



HAL
open science

Evaluation ultrasonore du vieillissement climatique de collages structuraux composite-composite

Touria Agra

► **To cite this version:**

Touria Agra. Evaluation ultrasonore du vieillissement climatique de collages structuraux composite-composite. Mécanique des fluides [physics.class-ph]. Normandie Université, 2022. Français. NNT : 2022NORMLH11 . tel-04201126

HAL Id: tel-04201126

<https://theses.hal.science/tel-04201126>

Submitted on 9 Sep 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.



Normandie Université

THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité **MECANIQUE DES FLUIDES, ENERGETIQUE, THERMIQUE, COMBUSTION,
ACOUSTIQUE**

Préparée au sein de l'Université Le Havre Normandie

**Evaluation ultrasonore du vieillissement climatique de collages
structuraux composite-composite**

Présentée et soutenue par
TOURIA AGRA

**Thèse soutenue le 08/09/2022
devant le jury composé de**

M. LIONEL HAUMESSER	MAÎTRE DE CONFERENCES (HDR), UNIVERSITE TOURS	Rapporteur du jury
M. EMMANUEL MOULIN	PROFESSEUR DES UNIVERSITES, UNIVERSITE POLYTECHNIQUE HAUTS DE FRANCE	Rapporteur du jury
M. DAMIEN LEDUC	MAÎTRE DE CONFERENCES, Université Le Havre Normandie	Membre du jury Co-encadrant
M. LOIC MARTINEZ	MAÎTRE DE CONFERENCES, CERGY PARIS UNIVERSITE	Membre du jury
M. MICHEL AILLERIE	PROFESSEUR DES UNIVERSITES, CENTRALESUPELEC GIF SUR YVETTE	Président du jury
M. MOUNSIF ECH-CHERIF EL KETTANI	PROFESSEUR DES UNIVERSITES, Université Le Havre Normandie	Directeur de thèse

Thèse dirigée par MOUNSIF ECH-CHERIF EL KETTANI (Laboratoire Ondes et Milieux Complexes) et PASCAL PAREIGE (Laboratoire Ondes et Milieux Complexes)



LABORATOIRE ONDES
et MILIEUX COMPLEXES

Table des matières

Introduction Générale.....	8
CHAPITRE 1 : Etat de l'art	12
1. Introduction	13
2. Intérêt du collage	13
2.1. Assemblages mécaniques	13
2.2. Collage.....	14
3. Adhésion et cohésion.....	16
4. Les méthodes de contrôle et d'évaluation non destructives du collage.....	18
4.1. Les méthodes de surface.....	19
4.2. Les méthodes de volume	22
5. Matériaux composites.....	25
5.1. Définition.....	25
5.2. Comportement élastique des matériaux orthotropes	26
6. Vieillissement des matériaux composites et les assemblages de composites	27
7. Conclusion.....	28
CHAPITRE 2 : Caractérisation des échantillons de référence	30
1. Introduction	31
2. Modèle numérique aux interphases	31
2.1. Etude de sensibilité aux coefficients α et β	34
2.2. Etude de sensibilité aux constantes élastiques du composite	38
3. Présentation des échantillons étudiés	41
3.1. Préparation des surfaces des substrats à encoller	41
3.2. Préparation de l'adhésif.....	41
3.3. Réalisation des assemblages.....	42
3.3.1. Réalisation des échantillons tricouches	42
3.3.2. Réalisation des échantillons bicouches.....	43
3.4. Echantillons de l'étude	44
4. Caractérisation expérimentale de la qualité d'adhésion par ultrasons.....	45
4.1. Étude par ondes de Lamb de la monocouche de composite de référence (non vieillie)....	46

4.1.1.	Dispositifs expérimentaux	46
4.1.2.	Résultats expérimentaux.....	48
4.1.2.1.	Banc transducteur de contact-laser	48
4.1.2.2.	Banc à transducteurs Air-Coupling	50
4.2.	Évaluation de la qualité d'adhésion dans la bicouche Composite/Epoxy de référence (non vieillie) S100 par ondes de Lamb	52
4.3.	Evaluation de la qualité d'adhésion dans la tricouche Composite/Epoxy/Composite de référence non vieillie	53
4.3.1.	Résultats expérimentaux avec dispositif à transducteur de contact-interféromètre laser	53
4.3.2.	Résultats expérimentaux avec transducteurs Air-Coupling.....	61
4.3.2.1.	Caractérisation par ondes guidées de Lamb	61
4.3.2.2.	Caractérisation Cscan par Air-Coupling.....	63
4.3.2.2.1.	Analyse par maximas des FFT.....	64
4.3.2.2.2.	Analyse par fréquences de coupure et mapping par niveau d'adhésion.	64
4.3.2.	Résultats expérimentaux par microscope acoustique.	66
4.3.3.	Résultats expérimentaux.....	67
5.	Conclusion.....	68
CHAPITRE 3 : Evaluation du vieillissement climatique d'assemblages structuraux de composite par ondes de volume et guidées : première campagne de vieillissement.....		
		70
1.	Introduction	71
2.	Vieillissement climatique des échantillons.....	71
3.	Evaluation du vieillissement des échantillons	73
3.1.	Résultats expérimentaux pour les échantillons monocouches vieillis	73
3.2.	Résultats expérimentaux pour la monocouche d'adhésif vieilli	76
3.3.	Résultats expérimentaux pour les échantillons bicouches vieillis.....	77
3.4.	Résultats expérimentaux pour les échantillons tricouches vieillis	78
3.4.1.	Résultats expérimentaux pour les échantillons S100S vieillis	78
3.4.2.	Evaluation du vieillissement des assemblages composite/adhésif/composite avec faible niveau d'adhésion (3 cycles de vieillissement)	85
4.	Conclusion.....	88
CHAPITRE 4 : Evaluation du vieillissement climatique d'assemblages structuraux de composite par ondes de volume et guidées : deuxième campagne de vieillissement.....		
		89
1.	Introduction	90

2. Vieillesse climatique des échantillons.....	90
2.1. Evaluation du vieillissement des échantillons monocouches, bicouches S100 et tricouches S100S	91
2.1.1. Résultats expérimentaux pour les échantillons monocouches vieillis à 4, 5 et 6 cycles	91
2.1.2. Résultats expérimentaux pour les échantillons bicouches	94
2.1.2.1. Bicouche S100-V4.....	94
2.1.2.2. Bicouche S100-V5.....	95
2.1.2.3. Bicouche S100-V6.....	96
2.1.3. Résultats expérimentaux pour les échantillons tricouches	97
3. Conclusion.....	100
Conclusion générale et perspectives.....	101

Table des figures

Figure 1 : Phénomène d'adhésion et de cohésion [10]	16
Figure 2 : Mouillage des substrats à encoller [7] : (a) mouillage optimal ; (b) et (c) : mouillage insuffisant.	17
Figure 3 : Diagramme des paramètres environnementaux qui influencent la durabilité des collages... ..	19
Figure 4 : Principe du contrôle par courants de Foucault [10]	21
Figure 5 : Principe du contrôle par ultrasons [11]	22
Figure 6 : Principe de la méthode par thermographie [11]	24
Figure 7 : Exemples de structures composites [13]	26
Figure 8 : Représentation du modèle aux interphases	31
Figure 9 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas $\alpha=\beta=10^{-1}$ (...)	34
Figure 10 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-2}$ (...)	35
Figure 11 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-3}$ (...)	35
Figure 12 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-3}$ (...), pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche d'adhésif (...)	36
Figure 13 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-4}$ (...)	36
Figure 14 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-4}$ (...), pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche d'adhésif (...)	37
Figure 15 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-5}$ (...)	37
Figure 16 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-5}$ (...), pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche d'adhésif (...)	38
Figure 17: Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche de composite avec C_{11} inférieur de 30% (...)	39
Figure 18 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche de composite avec C_{12} inférieur de 30% (...)	39
Figure 19 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche de composite avec C_{22} inférieur de 30% (...)	40
Figure 20: Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche de composite avec C_{66} inférieur de 30% (...)	40
Figure 21 : Préparation des substrats de composite à encoller	42
Figure 22 : Injection de la colle dans les assemblages	43
Figure 23 : Barcoater et réalisation d'un bicouche	43
Figure 24 : Echantillons bicouches	44
Figure 25 Dispositif expérimental à transducteur de contact	46
Figure 26 : Dispositif expérimental à transducteurs air-coupling	47

Figure 27: Image du dispositif expérimental à transducteurs air-coupling inclinés	47
Figure 28 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position $x=1$ mm (b) pour l'échantillon monocouche de composite.	49
Figure 29 : Courbes de dispersion expérimentales des ondes de Lamb pour l'échantillon monocouche de composite d'épaisseur 2,35 mm superposées aux courbes de dispersion numériques (...).....	50
Figure 30 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position $x=1$ mm (b) pour l'échantillon monocouche de composite.	51
Figure 31 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux courbes de dispersion numériques (...) pour l'échantillon monocouche de composite d'épaisseur 2,35 mm	52
Figure 32 : Courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100 superposées aux courbes de dispersion numériques des ondes de Lamb pour une structure bicouche avec $\alpha=1$ (...).....	53
Figure 33 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une tricouche avec $\alpha=\beta=1$ (...) pour l'échantillon S100S.....	54
Figure 34 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une tricouche avec $\alpha=\beta=10^{-5}$ (...) pour l'échantillon W80W.....	55
Figure 35 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une monocouche (...) pour l'échantillon W80W	56
Figure 36 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une tricouche avec $\alpha=10^{-5}$ et $\beta=1$ (...) pour l'échantillon W80S	57
Figure 37 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une monocouche (...) pour l'échantillon W80S.....	58
Figure 38 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une tricouche avec $\alpha=1$ et $\beta=10^{-5}$ (...) pour l'échantillon S80W	59
Figure 39 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une bicouche avec $\alpha=1$ (...) pour l'échantillon S80W.....	60
Figure 40 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position $x=0,5$ mm (b) pour l'échantillon S100S.	61
Figure 41 : Courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S superposées aux numériques (...) pour $\alpha=\beta=1$	62
Figure 42 : Image du dispositif expérimental à transducteurs air-coupling en incidence normale	63
Figure 43 : Signal temporel à la position $x=1$ mm et $y=1$ mm (a) pour l'échantillon S100S, et le spectre (Amplitude en fonction de la fréquence) de ce signal (b).	64
Figure 44 : Représentations Cscans de l'amplitude de la FFT (a), des fréquences de coupure (b) et des α et β (c) correspondant à chaque position de la structure S100S.	65
Figure 45 : Dispositif expérimental à microscope acoustique.....	66
Figure 46 : Image du dispositif expérimental à microscopie acoustique.....	67
Figure 47 : Fenêtre G2 représentant les échos réfléchis de la première interface (a), et de la deuxième interface (b) pour l'échantillon S100S	68
Figure 48 : Disposition des échantillons dans l'enceinte	72
Figure 49 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour les échantillons monocouches de composite d'épaisseur 2,35 mm vieilli : Comp-V1 (a), Comp-V2 (b) et Comp-V3 (c).....	74

Figure 50 : Signal temporel obtenu par le transducteur à onde longitudinale (a) et sa transformée de Fourier (b)	76
Figure 51 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour les échantillons S100-V1 (a), S100-V2 (b) et S100-V3 (c)	77
Figure 52 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour les échantillons S100S-V1 (a), S100S-V2 (b) et S100S-V3 (c)	79
Figure 53 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position x=10 mm (b) pour l'échantillon S100S-V3.	81
Figure 54 : Courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S-V3 superposées aux numériques (...) pour les Cij de l'échantillon Comp-V3 et $\alpha=\beta=10^{-2}$	82
Figure 55 : Représentations Cscans des maxima des FFT (a), des fréquences de coupure (b) et des paramètres adhésifs α et β - structure tricouche S100S-V3.....	83
Figure 56 : Fenêtre G2 représentant les échos réfléchis de la première interface (a) et de la deuxième interface (b) pour l'échantillon S100S-V3.	84
Figure 57 : Image de l'échantillon tricouche W80S avant vieillissement (a), après 1 cycle de vieillissement (b), après 2 cycles de vieillissement (c) et après 3 cycles de vieillissement (d).....	86
Figure 58 : Image de l'échantillon tricouche W80W avant vieillissement (a), après 1 cycle de vieillissement (b), après 2 cycles de vieillissement (c) et après 3 cycles de vieillissement (d).....	87
Figure 59 : Courbes de dispersion expérimentales des ondes de Lamb pour l'échantillon monocouche de composite de référence d'épaisseur 2,35 mm superposées aux courbes de dispersion numériques (...)	91
Figure 60 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position x=1 mm (b) pour l'échantillon Comp-V4.	92
Figure 61 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon Comp-V6.....	93
Figure 62 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon S100-V4.	94
Figure 63 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon S100-V5.	95
Figure 64 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon S100-V6.	96
Figure 65 : Courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S superposées aux courbes numériques (...) pour $\alpha=\beta=1$	98
Figure 66 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon S100S-V4.	98

Liste des tableaux

Tableau 1: Caractéristiques du composite et de l'adhésif constituant l'assemblage	32
Tableau 2: Caractéristiques des interphases	33
Tableau 3 : Nomenclatures des échantillons de l'étude	45
Tableau 4 : Tableau récapitulatif des valeurs de α et β correspondantes à chaque échantillon.....	60
Tableau 5 : Nomenclature des échantillons vieillis	72
Tableau 6 : Valeurs des C_{ij} des échantillons de composite vieilli et leur variation par rapport à celles du composite non vieilli	75
Tableau 7 : Nomenclature des échantillons vieillis	90
Tableau 8 : Tableau récapitulatif des valeurs des C_{ij} des échantillons de composite vieillis et leur variation par rapport à celles du composite non vieilli.....	93
Tableau 9 : Tableau récapitulatif des valeurs des C_{ij} et des niveaux d'adhésion α des échantillons bicouches vieillis et leur variation par rapport à celles du bicouche de référence	97
Tableau 10 : Tableau récapitulatif des valeurs des C_{ij} , α et β des échantillons tricouches vieillis et leur variation par rapport à celles du S100S	99

Introduction Générale

Les collages structuraux sont de plus en plus présents dans l'industrie en particulier dans les secteurs automobile et aéronautique. Le collage est un mode d'assemblage qui offre beaucoup d'avantage par rapport à d'autres techniques d'assemblage tels que le soudage, le rivetage et le boulonnage, puisqu'il permet d'assembler des matériaux de natures différentes et une meilleure répartition des contraintes sur les surfaces collées [1] [2]. Ceci fait l'objet de cette thèse qui s'intéresse à la caractérisation de la qualité d'adhésion de collages de matériaux composites et aux effets de vieillissement sur les propriétés mécaniques de ces derniers.

Les matériaux composites sont présents dans de larges applications industrielles, vu les nombreux avantages que représente ce type de matériau par rapport à d'autres, notamment sa légèreté, sa résistance à la fatigue et à la corrosion. Ils sont alors très utilisés en aéronautique, maritime, énergies renouvelables et d'autres domaines.

L'utilisation des composites et du collage pour les assembler dans l'industrie a un énorme intérêt économique et environnemental, mais nécessite des méthodes de contrôle spécifiques afin de caractériser leur qualité mécanique et leur qualité d'adhésion, ainsi que leur durabilité et leur fiabilité durant leur conception et leur utilisation. Pour ce faire, deux aspects sont à tenir en compte : l'aspect cohésif (la nature des substrats composites et celle de l'adhésif) et l'aspect adhésif (la qualité de l'adhésion à l'interface substrat/adhésif).

Afin de contrôler et d'évaluer les assemblages, plusieurs techniques sont mises en jeu. Les méthodes d'évaluation et contrôle non destructifs (END/CND) sont les plus utilisées, vu leur efficacité. Dans cette thèse, l'évaluation des collages structuraux est assurée par des méthodes ultrasonores utilisant notamment des ondes guidées de Lamb.

Des travaux ont été menés au LOMC sur la discrimination des niveaux d'adhésion dans des collages structuraux aluminium/aluminium dans la thèse de Camille Gauthier [3] dans le cadre de l'ANR ISABEAU. D'autres ont été menés sur les collages structuraux Aluminium/Composite dans la thèse de Latifa Attar [4] mettant en avant la détection de niveaux d'adhésion pour chaque interface et une première approche de caractérisation de défauts de type kissing bond.

L'objet de cette thèse est à la fois de caractériser la qualité d'adhésion d'assemblages structuraux composite/composite, et de caractériser l'effet du vieillissement sur ces assemblages. Le vieillissement considéré ici est de type vieillissement climatique par corrosion au brouillard salin neutre associé à des cycles de vieillissement thermique. Le vieillissement affectant aussi bien les aspects cohésifs (le matériau composite et l'adhésif), que adhésifs (la qualité de l'adhésion aux interfaces), il était nécessaire d'étudier des échantillons de différents types, commençant par des monocouches de composite afin de définir ses caractéristiques élastiques et de définir l'effet du vieillissement sur le composite. Le deuxième type d'échantillon est de type bicouche composite/adhésif, dans l'objectif de caractériser l'adhésion au niveau d'une interface et de caractériser le vieillissement pour ce

type d'échantillon. Le troisième type d'échantillon est de type tricouche composite/adhésif/composite dont le but est de caractériser la qualité d'adhésion dans des échantillons ayant subi différents traitements de surface pour différencier les niveaux d'adhésion, et de caractériser le vieillissement sur ces échantillons. La caractérisation de ces échantillons fait appel à l'utilisation du banc expérimental à transducteur de contact en émission et vibromètre laser en réception afin de propager des ondes de Lamb et au banc expérimental à transducteurs air-coupling en transmission à la fois pour générer des ondes de Lamb et en mode pulse-echo. Numériquement, nous faisons appel à un modèle rhéologique prédictif, dit modèle aux interphases, qui est résolu par la méthode des éléments finis sous Comsol Multiphysics. Les résultats numériques issus du modèle, en comparaison avec les résultats expérimentaux, nous permettent de quantifier les propriétés caractérisant les substrats, l'adhésif ainsi que l'adhésion au niveau de l'interface.

