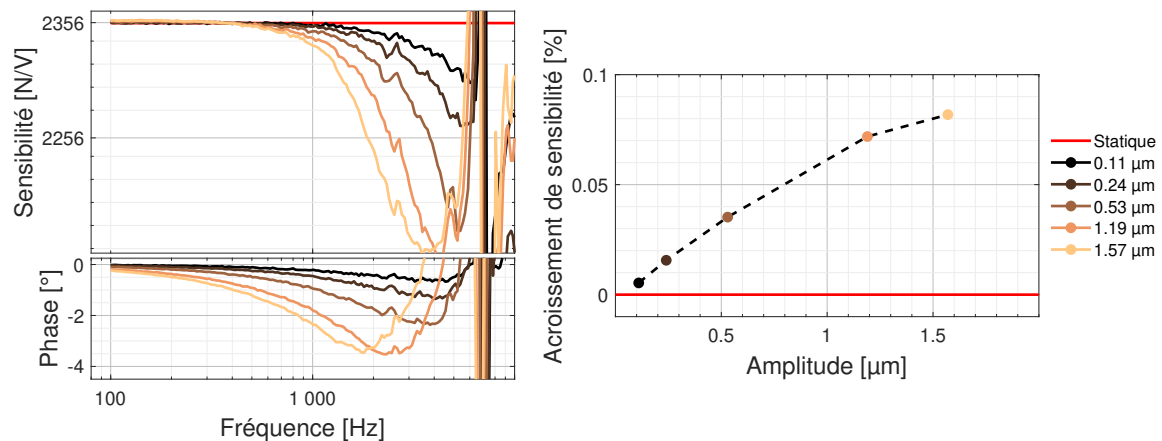


FIGURE 4.7: Sensibilité dynamique en fonction de la fréquence pour plusieurs amplitudes. La sensibilité est déterminée à partir des mesures du PCB pour une même mise en position.

- Les capteurs ne sont pas localisés au même endroit ce qui les conduit à mesurer des comportements différents.
- Les montages possèdent un comportement dynamique flexible peu amorti dont l'influence est possiblement étendue.
- Des non-linéarités ont été constatées à forte amplitude sur le capteur étalon. Elles sont peut-être dues à des frottements liés aux faibles jeux fonctionnels du banc.
- La qualité de réalisation du bâti et du raccord laisse à désirer. Elle peut générer des flexions de la vis.

Faute de temps et de moyens, ces pistes n'ont pas été investiguées. *En conclusion, les vis instrumentées ne peuvent être envisagées pour une utilisation dynamique contrairement à une utilisation statique.*

4.2 Campagne sur le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence

La campagne de caractérisation sur le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018 à été réalisée sur des échantillons de $20 \times 30 \text{ mm}^2$ avec :

- des Shims automobile MSC048^g et des Silicones E44 pour comparer les résultats obtenus sur les deux bancs d'analyse mécanique dynamique haute fréquence. Ces comparaisons permettent un regard critique sur le banc développé. Elles sont conduites sur la raideur échantillon, les Shims étant des composants hétérogènes anisotropes. Les échantillons utilisés sont donc les mêmes.
- les adhésifs 8364/1107 et 9105/1307 d'Aderis afin d'étudier les performances des bancs et de comparer l'ensemble des dispositifs présentés dans la thèse. Les échantillons utilisés à cette occasion ont été dimensionnés pour maximiser la fréquence maximale de caractérisation tout en prenant en compte les difficultés liées à leurs fabrications.

Les échantillons adhésifs ont été collés à même le banc à 0.5 mm d'épaisseur pour la référence 8364/1107 et 1 mm pour la référence 9105/1307. Ils ont été dimensionnés pour que leur raideur théorique respective soit de $129 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et $159 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ à 20°C grâce aux données du chapitre 2, voir la figure 2.17. Les échantillons libres pour le banc modulaire ont été découpés dans des

g. Les shims testés dans cette section l'ont été sans l'adhésif qui les maintient en position sur les freins à disque. Les résultats expérimentaux présentés à la figure 3.9 ont été obtenus avec des shims avec adhésifs. Ils ne peuvent être comparés puisque la colle des shims joue un rôle important dans leur comportement mécanique.

plaques de 1 mm d'épaisseur. Leur raideur théorique attendue est inférieure ou égale à celle précédemment calculée.

Le domaine de caractérisation du banc, présenté à la section 3.3.3, permet d'estimer la fréquence maximale de caractérisation : 2 kHz. Elle aurait pu être augmentée en diminuant la souplesse apparente des échantillons. Cela aurait nécessité de diminuer l'épaisseur des échantillons en respectant des préconisations du fabricant, c'est-à-dire qu'elle n'aurait pas pu être inférieure à 0.15 mm. Il aurait été possible d'atteindre, en théorie, 4 kHz dans ces conditions. Cependant, la réalisation d'un joint de colle aussi fin rend délicat le protocole expérimental. C'est la raison pour laquelle un compromis sur l'épaisseur a été trouvé.

Cette limite pratique illustre l'une des contraintes du banc : *la raideur apparente des échantillons définit la plage fréquentielle de fonctionnement. Ce comportement est lié à leur fonction structurelle. En conséquence il dépend des matériaux testés.* Ainsi, il est techniquement possible de tester des matériaux souples à des fréquences élevées sous la forme d'un film^h. Cette approche n'est pas possible pour l'ensemble des matériaux et n'est pas représentative. En effet, la caractérisation doit être faite à une échelle où les polymères peuvent être considérés comme homogènes, c'est-à-dire qu'aucune organisation n'est visible et que la taille des composants (charge, enchevêtrement) est petite. Cela ne limite pas l'intérêt de la campagne présentée ci-dessous. Cette dernière a pour but de comparer les dispositifs étudiés dans ce mémoire et d'estimer les performances du banc 2018. Les résultats permettront d'affiner le domaine de caractérisation estimé numériquement.

4.2.1 Calcul des grandeurs mécaniques

Les problèmes rencontrés avec les capteurs de forces rendent inexploitable le banc développé au chapitre 3. Ce montage, dénommé « configuration optimisée » dans la suite du mémoire, ne permet pas le remplacement des capteurs pressentis sans modifications majeures du banc. En effet, les capteurs piézoélectriques annulaires du marché sont bien plus épais que les pastilles NAC et ne s'insèrent pas entre les supports.

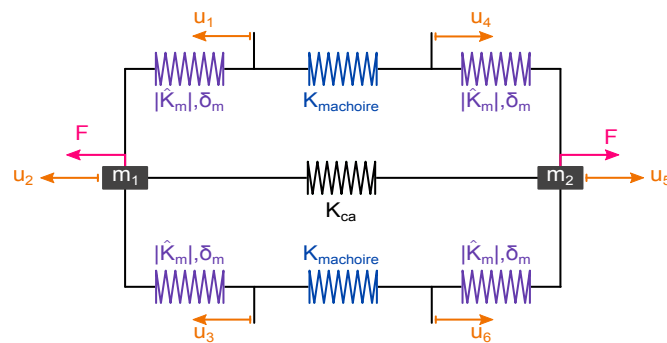


FIGURE 4.8: Modèle rhéologique du banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018. Il est construit de la même façon que le modèle du banc 2011 (voir la section 3.1.2) avec comme ajout la raideur des mâchoires $K_{machoire}$ pour la mesure de force indirecte et la raideur de la chaîne d'actionnement K_{ca} nécessaire à cause des vis de précharge.

Cependant, la configuration optimisée peut être évaluée par une approche moins invasive rendue possible par les mesures de déplacements aux bornes des mâchoires. Le modèle rhéologique introduit à la section 3.15 a été modifié dans ce but. Ce nouveau modèle est présenté à la figure 4.8. Il modélise les échantillons par la raideur complexe mesurée \hat{K}_m et la chaîne d'actionnement

h. Un échantillon est sous la forme d'un film lorsque son épaisseur est bien plus faible que ses autres dimensions.

par une raideur équivalente K_{ca} correspondant à la raideur des vis de précharge dans la configuration optimisée et deux masses ponctuelles (m_1, m_2). La force générée par les actionneurs F est inconnue contrairement à celle subie par les échantillons. Cette dernière est déterminée grâce aux mesures de déplacement et à la connaissance de la raideur mâchoire $K_{mchoire}$. Les masses des mâchoires sont négligées, car leur contribution est minime du fait leur faible déplacement. La dynamique du banc dans le domaine fréquentiel est décrite par les équations suivantes :

$$\begin{aligned} -\omega^2 m_1 \hat{U}_2(\omega) &= -\hat{F}(\omega) - K_{ca}(\hat{U}_2(\omega) + \hat{U}_5(\omega)) - \hat{K}_m(\omega)(2\hat{U}_2(\omega) - \hat{U}_1(\omega) - \hat{U}_3(\omega)) \\ -\omega^2 m_2 \hat{U}_5(\omega) &= -\hat{F}(\omega) - K_{ca}(\hat{U}_2(\omega) + \hat{U}_5(\omega)) - \hat{K}_m(\omega)(2\hat{U}_5(\omega) - \hat{U}_4(\omega) - \hat{U}_6(\omega)) \end{aligned} \quad (4.4)$$

avec le terme $K_{ca}(\hat{U}_2(\omega) + \hat{U}_5(\omega))$ correspondant à la force élastique de la chaîne d'actionnement. Ces équations sont complétées par les égalités suivantes :

$$\begin{aligned} \hat{K}_m(\hat{U}_1(\omega) - \hat{U}_2(\omega)) &= \hat{K}_m(\hat{U}_4(\omega) - \hat{U}_5(\omega)) = -K_{mchoire}(\hat{U}_1(\omega) + \hat{U}_4(\omega)) \\ \hat{K}_m(\hat{U}_3(\omega) - \hat{U}_2(\omega)) &= \hat{K}_m(\hat{U}_6(\omega) - \hat{U}_5(\omega)) = -K_{mchoire}(\hat{U}_3(\omega) + \hat{U}_6(\omega)) \end{aligned} \quad (4.5)$$

La somme des degrés de liberté permet le calcul de la raideur mesurée :

$$\hat{K}_m^a(\omega) = \frac{2\hat{F}(\omega) - 2K_{ca}(\hat{U}_2(\omega) + \hat{U}_5(\omega)) + m_1\omega^2\hat{U}_2(\omega) + m_2\omega^2\hat{U}_5(\omega)}{2\hat{U}_2(\omega) + 2\hat{U}_5(\omega) - \hat{U}_1(\omega) - \hat{U}_3(\omega) - \hat{U}_4(\omega) - \hat{U}_6(\omega)} \quad (4.6)$$

Cette relation indéterminée ($F(\omega)$ inconnu) est notée ^a dans la suite du chapitre. La notation se propage à l'ensemble des grandeurs mécanique avec, par exemple, le module de cisaillement $\hat{G}^a(\omega)$ calculé avec $\hat{K}_m^a(\omega)$. L'indétermination est contournée en utilisant les égalités 4.5 :

$$\hat{K}_m^b(\omega) = -2K_{mchoire} \frac{\hat{U}_1(\omega) + \hat{U}_3(\omega) + \hat{U}_4(\omega) + \hat{U}_6(\omega)}{2\hat{U}_2(\omega) + 2\hat{U}_5(\omega) - \hat{U}_1(\omega) - \hat{U}_3(\omega) - \hat{U}_4(\omega) - \hat{U}_6(\omega)} \quad (4.7)$$

Cette relation est notée ^b dans la suite du chapitre. Elle se propage à l'ensemble des grandeurs mécanique. Elle est inadaptée à basses fréquences en raison de l'imprécision des mesures accélérométriques à faibles amplitudes pour les déplacements $\hat{U}_1(\omega)$, $\hat{U}_3(\omega)$, $\hat{U}_4(\omega)$ et $\hat{U}_6(\omega)$. En conséquence, les essais dans ces plages doivent être réalisés en maximisant l'amplitude. Cette condition est facilitée par la linéarité des adhésifs (cf. section 2.2.2.3) permettant de s'affranchir de l'asservissement en amplitude et d'effectuer les essais à pleine puissance. Cela devra être confirmé expérimentalement sur la plage d'amplitude pour les trois adhésifs.

La campagne ne peut être effectuée que si $K_{mchoire}$ est connue avec précision. Bien qu'estimée numériquement à $1997 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, cette dernière peut et doit être mesurée expérimentalement. Cette opération est impossible dans la configuration optimisée puisque la force $F(\omega)$ n'est pas mesurée, en témoigne la relation obtenue avec 4.6 et 4.7 :

$$K_{mchoire}(\omega) = -\frac{2F(\omega) - 2K_{ca}(\hat{U}_2(\omega) + \hat{U}_5(\omega)) + m_1\omega^2\hat{U}_2(\omega) + m_2\omega^2\hat{U}_5(\omega)}{2(\hat{U}_1(\omega) + \hat{U}_3(\omega) + \hat{U}_4(\omega) + \hat{U}_6(\omega))} \quad (4.8)$$

Une nouvelle configuration dite dégradée a été mise en place pour contourner ce problème. Elle est présentée dans les sections qui suivent.

4.2.1.1 Étude du fonctionnement statique de la configuration optimisée

Les raideurs mesurées comprennent les déformations des échantillons, mais aussi celle du banc entre les accéléromètres. C'est une source d'erreur qui peut être corrigée en modélisant le comportement quasi statique du banc comme pour le banc 2011 (cf. section 3.1.2). Cette modélisation

s'appuie sur le montage en série des composants. La raideur mesurée théorique $K_{m(th)}$ est liée à la raideur échantillon théorique $K_{e(th)}$ et la raideur du banc K_{dma} par la relation suivante :

$$K_{m(th)} = \frac{K_{e(th)}K_{dma}}{K_{e(th)} + K_{dma}} \quad (4.9)$$

La notation (th) indique que les grandeurs sont issues de cette relation. Elle différencie les grandeurs mécaniques théoriques de celles obtenues par simulation, notées (s) et introduites par la suite. La raideur du banc K_{dma} est une donnée du problème. Elle a été identifiée grâce à une simulation éléments finis et à la relation 4.6. La simulation a été conduite sur modèle éléments finis (similaire à celui du banc 2011, cf. section 3.1.4.2) du banc monté sans échantillons, les interfaces entre les supports et les mâchoires étant encastées à l'aide d'une contrainte "Tie". Les mesures ont été relevées au niveau des capteurs. La raideur K_{dma} identifiée vaut $11\,105\text{ N}\cdot\mu\text{m}^{-1}$.

La raideur mesurée $K_{m(th)}$ évolue en fonction de la raideur de l'échantillon. Il est possible d'évaluer l'erreur commise en posant la relation suivante :

$$\exists \alpha \in [0, +\infty] \text{ tel que } K_{dma} = \alpha K_{e(th)} \quad (4.10)$$

La relation 4.9 devient alors :

$$K_{m(th)} = \frac{\alpha}{1 + \alpha} K_{e(th)} \quad (4.11)$$

En considérant un échantillon aussi raide que le banc, c'est-à-dire $\alpha = 1$, l'erreur commise lors de la mesure sous-estime les propriétés mécaniques de 50 %. Cette erreur est indépendante de la fréquence : elle est systématique.

