



HAL
open science

**SIMPACOS, modélisations et simulations d'assemblages
collés structuraux en fonctionnalisation duale
tenue-fragmentation**

Lorraine Aparecida Silva

► **To cite this version:**

Lorraine Aparecida Silva. SIMPACOS, modélisations et simulations d'assemblages collés structuraux en fonctionnalisation duale tenue-fragmentation. Matériaux. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2022. Français. NNT : 2022TOU30152 . tel-03970090

HAL Id: tel-03970090

<https://theses.hal.science/tel-03970090>

Submitted on 2 Feb 2023

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

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



THÈSE

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE
Délivré par l'Université Toulouse 3 - Paul Sabatier

Présentée et soutenue par
Lorraine APARECIDA SILVA

Le 04 juillet 2022

**SIMPACOS - Modélisations et simulations d'assemblages collés
structuraux en fonctionnalisation duale tenue / fragmentation**

Ecole doctorale : **MEGEP - Mécanique, Energétique, Génie civil, Procédés**

Spécialité : **Génie mécanique, mécanique des matériaux**

Unité de recherche : **ICA - Institut Clément Ader**

JURY

M. Silvio de BARROS, Enseignant-Chercheur, CESI St Nazaire	Rapporteur
M Franck LAURO, Prof. des Universités, UPHF	Rapporteur
Mme. Xiaojing GONG HU, Prof. des Universités, UT3	Examinatrice
M. Julien JUMEL, Prof. ENSTA-BRETAGNE	Examineur
Mme. Valérie NASSIET, Prof. des Universités, ENIT Tarbes	Examinatrice
M. Till VALLEE, Dr. Chercheur de l'Institut Fraunhofer	Examineur
Mme. Christine ESPINOSA, Prof. ISAE-SUPAERO	Directrice de thèse
M. Lucas FM da SILVA, Prof., Universidade do Porto	Co-directeur de thèse

Remerciements

Les travaux de cette thèse ont été issus d'une collaboration internationale entre l'Institut Clément Ader (ICA) de l'Université de Toulouse III Paul Sabatier (France) et l'Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial (INEGI) de l'Université de Porto (Portugal). Je tiens à remercier l'ensemble du personnel technique, des enseignants, des chercheurs, des doctorants et des stagiaires qui ont collaboré à ce travail.

J'aimerais tout d'abord remercier ma directrice de thèse, Christine Espinosa, qui m'a soutenu dès le premier instant tant sur le plan professionnel que personnel. Surtout sur des périodes très difficiles pendant les interminables confinements dû à la pandémie du COVID. Je tiens aussi à remercier mes autres encadrantes de l'ISAE-SUPAERO, Eric Paroissien et Frédéric Lachaud, pour leurs encouragements et leurs échanges au cours de ces presque 4 années. Merci pour les moments de convivialité lors des pauses café et des déjeuners.

Je remercie également mes collègues de Porto, en particulier mon directeur de thèse, Lucas FM da Silva qui a toujours été présent même lorsqu'il était physiquement éloigné. Je remercie également mes collègues du laboratoire INEGI pour leur accueil au Portugal.

Merci aux collègues de l'ICA qu'ont toujours me supporter et avec qui j'ai partagé des bons moments, que ce soit autour d'un bon café ou d'un verre au bar. Merci pour la réception chaleureuse depuis le premier jour. Merci à Jim, Agathe, Pierre, Marion, Florent, Miguel, Antoine, Yohan, Benjamin, Benoit, Audrey, Leo, Noémie, John-Eric, Lisa, Xavier, Remy. C'était un honneur partagé les dernières presque 4 ans avec vous. Je remercie aussi mes amis de l'ISAE-SUPAERO avec qui j'ai partagé des très bons moments. Merci à Anaïs, Mario, Yulia, Hugo, Timothée, Baptiste, Jonathan, Bryan, Mathilde, José, Cyril, Matthieu, Joseph, Laurent, Miguel.

Un grand merci à Véronique Godivie, Marc Chartrou, Olivier Cherrier, Thierry Martin, Frederic Bontemps, Xavier Foulquier, Matthieu Hospital, Axel Cavaille, Michael Chandelier (à l'ICA et ISAE-SUPAERO) et à Ricardo Carbas, Eduardo Marques (à l'Université de Porto) pour leur aide précieuse lors de la fabrication et des campagnes de tests.

Je tiens à remercier chaleureusement mes parents, Teresinha et Marcos, qui embarquent avec moi dans chaque aventure. Leur soutien a toujours été sans faille et m'a aidé à relever les nombreux défis pour en arriver là. Je remercie également ma famille qui, même sans comprendre mes motivations pour quitter le Brésil, n'a jamais cessé de me soutenir.

Enfin je remercie mes amis brésiliens qui habitent dans plusieurs pays (Brésil, Portugal, Royaume-Uni, France) et qui n'ont jamais manqué de m'encourager. Merci à Lewton, Juliana, Isabela, Wagner, Lara qui qui m'accompagne et me supporte depuis l'Université. Merci aussi aux amis qui j'ai rencontré à Porto dans les situations plus inusités, Priscila, Camila et Ana Letycia. Merci aussi aux amis qui j'ai connu à Toulouse et ont devenu comme une famille, Larissa, Giovana, Gabriel et Thiago.

Je dédie cette thèse à ma famille

*C'est beau qui nous protège de la tempête,
mais c'est superbe qui danse avec nous sous la tempête.*

Bruno Missurino

Sommaire

Sommaire	v
Résumé	ix
Abstract	x
Acronymes	xi
1. INTRODUCTION GENERALE	1
1.1. Contexte	3
1.2. Projet de thèse.....	5
1.3. Structure du mémoire.....	7
2. ACCOSTAGE ET ETALEMENT DE L'ADHESIF	9
2.1. Introduction.....	11
2.2. Etat de l'art.....	13
2.2.1. Comportement des adhésifs non-polymérisés.....	14
2.2.2. Essais expérimentaux liés au procédé d'accostage	20
2.2.3. Méthodes numériques utilisées pour simuler l'accostage	22
2.2.4. Synthèse de l'état de l'art.....	27
2.3. Dépôt d'adhésif en chute libre.....	29
2.3.1. Essais de caractérisation du comportement de l'adhésif non-polymérisé en chute libre et dépôt	29
2.3.2. Prédiction de la forme de la goutte après le détachement.....	35
2.4. Forme finale de l'adhésif pendant et après l'accostage	40
2.4.1. Distribution de l'adhésif pendant et après l'accostage	40
2.4.2. Développement d'un montage expérimental.....	50
2.4.3. Application à la réparation de structures sandwich d'une aile d'avion (ATL2)	59
2.5. Synthèse.....	64
3. COMPORTEMENT D'UN ADHESIF EPOXY 3MTM EC2216 EN VOLUME	67
3.1. Introduction.....	69
3.2. Etat de l'art.....	70
3.2.1. Synthèse sur les polymères.....	70
3.2.2. Caractérisation en volume des polymères	71
3.2.3. L'influence de la présence des particules sur la tenue.....	75
3.2.4. Synthèse de l'état de l'art.....	77
3.3. Fabrication et plan de caractérisation des éprouvettes.....	77
3.3.1. Protocole de fabrication	78
3.3.2. Plan des essais mécaniques	83

3.4.	<i>Caractérisation de l'adhésif EC2216</i>	84
3.4.1.	Analyse Mécanique Dynamique	84
3.4.2.	Influence de la vitesse de chargement	87
3.4.3.	Influence de la température	96
3.5.	<i>Influence de la présence de TEP et bulles d'air</i>	101
3.5.1.	Température de transition vitreuse	101
3.5.2.	Résistance à la traction	102
3.5.3.	Défaut critique et résistance à la traction.....	108
3.5.4.	Amorçage et propagation des fissures.....	113
3.5.5.	Distribution des défauts 3D	116
3.6.	<i>Caractérisation du comportement en mode I en volume</i>	119
3.6.1.	Protocole expérimental	120
3.6.2.	Influence de la distance entre appuis	121
3.6.3.	Taux de restitution d'énergie et ténacité en mode I	122
3.7.	<i>Prédiction du comportement par modèle numérique en traction</i>	125
3.6.1.	Modèle numérique avec les propriétés uniformes	125
3.6.2.	Modèle numérique avec distribution de propriétés de l'enveloppe complète	130
3.6.3.	Modèle numérique avec distribution de propriétés en fonction de la température	139
3.8.	<i>Synthèse</i>	142
4.	DESASSEMBLAGE CONTROLE ET A LA DEMANDE	145
4.1.	<i>Introduction</i>	147
4.2.	<i>Etat de l'art</i>	148
4.2.1.	Méthodes de désassemblage	149
4.2.2.	Désassemblage par l'addition des particules thermiquement expansibles	152
4.2.3.	Synthèse de l'état de l'art	156
4.3.	<i>Protocoles de fabrications et plans des essais</i>	157
4.3.1.	Les essais DCB.....	157
4.3.2.	Les essais de démantèlement.....	159
4.3.3.	Les éprouvettes Double Cantilever Beam (DCB)	161
4.3.4.	Plan des essais mécaniques	164
4.4.	<i>Caractérisation de l'adhésif en mode I en couche mince</i>	165
4.4.1.	Influence du traitement de surface	165
4.4.2.	Influence de la vitesse	168
4.4.3.	Influence de l'ajout d'éléments de contrôle du désassemblage.....	171
4.5.	<i>Désassemblage contrôlé</i>	175
4.5.1.	Capacité d'échauffement	175
4.5.2.	Désassemblage en mode I.....	176
4.6.	<i>Cas d'application</i>	180
4.6.1.	Protocole de fabrication et d'essais Single-Lap Joint (SLJ)	181
4.6.2.	Démontabilité des structures composites	184
4.7.	<i>Synthèse</i>	188
5.	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	191
5.1.	<i>Conclusions</i>	193
5.2.	<i>Perspectives</i>	196

VALORISATION DE LA THESE	199
REFERENCES BIBLIOGRAPHES.....	203
Table des figures	216
Table des tableaux.....	223
ANNEXE A.....	225
ANNEXE B.....	227
ANNEXE C	229
ANNEXE D.....	231
ANNEXE E	233
ANNEXE F	235
ANNEXE G.....	237
ANNEXE H.....	239
ANNEXE I	241

Résumé

Afin de s'adapter aux nouvelles exigences du développement durable, la nécessité de réutilisation et de recyclage s'impose dans le secteur industriel aérospatial. Les recherches de nouveaux concepts ou solutions pour des structures, fondés sur les principes « **Design for Demise (D4D)** » ou « **Debonding On Demand (DoD)** », sont des stratégies prometteuses pour fiabiliser la réutilisation des ressources originelles ou les opérations de retrait de service responsables. Il reste toutefois primordial d'assurer la résistance des structures pour ne pas compromettre la sécurité des biens et des personnes. Etudier des assemblages collés multimatériaux assurant cette double fonction de tenue en service et de démantèlement en fin de service est l'enjeu de cette thèse. Le verrou scientifique consiste en la **définition des propriétés géométriques et matérielles** de ces structures **dès la phase de conception** permettant d'accomplir ces **deux fonctions duales de tenue et de fragmentation contrôlée** tout en **assurant leur intégrité depuis leur fabrication**. C'est la fonctionnalisation du joint. L'utilisation des particules thermiquement expansibles (TEP) n'impose pas des grandes adaptations de fabrication et elles peuvent activer dès que le démantèlement est désiré, via un contrôle de la température locale. Ce travail a trois objectifs principaux : étudier l'influence des TEP sur le comportement de l'adhésif liquide (viscosité, étalement) ; étudier l'influence des TEP sur la tenue mécanique après séchage ; contrôler le démantèlement.

La première partie du travail porte donc sur l'étude de l'accostage, processus de rapprochement de deux substrats qui emprisonne l'adhésif non-polymérisé et le distribue dans l'espace qui les sépare (contrôlé par l'épaisseur finale désirée). Le collage est assuré grâce à l'application de forces jusqu'au séchage. Le travail s'est attaché à étudier si et comment la présence des TEP modifie la capacité d'étalement de la colle et les forces à appliquer. Un nouveau dispositif expérimental avec sa métrologie a été entièrement conçu, développé et opéré. Ce dispositif est capable d'observer l'étalement et de mesurer les forces de réaction en temps réel. Il a été utilisé dans différentes configurations typiques du domaine aérospatial, comme par exemple pour préparer la réparation d'une structure en nid d'abeille.

La tenue de joints collés à différents taux de remplissage avec des TEP a été étudiée dans la seconde partie, via des essais normalisés (SENB, traction uniaxiale, DMA, DSC). Les faciès de rupture ont été analysés aux microscopes à balayage et confocal, et au tomographe. Ce travail montre que la distribution des particules conditionne la distribution des résistances à ruptures. Le comportement jusqu'à rupture peut être modélisé via une loi de probabilité de type Weibull. Plusieurs lois sont proposées selon le taux de TEPs, à travers le dialogue essais numériques et essais expérimentaux sur matériaux polymérisés.

La dernière partie du travail s'est rapportée à l'étude expérimentale comparée du démantèlement des structures assemblées. Nous nous sommes particulièrement intéressés à des moyens de contrôler le seuil de rupture en contrainte et la séparation des substrats sans endommager leur surface. La méthode de travail a consisté ici à fabriquer différents mélanges et à concevoir un dispositif pour forcer la rupture. Les travaux de cette dernière partie font objet d'un dépôt de brevet sous le numéro de référence FR2204875 ([FR2204875, 2022](#)).

Abstract

In order to adapt to the new requirements of sustainable development, the need for reuse and recycling is becoming crucial in the aerospace industry. Research into new concepts or solutions for structures, based on the principles of Design for Demise (D4D) or Debonding On Demand (DoD), are promising strategies for reliable reuse of original resources or responsible retirement operations. However, it is still important to ensure the strength of the structures so as not to compromise the safety and security of goods and people. Adhesive bonding is a joining technology currently used in the aerospace sector. The study of multi-material bonded assemblies ensuring this dual function of in-service performance and end-of-service dismantling is the challenge of this thesis. The scientific challenge is to define the geometric and material properties of these structures from the design phase, which will enable them to perform these two dual functions of holding and controlled fragmentation while ensuring their integrity since their manufacture. This is the functionalization of the joint. The use of thermally expandable particles (TEPs) does not require major manufacturing adaptations and they can be activated as soon as dismantling is desired, via local temperature control. This work has three main objectives: to study the influence of TEPs on the behaviour of the liquid adhesive (viscosity, spreading); to study the influence of TEPs on the mechanical strength after drying; and to control dismantling.

The first part of the work therefore focuses on the study of the approach, a process of approximating two substrates that traps the liquid adhesive and distributes it in the space between them (controlled by the desired final thickness). The bonding assembly is achieved by applying forces until drying. The work investigated whether and how the presence of TEPs modifies the spread ability of the adhesive and the forces to be applied. A new experimental device with its metrology was fully conceived, developed and operated. This device is capable of observing the spreading and measuring the reaction forces in real time. It was used in different configurations typical of the aerospace field, for example in preparation for the repair of a honeycomb structure with a composite patch.

In the second part, the performance of bonded joints at different filling rates with TEPs was studied, using standard tests (SENB, uniaxial tension, DMA, DSC). The fracture surfaces were analysed with scanning and confocal microscopes, and tomography. This work shows that the distribution of particles conditions the distribution of fracture strengths. The behaviour until failure can be modelled via a Weibull-type probability law. Several laws are proposed according to the rate of TEPs, through the dialogue of numerical tests and experimental tests on cured materials.

The last part of the work was related to the comparative study of the dismantling of the bonded structures. We were particularly interested in ways to control the stress rupture threshold and the separation of the substrates without damaging their surface. The working method here consisted of making different mixtures and designing a device to force the rupture. The work in this last section is the subject of a patent application under reference number FR2204875 ([FR2204875, 2022](#)).

Acronymes

ACV	Analyse du cycle de vie, en anglais <i>Life-cycle assessment</i>
ALE	Arbitraire Lagrangien Eulérien, en anglais <i>Arbitrary Lagrangian–Eulerian</i>
CDF	Densité de Probabilité Cumulée, en anglais <i>Cumulative Distribution Function</i>
CFD	Dynamique des fluides computationnelle, en anglais <i>Computational Fluid Dynamics</i>
D4D	Design for Demise
DCB	Double Cantilever Beam
DEM	Méthodes des Eléments Discrets, en anglais <i>Discret Element Method</i>
DMA	Analyse Mécanique Dynamique, en anglais <i>Dynamic mechanical analysis</i>
DoD	Désassemblage à la demande, en anglais <i>Disassembly on Demand</i>
DEO	Double extensomètre optique
DIC	Stéréocorrélation d'images digital, en anglais <i>Digital Image Correlation</i>
DSC	Calorimétrie Différentielle à Balayage, en anglais <i>Differential scanning calorimetry</i>
FSI	Interactions Fluides-Structures, en anglais <i>Fluid Structure Interaction</i>
MDF	Méthode des Différences Finis, en anglais <i>Finite Difference Method</i>
MEB	Microscope à Balayage Electronique, en anglais <i>Scanning Electron Microscopy</i>
MEF	Méthode des Eléments Finis, en anglais <i>Finite Element Method</i>
MLE	Méthode de Maximum de Vraisemblance, en anglais <i>Maximal Likelihood Estimation</i>

MVF	Méthodes des Volumes Finis, anglais <i>Finite Volume Method</i>
MPM	Méthode du Point Matériel, en anglais <i>Material point method</i>
SBT	<i>Simple Beam Theory</i>
SENB	Single-Edge Notched Beam
SLJ	Simple Lap Joint
SPH	Smoothed Particles Hydrodynamics
PDF	Fonction de Densité de Probabilité, en anglais <i>Probability Density Function</i>
PFG	Méthode des Espaces Partiellement Remplis, en anglais <i>Partially Filled Gaps</i>
Smfc	Dimension fractale scalaire, en anglais <i>scalar fractal dimension</i>
TEM	Microsphère Thermiquement Expansibles, En Anglais <i>Thermally Expandable Microspheres</i>
TEP	Particule Thermiquement Expansibles, en anglais <i>Thermally Expandable Particles</i>

CHAPITRE 1

INTRODUCTION GENERALE

Sommaire

1. INTRODUCTION GENERALE	1
1.1. Contexte	3
1.2. Projet de thèse.....	5
1.3. Structure du mémoire.....	7

1.1. Contexte

Le collage structural est une technique très utilisée pour assembler des substrats aux caractéristiques mécaniques différentes. Sa fonction est d'unir deux ou plusieurs pièces de structure, ayant leurs propres caractéristiques mécaniques et chimiques. Le joint adhésif est considéré comme un élément fondamental dans le processus de collage, car c'est par lui que les charges sont transférées entre les parties collées d'une structure, appelées adhérents ou substrats. Lorsque l'on compare les joints collés à des méthodes plus traditionnelles d'assemblage, telles que les joints rivetés ou vissés, cette méthode présente certains avantages et inconvénients. Les principaux avantages sont la possibilité de réduire la masse, d'améliorer et d'uniformiser la transmission des efforts le long de la zone assemblée et, par conséquent, d'améliorer les propriétés de tenue en fatigue. Les joints collés présentent aussi certains inconvénients, comme la difficulté de démonter l'assemblage et la création de contraintes résiduelles potentielles en raison de la différence des coefficients de dilatation thermique à l'issue de l'étape de polymérisation. Une difficulté supplémentaire de l'utilisation des joints collés actuellement est la difficulté du contrôle du processus de fabrication et de la qualité du joint pour assurer les propriétés exigées du joint. Malgré ces inconvénients, le collage est connu pour offrir un rapport résistance/masse élevé, ce qui est un enjeu critique pour les industries automobile et aéronautique en particulier.

Au cours des dernières dizaines d'années, notre mode de vie s'est adapté à la prise de conscience croissante de l'impact de nos actions sur l'environnement. Ce thème du développement durable, qui vise à concilier les principaux enjeux de trois domaines environnemental, social et économique, est émergent dans le domaine de l'ingénierie des structures de véhicule. Dans ce contexte, l'utilisation croissante du collage structural pose la question du démontage en fin de vie. Toutefois, avant que ces produits puissent être qualifiés de "durables" et qu'un système de recyclage soit effectivement mis en place, il est essentiel de comprendre tous les aspects impliqués dans cette action et, surtout, quels sont les gains réels pour le secteur productif et surtout pour l'environnement, si cela se produit. Afin d'obtenir une image générale de tous les aspects environnementaux et des impacts potentiels associés à ces produits, tout au long de leur cycle de vie, la méthodologie la plus appropriée est l'analyse du cycle de vie (ACV). La Figure 1.1 illustre le cycle de vie des matériaux, qui après l'extraction de la nature peut être décrit en quatre processus. Une fois que les matériaux sont extraits dans leur forme brute, ils passent par une première transformation pour les rendre utilisables dans l'industrie. L'aluminium, par exemple, est fondu et transformé dans des barres qui seront laminées. Ensuite, les matériaux transformés sont transmis à des chaînes de production de produits finis ou semi-finis. Les matériaux du type composites stratifiés à fibres longues par exemple doivent passer par une phase de fabrication d'une couche élémentaire, puis de l'empilement pour constituer un composant de la structure avant la production du produit final assemblé. Une fois fabriqués, ces produits sont mis en service et le temps de service dépend de

l'application en question : une voiture, par exemple, a une durée de vie moyenne de 10 ans, celle d'un satellite peut atteindre 15 ans, et de 25 à 30 ans pour un avion.

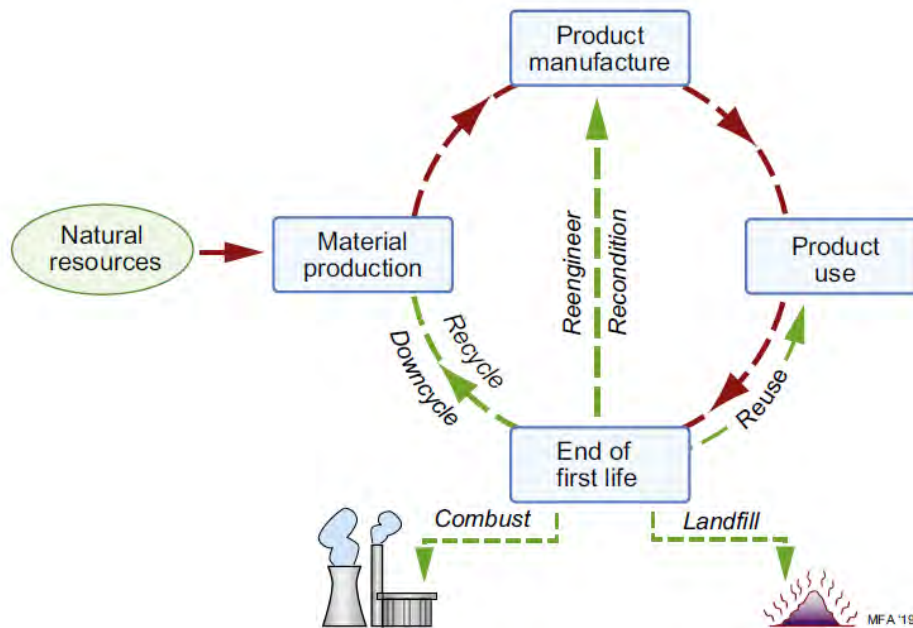


Figure 1.1 – Représentation simplifié du cycle de vie des matériaux (Ashby, 2021).

La principale question se pose lors de la fin de la vie utile de ces produits. Cette question se pose différemment selon que le véhicule est à usage terrestre ou spatial. Pour un usage d'aérostructure, un scénario idéal, par exemple, est d'augmenter de manière drastique la part des produits manufacturés qui serait réutilisée. Cela peut se faire en s'appuyant sur des technologies émergentes de conception prévoyant, en amont, cette réutilisation et compatibles avec les exigences de sécurité aérienne. Pour des satellites, le but n'est pas de recycler les composants, mais d'assurer que la structure en fin de vie ne restera pas sur son orbite de service au risque de générer de la pollution, par exemple en assurant sa destruction lors de la rentrée atmosphérique. C'est le but premier du Design For Demise (D4D), c'est-à-dire de la conception en vue du démantèlement. Dans cette perspective, ce projet de thèse veut contribuer au développement de nouvelles méthodes de conception amont des structures. Le démantèlement à la demande et la réutilisation est un objectif principal afin d'assurer la réutilisation des ressources ou l'élimination responsables sans compromettre la sécurité des biens et des personnes.

1.2. Projet de thèse

La question principale d'application posée par mon projet de thèse est : **Comment concevoir et modéliser un joint adhésif à la fois résistant pour la sécurité, et dont on peut contrôler le démontage en fin de vie ?**

Parmi les méthodologies scientifiques proposées dans la littérature pour fonctionnaliser le joint et faire de lui un composant démontable de la structure (Banea, 2019)(Lu et al., 2014), nous avons choisi l'application consistant à remplir l'adhésif de Particules Thermiquement Expandables, *Thermally Expandable Particles* (TEP) en anglais. Ces particules restent inactives dans la structure pendant toute sa durée de vie. Lorsque le désassemblage est désiré, le joint est chauffé et les TEP gonflent jusqu'à 60 fois leur volume initial. Une pression interne est ainsi créée permettant la séparation du joint collé avec un effort appliqué minimal, comme illustré sur la Figure 1.2

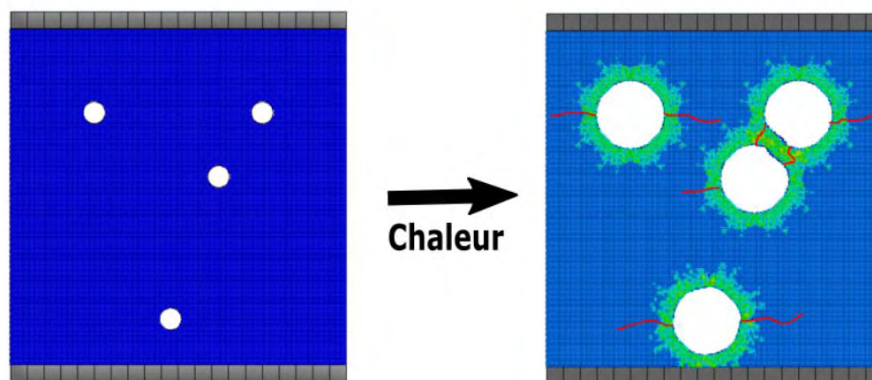


Figure 1.2 - Illustration du principe de gonflement des TEP par simulation numérique SPH.

Ainsi conçu, le joint adhésif rempli de particules assure les deux fonctions principales antagonistes recherchées : la tenue pendant le temps de service et le démantèlement pour réparation ou recyclage en fin de vie. Envisageant ces deux aspects, la question scientifique que nous posons dans la thèse est :

« Est-il possible de modéliser les trois phases en utilisant un seul modèle numérique avec une même loi de comportement unifiée à différentes échelles et représentant les gradients de propriété ? »

Cette thèse a obtenu le soutien de l'Ecole Doctorale MEGEP et est financée par le Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Recherche et de l'Innovation. Suite aux retards dus à la crise du COVID19, elle a bénéficié d'une prolongation de 8 mois. La durée totale de la thèse a donc été d'octobre 2018 à mai 2022.

Le projet ici présenté a été séparé en trois parties principales qui posent des questions différentes : évaluer l'influence des TEP sur l'usage de l'adhésif non-polymérisé et les possibles gradients de propriété, comprendre l'influence des TEP sur la tenue et la résistance du collage après la polymérisation, et optimiser l'usage des TEP pour contrôler la séparation des substrats collés sans les endommager. Chaque partie comprend des activités de conception et de fabrication d'éprouvettes ou de montages, ainsi que des essais expérimentaux et numériques.

La première partie correspond à la phase de fabrication du joint collé, c'est-à-dire l'accostage. L'accostage est le processus de rapprochement de deux substrats qui emprisonne l'adhésif non-polymérisé et le distribue dans l'espace qui les sépare. La force du collage structural elle-même est susceptible d'être affectée par la qualité des propriétés mécaniques de l'adhésif qui joue le rôle d'une couche résistante entre les substrats. Ces propriétés sont le résultat de la capacité de glissement/adhérence de l'adhésif dans son état liquide ou viscoplastique pendant le processus de collage. En particulier, les bulles et les pores créés pendant le dépôt sur les substrats ou pendant l'approche des substrats, et l'écrasement de l'adhésif entre les substrats, affectent la résistance de l'assemblage du système (Dumont et al., 2020) (Jaillon, 2020). Il est alors primordial de pouvoir contrôler l'étalement de l'adhésif pendant le processus de collage. Cette partie a été dédiée à l'étude de l'influence de la présence des TEP sur la capacité d'étalement de l'adhésif et les forces à appliquer. Cette partie présente le développement d'un nouveau dispositif expérimental et son protocole d'essai. Puis les résultats de ces essais vont servir de base de comparaison pour la validation du modèle numérique proposé pour représenter le comportement de l'adhésif non polymérisé.

Une fois l'assemblage collé fabriqué et polymérisé, l'utilisation des TEP nous rapporte une autre question, quelle est l'influence de la présence et de la quantité des TEP sur la tenue mécanique. La tenue d'un joint collé est caractérisée par la force à appliquer pour casser l'éprouvette via des essais normalisés. Pour la caractérisation des propriétés mécaniques de l'adhésif EC2216 trois types d'essais ont été employés sous différentes conditions de vitesse et de température : traction monotone unidirectionnelle, traction sous choc, et flexion trois points sur une éprouvette pré-entaillée. Les éprouvettes rompues ont été triées et les faciès de rupture ont été analysés au microscope à balayage (à l'échelle du micromètre), au microscope confocal ou par radiographie au tomographe (à l'échelle du millimètre). Ces résultats expérimentaux ont été utilisés pour orienter le choix d'une représentation du comportement jusqu'à rupture de l'adhésif en volume, et alimenter une modèle numérique développé pendant la thèse, qui prend en compte la variabilité des résultats d'essais par une approche probabiliste.

La dernière partie de ce travail a été consacrée à l'étude et au développement d'une méthodologie de démantèlement contrôlé afin de permettre le recyclage sélectif des substrats. Deux types de substrats sont considérés, des substrats métalliques chargés en mode I, et des substrats composites chargés en mode mixte (essai à simple recouvrement). La méthode de

travail a consisté ici à fabriquer différents mélanges adhésif-TEP, et à concevoir un dispositif pour forcer la rupture uniquement lorsque désiré. Ce dispositif utilise des TEP et un élément conducteur responsable de l'échauffement du joint par effet Joule. Ce travail fait l'objet d'un brevet déposé sous le numéro de référence FR2204875 et intitulé « Dispositif de collage de substrats, procédés de fabrication et d'utilisation de ce dispositif ».

Lors de nos études trois pourcentages de TEP ont été utilisés, dont la nomenclature est décrite dans le Tableau 1.1. Dans ce tableau, le β_{TEP} est le pourcentage de TEP en masse employé et elle sera représentée sur la forme de partie de TEP par partie d'adhésif.

Tableau 1.1 – Cas étudiés sur l'influence des TEP et la nomenclature utilisée pour chaque cas.

β_{TEP} (%)	Partie en masse d'adhésif	Partie en masse des particules	Nomenclature
0	10000	0	10000 :0
0,05	10000	5	10000:5
0,15	10000	15	10000:15
0,30	10000	30	10000:30
10	10000	1000	10000:1000

1.3. Structure du mémoire

Le mémoire est composé de trois parties en plus de cette courte introduction qui a positionné ce travail de thèse dans le cadre d'applications industrielles et en faisant une courte référence aux travaux préexistants dans les laboratoires d'accueil de la thèse, correspondant à ces trois questions principales, et contient au total cinq chapitres.

Le second chapitre est le développement du travail sur le sujet de l'accostage. Il présente tout d'abord un état de l'art et une synthèse des besoins pour les questions que nous posons. L'étude expérimentale s'oriente tout d'abord sur la forme d'une goutte d'adhésif en chute libre et la proposition d'un modèle numérique utilisant la méthode particulière *Smoothed Particles Hydrodynamics* (SPH) solide et un modèle de comportement dont le choix est discuté, pour représenter l'adhésif dans l'état non-polymérisé. Ce chapitre présente aussi les détails du montage expérimental développé, fabriqué et testé qui permet le suivi de l'étalement de l'adhésif lors du processus d'accostage des deux substrats pendant la phase de fabrication du joint. A la fin de ce chapitre, le modèle est utilisé pour évaluer sa capacité à représenter un cas

d'application de réparation composite d'une structure sandwich métallique dont l'âme est en nid d'abeille métallique.

Le troisième chapitre cherche à comprendre l'influence des TEP sur la tenue mécanique de l'adhésif polymérisé. Il débute par un état de l'art dédié à cette question. La partie initiale du chapitre sur les développements réalisés dans la thèse, traite de la caractérisation en volume de l'adhésif 3MTM EC2216 sous différentes conditions de température et vitesse de chargement sous une charge de traction unidirectionnelle. Ensuite, l'influence de la présence de TEP est étudiée aussi sous un chargement de traction. Ces essais donnent accès au comportement et composent une base de données pour les essais numériques. Un modèle de distribution probabiliste de propriétés est proposé sur une distribution du type Weibull qui distingue l'influence des défauts qui peuvent apparaître lors de la fabrication, de celle des TEP.

Le chapitre quatre est axé sur le contrôle du désassemblage via des essais réels sous différentes conditions et en fonction des quantités et distributions des TEP. Il débute également par un état de l'art. La présentation des travaux développés dans la thèse commence par la caractérisation de l'adhésif EC2216 en couche mince en mode I est présentée sous différentes conditions de vitesse d'ouverture. Ensuite, l'influence de présence des particules et de l'élément conducteur est étudiée. Le principe de fonctionnement du dispositif de désassemblage contrôlé est d'abord validé sur des substrats en acier via une campagne d'essais d'ouverture en mode I, et ensuite démontré sur des substrats en composite via une campagne d'essais à simple recouvrement.

Enfin, une synthèse des travaux de cette thèse est présentée. Des développements complémentaires sur les différentes thématiques abordées sont ensuite suggérés.

CHAPITRE 2

ACCOSTAGE ET ETALEMENT DE L'ADHESIF

Sommaire

2. ACCOSTAGE ET ETALEMENT DE L'ADHESIF	9
2.1. <i>Introduction</i>	11
2.2. <i>Etat de l'art</i>	13
2.2.1. Comportement des adhésifs non-polymérisés.....	14
2.2.2. Essais expérimentaux liés au procédé d'accostage	20
2.2.3. Méthodes numériques utilisées pour simuler l'accostage	22
2.2.4. Synthèse de l'état de l'art.....	27
2.3. <i>Dépôt d'adhésif en chute libre</i>	29
2.3.1. Essais de caractérisation du comportement de l'adhésif non-polymérisé en chute libre et dépôt	29
2.3.2. Prédiction de la forme de la goutte après le détachement.....	35
2.4. <i>Forme finale de l'adhésif pendant et après l'accostage</i>	40
2.4.1. Distribution de l'adhésif pendant et après l'accostage	40
2.4.2. Développement d'un montage expérimental.....	50
2.4.3. Application à la réparation de structures sandwich d'une aile d'avion (ATL2)	59
2.5. <i>Synthèse</i>	64

2.1.Introduction

La fabrication de joints collés est un processus multi-physique composé de plusieurs étapes qui déterminent les propriétés du joint résultant. En supposant que la nature des substrats soit prescrite, la première étape est le choix de l'adhésif, qui comprend la définition de la préparation de la surface, le dépôt, les conditions de rapprochement des substrats qui vont conditionner l'étalement de l'adhésif, et le processus de polymérisation avec les substrats en place.

La phase du processus qui se déroule entre le dépôt de l'adhésif et son étalement final produit par le déplacement imposé et contrôlé des substrats, est la phase qui dans ce travail est définie comme l'accostage. L'accostage est l'action de rapprocher par une trajectoire de déplacement ou de force imposés, deux substrats pendant le processus de fabrication du joint et qui a comme résultat un étalement subit et/ou libre de l'adhésif, en anglais *spreading*. Dans cette étape de fabrication, il y a plusieurs paramètres liés aux caractéristiques matérielles et de l'environnement qui interviennent. Parmi les caractéristiques matérielles, il y a forcément le comportement de l'adhésif, lié principalement à sa rhéologie et sa viscosité, ainsi que la nature des substrats, comme la composition et l'état de surface ; il y aussi des caractéristiques qui sont plutôt associées à la combinaison adhésif et substrats, qui est la mouillabilité. En ce qui concerne l'environnement, le milieu (humidité, température par exemple) où le joint est fabriqué peut jouer un rôle très important sur la fabrication mais aussi sur la durabilité du joint, c'est le cas par exemple des éoliennes offshore (Myslicki et al., 2020).

Les conditions d'accostage, notamment, la vitesse ou l'incidence d'approche, ou la pression appliquée, sont importantes pour les propriétés finales du joint et sont aussi responsables de la distribution et de l'épaisseur finale de l'adhésif. Il est important de noter que l'épaisseur idéale est fonction du type d'adhésif et du type de charge (effort ou déplacement imposé) auquel le joint sera soumis (Jaillon et al., 2018). Selon le type de substrats à assembler, l'adhésif peut être soumis à des contraintes différentes (voir Figure 2.1), et ceci peut occasionner la création des défauts. Des imperfections du dépôt de la couche d'adhésif en cas de ressuage, de surfaces non couvertes ou d'épaisseur non uniforme, peuvent conduire à des ruptures prématurées du joint collé. Une stratégie d'accostage optimisée est alors nécessaire pour améliorer le dépôt de l'adhésif qui est un facteur de première importance sur la durabilité.

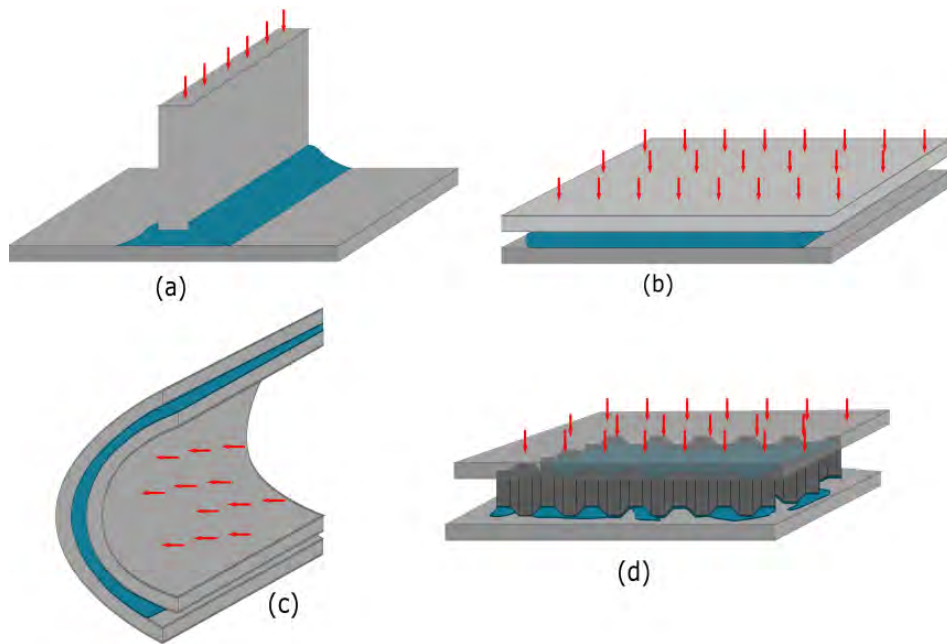


Figure 2.1 - Écoulement sous pression avec une masse constante dans différentes configurations (a) Joint au format T, (b) Joint entre plaques planes, (c) Joint entre plaques courbes, (d) Joint dans une structure sandwich.

Si l'on souhaite comprendre l'influence des conditions d'accostage avec l'adhésif non-polymérisé, sur la tenue à la rupture du joint collé polymérisé, via la distribution de l'adhésif et de ses propriétés, il s'avère intéressant d'envisager d'utiliser des modèles numériques. Cela nécessite de proposer des modèles mécaniques du comportement de l'adhésif non-polymérisé (déformations, résistances, contacts) et de l'environnement lors de l'accostage, et de déterminer quelles hypothèses, propriétés et paramètres vont conditionner ces distributions.

L'objectif principal de cette première partie de ce projet de recherche portant sur l'accostage, a été de prédire la distribution de l'adhésif et de ses propriétés pendant l'accostage et après séchage pour une épaisseur choisie. Pour atteindre cet objectif, la proposition est d'avoir un modèle numérique simple capable de prédire l'étalement de l'adhésif pour différents taux de remplissage de renforts, et les efforts de réaction si l'accostage est mené à déplacement imposé.

D'abord, avant de choisir la méthode numérique adoptée, il est nécessaire de comprendre les caractéristiques essentielles de la matière avant la polymérisation ; donc la première section présente un état de l'art contenant trois parties. Dans un premier temps nous nous intéressons au comportement rhéologique des fluides rempli et non rempli des particules. En complément du comportement de l'adhésif, l'interaction entre adhésif et substrats est aussi importante, donc une partie est aussi dédiée aux essais expérimentaux de mesure de l'angle de contact et de tension de surface de l'adhésif sur un substrat, et aux essais existants sur l'accostage en tant que tel. Enfin, les caractéristiques fondamentales des principales méthodes numériques avec et sans maillage sont présentées afin de guider le choix plus adapté pour notre étude.

La deuxième section résume les tests préliminaires réalisés pour valider la méthode de discrétisation choisie ainsi que la représentation de l'adhésif non-polymérisé. Dans cette première partie de la validation, l'interaction entre l'adhésif et le substrat n'a pas été prise en compte et l'analyse faite a été la comparaison de la forme de la goutte.

Enfin, la troisième section traite de la prédiction de la forme finale de l'adhésif après le processus d'accostage, pour laquelle des essais expérimentaux ont été réalisés et comparés aux essais numériques. Ces premiers essais réels ont été réalisés à l'aide d'un dispositif conçu, fabriqué et opéré pendant la thèse, plaçant les éprouvettes à l'extérieur de la machine d'essai pour permettre la visualisation de l'étalement de l'adhésif. La fin du chapitre est dédiée à la présentation d'un nouveau montage expérimental développé avec l'objectif de suivre l'étalement et mesurer les efforts associés, et à l'utilisation de la méthode numérique pour prédire la distribution d'adhésif dans une structure nid d'abeille.

2.2. Etat de l'art

L'accostage fait partie des processus de la mécanique des milieux continus qui peut être observé selon deux perspectives, la mécanique des fluides et la mécanique de solides (Figure 2.2). Un fluide, sous l'aspect rhéologique, peut être classifié en newtonien et non-newtonien, alors que les solides peuvent par exemple être élastiques (ou néo-hookéen) ou plastiques, classification due à la réversibilité ou à l'irréversibilité de la déformation. Une exception à ces classifications binaires est un fluide visqueux ou gélatineux qui peut présenter un comportement à la fois fluide ou solide, en fonction de sa viscosité. Les adhésives structuraux sont aussi un cas particulier, parce qu'ils présentent encore un comportement liquide pendant la phase de mélange et d'accostage, mais après les réactions chimiques et un 'certain temps' variable, deviennent solide à l'issue de la phase de polymérisation. A noter que le passage liquide à solide n'est pas réversible dans le cas d'un adhésif thermodurcissables, comme cela peut être le cas de certains matériaux stables à l'état liquide, ou de certains matériaux solides fondus, qui se solidifient par un abaissement de la température. Dans le cas d'un adhésif, ce sont des transformations chimiques qui solidifient et transforment la matière. C'est aussi le cas de la lave ou de certains gels par exemple (Bahrani et al., 2017).

Dans les deux filières de la mécanique des milieux continus, le phénomène représenté est toujours le même, la réponse d'une matière (étalement ou déformation) soumise à un effort, mais les lois de comportement adoptées et la représentation de la déformation de la matière et de son étalement sont spécifiques pour chaque cas.

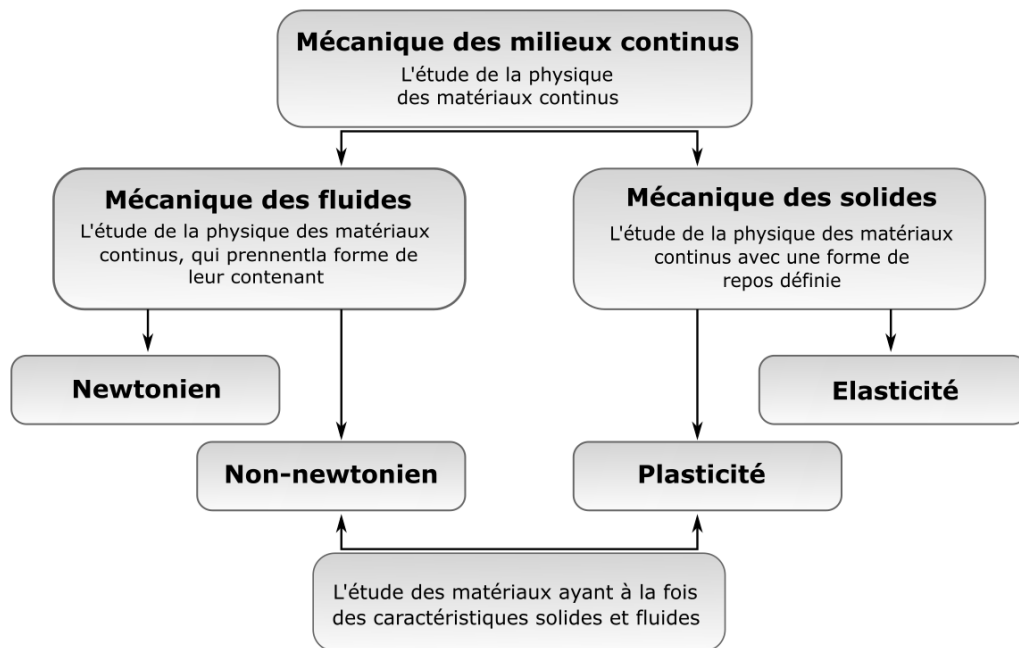


Figure 2.2 - Schéma proposé de la mécanique des milieux continus pour des matériaux qui possèdent des états gélatinux à liquides à non-polymérisés.

Le phénomène d'étalement entre deux surfaces est couramment connu par *squeeze flow*, en anglais. Nous nous intéressons ici à l'étalement contraint par les substrats lors de l'accostage, et à l'étalement semi-libre de l'adhésif non-polymérisé lorsqu'il est en contact avec un substrat indéformable. Cet état de l'art comprend trois parties : les aspects généraux de l'accostage, les essais expérimentaux liés au procédé d'accostage et à l'étalement de l'adhésif non-polymérisé, et les méthodes et modèles numériques utilisés dans la littérature.

2.2.1. Comportement des adhésifs non-polymérisés

Nous nous intéressons ici aux comportements des fluides lors d'un écrasement uniquement, afin d'évaluer les besoins de notre futur modèle d'accostage.

2.2.1.1. Comportement rhéologique des fluides

La classification rhéologique des fluides est basée sur le comportement des fluides sous cisaillement. La Figure 2.3 illustre le comportement des fluides avec l'augmentation du taux et cisaillement et le temps. Un fluide newtonien a une relation linéaire entre le taux de cisaillement et l'effort de cisaillement ; ce comportement n'est pas présenté pour les fluides dit non-newtoniens (Figure 2.3a). Les fluides non-newtoniens peuvent avoir un comportement

dépendant ou non du temps ; dans la filière des fluides qui en dépendent, les rhéopectiques ont leur viscosité augmentée avec le temps et les fluides thixotropes ont la réponse inverse (Figure 2.3b). Ceux dont le comportement ne dépend pas du temps peuvent encore appartenir à deux catégories, ceux dont l'écoulement commence sous l'effet d'un effort de cisaillement initial (Bingham et Herschel-Bulkey) et ceux qui s'écoulent sans effort initial appliqué (dilatant et pseudo-plastique) (Barman et al., 2016). Au de-là de ces comportements déjà cités, un fluide peut aussi être considéré comme viscoélastique, s'il présente simultanément les deux comportements d'un fluide visqueux et d'un solide élastique.

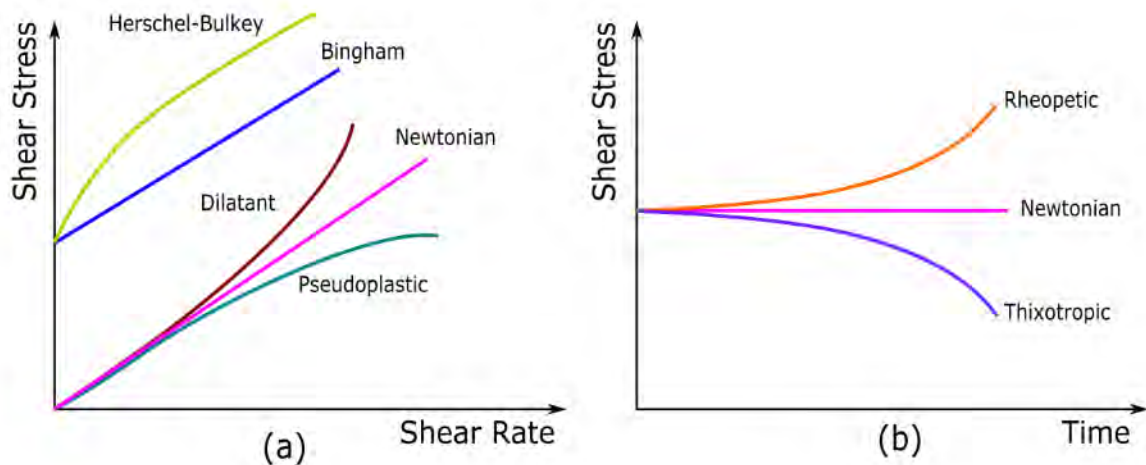


Figure 2.3 – Comportement des fluides : (a) avec l'augmentation du taux de cisaillement et (b) avec l'augmentation du temps (adapté de (White, 2011))

La grande majorité des fluides ont des propriétés non-newtoniennes. Le choix de la loi de comportement constitutive adoptée dépend du fluide considéré, mais aussi des hypothèses faites. Le Tableau 2.1 fournit une liste non exhaustive de références des études de l'écrasement d'un fluide dans différents domaines d'application pour différents comportements rhéologiques, et aussi une courte définition de chacun et des exemples. A partir de cette liste présentée, il est possible distinguer les différents types de liquides, ainsi que les différentes lois de comportement généralement employées pour chacun de ces liquides.

Les adhésifs structuraux forment une catégorie très particulière, qui ne peut pas être généralisée. Le comportement rhéologie de chaque adhésif est lié à sa composition et température soumise. Comme les résines époxy, qui peuvent se comporter comme des fluides newtoniens à faible cisaillement et des fluides non-newtoniens à fort cisaillement (Causse et al., 2015) (Hsissou et al., 2019). La représentation choisie doit être fonction des hypothèses établies et le comportement de l'adhésif prennent en compte ce qu'existe déjà dans la littérature.

Tableau 2.1 - Synthèse du comportement rhéologique et de ses réponses en mode de compression.

Comportement rhéologique	Caractéristiques principales (Barman et al., 2016) (Ghassemi & Shahidian, 2017) (Kubo et al., 2019)	Références	Exemples (Ghassemi & Shahidian, 2017)
Fluide Newtonien	Sa viscosité ne dépend pas du taux de cisaillement.	(Sherwood & Durban, 1996) (Laun et al., 1999) (McIntyre, 1996) (Fusi et al., 2015a)	Eau, alcool, plasma sanguin
Dilatant (Shear-thinning)	Augmentent la viscosité apparente lorsque le taux de cisaillement augmente et ne nécessitent pas de contrainte de cisaillement minimale pour commencer à s'écouler.	(Singh & Gupta, 2012) (Singh et al., 2013)	Sables mouvants, farine de maïs dans un liquide
Pseudoplastique (Shear-thinning)	La viscosité diminue avec l'augmentation de la contrainte et ne nécessite pas de contrainte de cisaillement minimale pour commencer à s'écouler.	(Singh & Gupta, 2012)	Ketchup, sang, vernis à ongles.
Rhéopectique	La viscosité augmente avec le temps qu'il reste sous la contrainte de cisaillement et il peut être appelé dilatant dépendant du temps.	-	Encres d'imprimantes, pâtes de gypse

<p>Thixotrope</p> <p>Dans ce cas, la viscosité diminue avec le temps qu'elle reste sous la contrainte de cisaillement et on peut l'appeler pseudoplastique dépendant du temps.</p> <p>(Shaukat et al., 2012) (Meeten, 2002)</p> <p>Yaourts, gélatines</p>	
<p>Bingham</p> <p>Présente une relation linéaire entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement et nécessite une limite d'élasticité initiale avant de commencer à s'écouler.</p> <p>(Fusi et al., 2015b) (Park, 2020) (Sherwood & Durban, 1996) (Uzal et al., 2017) (Yang & Zhu, 2006)</p> <p>Dentifrice, mayonnaise, crème fouettée</p>	
<p>Herschel-Bulkley</p> <p>Comportement similaire à celui d'un fluide pseudo-plastique, mais avec une limite d'élasticité initiale.</p> <p>(Adams et al., 1994) (Bergamasco et al., 2014) (Meeten, 2004) (Muravleva, 2020) (Sherwood & Durban, 1998)</p> <p>Peintures classiques</p>	
<p>Viscoélastique</p> <p>Les fluides qui présentent à la fois des caractéristiques visqueuses et élastiques lorsqu'ils sont soumis à une certaine charge.</p> <p>(Phan-thien et al., 1987)</p> <p>Mélange d'un solvant et d'un polymère</p>	

2.2.1.2. Influence de la présence de particules dans l'adhésif

Rappelons ici que nous nous intéressons à des adhésifs chargés de particules dont l'objectif est de contrôler le désassemblage à la demande.

L'intégration des particules dans l'adhésif est une des stratégies utilisées afin de modifier les propriétés physiques du matériau polymérisé et par conséquent, les propriétés du joint (Wypych, 2000). Le remplissage de l'adhésif avec différents taux de remplissage peut être utilisé, par exemple, comme renforcement du joint (Charles et al., 2020). C'est le cas, par exemple, de l'utilisation de nanoparticules de silice afin d'augmenter la résistance à la charge de traction (Conde et al., 2009). Les particules de verre peuvent aussi être utilisées pour améliorer des propriétés spécifiques, comme par exemple réduire la conduction thermique dans les structures sensibles au changement de température ou encore changer le module de compressibilité de l'adhésif selon le type de particule adopté (Zhu et al., 2012). La conductivité thermique peut également être modifiée par l'ajout de nanotubes de carbone qui, en outre, peuvent améliorer la conductivité électrique de la structure, par exemple dans les cas où la libération du courant de foudre est requise par exemple (Luo et al., 2016) ou encore pour des applications électroniques (Mir & Kumar, 2012). En outre, les adhésifs chargés peuvent également être utilisés comme stratégie de fonctionnalisation des joints, qui repose sur le principe de l'attribution d'une fonction supplémentaire au joint en plus de sa fonction structurelle. Banea et al. ont démontré, par exemple, la possibilité de transformer le joint en un mécanisme capable de démanteler la structure grâce à l'utilisation de *Thermally Expandable Particles* ou TEP (Banea et al., 2017).

Le chargement de l'adhésif peut donc, dans certains cas, améliorer différentes propriétés du joint après séchage, mais l'influence de ces particules sur la phase de fabrication et sur son étalement doit également être prise en considération. Un des inconvénients du chargement de l'adhésif est l'augmentation de la viscosité. Cette augmentation peut être estimée par l'équation d'Einstein (Eq. 2.1), qui permet de relier la viscosité de la suspension (η) avec la viscosité de l'adhésif (η_0) et le taux de volume des particules (ϕ) (Sheppard et al., 1940). Par contre, il faut remarquer que cette équation n'est valable que pour des particules sphériques et que la viscosité dépend aussi de la température.

$$\eta = \eta_0 (1 + 2,5\phi) \quad \text{Eq. 2.1}$$

Outre la forme sphérique, il existe un nombre infini de formes de particules qui peuvent être regroupées en trois groupes des formes principales : cubique, plate et tubulaire. La Figure 2.4 illustre l'évolution de la viscosité versus la quantité de particules pour ces trois formes. Nous pouvons observer que les particules de forme cubique ont le plus d'influence sur la viscosité, même pour de petites fractions de volume, et celles qui ont une influence moins évidente sont les particules de forme sphérique. L'explication pour ce phénomène est liée directement à la forme géométrique cubique, qui à cause de ses coins rend difficile le mouvement relatif des particules.

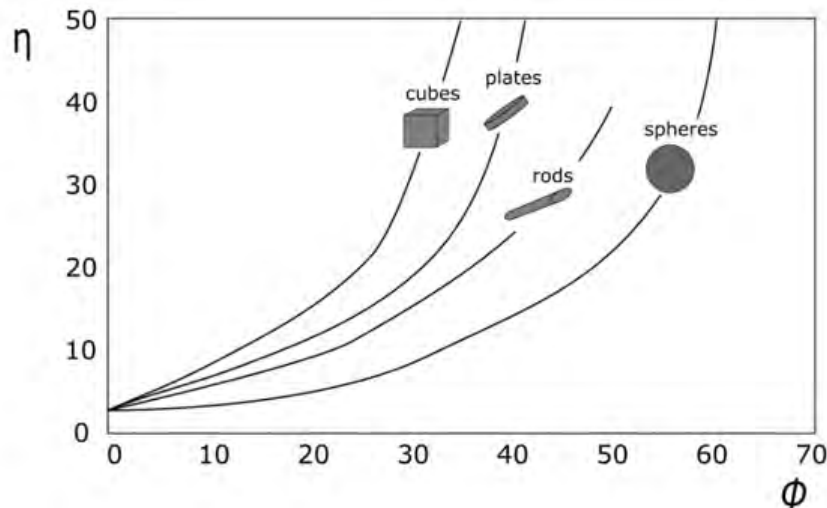


Figure 2.4 - Représentation de l'influence du format et de la fraction volumique des particules sur la viscosité apparente (adapté de (Rueda et al., 2017)).

Au-delà de la viscosité, les particules peuvent également être responsables de la perturbation de l'écoulement. Les études liées à l'étude de cette perturbation sont présentes dans plusieurs domaines, du domaine alimentaire comme l'écoulement des produits à base de tomates (Kubo et al., 2019) à l'étude de la migration des populations marines (Rossi et al., 2016). Ce type d'étude peut également être appliqué à la prévention des catastrophes pour les événements liés aux éruptions volcaniques, afin de prédire la zone impactée en considérant la température et la concentration des particules (Bernabeu, 2015). Dans le domaine de la construction civile, Spangenberg et al ont étudié la migration des particules dans le béton avant séchage afin de comprendre l'hétérogénéité du mélange final (Spangenberg et al., 2012).

En plus de modifier les propriétés macroscopiques résultantes de viscosité, les particules interagissent entre elles. Ainsi, Rueda (Rueda et al., 2017) a démontré que des forces de capillarité existent entre les particules et que celles-ci ont tendance à s'agglomérer lorsque le fluide est suffisamment peu visqueux. In fine, cela contribue à changer la viscosité macroscopique du mélange, et très certainement les capacités de distribution de l'adhésif et de ses paquets de particules. Ces forces de capillarité qui doivent être prises en compte dépendent d'échelle du calcul. Comme montré par C. Li et al. (C. Li et al., 2020) l'influence des forces de capillarité ne peuvent pas être négligées à l'échelle micro, cette-à-dire à l'échelle de la fibre pour son cas et à l'échelle de particule pour notre cas.

Afin d'évaluer en quoi ces comportements de l'adhésifs non-polymérisés modifient la capacité d'étalement en échelle macroscopique, il est nécessaire de déterminer quels essais et quelles mesures existent.

2.2.2. Essais expérimentaux liés au procédé d'accostage

Le choix d'un adhésif structurel ne réside pas que sûr la description du comportement de l'adhésif seul, mais aussi sur ses interactions avec les substrats, et sur le processus de fabrication. Une bonne mouillabilité, par exemple, est préférable pour assurer une distribution uniforme de l'adhésif et des propriétés, et limiter les imperfections de recouvrement. La tension superficielle et l'angle de contact peuvent aussi être utilisés car ils permettent de quantifier l'étendue du contact entre un adhésif et le substrat à l'équilibre. Les deux prochaines sous-sections sont dédiées à la présentation des méthodes pour la mesure de ces paramètres.

Toutefois, ce choix peut aussi être basé sur différentes propriétés finales visées du joint, comme la résistance, la flexibilité ou la conductivité. Ces propriétés de la structure assemblée dépendent du choix de l'adhésif, et aussi beaucoup du procédé d'accostage. En effet lors de l'accostage, l'adhésif se trouve piégé entre deux substrats. Pour des géométries non planes en vis-à-vis, l'adhésif confiné va faire apparaître d'autres comportements que celui d'une surface libre. Nous nous intéressons à ces effets en fin de la section où nous présentons des exemples de tests expérimentaux utilisés pour étudier le phénomène de l'étalement dans divers domaines.

2.2.2.1. Mesures de la tension de surface liquide

La tension de surface est la force qui doit être contrebalancée pour augmenter la surface recouverte par le liquide sur le substrat. Elle dépend principalement des forces d'attraction entre les phases chimiques d'un liquide donné et aussi du gaz, du solide ou du liquide en contact avec celui-ci. La tension de surface peut être observée dans les éléments de la nature, comme par exemple les insectes qui marchent sur l'eau ou une gouttelette d'eau qui tombe sur une feuille et reste sur une forme presque sphérique. Les méthodes utilisées pour mesurer la tension de surface peuvent être consulté sur l'ANNEXE A. Il faut remarquer que les méthodes de mesure de la tension de surface supposent que les propriétés du liquide ne changent pas pendant l'essai, ce qui n'est pas le cas des adhésifs que nous utilisons dans la thèse. Dès le mélange effectué, les réactions chimiques débutent et les propriétés évoluent vers la solidification.

2.2.2.2. Mesures de l'angle de contact

Tout comme la mesure précédente, l'angle de contact cherche à isoler l'interaction du liquide avec le substrat sur lequel l'adhésif est déposé. Lorsque du liquide est déposé sur la surface d'un solide, un équilibre est créé entre les phases solide, liquide et gazeuse de ce fluide avec son environnement. Le système fluide peut prendre la forme d'une goutte sphérique dont la tangente au point de contact entre les trois phases (la zone de contact entre les trois phases est appelée ligne triple ou ligne de contact) forme un angle appelé angle de contact. L'angle de contact d'équilibre θ_0 permet de quantifier la compatibilité de l'adhésif avec le substrat. Ce paramètre peut par exemple jouer sur la force et la vitesse nécessaires pour forcer l'étalement, mais aussi influencer le dépôt de l'adhésif. Un adhésif est dit présenter une mauvaise

mouillabilité quand l'angle de contact est supérieur à 90° (Figure 2.5a), ou une bonne mouillabilité pour un angle inférieur à 90° (Figure 2.5b). Le cas avec un angle de contact très proche de zéro est considéré comme une condition de mouillabilité parfaite.

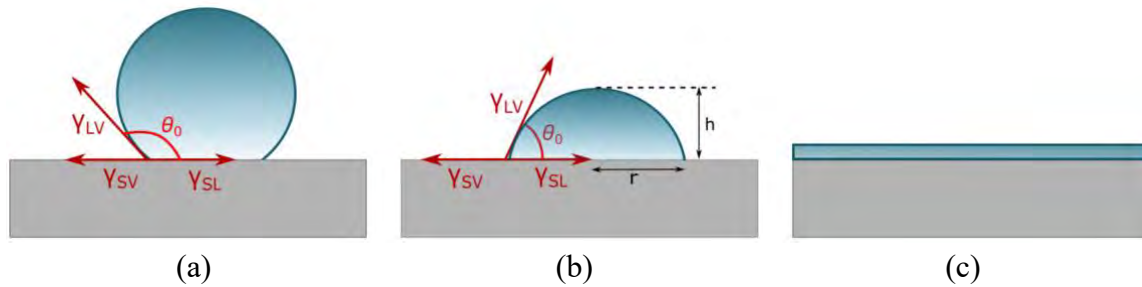


Figure 2.5 – Représentation d'angle de contact d'équilibre : (a) mauvaise mouillabilité, (b) bonne mouillabilité, (c) mouillabilité parfaite.

Parmi les méthodes existantes dans la littérature pour mesurer cet angle de contact, la plus simple est la méthode de la goutte posée. Le principe est le même que celui de l'essai de détermination de la tension de surface (Drop Weight), mais cette fois-ci un système de caméra est utilisé pour suivre l'évolution de la goutte. Une fois que le contact avec la surface est établi, le système de mesure calcule la tangente de la goutte, ainsi que le rayon r de contact et la hauteur h (Figure 2.5b) au cours du temps. L'angle de contact est alors calculé par :

$$\tan\left(\frac{\theta_0}{2}\right) = \frac{h}{r} \quad \text{Eq. 2.2}$$

Les essais de mesure de tension de surface et l'angle de contact peuvent être utilisés pour comprendre de défaillance d'adhérence, qui est la défaillance interfaciale entre le substrat et l'adhésif, c'est-à-dire la formulation du revêtement ou la colle, par exemple. La mesure de l'angle de contact puisse être utilisée pour déterminer l'hydrophilie ou la phobie de la surface. Les utilisation de ces mesures sont très diversifiées, comme par exemple, elles peuvent être utilisés pour étudier et améliorer l'adhésion de l'adhésif sur des fibres de carbone (Wu et al., 2022).

2.2.2.3. Essais de caractérisation de l'accostage

Au cours des dernières années plusieurs études expérimentales sur l'étalement contraint d'un liquide ont été développées. La principale configuration utilisée est la compression du liquide entre deux plaques circulaires ou rectangulaires planes, mais d'autres configurations peuvent être aussi utilisées pour étudier la physique du problème. Une revue bibliographique des principaux aspects liés à ce problème peut être consultée dans le travail de Engmann et al (Engmann et al., 2005).

L'observation des phénomènes étant limitée aux vues latérales de l'étalement, parmi les travaux trouvés dans littérature, un des principaux enjeux est le développement d'un modèle numérique ou analytique capable de reproduire les essais. En effet, un modèle numérique représentatif permet de compléter les observations expérimentales. Par exemple, Bergamasco et al (Bergamasco et al., 2014) ont comparé l'évolution des efforts analytiques et obtenus par simulation numérique avec un modèle CFD avec les essais réalisés entre deux plaques rectangulaires fixées sur l'axe d'une machine de compression, pour différentes vitesses de rapprochement. Toujours dans l'application de modèles analytiques, Brindley et al (Brindley et al., 1976) ont montré comment adapter un rhéomètre pour obtenir les forces de cisaillement résultant de l'écrasement du liquide, en utilisant les théories du film lubrifiant pour prédire l'évolution de la hauteur du liquide en fonction d'une force constante appliquée.

Le principe des tests d'étalement peut également être appliqué à d'autres montages moins conventionnels. Burka et al (Burka et al., 2013) étudient la force nécessaire pour étaler le liquide, mais cette fois par insertion d'un piston. L'adhésif est placé dans un réservoir cylindrique et un cylindre de plus petit diamètre est poussé à l'intérieur, entraînant la remontée de l'adhésif placé au fond. Dans de cas l'étalement de l'adhésif est mesuré par rapport à la hauteur que l'adhésif monte et non par la surface recouverte. En plus des études classiques d'étalement, ces types d'essais expérimentaux peuvent être aussi utilisés pour étudier l'apparition des défauts pendant l'accostage. Comme par exemple le cas des bulles d'air piégées dans le joint dépendent du dépôt de l'adhésif au départ (Müller et al., 2022) (Fast & Shelley, 2004) ; ou encore l'influence du remplissage par des particules (Bajaj et al., 2010) (Delhaye et al., 2000).

Les méthodes expérimentales pour l'accostage des fluides présentés dans la littérature présentent en grand partie les mêmes limitations, la difficulté de visualisation de l'étalement lors de l'essai. Le seul qui présente un moyen expérimental adéquat au positionnement de caméras pour la visualisation est Müller et al (Müller et al., 2022). Cependant même avec les implémentations proposées, il semble avoir une difficulté liée à l'espace disponible pour le positionnement d'autres types de moyennes d'observation.

2.2.3. Méthodes numériques utilisées pour simuler l'accostage

La solution numérique des équations de conservation de la masse, de l'énergie et de la quantité de mouvement, dépendant du temps, nécessite leur discrétisation dans le temps et l'espace. Le choix de la méthode qui semble la meilleure dépend de chaque cas et doit prendre en compte les hypothèses faites et les avantages et inconvénients de chacune des approches. Les sous-sections suivantes présentent les principaux aspects des méthodes basées sur une discrétisation avec maillage et sans maillage.

L'objectif de cette section est d'analyser la pertinence des méthodes de discrétisation au regard de la simulation de l'accostage avec l'adhésif non-polymérisé.

Il existe différentes approches pour chacune de ces discrétisations, dont les principes de base seront rappelés ici. L'ensemble des équations de conservation qui y sont liées peut être consulté sur (L. A. Silva et al., 2021). La méthode de discrétisation spatiale est implicitement liée au choix de la méthode numérique utilisée pour décrire la déformation. Or l'adhésif non-polymérisé est un fluide visqueux qui se solidifie sur des temps courts au regard de la durée de l'opération d'accostage, et potentiellement longs au regard des phénomènes d'écoulement naturel et d'effort à maintenir pour assurer l'épaisseur du joint. Cela confère à l'adhésif non-polymérisé un comportement de type liquide visqueux vu de la mécanique des fluides, et solide peu résistant vu de la mécanique des solides déformables.

En termes de discrétisation de l'espace, de représentation du mouvement et d'approximation des dérivées spatiales, les méthodes de la mécanique des milieux continus sont traditionnellement séparées par des hypothèses sur le choix du repère dans lequel le mouvement et ses variations sont écrits : Eulérien, Lagrangien ou Arbitrairement Lagrangien Eulérien (Anderson, 2002). Les différences de représentation du mouvement entre ces méthodes sont liées aux caractéristiques de déformation du maillage qui discrétisent l'espace, qui va suivre ou pas le mouvement de la matière, comme illustré sur la Figure 2.6. La première et la plus utilisée pour les adhésifs, la description eulérienne, est utilisée pour représenter le mouvement des fluides (Figure 2.6a). La grille de calcul est fixe dans l'espace et le matériau se déplace à l'intérieur de la grille et à travers ses limites. Par conséquent, la déformation du matériau dépend de la disposition et de la taille de cette grille fixe, ainsi que de la méthode de transport (advection) des variables qui décrivent l'état du fluide (masse volumique, pression, vitesse, énergie, etc.). La description Lagrangienne avec maillage (Figure 2.6b) est une méthode où la grille est placée à l'intérieur du domaine occupé par le matériau, et ses bords sont placés sur les limites d'occupation physique de la matière. Les frontières et toutes les mailles à l'intérieur du domaine discrétisé se déforment, et la déformation de la matière est entièrement représentée par la capacité de déformation des mailles et de la frontière. Par conséquent, la précision dépend de la taille et de la distribution des mailles de la grille, à l'intérieur comme aux bords, et des fonctions de forme qui déterminent à la fois l'approximation et l'interpolation des quantités cinématiques. En dernier, la description Arbitrairement Lagrangien Eulérien (ALE) avec maillage a été développée dans le but de combiner les avantages des descriptions cinématiques classiques ci-dessus s'appuyant sur une grille, tout en minimisant autant que possible leurs inconvénients respectifs. Dans la description ALE, les nœuds du maillage de calcul peuvent être déplacés comme une discrétisation Lagrangienne, ou être maintenus fixes de manière eulérienne (Figure 2.6c), ou encore être déplacés d'une manière arbitraire afin de se réorganiser en continu (L. A. Silva et al., 2021).

Les méthodes de la mécanique des milieux continus généralisés utilisent également une représentation eulérienne ou une représentation lagrangienne du mouvement. Parmi les méthodes avec description lagrangienne, une classe particulière est celle des méthodes particulières avec ou sans maillage (Figure 2.6d), qui utilisent un nombre fini de particules pour discrétiser l'état évolutif dans le temps d'un matériau. Les méthodes les plus utilisées sont : les méthodes SPH (Fuchs et al., 2021), méthodes des éléments discrets (DEM) (T. Wang et al.,

2022), méthode peridynamics (Gao & Oterkus, 2020), méthode du point matériel (MPM) (Fang et al., 2020).

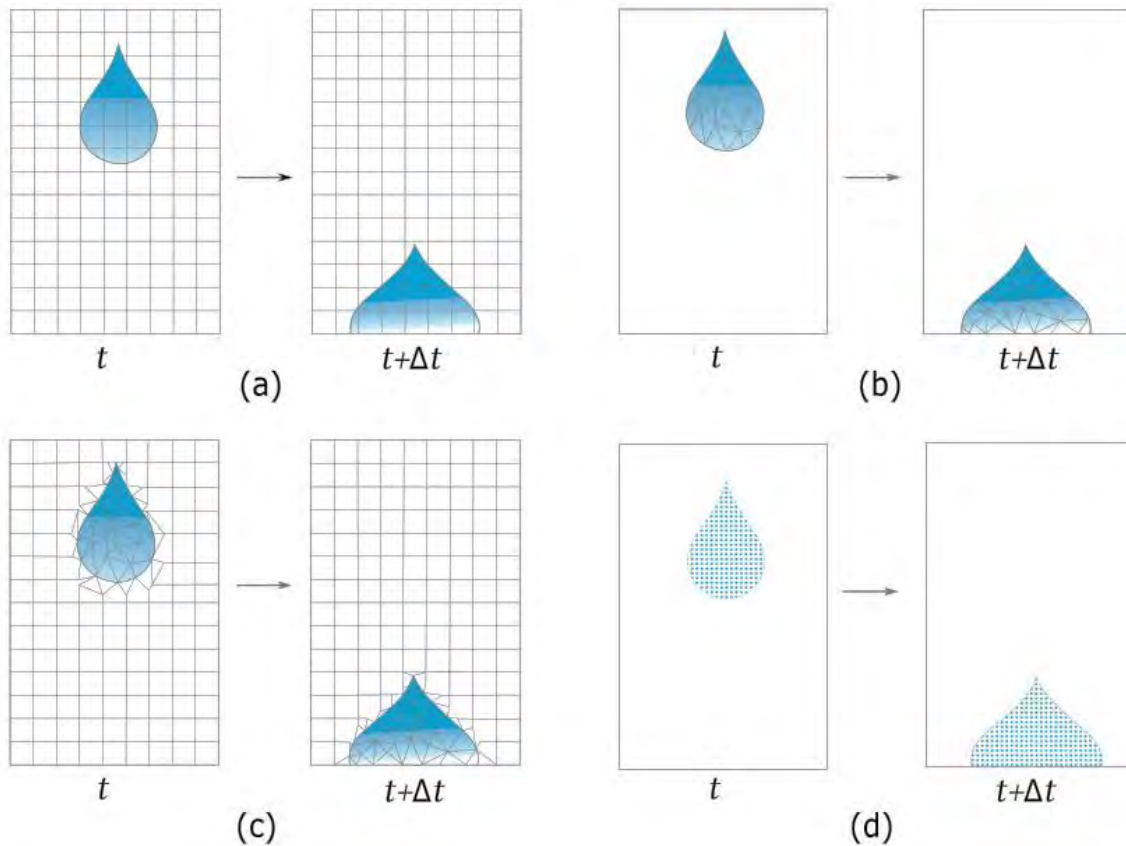


Figure 2.6 - Représentation de la discrétisation de l'espace. (a) Description eulérienne, (b) Description lagrangienne, (c) Description eulérienne lagrangienne arbitraire, (d) Description lagrangienne sans maillage.

Nous synthétisons ci-dessous les avantages et inconvénients des méthodes avec maillage et de la méthode SPH.

2.2.3.1. Méthodes basées sur une discrétisation avec maillage

Les méthodes qui utilisent une grille pour la discrétisation sont les plus classiques et les plus utilisées pour les applications des milieux continus. Concernant l'étude des adhésifs non-polymérisés, ces méthodes sont essentiellement : méthode des différences finis (MDF), méthodes des volumes finis (MVF) et méthode des éléments finis (MEF).

La MDF utilise la série d'expansion de Taylor pour résoudre le problème en un point discret avec une précision directement liée à l'ordre de la série de Taylor. La valeur sur le point d'intérêt peut être calculée en fonction des valeurs de la fonction aux points voisins en utilisant des schémas de différences centrale, avant ou arrière (Ferziger & Perić, 2012). La simulation

de la lubrification par film est un des principaux cas d'application de cette méthode qui donne des solutions très proches de la valeur exacte (Hamrock et al., 2004). La méthode des espaces partiellement remplis (PFG) est basée sur la MDF et est particulièrement intéressante pour observer l'interaction entre les interfaces (ou les substrats) et l'écoulement (Müller et al., 2014), ainsi que dans le domaine de l'adhésion pour étudier l'effet de la compression sur l'adhésif (Müller et al., 2018).

La MVF est une méthode de discrétisation qui convient bien à la simulation numérique de divers types d'équations (elliptiques, paraboliques ou hyperboliques), donc de lois de conservation. Le principe de base est la conservation des quantités dans un volume de contrôle, avec le calcul des quantités d'entrée et de sortie. Les intégrales des flux sont approximées à partir d'un point du volume de contrôle, généralement placé au centre du volume. La précision et l'ordre d'erreur dépendent directement de l'interpolation choisie. Parmi les applications de cette méthode, la représentation de l'étalement de l'adhésif (Uzal et al., 2017) (Burka et al., 2013) et les études sur la migration des particules (Spangenberg et al., 2012) (Roussel et al., 2016), sont particulièrement intéressantes pour ce travail.

La MEF et la MVF sont très proches. La caractéristique distinctive entre la MEF et la MVF est qu'avec la MEF, les équations sont multipliées par une fonction de poids avant d'être intégrées sur l'ensemble du domaine. Ainsi, comme la méthode précédente, la MEF découpe la structure en petits éléments, puis ces éléments sont reliés par des nœuds. Les conditions appliquées aux nœuds partagés par deux ou plusieurs éléments garantissent la continuité de la solution de déplacement à travers les frontières des éléments finis. L'idée générale est de résoudre les équations de Navier-Stokes pour chaque élément en utilisant une approximation par fonction de forme. La formulation et l'implémentation de cette méthodologie pour les équations de Navier-Stokes peuvent être trouvées dans les travaux classiques (Pironneau, 1992) (Zienkiewicz, O.C, Taylor, 2014).

La dépendance de la taille et de la distribution du maillage est un des principaux inconvénients de la MEF. Dans les cas où le déplacement du matériau est important, l'une des erreurs les plus courantes consiste à étirer les éléments jusqu'à leur défaillance. La solution est une combinaison des deux discrétisations, Lagrangienne et Eulérienne, avec un maillage qui fait une réorganisation automatique et continue (Johnson & Tezduyar, 1994) (Takashi & Hughes, 1992) (Ingelsten et al., 2022). L'élément fini n'est pas la méthode la plus utilisée pour l'analyse des fluides, mais il peut être une méthode intéressante pour étudier les cas avec un écoulement de fluide visqueux incompressible (Rannacher, 2011) (Adams et al., 1997) (Abali, 2019). Nous trouvons également dans la littérature des modèles d'éléments finis lagrangiens pour analyser le comportement d'autres fluides de type solide, tels que les fluides shear-thickening (Gürgen, 2020) (Rizzo et al., 2020).

Plus récemment, la méthode de champs de phase, en anglais *phase field method*, a commencé à gagner visibilité. La méthode a comme objectif de reproduire une dynamique interfaciale donnée et permet de prendre en compte la tension de surface. Un exemple d'utilisation de cette méthode pour la modélisation des liquides est l'étude faite par C. Li et al (C. Li et al., 2020). Dans ce travail, les auteurs ont étudié numériquement l'imprégnation de la

résine sur les fibres composites lors de l'injection et ils ont montré que la méthode de champs de phase peut être très intéressante pour des modèles numériques à l'échelle micro. Un des inconvénients de cette méthode est la difficulté d'obtenir les paramètres de comparaison dans une petite échelle et le besoin des améliorations pour des représentations dans l'échelle macroscopique.

Même si ces deux méthodes sont déjà capables de simuler des écoulements et des injections incompressibles, les mises à jour effectuées pour représenter ces comportements augmentent les ressources de calcul nécessaires.

2.2.3.2. Méthodes basées sur une discrétisation sans maillage

Au-delà des méthodes classiques basés sur une grille, il existe les méthodes particulières sans maillages. Les méthodes sans maillage particulières représentent la matière comme un nombre fini de particules qui recouvrent le domaine de présence de la matière. Chaque particule a ses propres propriétés physiques comme un fluide (masse volumique, pression, vitesse, énergie, etc.) qui, combinées dans un voisinage d'interaction, représentent le problème continu (G. R. Liu & Liu, 2010). Parmi ces méthodes, la plus utilisée pour les applications avec des fluides est la méthode Smoothed Particles Hydrodynamics (SPH).

La méthode SPH a été proposée par and Monaghan (Gingold & Monaghan, 1977) et Lucy (Lucy, 1977) pour des applications solides et est actuellement très utilisée pour des applications avec des interactions fluides-structures (FSI), comme par exemple l'étude développé par Breinlinger et al (Breinlinger et al., 2013), qui cherche à étudier les effets de mouillabilité et tension de surface.

En termes simples, la méthode SPH est basée sur le concept de voisinage. Chaque particule a un disque (2D) ou une sphère (3D) d'influence. Toutes les particules inscrites dans ce cercle sont considérées comme voisines et apportent une contribution à l'état d'équilibre de la particule d'intérêt dont l'importance dépend de la distance à cette particule (Figure 2.7). La formulation complète de cette méthode, ainsi que des exemples peuvent être consultés sur (M. B. Liu & Liu, 2010)(Monaghan, 1992) (Weaver & Xiao, 2016). Le voisinage est considéré Lagrangien si les particules identifiées au début du calcul ne changent pas pour la durée du calcul, ou Eulérien si la liste des voisines d'une particule est actualisée au cours du temps. Des situations d'adaptation Lagrangien/Eulérien peuvent exister selon les outils de simulation du commerce, afin de reproduire des mécanismes de séparation des voisinages et d'éviter les ruptures numériques.

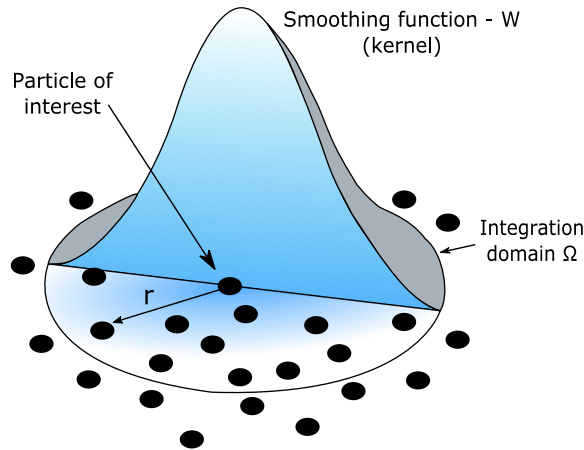


Figure 2.7 – Représentation de la fonction de lissage autour d'une particule d'intérêt.

Même si le SPH n'a pas été développé spécifiquement pour les simulations de fluides, il existe de nombreuses études sur ce domaine dans la littérature. La première classe d'études est dédiée à l'amélioration des conditions limites, ce qui signifie proposer d'autres solutions pour représenter et calculer la surface libre du fluide (Cherfils, 2011) (Pelfrene, 2011). Dans la catégorie du comportement des fluides, la SPH est utilisée pour simuler des fluides incompressible (Morris et al., 1997) et compressibles (Zisis et al., 2015). De plus la méthode offre la possibilité de calculer des interactions multi-fluides (Colagrossi & Landrini, 2003) ou des interactions fluide-structure (Antoci et al., 2007). Une autre application très intéressante de cette méthodologie dans le domaine du graphisme numérique est la possibilité de prédire le mouvement et la forme finale du fluide (Queiroz, 2008) (Schechter, 2013). En plus de la méthode SPH, la méthode des particules lagrangiennes semble être particulièrement intéressante pour la simulation de l'accostage, comme montrent les travaux développés par Gallez et al (Gallez et al., 1999) et plus récemment par Ingelstren et al (Ingelsten et al., 2022).

2.2.4. Synthèse de l'état de l'art

Les travaux existant dans la littérature abordant l'étude expérimentale ou la modélisation de l'accostage d'adhésif seul ou avec particules ont essentiellement adopté une approche de mécanique des fluides. Les colles sont classées selon leur viscosité. L'augmentation du nombre de particules augmente les forces d'attraction inter-particulaires pour des viscosités faibles. Cela explique la formation d'amas lorsque le taux volumique de renfort reste inférieur aux taux volumiques de colle.

Les essais sur adhésifs non-polymérisés ont pour but de mesurer les propriétés des fluides (angles de contact et formes de gouttes), ou de son étalement, toujours selon la viscosité. L'intérêt majeur est de déterminer la capacité de l'adhésif non-polymérisé à bien recouvrir la surface à encoller. Si on trouve des travaux étudiant la distribution des adhésifs non-polymérisés considérées comme homogènes équivalentes (sans particules ou avec un taux volumique élevé),

le suivi des distributions d'amas de particules dans le cas de faibles viscosités de colle et de faibles taux volumiques de particules ne sont pas documentés. Une étude intéressante est celle de Spangenberg et al. (Spangenberg et al., 2012) qui permet d'observer la formation de bourrelets de colle débordant d'un substrat lors de l'accostage. On note toutefois que l'essai ne permet pas de voir l'étalement entre les substrats ni de mesurer les efforts d'accostage.

La plupart des modélisations numériques proposées dans la littérature adoptent également un formalisme Eulérien de la mécanique des fluides. Ces méthodes ne présentent généralement pas d'instabilités ou de problèmes de convergence pour assurer la loi de conservation dans chaque volume de contrôle. Par contre, pour assurer une bonne représentation du mouvement du fluide et une erreur minimale, la discrétisation doit être très fine. Ce raffinement de taille de discrétisation gère une augmentation des ressources numériques et une augmentation du temps de calcul. Ce même inconvénient est aussi rencontré sur les méthodes qu'utilisent le formalisme Lagrangien, comme MEF. La méthode SPH peut être une ressource puissante pour les simulations de fluides, en particulier pour l'accostage, dès lors que le déplacement n'est pas couplé à la taille du maillage. Cependant, l'application de cette méthode n'en est qu'à ses débuts et de nombreuses mises à jour sont encore nécessaires, par exemple, l'implémentation des lois de comportement pour les fluides non-newtoniens, et améliorations sur les méthodes utilisées pour représenter la surface libre.

Après avoir étudié les principales caractéristiques, avantages et limites de ces méthodes numériques, le formalisme SPH est celui que nous avons choisi pour la modélisation de l'accostage. Il permet de représenter des grandes déformations typiques de matériaux fluides, tout en conservant la représentation fine du comportement des matériaux solides, c'est-à-dire la partie sphérique et la partie déviatorique des contraintes et déformations.

Au regard des travaux présents dans la littérature, trois cas ont été étudiés dans la thèse. L'adhésif choisi est le 3MTM EC2216 qui est un adhésif époxy de faible viscosité. Les trois cas correspondent à trois taux volumiques de particules : le premier cas est l'étude de l'adhésif seul sans polymériser (10000 :0) ; le second consiste en un mélange de très peu de particules dans l'adhésif (10000 :5, 10000 :15, 10000 :30), où les forces prédominantes sont celles liées aux effets hydrodynamiques dus à la viscosité ; et un troisième cas qui représente l'adhésif fortement chargé (10000 :1000)

Nous proposons dans la suite des modèles numériques pour représenter le comportement de l'adhésif non-polymérisé seul lorsqu'il se dépose sur un substrat et s'étale naturellement, et lors de l'accostage et l'écrasement entre des substrats. Des essais expérimentaux spécifiques sont tout d'abord réalisés.

2.3. Dépôt d'adhésif en chute libre

Parmi les méthodes présentées dans §2.2.3 et compte tenu de l'objectif de représenter l'adhésif avec une loi de comportement équivalente à un solide mou, la méthode choisie est la méthode sans maillage SPH. Afin de valider la méthode de calcul et la représentation du comportement solide de l'adhésif, nous avons comparé la forme d'une goutte en chute libre pendant et après le détachement par simulation de l'essai. Dans une première étape de validation, seule la forme pendant la chute a été analysée. L'interaction fluide-structure entre l'adhésif et le substrat, ainsi que la présence de particules, ont été prises en compte dans un deuxième temps avec la simulation de l'accostage proprement dit et sont abordés au § 2.4.

Afin de modéliser le comportement de fluide visqueux de cet adhésif non-polymérisé seul et son étalement naturel avec un matériau solide en fin de section, des essais spécifiques sont proposés dans cette partie.

2.3.1. Essais de caractérisation du comportement de l'adhésif non-polymérisé en chute libre et dépôt

2.3.1.1. Formation et détachement de la goutte

Le montage expérimental a été composé d'une caméra ultra rapide Photron 5A5 placée face au montage de lâcher (à gauche). Un système de rétroéclairage est placé à l'arrière du système de lâcher (à droite) afin d'améliorer la visualisation, comme illustré sur la Figure 2.8a. Les gouttes ont été générées par un système de dosage du volume lâché, utilisant une seringue avec une aiguille coupée et polie de diamètre de 10 μ m (Figure 2.8b). Ce système se compose d'un micromètre *Mitutoyo* (1) couplé avec un support (2) responsable de maintenir la seringue à l'intérieur du système (3). Le micromètre, responsable de pousser le piston de la seringue, était actionné manuellement, avec la quantité d'adhésif contrôlée par quantité de tours (suivi par des marques sur la molette).

Avec ce montage d'essai basé sur un contrôle manuel du volume délivré, la répétabilité de la forme de la goutte était la principale source d'erreur. La rotation manuelle d'une part, et l'état de l'embouchure de la seringue d'autre part, ont entraîné une injection non systématique d'adhésif et une formation non axisymétrique de la goutte. De plus, pendant la rotation du micromètre, le système pouvait se déplacer, ce qui entraînait des gouttes non centrées par rapport à l'axe du système.

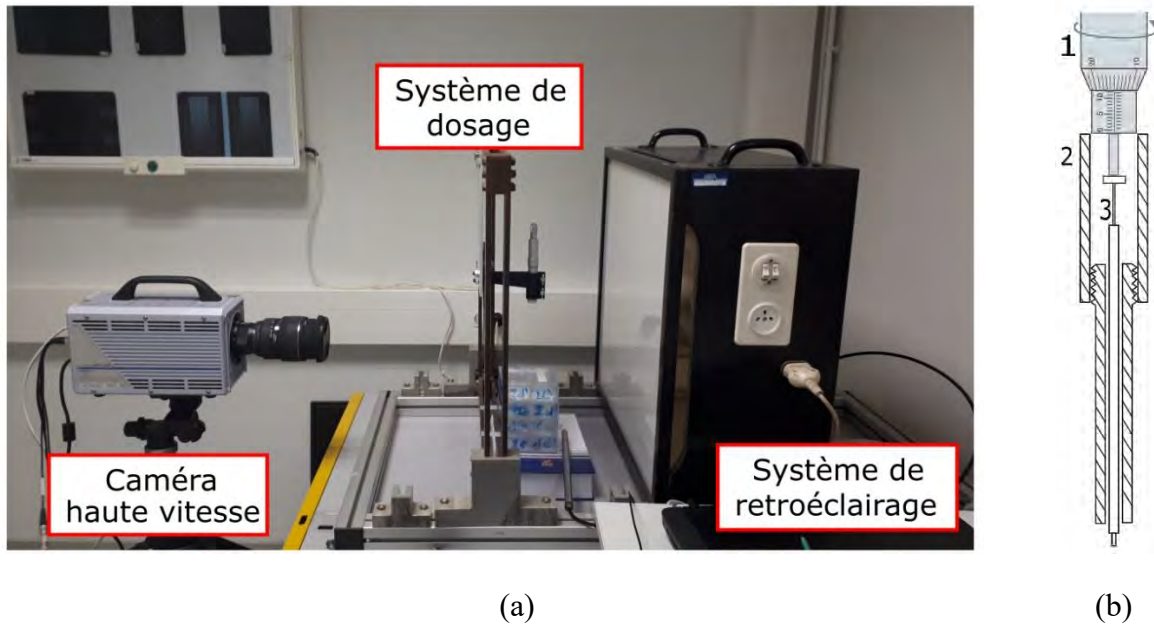


Figure 2.8 – Montage expérimental de la goutte en chute libre pour la validation de l'approche numérique : (a) Distribution des équipements ; (b) Système de dosage.

Afin de réaliser des essais exploitables, les mesures de formation des gouttes ont été effectuées après analyse des images, à partir d'une forme 'de base' de la goutte considérée comme une référence.

2.3.1.2. Détermination de la viscosité en fonction de la polymérisation

L'adhésif utilisé dans la thèse est l'adhésif époxy EC2216 de 3M Scotch-Weld™ (3M Scotch-Weld, 2018). Le fournisseur donne une viscosité de 75 à 150 Pa.s pour le composant de base et de 40 à 80 Pa.s pour le composant accélérateur. Par la loi de mélange la viscosité a une valeur moyenne de 81 Pa.s.

Selon la fiche technique du fabricant, l'adhésif EC2216 peut être manipulé pendant 90 minutes. Par contre, la réaction chimique de la polymérisation de l'adhésif commence dès que les deux composants sont mélangés, et par conséquent, la viscosité du mélange augmente avec le temps. L'influence du changement de viscosité sur la formation des gouttes a été quantifiée en effectuant les tests avec différents délais entre la préparation et le test : 5, 25, 45, 65 et 85 minutes. Le mélange des composants a été effectué à l'aide de la buse de mélange 3M fixée à un pistolet de distribution à rapport 2:3 en volume. Il a été versé directement dans les seringues, afin d'éviter l'injection des bulles d'air.

Le paramètre choisi pour quantifier le changement de viscosité était le temps de chute. Afin de suivre la formation et la chute des gouttes au cours du temps jusqu'au substrat, la distance entre la pointe de la seringue et le substrat a été fixée à 150 millimètres.

Une fois la goutte formée, il y a une compétition de forces entre la tension de surface qui lie la goutte à l'embout de la seringue et la force d'inertie du poids de la goutte. Dans certains cas, comme celui illustré à la Figure 2.9, la goutte s'étire tout en restant attachée à l'embout de la seringue par un fil d'adhésif tendu. Le lien entre la goutte et la seringue n'est rompu qu'après le contact avec la surface. Ce filet est généré par la liaison avec l'adhésif encore présent sur l'embout de la seringue et altère directement la forme de la goutte et de son dépôt.