Ce manuscrit est structuré en quatre chapitres. Le premier chapitre est consacré à l'état de l'art. Dans ce chapitre, nous allons définir le composite et ses propriétés ainsi que sa particularité et ses avantages par rapport à d'autres matériaux, avec un éclairage particulier sur le composite orthotrope qui fait l'objet de notre étude, et définir son comportement élastique. Nous allons par la suite, définir les techniques d'assemblage existantes, particulièrement le collage en définissant ses avantages par rapport aux autres techniques d'assemblage et les étapes nécessaires à sa réalisation. Ainsi, nous allons définir les aspects caractérisant les collages structuraux, notamment l'aspect adhésif et cohésif. Afin de caractériser les assemblages, plusieurs méthodes de contrôle et d'évaluation non destructives seront présentées. En dernier lieu, nous allons présenter des travaux et résultats obtenus pour des études de vieillissement de matériau composite et d'assemblages de matériaux composites.

Le deuxième chapitre est consacré à une étude expérimentale et numérique dans le but de caractériser les échantillons de référence monocouches, bicouches et tricouches. Pour ce faire, nous allons dans un premier temps présenter le modèle prédictif aux interphases sur lequel se base notre étude numérique, tout en définissant les caractéristiques élastiques de chaque composant de l'assemblage, dans le but d'étudier la sensibilité des modes de Lamb à ces caractéristiques. Nous allons ensuite présenter les échantillons de l'étude ainsi que leur processus de fabrication. Après avoir présenté les différents protocoles expérimentaux, l'étape suivante sera consacrée à la caractérisation expérimentale tout d'abord du composite afin de déterminer ses constantes élastiques, ensuite de la bicouche Composite/Adhésif afin de caractériser l'adhésion au niveau de l'interface, et enfin des différentes tricouches Composite/Adhésif/Composite. Cette dernière étape sera consacrée à la caractérisation expérimentale de la qualité d'adhésion pour des échantillons tricouches, fabriqués de manière contrôlée et reproductible, avec différents niveaux d'adhésion. L'objectif est donc de trouver un critère différenciant les échantillons et caractérisant le niveau d'adhésion pour chaque échantillon.

Le troisième chapitre sera consacré à une étude expérimentale et numérique du vieillissement du composite et ses assemblages, et ses conséquences sur leurs propriétés mécaniques. Nous allons dans un premier temps présenter les échantillons monocouches, bicouches et tricouches vieillis. Ensuite, nous allons procéder à l'évaluation du vieillissement après 1, 2 et 3 cycles pour les échantillons monocouches afin d'évaluer la variation de leurs caractéristiques élastiques. Nous obtiendrons alors un jeu de paramètres possibles, ce jeu de paramètres n'étant pas unique. Nous allons, de la même manière, évaluer le vieillissement pour les échantillons bicouches Composite/adhésif, afin de confirmer les valeurs obtenues pour la monocouche et caractériser l'effet du vieillissement sur l'adhésif et l'adhésion. La dernière étape sera consacrée à la caractérisation du vieillissement pour des échantillons tricouches composite/adhésif/composite, avec différents dispositifs expérimentaux, dans le but de quantifier, localement ou globalement, l'effet du vieillissement de l'assemblage sur le composite, l'adhésif et l'adhésion.

Le quatrième et dernier chapitre sera consacré à l'étude d'une deuxième campagne de vieillissement à 4, 5 et 6 cycles : ce seront les échantillons vieillis présentés dans le chapitre 3 qui seront vieillis par 3 cycles supplémentaires de vieillissement climatique. Le but est de caractériser l'effet d'un vieillissement additionnel sur ces échantillons, afin de définir le comportement du composite, de l'adhésif et de l'adhésion et de comparer les effets de vieillissement à plus long terme sur des échantillons de niveaux d'adhésion différents. Nous présenterons le jeu de paramètres possible obtenu pour chaque type d'échantillon et chaque cycle de vieillissement.

Nous concluons ce travail en récapitulant les résultats obtenus et en se projetant sur des pistes qui pourront faire suite à ce travail.

CHAPITRE 1 : Etat de l'art

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons dans un premier temps, présenter le matériau composite, ses composants ainsi que ses avantages par rapport à d'autres matériaux, dans le but de justifier l'utilisation croissante des matériaux composites dans l'industrie. Nous allons notamment nous intéresser aux matériaux composites orthotropes. Ensuite, nous présenterons les techniques d'assemblages existantes dans l'industrie, dont le collage que nous allons détailler en précisant ses étapes de réalisation ainsi que ses avantages par rapport aux autres techniques d'assemblage. Nous allons aussi définir les deux facteurs définissant un assemblage collé, que sont l'adhésion et la cohésion, pour citer ensuite les différentes méthodes de contrôle et d'évaluation non-destructives du collage. Finalement, nous allons présenter les résultats obtenus pour le vieillissement du matériau composite et ses assemblages.

2. Intérêt du collage

2.1. Assemblages mécaniques

L'assemblage mécanique (boulons, vis...) présente plusieurs avantages [5] :

- il n'est pas nécessaire d'effectuer une préparation des surfaces ;
- le démontage est possible ;
- les professionnels utilisent depuis longtemps l'assemblage mécanique en lequel ils ont confiance ;
- le contrôle des assemblages est facile et immédiat.

Mais il présente aussi des inconvénients [5] :

- les trous pratiqués pour le passage de vis ou rivets par exemple affaiblissent les pièces en concentrant les contraintes à leur emplacement et peuvent créer des amorces de rupture. Rappelons cependant que les pièces en composite peuvent être conçues et fabriquées de façon à éviter la rupture des fibres, par exemple en renforçant les pièces au niveau des trous par diverses techniques. Les techniques les plus élégantes à cet égard sont l'emploi d'inserts qui peuvent être noyés dans la résine fraîche, pas encore durcie, sous réserve d'un positionnement précis ou le drapage des fibres de renfort autour des fixations ;
- lorsque l'on perce les trous, on met à nu et on coupe les fibres de renfort, ce qui non seulement affaiblit le composite, mais également permet la pénétration de l'eau ou de l'humidité qui sont les principales causes de dégradation des matériaux composites, car l'eau vient s'interposer entre les fibres de renfort et la matrice de résine et les désolidarise;

- les fixations mécaniques (telles que boulons, vis et inserts) peuvent être plus lourdes que les joints d'adhésifs ;
- les fixations mécaniques peuvent se corroder en atmosphères agressives (mer, usines chimiques, pièces enterrées), et le contact entre des pièces en acier et des composites à base de fibres de carbone peuvent provoquer une corrosion galvanique.

2.2. Collage

Les techniques d'assemblage par collage présentent plusieurs avantages par rapport aux techniques mécaniques. Ces avantages sont principalement le non affaiblissement des pièces, la protection des tranches des pièces et des fibres, l'étanchéité, la légèreté des assemblages, la possibilité d'assembler des matériaux différents et des pièces à faibles épaisseurs, la résistance à la fatigue... Cependant, le collage représente également des inconvénients, comme la non possibilité de démontage, la possibilité de dégradation du joint adhésif par l'environnement, la tenue à la chaleur limitée, l'exigence de la préparation des surfaces à assembler, etc. [5]

Les matrices de composites utilisées sont les résines époxydes. Les adhésifs les plus fréquemment utilisés sont également les époxydes. Ils sont utilisés depuis plus de 50 ans en aéronautique [6].

Le collage est une technique qui nécessite différentes étapes de mise en œuvre [7] :

- **Préparation des surfaces de contact :**

Les surfaces des matériaux sont généralement polluées, ce qui nécessite un nettoyage pour éliminer les impuretés et accéder à une surface propre, stable, solide et convenable pour y étaler l'adhésif afin d'obtenir un collage solide [8]. Pour les métaux, polymères et céramiques, il est nécessaire de créer des surfaces réactives, en modifiant leur composition superficielle, en augmentant leur rugosité ou en appliquant un promoteur d'adhésion [9].

- **Préparation de l'adhésif**

Les adhésifs sont généralement constitués de deux composants qui doivent être mélangés dans des proportions adéquates. Cela peut être fait soit manuellement en dosant chacun des deux composants puis en les mélangeant avec un mélangeur, ou bien on peut utiliser divers systèmes de dosage et de mélange automatiques en continu. Le mélange doit finalement être dégazé par un système acoustique par exemple, pour dégager les bulles d'air.

- **Application de l'adhésif**

Il existe différentes méthodes permettant d'appliquer la colle, selon sa nature (liquide, pâte, film, solide, granule) et selon la forme des supports sur lesquels elle sera appliquée (plaque, feuilles pièce galbée, petite pièce, pièce rigide ou souple).

La colle peut être appliquée par pistolage, encolleuse à rideau, flacon à gouttes doseur, ou seringue, spatule dentelée, truelle, rouleau, etc.

- **Assemblage**

L'assemblage peut être réalisé soit manuellement, soit automatiquement. Dans les deux cas, il faut prévoir un système de guidage, ou montage d'assemblage, permettant de positionner parfaitement les deux pièces l'une par rapport à l'autre pour que le collage se fasse bien dans la position désirée et que les deux pièces restent immobiles l'une par rapport à l'autre pendant le séchage et le durcissement de l'adhésif, et restent pressées l'une contre l'autre, avec la bonne épaisseur d'adhésif pendant le processus de durcissement.

- **Pressage**

Certaines colles nécessitent l'application d'une pression durant leur durcissement, cette pression peut être légère à modérée ou forte, selon les exigences.

- **Séchage, étuvage, durcissement**

Les assemblages collés par une colle thermodurcissable doivent passer dans une étuve pendant des durées et à des températures bien déterminées afin de réaliser les réactions chimiques qui conduisent au durcissement de l'adhésif.

- **Finition, usinage ultérieur et manipulation**

Après durcissement de l'adhésif, il faut laisser refroidir l'assemblage puis le manipuler avec précaution car la colle peut être encore légèrement fragile.

- **Essais et contrôles**

Il existe différentes méthodes de contrôle qui peuvent s'effectuer à différents niveaux du processus de collage :

- Un contrôle intégré dans le processus de fabrication permettant de contrôler la nature et les caractéristiques de la colle pour qu'elle réponde au cahier des charges.
- Des essais destructifs qui consistent à solliciter l'assemblage à des conditions proches de la réalité jusqu'à l'apparition des premiers signes de rupture, et comparer les valeurs obtenues à celles du cahier des charges.

- Des essais non destructifs qui, à travers des techniques acoustiques, électriques, radiographiques et autres, permettent de détecter et localiser les défauts de collage sans détériorer ni affaiblir l'assemblage.

Les avantages du collage sont :

- pas d'affaiblissement des pièces ;
- protection des tranches des pièces et des fibres, étanchéité ;
- assemblages légers ;
- possibilité d'assembler des matériaux différents (métal sur composite), des pièces très minces ;
- excellente résistance à la fatigue ;
- esthétique, surface lisse ;
- pas de risques de corrosion ;
- le collage peut être à volonté souple ou rigide, selon les formulations et les exigences.

Les inconvénients du collage doivent aussi être évalués :

- pas de possibilité de démontage ;
- la technique du collage n'est pas encore bien connue et maîtrisée dans diverses industries ;
- les pièces doivent être conçues spécialement pour le collage ;
- le joint d'adhésif peut être sérieusement dégradé par l'environnement : eau, humidité, chaleur, graisses... ;
- la tenue à la chaleur est limitée à 100 à 250 °C selon les types d'adhésif ;
- le collage exige une très bonne préparation de surface ;
- le contrôle non destructif des assemblages nécessite un équipement sophistiqué.

3. Adhésion et cohésion

Les deux facteurs qui définissent le niveau d'adhésion d'une structure collée est l'adhésion et la cohésion.

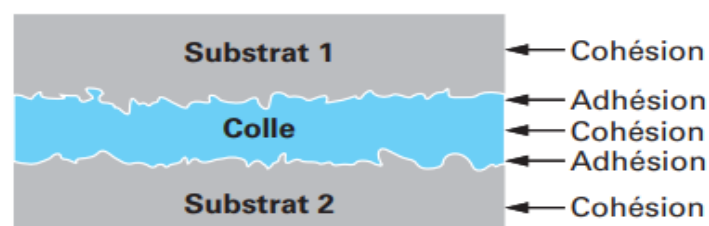


Figure 1 : Phénomène d'adhésion et de cohésion [10]

La cohésion définit l'aspect physico-chimique des substrats de l'assemblage collé, c'est-à-dire les matériaux à encoller et la couche d'adhésif. Pour les composites, cet aspect est

défini par ses propriétés mécaniques. Pour l'adhésif, son taux de réticulation est le principal paramètre qui définit sa cohésion.

L'adhésion est une liaison interfaciale. Les forces de liaison sont d'origine physico-chimiques. Le phénomène d'adhésion fait intervenir plusieurs facteurs :

- **Mouillage**

Considérons un liquide mis en contact avec un solide. La variation d'énergie libre du système solide/liquide correspond au travail nécessaire pour séparer un élément de surface unitaire [7] (cf figure 2). Le mouillage est donc, l'aptitude du matériau solide à assurer le contact de la surface avec le liquide en question. Dans le cas d'un matériau avec une surface rugueuse, le liquide doit pénétrer dans la rugosité de la surface du matériau afin d'assurer le contact.

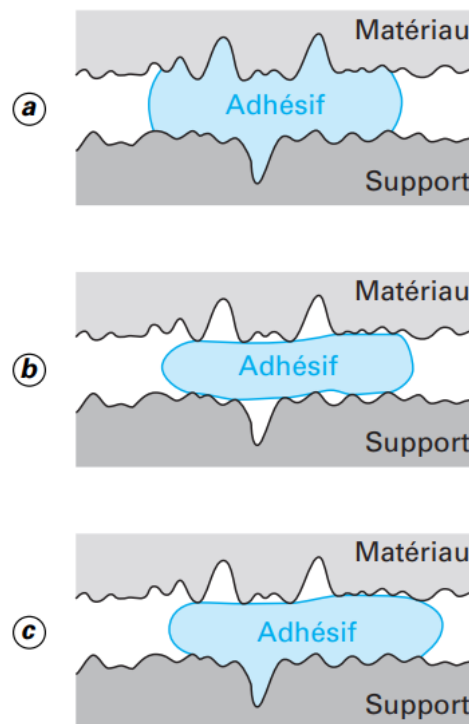


Figure 2 : Mouillage des substrats à encoller [7] :
(a) mouillage optimal ; (b) et (c) : mouillage insuffisant.

- **Adsorption physique**

L'adhésion peut être assurée par des forces d'attraction intermoléculaires de Van der Waals, qui n'agissent qu'à très faibles distances, de l'ordre de 0,5 nm.

- **Forces de liaisons chimiques**

Les forces de liaisons chimiques se développent lorsque les molécules ou atomes du substrat et de l'adhésif sont susceptibles de mettre en commun un certain nombre d'électrons et de réaliser ainsi des liaisons ioniques ou covalentes.

- **Influence de la distance adhésif-substrat**

L'importance de ces diverses liaisons dans le phénomène de collage dépend de l'écartement entre les molécules de colle et du substrat. Les collages les plus efficaces sont obtenus pour des écartements très faibles de l'ordre du dixième de nanomètre (angström), d'où l'intérêt d'un bon mouillage et d'un bon pressage des surfaces entre elles au moment de l'assemblage.

La cohésion est définie par les forces de liaison interne des particules de la colle et des deux substrats à encoller, ce qui est traduit par les propriétés mécaniques et élastiques de chaque milieu.

Après l'assemblage des deux matériaux ou substrats, la colle doit durcir ou sécher, afin de donner une liaison solide, mécaniquement résistante entre les deux matériaux : c'est le phénomène de prise de la colle. Le mode de prise des colles et adhésifs dépend de leur nature physique et chimique. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour obtenir la prise.

Pour le cas d'un collage de composite, la cohésion est définie par les constantes élastiques.

4. Les méthodes de contrôle et d'évaluation non destructives du collage

L'utilisation des assemblages collés nécessite un contrôle pour assurer leur fiabilité. Le contrôle des assemblages est nécessaire avant et en cours de son cycle de vie, étant donné qu'il peut être sollicité par des contraintes environnementales (Figure 3).

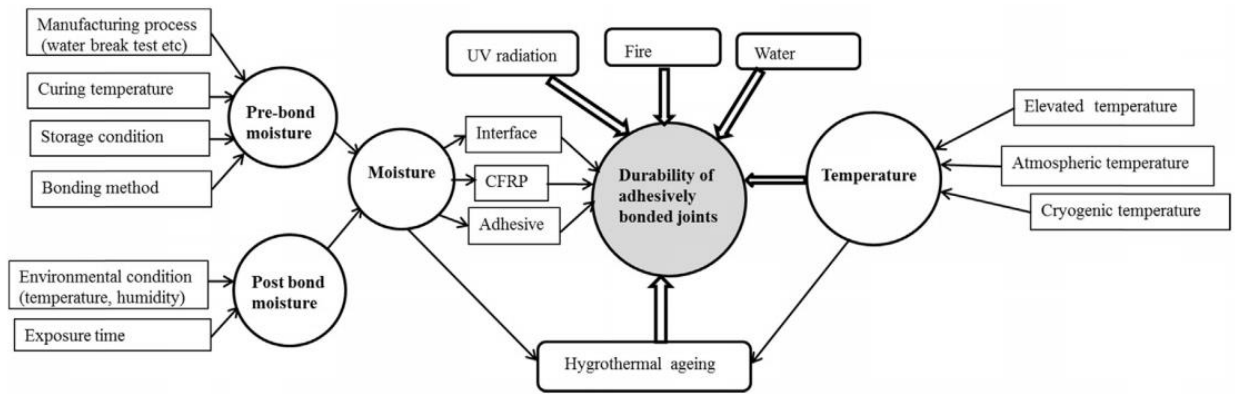


Figure 3 : Diagramme des paramètres environnementaux qui influencent la durabilité des collages.

On distingue, selon le type de défaut recherché, deux familles principales de méthodes de contrôle non destructives [11] :

4.1. Les méthodes de surface

- **L'examen visuel :**

Il s'agit d'observer la surface d'un objet pour y déceler d'éventuelles anomalies. Cette observation nécessite une source de lumière d'intensité et de longueur d'onde compatibles avec l'aptitude naturelle de l'œil de l'opérateur exécutant l'examen.

Le processus mis en jeu se décompose en trois phases essentielles :

- l'excitation, qui consiste à produire le faisceau lumineux de lumière blanche ou monochromatique ;
- la perturbation, qui consiste à placer la pièce dans le champ optique du faisceau et à rechercher l'orientation la plus favorable à la mise en évidence d'éventuels défauts de surface ;
- la révélation, qui consiste à placer l'œil dans le champ du faisceau réfléchi par la surface de la pièce, en utilisant des aides optiques si nécessaire, telles que la loupe, binoculaire, microscope, endoscope, etc.