Notations	Significations	Formules
$K_{e(th)}$	Raideur échantillon théorique	1, 10, 100, 1000, 10 000 N. μm^{-1}
$K_{m(th)}$	Raideur mesurée théorique	$\frac{K_{e(th)}K_{dma}}{K_{e(th)} + K_{dma}}$
$K_{m(s)}^a$	Raideur mesurée avec la relation 4.6 et issue des éléments finis	$\frac{2F - 2K_{CA}}{2U_2 + 2U_5 - U_1 - U_3 - U_4 - U_6}$
$K_{m(s)}^b$	Raideur mesurée avec la relation 4.7 et issue des éléments finis	$\frac{-2K_{mchoire}(U_1 + U_3 + U_4 + U_6)}{2U_2 + 2U_5 - U_1 - U_3 - U_4 - U_6}$
$K_{a(s)}$	Raideur apparente issue des éléments finis	$\frac{F}{U_2 + U_5}$

TABLE 4.2: Significations et calculs des grandeurs étudiées lors de l'étude statique du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2018

Cette modélisation est limitée aux phénomènes de traction/compression. Une simulation élément fini a été conduite pour confirmer sa pertinence. Les calculs ont été effectués avec un déplacement imposé transposant le fonctionnement normal du banc sans précharge, c'est-à-dire celui de l'actionneur imposant une déformation de $1\mu\text{m}$. Les résultats donnés à la figure 4.9 présentent l'évolution des raideurs mesurées en fonction des différentes formules de post-traitement :

- la raideur apparente $K_{ap(s)}$ obtenue avec la relation 3.14. Elle n'apporte aucune correction.
- la raideur mesurée $K_{m(s)}^a$ obtenue avec la relation 4.6. Elle corrige les phénomènes inertiels (inexistants ici), utilise les déplacements relatifs et les mesures de force directe.
- la raideur mesurée $K_{m(s)}^b$ obtenue avec la relation 4.7. Elle corrige les phénomènes inertiels (inexistants ici), utilise les déplacements relatifs et les mesures de force indirecte.

Les résultats sont normalisés par rapport à la raideur théorique $K_{e(th)}$. Ils doivent être comparés à l'évolution théorique de la raideur mesurée $K_{m(th)}$ d'un échantillon en série avec K_{dma} . Cette évolution est tracée avec la relation 3.8.

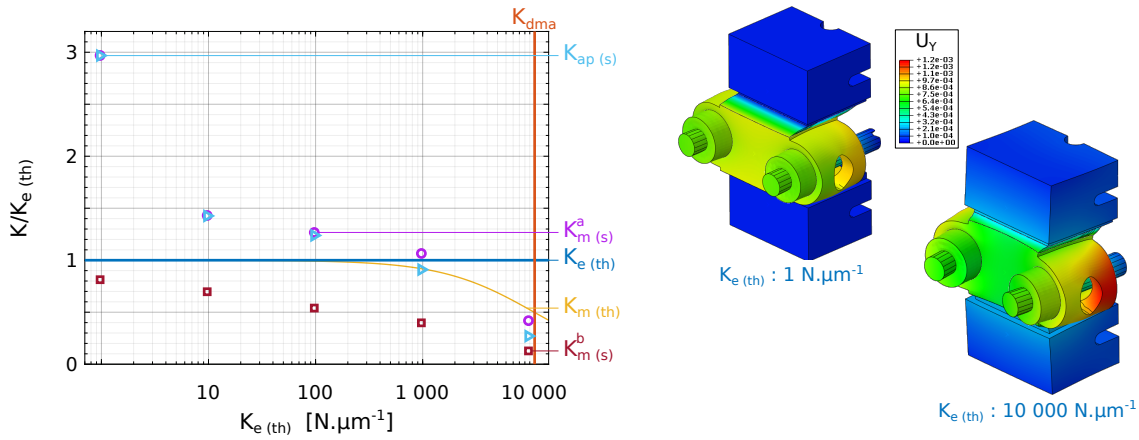


FIGURE 4.9: Évolution normalisée des formules de post-traitement obtenue par simulation sur le banc 2018 pour différentes raideurs échantillons.

Le banc ne se comporte pas comme prévu. La raideur mesurée avec le capteur de force $K_{m(s)}^a$ ne suit pas l'évolution théorique $K_{m(th)}$, c'est-à-dire qu'elle n'est pas inférieure à la raideur théorique dans toutes les conditions. Au contraire, les mesures sur un échantillon souple de $1 \text{ N.}\mu\text{m}^{-1}$ sont 3 fois plus grandes. Le comportement est meilleur pour des échantillons de plus de $10 \text{ N.}\mu\text{m}^{-1}$. Cette valeur pivot semble correspondre à la configuration dans laquelle la force nécessaire à la déformation des échantillons dépasse celle nécessaire aux vis. La modulation de la raideur K_{ca} , identifiée numériquement et intervenant dans la relation 4.6, ne corrige ce comportement.

Les raideurs obtenues avec les mesures de déplacements aux mâchoires K_m^b sont toujours inférieures à la valeur théorique tout en ne suivant pas l'évolution théorique de $K_{m(th)}$. Ces résultats témoignent de l'inefficacité du post-traitement mis en œuvre sur le nouveau banc et traduisent une perte de représentativité du modèle. Les causes probables sont l'ajout de vis instrumentées modifiant le fonctionnement du banc. Cependant, les résultats numériques permettent une correction :

$$\hat{K}_e^{a|b}(\omega) = \hat{K}_m^{a|b}(\omega) \Psi_c^{a|b} \quad (4.12)$$

avec Ψ_c un vecteur composé des coefficients correctifs fonction de la formule utilisée et noté $a|b$ pour différencier $\hat{K}_m^a(\omega)$ ou $\hat{K}_m^b(\omega)$. Ces coefficients sont identifiés à partir des résultats numériques de la figure 4.9 :

$$\Psi_c^{a|b}(\hat{K}_m^{a|b}(\omega)) = \frac{K_{e(th)}}{K_{m(s)}^{a|b}} \quad (4.13)$$

Les valeurs entre les points sont extrapolées linéairement. Cette approche est suffisante pour évaluer les performances du banc à défaut de proposer un modèle représentatif. La justesse des résultats est à discuter. Le module de cisaillement G de l'échantillon s'obtient ensuite avec la relation suivante :

$$\hat{G}(\omega) = 2\hat{K}_e^{a|b}(\omega) \frac{e}{S} \quad (4.14)$$

avec e l'épaisseur et S la surface d'un échantillon.

4.2.2 Configuration dégradée

La configuration dégradée lève l'indétermination grâce à l'ajout de capteurs de force à proximité des actionneurs et déportés à l'extérieur des supports. Les capteurs sont liés aux autres pièces

par des rondelles en acier épaisses afin de respecter les conditions de contact préconisées pour les capteurs. L'espace entre les supports est comblé avec un empilement de rondelles Belleville. Cette conception autorise le réglage de l'espace entre les supports et de la raideur équivalente de la chaîne. Elle modifie de la dynamique d'actionnement en concentrant les déformations sur la vis et minimisant les déplacements des supports. Le comportement est partiellement corrigé en minimisant la raideur de la chaîne d'actionnement.

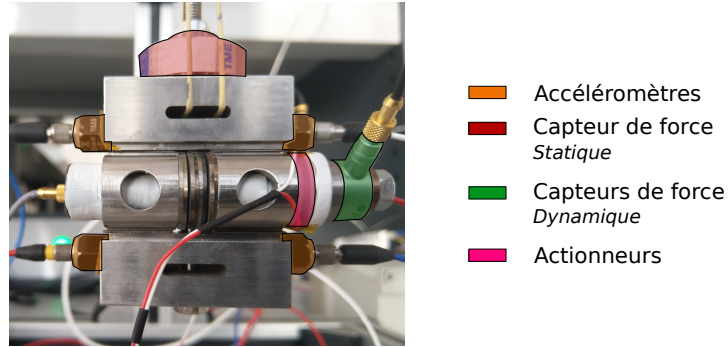


FIGURE 4.10: Banc d'analyse mécanique dynamique en configuration dégradée avec le capteur de force et les actionneurs déportés. Des rondelles Belleville sont positionnées entre les supports. Les pièces sont recouvertes de ruban de Téflon pour minimiser les frottements et maximiser la précision de la précharge.

Les capteurs de force utilisés sont des PCB 201B02. Ces capteurs annulaires déportés forcent l'abandon des vis instrumentées trop courtes. Les vis sont remplacées par des vis M10 partiellement filetées et non instrumentées. Elles voient leur diamètre réduit en M6, les capteurs PCB n'acceptant que des vis de diamètres égaux ou inférieurs au M6. La portion réduite a été minimisée afin de limiter la perte de raideur en traction et en flexion. L'abandon des vis instrumentées contraint à réaliser la précontrainte des actionneurs sans mesures. L'approche retenue est le serrage au couple. L'opération est réalisée à l'aide d'une clé dynamométrique calibrée sur un montage équipé d'un capteur de force mesurant le signal continu. Les surfaces sous les têtes de vis et sous les écrous ont été recouvertes de Téflon en rouleau pour limiter les frottements et minimiser l'incertitude, voir le tableau 3.2. L'incertitude de cette méthode a été estimée à 15%. La précharge appliquée est un compromis entre celles requises pour les actionneurs et les capteurs. Ce compromis engendre une variation de la sensibilité des capteurs PCB prise en compte dans la suite du mémoire.

Les manipulations des céramiques nues ont occasionné des retards. La difficulté majeure a été causée par les câbles d'alimentation soudés aux actionneurs. Ces câbles ont été arrachés à plusieurs reprises lors des essais occasionnant un court circuit et endommageant l'amplificateur de puissance. Les avaries consécutives ont occasionné 6 mois de délai sur la campagne. Les mesures prises pour réduire les risques d'avaries ont permis leurs disparitions. Elles ont consisté à :

- tropicaliser l'ensemble des pièces mécaniques à l'exception des surfaces utiles,
- renforcer les soudures avec un apport en étain,
- traiter les actionneurs avec des polymères (tropicalisation et rouleau adhésif) pour isoler et reprendre les contraintes mécaniques aux soudures

La configuration dégradée a pour objectif la détermination de la raideur des mâchoires expérimentalement. Les paramètres de ce modèle ont donc été identifiés sur un montage sans échantillons dans un premier temps. Une campagne de caractérisation a ensuite été conduite sur le banc 2018 et 2011 pour l'adhésif 9105, les Shims et des Silicones. Ces développements sont traités dans la suite de ce mémoire.

4.2.2.1 Identification des paramètres du modèle rhéologique

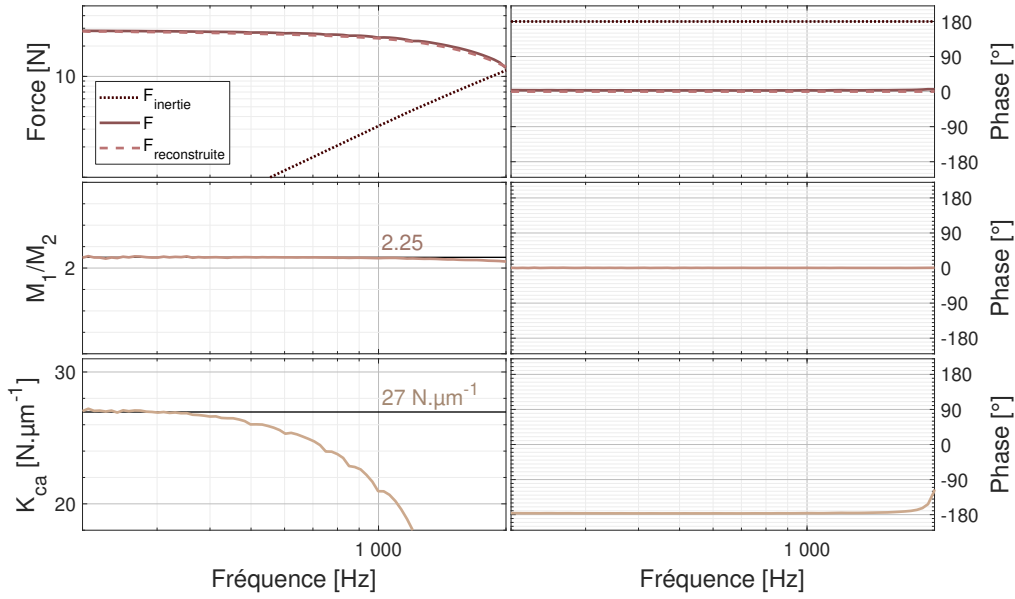


FIGURE 4.11: Identification des paramètres de masse et de raideur du modèle rhéologique introduit à la figure 4.8. L'identification est conduite sur un essai de la chaîne d'actionnement monté sans échantillons.

Les masses (m_1, m_2) et la raideur équivalente de la chaîne d'actionnement K_{ca} ont été identifiées sur des essais sur la chaîne d'actionnement suspendue. L'identification repose sur le modèle présenté à la figure 4.8 et ne conserve que les degrés de liberté rattachés à la chaîne d'actionnement. Les équations décrivant le comportement dynamique sont obtenues en appliquant le principe fondamental de la dynamique à chacun des degrés de liberté :

$$\begin{aligned} m_1 \omega^2 \hat{U}_2(\omega) &= \hat{F}(\omega) + K_{ca}(\hat{U}_2 + \hat{U}_5) \\ m_2 \omega^2 \hat{U}_5(\omega) &= \hat{F}(\omega) + K_{ca}(\hat{U}_2 + \hat{U}_5) \end{aligned} \quad (4.15)$$

avec $\hat{F}(\omega)$ la force générée par l'actionneur et mesurée par le capteur PCB. La mesure étant adjacente à l'application, elle est supposée égale. La raideur équivalente de la chaîne d'actionnement K_{ca} s'exprime en additionnant les degrés de liberté. Les termes inertiels sont négligés, l'identification étant menée à basse fréquence :

$$K_{ca}(\omega) \approx \frac{2\hat{F}(\omega)}{2(\hat{U}_2(\omega) + \hat{U}_5(\omega))} \quad (4.16)$$

Les masses sont déterminées en deux temps. Leur rapport est exprimé dans un premier temps en soustrayant les degrés de liberté. Il est égal aux rapports des accélérations :

$$\frac{m_1}{m_2}(\omega) = \frac{\hat{U}_5(\omega)}{\hat{U}_2(\omega)} \quad (4.17)$$

Elles sont ensuite déterminées en reconstruisant la force mesurée :

$$\hat{F}_{reconstruite}(\omega) = 1/2(m_1 \omega^2 \hat{U}_2(\omega) + m_2 \omega^2 \hat{U}_5(\omega) - 2K_{ca}(\omega)(\hat{U}_2(\omega) + \hat{U}_5(\omega))) \quad (4.18)$$

Les résultats de cette démarche sont illustrés à la figure 4.11. Le rapport des masses m_1/m_2 et la raideur de la chaîne d'actionnement K_{ca} identifiés valent respectivement 2.25 et 27 N.m^{-1} . La raideur correspond aux composants les plus souples de la chaîne : l'empilement de rondelles Belleville. Les masses identifiées valent 264.6 g pour m_1 et 117.6 g pour m_2 .

Ces essais ont permis de détecter un retard de l'électronique caractérisé par une phase décroissante monotone et linéaire atteignant 21.7° à 10 kHz. Le retard est égal à $6.03 \mu\text{s}$ en prenant les accéléromètres en référence. L'ensemble des essais en configuration dégradée présentés par la suite le corrige.