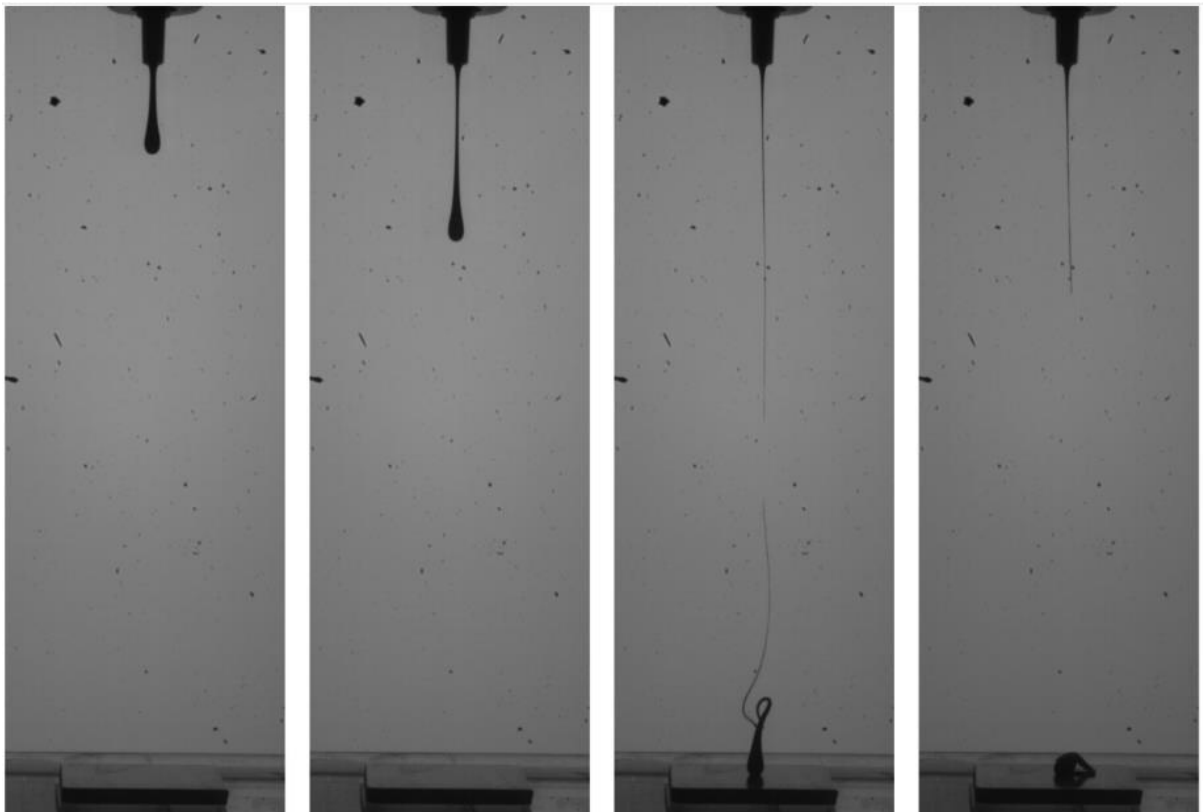


Figure 2.9 – Evolution d'une goutte d'adhésif au cours du temps (GPB008).

En raison de la formation irrégulière des gouttes expliquée au paragraphe précédent, le temps initial a été considéré comme le moment où la goutte mesurait déjà 10 millimètres de long (forme de référence) et le temps final comme le moment où il y avait le premier contact avec la surface du substrat (Figure 2.10). La détermination de la durée de la chute a été faite par l'analyse des images obtenues par la caméra à haute vitesse avec une fréquence d'acquisition de 500 images par seconde.

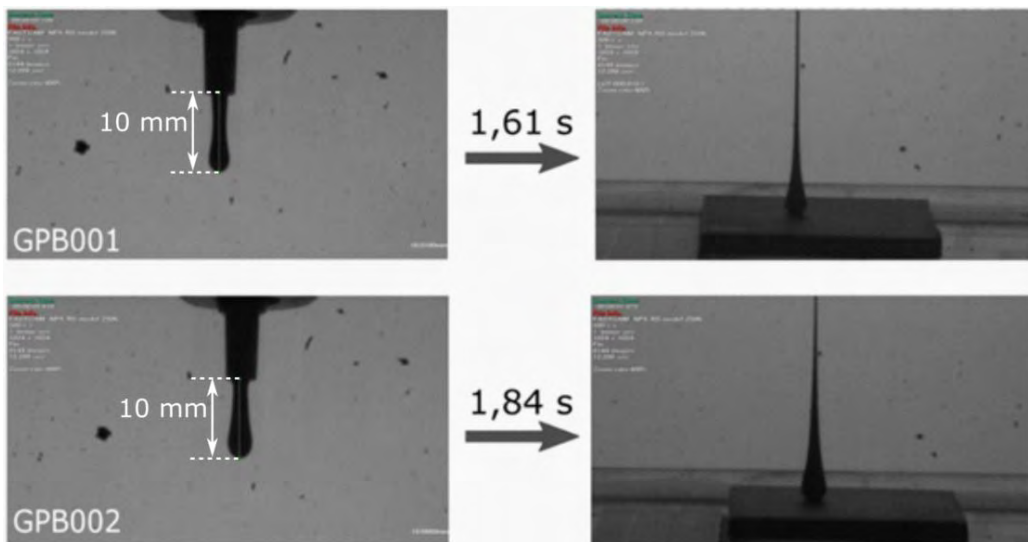


Figure 2.10 – Résultats de l'essai de chute de la goutte avec différents temps entre la préparation et l'essai.

Le temps nécessaire pour que la goutte se libère ou descende, même si elle est encore retenue par le fil adhésif, ne dépend que de la viscosité si l'on considère que la masse et le milieu environnant sont invariables au cours de l'essai de lâcher. Ceci peut être observé sur la Figure 2.11. Les mesures ont été faites à partir d'une largeur de référence, c'est-à-dire, le largeur des substrats qui vaut 30 mm. Ce type de mesure est très sensible et peut générer des erreurs dans l'échelle de 0,5 mm. Autre source d'erreur de mesure est le point de début et fin de la goutte qui peut aussi entraîner à des erreurs de la taille de quelques pixels, en sachant que chaque pixel vaut de 0,1419 à 0,1451 mm.

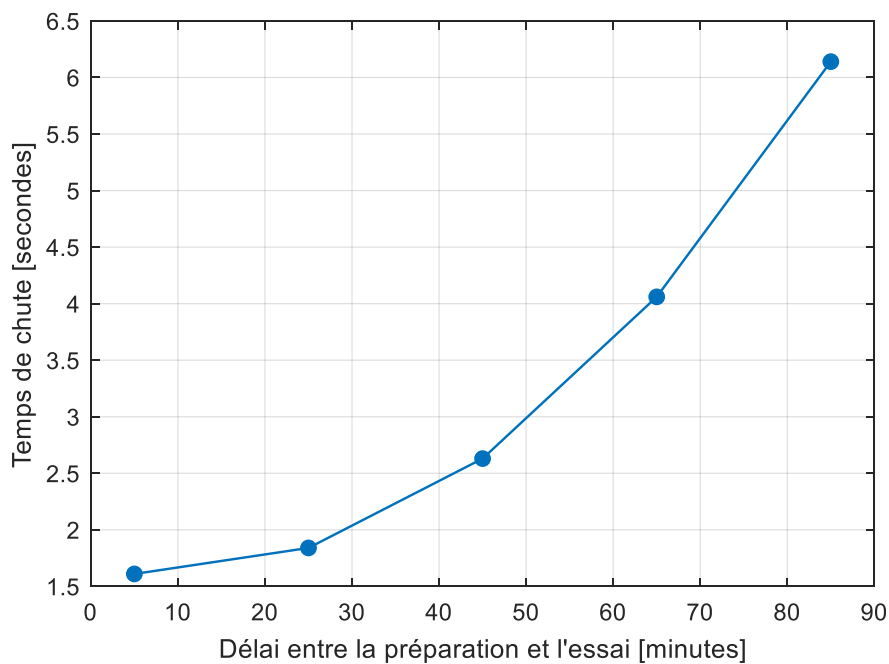


Figure 2.11 – Temps de chute avec différents temps entre la préparation et l'essai

Même si ce type de test ne permet pas de mesurer la viscosité de l'adhésif, la relation entre le temps de chute et la durée de la chute suit la forme exponentielle décrite par l'équation de Mark-Houwink (Eq. 2.3). Cette équation indique la relation entre la viscosité intrinsèque, qui décrit l'augmentation de la viscosité des chaînes polymères individuelles, et la masse moléculaire du polymère (Rubinstein & Colby, 2003).

$$[\eta] = KM^a \quad \text{Eq. 2.3}$$

où $[\eta]$ est la viscosité intrinsèque, tandis que, K et a sont constants et dépendent de chaque système de polymère/solvant, et M est la masse moléculaire du mélange à chaque instant.

Les tests effectués ont montré la relation entre le niveau de polymérisation et la viscosité. En outre, les échantillons ont été pesés immédiatement après leur chute et une semaine plus tard, le temps nécessaire à une polymérisation complète à température ambiante. La masse reste pratiquement inchangée (variation de 0,5%), ce qui souligne une faible évaporation des composants, un des avantages de cet adhésif. Ces deux caractéristiques combinées ont servi comme point de départ pour la construction du modèle numérique, dont l'objectif est de pouvoir décrire la forme de la goutte pour différents taux de polymérisation. Et dans un deuxième temps, le non dégazage relatif nous permettra de poser l'hypothèse que la forme finale obtenue après l'accostage sera considérée comme la forme finale du joint obtenue pour l'adhésif totalement polymérisé.

2.3.1.3. Angle de contact et choix des substrats

Comme déjà décrit au §2.2.2, l'angle de contact permet d'évaluer la mouillabilité de l'adhésif sur la surface de dépôt. En outre, cela permet de vérifier l'adéquation du processus de fabrication comme par exemple la manière d'étaler l'adhésif de manière forcée pour fabriquer des éprouvettes de tenue (Chapitre 3) ou de désassemblage (Chapitre 5). L'angle de contact est directement lié au principe d'adhésion, qui est principalement fonction de trois caractéristiques : les propriétés physiques de l'adhésif, la surface de contact, et les conditions environnementales. Pour chacune de ces trois composantes, plusieurs paramètres interviennent. Les paramètres importants pour l'aspect chimique sont la composition de l'adhésif et du substrat, ainsi que l'humidité de l'environnement, en considérant que la liaison mécanique dépend principalement de l'état de surface du substrat (L. F. M. Da Silva et al., 2011).

Les essais de détermination de l'angle de contact par observation optique (*Sessile Drop Method*) ont été réalisés au sein du laboratoire de l'ingénierie mécanique de l'Université de Porto (FEUP), avec un montage expérimental du fabricant DataPhysics Instruments (modèle OCA 15EC). Le système, montré sur la Figure 2.12, est composé d'une caméra optique avec résolution maximale de 1448 x 1086 pixel et 156 frames/s qui permet de suivre l'évolution de l'étalement de la goutte après le contact avec la surface.

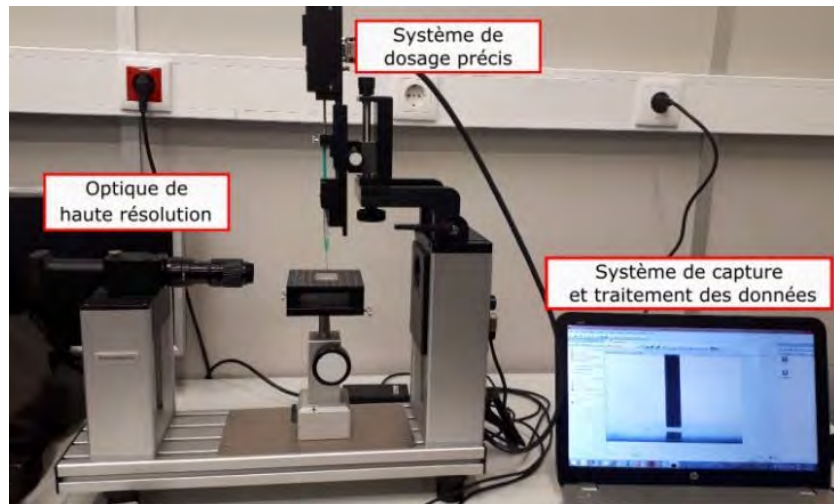


Figure 2.12 – Dispositif expérimental de mesure optique de l'angle de contact.

La distance entre la pointe de l'aiguille et la surface de contact a été fixée à 3 mm. Les substrats utilisés étaient en aluminium. Deux états de surface ont été testés, un avec un traitement de surface par sablage et une rugosité moyenne R_a de $2,193\mu\text{m}$ ($\pm 0,243$), et un deuxième sans traitement particulier. Une fois que la goutte est détachée de l'aiguille, elle ne peut plus la toucher et la mesure commence dès que la goutte entre en contact avec la surface. Avec le logiciel DataPhysics Instruments, il était possible de mesurer l'angle de contact pendant l'essai une précision de $\pm 0,1^\circ$, la fréquence d'acquisition choisie était de 30 images par seconde. L'évolution de l'angle de contact au cours du temps, pour le cas avec un traitement de surface contrôlé, est montrée sur la Figure 2.13. Au bout de 240 secondes (4 min, step number 4300) la goutte atteint son état d'équilibre avec un angle de contact de $42,9 \pm 0,1^\circ$. Pour le cas sans traitement de surface, l'angle obtenu est de $41,8 \pm 0,1^\circ$.

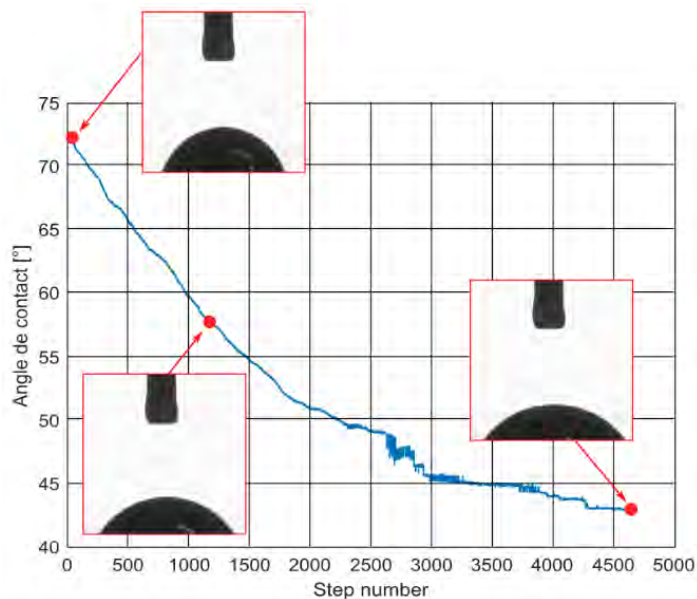


Figure 2.13 - Evolution de l'angle de contact de l'EC2216 au cours du temps avec une acquisition de 30 images/seconde.

Les résultats obtenus montrent une « affinité » entre l'adhésif et la surface des substrats aluminium. L'adhésif a montré une bonne mouillabilité ($\theta < 90^\circ$) pour les deux rugosités testées. Comme résultat, l'étalement de l'adhésif peut être réalisé avec une simple spatule sans, théoriquement, créer de défaut de recouvrement.

2.3.2. Prédiction de la forme de la goutte après le détachement

Dans le modèle de représentation numérique choisi, il y a deux hypothèses à valider. La méthode de discrétisation sans maillage SPH. Comme décrit dans le §2.2.3.2, la méthode SPH fait partie des méthodes qui ont été développées pour d'autres domaines de la physique, et on trouve des applications en mécanique des milieux continus généralisés comme par exemple la méthode des éléments diffus (Nayroles et al., 1992) ou la méthode des éléments libres de Garlerkin (Belytschko et al., 1994). Outre la méthode de discrétisation, une autre hypothèse adoptée est la représentation de l'adhésif avant la polymérisation comme un solide mou plutôt que comme un fluide non newtonien.

2.3.2.1. Modèle simplifié capable de prédire la forme d'une goutte

Les simulations numériques présentées dans cette section ont été mises en œuvre avec le logiciel de calcul LS-DYNA®. Les modèles sont 2D en déformation plane (1 particule dans l'épaisseur) pour valider la méthode et le modèle de comportement matériau avant de passer à la simulation 3D de l'accostage.

La goutte, qui était l'objet d'intérêt, a été modélisée avec des particules SPH avec une forme initiale circulaire avec un diamètre initial de 3 mm et une distance inter-particulaire de 0,05 mm. La formulation de méthode SPH choisie est la formulation par défaut, c'est-à-dire la formulation avec un noyau lagrangien. La seringue n'est pas représentée, mais le déplacement vertical des trois rangées de particules situées en haut de la goutte est bloqué (nul) afin de simuler l'attachement de la goutte à l'embouchure de la seringue observé dans les essais. Enfin, le modèle est soumis à une accélération volumique de $0,01 \text{ mm/ms}^2$ pour représenter la gravité. D'autre part, la surface de contact a été modélisée par des éléments finis avec un contact du type nœud sur surface.

Le substrat a été modélisé par des éléments finis volumiques indéformables à 8 nœuds, 3 degrés de liberté par nœud, et 1 point d'intégration avec le centre de masse fixé (MAT_020). Des propriétés matériaux élastiques linéaires isotropes sont affectées à ces éléments pour permettre la gestion des contacts. Les propriétés choisies ici sont un module d'Young de 70000MPa, un coefficient de Poisson de 0,3 et une masse volumique de $0,00270 \text{ g/mm}^3$. Un contact par pénalité est introduit entre la goutte et le substrat, de type nœuds sur surface, initialement sans frottement.

Le comportement de l'adhésif a été représenté par un matériau du type hydrodynamique élasto-plastique (MAT_010), qui donne la partie déviatorique de la contrainte avec la limite d'élasticité effective définie par l'équation Eq. 2.2 :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \left(\frac{E_t E}{E - E_t} \right) \bar{\varepsilon}^p \quad \text{Eq. 2.4}$$

où le terme entre parenthèses est le module de durcissement plastique (E_h) et est défini en termes de module de Young E , et de module tangent E_t . Alors que, σ_0 est la limite élastique et $\bar{\varepsilon}^p$ est la déformation plastique effective.

Il faut aussi représenter la résistance à la pression sphérique par une équation d'état. Nous avons choisi l'équation d'état de type Murnaghan qui décrit l'évolution isotherme du volume d'un corps en fonction de la pression (Courac et al., 2020). Elle peut être utilisée pour représenter des fluides incompressibles en SPH ou en ALE.

$$p = k_0 \left(\left(\frac{\rho}{\rho_0} \right)^\gamma - 1 \right) \quad \text{Eq. 2.5}$$

où k_0 et γ sont des constantes d'entrée à déterminer et qui décrivent le module d'incompressibilité et sa dérivée première par rapport à la pression ; ρ est la masse volumique de l'adhésif qui évolue au cours du temps et ρ_0 est la valeur initiale au temps zéro. La tenue mécanique en tension des particules est limitée à une valeur seuil par la pression de *cut-off* (P_c) de -1000 MPa.

Un premier calcul a été effectué avec un ensemble de paramètres initiaux pour l'équation d'état, définis à partir de valeurs trouvées dans la littérature pour des matériaux similaires ou données par le fabricant (Tableau 2.2). En fonction de ces premiers résultats, une plage de variation par paramètre a été définie afin d'étudier la sensibilité des paramètres et de comprendre les limites du modèle pour représenter la forme de la goutte à partir d'une forme initiale circulaire.

Tableau 2.2 – Valeurs des paramètres initiaux et range de variation utilisée pour l'analysé de sensibilité pour la simulation de la chute de la goutte.

Paramètre	Valeur initial	Variation
ρ	0,001335 g/mm ³	-
G	342 MPa	-
γ	5,59	2 / 4 / 8 / 10
k_0	15100	5000 / 10000 / 20000 / 30000
$V_{relatif}$	1	-

Les paramètres de l'adhésif fournis par le fabricant 3M™ (3M Scotch-Weld, 2018) (ρ et G) n'ont pas été modifiés, de même que le volume initial relatif. Pour comprendre l'influence, les paramètres γ et k_0 ont été modifiés séparément, tandis que toutes les autres valeurs ont été fixées à la valeur initiale. Les résultats sont présentés dans le § suivant.

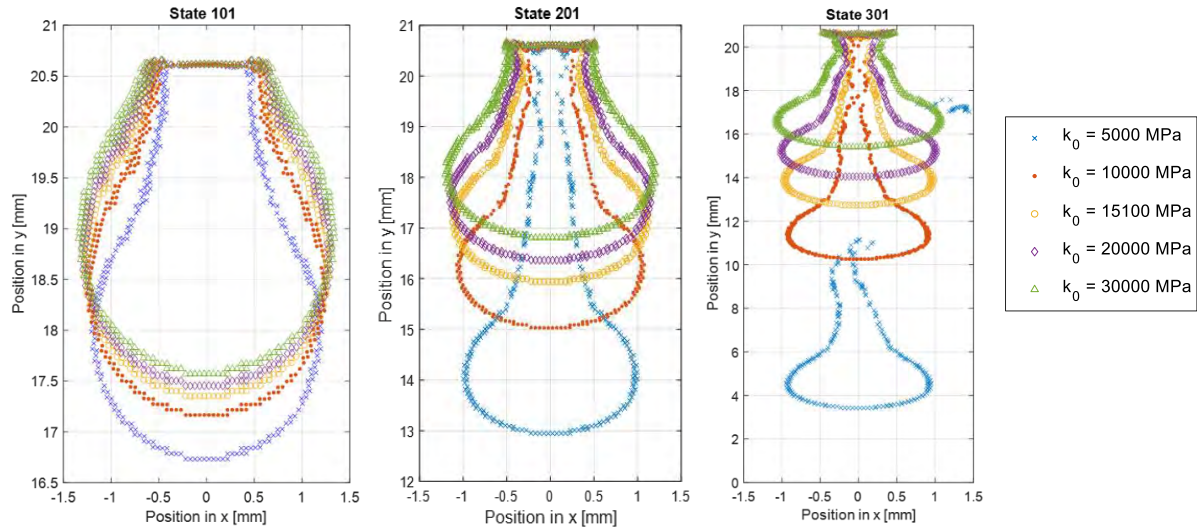
2.3.2.2. Prédiction numérique de la forme d'une goutte

Nous présentons ici l'influence de la variation des paramètres k_0 (Figure 2.14a) et γ , (Figure 2.14b) qui représentent respectivement le module d'incompressibilité et sa dérivée première par rapport à la pression. Les images montrent le contour du format de la goutte par la position des particules plus externes.

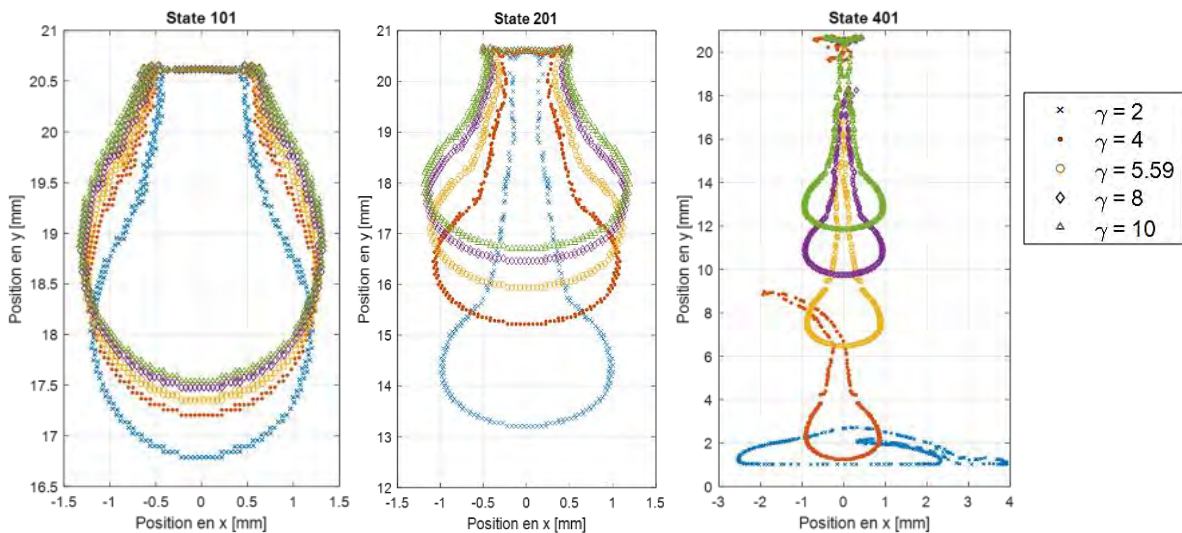
La forme initiale de la goutte a été considérée comme circulaire, même si cette hypothèse ne correspond pas totalement à la réalité, il est possible d'estimer l'influence des paramètres sur les temps de chute dans les essais numériques. En outre, nous n'avons pas non plus considéré l'effet d'aspiration qui se produit à la pointe de la seringue, à cause de l'adhésif qui reste dans la seringue. Comme l'intérêt était d'étudier la forme, l'interaction avec le substrat n'a pas fait l'objet d'un recalage, pour reproduire l'angle de contact par exemple. En raison de ces choix, la comparaison exacte de la forme de la goutte avec l'essai expérimental n'a pas été possible. Nous avons donc procédé par comparaison entre les modèles pour évaluer l'influence de ces paramètres sur la tendance de la forme ainsi que sur la capacité du modèle numérique à prédire des situations avec différentes viscosités.

Afin de comparer l'influence des paramètres, la forme de la goutte a été comparée dans trois différents pas de temps, appelés « states » sur la Figure 2.14. Sur chacun de ces pas de temps, la forme de la goutte respective au paramètre simulé a été sauvegardé et comparée avec les autres cas. Pour un même pas de temps, l'allongement de la goutte varie pour différentes valeurs γ et k_0 . En regardant le résultat des essais réels, nous pouvons relier ce retard sur le temps de chute à l'augmentation de la viscosité. Même si le temps de chute change, la forme de la goutte reste presque inchangée, de manière comparable aux essais expérimentaux.

Les simulations montrent que la variation des deux propriétés γ et k_0 permettent de simuler un changement de viscosité. Dans la plage des valeurs considérées pour chacun des paramètres, les limites de viscosité minimale et maximale équivalents obtenus sont les mêmes. Mais pour dire que les deux paramètres ont la même influence, il faut peut-être élargir la plage des valeurs. Par rapport, ces premières simulations les résultats montrent qu'il est suffisant changé un de ces deux paramètres pour changer la capacité d'étirement de la goutte. Mais les variations faites ont été toujours sur des valeurs fixes de tous les autres paramètres, par exemple, les variations de k_0 ont été toujours faites avec $\gamma = 5,59$. Du coup, pour aller au-delà, il peut être intéressant simuler l'influence de l'effet croisé de ces deux paramètres.



(a)



(b)

Figure 2.14 – Résultats de l'analyse de sensibilité des paramètres de l'EOS sur l'essai numérique de la goutte : (a) variation de k_0 avec $\gamma=5,59$, (b) variation de γ avec $k_0=15100$ MPa.

Même s'il n'était pas le but initial de ces essais numériques, nous pouvons aussi analyser qualitativement la forme goutte après le contact avec le substrat. Pour les deux paramètres étudiés, nous pouvons voir l'influence le détachement de la goutte et l'étirement du fil d'adhésif à l'embouchure de la seringue. La Figure 2.15 montre la forme de la goutte à la fin de l'essai numérique pour différentes valeurs de γ . Nous pouvons observer que la longueur et la forme du cordon d'adhésif qui reste attaché varie avec γ , ce qui varie aussi le volume l'adhésif des gouttes. Pour un pas de temps donné (fin de la simulation) la taille de la goutte étalée est aussi différente, mais ce résultat doit être étudié avec prudence. Car le temps de détachement est différent pour chaque goutte et donc les temps d'étalement ne sont pas les mêmes et la forme de la goutte n'était stabiliser à la fin de la simulation.

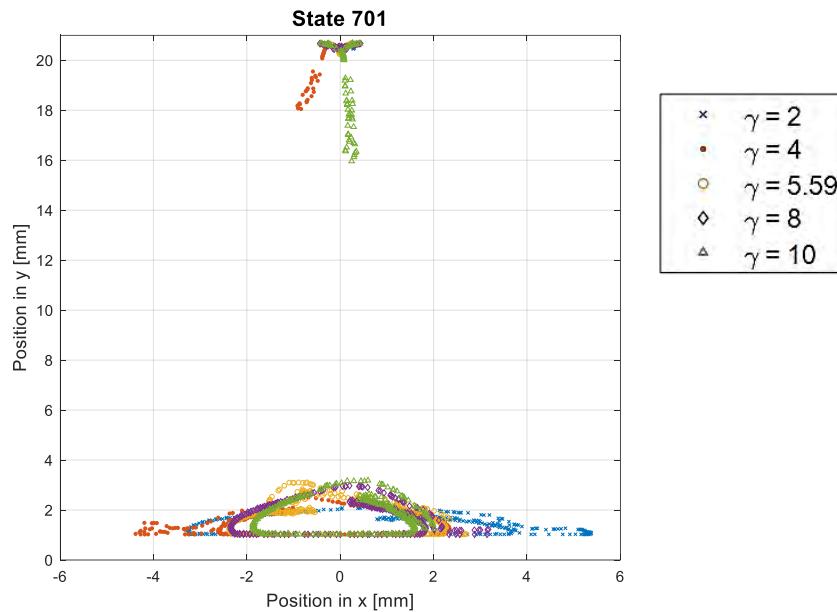


Figure 2.15 – Résultats de l'analyse de sensibilité des paramètres de l'EOS sur l'essai numérique de la goutte (forme finale).

Le modèle SPH simplifié avec une loi de comportement de solide mou représentant l'adhésif non-polymérisé fluide permet de reproduire des variétés de formes de goutte à partir d'une forme initiale ronde. L'étude de sensibilité des paramètres a montré qu'il est possible de représenter le changement de viscosité par la variation de paramètres associés. Ce modèle proposé représente un bon point de départ afin d'avoir un modèle équivalent simplifié. Nous avons montré qu'il est capable de prendre en compte les variations de viscosité auxquelles les adhésifs peuvent être soumis pendant la phase de fabrication. Mais il y a quelques points qui peuvent être améliorés, comme la prise en compte des effets d'aspiration à la pointe de la seringue et aussi la forme initiale de la goutte. Une rebouclage qui pourrait être faite est l'utilisation des photos faites pendant les essais pour créer la géométrie de la goutte et voir s'il est possible reproduire la forme obtenue expérimentalement.

Ces premières simulations avec ce modèle avaient pour objectif principal de valider le principe sous deux aspects, la méthode SPH et la représentation solide de l'adhésif non polymérisé. Les connaissances tirées de ce premier modèle, qui a pour principal avantage sa simplicité, seront utilisées pour proposer le modèle numérique permettant de simuler le processus d'accostage. Ainsi, comme la simulation de la goutte, le modèle numérique d'accostage ne prendra pas en compte directement le milieu où est inséré l'adhésif, mais sous forme de propriétés équivalentes. Les études relatives à ce processus d'accostage seront présentées dans les prochaines sections.

2.4. Forme finale de l'adhésif pendant et après l'accostage

Après l'état de l'art, le travail de thèse présenté dans la première partie de ce chapitre a été consacré à l'étude du comportement de l'adhésif seul non-polymérisé, sans tenir compte de l'interaction avec le substrat qui doit être collé dans le cas de la fabrication du joint. Cette deuxième partie se concentre précisément sur l'utilisation de la méthode précédemment validée, pour évaluer sa capacité à représenter la distribution finale de l'adhésif lorsqu'il est contraint de se déformer entre deux substrats de formes complexes, et est libre de déborder.

Ce paragraphe est composé de trois parties ; la première est dédiée à l'étude de la distribution contrainte de l'adhésif entre deux substrats et à son étalement libre dans les zones de débordement. Nous présentons de résultats expérimentaux qui ont été utilisés comme base de comparaison et de validation du modèle numérique. La seconde partie est consacrée à la présentation d'un nouveau dispositif expérimental que nous avons développé afin de mesurer les efforts et aussi afin de permettre le suivi visuel de l'étalement de l'adhésif pendant l'accostage, pour différentes configurations de substrats. La dernière partie présente les premiers travaux sur une application pratique de réparation d'une structure aéronautique sandwich avec âme en nid d'abeille.

2.4.1. Distribution de l'adhésif pendant et après l'accostage

Les essais de la goutte présentés au §2.3 ont permis de mettre en évidence l'influence de la variation de la viscosité de l'adhésif. Concernant l'influence des particules sur la viscosité sur l'accostage et l'écrasement de l'adhésif entre des substrats, il y a donc deux scénarios principaux à considérer. Le premier est l'augmentation de la viscosité apparente à cause de la distribution des particules dans l'adhésif. Le second concerne la formation des amas de particules qui augmentent beaucoup la viscosité locale mais n'altèrent pas le comportement macroscopique de l'adhésif pendant la phase d'accostage, notamment l'étalement libre et les interactions avec les substrats. Dans les deux cas cités, une représentation discrète des particules ou des amas demanderait des échelles de modélisation de l'ordre de la dizaine de microns (à comparer à l'échelle du millimètre du joint, et du mètre pour les substrats à assembler). Concernant notre problème, cette échelle modélisation n'est pas nécessaire, car nous ne sommes pas intéressés par les positions discrètes des particules. Aussi, nous avons choisi de considérer simplement l'influence de la présence de particules comme une augmentation de la viscosité globale (Stabik et al., 2009) (Kukla et al., 2018) (Wypych, 2000).

2.4.1.1. Dispositifs expérimentaux existants : étalement de l'adhésif et efforts d'accostage

Le processus d'étalement de l'adhésif a une influence directe sur l'épaisseur finale de la couche d'adhésif dans le joint, et sur les débordements si les substrats ne couvrent ou ne confinent pas entièrement la zone d'étalement. En outre, les performances mécaniques du joint dépendent fortement des propriétés de la couche adhésive et de son épaisseur (Jaillon et al., 2018). Dans ce contexte, plusieurs études ont été lancées ces dernières années avec l'objectif d'avoir une méthode de prédiction rapide de la distribution finale d'adhésif dans le joint. Le premier dispositif expérimental que nous avons développé et mis en œuvre a été inspiré par une étude menée par Spangenberg et al. (Spangenberg et al., 2018). Cette étude expérimentale a permis de valider un modèle numérique en dynamique des fluides computationnelle (CFD) capable de prédire la forme finale de l'adhésif sous différentes conditions initiales. Dans cette étude, les variables de sortie choisies sont les forces associées au processus d'étalement, la forme finale de l'adhésif confiné et le boudin formé au bord par l'adhésif débordant (Figure 2.16a). Le dispositif expérimental consiste en deux plaques fixées sur l'axe de la machine et recouvertes d'un film pour permettre le démoulage (Figure 2.16b). Il faut noter que l'adhésif utilisé par (Spangenberg et al., 2018) conserve une forme finale après polymérisation très proche de la forme finale obtenue à la fin de l'essai ; l'adhésif ne s'étale pas.

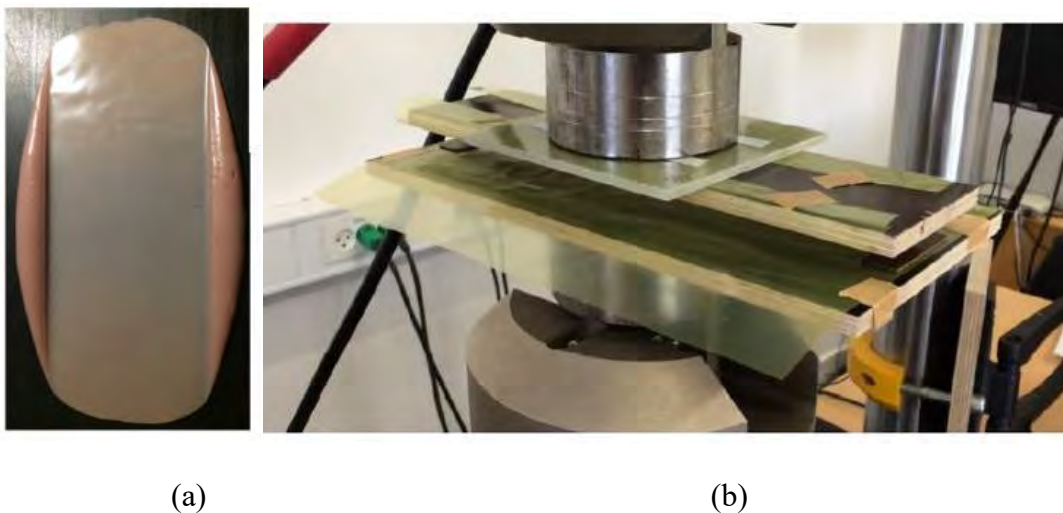


Figure 2.16 – Etude expérimental sur l'accostage réalisé par Spangenberg et al : (a) Montage expérimental ; (b) Forme final de l'adhésif après le processus d'accostage (Spangenberg et al., 2018).

En plus de la forme, les efforts associés sont aussi une partie importante pour l'optimisation des propriétés du joint fabriqué. En résumé, il existe deux tendances dans les travaux trouvés dans la littérature, qui s'intéressent à la propagation d'un fluide entre deux substrats : les essais réalisés directement sur un rhéomètre (Figure 2.17a), ce type de machine est déjà préparé pour l'étude de la déformation et de l'écoulement des matériaux entre deux plaques, mais ne permet pas la visualisation (Brindley et al., 1976) (Patel et al., 2018). D'autres travaux utilisent des machines de tension/compression commerciales conventionnelles avec des

plaques fixées sur l'axe central de la machine (Figure 2.16b et Figure 2.17b et c). Ces montages expérimentaux permettent d'obtenir les forces, mais la propagation de l'adhésif ne peut être observée que latéralement. Pour permettre la visualisation, il est possible d'utiliser un système de miroir (Delhaye et al., 2000), cependant ce type de solution peut générer des problèmes de parallaxe si les substrats ne sont pas plats. Une autre solution consiste à utiliser un montage permettant de positionner une caméra perpendiculairement à la direction de l'étalement (Müller et al., 2022) (Figure 2.17).

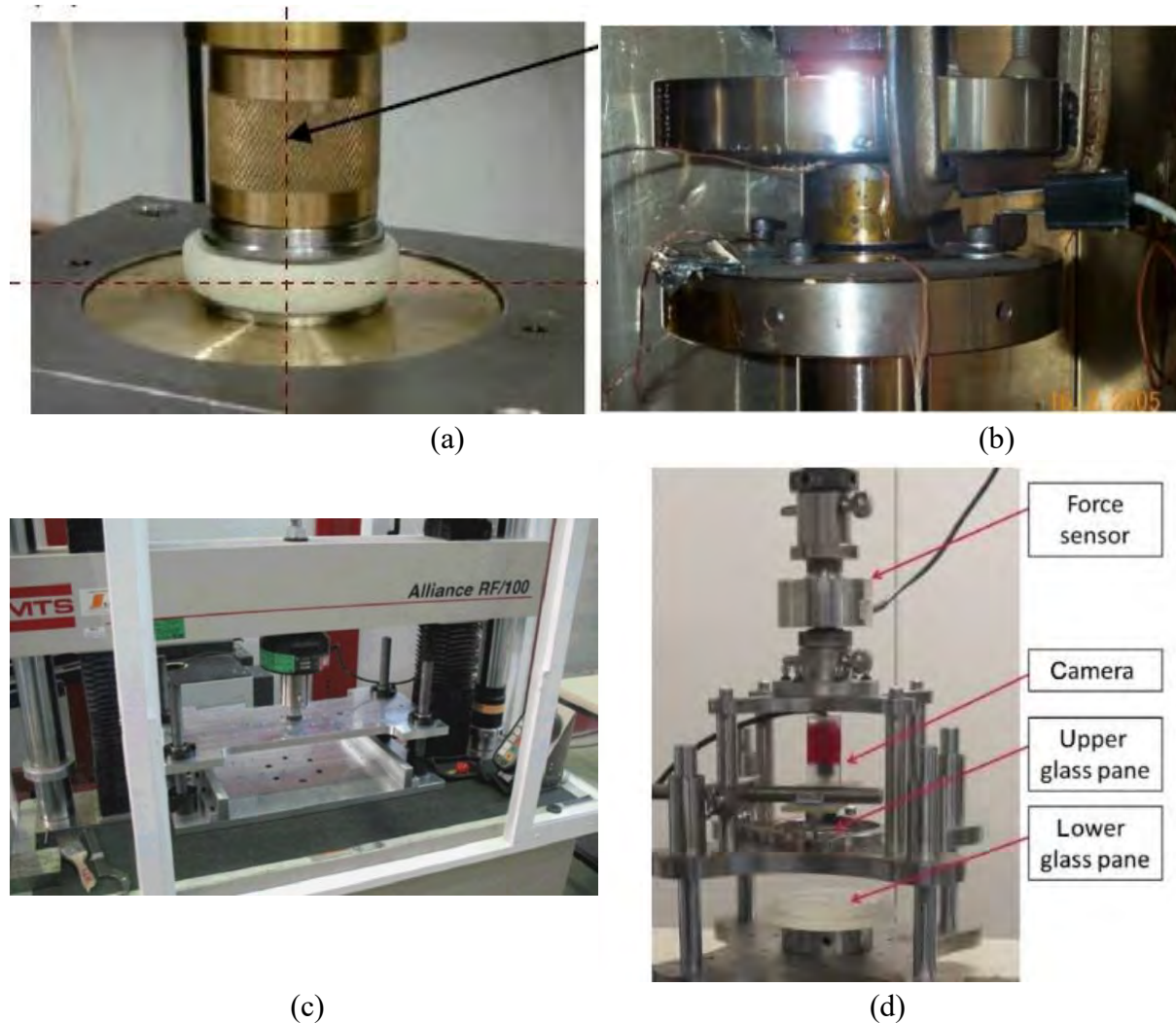


Figure 2.17 – Exemples des montages expérimentaux trouvés dans la littérature pour étudier l'accostage (a) (Patel et al., 2018) ; (b) (Jackson et al., 2006) ; (c) (Bergamasco et al., 2014) ; (d) (Müller et al., 2022).

Nous voyons donc qu'il est important de pouvoir à la fois mesurer les efforts et observer simultanément la distribution d'adhésif en vue de dessus et en vue latérale pendant l'accostage si l'on souhaite d'une part mieux comprendre l'influence de certains paramètres du processus, et si l'on souhaite aussi valider les modèles de simulation numérique.

2.4.1.2. Essais expérimentaux et numériques réalisés

Les résultats présentés dans cette section proviennent de tests effectués afin de valider le modèle numérique, en particulier le choix de la modélisation particulière de l'adhésif non-polymérisé, et son modèle de comportement, dans l'objectif de permettre de prédire la distribution finale de l'adhésif entre deux substrats plats.

Essais expérimentaux. Le dispositif expérimental que nous avons développé pour valider notre modèle de simulation a été choisi en fonction des variables de sortie envisagées, qui, dans ce cas, ont été : observer et reproduire la forme finale vue de dessus de l'adhésif à la fin de l'essai et après polymérisation, ainsi que l'évolution de l'étalement pendant l'accostage. C'est pourquoi ces premiers essais ont été réalisés en dehors de la machine d'essai de compression, en utilisant des poids tombants pour effectuer l'accostage et assurer une compression du joint. Le montage expérimental complet est montré sur la Figure 2.18a. À l'aide d'un trépied, la caméra à haute vitesse Photron 5A5 a été placée perpendiculairement aux substrats (ajustement sur le substrat inférieur) pour permettre le suivi visuel à travers le substrat supérieur. Pour permettre ce suivi, ce substrat supérieur mobile a été fabriqué en plexiglas de 150mmx30mmx5mm et couvert avec un film sur sa partie inférieure en contact avec l'adhésif pour permettre le démoulage. La Figure 2.18b illustre la configuration de l'essai : les cales (bleues) ont été placées sur le substrat inférieur pour fixer l'épaisseur finale à 1,4 mm et étaient de la même largeur que le substrat supérieur. Le substrat inférieur fixe est en aluminium de dimensions 150mmx100mmx4mm, et l'adhésif (vert) a été initialement déposé avec l'aide d'une seringue sur un rectangle de 30mmx10mm. L'épaisseur n'est pas constante car elle dépend de la façon de déposer et aussi du temps entre la préparation et la déposition. En outre, l'adhésif polymérisé déposé ne tient pas sa forme après dépose en raison de sa fluidité. Pour maintenir la symétrie du chargement, un poids de 270 grammes (jaune) a été fixé à chaque extrémité du substrat supérieur. Les poids et le substrat supérieur sont lâchés au-dessus de l'adhésif. L'épaisseur finale a été fixée par des cales de 1,4 mm.

La capture des images par la caméra a été déclenchée manuellement avant l'essai de lâcher avec une fréquence d'acquisition de 1000 images par seconde. Plusieurs essais ont été réalisés afin d'évaluer la répétabilité de la forme d'adhésif vue de dessus et la capillarité de l'adhésif qui remonte sur les parois latérales du substrat supérieur mobile en débordant de sa largeur (sur le film amovible en réalité, qui protège le substrat mobile supérieur). L'observation vue de dessus est aveuglée par les reflets de l'éclairage sur la plaque aluminium, ce qui nous a obligé à désaxer légèrement l'éclairage pour respecter l'alignement vertical de la caméra sur le centre de la zone de dépôt de l'adhésif non-polymérisé. L'éclairage est donc légèrement latéral (Figure 2.19). Ceci n'élimine pas totalement la réverbération de lumière mais permet de voir le bord de la zone fluide qui s'étale. Cela crée de plus des ombres qui masquent légèrement les bords de la zone étalée en bas des images, mais permet aussi de voir la formation des débordements d'adhésif pendant l'écrasement (Figure 2.19b).

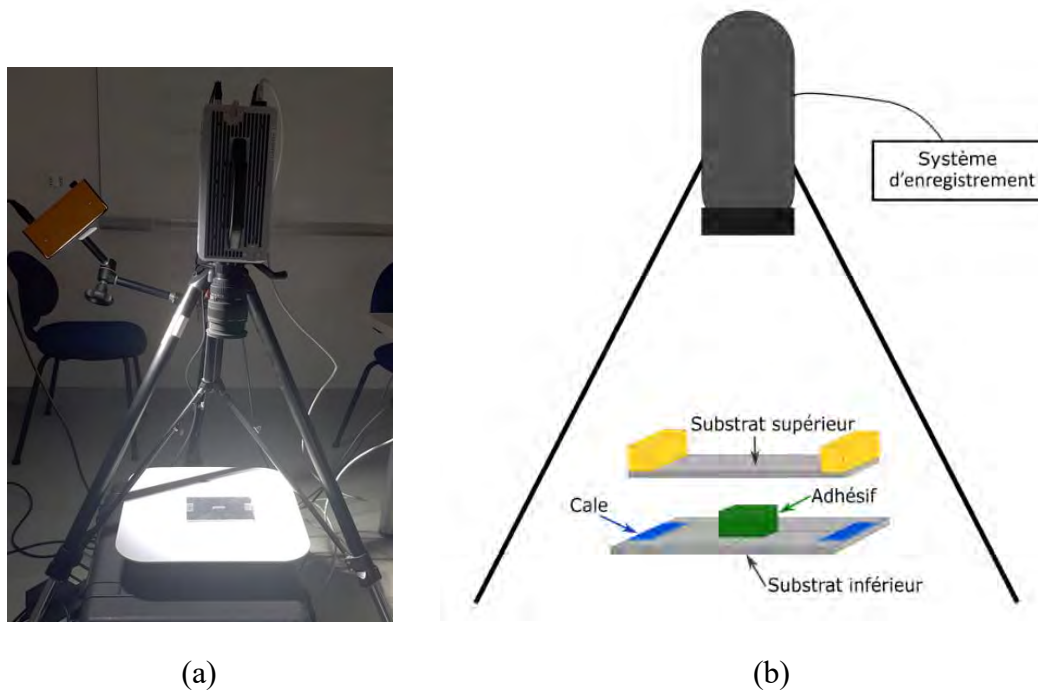


Figure 2.18 – (a) Montage expérimental du processus d'accostage ; (b) Représentation schématique du montage expérimental du processus d'accostage

La Figure 2.19 montre l'évolution de la zone de recouvrement de l'adhésif après un délai de 1 seconde (a) et un délai de 7 secondes (b) après le contact du substrat supérieur mobile sur les cales, et après polymérisation plusieurs heures après l'essai (c). Après la fin de l'essai (b), l'ensemble est posé à plat sur une table, et les poids sont enlevés. Il est possible de noter que l'étalement se poursuit même sans l'application de pression pour maintenir le substrat en contact avec les cales métalliques fixant l'épaisseur du joint (c).

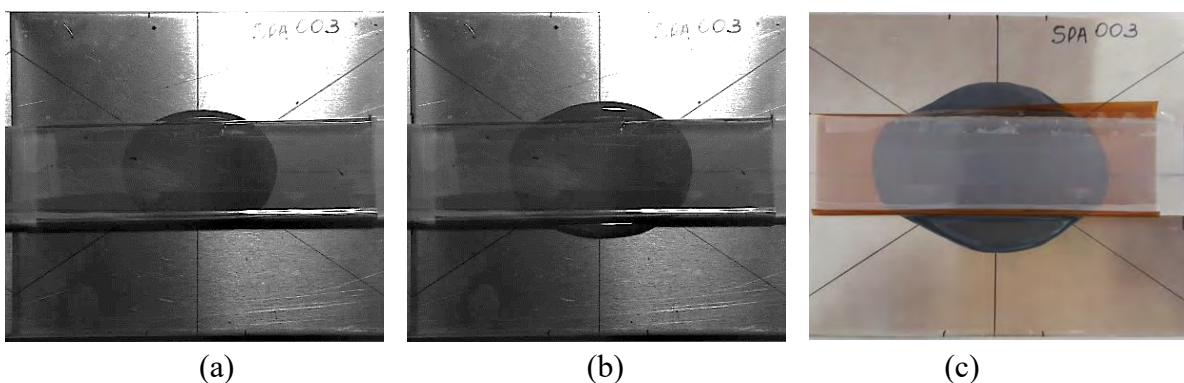


Figure 2.19 - Etalement de l'adhésive au cours du temps (SPA003) : (a) 1 seconde après le contact ; (b) 7 secondes après le contact ; (c) après polymérisation à la température ambiante.

Le comportement observé est lié au caractère incompressible de l'adhésif, qui lors de l'application de la pression est soumis à un champ de vitesse radial depuis la zone de dépôt, et lié à la tension de surface qui favorise la formation des boudins (adhésif débordé). Pendant cette phase, il y a également des effets capillaires qui font remonter l'adhésif qui déborde la largeur du substrat mobile supérieur sur ses parois latérales (Figure 2.20a). Après le relâchement de la pression appliquée par les poids (lorsqu'on les retire), l'adhésif continue à s'étaler pour rechercher l'équilibre thermodynamique, ce qui entraîne à la formation du ménisque (Figure 2.20b).

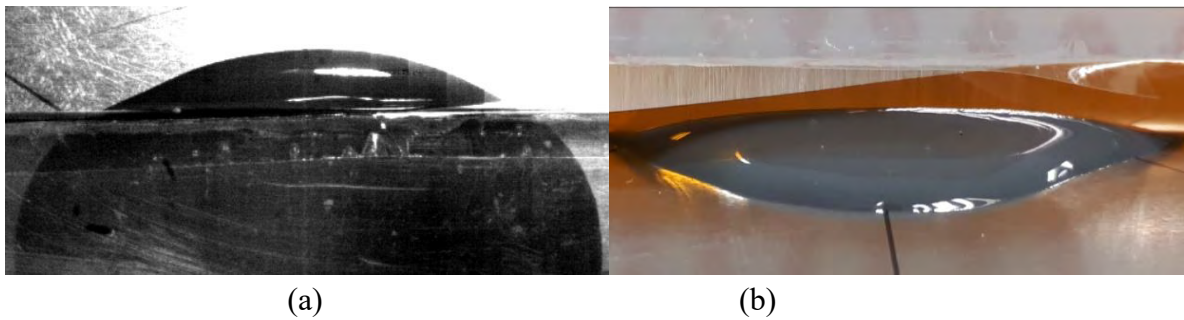


Figure 2.20 – Zoom sur le débordement de l'adhésif : (a) pendant l'essai et (b) après la polymérisation.

Nous avons voulu évaluer l'influence de la viscosité de l'adhésif, sur les phénomènes observés. La Figure 2.21 et la Figure 2.22 montre la comparaison entre deux essais réalisés : pour le premier essai (SPA001), la masse d'adhésif déposée était de 27,8 grammes et le délai entre le dépôt et l'essai était de 2 minutes ; tandis que pour le second résultat présenté (SPA003), la masse d'adhésif était de 30,1 grammes et le délai prévu était de 18 minutes. Il est possible de noter que dans le second cas, l'adhésif était déjà bien réparti avant même le début de l'essai et, par conséquent, la surface couverte finale est plus grande avant le début de l'accostage. Malgré cette différence initiale, il y a la formation du ménisque dans tous les cas.



Figure 2.21– Répartition de l'adhésif avant l'essai et après la polymérisation pour l'essai SPA001.

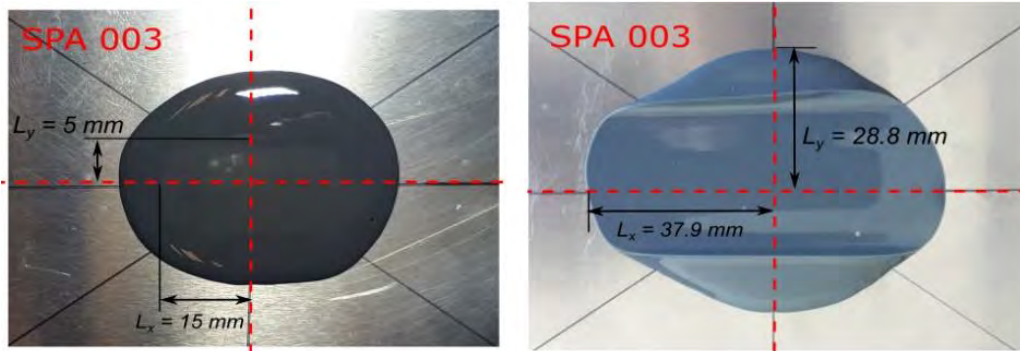


Figure 2.22 – Répartition de l'adhésif avant essai et après la polymérisation pour l'essai SPA003.

Avec les essais réalisés, nous n'avons pas pu, et nous n'avons pas cherché, à observer l'effet des propriétés de surface des substrats sur la forme finale de l'adhésif ou sur les débordements. Toutefois, il est possible de conclure que la surface finale couverte par l'adhésif dépend de la quantité d'adhésif déposée et de la forme initiale de l'adhésif, tandis que cette dernière dépend, de la manière de déposer l'adhésif, mais aussi du délai entre le dépôt et le test. Cette forte dépendance à ces paramètres rend la répétabilité difficile avec ce dispositif expérimental ; c'est pourquoi nous proposons une version améliorée de cet essai au § 2.4.2. Enfin, ces tests ont été proposés afin de comprendre le phénomène d'accostage propre à chaque configuration, mais aussi pour obtenir des données quantitatives à comparer avec les tests numériques qui seront présentés dans la section suivante. Parmi les spécimens, SPA001 était celui qui présentait une surface couverte plus homogène et symétrique, et a été choisi comme point de départ pour les essais numériques.

Essais numériques. Comme pour les essais numériques de prédiction de la forme de la goutte, tous les composants ont été modélisés avec des éléments finis Lagrangiens, sauf l'adhésif qui a été modélisé par la méthode SPH. Le nombre de particules pour modéliser l'adhésif a fait l'objet d'une étude de sensibilité qui n'est pas présentée dans le manuscrit. Dans le quart de modèle présenté ici, nous avons utilisé 255000 particules ayant une distance initiale inter-particulaire de 0,3 mm. Comme déjà remarqué, la principale difficulté de ce type d'essai est la forme initiale du dépôt. A cause de cela, l'hypothèse adoptée pour la modélisation a été de représenter le volume déposé par un format parallélépipédique localisé au même endroit où l'adhésif a été déposé dans les essais, ce qui est cohérent avec l'éprouvette SPA001, c'est-à-dire sans délai entre le dépôt et le début de l'essai d'accostage.

Afin de réduire le temps de calcul, seul un quart du modèle a été représenté avec deux plans de symétrie. Le modèle numérique utilisé, illustré à la Figure 2.23, était composé d'un substrat inférieur en aluminium considéré indéformable, et d'un substrat supérieur en plexiglas considéré déformable élastique linéaire, avec une masse volumique de $0,0012 \text{ g/mm}^3$, un coefficient de Poisson de 0,3 et un module élastique de 3000 MPa. La cale et le poids étaient également en aluminium et indéformables. La masse volumique du poids (jaune sur la Figure

2.23) a été ajustée afin d'avoir la masse correcte des poids de l'essai (1/4 pour tenir compte des symétries).

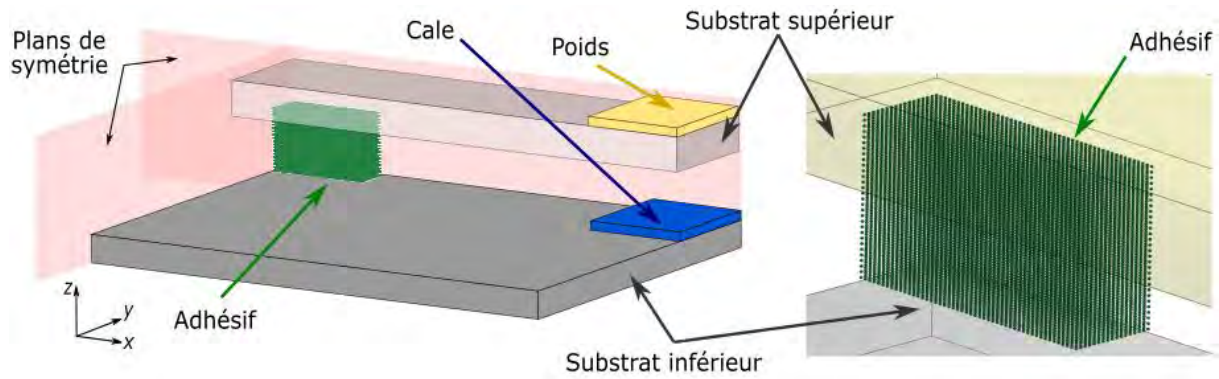


Figure 2.23 -Essai numérique de l'accostage en utilisant SPH pour l'adhésif

Afin de modéliser le chargement appliqué par les poids dû à la gravité, une accélération volumique de 1 mms^{-2} a été ajoutée sur tous les composants. Différemment de la réalité, la forme de l'adhésif reste inchangée jusqu'à l'application de la pression. De manière identique à l'essai réel, l'essai n'est pas piloté en pression appliquée, celle-ci étant le résultat de la masse des poids plus la masse du plexiglass. Par contre, cette hypothèse sur la forme initiale du dépôt n'empêche pas que la forme finale prédite soit proche de celle retrouvée expérimentalement (Figure 2.24a).

Comme dans l'essai de la goutte, le comportement matériau de l'adhésif a d'abord été modélisé par la loi de comportement du type hydrodynamique élasto-plastique (MAT_010 de LS-DYNA®) avec l'équation d'état de Murnaghan. Les propriétés initiales sont données dans le Tableau 2.2. Cette loi de comportement ne nous a pas permis de représenter les effets de la déformation du matériau qui se poursuit légèrement même après le retrait des poids. L'alternative pour avoir une stabilisation de la forme finale de l'adhésif était de changer la loi de comportement. Nous avons choisi une loi de type Johnson-Cook. La plasticité du modèle de comportement de Johnson-Cook permet de représenter le phénomène de stabilisation de la déformation au cours du temps, qui se produit dans la réalité par polymérisation de l'adhésif après son étalement. Avec la loi de Johnson-Cook et l'équation d'état de Murnaghan, nous avons choisi de déterminer les propriétés qui nous permettent de reproduire la forme finale stabilisée après polymérisation, car c'est une forme stable.

La Figure 2.24b montre la vitesse du point le plus proche du bord pendant l'accostage (point A). Il est possible de noter qu'avec la loi de comportement de Johnson-Cook, la vitesse de ce point devient nulle et donc la surface couverte par l'adhésif à la fin du test numérique est comparable à celle de l'adhésif après le processus de polymérisation.

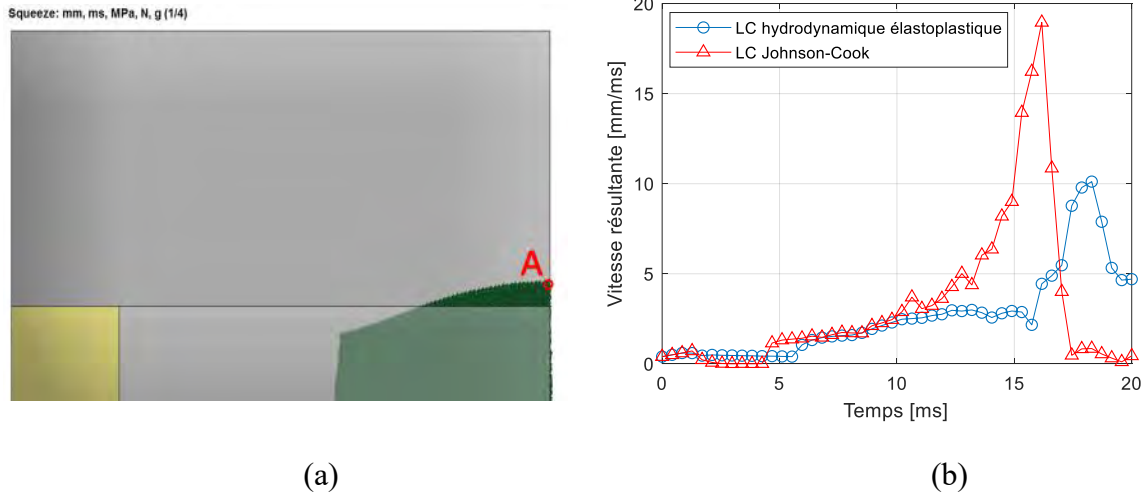


Figure 2.24 – Vitesse résultante sur le plus externe de l’adhésif pendant l’écrasement : (a) position du point de mesure en fin d’essai numérique ; (b) profil de vitesse pendant l’écrasement sur le point A.

La même méthodologie d’étude de sensibilité des paramètres, utilisée pour les essais numériques de la goutte, a été appliquée ici aussi, mais cette fois avec la loi de comportement du type Johnson-Cook (Eq. 2.4) et l’équation d’état de Murnaghan (Eq. 2.3).

$$\sigma_y = \left(A + B\bar{\epsilon}^{-p} \right) \left(1 + c \ln \dot{\epsilon}^* \right) \left(1 - \left(\frac{T - T_{room}}{T_{melt} - T_{room}} \right)^m \right) \quad \text{Eq. 2.6}$$

où A , B , c , n et m sont des constantes d’entrée à déterminer, $\bar{\epsilon}^p$ est la déformation plastique effective, $\dot{\epsilon}^*$ est le taux de déformation plastique effective normalisé et T_{room} et T_{melt} représentent la température ambiante et la température de fusion, respectivement.

La température ambiante (20°C) et le point de fusion (100°C) sont restés inchangés, ainsi comme la pression critique, qui a été fixée à -1000 MPa. Tous les autres paramètres ont été étudiés à partir de l’étude de sensibilité (Tableau 2.3).

Tableau 2.3 – Valeurs des paramètres initiaux et range de variation utilisée pour l’analysé de sensibilité pour la simulation de l’accostage.

Paramètre	Valeur initial	Variation
ρ	0,001335 g/mm ³	-
G	342 MPa	-
E	70 MPa	-
ν	0,3	-
A	0,0001 MPa	10 ⁻⁴ / 10 ⁻² / 1 / 100 / 2000 / 4000 / 6000 / 8000 / 10000
B	695 MPa	200 / 400 / 695 / 800 / 1000
n	0,3592 MPa	0,1 / 0,3592 / 0,6 / 0,8 / 1
c	0,051	0,01 / 0,051 / 0,1 / 0,15 / 0,2
m	0,8	0,2 / 0,4 / 0,6 / 0,8 / 1

La durée moyenne de chaque calcul était de 178 minutes avec un seul CPU sur notre station de calcul (32 processeurs de 3.20 GHz). Les résultats obtenus ont été analysés en fonction de la forme finale obtenue avec deux longueurs caractéristiques, L_x et L_y , 30,2 et 19,8 mm respectivement (Figure 2.22). Les deux paramètres se référant à l'équation d'état, γ et k_0 , sont associés à la compressibilité du matériau. L'augmentation des deux paramètres réduit les longueurs caractéristiques, mais la forme suit toujours la forme rectangulaire. Considérant que les paramètres A et B sont liés au durcissement plastique du matériau (donc à l'augmentation de viscosité de l'adhésif associée dans notre cas à la polymérisation), la variation de ces deux paramètres permet de modifier la forme finale de l'adhésif et de la rapprocher de la forme obtenue expérimentalement. La Figure 2.25a montre le contour extérieur de l'adhésif après l'accostage pour différentes valeurs de B considérées ; pour le cas présenté à la Figure 2.25b, la longueur L_y trouvée est très proche de la longueur expérimentale, mais la longueur L_x est sous-estimée de 4,5%. Enfin, n et c sont des paramètres associés à l'influence de la vitesse de déformation. Parmi les paramètres étudiés, les deux derniers ont une influence moindre sur la surface couverte. En ANNEXE B, il est possible de consulter les résultats de l'analyse de sensibilité de tous les paramètres étudiés.

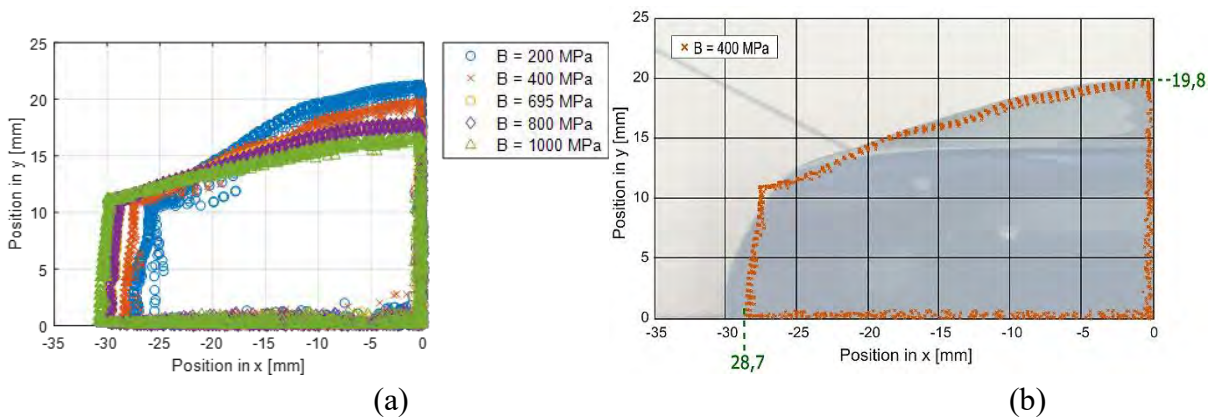


Figure 2.25 - Sensibilité du paramètre B : (a) forme finale du contour ; (b) évolution des longueurs caractéristiques (L. A. Silva et al., 2019).

Les analyses de sensibilité présentées ici étaient basées sur un seul cas, car l'intérêt principal était de démontrer que le modèle était capable de prédire la surface couverte par l'adhésif à la fin du processus d'accostage pour différentes valeurs de viscosité. Une fois une première analyse effectuée, il est nécessaire de réduire la plage de variation de chaque paramètre afin d'affiner les résultats obtenus par un processus itératif. La principale limitation de ce modèle est l'impossibilité de reproduire le ménisque, une fois que les efforts de capillarité ne peuvent pas être calculés. Il serait nécessaire, pour aller plus loin, de proposer un modèle de comportement qui représente l'incompressibilité, le caractère visqueux évolutif, de manière plus spécifique. Nous n'avons pas cherché à améliorer notre modèle pour affiner ce paramètre, car la représentation numérique de l'augmentation de la viscosité par l'intermédiaire d'une plasticité est discutable en soi.

Comme déjà remarqué, le montage expérimental utilisé jusqu'à ce moment n'était pas totalement maîtrisé. Outre le caractère aléatoire lié à l'étalement initiale l'adhésif, le montage ne permet pas de fixer la hauteur du substrat supérieur avec le poids, ni de contrôler sa course. C'est pourquoi la section suivante est dédiée à la présentation d'un dispositif expérimental développé capable de suivre l'étalement de l'adhésif pendant le processus d'accostage et aussi mesurer les efforts associés à ce processus.

2.4.2. Développement d'un montage expérimental

L'intérêt de cette section est de proposer un montage expérimental capable de mesurer les efforts, et de permettre l'observation de l'étalement pour différents adhésifs et différents substrats. Nous avons testé des substrats plats et en nid d'abeille, et un adhésif EC2216 seul ou chargé de particules expansibles.

2.4.2.1. Le projet et fabrication

Le développement d'un montage expérimental est guidé par les besoins, dans ce cas précis, les variables d'intérêt ont été l'étalement pendant l'accostage, la répartition finale de l'adhésif et aussi les forces associées. Le cas le plus simple est celui de l'écrasement entre deux plaques plates sans obstacles, qui peut être étudié par des solutions déjà proposées dans la littérature. Par conséquent, un prérequis pour la conception originale du montage que nous voulions développer a été la possibilité de tester d'autres configurations de substrat, comme l'étalement sur une structure avec des obstacles (comme les nids d'abeille) ou l'étalement entre deux plaques avec plusieurs courbes (comme les cas des antennes paraboliques). Nous nous sommes concentrés sur l'accostage avec des substrats plats et des substrats en nid d'abeille.

Le projet de ce dispositif a été développé dans le cadre d'un projet stage de césure encadré pendant la thèse (M1 et M2) (Neveu, 2021). Pour répondre aux besoins, la zone de visualisation de l'étalement a été décentralisée de l'axe de la machine, mais afin d'éviter l'apparition des forces parasites résultants des torsions et déports, le montage a été symétrisé de part et d'autre de l'axe de la machine (Figure 2.26a). Les deux plaques guidant l'accostage et fixées au montage fixe ou à la traverse mobile ont été fabriquées en aluminium pour assurer à la fois une rigidité et une légèreté suffisantes (Figure 2.26b). Alors que pour faciliter le retrait de l'éprouvette après l'essai sans perturber l'adhésif, le substrat inférieur est juste posé et maintenu par des serres jointes, et le substrat supérieur est fixé à la plaque supérieure par des écrous papillon facilitant la mise en place et le démontage rapidement entre deux essais. La symétrisation du montage permet aussi d'avoir deux types de mesure au même temps, comme par exemple, une caméra rapide perpendiculaire à la surface d'étalement d'un côté et un système de caméra pour voir la déformabilité latérale du substrat supérieur ou une caméra thermique de l'autre côté.

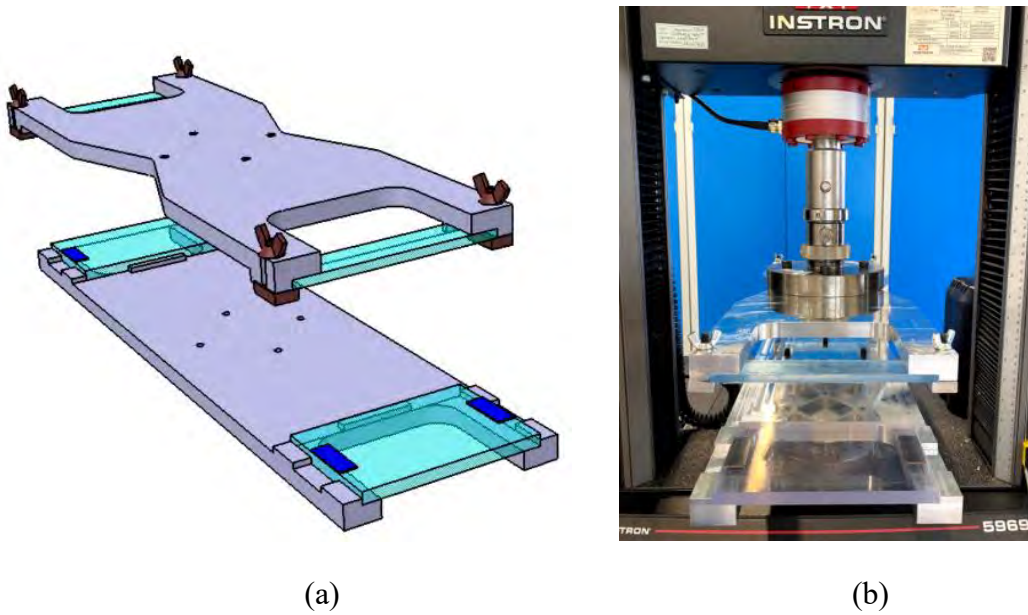


Figure 2.26 – Nouveau montage expérimental pour étudier l'accostage : (a) Projet CAO ; (b) Montage final après fabrication.

2.4.2.2. Premiers essais

Le montage expérimental complet utilisé pour les tests a été composé de deux plaques d'aluminium fixées à l'axe de la machine, dans ce cas INSTRON 5969 avec un capteur de charge de 10kN. Une caméra à haute vitesse permet de suivre l'étalement sur une des deux éprouvettes, et un système de corrélation d'images numériques (DIC) installé à proximité de l'autre éprouvette permet de voir la déformabilité du substrat supérieur et les déformations latérales de l'adhésif (Figure 2.27). Afin de fixer l'épaisseur finale du joint, une cale de 0,4 mm a été positionnée à chaque extrémité du substrat inférieur de chaque éprouvette. Les forces résultantes ont été obtenues directement via la cellule de charge de la machine, en considérant que le moment du changement rapide et raide de pente de la courbe d'effort représente le point où le substrat supérieur commence à écraser les cales métalliques. L'adhésif a été mélangé au préalable et est versé dans des seringues avec un volume contrôlé de 5 ml. L'adhésif des deux seringues est déposé simultanément par deux opérateurs sur chaque éprouvette de chaque côté du montage et le test a commencé immédiatement. Initialement, la vitesse de déplacement a été fixée à 300 mm/min puis réduite à 10 mm/min lorsqu'elle a atteint 1N.

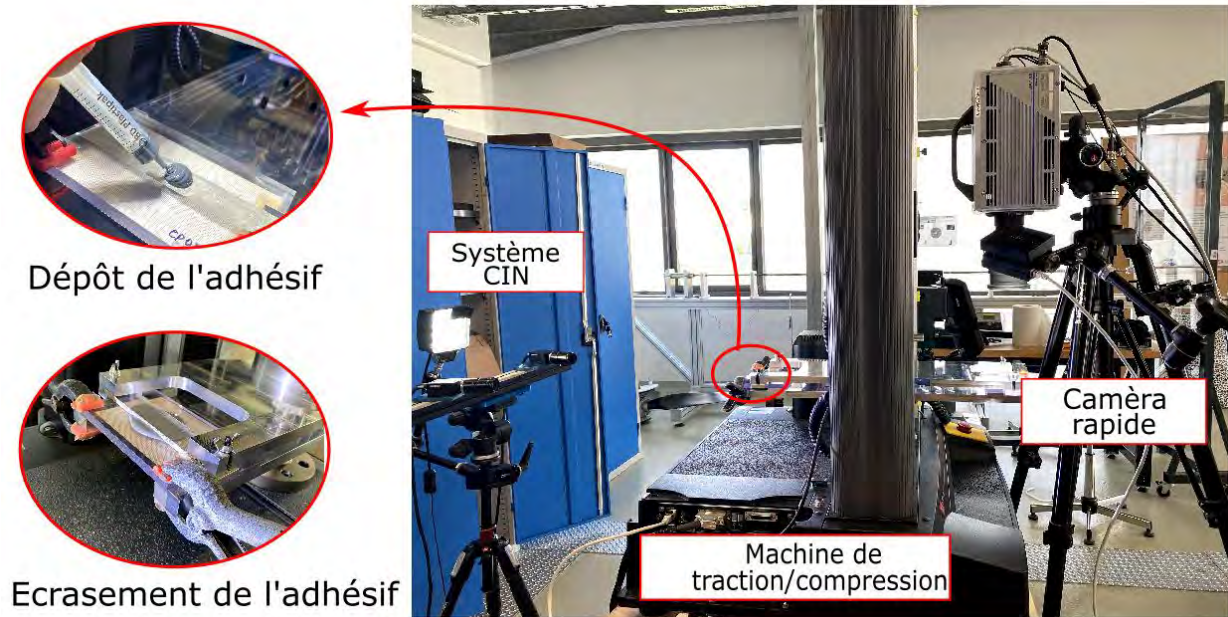


Figure 2.27 – Montage expérimental complet développé dans le cadre du projet de thèse.

Une fois le test terminé, les deux substrats ont été attachés ensemble pour éviter tout mouvement relatif entre les deux substrats. Et après la fixation, l'ensemble a été retiré de la machine d'essai et placé sur une surface plane pour que la forme de l'adhésif varie le moins possible. Les éprouvettes ont été laissées à plat pendant 7 jours avant d'être analysées.

L'accostage entre deux plaques de plexiglas (mêmes dimensions que celles utilisées pour les essais des lâcher des poids) sans traitement de surface était la configuration de base. Cette configuration a été utilisée d'une part pour étudier l'influence de l'ajout de particules et, d'autre part, comme valeur de référence pour l'accostage sur d'autres types de surfaces. Il est également important de noter que le déplacement vertical est une fonction de la position initiale qui n'a pas été contrôlée et, par conséquent, n'est pas une variable considérée. Les résultats obtenus doivent être divisés par 2, en considérant que les deux essais réalisés simultanément de part et d'autre de l'axe de la machine sont identiques.

La première analyse faite a été sur l'influence de la présence des particules. Comme prévu, la présence des particules modifie la viscosité et augmente par conséquent la force nécessaire pour la compression. Comme illustré sur la Figure 2.28, la force requise pour le cas 10000 :1000 a augmenté de 51,2% l'effort par rapport au cas sans particules (10000 :0) (de 13 N à 19,7 N). Autre facteur qui peut aussi influencer sur les efforts de compression est la formation des amas de particules, mais nous n'avons pas étudié cette influence lors de cette campagne d'essais.

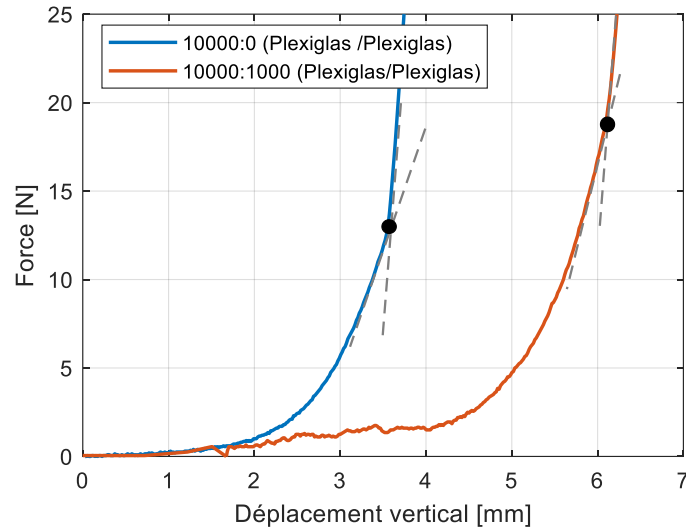


Figure 2.28 – Efforts de résistance à l'accostage résultats pour les cas sans particules (10000 :0) et avec beaucoup des particules (10000 :1000).

Cette altération de comportement peut être aussi vu sur les distributions finales (Figure 2.29). L'augmentation de la viscosité probablement modifie la tension de surface et l'angle de contact, ce qui cause une réduction de la zone couverte d'adhésif. Visuellement nous voyons plus de bulle d'air emprisonnées entre le plexiglas et l'adhésif pour le cas sans particules, mais il est nécessaire de réaliser des images au RX pour mieux comprendre cette distribution. Autre aspect intéressant est la formation des amas des particules entre la surface de plexiglas et l'adhésif, représenté par les flèches rouges à droite de la Figure 2.29.

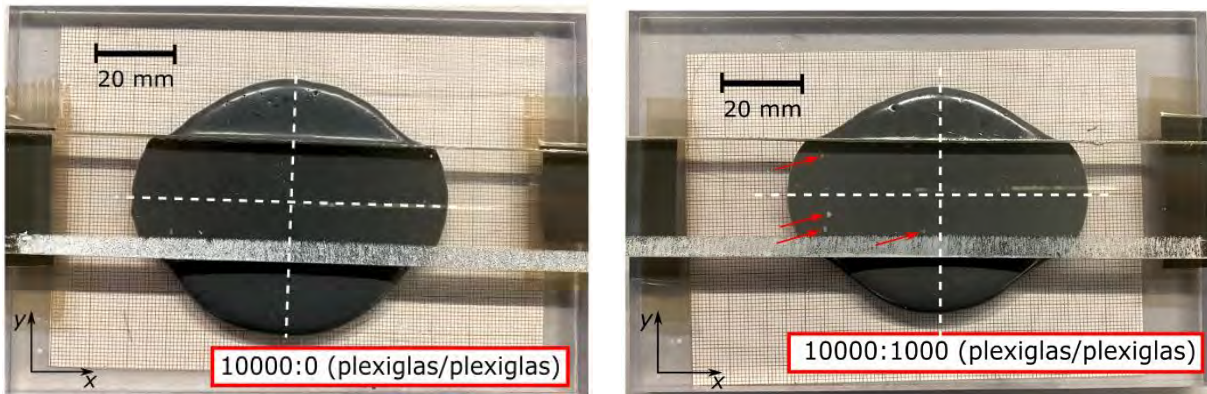


Figure 2.29 – Répartition de l'adhésif après l'accostage et polymérisation à la température ambiante : à gauche pour les cas sans particules (10000 :0) et à droite pour le cas avec 10% massique de particules (10000 :1000).

Indépendamment de la présence des TEP, le format de la zone couverte d'adhésif ne change pas, par contre il y a une altération de la taille cette zone. Sur le Tableau 2.5, nous pouvons consulter les longueurs caractéristiques de la zone couverte l'adhésif, c'est-à-dire L_x et L_y . Ces deux longueurs caractéristiques représentent la moitié de la largeur d'adhésif sur

les directions respectives. Chaque essai a été réalisé une fois et donne à chaque fois deux mesures de longueurs caractéristiques, car le dispositif expérimental est symétrique (Figure 2.26). Sur les deux mesures, il est possible de voir une réduction des longueurs dans les deux directions. C'est-à-dire que pour une même vitesse de rapprochement, l'adhésif chargé des particules d'étalement moins bien que l'adhésif seul.

Tableau 2.4 - Longueur caractéristique de la zone couverte d'adhésif entre plexiglas/plexiglas pour les cas 10000 :0 et 10000 :1000.

Largueur caractéristique	10000 :0 (plexiglas/plexiglas)		10000 :1000 (plexiglas/plexiglas)	
	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 1	Mesure 2
L_x [mm]	41,6	42,1	37,5	35,7
L_y [mm]	33	32,8	28,9	28,45

Comme on peut le constater sur la Figure 2.27, l'étalement peut être observé par le dessus, et latéralement. Le suivi de l'étalement latéral est illustré sur la Figure 2.30. Nous pouvons observer la formation du boudin d'adhésif mais il n'est pas possible de mesurer précisément sa hauteur ni l'angle qu'il forme avec le substrat ou la distance avec les parois latérales de la plaque supérieure mobile de plexiglas. Dès que la taille de l'adhésif dépasse la largeur du plexiglass, l'adhésif commence à remonter sur la paroi latérale (Figure 2.30a). La formation du boudin semble être proportionnelle au déplacement du substrat supérieur plus l'adhésif est écrasé plus il remonte sur la paroi (Figure 2.30b). Mais pour vérifier cette relation de proportionnalité, il faut prévoir une troisième mesure par caméra sur le plan yz.

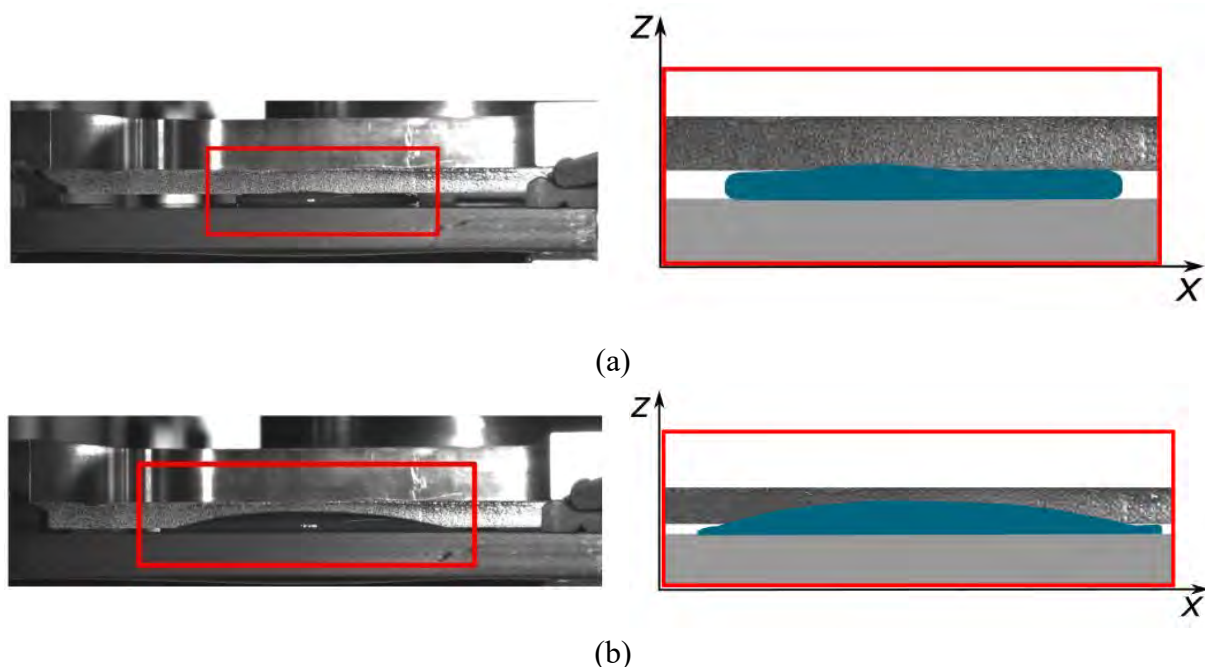


Figure 2.30 – Format du boudin formé pendant l'accostage vu latéralement : comparaison des profils et des longueurs d'étalement L_x et L_y à deux instants : (a) juste après le contact entre l'adhésif et le plexi, (b) à la fin de l'accostage.

Après polymérisation, les éprouvettes ont été découpés afin de visualiser la forme finale. Une fois que l'écrasement forcé s'arrête, l'adhésif commence à s'étaler naturellement pour chercher son équilibre. La forme de l'adhésif n'était pas contrôlée pendant ce processus, mais on peut voir que à la fin de la polymérisation, il y a aussi la formation du ménisque pour tous les cas.

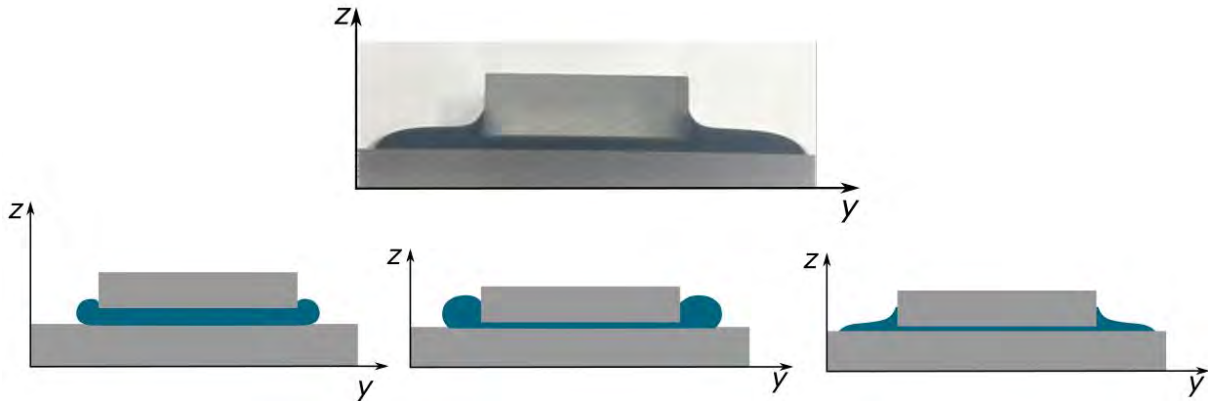


Figure 2.31 – Format du boudin formé pendant l'accostage vu latéralement : évolution des angles de contact de l'adhésif sur le substrat horizontal fixe et sur les parois du substrat mobile et forme finale polymérisée.

Ces premiers essais ont permis d'établir le protocole d'essai et d'analyser les résultats. Le dispositif expérimental développé répond à son objectif de mesurer les efforts et permettre la visualisation de la distribution de l'adhésif pendant l'accostage. L'ajout d'une grande quantité des particules modifie les propriétés physiques de l'adhésif non-polymérisé et, par conséquent, sa capacité à l'étalement. Un autre phénomène très intéressant est la formation d'amas des particules pendant l'accostage. En observant les résultats, on peut se poser des questions très pertinentes, telles que : quelle est l'influence de la vitesse de rapprochement sur la formation et la taille des amas ; ou quelle est la proportion d'amas dans la zone comprimée entre deux substrats et dans l'adhésif non enfermé. Pour répondre à ces questions, d'autres tests sont nécessaires, mais cela n'a pas été possible au cours de ce projet.

2.4.2.3. Distribution d'adhésif en fonction des substrats

Ensuite, les essais ont été réalisés avec l'objectif de comprendre l'influence de deux autres configurations de substrats. La première configuration a été la même plexiglas/ plexiglas, mais cette fois-ci, une toile métallique a été posée sur le substrat inférieur puis l'adhésif a été déposé au-dessus de la toile ; alors que le deuxième cas a été plexiglas/nida. Pour cela, une bande de nid d'abeille NOMEX de même largeur que la plaque de plexiglas (150x30 mm) supérieure a été fixée sur le substrat supérieur mobile à chacune des deux extrémités de la

plaque de plexi supérieure à l'aide d'un ruban adhésif. Le nid d'abeille avait une hauteur de 29,9 mm et les dimensions des alvéoles sont montrés sur la Figure 2.32

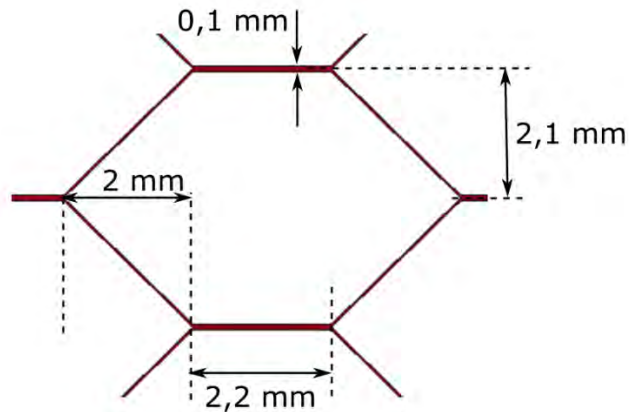


Figure 2.32 – Dimensions du nid d'abeille utilisé pour les essais d'accostage.

L'ajout de la toile provoque une légère augmentation de l'effort par rapport au cas plexiglas/ plexiglas, de 13 N à 14,7 N. Nous pensons que cela vient probablement parce que la toile a un état de surface plus rugueux que celui du plexi et aussi à cause de l'effort supplémentaire à appliquer pour que l'adhésif passe à travers la toile métallique.

La présence du nid d'abeille réduit la surface de contact en bloquant l'étalement de l'adhésif. Par conséquent, cela réduit l'effort nécessaire pour écraser l'adhésif, jusqu'à une réduction de 91 % (point de changement de pente à environ 1,3 N). Le nida ayant été fixé au substrat mobile uniquement aux deux extrémités n'empêche pas le passage d'air entre le nida et la plaque supérieure de plexi. Par conséquent, il n'y a pas de pression créée par l'air piégé dans les cellules du nida qui pourrait repousser l'adhésif vers l'extérieur, comme c'est le cas de l'étude faite par Yuan et al. afin d'observer la distribution de l'adhésif et la formation des filets sur les parois des cellules du nida (Yuan et al., 2008). Ainsi, l'adhésif peut entrer dans les cellules du nida plus facilement qu'être expulsé latéralement. Cela explique selon nous l'effort plus faible. Nous n'avons pas essayé d'améliorer cet essai, car nous pensons que dans la réalité les situations d'accostage de structures complexes faisant intervenir des nids d'abeille sont très variées. Pour des antennes de satellite par exemple, on peut penser qu'il n'y aura pas d'air confiné dans le nida, alors que pour la réparation d'une structure sandwich terrestre il y en aura.

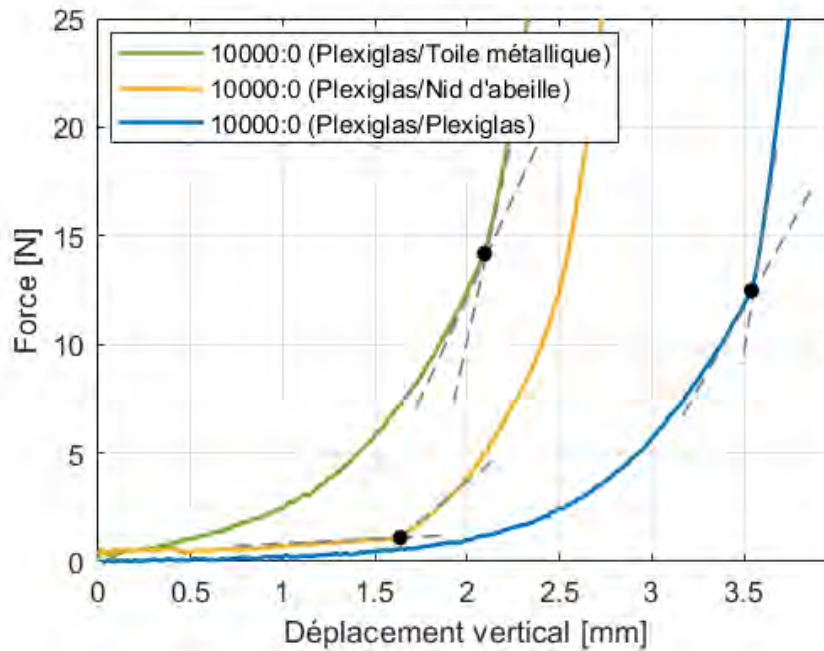


Figure 2.33 - Efforts de résistance à l'accostage résultats pour les cas sans particules 10000 :0 : plexiglas/toile métallique, plexiglas/ plexiglass et plexiglas /nid d'abeille.