- **Le ressuage :**

Le contrôle non destructif par ressuage a pour objectif de détecter des défauts débouchant en surface sur des matériaux non absorbants.

La méthode est surtout utilisée sur les produits finis ou en cours d'utilisation lorsque le niveau de sollicitation mécanique est important. Cela est lié au fait qu'il s'agit d'une méthode globale destinée à la détection des défauts de surface dont la propagation peut être problématique en cours d'utilisation. C'est dans les secteurs de pointe où la sécurité joue un rôle important que la méthode trouve sa pleine application. Elle peut être mise en œuvre de

façon simple et permet une localisation précise des défauts de surface et une appréciation de leur taille. C'est la seule méthode globale autorisant un examen de la totalité de la surface de la pièce sans influence notable de l'orientation du défaut par rapport à la direction du faisceau de la source utilisée pour l'excitation. Les différentes séquences de la mise en œuvre se prêtent bien à l'automatisation.

Néanmoins, cette méthode autorise uniquement la mise en évidence des défauts débouchant à la surface de la pièce sur des matériaux non absorbants. L'appréciation de la profondeur des défauts n'est pas possible et l'interprétation dans la phase de révélation reste délicate.

- **Contrôle par magnétoscopie**

Le contrôle non destructif par magnétoscopie a pour objectif de détecter les défauts de surface ou sous-jacents. Tous les matériaux ferromagnétiques sont concernés (aciers en particulier). La méthode peut être relativement simple de mise en œuvre. Elle permet une localisation précise des défauts de surface ou légèrement sous-jacents et une appréciation de leur taille. Les différentes séquences de la mise en œuvre se prêtent bien à l'automatisation.

Néanmoins, la méthode ne s'applique qu'à des matériaux ferromagnétiques et la sensibilité est dépendante de l'orientation du défaut par rapport à la direction générale des lignes d'induction. Elle ne permet pas une appréciation de la profondeur et l'interprétation dans la phase de révélation reste parfois très délicate et aussi difficile à automatiser. Une désaimantation des pièces après contrôle est nécessaire pour les pièces exposées à un environnement sévère.

Malgré plus de cinquante années d'existence, il subsiste encore des difficultés dans l'application de la méthode, particulièrement au niveau de l'étalonnage et de l'interprétation. On note cependant à l'heure actuelle une tendance à l'approfondissement de certains phénomènes liés à la technique.

- **Les courants de Foucault :**

Le principe de cette méthode est donné sur la figure 4.

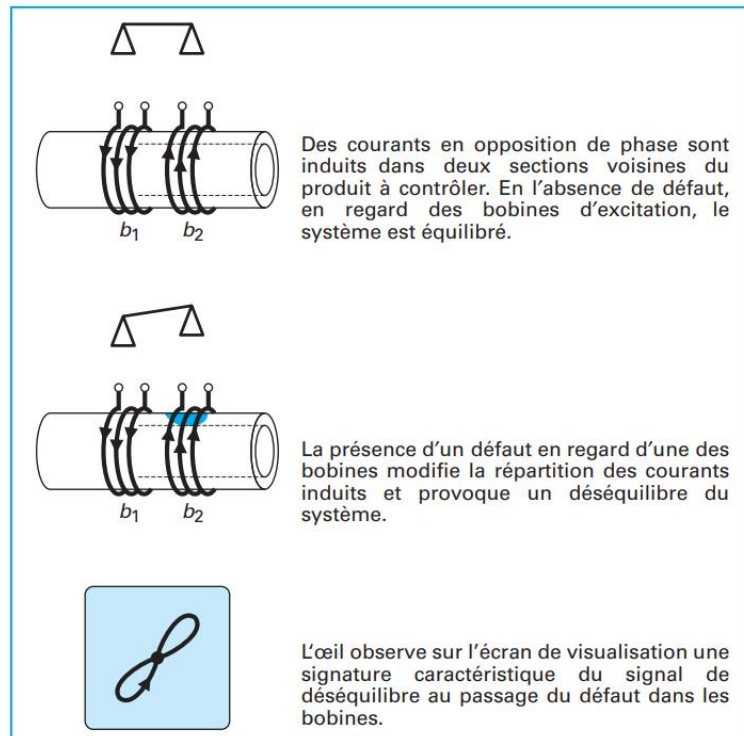


Figure 4 : Principe du contrôle par courants de Foucault [10]

Le contrôle par courants de Foucault peut s'envisager sur n'importe quel produit conducteur d'électricité. En fait, il concerne essentiellement des produits cylindriques tels que barres et tubes. Indépendamment des produits cylindriques, un nombre relativement important d'applications concerne les pièces à forte concentration de contraintes utilisées dans l'industrie aéronautique qui font l'objet de visites systématiques. Un soin important est apporté dans ces développements de capteurs spécifiques pour maintenir constante la distance séparant la surface de la pièce à contrôler et réduire les difficultés d'interprétation.

À l'exception des tubes soudés longitudinalement pour lesquels le cordon de soudure est repris en usinage, le contrôle par courants de Foucault des produits soudés est peu réalisé en raison des difficultés d'interprétation dues à l'effet géométrique des caniveaux.

Les tubes de faible épaisseur, tels qu'ils sont utilisés pour les éléments combustibles ou condenseurs et échangeurs de vapeur dans les centrales nucléaires, constituent un domaine d'application important du contrôle par courants de Foucault.

Cette méthode se prête bien à l'automatisation du contrôle pour des produits de révolution de grande longueur. Elle autorise des vitesses de défilement élevées. Les bobines ne sont pas en contact avec le produit. Une appréciation de la profondeur du défaut est possible.

Cette méthode ne s'applique néanmoins qu'aux matériaux conducteurs d'électricité. La profondeur d'investigation sous la surface est limitée par l'effet de peau des courants induits. La mise en œuvre est délicate pour les pièces de forme complexe. La sensibilité est influencée par l'entrefer existant entre bobine et produit. L'interprétation des signaux est délicate.

4.2. Les méthodes de volume

- Contrôle par ultrasons

Les ultrasons sont émis au moyen de « traducteurs » qui fonctionnent le plus souvent par effet piézoélectrique (figure 5). On analyse la propagation d'ondes mécaniques de haute fréquence (quelques MHz en général) au sein du matériau constitutif de la pièce à contrôler. Les ultrasons, aux fréquences utilisées (1 à 10 MHz), ne se propagent pas dans l'air. Pour assurer leur passage entre le traducteur et la pièce, il faut placer entre les deux un milieu dit de couplage. Deux techniques existent pour assurer ce couplage : le contrôle par contact et le contrôle en immersion.

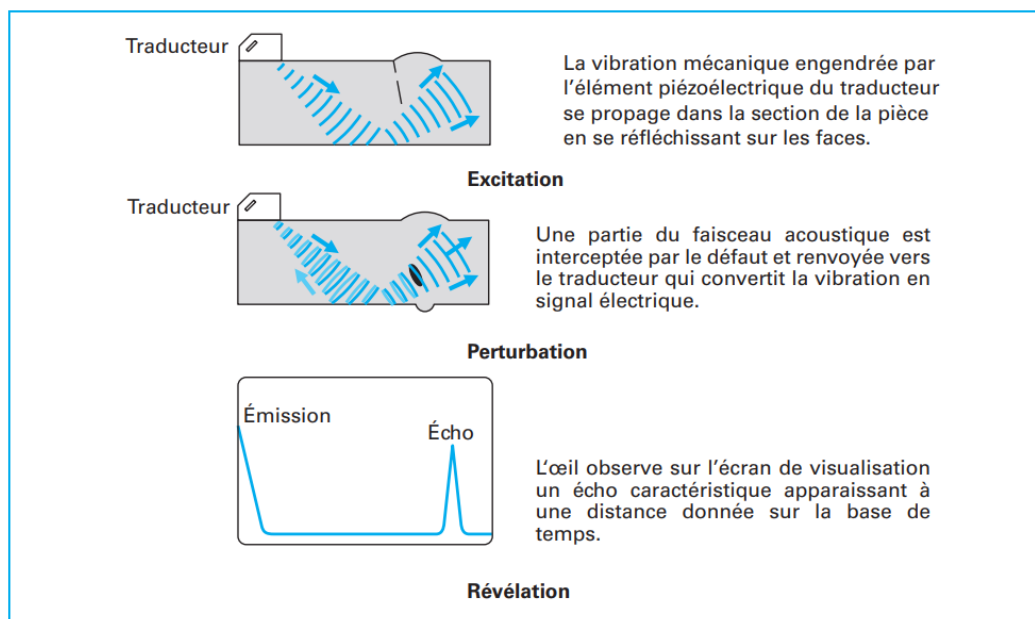


Figure 5 : Principe du contrôle par ultrasons [11]

Les applications des ultrasons sont nombreuses en milieu industriel et concernent la quasi-totalité des familles de produits (aciers forgés, laminés, moulés, soudés mais aussi matériaux non métalliques). De nombreuses normes d'applications ou spécifications existent.

Le contrôle par ultrasons demande une bonne expérience de la part des agents chargés de sa mise en œuvre. Il peut être réalisé de façon manuelle ou automatique. Des progrès importants ont été obtenus grâce à l'introduction de l'informatique et de l'électronique qui ont contribué fortement à faire évoluer les matériels et les modalités d'application et de

traitement. C'est aussi une des méthodes de contrôle pour laquelle les évolutions actuelles et pressenties sont les plus grandes. En plus du contrôle conventionnel présenté ici, on voit apparaître des techniques nouvelles de mise en œuvre qui augmentent encore les possibilités des ultrasons (méthode TOFD par diffraction des ondes, par exemple).

Le contrôle par ultrasons est souvent considéré comme complémentaire du contrôle radiographique. Il tend même à le remplacer, lorsque cela est possible, pour s'affranchir des problèmes de sécurité posés par ce dernier.

- **Contrôle par radiographie**

La quasi-totalité des matériaux peut être examinée en radiographie, les épaisseurs contrôlées pouvant souvent être importantes. La radiographie peut intervenir aussi bien pour la mise au point d'un procédé de fabrication que pour le contrôle d'un produit fini, qu'il soit mécanique, électronique ou alimentaire. Les applications sont nombreuses et concernent tous les domaines d'activité, allant de la chaudronnerie lourde à l'électronique, en passant par l'industrie alimentaire, les moyens mis en œuvre étant bien évidemment différents alors que le principe de base demeure le même. D'autres rayonnements que les X et γ sont parfois aussi mis à profit pour réaliser des contrôles. La neutronographie (utilisation de neutrons) est ainsi bien adaptée à l'examen des plastiques, composites, vernis et poudre. Sa mise en œuvre est en revanche très délicate, compte tenu des difficultés liées à l'obtention de neutrons et aux précautions considérables qui doivent être prises. La radiographie est encore une technique en pleine évolution malgré sa relative ancienneté et le poids des mesures de sécurité qui rend son application plus délicate que celle d'autres méthodes de contrôle. Cela se manifeste à divers niveaux, on peut citer :

- l'amélioration des matériels et des procédures, surtout pour des applications traditionnelles ;
- l'extension des domaines d'application, en particulier pour les nouveaux matériaux (composites...). et d'une façon plus fondamentale, le développement d'une nouvelle radiographie « informatisée » (tomographie et traitement d'image en particulier).

- **Contrôle par émission acoustique**

L'Émission Acoustique (EA) est un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau soumis à une sollicitation. La détection et l'analyse des signaux permettent d'obtenir des informations inédites sur les anomalies du champ de contraintes, liées par exemple à la présence de défauts. La détection est réalisée par un capteur piézoélectrique avec une fréquence de 50 kHz à 1 MHz (généralement 50 à 500 kHz).

L'émission acoustique diffère des techniques usuelles de contrôle non destructif pour plusieurs raisons :

- le matériau génère lui-même le signal à analyser. Les caractéristiques mécaniques et métallurgiques du matériau ont une importance prépondérante ;
- un signal d'EA ne peut être obtenu que si la structure est sollicitée ; seuls les défauts actifs peuvent être détectés ;
- l'EA peut révéler la présence d'un défaut, voire donner sa position et parfois, si les données de référence sont suffisantes, graduer sa nocivité mais en aucun cas, l'EA ne vise à décrire la géométrie du défaut (profondeur, largeur, longueur, forme...) ;
- une structure de grande dimension est contrôlable par l'EA en une seule opération au moyen d'un nombre limité de capteurs ; il n'est pas nécessaire que les zones critiques à contrôler soient accessibles directement ;
- l'EA n'est pas simplement une technique de contrôle non destructif. Fondamentalement, il s'agit d'une technique de surveillance, puisque l'émission d'ondes de contrainte est étroitement associée aux mécanismes physiques qui accompagnent l'initiation et la propagation des défauts.

- **Thermographie**

Le principe est donné sur la figure 6.

Le détecteur de la caméra présente une grande sensibilité. Cependant, la méthode est limitée dans ses applications. La source de chaleur à l'origine de l'excitation doit être aussi homogène que possible. Le champ d'investigation est limité et une interprétation quantitative est souvent assez difficile.

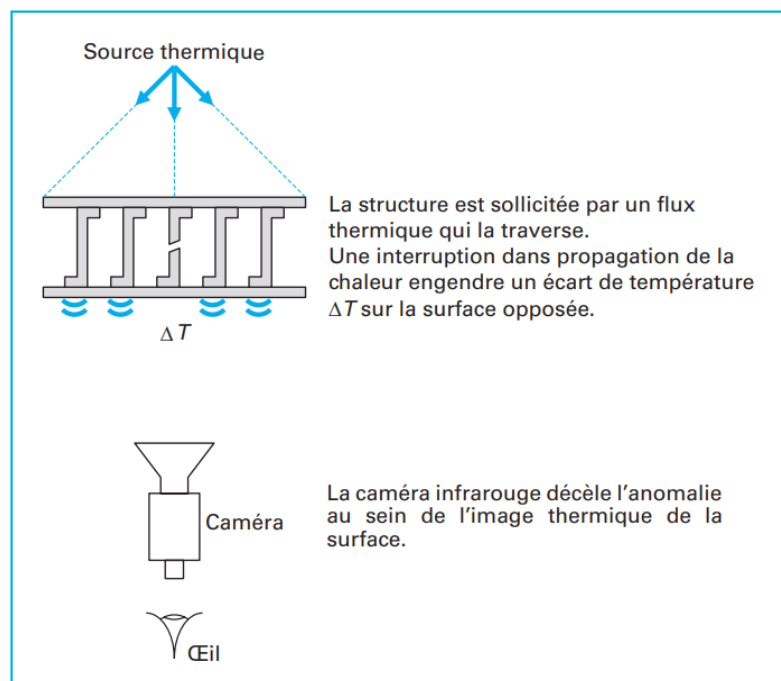


Figure 6 : Principe de la méthode par thermographie [11]

5. Matériaux composites

5.1. Définition

Le composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles ayant une forte capacité d'adhésion. Le matériau constitué possède alors des propriétés que ses éléments constitutifs seuls n'ont pas, ce qui le rend plus avantageux : il est plus léger comme il est plus résistant à ce qu'on appelle « la fatigue ». Les matériaux peuvent être soumis à la charge de fatigue, et ces charges peuvent induire une traction, un cisaillement ou charges mixtes (traction et cisaillement). La résistance à la fatigue des structures est généralement caractérisée par le nombre de cycles jusqu'à la défaillance [12]. Le matériau composite est utilisé en aéronautique, maritime, énergies renouvelables, etc.

Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renforts et matrice. Les renforts se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues. Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La matrice assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques. L'arrangement des fibres et leur orientation permettent de renforcer les propriétés mécaniques de la structure (Figure 7). Nous étudions plus particulièrement les matériaux composites à renfort fibre longue continue utilisés dans l'industrie nautique, automobile, aéronautique et spatiale. Les pièces structurelles sont réalisées par empilement de nappes en optimisant les directions des renforts en fonction des charges qu'elles doivent subir. La nature de la résine ou du renfort est choisie en fonction de l'application finale visée [13].

Dans un grand nombre de cas, pour des raisons de facilité de mise en œuvre, les résines polymères sont les plus souvent employées pour servir de matrices constituant les matériaux composites. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation. Dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont utilisés. Dans le cas des matériaux en carbone des températures de 2200°C peuvent être atteintes. Les matrices généralement rencontrées sont les polyesters insaturés, les résines vinylesters, polyépoxydes, les polyuréthanes, les formophénoliques, les silicones, les polybismaléimides, les thermoplastiques, les carbonés, ... [13], [14]

Les renforts assurent les propriétés mécaniques du matériau composite et un grand nombre de fibres sont disponibles sur le marché en fonction des coûts de revient recherchés pour la structure réalisée. Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri directionnel ou plus) [13]. Les fibres généralement utilisées sont les fibres de verre, de carbone, de polyamides aromatiques, etc. [14]

Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases.

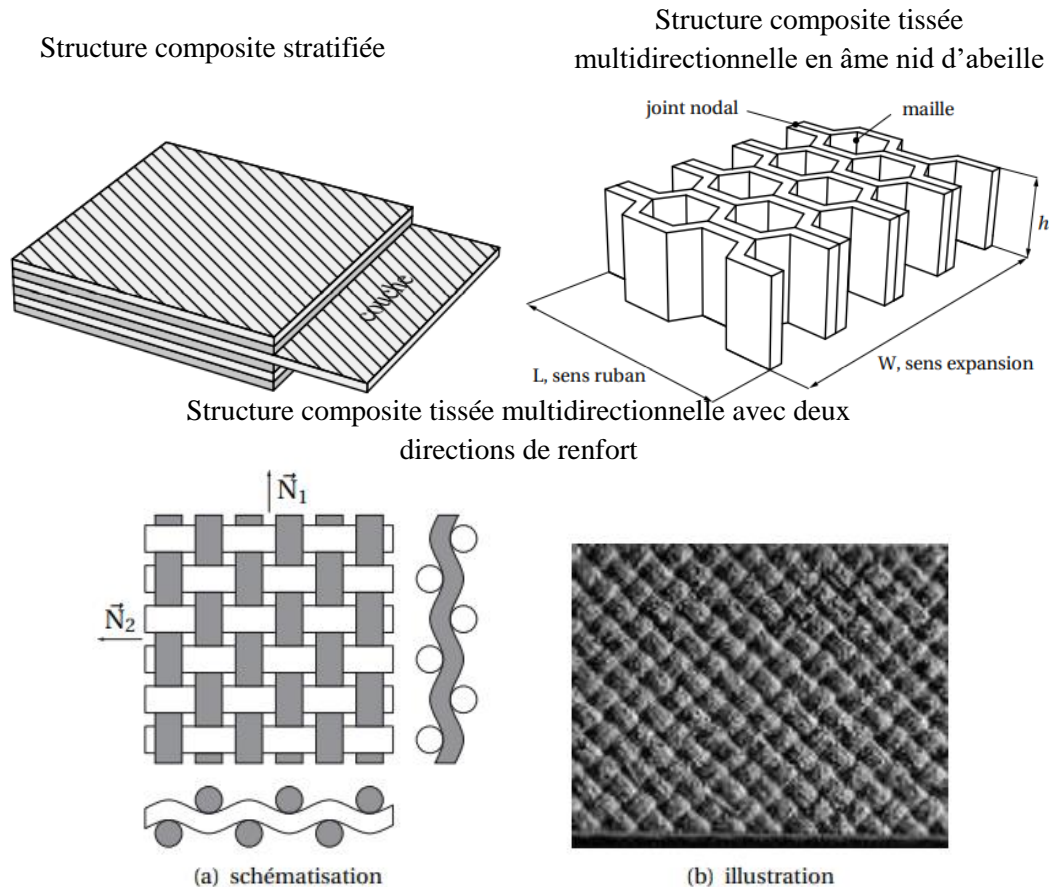


Figure 7 : Exemples de structures composites [13]

L'utilisation des composites est devenue très répandue dans plusieurs domaines industriels comme l'aéronautique, le maritime et d'autres, grâce aux avantages qu'ils offrent par rapport à d'autres matériaux.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons utilisé un matériau composite orthotrope pour réaliser les échantillons collés. Ces échantillons seront présentés dans le chapitre suivant.