4.2.2.2 Raideur des mâchoires

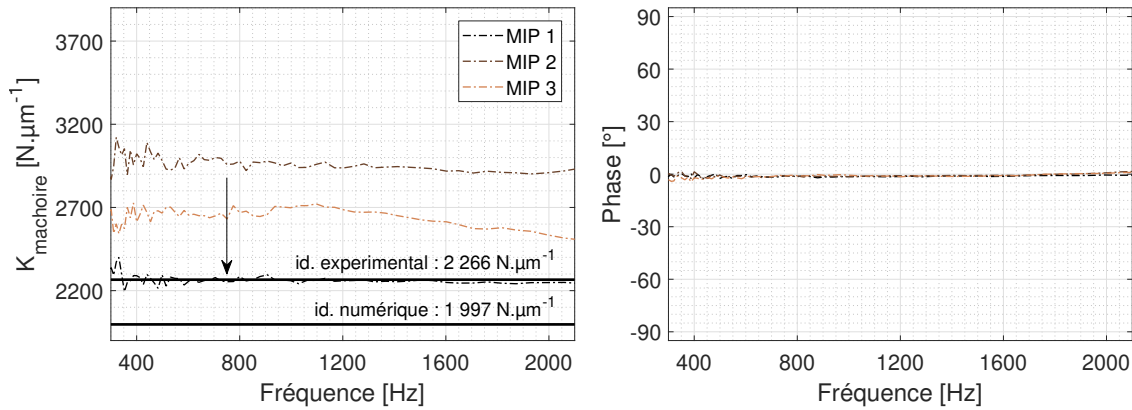


FIGURE 4.12: Identification de la raideur des mâchoires $K_{machoire}$ en configuration dégradée. La valeur mesurée dépend de la MIPe en Position (MIP) des échantillons, mais converge vers $2266 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Elle diffère de la valeur identifiée numérique de 13 %.

La raideur des mâchoires $K_{machoire}$ a été obtenue numériquement avec une simulation éléments finis. Le modèle est construit avec des éléments volumiques tétraédriques quadratiques auxquels les paramètres de l'acierⁱ ont été affectés. Les surfaces en contact avec les échantillons sont en appui plan et subissent des forces surfaciques de directions opposées correspondant à un chargement de 1 kN. La déformée mesurée sur les arêtes extérieures permet de déterminer la raideur $K_{machoire}$. Cette dernière vaut $1997 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

La raideur identifiée numériquement doit être vérifiée expérimentalement avec la relation 4.8 sur les adhésifs 8364 et 9105. Les résultats présentés à la figure 4.12 révèlent l'influence de la MIPe en Position (MIP) avec une variabilité de 30 %. Cette sensibilité aux conditions aux limites a été confirmée numériquement en modulant la surface de contact. Elle peut être limitée en faisant particulièrement attention au positionnement des échantillons.

La valeur identifiée expérimentalement semble converger vers $2266 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Elle est 13.5 % supérieure à celle obtenue numériquement. L'écart peut vraisemblablement s'expliquer par le manque de représentativité de la simulation lié aux conditions aux limites ou au recalage des paramètres matériaux.

4.2.2.3 Résultats et discussions

L'adhésif 9105/1307, les shims MSC5078 sans face adhésive et des silicones E44 ont été caractérisés avec le banc dans cette configuration. Les résultats sur l'adhésif 9105/1307 sont présentés en détail à la figure 4.13. L'indépendance à l'amplitude - présumée à la section 2.2.2.3 - a été confirmée expérimentale entre 100 nm et 500 nm. L'essai a été conduit à tension constante. De même, la précharge n'a pas montré d'influence sur les propriétés mécaniques. Ces observations sont valables pour tous les adhésifs Aderis.

Les spectres de déplacement révèlent une modification du fonctionnement du banc avec les déplacements des supports (\hat{U}_2 et \hat{U}_5) présentant un écart significatif comparativement à ceux

i. $\rho = 7200 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ | $\nu = 0.30$ | $E = 210 \text{ GPa}$

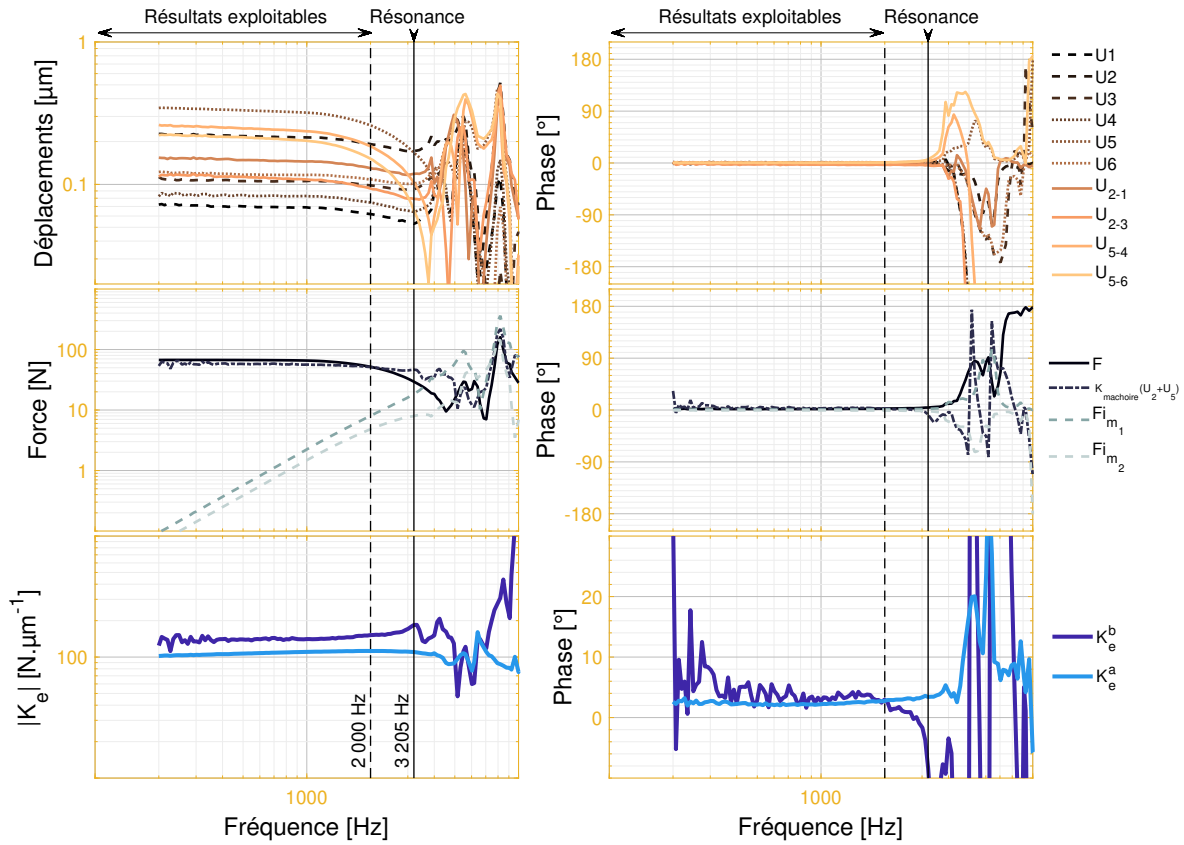


FIGURE 4.13: Résultats détaillés d'un essai conduit sur l'adhésif 9105/1307 sur le banc 2018 en configuration dégradée. Les forces inertielles, Fi_{m_1} et Fi_{m_2} , sont engendrées par les masses m_1 et m_2 . La raideur échantillon est donnée avec la relation 4.6 pour K_e^a et 4.7 pour K_e^b . Elles sont toutes les deux corrigées avec la relation 4.12. Les résultats ne sont exploitables que jusqu'à 2 kHz à cause d'un comportement transverse visible à 3205 Hz.

constatés sur le banc 2011. Les déplacements des mâchoires (\hat{U}_1 , \hat{U}_3 , \hat{U}_4 et \hat{U}_6) présentent aussi un écart plus important et des amplitudes proches de celles des supports. Ces évolutions sont problématiques, car elles impactent la représentativité du modèle rhéologique : les raideurs sont calculées avec la moyenne des déplacements. La justesse des mesures est donc incertaine.

Ces mêmes courbes renseignent la fréquence de saturation de l'amplificateur caractérisée par une chute progressive des amplitudes aux alentours de 1.5 kHz. La fréquence identifiée est plus faible que celle estimée à la section 3.2.1.1 (2 kHz pour rappel). Cette différence s'explique en partie par la capacité^j de 1.8 μF des actionneurs branchés en parallèle. La valeur est supérieure à celle donnée par le fabricant tout en restant dans l'intervalle de variation indiqué. Pour finir, l'amplitude de déplacement à pleine puissance n'atteint pas 1 μm . Elle semble limitée par la pré-charge inférieure à celle initialement calculée pour accommoder les capteurs PCB. Les résultats restent exploitables puisque les mesures sur les mâchoires sont peu bruitées.

Les raideurs K_e^a et K_e^b sont données sur cette même figure 4.13. Elles présentent un comportement mécanique en accord avec celui obtenu au chapitre 2 à 20 °C (cf. la figure 2.17). Les grandeurs complexes comparées diffèrent, mais leur évolution est similaire : elles varient peu en amplitude et en phase. La première, K_e^a , est lisse en amplitude et en phase. Elle est exploitable jusqu'à 3205 Hz. Valeur à partir de laquelle elle commence à diminuer en amplitude. La seconde, K_e^b , est exploitable sur une plage restreinte comprise entre 500 Hz et 2 kHz. La limite haute est due à un comportement dynamique transverse limitant à 3205 Hz tandis que la limite basse est liée à la

j. Capacité mesurée à 20 °C avec un multimètre.

phase bruitée. Les deux post-traitements présentent un écart constant de 35.2% faisant penser à l'incertitude sur $K_{m\text{choire}}$.

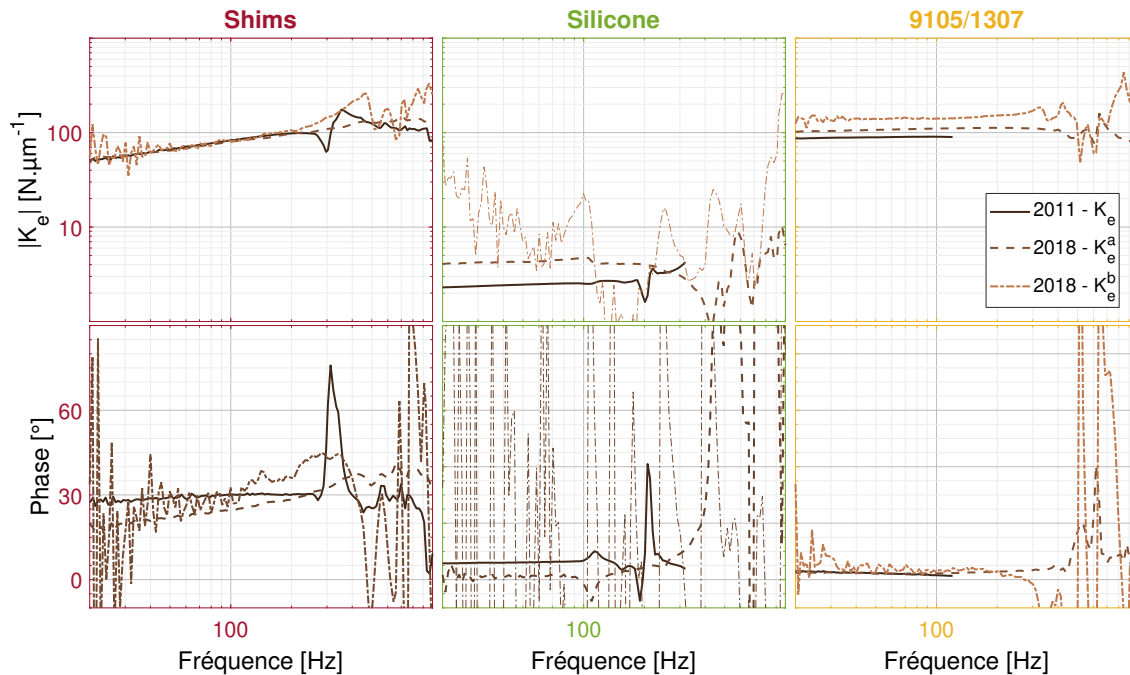


FIGURE 4.14: Comparaison des analyses mécaniques dynamiques sur le banc 2011 et le banc 2018 en configuration dégradé. Les essais ont été conduits sur le shims MSC048 sans colle, le silicone E44 et l'adhésif 9105/1307. Ils sont espacés de plusieurs années dans les deux premiers cas.

Les résultats des deux bancs sont comparés à la figure 4.14 :

- ils se superposent en amplitude mais pas en phase sur les Shims.
- ils suivent la même tendance, mais ils ne se superposent pas sur les silicones E44.
- ils se superposent en phase mais pas en amplitude sur l'adhésif 8364/1107.

Les écarts constatés dépendent des matériaux et sont difficilement interprétables. Les phénomènes de vieillissement des polymères ou encore l'absence de relevé de température sur le banc 2011 sont des explications plausibles pour les Shims ou les silicones. En effet, les essais sur ces deux matériaux ont été réalisés par F. Renaud plusieurs années auparavant avant d'être reproduits sur le banc 2018 avec les mêmes échantillons. Ces pistes ne tiennent pas pour l'adhésif Aderis puisque ces derniers ont été caractérisés sur les deux bancs à quelques semaines d'intervalle et aux mêmes températures.

L'exactitude des mesures questionne. Le banc 2011 a le plus de crédit pour deux raisons. La première est qu'il bénéficie d'un retour d'expérience plus grand. La seconde raison est l'incertitude relative au post-traitement du banc 2018, évoquée à la section 4.2.1.1. Cependant, les deux bancs corréleront l'évolution des grandeurs mécaniques.

Les deux calculs de la raideur de l'échantillon K_e sur le banc 2018 ne sont pas aussi performants. La raideur K_m^b est systématiquement moins performante et semble sensible à des comportements dynamiques transverses caractérisés par des pics de faibles amplitudes en phase et en amplitude. Elle est totalement inefficace sur les silicones, les échantillons souples ne transmettent pas suffisamment de niveau aux accéléromètres des mâchoires.

Pour conclure, le banc en configuration dégradée montre de meilleures performances fréquentielles que celles estimées à la figure 3.21. Ces résultats laissent penser que le domaine de caractérisation est plus étendu que celui des bancs précédents.

térisation a été construit avec trop de précautions, l'ensemble des modes étant considéré comme néfaste. Le domaine est complété à la section 4.3.2 à $2.5 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ ^k pour les silicones, $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ pour les Shims et les adhésifs. Les limites fréquentielles correspondantes sont respectivement à 900 Hz et 3 kHz.