La Figure 2.34 illustre la distribution de l'adhésif après l'accostage et la polymérisation pour les cas d'accostage sur la toile métallique et avec le nid d'abeille. La présence de la toile ne change pas le format de l'adhésif, ainsi que ne perturbe pas la formation du boudin et après du ménisque. Par contre, il y a une réduction des largeurs caractéristiques en comparaison au cas d'accostage ente deux plexiglas, comme on peut voir en comparant le Tableau 2.5 avec le Tableau 2.4. Le suivi et la mesure de l'étalement sur les éprouvettes testés avec le nid d'abeille n'est pas très évident, dont il faut découper les éprouvettes pour visualiser la répartition de l'adhésif.

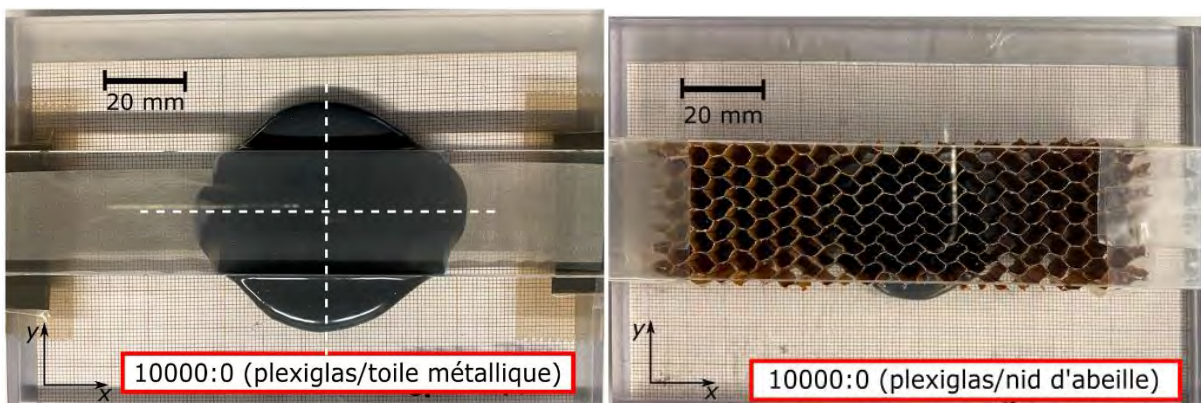
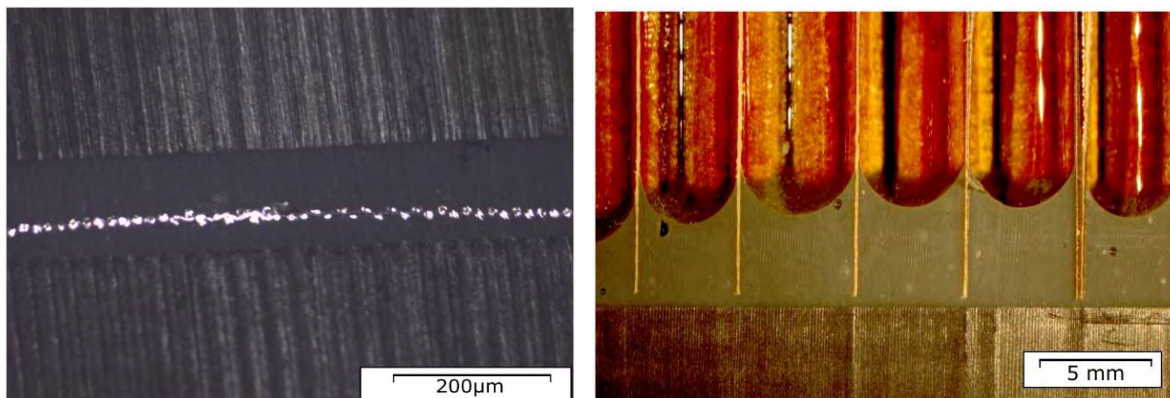


Figure 2.34 – Répartition de l'adhésif seul après l'accostage et polymérisation à la température ambiante : plexiglas/toile métallique et plexiglas/nid d'abeille.

Tableau 2.5 - Longueur caractéristique de la zone couverte d'adhésif pour les cas 10000 :0 et 10000 :1000.

Largueur caractéristique	10000 :0 (plexiglas/toile métallique)	
	Mesure 1	Mesure 2
L_x [mm]	34,7	36,7
L_y [mm]	29,4	24,5

Les éprouvettes testées sont restées au repos sur une surface plane pendant 7 jours à la température ambiante après l'essai, puis découpées avec une scie à fil diamant de 300 μ m de diamètre. L'éprouvette avec la toile métallique a été observée avec le microscope optique avec un zoom de 20x. Il est possible de noter que même si l'adhésif a été déposé au-dessus de la toile lorsque celui-ci reposait sur le plexi nu, avec la pression appliquée pendant l'accostage, il traverse la toile, qui a une ouverture de 38 μ m. La toile métallique reste envoyée dans le joint après la polymérisation (Figure 2.35a). Cela montre une très bonne capillarité de l'adhésif, ce que l'on peut aussi observer dans les cellules de nida. L'éprouvette avec le nid d'abeille a été observée à la loupe avec un zoom de 5x. Il est possible de voir la formation des ménisques après polymérisation. Ce phénomène est le même que celui qui a été observé sur les parois extérieures de l'accostage avec deux plaques plates, et qui est le résultat des effets de capillarité.



(a)

(b)

Figure 2.35 – Distribution de l'adhésif après l'accostage et polymérisation : (a) autour de la toile (microscopique optique 20x), (b) dans les cellules du nid d'abeille (loupe 5x)

La principale limite du protocole utilisé est la nécessité d'avoir au moins deux personnes pour réaliser les tests, car l'adhésif doit être déposé en même temps sur les deux éprouvettes du montage. Comme le dépôt n'est pas très régulier dans sa forme et que l'adhésif s'étale, un point d'amélioration pourrait être l'utilisation d'un moule qui serait retiré juste avant l'essai. Nous n'avons pas pu observer la distribution de l'adhésif latéralement dans les cellules de nida ni à travers la toile pendant ces essais, donc nous ne savons pas quelles seraient les dosages optimaux par exemple pour améliorer telle ou telle distribution finale. Nous n'avons pas pu

mesurer les hauteurs d'adhésif lors de la formation des boudins des caractéristiques de l'adhésif choisi, ce qui aurait été possible avec un autre adhésif comme celui utilisé par (Spangenberg et al., 2018), en utilisant une grille graduée dessinée sur les plaques de plexi. Ces améliorations du protocole d'essai et de définition des échantillons, sont des perspectives intéressantes pour de futurs essais.

Toutefois nous avons démontré que nous pouvons mesurer les efforts d'accostage et simultanément observer de manière quantitative la distribution au cours du temps de l'étalement de l'adhésif, à la fois en vue de dessus et en vue latérale. L'observation de la déformation des bandes de plexiglass était assez faible dans nos essais, et le plan focal étant mobile, la mise au point a été difficile. Mais si le plan focal est fait sur la partie basse, l'utilisation de la stéréo corrélation permettra d'observer les déformations induites, et donc d'aider à la compréhension des phénomènes produits pendant l'accostage, et au développement de modèles de simulation numériques plus précis.

2.4.3. Application à la réparation de structures sandwich d'une aile d'avion (ATL2)

Nous avons vu que la déformation de l'adhésif non-polymérisé révèle son caractère incompressible, mais lorsque sa viscosité est faible (peu de temps après le mélange des deux composants), la capillarité lui permet de s'étaler et de former des ménisques le long des parois verticales.

Nous avons souhaité mettre à l'épreuve notre modèle de simulation numérique de l'adhésif non-polymérisé sur une structure complexe pour savoir s'il était possible de reproduire ce phénomène. Le cas d'application choisi s'inspire d'un projet réalisé avec les étudiants du Mastère Spécialisé *Aeronautical and Space Structures* dans le cadre du "Integrated Team Project (ITP)", qui vise à appliquer l'ensemble des connaissances acquises lors des cours scientifiques. Ce projet spécifique portait sur le comportement des structures sandwiches en aluminium réparées par des patches composites (Préau & Hubert, 2015), soumises à des efforts de compression dans le plan après réparation. Ces structures, particulières, ont été récupérées d'une aile d'un avion ATL2 fournies par DGA Techniques Aéronautiques qui co-encadrait le projet ITP. Ensuite elles ont été découpées en forme rectangulaire et un défaut circulaire calibré a été produit sur chacune (Abdous et al., 2021) (Figure 2.36a). Comme le montrent les Figure 2.36b et Figure 2.36c, les patches composites ont été fabriqués séparément avec un tissu de fibres de carbone, et une matrix époxy HexPly 914. Les dimensions du patch ont été calculées de manière à respecter l'épaisseur de la peau métallique externe, et la profondeur du défaut calibré. Le patch 1 est orienté à $[-60, 60, 0]^\circ$ et le patch 2 à $[45, 0, -45]^\circ$. Avant et après réparation, les éprouvettes ont été soumises à des essais de compression dans leur plan. Ces résultats ne seront pas traités ici car ils concernent le projet ITP et non les travaux de la thèse. Nous nous intéressons ici uniquement à l'analyse de la distribution de l'adhésif non-polymérisé dans les alvéoles du nida alu.

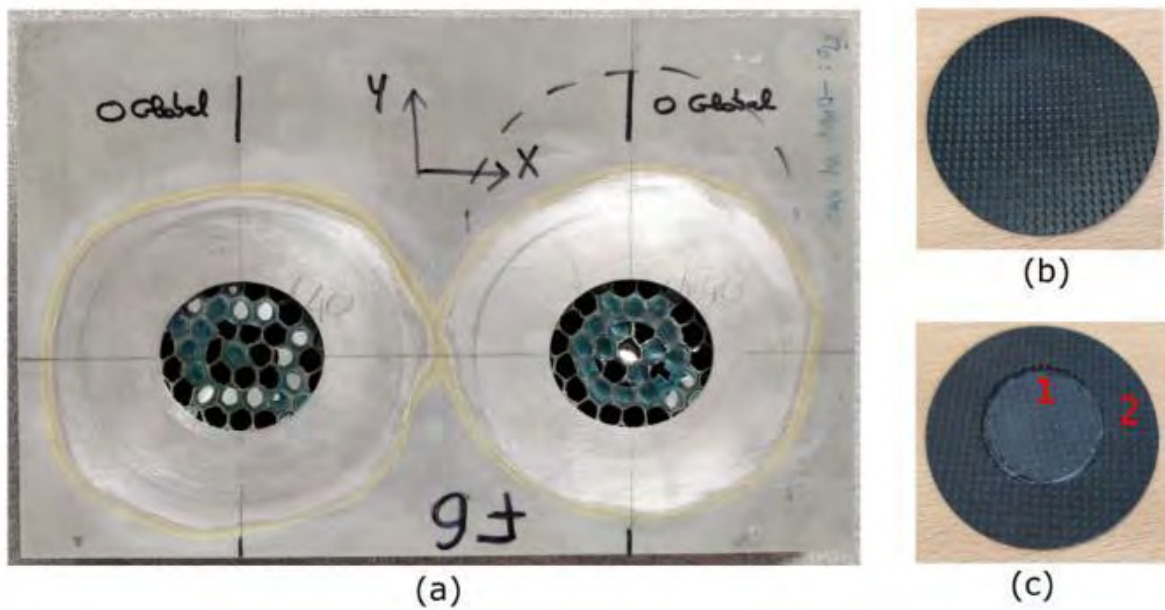


Figure 2.36 – Réparation d'une structure sandwich : (a) fabrication du défaut circulaire, (b) patch composite externe, (c) patch composite complet.

L'adhésif EC2216 a été appliqué et étalé uniformément directement sur les patches composites, puis placés à la main directement sur la structure en nid d'abeille. L'ensemble structure métallique avec patch est polymérisé à une pression de 1 bar. La pression a été appliquée à l'aide d'une pompe de vide et l'isolation par du mastic (Figure 2.37a). Après la mise en place, l'ensemble a été mis dans le four avec l'adhésif et le patch placés en dessous de la structure à réparer pour éviter les coulures par gravité (Figure 2.37b).

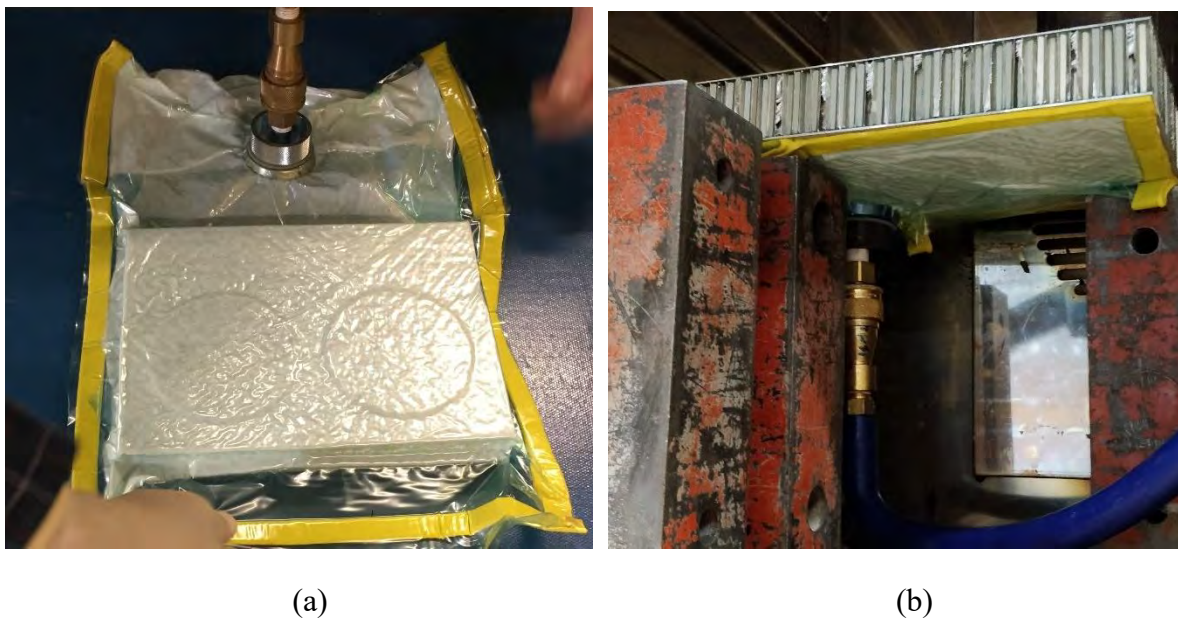


Figure 2.37 – Préparation et polymérisation de la structure sandwich : (a) application du vide, (b) emplacement dans le four.

La quantité d'adhésif nécessaire n'étant pas connue (voir commentaires au paragraphe précédent), deux cas ont été testés, l'un avec 2 ml d'adhésif (1 ml par patch) et l'autre avec 3ml (1,5 ml par patch). Ces volumes ont été mesurés grâce aux graduations des seringues utilisées pour doser l'adhésif. Par conséquent le volume exact déposé est source d'incertitude. Une fois polymérisées (à 65°C pendant 140 minutes), une partie des éprouvettes a été coupée comme indiqué sur la Figure 2.38. Il est possible de constater que 2 ml d'adhésif n'étaient pas suffisants pour assurer le remplissage de l'espace entre le patch 1 et le nida, tandis que 3 ml était visuellement assez bon, mais la distribution de l'adhésif n'était pas homogène entre les cellules du nida. Il faut noter ici que de l'air a été emprisonné lors du montage du patch principalement dû au processus de fabrication.

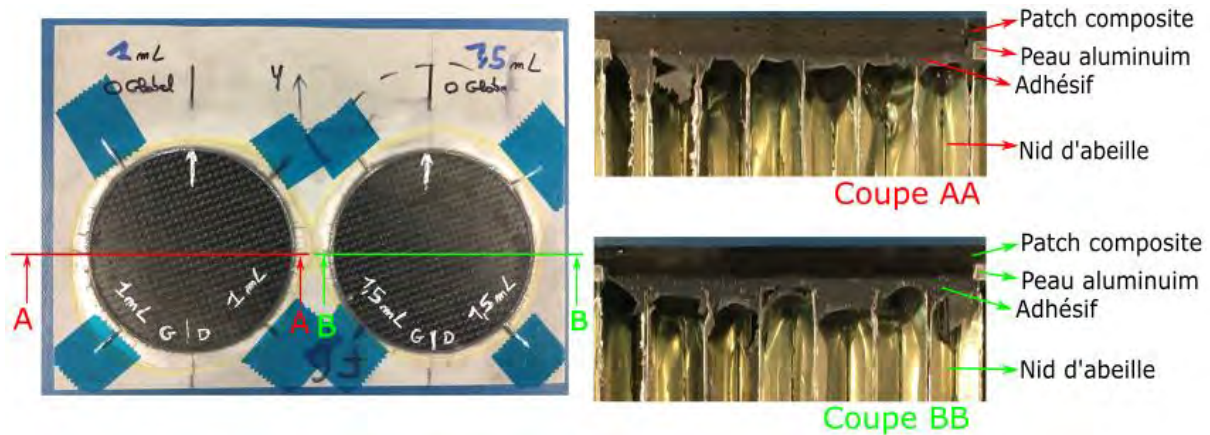


Figure 2.38 - Structure sandwich réparée par des patches composites.

En comparaison aux cas étudiés précédemment, le cas de l'accostage sur une structure avec les obstacles est encore plus dépendant de la forme initiale de l'adhésif. Afin de tester la capacité du modèle numérique proposé de prédire la forme de l'adhésif pour ce cas plus complexe, la forme initiale a été considérée homogène.

A l'exception de l'adhésif, tous les composants ont été modélisés à l'aide d'éléments finis volumiques à 8 nœuds et 3ddl par nœud pour les patches et par des éléments finis de coques de type Belytschko Chang à 2 points d'intégration dans l'épaisseur pour les parois du nida. Les patches, ainsi que les parois du nid d'abeille ont été supposés indéformables.

Comme pour les cas présentés précédemment (§2.3.2.2), l'adhésif a été modélisé en SPH avec la loi de comportement de Johnson-Cook et l'équation d'état Murnaghan. Les paramètres de la loi de comportement et de l'équation d'état utilisés sont décrits dans le Tableau 2.6. Par contre cette fois-ci l'étude n'était pas réalisée et les paramètres utilisés sont ceux obtenus par les essais numériques de l'accostage entre deux plaques plates.

Tableau 2.6 – Valeurs des paramètres utilisés pour l'essai numérique de l'accostage d'un patch de réparation sur un nid d'abeille.

Paramètre	Valeur	Paramètre	Valeur
A	0,0001 MPa	ρ	0,001335 g/mm ³
B	400 MPa	G	342 MPa
n	0,3592 MPa	E	70 MPa
c	0,051	ν	0,3
m	0,8		

Au total le modèle est composé de 7230955 particules avec une distance de 0,04 mm et qui sont uniformément distribués entre les deux patches. Afin de calculer la géométrie initiale de l'adhésif, le volume total a été calculé sur la base du 1,5 ml d'adhésif par patch. Seul $\frac{1}{4}$ de plaque est modélisé avec des conditions de symétrie, comme illustré sur la Figure 2.39. Sur ce modèle, la gravité n'est pas prise en compte. Le processus d'accostage a été simulé par déplacement imposé perpendiculaire au nida. Un contact de type nœuds sur surface sans frottement est introduit entre les patches et les particules modélisant l'adhésif, ainsi qu'entre les particules et le nida.

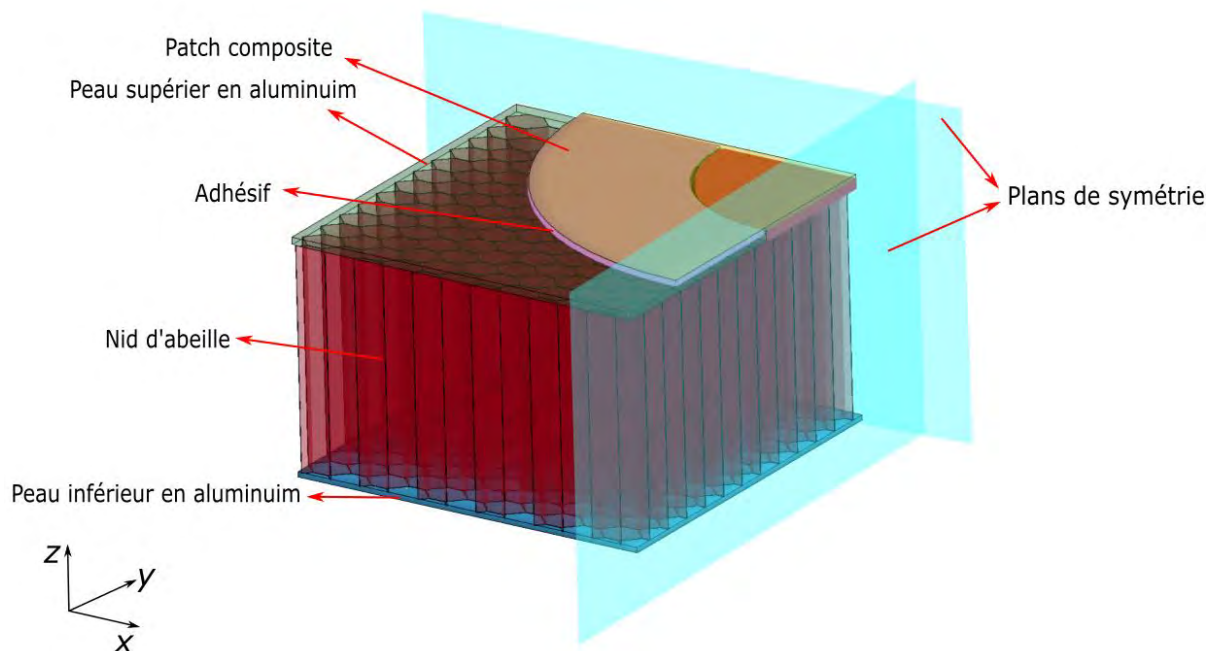


Figure 2.39 – Géométrie de la simulation de l'accostage sur le nid d'abeille.

La Figure 2.40 montre la distribution des contraintes moyennes de Von Mises de la simulation vue du dessous et vue du côté latéral du nida (similaire aux coupes AA ou BB). Il est possible de noter que l'adhésif suit la tendance de former un « pudding » plutôt convexe dans la cellule du nida et non un pudding concave (ménisque) comme les observations réelles après polymérisation. Le cas envisagé a été celui avec 3 ml d'adhésif et le volume initial des cylindres a été calculé sur ce cas, mais les profondeurs d'avancement de l'adhésif dans le nida d'abeille sont plus cohérentes avec les images des éprouvettes que nous avons appliqué 2 ml. Car la quantité d'adhésif appliqué a été probablement supérieure à celle prévue, à cause des erreurs de mesure associées aux dosages à partir des graduations de la seringue. Outre la forme, il est aussi intéressant de noter que le modèle indique des concentrations de contraintes dans l'adhésif à cause du motif des cellules du nid d'abeille et surtout dans la zone de variation de volume d'adhésif entre les deux patches. La simulation ne modélise pas l'air emprisonné ni la déformation des substrats, mais on peut penser que des sur-contraintes pourraient être générées dans les substrats dans ces zones pendant le processus d'accostage et entraîner à des non-homogénéités des propriétés finales du joint.

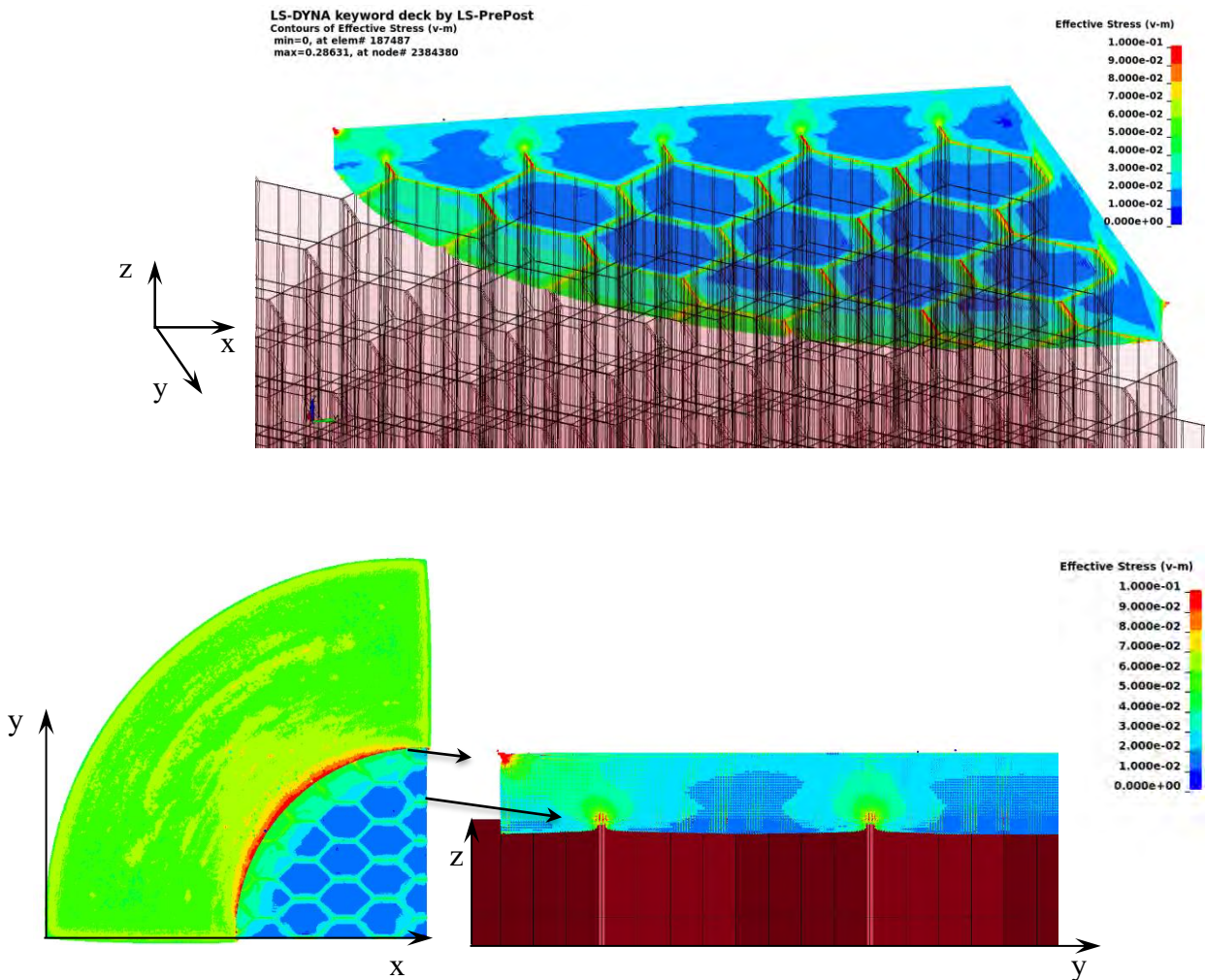


Figure 2.40 – Résultat essai numérique de prédiction de la répartition de l'adhésif sur une structure en forme de nid d'abeille.

Ce modèle est une première ébauche et les hypothèses de modélisation sont simples, voire simplistes. Aussi nous n'avons pas poursuivi le calcul sur une durée suffisante pour voir la distribution de colle car nous ne connaissons pas les conditions de contact réelles (frottement ou capillarité). D'autre part il faudrait considérablement augmenter le nombre de particules pour éviter les instabilités numériques dues à l'étalement et pour reproduire finement les distributions dans le volume des cellules. Toutefois nous pensons qu'il permet d'envisager d'étudier plus finement la distribution d'adhésif non-polymérisé dans des conditions d'accostage complexe.

2.5.Synthèse

La fabrication de joints collés est un processus multi-physique composé de plusieurs étapes qui déterminent les propriétés du joint résultant. Ce chapitre s'est concentré sur l'étude de l'état de l'art et la réalisation d'essais d'accostage dans le but de proposer un modèle numérique simple capable de prédire la distribution finale d'un adhésif non-polymérisé pendant et après l'accostage pour former un joint collé.

Visant cet objectif final, d'abord nous avons étudié les méthodes expérimentales et les méthodes numériques proposées dans la littérature. Après avoir étudié les principales caractéristiques, avantages et limites des modèles de la littérature, le formalisme SPH lagrangien est celui que nous avons choisi pour la modélisation de l'accostage car la méthode est capable de modéliser des grandes déformations et des comportements de matériaux associant un comportement de fluide visqueux et de solide mou. Le deuxième choix que nous avons fait a été sur la représentation du comportement de l'adhésif avec une loi contrainte déformation du type Johnson-Cook et une équation d'état du type Murnaghan. La validation de ces deux choix et hypothèses (SPH et lois de comportement avec équation d'état) a été faite en deux temps, via des essais spécifiques. Les essais ont été choisis dans le but de valider le modèle de comportement et la discrétisation.

Dans un premier temps, le modèle a été évalué en fonction de sa capacité à représenter la forme d'une goutte en chute libre pour différentes viscosités, en utilisant l'analyse de sensibilité des paramètres pour trouver les propriétés de la loi équivalente. Nous avons choisi d'utiliser une loi de comportement de type élastoplastique pour représenter la stabilisation naturelle de la déformation par étalement et capillarité de l'adhésif non-polymérisé afin de

représenter l'augmentation naturelle de viscosité produite par la polymérisation à température ambiante au cours du temps. Ce sont les caractères d'accumulation de déformation permanente décrit par la loi de Johnson-Cook, et la stabilisation de la contrainte maximale, qui sont utilisés ici. Même si cette approche paraît fautive au premier regard, la physique de la stabilisation représentée est considérée la même. Ceci a été démontré sur un adhésif seul sans particules. De même, l'adhésif avec particules uniformément distribuées pourrait aussi être considéré comme un matériau homogène équivalent ayant des propriétés différentes, notamment la viscosité. Ceci peut se représenter de manière assez simple en changeant les propriétés comme démontré par les essais d'accostage. En effet, en s'inspirant des travaux de (Rueda et al., 2017), il est possible de considérer un fluide chargé de particules comme un fluide ayant une viscosité apparente modifiée. Toutefois, il n'est pas possible de représenter un adhésif comprenant des particules discrètes ou des amas qui se formeraient par agrégation de ces particules avec la modélisation SPH et un unique matériau. En effet la méthode SPH est particulièrement sensible aux discontinuités de propriétés entre particules SPH, et il n'est pas judicieux de représenter des amas de particules TEP qui seraient représentés par une seule particule SPH si la dimension caractéristique de ces amas de TEP est très petite.

Dans un second temps, le modèle a été validé par rapport à la capacité de représenter la forme de l'adhésif pendant la compression non-confinée et après la polymérisation, c'est-à-dire, pendant et après l'accostage. Pour ces premiers essais avec des substrats de formes élémentaires, nous avons mis en place un dispositif expérimental simple inspiré des travaux de Spangenberg (Spangenberg et al., 2018). Le modèle proposé est capable de prédire la zone couverte par l'adhésif. Par contre, la loi de comportement adoptée n'est pas capable de prédire le ménisque qui se forme après polymérisation qui semble se produire par capillarité sur des temps longs après l'accostage. Ce type d'essai est très intéressant, mais il est nécessaire de quantifier les efforts d'accostage en plus de suivre l'étalement.

Pour répondre à notre besoin et permettre la validation du modèle de simulation numérique, nous avons conçu, développé et mis en œuvre un nouveau dispositif expérimental un peu plus sophistiqué et précis. Le dispositif proposé décentre les éprouvettes d'accostage de l'axe de la machine, ce qui libère la zone de visualisation de l'étalement. Afin de maintenir la symétrie et ne pas avoir des moments parasites qui peuvent apparaître lors des essais, le dispositif a été symétrisé, ce qui a permis l'utilisation de deux moyens d'observation en parallèle, un de chaque côté du montage. Nous avons aussi développé le protocole expérimental et réalisé quelques tests de faisabilité avec des substrats plats et transparents. D'autres essais d'accostage ont été réalisés lors de cette campagne, avec un substrat recouvert d'un nid d'abeille et un substrat recouvert d'une toile métallique. Ce nouveau dispositif donne des résultats satisfaisants sur les mesures d'efforts et les observations d'étalement. Cependant il n'a pas fait l'objet d'une analyse détaillée pour quantifier les perturbations du montage sur les mesures d'efforts ou sur les dissymétries possibles.

Une suite intéressante à nos travaux consisterait par exemple, pour le nouveau dispositif d'accostage, à faire des essais pour reproduire les résultats de la littérature, notamment pour la mesure des efforts ou sur d'autres adhésifs dont l'étalement est différent. En outre, il faut aussi contrôler mieux le processus de fabrication des éprouvettes pour être sûr de la quantité d'adhésif

ajoutée et la distribution initiale. Nous n'avons pas eu le temps de réaliser les simulations correspondant aux essais sur le nouveau dispositif. Il serait intéressant dans des travaux futurs, de comparer les valeurs d'efforts dans la simulation avec les niveaux d'effort obtenus dans les essais réels, en complément de l'observation des étalements. Cela permettrait de mieux valider les propriétés utilisées dans le modèle Johnson Cook, ou le nombre de particules SPH nécessaires. L'une des hypothèses faites a été l'homogénéisation du comportement de l'adhésif, en considérant que les amas des particules qui peuvent se former change très localement les propriétés de l'adhésif. Cette hypothèse peut être acceptable pour les cas avec très peu de particules, par contre si l'on veut étudier le cas avec l'adhésif très chargé, et changer d'échelle de représentation afin de modéliser les interactions entre les amas et l'adhésif, il faut envisager l'utilisation d'une méthode autre que SPH. Un exemple peut être la méthode des éléments discrets (DEM), qui permet de simuler l'interaction entre particules, et la capillarité, et la formation des amas des particules. Ce modèle proposé peut être aussi intéressant pour d'autres études plus larges, comme la problématique de l'air piégé dans le joint (Müller et al., 2022).

CHAPITRE 3

COMPORTEMENT D'UN ADHESIF EPOXY 3MTM EC2216 EN VOLUME

Sommaire

3. COMPORTEMENT D'UN ADHESIF EPOXY 3M™ EC2216 EN VOLUME.....	67
3.1. Introduction.....	69
3.2. Etat de l'art.....	70
3.2.1. Synthèse sur les polymères.....	70
3.2.2. Caractérisation en volume des polymères.....	71
3.2.3. L'influence de la présence des particules sur la tenue.....	75
3.2.4. Synthèse de l'état de l'art.....	77
3.3. Fabrication et plan de caractérisation des éprouvettes.....	77
3.3.1. Protocole de fabrication.....	78
3.3.2. Plan des essais mécaniques.....	83
3.4. Caractérisation de l'adhésif EC2216.....	84
3.4.1. Analyse Mécanique Dynamique.....	84
3.4.2. Influence de la vitesse de chargement.....	87
3.4.3. Influence de la température.....	96
3.5. Influence de la présence de TEP et bulles d'air.....	101
3.5.1. Température de transition vitreuse.....	101
3.5.2. Résistance à la traction.....	102
3.5.3. Défaut critique et résistance à la traction.....	108
3.5.4. Amorçage et propagation des fissures.....	113
3.5.5. Distribution des défauts 3D.....	116
3.6. Caractérisation du comportement en mode I en volume.....	119
3.6.1. Protocole expérimental.....	120
3.6.2. Influence de la distance entre appuis.....	121
3.6.3. Taux de restitution d'énergie et ténacité en mode I.....	122
3.7. Prédiction du comportement par modèle numérique en traction.....	125
3.6.1. Modèle numérique avec les propriétés uniformes.....	125
3.6.2. Modèle numérique avec distribution de propriétés de l'enveloppe complète.....	130
3.6.3. Modèle numérique avec distribution de propriétés en fonction de la température.....	139
3.8. Synthèse.....	142

3.1.Introduction

L'objectif principal du projet de thèse est de prendre en compte la nécessité du désassemblage contrôlé depuis la phase de conception tout en assurant la tenue de l'assemblage pendant sa vie. Prenant en compte cet objectif, notre principal intérêt dans ce chapitre est d'étudier l'influence des TEP sur les propriétés mécaniques de l'adhésif EC2216.

L'adhésif 3MTM EC2216 est couramment utilisé dans le secteur aérospatial (Welsh & Jelinsky, 2005), car il a une capacité d'amortissement très élevée. La principale difficulté d'utilisation de cet adhésif est la variabilité que nous pouvons trouver lors des essais (Côté & Desnoyers, 2011)(Dabiri & Madril, 2016) (Sundvold, 1996). Côté et Desnoyers (Côté & Desnoyers, 2011) ont fait une synthèse des principaux résultats expérimentaux de caractérisation trouvés dans la littérature sur cet adhésif. Dans ce travail, ils décrivent que pour des tests à la température ambiante (22 à 24°C), le module d'Young peut varier entre 69 à 2004 MPa, selon le type et les conditions de l'essai employé.

En parallèle avec le comportement non-linéaire de l'adhésif, nous avons aussi les TEP. Au-delà de changer les propriétés de l'adhésif avant la polymérisation, comme montré dans le Chapitre 2, les TEP entraînent aussi des modifications sur la tenue de l'adhésif. Donc, nous envisageons l'ajout de très peu de particules qui seront majoritairement confinées dans des amas. L'intérêt de favoriser la formation des amas est la possibilité de créer des zones de faiblesse qui peuvent être utilisées comme point de déclenchement du désassemblage contrôlé, en changeant localement les propriétés ; c'est un des avantages de cette stratégie. Par contre, la présence de ces amas de particules peut être gênante si elle est responsable d'une amorce plus précoce de la rupture et d'une diminution de la tenue à la rupture de la structure. Ce même comportement est également associé à la présence de bulles d'air. Un autre désavantage de cette stratégie pourrait être de devoir optimiser le positionnement de ces amas s'ils sont en trop faible quantité, afin d'être sûr qu'on va déclencher le démantèlement quand on le souhaite.

Ce chapitre est divisé au total en sept sections. D'abord nous présentons une révision bibliographique générale sur les problématiques présentes. Puis nous décrivons la fabrication des éprouvettes, ainsi que les essais de caractérisation en volume de l'adhésif EC2216 seul. Le quatrième paragraphe est un ensemble de résultats et d'analyses sur l'influence des particules. Ensuite nous présentons la caractérisation de l'adhésif seul et avec des TEP en flexion pour suivre la propagation de fissures. A la fin, nous présentons le développement d'un modèle numérique basé sur le concept de distribution des propriétés afin de prédire le comportement et les modes de rupture des éprouvettes de traction.

3.2. Etat de l'art

La caractérisation de l'adhésif en volume revient à caractériser le comportement de l'adhésif en tant que polymère. Les polymères sont des macromolécules formées par la combinaison de monomères. La combinaison entre les monomères implique la rupture et la formation de liaisons, et peut ou non libérer de petites molécules. L'adhésif EC2216 est un polymère du type amorphe qui présente un comportement du type fragile lorsque soumis à une déformation.

3.2.1. Synthèse sur les polymères

Les polymères sont des matériaux à longue chaîne qui peuvent être classés en deux types : cristallins et amorphes. Les polymères cristallins ont des chaînes bien organisées (Figure 3.1a) qui leur permettent de retourner à la phase liquide une fois la température de fusion, *melt temperature* (T_m) en anglais, atteinte. Alors que les polymères amorphes sont composés par des chaînes complexes aléatoires (Figure 3.1b) et ils ne sont pas capables de revenir à leur forme liquide. Cependant, ils sont également soumis à des changements dans la capacité des chaînes de polymères à se déplacer à la température de transition vitreuse, *glass transition temperature* en anglais (T_g).

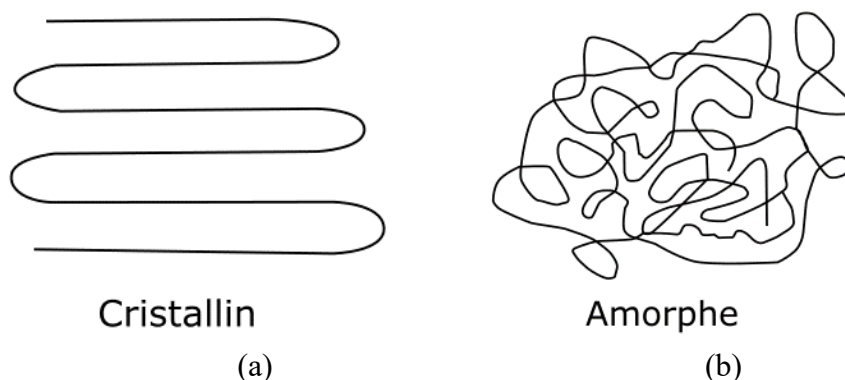


Figure 3.1 - Représentation des chaînes des polymères : (a) chaîne cristalline, (b) chaîne amorphe.

Le comportement d'un matériau polymère ne dépend pas que de sa composition chimique et de sa microstructure, mais aussi des conditions de traitement et fabrication et de l'environnement auquel il est utilisé.

3.2.2. Caractérisation en volume des polymères

La propriété mécanique caractéristique des polymères amorphes est une résistance élevée et un comportement allant de la fragilité à la ductilité. Le type de déformation typique observé dans les polymères amorphes, fragiles et vitreux est le "craquage". En fonction de sa structure de chaînes, un polymère peut être soumis à trois types de mécanismes de déformation moléculaire, comme montré sur la Figure 3.2. Les polymères fragiles ont, en général, des chaînes du type fibrillaires (comme polystyrène) ou homogènes dans une échelle très petite (comme poly méthyl méthacrylate, PMMA) (Figure 3.2a). Les polymères qui ont un comportement ductile sont propices à la localisation de la déformation dans des bandes étroites, comme par exemple des effets de striction ou des bandes de cisaillement. Ces bandes de cisaillement peuvent avoir différentes tailles qui pilotent la ductilité du polymère, comme le poly vinyle chlorite, le PVC, (Figure 3.2b) ou le polycarbonate (Figure 3.2c) (Michler, 2016).

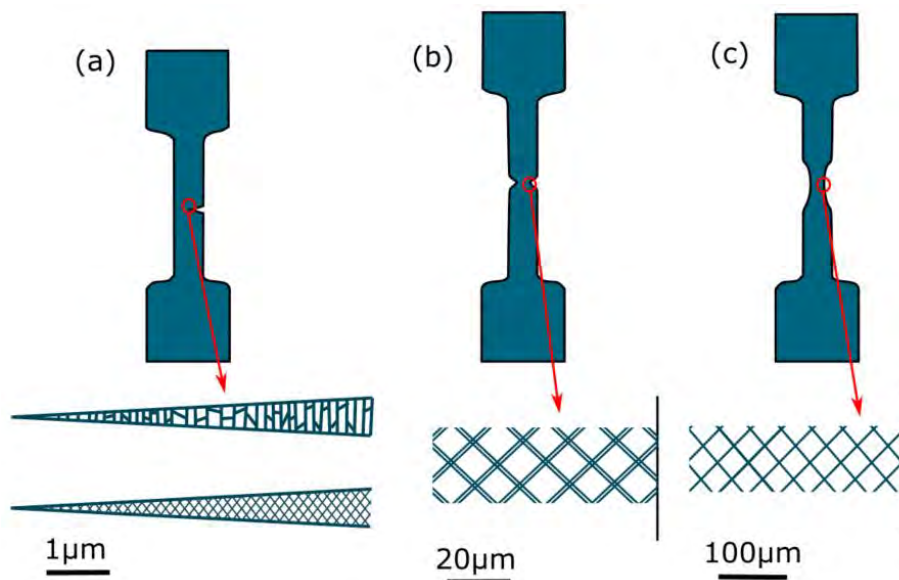


Figure 3.2 - Illustration schématique des caractéristiques des zones de déformation dans les polymères amorphes (adapté de (Michler, 2016)).

Du fait de à leur structure moléculaire, les matériaux polymères peuvent présenter différents types de phénomènes de réponse à l'environnement et aux sollicitations, tels que le fluage ou relaxation, le vieillissement, l'écoulement plastique, la dégradation, la fissuration, la rupture et la fatigue. Tous ces phénomènes sont liés et dépendants des conditions d'essai, telles que la vitesse d'essai, la température ou les conditions ambiantes.

3.2.2.1. Identification des paramètres matériaux

Il existe deux approches pour prédire la rupture des matériaux, la microscopique et la continue. Dans l'approche microscopique, la fracture des matériaux est représentée par la rupture de liaisons atomiques ou moléculaires. Les estimations de la contrainte nécessaire pour

favoriser la rupture sont souvent plus élevées que celles observées expérimentalement macroscopiquement. En effet, les solides peuvent contenir de multiples petits défauts ou microfissures, qui provoquent des concentrations de contraintes locales conduisant alors à la rupture de l'échantillon avant celle du matériau sans défaut. Dans l'approche continue, le matériau est traité comme un milieu continu et non comme une agglomération de molécules, de sorte que la rupture commence au niveau des défauts microscopiques. La deuxième approche permet de représenter la phénoménologie macroscopique et permet d'évaluer la taille des fissures à partir des valeurs de résistances maximales.

Les propriétés mécaniques des matériaux, par approche du milieu continu, peuvent être caractérisées par différents types d'essais, comme les essais monotones et/ou dynamiques. Pour des sollicitations du type monotones, le comportement en contrainte-déformation d'un polymère peut être élastique fragile, élastoplastique ou hyperélastique, comme illustré sur la Figure 3.3

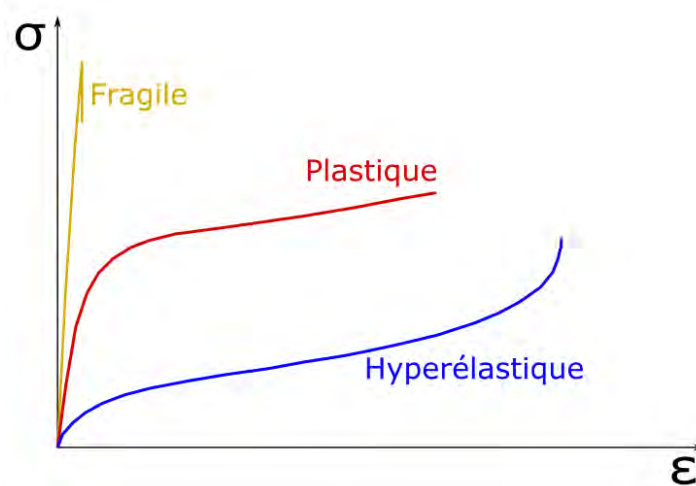


Figure 3.3 – illustration du comportement des polymères sous sollicitations monotones.

Pour la caractérisation des matériaux, les essais plus communs sont sous les sollicitations de traction, compression et cisaillement. Parmi ces trois, nous nous intéressons particulièrement aux essais de traction. C'est le type d'essai mécanique permettant l'évaluation de plusieurs propriétés du matériau, telles que le module initial, la linéarité entre contrainte-déformation et les limites de résistance. Les essais consistent à fixer l'éprouvette à l'aide des mors et tirer jusqu'à la rupture, de manière monotone ou cyclé. Les mesures de déformation peuvent être réalisées par des jauges installées directement sur l'éprouvette ou par des solutions à distance 'sans contact', telles que la stéréocorrélation ou l'extensométrie optique. La méthodologie et le domaine de validité des essais quasi-statiques sont décrits par la norme ISO 527-1 (ISO 527-1, 2019), et sur les essais sous-choc par la norme ISO 82656 (ISO 8256, 2004).

Les modèles de comportement pour décrire le comportement d'un polymère peuvent être du type linéaire et non-linéaire. Les modèles linéaires élastiques sont valables pour les petites déformations. Ce type de modèle prédit le module à partir de l'utilisation de la loi de

Hooke, qui est basée sur l'hypothèse de linéarité entre contrainte-déformation. L'utilisation de ce type de modèle pour décrire les polymères est très limitée. Afin de résoudre ce problème, plusieurs modèles ont été formulés pour la généralisation de l'élasticité pour des grandes déformations, appelés modèles hyperélastiques.

L'hyperélasticité ignore les effets thermiques et suppose que la fonction de potentiel élastique existe toujours, en fonction seulement des déformations. Parmi les modèles développés, les plus connus sont le modèle de Mooney-Rivlin (Mooney, 2004) (Rivlin, 1948), de Ogden (Ogden, 1997) et Neo-hookéen (Treloar, 1943).

3.1.1.1. Influence de la température sur le comportement des polymères

Soumises à des températures inférieures à la transition vitreuse T_g , les chaînes de polymères amorphes ne peuvent pas se déplacer dans l'espace. Cela produit l'état vitreux, qui est dur et fragile. Lorsque la température dépasse la T_g , les chaînes entremêlées peuvent bouger. Cela produit un état caoutchouteux, lorsqu'un polymère amorphe est mou et flexible. La T_g d'un polymère peut être indiquée comme une température unique, mais ce nombre est très souvent une valeur moyenne calculée à partir d'une gamme de températures où le comportement évolue de manière significative. Comme pour sur le point de fusion d'un matériau, la transition vitreuse se traduit par un changement de capacité thermique, c'est-à-dire que le matériau absorbe la chaleur, mais au lieu de se réchauffer, il subit ce changement d'état.

Dans la gamme de température autour de la T_g , les changements provoquent une altération brutale des propriétés macroscopiques du polymère, par exemple le module élastique et le coefficient d'amortissement. Il est possible de voir cette influence sur la Figure 3.4, qui présente l'illustration de l'évolution du module élastique et du coefficient d'amortissement avec la température.

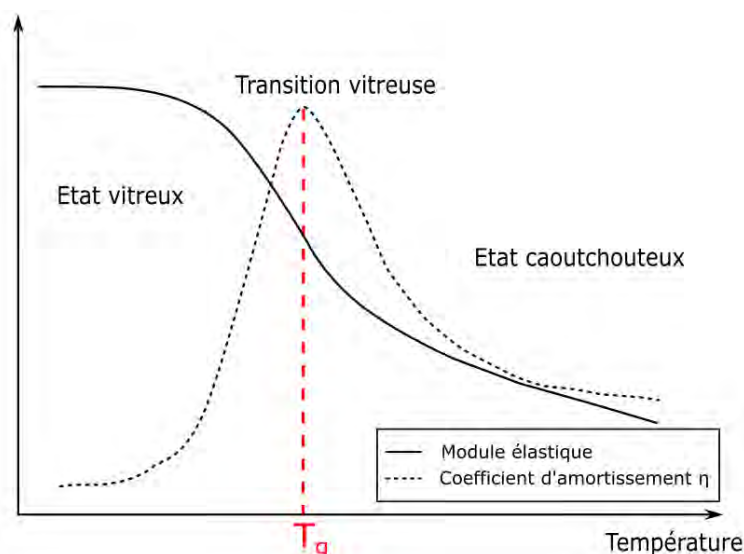


Figure 3.4 - Evolution représentatif du module élastique en fonction de la température pour un polymère amorphe.

Dans la zone de transition vitreuse, le module d'élasticité diminue fortement en raison de cette facilité de mouvement de la chaîne et il y a également une augmentation de sa capacité de dissipation d'énergie. Cette augmentation de la dissipation se reflète dans l'augmentation du coefficient d'amortissement, qui est à son maximum dans cette zone de transition. Au-delà de la zone de transition vitreuse, le module continue de se rétracter, mais à un rythme plus lent que celui de la zone de transition vitreuse. Le coefficient d'amortissement diminue également après cette zone, mais reste supérieur à celui de l'état vitreux. Banea et al. (Banea et al., 2011) ont étudié les effets de la vitesse de chargement sous traction et de la variation de température au-dessous de la température de transition vitreuse. Cette étude a montré aussi qu'à proximité de la T_g , la décroissance de la résistance à la rupture est accélérée. Il y a également une augmentation de la déformation attendue grâce à l'augmentation de la ductibilité du matériau dans cette région.

Ce comportement des polymères sous température peut être utilisé aussi comme un avantage. Les polymères peuvent être soumis à des cycles de post-polymérisation afin d'améliorer leurs propriétés. Un exemple très intéressant est l'étude menée par Wang et al (K. Wang et al., 2021), où ils ont étudié l'influence des traitements thermiques sur des composites. Mais ils ont mis en évidence l'influence de traitement sur chaque composant séparé, incluant la matrice polymère. Lors de cette étude ils ont montré qu'il y a une réduction de volume du polymère par rétraction thermique et expansion des fibres. Ce phénomène peut entraîner l'augmentation des défauts créés pendant la phase de fabrication.

En plus, un polymère peut aussi subir une dégradation thermique lorsqu'il est soumis à haute température. Cette dégradation est caractérisée par un processus de vieillissement chimique qui se traduit par des modifications structurelles irréversibles des chaînes polymères. Buch (Buch, 2000) a étudié cette dégradation lors de son projet de thèse. Lors de ce travail, il a pu observer l'influence de la vitesse de chauffe sur les températures de transition et un décalage des phénomènes à températures plus élevées. Il a aussi mis en évidence la réduction de la contrainte à rupture en fonction de l'évolution de la température jusqu'au début de la dégradation.

3.1.1.2. *Influence de la vitesse de chargement sur les polymères*

Les effets de la vitesse de chargement sont liés au temps d'accommodation des structures moléculaires, des chaînes polymères dans le cas des adhésifs. Plus on sollicite rapidement l'éprouvette, moins le matériau a le temps de s'adapter à sa nouvelle forme et de dissiper l'énergie accumulée. Ceci est un effet de durcissement du matériau, qui provoque l'augmentation de la contrainte à la rupture et une diminution de la déformation que le polymère peut supporter. La Figure 3.5 présente quelques courbes contrainte-déformation illustrant l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement d'un polymère soumis à une sollicitation monotone.

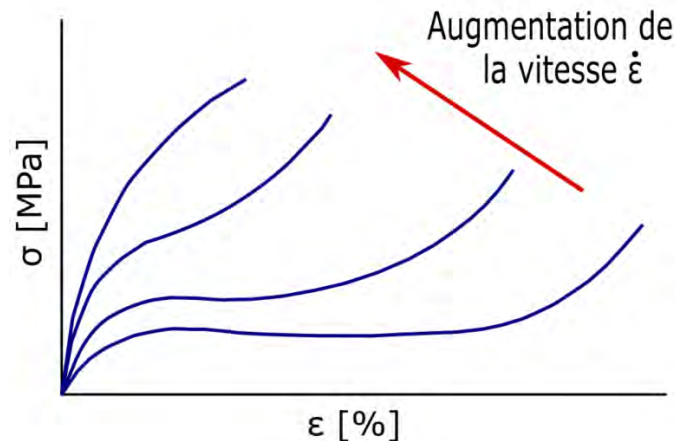


Figure 3.5 - Représentation schématique de l'effet de la vitesse de déformation sur le comportement contrainte-déformation d'un matériau polymère.

L'effet d'altération des propriétés mécaniques des adhésifs structuraux avec l'augmentation de la vitesse de chargement a été déjà étudié par plusieurs auteurs, comme par exemple par Goglio et al (Goglio et al., 2008) sur le comportement d'un adhésif époxy sous charges dynamiques de traction et compression et sous deux conditions de température. Les auteurs ont montré l'augmentation de la limite de contrainte à la rupture avec la réduction de la température, ainsi qu'avec une augmentation de la vitesse de chargement. Plus récemment, ces effets ont été étudiés par Jaillon (Jaillon, 2020) sur un adhésif méthacrylate (SAF400), avec une étude de la vitesse de chargement pour des essais de traction monotones ou cycliques. Dans son travail, A. Jaillon a montré que l'effet de durcissement de l'adhésif est indépendant du type de chargement.

3.2.3. L'influence de la présence des particules sur la tenue

Les polymères chargés par des composants de renfort peuvent être aussi appelés composites polymères. Les composites polymères se sont avérés avoir des meilleures propriétés mécaniques, électriques et/ou réfractaires après avoir été modifiés avec des renforts fonctionnels. Cet avantage les rend flexibles et adaptables aux besoins des applications industrielles (J. Wang et al., 2016)(Xue et al., 2022). Les renforts fonctionnels sont très variés en forme et composition. Les plus communs sont les particules de verre, les nanotubes de carbone et les poudres de métaux (tels que l'aluminium, le cuivre, le nickel). Les particules de verre peuvent par exemple être utilisées pour améliorer les propriétés en compression et flexion, réduire le poids et augmenter l'isolation thermique et l'acoustique (Zhu et al., 2012)(Yesgat & Kitey, 2016)(Karunakaran et al., 2022). Les nanotubes sont connus pour améliorer la résistance et rigidifier des joints collés (Bhattacharya, 2016)(Tarfaoui et al., 2016) et, comme les poudres de métaux, pour améliorer les propriétés électriques et magnétiques, en plus des propriétés mécaniques et thermiques (Nassiet et al., 2021)(Lee & Paik, 2012)(Eom et al., 2011) (Mu et al., 2007).

Plusieurs études existent dans la littérature pour étudier l'influence de la taille et de la quantité des particules ajoutées, sous différents types de sollicitations (Karachalios et al., 2013)(Banea et al., 2020). Deux types de particules présentent des caractéristiques particulièrement intéressantes, parce qu'elles peuvent présenter une double fonction de tenue et de désassemblage contrôlé : les particules thermiquement expansibles (TEP) et les nanoparticules pyrolytiques *core-shell* (An et al., 2022)(Banea et al., 2014)(Kawaguchi et al., 2010) (Nishiyama et al., 2003). Ces deux types de particules présentent des enveloppes polymériques, ce qui peut entraîner encore s'autres phénomènes, comme la réaction chimique entre le polymère de l'enveloppe et le polymère auquel les particules sont mélangées, et aussi la déformation de ces enveloppes.

Les TEP sont généralement présentées dans la littérature, comme élément créant un mécanisme de désassemblage. Mais au-delà de cette fonction, elles peuvent être aussi utilisées pour réduire les vides lors du dépôt pendant l'impression 3D des polymères. Comme montré par J. Wang et al (J. Wang et al., 2016), en ajoutant les TEP lors du dépôt, la limite de traction peut augmenter jusqu'à 81% et en compression jusqu'à 230%. En plus d'augmenter les propriétés mécaniques, les TEP peuvent réduire jusqu'à 56% le taux de porosité de la pièce imprimée. Ils ont aussi constaté qu'au-delà de 8% en masse de TEP, il y a une augmentation de la formation des amas des particules.

D'autres techniques qui utilisent des nanoparticules pyrolytiques *core-shell* pour le désassemblage (An et al., 2022)(Fleming et al., 2001) sont intéressantes. De même que pour les TEP, la méthode de désassemblage avec ce type de particule est basée aussi sur l'échauffement du joint. Par contre les nanoparticules ne gonflent pas, l'échauffement du cœur de la nanoparticule provoque la libération de microbulles. Lorsque la coque se dégrade thermiquement, les bulles sont libérées dans le joint pour permettre le désassemblage. Lors de son travail, An et al (An et al., 2022) ont étudié l'influence de la présence de ce type de particules sur un joint de simple recouvrement. Les auteurs ont testé des éprouvettes avec 1% en masse de particules et même avec cette faible quantité, le joint perd 17,9% de sa force d'adhésion.

La modélisation numérique de la présence des défauts, qui peuvent être des particules des amas ou bulles d'air, dans un milieu continu peut suivre trois approches La première est l'homogénéisation des propriétés au niveau macroscopique, sans tenir en compte des variations de propriétés locales. Ce type d'approche est cohérent avec les applications où la représentation des modes de rupture n'est pas importante. La deuxième approche consiste à homogénéiser le matériau et représenter de manière discrète des défauts (Sengab & Talreja, 2016)(Chu et al., 2019). Cette approche présuppose de connaître la position des défauts, ce qui n'est pas très évident. La dernière approche fait l'homogénéisation de l'endommagement dans un volume élémentaire représentatif (Lages & Cavalcanti Marques, 2022) (Ngueveu et al., 2017).

3.2.4. Synthèse de l'état de l'art

En raison de leur flexibilité en termes d'applications possibles, les matériaux polymères sont très importants dans de nombreuses industries, que ce soit comme éléments structurels (adhésifs, pneus, joints de porte) ou comme éléments non structurels (plastiques généraux, mastics). Cependant, l'utilisation des polymères, notamment des adhésifs structurels, dans certaines industries requiert une attention particulière car ils sont très dépendants des contraintes et des conditions environnementales auxquelles ils sont soumis.

La caractérisation de ce type de matériau doit être faite en tenant compte du type d'application envisagé. Dans ce travail, nous nous concentrons principalement sur le comportement en traction, sous différentes conditions de vitesse et de température de chargement, ainsi que sur le comportement en flexion. La deuxième partie de ce chapitre se concentre sur l'influence de l'ajout de TEP dans l'adhésif afin de permettre un désassemblage futur.

Plusieurs auteurs ont montré que l'influence du remplissage de l'adhésif sur la tenue dépend du type de sollicitation, du type de renfort utilisé, ainsi que des propriétés géométriques des renforts. A partir de l'étude de ces travaux, nous avons développé une matrice de test qui prend en compte la compréhension de la présence des TEP également sous traction et flexion. Les résultats seront présentés dans le prochain paragraphe.

3.3. Fabrication et plan de caractérisation des éprouvettes

Cette section décrit la fabrication et la caractérisation de l'adhésif en volume. Le processus de fabrication des éprouvettes, de manière générale, est commun à tous les tests. Seule la forme finale obtenue par usinage varie. La caractérisation comprend deux parties : la caractérisation mécanique de l'adhésif EC2216 seul, et l'influence des défauts qui peuvent être des amas de particules et des bulles d'air. Les particules choisies sont des particules thermiquement expansibles (*Thermally Expandable Particles*, TEP). Les particules choisies ont été fournies gracieusement par la Société Nouryon sous la référence Expancel 031 DU 40. Ces particules commencent à gonfler à une température de 80°C.

3.3.1. Protocole de fabrication

Le protocole de fabrication des plaques a été établi en tenant compte du choix de l'adhésif et des TEP et il a été appliqué à toutes les éprouvettes fabriquées et décrites dans ce chapitre. L'adhésif a été versé dans un récipient métallique avec un pistolet qui dose automatiquement les proportions de base et de durcisseur (3:2 en volume). Dans le récipient métallique les deux composants sont mélangés manuellement avec une spatule jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène. Puis le mélange est placé dans un moule en silicone. Le moule est constitué d'une plaque inférieure qui supporte le cadre extérieur, lui-même composé de quatre parties qui sont vissées ensemble, et le moule en silicone. Chaque composant en aluminium est recouvert d'une feuille en téflon pour éviter que l'adhésif n'adhère aux parois et pour faciliter le démoulage. Ce moule en silicone est utilisé pour ajuster l'épaisseur finale choisie en fonction des dimensions finales des échantillons qui seront découpés. Une plaque supérieure est utilisée pour presser l'adhésif (Figure 3.6). Une fois fermé, le moule est placé dans une presse à chaud où une pression de 2 bars est appliquée.

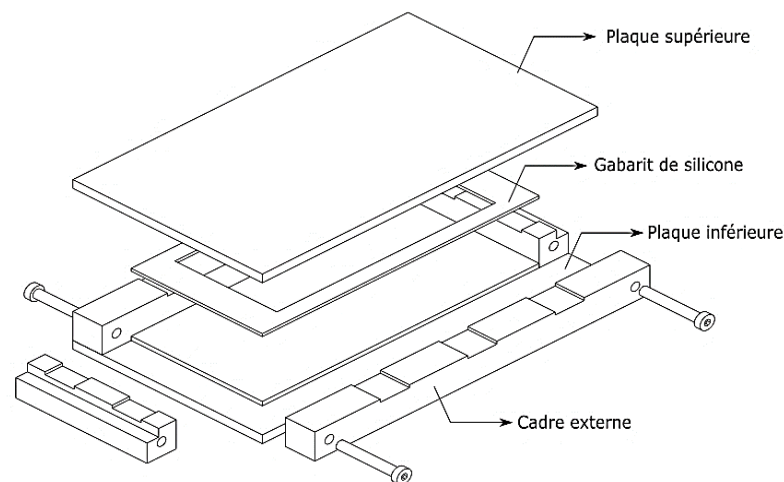


Figure 3.6 - Vue éclatée du moule permettant de produire des spécimens de plaques.

Parmi les cycles de polymérisation proposés par le fabricant 3M™ (Tableau 3.1), le cycle de 120 minutes à 65°C a été considéré comme le plus approprié pour l'étude. En effet, le cycle de polymérisation à température ambiante n'était pas cohérent en termes de durée avec la campagne d'essais prévue. Par ailleurs comme les TEP commencent à gonfler à 80°C, cela limite l'utilisation du troisième cycle.

Tableau 3.1 – Cycles de polymérisation proposés par le fabricant (3M Scotch-Weld, 2018).

Température de polymérisation	Temps de polymérisation
24 °C	7 jours
66 °C	120 minutes
93 °C	30 minutes

En raison de la résistance thermique du moule en aluminium massif, le cycle total a été augmenté de 20 minutes par rapport à celui proposé par le fabricant (de 120 à 140 minutes). La Figure 3.7 montre le cycle complet de polymérisation utilisé, composé d'une rampe linéaire jusqu'à la température de 65°C avec une durée de 25 minutes, puis d'un maintien de la température pendant 140 minutes, et enfin l'ensemble est refroidi sur la même durée que le début du cycle soit 25 minutes.

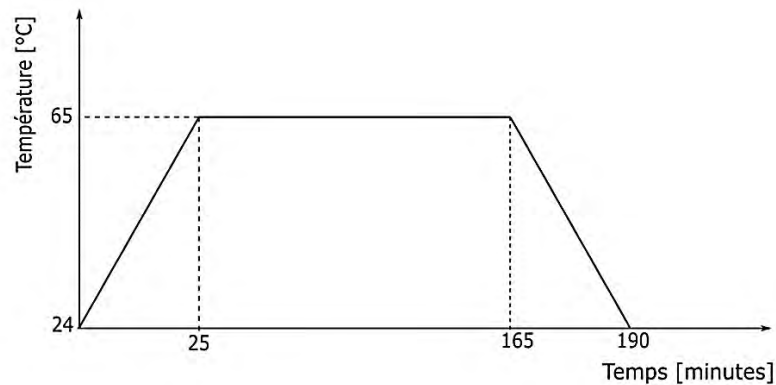


Figure 3.7 – Cycle de polymérisation réalisé pour la fabrication des éprouvettes.

Chaque plaque a été fabriquée avec des dimensions de 160mm x 70mm. Une fois la plaque prête, les éprouvettes ont été usinées avec une fraise à la taille appropriée pour chaque type d'essai. Le Tableau 3.2 présente les caractéristiques des éprouvettes utilisées par type d'essai. Pour les essais d'analyse mécanique dynamique (DMA), de traction quasi-statique et dynamique, la variable e_0 représente l'épaisseur de l'éprouvette et les autres dimensions sont indiquées sur les schémas. Alors que pour l'éprouvette relative à l'essai Single-Edge Notched Beam (SENB), B est la largeur de l'éprouvette, w est la hauteur et a la longueur initiale de la fissure.

Après la découpe, les éprouvettes ont été posées à plat sur une surface jusqu'à la réalisation des essais pour éviter précontraintes. Il est également important de noter que ce protocole de fabrication ne cherchait pas à éviter les bulles d'air. L'intérêt n'était pas de produire des éprouvettes parfaites, mais plutôt de reproduire et comprendre les défauts qui peuvent survenir lors de la fabrication en conditions réelles de mise en œuvre et de caractériser l'adhésif en fonction de ces défauts. Le laboratoire de Porto est équipé de systèmes de mélange et maîtrise la formation de colles sans bulles. Nous n'avons pas été en mesure d'effectuer tous les essais qui étaient prévus à Porto et nous n'avons ni voulu ni pu dupliquer les moyens de l'Université de Porto à Toulouse.

Pour les cas avec ajout de particules, le protocole a été peu changé. Afin d'avoir la même proportion de TEP à chaque fois pour les différentes plaques ayant le même dosage, l'adhésif a été pesé avec une balance de précision de 0,1 g et les TEP avec une balance de précision de 0,1 mg. Le procédé de mélange de l'adhésif utilisé a été le même déjà décrit pour l'adhésif seul. Les TEP sont ajoutées au mélange homogène de l'adhésif et l'ensemble est à nouveau mélangé

manuellement jusqu'à l'obtention d'un mélange complet. La quantité de TEP ajoutée a été calculée par l'équation suivante :

$$m_{TEP} = \frac{m_{adhesif} * \beta_{TEP}}{1 - \beta_{TEP}} \quad \text{Eq. 3.1}$$

où m_{TEP} est la masse de TEP ajouté, $m_{adhesif}$ est la masse de adhésif et β_{TEP} est la proportion désirée de TEP.

L'ajout de TEP dans l'adhésif pendant la phase de fabrication favorise l'apparition d'amas de particules. En plus de la formation pendant le mélange, des amas formés précédemment peuvent être aussi insérés directement au moment du mélange. Du coup, visant aussi la stratégie de gradation des propriétés dans le joint, les cas étudiés seront avec la présence de très peu de TEP (dans la plage d'erreur de mesure de l'adhésif). Un des avantages de cette stratégie est de perturber le moins possible la masse et les propriétés globales de l'adhésif et utiliser les amas comme points de déclenchement pour le démantèlement contrôlé.

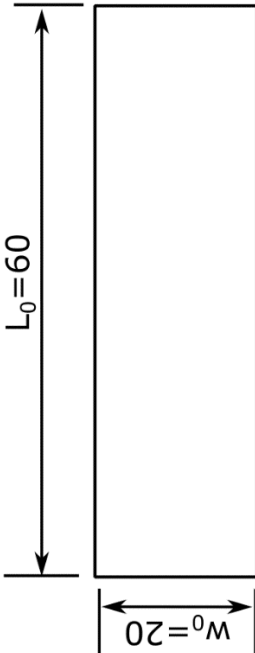
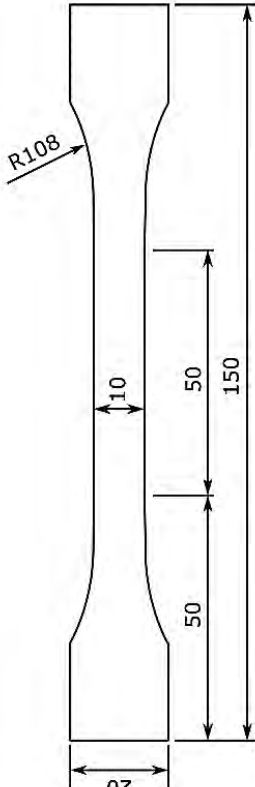
Les cas étudiés lors de ces travaux de thèse sont présentés dans le Tableau 1.1. Ils consistent à la caractérisation de l'adhésif seul, c'est-à-dire sans TEP (10000 :0), puis trois cas avec trois quantités de TEP différentes (10000 :5, 15, 30). Pour chaque cas associé, le pourcentage en masse ajoutée de TEP et l'équivalent en partie utilisée sont reportés comme nomenclature. Les essais utilisés pour ces caractérisations sont décrits dans la section suivante.

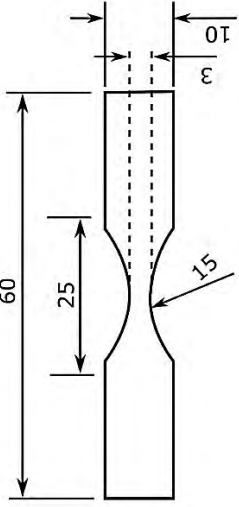
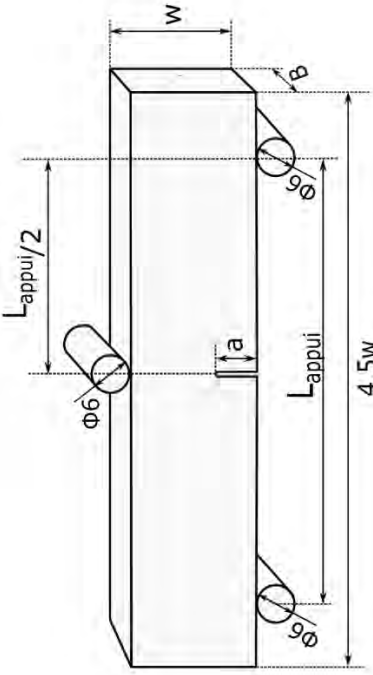
L'analyse des amas de particules a été réalisée à partir des faciès de rupture (comme celles présentés sur la Figure 3.8) et sera présentée au § 3.5.



Figure 3.8 – Exemples de faciès de rupture avec des amas de particules comme défaut critique.

Tableau 3.2 – Information des éprouvettes utilisés par type d'essai.

Type d'essai	Eprouvette (dimensions)	Dimensions variables	Norme
Analyse mécanique dynamique (DMA)		$e_0 = 4 \text{ mm}$	(Mettravib, 2020) $L_0 > \frac{2 * e_0 * w_0}{(e_0 + w_0)} L_0 > 6,67$
Traction unidirectionnelle		$e_0 = 2 \text{ mm}$	ISO 527-1 (ISO 527-1, 2019)

<p>Traction dynamique (choc)</p>		<p>$e_0 = 2,3 \text{ mm}$</p>	<p>ISO 8256 (ISO 8256, 2004) Type 4</p>
<p>Single-Edge Notched Beam (SENB)</p>		<p>$B = 10 \text{ mm}$ $w = 20 \text{ mm}$ $a = 9 \text{ mm}$</p>	<p>D5045-14 (D5045-14, 2014)</p>

3.3.2. Plan des essais mécaniques

Le plan d'essais de caractérisation de l'adhésif EC2216 a été développé avec l'intérêt de comprendre l'influence des certains paramètres, tels que la vitesse de chargement, le type de chargement, la température. Une synthèse de ce plan d'essai peut être consultée sur le Tableau 3.3, qui indique pour chaque type d'essai les phénomènes observés et les grandeurs mesurées. Il est important de noter que sur tous les essais proposés ici la température et l'humidité de la salle n'ont été pas contrôlés, mais juste mesurés à l'aide d'un thermo-hygromètre.

Tableau 3.3 – Plan d'essais expérimentaux pour la caractérisation de l'EC2216.

Type d'essai		Paramètre étudié/Sortie
Traction unidirectionnelle	Entrées	<ul style="list-style-type: none"> • Vitesse (quasi-statique, dynamique) • Charge/décharge • Température ambiante
	Sorties	<ul style="list-style-type: none"> • Module élastique • Contrainte à la rupture • Déformation à la rupture
Flexion 3 points (SENB)	Entrées	<ul style="list-style-type: none"> • Distance entre appuis
	Sorties	<ul style="list-style-type: none"> • Propagation de la fissure • Taux de restitution d'énergie en mode I

La deuxième partie de la caractérisation expérimentale a été dédiée à la compréhension de l'influence de la présence de TEP mélangées à l'adhésif, ce qui peut provoquer la formation des amas. Les essais réalisés pour la compréhension de cette influence sont les mêmes que ceux utilisés pour la caractérisation de l'EC2216 seule, comme décrit sur le Tableau 3.4. Mais cette-fois ci le paramètre varié est la quantité de TEP ajoutées.

Des essais de traction ont été utilisés pour étudier différents phénomènes, tels que l'influence de la température et de la vitesse de chargement (pour l'adhésif uniquement) et l'influence de la quantité de TEP (adhésif rempli). Ce type d'essai permet de calculer le module d'élasticité ainsi que les paramètres de rupture. De plus, l'utilisation de la corrélation d'images a également permis d'étudier l'amorçage et la propagation des fissures autour d'un défaut critique lorsqu'ils sont visibles en surface, qui apparaissent naturellement pendant les essais.

Tableau 3.4 – Plan d'essais expérimentaux pour la caractérisation d'influence des défauts.

Type d'essai		Paramètre étudié/Sortie
Traction unidirectionnelle	Variations	<ul style="list-style-type: none"> • Proportion de TEP
	Phénomène	<ul style="list-style-type: none"> • Amorçage • Propagation de la fissure
	Quantité	<ul style="list-style-type: none"> • Module élastique • Contrainte à la rupture • Déformation à la rupture
Flexion 3 points (SENB)	Variations	<ul style="list-style-type: none"> • Proportion de TEP
	Phénomène	<ul style="list-style-type: none"> • Propagation de la fissure
	Quantité	<ul style="list-style-type: none"> • Taux de restitution d'énergie en mode I

3.4. Caractérisation de l'adhésif EC2216

Parmi les conditions qui peuvent influencer le comportement d'un adhésif, les études dans ce travail seront concentrées sur deux aspects principaux : l'effet de la vitesse de chargement et l'effet de la température. L'influence de la vitesse de chargement sur les adhésifs se traduit comme le temps qu'ont ses chaînes polymères pour s'adapter à la nouvelle forme. La température provoque la rupture de certaines liaisons de chaînes polymères plus faibles et par conséquent, les chaînes ont plus de « liberté » pour se déplacer (Vohlídal, 2021). Donc plus la vitesse est élevée et la température basse, moins l'adhésif a le temps de s'adapter et donc plus il est raide et fragile.

3.4.1. Analyse Mécanique Dynamique

La première étude menée a été sur la variation du module élastique et des caractéristiques viscoélastiques par rapport la fréquence du chargement. Pour cette étude, l'analyse mécanique dynamique, en anglais *Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*, a été utilisée. Le principe de la DMA est l'application d'un déplacement sinusoïdal autour d'un point zéro. Ce point est défini par une précharge statique suffisamment élevée afin d'éviter la

compression de l'éprouvette lors des cycles sinusoïdaux, et suffisamment faible afin d'être toujours dans la phase élastique du matériau.

Protocole d'essai. Le protocole de fabrication des éprouvettes est décrit dans le § 3.3.1 et les dimensions des éprouvettes utilisées peuvent être consultées sur le Tableau 3.2. Le dispositif utilisé est celui du fabricant *Metravib*, modèle *DMA+1000* (Figure 3.9a), qui est installé à l'Institut Clément Ader. Il a la capacité d'aller jusqu'à une fréquence de chargement de 1000Hz. La température ambiante n'a pas été mesurée, mais le système de contrôle de la pièce la maintient entre 18 et 22°C. Les essais ont été réalisés sous une charge de traction, avec une précharge de 50N et un déplacement dynamique de + ou -0,05 mm autour du zéro. Le taux moyen a été établi à 20 points, c'est-à-dire que pour chaque fréquence analysée, le système a effectué 20 cycles sinusoïdaux pour obtenir la valeur moyenne des mesures.

Une fois découpées, les éprouvettes ont été fixées sur la machine à l'aide des mors texturés dans la partie interne, pour assurer une bonne fixation et le non glissement. Sur certains cas, au-delà de 200Hz les éprouvettes ont fracturé au niveau du mors, comme illustré sur la Figure 3.9b. Du coup, la plage d'analyse fréquentielle a été limitée entre 0,1 et 200 Hz.

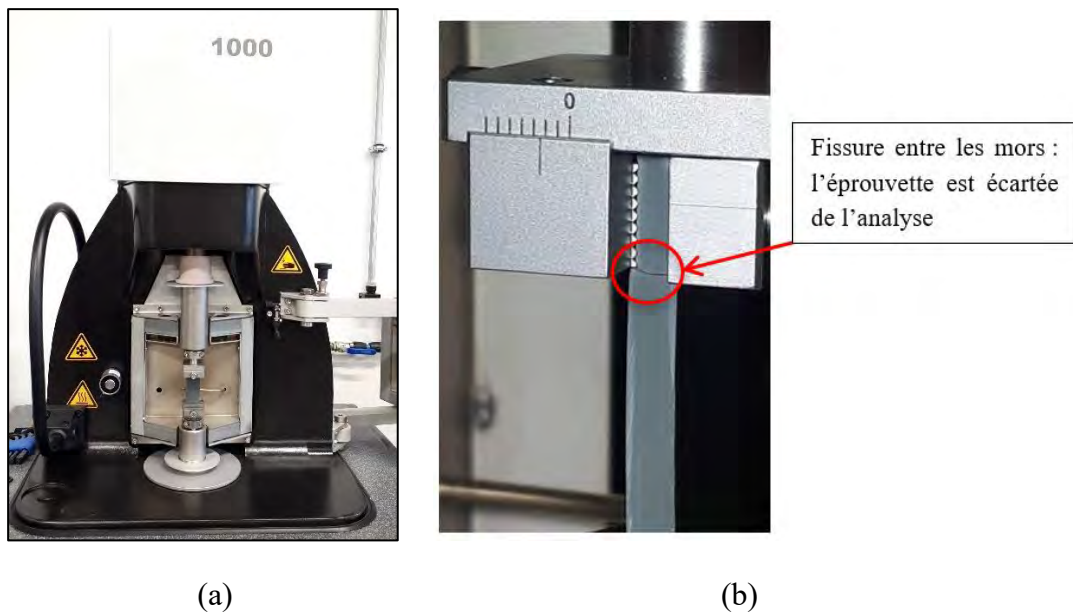


Figure 3.9 – Dispositif expérimental DMA : (a) système complet avant les tests, (b) éprouvette de section rectangulaire fracturée entre les mors (écartée de l'analyse).

Analyse des résultats. Le module de stockage E' et le module de perte E'' des matériaux viscoélastiques mesurent l'énergie stockée, qui représente la partie élastique, et l'énergie dissipée sous forme de chaleur, qui représente la partie visqueuse, respectivement. La somme de ces deux composantes forme le module complexe du matériau (Eq. 3.3). Le rapport entre le module de perte et le module de stockage d'un matériau viscoélastique est défini par le rapport $\tan \delta$ (Eq. 3.2), qui fournit une mesure de l'amortissement du matériau (Meyers & Chawla, 2009).

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad \text{Eq. 3.2}$$

$$E^* = E' + iE'' \quad \text{Eq. 3.3}$$

alors que le module initial résultant est donné par la magnitude du module complexe. En combinant les équations précédentes, il est possible de retrouver l'expression qui représente ce module initial E :

$$E = E' \sqrt{1 + \tan^2 \delta} \quad \text{Eq. 3.4}$$

Un total de 4 spécimens a été testé, chacun avec un seul passage de 0 à 200 Hz. A partir des résultats obtenus, quatre paramètres ont été analysés : premièrement, l'évolution des modules de stockage E' et de perte E'' avec l'augmentation de la fréquence (Figure 3.10a) ; puis le module initial résultant et le rapport $\tan \delta$ qui donne des indications sur le comportement viscoélastique de ce matériau (Figure 3.10b). Il est important de noter que l'intérêt n'était pas de caractériser la viscoélasticité, mais seulement de prendre conscience de ce phénomène.

Le module de perte E'' dépend de la capacité d'adaptation de la structure des chaînes de l'adhésif, donc ce module a tendance à se stabiliser au-delà d'une certaine vitesse de chargement. En outre, le module de stockage E' continue à augmenter avec la vitesse de chargement et ne montre aucun signe de stabilisation jusqu'à la vitesse testée. Le module initial, qui est le résultat de ces deux composantes (Eq. 3.4), continue également à augmenter. En raison de la stabilisation de la capacité de perte et de l'augmentation de la capacité de stockage, le rapport $\tan \delta$ diminue au même rythme que le module initial augmente. Donc, plus $\tan \delta$ est petit, plus le module de stockage est proche du module élastique. Pour la fréquence de 200 Hz, $\tan \delta$ vaut environ 0,25 ; à ce point la contribution de la partie visqueuse sur le module initial est de 3%.

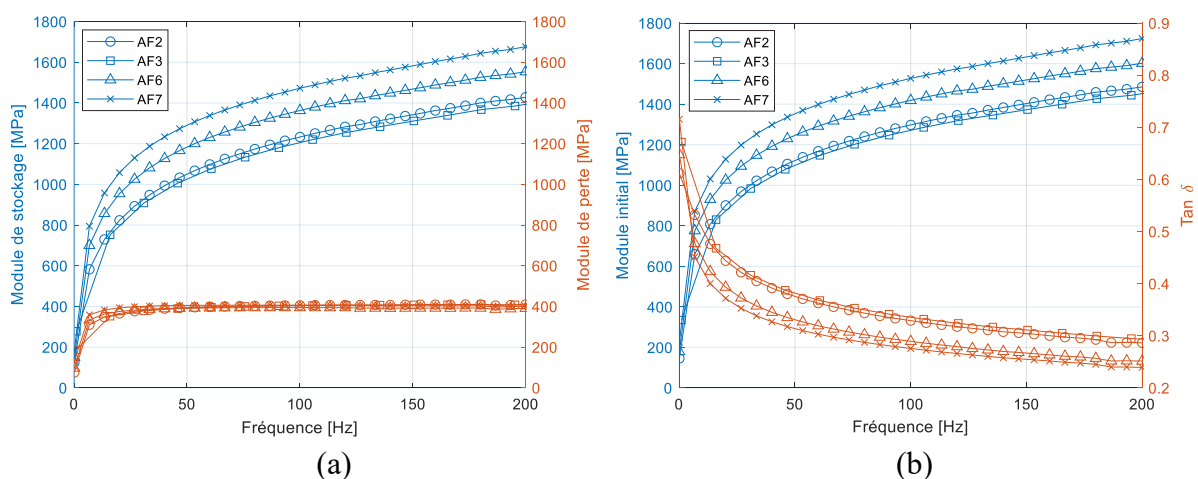


Figure 3.10 – Comportement de l'adhésif EC2216 sous différentes fréquences de chargement : (a) modules de stockage et de perte en fonction de la fréquence, (b) module élastique et $\tan \delta$ en fonction de la fréquence.

Ainsi comme décrit dans la littérature, les résultats trouvés montrent que l'adhésif EC2216 est très dépendant de la fréquence (ou vitesse) de chargement. Cette caractéristique est plus évidente dans la phase initiale, jusqu'à 20 Hz. Au-delà de cette fréquence, l'augmentation du module est moins drastique. Ce résultat aide aussi à expliquer la variabilité des résultats trouvés dans la littérature (Côté & Desnoyers, 2011)(Dabiri & Madril, 2016)(Sundvold, 1996)

L'adhésif EC2216 apparemment dépend fortement des conditions environnementales ainsi que des conditions de charge. Dans ce travail, l'intérêt n'est pas de caractériser les effets viscoélastiques de l'adhésif, mais de caractériser l'adhésif à la température ambiante, en considérant la variabilité des propriétés. La vitesse de chargement à laquelle les éprouvettes seront soumises pour la caractérisation en traction a été choisie en fonction de ces résultats, une fois que la longueur de la zone utile est la même que celle des éprouvettes en forme d'haltère. La vitesse des essais monotones dit « quasi-statiques » a été choisie après cette zone initiale, où il y a une forte variation des modules. Pour calculer la vitesse imposée, l'expression suivante a été utilisée :

$$v_{traction} = 2 * S * f * 60 \quad \text{Eq. 3.5}$$

avec S le déplacement pour une demi de période d'oscillation (amplitude d'oscillation de 0,05mm) et f est la fréquence. Nous avons choisi une fréquence de 41,7 Hz afin de sortir de la zone de très grande variabilité, mais aussi resté sur une fréquence assez basse. Ce qui donne une vitesse de chargement correspondante de 50 mm/min. Pour une longueur utile initiale de 50 mm pour les essais DMA (voir Tableau 3.2), la vitesse de déformation est égale à $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Cependant, l'exploitation de ces résultats doit être faite avec attention, une fois qu'on fait l'hypothèse que le matériau ne souffre pas des effets de fluage. Les éprouvettes testées ont été soumises à plusieurs fréquences de chargement en continu, ce qui, peut-être, a généré de la perte de propriétés par fluage au cours du temps.

3.4.2. Influence de la vitesse de chargement

Les essais pour comprendre l'influence de la vitesse de chargement se sont concentrés principalement sur une vitesse de déformation de $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. D'autres campagnes d'essais moins extensives ont également été réalisées avec d'autres vitesses de déformation ($3,3 \cdot 10^{-4}$, $1,4 \cdot 10^2$ et $1,6 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$) pour comparaison.

3.4.2.1. Traction quasi-statique

La caractérisation de l'adhésif soumis à un effort unidirectionnel monotone de traction a été faite à la température ambiante, ce qui permet d'obtenir la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module initial élastique.

Protocole d'essai. Une fois usinées dans le format et dimensions décrits sur le Tableau 3.2, les éprouvettes ont été préparées pour les essais. Cette préparation s'est faite en deux étapes. Tout d'abord, la surface a été grattée avec du papier de verre doux afin d'améliorer l'adhésion de la teinture à l'éprouvette. Après le ponçage de cette surface, le mouchetis a été appliqué afin de permettre la stéréocorrélation d'images digital 3D (DIC). Sur la face opposée au mouchetis, des points blancs ont été faits pour permettre les mesures avec le double extensomètre optique (DEO), comme montré sur la Figure 3.11. Le système DIC a été employé afin d'obtenir le champ de déplacement auquel les éprouvettes ont été soumises, ainsi que pour observer l'amorçage et la propagation de la fissure. Alors que le système DEO a été employé pour le suivi des déformations axiale et transversale au cours de l'essai.



Figure 3.11 - Faciès des éprouvettes préparées pour les mesures avec le DIC (haut) et le DEO (bas).

La Figure 3.12 montre le dispositif expérimental complet utilisé, à gauche sur l'image il y a le système de caméras et le système d'acquisition/traitement pour la corrélation des images 3D. Au centre de la photo, il y a la machine commerciale INSTRON 5969 avec une cellule de charge de 10kN, et à droite, il y a le système DEO. Les essais ont été réalisés sous déplacement imposé de 50 mm/min, ce qui donne une vitesse de déformation initiale de $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

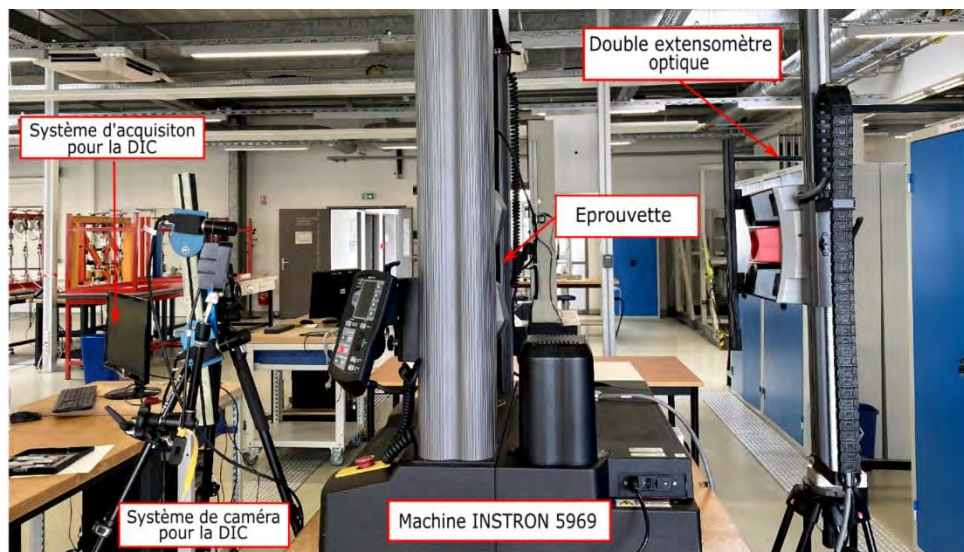


Figure 3.12 –Dispositif expérimental utilisé pour les essais de traction quasi-statique en température ambiante.

Pendant les essais, la température et l'humidité de la salle ont été mesurées à l'aide d'un thermomètre / hygromètre avec la sonde fixée au bâti de la machine d'essai. Les deux systèmes de mesures et l'essai ont été synchronisés par un trigger. Les données DIC ont été traitées par le logiciel DIC 3D (Correlated Solutions), et les autres données par un programme MATLAB[®] développé pendant la thèse.

Analyse des données. Avant d'analyser les données, les éprouvettes ont été triées par un critère de conformité. La Figure 3.13 montre les limites de ce critère adopté. En synthèse, toutes les éprouvettes qui ont rompu dans la zone entre les deux démarcations blanches (c'est-à-dire dans la zone utile) ont été analysées. Les autres éprouvettes ont été considérées comme inacceptables (10 sur 35 éprouvettes testées).

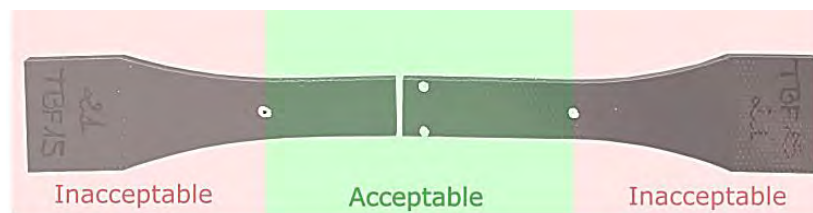


Figure 3.13 – Critère de conformité pour séparer les éprouvettes entre acceptables et inacceptables.

A la fin des essais, trois variables sont obtenues directement des systèmes de mesures : la force au cours du temps (F), la déformation axiale (ε_a) obtenue selon l'axe d'application d'effort, et la déformation transversale (ε_t) c'est-à-dire la déformation perpendiculaire à l'axe d'application de l'effort. La stéréocorrélation permet aussi d'observer l'amorçage et la propagation des fissures, en plus de la distribution du champ de déplacement. Dans notre cas spécifique les champs de déplacements sont uniformes, ce qui indique que la charge était appliquée de manière unidirectionnelle. Les déformations et contraintes analysées sont celles dites 'ingénieries', qui sont calculées par rapport aux sections et longueur initiales, comme décrit sur les Eq. 3.6 à Eq. 3.8.

$$\varepsilon_a(t) = \frac{\Delta L(t)}{L_0} \quad \text{Eq. 3.6}$$

$$\varepsilon_t(t) = \frac{\Delta w(t)}{w_0} \quad \text{Eq. 3.7}$$

$$\sigma_{xx}(t) = \frac{F(t)}{S_0} \quad \text{Eq. 3.8}$$

où L_0 , w_0 et S_0 sont les dimensions initiales de la zone utile, largeur, longueur et aire, respectivement, ΔL et Δw sont les variations des longueur et largeur au cours du temps.

La méthode de calcul du module initial (E) employée a été celle décrite dans la norme ISO527-1 (ISO 527-1, 2019). Ce module était calculé par la pente de la courbe contrainte-déformation dans l'intervalle de déformation entre 0,05 % et 0,25 %, comme représenté sur la Figure 3.14.

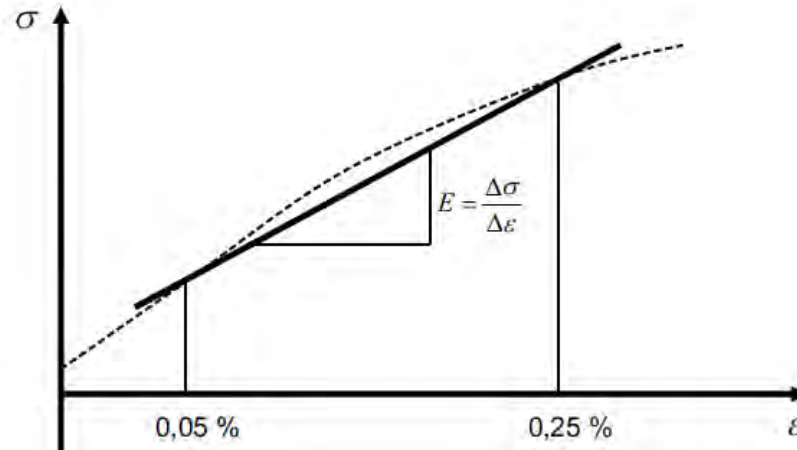


Figure 3.14 – Méthode de calcul du module initial en traction (ISO 527-1, 2019).