5.2. Comportement élastique des matériaux orthotropes

Un matériau monoclinique suivant deux plans perpendiculaires est dit orthotrope [13]. Il possède trois plans de symétrie orthogonaux deux à deux. Le comportement élastique du matériau composite orthotrope est décrit en introduisant soit les constantes de rigidité C_{ij} , soit

les constantes de souplesse S_{ij} . En tenant compte des constantes de rigidité, la loi de Hooke s'écrit suivant la forme matricielle suivante [15] :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix},$$

Le comportement élastique d'un matériau composite orthotrope est donc caractérisé par 9 coefficients indépendants : C_{11} , C_{12} , C_{13} , C_{22} , C_{23} , C_{33} , C_{44} , C_{55} , C_{66} .

6. Vieillessement des matériaux composites et les assemblages de composites

Durant leur utilisation, les assemblages collés sont soumis à des contraintes induisant leur vieillissement et leur endommagement. Ces contraintes sont de type mécanique, des variations de température et/ou environnementales (principalement l'humidité) [16].

Afin d'accélérer ce phénomène de vieillissement, la température est un facteur principal permettant d'activer la diffusion de l'eau dans le joint. Ashcroft et al [17] ont observé que la température a un effet accélérateur du vieillissement et influence la résistance résiduelle à l'équilibre.

D.W.Levi et al [18] ont établi un modèle prédictif sur une superposition de température, humidité et contrainte pour des assemblages collés d'aluminium sollicités en cisaillement. Ils ont démontré que le comportement mécanique des joints adhésifs, soumis à la combinaison température, humidité et contrainte, peut suivre une loi de type Arrhénius, afin d'en déterminer le temps à la rupture t_f suivant la relation :

$$\lg t_f = C - \lg T + \frac{E_a}{2,3RT} - b \frac{\sigma}{T}$$

Avec :

- b et C : des constantes,
- E_a : l'énergie d'activation thermique,
- R : la constante des gaz parfaits,
- T : la température absolue appliquée,

- σ : la contrainte appliquée

La diffusion de l'eau dans les plaques de composite est considérée comme un facteur de dégradation important dans la structure [19, 20], ainsi que dans les collages de composites [21].

L.P.Canal et V.Michaud [22] ont supposé que la surface de l'adhésif, dans un assemblage, exposé directement aux conditions environnementales est assez faible, et donc la diffusion de l'eau dans l'adhésif est négligée.

Des chercheurs ont trouvé, pour un vieillissement avec l'eau de mer, que le module de cisaillement diminue et semble atteindre un plateau pour des teneurs en eau supérieures à 1 %, la même tendance a été observée pour la résistance au cisaillement.

Une diminution de la rigidité et la résistance en fonction de la teneur en eau a été observée, ainsi qu'une augmentation de la contrainte à la rupture [29] [30].

La dégradation du composite par l'eau de mer est manifestée par la diminution de ses propriétés mécaniques [31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38].

Y. Gélébart [15] a constaté par le contrôle non destructif par ultrasons que les modules C_{33} et C_{55} sont ceux qui représentent une variation significative durant le vieillissement du composite, et donc, ce sont des paramètres permettant de caractériser le vieillissement thermo-oxydant du composite.

7. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons introduit les différents types d'assemblage des matériaux, et ainsi présenté l'avantage du collage par rapport aux autres techniques d'assemblage. Ensuite, nous avons présenté les techniques de contrôle de collage notamment, les méthodes END/CND.

La deuxième partie était consacrée à la définition des matériaux composites, leur nature et leurs constituants. Nous avons décrit le comportement élastique d'un matériau composite orthotrope qui sera l'objet de l'étude de cette thèse.

Dans la dernière partie, nous avons introduit l'effet du vieillissement sur les matériaux composites, ainsi que sur des assemblages collés de composites. Dans cette partie, nous avons décrit quelques approches prédictives définies par certains travaux sur ce sujet.

Dans le chapitre suivant, nous allons représenter les travaux réalisés sur des collages de composite non vieillis, considérés comme échantillons de référence, afin de caractériser

l'adhésion dans ces différents échantillons de niveaux d'adhésion différenciés. Les chapitres 3 et 4 traiteront des échantillons vieillis. Ces études ont été réalisées par différentes méthodes ultrasonores, en parallèle avec une étude numérique en utilisant un modèle prédictif aux interphases.

CHAPITRE 2 : Caractérisation des échantillons de référence

1. Introduction

Ce chapitre est dédié à l'étude d'échantillons de référence non vieillis. Par conséquent, les échantillons étudiés vont de la monocouche composite, de la bicouche composite-adhésif à la tricouche composite-adhésif-composite. Ces échantillons ont été réalisés au moins en double exemplaire afin de garder des échantillons de référence, dont l'étude est l'objet de ce chapitre, et d'autres pour leur faire subir des cycles de vieillissement climatique, objet des chapitres 3 et 4. Nous allons dans un premier temps présenter un modèle rhéologique prédictif, appelé modèle aux interphases, qui sera utilisé pour caractériser et contrôler le niveau d'adhésion des interfaces substrat-adhésif. Nous allons ensuite décrire le processus de réalisation des différents échantillons.

Une étude expérimentale basée sur une génération des ondes de Lamb par transducteur piézoélectrique et un interféromètre laser en réception est proposée. Cette technique permet d'exciter plusieurs modes de Lamb à la fois, permettant ainsi une meilleure vérification des constantes élastiques relatives à l'échantillon étudié. La confrontation des résultats expérimentaux avec les résultats numériques permet d'identifier le niveau d'adhésion des échantillons non vieillis, considérés comme échantillons de référence. Différentes techniques expérimentales complémentaires, à base de dispositifs à base de transducteurs air-coupling utilisés en configuration guidée ou en incidence normale ainsi que des C-Scan réalisés par microscopie acoustique, sont utilisées pour évaluer le niveau d'adhésion des échantillons.

2. Modèle numérique aux interphases

Pour étudier les assemblages structuraux, un modèle numérique aux interphases est développé. Ce modèle consiste à modéliser l'interface composite/adhésif par une couche très fine sans masse, appelée interphase. L'assemblage tricouche composite-adhésif-composite est donc représenté par un modèle à 5 couches : composite/interphase 1/adhésif/interphase 2/composite, comme représenté sur la figure 8.

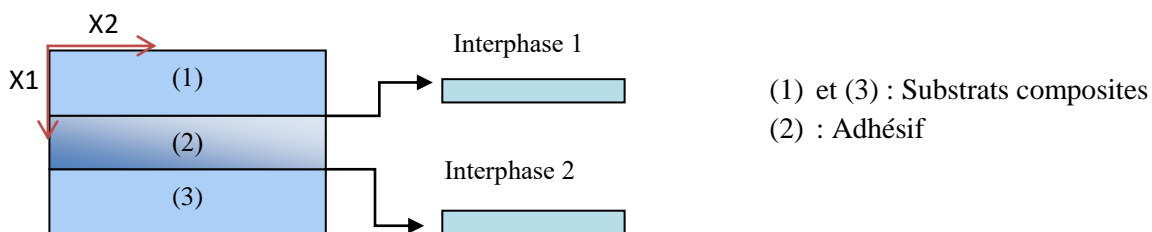


Figure 8 : Représentation du modèle aux interphases

Le composite carbone-époxy utilisé est orthotrope. Dans ces conditions, le champ de déplacement $\{u_1(x_1, x_2, t), u_2(x_1, x_2, t)\}$ des ondes de Lamb se propageant dans le plan (x_1, x_2) pour une couche de composite, dans l'hypothèse de déformation plane, vérifie les équations différentielles suivantes :

$$\frac{\partial}{\partial x_1} \left[C_{11} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + C_{12} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \right] + \frac{\partial}{\partial x_2} \left[C_{66} \left(\frac{\partial u_1}{\partial x_2} + \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \right) \right] = \rho \ddot{u}_1$$

$$\frac{\partial}{\partial x_1} \left[C_{66} \left(\frac{\partial u_1}{\partial x_2} + \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \right) \right] + \frac{\partial}{\partial x_2} \left[C_{21} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + C_{22} \frac{\partial u_2}{\partial x_2} \right] = \rho \ddot{u}_2$$

Dans le plan (x_1, x_2) , les équations différentielles du mouvement incluent quatre constantes d'élasticité indépendantes C_{11} , C_{22} , C_{12} et C_{66} impliquées dans la condition de déformations planes des ondes de Lamb [23]. Les paramètres élastiques et géométriques des matériaux sont donnés dans le tableau 1. Les C_{ij} de l'adhésif sont issus des résultats de caractérisation obtenues par C. Gauthier [3], puisque l'adhésif utilisé par C. Gauthier est le même que celui que nous avons utilisé. Pour le composite, étant le même que celui utilisé par L. Attar [4], nous avons repris les C_{ij} utilisés qui ont été déterminés par la méthode de fonction de transfert par Mathieu Rénier (MCF, laboratoire I2M UMR 5295, université de Bordeaux). Un ajustement de ces paramètres a été nécessaire par nos méthodes acoustiques à travers la détermination des vitesses de propagation transversales et longitudinales.

Matériau	ρ (kg/m ³)	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{66} (GPa)	C_{22} (GPa)	Epaisseurs (mm)
Composite	1700	14,32	8,55	4,87	69,95	2,35
Adhésif (100%)	1100	7,32	4,41	1,46		0,5
Adhésif (80%)	1100	6,91	4,03	1,44		0,5

Tableau 1: Caractéristiques du composite et de l'adhésif constituant l'assemblage

Le modèle utilisé pour caractériser les niveaux d'adhésion est le modèle aux interphases constitué de deux couches élastiques très minces et sans masse, placées entre chacune des couches de composite et de la couche d'adhésif [24]. Les propriétés mécaniques de ces interphases, lieu des interactions et liaisons physico-chimiques entre le substrat et l'adhésif, sont indicatrices de la qualité de l'adhésion. Leur épaisseur est prise comme égale à l'écart moyen quadratique du profil R_q de rugosité du composite [4]. Leurs propriétés mécaniques sont données par une moyenne pondérée des propriétés mécaniques du substrat et de

l'adhésif : les constantes élastiques des couches d'interphase sont une moyenne pondérée des propriétés du substrat et de l'adhésif et donc définies comme suit (C_{11} et C_{66} pour l'interphase 1 composite/adhésif ; C'_{11} et C'_{66} pour l'interphase 2 adhésif/composite) :

$$C_{11} = \alpha \frac{C_{11}^{adhésif} + C_{11}^{composite}}{2} \qquad C'_{11} = \beta \frac{C_{11}^{adhésif} + C_{11}^{composite}}{2}$$

$$C_{66} = \alpha \frac{C_{66}^{adhésif} + C_{66}^{composite}}{2} \qquad C'_{66} = \beta \frac{C_{66}^{adhésif} + C_{66}^{composite}}{2}$$

Les valeurs des paramètres élastiques des interphases sont données par le Tableau 2.

Interphases	C_{11} (GPa)	C_{66} (GPa)	Epaisseur (mm)
Composite/Adhésif	10,82	3,16	0,015
Adhésif/Composite			

Tableau 2: Caractéristiques des interphases

Le coefficient α (respectivement β) caractérise le niveau d'adhésion au niveau de la première (respectivement deuxième) interface composite/adhésif : plus la valeur de α (respectivement β) est proche de 1 et meilleure est l'adhésion. $\alpha=1$ (respectivement $\beta=1$) correspond au cas d'une adhésion parfaite sur la première (respectivement deuxième) interface. Le délaminage sur la première (respectivement deuxième) interface est obtenu pour α (respectivement β) tendant vers 0. Ce modèle a été implémenté et résolu par éléments finis sous COMSOL. Les courbes de dispersion des ondes de Lamb sont déduites en utilisant la méthode SAFE [25] dans l'hypothèse des déplacements harmoniques.

2.1. Etude de sensibilité aux coefficients α et β

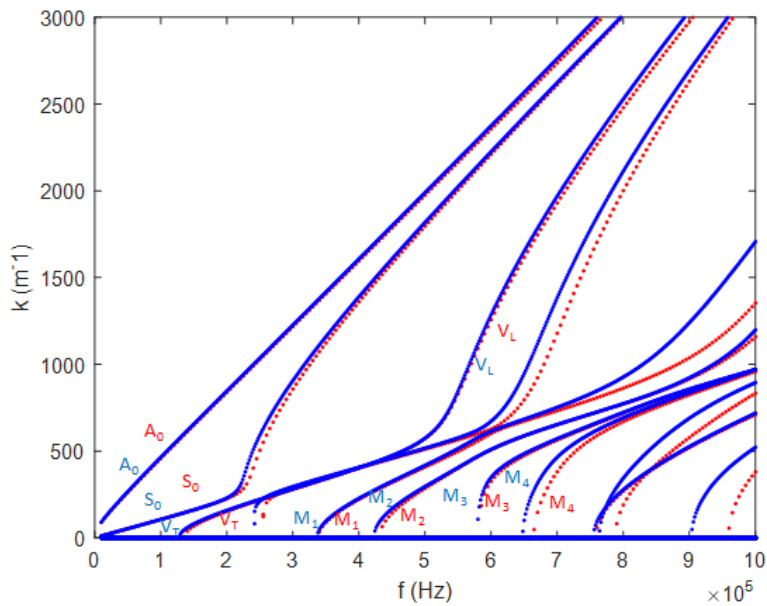


Figure 9 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas $\alpha=\beta=10^{-1}$ (..)

Sur la figure 9, nous avons tracé les courbes de dispersion dans le cas d'une adhésion parfaite sur les 2 interfaces composite/adhésif ($\alpha=\beta=1$) et dans le cas $\alpha=\beta=10^{-1}$. Nous constatons que dans le cas où $\alpha=\beta=10^{-1}$, les courbes de dispersion se superposent aux courbes de dispersion dans le cas $\alpha=\beta=1$ en basses fréquences, mais un léger décalage est observé en haute fréquence.

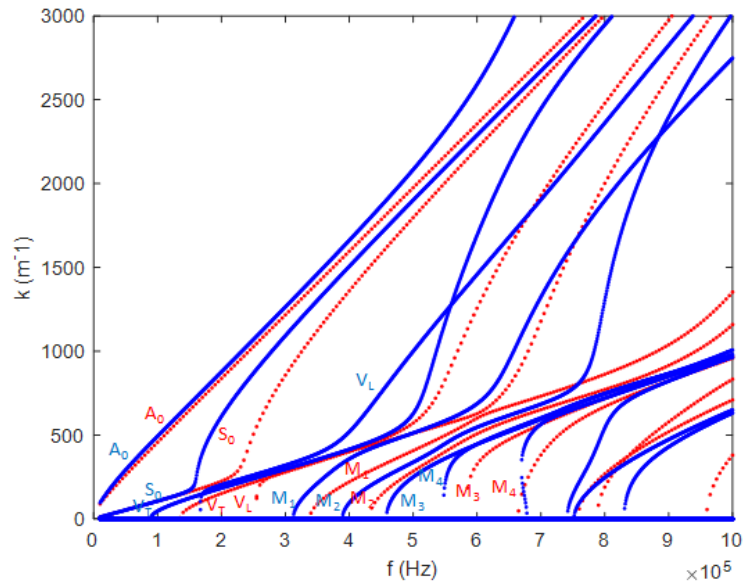


Figure 10 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-2}$ (..)

Sur la figure 10, nous avons tracé les courbes de dispersion dans le cas d'une adhésion parfaite ($\alpha=\beta=1$) et dans le cas $\alpha=\beta=10^{-2}$. Nous commençons à observer un décalage plus net des courbes de dispersion du cas de $\alpha=\beta=10^{-2}$ par rapport à celles du cas de $\alpha=\beta=1$. Nous considérons la valeur $\alpha=\beta=10^{-2}$ correspond à un niveau d'adhésion dégradé.

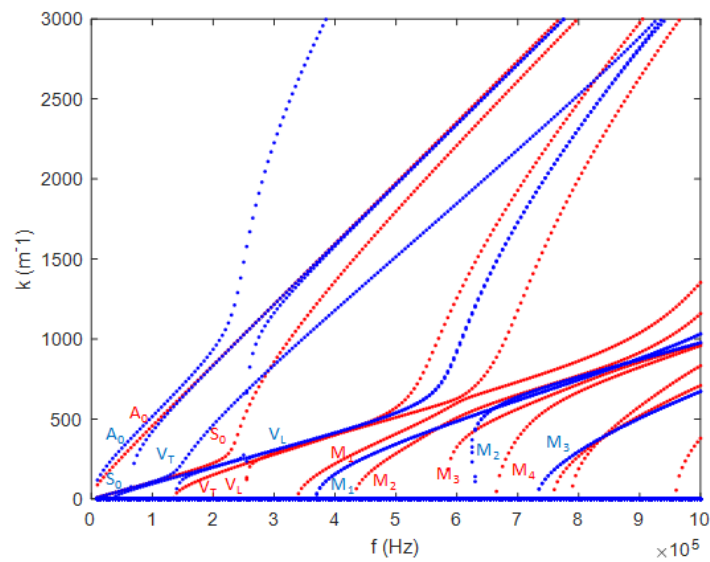


Figure 11 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-3}$ (..)