4.2.3 Configuration optimisée

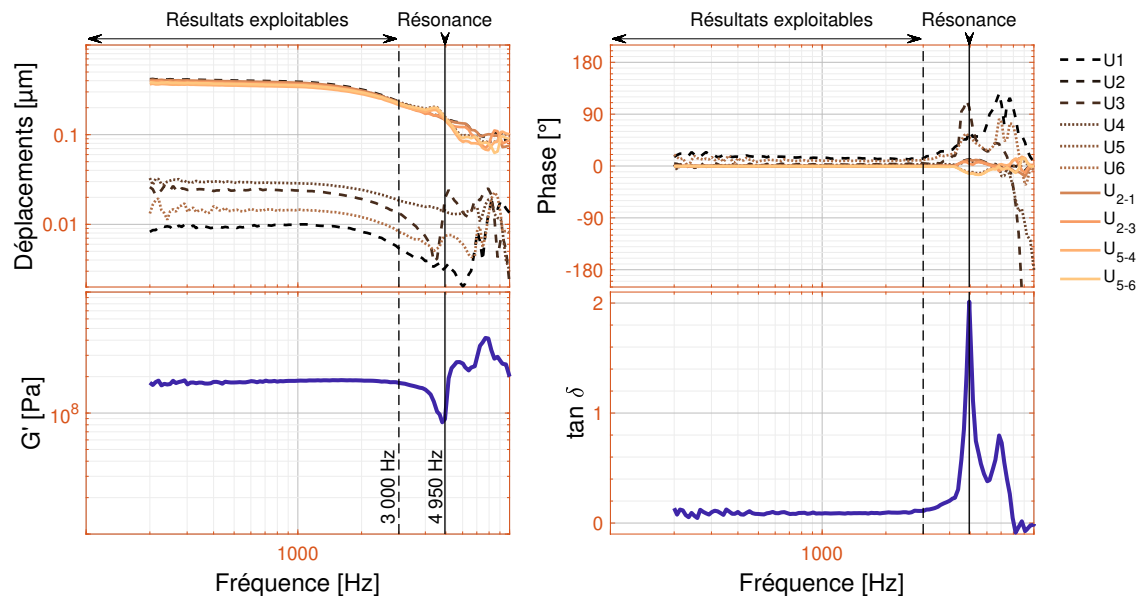


FIGURE 4.15: Résultats d'un essai en configuration optimisée pour l'adhésif 8364/1107. Les résultats sont exploitables jusqu'à 3 kHz à cause d'un comportement transverse visible à 4.9 kHz.

Seul l'adhésif 8364/1107 a été caractérisé sur la configuration optimisée, faute de temps. Les résultats sont présentés à la figure 4.15 pour un essai à pleine puissance non contrôlé en amplitude. Les paramètres de masse du modèle ont été modifiés pour tenir compte de la topologie différente du banc dans cette configuration, le ratio des masses du modèle étant considéré comme unitaire. Les masses m_1 et m_2 valent chacune 172.9 g. La raideur de la chaîne d'actionnement a été identifiée à partir d'une simulation éléments finis. Elle est égale à $218.07 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

Les déplacements correspondent à ceux attendus, c'est-à-dire que les supports se meuvent à une amplitude dix fois plus grande que les mâchoires. L'amplitude reste inférieure à $1 \mu\text{m}$ puisqu'elle atteint 400 nm. C'est une performance plus faible que prévu malgré la précharge de 2 kN. Elle suffit puisque les grandeurs mécaniques calculées sont lisses. Le module de cisaillement est calculé avec la relation 3.9, les paramètres géométriques^l des échantillons et la raideur K_m^b . Contrairement à la configuration dégradée, il est exploitable jusqu'à 3 kHz : le banc interfère avec les mesures à 4950 Hz.

4.3 Performances du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2018

Les campagnes sur l'ensemble des bancs ont en commun la caractérisation de l'adhésif 8364/1107. Les résultats, présentés à la figure 4.16, sont utiles à l'évaluation des performances et à l'exactitude des mesures. Les isochrones obtenues sur le banc DMA+1000 à 20 °C et 25 °C sont préférées

k. Raideurs relevées à la limite fréquentielle supérieure de caractérisation du banc.

l. Épaisseur : 0.55 mm | Surface : $20 \times 30 \cdot 10^{-6} \text{ m}$

aux courbes maîtresses, car les adhésifs Aderis transgressent le principe d'équivalence temps-température. Elles sont affichées pour un échantillon non recuit. C'est une précision importante puisque les adhésifs Aderis sont sujets au post-curing, un phénomène d'accroissement du taux de polymérisation activé par la température. Les caractéristiques mécaniques évoluent fortement à cette occasion, voir la figure 2.15. De même, les isochrones sont présentées jusqu'à 1 kHz malgré l'insuffisance des résultats au-dessus 120 Hz considérés comme inexploitable.

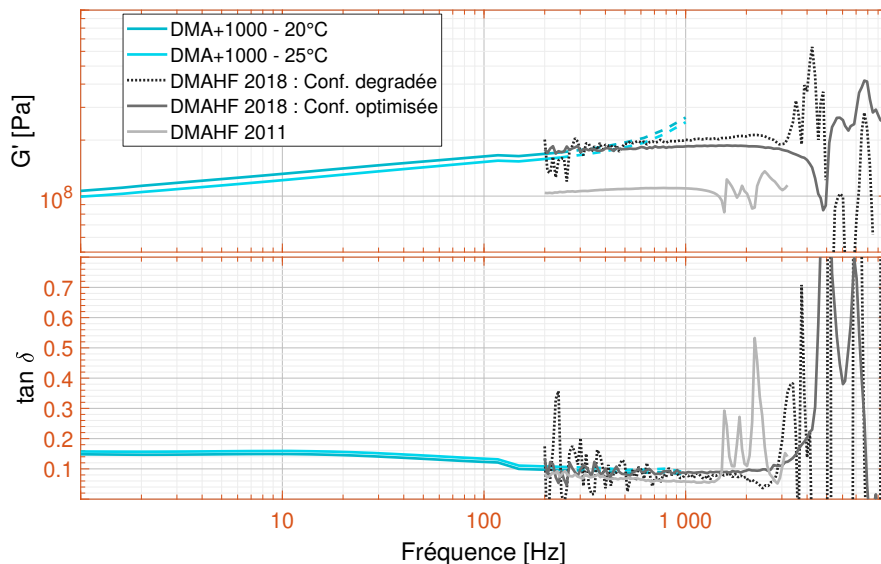


FIGURE 4.16: Module de cisaillement de l'adhésif 8364/1107 mesuré sur les bancs DMA+1000, DMAHF 2018 et 2011.

Les modules de cisaillement mesurés sur le banc 2018 et Metravib sont corrélés en amplitude et en phase jusqu'à 800 Hz. La limite fréquentielle du banc Metravib - 120 Hz - semble donc trop restrictive. Elle a été définie à partir de la lecture de la figure 2.13 : le comportement du banc se détériore à partir de cette fréquence à des températures plus élevées. L'assemblage des données permet de suivre l'évolution du module de cisaillement entre 10 Hz et 3 kHz. Toutefois, l'exactitude des résultats est discutable au vu de ceux du banc 2011 : le module de cisaillement est 40 % inférieur à 200 Hz. Cet écart interroge : **à quel dispositif de mesure accorder le plus de crédit ?** La réponse n'est pas évidente et ce, pour plusieurs raisons :

- L'exactitude des résultats obtenus sur le banc 2018 est incertaine du fait de la variabilité du paramètre $K_{m\text{choire}}$ intervenant directement dans le calcul des grandeurs mécaniques. L'incertitude se propage au module de cisaillement au premier ordre. À ce constat, s'ajoute l'impossibilité de faire coïncider les mesures de K_m^a , K_m^b et du banc 2011.
- Les échantillons utilisés sur le banc Metravib ne respectant pas le dimensionnement préconisé. Leur raideur apparente est supérieure à celle conseillée. Les conséquences ont été observées sur des échantillons en aluminium bien plus rigides et dont le comportement est connu. Le banc sous-estimait très largement les raideurs (section 2.2.3.1). Il est difficile de savoir dans quelle mesure les résultats sont biaisés puisque la correction apportée n'est pas connue.
- Le banc 2011 semble sous-estimer les caractéristiques mécaniques mesurées par Butaud (2016) sur un polymère à mémoire de forme, le tBA/PEGDMA.

Plus généralement, les résultats obtenus sur plusieurs dispositifs sont nécessairement différents. C'est l'ampleur de leur écart qui interroge laissant penser que les caractéristiques mécaniques de l'adhésif se trouvent entre les mesures. À défaut, les différentes campagnes montrent une évolution commune des grandeurs mécaniques mesurées. C'est un bon résultat qui confirme

l'intérêt des dispositifs développés à Supméca depuis 2011.

L'étude des performances est poussée plus en avant dans cette section grâce à une analyse modale expérimentale du banc monté en configuration optimisée. Elle est menée afin d'identifier avec plus de précision les comportements dynamiques problématiques. Ces informations sont utiles pour compléter le domaine de caractérisation et identifier les modes gênants.

4.3.1 Analyse modale expérimentale

Une analyse modale expérimentale a été réalisée sur le banc 2018 en configuration optimisée par F. Deux de la société Polytec. Le banc a été étudié dans des conditions proches de celles de caractérisation, c'est-à-dire suspendu et instrumenté. Le montage est présenté à la figure 4.17. L'excitation utilisée est de type chirp, un signal transitoire sinusoïdal d'amplitude constante, mais dont la fréquence est modulée rapidement entre 1 kHz et 16 kHz. Les déplacements sont mesurés en plusieurs points par un vibromètre^m laser à balayage de Polytech, le PSV-I-500. Ces mesures mono-axiales ont été faites sur les surfaces normales au plan de symétrie P3 et P1 défini à la figure 3.1. Les points de mesures ont été définis sur l'ensemble des pièces visibles afin d'étudier leur comportement dynamique et un maillage spécifique à chacune a été créé.

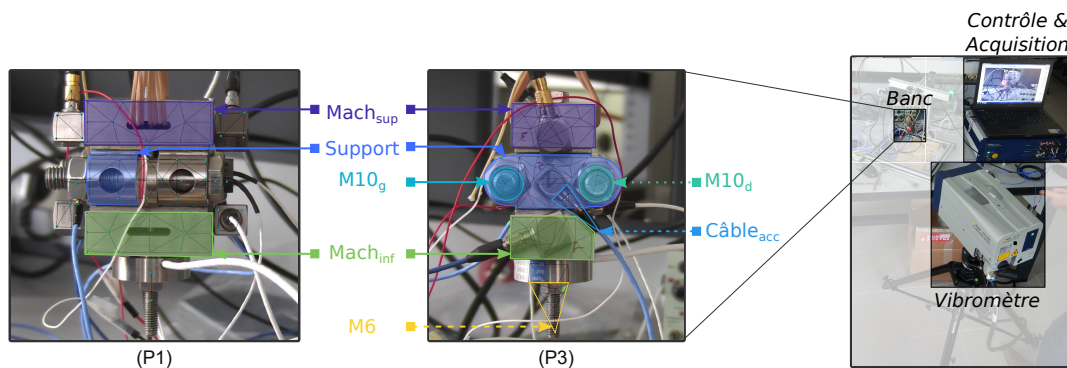


FIGURE 4.17: Configuration de l'analyse modale expérimentale avec à gauche une photo du montage détaillant le vibromètre laser PS500, le système de contrôle/acquisition, le banc. Les photos à droite présentent les plans de vue P1/P3, les maillages associés et les corps rigides. Les points visibles ne sont pas tous exploitables, les résultats étant de faible qualité sur certains.

Les essais ne permettent pas de définir intégralement les déformées modales afin de recalibrer le modèle éléments finis. Leur intérêt réside autre part : ils complètent le domaine de caractérisation en affinant l'estimation de la limite dynamique. Les résultats sont présentés à la figure 4.18 sous la forme des fonctions de transferts des déplacements moyens de chacune des pièces par rapport au support. Dans un premier temps, le comportement quasi statique est étudié en ne considérant que les basses fréquences.

On observe dans le plan d'instrumentations des mesures, le plan P3, une dynamique qui respecte ce qui a déjà été observé. Les mâchoires dénommées $Mach_{sup}$ et $Mach_{inf}$ se meuvent en phase avec les supports, mais avec une amplitude plus faible d'un facteur 10. En revanche, les vis M10 gauche et droite de la chaîne d'actionnement, respectivement $M10_g$ et $M10_d$, ont un déplacement qui suit celui des supports en étant inférieur de 8 %. Cet écart significatif est difficilement explicable. Les simulations statiques ne le corroborent pas. Au contraire, elles montrent que les déplacements des têtes de vis sont plus importants de par la flexion des supports lorsque les échantillons ont une rigidité équivalente à celle du banc. Ce n'est pas le cas ici puisque les échantillons sont 100

m. Un vibromètre laser est un capteur de mesure de vitesse sans contact qui utilise l'effet Doppler entre les signaux optiques émis et reçus afin de déterminer l'amplitude et la phase des vibrations en un point.

fois plus souples. La piste privilégiée est un défaut de mesure lié au très mauvais état de surfaces des vis. Il reste toutefois à confirmer.

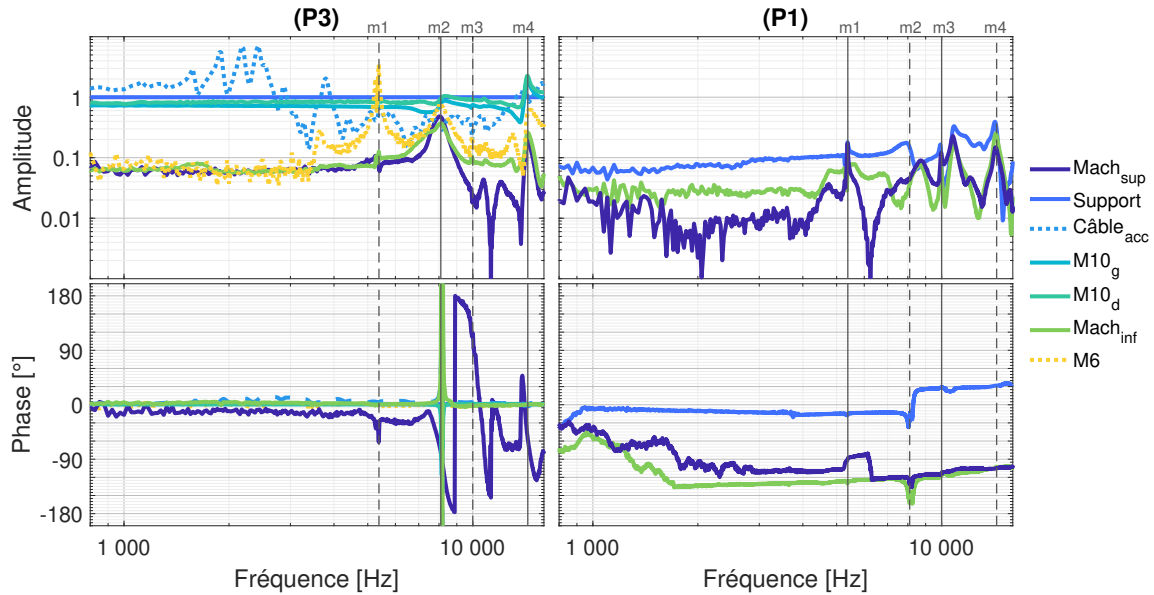


FIGURE 4.18: Spectres des déplacements moyens des corps rigides par rapport aux déplacements du support dans les plans (P3) à gauche et (P1) à droite. Les résonances indiquées m_1 , m_2 , m_3 et m_4 sont respectivement aux fréquences 5383 Hz, 8098 Hz, 10 kHz et 14 kHz.