Analyse des résultats. Parmi les éprouvettes testées, 25 ont été conformes au critère établi et ont été analysées. Les éprouvettes ont été réparties en quatre campagnes d'essais réalisées sur une période d'un an. La Figure 3.15 montre les courbes contrainte-déformation axiale ingénieures pour toutes les éprouvettes analysées. Les couleurs des courbes représentent les différentes campagnes d'essai, sachant que les campagnes représentées en vert et jaune ont été réalisées au cours de la même journée.

Dans la population d'éprouvettes considérées, la déformation à la rupture a varié de 28,4 à 55,6% et la contrainte à la rupture de 11,73 à 30,44 MPa. Une des principales caractéristiques de cet adhésif est sa capacité d'élasticité/adaptation, de sorte qu'aucun effet de striction n'a été observé durant les essais. Dans tous les cas testés, l'éprouvette a un retour élastique presque instantané à la fin de l'essai. Pour vérifier ce retour élastique, les éprouvettes ont été mesurées 15 minutes et 24 heures après la fin de l'essai. Indépendamment de la déformation maximale atteinte pendant l'essai, 15 minutes après le retrait des éprouvettes des mors de fixation, il restait $2,5 \pm (0,2)$ % de déformation résiduelle et après 24 heures, cette valeur a réduit à $1,9 \pm (0,1)$ %.

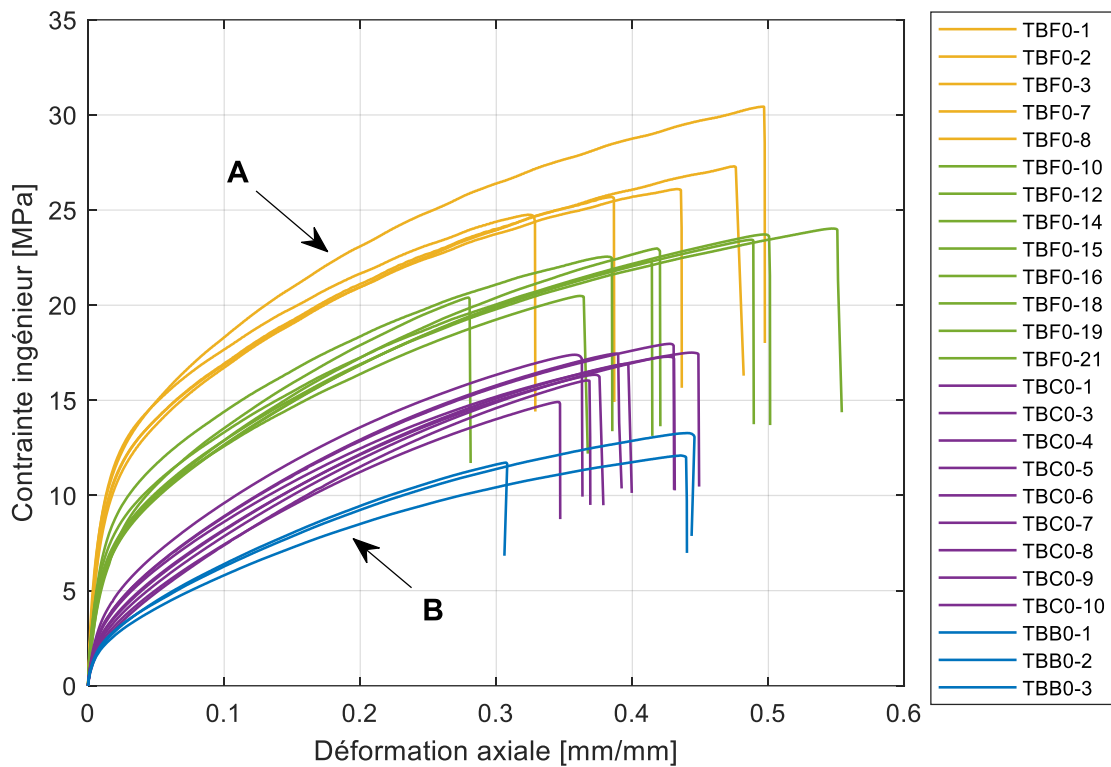


Figure 3.15 – Enveloppe des courbes de contrainte-déformation en traction monotone pour la vitesse de déformation de $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Les courbes obtenues montrent que l'adhésif EC2216 présente un comportement non-linéaire court avec des altérations de pentes pendant tout l'essai, sans zone élastique, ni limite d'élasticité bien définies. Un autre aspect très intéressant sont les zones très distinctes sur tous les faciès de rupture, comme nous pouvons voir sur la Figure 3.16. La zone plus claire est toujours autour d'un défaut (Figure 3.16b), mais le même type de zone est aussi perceptible sur les faciès des éprouvettes sans défaut apparent (Figure 3.16a).

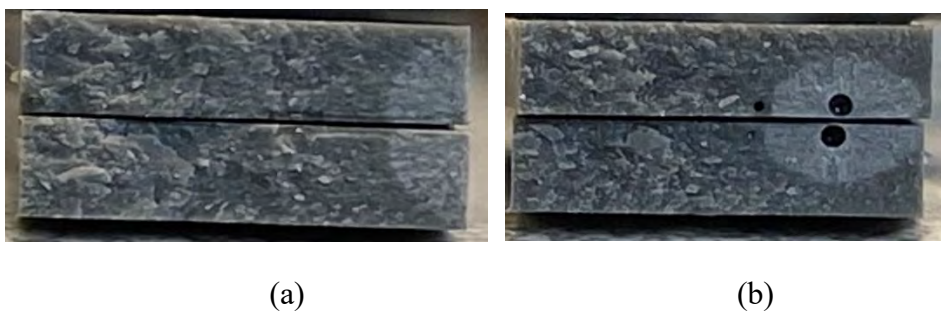


Figure 3.16 – Faciès de rupture des éprouvettes testées en traction monotone : (a) Courbe A, (b) Courbe B.

La dispersion des résultats obtenus souligne que la réponse de l'adhésif dépend des conditions d'environnement de la salle d'essai. Par exemple, regardons les deux cas extrêmes de l'enveloppe des courbes identifiées par les lettres A pour la courbe ayant les contraintes et déformations maximales les plus élevées, et la lettre B pour la courbe ayant les plus basses valeurs. A déformation donnée, il y a une forte augmentation de la contrainte associée de B vers A, ce qui peut indiquer un durcissement du matériau alors que la vitesse de chargement est la même. Ce comportement est le résultat principalement d'un changement de pente initiale, c'est-à-dire, la variation du module initial. Pour la courbe A, le module initial calculé est d'environ 269 MPa et pour la courbe B, ce module est de l'ordre de 1503 MPa. Au-delà de cette réduction de module initial, nous pouvons voir aussi de variabilité dans un ensemble de courbes avec le même module. Cette variation peut être due à la présence des bulles d'air de tailles et positions différentes comme défaut critique. Cet aspect d'influence des bulles d'air sera étudié dans les prochaines sections, ainsi comme cet effet de perdre de module initial.

Une autre campagne d'essais quasi-statique a été réalisée à l'Université de Porto, avec une vitesse de déformation très faible ($\dot{\epsilon} = 3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) en comparaison aux autres essais réalisés. Comme la quantité des éprouvettes testées n'est pas suffisante pour construire une enveloppe des propriétés en fonction de la vitesse de déformation, les résultats seront analysés en termes de propriétés moyennes et écart de type seulement. Toutes les courbes de cette campagne réalisée à Porto, peuvent être retrouvées dans l'ANNEXE C.

En plus de ces essais, nous avons aussi analysé l'influence des cycles de charge et décharge pour l'adhésif EC2216. Au cours de la première déformation, certains emmêlements peuvent être supprimés, ce qui diminue légèrement la contrainte requise pour les cycles suivants. Cet adoucissement de la contrainte est le résultat de l'effet de Mullins (Shanks & Kong, 2013). Les courbes de ces essais sont présentés dans l'ANNEXE D.

3.4.2.2. *Traction dynamique*

Les essais de traction sous impact permettent, au-delà des paramètres classiques, d'avoir l'énergie absorbée lors de la rupture d'une éprouvette non entaillée, rapportée à la surface de la section transversale initiale de l'éprouvette. La dimension des éprouvettes peut être consultée dans le Tableau 3.2, et le protocole expérimental pour ce type d'essai est décrit par la norme ISO 8256 (ISO 8256, 2004). La norme décrit deux méthodes d'essai qui diffèrent en ce qui concerne leur fixation et l'application de l'effort. Dans la méthode A, l'éprouvette et la traverse sont montées sur une structure de support fixe, de sorte que le pendule frappe la traverse et provoque la rupture de l'éprouvette. Contrairement, dans la méthode B, l'éprouvette et la traverse sont montées sur un pendule et la traverse frappe l'enclume stationnaire, provoquant la rupture de l'éprouvette.

Protocole d'essai. Les éprouvettes testées ont été fabriqués en respectant le protocole de fabrication déjà décrit (§3.3.1) et parmi les deux méthodes présentées, la méthode A a été

choisie. Les essais ont été réalisés par un élève en projet de fin d'étude M2 au laboratoire des sciences de l'ingénieur, de l'informatique et de l'imagerie (ICube) à Strasbourg. Sur la Figure 3.17a, il est possible de voir le dispositif de ZwickRoell HIT50P utilisé, avec un aperçu détaillé du montage de l'éprouvette sur le support de 60 g (Figure 3.17b). La force résultante a été obtenue par un capteur d'effort de 2,5kN placé au support, avec une fréquence d'acquisition de 2000Hz. La température ambiante moyenne était de 26°C, en considérant qu'il n'y a pas de variation de température dans le dispositif.

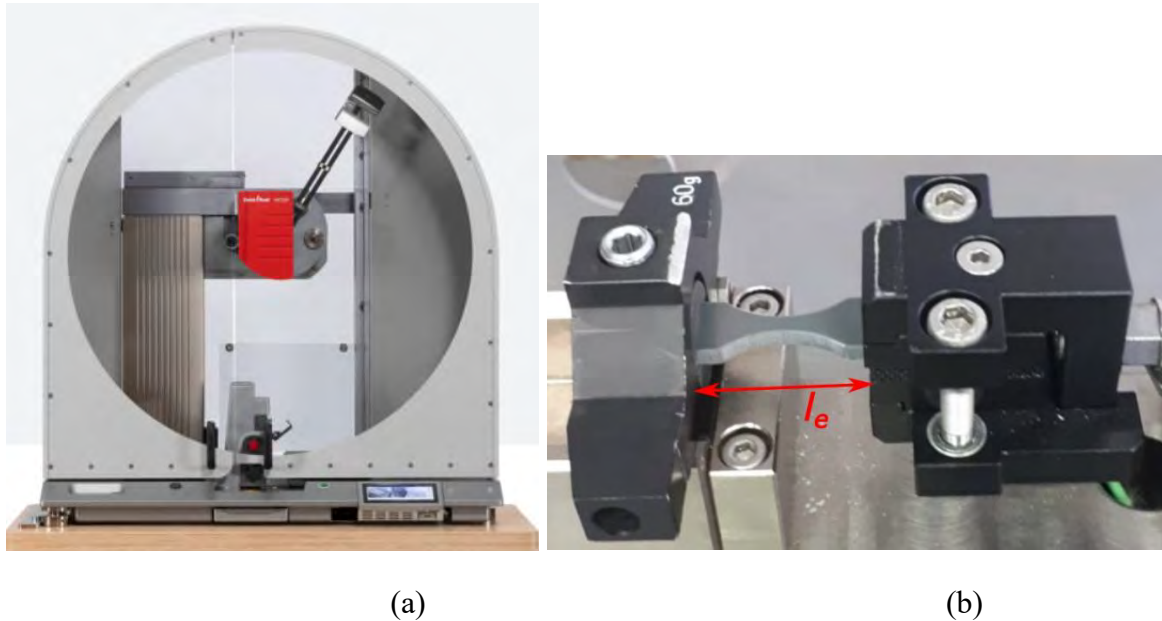


Figure 3.17 – Dispositif d'essai d'impact en traction dynamique par mouton Charpy : (a) Montage de l'essai, (b) Vue détaillée du placement de l'éprouvette (ZwickRoell, 2015).

Les éprouvettes ont été testées sous 2 conditions d'énergie initiale (qui est rapportée comme la hauteur à laquelle le pendule est lâché), 35 et 50 Joules. La vitesse de déformation (Eq. 3.9) correspondante à chaque énergie initiale est de $1,4 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$ et $1,6 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$, respectivement, et peut être calculée à partir de l'énergie potentielle initiale (G_p), la masse du pendule (m_p) et la longueur initiale utile de l'éprouvette (l_e). Cette longueur initiale est la distance initiale entre les mors de fixation qui vaut environ $23,08 \pm 0,24 \text{ mm}$ (moyenne des distances mesurées sur les essais) (Figure 3.17b).

$$\dot{\varepsilon} = \sqrt{\frac{2G_p}{m_p}} \cdot \frac{1}{l_e} \quad \text{Eq. 3.9}$$

La surface de la section du cours du temps a été obtenue en faisant l'hypothèse de conservation du volume et la mesure de la course effectuée par l'éprouvette (Δl).

$$S(t) = \frac{e_0 \cdot w_0 \cdot l_e}{l_e + \Delta l} \quad \text{Eq. 3.10}$$

En considérant que les essais ont été réalisés sous les mêmes conditions de température et d'humidité, l'augmentation de la vitesse de déformation provoque une légère réduction du module initial calculé. Ce module initial a été calculé dans la plage de déformations entre 1,5 et 2%. Pour le cas avec une vitesse de déformation de $1,4 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$, le module initial est de $2225,96 \pm 338,76 \text{ MPa}$. Pour la vitesse de déformation de $1,6 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$, le module initial calculé a été égal à $1510,36 \pm 44,38 \text{ MPa}$. Par rapport aux mesures DMA réalisées, le module initial devait être à au moins 1800 MPa, car une augmentation de la vitesse de déformation provoque un durcissement du matériau. Le résultat trouvé entre les deux vitesses est assez inquiétant, car le module initial généralement augmente avec la vitesse, ce qui n'est pas le cas ici. Cette variation peut être due à des variations des conditions d'essai ou sinon des erreurs lors de l'exploitation des essais (comme la longueur initiale que nous avons pris à la valeur moyenne, un glissement possible entre les mors, ...). De nouveaux essais sont prévus au printemps 2022 pour vérifier ces résultats.

Les courbes force - déplacement de ces essais peuvent être consultées sur la Figure 3.18. Il est possible de noter que pour la vitesse de déformation de $1,4 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$, l'effort du premier pic monte plus haut (au-dessus de 400N). Les éprouvettes testées à cette vitesse plus basse, se déplacent aussi plus que les éprouvettes testées à la vitesse de déformation de $1,6 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$. Autre donnée très intéressante est l'énergie dissipée lors de l'essai. Cette énergie peut être obtenue par le calcul de l'aire sous la courbe force déplacement. Les éprouvettes chargées plus lentement dissipent plus d'énergie ($0,92 \pm 0,14 \text{ J}$) que les éprouvettes chargées à des vitesses plus hautes ($0,67 \pm 0,16 \text{ J}$) et se déforment davantage.

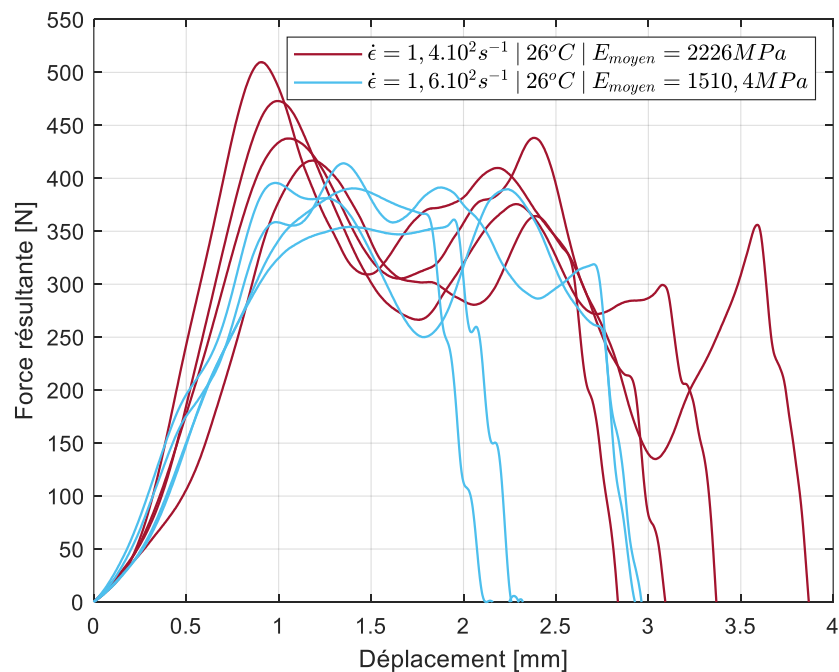


Figure 3.18 – Courbes force résultante - déplacement pour les essais en traction dynamique.

Les résultats de ces essais ont permis d'avoir des pistes sur le comportement de l'adhésif sur des conditions de vitesse plus hautes.

3.4.2.3. L'analyse de l'ensemble des données

Les résultats des essais décrits précédemment ont été obtenus à partir d'essais de traction quasi-statiques et dynamiques à température ambiante subie, qui variait entre 18 et 26°C. Une synthèse des valeurs de la contrainte à la rupture en fonction de la vitesse de déformation de tous ces résultats expérimentaux est présentée sur la Figure 3.19. La relation entre la déformation à la rupture et la vitesse de déformation est présentée sur la Figure 3.20. Afin de faciliter la lecture, le code de couleurs des Figure 3.15 et Figure 3.18 est conservé.

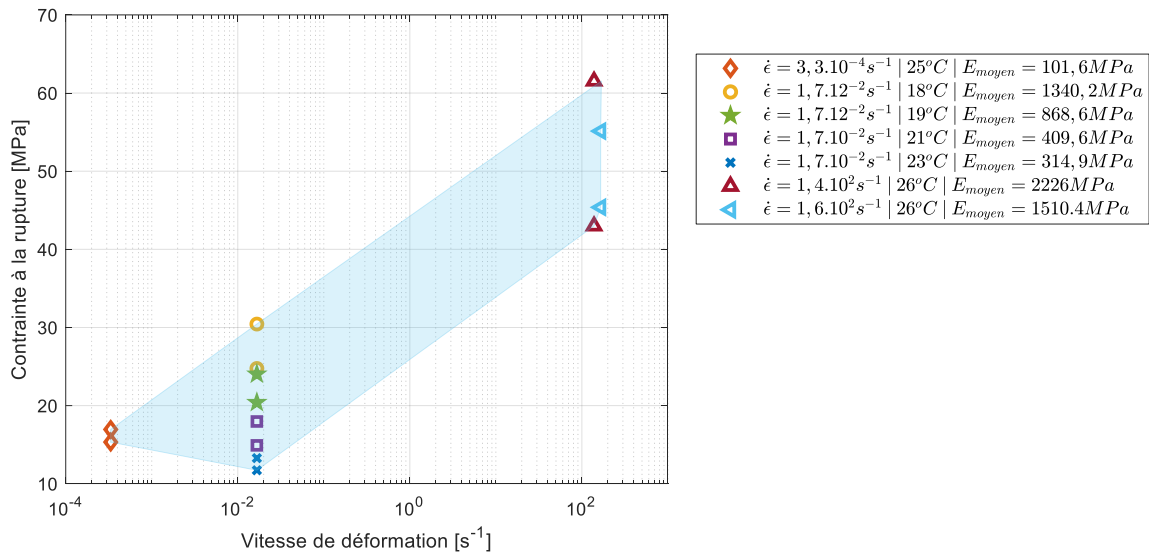


Figure 3.19 – Synthèse des résultats des essais expérimentaux de traction à température ambiante : évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la vitesse de déformation.

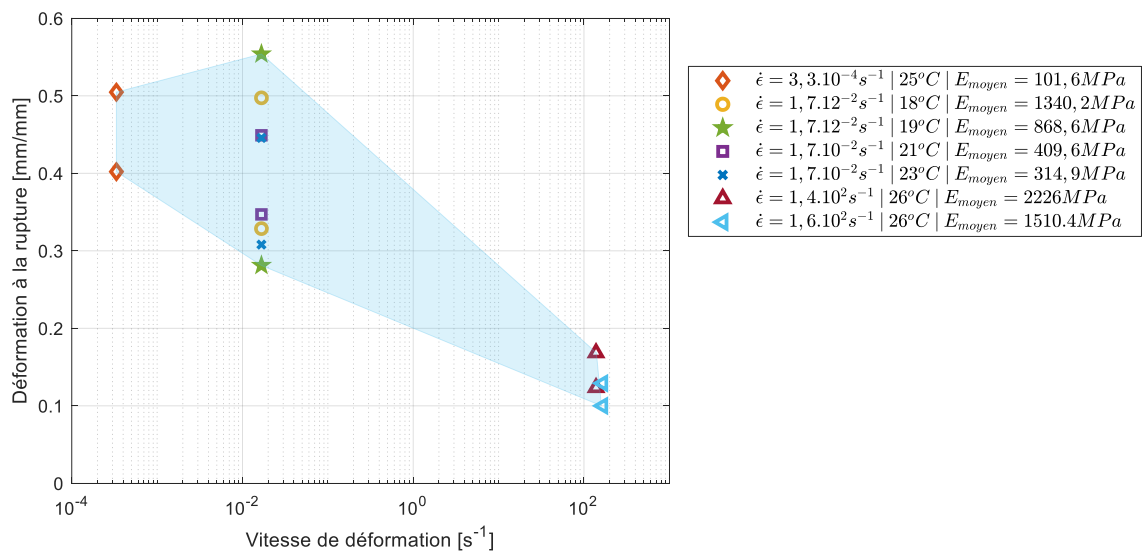


Figure 3.20 – Synthèse des résultats des essais expérimentaux de traction en température ambiante : évolution de la déformation à la rupture en fonction de la vitesse de déformation

Les résultats avec la vitesse de déformation de $3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ montrent moins de variabilité parce qu'ils ont été fabriqués avec un processus de mélange différent des autres (mélangeur rapide), ce qui a permis de réduire la quantité de bulles d'air et aussi parce que 3 éprouvettes ont été testées et donc les essais ont été réalisés dans une courte période de temps sans variations des conditions environnementales. Pour les essais à la vitesse de déformation de $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, on peut voir clairement quatre plages de variation des contraintes à la rupture, mais ces limites ne sont pas très claires pour la déformation à la rupture. Alors que, pour les tests dynamiques, les vitesses testées sont très proches ($1,4 \cdot 10^2$ et $1,6 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$) et les variabilités ne sont pas négligeables. Du coup, la distinction entre ces deux derniers cas n'est pas évidente. Par contre, il est possible voir clairement une augmentation de la contrainte à la rupture en comparaison aux cas quasi-statiques.

Les différents résultats présentés sur l'influence de la vitesse de chargement ont permis d'identifier des anomalies qui doivent être analysés, comme par exemple, pourquoi le module élastique sous choc est beaucoup plus petit que celui obtenue par la DMA ou sinon pourquoi pour des campagnes à des mêmes conditions donne des résultats différents. Ces questions posées retombe sur les deux hypothèses établies pour expliquer la variabilité des données. Les éprouvettes ont été fabriquées avec le même protocole de fabrication, le délai de 14 jours entre la fabrication et l'essai a été toujours respectés, du coup, il faut analyser les conditions environnementales auxquelles ces essais ont été réalisés.

3.4.3. Influence de la température

La dispersion des résultats des essais de traction présentés dans la section précédente montre que le comportement de l'adhésif EC2216 ne dépend pas que des conditions de chargements imposés. Son comportement est aussi fonction des conditions environnementales et cela dans une proportion très importante.

La première question que nous nous sommes posée, concernant la variabilité des résultats, était le taux de polymérisation, c'est-à-dire si le cycle choisi était suffisant pour polymériser complètement l'adhésif. La Figure 3.21 montre l'évolution du flux thermique avec la température pour trois éprouvettes avec différents délais en temps entre la fabrication et la mesure (15 minutes, 14 jours et 8 mois), ainsi que la courbe de référence obtenue avec l'adhésif non polymérisé. Les résultats montrent qu'à la fin du cycle de polymérisation, les éprouvettes n'ont aucun pouvoir calorifique résiduel, c'est-à-dire que l'adhésif a été complètement polymérisé. Du coup, on peut conclure que les résultats d'essai dépendront des conditions ambiantes de la réalisation des essais et pas du cycle de la polymérisation.

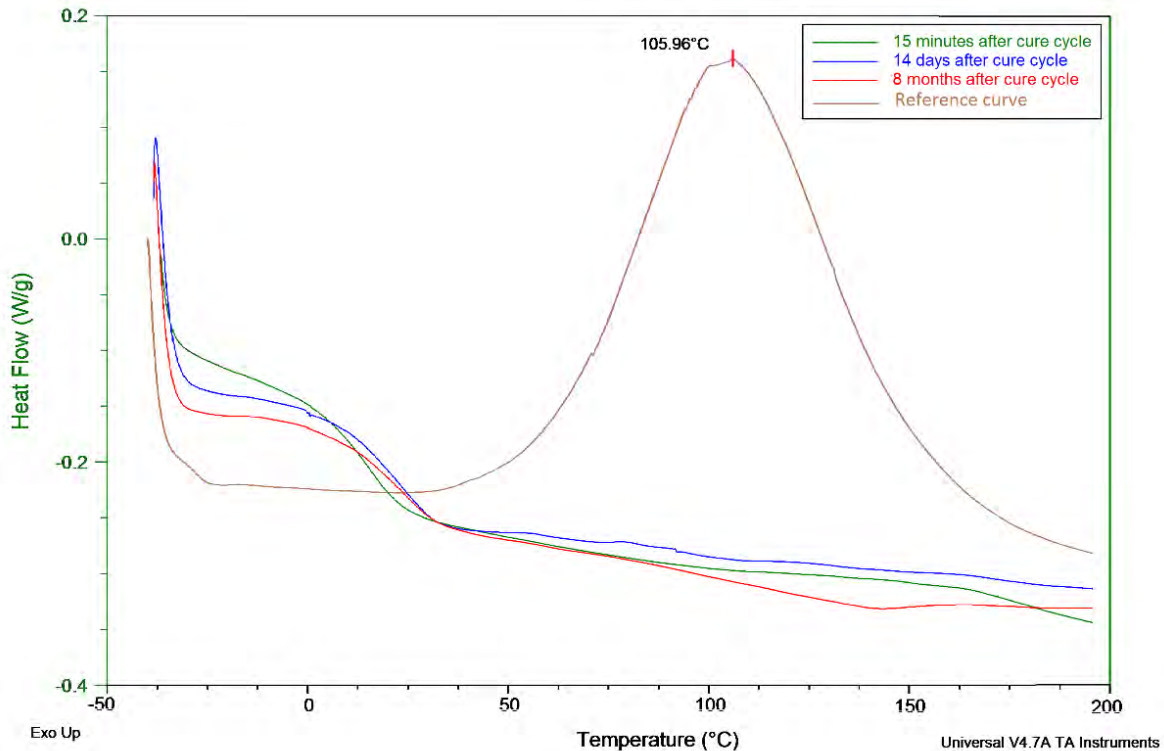


Figure 3.21 - Mesure DSC sur des éprouvettes fabriquées dans 3 périodes différents.

Dans cette section, l'objectif est d'étudier l'influence spécifiquement de la température sur le comportement sous charges de traction.

3.4.3.1. Température de transition vitreuse pour l'adhésif seul (T_g)

La mesure de la T_g fournit des informations sur l'état du matériau dans une gamme de températures et peut donner un aperçu du comportement mécanique dans des conditions spécifiques. Parmi les méthodes existantes, la méthode la plus courante pour mesurer la T_g des polymères est la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Dans la DSC, l'éprouvette de polymère est placée dans le calorimètre, qui mesure les quantités de chaleur absorbées ou émises par l'éprouvette au fur et à mesure que la température augmente, et les compare à une mesure de référence.

Les essais préliminaires de traction réalisés sur l'adhésif EC2216 ont montré une variabilité considérable des résultats. Afin de comprendre cette variabilité, des analyses DSC ont été réalisées avec le dispositif de TA instruments DSC Q100. La plage de variation de température évaluée a été entre -40 et 200°C, avec une rampe de 10°C/minute. Sur la Figure 3.22, on peut voir l'évolution du flux thermique avec l'augmentation de la température. La T_g est mesurée à partir des droites tracées entre deux plateaux, un avant et un après la zone de réduction drastique du flux thermique. Pour l'adhésif seul (10000 :0), la T_g calculée était de

20,87°C. Cette valeur est une moyenne de la zone de transition vitreuse ; en réalité la transition commence avant et continue après cette valeur de référence. La plage où la droite tangente la courbe va environ de 13°C à environ 28°C.

Dans tous les cas, une transition vitreuse autour de la température ambiante résulte en un matériau très adaptable, en termes de mouvement de sa structure. Ce qui provoque des propriétés qui dépendent fortement des conditions d'essai et peut entraîner des dispersions dans les résultats obtenus.

Sample: EP1_02_06_21
Size: 20.1800 mg
Method: Ramp

DSC

File: EP_1_rampe10deg_mn__temp_-40_200_deg_
Operator: NG LS
Run Date: 14-Jun-2021 09:39
Instrument: DSC Q100 V9.9 Build 303

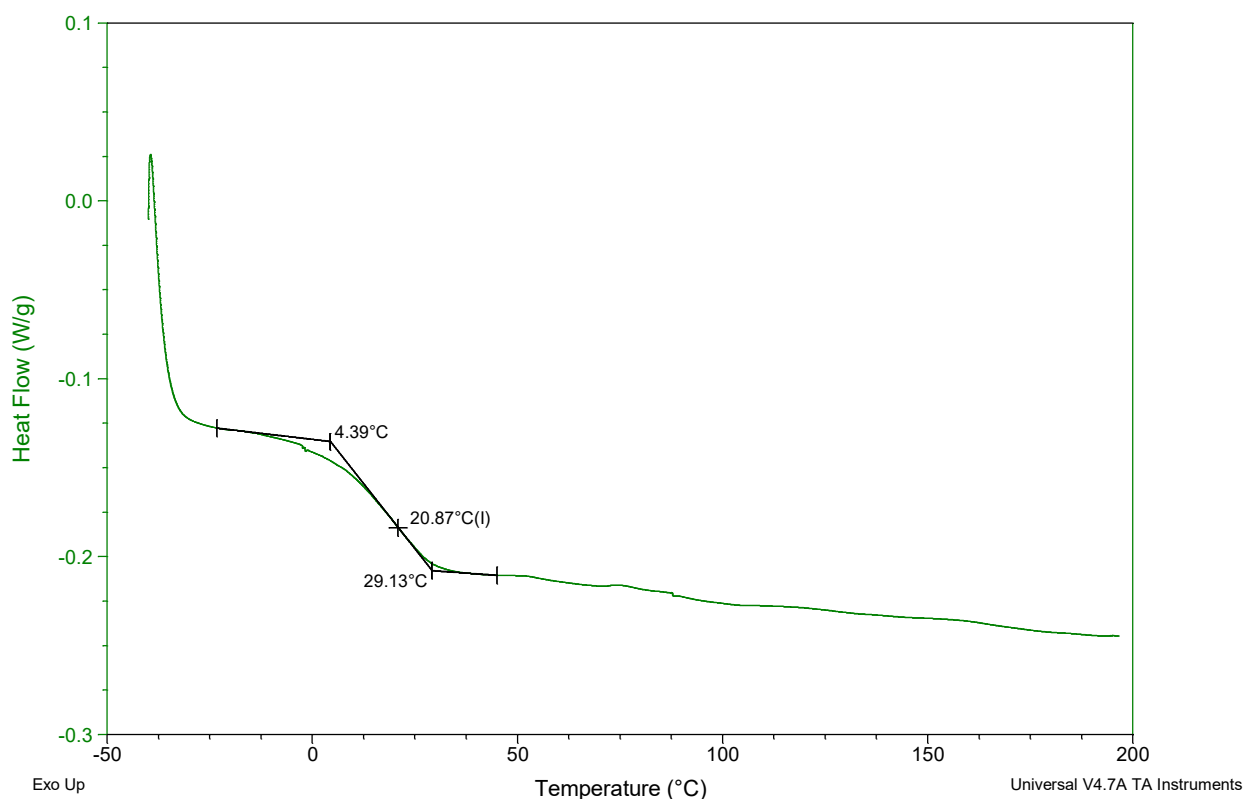


Figure 3.22 - Mesure DSC pour obtention de la Tg sur l'adhésif seul.

3.4.3.2. Influence de la température sur des essais de traction

Parmi les essais réalisés, la seule campagne dans laquelle la température était contrôlée a été celle réalisé à 80°C. Pour cet essai, les éprouvettes ont été placées dans une enceinte thermique et soumises à la température de 80°C pour au moins 15 minutes, afin d'assurer l'échauffement complet. Pour les autres essais, température et humidité n'étaient pas contrôlées mais juste prises comme des variables de l'essai. L'humidité a variée entre 31 et 55%, mais pour les essais ici décrits, on n'a pas trouvé de relation évidente entre le comportement de l'adhésif et cette variable. Un stage est en cours pour évaluer l'influence de l'humidité sur le comportement de l'EC2216. Alors que la température est paramètre dont l'influence sur le

comportement de l'adhésif EC2216 est très visible, même si cette variation n'a été que de quelques degrés, parfois 1°C. Au total, 29 éprouvettes ont été analysées et elles ont été distribuées comme montré sur le Tableau 3.5.

Tableau 3.5 – Nombre d'éprouvettes testés par campagne.

Température mesurée	~18°C	~19°C	~21°C	~23°C	80°C
Nombre d'éprouvettes	5	8	9	3	3

Si on met en évidence les essais à la vitesse de changement unique de $1,7 \cdot 10^{-2} s^{-1}$, il est possible de voir la sensibilité des propriétés autour de la température ambiante, qui est aussi la plage de variation de la T_g . Sur la Figure 3.23, on peut voir une décroissance de la contrainte à la rupture, ainsi qu'une forte diminution du module élastique avec la variation de la température.

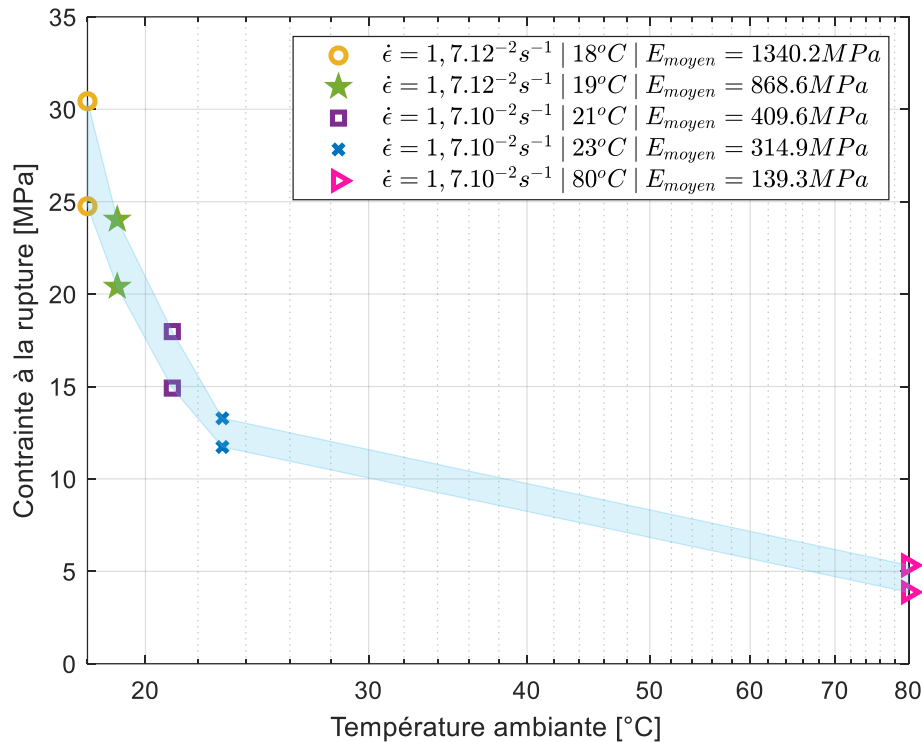


Figure 3.23 – Relation de la contrainte à la rupture avec la température à $\dot{\epsilon} = 1,7 \cdot 10^{-2} s^{-1}$.

Les marqueurs montrent la contrainte à la rupture pour la pire et la meilleure éprouvette pour chaque campagne d'essai. La campagne à gauche est celle avec le plus d'éprouvettes testées et est aussi celle avec le plus de variation. Ce résultat pourrait indiquer que les autres campagnes seraient susceptibles de montrer encore plus de variabilité si on faisait plus de tests, ou sinon qu'après un certain point, l'adhésif est moins sensible aux défauts présents.

Le même effet vu sur la contrainte à la rupture est aussi présent sur le module d'Young initial (Figure 3.24). Pour une vitesse de déformation constante le module élastique réduit avec l'augmentation de la température, ce résultat est très cohérent avec l'effet physique de mouvement des chaînes polymères.

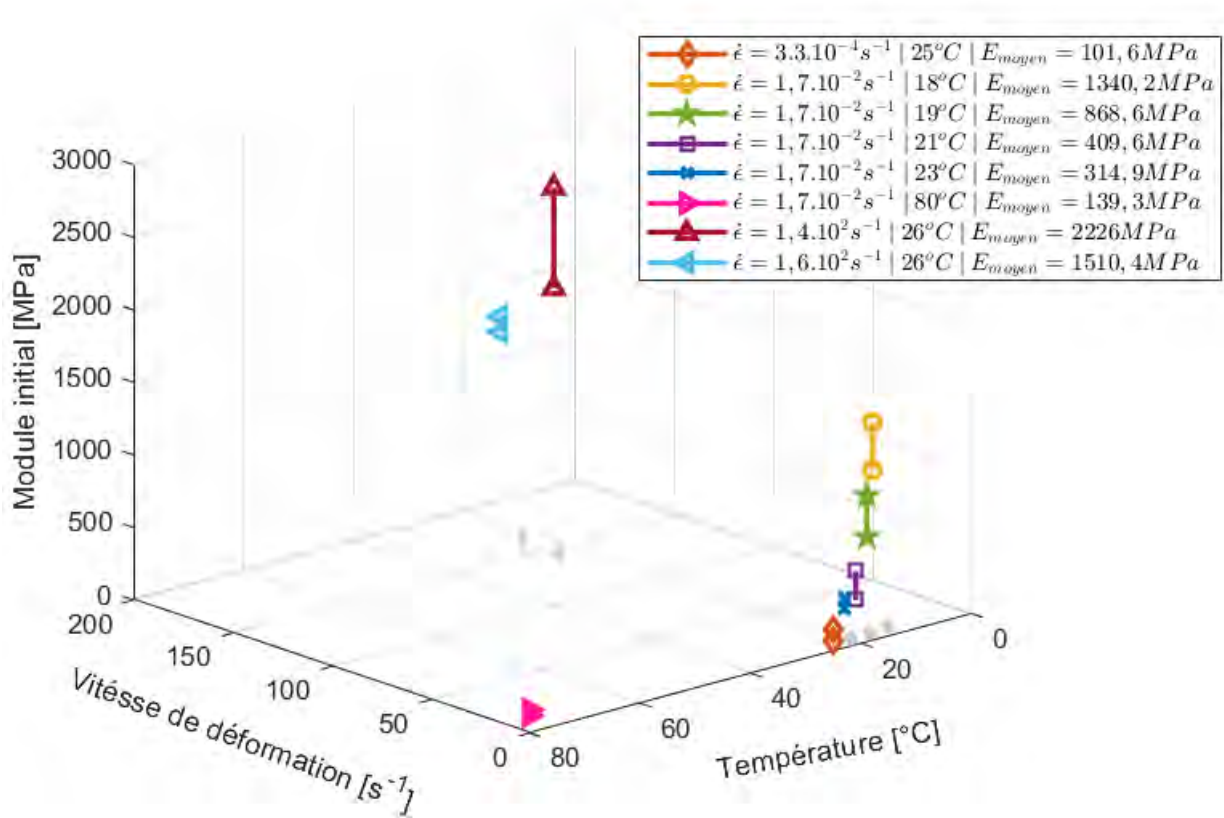


Figure 3.24 – Relation du module élastique et la température pour différentes vitesses de chargement.

L'influence de la température sur le comportement de cet adhésif EC2216 est vraiment majeure. En regardant par exemple les résultats des essais sous choc, ce phénomène est très marqué. Les mesures DMA ont été réalisées avec une température ambiante entre 18 et 22°C et par rapport à ces résultats, pour un essai à très haute vitesse, le module devait dépasser 1800MPa. Comme ceci n'est pas le cas, le changement de comportement doit être dû à l'augmentation de la température, qui pour les essais sous choc était de 26°C.

3.5. Influence de la présence de TEP et bulles d'air

Dans la section précédente, il était possible de comprendre le comportement de l'adhésif EC2216 à partir des essais de traction sous différentes vitesses de déformation et de température. Cette section présentera les essais utilisés pour comprendre l'influence de l'ajout des particules thermiquement expansibles (TEP), ainsi que la présence des bulles d'air générées pendant le processus de fabrication. L'étude de ces influences a été basée sur deux types de critères : l'impact sur les propriétés mécaniques en traction quasi-statique et l'impact sur le taux de restitution d'énergie nécessaire pour la propagation de la fissure. Rappelons que nous avons choisi d'utiliser un très faible pourcentage en masse de TEP dans les éprouvettes afin de conserver une masse totale presque identique pour toutes les éprouvettes. Les proportions sont données dans le Tableau 1.1. Le faible pourcentage a pour effet majeur de créer des amas de particules, en plus de quelques particules solitaires.

3.5.1. Température de transition vitreuse

L'adhésif a comme un de ses principaux avantages sa capacité d'amortissement vibratoire à température ambiante. Ceci est bien prononcé sur ce matériau à cause de sa T_g , qui est aussi autour de la température ambiante. La stratégie d'utiliser les TEP peut impacter plusieurs propriétés de l'adhésif, y compris la température de transition vitreuse. Pour comprendre cette influence, des analyses DSC ont été aussi réalisées sur des éprouvettes avec plus de TEP (10000 :30). Comme la répartition des TEP peut n'être pas totalement homogène, trois éprouvettes prélevées à différentes positions ont été testées.

Parmi ces éprouvettes testées, les T_g rencontrées avaient un écart de 0,5 °C entre les essais. Sur la Figure 3.25, il est possible de consulter l'évolution du flux thermique avec la température pour une de ces éprouvettes. Pour ce cas, la T_g calculée était égale à 19,07 °C. La présence de très peu des TEP n'a pas beaucoup d'influence sur la T_g , en comparaison avec l'adhésif seul (20,87°C). Ce résultat est cohérent avec l'idée d'utiliser très peu de particules avec l'intérêt de ne pas trop perturber les propriétés de l'adhésif.

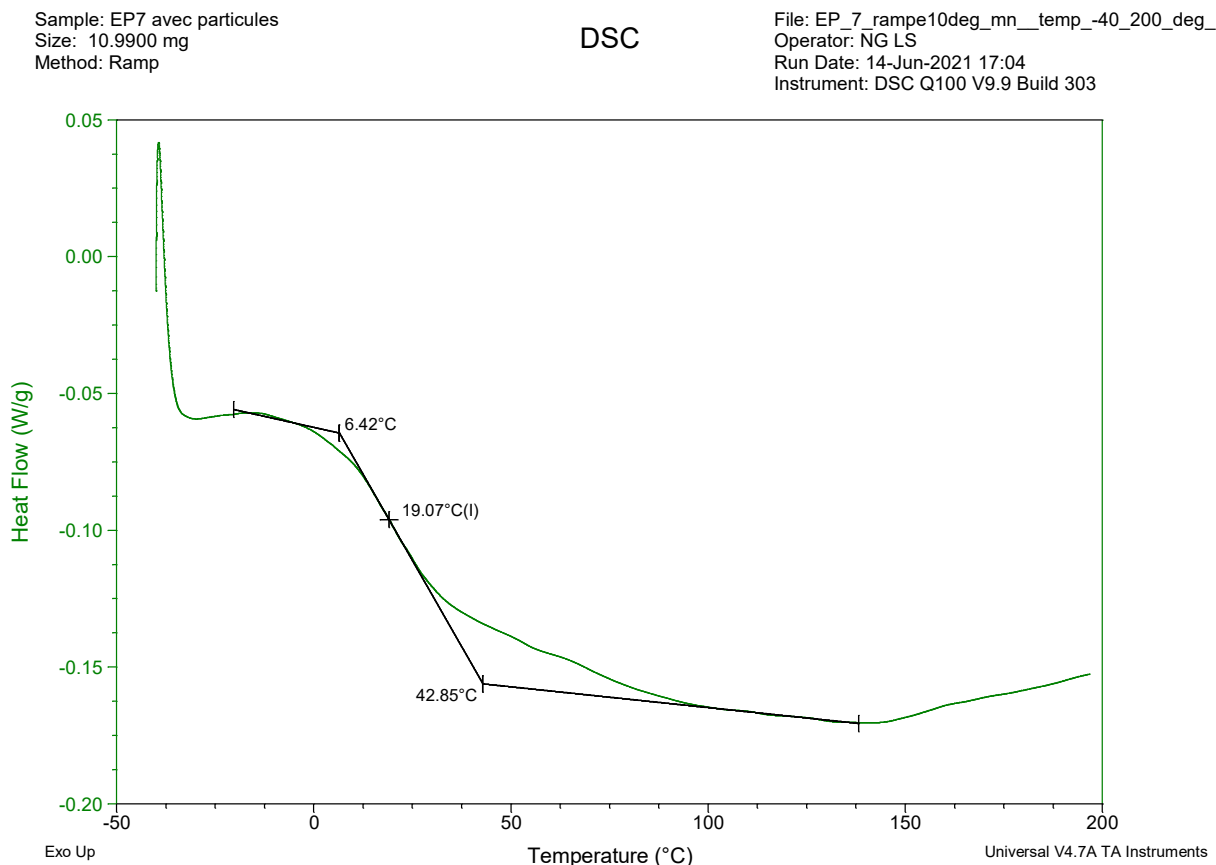


Figure 3.25 - Mesure DSC pour obtention de la Tg sur l'adhésif avec TEP (10000 :30).

3.5.2. Résistance à la traction

Les essais utilisés pour comprendre l'influence de la résistance à la traction ont été ceux décrits dans la § 3.4.2.1 avec une vitesse de déformation de $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Sur le Tableau 3.6, on peut consulter une synthèse des cas testés en favorisant la formation des amas avec très peu des particules ajoutées (10000 :0, 10000 :15 et 10000 :30).

Tableau 3.6 – Quantité d'éprouvettes testées pour chaque cas.

Campagne d'essai	10000:0	10000:15	10000:30	Température moyenne de la salle
Octobre 20	3	2	3	~23 °C
Décembre 21	9	4	4	~21 °C
May 21	5	21	20	~18 °C
May 21	8	-	-	~19 °C
Total	25	27	27	-

3.5.2.1. Enveloppe des propriétés

Les éprouvettes ont été aussi distinguées par rapport à l'endroit où la rupture s'est produite. Un minimum de 20 éprouvettes acceptables a été respecté. Ainsi comme les éprouvettes d'adhésif EC2216 seul, les essais ont été divisés en 3 campagnes afin d'obtenir une enveloppe des propriétés à la température ambiante (proche de la T_g), sans contrôle précis de cette température mais en la mesurant à chaque essai.

La présence de très peu des particules, comme prévu, ne change pas globalement les propriétés de l'adhésif. Le même comportement et la même variabilité apparaissent dans tous les cas (Figure 3.26). Par contre, on voit clairement que l'ajout des particules réduit la contrainte et la déformation à la rupture et aussi resserre les courbes ; c'est-à-dire, il y a moins de variabilité des résultats. Ce phénomène n'est peut-être pas dû à la température uniquement ou au pourcentage de TEP. Il peut avoir une corrélation avec la taille et la nature du défaut critique (celui sur lequel s'amorce la rupture), mais aussi avec la vitesse de propagation de la fissure.

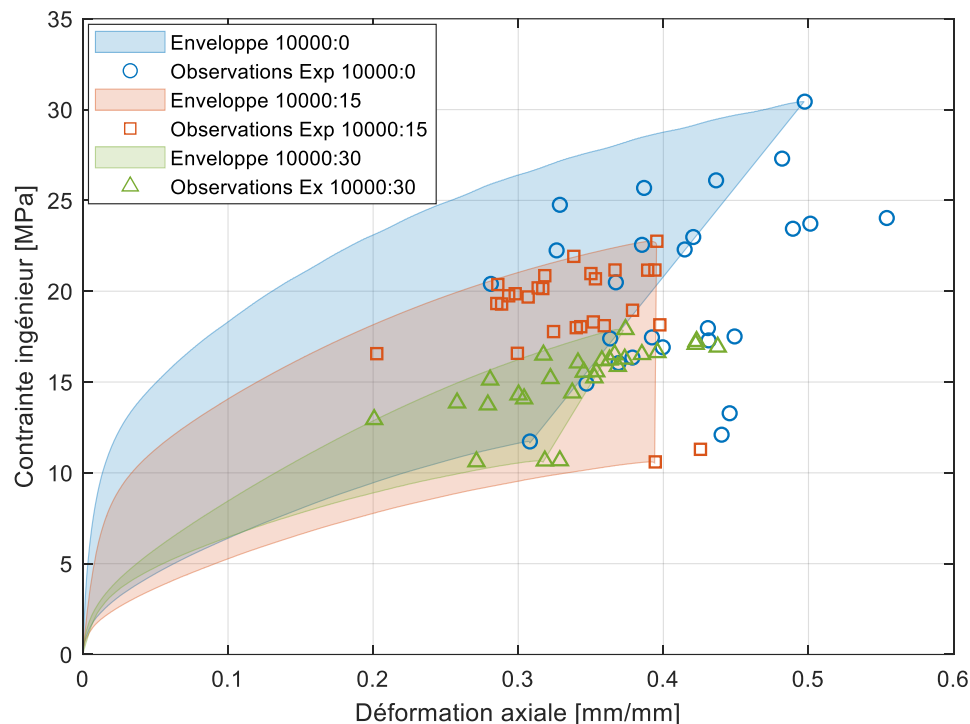


Figure 3.26 – Enveloppe des propriétés pour les cases avec très peu des particules

Les enveloppes des propriétés ont été tracées en fonction de la contrainte, ce qui ne prend pas en compte les cas avec des contraintes qui sont dans l'enveloppe mais qui ont une déformation à la rupture au-delà de celles associées à des contraintes plus faibles. En outre, la limite inférieure de l'enveloppe des contraintes présente une réduction de 9,4 % de la contrainte à la rupture entre le cas avec l'EC2216 seul et le cas avec des particules. La réduction de la variabilité est également perceptible dans le module élastique initial (Figure 3.27). Ce résultat

pourrait signifier que l'ajout des particules réduirait l'influence de la température, mais cet aspect n'a pas été étudié dans ce travail.

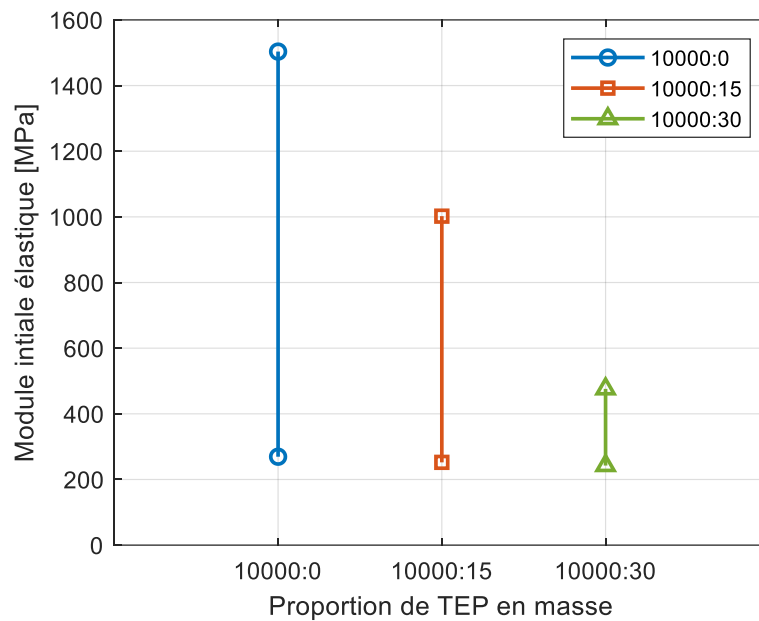


Figure 3.27 – Module élastique initial dans les cas avec très peu des particules

Quelle que soit la quantité de particules pour ces très faibles pourcentages, la limite inférieure du module élastique initial reste inchangée. Ces résultats sont très prometteurs pour une adaptation facile des structures collées existantes, sans théoriquement avoir besoin d'autres adaptations.

3.5.2.2. Distribution de Weibull des propriétés

Il existe plusieurs méthodes statistiques qui peuvent être utilisées pour l'analyse de la variabilité des résistances à la rupture. Vallée et al (Vallée et al., 2009) ont comparé trois types de distribution, Weibull, Birnbaum–Saunde et General Lambda. Pour les données évaluées, la distribution General Lambda a donné une meilleure représentation. Par contre, d'autres auteurs ont aussi montré que la distribution de Weibull, même si elle ne représente pas bien les extrêmes, donne un bon estimatif de la probabilité d'occurrence d'une variable (T. Li et al., 2017). Au-delà de la comparaison des méthodes en tant que telles, la méthode d'estimation des paramètres associés à chaque distribution est aussi importante. Pobocikova et Sedliackova (Pobocikova & Sedliackova, 2014) ont comparé quatre méthodes d'estimation pour la distribution de Weibull : la méthode des moindres carrés, la méthode des moindres carrés pondérés, la méthode du maximum de vraisemblance et la méthode des moments. En observant l'erreur quadratique, ils ont constaté que la méthode d'estimation de maximum de vraisemblance (*Maximal Likelihood Estimation*, MLE) est la plus adaptée pour une population

de plus de 25 observations. A partir de ces résultats nous avons décidé d'utiliser la distribution probabiliste du type Weibull.

La distribution probabiliste continue du type Weibull est une méthode efficace pour déterminer les caractéristiques de fiabilité et les tendances d'une population à partir d'une population relativement petite de données de terrain ou de laboratoire. Cette distribution peut être utilisée par exemple pour effectuer l'analyse des données de vie. La méthode a été nommée d'après Waloddi Weibull, qui a inventé la distribution de Weibull en 1937. Il a présenté un article sur le sujet en 1951 (Weibull, 1951).

Il existe plusieurs méthodes statistiques qui peuvent être utilisées pour l'analyse de la variabilité des résistances à la rupture. Vallee et al (Vallée et al., 2009) ont comparé trois types de distribution, Weibull, Birnbaum–Saunde et General Lambda. Pour les données évaluées, la distribution General Lambda a donné une meilleure représentation. Par contre, d'autres auteurs ont aussi montré que la distribution de Weibull, même si elle ne représente pas bien les extrêmes, donne un bon estimatif de la probabilité d'occurrence d'une variable (T. Li et al., 2017).

Au-delà de la comparaison des méthodes en tant que telles, la méthode d'estimation des paramètres associés à chaque distribution est aussi importante. Pobocikova et Sedliackova (Pobocikova & Sedliackova, 2014) ont comparé quatre méthodes d'estimation pour la distribution de Weibull : la méthode des moindres carrés, la méthode des moindres carrés pondérés, la méthode du maximum de vraisemblance et la méthode des moments. En observant l'erreur quadratique, ils ont constaté que la méthode d'estimation de maximum de vraisemblance (*Maximal Likelihood Estimation*, MLE) est la plus adaptée pour une population de plus de 25 observations.

La fonction de densité de probabilité, *probability density function (PDF)* en anglais, est utilisée pour spécifier la probabilité que la variable aléatoire se situe dans un intervalle de valeurs donné, c'est-à-dire, déterminer la distribution des valeurs à la rupture dans notre cas.

$$f(x | \lambda, k) = \begin{cases} \frac{k}{\lambda} \left(\frac{x}{\lambda}\right)^{k-1} e^{-\left(\frac{x}{\lambda}\right)^k} & \text{si } x \geq 0 \\ 0 & \text{si } x < 0 \end{cases} \quad \text{Eq. 3.11}$$

où k est le facteur de forme et λ est le facteur d'échelle de la distribution.

Les estimations du maximum de *vraisemblance* (Maximum Likelihood Estimation) sont les estimations des paramètres qui maximisent la fonction de vraisemblance pour des valeurs fixes de x . Les estimateurs du maximum de *vraisemblance* de λ et k pour la distribution de Weibull sont les solutions des équations simultanées suivantes :

$$\hat{\lambda} = \left[\left(\frac{1}{n} \right) \sum_{i=1}^n x_i^k \right]^{\frac{1}{k}} \quad \text{Eq. 3.12}$$

$$\hat{k} = \frac{n}{\left(\frac{1}{\hat{\lambda}}\right) \sum_{i=1}^n x_i^{\hat{k}} \log x_i - \sum_{i=1}^n \log x_i} \quad \text{Eq. 3.13}$$

La description complète de cette méthode peut être consultée dans l'ANNEX E.

A partir des courbes expérimentales, les données de contrainte et déformation à la rupture ont été récupérées et utilisées pour calculer la distribution de Weibull de chacun de ces paramètres. Sur le Tableau 3.7, on a les deux paramètres de la distribution pour la contrainte à la rupture et sur le Tableau 3.8 pour la déformation à la rupture. Le facteur d'échelle est responsable du déplacement de la courbe enveloppe, alors que le facteur de forme affecte la forme de la distribution. Les valeurs min et max, montrées sur les Tableaux, représentent respectivement le minimum et le maximum de l'intervalle de confiance de 95% pour chaque facteur.

Tableau 3.7 - Distribution de Weibull pour la contrainte à la rupture

Cas	Facteur d'échelle (λ)			Facteur de forme (k)		
	Moyen	Min	Max	Moyen	Min	Max
10000 :0	22,09	20,27	24,07	4,73	3,51	6,37
10000 :15	19,97	19,21	20,76	10,12	7,41	13,83
10000 :30	15,89	15,32	16,49	10,66	7,78	14,62

Tableau 3.8 - Distribution de Weibull pour la déformation à la rupture

Cas	Facteur d'échelle (λ)			Facteur de forme (k)		
	Moyen	Mix	Max	Moyen	Mix	Max
10000 :0	0,44	0,41	0,46	6,88	5,16	9,17
10000 :15	0,36	0,34	0,37	8,32	6,20	11,16
10000 :30	0,36	0,34	0,38	7,46	5,58	9,99

Les paramètres des distributions permettent aussi d'avoir une vision panoramique des résultats expérimentaux. On peut voir par exemple qu'il y a une décroissance de la « moyenne » de la contrainte à la rupture par le facteur d'échelle, en même temps que la « moyenne » de la déformation à la contrainte est moins sensible à la présence de particules.

Un autre paramètre qualitatif intéressant est la densité de probabilité cumulée, *cumulative distribution function (CDF)* en anglais, qui associe à chaque valeur possible de X la

probabilité d'occurrence d'une valeur inférieure ou égale à x . Dans le cas de la distribution de Weibull, le CDF suit la forme suivante :

$$f(x|\lambda, k) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{x}{\lambda}\right)^k\right\} \quad \text{Eq. 3.14}$$

Dans notre cas, cette fonction permet d'évaluer la probabilité de rupture d'une éprouvette soumise à une contrainte de traction donnée. Par exemple, si on regarde la fonction de probabilité cumulée pour la contrainte à la rupture (Figure 3.28a), pour une contrainte appliquée de 20 MPa, la probabilité de rupture pour une éprouvette d'EC2216 seul est de 50%, alors que pour une éprouvette 10000 :15 elle est de 60% et pour une éprouvette 10000 :30, cette probabilité est de presque 100%. La déformation à la rupture évolue également, mais est affectée de la même manière quelle que soit la quantité de particules ajoutées (Figure 3.28b). Nous expliquons ceci par l'effet des amas de particules sur le risque d'amorce précoce d'une rupture, alors que les faibles pourcentages de particules n'affectent pas la mobilité des chaînes polymères.

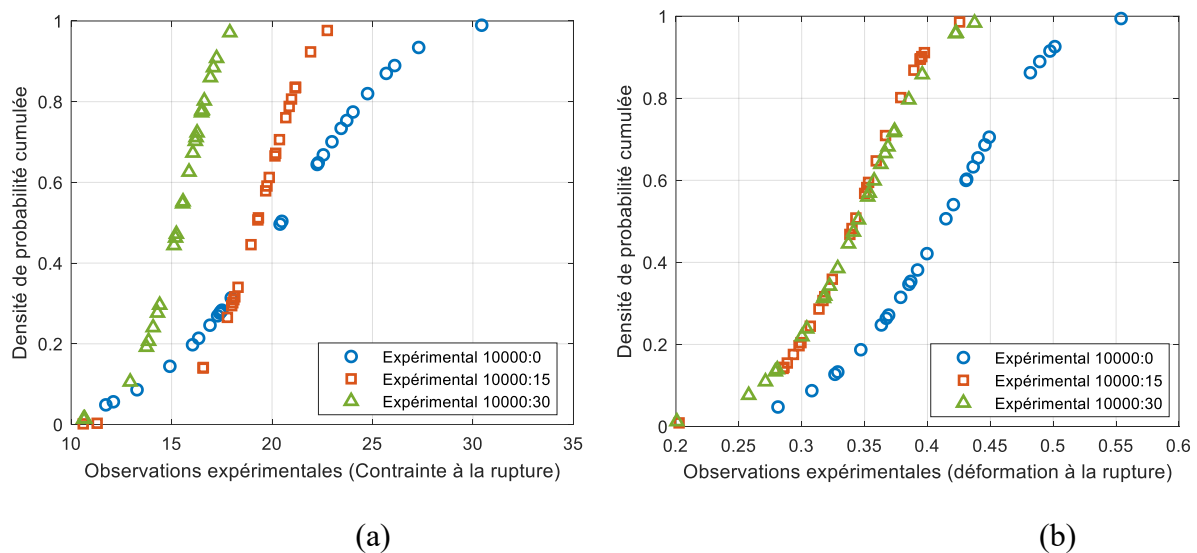


Figure 3.28 – Densité de probabilité cumulée pour la distribution de Weibull : (a) contrainte à la rupture, (b) déformation à la rupture.

Au contraire de la CDF, la fonction de densité de probabilité, *Probability Density Function* (PDF) en anglais, est l'équation qui représente la distribution de probabilité d'une variable aléatoire continue. Il s'agit d'une prédiction probabiliste de la quantité d'éprouvettes pour chaque valeur de contrainte appliquée.

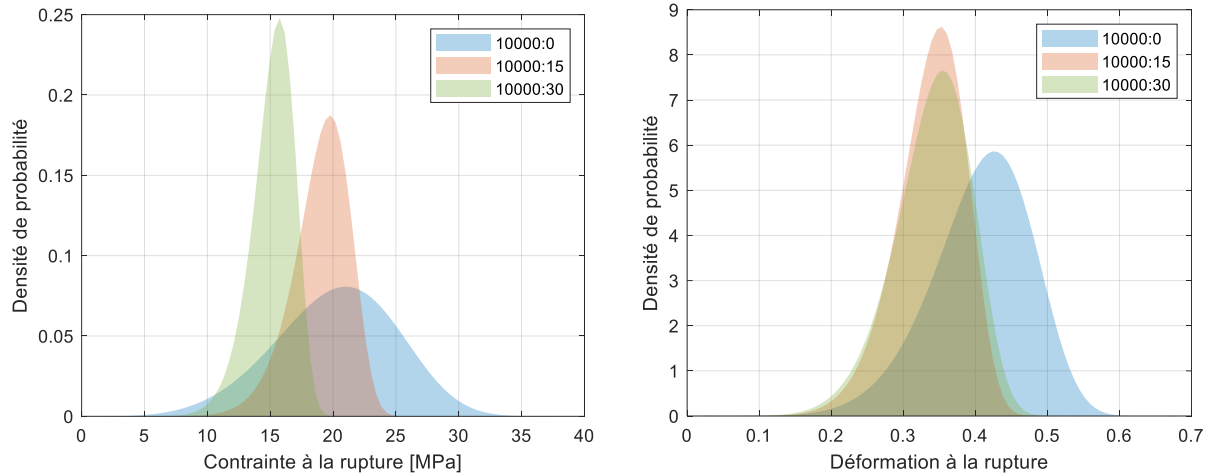


Figure 3.29 – Fonction de densité de probabilité pour 100 valeurs : (a) contrainte à rupture dans l'intervalle de 0 à 40, (b) Déformation à rupture dans l'intervalle de 0 à 0,7.

Comme déjà observé à partir des enveloppes de propriétés des essais, la contrainte à la rupture est plus sensible à la présence des amas ainsi qu'aux variations de température. Un aplatissement de la densité de probabilité de la contrainte à la rupture est clairement visible, et cet aspect sera mieux exploré dans les sections suivantes, avec l'étude des faciès de rupture. Alors que pour la densité de probabilité de la déformation à la rupture, les courbes des cas avec particules se chevauchent presque, cela peut indiquer qu'une fois qu'il y a un amas de particules, la déformation à la rupture ne dépassera pas un seuil, indépendamment de la quantité, de la taille ou de la position de l'amas.

3.5.3. Défaut critique et résistance à la traction

Afin de mieux comprendre les résultats qui ressortent de l'analyse probabiliste, il est nécessaire de comprendre quelle est l'influence du défaut critique sur la rupture des éprouvettes. Après les essais, les faciès de rupture des éprouvettes ont été photographiés et traités à l'aide du logiciel ImageJ. Vu le nombre d'éprouvettes, un programme de traitement automatique a été développé pendant la thèse. Les données géométriques des faciès de rupture ont été mesurées à partir d'une longueur de référence prise sur l'image, afin de réduire les erreurs de mesures absolues de longueur dues aux erreurs dans l'image elle-même ou à un défaut d'alignement. Les distances mesurées sont montrées sur la Figure 3.30a. La distance d_e est la distance du centre du défaut jusqu'au centre de l'éprouvette par rapport à l'épaisseur et elle peut varier de 0 à $e_0/2$ et la distance d_w est la distance par rapport à la largeur et elle peut varier de 0 à $L_0/2$. Les aires correspondent aux zones démarquées sur la Figure 3.30b. La première correspond à l'aire du défaut, qui a été divisé en deux catégories basées sur le type de défaut (S_{bulle} ou S_{amas}). Après nous avons les deux zones de propagation, la zone claire (S_{claire}) et la zone plus foncée ($S_{foncée}$).

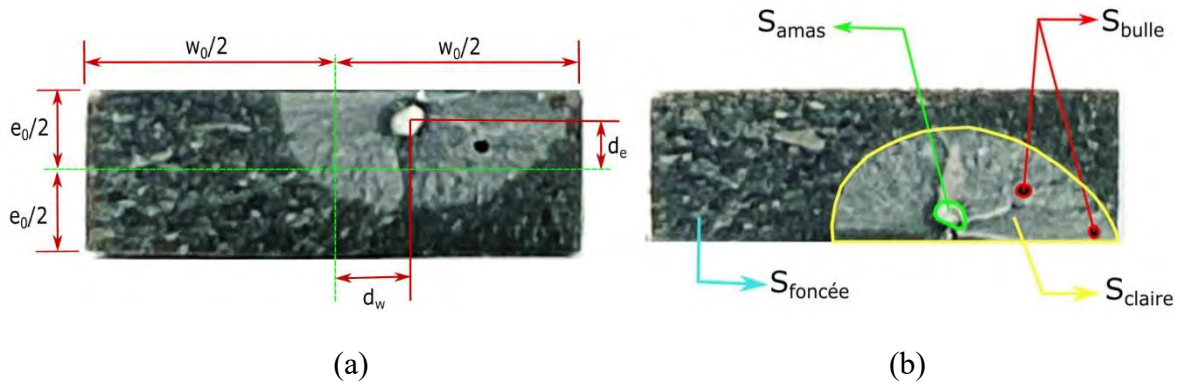


Figure 3.30 – Données géométriques prises et analysés des faciès de rupture : (a) longueurs caractéristiques, (b) aires caractéristiques.

Après les mesures, les défauts critiques ont été classés par tailles en trois tranches : petite, moyenne et grande. Les défauts considérés ‘petits’ sont ceux avec une aire entre 0 et 0,5 mm² (Figure 3.31a), alors que les défauts considérés comme ‘moyens’ sont ceux avec l’aire entre 0,5 et 0,99 mm² (Figure 3.31b). Au-delà de 0,99 mm², les défauts ont été considérés comme ‘grands’ (Figure 3.31c). Ces dimensions sont arbitraires et ont été choisies par rapport aux dimensions caractéristiques des éprouvettes dont la largeur initiale vaut 10mm, et l’épaisseur vaut 2mm.

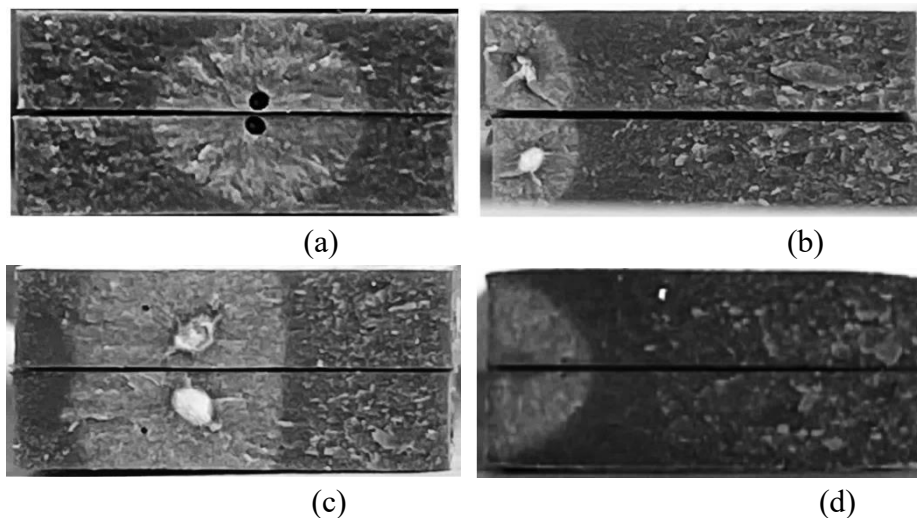


Figure 3.31 – Exemples de faciès de rupture avec des défauts critiques en évidence : (a) défaut petit, (b) défaut moyen, (c) défaut grand, (d) sans défaut.

Il est intéressant de noter que sur l'ensemble des éprouvettes testées (80 au total), seules 4 ne présentaient aucun défaut apparent dans la zone de rupture, comme par exemple celle montrée sur Figure 3.31d. Pour les éprouvettes testées avec les proportions 10000 :0 et 10000 :15, la majorité des défauts sont petits, par contre, sur les éprouvettes avec 30 pour dix milles de TEP (10000 :30), le pourcentage d’occurrence de gros défauts augmente considérablement par rapport aux deux autres cas (Figure 3.32). Les conditions de fabrication et de mélange étant toujours les mêmes, nous pouvons en conclure que la taille maximale des

amas est corrélée avec la quantité de TEP ajoutée. Ainsi, en contrôlant le mélange, il paraît envisageable de contrôler la dimension des amas.

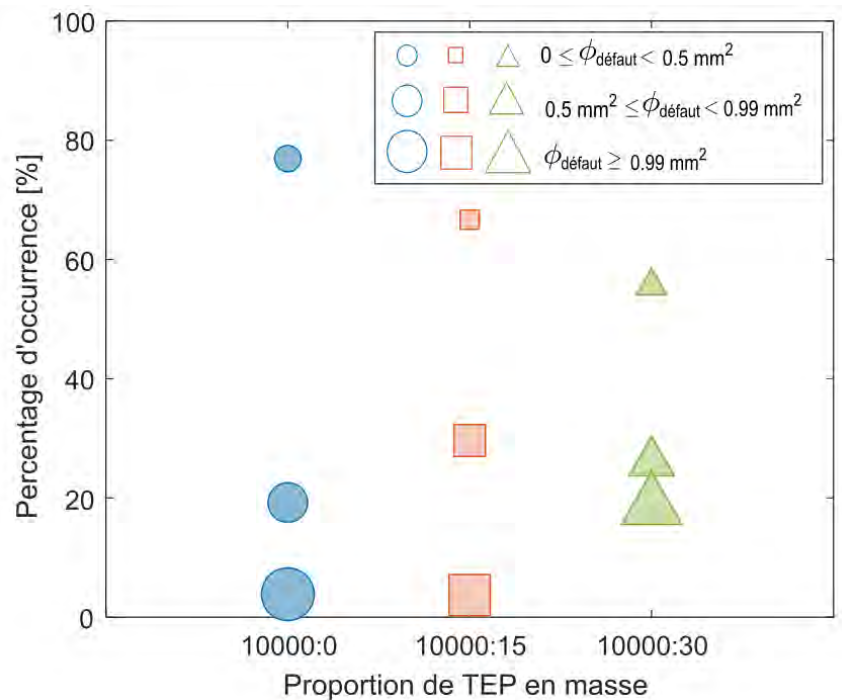


Figure 3.32 – Probabilité d'occurrence de défaut critique par taille de défaut.

S'on analyse tous les défauts critiques, on peut noter que la probabilité d'apparition d'amas de particules augmente également. Sur les éprouvettes avec une proportion de 15 pour dix milles de TEP, 55% ont présenté un amas de particules dans la face de rupture, alors que sur les éprouvettes avec une proportion de 30 pour dix milles de TEP, ce nombre augmente à 67%. Cette augmentation de probabilité de présence peut aider aussi à expliquer le resserrement d'enveloppe des propriétés pour le cas 10000 :30 quelles que soient les températures. Pour aller au-delà de cette analyse, et comprendre la relation entre la taille du défaut critique et la résistance en traction, le prochain § sera dédié à l'étude de la corrélation de ces données.

Corrélation partielle de données. La corrélation partielle mesure la corrélation entre plusieurs variables x_i , en maintenant constante une variable de contrôle z . L'explication de la méthode de corrélation partielle des données peut être consultée sur l'ANNEXE F. Prenant en compte les résultats et analyses des paragraphes précédents, la contrainte à la rupture a été définie comme la variable de contrôle. L'intérêt est d'évaluer la corrélation des paramètres géométriques des défauts critiques présents dans les faces de rupture et de la température sur cette variable de contrôle. Les éprouvettes sans défauts visibles ou contenant les deux types de défauts sur la surface de rupture ont été exclues de ces analyses. De plus, tous les paramètres géométriques ont été normalisés avec leur dimension caractéristique, la distance d_e par rapport l'épaisseur initiale, la d_L avec la longueur initiale et les aires par l'aire initiale de la zone utile.

A priori, tous les paramètres géométriques mesurés (Figure 3.30) ont été prise en compte sur la corrélation partielle. A partir de ces résultats, il n'y a pas de corrélation directe entre les aires des surfaces claires et foncés et la contrainte à la rupture. Ces deux variables probablement dépendent uniquement du mécanisme d'amorçage et de propagation de la fissure et elles ont été éliminées des analyses. Une analyse de corrélation donne des résultats cohérents s'il y a une indépendance des variables et si toutes les configurations possibles ont été testés. Comme dans notre cas, ces paramètres géométriques n'ont pas été contrôlés, du coup il est nécessaire de s'assurer qu'il n'y a pas de valeurs aberrantes pouvant fausser les analyses. Par exemple sur la Figure 3.33, il est possible de voir la dispersion des points analysés pour les éprouvettes, où les cercles représentent la dispersion de l'aire des bulles en fonction de la distance du centre dans la largeur et les triangles, la dispersion de l'aire des bulles en fonction de la distance du centre dans l'épaisseur. En général, les défauts du type bulle d'air (Figure 3.33a) sont bien distribués dans la largeur (d_L/L_0), par contre dans l'épaisseur, ils sont plutôt concentrés vers les bords des éprouvettes. Sauf les trois éprouvettes plus à droite (entourées par l'ellipse) qui présentent des défauts de taille plus grande mais sans répétabilité. Le même comportement peut être observé sur les éprouvettes avec des amas, mais cette fois ci les défauts sont mieux distribués dans l'épaisseur (Figure 3.33b).

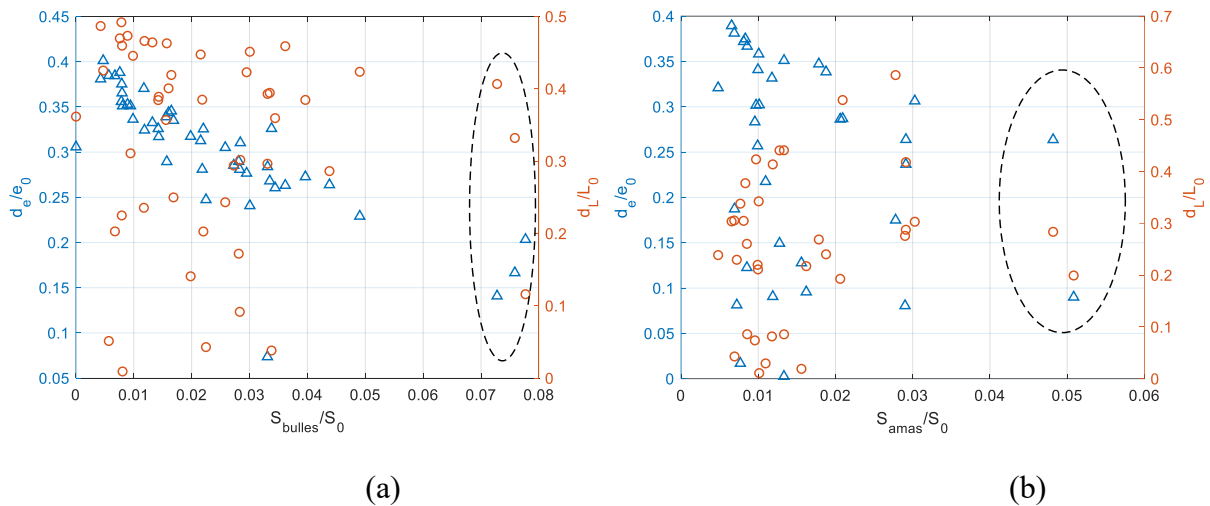


Figure 3.33 – Diagramme de dispersion des données géométriques du défaut critique : (a) défaut du type bulle d'air, (b) défaut du type amas de particules.

L'idéal pour ce type de corrélation est avoir des défauts de la même taille dans plusieurs éprouvettes dans différentes positions et remplir les zones où il n'y a presque pas de mesures. Du coup, comme il n'était pas possible de réaliser plus d'essais et afin d'avoir une idée de l'influence du défaut critique, les analyses ont été faites sans ces points séparés situés dans le nuage des points (ellipse noire).

Les indices de corrélation ont été calculés séparément pour les deux cas par la nature du défaut critique : bulles d'air (44 cas de rupture) et amas des particules (33 cas de rupture). La Figure 3.34 montre les indices de corrélation entre les paramètres géométriques des défauts critiques et la température avec la contrainte à la rupture pour les deux types de défauts.

Ces indices montrent que tous les paramètres analysés ont un effet négatif sur la contrainte limite. Indépendamment du type de défaut, la distance au centre par la largeur a plus d'influence que la distance dans l'épaisseur de l'éprouvette. C'est-à-dire que plus le centre du défaut s'éloigne du centre de l'éprouvette, plus on verra une diminution de la contrainte supportée. Il est également intéressant de noter que cette contrainte dans les éprouvettes qui ont des bulles d'air comme défaut critique est deux fois plus dépendante de la température que des autres paramètres (Figure 3.34a). La température est aussi le paramètre le plus influent pour les éprouvettes avec des amas. Par contre, elle est au même niveau de grandeur de la dépendance avec la taille des amas des particules (Figure 3.34b) sur la contrainte à rupture.

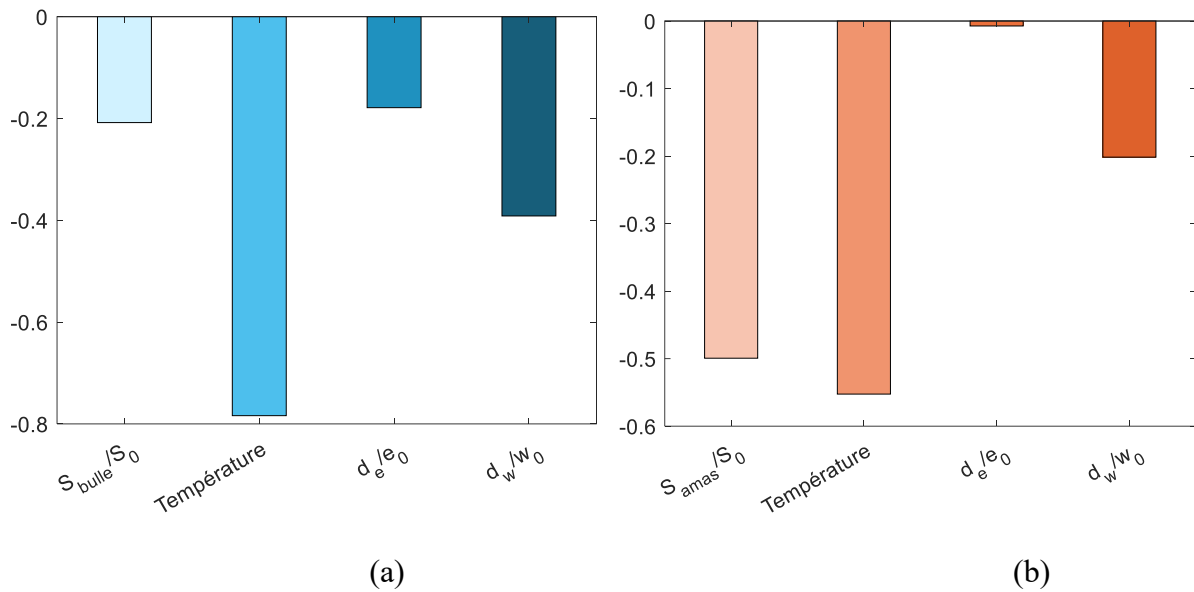


Figure 3.34 – Corrélation partielle de données géométriques du défaut critique et de la température avec la contrainte à la rupture : (a) défaut du type bulle d'air, (b) défaut du type amas de particules.

Les résultats des analyses de corrélation partielle aident à confirmer l'hypothèse faite à partir des courbes contrainte-déformation obtenues (Figure 3.26), que la température devient moins influente lorsque la taille des amas augmente. Il est également intéressant de noter que la position du défaut par rapport à l'épaisseur n'a pas beaucoup d'effet sur la contrainte à la rupture, en particulier dans les éprouvettes où les amas de particules constituent un défaut critique. Cela donne une certaine indication que la position dans l'épaisseur des joints minces pourrait ne pas être si importante non plus, mais comme il y a des effets d'interface, il faut mieux explorer cette variable par d'autres essais.

3.5.4. Amorçage et propagation des fissures

3.5.4.1. Corrélation des images DIC

Les analyses de corrélation d'images ont utilisé les images du système DIC pendant le test. Grâce à l'utilisation d'un déclencheur (trigger), il a été possible de synchroniser les images obtenues avec la courbe contrainte-déformation, comme le montre l'exemple de la Figure 3.35. Chaque essai a duré environ 4 secondes et un taux d'acquisition de 50 images par seconde a été fixé. Cependant la possibilité de visualiser les fissures dépendait principalement du côté d'amorçage des ruptures (côté DEO ou côté DIC), mais aussi de la position du défaut. Dans les éprouvettes où le phénomène a été observé avec succès, l'initiation était toujours à environ 95% de la contrainte à la rupture et très rapidement la propagation devenait catastrophique.

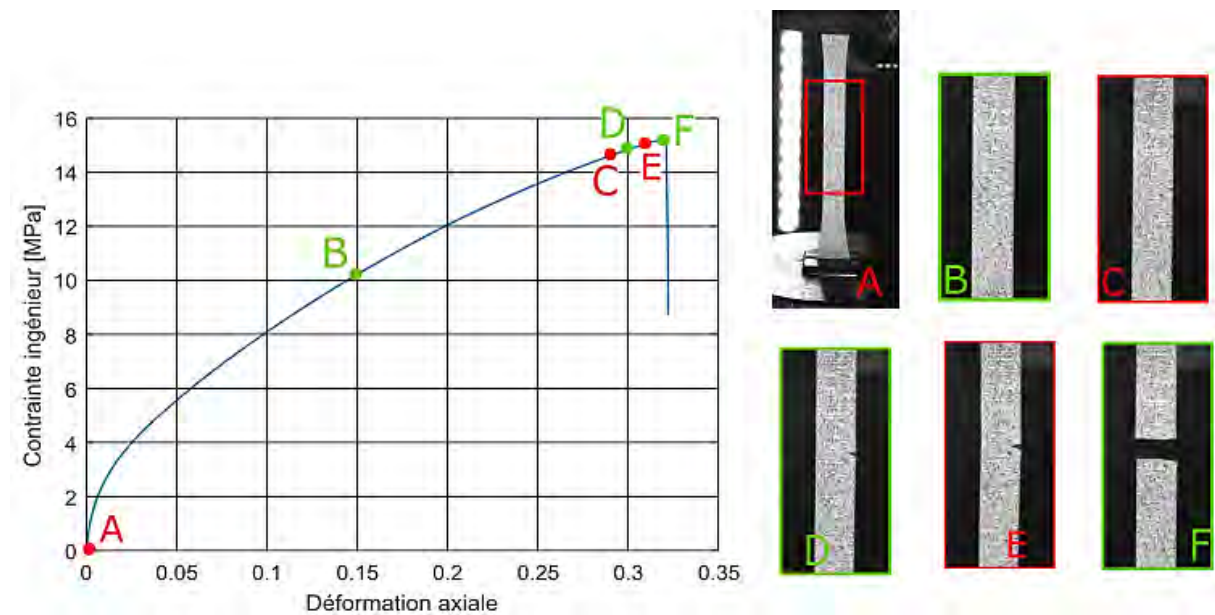


Figure 3.35 – Synchronisation de contrainte-déformation avec les images obtenues par le système DIC.

A l'aide du logiciel ImageJ, la longueur de la fissure a été mesurée pour différentes positions des défauts et indépendamment de la position et du type de défaut. La propagation est stable au début et très rapidement devient instable et fragile (Figure 3.36a et b).

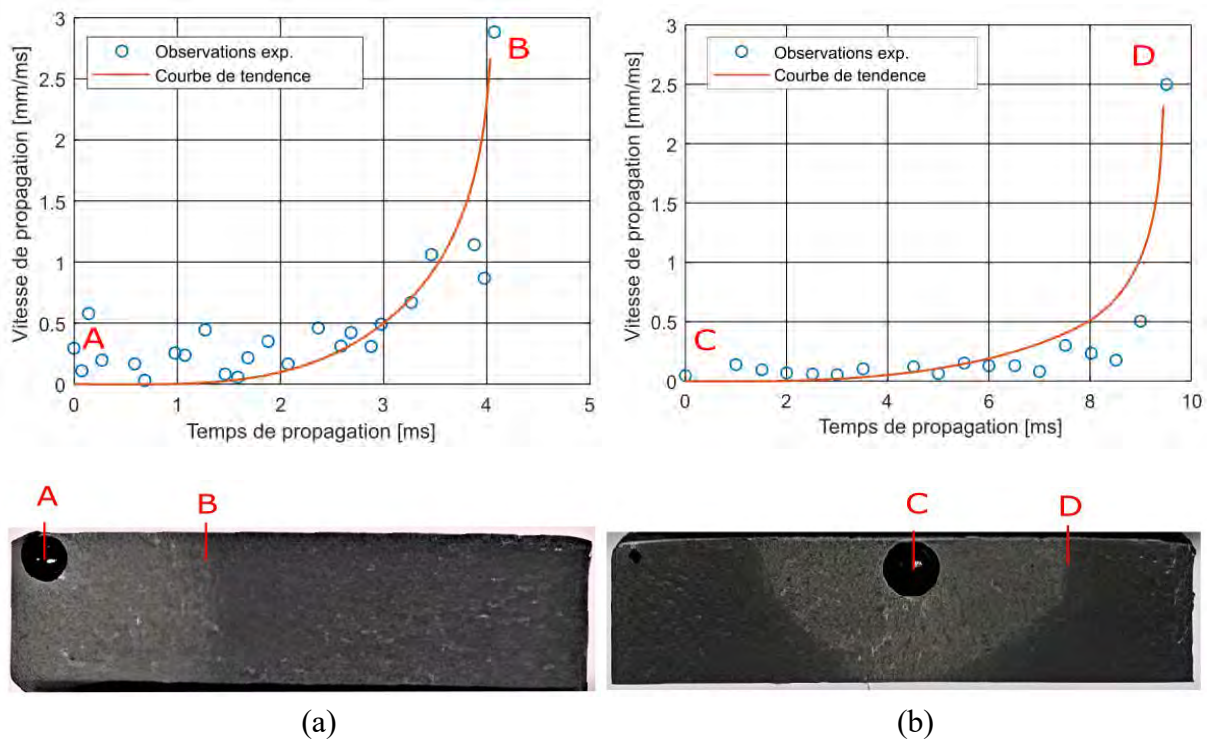


Figure 3.36 – Vitesse de propagation de la fissure pour une éprouvette non-entailé : (a) défaut au bord de l'éprouvette, (b) défaut au centre de l'éprouvette.

3.5.4.2. Analyse topologique des faciès de rupture

Les faciès de rupture ont été aussi analysés à partir des images du microscope confocal. Ces images ont été faites avec un zoom de 20x à partir du microscope confocal de Sensofar (modèle PLu neox) au Centre National d'Études Spatiales (CNES) de Toulouse. Les images confocales permettent, entre autres, de tracer un profil topologique de la surface étudiée. Ce profil topologique a mis en évidence l'impact du type de défaut sur l'amorçage de la fissure. La présence d'une bulle provoque un amorçage symétrique, soit sous la forme d'un pic ou d'une vallée centrée autour de la bulle (Figure 3.37a). La présence d'un amas de particules provoque un amorçage antisymétrique, c'est-à-dire qu'un côté va partir toujours en pic et l'autre toujours en vallée (Figure 3.37b).

Cet effet d'antisymétrie au moment de l'amorçage dans des amas de particules est dû à l'effet de cisaillement qui se produit pendant l'essai de traction. Comme il y a peu d'adhésif dans ces agglomérats, les particules se déplacent les unes sur les autres et provoquent alors la création de ces forces de cisaillement. Les images au microscope à balayage électronique (MEB) réalisées aussi à CNES montrent précisément ce scénario. La Figure 3.38 montre la distribution des particules dans un amas, avec un zoom de 757x. On peut noter qu'il y a très peu de liaison entre les particules et des liaisons sont aussi très faibles comparées à la résistance de l'adhésif.

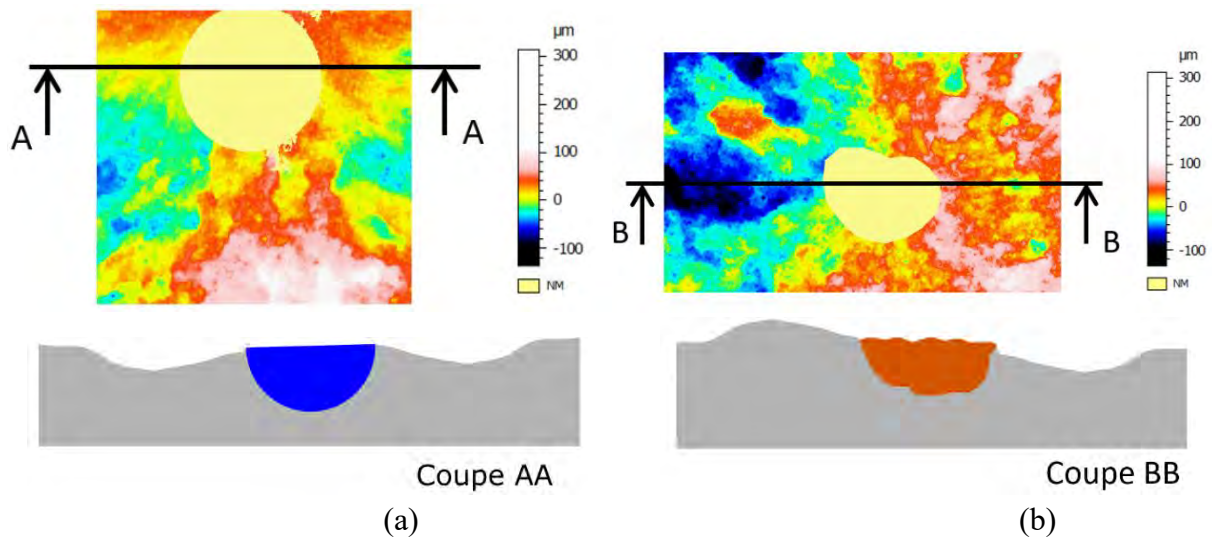


Figure 3.37 – Profil topologique des éprouvettes avec des défauts : (a) défaut du type bulle d’air, (b) défaut du type amas de particules.

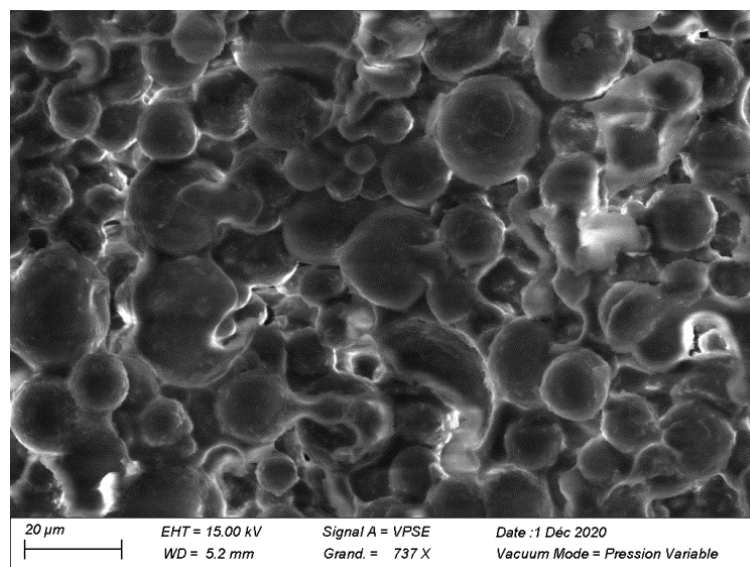


Figure 3.38 – Image d’un amas de particules sur une face rompue obtenue par microscope à balayage électronique au CNES de Toulouse.