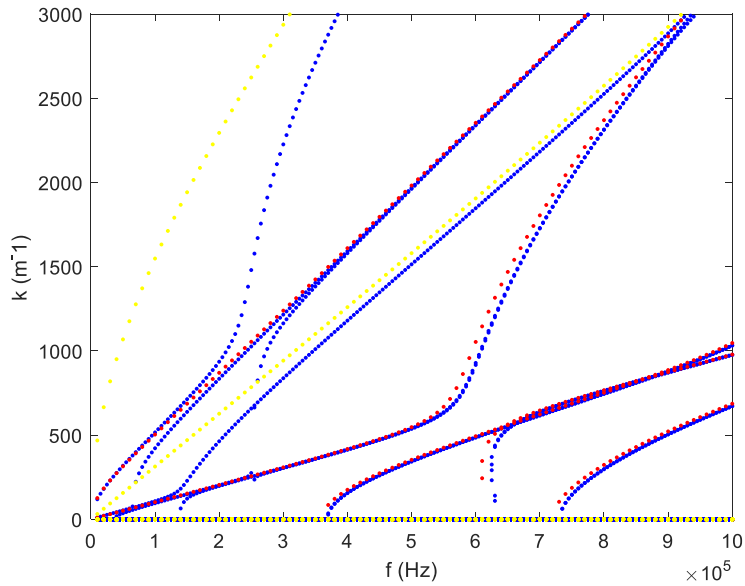


Figure 12 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-3}$ (...), pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche d'adhésif (...)

Nous remarquons sur la figure 11 que les courbes de dispersion pour $\alpha=\beta=10^{-3}$ sont nettement décalées par rapport à celles du cas $\alpha=\beta=1$. La valeur $\alpha=\beta=10^{-3}$ correspond à un faible niveau d'adhésion, voire un début de délaminage. Ceci est confirmé dans la figure 12, où nous observons une superposition de certaines courbes de dispersion pour $\alpha=\beta=10^{-3}$ avec la monocouche de composite.

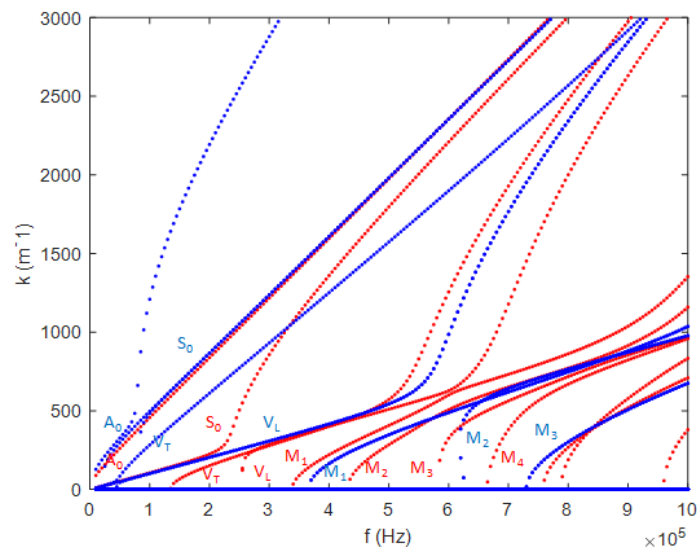


Figure 13 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-4}$ (...)

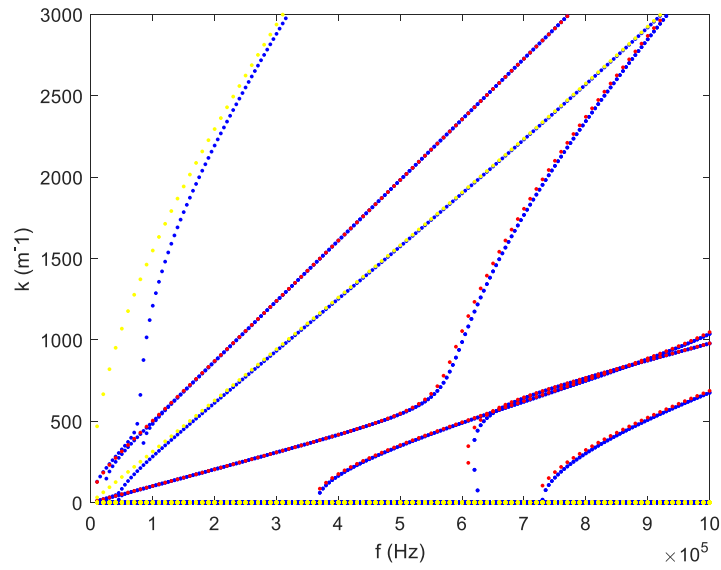


Figure 14 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-4}$ (...), pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche d'adhésif (..)

Sur la figure 13, les courbes de dispersion pour $\alpha=\beta=10^{-4}$ sont décalées par rapport à celles du cas de $\alpha=\beta=1$. La figure 14 montre que les courbes de dispersion de la monocouche de colle commencent à se superposer à celles de la tricouche avec $\alpha=\beta=10^{-4}$, ainsi que la superposition de ces dernières aux courbes de dispersion de la monocouche de composite. La valeur de $\alpha=\beta=10^{-4}$ correspond à un début de délaminage.

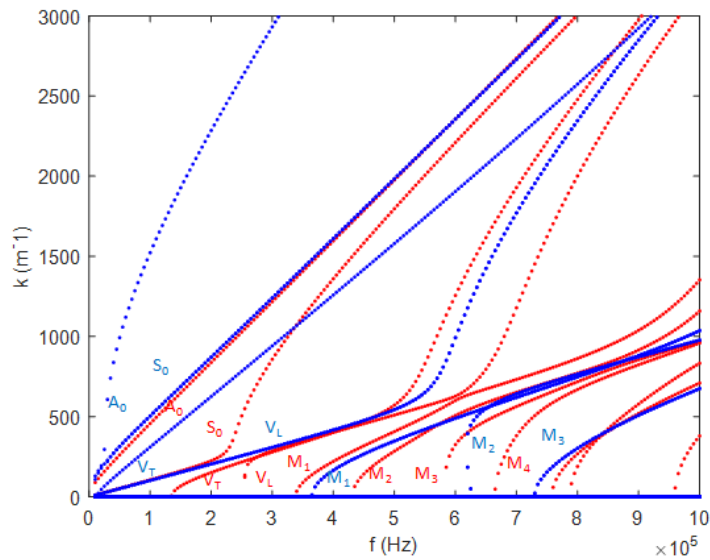


Figure 15 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=1$ (...) et pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-5}$ (...)

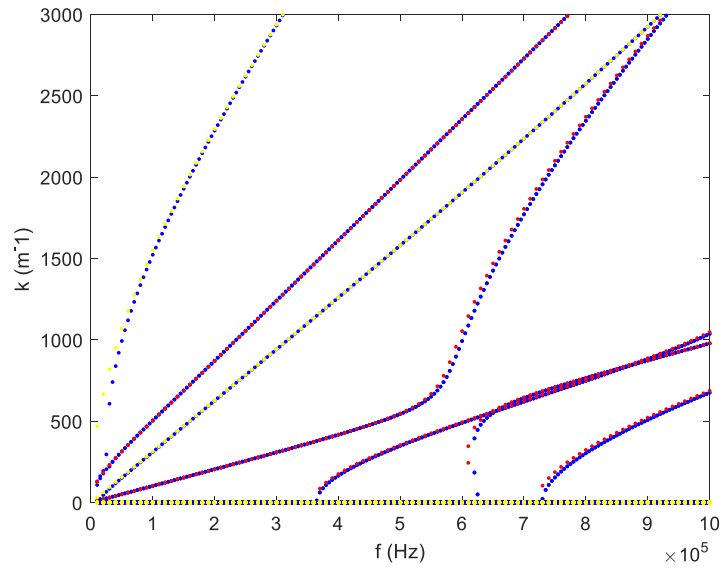


Figure 16 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas de $\alpha=\beta=10^{-5}$ (...), pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche d'adhésif (...)

Sur la figure 15 sont tracées les courbes de dispersion dans le cas d'une adhésion parfaite sur les 2 interfaces composite/adhésif et dans le cas d'une adhésion très dégradée $\alpha=\beta=10^{-5}$. La figure 16 montre que les courbes de dispersion pour cette valeur se superposent quasiment à celles du cas d'une monocouche de composite ainsi que celles du cas d'une monocouche de colle. Ceci confirme que la valeur de $\alpha=\beta=10^{-5}$ correspond à un délaminage.

2.2. Etude de sensibilité aux constantes élastiques du composite

Dans ce paragraphe nous allons tracer les courbes de dispersion numériques d'une monocouche de composite, tout en variant à chaque fois l'une de ses constantes élastiques C_{ij} , afin d'identifier la sensibilité des modes de Lamb à chaque paramètre.

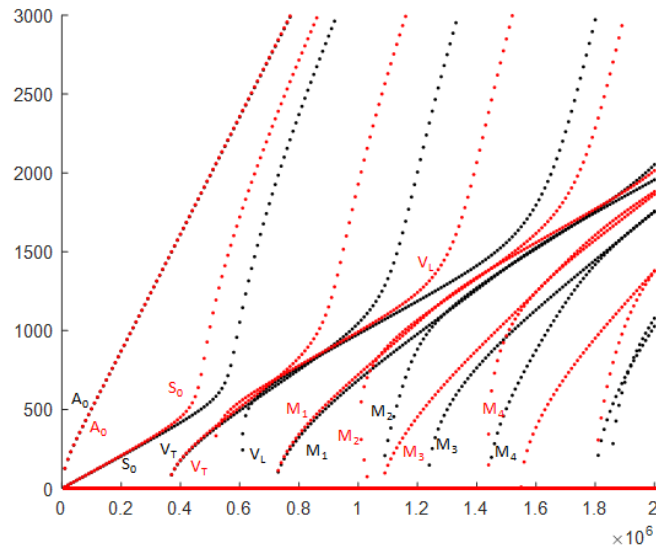


Figure 17: Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche de composite avec C_{11} inférieur de 30% (...)

Dans la figure 17, nous remarquons qu'en diminuant la valeur de C_{11} , les courbes de dispersion se décalent significativement pour tous les modes. Ce décalage est très faible au voisinage des fréquences de coupure.

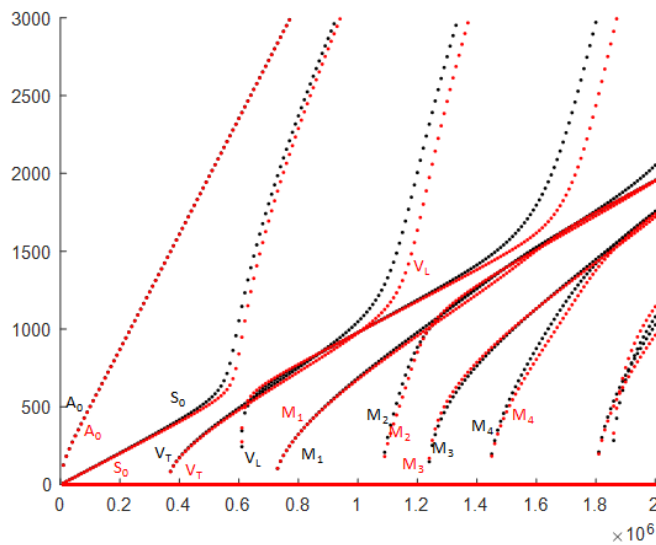


Figure 18 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche de composite avec C_{12} inférieur de 30% (...)

La diminution du C_{12} implique un faible décalage des courbes de dispersion en basses fréquences. Ce décalage est plus important en haute fréquence (cf figure 18). Nous remarquons aussi que le sens du décalage des courbes est opposé par rapport au cas de la variation du C_{11} .

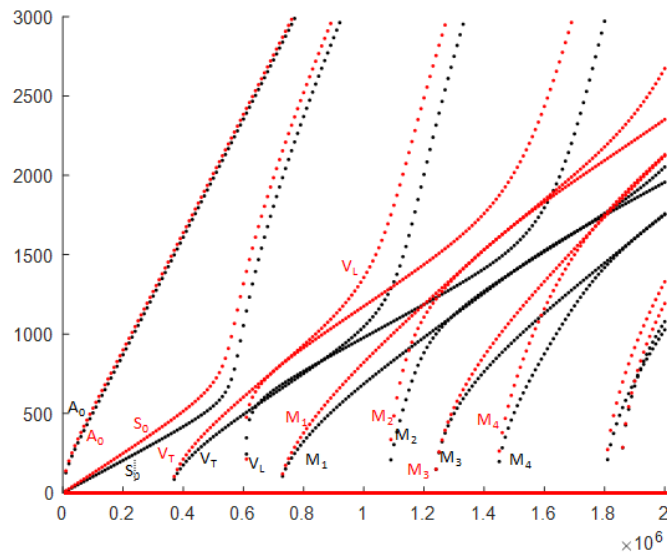


Figure 19 : Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche de composite avec C_{22} inférieur de 30% (...)

Dans la figure 19, les courbes de dispersion montrent que les modes de Lamb sont significativement sensibles à la variation du C_{22} sauf pour le mode A_0 , ce qui se manifeste par le décalage des courbes de dispersion. Ce décalage est très faible au voisinage des fréquences de coupure.

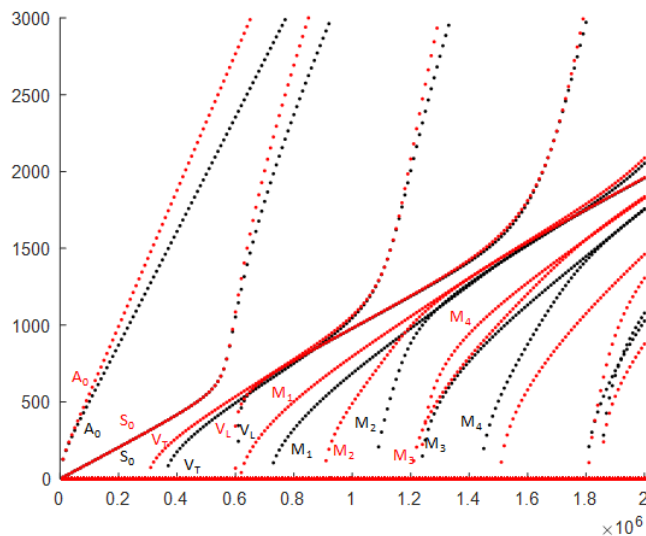


Figure 20: Courbes de dispersion des ondes de Lamb pour le cas d'une monocouche de composite (...) et pour le cas d'une monocouche de composite avec C_{66} inférieur de 30% (...)

Dans la figure 20, nous observons que la variation de C_{66} engendre un décalage des courbes de dispersion qui est faible pour quelques modes, notamment S_0 , V_T et V_L .

3. Présentation des échantillons étudiés

La maîtrise du protocole de collage et sa réalisation sont cruciales. Tous les échantillons ont été réalisés au laboratoire Ingénierie des Matériaux Polymère (IMP, CNRS UMR 5223) de l'INSA Lyon avec l'aide de Jocelyne Galy, Directrice de Recherche CNRS. L'objectif a été d'obtenir des échantillons avec des propriétés cohésive et adhésive différenciées et contrôlées.

3.1. Préparation des surfaces des substrats à encoller

Le composite carbone-époxy fourni par SAFRAN a un film protecteur sur l'interface rugueuse destinée à être encollée, l'autre interface est polie. La rugosité de la surface à encoller peut améliorer significativement la qualité de l'adhésion. Le traitement par film protecteur est un moyen simple d'obtenir une rugosité contrôlée : il consiste en une seule couche en téflon posée sur une face du matériau composite avant le processus de fabrication. Au cours du cycle de durcissement, cette couche s'imprègne progressivement avec la matrice du composite. A la fin du processus de fabrication, comme le film protecteur fait partie intégrante du composite, son élimination permet d'obtenir une surface rugueuse efficacement nettoyée de toute pollution de fabrication [26].

Dans le but de dégrader l'adhésion, voire un délaminage, le traitement de surface choisi a été d'appliquer un agent démoulant sur la surface à encoller après avoir préalablement retiré le film protecteur de chaque substrat. Ensuite, la plaque de composite est mise dans une étuve pendant 2 heures à 120°, puis refroidit avant de commencer le processus de collage, afin de fixer l'agent démoulant.

3.2. Préparation de l'adhésif

Les adhésifs structuraux réalisés à partir des époxyes sont les plus utilisés dans le domaine industriel [27]. Dans notre étude, nous avons donc choisi d'utiliser un adhésif réalisé à base d'un pré-polymère époxyde et d'un durcisseur diamine, le même que celui utilisé dans les travaux de C. Gauthier et al [3], [28]. Ce dernier est le plus utilisé pour réaliser les adhésifs structuraux [27].

La résine utilisée est du Diglycidyl Ether du Bisphénol A (DGEBA) fabriquée par DOW Chemical sous la référence de DER 556 et le durcisseur une diamine aliphatique fabriquée par Huntsman appelée Jeffamine D 230. Les proportions de ces constituants sont de 32,33 g de D 230 pour 100 g de DER 556. La conversion de la résine époxyde est un paramètre qui impacte les qualités adhésive et cohésive des assemblages.

3.3. Réalisation des assemblages

3.3.1. Réalisation des échantillons tricouches

Pour obtenir l'épaisseur d'adhésif souhaitée, nous utilisons des empreintes en silicone de même épaisseur, que l'on pose en périphérie de la surface à encoller du premier substrat, pour ensuite poser dessus le deuxième substrat. Le deuxième substrat a été préalablement percé de deux trous : un pour permettre l'injection de la colle et l'autre pour l'évacuation de l'air et du surplus de colle. La figure 21 montre les deux substrats à encoller. Un joint de mastic est appliqué sur les bords des plaques pour assurer l'assemblage avant d'injecter la colle et éviter les fuites. Cet assemblage est mis sous presse pendant au moins 4 heures pour assurer la prise du mastic et obtenir l'épaisseur du film de colle souhaitée.