On observe dans le plan transverse, le plan P1, des déplacements inférieurs d'un facteur 10 à ceux des supports dans le plan P3. Ils sont donc inférieurs ou égaux à ceux mesurés aux mâchoires dans l'axe d'excitation. Le fonctionnement du banc n'est donc pas invalidé. Ces résultats, non prévus par les simulations en raison des conditions limites, interrogent. Des essais supplémentaires avec des échantillons de différentes raideurs seraient nécessaires pour y répondre.

Dans un second temps, l'étude à des fréquences élevées permet de détecter les modes restreignant la plage fréquentielle de caractérisation. Ces modes sont à 5383 Hz, 8898 Hz, 10 kHz et 14 kHz. Le premier et le troisième sont particulièrement marqués dans le plan P1 à l'inverse des deux autres. Le premier mode s'observe à 5383 Hz sur les mâchoires dans les deux plans et sur la vis de précharge. Il n'est pas observable sur les vis M10 et le support. Il correspond à une déformée du filetage libre de la vis M6, particulièrement longue lors de ces essais, couplé au déplacement des mâchoires. Sa fréquence est supérieure de 8.7 % à ce qui est observé sur les mesures optimisées. Cet écart peut être lié à une évolution de la configuration entre les deux essais (vis raccourcies et les accéléromètres différents) ou au type d'excitation (transitoire au lieu de stationnaire).

Les mesures faites sur le câble de l'accéléromètre montrent plusieurs modes entre 1.2 kHz et 3 kHz n'influent pas sur le fonctionnement du banc. Les capteurs utilisés aux cours ces essais étaient câblés perpendiculairement à l'axe d'excitation. Ils ont été remplacés dans la campagne par des capteurs Isotron câblés dans l'axe d'excitation.

4.3.2 Domaine de caractérisation

Le domaine de caractérisation défini au chapitre 3 pour le banc 2018 est enrichi avec les résultats des campagnes de caractérisation et l'analyse modale. Il est présenté à la figure 4.19. Deux limites ont été modifiées. La première modification est causée par l'amplificateur de puissance et passe de 2206 Hz à 1500 Hz. Elle traduit un fonctionnement à pleine puissance permettant d'atteindre une amplitude de 400 nm. Elle ne constitue pas une borne du domaine infranchissable dans le

sens où elle correspond au fonctionnement à l'amplitude maximale.

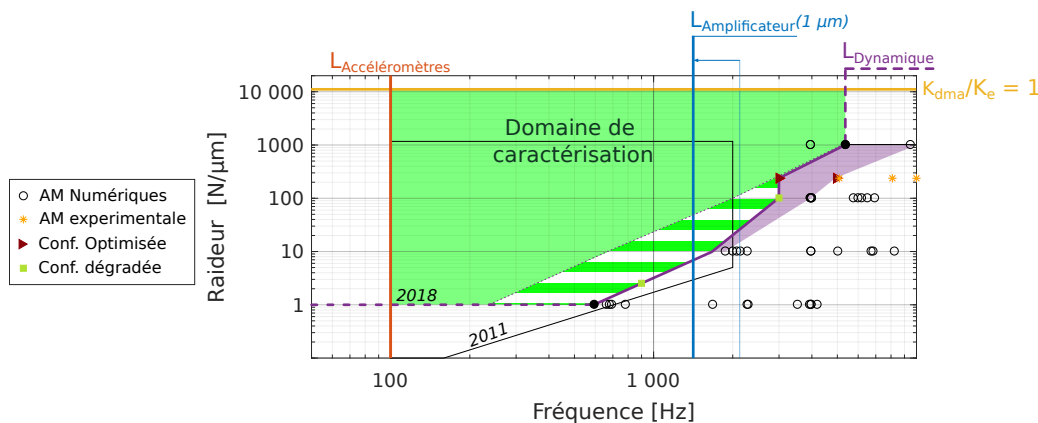


FIGURE 4.19: Domaine de caractérisation enrichi avec les résultats expérimentaux. Les modifications ont touché la limite liée à l'amplificateur de puissance, $L_{\text{Amplificateur}}$, et celle liée à la dynamique du banc.

La seconde limite est liée au comportement dynamique. Les constats faits lors des campagnes sur la configuration optimisée et dégradée ont permis d'ajouter des points correspondant aux comportements dynamiques parasites et leur plage d'influence. Il en résulte que le comportement est meilleur que celui prédit :

- Lorsque la raideur des échantillons est inférieure à $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Le gain alors important est lié aux précautions prises lors de l'estimation des limites du domaine. L'ensemble des modes présent dans ces plages, des modes dits rigides concentrant les déformations dans les échantillons, ont été considérés comme néfastes aux mesures. Ils ne le sont pas et ne semblent pas contrôlables par l'excitation. L'amélioration est significative puisqu'elle permet d'atteindre les 900 Hz pour un échantillon de $2.5 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, soit 300 % d'augmentation.
- Lorsque la raideur des échantillons est supérieure à $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$, le gain est faible. Les mesures sur les Shims présentent une amélioration perceptible tandis que les mesures sur les adhésifs Aderis concordent avec les prédictions. Cela traduit l'évolution du comportement dynamique avec l'apparition des modes globaux qui sont bien prédits par le modèle éléments finis. Les performances estimées dans cette plage sont donc justes.

Une façon différente d'appréhender le domaine de caractérisation est de le lier aux propriétés mécaniques des matériaux. Les matériaux présentant un module de Young supérieure à 2 GPa peuvent être dimensionnés pour atteindre les $1000 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. L'épaisseur des échantillons est alors supérieure à 1 mm ce qui ne présente pas de difficulté majeure pour leur fabrication. La plage fréquentielle est maximisée et atteint 5362 Hz. Les matériaux qui rentrent dans cette catégorie sont principalement des polymères appartenant à la famille des thermodurcissables tels que les résines polyépoxydes (plus communément dénommé époxy) ou polyamides. Les matériaux présentant un module de Young inférieure au précédent, mais supérieure à 0.5 GPa peuvent être dimensionnés sans difficulté pour atteindre les $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Les matériaux qui rentrent dans cette catégorie sont des polymères tels que les colles Aderis à base de Polyméthacrylates de méthyle ou encore les polyéthylènes haute densité. Les matériaux aux caractéristiques inférieures telles que les caoutchoucs ou les silicones ne peuvent pas être caractérisés à des fréquences importantes. L'épaisseur alors requise pour maximiser la raideur étant trop faible pour le considérer comme homogène et isotrope.

4.4 Conclusion du chapitre

Ce chapitre avait pour but d'étudier les performances fréquentielles du banc d'analyse mécanique haute fréquence 2018 au travers d'une campagne de caractérisation conduite sur divers matériaux. Les difficultés rencontrées lors de l'étalonnage des différents capteurs ont entraîné des modifications dans l'instrumentation. Ainsi, les vis instrumentées ont été étalonnées et validées pour un fonctionnement statique. Leur fonctionnement dynamique soulève de nombreuses questions devant être traitées avec le fabricant. Les capteurs de force piézoélectrique n'ont pas été présentés ici. Ce choix technologique a occasionné des difficultés qui n'ont pas été surmontées durant la thèse. Ces travaux sont en cours de maturation au sein du laboratoire.

La campagne a pu être réalisée sans modifier le banc. Cette approche est rendue possible par la mesure de déplacement aux bornes des mâchoires permettant de calculer la force subit par les échantillons. Elle a conduit à deux configurations : l'une dite dégradée utilisée pour déterminer les paramètres du modèle de post-traitement et l'autre dite optimisée utilisée pour évaluer les performances du banc. L'étude du fonctionnement statique du banc en configuration optimisée a montré qu'il ne suivait pas celui du précédent rendant le post-traitement inapproprié. L'erreur commise a été corrigée à l'aide d'un recalage reposant sur les résultats numériques. Cette approche apporte une correction importante rendant les résultats cohérents.

Les résultats ont montré une forte variabilité de certains paramètres du post-traitement. Cette variabilité impacte uniquement l'exactitude des mesures, les grandeurs mécaniques identifiées suivant toutes de la même évolution. À ce titre, la comparaison des propriétés de l'adhésif 8364/1107 mesurées par les quatre dispositifs (Metravib, 2011, 2018 dégradées et 2018 optimisées) et présentées à la figure 4.16 montre un excellent accord des résultats obtenus, ce qui valide le banc 2018 optimisé.

Le domaine de caractérisation est enrichi avec ces résultats. Le banc est plus performant que prévu lorsque les échantillons sont souples. Cette différence est liée aux précautions prises lors de la construction du domaine dans la considération de certains modes. En revanche, les performances sont correctement prédites pour des échantillons raides. C'est là que le banc présente tout son intérêt : les performances sont maximisées pour ces échantillons.

Conclusion

Les travaux de thèse présentés dans ce mémoire ont couvert les méthodes de caractérisation des polymères, de l'énoncé des principes physiques sous-jacents jusqu'à la réalisation de campagnes de mesures.

Le contexte théorique nécessaire à la compréhension du mémoire a été introduit au [chapitre 1](#). Ces développements bibliographiques ont permis de mettre en avant la complexité du comportement des matériaux polymères en lien avec leurs structures. Ils ont été complétés par une présentation des méthodes de caractérisation compatibles avec les paramètres physiques influents définis dans le contexte de la thèse : la fréquence, la précharge, l'amplitude de déformation et la température. Cette présentation se veut générale, s'attardant plus sur les principes physiques des mesures que sur les dispositifs. Cela autorise une vision globale des solutions et permet de comprendre l'intérêt de la méthode étudiée dans la suite du mémoire. La méthode retenue est l'analyse mécanique dynamique du fait de plusieurs critères. Tout d'abord, cette méthode permet la caractérisation continue des grandeurs mécaniques en fonction des paramètres physiques influents précédemment définis. Elle permet en d'autres termes d'obtenir les grandeurs mécaniques aux valeurs souhaitées indépendamment de la géométrie de l'échantillon. Ensuite, l'analyse mécanique dynamique est moins sensible aux spécificités de l'échantillon dans le processus d'identification du module ce qui limite l'incertitude. Et enfin, elle possède un large domaine d'utilisation en fréquence et en amplitude de déformation pour la caractérisation.

Ces présentations sont complétées au [chapitre 2](#) par celle du principe d'équivalence temps-température. Un outil empirique extrêmement répandu dans le monde industriel et académique. Les développements théoriques disponibles ne faisant pas consensus, il est donc impossible de dégager une classification claire des matériaux compatibles avec cette hypothèse. C'est pour cette raison que la littérature foisonne d'articles traitant de l'applicabilité pour tel ou tel matériau. Ces développements bibliographiques sont suivis par une campagne de caractérisation sur les adhésifs Aderis. Le but de cette campagne est de vérifier leur compatibilité avec le principe d'équivalence et d'étudier le comportement d'un dispositif de mesure du commerce, le banc Metravib DMA+1000. Ce banc permet d'étudier une large palette de matériaux sous différentes formes, dans différents états et pour différentes contraintes. Son étude montre les limites d'une telle diversité, notamment lorsque les conditions d'utilisation ne sont pas optimales. Ainsi, la raideur limite conseillée pour réduire la contribution du banc aux mesures est rapidement atteinte sur le montage de cisaillement double. Les corrections appliquées ne sont pas maîtrisées et nécessitent l'intervention de Metravib. Ensuite, la fréquence maximale d'essai est inférieure à celle définie par Metravib. Cette limite est liée à la résonance du dispositif et dépend de la température.

Le principe d'équivalence temps-température est ensuite étudié. Les résultats de la campagne montrent que le processus de réticulation des adhésifs est réactivé par la température. Ce comportement est nommé le post-curing. Il entraîne une modification de la structure des adhésifs : un point de mesure obtenu à une température correspondra au comportement d'un matériau différent car recuit. Les résultats sont donc biaisés et, au vu de l'étude bibliographique, dis-

qualifient le principe d'équivalence. La vérification de l'applicabilité du principe d'équivalence a toutefois été poussée jusqu'au bout. Les courbes maîtresses tracées permettent de préciser les raisons de l'échec du principe d'équivalence pour chacun des adhésifs. Ainsi :

- **Les adhésifs 8364** sont sensibles au post-curing, le 1107 plus que le 1008. Leur comportement après cuisson évolue principalement dans le domaine de transition vitreuse avec le module et le facteur de perte respectivement 290 % fois et 25 % plus important. L'erreur commise en utilisant les courbes maîtresses est donc très importante. Ces résultats infirment les plages compatibles identifiées avec les critères d'applicabilité, le Cole-Cole et le Wicket Plot. En conséquence, les adhésifs 8364 ne sont pas compatibles avec le principe d'équivalence.
- **L'adhésif 9105** ne présente pas une sensibilité à la cuisson très importante, tout du moins en première approche. Les courbes maîtresses ne témoignent pas d'une superposition effective des isothermes quelle que soit la plage. Elles confirment les premières constatations faites avec les critères graphiques de Cole-Cole et de Wicket. En conséquence, l'adhésif n'est pas compatible avec le principe d'équivalence.

Cette étude constitue **la première contribution de la thèse** : *le principe d'équivalence temps-température ne tient pas pour les adhésifs structuraux étudiés.*

Le **chapitre 3** présente le banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence développé au sein de Supméca depuis plusieurs années. La dernière version développée avant les travaux de thèse est étudiée afin d'identifier les limites de la plage fréquentielle de caractérisation. Un outil objectif d'estimation des performances est utilisé dans ce but : le domaine de caractérisation. Il s'agit d'une représentation graphique de la raideur de l'échantillon en fonction de la fréquence utilisée par les constructeurs pour aider au dimensionnement. Sa construction nécessite d'identifier l'ensemble des limites physiques restreignant la caractérisation. Ces informations s'avèrent utiles pour le développement du nouveau banc d'analyse mécanique dynamique haute fréquence 2018 constituant **la seconde contribution de ces travaux de thèse.**

La conception est présentée dans les grandes lignes afin d'illustrer les diverses problématiques rencontrées et de justifier les choix technologiques. Les performances du banc développé sont estimées et comparées à celles du banc 2011. Elles sont fonction de la raideur échantillon considérée puisque ces derniers jouent un rôle important dans la dynamique du banc : ils maintiennent la chaîne d'actionnement. En conséquence, la performance est dictée par la nature des échantillons et leur dimensionnement. La fréquence maximale au-dessus de $1000 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ passe de 2000 Hz à 5362 Hz, soit 268 % d'augmentation.

Le banc développé est testé au **chapitre 4** au travers d'une campagne de caractérisation. Le chapitre débute par l'étalonnage des capteurs, une étape nécessaire du fait de leur nature expérimentale. L'étalonnage des vis instrumentées indique qu'elles ne peuvent être utilisées pour la mesure dynamique. De même, les développements associés à l'utilisation d'une pastille céramique nue pour la mesure de force n'ont pas abouti dans la durée de la thèse. La complexité de la tâche a été sous-évaluée dans la phase de conception.

La campagne de caractérisation a été réalisée en contournant l'absence de capteurs de force et sans modifier la conception du banc. Cette approche est rendue possible par la profusion des mesures de déplacements. La comparaison des propriétés de l'adhésif 8364/1107 mesurées par les quatre dispositifs (Metravib, 2011, 2018 dégradées et 2018 optimisées) et présentées à la figure **4.16** montre un excellent accord des résultats obtenus, ce qui valide le banc 2018 optimisé.