Les faciès de rupture des éprouvettes ont été soumis à des analyses fractales à partir du microscope confocal. Parmi d’autres paramètres, cela permet d’obtenir l’échelle de complexité de la surface (Sm_{fc}). En termes simples, une surface plus complexe est une surface qui présente plus de relief (plus de pics et de vallées). Sur toutes les éprouvettes, deux zones ont été analysées, une dans la zone claire et une outre dans la zone foncée (Figure 3.39). La zone foncée présente toujours un Sm_{fc} plus grand que la zone claire ductile. En effet, avec une propagation plus stable l’adhésif a le temps de s’adapter et des micro-relaxations locales peuvent se produire, ce qui donne des copeaux plus longs. Tandis que dans la zone de propagation fragile

(zone foncée), le matériau n'a pas le temps de s'adapter et comme résultat, il y a la génération de plus des pics et vallées de plus faible amplitude.

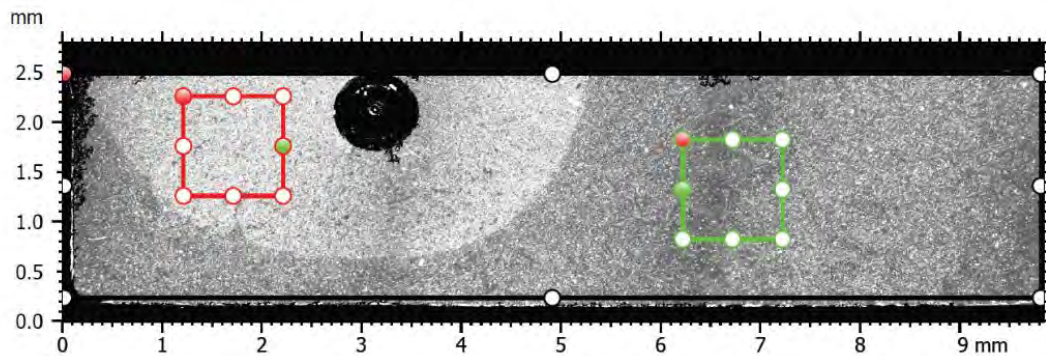


Figure 3.39 – Position des zones évaluées par analyse fractale.

3.5.5. Distribution des défauts 3D

Une fois que les éprouvettes ont été rompues, un des deux morceaux a été choisi et des images RX ont été prises. Un programme de traitement a été développé pour reconstituer le volume à partir des tranches de prises de vue et d'une analyse d'ensemble des pixels. Le volume de mesure a été défini comme 10mm x10mm x 2mm à partir de la face rompue, c'est-à-dire toute la largeur et l'épaisseur et 10 mm de la longueur à partir de faciès de rupture. La taille de pixel était de 10 μm et une moyenne de 5 images par point a été utilisée. Parmi les éprouvettes testées, seules 3 de chaque cas ont été photographiées au tomographe.

Après la reconstitution par le software RX Solutions, les slices ont été traités via le software Open Source ImageJ pour la visualisation 3D, avec l'application des filtres par seuil de gris, *threshold* en anglais. A partir de l'observation des volumes, on peut noter qu'il est possible de distinguer les amas des particules et des bulles d'air, en regardant leur format. Les bulles d'air sont parfaitement cylindriques (Figure 3.40a), alors que les amas des particules ont des formes plus indéfinies (Figure 3.40b).

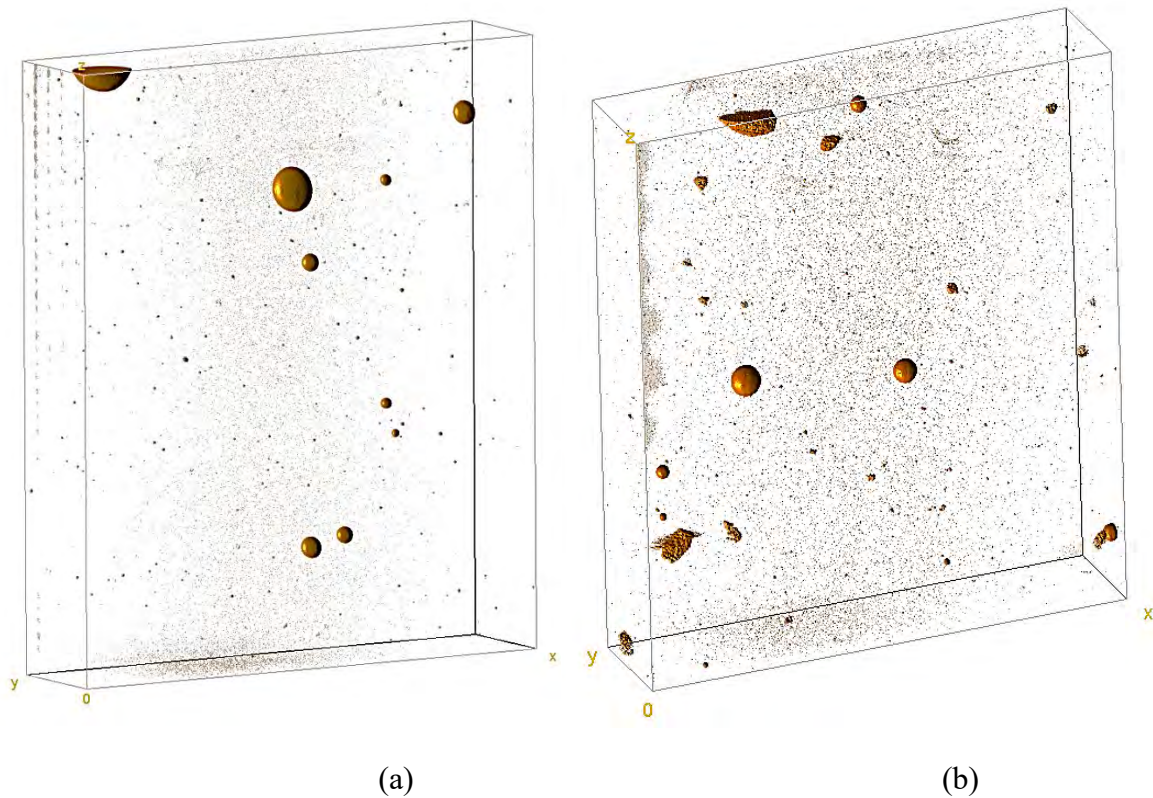


Figure 3.40 – Visualisation du volume 3D à partir des images RX : (a) Cas 10000 :0, (b) Cas 10000 :30.

A partir de cette différence de format, il est possible également de séparer les défauts et calculer ses pourcentages dans le volume. Cette séparation a été faite en utilisant un critère de circularité : 0 à 0.79 c'est un amas des particules et de 0.8 à 1 c'est une bulle d'air. Les particules solitaires n'ont pas été considérées dans le calcul, donc la taille de défaut minimale considéré a été de $0,004\text{mm}^2$.

La fonction d'analyse des particules d'ImageJ permet de calculer l'aire d'une zone, délimitée par des filtres, sur une tranche (Figure 3.41a). Cette aire calculée a été projetée de manière constante jusqu'à la prochaine tranche (Figure 3.41b) et le volume de tous les défauts ont été divisés par le volume total du volume de contrôle.

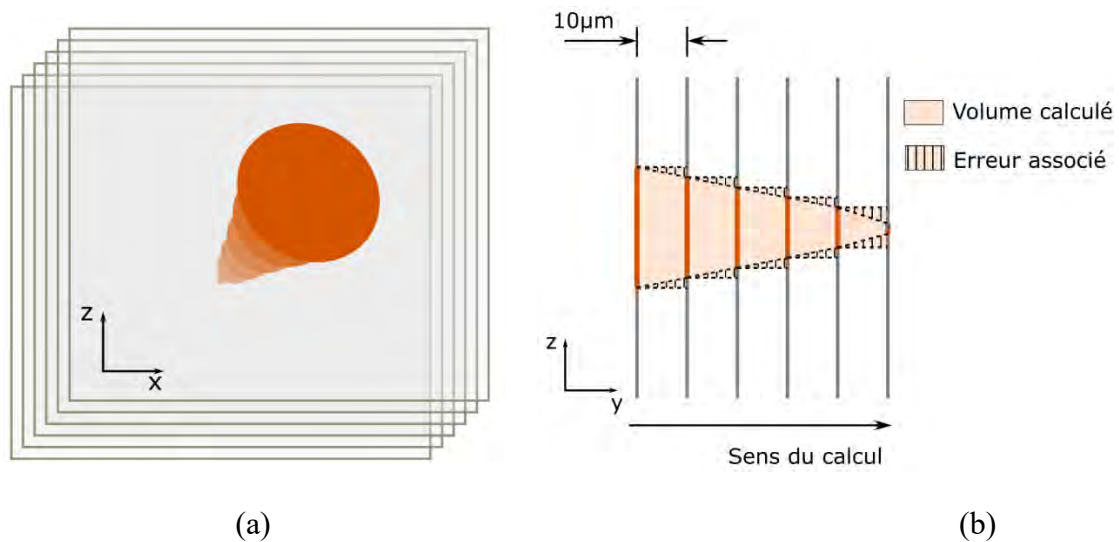


Figure 3.41 – Représentation schématique des slices après la reconstruction par RX-solutions : (a) visualisation d'un défaut dans l'espace, (b) calcul de volume.

L'erreur associée à cette approximation dépend du sens de calcul. La méthode choisie peut surestimer le volume, si le calcul est fait du diamètre plus grand au plus petit ou sous-estimé dans l'autre sens. Dans le cas de bulles d'air qui théoriquement sont parfaitement circulaires, l'erreur s'annule, mais pour les formes non circulaires, comme les amas de particules, ceci n'est pas le cas. Le Tableau 3.9 montre le taux de volume de défauts pour les cas 10000 :0 et 10000 :30. Les mesures ont été prises sur trois éprouvettes de chaque et les volumes analysés ont été toujours autour du défaut critique. Nous pouvons observer que le taux de bulle d'air sur les éprouvettes avec TEP est légèrement plus grand que sur les éprouvettes avec l'adhésif seul. Ceci est dû au protocole de fabrication, car les éprouvettes avec TEP sont mélangés deux fois, une fois pour homogénéiser l'adhésif et ensuite à nouveau pour mélanger les TEP.

Tableau 3.9 – Taux de défaut dans le volume

	10000 :0	10000 :30
% volume de bulles d'air	0,075 ± 0,03%	0,08 ± 0,05 %
% volume des amas de particules	-	0,05 ± 0,01 %

Au-delà de la détermination du volume occupé par des défauts, la visualisation du volume 3D permet aussi de mettre en évidence d'autres aspects de l'amorçage et de la propagation des fissures autour des défauts non-critiques. En observant les images des tranches parallèles à l'axe d'application de l'effort, on peut voir des prémices d'amorçage autour de plusieurs défauts. Sur les amas de particules, la fissure se propage toujours à l'intérieur des amas et suit la forme de l'amas (Figure 3.42).

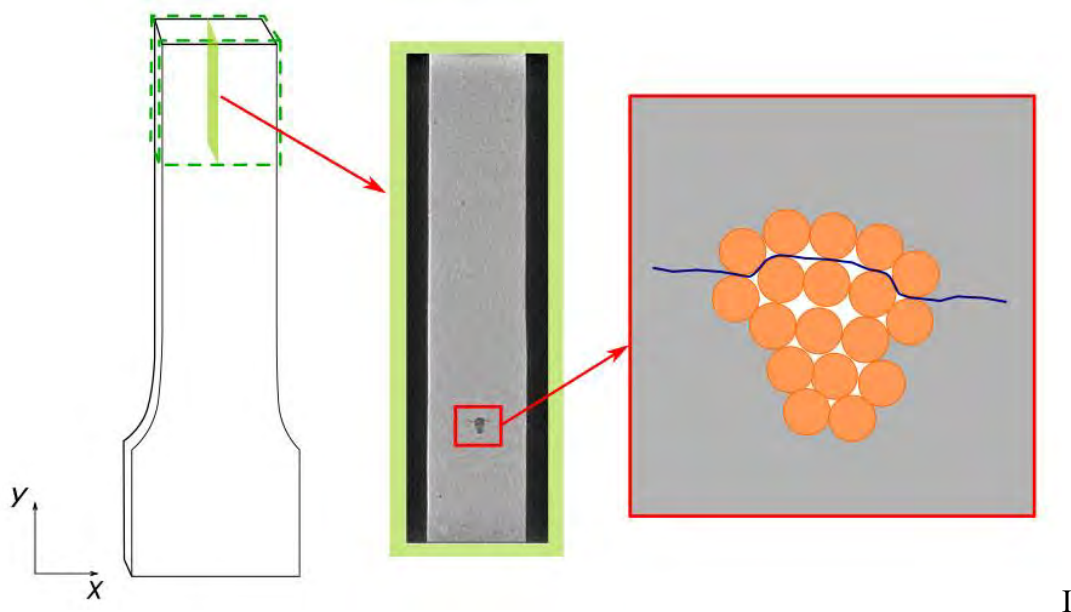


Figure 3.42 – Représentation schématique de l'amorçage dans un amas de particules.

Les résultats obtenus par différentes analyses montrent que la présence de très peu de particules avec formation des amas influence directement l'amorçage de la fissure avec la création des effets de cisaillement. En outre, pendant l'essai de traction il y a l'amorçage de microfissures partout et celle qui devient catastrophique dépend principalement de son aire et de sa position par rapport au centre de l'éprouvette dans la largeur. Il est aussi intéressant de noter que la présence des particules n'influence pas la forme de propagation, qui commence toujours ductile et devient fragile quand la vitesse de propagation de la fissure augmente et devient catastrophique.

3.6. Caractérisation du comportement en mode I en volume

Ainsi que sur la résistance à la traction, la thèse s'est intéressée à l'influence de l'ajout de particules, en priorisant l'étude sur le mode I de chargement afin de compléter les travaux de l'Université de Porto qui a déjà travaillé sur le mode II. Le comportement de l'adhésif en mode I de rupture a été caractérisé ici sous deux formes : en masse et en film mince. Ce dernier

sera abordé dans le chapitre suivant. Pour la caractérisation du comportement de l'adhésif en masse, nous avons utilisé des tests du type SENB (Single-Edge Notched Beam), qui sont décrits dans la norme ASTM D5045-14 (D5045-14, 2014). Nous présentons ici ces essais pour l'adhésif seul et pour l'adhésif contenant des TEP en proportion de 30 pour 1000 (1000 :30).

3.6.1. Protocole expérimental

Les essais SENB permettent de caractériser la propagation à partir d'une pré-fissure existante. L'éprouvette pré-entallée est sollicitée en flexion trois points par trois rouleaux sur lesquelles elle peut glisser librement. Chaque cylindre est maintenu en contact sur un support indéformable par des liens élastiques tendus. Le support inférieur est fixe, tandis que le support supérieur se déplace à une vitesse choisie. Lorsque l'éprouvette fléchit, sa surface supérieure se déplace et se déforme jusqu'à ce qu'elle arrive en contact avec le support. A ce moment-là, l'essai cesse d'être valable. En nous appuyant sur les résultats des essais de traction qui ont démontré un fort allongement avant rupture de l'adhésif EC2216, nous avons dimensionné le support afin que le contact de la surface supérieure des éprouvettes se produise après l'amorce et le début de la propagation de la fissure. De plus, nous avons dimensionné les diamètres des cylindres pour respecter la norme et pour éviter également l'enfoncement dans l'éprouvette en favorisant le glissement relatif. Le montage expérimental utilisé est montré sur la Figure 3.43. En plus des supports pour les cylindres, nous avons aussi utilisé une équerre pour assurer la perpendicularité de l'éprouvette (à droite sur l'image), qui a été enlevé avant le début de l'essai. Un système de capture d'image par stéréocorrélation (DIC 3D) a été aussi installé afin de permettre la mesure suivie de la longueur de la fissure et le calcul du champ de déplacement. Les essais ont été réalisés à une vitesse de 1 mm/min jusqu'au contact du support avec l'éprouvette.

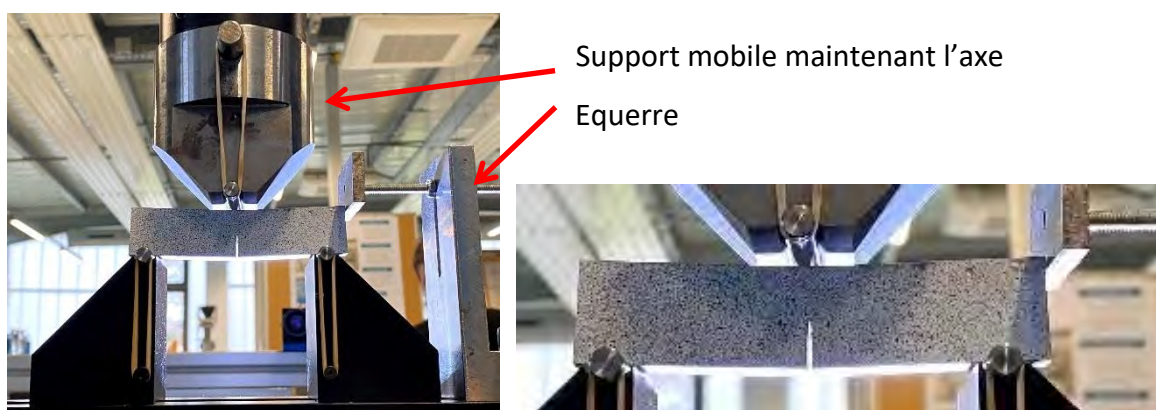


Figure 3.43 – Montage expérimental des essais SENB et positionnement des éprouvettes

Dans la thèse, les éprouvettes ont été fabriquées avec le même protocole déjà décrit du §3.3, avec les dimensions données dans le Tableau 3.2. Toutefois, cette fois-ci, la pression a été recalculée à partir du volume de matière déposé afin d'assurer les mêmes conditions de fabrication. De plus, les cadres externes ont été remplacés par des cadres en bois recouverts de film téflon, pour permettre la fabrication des plaques de 20 mm de hauteur. La pré-fissure a été créée à l'aide d'une scie au fil de diamant, avec un diamètre de 300 μm , ce qui provoque la création d'une fissure ayant une pointe plutôt arrondie.

L'augmentation de dimensions de la plaque fabriquée a augmenté aussi la quantité de bulles d'air, ce qui peut être aussi expliqué par la réduction des espaces d'échappement d'air. Même si la formation des bulles dans ce cas a été observée, ces bulles ont été plutôt concentrées sur la partie supérieure (Figure 3.44a) et la zone de la propagation n'était pas affectée.

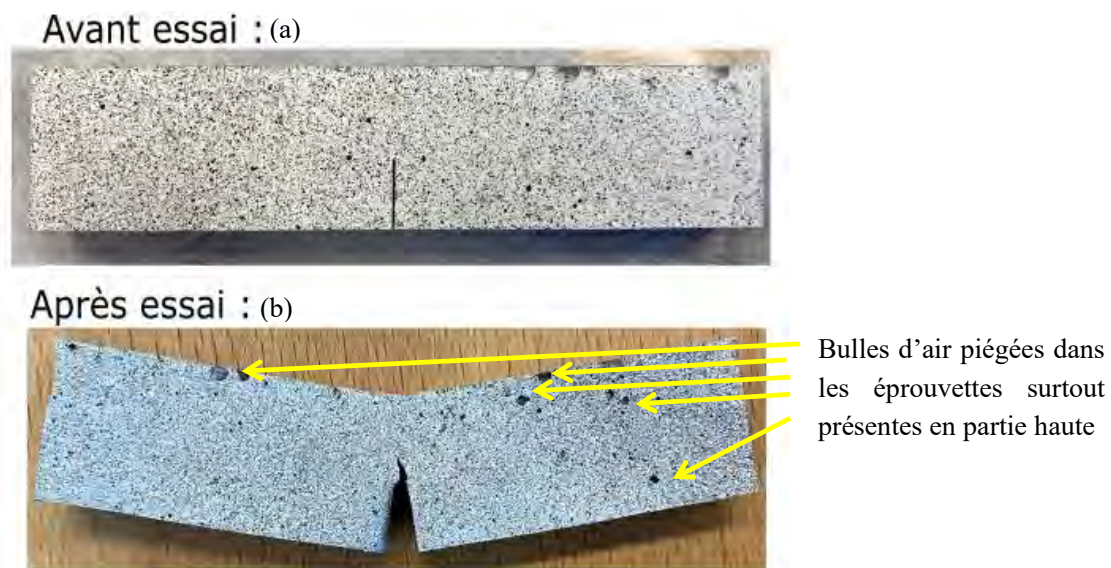


Figure 3.44 – Essais SENB : (a) éprouvette avant et (b) après essai.

3.6.2. Influence de la distance entre appuis

Le déplacement maximal auquel l'essai est valable est limité par la distance entre le support supérieur du cylindre et l'éprouvette comme expliqué plus haut. La flexion de l'éprouvette et, par conséquent, la concentration des contraintes sont proportionnelles à la distance entre les cylindres d'appui, qui, selon la norme, doit être égale à 4 fois la hauteur de l'éprouvette, soit 80 mm pour nos éprouvettes de 20 mm de hauteur. Un premier essai a été effectué avec la distance de 80 mm (Configuration A). L'éprouvette n'a pas fléchi suffisamment sur le support (Figure 3.45a) pour faire apparaître une zone de propagation claire de la pré-entaille avant le contact avec le support (Figure 3.45b). Une deuxième configuration a été testée, mais cette fois avec une distance entre axes de 70 mm (Configuration B) et le résultat a été une propagation claire avec la possibilité de calculer le taux de restitution d'énergie critique en mode I.

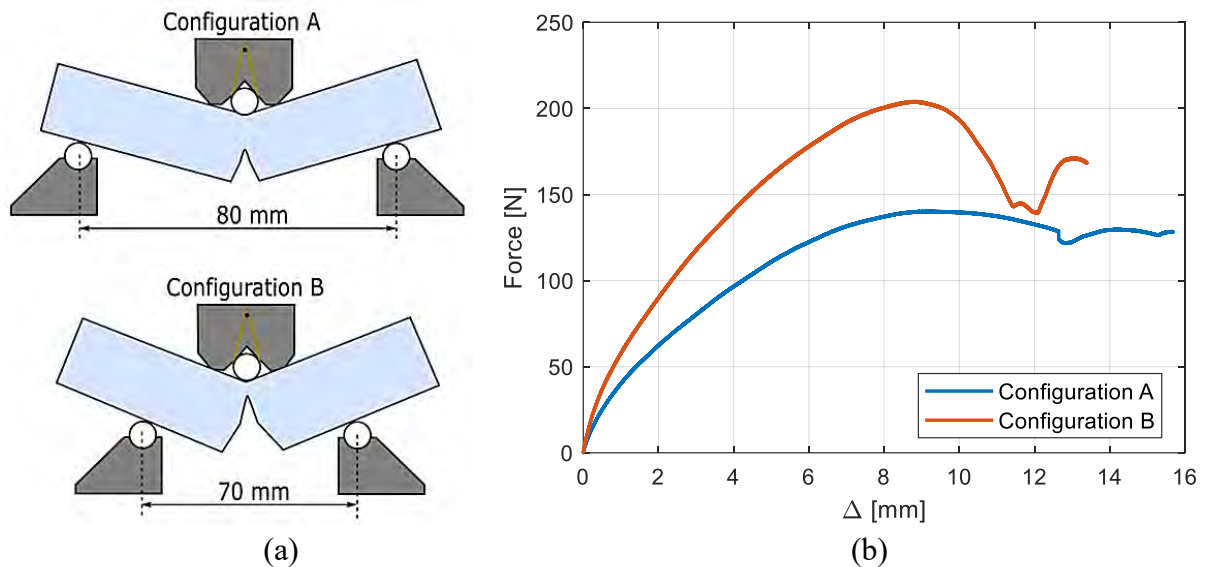


Figure 3.45 – Configurations testées avec des différentes distances entre appuis : (a) Schéma des deux configurations, (b) Courbe force versus déplacement de la traverse pour chaque configuration.

Ces premiers tests ont été réalisés dans le cadre d'un projet de fin d'année par les étudiants du Mastère Spécialisé en *Aeronautical and Space Structures*, dans le but de comprendre l'influence de la distance entre les supports. Par conséquent, les essais pour le calcul du taux de restitution d'énergie seront réalisés avec une distance de 70 mm et les analyses seront effectuées dans la zone de propagation avant le premier contact entre l'éprouvette et le support supérieur.

3.6.3. Taux de restitution d'énergie et ténacité en mode I

Une campagne d'essais a été réalisée en période diurne avec une température ambiante de 26°C et deux cas ont été testés 10000 :0 et 10000 :30 (5 éprouvettes utile de chaque). Pour le cas 10000 :0, on peut noter des différences entre les premiers essais et ces derniers (si on regarde le niveau d'effort), qui comme pour les essais de traction quasi-statique présentent un changement de pente avec la dépendance de la température ambiante (Figure 3.46). Bien que la température de la salle soit contrôlée, la sonde est assez éloignée de la zone d'essai. De plus, la présence d'un éclairage et des opérateurs peuvent également entraîner des écarts dans les résultats. Nous avons donc choisi de présenter l'ensemble des résultats sous la forme d'une enveloppe de réponse.

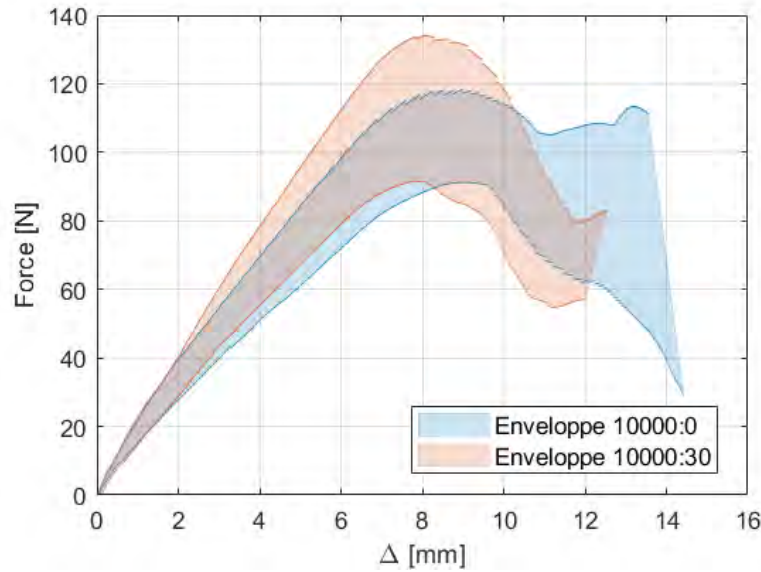


Figure 3.46 – Courbes déplacement la traverse versus force pour les essais SENB.

Pour les deux cas, le comportement se compose d'une première partie plutôt linéaire, suivie d'une augmentation non linéaire de l'effort jusqu'à une valeur maximale. A partir de ce point, il y a une réduction de la force résultante et la propagation de la fissure peut être observée. L'ajout des particules dans l'adhésif provoque une augmentation de la force maximale nécessaire pour amorcer la propagation. Pour ce type de chargement, les particules libres semblent avoir plus d'influence que celles enveloppées dans les amas particules, pour les cas où le trajet de propagation de la fissure ne croise pas un amas. En effet, le montage a pour objet de forcer la direction de propagation de la fissure à partir de la zone d'amorce qui est localisée en fond d'entaille, alors qu'en traction la rupture était amorcée sur les amas. Lorsque la fissure se propage sans croiser un amas, cet essai force la fissure à contourner des particules seules ou des très petits amas pour se propager, ce qui demande moins d'effort que pour les casser.

Pour calculer le taux de restitution d'énergie nous avons utilisé la méthode des aires, qui effectue le ratio entre l'énergie dissipée entre 2 points de propagation à la variation de surface de fissure, comme illustré sur la Figure 3.47. La longueur de la fissure au cours du temps (Δa) a été obtenue grâce à la corrélation des images par distinction des tons de gris (Allaer et al., 2015), en utilisant le logiciel open source ImageJ.

Le taux de restitution d'énergie critique en mode I :

$$G_{Ic} = \frac{A_i}{B\Delta a} \quad \text{Eq. 3.15}$$

où B est la largeur de l'éprouvette, Δa est la variation de longueur de la fissure et A_i est l'aire sous la courbe de force déplacement calculée.

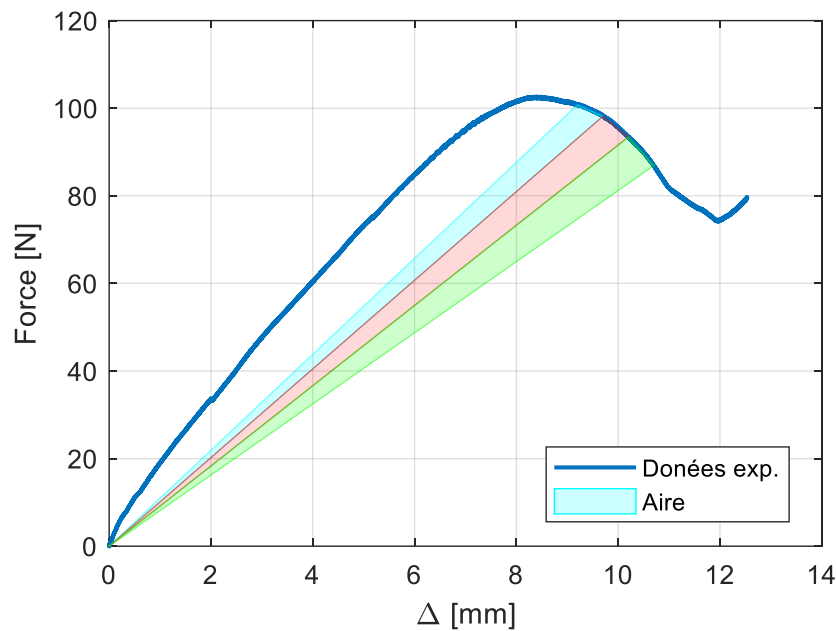


Figure 3.47 – Méthode des aires pour calculer le taux de restitution d'énergie critique en mode I.

À cette fin, quatre points se trouvant sur la partie correspondant à la propagation ont été choisis arbitrairement et le G_{Ic} obtenu pour l'ensemble des tests SENB réalisés est montré sur le Tableau 3.10.

Tableau 3.10 -Taux de restitution d'énergie en mode I en volume.

	10000 :0	10000 :30
G_{Ic} en volume	$4,31 \pm (0,58)$ N/mm	$4,62 \pm (1,07)$ N/mm

Le taux de restitution d'énergie trouvé est légèrement supérieur pour le cas avec particules mais restent dans l'incertitude de mesure l'un de l'autre.

Dans les deux cas, la propagation de la fissure est stable pendant tout l'essai. Par contre les conclusions sur ces essais ne peuvent pas être extrapolées, car les essais avec les particules présentent une variabilité importante. Aussi, les essais ont été réalisés sur une seule température, donc pour comprendre mieux cet effet, il faut réaliser plus d'essais à différentes températures.

3.7. Prédiction du comportement par modèle numérique en traction

L'adhésif EC2216 est très dépendant de la température, principalement dans la plage entre 18 à 23°C, comme montré dans les paragraphes précédents. Une des principales difficultés trouvées a été comment représenter cette variabilité des propriétés. Mais aussi, comment représenter la variabilité du comportement non dû à la dépendance à la température, mais à la présence des défauts, comme des amas des particules (défauts désirés) ou des bulles d'air (défauts non désirés mais éliminables avec un procédé de mélange adapté).

Ne pouvant pas contrôler la distribution ou la taille des défauts désirés que sont les amas, et ne souhaitant pas limiter l'usage de l'adhésif seul dans une plage de températures seule, nous avons choisi de représenter la variabilité des résultats à l'aide d'une distribution probabiliste du type Weibull définie à partir d'un ensemble de courbes contrainte x déformation.

Les essais numériques ont été faits sur deux types de modèles numériques. Le premier modèle considère le matériau homogène et avec les propriétés maximales de l'enveloppe expérimentale trouvées et présentées dans les paragraphes précédents. Le deuxième modèle numérique prend en compte la distribution des défauts dans la zone utile de l'éprouvette à partir de la distribution des propriétés dans la distribution de Weibull identifiée à partir des essais présentés aux paragraphes précédents.

Notre objectif dans ce paragraphe est de montrer la démarche du développement d'un modèle de simulation capable de prendre en compte les imperfections ou défauts qui peuvent apparaître lors de la fabrication. Nous analysons la façon dont ces défauts peuvent entraîner un amorçage précoce et produire des mécanismes de rupture variés, dépendant de leurs positions ou leurs tailles. Le modèle numérique explicite développé cherche à reproduire les essais de traction unidimensionnelle quasi-statique et a été développé avec le code LS-DYNA®.

3.7.1. Modèle numérique avec les propriétés uniformes

3.7.1.1. Description du modèle numérique et d'analyse de résultats

Cherchant à reproduire les essais quasi-statiques, la géométrie modélisée a été celle des éprouvettes de cet essai donnée dans le Tableau 3.3 (voir Figure 3.48). L'éprouvette a été divisée en 5 zones, qui sont représentées par différentes couleurs sur l'image. Les zones 1 et 5 correspondent aux zones enfermées dans les mors, les talons. Les zones 2 et 4 sont les zones intermédiaires entre la zone utile et les mors. A la fin, la zone 3 représente la zone utile de l'éprouvette. Afin d'éviter l'utilisation des contacts, le maillage est continu avec des nœuds communs entre deux zones consécutives. Un plan de section numérique a été défini (LMN sur la figure en dessous), afin de calculer et d'archiver les forces de réaction. Le maillage est

volumique et utilise des éléments à 8 nœuds et 3 degrés de libertés par nœud. La formulation par défaut à un point d'intégration est utilisée pour réduire les temps de calcul. Les éléments de la zone 3 ont une dimension d'arête de 0,5 mm dans le plan. Il y a 4 éléments dans l'épaisseur.

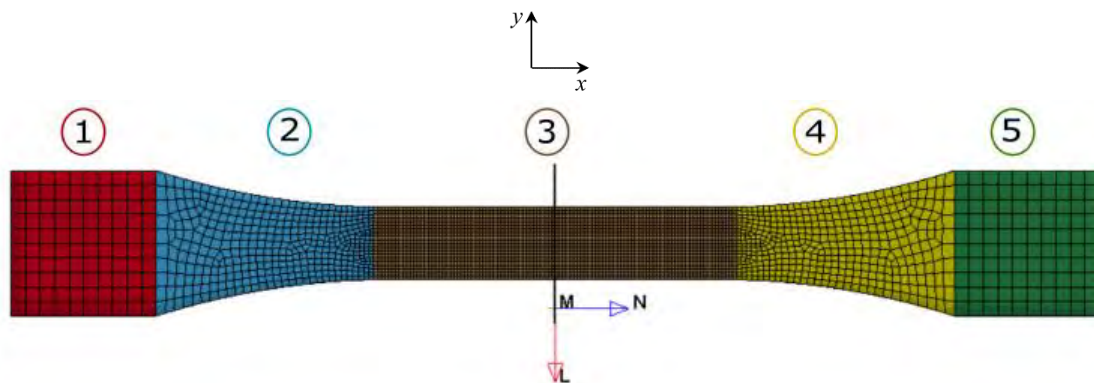


Figure 3.48 – Géométrie du modèle numérique de prédiction du comportement de l'adhésif EC2216 à la température ambiante.

Les calculs numériques ont été réalisés sur des machines de calculs dédiées avec 32 processeurs de 3.20GHz avec 129 Gb de memory RAM totale.

La première hypothèse faite est de considérer que les zones 1 et 5 ne se déforment pas car elles sont emprisonnées par les mors. Donc ces deux zones ont été modélisées comme indéformables. La partie 1 est bloquée en x, et sur la partie 5, il est appliqué la vitesse de 50 mm/min. Bien qu'indéformables, les zones maillées 1 et 3 doivent avoir des propriétés matériaux élastiques définies. Nous les avons choisies à partir du module de cisaillement initial et du coefficient de Poisson des zones déformables.

Les parties de 2 à 4 dans ce premier modèle ont les mêmes propriétés et sont représentées par la même loi de comportement que la zone utile 3. L'adhésif EC2216 présente un comportement viscoélastique qui peut être modélisé par plusieurs lois de comportement, chacune avec sa propre formulation. Les lois de comportement éligibles pour ce modèle ont été choisies à partir des données d'entrée nécessaires et disponibles, dans notre cas : Mooney Rivlin (MAT27), Frazer Nash (MAT31), loi hyperélastique (MAT77H) et Ogden (MAT31) de LS-DYNA®. Nous comparons les différentes lois éligibles dans le paragraphe qui suit.

Le Tableau 3.11 montre un résumé des informations du modèle numérique homogène sur lequel l'influence des paramètres a été étudiée.

Tableau 3.11 – Informations sur le modèle numérique de départ par partie.

Partie	MAT	Taille des éléments	Quantité d'éléments	Conditions aux limites
1	MAT_20 (Rigid)	2 mm	1600	$u_x = 0$
2	MAT_027 (Mooney-Rivlin) ou MAT_031 (Frazer Nash) ou MAT_077_H (Hyperélastique) ou MAT_031_O (Ogden)	variable	1600	-
3		0,5 mm	8000	-
4		variable	1600	-
5	MAT_20 (Rigid)	2 mm	1600	$v_x = 50$ mm/min

3.7.1.2. Choix de la loi de comportement adoptée

A partir de la donnée d'une courbe contrainte-déformation ingénieur d'un essai de traction uniaxiale, un outil du code de calcul LS-DYNA® permet de calculer les coefficients d'entrée de chacune des lois de comportement. Pour étudier l'influence de la loi de comportement adoptée, nous avons choisi la courbe expérimentale de l'éprouvette avec la contrainte à la rupture la plus haute (courbe A de la Figure 3.9).

La contrainte ingénieur numérique est obtenue en divisant la force résultante calculée par le code dans la section par la section initiale. La déformation numérique comparée à la déformation des essais a été calculée à partir du déplacement des deux points comparables aux points blancs des essais au début et à la fin de la zone utile de l'éprouvette (voir Figure 3.11). La Figure 3.49 montre la localisation de ces deux points dans le modèle, ainsi que la localisation du plan de section où les efforts ont été calculés. La longueur initiale de la zone utile de l'éprouvette est de 50 mm et la section initiale de 20 mm².

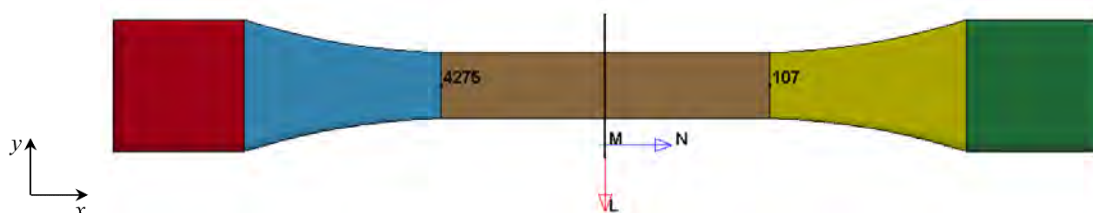


Figure 3.49 – Position des points de sortie des résultats.

L'adhésif EC2216 présente un comportement élastique non linéaire où l'apparition de la fissure se passe plutôt à la fin de l'essai avec une propagation stable très courte et une rupture fragile (Figure 3.35). A partir de l'analyse de ces résultats, nous avons fait l'hypothèse dans le modèle numérique que la fracture est fragile dès que la limite est atteinte. Pour représenter l'emballement de la rupture, la rupture numérique a été établie sur un critère d'érosion sur la

contrainte principale maximale. Il est important de noter que ce critère utilise la contrainte numérique vraie et non la contrainte ingénieur. Donc la limite d'érosion a été définie à partir des valeurs d'essais par :

$$\sigma_{\text{érosion}} = \sigma_{\text{max_exp}} (1 + \varepsilon_{a_max_exp}) = 30,436 (1 + 0,497) = 45,56 \text{ MPa} \quad \text{Eq. 3.16}$$

Les paramètres d'entrée des lois de comportement sont la courbe contrainte déformation obtenue expérimentalement, le module de cisaillement initial, la masse volumique ρ , le coefficient de Poisson et le degré du polynôme pour l'approximation de la courbe d'entrée. Sur le Tableau 3.12 il est possible de consulter les propriétés mécaniques utilisées comme données d'entrée avec leurs valeurs respectives. Parmi ces quatre paramètres, seul le coefficient de Poisson n'était pas basé sur des valeurs trouvées dans la littérature. La valeur de 0,49 a été définie à partir des consignes du manuel de LS-DYNA pour certaines lois de comportements incompressibles, en particulier celles que nous avons évaluées (Livermore Software Technology Corporation (LSTC), 2016).

Tableau 3.12 – Propriétés mécaniques utilisées pour les modèles numériques.

Paramètre	Valeur	Références
Masse volumique (ρ)	0,001335 g/mm ³	(3M Scotch-Weld, 2018)
Coefficient de Poisson (ν)	0,49	-
Module de cisaillement (G)	342 MPa	(3M Scotch-Weld, 2018)
Module d'Young (E)	70 MPa	(Côté & Desnoyers, 2011)

La Figure 3.50 montre les courbes numériques de contrainte déformation ingénieur obtenues pour les quatre lois de comportements testées.

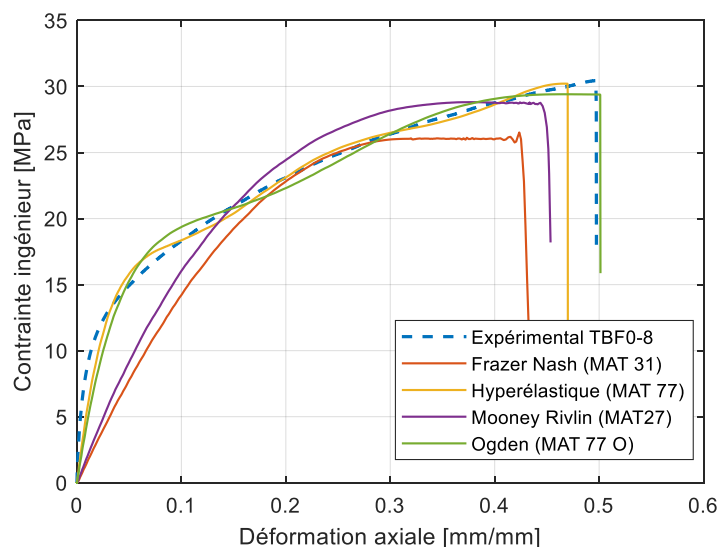


Figure 3.50 – Evolution de la contrainte x déformation pour différentes lois de comportements testées.

Les lois de comportements Mooney-Rivlin et Frazer-Nash sous-estiment la contrainte dans la phase initiale de déformation et ne représentent pas la limite à rupture ni en contrainte, ni en déformation. Les lois du type Ogden et Hyperélastique ont des approximations très proches, par contre la loi Hyperélastique sous-estime la limite de déformation à la rupture. En conclusion, parmi ces lois de comportement éligibles, la loi Ogden est la plus adaptée, car elle a une bonne approche de la courbe pendant la phase d'étirement et représente bien la déformation à la rupture (1,95% d'écart) et la contrainte à la rupture (5,1% d'écart).

Le modèle de comportement Ogden, modélise le caoutchouc comme un matériau incompressible avec une d'énergie de déformation qui est fonction du volume relatif :

$$W^* = \sum_{j=1}^N \frac{\mu_j}{\alpha_j} (\lambda_1^{*\alpha_j} + \lambda_2^{*\alpha_j} + \lambda_3^{*\alpha_j} - 1) + K(J - 1 - \ln J) \quad \text{Eq. 3.17}$$

Où $\lambda_{1,2,3}^*$ sont les allongements principaux sans les effets volumiques, J est le volume relatif et μ_j et α_j sont des constantes associées à des propriétés matériaux. Ces propriétés matériaux sont calculées à partir d'une courbe expérimentale donnée et j représente la quantité de constantes nécessaires utilisées pour approximer la courbe d'entrée, c'est-à-dire le « degré du polynôme ». Nous avons évalué ci-dessous l'influence du coefficient de Poisson et du degré du polynôme d'approximation.

La Figure 3.51a montre les courbes numériques de contrainte déformation obtenues en comparaison avec la courbe expérimentale d'entrée pour différentes valeurs du coefficient de Poisson et la Figure 3.51b pour différents degrés de polynôme d'approximation.

Le coefficient de Poisson n'a pas d'influence significative pour des valeurs entre 0,49 et 0,495. A partir de 0,497, il y a des erreurs numériques qui apparaissent et entraînent une sous-estimation de la limite à la rupture. La valeur de 0,49 sera maintenue.

Le degré du polynôme a beaucoup d'influence sur le comportement du matériau. Les degrés de 1 à 3 sous-estiment le comportement lors de tout l'essai. Les polynômes avec les degrés de 7 et 8 font une bonne approximation du début de la courbe, mais la déformation à la rupture calculée est la moitié de celle obtenue expérimentalement. Les courbes avec les degrés 4 et 6 se superposent et ce sont celles qui donnent une meilleure approximation des résultats. Afin de réduire la durée des calculs, nous choisissons de conserver le degré 4.

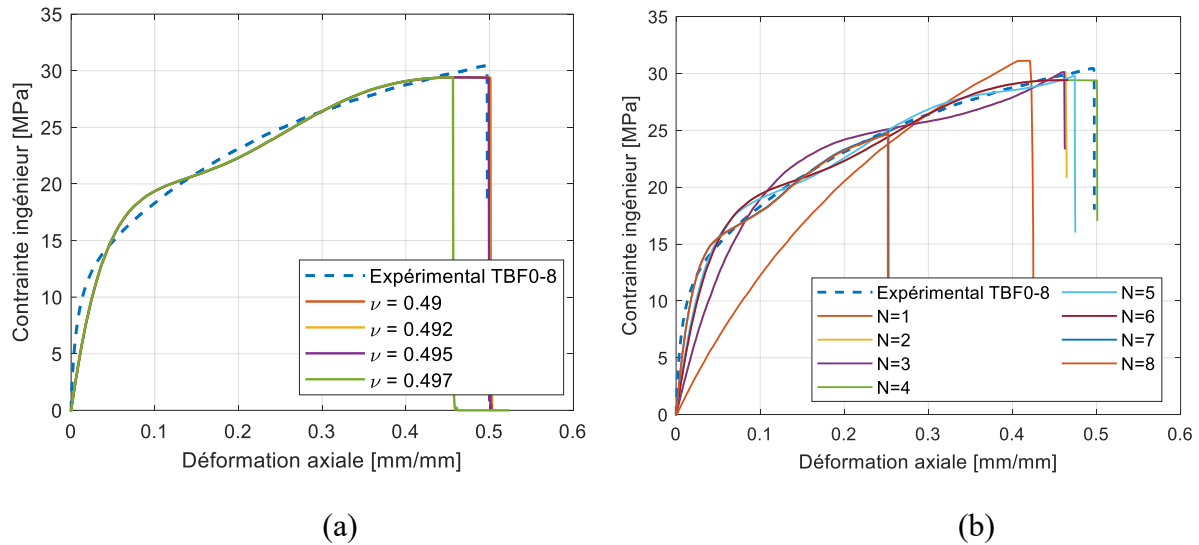


Figure 3.51 – Influence des paramètres de la loi de comportement : (a) coefficient de Poisson, (b) degré du polynôme.

A partir des simulations réalisées sur un modèle uniforme, nous avons choisi les propriétés du modèle qui représentent selon nous le mieux l'essai expérimental d'entrée. Le modèle avec distribution de propriétés présenté dans le paragraphe suivant utilisera la loi de comportement Ogden, avec le coefficient de Poisson égal à 0,49 et toujours quatre constantes pour le polynôme d'approximation.

3.7.2. Modèle numérique avec distribution de propriétés de l'enveloppe complète

Le modèle de distribution des propriétés via une distribution de probabilité est appliqué classiquement pour l'endommagement ou la fragmentation des matériaux céramiques. Pour des matériaux fragiles, de type céramiques ou sols par exemple, l'analyse de la rupture est souvent mise en relation avec la microstructure en termes de densité des défauts et de distribution de la contrainte de rupture associée. Denoual, Forquin et Hild ont proposé un modèle appelé DFH, qu'est basé sur la distribution aléatoire des défauts présents depuis la fabrication et qui peuvent être amorcés de manière simultanée (Hild et al., 2003). Ce modèle qui s'appuie sur une distribution de Weibull a servi de base pour le modèle appelé CTC développé par Tristan Camalet pour des applications de tenue de céramique à des sollicitations très rapides (Camalet, 2020). Afin de représenter la distribution des défauts qui sont les sites d'amorçage des ruptures, nous allons utiliser une distribution de Weibull. Pour représenter la rupture rapide après l'amorçage simultané possible de plusieurs fissures par la distribution de Weibull, nous allons de plus faire l'hypothèse que la rupture est fragile dans un volume élémentaire représentatif.

3.7.2.1. Distribution des propriétés variables

La qualité de la représentation discrète d'une distribution dépend en premier lieu de la quantité de valeurs adoptées. Afin de comprendre cette influence, nous avons généré des valeurs aléatoires de contraintes à la rupture du cas 10000 :0 (Tableau 3.7) suivant une distribution de Weibull. A partir de ces valeurs, nous avons calculé la fréquence normalisée et comparé avec la densité de probabilité de cette distribution, comme il est possible voir sur la Figure 3.52. Les barres bleues sont des histogrammes des valeurs aléatoires générées à partir de la distribution de Weibull, qui, elle, est représentée par la ligne rouge.

Nous pouvons constater qu'à partir d'une population de 1000 valeurs aléatoires, on commence à reproduire la distribution (Figure 3.52c), mais ce n'est qu'à partir de 10000 valeurs que l'on représente correctement la distribution.

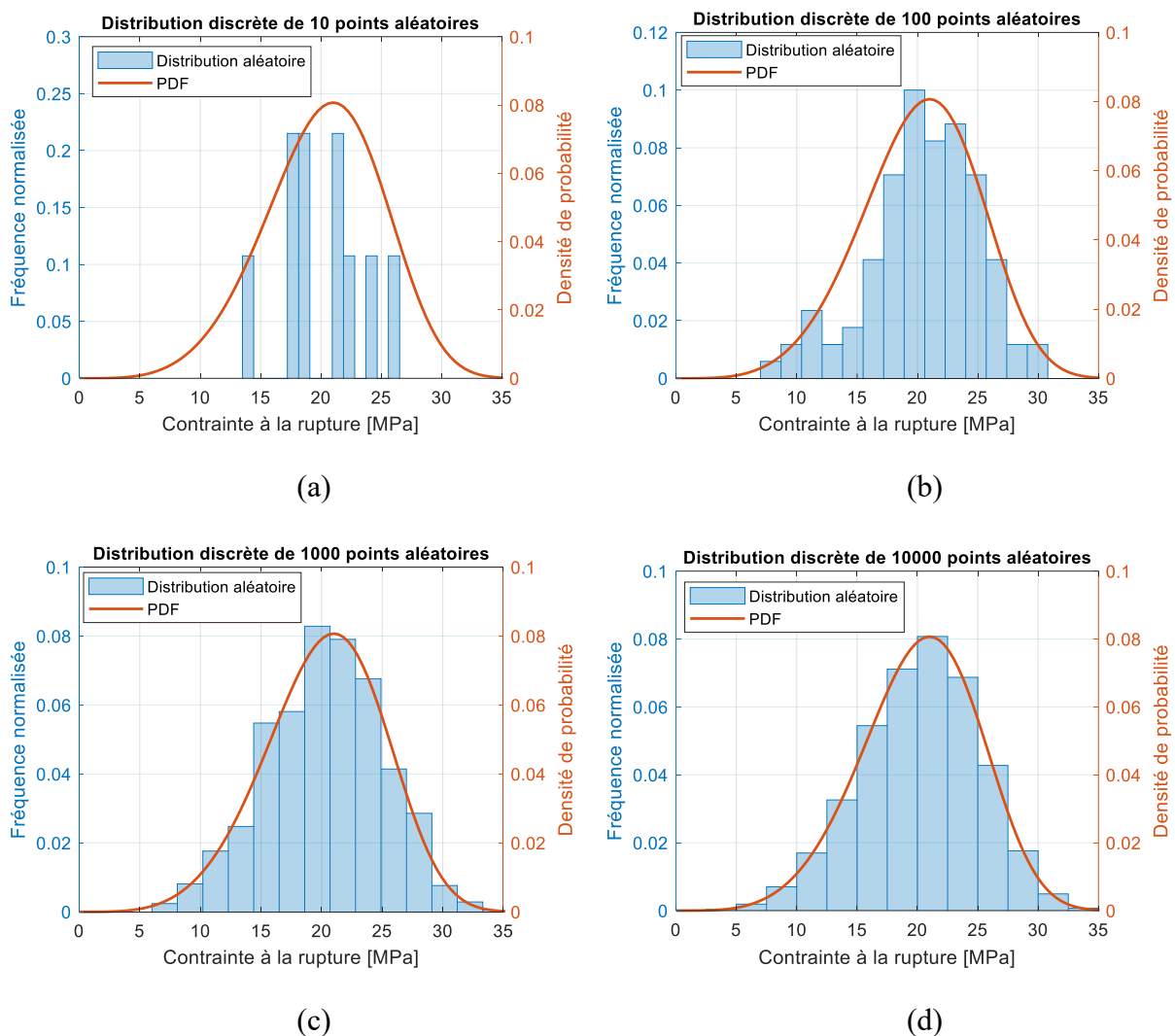


Figure 3.52 – Distributions valeurs aléatoires générés à partir d'une loi de Weibull : (a) 10 éléments, (b) 100 éléments, (c) 1000 éléments, (d) 10000 éléments.

L'analyse de l'influence du nombre de valeurs d'échantillonnage pour représenter une distribution nous a permis d'établir une valeur minimale de 1000 valeurs différentes. C'est-à-dire que la zone maillée avec des propriétés distribuées aura au moins 1000 propriétés différentes.

Or comme nous l'avons vu au §3.5.2.2, l'adhésif EC2216 présente une variabilité des contraintes à rupture et des déformations à rupture. Dans le paragraphe suivant, nous évaluons la capacité du modèle à reproduire l'enveloppe des essais selon que l'on utilise l'une ou l'autre distribution.

3.7.2.2. Construction du modèle

La géométrie utilisée pour le modèle de distribution des propriétés est la même que celle décrite dans la section précédente (Figure 3.48). Les propriétés des zones 1, 2, 4 et 5 restent inchangées par rapport à la description du § 3.7.1. La distribution des propriétés a été faite uniquement dans la zone utile (3). Cette hypothèse est conforme au protocole d'analyse expérimental, puisque toutes les éprouvettes qui se sont rompues en dehors de la zone utilisée n'ont pas été prises en compte dans les analyses.

La géométrie a été créé sur LS-DYNA® et l'affectation des propriétés a été faite à partir d'un code MATLAB développé qui lit le fichier créé avec une distribution uniforme, et change le numéro de « part ». Chaque part est associée à une propriété différente qui inclut un matériau et une valeur d'érosion différents. Chaque part différente est affectée à un plusieurs d'éléments qui partagent en suivant les distributions de Weibull identifiées au §3.5.2.2 La Figure 3.53 illustre le principe de construction du modèle avec une distribution des propriétés.

A partir des essais de traction quasi-statique, nous avons l'enveloppe des courbes de contrainte en fonction de la déformation axiale (1). Les courbes sont utilisées pour obtenir la distribution des limites à la rupture, en termes de contrainte et déformation, qui sont approchées par des distributions probabilistes du type de Weibull (2). A partir des paramètres d'échelle et de forme, nous pouvons obtenir des nombres aléatoires pour la distribution de Weibull de la contrainte et de la déformation à rupture (3). Ces valeurs générées ont été utilisées pour estimer les facteurs multiplicateurs α_1 et α_2 par les relations suivantes :

$$\alpha_1(i) = \frac{\sigma_{\max_Weibull}(i)}{\sigma_{\max_TBF0-8}} \quad \text{Eq. 3.18}$$

$$\alpha_2(i) = \frac{\varepsilon_{\max_Weibull}(i)}{\varepsilon_{\max_TBF0-8}} \quad \text{Eq. 3.19}$$

où les variables $\sigma_{\max_Weibull}(i)$ et $\varepsilon_{\max_Weibull}(i)$ sont les valeurs de la limite à la rupture obtenus à partir de la distribution de Weibull pour une tirage i et σ_{\max_TBF0-8} et $\varepsilon_{\max_TBF0-8}$ sont les valeurs de la limite à la rupture obtenus expérimentalement pour l'éprouvette TBF0-8.

Ces valeurs sont également utilisées comme facteurs multiplicatifs des courbes de comportement. La courbe d'entrée expérimentale (4) de toutes les parts est celle de l'éprouvette avec la contrainte à la rupture la plus haute (TBF0-8). Un facteur multiplicateur est appliqué pour chaque part afin d'obtenir une courbe de comportement différente. En considérant que la courbe expérimentale de TBF0-8 à j points, la courbe de contrainte - déformation axiale calculé pour une part i , est obtenue par :

$$\sigma_{calculé} = \sigma_{TBF0-8}(j) \alpha_1(i) \quad \text{Eq. 3.20}$$

$$\varepsilon_{calculé} = \varepsilon_{TBF0-8}(j) \alpha_2(i) \quad \text{Eq. 3.21}$$

Les facteurs $\alpha_1(i)$ et $\alpha_2(i)$ sont rentrés dans le keyword de LS-DYNA® «*DEFINE_CURVE» comme des multiplicateurs de l'abscisse et de l'ordonnée (5). Lorsque le calcul numérique est fini, nous obtenons la contrainte à rupture comme la force maximale calculée à rupture rapportée à la section initiale, et la déformation à rupture comme la longueur maximale calculée rapportée à la longueur initiale. Après plusieurs tirages de distributions aléatoires, nous pouvons comparer la distribution des courbes de simulation avec l'enveloppe des courbes expérimentales (6).

Ainsi comme les premières simulations avec le matériau homogène, le critère d'érosion a été défini par la contrainte principale. Pour chaque part, la contrainte vraie d'érosion utilisée dans la simulation a été calculée par l'équation suivante :

$$\sigma_{erosion}(i) = \sigma_{\max_TBF0-8} \alpha_1(i) \left(1 + \varepsilon_{\max_TBF0-2} \alpha_2(i)\right) \quad \text{Eq. 3.22}$$

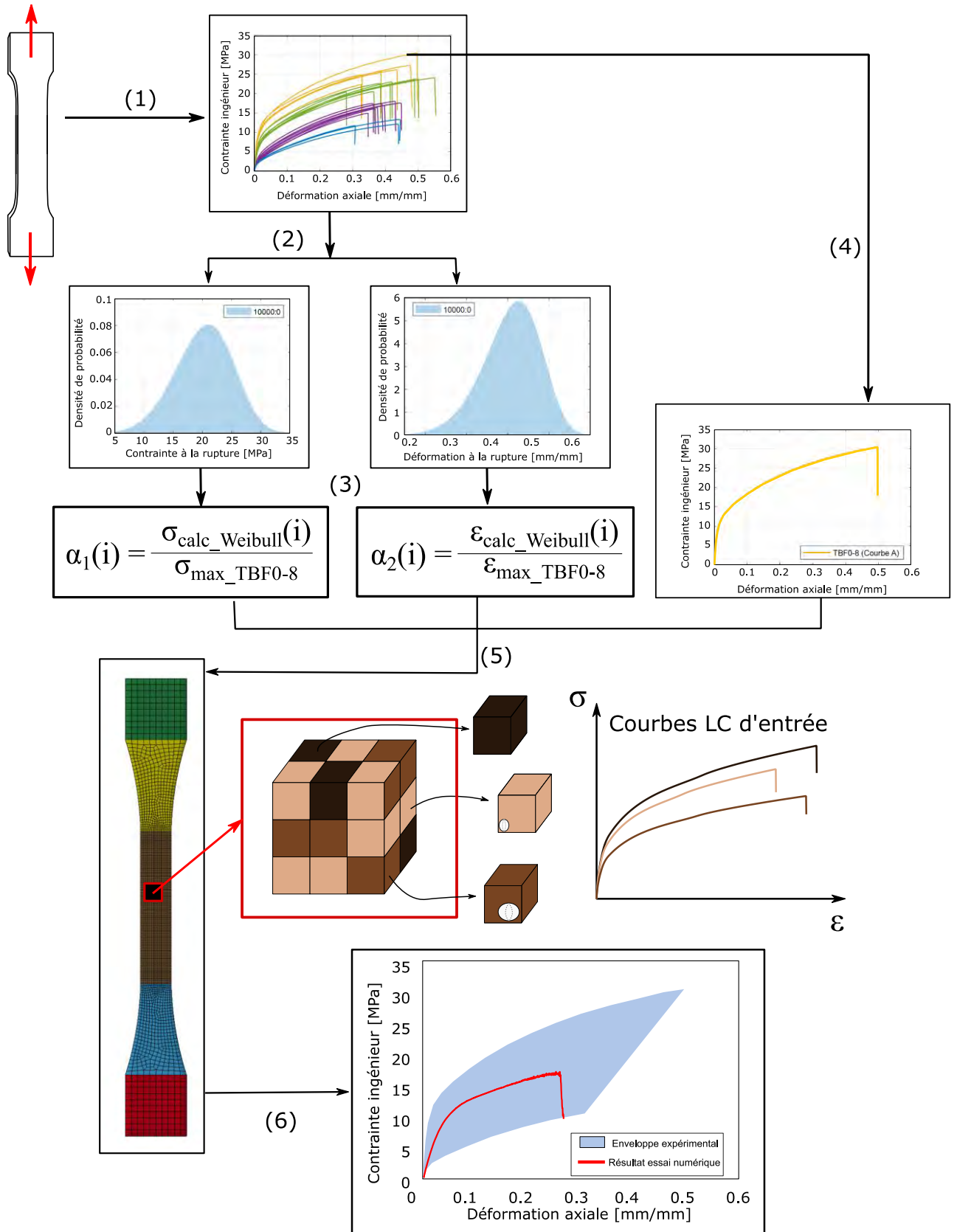


Figure 3.53 – Schéma de représentation du principe de la distribution des propriétés par distribution de Weibull.

3.7.2.3. Sensibilité du modèle au critère de rupture

Après les premières simulations avec la distribution des propriétés, nous avons constaté que le critère d'érosion en contrainte local provoque une rupture très précoce par rapport aux observations expérimentales. Quand un élément atteint la contrainte maximale établie, il est érodé sur le pas du temps suivant, ce qui provoque une concentration de contrainte supplémentaire sur les éléments autour de lui et l'érosion de ces éléments très rapidement. Par conséquent, il y a une sous-estimation de la limite à la rupture des éprouvettes et l'enveloppe des essais n'est pas reproduite. Ce phénomène de déboutonnage en dynamique explicite est bien connu, et d'autant moins maîtrisé que l'on utilise des simulations déterministes avec des comportements sensibles à la vitesse de déformation et des critères de rupture multiples [thèse de Floran Tostain et papier ECCOMAS 2016]. Une des solutions possibles est la définition d'un critère de rupture en déformation. Ainsi comme pour le critère en contrainte, la limite doit être définie par la déformation axiale vraie, calculée par :

$$\varepsilon_{erosion}(i) = \ln(1 + \varepsilon_{\max_TBF0-8} \alpha_2(i)) \quad \text{Eq. 3.23}$$

Afin de comparer ces deux critères d'érosion, nous avons réalisé 10 essais numériques de chaque cas. Chaque modèle représente une distribution des propriétés différentes, qui comme expliqué précédemment est le résultat d'un tirage aléatoire dans une distribution de Weibull. La taille des éléments dans la zone utile du maillage pour ces premières simulations a été maintenue à 0,5 mm et avec une distribution de 1000 parts. Les courbes contrainte - déformation de ces essais numériques sont montrées sur la Figure 3.54.

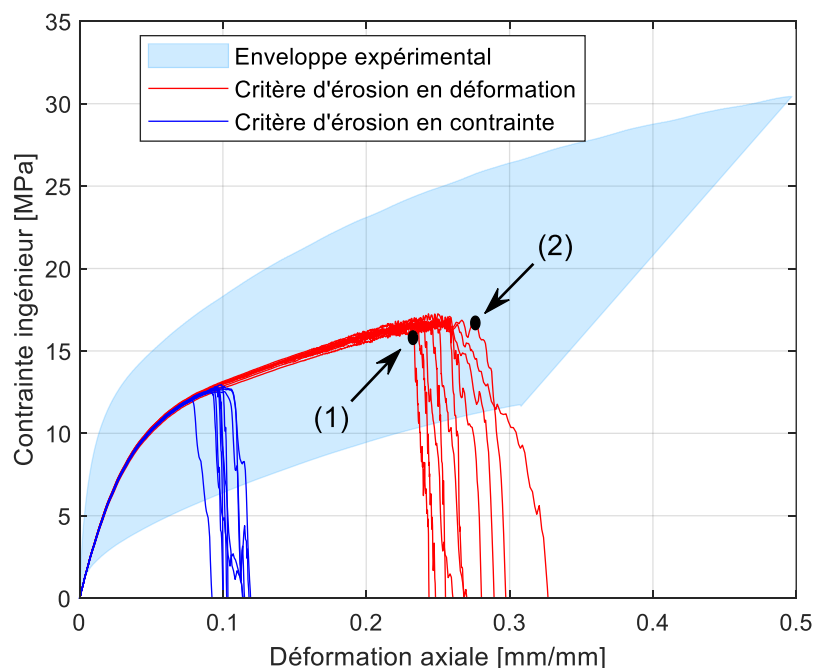


Figure 3.54 – Courbes contrainte versus déformation numériques pour deux critères de rupture différents : contrainte principale et déformation.

En comparaison avec l'enveloppe expérimentale, le critère en déformation est plus adapté pour prédire la limite à la rupture, qui est considérée où commence la chute d'effort, par exemple, les points (1) et (2).

Considérant que chaque cas de simulation représente une distribution probabiliste de propriétés, la quantité de tirages des distributions de ces propriétés est aussi importante, c'est-à-dire, la quantité de modèles et essais numériques qu'il faut avoir afin d'avoir des résultats représentatifs. Dans l'étude de l'influence du nombre des éléments nécessaires pour représenter la distribution de Weibull, nous avons trouvé qu'un minimum de 1000 éléments est nécessaire pour représenter correctement cette distribution. Mais à cause du temps de calcul nécessaire pour chacune de ces simulations, nous avons décidé de faire une étude jusqu'à 100 essais numériques pour voir l'ordre de grandeur des erreurs qui peuvent être entraînées.

La contrainte à la rupture calculée est toujours entre les valeurs 16,2 et 17 MPa. Par contre, la déformation à la rupture présente plus de variabilité. La plage de déformations à la rupture de ces essais numériques est montrée sur la Figure 3.55 et toutes les courbes sont montrées en ANNEXE G.

. Chaque marque représente la déformation à la rupture plus petite et plus grande prédites dans l'ensemble des essais numériques analysés. A partir de 60 tirages, la plage de déformations à la rupture prévue est presque inchangée. Mais comme l'ordre de grandeur des variations est de 0,1 mm, nous avons décidé de fixer le nombre de 20 tirages pour les prochains essais numériques. En sachant que la plage de déformations à la rupture prévue peut varier de $\pm 3,3\%$.

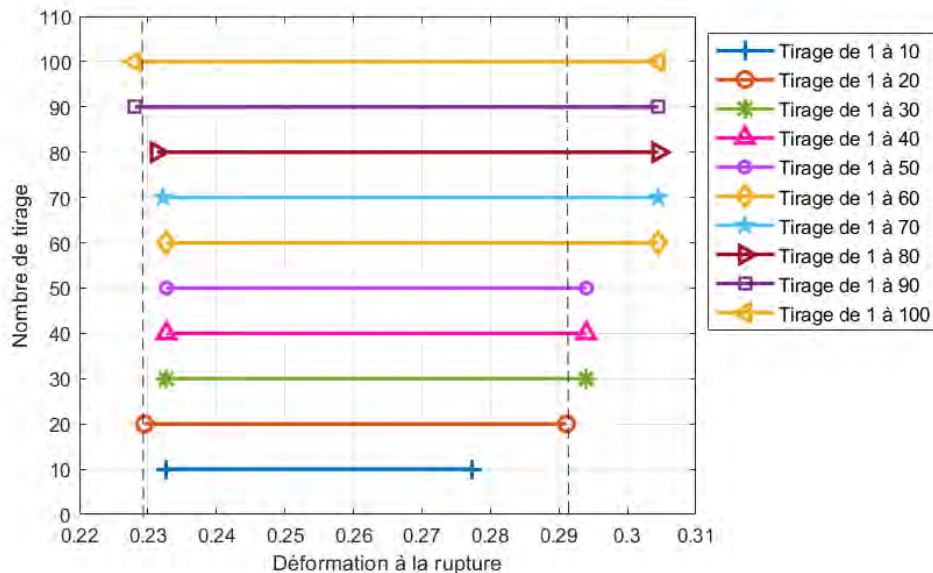


Figure 3.55 - Influence de la quantité de tirages/essais numériques sur la déformation à la rupture prévue.

Au-delà du critère d'érosion et du nombre de tirages, il y a deux autres paramètres qui peuvent jouer sur les résultats obtenus : la taille du maillage et la quantité de parts/propriétés différentes distribuées. La Figure 3.56 montre les courbes résultats de deux analyses de sensibilité. Les deux tailles de maillage testées, ont été 0,5 mm (8000 éléments dans la zone utile) et 0,2 mm (125000 éléments dans la zone utile).

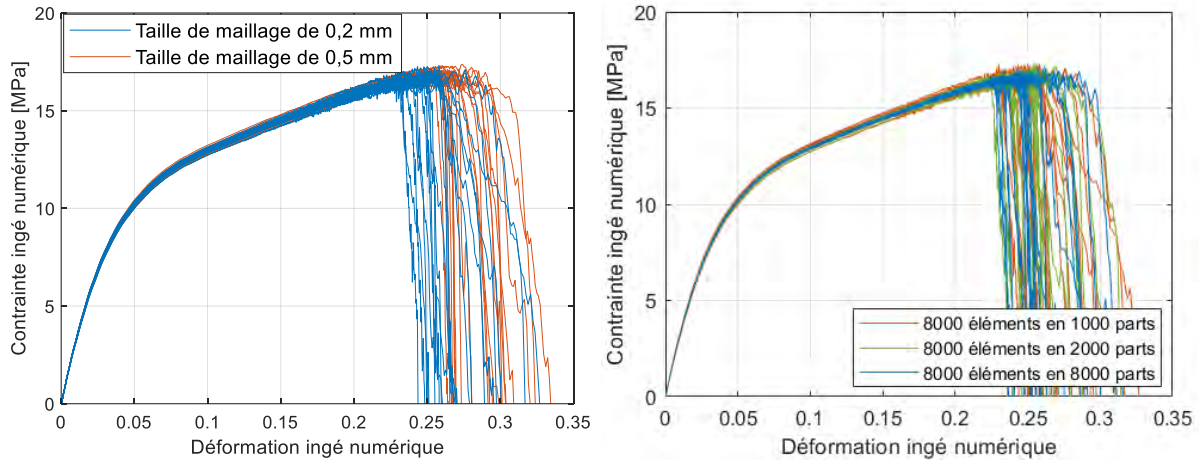


Figure 3.56 – Courbes contrainte - déformation pour: (a) différentes tailles de maillage, (b) différents nombres de parts.

Comme nous pouvons constater, pour tous les paramètres variés, la réponse n'a pas trop de variation. Ces résultats sont cohérents avec la distribution de probabilité de Weibull qui représente la distribution de la population autour d'une moyenne. Donc, peu importe la quantité de propriétés distribuées, ou la taille des éléments, le comportement moyen macroscopique sera toujours autour de ces propriétés moyennes. Par contre un résultat intéressant de ce type d'approche est la capacité de prédiction des microfissures qui peuvent apparaître lors de l'essai. La Figure 3.57 montre l'exemple d'une éprouvette pendant l'essai de traction numérique, qui met en évidence la nucléation des défauts qui conduisent à l'érosion des éléments en question.

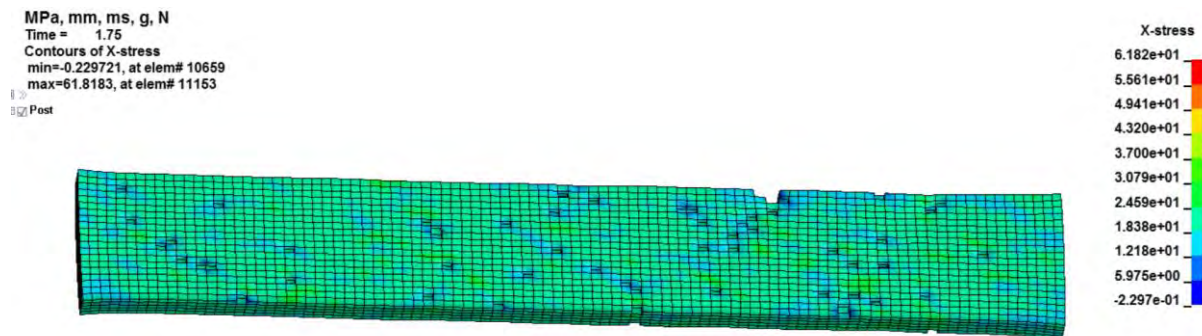


Figure 3.57 – Microfissurations dû à l'énucléation des défauts prédites par essais numériques.

Cette approche permet aussi de prédire différents modes de rupture qui peuvent apparaître pour ce type d'essai, en conséquence de la position et taille des défauts. La Figure 3.58 illustre quelques exemples de mode de rupture qui peuvent apparaître. Les images illustrent la fissure critique un pas de temps avant la rupture totale (0,05 s). Il est intéressant de noter que différemment des modèles numériques à propriétés homogènes, les fissures peuvent apparaître dans la zone utile hors de la zone proche du centre de l'éprouvette. Ce modèle permet aussi de voir l'apparition de fissures non-critiques, comme celles observées avec les images au RX (Figure 3.42).

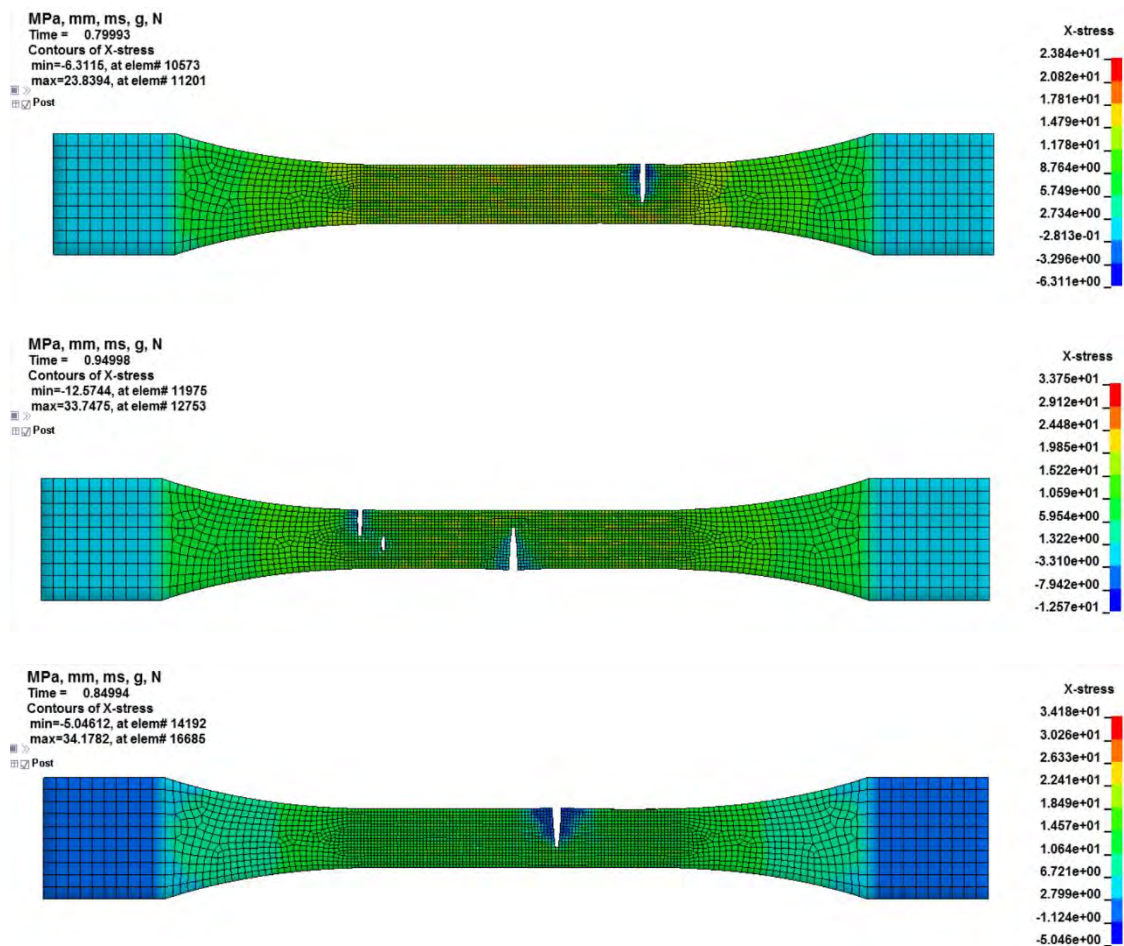


Figure 3.58 – Mécanismes de rupture différents calculés numériquement avec les distributions de Weibull.

L'approche par des multiplicateurs a été choisie grâce à sa simplicité et facilité de mise en œuvre. Une fois que le fichier brut des éléments est lu et le numéro de part changé, dans le même fichier nous avons la possibilité de créer une courbe par matériau avec les mêmes points d'entrée et en ne changeant que les facteurs multiplicateurs. Par contre, les facteurs multiplicateurs ne sont pas capables de reproduire le changement de courbe dû à l'influence de la température. La Figure 3.59 montre les courbes contrainte - déformation minimale et maximale obtenues expérimentalement, ainsi que la courbe minimale calculée par la méthode des multiplicateurs. Nous pouvons voir qu'il y a une surestimation de la contrainte avec la

méthode du multiplicateur, car la courbe d'entrée (TBF0-8) présente un module initial plus élevé.

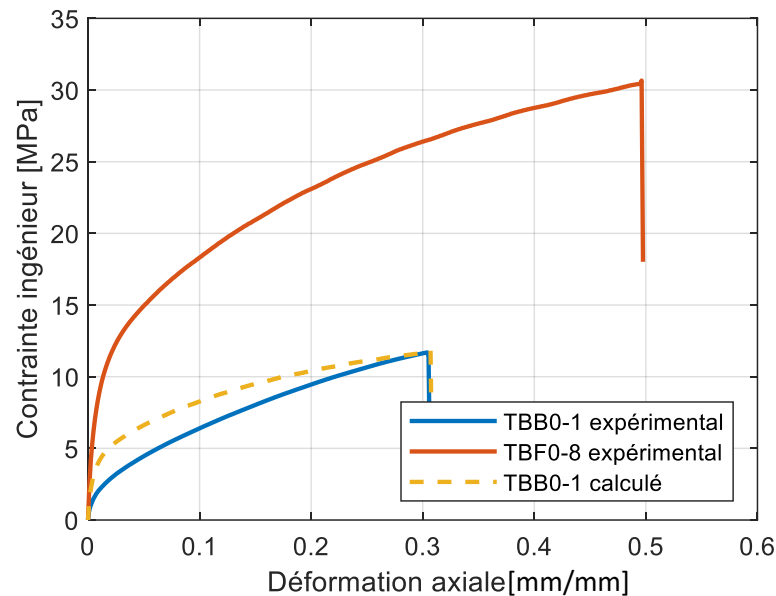


Figure 3.59 – Courbe calculé pour les valeurs minimales de facteurs multiplicateurs.

L'effet de la température ne peut pas être représenté par la méthode des multiplicateurs si l'on considère l'ensemble des courbes comme étant un même jeu de données variables. Avec la façon dont la loi de comportement a été définie, il n'y a pas de possibilité de prendre en compte cette perte des propriétés lorsque l'essai a été réalisé autour de la T_g , identifiée au §3.4.3. Une façon d'améliorer le modèle en conservant l'approche simple proposée par multiplicateurs consiste à identifier une enveloppe des courbes par température. C'est ce que nous évaluons dans le paragraphe ci-dessous.

3.7.3. Modèle numérique avec distribution de propriétés en fonction de la température

Une des particularités de la distribution probabiliste de Weibull est que la distribution des valeurs est toujours autour d'une valeur moyenne. Ce qui fait qu'indépendamment de la quantité des propriétés distribuées, le comportement moyen sera toujours autour de cette moyenne aussi. Or nous avons vu au §3.4.3 que les propriétés moyennes dépendant de la température ambiante au moment de l'essai.

Pour représenter les nuances de comportement de cet adhésif en fonction de la température ambiante, nous choisissons de modéliser chaque famille de courbes des éprouvettes testées à une même température comme étant d'un matériau différent. C'est-à-dire que chaque petite enveloppe des courbes aura une distribution probabiliste différente. Avec la séparation

des distributions probabilistes différentes, l'influence sur la contrainte à la rupture est très claire, comme nous pouvons voir sur les densités de propriétés (Figure 3.60a). Cette différence n'est pas très évidente sur la déformation à la rupture, où il y a une superposition des courbes de densité de probabilité (Figure 3.60b).

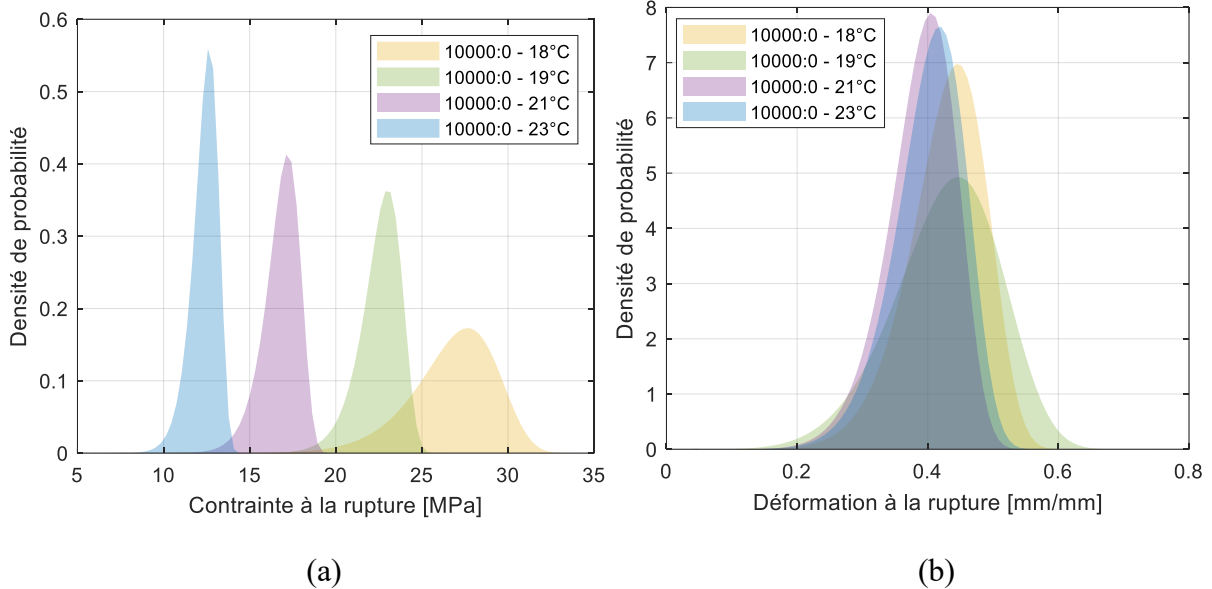


Figure 3.60 – Densité de probabilité de la distribution de Weibull par campagne : (a) contrainte à la rupture, (b) déformation à la rupture.

Les essais numériques par campagne ont été réalisés avec les paramètres optimisés pour le cas avec l'enveloppe complet.

Sur les Tableau 3.13 et Tableau 3.14 nous pouvons consulter les paramètres des lois de Weibull pour chacune des campagnes d'essais expérimentales. Les valeurs min et max, montrées sur les Tableaux, représentent respectivement le minimum et le maximum de l'intervalle de confiance de 95% pour chaque facteur.

Tableau 3.13 - Paramètres de Weibull en contrainte à la rupture par campagne d'essai.

Campagne d'essai	Facteur d'échelle (λ)			Facteur de forme (k)		
	Moyen	Min	Max	Moyen	Min	Max
10000 :0 – 18°C	27,83	25,91	29,90	13,06	6,89	24,76
10000 :0 – 19°C	23,07	22,35	23,81	22,89	12,83	40,86
10000 :0 – 21°C	17,26	16,81	17,71	26,19	15,19	45,17
10000 :0 – 23°C	12,70	11,94	13,507	19,44	8,11	46,59

Tableau 3.14 - Paramètres de Weibull en déformation à la rupture par campagne d'essai.

Campagne d'essai	Facteur d'échelle (λ)			Facteur de forme (k)		
	Moyen	Min	Max	Moyen	Min	Max
10000 :0 – 18°C	0,45	0,41	0,51	8,53	4,11	17,71
10000 :0 – 19°C	0,46	0,41	0,52	6,08	3,52	10,50
10000 :0 – 21°C	0,41	0,39	0,43	13,07	7,88	21,67
10000 :0 – 23°C	0,43	0,37	0,49	8,77	3,13	24,59

A partir de ces paramètres de Weibull et le protocole déjà décrit précédemment, nous pouvons avoir les courbes contrainte - déformation pour les essais numériques correspondants à chaque campagne d'essai (Figure 3.54). Le critère d'érosion est en déformation, comme précédemment.

La déformation à la rupture étant le critère d'érosion et avec des densités de probabilités très proches les unes des autres, les simulations ne montrent pas beaucoup de variation entre une campagne et une autre (de 0,24 à 0,29). Sur la contrainte à la rupture en revanche, l'influence est perceptible. Pour les campagnes aux températures de 18 et 19°C, les courbes trouvées sont très proches de la limite supérieure des courbes expérimentales. Par contre, pour les essais numériques à 21 et 23°C, les courbes calculées s'approchent du seuil de la distribution de Weibull.

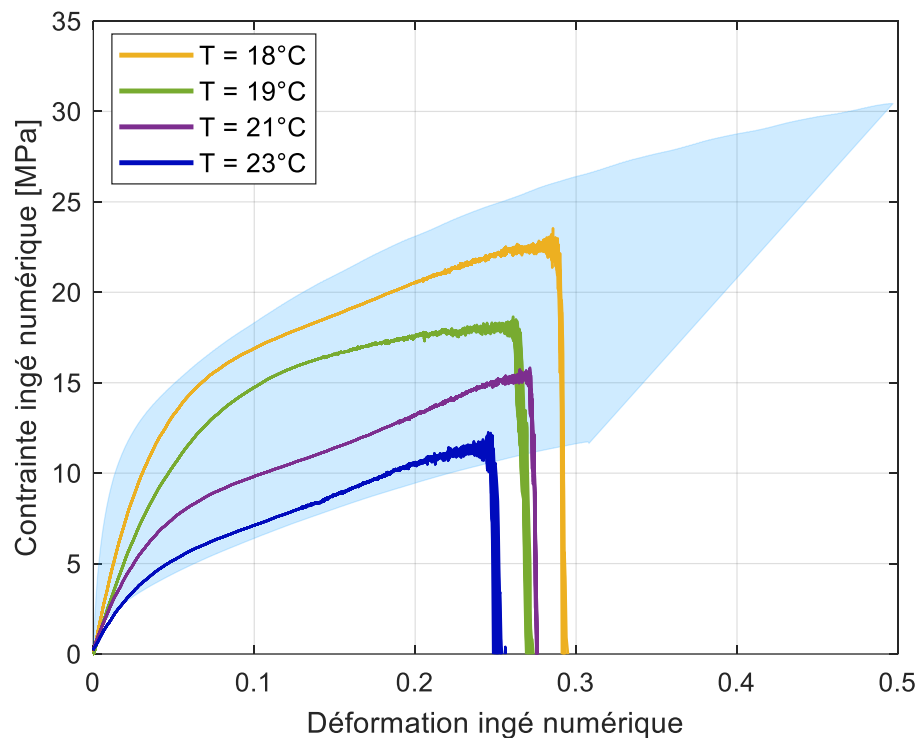


Figure 3.61 – Courbes contrainte versus déformation numériques pour les quatre campagnes d'essais à des différentes températures.

Les résultats de ces essais numériques sont très prometteurs afin d'avoir de modèles qui peuvent prédire de manière robuste le comportement et le mode de rupture d'un assemblage collé. Toutefois certaines limites peuvent être soulignées.

Il est important de noter que les modèles numériques ont toujours considéré les dimensions théoriques des éprouvettes, en particulier les dimensions de la section. En pratique, ce n'est jamais le cas pour les éprouvettes expérimentales dont les épaisseurs ont varié de 2,09 à 2,39 mm et la largeur de 9,98 à 10,15mm. Donc à fin d'améliorer et mieux représenter les enveloppes expérimentales, il faudrait aussi varier les dimensions géométriques des éprouvettes des essais numériques. Pour aller au-delà sur la prédiction de la limite de rupture, il faudrait peut-être appliquer un critère d'érosion en énergie et des méthodes de régularisation qui permettraient de représenter une rupture non-locale.

3.8.Synthèse

Ce chapitre avait deux grands objectifs : la caractérisation du comportement de l'adhésif EC2216 et la compréhension de l'influence de l'ajout de particules, notamment visant l'influence des amas de particules sur la tenue d'une part, et la proposition d'un modèle de comportement et d'un modèle de simulation numériques robustes pour reproduire ces comportements en dynamique explicite.

L'adhésif EC2216 est un type de polymère amorphe qui dépend fortement des conditions auxquelles il est soumis. La température de transition vitreuse proche de l'ambiante entraîne une variabilité des propriétés pour de faibles variations de température ($\approx 1^\circ\text{C}$), comme décrit par (Côté & Desnoyers, 2011). Outre cette variabilité inhérente à l'adhésif, l'ajout de TEP peut également modifier ses propriétés mécaniques. Dans ce contexte, les essais réalisés ont été analysés par des courbes de contrainte-déformation, mais aussi à partir d'observations des faciès de rupture.

L'adhésif EC2216 a été caractérisé principalement sous des sollicitations de traction. Ces essais ont permis de mettre en évidence la forte dépendance de son comportement à la température ambiante au moment des essais. Cette observation est expliquée par la détermination de la température de transition vitreuse autour de 23°C . A la température ambiante l'adhésif a sa capacité maximale d'amortissement, et par opposition c'est aussi à ce niveau qu'il y a une forte réduction du module élastique. Ceci explique les « inconsistances » des résultats trouvés dans la littérature. Pour nos campagnes d'essais, nous avons mesuré la température et l'humidité de la salle où les essais ont été réalisés, et nous avons fixé comme

protocole d'essai rigide, de respecter un délai de 14 jour entre la fabrication et les essais. Ce protocole nous a permis de quantifier la réduction du module élastique et de la contrainte à la rupture entre 18 et 25°C. Cela nous a aussi amenés à poser d'autres questions comme comment modéliser l'ensemble de l'enveloppe des essais obtenus ou comment avoir une approche numérique capable de prédire cette variabilité à la température ambiante, sans nécessairement faire une infinité de simulation correspondant à des configurations différentes d'essais. Nous avons vu qu'il est possible de considérer une unique enveloppe si l'on considère que l'on ne peut pas distinguer ni contrôler l'environnement dans lequel la colle sera testée, ou comme des enveloppes séparées pour chaque température autour de la T_g .

La seconde partie du chapitre a traité de l'influence de la présence des particules et des défauts de fabrication, tels que les bulles d'air. Si dans nos essais nous n'avons pas cherché à éviter les bulles d'air, il faut noter qu'en réalité, ces bulles peuvent être évitées en améliorant le procédé du mélange de ces deux composants. En ce qui concerne les amas, nous nous sommes concentrés sur de faibles proportions de particules expansibles, les TEPs. La présence des amas de particules dans des quantités très faibles influence principalement l'amorçage de la fissure avec l'insertion des effets de cisaillement qui peuvent aussi contribuer à une rupture précoce. L'effet de ces amas de particules est aperçu principalement sur la contrainte à rupture, comme observé par la distribution probabiliste de Weibull. Les différentes méthodes d'analyse des images ont été aussi largement utilisées pour étudier d'une part la distribution des défauts et leur effet sur l'amorce d'une seule ou de plusieurs fissures, et la propagation catastrophique de la plus grosse fissure. Une zone claire de fissure apparaît autour du défaut et semble correspondre à une propagation ductile. La taille de cette zone dépend est corrélée avec la taille et la position dans la largeur du défaut. Une zone foncée de propagation est visible au-delà de la zone claire, et témoigne d'une rupture plus fragile. Les observations par caméra corroborent ces constats et permettent de mesurer les vitesses de propagation de la fissure dans les deux régimes de propagation.

Afin de reproduire la variabilité des situations de rupture associées à la multitude des formes et dimensions des amas (dont le détail est illustré en ANNEXE H), nous avons choisi pour le deuxième objectif de ce chapitre, de modéliser l'adhésif EC2216 avec ou sans particules grâce à une loi de comportement hyperélastique, et une loi de probabilité de Weibull pour l'enveloppe contrainte déformation et les valeurs ultimes. La méthode de simulation numérique développée permet de manière simple, en utilisant une loi de comportement déjà présente sur le code de calcul LS-DYNA®, ou dans la majorité des codes de calcul commerciaux, d'obtenir numériquement les limites à la rupture autour d'une moyenne. Parmi les études de sensibilité, nous avons montré que cette approche ne dépend pas de la taille des éléments pour reproduire l'enveloppe des courbes contrainte-déformation. Ceci nous a permis d'avoir un modèle avec 8000 éléments dans la zone utile et une simulation de 171 secondes (32 processeurs de 3,20 GHz). En revanche, l'utilisation d'un critère de rupture en contrainte crée des ruptures précoces ce qui sont dues à un déboutonnage dynamique et il est nécessaire de choisir un critère en déformation. Le modèle avec distribution des propriétés moyennes se montre capable de prédire les modes ruptures sous différentes distributions de défauts. Ce type de modèle peut être intéressant pour des projets ingénieurs plus robustes, parce qu'il permet de prévoir différents

modes de rupture possibles à partir d'une campagne expérimentale pas très exhaustive (27 éprouvettes sont suffisantes avec la distribution de Weibull proposée). Pour effectuer plusieurs tirages aléatoires de distribution des enveloppes et des seuils à rupture, et ainsi reproduire la moyenne des essais, nous avons proposé d'utiliser une méthode de facteurs multiplicatifs. Cette stratégie de regroupement efface l'influence de la température.

Les essais numériques par campagne d'essais à température constante sont davantage représentatifs des petites enveloppes. Par contre le nombre d'éprouvettes n'était pas suffisant pour chaque température pour avoir une distribution probabiliste représentative des cas réels. Pour améliorer les résultats obtenus, il faut avoir plus des données expérimentales et refaire les études de sensibilité pour chaque cas.