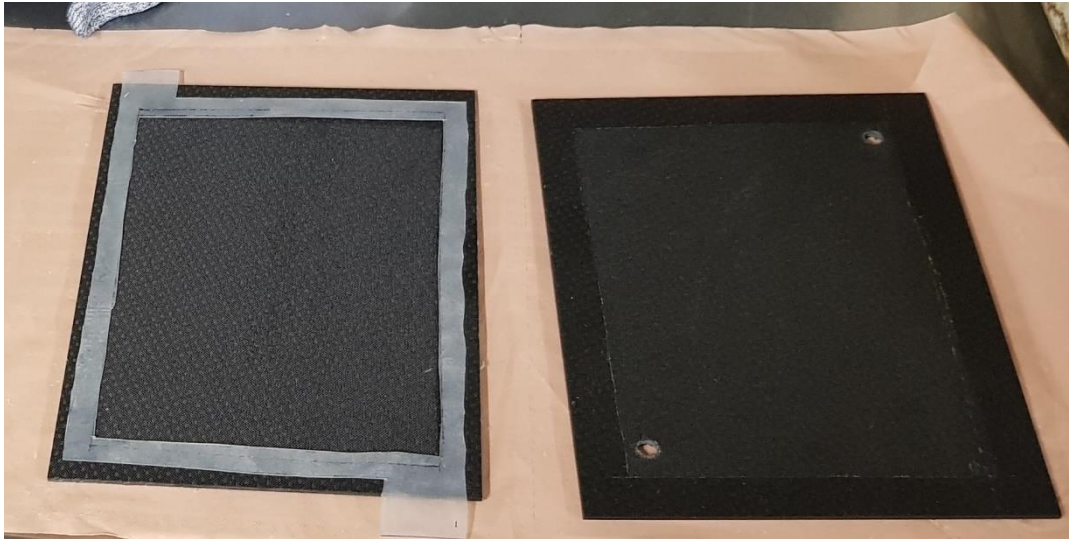


Figure 21 : Préparation des substrats de composite à encoller

Pendant le pré-assemblage (prise du mastic), on prépare l'adhésif époxy. L'adhésif est alors injecté par l'un des trous. Pour l'injection de la colle, nous utilisons une seringue que nous collons sur le trou et y versons le volume nécessaire pour remplir la zone intérieure de l'empreinte en silicone. Ce processus d'injection de colle est illustré par la figure 22. Le deuxième trou servant à l'échappement de l'air permet l'écoulement du surplus de colle. Quand la colle commence à sortir par le deuxième trou, ceci nous informe que l'encollage est terminé. Les échantillons sont alors mis sous presse à température ambiante pendant 24 heures pour assurer un taux de réticulation de la colle de 80%. Si une réticulation totale est souhaitée, la température est ensuite portée à 160°C pendant 4 heures.

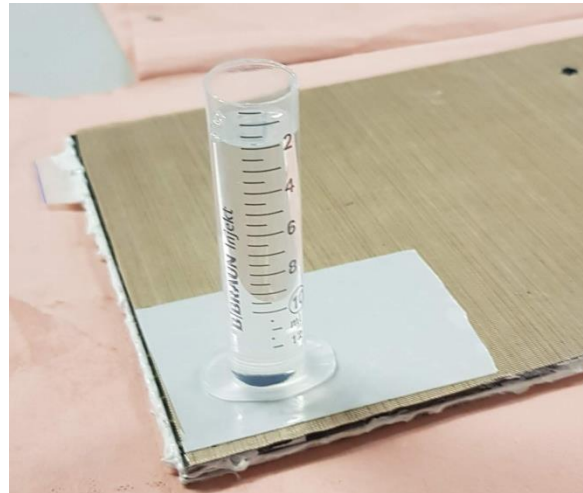


Figure 22 : Injection de la colle dans les assemblages

3.3.2. Réalisation des échantillons bicouches

Pour obtenir des échantillons bicouches composite/adhésif, le substrat de composite est préparé comme pour les assemblages tricouches mais la couche de colle est étalée à l'aide d'un barcoater (cf. figure 23) qui permet d'assurer une épaisseur constante du film de colle.

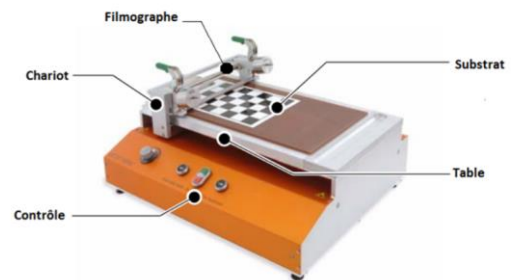


Figure 23 : Barcoater et réalisation d'un bicouche

Après avoir étalé la colle sur le substrat, l'échantillon est laissé à température ambiante afin d'assurer une réticulation à 80% de la colle, puis dans une étuve à une température de 160°C si un taux de réticulation de 100% est souhaité. La figure 24 montre les échantillons bicouches réalisés.



Figure 24 : Echantillons bicouches

3.4. Echantillons de l'étude

Notre étude a nécessité la réalisation de différents types d'échantillons, notamment des bicouches et des tricouches. Nous avons donc réalisé trois types d'échantillons tricouches en double, ainsi qu'un échantillon bicouche en double également. Le matériau composite carbone-époxy utilisé a été fabriqué par SAFRAN. Il est composé de 8 plis de tissus pré-imprégnés orientés à 0/45/0/45/45/0/45/0, l'épaisseur d'un pli est d'environ 0.3 mm, pour une épaisseur totale de 2.4 mm. Le tissu de carbone est à haute résistance avec une masse surfacique de 285g/m². Le système époxy est de classe 180 avec un taux d'imprégnation de 40%. La réticulation se fait à une température inférieure à 190°C. La température de transition vitreuse est d'environ 200°C. La gamme d'utilisation de cette résine est comprise entre -55°C et 140°C. Comme indiqué précédemment, un tissu d'arrachage a été appliqué sur une des faces pour protéger la surface avant encollage et augmenter la rugosité de surface et ainsi améliorer la mouillabilité du composite.

Un échantillon bicouche a été réalisé dans le but d'étudier une seule interface collée avec un niveau d'adhésion fort. Le film protecteur a été retiré du composite puis l'adhésif époxy a été déposé à l'aide du barcoater pour obtenir une épaisseur d'adhésif de 0.5 mm. Le film adhésif époxy a été réticulé à 100% (réticulation totale). Cet échantillon devrait posséder le niveau d'adhésion le plus fort : il est appelé S100, S pour strong, le 100 indiquant le taux de réticulation.

Un deuxième échantillon de référence avec une qualité d'adhésion élevée a été réalisé mais cette fois-ci avec deux interfaces collées : il s'agit d'un échantillon tricouche composite/adhésif/composite. Le film protecteur a été retiré des deux substrats composites. L'injection de l'adhésif a été faite selon le protocole décrit au paragraphe 3.3.1. L'adhésif époxy a été réticulé à 100%. Cet échantillon est appelé S100S pour indiquer un fort niveau d'adhésion sur les deux interfaces composite/époxy et 100 pour indiquer la réticulation totale.

Un troisième échantillon avec une qualité d'adhésion dégradée sur les deux interfaces a été réalisé en appliquant une couche d'agent démoulant sur les deux surfaces à encoller pour

dégrader l'adhésion sur les 2 interfaces. Une fois l'assemblage effectué, il a été laissé sous presse pendant 48 heures à température ambiante : l'adhésif n'a été réticulé qu'à 80%. Cet échantillon est appelé W80W : W pour weak, 80 indiquant le taux de réticulation.

Un dernier échantillon tricouche à qualité d'adhésion dissymétrique a aussi été réalisé dans l'objectif d'obtenir un échantillon avec un fort niveau d'adhésion sur une interface et un faible niveau d'adhésion sur la deuxième interface. Après avoir retiré le film protecteur, une couche d'agent démoulant a été appliquée sur la surface à encoller d'un seul substrat. Une fois l'assemblage effectué, il a été laissé sous presse pendant 48 heures à température ambiante : l'adhésif n'a été réticulé qu'à 80%. Cet échantillon est appelé S80W lorsque l'excitation acoustique sera réalisée du côté « adhésion forte », et W80S lorsqu'il sera excité du côté « adhésion faible ».

Le tableau 3 récapitule l'ensemble des échantillons réalisés avec leur nomenclature :

Nomenclature	Interface 1	Interface 2	Taux de réticulation de l'adhésif époxy
Bicouche S100	Adhésion forte		100%
Tricouche S100S	Adhésion forte	Adhésion forte	100 %
Tricouche W80S	Adhésion faible (agent démoulant)	Adhésion forte	80 %
Tricouche W80W	Adhésion faible (agent démoulant)	Adhésion faible (agent démoulant)	80 %

Tableau 3 : Nomenclatures des échantillons de l'étude

4. Caractérisation expérimentale de la qualité d'adhésion par ultrasons

Dans ce paragraphe, nous allons présenter les études expérimentales réalisées sur les échantillons de référence en décrivant les dispositifs expérimentaux utilisés. L'objectif est de dégager leurs propriétés cohésive et adhésive pour une comparaison avec les échantillons vieillis dans les chapitres 3 et 4.

4.1. Étude par ondes de Lamb de la monocouche de composite de référence (non vieillie)

4.1.1. Dispositifs expérimentaux

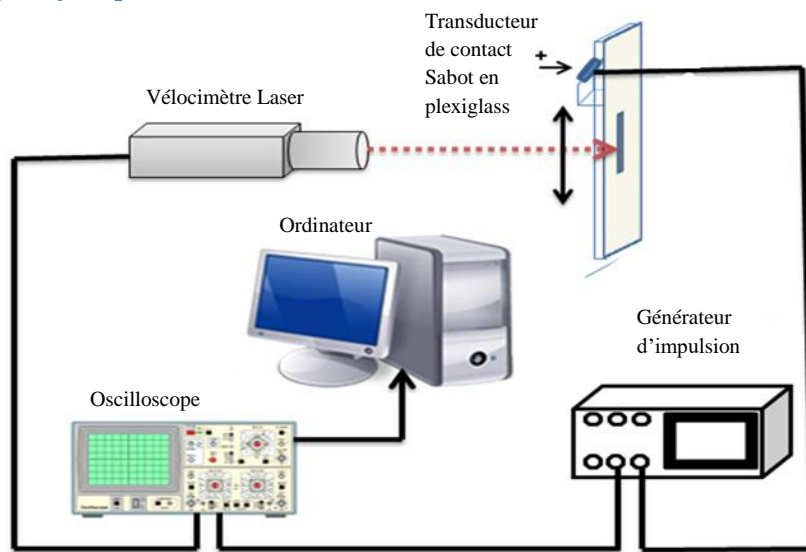


Figure 25 Dispositif expérimental à transducteur de contact

Le dispositif expérimental est présenté sur la figure 25. Afin de générer des ondes de Lamb, on place un transducteur émetteur de contact à onde longitudinale de marque Olympus, de fréquence centrale de 2,25 MHz et de bande passante à -6 dB de 2 MHz, sur un sabot en PMMA incliné d'un angle de 30°. Ce sabot est ensuite posé sur la structure à étudier. Un gel couplant de marque Sofranel UCA-2 est appliqué sur les surfaces de contact entre le sabot et le transducteur, ainsi qu'entre le sabot et le substrat. Le transducteur est excité par une impulsion de durée 300 ns et d'amplitude 300 V délivrée par un générateur d'impulsion OLYMPUS 5058PR. On utilise un vibromètre laser Polytec OFV-5000 comme récepteur réglé sur une sensibilité de $20 \text{ V}/(\text{m}\cdot\text{s}^{-1})$. Les déplacements normaux de l'onde de Lamb générée en fonction du temps sont ainsi recueillis à la surface de la plaque en différentes positions dans la direction de propagation sur une distance de 50 mm avec un pas de 0,1 mm. Le pas spatial est très inférieur aux longueurs d'ondes des ondes générées qui sont de l'ordre de quelques millimètres. L'interférométrie laser permet un examen sans contact, localisé et sur une large gamme fréquentielle.

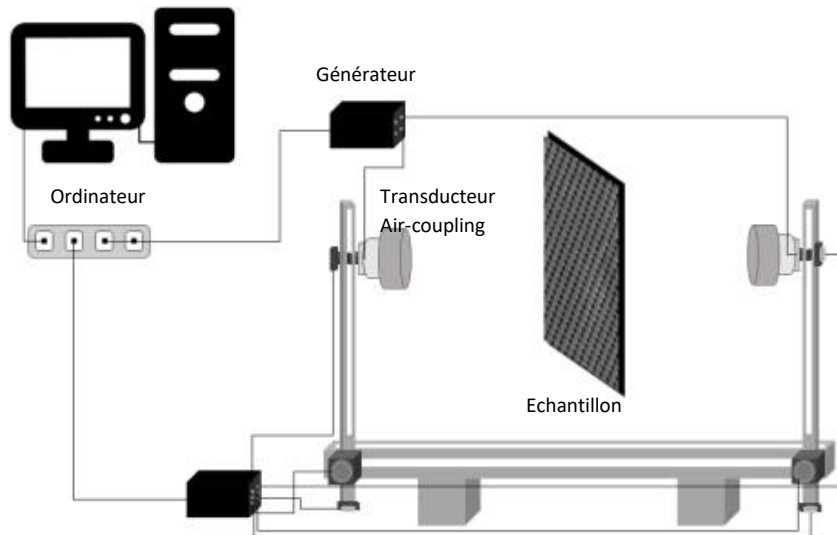


Figure 26 : Dispositif expérimental à transducteurs air-coupling

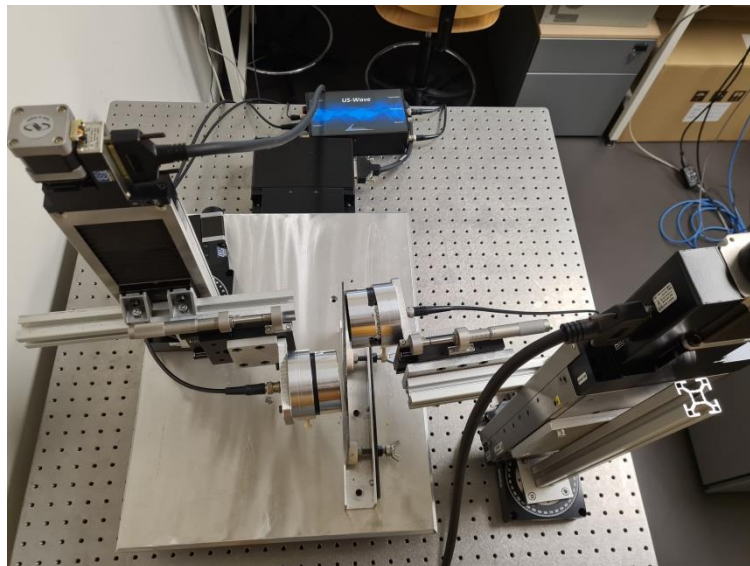


Figure 27: Image du dispositif expérimental à transducteurs air-coupling inclinés

On utilise aussi le dispositif expérimental représenté à la figure 26 qui est un banc expérimental US Wave à transducteurs air-coupling. On place deux transducteurs air-coupling (fréquence centrale de 360 kHz, bande passante de 300kHz à -6 dB) : un en émission et l'autre en réception, en face à face de part et d'autre de la plaque. Ces transducteurs, par rapport aux transducteurs de contact, permettent de s'affranchir des problèmes liés au couplage transducteur/structure. Ils sont placés en incidence oblique pour générer des ondes de Lamb (cf. figure 27).

Ce dispositif est utilisé en transmission. En effet, la méthode de transmission est généralement utilisée pour le contrôle de certains matériaux de structure complexe,

notamment les matériaux composites. L'énergie ultrasonore transmise diminue ou devient nulle en cas de présence d'un défaut ou d'une discontinuité dans l'échantillon. Les transducteurs sont placés sous un certain angle par rapport à la surface de l'échantillon. Le transducteur émetteur est fixe et le transducteur récepteur est translaté dans la direction de propagation suivant l'axe x sur une longueur de 50 mm. Cette configuration est utilisée afin de générer des ondes de Lamb. Ces ondes sont généralement utilisées pour contrôler des structures avec une faible épaisseur.

4.1.2. Résultats expérimentaux

4.1.2.1. Banc transducteur de contact-laser

Pour caractériser la monocouche de composite d'épaisseur de 2,4 mm et confirmer ses caractéristiques élastiques données dans le tableau 1, nous avons utilisé le protocole expérimental à transducteur de contact et interféromètre laser décrit dans le paragraphe précédent. Cette méthode permet d'obtenir les courbes de dispersion expérimentales et de les superposer à celles issues du modèle numérique afin de confirmer les valeurs des constantes élastiques C_{ij} du composite utilisé dans notre étude.

Pour chaque position du laser, le signal temporel est acquis sur une durée de 100 μ s correspondant à 20000 points temporels, soit une fréquence d'échantillonnage de 200 MHz. Cette fréquence d'échantillonnage est largement suffisante étant données les fréquences des ondes de Lamb étudiées qui sont de l'ordre du MHz. Ces acquisitions sont ensuite regroupées sous forme d'une matrice temps-position de 20000 lignes (correspondant aux échantillons temporels) et 500 colonnes (correspondant aux positions dans la direction de propagation). Les éléments de la matrice représentent les amplitudes des déplacements normaux de surface. Cette matrice, représentée sous Matlab, donne la figure 28 (a). La figure 28 (b) représente un exemple d'une acquisition du signal temporel à la position $x=1$ mm.

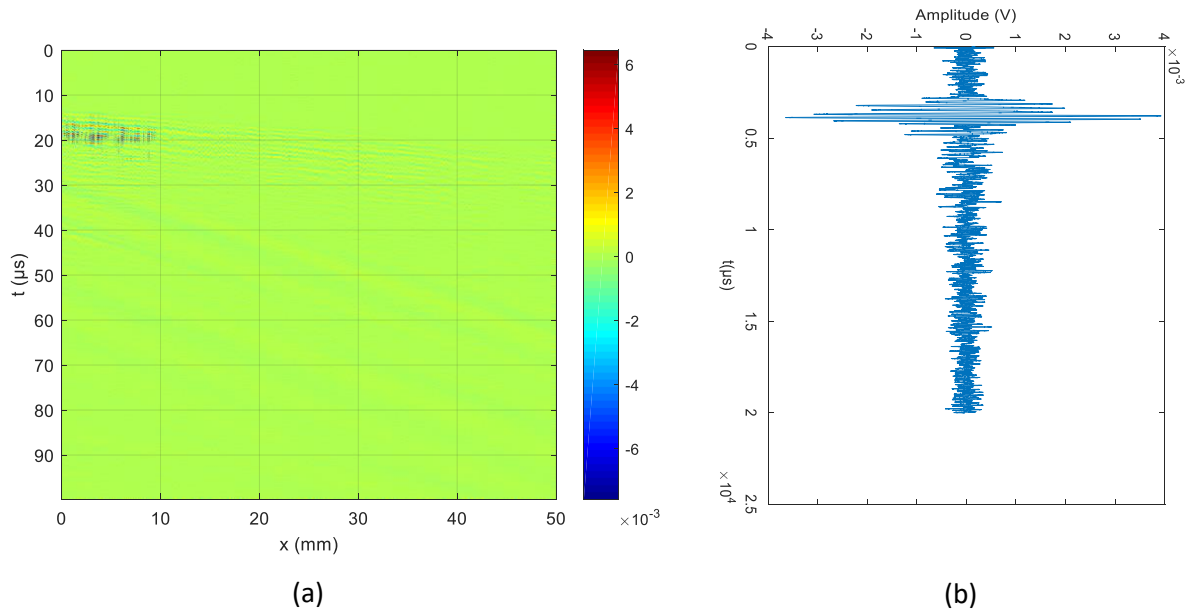


Figure 28 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position $x=1$ mm (b) pour l'échantillon monocouche de composite.