Les résultats obtenus sur le banc 2018 confirment les performances estimées. Le gain par rapport au banc précédant est fonction de la raideur échantillon : la fréquence maximale de caractérisation est deux fois plus importante à $100 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Il est maximisé lorsque sa raideur approche celle

du banc. Le dispositif peut être utilisé en l'état avec un autre moyen de caractérisation. Cette solution permet d'atteindre des fréquences importantes et de corriger la justesse des mesures. Les résultats encourageants sont cependant sujets à un questionnement sur leur exactitude.

Ces travaux ont fait l'objet de plusieurs conférences nationales et internationales ([Chassaing et al., 2017a,b](#)).

Perspectives

Les travaux de thèse présentés dans ce mémoire offrent de nombreuses perspectives. Il est possible de compléter l'étude des adhésifs Aderis avec :

- des investigations poussées pour identifier leurs structures. Les adhésifs sont composés de Polyméthacrylate de méthyle, un thermoplastique, mais présentent des mécanismes propres aux polymères réticulés. Ces informations seraient utiles pour comprendre les mécanismes en jeu et positionner l'étude d'applicabilité dans le paysage scientifique actuel.
- des investigations sur l'applicabilité du principe d'équivalence après une polymérisation complète. L'intérêt ici est d'appréhender l'influence du post-curing sur les courbes maîtresses et de quantifier l'erreur commise. Ces informations seraient utiles aux concepteurs.
- l'applicabilité du principe pourrait être étudiée expérimentalement en multipliant les méthodes de caractérisation. C'est une approche directe fournissant des résultats concrets.

En ce qui concerne le dispositif d'analyse mécanique dynamique haute fréquence développée au cours de la thèse, les possibilités relèvent d'un choix stratégique :

- Il est possible de finir le banc en finissant le développement des capteurs NAC. Ces travaux nécessiteraient de lever le doute sur la justesse des résultats.
- Une possibilité est de concevoir un dispositif de mesure pour lequel la fonction structurelle des échantillons est moindre. Cela nécessiterait la modification du principe de fonctionnement du banc avec, par exemple, un banc de cisaillement en deux points : le bâti en forme de U serait lié aux supports par les actionneurs. Cette solution permettrait d'augmenter la compacité de l'ensemble et d'utiliser les actionneurs pour maintenir les supports. Elle soulève de nombreuses questions de conception et ne présenterait pas nécessairement des performances supérieures. En revanche, elle permettrait de découpler le comportement dynamique de la raideur de l'échantillon. Il serait ainsi possible de caractériser des matériaux à la tenue mécanique moindre ou sur des plages de températures très étendues. Cette approche présente un grand intérêt pour les industriels et les laboratoires.

Annexes

Annexe A

Données constructeurs des adhésifs

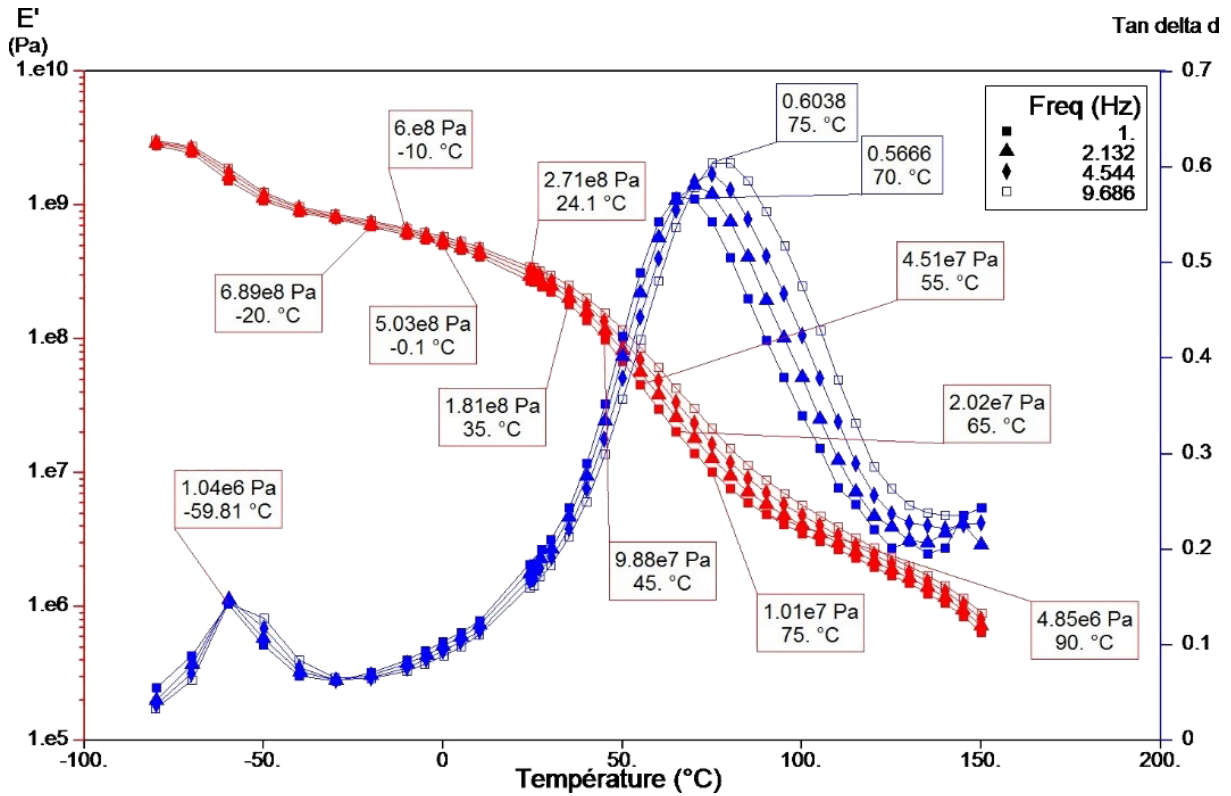


FIGURE A.1: Module de Young et facteur de perte isochrones de l'adhésif 8364/1107 fournis par Aderis.

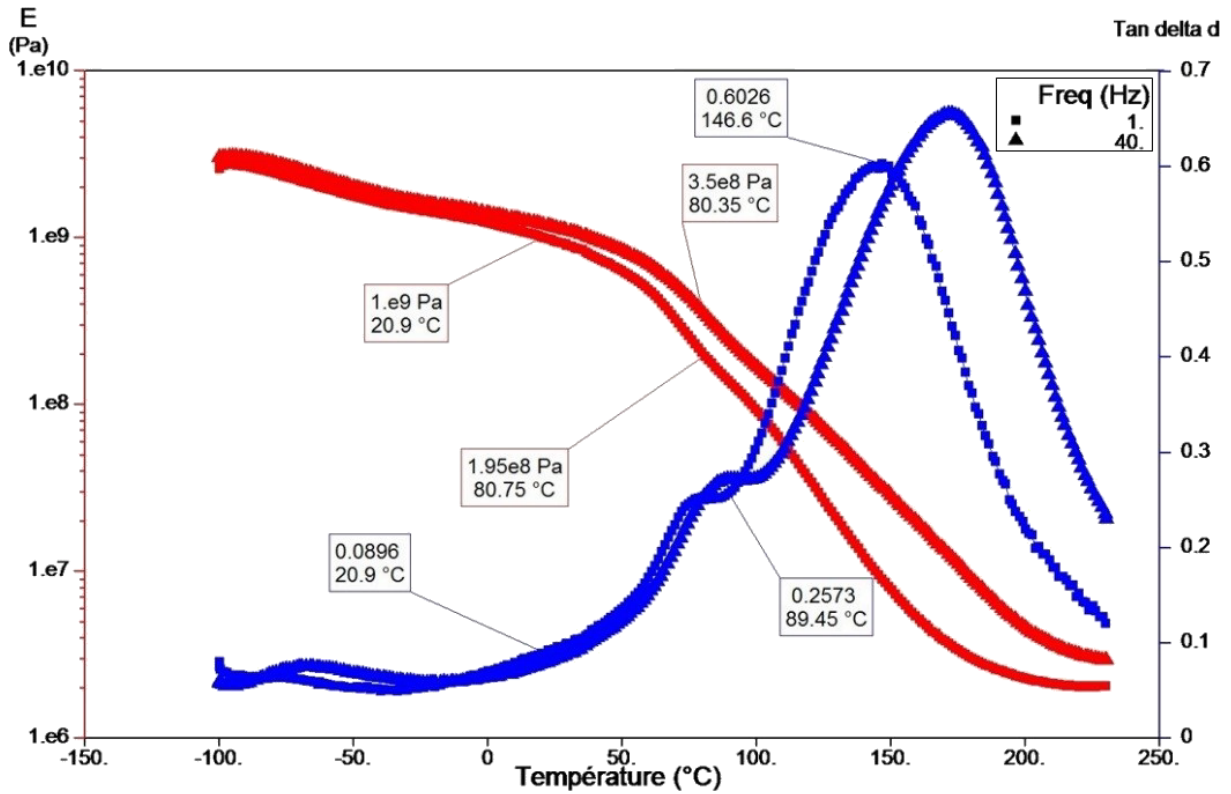


FIGURE A.2: Module de Young et facteur de perte isochrones de l'adhésif 9105/1307 fournis par Aderis.



INFORMATION PRODUIT

Octobre 2014

ADERIS® 8364 avec durcisseur 1107

Description	<p>ADERIS® 8364 est un adhésif méthacrylate bicomposant polymérisant à température ambiante particulièrement adapté au collage des métaux, des thermoplastiques et composites.</p> <p>ADERIS® 8364 présente des performances élevées avec un faible retrait et une haute résistance à l'impact sur une large plage de température.</p> <p>ADERIS® 8364 possède une adhésion dans le temps exceptionnelle des conditions climatiques sévères ; ainsi qu'une excellente résistance aux produits chimiques.</p> <p>ADERIS® 8364 possède un bas module permettant de coller des substrats de différentes nature et sensibles aux variations de température.</p>
Applications	<p>Thermoplastiques, aluminium, acier, inox, cuivre, laiton, aciers galvanisés, titane, magnésium, aciers peints, verre. Composites (FRP, gelcoats*)</p>

Manipulation et application

Température d'utilisation:

ADERIS® 8364 doit être utilisé entre 18°C à 23°C afin d'obtenir une qualité optimale de mélange et les meilleures performances mécaniques. Une température inférieure à 15°C ralentit la polymérisation et augmente la viscosité de la résine et du durcisseur; au-dessus de 25°C la polymérisation s'accélère ainsi que la vitesse de durcissement et provoque une diminution de la viscosité de la résine et le durcisseur.

Mélange:

Afin d'obtenir les meilleures performances de collage, il est recommandé d'utiliser un mélangeur statique de 24 éléments afin d'obtenir le meilleur mélange possible (A6MFX24) pour les cartouches en 490ml. Il est également recommandé d'utiliser le matériel manuel pneumatique (A42N52) afin d'être dans les conditions optimales de dépose.

Application:

Les surfaces à coller doivent être propres, sèches et exempts de contamination: tels que les films de peinture, de graisse, de poussière ou encore d'oxydes, plastifiants, agents de démoulage et tout autre contaminant de surface.

- 1 Chargez la cartouche dans le pistolet applicateur et retirez les bouchons.
2. Mettre à niveau les pistons en expulsant une petite quantité de colle pour s'assurer qu'ils soient au même niveau.
- 3 Fixez la buse de mélange et d'expulser la longueur d'un mélangeur de colle.
- 4 Appliquez la colle sur le support et joignez les parties à assembler dans le temps de travail de l'adhésif. Utilisez suffisamment de matière pour remplir complètement le joint quand les pièces sont accouplées. Fixez en position jusqu'à ce que l'adhésif atteigne sa force de manipulation (en fonction de la nature des substrats et du jeu). Une fois les pièces assemblées, ne pas ré-exposer la colle à l'air. Pour obtenir un alignement correct, les pièces connexes doivent être repositionnées par glissement.

FIGURE A.3: Fiche constructeur de l'adhésif 8364/1107, page 1/4.



INFORMATION PRODUIT

Octobre 2014

Polymérisation:

La polymérisation commence immédiatement après le mélange des parties adhésives et accélératrices. Une température supérieure (au maximum de 65°C) fera accélérer le durcissement. La polymérisation complète prendra de 8 à 24 heures selon la température et de l'épaisseur de l'assemblage. Les pièces assemblées doivent être maintenues en contact pendant la durée de polymérisation. Les pièces ne doivent pas être manipulées pendant l'intervalle *temps d'utilisation du produit et le temps de manipulation (en fonction du jeu et de la nature des substrats)*.

Nettoyage:

Il est important de nettoyer l'excédent de colle de l'équipement de la zone de travail et les applications avant que la polymérisation soit complète. Avant le durcissement de la colle, des solvants tels que l'alcool isopropylique, l'acétone ou le méthyl éthylcétone (MEK) sont adaptés pour nettoyage des équipements et des outils.

Caractéristiques des composants (avant mélange)

* Résine ADERIS® 8364	
Densité @ 21°C.....	0.97
Couleur.....	bleue
Viscosité, Cp (Brookfield, spindle T-F, speed 10rpm) @21°C.....	300,000 à 450,000
* Durcisseur ADERIS® 1107	
Densité @ 21°C.....	1.21
Couleur.....	blanc
Viscosité, Cp (Brookfield, spindle T-B, speed 10rpm) @21°C.....	10,000 à 30,000

Caractéristiques du mélange (lors de l'application)

Ratio de mélange par volume (résine : durcisseur)	10 : 1 (non critique avec une excellente tolérance)
Temps d'utilisation du mélange @ 21°C	10 à 12 minutes
Température d'application.....	+5 à +30°C
Temps de fixation @ 21°C	25 à 35 minutes
Jeu maximum.....	25 mm
Jeu minimum.....	0.150 mm

Propriétés de l'adhésif (après polymérisation)

Résistance au pelage ISO 11339 @ 21°C.....	7-13 N/mm (Aluminium 2024T3)
Résistance au cisaillement ISO 4587 @ 21°C.....	11-15 MPa (Aluminium 2024T3)
Allongement à la rupture ISO 527 @ 21°C.....	200 à 300%
	(module ISO 527 = 25 – 50 MPa)
Température d'utilisation.....	-50 à +100°C

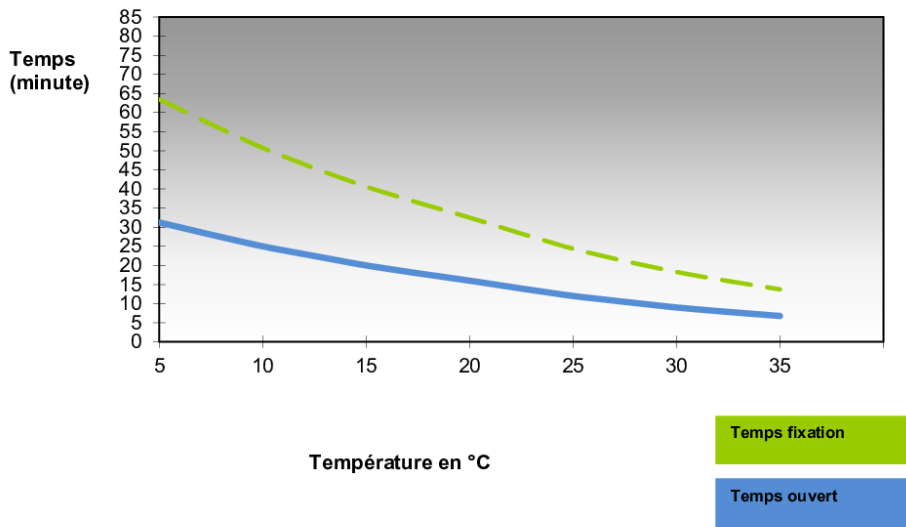
FIGURE A.4: Fiche constructeur de l'adhésif 8364/1107, page 2/4.