Les résultats présentés dans ce chapitre ont permis de commencer à caractériser l'adhésif EC2216 et l'influence des particules sous la forme des amas. Pour aller au-delà et construire des enveloppes plus étendues, il faudrait impérativement faire des essais sous des conditions contrôlées, au minimum en température. Il faut aussi souligner que les analyses ont été menées pour des éprouvettes massives, sans interaction avec des substrats. Une limitation de l'approche proposée ici pour la colle en masse, est que cette approche ne tient pas compte des interfaces et interphases de l'adhésif avec ses substrats.

Le prochain chapitre sera dédié à l'étude du désassemblage en tant que tel, en s'appuyant sur l'activation des particules par la température.

CHAPITRE 4

DESASSEMBLAGE CONTROLE ET A LA DEMANDE

Sommaire

4. DESASSEMBLAGE CONTROLE ET A LA DEMANDE.....	145
4.1. Introduction.....	147
4.2. Etat de l'art.....	148
4.2.1. Méthodes de désassemblage.....	149
4.2.2. Désassemblage par l'addition des particules thermiquement expansibles.....	152
4.2.3. Synthèse de l'état de l'art.....	156
4.3. Protocoles de fabrications et plans des essais.....	157
4.3.1. Les essais DCB.....	157
4.3.2. Les essais de démantèlement.....	159
4.3.3. Les éprouvettes Double Cantilever Beam (DCB).....	161
4.3.4. Plan des essais mécaniques.....	164
4.4. Caractérisation de l'adhésif en mode I en couche mince.....	165
4.4.1. Influence du traitement de surface.....	165
4.4.2. Influence de la vitesse.....	168
4.4.3. Influence de l'ajout d'éléments de contrôle du désassemblage.....	171
4.5. Désassemblage contrôlé.....	175
4.5.1. Capacité d'échauffement.....	175
4.5.2. Désassemblage en mode I.....	176
4.6. Cas d'application.....	180
4.6.1. Protocole de fabrication et d'essais Single-Lap Joint (SLJ).....	181
4.6.2. Démontabilité des structures composites.....	184
4.7. Synthèse.....	188

4.1.Introduction

L'application d'inspiration initiale de ce projet de thèse est plus précisément la nécessité du désassemblage ou le démantèlement contrôlé de dispositifs spatiaux afin d'assurer leur destruction lors de la rentrée atmosphérique, comme par exemple les satellites. En effet, afin de ne pas polluer les orbites, il est nécessaire de prévoir le désorbitage des satellites qui deviennent des débris inactifs en fin de vie. Au moment de la rentrée, les débris sont censés entamer leur lente descente dans l'atmosphère terrestre et soit être détruits complètement, soit s'ils ne sont pas détruits, avoir une descente contrôlée pour tomber dans les océans. Mais certains accidents se sont produits par le passé, comme la rentrée du réservoir de carburant ou la chute de débris dans des zones habitées. Comme par exemple le cas d'un réservoir qui est tombé à moins de 150 mètres d'une maison au Brésil en 2008 (Figure 4.1). Cet incident se répété à nouveau en 2011 au sud de l'Afrique.



Figure 4.1 -Photo d'un réservoir non-brulé dans la rentrée atmosphérique.
(<https://g1.globo.com/brasil/noticia/2012/02/objeto-que-caiu-do-ceu-no-ma-seria-tanque-de-foguete-diz-marcos-pontes.html>)

Cette situation n'est plus acceptable, c'est pourquoi la conception de satellites à démontage contrôlé est l'approche recommandée par l'ESA¹ Aussi lié à la thématique du démantèlement contrôlé, il y a aussi le développement durable qui dans l'ingénierie structurelle, en termes simples, cherche à améliorer de cycle de vie des matériaux et produits. Pour cela il y a quelques chemins à suivre, comme l'utilisation des matériaux renouvelables et moins polluants et la réutilisation des matériaux. L'étude du désassemblage contrôlé est plutôt liée à

¹ https://www.esa.int/Enabling_Support/Preparing_for_the_Future/Discovery_and_Preparation/Design_for_demise_bringing_spacecraft_down_safely_and_efficiently

ce concept de séparer les matériaux sans les endommager pour permettre la réutilisation et recyclage sélectif.

En outre, les préoccupations croissantes concernant les questions environnementales ont conduit les industries à se concentrer sur les technologies permettant de réduire la masse et de répondre aux exigences de durabilité, de performance et de coûts de production des structures. Dans ces circonstances, les joints adhésifs ont commencé à gagner en visibilité et en investissements.

Les deux thématiques abordées se concentrent sur le même objectif : assurer la fonction duale de tenue pendant la vie utile et de désassemblage pour la réparation ou pour la fin de vie.

Ce chapitre est dédié à l'étude du démantèlement, avec la proposition d'un nouveau système de désassemblage forcé contrôlé. Ce travail comprend une première partie qui consiste à étudier le comportement d'un joint collé sous un chargement d'ouverture en mode I. Nous présentons les éprouvettes et le montage, et nous analysons comment la présence des particules risque de créer des propriétés non uniformes potentiellement nuisibles à la tenue de l'interface. Il comprend une seconde partie qui s'intéresse au démantèlement contrôlé. Les travaux de cette partie font l'objet d'un dépôt de brevet ([FR2204875](#), 2022).

4.2. Etat de l'art

La fonctionnalisation des joints adhésifs a fait l'objet de plusieurs études ces dernières années. Cette fonctionnalisation généralement vise l'amélioration des propriétés du joint, comme l'adhésion, les propriétés mécaniques ou sinon envisage la démontabilité du joint. D'après Marques et al. ([Marques et al., 2021](#)), la fonctionnalisation peut être réalisée par trois techniques, par la combinaison de plusieurs adhésifs ([Tramis et al., 2021](#)), par l'ajout des particules ou par des gradients de polymérisation ([Banea et al., 2014](#)).

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés par la démontabilité des joints. Lors des prochains paragraphes, nous allons présenter une synthèse des méthodes désassemblage classiques et en utilisant la particularité de la fonctionnalisation.

4.2.1. Méthodes de désassemblage

Plusieurs méthodes expérimentales de désassemblage sont déjà étudiées pour des applications dans l'industrie automobile. L'objectif est d'élargir l'application de ces méthodes et les adapter à d'autres secteurs. Les méthodes peuvent être séparées en quatre catégories : approches destructives, formulations adhésives sur mesure, substrats et primaires actifs, et additifs fonctionnels (Hutchinson et al., 2017). Les méthodes de chacune de ces catégories seront décrites dans ce paragraphe.

4.2.1.1. Approches destructives

La séparation mécanique est considérée comme une méthode destructive car, la plupart du temps, elle endommage la structure primaire et empêche la réutilisation des composants. Ces méthodes consistent à l'application d'une force plus grande que la limite de résistance du joint. Ces méthodes conventionnelles sont rentables mais généralement inefficaces pour des applications industrielles. Ces méthodes sont appliquées par exemple pour le démontage des téléphones portables (Figure 4.2a) ou pour le remplacement des parebrises en service (Figure 4.2b).



Figure 4.2 – Exemples de désassemblage mécanique : (a) verre d'un téléphone portable (<https://www.amazon.com/iphone-repair-tool-kit>), (b) parebrise d'une voiture (<https://automotiveglasseurope.com>)

La méthode convient pour ces applications parce que dans le cas des téléphones portables par exemple, ce sont des petites pièces qui ne demandent pas trop d'effort pour le désassemblage. Les parebrises quant à eux, généralement, sont échangés complètement car ils sont déjà endommagés. La séparation est donc prévue au départ et cette pièce est d'ailleurs rapportée à la structure, mais n'est pas fonctionnelle dans son travail mécanique. Cette solution de désassemblage n'est donc pas une solution viable pour les applications envisagées pour lesquelles il pourrait être souhaité de ne pas endommager les substrats, les efforts de désassemblage peuvent être élevés face à la résistance des structures collées, ou le démontage n'a pas été prévu dans la conception de la structure.

4.2.1.2. Formulations adhésives sur mesure

Ces systèmes sont parfois appelés systèmes d'adhésifs « retravaillables ». Ce terme signifie généralement que les adhésifs sont formulés pour atteindre leur température de transition vitreuse à un moment précis, ce qui réduit la force d'adhérence et permet de séparer les composants avec une force légère ou de séparer les composants en exerçant une légère pression (Hutchinson et al., 2017). En se fondant sur ce concept, Sandia National Laboratories (Aubert, 2003) ont développé un adhésif thermiquement réversible. Pour permettre ça, ils ont incorporé à l'adhésif des adjuvants de réaction *Diels-Alder*, qui sont formés par un *furan* et un *maléimide*. Comme représenté sur la Figure 4.3, ces réactions sont formées en dessous de 60°C et peuvent être réversibles pour des températures au-delà de 90°C (Aubert, 2003).

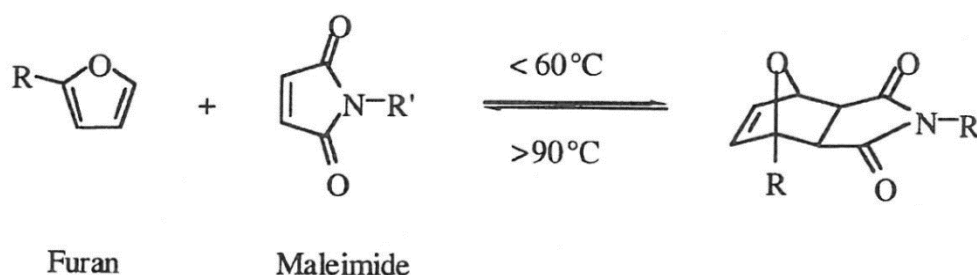


Figure 4.3 – Représentation de la réaction chimique du type *Diels-Alder* entre *Furan* et *Maléimide* (Aubert, 2003).

Théoriquement cette méthode peut représenter une bonne solution de désassemblage contrôlé. Par contre l'utilisation est plutôt appropriée pour des adhésifs à faible module. Les données expérimentales du travail de Aubert (Aubert, 2003) ont démontré des résistances au cisaillement par recouvrement simple relativement faibles, entre 3,36 MPa (substrats en aluminium) et 4,65 MPa (substrats en acier). Ces faibles propriétés peuvent présenter une difficulté l'utilisation pour des applications structurelles.

4.2.1.3. Substrats et primaires actifs

Le principal système de ce type est celui développé par *EIC Laboratories*, qui consiste en des adhésifs époxy structuraux qui peuvent être démantelés assez facilement en appliquant un courant électrique de 10 à 50 V. Le mécanisme de décollement est le résultat d'une conduction ionique le long de l'interface résine-métal (Shiote et al., 2009). Par contre, le désassemblage nécessite un métal comme substrat positif et un autre matériau approprié pour le substrat négatif. Afin de trouver une alternative pour le désassemblage des substrats non-conducteurs, Haydon (Haydon, 2002) a proposé la solution d'ajouter de feuilles de métal entre les deux couches d'adhésif, comme illustré sur la Figure 4.4. Par contre, cette solution ajoute de la masse dans la structure et peut aussi contribuer à la photodégradation et au vieillissement du polymère (Potaufeu et al., 2022).

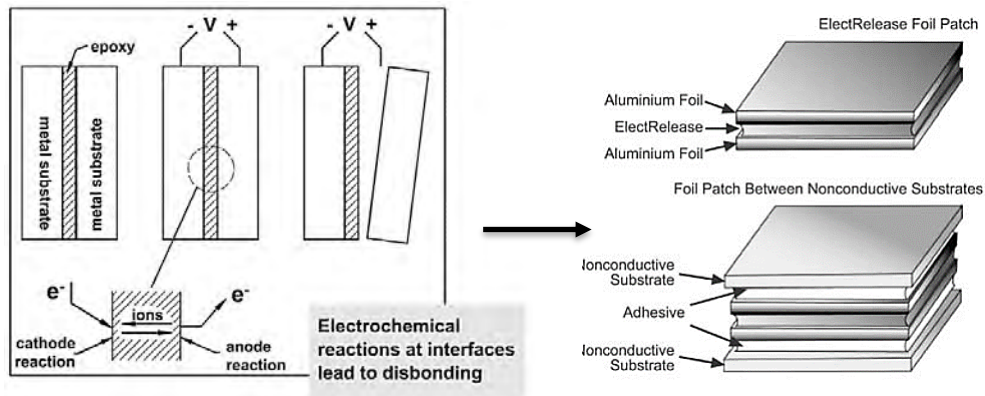


Figure 4.4 – Solution proposée pour le désassemblage par courant électrique sur des substrats non-conducteurs (Haydon, 2002).

Cette solution de désassemblage peut être très intéressante pour les applications où le poids, l'épaisseur, ou la forme de la structure ne sont pas une limitation. Cette méthode présente un haut degré de difficulté de mise en place. En effet, cela demande des caractérisations supplémentaires du joint et ajoute plus des niveaux où peuvent apparaître des défauts lors de la fabrication.

4.2.1.4. Additifs fonctionnels

L'utilisation des additifs fonctionnels est la méthode la plus étudiée lors des dernières années. Grâce à sa simplicité, elle semble facilement adaptable à plusieurs applications. Pour le désassemblage, deux technologies sont particulièrement intéressantes, les agents moussants chimiques (CFA) et les additifs thermiquement expansibles.

Différents types d'agents moussants ont été incorporés dans des systèmes adhésifs pour favoriser le désassemblage à des températures élevées. Soumis à des températures plus élevées, les CFA seraient mobilisés et les liaisons chimiques de l'adhésif seraient cassées. Comme conséquence, l'adhésif serait ramolli puis fondu, et donc démontable (Hutchinson et al., 2017). Ce système présente l'inconvénient de ne pas être contrôlé, mais passivement activé sur un seuil en température.

Les additifs thermiquement expansibles, plus précisément les particules thermiquement expansibles (TEP) sont des enveloppes en polymère thermoplastique encapsulant un agent gonflant hydrocarboné à faible température d'ébullition. Cette méthode fait l'objet de plusieurs études au cours des dernières années (Banea et al., 2017) (Banea et al., 2015) (Kawaguchi et al., 2010) (Nishiyama et al., 2003) (Piazza et al., 2022). Elles consistent généralement à évaluer l'effet de l'ajout de différents pourcentages en poids de TEP. Plusieurs auteurs ont étudié des adhésifs distincts, en utilisant des substrats métalliques (Banea et al., 2015) (Banea et al., 2020). Ils ont constaté que la performance mécanique du joint dépendait fortement de la concentration massique en TEP dans l'adhésif. Les TEP peuvent être utilisées pour forcer une gradation des propriétés en utilisant différentes quantités des TEP sur différentes régions de la zone de recouvrement, comme Bonaldo et al (Bonaldo et al., 2019) a montré dans son travail.

McCurdy et al (McCurdy et al., 2013) ont fait un étude sur l'utilisation des CFA et les TEP dans un adhésif polyuréthane et dans un adhésif époxy. A partir de leurs résultats expérimentaux, ils ont pu conclure que la compatibilité de l'additif fonctionnel avec l'adhésif a un fort effet sur les concentrations massiques requises pour le désassemblage. En plus, la température de polymérisation a aussi un effet significatif sur les propriétés finales de l'ensemble adhésif avec additif, voire même ces additifs peuvent avoir un négatif sur la durabilité des joints collés.

Lu et al (Lu et al., 2014) ont comparé les principales méthodes de désassemblage par rapport à leurs applications possibles, à leur complexité, à leur coût et efficacité de désassemblage. Par rapport ces trois catégories les méthodes de désassemblage ont été noté de 0 à 5. Parmi les méthodes, seulement deux ont eu le score de 4, l'utilisation des CFA et l'utilisation de TEP. Mais il faut noter que ces deux méthodes ont été noté avec score 2 par rapport à ces complexité et coût d'implémentation. Entre ces deux méthodes de désassemblage, celle qui nous semble la plus pertinente pour l'application envisagée est l'utilisation des TEP. En plus de la facilité d'adaptation aux chaines de productions, le type de TEP peut être aussi adapté aux plages de température de service de l'assemblage. En plus, l'utilisation de ce type de particules peut avoir un effet bénéfique sur la tenue du joint collé, en réduisant son poids.

4.2.2. Désassemblage par l'addition des particules thermiquement expansibles

Les particules thermiquement expansibles (TEP) ou microsphère thermiquement expansibles (TEM) ont de nombreuses applications grâce à leurs excellentes propriétés d'expansion. Les TEP sont par exemple utilisées dans l'industrie automobile pour réduire le poids et le bruit en les utilisant dans le revêtement du dessous de caisse. Outre la seule réduction du poids, les TEP sont utilisées dans l'adhésif des parebrises pour permettre leur démontage. Elles sont également utilisées pour améliorer les textures de surface dans le cuir artificiel, les textiles et les encres d'impression 3D (Jonsson, 2010). L'augmentation de la température provoque une expansion du liquide qu'est à l'intérieur de la capsule. Les polymères étant très élastiques permettent l'expansion du fluide, jusqu'à 60 fois son volume initial, comme illustré sur la Figure 4.11.

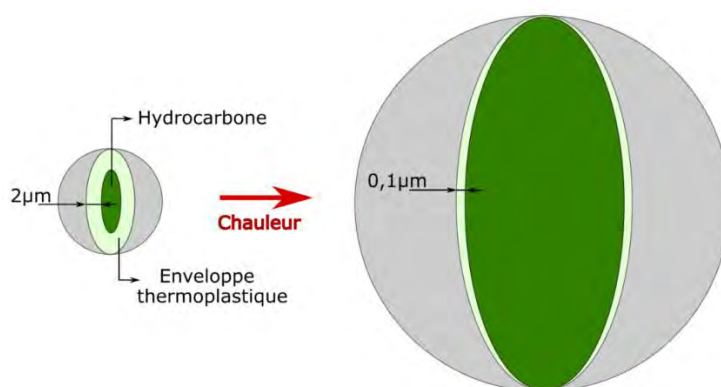


Figure 4.5 – Représentation schématique d'une TEP et son gonflement.

4.2.2.1. Les particules thermiquement expansibles (TEP)

Dans notre cas, le choix des particules est piloté par deux aspects principaux : la taille des particules qui doit être en accord avec l'épaisseur du joint et la température d'initiation du gonflement. Les particules doivent interférer sur l'épaisseur finale du joint et mais il faut être aussi capable de forcer le démantèlement. La température est plutôt liée aux conditions de service auxquelles l'assemblage collé est soumis. Parmi les modèles de particules proposées par Expancel® Nobel Industries, le plus adapté à notre cas est celui des microsphères Expancel® 031 DU 40. L'entreprise nous a fourni gracieusement toutes les particules utilisées lors de ce travail.

Au-delà de sa composition, les TEP ont trois caractéristiques principales, la température de départ, la température maximale et la taille moyenne. Les températures de départ et maximale se réfèrent respectivement à la température que les TEP commencent à gonfler et la température que les TEP commencent à se dégrader. La Figure 4.6 illustre l'évolution de la taille des TEP lors de l'augmentation de la température. L'expansion commence et augmente d'une manière non-linéaire jusqu'à une taille maximale, qui est dépendante du diamètre initial. Après les TEP réduisent de taille très rapidement et linéairement avec la température, car il y a la dégradation thermique des composants (hydrocarbure et/ou polymère).

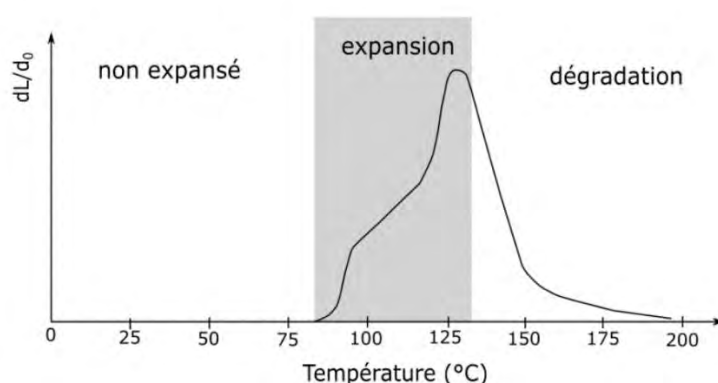


Figure 4.6 – Représentation schématique de l'évolution de la taille des TEP avec l'augmentation de la température (Adapté de (Chen et al., 2017) et (Nouryon, 2022)).

Les principales caractéristiques des TEP d'Expancel® modèle 031 DU 40 sont présentées dans le Tableau 4.1. La notation $D(0.5)$ de la taille des particules se réfère à la notation d'analyse de la distribution de la taille des particules. Cela signifie que 50% du total des particules ont un diamètre entre 10 et 16 μm . Ou nous pouvons dire que 50% des particules ont un diamètre plus petit que 10 μm ou plus grand que 16 μm .

Tableau 4.1 - Propriétés des particules : modèle 031 DU 40 (adapté de (Nouryon, 2022)).

Température de départ [°C]	Température maximale [°C]	Taille des particules D (0.5) [µm]
80 -95	120 - 135	10 - 16

4.2.2.2. Les moyens d'échauffement des TEP

L'activation des TEP pour le démantèlement est faite à partir de l'augmentation de la température dans le joint dans lequel les TEP sont noyées. Parmi les travaux publiés dans la littérature, quatre méthodes d'échauffement sont proposées.

La première méthode consiste à placer une bobine électrique autour de l'assemblage avec substrats métalliques et, par induction, échauffer l'assemblage entier, comme illustré sur la Figure 4.7a. En utilisant cette méthodologie Banea et al (Banea et al., 2015) ont étudié la capacité de désassemblage d'un adhésif polyuréthane et d'une époxy avec des substrats en acier. Lors de ce travail, ils ont montré que l'effet de la quantité de TEP sur le délai nécessaire pour séparer les substrats et la température du substrat au moment du désassemblage dépendent de l'adhésif employé. Puis en utilisant un adhésif du type époxy. Banea et al (Banea et al., 2017) ont étudié l'influence du type de substrat. Dans cette dernière étude ils ont aussi montré la démontabilité des assemblages avec un substrat métallique et un autre non-métallique. Plus récemment, Piazza et al (Piazza et al., 2022) ont comparé l'influence de la taille des particules et n'ont pas trouvé des différences significatives pour les deux tailles des TEP étudiées. L'utilisation de la bobine pour échauffer l'assemblage est très intéressante, car les outils nécessaires peuvent être transportables pour des applications de terrain. Par contre, cette méthode est limitée en termes de format de la pièce à désassembler, car il peut y avoir une difficulté de dimensions et de placement de la bobine autour de la pièce à désassembler. Par ailleurs la structure assemblée peut contenir des éléments sensibles au courant (électroniques par exemple).

La deuxième méthode qui peut être utilisée pour chauffer le joint est la submersion de l'assemblage dans un liquide chaud. Nishiyama et al (Nishiyama et al., 2003) ont étudié la capacité de gonflement des TEP en comparant l'évolution du volume lors de l'échauffement. Comme illustré sur la Figure 4.7b, ils ont d'abord testé la capacité de gonflement des TEP. Pour cela, ils ont mélangé les particules dans une huile de silicone (Specimen sur l'image) et à l'aide d'un embout de seringue, ils ont mesuré le volume et la température au cours du temps. Ensuite, ils ont démontré la capacité de désassemblage en trempant un assemblage dans l'eau chaude ou par soufflage d'air chaud. Les méthodes en utilisant la submersion dans un fluide chaud et conduction peuvent être une bonne solution pour des petites pièces. Par contre la taille des pièces est limitée par la taille de la cuve ou four/enceinte. En plus, comme ces méthodes demandent un outillage spécifique, elles sont plus difficiles à appliquer sur le terrain.

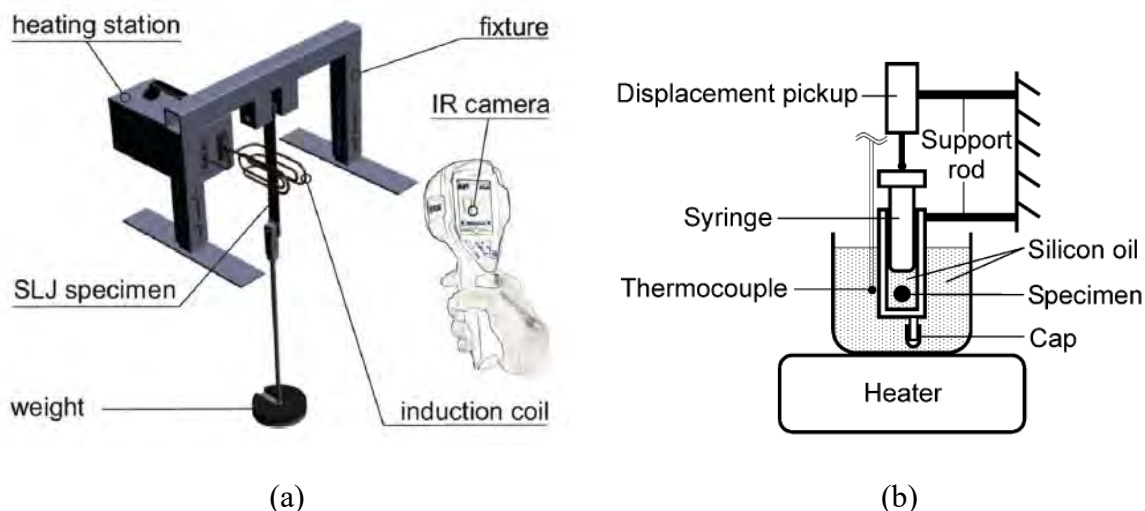


Figure 4.7 – Représentations schématiques des moyens d’activation des TEP proposés dans la littérature : (a) bobine électrique (Banea et al., 2017) , (b) submersion dans un liquide chaud (Nishiyama et al., 2003).

La troisième méthode consiste à augmenter la température du joint par conduction, par soufflage d’air chaud (Nishiyama et al., 2003) ou sinon via l’utilisation d’une enceinte thermique (Kawaguchi et al., 2010). Ces derniers auteurs ont utilisé un analyseur thermomécanique (TMA) pour accompagner l’évolution des propriétés viscoélastiques pour différentes quantités de particules. Ils ont constaté que l’augmentation du pourcentage des TEP augmente le module de stockage et réduit le module de perte, ce qui réduit la capacité de dissipation d’énergie du polymère. En plus, ils ont mesuré l’évolution du volume avec la température et ils ont utilisé la variation de volume pour identifier le début de la dégradation des TEP.

La dernière méthode a été appliquée par Ishikawa et al (Ishikawa et al., 2005) dans ces travaux, et est basée sur le principe de chauffage par rayons infrarouges à distance. Dans ce travail, les auteurs étaient intéressés par l’influence de l’utilisation de TEP sur le comportement des matériaux élastomères utilisés comme des matériaux de construction. En plus des études de capacité de démontabilité, ils ont aussi étudié la résistance au clivage au cours du temps et en fonction de l’humidité de l’adhésif. Des éprouvettes sèches et avec 95% d’humidité ont été testées tous les 10 jours pendant 30 jours. Avec ces tests, ils ont conclu que lors des premiers 10 jours, il y a un petit gain de force d’adhérence, mais après cette période, les propriétés se stabilisent.

4.2.3. Synthèse de l'état de l'art

En conclusion de cette analyse, les méthodes d'échauffement présentées sont capables de déclencher le désassemblage passif ou contrôlé en s'appuyant sur les TEP. Les avantages et inconvénients de chacune sont décrits sur le Tableau 4.2.

Tableau 4.2 – Comparaison entre les méthodes d'échauffement pour activer les TEP.

Méthode existante	Avantages	Inconvénients
Conduction thermique avec bobine	- Technologie transportable	- Emplacement de la bobine - Chauffage du substrat - Substrat conducteur thermique
Conduction thermique par submersion	- Principe simple - Économique	- Dimension de la cuve - Impossible sur certains équipements, par exemple, électroniques - Chauffage du substrat - Substrat conducteur thermique
Induction avec enceinte thermique	- Principe simple	- Dimension du four - Impossible sur certains équipements, par exemple, électroniques - Chauffage du substrat - Substrat conducteur thermique

Pour les techniques d'échauffement présentées, le mécanisme de fonctionnement est le même, les substrats sont échauffés par conduction ou induction thermique, le joint adhésif est aussi échauffé. Ce mécanisme présente une forte limitation par rapport aux substrats qu'il est possible de désassembler. Donc ces techniques sont une excellente solution pour des matériaux métalliques. Par contre l'échauffement peut être un problème pour certains types de substrats, comme les matériaux composites, qui peuvent subir une dégradation thermique avec perte des propriétés (Mills-Brown et al., 2013)(Gabrion et al., 2016), ou les matériaux polymères (Banea et al., 2011). De plus, nous n'avons pas trouvé de travaux portant sur le désassemblage de joints utilisant notre adhésif EC2216 dont le comportement en masse dépendant à la fois de la température et de la vitesse de chargement a été montrée au chapitre 3.

Dans ce travail, nous envisageons une méthode de désassemblage qui ne s'appuie pas sur la composition des substrats. En outre, nous cherchons aussi une méthode qui soit capable d'un désassemblage contrôlé et local. La solution trouvée a été l'utilisation d'un élément conducteur ennoyé dans l'adhésif au plus près des amas de particules, puis de faire passer un courant électrique pour échauffer le joint par effet Joule (FR2204875, 2022). Nous visons à

réduire la quantité massique de particules et d'amas, et à utiliser les amas comme des amorces de la rupture.

L'élément conducteur n'a pas un format spécifique ou imposé. Il peut être par exemple un fil étiré, une spirale ou une toile métallique. Pour la validation du principe, nous allons utiliser des éprouvettes planes, donc la toile métallique est la meilleure solution.

Le choix d'une toile métallique a été porté sur trois prérequis principaux : avoir une influence la plus faible possible sur l'épaisseur finale du joint (exigence sur la facilité de mise en œuvre dans le procédé), ne pas dégrader la tenue mécanique du joint collé (exigence de performance pendant la durée de vie du joint), et avoir une résistance électrique suffisante pour échauffer le joint et rendre possible le désassemblage (exigence de fonctionnalisation du joint pour la fin de vie). Ce choix sera détaillé au §4.3.2.

4.3. Protocoles de fabrications et plans des essais

Cette section décrit le processus de fabrication des échantillons Double Cantilever Beam (DCB). De manière synthétique, la fabrication consiste à : choisir les substrats en fonction de la résistance estimée des joints, de manière à ce qu'ils ne se déforment pas ; préparer les substrats notamment l'état de surface ; préparer l'adhésif avec ou sans particules selon le cas étudié, puis polymériser. Afin de contrôler le démantèlement, nous avons ajouté une étape qui est liée au placement de la toile métallique selon la distribution de particules.

4.3.1. Les essais DCB

Les essais ont été réalisés sur la machine INTRON 5969 avec la cellule de 10kN. La Figure 4.8a montre une vue latérale du dispositif expérimental utilisé. Le support est composé de deux chapes en format de U, solidaires de la partie fixe inférieure, et de la traverse mobile de la machine. Les éprouvettes sont liées aux chapes par des axes qui les traversent dans leur largeur. La fixation du dispositif sur le bâti a été faite par des mors cylindriques. L'ensemble de système d'essai est hyperstatique, ce qui oblige le desserrage d'un des mors afin de monter l'éprouvette. Pour assurer qu'au moins une partie était toujours bien alignée, la partie du haut du dispositif reste toujours sur la machine. L'éprouvette est montée d'abord pour l'axe supérieur

et ensuite pour celui du bas. Afin d'éviter la rotation autour des axes, des petites vis A et B traversent l'épaisseur des éprouvettes et sont vissées sur les axes des chapes. Sur la Figure 4.8b, il est possible de voir une vue latérale du dispositif expérimental, où A et B représente la position des vis responsables pour la fixation de l'éprouvette sur chaque axe. Ces vis sont serrées sur les parties plates des axes.

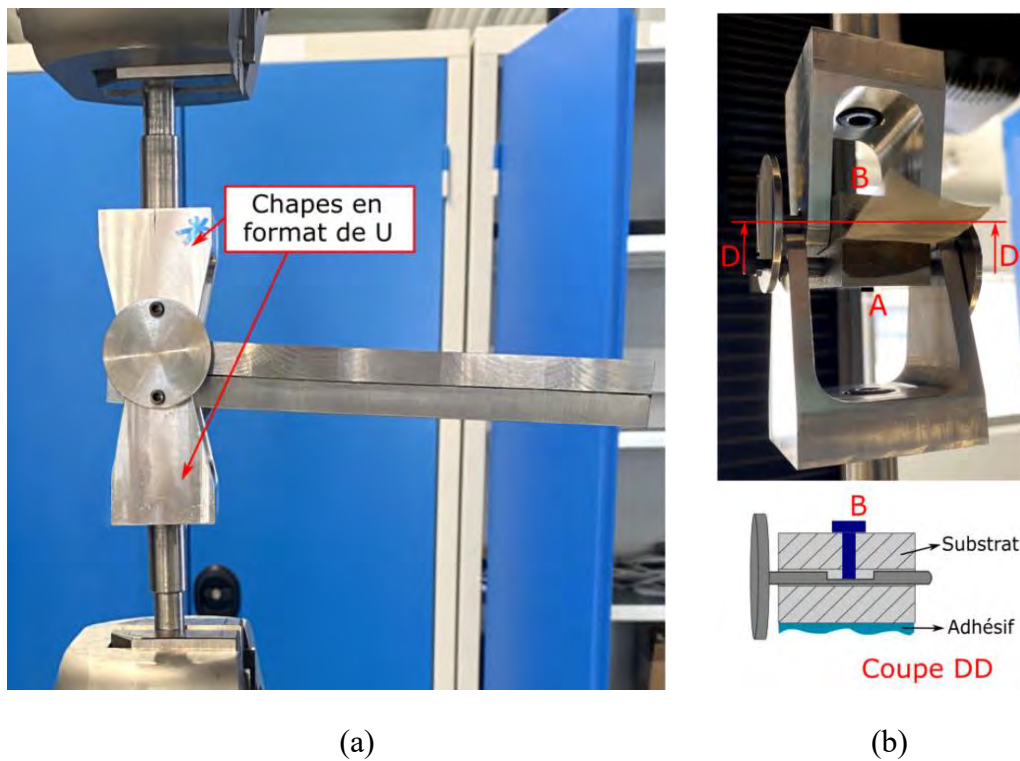


Figure 4.8 – Dispositif d'essai d'éprouvette DCB : (a) vue frontale, (b) vue latérale.

Après que l'éprouvette était vissée aux axes, elle était posée sur un support en bois pour assurer son horizontalité et seulement alors le mors du bas était serré. Ce support ajouté avait comme fonction de supporter le poids de l'éprouvette, et d'aider la mise en place du dispositif. Une fois que le mors était serré, il était enlevé. Le retrait de ce support entraîne une rotation initiale de l'éprouvette due à son propre poids. Du coup, les essais ont été lancés avec le minimum de délai possible (entre 3 et 5 secondes).

Les essais de caractérisation de l'adhésif EC2216 seul ont été faits sur cinq vitesses différentes d'ouverture. Pour chaque vitesse, nous avons adapté le taux d'acquisition des données. Sur le Tableau 4.3, il est possible de consulter les taux d'acquisition des données pour chaque vitesse d'ouverture, ainsi que le temps estimé de l'essai pour une ouverture moyenne de 4mm.

Tableau 4.3 – Taux d’acquisition et temps estimé pour les essais à différentes vitesses d’ouverture.

Vitesse [mm/min]	Taux d’acquisition [Hz]	Temps estimé de l’essai [min]
0,01	5	400
0,1	5	40
1	20	4
10	20	0,4
100	100	0,04

L’influence de la vitesse a été évaluée sur l’adhésif seul, la caractérisation de l’influence des TEPs et de la présence de la toile métallique a été faite uniquement sur la vitesse de 1mm/min. Les variables sorties choisies pour les essais du type DCB ont été la force résultante et le déplacement de la traverse de la machine, qui donne l’ouverture de l’éprouvette.

Les essais DCB ont été réalisés avec des inclinomètres afin d’avoir le taux de restitution d’énergie total G_{It} . Par contre, à cause de la non-symétrie de rotation des substrats, nous avons décidé de ne pas utiliser ces résultats et les essais expérimentaux seront évalués en termes d’effort et ouverture seulement, à partir des mesures directement effectuées sur la machine d’essais.

4.3.2. Les essais de démantèlement

La méthode de désassemblage proposée a été choisie afin de prendre en compte la nécessité de désassembler des structures multimatériaux, qui peuvent être des matériaux conducteurs ou non. La solution proposée consiste à utiliser un élément conducteur ennoyé dans l’adhésif du joint. Par effet Joule, le joint adhésif sera échauffé pour permettre le gonflement des particules. Un des avantages de cette stratégie est aussi d’obtenir un échauffement local du joint, sans dégradation thermique des substrats. La Figure 4.9 illustre le principe et le cas idéal pour cette méthode de désassemblage.

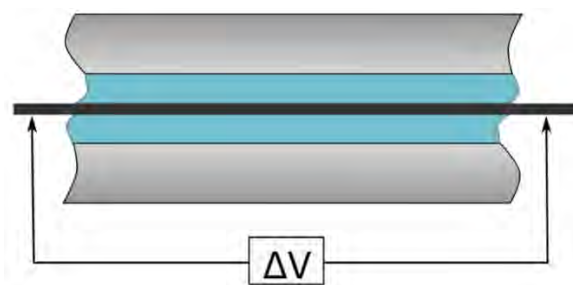


Figure 4.9 – Schéma représentatif du processus d’échauffement par effet Joule.

La méthode s’appuie sur deux concepts, la présence des TEP qui gonflent avec la chaleur et la présence d’un élément conducteur. Pour avoir le désassemblage par l’effet Joule,

il faut que la puissance thermique dissipée par l'élément conducteur soit suffisante pour élever le joint au moins à la température d'initiation du gonflement. Pour le modèle de TEP choisi, Expancel® DU031 40, la température d'initiation est égale à 80°C et elles gonflent jusqu'à 135°C (Nouryon, 2022).

Les grillages en cuivre sont déjà utilisés sur certaines applications pour aider la survie des structures aéronautiques à la foudre grâce à leur bonne conductivité électrique (Bigand, 2020). Le premier grillage choisi était en cuivre, sous la forme d'une toile métallique expansé fine (Expanded Copper Foil, ECF142) fournie gracieusement par la Sté DEXMET®. Après des tests de faisabilité, nous avons pu vérifier que cette toile métallique n'avait pas suffisamment de résistance électrique pour élever la température jusqu'à 135°C. Le deuxième choix a été une toile métallique en inox 304L commercialisée par la Société Gantois (Gantois, n.d.). La Figure 4.10 montre les dimensions de la toile métallique choisie avec une ouverture de 38µm et une transparence de 37%. L'épaisseur nominale de la toile métallique est de 50µm, car il y a deux fils de 25µm qui se superposent.



Figure 4.10 – Dimensions et format de la toile métallique Gantois en Inox 304L (Gantois, n.d.).

L'acier inoxydable a une résistivité électrique de 0,72 µΩm à 20°C², et un point de fusion de 1400 à 1450°C. Nous avons calculé que pour chaque fil d'une bande de tissu de L=250mmx1,2 (à cause du tissage) de long et de 25mm de large (env. 400 fils), sans tenir compte de l'augmentation de la température, un courant de quelques volts pendant quelques minutes devait suffire à créer une température de fil permettant à l'adhésif situé au voisinage de la toile d'atteindre la température de 80°C.

La résistance équivalente du tissu a été estimée à :

$$R = \frac{\rho L}{S} = \frac{0,72 \cdot 10^{-6} * 0,25 * 1,2 * 4}{\left(\pi (0,025 \cdot 10^{-3})^2\right) * 400} \cong 1,1 \Omega \quad \text{Eq. 4.1}$$

En maintenant la tension aux bornes de la bande de tissu métallique pendant quelques minutes, l'énergie thermique locale se disperse de manière homogène depuis la source de chaleur et active de plus en plus d'amas situés dans son champ proche. La physique de la conduction de chaleur dans une résine époxy chargée avec un élément conducteur n'entre pas dans les objectifs de la thèse. De plus la distribution de la position et de la taille des amas est inconnue. Toutefois, nous avons démontré qu'une fois la rupture amorcée, celle-ci devient catastrophique. Nous comptons sur ce mécanisme pour faciliter le démantèlement du joint collé

² <https://matieredumonde.com/acier-inoxydable-304/>

sans brûler le tissu métallique. Pour cela, nous allons appliquer de très faibles courants et tensions pendant les essais.

4.3.3. Les éprouvettes Double Cantilever Beam (DCB)

La première partie du protocole de fabrication des éprouvettes du type DCB consiste à la préparation des substrats. Les substrats ont été fabriqués en acier 40CMD8 avec une longueur totale de 200 mm. Comme montré sur la Figure 4.11, la longueur initiale de la fissure est de 50 mm et la longueur utile de propagation est de 140 mm. Les substrats sont percés de trous pour le passage des axes, situés, à 20mm de l'extrémité constituant la pré-fissure, et au milieu de l'épaisseur. Ils sont également percés d'un trou de petit diamètre permettant de faire passer les vis de blocage es rotations.

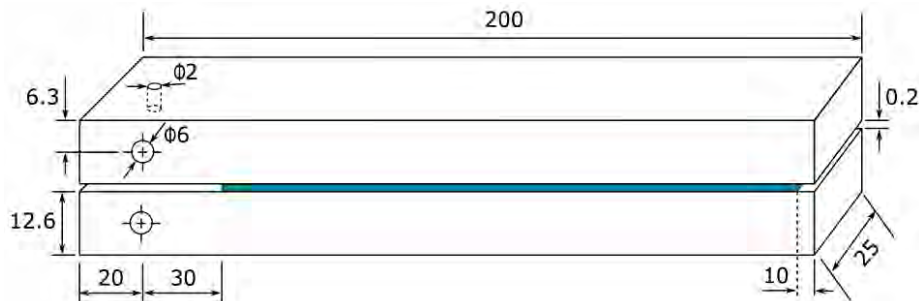


Figure 4.11 - Dimensions (en mm) des éprouvettes DCB pour les essais en mode I (selon la norme (BS 7991, 2001)).

Le traitement de surface est un aspect déterminant des propriétés finales du joint et doit être adapté à chaque cas. Pour les essais DCB avec les substrats en acier et l'adhésif EC2216, trois traitements de surface ont été testés afin d'évaluer la rupture de l'adhésif et l'adhérence sur le substrat (voir §4.4.1).

Une fois que la surface a été bien préparée, la prochaine étape est l'application des rubans adhésifs pour caller l'épaisseur et former la pré-fissure. L'épaisseur finale du joint est prévue à 2 mm, donc des rubans adhésifs d'épaisseur de 1 mm ont été appliqués sur les deux côtés de l'éprouvette. Afin d'assurer une épaisseur homogène et de masquer la zone représentant la pré-fissure, des rubans adhésifs ont été collés sur les deux extrémités des substrats. Comme montré sur la Figure 4.12, celui du haut a une longueur de 50 mm, afin de caller la longueur initiale de la fissure. Le ruban sur la partie du bas (Figure 4.12) sert à assurer une épaisseur homogène et fait 10 mm de longueur.

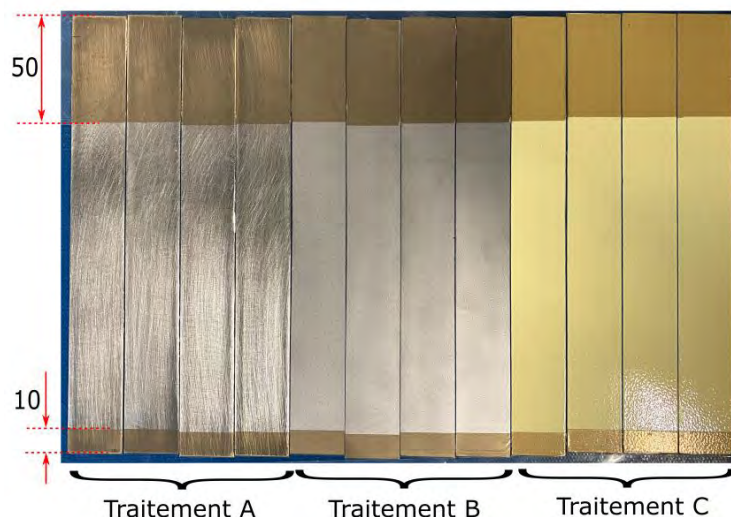


Figure 4.12 – Substrats avec différents traitements de surface avant l’application de l’adhésif.

Au moment de la fabrication du joint, afin d’assurer que l’adhésif soit réparti partout, la quantité déposée est supérieure à celle nécessaire. Donc pendant la polymérisation il y a des débordements qui peuvent interférer sur les résultats et doivent être enlevés. Du coup, pour aider ce processus de nettoyage des parois latérales, des rubans adhésifs ont été aussi appliqués sur les deux côtés latéraux des substrats, comme montré sur la Figure 4.13.



Figure 4.13 - Placement des rubans adhésifs sur les côtés latéraux pour faciliter le retrait de surplus d’adhésif débordé.

Le protocole de mélange de l’adhésif bi-composant EC2216 est le même déjà décrit dans le Chapitre 3. Le mélange est manuel dans un réservoir nettoyé à l’acétone. Les TEP sont ajoutées après mélange des deux composants de l’adhésif, et un dernier mélange est effectué pour répartir les TEP. Après mélange, l’adhésif est appliqué sur tous les substrats à l’aide d’une spatule et les substrats sont placés sur le moule (Figure 4.15a). Pour les éprouvettes avec toile métallique, une étape supplémentaire est nécessaire. Des cales de la hauteur des substrats inférieurs sont placées à leurs extrémités, dans leur prolongement, afin de tenir la toile métallique qui dépasse dans une position horizontale. Ces cales sont recouvertes de rubans adhésifs de masquage. Pour les éprouvettes sans toile métallique, des cales métalliques de même longueur que les cales précédentes, mais de la hauteur finale de l’assemblage, sont placées de la même façon que pour la fabrication des éprouvettes grillagées. Cela permet de conserver le même moule et presque le même protocole de fabrication pour toutes les éprouvettes. Enfin, les substrats supérieurs sont placés en appui entre les cales, au contact avec l’adhésif dans la partie centrale utile.

Le moule est composé d'une plaque inférieure trouée pour placer les pions de centrage. Ces pions aident à positionner les substrats et à assurer l'alignement de l'éprouvette finale et des cales. Le support compte aussi quatre grands pions placés aux coins pour aligner la plaque supérieure du moule sur les substrats en vis-à-vis de la plaque inférieure. Une fois que les deux ensembles de substrats sont placés (Figure 4.15b), la plaque supérieure est placée par-dessus, grâce au guidage des grands pions. L'ensemble est mis dans la presse chaude et soumis à une pression de 2 bars. Le cycle de polymérisation utilisé est le même que décrit sur la Figure 3.7.

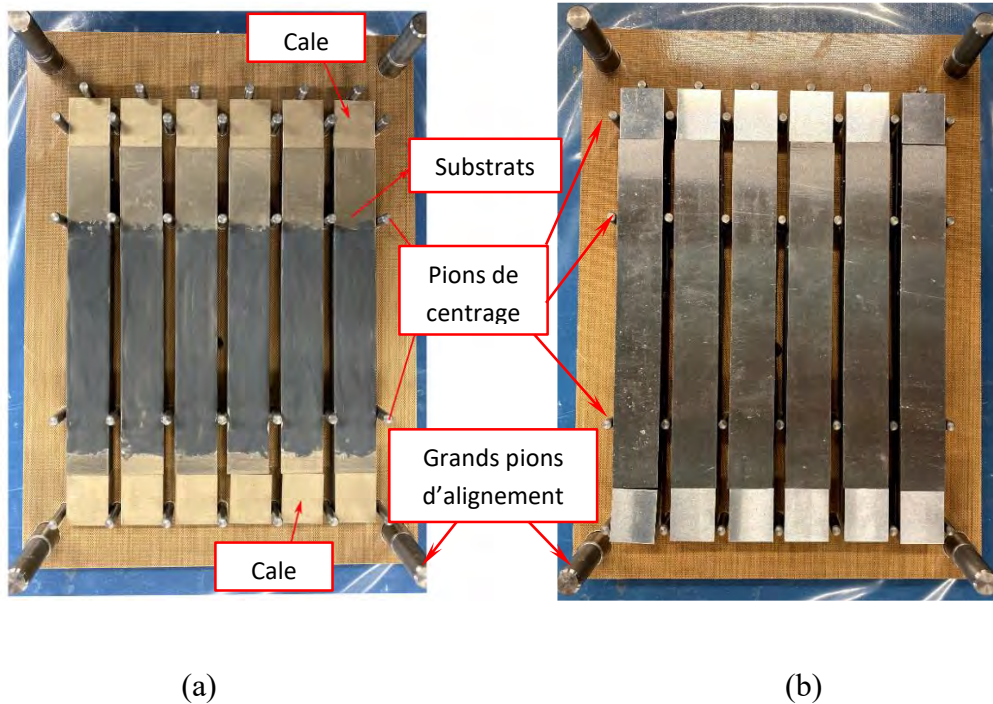


Figure 4.14 – Positionnement des éprouvettes sur le moule : (a) substrat du bas avec l'adhésif, (b) éprouvette entière avant dépôt de la plaque supérieure.

La fabrication des éprouvettes avec la toile métallique est presque la même que sans toile métallique, mais cette fois-ci, une étape supplémentaire est nécessaire. Les cales montrées sur la Figure 4.15a ont la même épaisseur que les substrats et un ruban adhésif était aussi placé en dessus. Après l'étape (a) de la figure ci-dessus, la toile métallique est posée sur l'adhésif, comme montré sur la Figure 4.15 et puis les autres substrats sont placés normalement. A la fin le moule fermé est inséré dans la presse chaude et l'adhésif est polymérisé sous une pression de 2 bars.

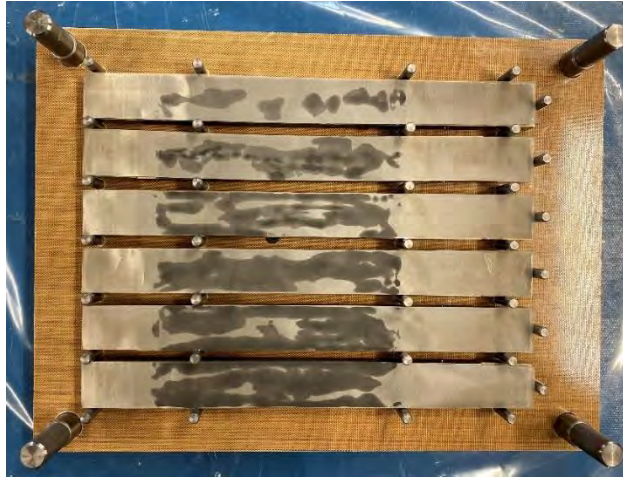


Figure 4.15 – Positionnement des éprouvettes sur le moule avec la toile métallique, avant positionnement des substrats supérieurs. On peut noter l'imprégnation de la toile métallique par la colle au contact simple de l'adhésif.

Les cales garantissent que la toile métallique est placée au centre du joint de colle, mais elles sont également chargées de retenir la toile métallique qui dépasse de la longueur de l'éprouvette. La toile métallique doit être plus long que l'éprouvette pour l'application de courant et permettre le démantèlement contrôlé. Une fois démoulées et nettoyées à l'aide d'une lame, les éprouvettes auront l'aspect de celle montrée sur la Figure 4.16.

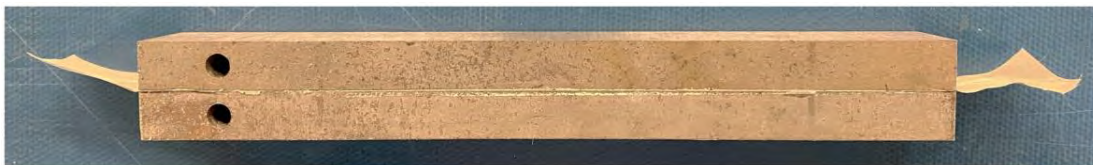


Figure 4.16 – Forme finale de l'éprouvette avec toile métallique.

4.3.4. Plan des essais mécaniques

Le plan des essais DCB a été développé en visant deux objectifs principaux : caractériser l'adhésif EC2216 en couche mince, et faire la preuve de concept de la méthode de désassemblage. La partie de caractérisation comprend les essais sur l'adhésif seul, sur l'adhésif chargé en TEP, avec et aussi sans la présence de la toile métallique. Cette fois-ci la température de la salle a été contrôlée par le système de climatisation, mais même avec ce contrôle on peut avoir des différences allant jusqu'à 1,5 degrés dans la journée autour de l'installation d'essai. Du coup, comme pour les tests de traction, la température et l'humidité ont été mesurées à l'aide d'un thermo-hygromètre. Une synthèse de ce plan d'essai peut être consultée sur le Tableau 3.3, avec les variations des essais, les phénomènes qui ont été étudiés et les paramètres de sorties.

Tableau 4.4 – Plan d’essais expérimentaux pour la caractérisation de l’EC2216.

Type d’essai		Paramètre étudié/Sortie
DCB (Caractérisation)	Variations	<ul style="list-style-type: none"> • Vitesse • Quantité TEP • Présence de la toile métallique • Traitement de surface
	Phénomène	<ul style="list-style-type: none"> • Propagation de la fissure
	Résultats	<ul style="list-style-type: none"> • Effort nécessaire pour l’amorçage • Energie de fissuration global
DCB (Désassemblage)	Variations	<ul style="list-style-type: none"> • Courant appliqué
	Phénomène	<ul style="list-style-type: none"> • Désassemblage
	Résultats	<ul style="list-style-type: none"> • Temps pour le désassemblage

4.4. Caractérisation de l’adhésif en mode I en couche mince

La campagne d’essais pour comprendre l’influence de la qualité du collage a été moins étendue que celle de la caractérisation en masse. Les essais DCB ont été réalisés sous les mêmes conditions de variation de plage de température que les essais de traction quasi-statiques présentés dans le Chapitre précédent. Pour chaque cas, seulement 3 éprouvettes ont été testées dans la plage de température entre 23,1 et 24,2°C.

4.4.1. Influence du traitement de surface

Nous nous intéressons dans ce paragraphe à l’influence du traitement de surface sur la nature de la rupture (adhésive ou cohésive) d’une part, et sur la force nécessaire pour propager la rupture à partir du fond d’entaille.

L’une des étapes les plus importantes de la fabrication du joint collé est le traitement de surface, qui doit être choisi en fonction de l’adhésif ainsi que du substrat. Le traitement de

surface permet de nettoyer la surface, de minimiser les effets des facteurs externes (tels que la corrosion), d'augmenter l'énergie libre de la surface et/ou d'améliorer l'adhésion mécanique (L. F. M. Da Silva et al., 2011). Les deux mécanismes les plus connus sont chimiques et mécaniques. Les traitements chimiques utilisent les réactions entre une substance et la surface du substrat pour améliorer l'adhérence, comme l'utilisation d'acétone pour le dégraissage ou l'utilisation d'acides corrosifs pour modifier la rugosité de la surface. Alors que les traitements mécaniques consistent généralement en une abrasion de la surface par ponçage, sablage (Miturska-Barańska et al., 2021) ou grenailage, par exemple.

Ces deux mécanismes sont couramment utilisés ensemble, car l'utilisation d'un traitement mécanique génère des contaminants sur la surface qui doivent être nettoyés, généralement à l'aide d'acétone. D'autres méthodes plus innovantes peuvent également être appliquées, telles que l'application d'une couche supplémentaire par l'oxydation anodique (Abrahami et al., 2016) ou l'utilisation de primaires (Rudawska et al., 2017). Afin de guider le choix et l'application des méthodes de traitements de surface pour des métaux et plastiques, la Commission Européenne (European Commission, 2006) a élaboré un rapport avec une liste non-exhaustive de protocoles de traitement de surface dépendant du type de matériau et avec des consignes pour plusieurs applications. Mais il n'existe pas une méthode unique pour tous les substrats pour tous les adhésifs. Donc nous avons essayé plusieurs méthodes en commençant par les recommandations du fabricant.

Les premiers essais pour la mise en place du protocole ont été réalisés en utilisant le protocole de traitement de surface recommandé par le fabricant de l'adhésif EC2216 (3M Scotch-Weld, 2018). Les substrats ont été poncés avec un grain 180, puis dégraissés et ensuite collés et testés. Après les essais, les surfaces de propagation ont été complètement adhésives, ce qui représente une mauvaise adhésion de l'adhésif au substrat. En plus de la propagation complètement adhésive, les courbes force ouverture ont montré beaucoup de variabilité. Après ces essais préliminaires, nous avons testé trois autres protocoles de traitement de surface :

- a) Traitement a : ponçage et dégraissage. Les éprouvettes ont été poncées avec un papier de verre à grain 120 jusqu'à avoir un aspect visuellement homogène et après dégraissées à l'acétone ;
- b) Traitement b : sablage et dégraissage. Cette fois-ci, les éprouvettes ont été sablées avec des grains fins (120 à 150) et après nettoyées aussi à l'acétone ;
- c) Traitement c : sablage, dégraissage et primaire. Ainsi que dans la méthode précédente, les éprouvettes ont été sablées et dégraissées, et enfin, une couche supplémentaire de primaire a été appliquée (CA 7049) juste après le nettoyage des substrats.

Une fois testées, les surfaces ont été observées visuellement et comparées en termes de type d'amorçage et de propagation. La Figure 4.17 montre la surface des éprouvettes juste après les essais. Il est possible d'observer que les éprouvettes avec le traitement de ponçage et dégraissage ont eu toujours une propagation totalement adhésive (Figure 4.17a). Alors que la propagation sur des éprouvettes avec le deuxième traitement (sablage et dégraissage) ont été mixtes, adhésive sur une grande partie et cohésive proche de la fin. Mais contrairement aux

éprouvettes ponçées, la propagation change de côté le long de l'éprouvette, c'est-à-dire que la fissure saute d'une interface à l'autre (Figure 4.17b). Enfin, l'application du traitement de surface combiné (sablage, dégraissage et primaire) a permis d'augmenter l'adhésion de l'adhésif avec le substrat. Comme conséquence, la propagation de la fissure était complètement cohésive pour les 2 éprouvettes testées (Figure 4.17c). Une fracture cohésive se propage dans l'adhésif qui constitue la couche adhésive. Ce type de fracture se produit généralement lorsque la force d'adhésion est plus forte que celle de la cohésion. Dans notre cas, nous nous sommes intéressés à la caractérisation des propriétés de l'adhésif et non de l'interface, donc il est plus intéressant d'avoir une fracture du type cohésif.

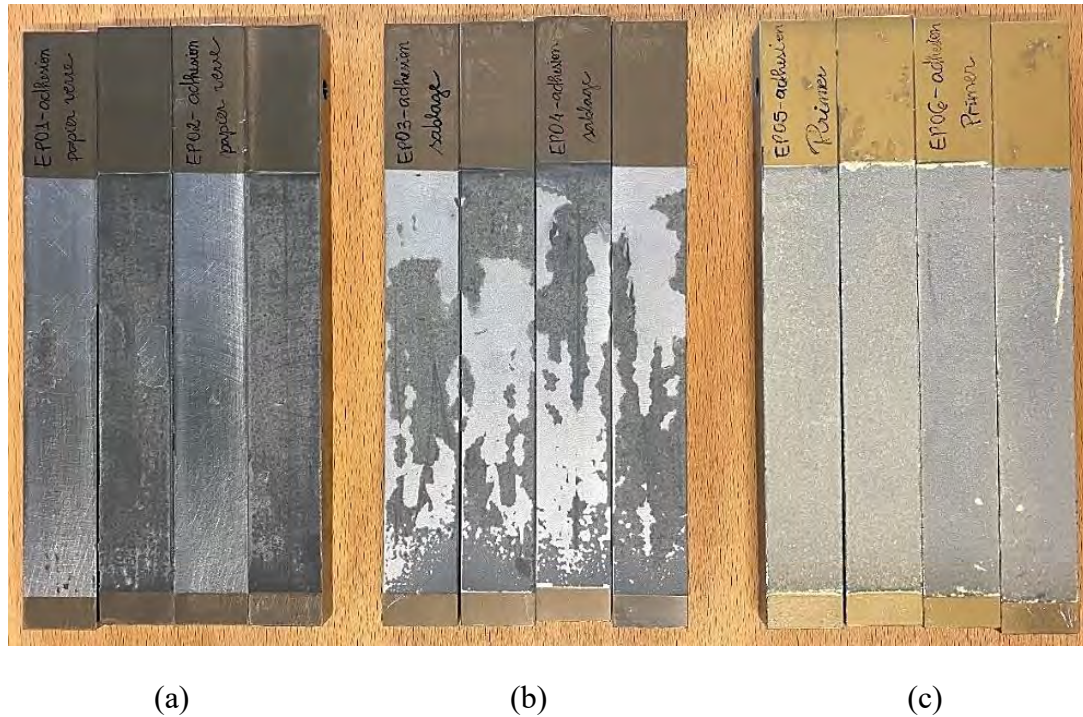


Figure 4.17 – Surfaces des éprouvettes DCB après les essais pour des différents types de traitement de surface : : a) ponçage et dégraissage ; b) sablage et dégraissage ; c) sablage, dégraissage et primaire.

Au-delà d'évaluer la nature adhésive ou cohésive de la rupture, il est aussi nécessaire de comparer la réponse en termes de force nécessaire à l'ouverture de l'éprouvette. Nous avons choisi une vitesse constante de 1mm/min. Les forces nécessaires à la propagation de la rupture sont illustrées sur la Figure 4.18. Les éprouvettes ponçées et dégraissées ont besoin d'un effort plus petit pour amorcer la fissure que les éprouvettes avec d'autres traitements de surface. Là encore, l'ouverture maximale soutenue avant la défaillance est également plus faible, car la propagation semble plus rapide. Les ouvertures maximales pour les deux autres traitements de surface sont très proches, cependant les éprouvettes sablées montrent une plus grande variation dans la force requise pour amorcer la propagation.

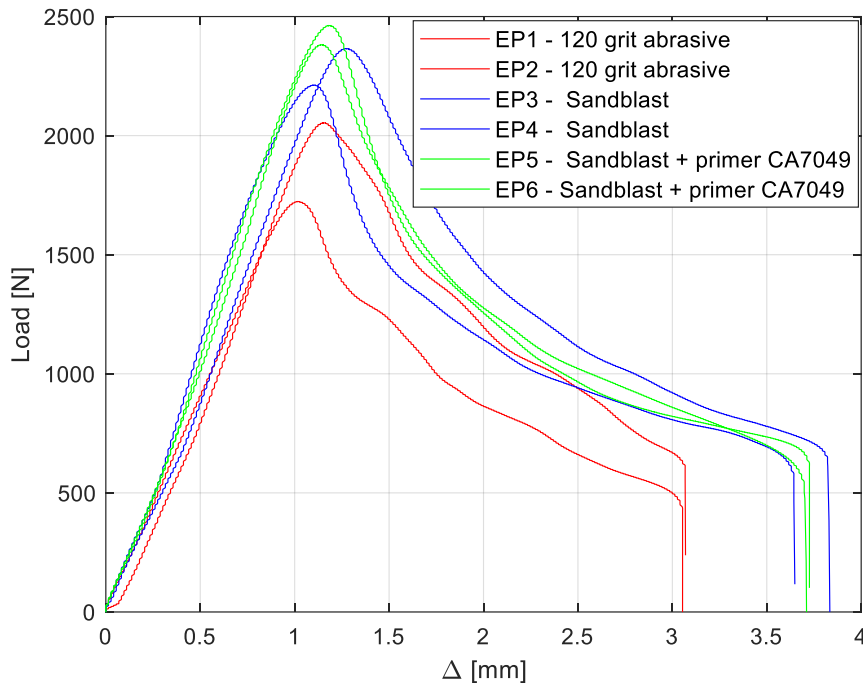


Figure 4.18 – Courbe force résultante versus ouverture de l'éprouvette pour une vitesse appliquée de 1mm/min.

En observant les résultats obtenus, nous pouvons conclure que le traitement de surface le plus adapté pour l'adhésif EC2216 sur l'acier afin d'obtenir une rupture cohésive avec une bonne reproductivité, est le sablage/dégraissage avec primaire. Le choix de ce traitement de surface oblige l'établissement d'un chronogramme de fabrication plus strict. Après le sablage et l'application du primaire, la couche adhésive doit être appliquée entre 6 et 72 heures. Tous les essais présentés dans les sections suivantes ont été fabriqués par ce protocole.

4.4.2. Influence de la vitesse

Dans le Chapitre 3, nous avons étudié l'influence de la vitesse de chargement sur des éprouvettes en masse. Comme il était possible de voir à partir des résultats de la DMA, l'augmentation de la vitesse provoque aussi une augmentation du module initial. Nous avons voulu vérifier si cette sensibilité est également présente dans les essais DCB. Nous analysons l'effet sur la pente initiale, les pics d'efforts et les courbes force ouverture. La Figure 4.19 montre l'évolution de l'effort nécessaire pour amorcer la rupture en fond d'entaille en fonction de l'ouverture de l'éprouvette, pour différentes vitesses de chargement.

A l'exception des éprouvettes testées à la vitesse de 0,01 mm/min, toutes les autres ne montrent pas d'altération de la pente initiale. La variation de pente de l'essai à 0,01mm/min peut partiellement être expliquée par le fait que cet essai qui a duré 6h a été démarré en fin de journée et s'est déroulé en partie la nuit, sur une plage de température inconnue. Pour les autres essais qui ont duré de 30 min à 30 s, le fait que les pentes soient très proches voire identiques,

montre qu'il n'y a pas eu d'effet significatif de la température ambiante pendant l'essai. Ces résultats peuvent s'expliquer par le confinement de l'adhésif entre les substrats métalliques épais dont la température varie peu. De ce fait, l'adhésif placé au cœur du joint peut n'avoir aucune variation de température.

Par contre, il est possible de voir une augmentation de l'effort maximal supporté, sauf pour les vitesses 1mm/min et 10mm/min qui se superposent. Cette superposition peut être liée au traitement de surface, à des erreurs expérimentales sur les essais à 10 mm/min, ou à un comportement particulier à 1mm/min.

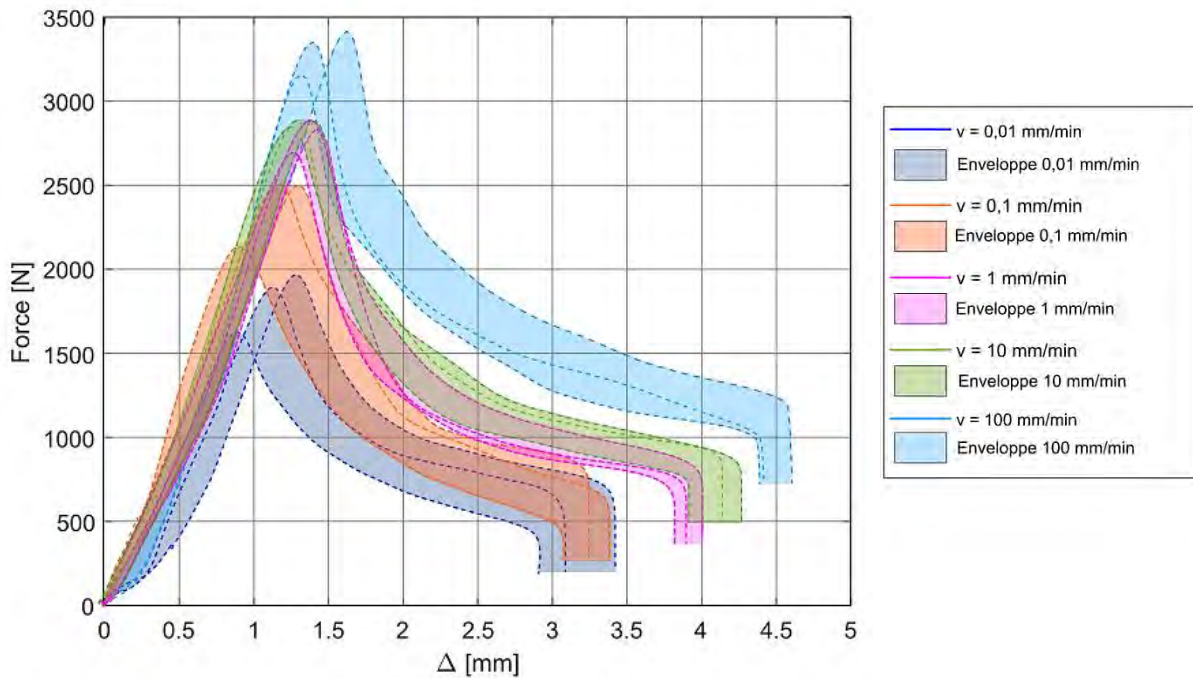


Figure 4.19 – Evolution de l'effort avec l'augmentation de la vitesse d'ouverture de l'éprouvette.

Tous les faciès de rupture sont similaires à ceux de la vitesse 1mm/min. Comme nous pouvons voir sur la Figure 4.20, les éprouvettes testées à 1 mm/min (à droite) présentent des faciès de rupture plus uniformes que celles testées à 10 mm/min (à gauche). A ce stade, nous ne savons pas expliquer pourquoi la variabilité des essais à 10mm/min est différente de celle des autres vitesses d'ouverture.

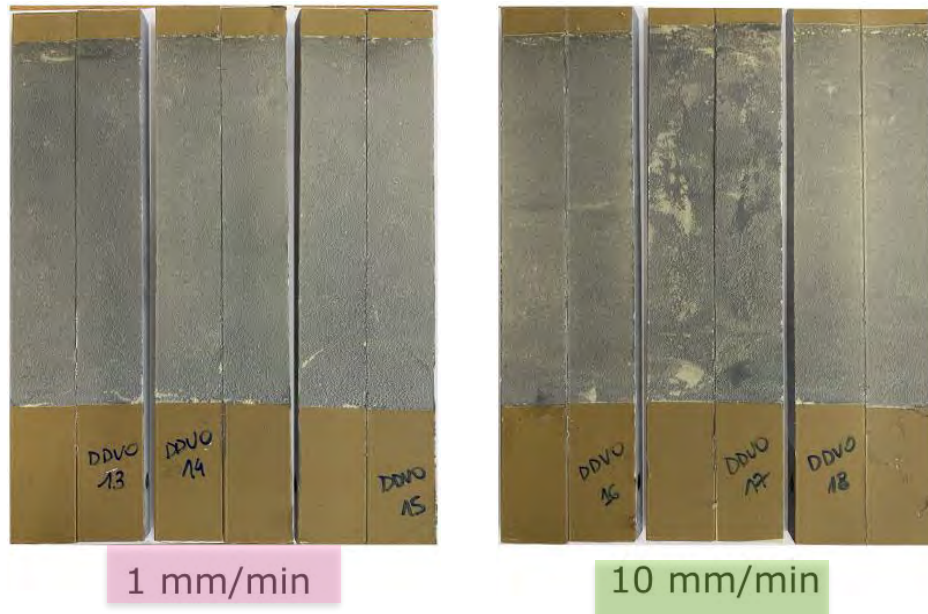


Figure 4.20 – Faciès de propagation des éprouvettes DCB testées aux vitesses d'ouverture de 1 et 10 mm/min.

La Figure 4.21 met en évidence la relation entre l'effort maximal, ou l'ouverture maximale, et la vitesse d'ouverture. On constate que l'ouverture maximale Δ_{\max} est linéairement proportionnelle à la vitesse d'ouverture, ce qui rassurant.

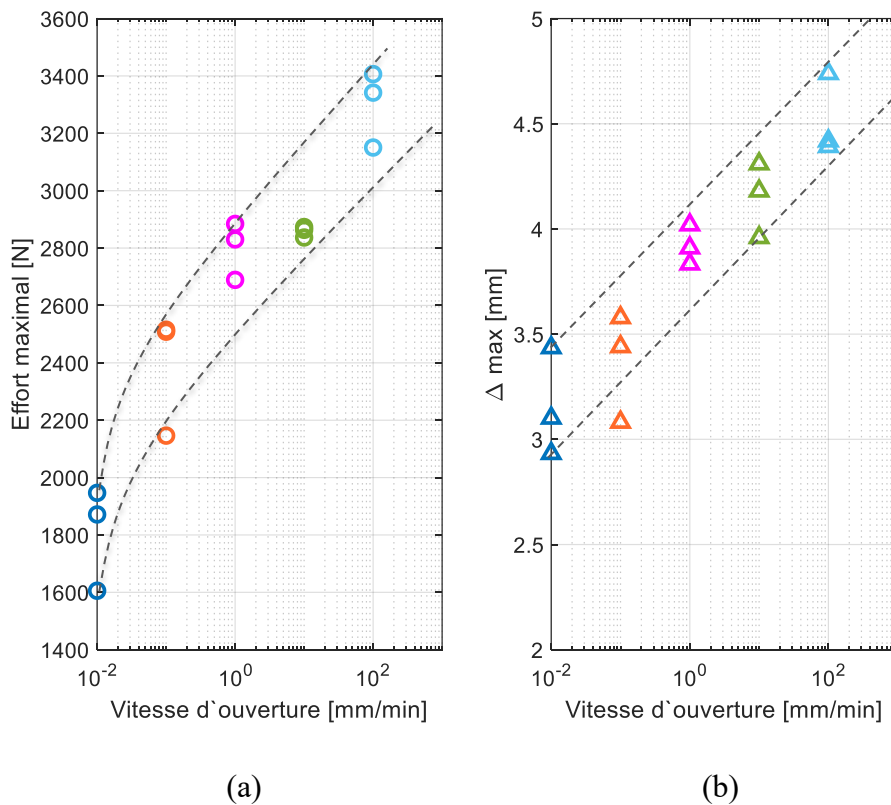


Figure 4.21 – Influence de la vitesse d'ouverture sur : (a) l'effort maximal et (b) l'ouverture maximale supportée.

En revanche, l'effort maximal supporté augmente plutôt de manière parabolique avec l'augmentation de la vitesse d'ouverture. Ce comportement est certainement dû à l'effet visqueux que présente l'adhésif EC2216 avec l'augmentation du taux de chargement qui peut apparaître même pour des vitesses assez basses (Nicolas & Jumel, 2016). Dans nos essais, contrairement aux essais de Nicolas & Jumel, l'effort maximal n'est pas constant, et les déplacements maximums sont beaucoup plus petits (jusqu'à 5 mm max pour nos essais, et jusqu'à 20 à 30 mm pour leurs essais). Cependant la courbe force ouverture peut être utilisée pour calculer le taux de restitution d'énergie G_{Ic} avec l'ouverture dans la méthode *Simple Beam Theory* (SBT) ou avec la mesure de la longueur de la fissure mesurée lors de l'essai.

L'augmentation de la vitesse d'ouverture change principalement le seuil de résistance avant la propagation, en termes d'effort et ouverture nécessaires. Nicolas et Jumel (Nicolas & Jumel, 2016) ont étudié l'effet de cette viscosité et la validité du méthode *Simple Beam Theory* (SBT) et ils ont constaté que la différence entre le G_{Ic} expérimental et celui calculé, augmente avec l'augmentation de la vitesse. Ceci indique que l'augmentation de la vitesse provoque une augmentation de l'effet de viscosité de l'adhésif EC2216. Nous ne pouvons donc pas utiliser la méthode SBT.

Comme nous n'avons pas mesuré la longueur de la fissure au cours de l'essai, nous n'avons pas été en mesure de vérifier cet aspect par une autre méthode.

4.4.3. Influence de l'ajout d'éléments de contrôle du désassemblage

La méthode de désassemblage contrôlé proposée est basée sur deux principes : la présence des particules et l'ajout d'un élément conducteur, dans notre cas une toile métallique en Inox. Ce concept fait l'objet d'un brevet déposé sur la référence FR2204875 (FR2204875, 2022).

Nous comparons les efforts maximums nécessaires pour l'amorçage, et les déplacements d'ouverture, sur plusieurs configurations. Ces résultats sont présentés de manière synthétique sur la Figure 4.22, et détaillée en ANNEXE I avec le même code couleur :

- rose foncé : adhésif seul (10000 :0),

- rose clair : adhésif seul avec toile métallique (10000 :0+toile métallique),

- vert foncé : adhésif avec 0,30% de TEP en masse (10000 :30),

- vert clair : adhésif avec 0,30% de TEP en masse et toile métallique (10000 :30+toile métallique),

- bleu foncé : adhésif avec 10% de TEP en masse (10000 :1000),

- bleu clair : adhésif avec 10% de TEP en masse et toile métallique (10000 :1000+toile métallique).

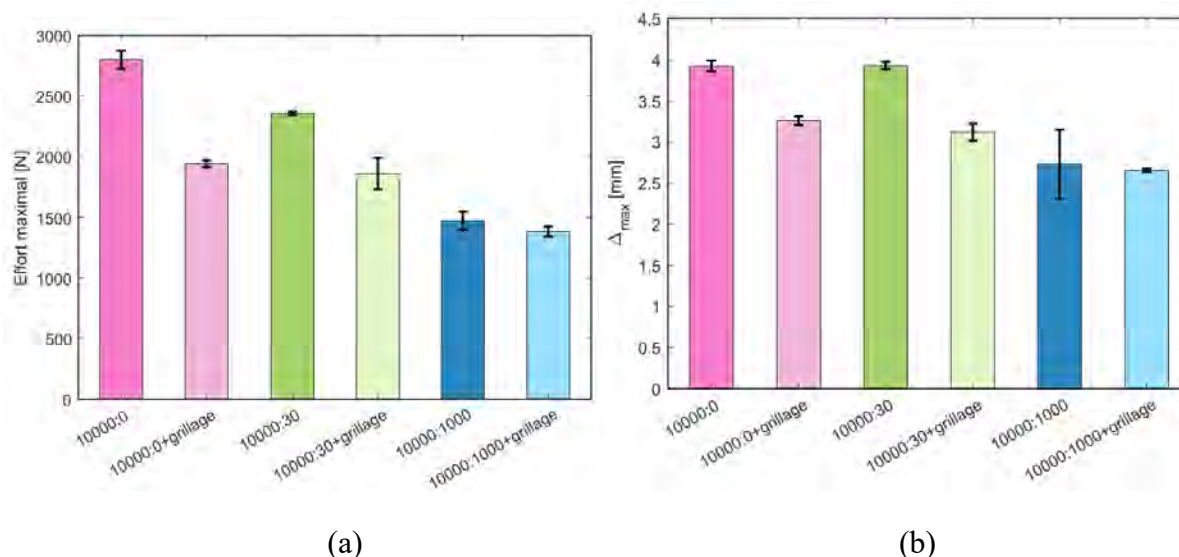


Figure 4.22 – Influence de l'ajout de TEP et toile métallique sur l'effort maximal et ouverture maximale.

La sensibilité aux paramètres étant la même sur les efforts et les déplacements d'ouverture, l'analyse porte essentiellement sur les efforts. Les essais sont réalisés à température ambiante autour de 24°C ($\pm 0,2$), sans chauffage.

Rappelons que l'ajout des particules dans l'adhésif sans toile métallique, comme montré dans le Chapitre 3, abat la contrainte et la déformation à la rupture sous charge de traction, et resserre les incertitudes. Ce phénomène est aussi observable en comparant les valeurs d'effort maximum pour les couleurs foncées de la Figure 4.22 correspondant aux essais avec TEP sans toile métallique. L'ajout d'un très faible pourcentage massique de TEP de 10000 :30 fait chuter l'effort de 2800 à 2354 N, soit environ 16%. Dans cette configuration, les particules forment uniquement des amas avec des particules éparses distribuées, alors que dans la configuration 10000 :1000 les particules sont distribuées avec quelques amas répartis. L'effort maximal dans ce cas est de l'ordre de 1468N, soit 47% de réduction. Ceci confirme l'intérêt d'un faible pourcentage massique de TEP. Notons que la rupture a toujours été cohésive.

L'ajout de la toile métallique provoque une chute d'environ 31 % de l'effort maximal pour l'adhésif seul (rose foncé VS rose clair). Pour le cas 10000 :30 de TEP (verts), la présence de la toile métallique réduit d'environ 21 % cet effort. Enfin, la perte de tenue due à la toile métallique pour les configurations 10000 :1000 (bleus) n'est que d'environ 6 %. La présence de la toile métallique abat donc proportionnellement davantage les propriétés lorsque les TEP sont ajoutées en petites quantités. Notons que les ruptures avec toile métallique sont toutes adhésives. Par conséquent, il y a des effets croisés entre la présence des TEP et l'effet de la présence de la toile métallique.

Afin de comprendre cette interaction entre les effets de présence de TEP et de la toile métallique, après les essais, nous avons fait des observations des faciès de rupture au microscope optique. Le choix de la face a été aléatoire.

Pour cela, nous avons utilisé un zoom de 20x sur les éprouvettes avec toile métallique pour voir tout d'abord l'influence de l'imprégnation de l'adhésif dans cette toile métallique. Les observations sont illustrées sur des éprouvettes avec adhésif avec 10000 :30 de TEP (Figure 4.23a) et adhésif 10000 :1000 de TEP (Figure 4.23b). Nous voyons que l'augmentation de la quantité de TEP améliore l'imprégnation de l'adhésif car celui-ci couvre davantage les zones de chevauchement des fils dans la configuration 10000 :1000 de TEP. Cette amélioration peut être liée à l'augmentation de la viscosité induite par la grande concentration de TEP ou à une augmentation de la capacité de capillarité du mélange, ce qui rejoint les observations du chapitre 2.

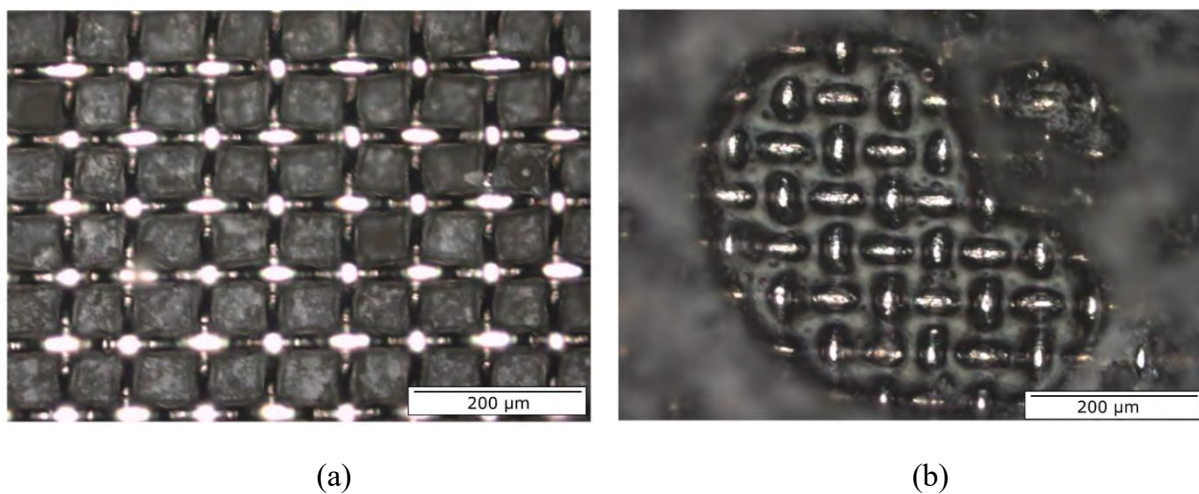


Figure 4.23 – Images au microscope 20x de la toile métallique ennoyée dans l'adhésif : (a) Cas 10000 :30 et (b) Cas 10000 :1000.

Ces résultats sont aussi visibles sur les modes de propagation des fissures. Comme montré sur la Figure 4.24b, il y a un problème d'accroche de l'adhésif sur la toile métallique pour le cas 10000 :30. Ce problème existe aussi pour l'adhésif seul (Figure 4.24a). Grâce à une meilleure imprégnation, l'augmentation de la quantité de TEP améliore l'accrochage de l'adhésif sur la toile métallique, ce qui provoque une rupture plutôt du type adhésif au milieu du joint entre l'adhésif et la toile pour les faibles pourcentages. À noter que dans le cas 10000 :30 la zone décollée est restée d'un même côté de la toile. Dans le cas de l'adhésif seul, la rupture change 1 fois de côté au milieu de la longueur de propagation. Les éprouvettes fabriquées avec très peu de TEP (cas 10000 :30), ou de manière moins marquée avec adhésif seul, ont présenté des ondulations sur la toile métallique (Figure 4.24b), parfois des déplacements latéraux de la bande de toile (visible sur la Figure 4.24a et b). Nous pensons que ces ondulations des éprouvettes DCB étaient présentes dès la fabrication des éprouvettes et sont provoquées lors de la mise en place et de l'alignement des substrats entre les pions dans le moule (voir §4.3.3). Comme les trois éprouvettes 10000 :30 sont issues d'un même lot de

fabrication, il est difficile de conclure que ces ondulations seraient à l'origine d'une non-homogénéité de la distribution de l'adhésif qui affecterait les propriétés macroscopiques mécaniques du joint. Afin de vérifier ces résultats, il faut améliorer le protocole de fabrication d'éprouvettes planes pour assurer l'alignement de la bande de toile sans la déformer, et un léger étirement de la toile métallique. Dans le cas où une autre forme d'élément conducteur est choisie, ce problème pourra être moins préoccupant. Il est à noter que nous n'avons eu aucune ondulation à l'issue des essais d'accostage pour lequel les substrats étaient assemblés différemment.

La rupture des éprouvettes avec beaucoup de particules, cas 10000 :1000 (Figure 4.24c), et avec la toile métallique, a été plutôt adhésive, mais cette fois-ci entre les substrats et l'adhésif renforcé par la toile. Celle-ci est restée ennoyé dans l'adhésif, mais la fissure oscille plusieurs fois le long du trajet de propagation entre une interface et l'autre, en déchirant la toile.

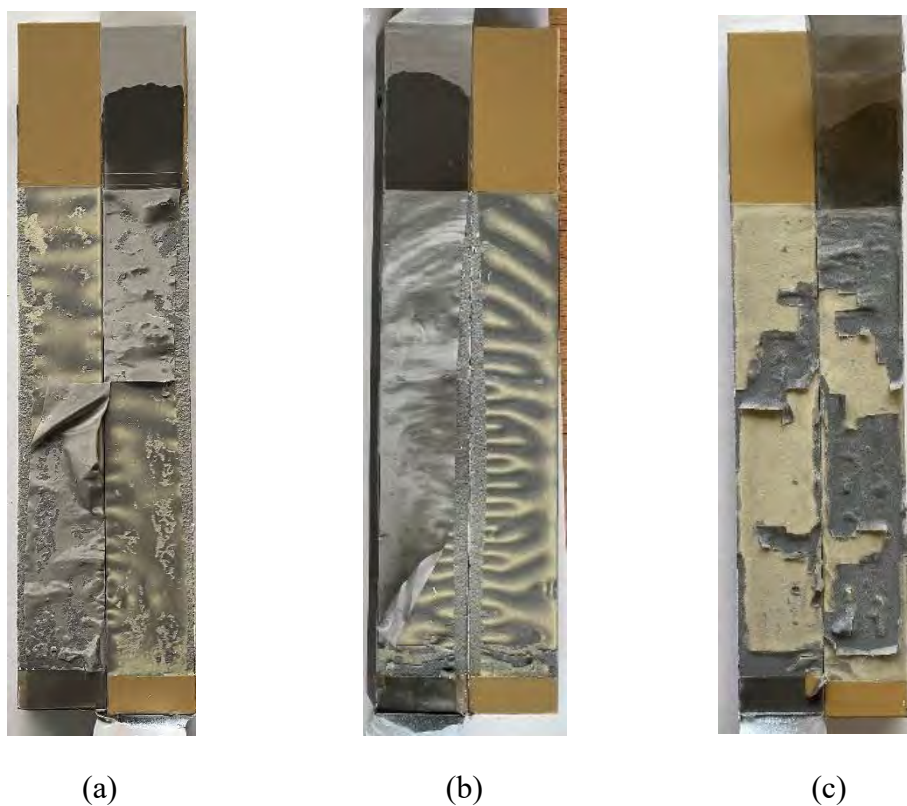


Figure 4.24 – Images de faciès de propagation de la fissure avec la toile métallique ennoyé dans l'adhésif : (a) Cas 10000 :30, (b) Cas 10000 :30 et (c) Cas 10000 :1000.

La caractérisation du joint en couche mince est indispensable pour la mise en place de cette stratégie de désassemblage contrôlé ou à la demande. L'abattement des propriétés mécaniques dû à la présence de la toile métallique n'est pas négligeable et elle doit être caractérisée selon cas. Parmi les paramètres qui peuvent jouer, au-delà de la composition et viscosité de l'adhésif, nous pouvons citer, la taille de TEP, la quantité de TEP, l'ouverture et

épaisseur de la toile métallique, ainsi comme son positionnement dans le joint. Une fois que la tenue est assurée sous certaines conditions et le recyclage ou réparation est nécessaire, nous devons assurer un désassemblage contrôlé. Ce sujet sera traité lors des prochains paragraphes.

4.5. Désassemblage contrôlé

Dans ce paragraphe, nous présentons les essais réalisés avec la toile métallique.

4.5.1. Capacité d'échauffement

Comme indiqué au §4.3.2 la toile métallique en inox 304L déjà commercialisée par la Société Gantois (*Gantois, n.d.*) a été choisie.

Avant d'appliquer cette toile métallique dans le joint, et après quelques calculs analytiques simples d'estimation des températures atteintes dans le joint, un test de faisabilité a été réalisé avec l'aide de Rémy Chieragatti. Cet essai a été basé sur des essais réalisés pour la mesure de la conductivité d'une maille. Mais cette fois-ci, au lieu de mesurer la conductivité, une caméra thermique de *Telops* modèle *FAST M3k* a été mise en place afin de mesurer l'évolution de la température au long de la toile métallique. La configuration utilisée était capable de mesurer dans la plage de 0 à 100°C avec une résolution spatiale de 320×256 pixels. Le montage expérimental utilisé a été composé d'une caméra thermique, d'un générateur de courant et d'un dispositif de fixation de la toile métallique (Figure 4.25a). Ce dispositif de fixation (Figure 4.25b) a été composé d'une plaque isolante en dessous et deux barres en cuivre, auxquelles la toile métallique a été fixé par des vis. Le système a été conçu pour avoir une conduction thermique uniforme le long des barres de cuivre. Mais des ondulations de la toile métallique générant un contact imparfait, et un tissu qui n'était pas parfaitement aligné entre les barres et la toile métallique pas tout à fait plate, l'échauffement de la toile métallique n'a pas été uniforme, comme nous pouvons le voir sur la Figure 4.25c.

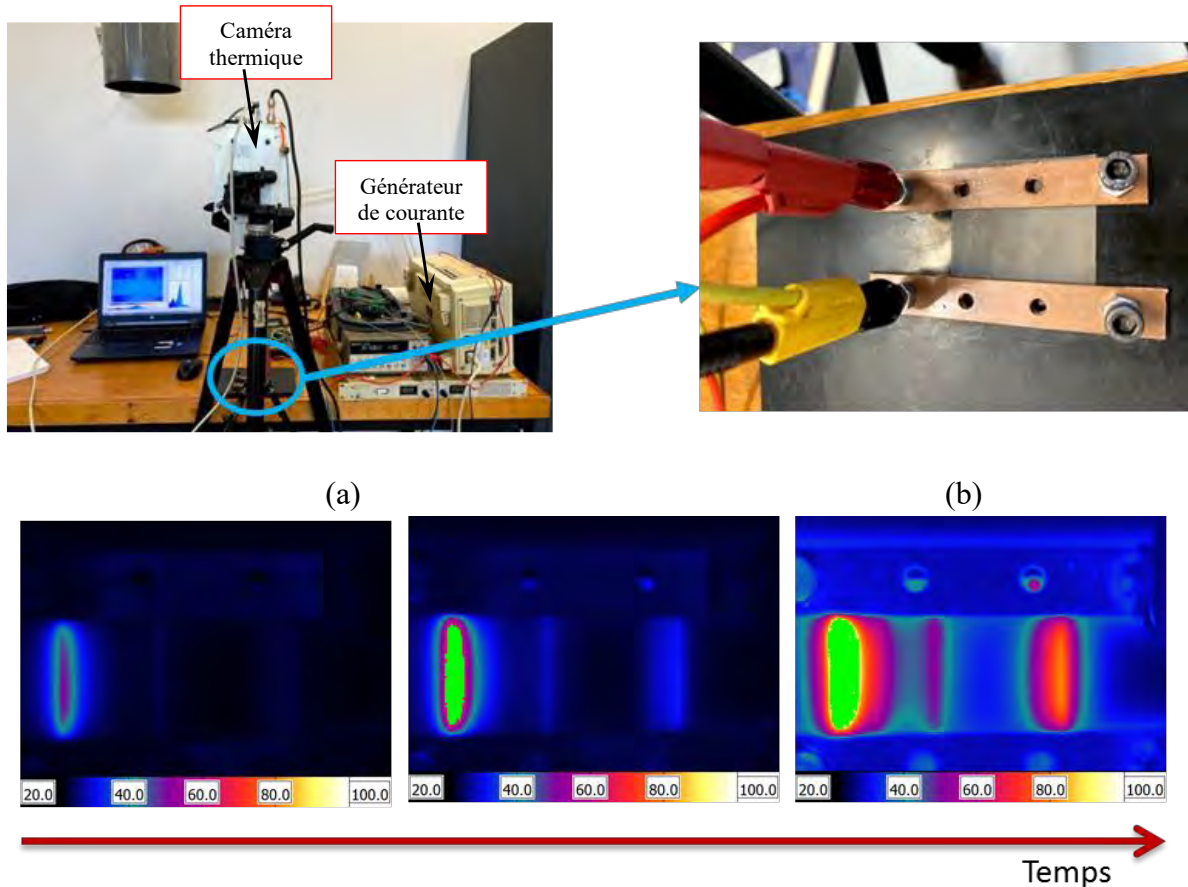


Figure 4.25 – Dispositif expérimental de mesure de la capacité d'échauffement : (a) montage expérimental, (b) zoom sur le dispositif de fixation, (c) flux de chaleur résultant de l'application d'un courant de 6A.

Malgré l'échauffement non-uniforme, la toile métallique en inox a permis de monter la température jusqu'à au moins 100°C. Comme il y a une saturation de mesure au-delà de cette valeur, nous ne pouvons pas mesurer exactement la température sur la portion gauche de la toile métallique. Après ces essais, nous avons considéré que la toile métallique était capable de fournir la puissance thermique nécessaire pour échauffer les amas de son voisinage. Par contre, il faut assurer une application de courant plus uniforme pour optimiser le flux de chaleur. Une fois que nous avons validé le choix de la toile métallique, il faut valider le processus de désassemblage en tant que tel. Cette problématique sera traitée dans le prochain paragraphe.