Pour effectuer une étude modale, on applique à la matrice temps-position un traitement de signal pour obtenir les courbes de dispersion expérimentales en représentation nombre d'onde-fréquence (k,f) afin de les comparer aux courbes de dispersion numériques du modèle aux interphases. Pour ce faire, nous calculons la double transformée de Fourier de la matrice temps-position expérimentale. Nous calculons d'abord la FFT temporelle sur 2^{16} points d'où un pas fréquentiel de 305 Hz pour obtenir la représentation position-fréquence. Ensuite une FFT spatiale est calculée sur 2^{14} points d'où un pas en nombre d'onde de $3,83 \text{ m}^{-1}$ afin d'obtenir la représentation nombre d'onde-fréquence. L'objectif est de respecter le théorème d'échantillonnage de Nyquist-Shannon, ce qui est largement vérifié dans notre cas. Le module du résultat obtenu nombre d'onde-fréquence est représenté en niveaux de couleurs.

La figure 29 montre les courbes de dispersion expérimentales obtenues par le banc expérimental à transducteur de contact en émission et vibromètre laser en réception superposées aux courbes de dispersion numériques pour les C_{ij} du composite donnés dans le tableau 1.

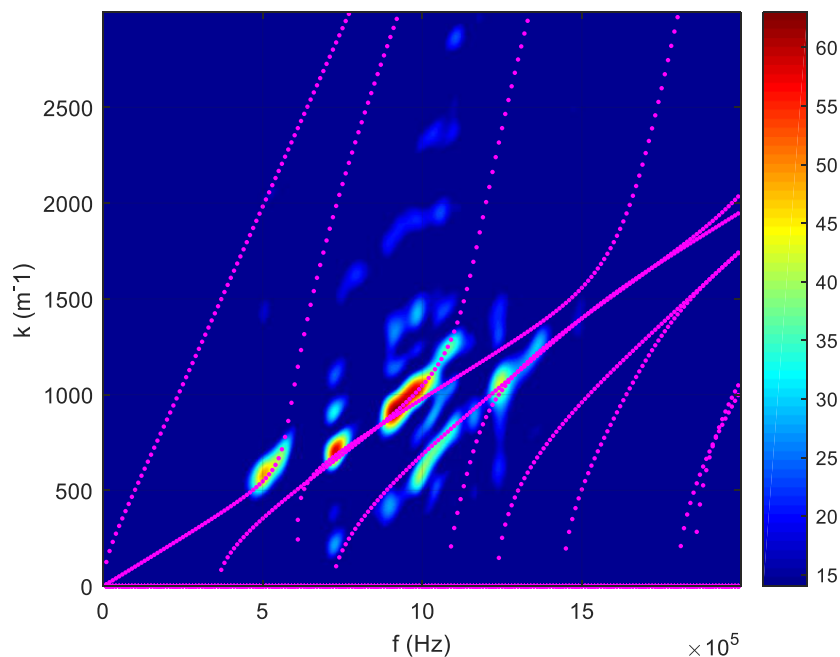


Figure 29 : Courbes de dispersion expérimentales des ondes de Lamb pour l'échantillon monocouche de composite d'épaisseur 2,35 mm superposées aux courbes de dispersion numériques (...)

La bonne correspondance entre les résultats expérimentaux et numériques confirme les constantes élastiques du composite données dans le tableau 1. Une vérification complémentaire est faite dans la suite grâce au banc expérimental à air-coupling.

4.1.2.2. Banc à transducteurs Air-Coupling

Pour confirmer le résultat précédent, nous avons utilisé le dispositif expérimental à transducteurs air-coupling décrit plus haut. On relève ainsi l'amplitude des déplacements provoqués par le passage de l'onde guidée de Lamb en fonction du temps, et pour plusieurs positions dans la direction de propagation. La fenêtre temporelle étudiée a une durée de 600 μs correspondant à 15000 points temporels et donc le pas temporel est de 0.04 μs . L'acquisition du signal est effectuée tous les 0,1 mm. Ces acquisitions pour chaque position constituent la matrice temps-position de 15000 lignes et 500 colonnes, dont les éléments sont les amplitudes des déplacements de surface. La figure 30 (b) représente un exemple d'une acquisition du signal temporel à la position $x=1$ mm avec un angle d'incidence et de réception de 13° et avec une fréquence centrale de 250 kHz. Ces acquisitions sont regroupées dans la matrice représentée en niveaux de couleurs dans la figure 30 (a).

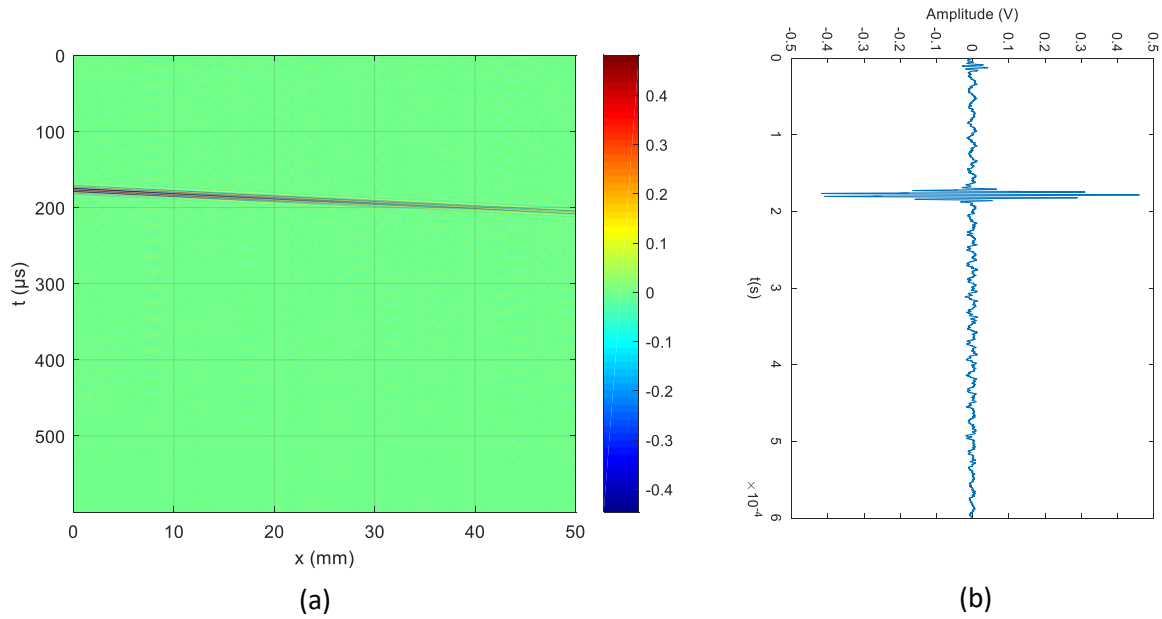


Figure 30 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position $x=1$ mm (b) pour l'échantillon monocouche de composite.

La double transformée de Fourier a été effectuée sur cette matrice temps-position pour obtenir la représentation nombre d'onde-fréquence qui permet d'obtenir les courbes de dispersion expérimentales. Les courbes de dispersion numériques sont ensuite superposées dans l'objectif de confirmer les paramètres élastiques (C_{ij}) du composite. Cette méthode a été appliquée pour différents angles d'incidence (égaux aux angles de réception) et différentes fréquences centrales pour générer plusieurs modes de Lamb. La figure 31 regroupe les résultats obtenus, où les modes S_0 et A_0 ont été identifiés.

La figure 31 (a) représente les courbes de dispersion expérimentales obtenues pour le cas du transducteur émetteur à une fréquence de 400 kHz et un angle d'incidence de 3° , la figure 31 (b) à une fréquence de 120 kHz et un angle d'incidence de 5° , la figure 31 (c) à une fréquence de 400 kHz et un angle d'incidence de 11° et la figure 31 (d) à une fréquence de 250 kHz et un angle d'incidence de 13° . Ces courbes sont superposées aux courbes numériques (...).

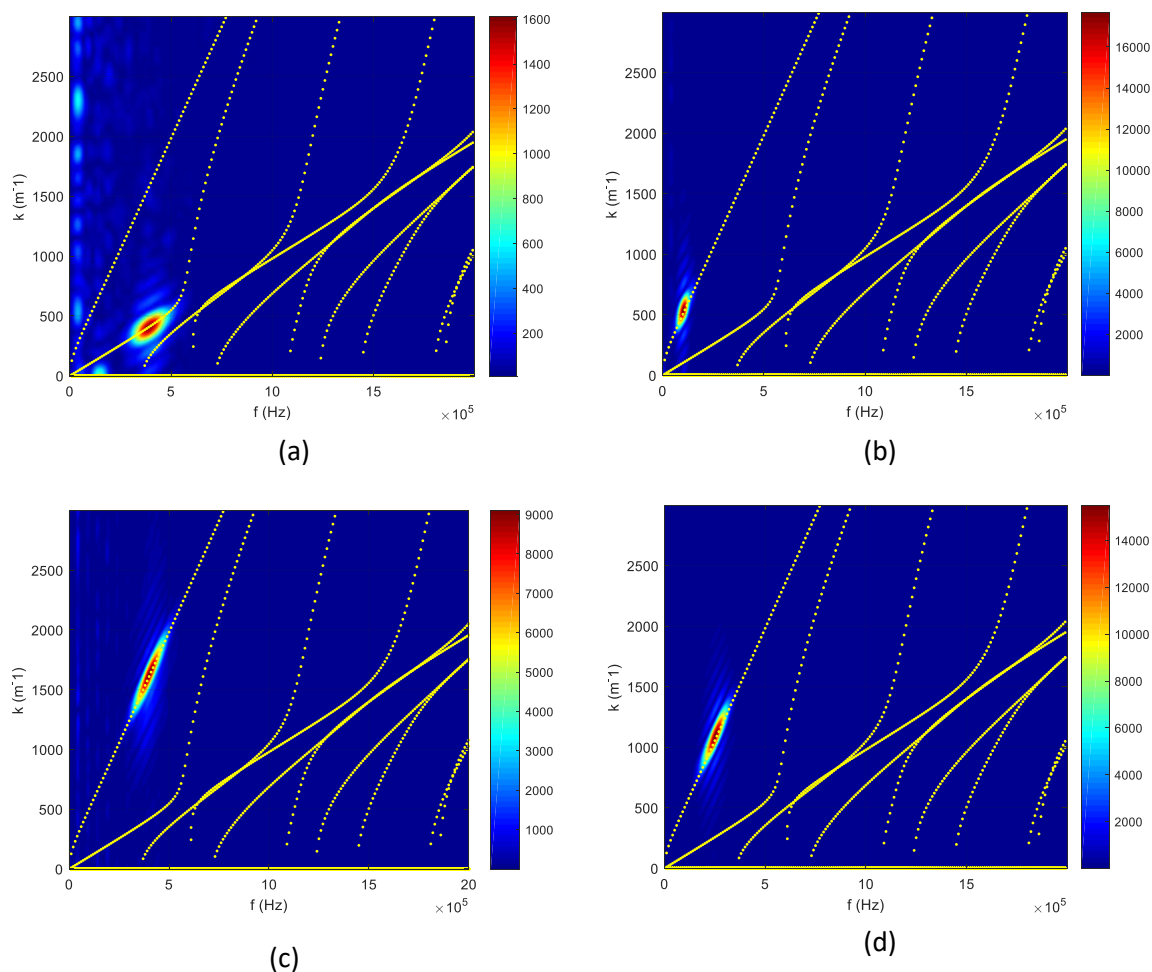


Figure 31 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux courbes de dispersion numériques (...) pour l'échantillon monocouche de composite d'épaisseur 2,35 mm

Sur toutes ces figures, on constate une très bonne superposition entre les résultats expérimentaux et numériques, ce qui confirme encore une fois les C_{ij} de la couche composite donnés dans le tableau 1. Ce sont donc ces constantes qui seront comparées à celles de la monocouche vieillie.

On constate par ailleurs que le banc Air-Coupling fournit des mesures beaucoup moins bruitées que le banc transducteur de contact-interféromètre laser.

4.2. Évaluation de la qualité d'adhésion dans la bicouche Composite/Epoxy de référence (non vieillie) S100 par ondes de Lamb

L'échantillon S100 a été étudié avec le banc à transducteur de contact et interféromètre laser décrit dans le paragraphe 4.1.1 pour obtenir les courbes de dispersion expérimentales. Les courbes de dispersion numériques d'une structure bicouche sont ensuite superposées aux expérimentales. L'objectif est de caractériser le niveau d'adhésion de l'échantillon S100.

La figure 32 représente les courbes de dispersion expérimentales de l'échantillon S100 superposées aux courbes de dispersion numériques issues du modèle aux interphases pour une structure bicouche composite/adhésif pour $\alpha=1$.

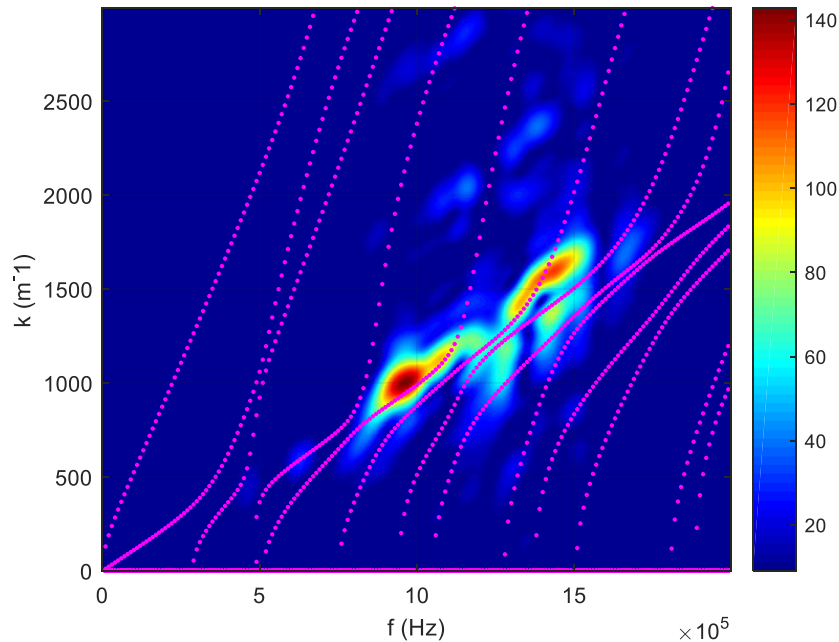


Figure 32 : Courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100 superposées aux courbes de dispersion numériques des ondes de Lamb pour une structure bicouche avec $\alpha=1$ (...)

Pour l'échantillon S100, nous observons sur la figure 32 que les courbes de dispersion expérimentales se superposent aux courbes de dispersion numériques obtenues par le modèle numérique aux interphases pour $\alpha=1$.

4.3. Evaluation de la qualité d'adhésion dans la tricouche Composite/Epoxy/Composite de référence non vieillie

4.3.1. Résultats expérimentaux avec dispositif à transducteur de contact-interféromètre laser

Afin de caractériser les échantillons S100S, W80W, S80W et W80S, nous utilisons le dispositif expérimental à transducteur de contact.

L'ensemble des échantillons répertoriés dans le tableau 1 ont été étudiés dans les mêmes conditions expérimentales (même signal d'excitation, même angle du sabot, même transducteur et mêmes conditions d'acquisition et de traitement de signal). Les courbes de dispersion expérimentales obtenues pour chaque échantillon sont ensuite superposées aux courbes de dispersion issues du modèle aux interphases. L'objectif est de déterminer le niveau

d'adhésion de chaque échantillon via le couple de valeurs (α , β) issu du modèle qui permet la meilleure superposition des courbes de dispersion expérimentales et numériques.

Les courbes de dispersion expérimentales représentées dans la figure 33 sont superposées aux courbes de dispersion numériques obtenues pour les valeurs de paramètres de niveaux d'adhésion α et β ayant donné la meilleure superposition, pour l'échantillon S100S.

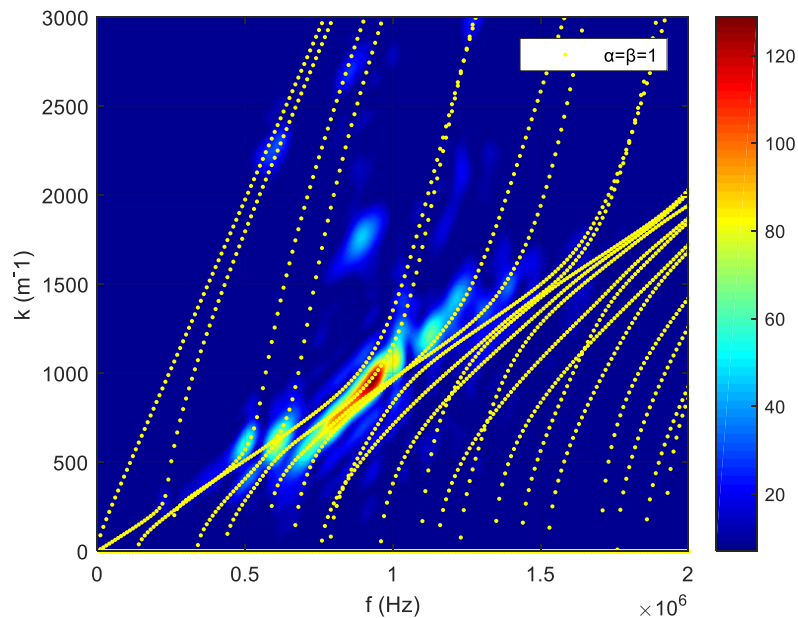


Figure 33 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une tricouche avec $\alpha=\beta=1$ (...) pour l'échantillon S100S

Nous observons sur la figure 33 que les courbes de dispersion expérimentales se superposent aux courbes de dispersion obtenues par le modèle numérique aux interphases pour $\alpha=\beta=1$. Ce résultat confirme que l'échantillon S100S correspond à un fort niveau d'adhésion à ses deux interfaces.