INFORMATION PRODUIT

Octobre 2014

Temps de prise en fonction de la température



Valeurs Indicatives

- Préparation de surface** ADERIS® 8364 tolère une légère contamination de surface. Les meilleurs résultats sont obtenus sur des substrats secs et propres : exempts de contaminants tels que les graisses, poussières, oxydes, plastifiants, agents de démoulages. L'utilisation de méthyle éthyle cétone (mec), acétone ou alcool isopropylique est recommandée.
***Pour les GELCOAT modifiés avec des produits type uréthanes ne conviennent pas à ce type de produits.**
- Mise en œuvre** La résistance et la durée de vie d'un joint collé dépendent de la qualité du prétraitement des surfaces à assembler.
Prétraitement Les surfaces à encoller doivent au minimum être nettoyées au moyen d'un bon agent dégraissant tel que l'acétone ou le méthoxy-propanol ou autres dégraissants de marque déposée afin d'éliminer toute trace d'huile, de graisse ou de poussière. Alcool, essence ou diluants pour peintures ne doivent jamais être utilisés. Les joints les plus solides et durables sont obtenus par abrasion mécanique ou attaque chimique (« décapage ») des surfaces dégraissées. Une abrasion doit être suivie d'un second dégraissage.
- Conditionnement**..... Cartouche 490 ml + 1 mixer 13-24, fûts de 20kg ou 180kg (Résine) avec seaux de 20kg (Durcisseur)
- Sécurité**..... Avant toute utilisation et manipulation, consulter les fiches de données de sécurité (FDS).
- Durée de vie / Stockage** Six mois à compter de la date d'expédition / Ces produits doivent être conservés dans un endroit ventilé à l'abri de la lumière et stocké à une température comprise entre +6 à +25°C dans leurs emballages d'origine. La température de stockage idéale pour une durée de vie optimale du produit est 6°C (réfrigéré). Nous consulter pour toute information complémentaire.

FIGURE A.5: Fiche constructeur de l'adhésif 8364/1107, page 3/4.



INFORMATION PRODUIT

Octobre 2014

LES PRODUITS NE DOIVENT EN AUCUN CAS ETRES STOCKES A UNE TEMPERATURE <5°C et > à 25°C.

Recommandations préalables :

JACRET SA garantit seulement que ses produits satisfont aux spécifications convenues avec l'utilisateur. Les propriétés générales, lorsque indiquées, doivent être considérées comme représentatives de la production courante et ne doivent pas être traitées comme spécifications. La fabrication des matériaux fait l'objet des brevets délivrés et des demandes de brevet ; la liberté d'exploitation des processus brevetés n'est pas impliquée par la présente publication.

Tandis que les informations et les recommandations fournies dans la présente publication sont, à la connaissance de JACRET SA, précises à la date de publication, RIEN NE DOIT ÊTRE INTERPRÉTÉ COMME UNE GARANTIE, EXPRESSE OU IMPLICITE, Y COMPRIS MAIS SANS LIMITATION, QUANT À LA QUALITÉ MARCHANDE OU LA CONVENANCE À UN USAGE PARTICULIER, DANS TOUS LES CAS, IL EST DE LA RESPONSABILITÉ DE L'UTILISATEUR DE DÉTERMINER L'APPLICABILITÉ DE TELLES INFORMATIONS ET RECOMMANDATIONS ET L'ADÉQUATION DE TOUT PRODUIT À SON PROPRE USAGE PARTICULIER.

Le comportement des produits mentionnés dans la présente publication lors des processus de fabrication et leur adéquation dans tout environnement d'usage final donné dépendent de diverses conditions telles que la compatibilité chimique, la température et autres variables, qui ne sont pas connues de JACRET SA. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'évaluer les conditions de fabrication et le produit final dans les conditions réelles d'usage final et de conseiller et d'avertir de manière adéquate les acheteurs et les utilisateurs.

Certains produits peuvent être toxiques et nécessiter des précautions particulières lors de la manipulation. L'utilisateur doit obtenir des fiches de données de sécurité de JACRET SA contenant des informations détaillées sur la toxicité, ainsi que les procédures adéquates d'expédition, de manipulation et de stockage, et se conformer avec l'ensemble des normes applicables concernant l'environnement et la sécurité.

Les risques, la toxicité et le comportement des produits peuvent différer lorsque ceux-ci sont utilisés avec d'autres matériaux et dépendent des conditions de fabrication ou autres processus. Les dits risques, toxicité et comportement doivent être déterminés par l'utilisateur et signifiés aux manutentionnaires, aux opérateurs et aux utilisateurs finaux.

Sauf disposition explicite contraire, **la vente des produits mentionnés dans la présente publication est soumise aux conditions générales de vente de JACRET** (version 2010).

Notice utilisation & destination des produits

Toute utilisation du produit en dehors des conditions et limites exposées par la fiche technique ne serait engager la responsabilité de Jacret S.A. pour toutes les conséquences et faits dommageables du type corporel, matériel, immatériel consécutif ou non et toute action judiciaire auprès des tribunaux répressifs.

FIGURE A.6: Fiche constructeur de l'adhésif 8364/1107, page 4/4.

Annexe B

Dessins de définition

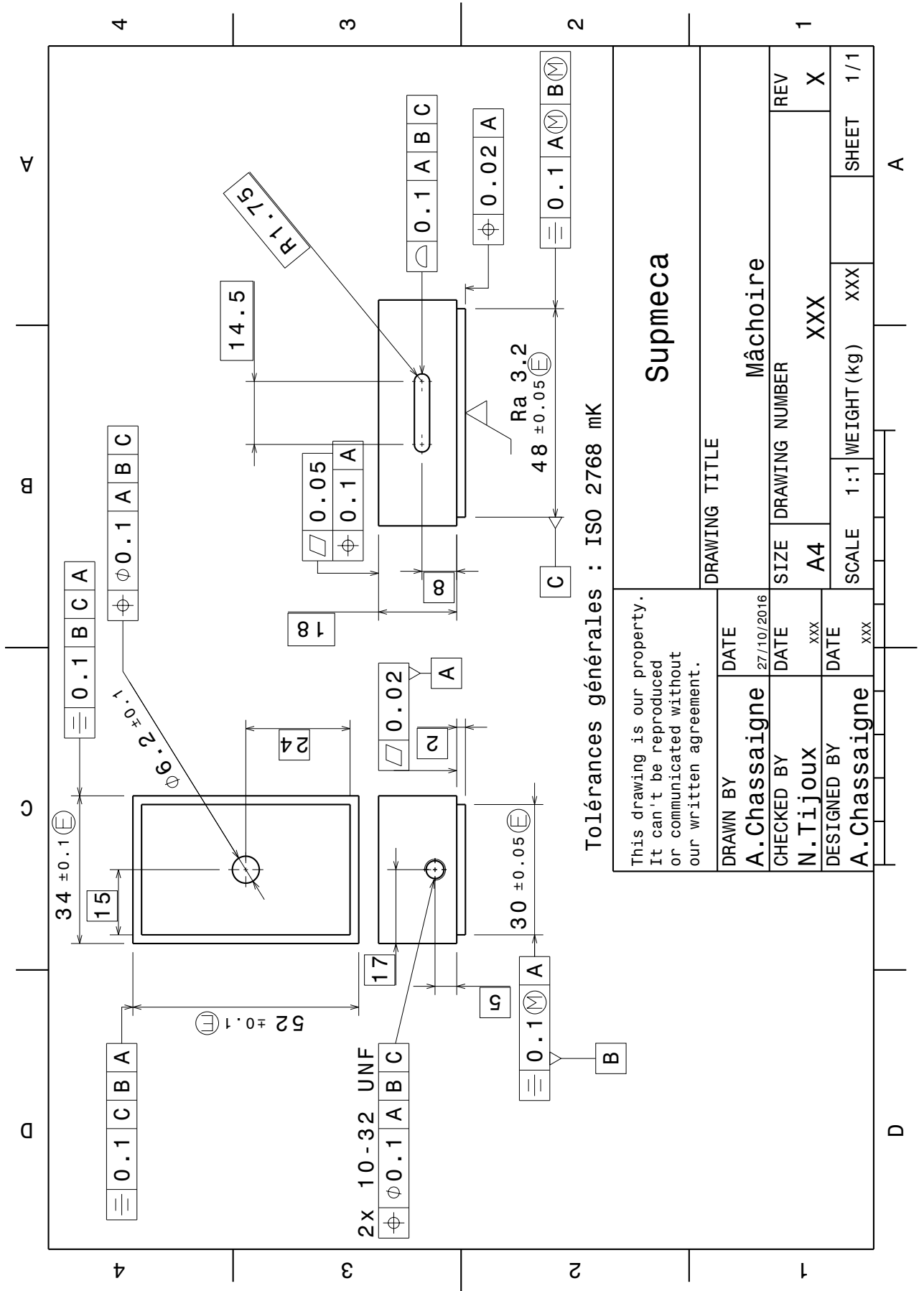


FIGURE B.1: Dessin de définition des mâchoires

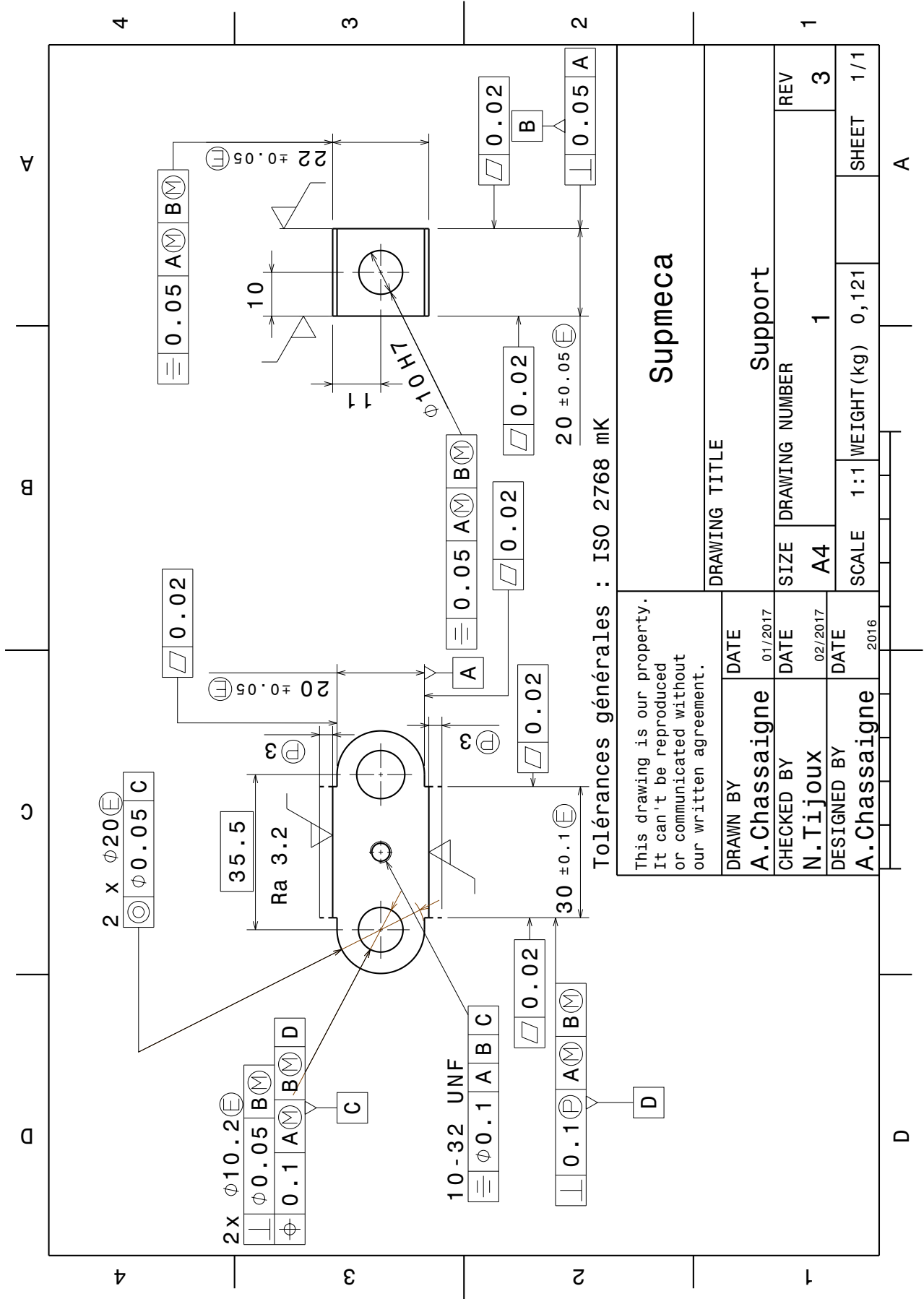


FIGURE B.2: Dessin de définition des supports

Bibliographie

- Agence spatiale européenne (2010). Threaded fasteners handbook. Technical Report April. [82](#)
- Al-Safy, R., Al-Mahaidi, R., and Simon, G. P. (2013). A study of the practicality and performance of CFRP applications using post-curing at moderately elevated temperatures. *Composites Part B : Engineering*, 48 :140–157. [52](#)
- Allaire, G. and Benaïm, M. (2012). *Conception optimale de structures*. Springer. [84](#)
- Asch, G., Blum, L., André, P., Beaufront, J., and Charnay, G. (2006). *Les capteurs en instrumentation industrielle - 6ème édition*. [94](#)
- Balmes, E. and Bobillot, A. (2002). Analysis and design tools for structures damped by viscoelastic materials. In *International Modal Analysis Conference*. [73](#)
- Blevins, R. D. (1979). *Formulas for Natural Frequency and Mode Shape*. Krieger Publishing. [46](#), [78](#)
- Booij, H. C. and Thoone, G. P. J. M. (1982). Generalization of Kramers-Kronig transforms and some approximations of relations between viscoelastic quantities. *Rheologica Acta*, 21(1) :15–24. [39](#)
- Butaud, P. (2016). *Contribution à l'utilisation des polymères à mémoire de forme pour les structures à amortissement contrôlé*. PhD thesis. [34](#), [39](#), [112](#)
- Butaud, P., Placet, V., Klesa, J., Ouisse, M., Foltête, E., and Gabrion, X. (2015). Investigations on the frequency and temperature effects on mechanical properties of a shape memory polymer (Veriflex). *Mechanics of Materials*, 87 :50–60. [26](#)
- Caracciolo, R., Gasparetto, A., and Giovagnoni, M. (2001). Application of causality check and of the reduced variables method for experimental determination of Young's modulus of a viscoelastic material. *Mechanics of Materials*, 33(12) :693–703. [39](#)
- Carothers, W. H. (1929). Studies on polymerization and ring formation. I. An introduction to the general theory of condensation polymers. *Journal of the American Chemical Society*, 51(8) :2548–2559. [8](#)
- Chailleux, E., Ramond, G., Such, C., and de La Roche, C. (2006). A mathematical-based master-curve construction method applied to complex modulus of bituminous materials. *Road Materials and Pavement Design*, 7(sup1) :75–92. [39](#)
- Chassaigne, A., Renaud, F., and Dion, J.-L. (2017a). Conception d'un viscoanalyseur pour la caractérisation haute fréquence de matériaux viscoélastiques. In *Congrès Français de Mécanique*. [119](#)
- Chassaigne, A., Renaud, F., and Dion, J.-L. (2017b). Design of a viscoanalyser for high frequency characterization of viscoelastic materials. In *International Modal Analysis Conference*. [119](#)