4.5.2. Désassemblage en mode I

Protocole expérimental. Les essais de désassemblage ont été réalisés sur la machine d'essai INSTRON 5969 avec le même support d'éprouvette DCB déjà décrit avant (Figure 4.8). Le courant électrique a été appliqué à l'aide d'un générateur de courant du fabricant CONVERGIE modèle SDL/G1-HR 36.30, qui peut fournir un voltage de 0 à 36V et un courant entre 0 et 30A. Les adaptations faites sur le dispositif expérimental utilisé sont montrées sur la

Figure 4.26. Afin d'assurer le contact entre le fil conducteur et la toile métallique, des talons en contreplaqué ont été placés pour maintenir le fil conducteur entouré par la toile métallique qui a été pliée manuellement autour, et l'ensemble a été fixé par des pinces serre-joints.

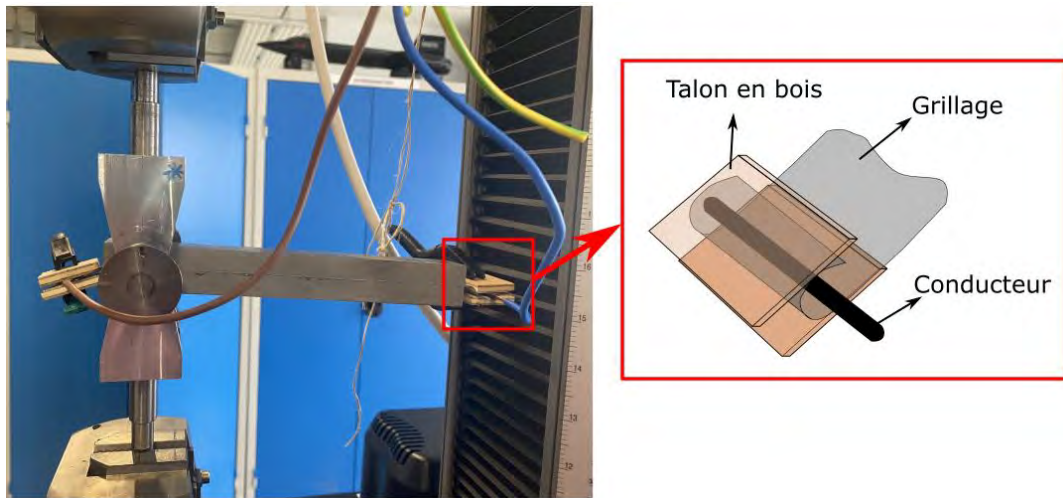


Figure 4.26 – Dispositif expérimental utilisé pour les essais de désassemblage en mode I.

Après avoir positionné l'échantillon dans la machine, le test a été lancé. La Figure 4.27 montre la séquence du test dans le temps. L'essai commence par l'application d'une charge de traction pilotée en force à une vitesse de 10 mm/min (point A) jusqu'à ce que la force soit égale à 500N. Puis lorsque la force est stabilisée, le système de génération de courant et le chronomètre sont déclenchés (point B). Le désassemblage est déterminé par la chute d'effort (point C). A ce point C le chronomètre est arrêté, ainsi que le générateur de courant.

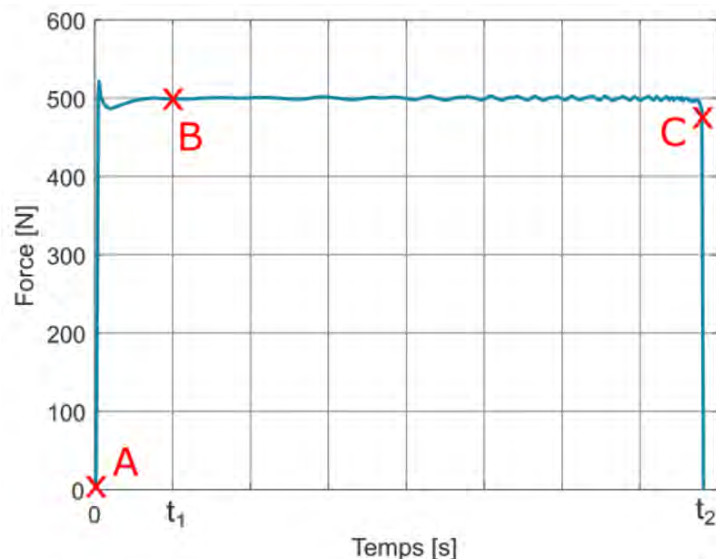


Figure 4.27 – Illustration du déroulement au cours du temps des essais de désassemblage.

Résultats et validation du principe. Pour la validation du principe, trois configurations ont été testées, comme l'illustre la Figure 4.28. La première configuration est le

cas de très peu de particules (10000:30), ce qui envisage la formation des amas et la création des points de faiblesse qui pourraient déclencher le désassemblage. La deuxième configuration concerne le cas d'un adhésif fortement chargé avec des TEP et la dernière configuration a été prévue en considérant les applications dans les adhésifs en films. Pour cette dernière configuration, la toile métallique a été trempé dans les TEP (comme on pane un poisson) et par l'électricité statique, les TEP restent attachées à la toile métallique même en secouant légèrement la toile métallique pour faire tomber l'excédent de TEP. Il est important de noter que pour cette dernière configuration, la quantité des TEP n'était pas contrôlée.

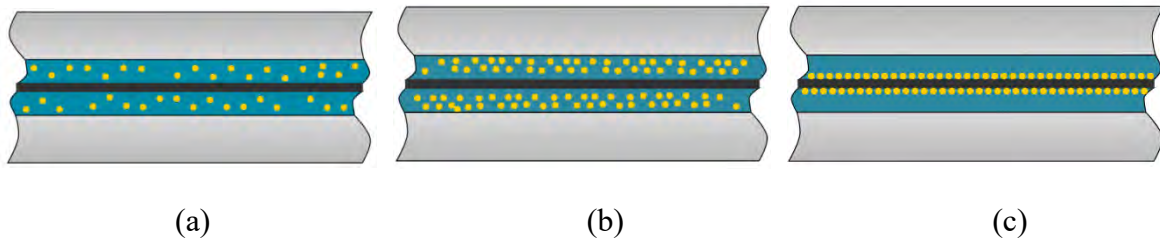


Figure 4.28 – Représentation schématique de la distribution des TEPs dans le joint : (a) Cas 10000 :30, (b) Cas 10000 :1000, (c) Cas toile métallique saupoudré (GS).

Avant les essais, les résistances entre la toile métallique et les substrats acier ont été mesurées à l'aide d'un multimètre digital. Le cas parfait est l'isolation électrique entre la toile métallique et le substrat c'est-à-dire, une résistance qui tend vers l'infini. Au total 12 éprouvettes ont été testées, avec deux ampérages différents appliquées (6A et 8A). L'effort appliqué était le même.

Une synthèse de résultats de ces essais peut être consultée dans le Tableau 4.5. Le principal paramètre de comparaison entre les essais réalisés a été le temps nécessaire pour le désassemblage. En regardant les résultats du cas 10000 :30, nous pouvons constater que pour une même valeur de courant appliquée, une réduction de la résistance provoque une augmentation du temps nécessaire pour désassembler. Car une partie du courant est détournée et au lieu de passer par la toile métallique, elle passe par le substrat, donc le courant vrai appliqué est plus petit que le nominal. Pour ce premier cas, nous ne pouvons pas conclure sur l'influence du courant appliqué. Par contre, sur la deuxième configuration (10000 :1000), en comparant les éprouvettes parfaites, il est possible de voir que l'augmentation du courant de 6A à 8A provoque une décroissance moyenne de 32,5% du temps nécessaire pour désassembler. Ainsi comme pour la première configuration, nous pouvons voir l'influence de la résistance sur le délai nécessaire pour le désassemblage. En comparant les éprouvettes testées avec un courant appliqué de 6A, celles qui désassemblent plus vite sont celles avec la toile métallique saupoudré de TEP (GS). Alors que, pour un courant appliqué de 8A, nous n'avons pas testé les éprouvettes avec la toile métallique saupoudré et parmi les autres configurations qui subsistent, les éprouvettes avec beaucoup de particules se séparent plus vite.

Tableau 4.5 – Synthèse des résultats des tests de désassemblage sur les éprouvettes du type DCB.

Eprouvette /cas	Courant	Voltage	Résistance entre la toile métallique et les substrats	Délai pour le désassemblage [s]
10000 :30 – EP 1	6A	8,3V	$5.10^5\Omega$	700
10000 :30 – EP 2	6A	8,1V	107Ω	1455
10000 :30 – EP 3	8A	11,5V	12Ω	998
10000 :30 – EP 4	8A	11,9V	$\infty\Omega$ (parfaite)	640
10000 :1000– EP 1	6A	8,3V	$\infty\Omega$ (parfaite)	725
10000 :1000– EP 2	6A	8,1V	$3.10^6\Omega$	1452
10000 :1000– EP 3	6A	8,4V	$7.10^3\Omega$	1655
10000 :1000– EP 4	8A	10,3V	$\infty\Omega$ (parfaite)	390
10000 :1000– EP 5	8A	10,6V	$\infty\Omega$ (parfaite)	580
10000 :1000– EP 6	8A	11V	$\infty\Omega$ (parfaite)	499
GS – EP 1	6A	8,2V	$1.10^3\Omega$	1084
GS – EP 2	6A	8,5V	$1.10^5\Omega$	1015

Au-delà du temps nécessaire pour séparer les substrats, nous devons aussi évaluer la surface des substrats après cette séparation. La Figure 4.29 montre des exemples de surfaces après le désassemblage. Sur toutes les éprouvettes testées, le désassemblage a été toujours au niveau de la toile métallique. Sur quelques éprouvettes, comme la 10000 :1000 - EP-3, la séparation des substrats n'était pas uniforme ni sur un seul côté de la toile métallique. D'autres éprouvettes se décolle des deux côtés, comme l'éprouvette GS–EP 1.

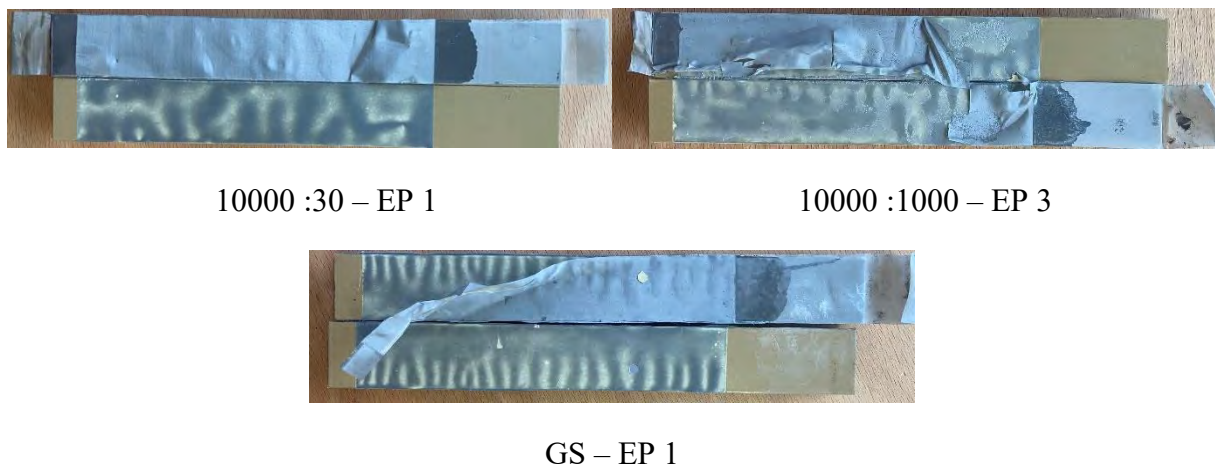


Figure 4.29 – Exemples des substrats séparés après le désassemblage contrôlé.

L'analyse des faciès après la séparation n'a pas permis de conclure sur un contrôle du désassemblage, ni de comparer les trois configurations testées. Afin d'obtenir des meilleurs résultats, il faut d'abord améliorer le processus de fabrication pour éviter des défauts comme l'emplacement de la toile métallique, qui provoque une répartition non uniforme du flux de chaleur (Figure 4.30a). Nous devons également garantir que les éprouvettes soient bien dégraissées et que le primaire d'accroche est appliqué conformément au protocole établi, afin d'éviter que le joint ne se décolle au niveau de l'interface (Figure 4.30b).

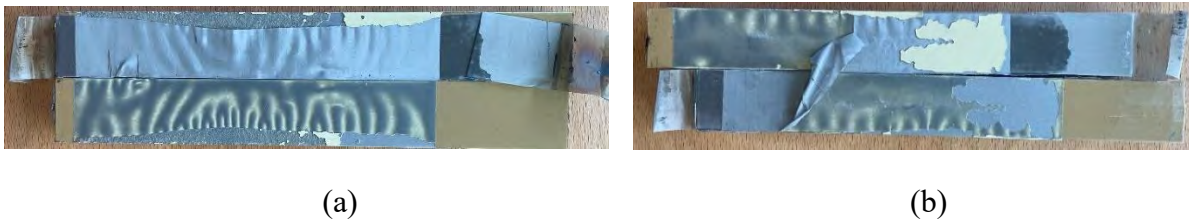


Figure 4.30 – Exemples de défauts de fabrication : (a) 10000 :30 – EP 3, (b) 10000 :30 – EP 3

Malgré les défauts de fabrication, les essais réalisés ont permis de valider le principe de la méthode de désassemblage proposée. Pour toutes les configurations testées, les éprouvettes se sont séparées avec un effort de 500N, qui est beaucoup plus petit que celui nécessaire pour amorcer la fissure (Figure 4.22). Comme dit précédemment, il faut améliorer le protocole de fabrication et envisager des adaptations aux éprouvettes pour éviter le contact entre la toile métallique et les substrats. La création des chanfreins aux quatre extrémités des substrats peut être une solution viable, mais qui n'a pas été testée.

4.6.Cas d'application

Le principe du désassemblage contrôlé a été démontré en utilisant des éprouvettes du type DCB avec chargement en mode I. Mais lorsqu'on parle de désassemblage de matériaux composites, par exemple, ce type de chargement peut endommager les fibres lorsqu'il est appliqué.

Afin de démontrer la faisabilité dans les structures composites, des essais du type SLJ ont été envisagés. Le choix du type de test a été basé sur les travaux de Banea et al. (Banea et al., 2017). Dans ce travail, les auteurs ont montré la capacité de désassembler en utilisant des TEP, tout en utilisant au moins un des substrats métalliques. En effet, le chauffage était effectué par une bobine électrique placée autour de l'articulation. Du coup, dans ce paragraphe, notre objectif est de démontrer la capacité de désassemblage sur des structures non métalliques, sans les endommager.

4.6.1. Protocole de fabrication et d'essais Single-Lap Joint (SLJ)

Les éprouvettes du type SLJ ont été destinées à l'application et démonstration du protocole de désassemblage contrôlé par effet Joule. La démonstration a été faite sur trois adhésifs différents : 3MTM EC2216 (bi-composant), Redux® 609 (en film) et FM300 (en film). La seule différence de protocole est l'application de l'adhésif. Pour l'EC2216, l'adhésif en pâte a été appliqué sur les substrats à l'aide d'une spatule comme dans tous les tests précédents. Pour les autres, des patches de la taille de la zone collée ont été découpés et collés aussi sur les substrats. La géométrie des éprouvettes utilisées peut être consultée sur la Figure 4.31. Les deux substrats, ainsi que les deux talons d'alignement ont été fabriqués en composite à fibre de carbone et à résine époxy, à partir de chutes de plaques disponibles au laboratoire pour d'autres applications et dont l'empilement n'est pas connu.

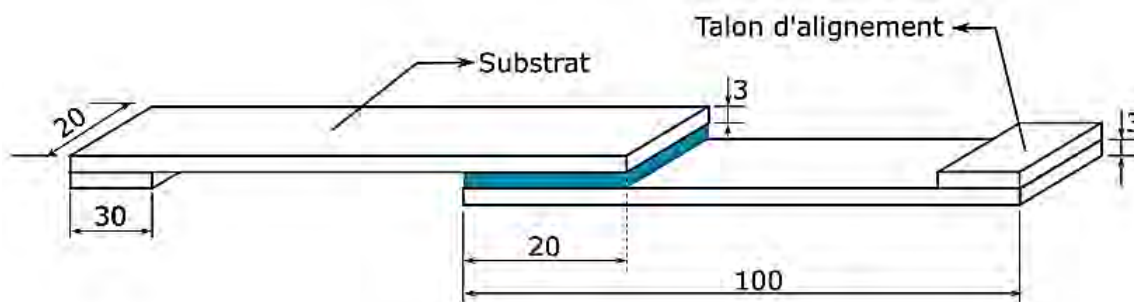


Figure 4.31 – Géométrie et dimensions des éprouvettes du type SLJ.

L'épaisseur finale du joint dépend du type d'adhésif. Mais indépendamment du type, toutes les éprouvettes ont été fabriquées avec une couche d'adhésif sur chaque substrat et la toile métallique Inox à l'intérieur. Le Tableau 4.6 montre l'épaisseur de chacune des couches du joint respectif à chaque adhésif. Ces épaisseurs sont des spécifications nominales ; pendant la polymérisation il y a des débordements d'adhésif et ça peut occasionner une réduction de l'épaisseur finale. La toile métallique utilisée est la même que pour tous les cas testés précédemment (Gantois, n.d.).

Tableau 4.6 – Dimensions du joint des éprouvettes SLJ par type d'adhésif.

Adhésif	Epaisseur couche d'adhésif	Epaisseur de la toile métallique	Epaisseur de la couche d'adhésif	Epaisseur totale du joint
EC2216	0,1 mm	0,05 mm	0,1 mm	0,25 mm
Redux® 609	0,2 mm	0,05 mm	0,2 mm	0,45 mm
FM 300	0,130 mm	0,05 mm	0,130 mm	0,31 mm

Pour réaliser les éprouvettes de type SLJ, des moules en bois ont été fabriqués, comme le montre la Figure 4.11. La position des composants a été assurée par des cales en silicone placées entre le talon et le substrat. La structure complète de l'éprouvette pendant la fabrication est montrée sur la représentation de la vue coupée de l'éprouvette à droite de la Figure 4.11.

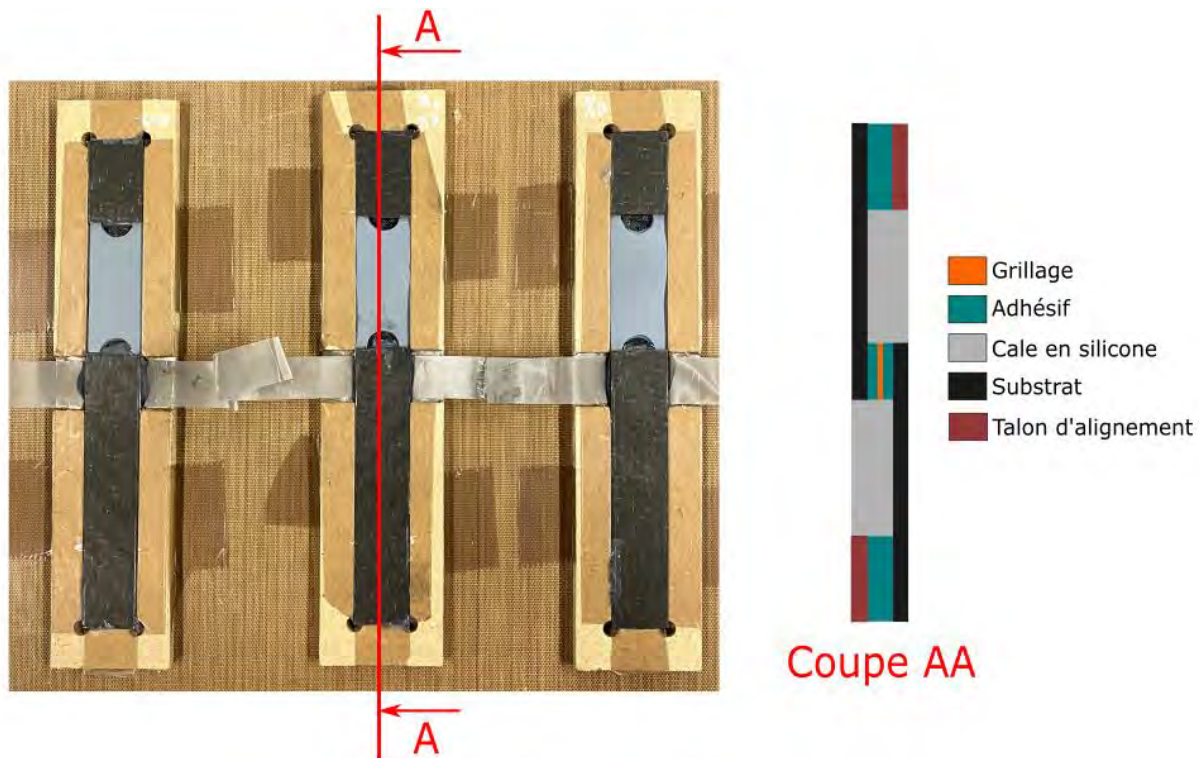


Figure 4.32 – Moule de fabrication des éprouvettes du type SLJ avec les éprouvettes installées (à gauche) et une vue coupée du placement des éprouvettes dans le moule pour fixer les épaisseurs (à droite).

Après que les éprouvettes ont été positionnées, elles ont été mises sous vide à l'aide d'un sac plastique et placées dans le four pour la polymérisation. Le temps et la température de polymérisation ont été aussi fonctions de l'adhésif utilisé. Sur le Tableau 4.7, il est possible de consulter les informations des cycles de polymérisation utilisés pour chaque adhésif prenant en compte les consignes respectives des fabricants, y compris pour les phases de montée en température.

Tableau 4.7 – Information de cycles de polymérisation et fabrication des adhésifs testés.

Adhésif	Cycle de polymérisation	Fabricant	Référence
EC2216	66 °C@140 min	3M™	(3M Scotch-Weld, 2018)
Redux® 609	120°C@60 min	Hexcel	(Hexcel, 2015)
FM® 300	175°C@60 min	Solvay	(Solvay, 2018)

Une fois que les éprouvettes ont été fabriquées, la principale difficulté a été de les démouler en conservant l'intégrité de l'ensemble et en particulier de la bande de toile métallique. En effet, pendant la phase de polymérisation, il y a des débordements de l'adhésif sur la toile métallique, ce qui provoque la rigidification et fragilisation de la toile métallique. Dans quelques cas, il y avait de légères déchirures de cette toile métallique, comme illustré sur la Figure 4.33. Les éprouvettes avec ce type de défaut peuvent donner des faux résultats, car le flux de courant électrique n'est pas uniforme.

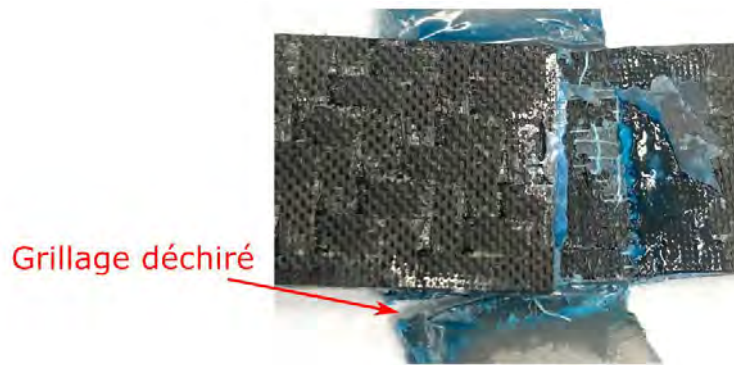


Figure 4.33 – Exemple d'éprouvette du type SLJ avec la toile métallique déchirée.

Une fois fabriquées, les éprouvettes ont été testées. Le protocole d'essai a été le même déjà décrit dans le §4.5.2, avec l'application d'un effort constant de 500N comme précédemment. La seule différence par rapport aux essais du type DCB précédents est le montage de l'éprouvette sur la machine de traction INSTRON 5969. Cette-fois ci, l'éprouvette est montée directement sur les mors de la machine, sans avoir besoin des supports complémentaires, comme montré sur la Figure 4.34. Dans le cas des éprouvettes SLJ, les petites déchirures de la toile métallique sont plus graves que sur les éprouvettes DCB, car la bande doit aussi résister à l'effort cisailant induit par le poids des pinces qui serrent les plaquettes de bois et le maintien de l'alimentation électrique dans un enroulement de bande de toile métallique.



Figure 4.34 – Dispositif expérimental utilisé pour les essais de désassemblage contrôlé en cisaillement.

4.6.2. Démontabilité des structures composites

Les essais présentés sur ce paragraphe sont dédiés à la validation du principe de démantèlement contrôlé sans utiliser les propriétés des substrats et sans les dégrader, sur les trois types d'adhésif. Ces résultats ont été utilisés pour le brevet

4.6.2.1. Adhésif bi-composant EC2216

Le premier adhésif testé a été l'adhésif bi-composant 3M™ EC2216, qui est celui que nous avons utilisé dans la majorité des essais de la thèse, et notamment pour les études sur l'influence des TEP, sur l'accostage, et sur la tenue. Le Tableau 4.8 montre une synthèse des essais réalisés pour les essais de démantèlement. Au total 4 éprouvettes ont été testées avec différentes configurations : adhésif seul, adhésif avec fort pourcentage massique de TEP distribuées dans tout le volume du joint, adhésif avec TEP poudrées sur la toile et adhésif seul ailleurs. Toutes les éprouvettes testées avaient de la toile métallique dans le joint. L'EP-1 n'était pas échauffée, mais juste chargée jusqu'à atteindre la rupture, afin d'obtenir l'effort à rupture qui vaut ici 3750 N. Donc les 500N appliqués pour désassembler ne représentent que 13,3% de l'effort maximal et n'est pas suffisant pour rompre l'éprouvette. Les EP-2 et EP-3 ont été testées avec un courant électrique de 6A. Les deux éprouvettes ont cassé au bout d'environ 80 secondes. La dernière éprouvette a été testée pour vérifier que c'est bien la combinaison des TEP et de la toile qui permet de contrôler la rupture, et ne contient donc pas de Tep mais que la toile. Nous avons soumis l'éprouvette EP-4 à un effort de 500N tenu en appliquant le courant de 6A pendant plus de 5 minutes : aucun glissement n'a été observé ni aucune rupture.

Tableau 4.8 – Synthèse de résultats du désassemblage des substrats composites collés avec l'adhésif EC2216.

EP	Toile métallique	TEPs	Effort/vitesse	Courant	Temps pour démanteler	OBS
1	Oui	-	Jusqu'à rupture à 10 mm/min	-	-	3750N pour la rupture
2	Oui	10000 :1000 mélangé	500N	6A	80 s	
3	Oui	G. Saupoudré	500N	6A	83 s	
4	Oui	-	500N	6A	Pas cassée (5min 39s)	

Sur la Figure 4.35, nous pouvons observer les faciès des éprouvettes après le désassemblage. L'EP-1 reste encore attachée par la toile métallique et la rupture n'est pas uniforme avec des morceaux de toile métalliques qui restent attachés sur les deux substrats (Figure 4.35a). Ces restes de toile métallique qui sont encore collés sur les substrats peuvent empêcher la réutilisation des substrats et le démantèlement n'est pas propre à l'interface. En regardant les deux éprouvettes avec des TEP, nous pouvons observer qu'elles ont été complètement désassemblées (Figure 4.35b et c). De plus, nous observons que les faciès sont beaucoup plus propres et que l'endroit du désassemblage est piloté par l'emplacement de la toile métallique, même s'il y a un petit défaut de fabrication sur l'EP-3 et que la toile métallique ne couvre pas toute la zone collée.

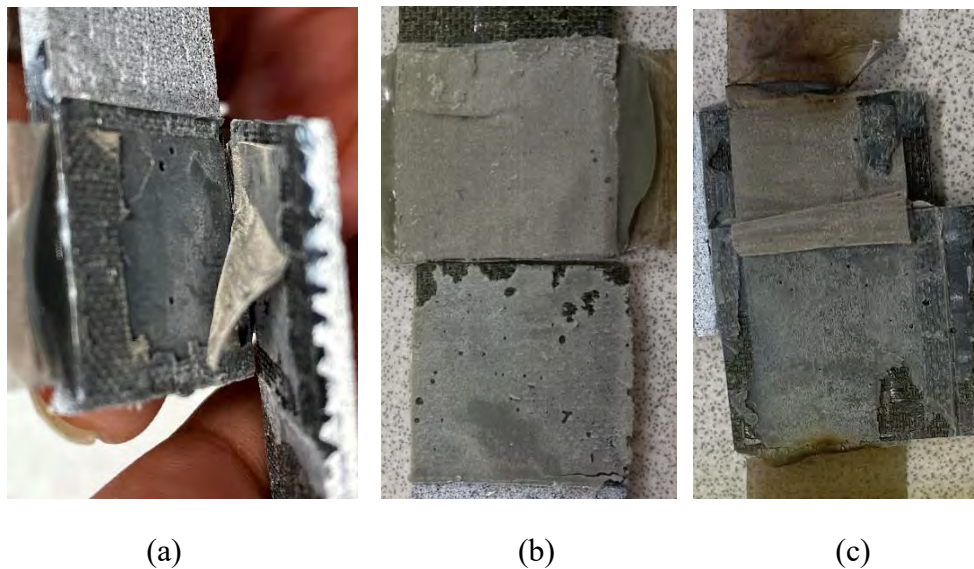


Figure 4.35 – Désassemblage EC2216 : (a) EP1 : adhésif seul, (b) EP 2 :10000 :1000 mélange homogène, (c) EP 3 : toile métallique saupoudrée de TEP et adhésif seul autour.

4.6.2.2. Adhésif en film Redux® 609

L'adhésif Hexcel Redux® 609 est un adhésif en film époxy modifié contenant une toile de coton pour la manipulation et le contrôle de l'épaisseur du joint de colle. Avec cet adhésif trois éprouvettes ont été testées, comme décrit sur le Tableau 4.9 : adhésif seul avec toile métallique sans TEP, adhésif seul avec toile métallique saupoudrée de TEP. L'éprouvette sans toile métallique et sans TEP (EP-5) casse à un effort de 4093N ce qui constitue la référence de tenue du joint. Lorsque des TEP sont saupoudrées sur la toile, mais que celle-ci n'est pas chauffée (EP-6), nous observons une réduction de 26% de l'effort à la rupture (3028N). Enfin l'éprouvette avec des TEP saupoudrées et le chauffage par effet Joule, le joint se désassemble au bout de 55 secondes.

Tableau 4.9 – Synthèse de résultats du désassemblage des substrats composites collés avec l'adhésif Redux 609.

EP	Toile métallique	TEPs	Effort/vitesse	Courant	Délai pour démanteler	OBS
5	Non	-	Jusqu'à rupture à 10mm/min	-	-	4093N pour la rupture
6	Oui	G. Saupoudré	Jusqu'à rupture à 10mm/min	-	-	3028N pour la rupture
7	Oui	G. Saupoudré	500N	6A	55s	-

Ainsi que pour les éprouvettes testées avec l'adhésif EC2216, l'éprouvette avec la Redux® chargée rompue ne montre pas des signes d'endommagement du composite (Figure 4.36a et b). Nous pouvons aussi observer sur la Figure 4.36c que le désassemblage n'est pas complet. Une partie du joint reste attachée par quelques fils de la toile de coton, mais sans aucune résistance résiduelle car l'effort résultant revient à zéro après rupture. Cet adhésif ne s'est pas montré très favorable au désassemblage, à cause de sa toile en coton qui complique donc le contrôle du lieu de la séparation là où est placée la toile métallique. Et alors, même si l'assemblage est désassemblé, les lignes de coton résiduelles peuvent empêcher la réutilisation de ces substrats. Ceci est une limitation apportée par le film Redux® utilisé.

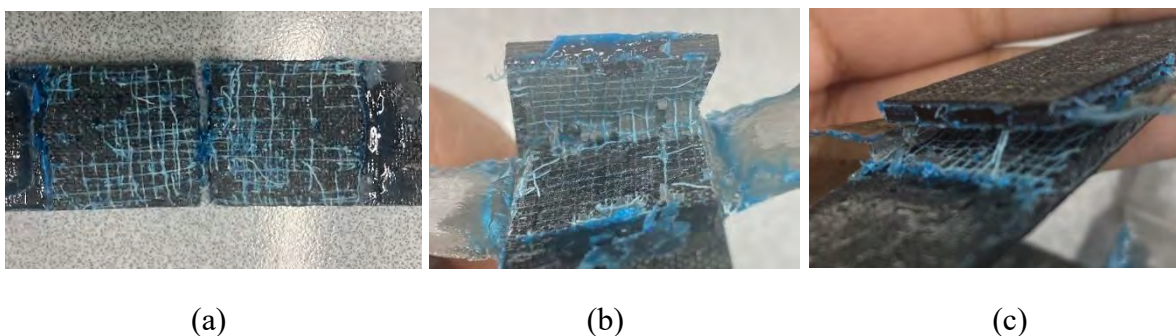


Figure 4.36 – Désassemblage Redux® : (a) EP5 : adhésif seul jusqu'à la rupture, (b) EP6 : adhésif avec toile métallique saupoudrée jusqu'à la rupture, (c) EP 7 : toile métallique saupoudrée avec échauffement.

4.6.2.3. Adhésif en film FM300

Le dernier adhésif testé a été l'adhésif en film de Solvay® FM300 qui a été développé spécifiquement pour les applications de collage de composites. Les éprouvettes testées ont les mêmes configurations que celles testées avec la Redux®609, comme décrit sur le Tableau 4.10. La présence de la toile métallique saupoudrée de TEP sans chauffage réduit l'effort à la rupture de 30%, qui passe de 6836N (EP-8) à 4779N (EP-9). Pour l'éprouvette EP10 qui contient la toile saupoudrée de TEP qui est chauffée par un courant électrique de 6A, le joint se désassemble en 127 secondes. Parmi les trois adhésifs testés, le FM300 est celui qui prend le plus de temps pour désassembler.

Tableau 4.10 – Synthèse de résultats du désassemblage des substrats composites collés avec l'adhésif FM300.

EP	Toile métallique	TEPs	Effort/vitesse	Courant	Délai pour démanteler	OBS
8	Non		Jusqu'à rupture à 10mm/min	-		6836N pour la rupture
9	Oui	G. Saupoudré	Jusqu'à rupture à 10mm/min	-		4779N pour la rupture
10	Oui	G. Saupoudré	500N	6A	127s	

Au contraire des deux autres adhésifs, l'éprouvette testée avec la toile métallique et sans particules a endommagé les substrats composites. Nous pouvons observer visuellement sur la Figure 4.37a des fibres arrachées (en rouge) lors de l'étirement de l'éprouvette. L'éprouvette avec la toile métallique saupoudrée sans chauffage ne présente pas d'arrachement des fibres. La séparation des substrats néanmoins n'est pas homogène et une partie de la toile métallique qui s'est déchirée reste sur les deux côtés (Figure 4.37b). Enfin, même si cet adhésif demande plus de temps pour être démantelé, la surface de l'EP10 qui contient des TEP saupoudrées sur la toile métallique chauffée par un courant de 6A se sépare de manière homogène précisément là où il y a la toile métallique (Figure 4.37c).

Les résultats obtenus sont très intéressants. Nous avons réussi à montrer la faisabilité du dispositif de désassemblage contrôlé avec trois types d'adhésif. Conformément aux résultats initialement obtenus, les adhésifs avec des mailles déjà à l'intérieur sont moins favorables à l'application de cette méthode de désassemblage pour des applications terrestres, mais sont tout à fait envisageables pour des applications de rentrée atmosphérique pour lesquelles il est probablement suffisant de séparer suffisamment les composants pour permettre leur destruction. Afin de valider les résultats obtenus pour des applications terrestres de recyclage par exemple, il est indispensable de faire plus d'essais pour conclure sur le délai de

désassemblage et le meilleur compromis entre le choix de la toile métallique et du courant à appliquer, et pour contrôler la quantité de TEP saupoudrés.

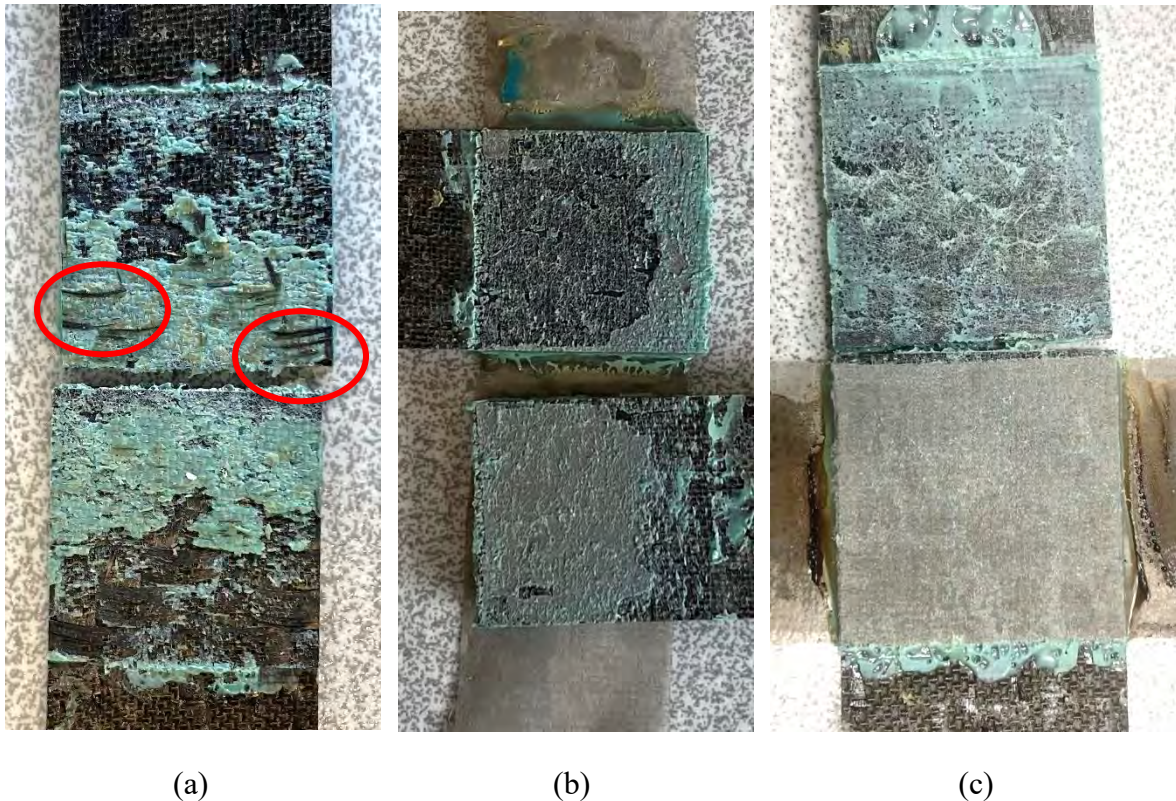


Figure 4.37 – Désassemblage FM300 : (a) EP8 : adhésif seul jusqu'à la rupture, (b) EP9 : adhésif avec toile métallique saupoudré jusqu'à la rupture, (c) EP 10 : toile métallique saupoudré avec échauffement.

4.7.Synthèse

Le désassemblage contrôlé ou à la demande peut être une avancée technologique et écologique pour plusieurs industries. Dans le contexte de renforcement de politiques pour l'implémentation d'un développement durable, l'avance sur ce type de technologie est nécessaire et indispensable. Le choix du type de méthode de désassemblage dépend de l'application envisagée. Dans ce travail nous avons cherché et proposé une méthode qui permettrait la réutilisation des substrats, sans augmentation de la masse du joint, sans beaucoup d'adaptation de la conception du joint ou des chaînes de production pour mettre en place les éléments de contrôle du démantèlement.

D'après l'analyse de la littérature, il existe déjà des méthodes de désassemblage. Mais ces méthodes exigent des installations de grandes dimensions, ou utilisent les propriétés des substrats comme condition sine qua non du démantèlement. Il apparaît que l'utilisation de particules thermiquement expansibles est la méthode la plus facilement adaptable en termes d'éléments forçant la rupture, à condition que l'on trouve un moyen simple et pratique pour chauffer ces particules. Cependant, les méthodes de chauffage présentées jusqu'à présent dans la littérature ne répondaient pas aux exigences suivantes : démontage multimatériaux sans endommager les substrats et sans dépendre de la composition des substrats. Dans ce contexte, nous avons proposé une méthode d'échauffement par effet Joule. Cette méthode consiste à ajouter une toile métallique à l'intérieur du joint de colle déjà chargée en particules, ou une toile métallique recouverte d'une faible quantité de particules placée dans l'adhésif seul.

Une fois défini le principe de la méthode de désassemblage, il fallait étudier les impacts de l'utilisation des TEP comme élément de rupture, et d'une toile métallique comme élément déclencheur, sur les propriétés du joint. Pour cela nous avons utilisé la méthode d'essai normalisé DCB. Les premiers essais réalisés ont été utilisés pour le développement du protocole de fabrication des éprouvettes afin d'assurer une rupture cohésive. Parmi les trois traitements de surface testés, dont celui indiqué par le fabricant de l'adhésif EC2216, celui avec les résultats les plus répétables a été un sablage puis un dégraissage, puis l'application d'un primaire.

Nous avons évalué l'influence de la vitesse de chargement sur l'effort maximal supporté par l'adhésif en couche mince, et sur la reproductibilité des essais via l'observation des faciès de rupture. L'augmentation de la vitesse de chargement augmente l'effort nécessaire pour l'amorçage et la propagation de la fissure et l'ouverture maximale résistée. La force maximale évolue de manière parabolique avec la vitesse même à faibles vitesses, contrairement à ce qui a été observé dans la littérature. Notons que seulement 3 éprouvettes ont été testées par configuration, les trois étant fabriquées en même temps. Les résultats doivent donc être confortés par d'autres campagnes d'essai sur des lots différents d'éprouvettes, et en consolidant le protocole de fabrication pour éviter les défauts de positionnement de la toile métallique.

Ensuite, nous avons étudié l'influence du pourcentage massique et de la distribution des particules et de la toile métallique sur les propriétés en mode I sans chauffage. A partir des essais réalisés, nous avons pu conclure que pour le cas avec très peu des TEP (10000 :30), la présence de la toile métallique a plus d'effet sur l'abattement des propriétés mécaniques en mode I que la présence des TEP même en faible quantité. Alors que pour le cas avec l'adhésif très chargé (10000 :1000), l'effet des TEP est beaucoup plus important que la présence de la toile métallique. Nous avons vu aussi que la présence des TEP peut améliorer l'imprégnation de l'adhésif sur la toile métallique. Afin de mieux comprendre l'interaction TEP et toile métallique, il faut prévoir des études sur l'imprégnation en regardant la taille d'ouverture du maillage, ainsi que la taille et la nature des TEP.

La validation du principe de démantèlement à la demande par effet Joule a été faite en deux étapes, d'abord la validation sur des éprouvettes DCB en mode I et puis sur des assemblages du type SLJ. D'abord, les éprouvettes DCB ont servi pour la mise en place du protocole de désassemblage, principalement en termes de fixation de la toile métallique au fil

conducteur. Pour améliorer le contact entre eux, un système avec des talons en bois a été mis en place. Les trois solutions testées (peu des TEP, beaucoup de TEP et toile métallique saupoudrée) ont montré la capacité de désassemblage contrôlé, c'est dire uniquement si on chauffe. La solution avec beaucoup de TEP est celle qui désassemble le plus vite, car la présence de TEP partout provoque l'apparition des microfissures, accélérant la séparation des substrats. Par contre c'est aussi cette configuration qui réduit le plus les propriétés en mode I. Donc, un bon compromis semble être l'utilisation d'une petite quantité de TEP, qui probablement à cause des petits amas de particules formés, force la séparation des substrats. Par contre pour faire évoluer favorablement les résultats obtenus, il faut améliorer le processus de fabrication et assurer que les substrats ne soient pas contaminés avant et après l'application du primaire. Il faut aussi assurer que la toile métallique soit isolée des substrats lors du désassemblage afin d'éviter une fuite de courant, et bien positionnée pour éviter les ondulations. D'autres solutions de forme de générateur de chauffage sont possibles selon l'épaisseur finale désirée pour le joint, ou les contraintes de mise en œuvre lors de la fabrication. La bonne surprise a été la capacité de désassemblage avec la toile métallique saupoudrée. Cette configuration de « toile métallique armée » élargit les applications possibles de ce dispositif, par exemple à des adhésifs en film.

Enfin, la dernière partie du chapitre a été dédiée à l'étude sur un cas d'application. Comme exemple de cas d'application, nous avons choisi un assemblage composite avec trois adhésifs différents : 3MTM EC2216, Hexcel Redux®609 et Solvay FM®300. A partir de ces premiers essais nous avons observé que lors du processus de fabrication, il faut assurer l'intégrité de la toile métallique afin d'assurer une homogénéité du flux de chaleur. Une solution peut être la protection de la toile métallique par des rubans adhésifs, mais cette solution n'a pas été testée. Pour les trois adhésifs testés le dispositif de toile métallique armée a montré des résultats prometteurs pour le désassemblage. Avec une charge constante de 500N, nous avons pu désassembler les substrats composites sans les endommager (inspection visuelle) et avec une surface très propre. A partir de cette solution, nous pourrions envisager le contrôle de l'emplacement de la séparation, par l'emplacement du couple TEP- toile métallique.

Ces résultats ouvrent le chemin pour l'étude d'utilisation de cette solution pour plusieurs applications, y compris les applications de recyclage terrestre ou les applications de démantèlement avant rentrée atmosphérique pour assurer la disparition de gros équipements comme des réservoirs. Davantage d'essais exploratoires sont nécessaires, comme le choix des substrats et l'observation des substrats composites désassemblés pour vérifier qu'il n'y a de perte des propriétés ou d'endommagement pour des applications de réparation par exemple, ou de recyclage. Il faut aussi investiguer l'augmentation de la température sur les substrats lors du désassemblage et faire une étude d'influence du courant électrique et de la charge appliquée.

CHAPITRE 5

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Sommaire

5. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	191
5.1. <i>Conclusions</i>	193
5.2. <i>Perspectives</i>	196

5.1. Conclusions

Le travail de thèse a été réalisé dans le cadre d'un projet de collaboration internationale entre l'Institut Clément Ader (ICA) UMRS CNRS 5312 de l'Université de Toulouse III Paul Sabatier (France) et le laboratoire Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial (INEGI) de l'Université de Porto (Portugal). La thèse a bénéficié d'une bourse doctorale du Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Recherche et de l'Innovation entre octobre 2018 et mai 2022.

Ce projet se posait deux questions. La question d'innovation visait à déterminer comment concevoir et modéliser un joint adhésif, en tenant compte de sa double fonction de tenue et de démontage. Les questions scientifiques que nous avons posées ont concerné les **trois phases** de la conception et fabrication au démontage en passant par la tenue. Elles cherchaient, en particulier, à évaluer la possibilité de modéliser l'adhésif dans ces trois phases en utilisant un seul modèle numérique à différentes échelles et représentant les gradients de propriété provenant de la répartition de l'adhésif et de TEP. L'utilisation des TEP entraîne en effet des mécanismes complexes de la phase de fabrication, qui méritaient d'être étudiés. Chacune des phases étudiées (**accostage, tenue et désassemblage**) a posé différents défis multiphysiques qui ont été étudiés par des tests expérimentaux et numériques.

La première partie a concerné l'étude de l'accostage pendant la phase de fabrication du joint collé. L'étude de l'accostage a commencé par des essais expérimentaux sur la forme de dépôt de l'adhésif. Ces essais ont été utilisés pour orienter le développement d'un modèle numérique en utilisant la méthode SPH et une loi de comportement du type élastoplastique avec équation d'état pour représenter l'adhésif non-polymérisé sous la forme d'un solide mou. Les propriétés de l'adhésif non polymérisé sont obtenues via une analyse de sensibilité par comparaison avec la forme finale de l'adhésif à la fin de la polymérisation après l'accostage. Cette stratégie donne des étalements cohérents avec les observations. La zone couverte d'adhésif polymérisé à la fin de l'accostage a été confrontée avec les essais numériques et nous pouvons reproduire l'extension de la zone collée mais pas la forme du débordement de l'adhésif. Pour répondre aux besoins complémentaires de mesure d'efforts pendant cette phase, nous avons développé un nouveau dispositif expérimental. Ce dispositif a été conçu, fabriqué et testé avec différents formats de substrats. Il nous permet de tester simultanément deux éprouvettes identiques de manière à dupliquer simultanément différentes observations, et de mesurer l'effort d'accostage. Nous n'avons pas eu le temps de valider le modèle numérique sur ces nouveaux essais. Toutefois, nous avons cherché à évaluer les capacités du modèle numérique sur un cas d'application de réparation d'une structure sandwich avec une âme en nid d'abeille. La simulation fonctionne dans le principe. Toutefois, comme la loi de comportement adoptée n'est pas capable actuellement de simuler les efforts de capillarité, il ne peut pas reproduire les déformations résiduelles de débordements. Il n'est donc pas capable de reproduire la distribution de l'adhésif dans les cellules du nid d'abeille.

L'une des questions posées au début de ce projet a été la possibilité d'utiliser un modèle de comportement unique pour représenter l'adhésif non-polymérisé pendant l'accostage ainsi que l'adhésif déjà polymérisé pendant la phase de tenue. La loi de comportement du type Johnson-Cook est adaptée pour la phase de l'accostage. Par contre après les premiers essais sur l'adhésif polymérisé, nous avons vu que cette même loi de comportement ne permet pas représenter le comportement de l'adhésif EC2216 à la température ambiante. En effet, à cette plage de température et pour des essais de traction sur d'éprouvettes en volume, l'adhésif polymérisé présente un comportement non linéaire proche d'un caoutchouc: presque incompressible, avec grandes déformations jusqu'à rupture, et un retour presque parfaitement élastique après rupture. Ce comportement sensible à la température a été observé lors d'essais sous sollicitation de traction faits dans la plage de température de 18°C et 26°C. Pour une même température, une légère variabilité peut aussi être observée sur la courbe contrainte déformation et sur les limites de contraintes et déformation à rupture. Cela pourrait être dû à des hétérogénéités de mélanges par exemple. Ces essais ont aussi permis d'étudier les effets d'amas de particules et des bulles d'air considérés comme défauts critiques, à partir de leur position dans la section de rupture et des faciès de rupture. Les observations et reconstructions de ces faciès ont permis de mettre en évidence la relation entre la nature du défaut, sa position et la température d'ambiance de l'essai, et la contrainte limite à la rupture. Les observations aussi ont été importantes pour comprendre l'amorçage et la propagation de la fissure en fonction du type de défaut critique.

Compte tenu de la variabilité des configurations, nous avons choisi de représenter ces effets grâce à des distributions probabilistes de type Weibull sur la contrainte à rupture et sur la déformation à rupture. Les résultats des essais expérimentaux d'essais de traction ont été utilisés pour obtenir ces lois de distribution et pour définir l'intervalle de l'enveloppe des propriétés considérant les défauts qui peuvent se former lors de la fabrication d'une éprouvette d'adhésif polymérisé en volume. A partir de ces distributions de propriétés, nous avons proposé un modèle numérique EF simulant un essai de traction, dans lequel seule la zone utile présente des propriétés variables. Celles-ci sont modélisées par une courbe contrainte déformation type et un modèle hyperélastique de type Ogden, multipliée par deux facteurs variables, un sur la contrainte à rupture et un sur la déformation à rupture. Ces facteurs permettent de reproduire l'enveloppe des courbes expérimentales et les distributions de Weibull des essais. La méthode des multiplicateurs permet donc de ne pas considérer uniquement une variabilité sur les limites à la rupture, mais aussi des variations de raideur locales. La rupture est représentée par l'érosion de l'élément fini qui atteint sa déformation maximale. Le modèle numérique se montre capable de reproduire différents modes de rupture allant de la rupture sur une seule fissure à des amorces multiples. Nous pouvons de plus vérifier la conformité du modèle numérique car, sur l'ensemble des tirages de distributions que nous avons réalisé, les résultats en courbes contrainte-déformation et en valeurs à rupture varient toujours autour de la moyenne donnée par la distribution de Weibull issue des essais.

La dernière partie de cette thèse s'est focalisée sur l'étude du désassemblage contrôlé et à la demande. D'après l'analyse de la littérature, il existe déjà des méthodes de désassemblage. Au laboratoire de Porto, la technique de désassemblage en utilisant des TEP est maîtrisée par exemple. Il apparaît que l'utilisation de particules thermiquement expansibles est la méthode la plus facilement adaptable en termes d'éléments forçant la rupture, à condition que l'on trouve un moyen simple et pratique pour chauffer ces particules. Les méthodes de chauffage présentées jusqu'à présent dans la littérature n'assurent pas un démontage multimatériaux sans endommager les substrats et sans dépendre de leur composition. Nos travaux se sont concentrés sur la proposition d'une stratégie de conception des éprouvettes en vue de contrôler le désassemblage sans endommager les substrats et en tirant parti des savoir-faire existants, et surtout ne dépendant pas des propriétés des substrats. La méthode de désassemblage proposée consiste à chauffer le joint par effet Joule, en utilisant un élément conducteur ennoyé dans l'adhésif. Nous avons choisi une toile métallique ayant une résistance suffisante pour élever la température du joint à 120°C, et disponible dans le commerce.

Une fois défini le principe de la méthode de désassemblage, il fallait étudier les impacts de l'utilisation des TEP comme élément de rupture, et d'une toile métallique comme élément déclencheur, sur les propriétés du joint. Cette étude a été réalisée principalement par des essais réels sur des assemblages à couche mince d'adhésif (200µm). Des essais DCB (mode I substrats métalliques) ont été menés sans chauffage pour évaluer la perturbation de l'ajout de renforts (toile seule, TEP seules ou TEP et toile) sur la tenue mécanique seule. Le dispositif de désassemblage avec chauffage a été validé, quant à lui, sur deux types d'éprouvettes : DCB (mode I substrats métalliques) et SLJ (mode II substrats composites).

Les essais réalisés en mode I sur l'adhésif seul sans chauffage ont été effectués sous différentes vitesses d'ouverture après avoir validé le protocole de fabrication du joint collé et la préparation des substrats métalliques. Ces essais mettent en évidence un effet visqueux significatif malgré la faible épaisseur d'adhésif. L'épaisseur du joint utilisée n'a pas permis cependant de constater des effets de la température. En plus, nous avons aussi étudié (sans chauffer) l'impact de l'ajout séparément ou simultanément de la toile métallique et des TEP, sur la force nécessaire pour amorcer et propager la fissure en mode I et sur l'ouverture maximale supportée. On observe un couplage entre ces deux types de renforts qui semble lié à la capacité d'imprégnation de la toile et à la viscosité du mélange adhésif-TEP.

La validation du principe de démantèlement à la demande par effet Joule a été faite en deux étapes, d'abord la validation sur des éprouvettes DCB en mode I et puis sur des assemblages du type SLJ. Sur ces essais de faisabilité nous avons vu qu'une petite quantité de TEP sous la forme d'amas est déjà suffisante pour désassembler les structures à faible charge et en un temps assez court. Le procédé de désassemblage n'utilise pas les propriétés conductrices de courant ou de température des substrats qui restent froids pendant les essais. Les trois configurations proposées dans la thèse permettent de contrôler le démantèlement à faible charge. La solution avec beaucoup de TEP est celle qui désassemble le plus vite, car la présence de TEP partout provoque l'apparition des microfissures, accélérant la séparation des substrats. Par contre c'est aussi cette configuration qui réduit le plus les propriétés en mode I. Donc parmi les

configurations proposées, celle qui consiste à localiser les amas ou des particules éparses au contact de la toile semble la plus prometteuse.

Pour démontrer l'applicabilité de la solution proposée, des essais en cisaillement avec des substrats composites ont été menés sur l'EC2216 et d'autres adhésifs. Ils ont démontré que c'est l'association des TEP, de la toile et du chauffage qui assure le démantèlement, sans endommager visuellement les substrats. Nous avons aussi montré la capacité d'adaptation du dispositif sur des adhésifs en film avec différentes épaisseurs. Ce procédé a fait l'objet d'un dépôt de brevet.

5.2. Perspectives

Le nouveau dispositif expérimental d'accostage a été conçu pour obtenir les forces et la distribution de l'adhésif au cours du temps. Cependant, au moment de ce projet, les forces obtenues lors des premiers essais n'ont pas été validées car elles sont très petites. Pour faire progresser l'utilisation de ce dispositif, il est nécessaire de valider la mesure des forces par comparaison avec les données de la littérature, en partant des références du §2.4.1.1. Il est nécessaire de valider la mesure de la forme avec les résultats sur les adhésifs déjà publiés dans la littérature car nos observations actuellement restent qualitatives. Il est également nécessaire d'améliorer le protocole de dépôt de l'adhésif, car les asymétries entre les deux zones d'accostage peuvent entraîner la formation de moments parasites ou de variabilité dans la forme finale de l'étalement. Enfin, l'utilisation d'autres adhésifs ayant moins de capillarité permettra d'améliorer la modélisation numérique et le choix du modèle de comportement ou de contact entre l'adhésif et les substrats.

A propos du modèle numérique développé pour la prédiction de la distribution finale de l'adhésif non polymérisé. Le modèle a rempli certains objectifs, comme le calcul de la surface couverte par l'adhésif et la reproduction de la variation de la viscosité à l'aide d'un ensemble équivalent de paramètres. Cependant, la distribution finale dépend de la forme initiale, donc pour des résultats plus fiables, il faut utiliser une distribution initiale plus proche de la réalité. Dans le cas où le débordement de l'adhésif est également un paramètre essentiel, comme dans le cas des structures nid d'abeille, il faut envisager l'utilisation d'une loi de contact qui tient compte des effets de capillarité. Un autre développement possible est le couplage avec d'autres méthodes, telles que la DEM pour prédire la gradation des propriétés dans le joint adhésif ou la représentation de défauts plus petits que les particules SPH.

Les essais de tenue sur des éprouvettes en volume, réalisés avec l'adhésif polymérisé ont été adaptés au cours du développement du projet. L'un des principaux aspects à faire progresser dans la caractérisation de l'adhésif EC2216 est de contrôler les conditions d'ambiance de test afin de comprendre les aspects de perte de propriétés avec de petites variations de température (de l'ordre de 1°C). Il pourrait également être intéressant d'étendre l'étude à d'autres types de sollicitations, comme la compression et le cisaillement, également autour de la température ambiante. Il serait également intéressant de tester d'autres adhésifs selon l'application envisagée, notamment pour évaluer l'adaptabilité de la représentation probabiliste avec les facteurs multiplicateurs pour la phase de charge avant amorce de la rupture. En ce qui concerne l'influence des TEP, l'aspect de l'influence de la vitesse de sollicitation n'a pas été abordé. Par conséquent, pour envisager réellement l'utilisation de ces particules, il est nécessaire d'étudier d'autres types de sollicitations à différentes vitesses et de prendre en compte ces effets de vitesse de sollicitation dans les modèles numériques probabilistes. Il serait également intéressant d'étudier le comportement de l'adhésif avec plusieurs pourcentages de TEP pour rendre robuste la caractérisation matériaux, et le caractère incompressible irréversible et unilatéral du comportement.

Les essais en couche mince ont été réalisés sur une seule épaisseur de joint qui n'a montré aucune influence avec la température. Il sera très intéressant d'étudier l'effet de l'épaisseur non seulement sur les effets visqueux, mais aussi de voir à partir de quelle épaisseur l'effet de la température devient non négligeable. Un autre axe de recherche pourrait être l'application de la méthodologie de distribution des propriétés par facteur de multiplication sur des échantillons de couches minces, mais cette fois avec des critères de contrainte et d'énergie couplés. En ce qui concerne le dispositif de désassemblage, il est important de comprendre la relation entre la taille des TEP et la taille de l'ouverture de la toile métallique, afin d'optimiser le dispositif pour chaque cas d'application. D'autres configurations d'associations entre des TEP et un élément chauffant peuvent être envisagées.

Une suite logique du travail sur le démantèlement consiste à faire la simulation de la rupture du joint en couche mince. Nos premières tentatives n'étaient pas concluantes et nous avons préféré ne pas les mentionner ici. La possibilité démontrée par le modèle EF avec érosion et distribution de propriétés aléatoire donne trop de ruptures catastrophiques dans une simulation explicite avec un unique élément dans l'épaisseur. Le recours à un macroélément fini pourrait être intéressant, à condition de pouvoir représenter le gradient de propriétés dans l'épaisseur que représente la solution de désassemblage avec TEP localisées à proximité de ou sur l'élément chauffant.

VALORISATION DE LA THESE

[1] Lorraine Aparecida Silva, Christine Espinosa & Rémy Chieragatti (2022): Dispositif de collage de substrats, procédés de fabrication et d'utilisation de ce dispositif. Numéro de brevet FR2204875.

[2] Lorraine Aparecida Silva, Christine Espinosa, Eric Paroissien, Frédéric Lachaud & Lucas F.M. da Silva (2021): Numerical simulations of adhesive spreading during bonding-induced squeeze, *The Journal of Adhesion*, DOI: 10.1080/00218464.2021.1982388

ABSTRACT

The current work is intended to give an overview of issues related to the numerical simulation of adhesive spreading for liquid to semi-liquid adhesives. The advantages and limitations are presented in order to guide the choice of the suitable approach depending on the case under consideration. It is shown that methods are of two categories, whether they are grid-based or meshless. In the first, the movement of the matter is directly dependent on the mesh size and distribution. Contrariwise, in the meshfree methods, the particles are free to move and each carries its properties. Besides, cases of application are presented to provide a database for calculating adhesive spreading with the particulate SPH method. It is shown that it is possible to use simple behaviour laws to win this case.

[3] Minh Nhat To, Eric Paroissien, Frédéric Lachaud, Valérie Nassiet, Bouchra Hassoune, Maëleann Aufray, Hélène Weleman, Lorraine Silva & Océane-Sophie Berot (2021): Preliminary assessment of the fatigue strength of hybrid (bolted/bonded) joints as a function of the visco-elastic properties of the adhesive layer, 13th European Adhesion Conference, 11-14 October 2021 (Virtual event, France)

ABSTRACT

In joined structures, the joint allows for the transfer of loads between the structural components. Consequently, the structural integrity is closely related to the ability of joints to sustain the considered load. However, ensuring the strength of the joint may require in some cases a local increase of the material volume (e.g. thickness, overlap length) leading to a weight overload. The proper choice of joining technology is then decisive for the strength-to-mass ratio of the manufactured structures. Mechanical fastening or bolting, such as riveting or screwing, is a tailored joining technology, extensively applied for primary structural components in aeronautics. Adhesive bonding is also used by civilian aircraft manufacturers but under the condition of being associated with a redundant load transfer path so as to meet damage certification requirements. This latter joining technology is then not the most common design solution, even though it may offer higher static and fatigue strength than bolting at lower embedded mass. An alternative and interesting issue stands in the association of adhesive bonding with bolting leading to a hybrid (bolted/bonded) joining approach – termed HBB. The HBB joining technology can be considered as a relevant concept of waiting fail-safe structures. Provided a judicious choice of the adhesive material, numerous experimental and numerical works demonstrated that HBB joining technology could lead to the increase of static and fatigue strengths while offering a redundant path load. The objective of this work is to numerically assess the influence on the fatigue strength of HBB joints as a function of the inherent visco-elastic properties of the adhesive material. The numerical tests are based on the simplified stress analysis embedded through the macro-element technique. Following Musto and Alfano, the adhesive layer is simulated as a standard linear solid with one Maxwell arm including a bilinear damage evolution law.

[4] Lorraine Aparecida Silva, Christine Espinosa, Lucas F.M. da Silva, Eric Paroissien & Frédéric Lachaud (2019): Numerical simulations of adhesive squeeze flow: A review, AB2019 International Conference, 11-12 July, Porto, Portugal

ABSTRACT

Debonding on demand structural adhesives is becoming a relevant topic for, in particular, recycling strategy issues. A debonding methodology has been developed by the FEUP using Thermally Expandable Particles (TEP). In order to enhance the properties of the material, it is expected to control the distribution of the TEPs in the uncured adhesive. After dosage and mixing, the adhesive is applied manually or automatically on a substrate. At this point starts the fluid structure interaction (FSI), where the substrates are approached and fixed before the last step, when the adhesives becomes solid, by the process of curing. To optimize the on demand debonding, it is first necessary to control the distribution of the fillers in this uncured phase. We are interested here in evaluating the different numerical methods that are used or could be used to simulate the approach of substrates and the squeezing process of charged uncured adhesive. Grid-based numerical methods are widely used for fluid simulations, either using Lagrangian or Eulerian reference frame, including the finite difference method (FDM), finite volume method (FVM) or the finite element method (FEM). In this study, we also consider the Smooth Particle Hydrodynamics (SPH) method which is meshfree method associated with particulate discretization of the matter and the movement. The knowledge of these methods allows addressing the squeeze flow problem in order to obtain the final distribution of the adhesive and inclusions in the joint.

- [5] Lorraine Aparecida Silva, Christine Espinosa, Lucas F.M. da Silva, Eric Paroissien, & Frédéric Lachaud (2019): Simulation of adhesive squeeze flow using smoothed particle hydrodynamics, CM4P - ECCOMAS Thematic Conference - Computational Methods in Multi-Scale, Multi-Uncertainty and Multi-Physics Problems, 15-17 July, Porto, Portugal

ABSTRACT

In the last few years, so important than an optimized assembly is the Design for Disassembly or Demise (D4D). This conception has been implemented in many industries, for example, in the automobile with the recycling, recovery and reuse of End-of-Life Vehicles (ELVs) and in the aerospace with the processing of the remaining materials for future aircrafts or other industrial applications. Besides, even with the significant progress in that field there are some still recycling challenges, as examples, composite materials and polymers. Among the many procedures for disassembling materials presented in the literature, the technique using Thermally Expandable Particles (TEP) developed by the FEUP is attractive due to its large potential application field. The process of assembly can be divided into four steps: preparation, application, approach and curing. During the approach, the initial spot of adhesive is squeezed between the substrates. Depending on its compressibility, viscosity and on the roughness of the substrates, the final form of the adhesive will take and keep the shape of the mold, or even bleed in the free space between the substrates. In the first case the thickness and even the particle distribution will be approximately uniform in the squeezed zone while they will not, may be, in the second case. In this work we are interested in the simulation of the approach to predicting the final form of the adhesive using the smoothed particle hydrodynamics (SPH). The SPH is a meshfree method proposed by Gingold and Monaghan in 1964 which has been the purpose of a lot of enhancements and represents today an elegant alternative solution for numerical simulations of fluids. Simulating free surface movements or possible separation or mixture of different fluids is indeed very easy because the SPH method is a mesh free technique that computes interactions between particles in a local neighborhood at chosen interval during deformation of the material. The knowledge of the approach process allows addressing the squeeze flow problem in order to optimize the adhesive final distribution and the TEPs distribution and in the future the disassembly optimization.

- [6] Lorraine Aparecida Silva, Lucas F.M. da Silva, Christine Espinosa, Eric Paroissien, Frédéric Lachaud & Leonardo Sanches (2019): Simulating the squeeze flow of a technical adhesive to contribute to a demise design, Design For Demise COMET STR CNES Seminary, 3rd October 2019, Toulouse, France

ABSTRACT OF THE SEMINARY

La COMET STR du CNES vous propose d'assister à une journée d'animation dédiée au « Design for Demise ». Depuis le 10 décembre 2010, la loi relative aux opérations spatiales (LOS) est entrée en vigueur. Selon cette loi, toute opération spatiale réalisée par un opérateur français devra avoir obtenu une autorisation préalable basée sur la conformité aux exigences définies dans l'arrêté de réglementation technique associé. Parmi ces exigences, certaines sont liées au choix d'architecture et de matériaux des structures spatiales pour limiter le nombre et l'énergie des fragments susceptibles d'atteindre le sol. Il faut donc désormais concevoir les structures spatiales autour de deux objectifs antagonistes : tenir les environnements du lancement et faciliter la désintégration à la réentrée.

- [6] Lorraine Aparecida Silva, Christine Espinosa, Eric Paroissien, Frédéric Lachaud & Lucas F.M. da Silva, (2022): Numerical model of the variability of particulate filled structural adhesive behaviour and failure in tension, ECCOMAS 2022 The 8th European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering, 5-9 Juin 2022, Oslo, Norvège

ABSTRACT

In this work, we are interested in simulating the variability of the experimental behaviour of tensile tests in terms of ultimate tensile stress and strain of a solid adhesive filled with different percentages of particles. Particle-filled adhesives are of great importance in the design for disassembly or demise (D4D) development of durable structures. For ground applications of space structures for example, such as laboratory testing of expensive devices, these adhesives are very useful for recovering the device after testing. It is therefore necessary to be able to predict the strength of the bonded assembly to allow a good ground test and to be sure of disassembly at the end. The most commonly used adhesive is EC2216. This type of adhesive is known to exhibit some variability in stress and strength characteristics at room temperature, over the whole spectrum of possible loading rates. Therefore, it is mandatory to have a numerical model that can be used to predict durability and failure taking into account this variability. The well-known Weibull-type probabilistic distribution is chosen here to reproduce the macroscopic force-displacement curve and brittle fracture that are observed in the tests. The probabilistic behaviour can be represented by a macroscopic property distribution to represent the local variation in each finite element of the LS-DYNA model. Comparisons are made between simulations and tests to analyse the influence of the initial numerical parameters of strength and stress-strain behaviour distribution, as well as the Poisson's ratio, on the macroscopic failure. The sensitivity of the mesh density is studied, as it is related to the statistical distribution of properties.

- [7] Lorraine Aparecida Silva, Christine Espinosa, Eric Paroissien, Frédéric Lachaud, Lucas F.M. da Silva, Joseph Morlier & Timothée Neveu (2022): A new experimental setup to study the effect of adhesive properties on spreading and resultant forces during the approach process, AFM2022, 7th International Conference on Advances in Functional Materials, 25-28 Juillet 2022, Kyushu, Japan

ABSTRACT

One of the most well-known problems with assembly by adhesive joints is the difficulty of dismantling the components without damaging them. Yet, in the context of enhancing sustainable design, the structures must be designed to anticipate the possibility of disassembly. If in automotive industry, disassemble on demand (or DoD) is more and more used, the certification of aeronautic structure and the required robustness of satellite require the structures to keep their integrity to ensure safety during their life, which can come in conflict with the need of dissembling. In particular, in space industry, this has become crucial to reduce debris generation with the so-called Design for Demise (D4D) strategy. A controlled disassembly of the substrates at the end of the mission is thought as being a good way to achieve it, transforming the adhesive joint into a structural functional material. This component is required to sustain the loads during the structures' life, and to be a demountable component when it is desired to control the disassembly. One way to demount is to go through usage of Thermally Expandable Particles (TEP). Addition of TEP is a particularly interesting strategy, because it can be applied without significant modifications of the assembled structure, or of the industrial approach process. However, filling the adhesive with TEP changes its properties, especially the viscosity or spreading capability. It also adds other mechanisms in the optimal approach process, indeed the creation of particles packages. Recent works have allowed to study the effect of adhesive property on spreading both on experimental or numerical point of view. This work presents a new experimental setup that has been designed to observe and measure the spreading of adhesives between different substrates during the approach process. The setup measures directly the resultant forces involved in the process and tracks the spread in real time without the use of mirrors, which can cause distortion when the substrates have different curvatures. With this experimental setup, we are able to study different aspects of the spreading process, indeed the nature and format of the substrates, the conditions of the approach, as the speed and pression applied. The distribution of adhesive in a honeycomb's cells, and the distribution of adhesive and TEP are presented and discussed.

REFERENCES BIBLIOGRAPHES

- 3M Scotch-Weld. (2018). Technical Datasheet 3M™ Scotch-Weld™ Epoxy Adhesive EC-2216 B/A. Retrieved September 13, 2021, from <https://www.alldatasheet.fr/datasheet-pdf/pdf/522108/3M/EC2216.html>
- Abali, B. E. (2019). An Accurate Finite Element Method for the Numerical Solution of Isothermal and Incompressible Flow of Viscous Fluid. *Fluids*, 4(1), 5. <https://doi.org/10.3390/fluids4010005>
- Abdous, A., Bailly, R., Bentot, C., Ferlac, P., & Peschet, S. (2021). *Technical Report: Repair knowledge of ATL2 sandwich structures*.
- Abrahami, S. T., Hauffman, T., de Kok, J. M. M., Mol, J. M. C., & Terryn, H. (2016). Effect of Anodic Aluminum Oxide Chemistry on Adhesive Bonding of Epoxy. *The Journal of Physical Chemistry C*, 120(35), 19670–19677. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.6b04957>
- Adams, M. J., Aydin, I., Briscoe, B. J., & Sinha, S. K. (1997). A finite element analysis of the squeeze flow of an elasto-viscoplastic paste material. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*. [https://doi.org/10.1016/S0377-0257\(96\)01546-7](https://doi.org/10.1016/S0377-0257(96)01546-7)
- Allaer, K., De Baere, I., Van Paepegem, W., & Degrieck, J. (2015). Direct fracture toughness determination of a ductile epoxy polymer from digital image correlation measurements on a single edge notched bending sample. *Polymer Testing*, 42, 199–207. <https://doi.org/10.1016/J.POLYMERTESTING.2015.01.014>
- An, J., Kim, S., Choi, J. W., Son, S. R., Park, J., Park, C. B., & Lee, J. H. (2022). Heat-induced spontaneous and damage-free separation of transparent polymer thin films based on clickable decomposition of pyrolytic core-shell nanocapsules. *Materials Today Communications*, 30, 103079. <https://doi.org/10.1016/J.MTCOMM.2021.103079>
- Anderson, J. D. (2002). Computational Fluid Dynamics: The Basics with Applications. *Chemie Ingenieur Technik*. <https://doi.org/10.1002/cite.200303306>
- Antoci, C., Gallati, M., & Sibilla, S. (2007). Numerical simulation of fluid-structure interaction by SPH. *Computers and Structures*. <https://doi.org/10.1016/j.compstruc.2007.01.002>
- Ashby, M. F. (2021). *Materials and the Environment : Eco-Informed Material Choice*. Elsevier.
- Aubert, J. H. (2003). Thermally removable epoxy adhesives incorporating thermally reversible diels-alder adducts. *The Journal of Adhesion*, 79(6), 609–616. <https://doi.org/10.1080/00218460309540>
- Bahrani, S. A., Royon, L., Abou, B., Osipian, R., Azzouz, K., & Bontemps, A. (2017). A phenomenological approach of solidification of polymeric phase change materials. *Journal of Applied Physics*, 121(3), 035103. <https://doi.org/10.1063/1.4974287>

- Bajaj, N., Subbarayan, G., & Garimella, S. V. (2010). Squeeze flow characterization of particle-filled polymeric materials through image correlation. *2010 12th IEEE Intersociety Conference on Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems, ITherm 2010*. <https://doi.org/10.1109/ITHERM.2010.5501302>
- Banea, M. D. (2019). Debonding on demand of adhesively bonded joints: A critical review. *Reviews of Adhesion and Adhesives*. Scrivener Publishing LLC. <https://doi.org/10.7569/RAA.2019.097304>
- Banea, M. D., de Sousa, F. S. M., da Silva, L. F. M., Campilho, R. D. S. G., & de Pereira, A. M. B. (2011). Effects of Temperature and Loading Rate on the Mechanical Properties of a High Temperature Epoxy Adhesive. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 25(18), 2461–2474. <https://doi.org/10.1163/016942411X580144>
- Banea, M. D., Da Silva, L. F. M., Campilho, R. D. S. G., & Sato, C. (2014). Smart adhesive joints: An overview of recent developments. In *Journal of Adhesion*. <https://doi.org/10.1080/00218464.2013.785916>
- Banea, M. D., da Silva, L. F. M., & Carbas, R. J. C. (2015). Debonding on command of adhesive joints for the automotive industry. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 59, 14–20. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2015.01.014>
- Banea, M. D., da Silva, L. F. M., Carbas, R. J. C., & de Barros, S. (2017). Debonding on command of multi-material adhesive joints. *Journal of Adhesion*. <https://doi.org/10.1080/00218464.2016.1199963>
- Banea, M. D., Da Silva, L. F. M., Carbas, R. J. C., Cavalcanti, D. K. ., & De Souza, L. F. G. (2020). The effect of environment and fatigue loading on the behaviour of TEPs-modified adhesives. *The Journal of Adhesion*, 96(1–4), 423–436. <https://doi.org/10.1080/00218464.2019.1680546>
- Barman, P. C., Kairi, R. R., Das, A., & Islam, R. (2016). An Overview of Non-Newtonian Fluid. *International Journal of Applied Science and Engineering*, 4(2), 97. <https://doi.org/10.5958/2322-0465.2016.00011.3>
- Belytschko, T., Lu, Y. Y., & Gu, L. (1994). Element-free Galerkin methods. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 37(2), 229–256. <https://doi.org/10.1002/nme.1620370205>
- Bergamasco, L., Izquierdo, S., Duvivier, E., Royo, J. M., Chiminelli, A., & Jiménez, M. A. (2014). Generalized analytical solution for compressive forces in adhesively-bonded-joint assembling. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2014.03.010>
- Bernabeu, N. (2015). *Modélisation multi-physique des écoulements viscoplastiques: application aux coulées de lave volcanique*. PhD Thesis Université Grenoble Alpes (ComUE).
- Bhattacharya, M. (2016). Polymer Nanocomposites—A Comparison between Carbon Nanotubes, Graphene, and Clay as Nanofillers. *Materials*, 9(4), 262. <https://doi.org/10.3390/ma9040262>
- Bigand, A. (2020). *Évaluation de l'endommagement dans les structures composites enaéronautique généré par la contrainte foudre*. Thèse de Doctorat, Institut Supérieur de

l'Aéronautique et de l'Espace.

- Bonaldo, J., Banea, M. D., Carbas, R. J. C., Da Silva, L. F. M., & De Barros, S. (2019). Functionally graded adhesive joints by using thermally expandable particles. *The Journal of Adhesion*, 95(11), 995–1014. <https://doi.org/10.1080/00218464.2018.1456338>
- Breinlinger, T., Polfer, P., Hashibon, A., & Kraft, T. (2013). Surface tension and wetting effects with smoothed particle hydrodynamics. *Journal of Computational Physics*. <https://doi.org/10.1016/j.jcp.2013.02.038>
- Brindley, G., Davies, J. M., & Walters, K. (1976). Elastico-viscous squeeze films. part I. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 1(1), 19–37. [https://doi.org/10.1016/0377-0257\(76\)80003-1](https://doi.org/10.1016/0377-0257(76)80003-1)
- BS 7991. (2001). *Determination of the mode I adhesive fracture energy, GIc of structural adhesives using the double cantilever beam (DCB) and tapered double cantilever beam (TDCB) specimens*.
- Buch, X. (2000). *Dégradation thermique et fluage d'un adhésif structural epoxyde*. Thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Burka, P., Liu, X., Thompson, M. C., & Sheridan, J. (2013). Modelling of adhesive bonding for aircraft structures applying the insertion squeeze flow method. *Composites Part B: Engineering*, 50, 247–252. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.02.019>
- Camalet, T. (2020). *Caractérisation et modélisation du comportement dynamique des matériaux constituant une structure de protection céramique-composite*. Thèse de doctorat, Université de Strasbourg.
- Causse, N., Benchimol, S., Martineau, L., Carponcin, D., Lonjon, A., Fogel, M., et al. (2015). Polymerization study and rheological behavior of a RTM6 epoxy resin system during preprocessing step. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 119(1), 329–336. <https://doi.org/10.1007/s10973-014-4147-y>
- Charles, A. D. M., Rider, A. N., Brown, S. A., & Wang, C. H. (2020). Improving the actuation performance of magneto-polymer composites by silane functionalisation of carbonyl-iron particles. *Composites Part B: Engineering*, 196, 108091. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108091>
- Chen, S.-Y., Sun, Z.-C., Li, L.-H., Xiao, Y.-H., & Yu, Y.-M. (2017). Preparation and characterization of conducting polymer-coated thermally expandable microspheres. *Chinese Chemical Letters*, 28(3), 658–662. <https://doi.org/10.1016/j.ccllet.2016.11.005>
- Cherfils, J.-M. (2011). *Développements et applications de la méthode SPH aux écoulements visqueux à surface libre*. Mécanique [physics.med-ph]. Université du Havre.
- Chu, Y., Sun, L., Zhan, B., Yang, X., Zhang, C., & Huang, W. (2019). Static and dynamic behavior of unbalanced bonded joints with adhesion defects in automotive structures. *Composite Structures*, 226, 111234. <https://doi.org/10.1016/J.COMPSTRUCT.2019.111234>
- Colagrossi, A., & Landrini, M. (2003). Numerical simulation of interfacial flows by smoothed particle hydrodynamics. *Journal of Computational Physics*. [https://doi.org/10.1016/S0021-9991\(03\)00324-3](https://doi.org/10.1016/S0021-9991(03)00324-3)

- Conde, M. C. M., Zanchi, C. H., Rodrigues-Junior, S. A., Carreño, N. L. V., Ogliari, F. A., & Piva, E. (2009). Nanofiller loading level: Influence on selected properties of an adhesive resin. *Journal of Dentistry*, 37(5), 331–335. <https://doi.org/10.1016/J.JDENT.2009.01.001>
- Côté, P., & Desnoyers, N. (2011). Thermal stress failure criteria for a structural epoxy. In A. E. Hatheway (Ed.), *Optomechanics 2011: Innovations and Solutions* (Vol. 8125, p. 81250K). SPIE. <https://doi.org/10.1117/12.893832>
- Courac, A., Le Godec, Y., Solozhenko, V. L., Guignot, N., & Crichton, W. A. (2020). Thermoelastic equation of state and melting of Mg metal at high pressure and high temperature. *Journal of Applied Physics*, 127(5), 055903. <https://doi.org/10.1063/1.5135649>
- D5045-14. (2014). *Standard test methods for plane-strain fracture toughness and strain energy release rate of plastic materials*. ASTM International.
- Dabiri, A., & Madril, E. (2016). Isothermal creep behavior of 3M™ Scotch-Weld™ EC-2216 B\A in single lap joints. In *Proceedings of the ASME 2016 International Design Engineering Technical Conferences and Computers and Information in Engineering Conference*. August 21-24, 2016, Charlotte, North Carolina.
- Delhaye, N., Poitou, A., & Chaouche, M. (2000). Squeeze flow of highly concentrated suspensions of spheres. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 94(1), 67–74. [https://doi.org/10.1016/S0377-0257\(00\)00130-0](https://doi.org/10.1016/S0377-0257(00)00130-0)
- Dumont, V., Badulescu, C., Stamoulis, G., Adrien, J., Maire, E., Lefèvre, A., & Thévenet, D. (2020). On the influence of mechanical loadings on the porosities of structural epoxy adhesives joints by means of in-situ X-ray microtomography. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2020.102568>
- Engmann, J., Servais, C., & Burbidge, A. S. (2005). Squeeze flow theory and applications to rheometry: A review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*. <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2005.08.007>
- Eom, Y. S., Choi, K. S., Moon, S. H., Park, J. H., Lee, J. H., & Moon, J. T. (2011). Characterization of a Hybrid Cu Paste as an Isotropic Conductive Adhesive. *ETRI Journal*, 33(6), 864–870. <https://doi.org/10.4218/ETRIJ.11.0110.0520>
- European Commission. (2006). *Reference document on best available techniques for the surface treatment of metals and plastics*.
- Fang, Y., Qu, Z., Li, M., Zhang, X., Zhu, Y., Aanjaneya, M., & Jiang, C. (2020). IQ-MPM: An Interface Quadrature Material Point Method for Non-sticky Strongly Two-Way Coupled Nonlinear Solids and Fluids. *ACM Transactions on Graphics*, 39(4). <https://doi.org/10.1145/3386569.3392438>
- Fast, P., & Shelley, M. J. (2004). A moving overset grid method for interface dynamics applied to non-Newtonian Hele–Shaw flow. *Journal of Computational Physics*, 195(1), 117–142. <https://doi.org/10.1016/j.jcp.2003.08.034>
- Ferziger, J. H., & Perić, M. (2012). *Computational Methods for Fluid Dynamics*. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-97651-3>
- Fleming, M. S., Mandal, T. K., & Walt, D. R. (2001). Nanosphere-microsphere assembly:

- Methods for core-shell materials preparation. *Chemistry of Materials*, 13(6), 2210–2216. https://doi.org/10.1021/CM010168Z/SUPPL_FILE/CM010168Z_S.PDF
- Fuchs, S. L., Meier, C., Wall, W. A., & Cyron, C. J. (2021). An SPH framework for fluid–solid and contact interaction problems including thermo-mechanical coupling and reversible phase transitions. *Advanced Modeling and Simulation in Engineering Sciences*, 8(1), 15. <https://doi.org/10.1186/s40323-021-00200-w>
- Gabrion, X., Placet, V., Trivaudey, F., & Boubakar, L. (2016). About the thermomechanical behaviour of a carbon fibre reinforced high-temperature thermoplastic composite. *Composites Part B: Engineering*, 95, 386–394. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2016.03.068>
- Gallez, X., Halin, P., Lielens, G., Keunings, R., & Legat, V. (1999). The adaptive Lagrangian particle method for macroscopic and micro–macro computations of time-dependent viscoelastic flows. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 180(3–4), 345–364. [https://doi.org/10.1016/S0045-7825\(99\)00173-5](https://doi.org/10.1016/S0045-7825(99)00173-5)
- Gantois. (n.d.). VIDE0.038FIL0.025 - 105520. Retrieved from https://www.gantois.com/fr/produits_24h-211-4-VIDE0.038FIL0.025.php
- Gao, Y., & Oterkus, S. (2020). Fluid-elastic structure interaction simulation by using ordinary state-based peridynamics and peridynamic differential operator. *Engineering Analysis with Boundary Elements*, 121, 126–142. <https://doi.org/10.1016/j.enganabound.2020.09.012>
- Gingold, R. A., & Monaghan, J. J. (1977). Smoothed particle hydrodynamics: theory and application to non-spherical stars. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*. <https://doi.org/10.1093/mnras/181.3.375>
- Goglio, L., Peroni, L., Peroni, M., & Rossetto, M. (2008). High strain-rate compression and tension behaviour of an epoxy bi-component adhesive. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 28(7), 329–339. <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2007.08.004>
- Gürgen, S. (2020). Numerical modeling of fabrics treated with multi-phase shear thickening fluids under high velocity impacts. *Thin-Walled Structures*, 148, 106573. <https://doi.org/10.1016/J.TWS.2019.106573>
- Hamrock, B. J., Schmid, S. R., & Jacobson, B. O. (2004). *Fundamentals of fluid film lubrication*. Marcel Dekker.
- Haydon, D. (2002). ElectRelease – electrically disbonding epoxy adhesive. *Assembly Automation*, 22(4), 326–329. <https://doi.org/10.1108/01445150210446175>
- Helton, J. C., Johnson, J. D., Sallaberry, C. J., & Storlie, C. B. (2006). Survey of sampling-based methods for uncertainty and sensitivity analysis. *Reliability Engineering & System Safety*, 91(10–11), 1175–1209. <https://doi.org/10.1016/J.RESS.2005.11.017>
- Hexcel. (2015). Product data Redux® 609. Retrieved from <https://fr.hexcel.com/Resources/DataSheets/Adhesive>
- Hild, F., Denoual, C., Forquin, P., & Brajer, X. (2003). On the probabilistic–deterministic transition involved in a fragmentation process of brittle materials. *Computers & Structures*, 81(12), 1241–1253. [https://doi.org/10.1016/S0045-7949\(03\)00039-7](https://doi.org/10.1016/S0045-7949(03)00039-7)

- Hsissou, R., Dagdag, O., Berradi, M., El Bouchti, M., Assouag, M., El Bachiri, A., & Elharfi, A. (2019). Investigation of structure and rheological behavior of a new epoxy polymer pentaglycidyl ether pentabispheol A of phosphorus and of its composite with natural phosphate. *SN Applied Sciences*, 1(8), 869. <https://doi.org/10.1007/s42452-019-0911-8>
- Hutchinson, A., Liu, Y., & Lu, Y. (2017). Overview of disbonding technologies for adhesive bonded joints. *The Journal of Adhesion*, 93(10), 737–755. <https://doi.org/10.1080/00218464.2016.1237876>
- Ingelsten, S., Mark, A., Kádár, R., & Edelvik, F. (2022). Simulation of viscoelastic squeeze flows for adhesive joining applications. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 300, 104722. <https://doi.org/10.1016/J.JNNFM.2021.104722>
- Ishikawa, H., Seto, K., Shimotuma, S., Kishi, N., & Sato, C. (2005). Bond strength and disbonding behavior of elastomer and emulsion-type dismantlable adhesives used for building materials. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 25(3), 193–199. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2004.06.005>
- ISO 527-1. (2019). *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 1: Principes généraux*. ISO - International Organization for Standardization.
- ISO 8256. (2004). *Plastiques — Détermination de la résistance au choc-traction*. ISO - International Organization for Standardization.
- Jackson, A. P., Liu, X. L., & Paton, R. (2006). Squeeze flow characterisation of thermoplastic polymer. *Composite Structures*, 75(1–4), 179–184. <https://doi.org/10.1016/J.COMPSTRUCT.2006.04.064>
- Jaillon, A. (2020). *Étude expérimentale et numérique du comportement à rupture des assemblages collés à épaisseur de couche adhésive variable*. Doctoral dissertation. Université de Toulouse.
- Jaillon, A., Jumel, J., Lachaud, F., Paroissien, E., & Renart, J. (2018). Adhesive thickness influence on a structural methacrylate adhesive behavior. In *In: 6th World Congress on Adhesion and Related Phenomena(WCARP)*.
- Johnson, A. A., & Tezduyar, T. E. (1994). Mesh update strategies in parallel finite element computations of flow problems with moving boundaries and interfaces. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. [https://doi.org/10.1016/0045-7825\(94\)00077-8](https://doi.org/10.1016/0045-7825(94)00077-8)
- Jonsson, M. (2010). *Thermally Expandable Microspheres Prepared via Suspension Polymerization – Synthesis, Characterization, and Application*.
- Karachalios, E. F., Adams, R. D., & Da Silva, L. F. M. (2013). Strength of single lap joints with artificial defects. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 45, 69–76. <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2013.04.009>
- Karunakaran, K., Singh, S. S., & Kitey, R. (2022). Investigating the role of filler shape on the dynamic mechanical properties of glass-filled epoxy composites. *Polymer Composites*. <https://doi.org/10.1002/PC.26737>
- Kawaguchi, Y., Ito, D., Kosaka, Y., Okudo, M., Nakachi, T., Kake, H., et al. (2010). Thermally expandable microcapsules for polymer foaming-relationship between expandability and

- viscoelasticity. *Polymer Engineering and Science*, 50(4), 835–842. <https://doi.org/10.1002/pen.21595>
- Kubo, M. T. K., Rojas, M. L., Miano, A. C., & Augusto, P. E. D. (2019). Chapter 1. Rheological Properties of Tomato Products (pp. 1–25). <https://doi.org/10.1039/9781788016247-00001>
- Kukla, C., Duretek, I., Gonzalez-Gutierrez, J., & Holzer, C. (2018). Rheology of Highly Filled Polymers. In *Polymer Rheology*. InTech. <https://doi.org/10.5772/intechopen.75656>
- Lages, E. N., & Cavalcanti Marques, S. P. (2022). Prediction of effective thermal conductivity of multiphase composites with periodic microstructures using an expanded micromechanical model. *International Journal of Thermal Sciences*, 171, 107226. <https://doi.org/10.1016/J.IJTHERMALSCI.2021.107226>
- Lee, H. G., & Paik, K. W. (2012). Vertically aligned nickel nanowire/epoxy composite for electrical and thermal conducting material. *Proceedings - Electronic Components and Technology Conference*, 2087–2090. <https://doi.org/10.1109/ECTC.2012.6249129>
- Li, C., Cantarel, A., & Gong, X. (2020). A study on resin infusion and effects of reinforcement structure at dual scales by a quasi-realistic numerical simulation method. *Journal of Composite Materials*, 54(27), 4157–4171. <https://doi.org/10.1177/0021998320926707>
- Li, T., Griffiths, W. D., & Chen, J. (2017). Weibull Modulus Estimated by the Non-linear Least Squares Method: A Solution to Deviation Occurring in Traditional Weibull Estimation. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 48(11), 5516–5528. <https://doi.org/10.1007/S11661-017-4294-4/FIGURES/11>
- Liu, G. R., & Liu, M. B. (2010). *Smoothed Particle Hydrodynamics - A Meshfree Particle Method*. *Smoothed Particle Hydrodynamics - A Meshfree Particle Method*. <https://doi.org/10.1142/9789812564405>
- Liu, M. B., & Liu, G. R. (2010). Smoothed particle hydrodynamics (SPH): An overview and recent developments. *Archives of Computational Methods in Engineering*. <https://doi.org/10.1007/s11831-010-9040-7>
- Livermore Software Technology Corporation (LSTC). (2016). *LS-DYNA® Keyword User's Manual – Volume II – Material Models – R9.0*. *LS-DYNA® Keyword User's Manual – Volume II – Material Models*.
- Lu, Y., Broughton, J., & Winfield, P. (2014). A review of innovations in disbonding techniques for repair and recycling of automotive vehicles. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 50, 119–127. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2014.01.021>
- Lucy, L. B. (1977). A numerical approach to the testing of the fission hypothesis. *The Astronomical Journal*. <https://doi.org/10.1086/112164>
- Luo, J., Cheng, Z., Li, C., Wang, L., Yu, C., Zhao, Y., et al. (2016). Electrically conductive adhesives based on thermoplastic polyurethane filled with silver flakes and carbon nanotubes. *Composites Science and Technology*, 129, 191–197. <https://doi.org/10.1016/J.COMPSCITECH.2016.04.026>
- Marques, J. B., Barbosa, A. Q., da Silva, C. I., Carbas, R. J. C., & da Silva, L. F. M. (2021). An overview of manufacturing functionally graded adhesives – Challenges and prospects. *The Journal of Adhesion*, 97(2), 172–206. <https://doi.org/10.1080/00218464.2019.1646647>

- McCurdy, R. H., Hutchinson, A. R., & Winfield, P. H. (2013). The mechanical performance of adhesive joints containing active disbonding agents. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 46, 100–113. <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2013.06.001>
- Metravib. (2020). *DMA contract material testing*.
- Meyers, M., & Chawla, K. (2009). *Mechanical Behavior of Materials*. Cambridge University Press. Retrieved from www.cambridge.org/9780521866750
- Michler, G. H. (2016). *Atlas of Polymer Structures: Morphology, Deformation and Fracture Structures*. Hanser Publishers.
- Mills-Brown, J., Potter, K., Foster, S., & Batho, T. (2013). Thermal and tensile properties of polysialate composites. *Ceramics International*, 39(8), 8917–8924. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2013.04.087>
- Mir, I. A., & Kumar, D. (2012). Carbon nanotube-filled conductive adhesives for electronic applications. *Http://Dx.Doii.Org/10.1080/17458080.2011.602724*, 1(1), 183–193. <https://doi.org/10.1080/17458080.2011.602724>
- Miturska-Barańska, I., Rudawska, A., & Doluk, E. (2021). The Influence of Sandblasting Process Parameters of Aerospace Aluminium Alloy Sheets on Adhesive Joints Strength. *Materials*, 14(21), 6626. <https://doi.org/10.3390/ma14216626>
- Monaghan, J. J. (1992). Smoothed Particle Hydrodynamics. *Annual Review of Astronomy and Astrophysics*, 30(1), 543–574. <https://doi.org/10.1146/annurev.aa.30.090192.002551>
- Mooney, M. (2004). A Theory of Large Elastic Deformation. *Journal of Applied Physics*, 11(9), 582. <https://doi.org/10.1063/1.1712836>
- Morris, J. P., Fox, P. J., & Zhu, Y. (1997). Modeling low Reynolds number incompressible flows using SPH. *Journal of Computational Physics*. <https://doi.org/10.1006/jcph.1997.5776>
- Mu, Q., Feng, S., & Diao, G. (2007). Thermal conductivity of silicone rubber filled with ZnO. *Polymer Composites*, 28(2), 125–130. <https://doi.org/10.1002/PC.20276>
- Müller, M., Jäschke, H., Bubser, F., & Ostermeyer, G. P. (2014). Simulative studies of tribological interfaces with partially filled gaps. *Tribology International*. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2014.05.002>
- Müller, M., Tong, Y., Fricke, H., & Vallée, T. (2018). An efficient numerical model for the evaluation of compression flow of high-viscosity adhesives. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 85, 251–262.
- Müller, M., Willenbrock, S., Stahl, L., Vallée, T., & Fricke, H. (2022). Towards the efficient modelling of trapped air pockets during squeeze flow. *Experimental and Computational Multiphase Flow*. <https://doi.org/10.1007/s42757-021-0125-3>
- Myslicki, S., Kordy, H., Kaufmann, M., Créac'hcadec, R., & Vallée, T. (2020). Under water glued stud bonding fasteners for offshore structures. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 98, 102533. <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2019.102533>
- Nassiet, V., Hassoune-Rhabbour, B., Tramis, O., & Petit, J. A. (2021). Electrical and

- electronics. *Adhesive Bonding: Science, Technology and Applications*, 719–761. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819954-1.00025-3>
- Nayroles, B., Touzot, G., & Villon, P. (1992). Generalizing the finite element method: Diffuse approximation and diffuse elements. *Computational Mechanics 1992 10:5*, 10(5), 307–318. <https://doi.org/10.1007/BF00364252>
- Neveu, T. (2021). *Rapport de stage de césure. École Nationale Supérieure de l’Aéronautique et de l’Espace (ISAE-SUPAERO)*.
- Ngueveu, Y., Miyagano, S., Lauro, F., & Balieu, R. (2017). Modelling of Ductile Polymer Model for Crash Application. In *11th European LS-DYNA Conference, Salzburg, Austria*.
- Nicolas, A., & Jumel, J. (2016). Double cantilever beam tests on a viscoelastic adhesive: effects of the loading rate. *Procedia Structural Integrity*, 2, 269–276. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.035>
- Nielsen, M. A. (2011). *Parameter Estimation for the Two-Parameter Weibull Distribution*. Brigham Young University - Provo. Retrieved from <https://scholarsarchive.byu.edu/etd/2509>
- Nishiyama, Y., Uto, N., Sato, C., & Sakurai, H. (2003). Dismantlement behavior and strength of dismantlable adhesive including thermally expansive particles. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 23(5), 377–382. [https://doi.org/10.1016/S0143-7496\(03\)00067-8](https://doi.org/10.1016/S0143-7496(03)00067-8)
- Nouryon. (2022). Product specification Expancel DU, (1). Retrieved from <https://www.nouryon.com/globalassets/inriver/resources/product-overview-specification-expancel-du-global-en.pdf>
- Ogden, R. W. (1997). *Non-linear elastic deformations*. Courier Corporation.
- Patel, M. J., Blackburn, S., & Wilson, D. I. (2018). Modelling of pastes as viscous soils – Lubricated squeeze flow. *Powder Technology*, 323, 250–268. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.09.052>
- Pelfrene, J. (2011). Study of the SPH method for simulation of regular and breaking waves. *Gent: Universiteit Gent*.
- Piazza, G., Burczyk, M., Gerini-Romagnoli, M., Belingardi, G., & Nassar, S. A. (2022). Effect of thermally expandable particle additives on the mechanical and reversibility performance of adhesive joints. *Journal of Advanced Joining Processes*, 5, 100088. <https://doi.org/10.1016/J.JAJP.2021.100088>
- Pironneau, O. (1992). *Finite Element Methods for Fluids*. ZAMM - Journal of Applied Mathematics and Mechanics / Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik (Vol. 72). Wiley Chichester. <https://doi.org/10.1002/zamm.19920720714>
- Pobocikova, I., & Sedliackova, Z. (2014). Comparison of four methods for estimating the Weibull distribution parameters. *Applied Mathematical Sciences*, (81–84), 4137–4149. <https://doi.org/10.12988/AMS.2014.45389>
- Potaufoux, J.-E., Rapp, G., Barrau, S., Liu, G., Zhang, C., Giannelis, E. P., et al. (2022). Influence of photooxidation on ionic reversible interactions of ionic poly(ether)

- urethane)/silica hybrids. *Polymer Degradation and Stability*, 197, 109872. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2022.109872>
- Préau, M., & Hubert, P. (2015). Bonded repairs of honeycomb sandwich structures: Process monitoring and quality assessment. In *ICCM 20th International Conferences on Composite Materials*.
- Queiroz, T. E. (2008, July 28). *Animação computacional de escoamento de fluidos utilizando o método SPH*. Doctoral Dissertaion. Universidade de São Paulo, São Carlos. <https://doi.org/10.11606/D.55.2008.tde-10112008-110933>
- Rannacher, R. (2011). Finite Element Methods for the Incompressible Navier-Stokes Equations. In *Fundamental Directions in Mathematical Fluid Mechanics*. https://doi.org/10.1007/978-3-0348-8424-2_6
- Rivlin, R. S. (1948). Large elastic deformations of isotropic materials IV. further developments of the general theory. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 241(835), 379–397. <https://doi.org/10.1098/rsta.1948.0024>
- Rizzo, F., Pinto, F., & Meo, M. (2020). Investigation of Silica-Based Shear Thickening Fluid in Enhancing Composite Impact Resistance. *Applied Composite Materials* 2020 27:3, 27(3), 209–229. <https://doi.org/10.1007/S10443-020-09805-7>
- Rossi, V., Ser-Giacomi, E., Dubois, M., Monroy, P., Hidalgo, M., Hernández-Garcia, E., & López, C. (2016). Lagrangian Flow Networks: a new framework to study the multi-scale connectivity and the structural complexity of marine populations. CIESM International Research Workshop.
- Roussel, N., Gram, A., Cremonesi, M., Ferrara, L., Krenzer, K., Mechtcherine, V., et al. (2016). Numerical simulations of concrete flow: A benchmark comparison. *Cement and Concrete Research*. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.09.022>
- Rubinstein, M., & Colby, R. H. (2003). *Polymer Physics*. OUP Oxford.
- Rudawska, A., Bociąga, E., & Olewnik-Kruszkowska, E. (2017). The effect of primers on adhesive properties and strength of adhesive joints made with polyurethane adhesives. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 31(3), 327–344. <https://doi.org/10.1080/01694243.2016.1215013>
- Rueda, M. M., Auscher, M.-C., Fulchiron, R., Périé, T., Martin, G., Sonntag, P., & Cassagnau, P. (2017). Rheology and applications of highly filled polymers: A review of current understanding. *Progress in Polymer Science*, 66, 22–53. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2016.12.007>
- Schechter, H. (2013). *Enhancing particle methods for fluid simulation in computer graphics*. Doctoral dissertation, University of British Columbia.
- Sengab, A., & Talreja, R. (2016). A numerical study of failure of an adhesive joint influenced by a void in the adhesive. *Composite Structures*, 156, 165–170. <https://doi.org/10.1016/J.COMPSTRUCT.2015.12.052>
- Shanks, R. A., & Kong, I. (2013). General Purpose Elastomers: Structure, Chemistry, Physics and Performance (pp. 11–45). https://doi.org/10.1007/978-3-642-20925-3_2

- Sheppard, S. E., Vanselow, W., Happ, G. P., Kameyama, N., Fukumoto, T., ; • Von Hippel, E. A., et al. (1940). Viscosity of Suspensions and the Einstein Equation. *Nature* 1940 145:3686, 145(3686), 970–970. <https://doi.org/10.1038/145970a0>
- Shiote, H., Sato, C., & Ohe, M. (2009). Effects of Electrical Treatment Conditions on Dismantlable Properties of Joints Bonded with An Electrically Disbonding Adhesive. *Journal of The Adhesion Society of Japan*, 45(10), 376–381. <https://doi.org/10.11618/adhesion.45.376>
- Silva, L. A., Espinosa, C., da Silva, L. F. M., Paroissien, E., & Lachaud, F. (2019). Simulation of adhesive squeeze flow using smoothed particle hydrodynamics. In *CM4P Computational Methods in Multi-scale, Multi-uncertainty and Multi-physics Problems*. Porto.
- Silva, L. A., Espinosa, C., Paroissien, E., Lachaud, F., & da Silva, L. F. M. (2021). Numerical simulations of adhesive spreading during bonding-induced squeeze. *The Journal of Adhesion*, 1–33. <https://doi.org/10.1080/00218464.2021.1982388>
- Silva, L. A., Espinosa, C., & Chieragatti, R. (2022). *FR2204875*.
- Da Silva, L. F. M., Öchsner, A., & Adams, R. D. (2011). *Handbook of adhesion technology*. Springer Science & Business Media.
- Solvay. (2018). Technical Data Sheet FM® 300. Retrieved from <https://www.solvay.com/en/product/fm-300>
- Spangenberg, J., Roussel, N., Hattel, J. H., Stang, H., Skocek, J., & Geiker, M. R. (2012). Flow induced particle migration in fresh concrete: Theoretical frame, numerical simulations and experimental results on model fluids. *Cement and Concrete Research*, 42(4), 633–641. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.01.007>
- Spangenberg, J., Uzal, A., Nielsen, M. W., & Hattel, J. H. (2018). A robustness analysis of the bonding process of joints in wind turbine blades. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 85, 281–285. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.06.009>
- Stabik, J., Dybowska, A., Szczepanik, M., & Suchoń, Ł. (2009). Viscosity measurements of epoxy resin filled with ferrite powders. *Archives of Materials Science and Engineering*, Vol. 38(nr 1), 34–40.
- Sundvold, P. D. (1996). Optical adhesive property study. *US Department of Energy, KCP-613-5631*. <https://doi.org/10.2172/171350>
- Takashi, N., & Hughes, T. J. R. (1992). An arbitrary Lagrangian-Eulerian finite element method for interaction of fluid and a rigid body. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. [https://doi.org/10.1016/0045-7825\(92\)90085-X](https://doi.org/10.1016/0045-7825(92)90085-X)
- Tarfaoui, M., Lafdi, K., & El Moumen, A. (2016). Mechanical properties of carbon nanotubes based polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 103, 113–121. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2016.08.016>
- Tramis, O., Hassoune-Rhabbour, B., & Nassiet, V. (2021). Structure-property relationship of nanostructured functionally graded epoxy adhesives. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 108, 102872. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2021.102872>

- Treloar, L. R. G. (1943). The elasticity of a network of long-chain molecules—II. *Transactions of the Faraday Society*, 39(0), 241–246. <https://doi.org/10.1039/TF9433900241>
- Uzal, A., Spangenberg, J., Nielsen, M. W., Sonne, M. R., & Hattel, J. H. (2017). Numerical modelling of the bonding process for wind turbine blades: Model validation. In *ICCM International Conferences on Composite Materials*.
- Vallée, T., Keller, T., Fourestey, G., Fournier, B., & Correia, J. R. (2009). Adhesively bonded joints composed of pultruded adherends: Considerations at the upper tail of the material strength statistical distribution. *Probabilistic Engineering Mechanics*, 24(3), 358–366. <https://doi.org/10.1016/J.PROBENGMECH.2008.10.001>
- Vohlidal, J. (2021). Polymer degradation: a short review. *Chemistry Teacher International*, 3(2), 213–220. <https://doi.org/10.1515/cti-2020-0015>
- Wang, J., Xie, H., Weng, Z., Senthil, T., & Wu, L. (2016). A novel approach to improve mechanical properties of parts fabricated by fused deposition modeling. *Materials & Design*, 105, 152–159. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.078>
- Wang, K., Long, H., Chen, Y., Baniassadi, M., Rao, Y., & Peng, Y. (2021). Heat-treatment effects on dimensional stability and mechanical properties of 3D printed continuous carbon fiber-reinforced composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 147, 106460. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2021.106460>
- Wang, T., Zhang, F., Furtney, J., & Damjanac, B. (2022). A review of methods, applications and limitations for incorporating fluid flow in the discrete element method. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*. <https://doi.org/10.1016/J.JRMGE.2021.10.015>
- Weaver, T., & Xiao, Z. (2016). Fluid Simulation by the Smoothed Particle Hydrodynamics Method: A Survey. <https://doi.org/10.5220/0005673702130223>
- Weibull, W. (1951). A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. *ASME Journal of Applied Mechanics, Transactions of the American Society Of Mechanical Engineers*, 73, 293–297.
- Welsh, B. Y., & Jelinsky, S. (2005). The effect of out-gassing from commonly used spacecraft/space instrument materials on the UV-visible-IR reflectivity of optical surfaces. In E. W. Taylor (Ed.), *Optics and Photonics 2005* (p. 58970B). <https://doi.org/10.1117/12.614178>
- White, F. (2011). *Fluid Mechanics* (6th editio). The McGraw-Hill Companies.
- Wu, Q., Yang, X., He, J., Ye, Z., Liu, Q., Bai, H., & Zhu, J. (2022). Improved interfacial adhesion of epoxy composites by grafting porous graphene oxide on carbon fiber. *Applied Surface Science*, 573, 151605. <https://doi.org/10.1016/J.APSUSC.2021.151605>
- Wypych, G. (2000). *Handbook of fillers A Definitive User's Guide* (2nd Editio). ChemTec Publishing.
- Xue, S. S., Tang, Z. H., Zhu, W. Bin, Li, Y. Q., Huang, P., & Fu, S. Y. (2022). Stretchable and ultrasensitive strain sensor from carbon nanotube-based composite with significantly enhanced electrical and sensing properties by tailoring segregated conductive networks. *Composites Communications*, 29, 100987. <https://doi.org/10.1016/J.COCO.2021.100987>

-
- Yesgat, A. L., & Kitey, R. (2016). Effect of filler geometry on fracture mechanisms in glass particle filled epoxy composites. *Engineering Fracture Mechanics*, 160, 22–41. <https://doi.org/10.1016/J.ENGFRACMECH.2016.03.034>
- Yuan, C., Li, M., Zhang, Z., & Gu, Y. (2008). Experimental Investigation on the Co-Cure Processing of Honeycomb Structure with Self-Adhesive Prepreg. *Applied Composite Materials*, 15(1), 47–59. <https://doi.org/10.1007/s10443-008-9056-4>
- Zhu, B., Ma, J., Wang, J., Wu, J., & Peng, D. (2012). Thermal, dielectric and compressive properties of hollow glass microsphere filled epoxy-matrix composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 31(19), 1311–1326. <https://doi.org/10.1177/0731684412452918>
- Zienkiewicz, O.C, Taylor, R. L. (2014). *The Finite Element Method for Fluid Dynamics. The finite element method*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/C2009-0-26328-8>
- Zisis, I., Messahel, R., Boudlal, A., Van Der Linden, B., & Koren, B. (2015). Validation of robust SPH schemes for fully compressible multiphase flows. *International Journal of Multiphysics*. <https://doi.org/10.1260/1750-9548.9.3.225>
- ZwickRoell. (2015). ISO 179-1 | ISO 179-2 Essai de choc Charpy Plastique | ZwickRoell. Retrieved March 10, 2022, from <https://www.zwickroell.com/fr/secteurs-dactivite/plastique/thermoplastiques-et-matieres-thermodurcissables/resistance-au-choc-charpy-et-resilience-au-choc-entaille-iso-179-1-iso-179-2/>

Table des figures

Figure 1.1 – Représentation simplifié du cycle de vie des matériaux (Ashby, 2021).....	4
Figure 1.2 - Illustration du principe de gonflement des TEP par simulation numérique SPH... 5	5
Figure 2.1 - Écoulement sous pression avec une masse constante dans différentes configurations (a) Joint au format T, (b) Joint entre plaques planes, (c) Joint entre plaques courbes, (d) Joint dans une structure sandwich.....	12
Figure 2.2 - Schéma proposé de la mécanique des milieux continus pour des matériaux qui possèdent des états gélatineux à liquides à cru.	14
Figure 2.3 – Comportement des fluides : (a) avec l’augmentation du taux de cisaillement et (b) avec l’augmentation du temps (adapté de (White, 2011))	15
Figure 2.4 - Représentation de l’influence du format et de la fraction volumique des particules sur la viscosité apparente (adapté de (Rueda et al., 2017))	19
Figure 2.5 – Représentation d’angle de contact d’équilibre : (a) mauvaise mouillabilité, (b) bonne mouillabilité, (c) mouillabilité parfaite.....	21
Figure 2.6 - Représentation de la discrétisation de l'espace. (a) Description eulérienne, (b) Description lagrangienne, (c) Description eulérienne lagrangienne arbitraire, (d) Description lagrangienne sans maillage.....	24
Figure 2.7 – Représentation de la fonction de lissage autour d’une particule d’intérêt.	27
Figure 2.8 – Montage expérimental de la goutte en chute libre pour la validation de l’approche numérique : (a) Distribution des équipements ; (b) Système de dosage.	30
Figure 2.9 – Evolution d’une goutte d’adhésif au cours du temps (GPB008).	31
Figure 2.10 – Résultats de l’essai de chute de la goutte avec différents temps entre la préparation et l’essai.	32
Figure 2.11 – Temps de chute avec différents temps entre la préparation et l’essai	32
Figure 2.12 – Dispositif expérimental de mesure optique de l’angle de contact.	34
Figure 2.13 - Evolution de l’angle de contact de l’EC2216 au cours du temps avec une acquisition de 30 images/seconde.	34
Figure 2.14 – Résultats de l’analyse de sensibilité des paramètres de l’EOS sur l’essais numérique de la goutte.	38
Figure 2.15 – Résultats de l’analyse de sensibilité des paramètres de l’EOS sur l’essais numérique de la goutte (forme finale).	39
Figure 2.16 – Etude expérimental sur l’accostage réalisé par Spangenberg et al : (a) Montage expérimental ; (b) Forme final de l’adhésif après le processus d’accostage (Spangenberg et al., 2018).....	41
Figure 2.17 – Exemples des montages expérimentaux trouvés dans la littérature pour étudier l’accostage (a) (Patel et al., 2018) ; (b) (Jackson et al., 2006) ;(c) (Bergamasco et al., 2014) ; (d) (Müller et al., 2022).	42
Figure 2.18 – (a) Montage expérimental du processus d’accostage ; (b) Représentation schématique du montage expérimental du processus d’accostage.....	44

Figure 2.19 - Etalement de l'adhésive au cours du temps (SPA003) : (a) 1 seconde après le contact ; (b) 7 secondes après le contact ; (c) après polymérisation à la température ambiante.	44
Figure 2.20 – Zoom sur le débordement de l'adhésif : (a) pendant essai et (b) après la polymérisation.	45
Figure 2.21 – Répartition de l'adhésif avant essai et après la polymérisation pour deux essais : (a) SPA001 ; (b) SPA003.	46
Figure 2.22 -Essai numérique de l'accostage en utilisant SPH pour l'adhésif	47
Figure 2.23 – Vitesse résultante sur le plus externe de l'adhésif pendant l'écrasement : (a) position du point de mesure en fin d'essai numérique ; (b) profil de vitesse pendant l'écrasement sur le point A.	48
Figure 2.24 - Sensibilité du paramètre B : (a) forme finale du contour ; (b) évolution des longueurs caractéristiques (L. A. Silva et al., 2019).	49
Figure 2.25 – Nouveau montage expérimental pour étudier l'accostage : (a) Projet CAE ; (b) Montage final après fabrication.	51
Figure 2.26 – Montage expérimental complète développé dans le cadre u projet de thèse.	52
Figure 2.27 – Efforts de résistance à l'accostage résultats pour les cas sans particules (10000 :0) et avec beaucoup des particules (10000 :1000).	53
Figure 2.28 – Répartition de l'adhésif après l'accostage et polymérisation à la température ambiante : à gauche pour les cas sans particules (10000 :0) et à droite pour le cas avec beaucoup des particules (10000 :1000).	53
Figure 2.29 – Format du boudin formé pendant l'accostage vu latéralement : comparaison des profils et des longueurs d'étalement L_x et L_y à deux instants : (a) juste après le contact entre l'adhésif et le plexi, (b) à la fin de l'accostage.	54
Figure 2.30 – Format du boudin formé pendant l'accostage vu latéralement : évolution des angles de contact de l'adhésif sur le substrat horizontal fixe et sur les parois du substrat mobile et forme finale polymérisée.	55
Figure 2.31 – Dimensions du nid d'abeille utilisé pour les essais d'accostage.	56
Figure 2.32 - Efforts de résistance à l'accostage résultats pour les cas sans particules 10000 :0 : plexiglas/toile métallique, plexiglas/ plexiglass et plexiglas /nid d'abeille.	57
Figure 2.33 – Répartition de l'adhésif seul après l'accostage et polymérisation à la température ambiante : plexiglas/toile métallique et plexiglas/nid d'abeille.	57
Figure 2.34 – Distribution de l'adhésif après l'accostage et polymérisation : (a) autour de la toile (microscopique optique 20x), (b) dans les cellules du nid d'abeille (loupe 5x)	58
Figure 2.35 – Réparation d'une structure sandwich : (a) fabrication du défaut circulaire, (b) patch composite externe, (c) patch composite complet.	60
Figure 2.36 – Préparation et polymérisation de la structure sandwich : (a) application du vide, (b) emplacement dans le four.	60
Figure 2.37 - Structure sandwich réparée par des patches composites.	61
Figure 2.38 – Géométrie de la simulation de l'accostage sur le nid d'abeille.	62
Figure 2.39 – Résultat essai numérique de prédiction de la répartition de l'adhésif sur une structure en forme de nid d'abeille.	63
Figure 3.1 - Représentation des chaînes des polymères : (a) chaîne cristalline, (b) chaîne amorphe.	70

Figure 3.2 - Illustration schématique des caractéristiques des zones de déformation dans les polymères amorphes (adapté de (Michler, 2016)).	71
Figure 3.3 – illustration du comportement des polymères sous sollicitations monotones.	72
Figure 3.4 - Evolution représentatif du module élastique en fonction de la température pour un polymère amorphe.	73
Figure 3.5 - Représentation schématique de l'effet de la vitesse de déformation sur le comportement contrainte-déformation d'un matériau polymère.	75
Figure 3.6 - Vue éclatée du moule permettant de produire des spécimens de plaques.	78
Figure 3.7 – Cycle de polymérisation réalisé pour la fabrication des éprouvettes.	79
Figure 3.8 – Exemples de faciès de rupture avec des amas de particules comme défaut critique.	80
Figure 3.9 – Dispositif expérimental DMA : (a) système complet avant les tests, (b) éprouvette de section rectangulaire fracturée entre les mors (écartée de l'analyse).	85
Figure 3.10 – Comportement de l'adhésif EC2216 sous différentes fréquences de chargement : (a) modules de stockage et de perte en fonction de la fréquence, (b) module élastique et $\tan \delta$ en fonction de la fréquence.	86
Figure 3.11 - Faciès des éprouvettes préparées pour les mesures avec le DIC (haut) et le DEO (bas).	88
Figure 3.12 –Dispositif expérimental utilisé pour les essais de traction quasi-statique en température ambiante.	88
Figure 3.13 – Critère de conformité pour séparer les éprouvettes entre acceptables et inacceptables.	89
Figure 3.14 – Méthode de calcul du module initial en traction (ISO 527-1, 2019).	90
Figure 3.15 – Enveloppe des courbes de contrainte-déformation en traction monotone pour la vitesse de déformation de $1,7.10^{-2} s^{-1}$.	91
Figure 3.16 – Faciès de rupture des éprouvettes testées en traction monotone : (a) Courbe A, (b) Courbe B.	91
Figure 3.17 – Dispositif d'essai d'impact en traction dynamique par mouton Charpy : (a) Montage de l'essai, (b) Vue détaillée du placement de l'éprouvette (ZwickRoell, 2015).	93
Figure 3.18 – Courbes force résultante déplacement pour les essais en traction dynamique.	94
Figure 3.19 – Synthèse des résultats des essais expérimentaux de traction à température ambiante : évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la vitesse de déformation.	95
Figure 3.20 – Synthèse des résultats des essais expérimentaux de traction en température ambiante : évolution de la déformation à la rupture en fonction de la vitesse de déformation	95
Figure 3.21 - Mesure DSC sur des éprouvettes fabriquées dans 3 périodes différents.	97
Figure 3.22 - Mesure DSC pour obtention de la Tg sur l'adhésif seul.	98
Figure 3.23 – Relation de la contrainte à la rupture avec la température à $\varepsilon = 1,7.10^{-2} s^{-1}$.	99
Figure 3.24 – Relation du module élastique et la température pour différentes vitesses de chargement.	100
Figure 3.25 - Mesure DSC pour obtention de la Tg sur l'adhésif avec TEP (10000 :30).	102
Figure 3.26 – Enveloppe des propriétés pour les cases avec très peu des particules	103
Figure 3.27 – Module élastique initial dans les cas avec très peu des particules	104

Figure 3.28 – Densité de probabilité cumulée pour la distribution de Weibull : (a) contrainte à la rupture, (b) déformation à la rupture.	107
Figure 3.29 – Fonction de densité de probabilité pour 100 valeurs : (a) contrainte à rupture dans l'intervalle de 0 à 40, (b) Déformation à rupture dans l'intervalle de 0 à 0,7.	108
Figure 3.30 – Données géométriques prises et analysés des faciès de rupture : (a) longueurs caractéristiques, (b) aires caractéristiques.	109
Figure 3.31 – Exemples de faciès de rupture avec des défauts critiques en évidence: (a) défaut petit, (b) défaut moyen, (c) défaut grand, (d) sans défaut.	109
Figure 3.32 – Probabilité d'occurrence de défaut critique par taille de défaut.	110
Figure 3.33 – Diagramme de dispersion des données géométriques du défaut critique : (a) défaut du type bulle d'air, (b) défaut du type amas de particules.	111
Figure 3.34 – Corrélation partielle de données géométriques du défaut critique et de la température avec la contrainte à la rupture : (a) défaut du type bulle d'air, (b) défaut du type amas de particules.	112
Figure 3.35 – Synchronisation de contrainte-déformation avec les images obtenues par le système DIC.	113
Figure 3.36 – Vitesse de propagation de la fissure pour une éprouvette non-entaillé : (a) défaut au bord de l'éprouvette, (b) défaut au centre de l'éprouvette.	114
Figure 3.37 – Profil topologique des éprouvettes avec des défauts : (a) défaut du type bulle d'air, (b) défaut du type amas de particules.	115
Figure 3.38 – Image d'un amas de particules sur une face rompue obtenue par microscope à balayage électronique au CNES de Toulouse.	115
Figure 3.39 – Position des zones évaluées par analyse fractale.	116
Figure 3.40 – Visualisation du volume 3D à partir des images RX : (a) Cas 10000 :0, (b) Cas 10000 :30.	117
Figure 3.41 – Représentation schématique des slices après la reconstruction par RX-solutions : (a) visualisation d'un défaut dans l'espace, (b) calcul de volume.	118
Figure 3.42 – Représentation schématique de l'amorçage dans un amas de particules.	119
Figure 3.43 – Montage expérimental des essais SENB et positionnement des éprouvettes ..	120
Figure 3.44 – Essais SENB : (a) éprouvette avant et (b) après essai.	121
Figure 3.45 – Configurations testés avec des différentes distances entre appuis : (a) Schéma des deux configurations, (b) Courbe force versus déplacement de la traverse pour chaque configuration.	122
Figure 3.46 – Courbes déplacement la traverse versus force pour les essais SENB.	123
Figure 3.47 – Méthode des aires pour calculer le taux de restitution d'énergie critique en mode I.	124
Figure 3.48 – Géométrie du modèle numérique de prédiction du comportement de l'adhésif EC2216 à la température ambiante.	126
Figure 3.49 – Position des points de sortie des résultats.	127
Figure 3.50 – Evolution de la contrainte x déformation pour différentes lois de comportements testées.	128
Figure 3.51 – Influence des paramètres de la loi de comportement : (a) coefficient de Poisson, (b) degré du polynôme.	130

Figure 3.52 – Distributions valeurs aléatoires générés à partir d’une loi de Weibull : (a) 10 éléments, (b) 100 éléments, (c) 1000 éléments, (d) 10000 éléments.	131
Figure 3.53 – Schéma de représentation du principe de la distribution des propriétés par distribution de Weibull.....	134
Figure 3.54 – Courbes contrainte versus déformation numériques pour deux critères de rupture différents : contrainte principale et déformation.	135
Figure 3.55 - Influence de la quantité de tirages/essais numériques sur la déformation à la rupture prévue.	136
Figure 3.56 – Courbes contrainte - déformation pour: (a) différentes tailles de maillage, (b) différents nombres de parts.	137
Figure 3.57 – Microfissurations dû à l’énucléation des défauts prédites par essais numériques.	137
Figure 3.58 – Mécanismes de rupture différents calculés numériquement avec les distributions de Weibull.	138
Figure 3.59 – Courbe calculé pour les valeurs minimales de facteurs multiplicateurs.	139
Figure 3.60 – Densité de probabilité de la distribution de Weibull par campagne : (a) contrainte à la rupture, (b) déformation à la rupture.	140
Figure 3.61 – Courbes contrainte versus déformation numériques pour les quatre campagnes d’essais à des différentes températures.	141
Figure 4.1 -Photo d’un réservoir non-brulé dans la rentrée atmosphérique. (https://g1.globo.com/brasil/noticia/2012/02/objeto-que-caiu-do-ceu-no-ma-seria-tanque-de-foguete-diz-marcos-pontes.html)	147
Figure 4.2 – Exemples de désassemblage mécanique : (a) verre d’un téléphone portable (https://www.amazon.com/iphone-repair-tool-kit), (b) parebrise d’une voiture (https://automotiveglasseurope.com)	149
Figure 4.3 – Représentation de la réaction chimique du type <i>Diels-Alder</i> entre <i>Furan</i> et <i>Maléimide</i> (Aubert, 2003).	150
Figure 4.4 – Solution proposée pour le désassemblage par courant électrique sur des substrats non-conducteurs (Haydon, 2002).	151
Figure 4.5 – Représentation schématique d’une TEP et son gonflement.....	152
Figure 4.6 – Représentation schématique de l’évolution de la taille des TEP avec l’augmentation de la température (Adapté de (Chen et al., 2017) et (Nouryon, 2022)).	153
Figure 4.7 – Représentations schématiques des moyens d’activation des TEP proposés dans la littérature : (a) bobine électrique (Banea et al., 2017) , (b) submersion dans un liquide chaud (Nishiyama et al., 2003).	155
Figure 4.8 – Dispositif d’essai d’éprouvette DCB : (a) vue frontale, (b) vue latérale.	158
Figure 4.9 – Schéma représentatif du processus d’échauffement par effet Joule.	159
Figure 4.10 – Dimensions et format de la toile métallique Gantois en Inox 304L (<i>Gantois, n.d.</i>).	160
Figure 4.11 - Dimensions (en mm) des éprouvettes DCB pour les essais en mode I (selon la norme (BS 7991, 2001)).	161
Figure 4.12 – Substrats avec différents traitements de surface avant l’application de l’adhésif.	162

Figure 4.13 - Placement des rubans adhésifs sur les côtés latéraux pour faciliter le retrait de surplus d'adhésif débordé.....	162
Figure 4.14 – Positionnement des éprouvettes sur le moule : (a) substrat du bas avec l'adhésif, (b) éprouvette entière avant dépôt de la plaque supérieure.....	163
Figure 4.15 – Positionnement des éprouvettes sur le moule avec la toile métallique, avant positionnement des substrats supérieurs. On peut noter l'imprégnation de la toile métallique par la colle au contact simple de l'adhésif.....	164
Figure 4.16 – Forme finale de l'éprouvette avec toile métallique.....	164
Figure 4.17 – Surfaces des éprouvettes DCB après les essais pour des différents types de traitement de surface : : a) ponçage et dégraissage ; b) sablage et dégraissage ; c) sablage, dégraissage et primaire.....	167
Figure 4.18 – Courbe force résultante versus ouverture de l'éprouvette pour une vitesse appliquée de 1mm/min.....	168
Figure 4.19 – Evolution de l'effort avec l'augmentation de la vitesse d'ouverture de l'éprouvette.....	169
Figure 4.20 – Faciès de propagation des éprouvettes DCB testées aux vitesses d'ouverture de 1 et 10 mm/min.....	170
Figure 4.21 – Influence de la vitesse d'ouverture sur : (a) l'effort maximal et (b) l'ouverture maximale supportée.....	170
Figure 4.22 – Influence de l'ajout de TEP et toile métallique sur l'effort maximal et ouverture maximale.....	172
Figure 4.23 – Images au microscope 20x de la toile métallique envoyée dans l'adhésif : (a) Cas 10000 :30 et (b) Cas 10000 :1000.....	173
Figure 4.24 – Images de faciès de propagation de la fissure avec la toile métallique envoyé dans l'adhésif : (a) Cas 10000 :30, (b) Cas 10000 :30 et (c) Cas 10000 :1000.....	174
Figure 4.25 – Dispositif expérimental de mesure de la capacité d'échauffement : (a) montage expérimental, (b) zoom sur le dispositif de fixation, (c) flux de chaleur résultant de l'application d'un courant de 6A.....	176
Figure 4.26 – Dispositif expérimental utilisé pour les essais de désassemblage en mode I. .	177
Figure 4.27 – Illustration du déroulement au cours du temps des essais de désassemblage..	177
Figure 4.28 – Représentation schématique de la distribution des TEPs dans le joint : (a) Cas 10000 :30, (b) Cas 10000 :1000, (c) Cas toile métallique saupoudré (GS).....	178
Figure 4.29 – Exemples des substrats séparés après le désassemblage contrôlé.....	179
Figure 4.30 – Exemples de défauts de fabrication : (a) 10000 :30 – EP 3, (b) 10000 :30 – EP 3.....	180
Figure 4.31 – Géométrie et dimensions des éprouvettes du type SLJ.....	181
Figure 4.32 – Moule de fabrication des éprouvettes du type SLJ avec les éprouvettes installées (à gauche) et une vue coupée du placement des éprouvettes dans le moule pour fixer les épaisseurs (à droite).....	182
Figure 4.33 – Exemple d'éprouvette du type SLJ avec la toile métallique déchirée.....	183
Figure 4.34 – Dispositif expérimental utilisé pour les essais de désassemblage contrôlé en cisaillement.....	184
Figure 4.35 – Désassemblage EC2216 : (a) EP1 : adhésif seul, (b) EP 2 :10000 :1000 mélange homogène, (c) EP 3 : toile métallique saupoudrée de TEP et adhésif seul autour.....	185

Figure 4.36 – Désassemblage Redux® : (a) EP5 : adhésif seul jusqu’à la rupture, (b) EP6 : adhésif avec toile métallique saupoudrée jusqu’à la rupture, (c) EP 7 : toile métallique saupoudré avec échauffement. 186

Figure 4.37 – Désassemblage FM300 : (a) EP8 : adhésif seul jusqu’à la rupture, (b) EP9 : adhésif avec toile métallique saupoudré jusqu’à la rupture, (c) EP 10 : toile métallique saupoudré avec échauffement. 188

Table des tableaux

Tableau 1.1 – Cas étudiés sur l’influence des TEP et la nomenclature utilisée pour chaque cas.	7
Tableau 2.1 - Synthèse du comportement rhéologique et de ses réponses en mode de compression.....	16
Tableau 2.2 – Valeurs des paramètres initiaux et range de variation utilisée pour l’analysé de sensibilité pour la simulation de la chute de la goutte.....	36
Tableau 2.3 – Valeurs des paramètres initiaux et range de variation utilisée pour l’analysé de sensibilité pour la simulation de l’accostage.....	48
Tableau 2.4 - Longueur caractéristique de la zone couverte d’adhésif entre plexiglas/plexiglas pour les cas 10000 :0 et 10000 :1000.....	54
Tableau 2.5 - Longueur caractéristique de la zone couverte d’adhésif pour les cas 10000 :0 et 10000 :1000.....	58
Tableau 2.6 – Valeurs des paramètres utilisés pour l’essai numérique de l’accostage d’un patch de réparation sur un nid d’abeille.....	62
Tableau 3.1 – Cycles de polymérisation proposés par le fabricant (3M Scotch-Weld, 2018). 78	78
Tableau 3.2 – Information des éprouvettes utilisés par type d’essai.....	81
Tableau 3.3 – Plan d’essais expérimentaux pour la caractérisation de l’EC2216.....	83
Tableau 3.4 – Plan d’essais expérimentaux pour la caractérisation d’influence des défauts... 84	84
Tableau 3.5 – Nombre d’éprouvettes testés par campagne.....	99
Tableau 3.6 – Quantité d’éprouvettes testées pour chaque cas.....	102
Tableau 3.7 - Distribution de Weibull pour la contrainte à la rupture.....	106
Tableau 3.8 - Distribution de Weibull pour la déformation à la rupture.....	106
Tableau 3.9 – Taux de défaut dans le volume.....	118
Tableau 3.10 -Taux de restitution d’énergie en mode I en volume.....	124
Tableau 3.11 – Informations sur le modèle numérique de départ par partie.....	127
Tableau 3.12 – Propriétés mécaniques utilisées pour les modèles numériques.....	128
Tableau 3.13 - Paramètres de Weibull en contrainte à la rupture par campagne d'essai.	140
Tableau 3.14 - Paramètres de Weibull en déformation à la rupture par campagne d'essai. ...	141
Tableau 4.1 - Propriétés des particules : modèle 031 DU 40 (adapté de (Nouryon, 2022))..	154
Tableau 4.2 – Comparaison entre les méthodes d’échauffement pour activer les TEP.....	156
Tableau 4.3 – Taux d’acquisition et temps estimé pour les essais à différentes vitesses d’ouverture.....	159
Tableau 4.4 – Plan d’essais expérimentaux pour la caractérisation de l’EC2216.....	165
Tableau 4.5 – Synthèse des résultats des tests de désassemblage sur les éprouvettes du type DCB.....	179

Tableau 4.6 – Dimensions du joint des éprouvettes SLJ par type d’adhésif.....	182
Tableau 4.7 – Information de cycles de polymérisation et fabrication des adhésifs testés....	183
Tableau 4.8 – Synthèse de résultats du désassemblage des substrats composites collés avec l’adhésif EC2216.....	185
Tableau 4.9 – Synthèse de résultats du désassemblage des substrats composites collés avec l’adhésif Redux 609.	186
Tableau 4.10 – Synthèse de résultats du désassemblage des substrats composites collés avec l’adhésif FM300.	187

ANNEXE A

a) Goutte « Drop Weight »

La méthode consiste à former une goutte à la pointe d'un tube et augmenter la goutte doucement en ajoutant du liquide jusqu'au moment du détachement (Figure A.1a). La masse m du liquide détaché est mesurée et il est possible de calculer sa tension de surface par :

$$\gamma_{LV} = \frac{mg\phi_{drop}}{2\pi R} \quad \text{Eq. A.2}$$

R est le rayon du tube, m est la masse de liquide, g est la gravité et ϕ_{drop} est un facteur de correction qui varie généralement entre 1 et 2 (L. F. M. Da Silva et al., 2011).

b) Pression de bulle maximale

Différemment de l'essai présenté précédemment, un tube est inséré dans un liquide à une profondeur h (Figure A.1b). En supposant que la pression de l'air ambiant est constante, une bulle est créée au bout du tube, et par conséquent une variation de pression Δp , qui peut être estimée par la pression externe et la profondeur du tube :

$$\gamma_{LV} = \frac{\Delta p R}{2} = \frac{(p_{\max} - \rho g h) R}{2} \quad \text{Eq. A.3}$$

La pression maximale peut être obtenue par la mesure de la conduite d'air avec un manomètre ρ étant la masse volumique du liquide.

c) Remontées capillaires

Cette troisième méthode de mesure a aussi comme principe l'insertion d'un tube dans le liquide, mais cette fois-ci la variable mesurée est la hauteur h du liquide résultant des efforts de capillarité (Figure A.1c).

$$\gamma_{LV} = \frac{R\rho g h}{2} \quad \text{Eq. A.4}$$

d) Plaque de Wilhelmy

Dans cette méthode, une plaque solide de longueur l est immergée perpendiculairement dans le liquide. Un ménisque se forme vers la face supérieure sous l'effet de la force F descendante résultante (Figure A.1d). Donc la tension superficielle peut être calculée en fonction de la « difficulté » de soulever la plaque.

$$\gamma_{LV} = \frac{F}{2l} \quad \text{Eq. A.5}$$

e) Anneau de Du Noüy

La dernière méthode utilise le même principe que la méthode de la plaque de Wilhelmy, mais cette fois-ci un anneau est utilisé au lieu d'une plaque (Figure A.1e). L'anneau, de rayon R et diamètre de fil d_{fil} , est placé à la surface du liquide et soulevé. La force nécessaire pour le soulever est mesurée et permet d'estimer la tension de surface.

$$\gamma_{LV} = \frac{\beta F}{4\pi R} \quad \text{Eq. A.6}$$

le β est un facteur de correction obtenu empiriquement qui prend en compte l'influence du diamètre du fil. Par exemple pour un rayon de 1 cm et un diamètre de 0,04 cm, le coefficient β vaut 0,93 ; mais pour un rayon de 1,85 cm et un diamètre 0,06 cm, le facteur β est réduit à 0,88 (L. F. M. Da Silva et al., 2011).

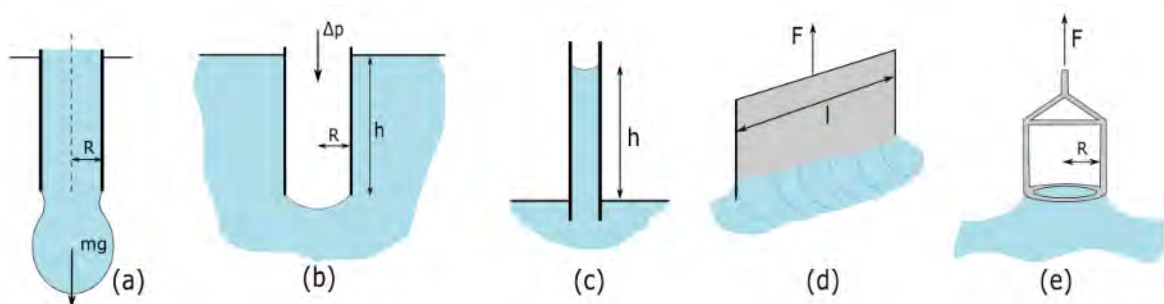


Figure A.1 – Représentations des méthodes expérimentales pour la détermination de la tension de surface : (a) Goutte drop weight ; (b) pression de bulle maximale ; (c) remontées capillaires ; (d) Plaque de Wilhelmy; (e) anneaux de Du Noüy.

ANNEXE B

Analyse de sensibilité des paramètres pour l'accostage entre deux plaques plates (Chapitre 2).

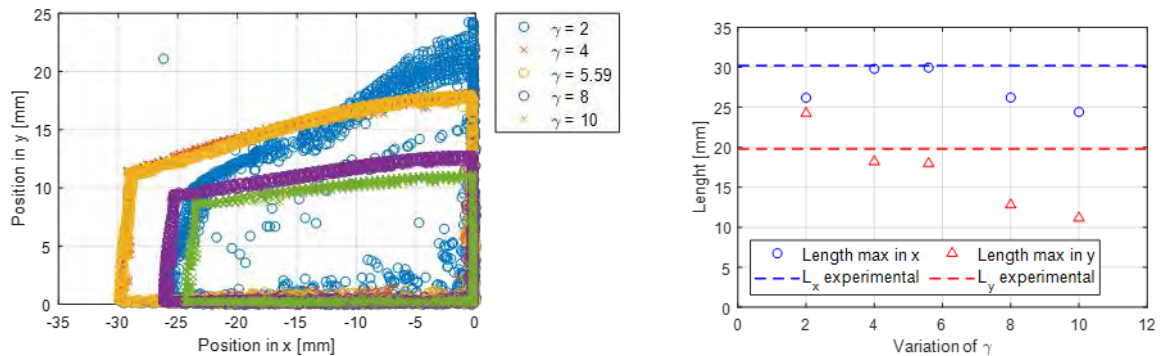


Figure B.1 – Sensibilité du paramètre γ (forme finale du contour à gauche et évolution des longueurs caractéristiques à droite) (L. A. Silva et al., 2021).

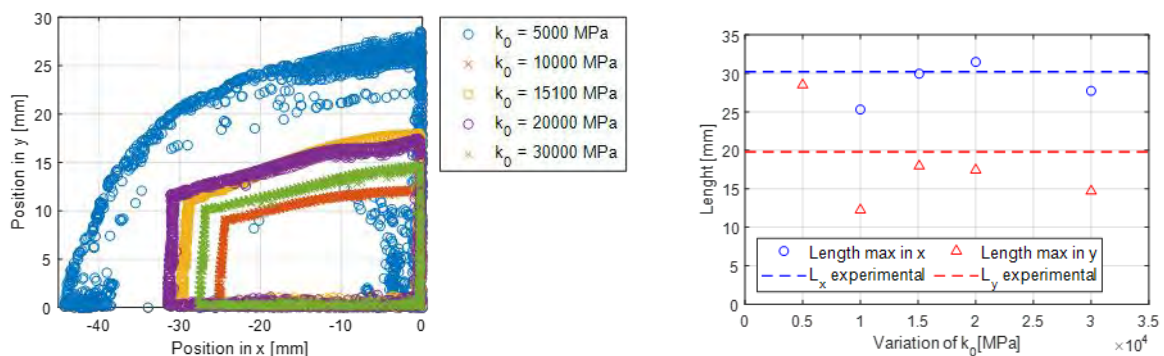


Figure B.2 – Sensibilité du paramètre k_0 (forme finale du contour à gauche et évolution des longueurs caractéristiques à droite) (L. A. Silva et al., 2019).

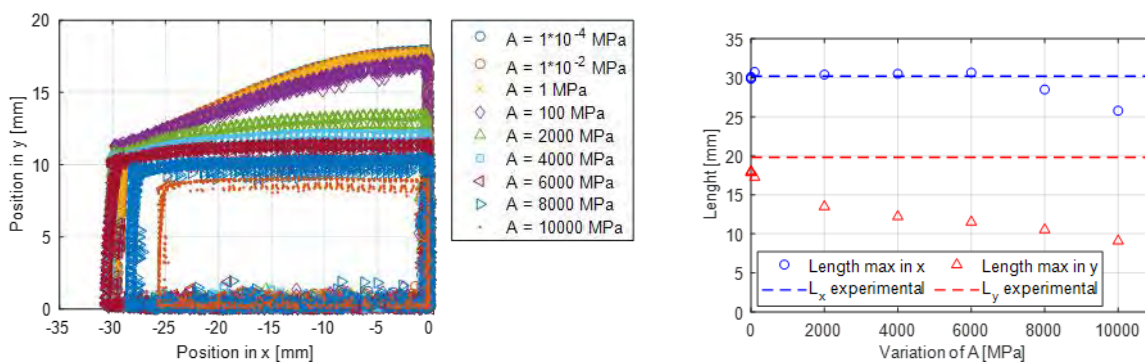


Figure B.3 – Sensibilité du paramètre A (forme finale du contour à gauche et évolution des longueurs caractéristiques à droite) (L. A. Silva et al., 2019).

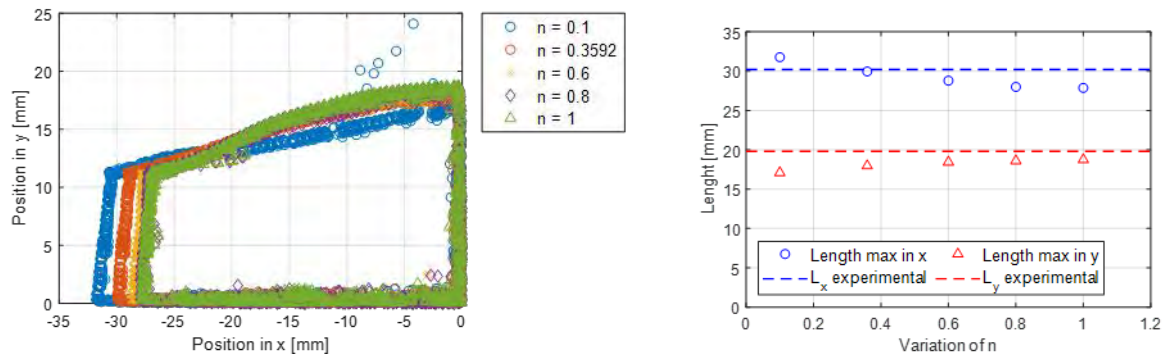


Figure B.4 – Sensibilité du paramètre n (forme finale du contour à gauche et évolution des longueurs caractéristiques à droite) (L. A. Silva et al., 2019).

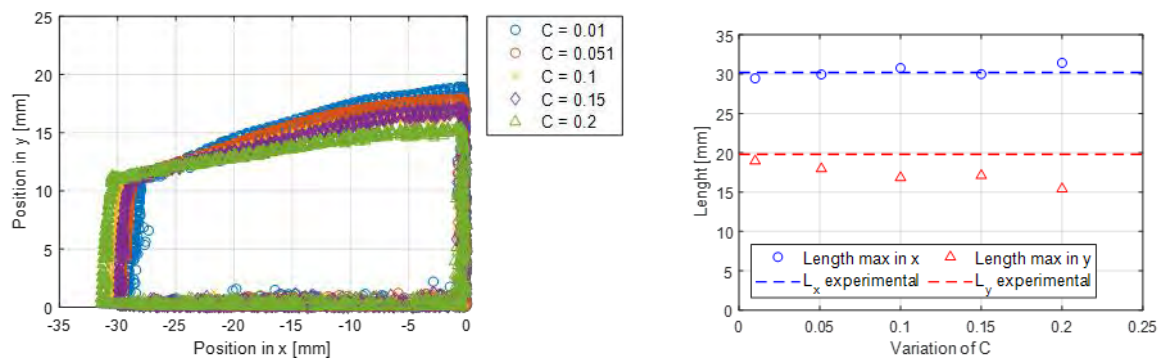


Figure B.5 – Sensibilité du paramètre c (forme finale du contour à gauche et évolution des longueurs caractéristiques à droite) (L. A. Silva et al., 2019).

ANNEXE C

Courbes des résultats de traction à la vitesse de 1 mm/min faits à l'Université de Porto.

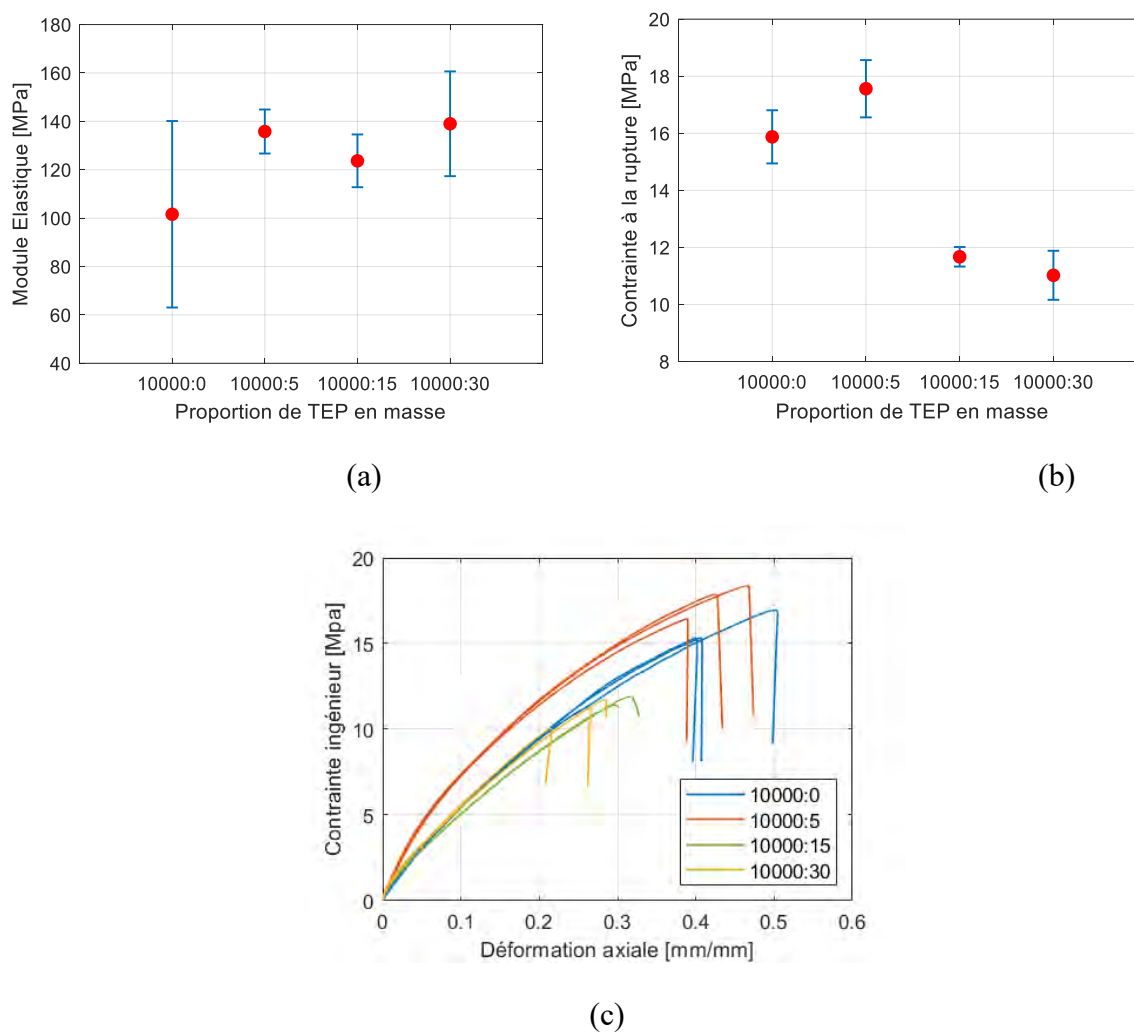


Figure C.1 – Essais de traction réalisés à l'Université de Porto à la vitesse de 1 mm/min

ANNEXE D

L'influence de charge et décharge se traduit par des mouvements entre les chaînes du matériau. Pour des matériaux avec un comportement élastoplastique, ce type de test confirme la présence de déformations plastiques irréversibles une fois le premier domaine linéaire dépassé. Les cycles de charge et décharge mettent aussi en évidence les cycles d'hystérésis, qui représentent la capacité de dissipation du matériau.

L'analyse de l'effet du cyclage a été faite en appliquant une vitesse de chargement de 50 mm/min

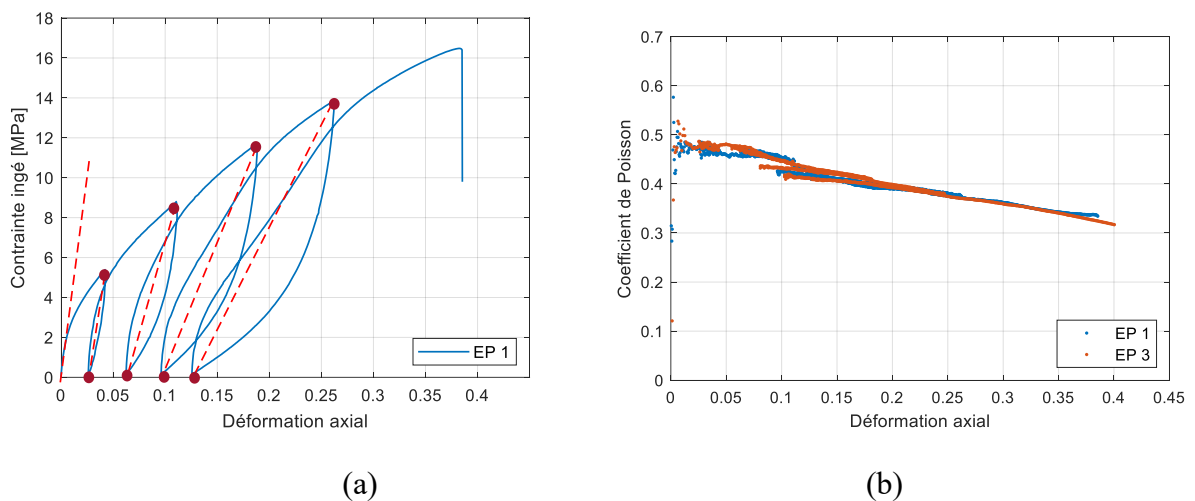
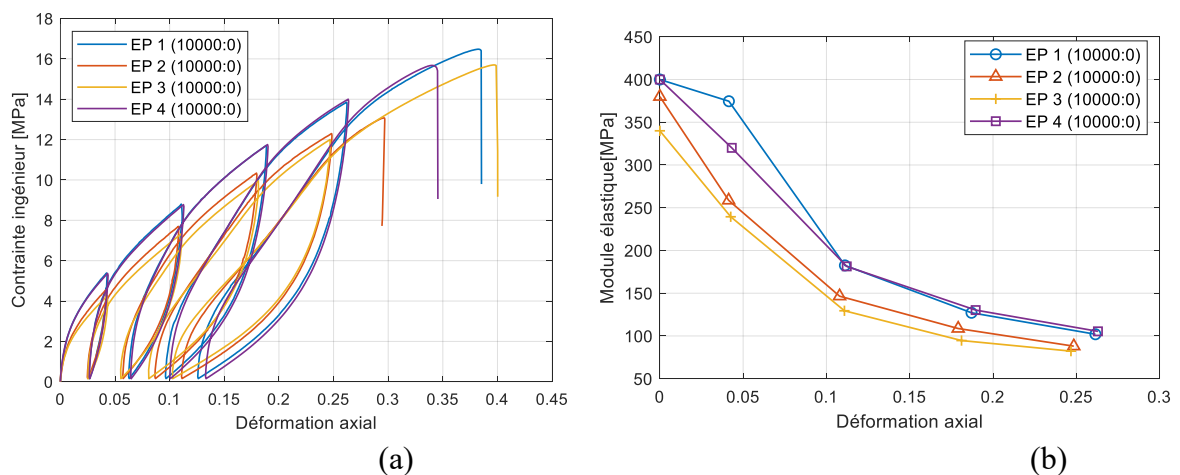
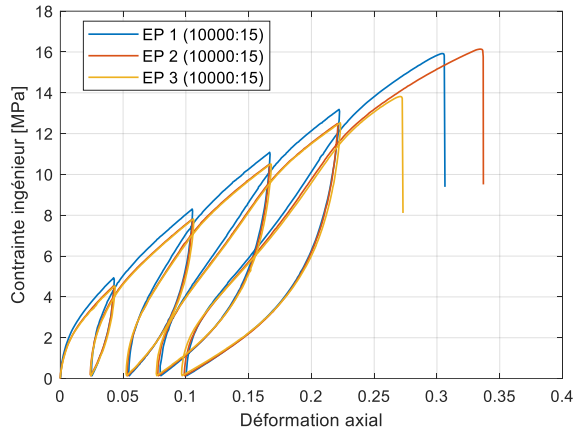
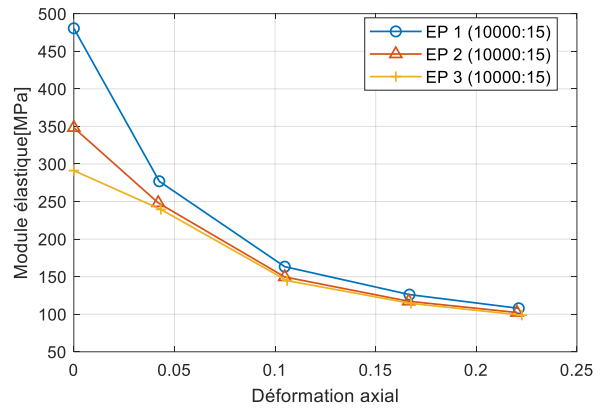


Figure D.1 – (a) Représentation de la méthode de calcul du module élastique au cours de l'essai ; (b) Evolution du coefficient de Poisson au cours de l'essai.

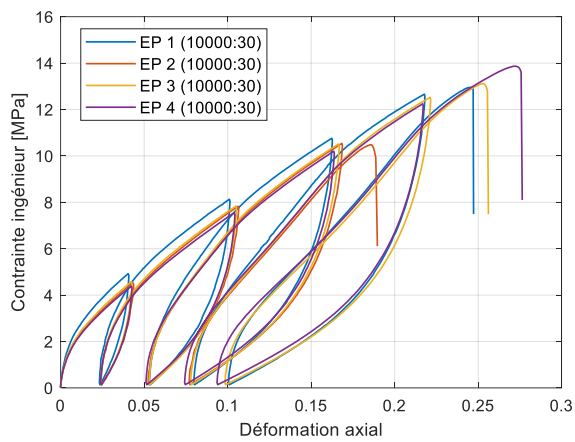




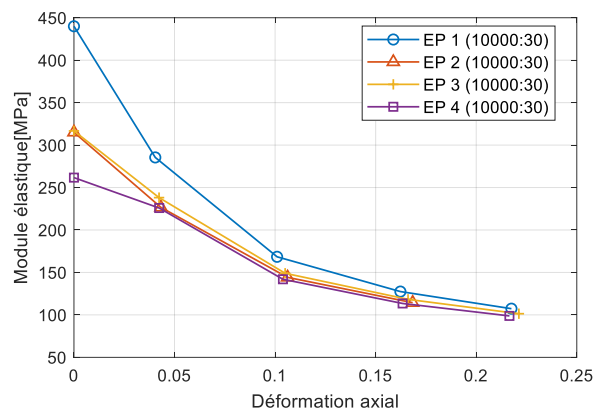
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure D.2 – Influence de l'application des cycles de charge et décharge : (a) Evolution de la contrainte pour le cas 10000 :0; (b) Evolution du module élastique pour le cas 10000 :0, (c) Evolution de la contrainte pour le cas 10000 :15; (d) Evolution du module élastique pour le cas 10000 :15, (e) Evolution de la contrainte pour le cas 10000 :30; (f) Evolution du module élastique pour le cas 10000 :30.

ANNEXE E

La méthode de l'estimation du maximum de vraisemblance, *Maximum Likelihood Estimator (MLE)* en anglais, donne un estimateur statistique utilisé pour inférer les paramètres de la loi de probabilité d'une éprouvette donnée. Elle recherche les valeurs des paramètres maximisant la fonction de vraisemblance, qui sont supposés être indépendants et identiquement distribués (Nielsen, 2011) . En considérant la fonction de densité de probabilité, comme :

$$f(x | \lambda, k) = \begin{cases} \frac{k}{\lambda} \left(\frac{x}{\lambda}\right)^{k-1} e^{-\left(\frac{x}{\lambda}\right)^k} & \text{si } x \geq 0 \\ 0 & \text{si } x < 0 \end{cases} \quad \text{Eq. E.1}$$

où k est le facteur de forme et λ est le facteur d'échelle.

La densité conjointe de la vraisemblance est le produit des densités de chaque point de données.

$$L(x | \lambda, k) = \prod_{i=1}^n f(x | \lambda, k) \quad \text{Eq. E.2}$$

$$\begin{aligned} L(x | \lambda, k) &= \prod_{i=1}^n \left[\frac{k}{\lambda} \left(\frac{x_i}{\lambda}\right)^{k-1} \exp\left\{-\left(\frac{x_i}{\lambda}\right)^k\right\} \right] \\ &= \left[\left(\frac{k}{\lambda}\right) \left(\frac{1}{\lambda^{k-1}}\right) \right]^n \prod_{i=1}^n x_i^{k-1} \exp\left\{-\left(\frac{\sum x_i}{\lambda}\right)^k\right\} \\ &= \left(\frac{k}{\lambda^k}\right)^n \prod_{i=1}^n x_i^{k-1} \times \exp\left\{-\left(\frac{\sum x_i}{\lambda}\right)^k\right\} \end{aligned} \quad \text{Eq. E.3}$$

Si on applique une transformation logarithmique :

$$\begin{aligned}
l(x | \lambda, k) &= \log \left[\prod_{i=1}^n x_i^{k-1} \times \exp \left\{ - \left(\frac{\sum x_i}{\lambda} \right)^k \right\} \right] \\
&= \log \left(\frac{k}{\lambda^k} \right)^n + \log \prod_{i=1}^n x_i^{k-1} - \left(\frac{\sum x_i}{\lambda} \right)^k \\
&= n \log \left(\frac{k}{\lambda^k} \right) + (k-1) \log \left[\prod_{i=1}^n x_i \right] - \sum_{i=1}^n \left(\frac{x_i}{\lambda} \right)^k \quad \text{Eq. E.4} \\
&= n \log k - n \log \lambda^k + (k-1) \sum_{i=1}^n \log(x_i) - \sum_{i=1}^n \left(\frac{x_i}{\lambda} \right)^k \\
&= n \log k - nk \log \lambda + (k-1) \sum_{i=1}^n \log(x_i) - \sum_{i=1}^n \left(\frac{x_i}{\lambda} \right)^k
\end{aligned}$$

L'équation obtenue est la fonction de vraisemblance et on cherche à trouver le maximum de cette vraisemblance pour que les probabilités des réalisations observées soient aussi maximales. En admettant cela en maximum global et les valeurs estimées comme $\hat{\lambda}$ et \hat{k} , deux conditions doivent être respectées : la première dérivée nulle et la deuxième dérivée négative :

$$\frac{\partial l(x_i | \lambda, k)}{\partial \lambda} = 0 \text{ et } \frac{\partial l(x_i | \lambda, k)}{\partial k} = 0 \quad \text{Eq. E.5}$$

$$\frac{\partial^2 l(x_i | \lambda, k)}{\partial \lambda^2} \leq 0 \text{ et } \frac{\partial^2 l(x_i | \lambda, k)}{\partial k^2} \leq 0 \quad \text{Eq. E.6}$$

En utilisant l'Eq. E.5, on peut retrouver l'approximation des deux paramètres :

$$\hat{\lambda} = \left[\left(\frac{1}{n} \right) \sum_{i=1}^n x_i^{\hat{k}} \right]^{\frac{1}{\hat{k}}} \quad \text{Eq. E.7}$$

$$\hat{k} = \frac{n}{\left(\frac{1}{\hat{\lambda}} \right) \sum_{i=1}^n x_i^{\hat{k}} \log x_i - \sum_{i=1}^n \log x_i} \quad \text{Eq. E.8}$$

Etant un estimateur sans biais, c'est à dire, dont l'espérance mathématique coïncide avec la valeur du paramètre souhaité, on retrouve λ et k

ANNEXE F

Le coefficient de corrélation de deux variables aléatoires est une mesure de leur dépendance linéaire. Si chaque variable a N observations scalaires, alors le coefficient de corrélation de Pearson (Helton et al., 2006) entre deux variables (x_i et z) est défini par l'Eq. F.1. Etant x_i et z les vecteurs des observations de chacune des variables, \bar{x}_i et \bar{z} sont les valeurs moyennes d'observations de chaque variable associée et x_{i_k} et z_k sont les observations. Les variables à corrélérer peuvent être de n'importe quelle nature, qualitative ou quantitative. Considère un cas que plusieurs voitures du même modèle et produits dans les mêmes années commencent à rapporter les mêmes anomalies des chambres de combustion. Il existe plusieurs facteurs qui peuvent jouer, comme le type de carburant utilisé et le milieu où la voiture est utilisée, mais aussi des paramètres quantitatifs comme combien des kilomètres la voiture a déjà faite ou la moyenne du taux des rotations laquelle la voiture normalement roule. Cette même logique peut être appliquée pour des essais de traction réalisés

$$c(x_i, z) = \frac{\sum_{k=1}^N (x_{i_k} - \bar{x}_i)(z_k - \bar{z})}{\left[\sum_{k=1}^N (x_{i_k} - \bar{x}_i)^2 \right]^{1/2} \left[\sum_{j=1}^N (z_k - \bar{z})^2 \right]^{1/2}} \quad \text{Eq. F.1}$$

Admettent des données expérimentales A, B et Z :

$$F = [A \quad B \quad Z] = \begin{bmatrix} A_1 & B_1 & Z_1 \\ A_2 & B_2 & Z_2 \end{bmatrix} \quad \text{Eq. F.2}$$

En utilisant l'approximation de Pearson pour le calcul des coefficients de corrélation des données (Eq. F.2), nous avons donc :

$$\text{coefcorr} = \begin{matrix} & \begin{matrix} A & B & Z \end{matrix} \\ \begin{bmatrix} c_{A,A} & c_{B,A} & c_{Z,A} \\ c_{A,B} & c_{B,B} & c_{Z,B} \\ c_{A,Z} & c_{B,Z} & c_{Z,Z} \end{bmatrix} & \begin{matrix} A \\ B \\ Z \end{matrix} \end{matrix} \quad \text{Eq. F.3}$$

La matrice des coefficients de corrélation est une matrice symétrique et avec une diagonale unitaire, car $c_{A,A} = c_{B,B} = c_{Z,Z} = 1$, et symétrique, car $c_{A,B} = c_{B,A}$ (cette condition est valable pour toutes les variables).

$$invcorr = coefcorr^{(-1)} = \begin{matrix} & \begin{matrix} A & B & Z \end{matrix} \\ \begin{matrix} A \\ B \\ Z \end{matrix} & \begin{bmatrix} c_{A,A}^{(-1)} & c_{B,A}^{(-1)} & c_{Z,A}^{(-1)} \\ c_{A,B}^{(-1)} & c_{B,B}^{(-1)} & c_{Z,B}^{(-1)} \\ c_{A,Z}^{(-1)} & c_{B,Z}^{(-1)} & c_{Z,Z}^{(-1)} \end{bmatrix} \end{matrix} \quad \text{Eq. F.4}$$

La matrice de corrélation partielle est :

$$corrpartial = \begin{matrix} & \begin{matrix} A & B & Z \end{matrix} \\ \begin{matrix} A \\ B \\ Z \end{matrix} & \begin{bmatrix} \frac{-c_{A,A}^{(-1)}}{\sqrt{c_{A,A}^{(-1)}c_{A,A}^{(-1)}}} & \frac{-c_{B,A}^{(-1)}}{\sqrt{c_{B,B}^{(-1)}c_{A,A}^{(-1)}}} & \frac{-c_{Z,A}^{(-1)}}{\sqrt{c_{Z,Z}^{(-1)}c_{A,A}^{(-1)}}} \\ \frac{-c_{A,B}^{(-1)}}{\sqrt{c_{A,A}^{(-1)}c_{B,B}^{(-1)}}} & \frac{-c_{B,B}^{(-1)}}{\sqrt{c_{B,B}^{(-1)}c_{B,B}^{(-1)}}} & \frac{-c_{Z,B}^{(-1)}}{\sqrt{c_{Z,Z}^{(-1)}c_{B,B}^{(-1)}}} \\ \frac{-c_{A,Z}^{(-1)}}{\sqrt{c_{A,A}^{(-1)}c_{Z,Z}^{(-1)}}} & \frac{-c_{B,Z}^{(-1)}}{\sqrt{c_{B,B}^{(-1)}c_{Z,Z}^{(-1)}}} & \frac{-c_{Z,Z}^{(-1)}}{\sqrt{c_{Z,Z}^{(-1)}c_{Z,Z}^{(-1)}}} \end{bmatrix} \end{matrix} \quad \text{Eq. F.5}$$

Si on considère Z comme la variable de contrôle, la corrélation de A et B avec Z est donnée par les équations suivantes (3^{ème} colonne de la matrice calculée par l'Eq. F.5) :

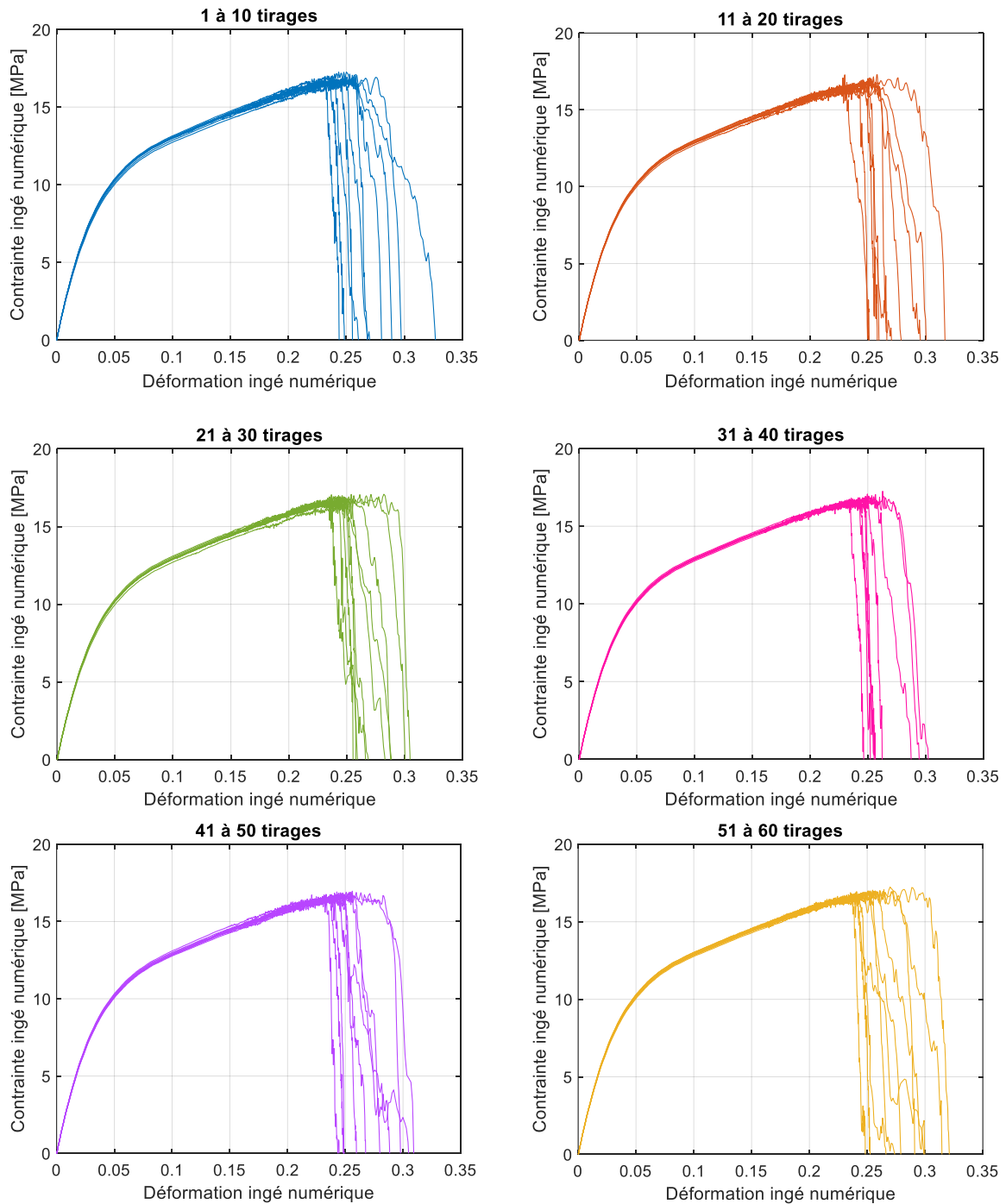
$$\begin{aligned} corr(A|Z) &= \frac{-c_{Z,A}^{(-1)}}{\sqrt{c_{Z,Z}^{(-1)}c_{A,A}^{(-1)}}} \\ corr(B|Z) &= \frac{-c_{Z,B}^{(-1)}}{\sqrt{c_{Z,Z}^{(-1)}c_{B,B}^{(-1)}}} \end{aligned} \quad \text{Eq. F.6}$$

Code en MATLAB[®] pour la corrélation partielle des données :

```
data = importdata('teste_correlation.txt');
[m,n] = size(data)
correl = corrcoef(data);
inverse = inv(correl);
for ii = 1:n
    for jj = 1:n
        pcorr(ii,jj)=-inverse(ii,jj)/sqrt(inverse(ii,ii)*inverse(jj,jj));
    end
end
figure
c = categorical({'S_b_u_1_1_e/S_0','S_a_m_a/S_0','d_e/e_0','d_L/L_0'});
b = bar(c, pcorr(1:end-1,end),0.4)
b.FaceColor = 'flat';
b.CData(1,:) = [0.82,0.95,1.00];
b.CData(2,:) = [0.30,0.75,0.93];
b.CData(4,:) = [0.09,0.37,0.48];
```

ANNEXE G

Courbes des essais numériques de traction avec matériau homogène dans la zone utile de l'évolution de la déformation axiale avec la contrainte ingénieur pour 100 tirages, avec la taille de maillage 0,5 mm dans la zone utile. Le code couleur est celui de la Figure 3.55.



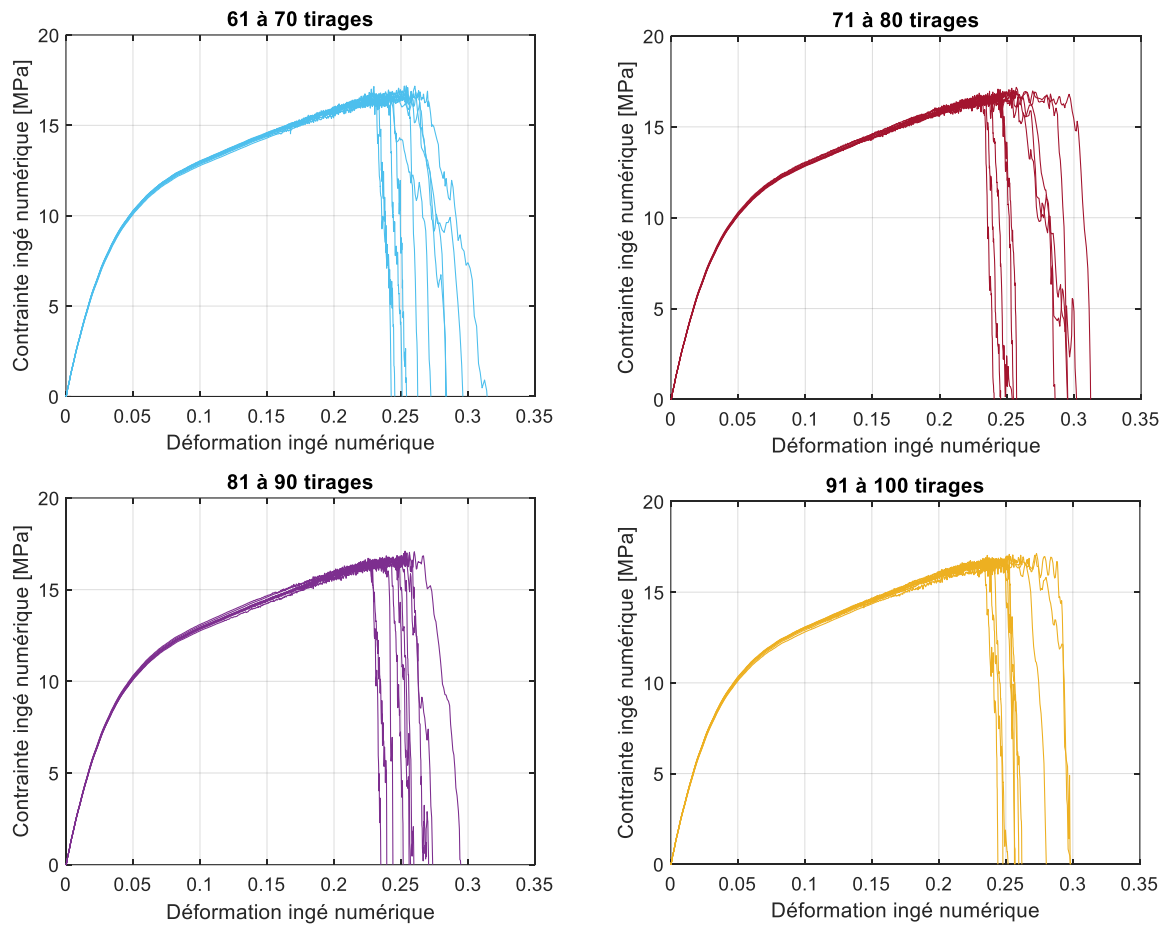


Figure G.1 – Courbes contrainte – déformation des essais numériques.

ANNEXE H

Exemples des faciès de rupture des essais de traction à $\dot{\epsilon} = 1,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ sans et avec particules.



Figure H.1 - Exemples de faciès de rupture en volume pour l'adhésif EC2216 seul (10000 : 0)



Figure H.2 - Exemples de faciès de rupture en volume pour l'adhésif EC2216 seul (10000 : 5)

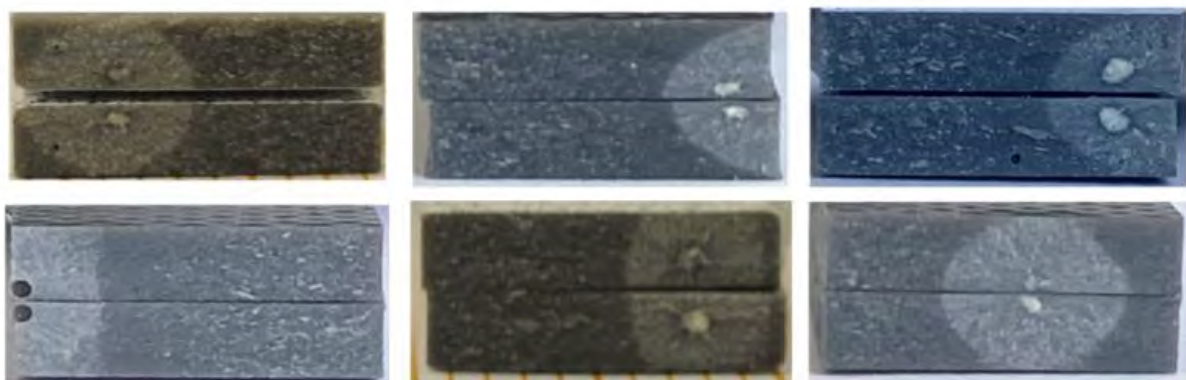


Figure H.3 - Exemples de faciès de rupture en volume pour l'adhésif EC2216 seul (10000 : 15)

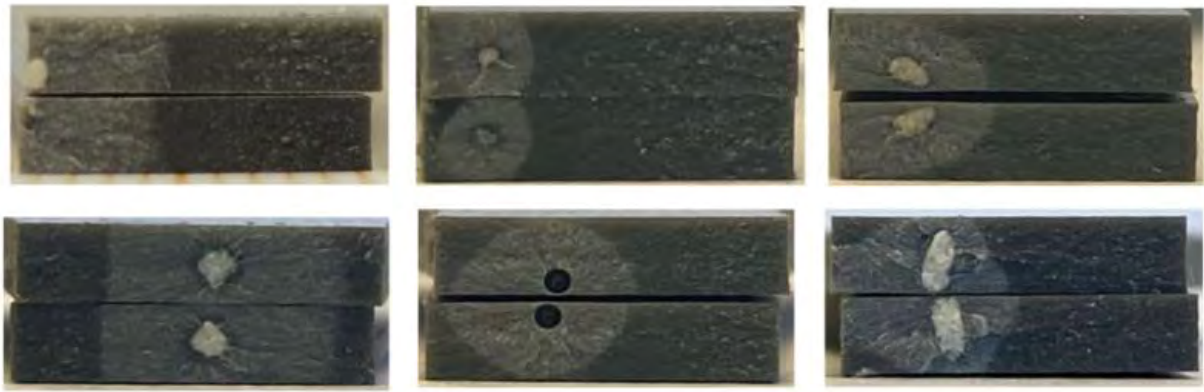


Figure H.4 - Exemples de faciès de rupture en volume pour l'adhésif EC2216 seul (10000 : 30)

ANNEXE I

Courbes force-ouverture pour les essais DCB à la vitesse d'ouverture de 1 mm/min pour les cas avec particules et toile métallique.

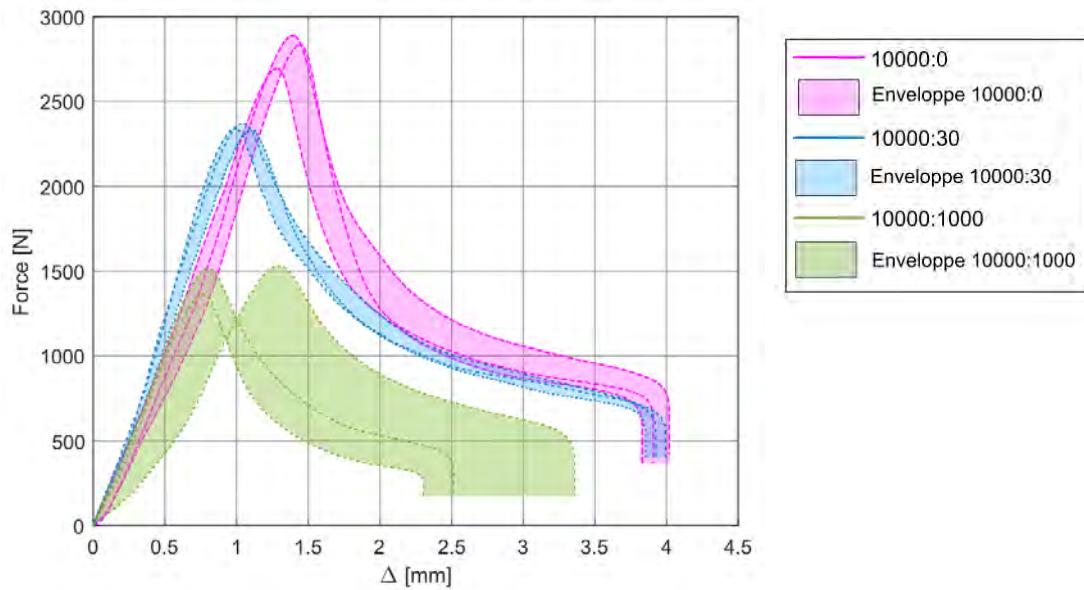


Figure I.1 – Courbes d'évolution de l'ouverture par l'effort de réaction de l'influence de l'ajout des particules

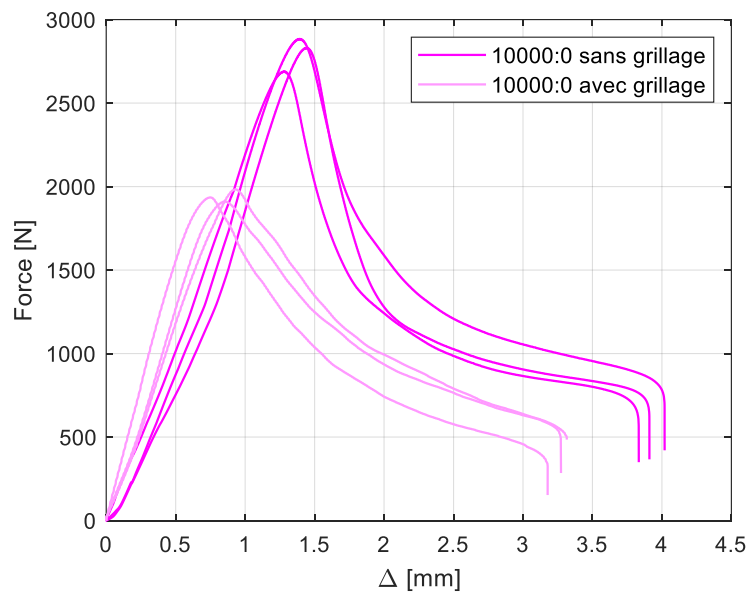


Figure I.2 – Courbes d'évolution de l'ouverture par l'effort de réaction de l'influence du toile métallique.

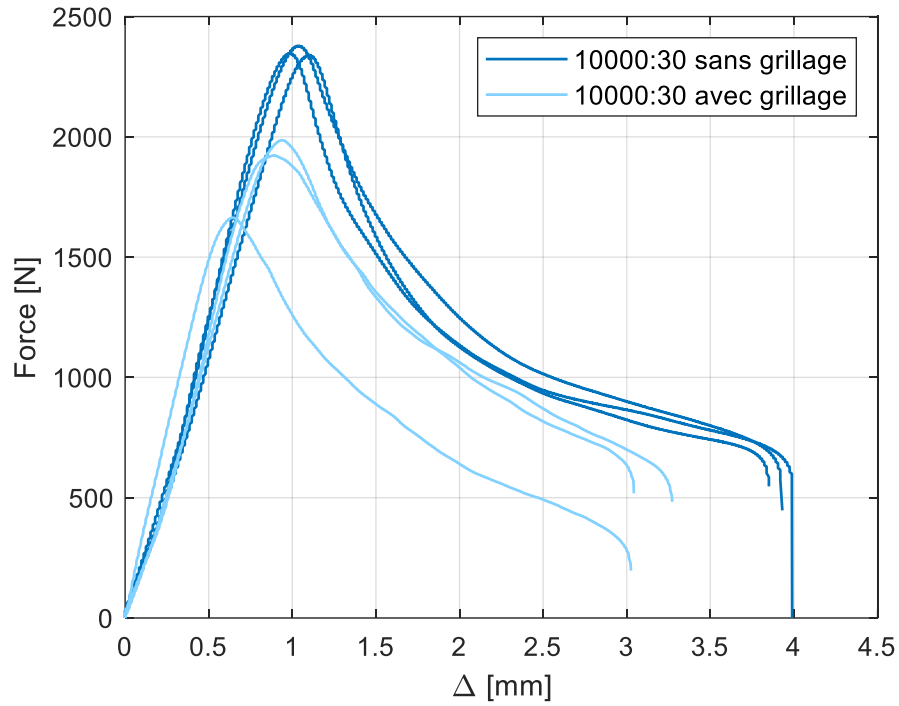


Figure I.3 – Courbes d'évolution de l'ouverture par l'effort de réaction de l'influence du toile métallique et TEP (10000 :30)

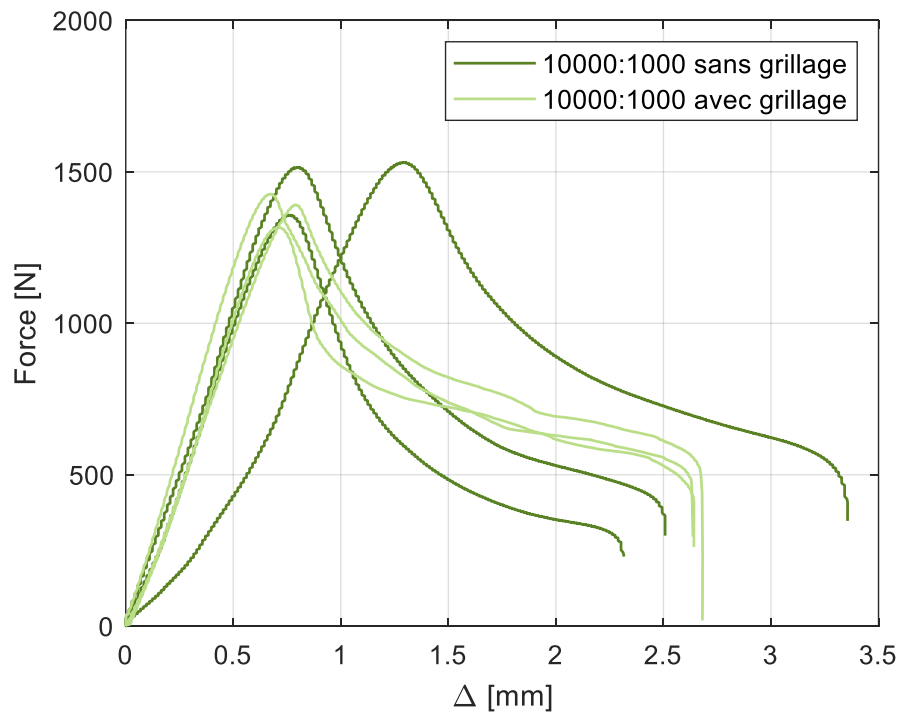


Figure I.4 – Courbes d'évolution de l'ouverture par l'effort de réaction de l'influence du toile métallique et TEP (10000 :1000)

Résumé Court Vulgarisé

Afin de s'adapter aux nouvelles exigences du développement durable, la réutilisation et de recyclage s'imposent dans le secteur industriel aérospatial. Les recherches de nouveaux concepts structurels, fondés sur le principe *Debonding On Demand* (DoD), sont des stratégies prometteuses pour fiabiliser la réutilisation responsable des ressources originelles ou les retraits de service. Il reste primordial d'assurer la résistance des structures pour la sécurité des biens et des personnes. Le collage est une technologie d'assemblage déjà utilisée dans le secteur aérospatial. L'enjeu de cette thèse est d'étudier la **fonctionnalisation du joint collé multimatériaux** afin d'assurer cette **double fonction d'intégrité et de tenue en service**, et de **démantèlement contrôlé en fin de service**. Le verrou scientifique consiste en la **prescription, dès la phase de conception, des propriétés géométriques et matérielles** nécessaires de ces joints **depuis leur fabrication**. Notre choix s'est porté sur l'utilisation de particules thermiquement expansibles (TEP) stables, activables via un contrôle de la température dès que le démantèlement est désiré. Ce travail a trois objectifs principaux d'étude : l'influence du taux de TEPs sur le comportement de l'adhésif cru (viscosité, étalement) et sur la tenue mécanique du joint polymérisé, et les moyens de contrôler sa tenue et son démantèlement.

Short abstract

In order to adapt to the new requirements of sustainable development, reuse and recycling are becoming crucial in the aerospace industry. Research into new structural concepts, based on the *Debonding On Demand* (DoD) principle, are promising strategies to ensure the responsible reuse of original resources or service withdrawals. Ensuring the strength of structures remains paramount for the safety and security of goods and people. Bonding is a joining technology already used in the aerospace sector. The challenge of this thesis is to study the functionalization of the multi-material bonded joint in order to ensure this double function of integrity and resistance in service, and controlled dismantling at the end of service. The scientific challenge consists in prescribing, from the design phase, the necessary geometric and material properties of these joints since their manufacture. We have chosen to use thermally expandable particles (TEPs), which can be activated by temperature control as soon as dismantling is desired. This work has three main study objectives: the influence of the TEP content on the behaviour of the raw adhesive (viscosity, spread) and on the mechanical strength of the cured joint, and the means of controlling its strength and dismantling.