- Chevalier, A. (2004). *Guide du dessinateur industriel*. Hachette Education. 87
- Child, W. C. and Ferry, J. D. (1957). Dynamic mechanical properties of poly-n-butyl methacrylate. *Journal of Colloid Science*, 12(3) :327–341. 34, 59
- Chuang, H. and Han, C. D. (1984). Rheological behavior of polymer blends. *Journal of Applied Polymer Science*, 29(6) :2205–2229. 34
- Cole, K. S. and Cole, R. H. (1941). Dispersion and Absorption in Dielectrics I. Alternating Current Characteristics. *The Journal of Chemical Physics*, 9(4) :341–351. 34
- Combette, P. and Ernoult, I. (2005). *Physique des polymeres. Tome 1, Structure, fabrication et emploi*. Hermann. 8, 9
- CTec (2012). Piezo Tutorial. Technical report. 81
- Dae Han, C. and Kim, J. K. (1993). On the use of time-temperature superposition in multicomponent/multiphase polymer systems. *Polymer*, 34(12) :2533–2539. 34, 35
- Demeocq, E. (2015). *Vis munie de jauges d'extensometrie pour mesurer la contrainte de traction et/ou de cisaillement subie(s) par la vis*. Brevet WO2017006068A1. 82, 83
- Dols, S. (2016). *Développement d'une nouvelle méthode de serrage intelligente pour le contrôle des assemblages boulonnés*. PhD thesis. 82
- Doolittle, A. K. (1951). Studies in newtonian flow. II. the dependence of the viscosity of liquids on free-space. *Journal of Applied Physics*, 22(12) :1471–1475. 36, 37
- Dupuy, J.-s. (2008). *Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par analyse vibratoire*. PhD thesis. 39, 42
- Durant, S. (2008). Mesures d'accélération. *Techniques de l'ingénieur*. 66
- Emri, I. (2005). Rheology of Solid Polymers. *Rheology Reviews*, 2005 :49–100. 37
- Ferry, J. D. (1980). *Viscoelastic properties of polymers*. Wiley. 17, 33, 36, 38
- Ferry, J. D., Grandine, L. D., and Fitzgerald, E. R. (1953). The Relaxation Distribution Function of Polyisobutylene in the Transition from Rubber-Like to Glass-Like Behavior. *Journal of Applied Physics*, 24(7) :911–916. 36
- Gergesova, M., Saprunov, I., and Emri, I. (2016). Closed-form solution for horizontal and vertical shiftings of viscoelastic material functions in frequency domain. *Rheologica Acta*, 55(5) :351–364. 38
- Gergesova, M., Zupancic, B., Saprunov, I., and Emri, I. (2011). The closed form t-T-P shifting (CFS) algorithm. *Journal of Rheology*, 55(2011) :1. 38
- Granger, D. and Ross, A. (2009). Effects of partial constrained viscoelastic layer damping parameters on the initial transient response of impacted cantilever beams : Experimental and numerical results. *Journal of Sound and Vibration*, 321(1-2) :45–64. 64
- Guedes, R. M. (2011). A viscoelastic model for a biomedical ultra-high molecular weight polyethylene using the time-temperature superposition principle. *Polymer Testing*, 30(3) :294–302. 38
- Guillaume, P., Verboven, P., and Vanlanduit, S. (1998). Frequency-Domain Maximum Likelihood Identification of Modal Parameters with Confidence Intervals. In *International Conference on Noise and Vibration Engineering*, number March 2014, pages 359–366. 26

- Guillot, F. M. and Trivett, D. (2011). Complete elastic characterization of viscoelastic materials by dynamic measurements of the complex bulk and Young's moduli as a function of temperature and hydrostatic pressure. *Journal of Sound and Vibration*, 330(14) :3334–3351. [19](#)
- Han, C. D. (1988). Influence of molecular weight distribution on the linear viscoelastic properties of polymer blends. *Journal of Applied Polymer Science*, 35(1) :167–213. [34](#)
- Harrell, E. R. and Nakajima, N. (1984). Modified Cole–Cole plot based on viscoelastic properties for characterizing molecular architecture of elastomers. *Journal of Applied Polymer Science*, 29(3) :995–1010. [34](#)
- Hazeg, N. A. (2006). *Contribution a l'étude des phenomenes de relaxation et de vieillissement dans les polymeres amorphes*. PhD thesis. [12](#)
- Honerkamp, J. and Weese, J. (1993). A note on estimating mastercurves. *Rheologica Acta*, 32(1) :57–64. [38](#)
- ISO 6721-3 (1996). Plastiques - Détermination des propriétés mécaniques dynamiques. Partie 3 : Vibration en flexion - Méthode en résonance. [27](#)
- ISO 6721-6 (1996). Plastiques - Détermination des propriétés mécaniques dynamiques. Partie 6 : Vibration en cisaillement - Méthode hors résonance. [22](#), [42](#), [52](#), [69](#)
- Joint Committee for Guides in Metrology (2008). Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM). Technical report. [49](#), [94](#), [95](#), [98](#)
- Jones, D. (1990). On temperature-frequency analysis of polymer dynamic mechanical behaviour. *Journal of Sound and Vibration*, 140(1) :85–102. [34](#)
- Jones, D. I. G. (1974). Temperature-frequency dependence of dynamic properties of damping materials. *Journal of Sound and Vibration*, 33(4) :451–470. [26](#)
- Jrad, H., Dion, J. L., Renaud, F., Tawfiq, I., and Haddar, M. (2013). Experimental characterization, modeling and parametric identification of the non linear dynamic behavior of viscoelastic components. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 42(July) :176–187. [18](#)
- Kergourlay, G. (2004). *Mesure et prediction vibroacoustique de structures viscoelastiques*. PhD thesis. [26](#)
- Krawczak, P. (2000). Essais mécaniques des plastiques - Essais rhéologiques et thermiques. *Techniques de l'ingénieur*. [24](#)
- Lake, R. S. (1998). *Viscoelastic Solids*. CRC Press. [27](#)
- Lakes, R. S. (2004). Viscoelastic measurement techniques. *Review of Scientific Instruments*, 75(4) :797–810. [21](#)
- Le Saux, V. (2010). *Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique : de la caractérisation accélérée au calcul de structure*. PhD thesis. [13](#)
- Leaderman, H. (1941). Textile Materials and the Time Factor. *Textile Research*, 11(4) :171–193. [32](#)
- Madigosky, W. M., Lee, G. F., and Niemiec, J. M. (2006). A method for modeling polymer viscoelastic data and the temperature shift function. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 119(6) :3760–3765. [39](#)

- Majest, J.-c. (2017). Renforcement des élastomères. *Techniques de l'ingénieur*, 33(0). 18
- Mettravib (2000). User manual DMA + 1000 / 2000. Technical report. 38
- Mettler-Toledo (2000). Interprétation des courbes DSC Partie 1 : mesures dynamiques. Technical report. 56
- Nolle, A. W. (1950). Dynamic mechanical properties of rubberlike materials. *Journal of Polymer Science*, 5(1) :1–54. 34
- Parot, J.-M. and Duperray, B. (2007). Applications of exact causality relationships to materials dynamic analysis. *Mechanics of Materials*, 39 :419–433. 39
- Payne, A. R. (1962). The dynamic properties of carbon black loaded natural rubber vulcanizates. Part II. *Journal of Applied Polymer Science*, 6(21) :368–372. 18
- Perez, J. and Gobin, P. F. (1977). Phénomènes de relaxation et frottement intérieur dans les solides vitreux. *Revue de physique appliquée*. 53
- Peyret, N. (2012). *Dissipation de l'énergie mécanique dans les assemblages : effet du frottement en sollicitation dynamique*. PhD thesis. 3
- PI (2014). Piezoelectric Ceramic Products. Technical report. 80
- Placet, V. and Foltete, E. (2010). Is Dynamic Mechanical Analysis (DMA) a non-resonance technique? *EPJ Web of Conferences*, 6(June) :41004. 22
- Plazek, D. J. (1965). Temperature Dependence of the Viscoelastic Behavior of Polystyrene. *The Journal of Physical Chemistry*, 69(10) :3480–3487. 36
- Plazek, D. J. (1996). 1995 Bingham Medal Address : Oh, thermorheological simplicity, wherefore art thou? *Journal of Rheology*, 40(6) :987–1014. 35
- Plouin, A.-S. and Balmes, E. (1999). A Test Validated Model of Plates with Constrained Viscoelastic Materials. *International Modal Analysis Conference*, pages 194–200. 73
- Rakotondrabe, M., Ivan, I. A., Khadraoui, S., Lutz, P., Rakotondrabe, M., Ivan, I. A., Khadraoui, S., Lutz, P., Si, N. C., Akotondrabe, M. R., Van, I. A. I., and Hadraoui, S. K. (2016). Simultaneous Displacement / Force Self-Sensing in Piezoelectric Actuators and Applications to Robust To cite this version : Simultaneous displacement / force self-sensing in piezoelectric actuators and applications to robust control. 83
- Renaud, F. (2011). *Etude de l'incidence des comportements dissipatifs dans les instabilités vibratoires des systèmes de freinage*. PhD thesis. 18
- Renaud, F., Chevallier, G., Dion, J.-L., and Lemaire, R. (2011a). Viscoelasticity Measurement and Identification of Viscoelastic Parametric Models. In *Volume 1 : 23rd Biennial Conference on Mechanical Vibration and Noise, Parts A and B*, pages 701–708. ASME. 63, 64, 71
- Renaud, F., Dion, J.-L., Chevallier, G., Tawfiq, I., and Lemaire, R. (2011b). A new identification method of viscoelastic behavior : Application to the generalized Maxwell model. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 25(3) :991–1010. 19
- Rouleau, L., Deü, J., Legay, A., and Lay, F. L. (2013). Application of Kramers – Kronig relations to time – temperature superposition for viscoelastic materials. *Mechanics of Materials*, 65 :66–75. 19, 39, 57

- Rouse, P. E. (1953). A Theory of the Linear Viscoelastic Properties of Dilute Solutions of Coiling Polymers. *The Journal of Chemical Physics*, 21(7) :1272–1280. **36**
- Salençon, J. (2009). *Viscoélasticité pour le calcul des structures*. Les Éditions de l'École Polytechnique. **14**
- Schwarzl, F. and Staverman, A. J. (1952). Time-Temperature Dependence of Linear Viscoelastic Behavior. *Journal of Applied Physics*, 23(8) :838–843. **33**
- Schwarzl, F. R. and Zahradnik, F. (1980). The time temperature position of the glass-rubber transition of amorphous polymers and the free volume. *Rheologica Acta*, 19(2) :137–152. **37**
- Sihn, S. and Tsai, S. S. W. (1999). Automated shift for time-temperature superposition. In *International Conference on Composite Science and Technology*, page 51. **38**
- Szabo, J. P. and Keough, I. A. (2002). Method for analysis of dynamic mechanical thermal analysis data using the Havriliak-Negami model. *Thermochimica Acta*, 392-393 :1–12. **34**
- Takahashi, S. (1954). Cole-Cole's circular arc rule on dynamic properties of viscoelastic materials. *Journal of Colloid Science*, 9(4) :313–320. **34**
- Teysseère, G. and Lacabanne, C. (1997). Caractérisation des polymères par analyse thermique. *Techniques de l'ingénieur*. **53**
- Tobolsky, A. V. and McLoughlin, J. R. (1955). Viscoelastic Properties of Crystalline Polymers : Polytrifluorochloroethylene. *The Journal of Physical Chemistry*, 59(9) :989–990. **34**
- Van Gorp, M. and Palmen, J. (1998). Time-temperature superposition for polymeric blends. *Rheol. Bull*, 65 :5–8. **34, 35**
- Williams, M. L., Landel, R. F., and Ferry, J. D. (1955). The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids. *Journal of American chemical society*, 77(12) :3701–3707. **36**
- Zhao, J., Knauss, W. G., and Ravichandran, G. (2007). Applicability of the time-temperature superposition principle in modeling dynamic response of a polyurea. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 11(3-4) :289–308. **38**

Titre : Contribution à la conception des assemblages mécaniques utilisant des matériaux fortement dissipatifs

Mots clés : Viscoélasticité, Polymère, Analyse Mécanique Dynamique, Caractérisation

Résumé : La prédiction des ambiances dynamiques des structures complexes intégrant des matériaux dissipatifs est un enjeu important pour le dimensionnement et l'optimisation des structures. Les matériaux communément utilisés dans ce but sont les polymères. Ils sont particulièrement efficaces dans diverses applications, mais la maîtrise de leur usage se heurte à certains verrous technologiques. L'un de ces verrous est la caractérisation des propriétés mécaniques en fonction de la fréquence et la thèse porte sur ce point. Deux contributions principales sont apportées dans ce travail de recherche expérimentale. La première concerne le principe d'équivalence temps-température. Ce principe permet d'étendre les propriétés mécaniques mesurées sur une plage fréquentielle restreinte à partir de données obtenues à différentes températures. Bien que répandue, cette méthode n'est malheureusement pas valide pour beaucoup

de matériaux polymères. C'est pour cette raison que des adhésifs structuraux innovants sont étudiés plus en détails afin de caractériser les limites du principe de l'équivalence temps-température. La démarche est réalisée à partir de données issue d'une campagne d'Analyse Mécanique Dynamique (AMD ou DMA) conduite sur un banc d'essai du commerce. La seconde contribution s'inscrit dans la continuité de la première et représente l'objectif principal de cette thèse. Un dispositif DMA innovant est développé pour la caractérisation des polymères sur de larges plages fréquentielles sans recourir au principe d'équivalence temps-température. Les performances du banc conçu sont évaluées avec précision au travers d'une campagne de caractérisation conduite sur des adhésifs polymères.

Title : Contribution to mechanical assembly design using highly dissipative materials.

Keywords : Viscoelasticity, Polymer, Dynamic Mechanical Analysis, Characterisation

Abstract : Dynamics of complex structures with dissipative materials is an high stake for mechanical design and optimization. Polymeric materials are commonly used in this way. These materials are effective in various industry, but mastering their use comes up against technological limitations. One of these limitation is the characterization of mechanical properties as a function of frequency and this thesis deals with it. Two contributions are provided in this experimental research work. The first one concerns the time-temperature superposition principle. This principle makes it possible to extend the mechanical properties measured over a restricted frequency range from data obtained at different temperatures. This widespread method is unfortunately not valid

for many polymeric materials. It is the reason why innovative structural adhesives are studied in order to characterize the limits of the principle of time-temperature equivalence. The approach is carried out using data from a dynamic mechanical analysis (DMA) conducted on a commercial test bench. The second contribution are part of the first one and represents the main objective of this thesis. An innovative DMA bench is developed for the characterization of polymers over wide frequency ranges without requirements of the principle of time-temperature equivalence. The bench performances are precisely assessed through a characterization campaign conducted on polymer adhesives.