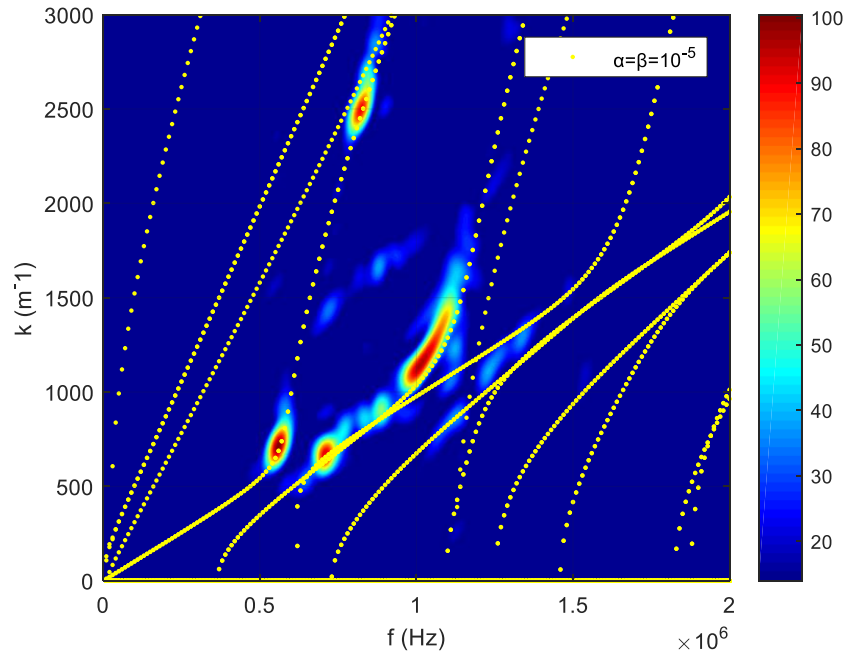


Figure 34 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une tricouche avec $\alpha=\beta=10^{-5}$ (...) pour l'échantillon W80W

La figure 34 montre que les courbes de dispersion expérimentales obtenues pour l'échantillon W80W se superposent avec les courbes de dispersion numériques pour $\alpha=\beta=10^{-5}$. Ce résultat correspond à un faible niveau d'adhésion, ce qui confirme nos prédictions pour cet échantillon.

La figure 35 représente les courbes de dispersion expérimentales pour le même échantillon W80W superposées aux courbes de dispersion numériques d'une monocouche de composite.

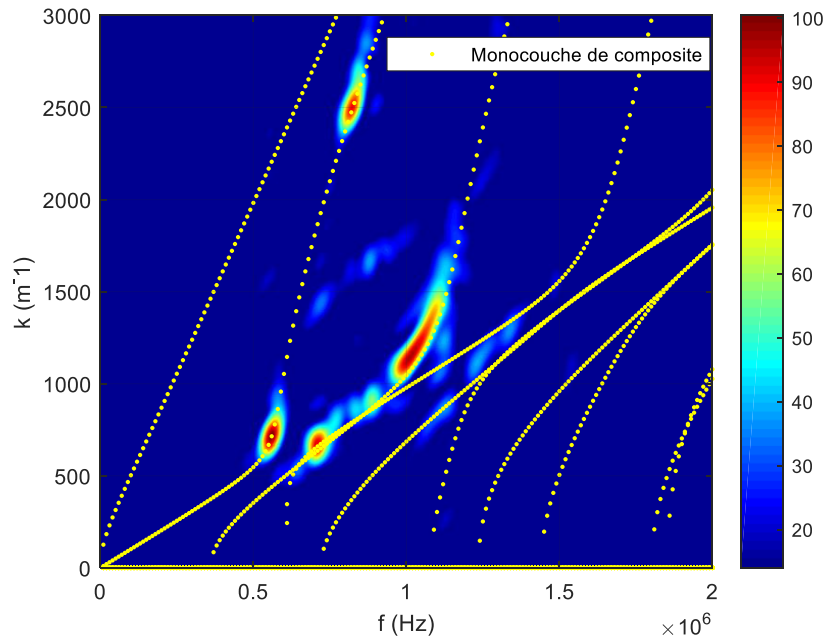


Figure 35 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une monocouche (...) pour l'échantillon W80W

La figure 35 montre que les courbes de dispersion expérimentales obtenues pour l'échantillon W80W se superposent avec les courbes de dispersion numériques pour une monocouche de composite. Ce résultat vient confirmer le résultat précédent que cet échantillon correspond à un faible niveau d'adhésion.

La figure 36 représente les courbes de dispersion expérimentales superposées aux courbes de dispersion numériques avec les valeurs de paramètres de niveaux d'adhésion $\alpha=10^{-5}$ et $\beta=1$ pour l'échantillon W80S.

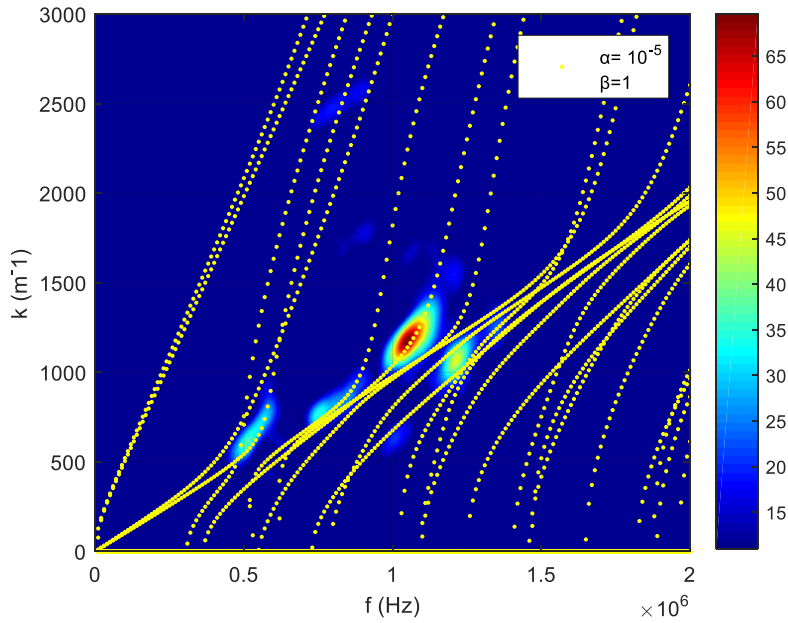


Figure 36 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une tricouche avec $\alpha= 10^{-5}$ et $\beta=1$ (...) pour l'échantillon W80S

Pour l'échantillon à niveau d'adhésion dissymétrique, la figure 36 montre que les courbes de dispersion expérimentales pour le cas W80S se superposent aux courbes de dispersion numériques pour $\alpha=10^{-5}$ et $\beta=1$. Ce résultat confirme la dissymétrie des niveaux d'adhésion de cet échantillon : une interface a un faible niveau d'adhésion, l'autre un fort niveau d'adhésion.

La figure 37 représente les courbes de dispersion expérimentales pour le même échantillon W80S superposées aux courbes de dispersion numériques d'une monocouche de composite.

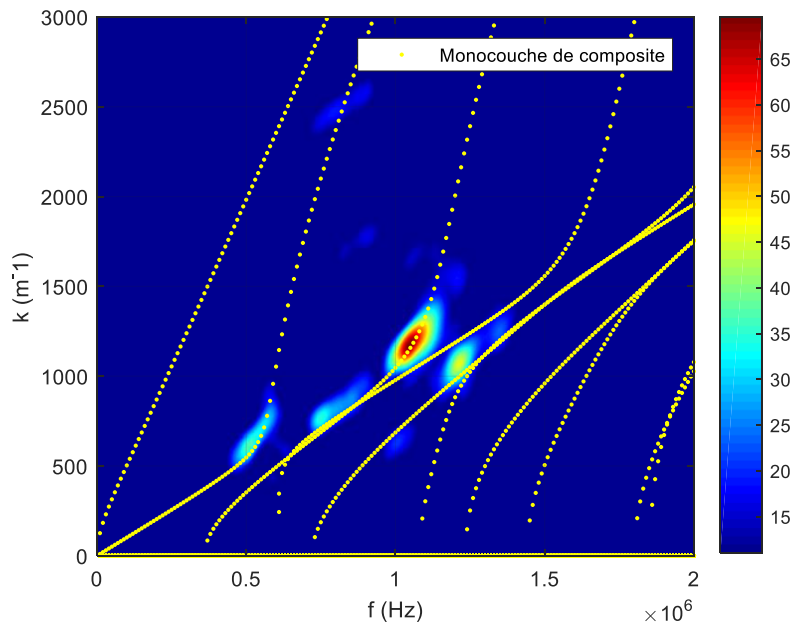


Figure 37 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une monocouche (...) pour l'échantillon W80S

La figure 37 montre que les courbes de dispersion expérimentales obtenues pour l'échantillon W80S se superposent avec les courbes de dispersion numériques pour une monocouche de composite. Ce résultat confirme que la première interface de cet échantillon correspond à un faible niveau d'adhésion.

La figure 38 représente les courbes de dispersion expérimentales superposées aux courbes de dispersion numériques avec les valeurs de paramètres de niveaux d'adhésion $\alpha=1$ et $\beta=10^{-5}$ pour l'échantillon S80W.

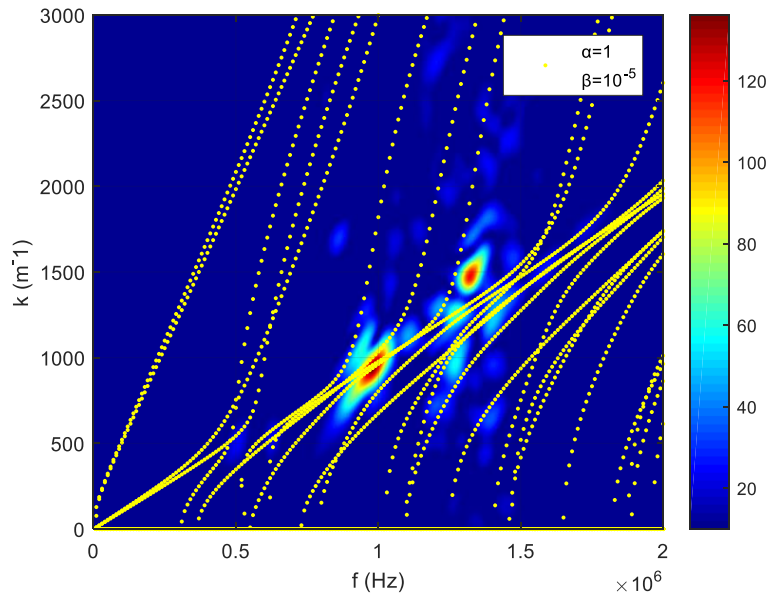


Figure 38 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une tricouche avec $\alpha=1$ et $\beta=10^{-5}$ (...) pour l'échantillon S80W

Pour cet échantillon dissymétrique, lorsque l'excitation et la réception sont effectuées côté adhésion forte (S80W), les courbes de dispersion expérimentales se superposent aux courbes de dispersion numériques pour $\alpha=1$ et $\beta=10^{-5}$ (cf figure 38). Ce résultat confirme que le niveau d'adhésion est bon sur la première interface et qu'il y a un délaminage au niveau de la deuxième interface.

La figure 39 représente les courbes de dispersion expérimentales pour le même échantillon S80W superposées aux courbes de dispersion numériques d'une bicouche Composite/Adhésif pour $\alpha=1$.

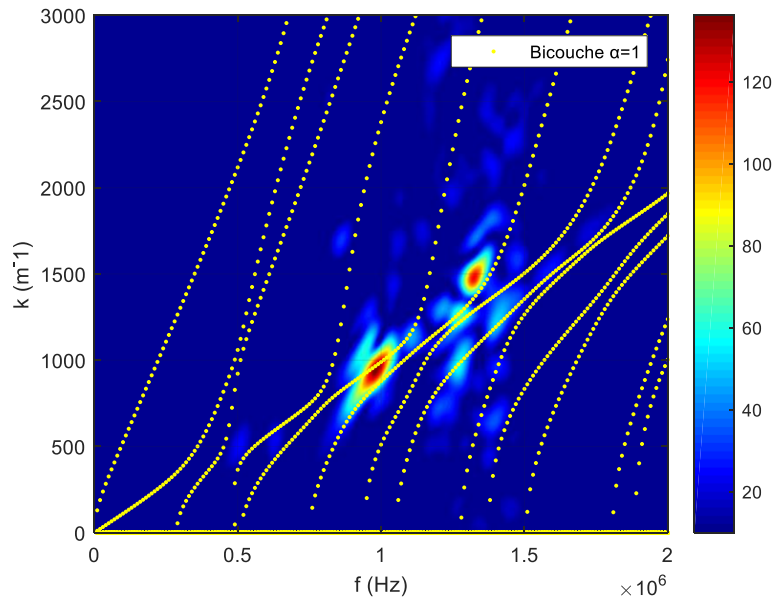


Figure 39 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques d'une bicouche avec $\alpha=1$ (...) pour l'échantillon S80W

Pour cet échantillon S80W, les courbes de dispersion expérimentales se superposent aux courbes de dispersion numériques dans le cas d'une bicouche avec $\alpha=1$ (cf figure 39). Ce résultat confirme que le niveau d'adhésion est bon sur la première interface et qu'il y a un délaminage au niveau de la deuxième interface. Ce qui confirme nos prédictions pour cet échantillon.

Le tableau 4 récapitule les résultats obtenus pour les échantillons étudiés.

Echantillon	α	β
S100	1	
S100S	1	1
W80W	10^{-5}	10^{-5}
W80S	10^{-5}	1
S80W	1	10^{-5}

Tableau 4 : Tableau récapitulatif des valeurs de α et β correspondantes à chaque échantillon

Par ailleurs, ces échantillons ont également été étudiés en utilisant les transducteurs Air-Coupling aussi bien en configuration ondes guidées de Lamb (incidence oblique) qu'en configuration Cscan (incidence normale), et par microscopie acoustique, comme décrit ci-dessous.

4.3.2. Résultats expérimentaux avec transducteurs Air-Coupling

4.3.2.1. Caractérisation par ondes guidées de Lamb

Pour confirmer le résultat précédent qui consiste à caractériser l'adhésion pour l'échantillon S100S, nous avons utilisé un deuxième protocole expérimental, celui décrit au paragraphe 4.1.1. Le dispositif expérimental à transducteurs air-coupling est utilisé pour générer des ondes de Lamb sur le même principe que le cas de la monocouche composite traitée plus haut. Le signal temporel transmis est acquis sur une durée de 600 μs correspondant à 15000 points temporels, et sur une distance de propagation de 50 mm par pas de 0.1 mm, soit 500 positions. Ces acquisitions génèrent une matrice temps-position de 15000 lignes et de 500 colonnes, dont les éléments sont les amplitudes des déplacements. Ces acquisitions sont regroupées dans la matrice représentée en niveaux de couleurs dans la figure 40 (a). La figure 40 (b) représente un exemple d'une acquisition du signal temporel à la position $x=0,5$ mm avec un angle d'incidence de 3° et avec une fréquence centrale de 250 kHz.

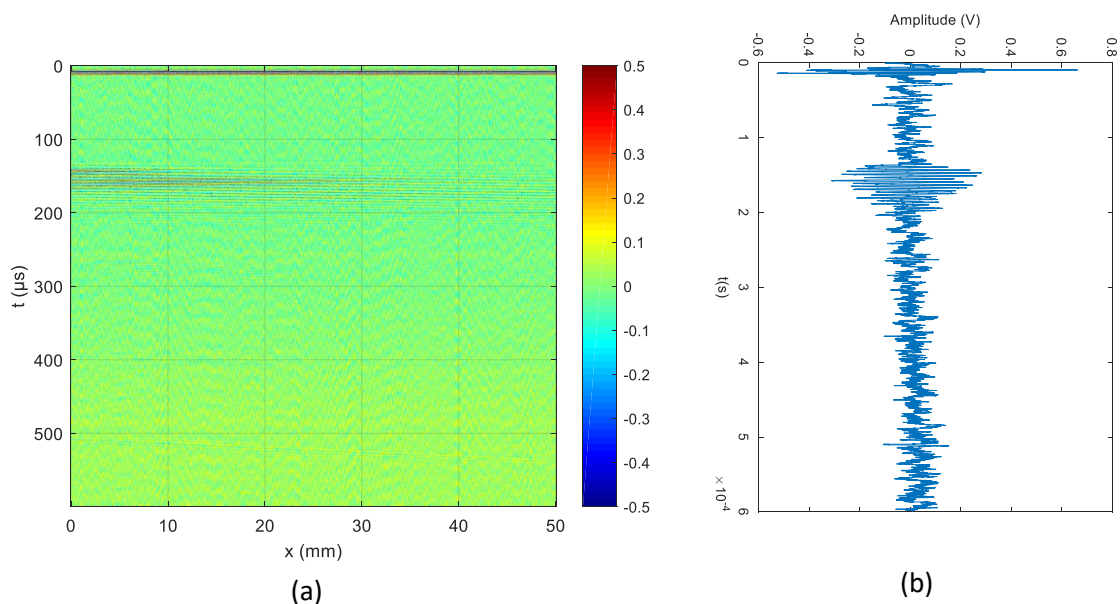


Figure 40 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position $x=0,5$ mm (b) pour l'échantillon S100S.

La double transformée de Fourier a été effectuée pour la matrice temps-position représentée dans la figure 40 (a) pour obtenir les courbes de dispersion expérimentales. Les courbes de dispersion numériques sont ensuite superposées aux expérimentales dans l'objectif

de caractériser l'adhésion pour l'échantillon S100S. Cette expérience a été faite plusieurs fois avec différents angles d'incidence et différentes fréquences centrales pour générer différents modes de Lamb. La figure 41 regroupe les courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques issues du modèle aux interphases pour $\alpha=\beta=1$.

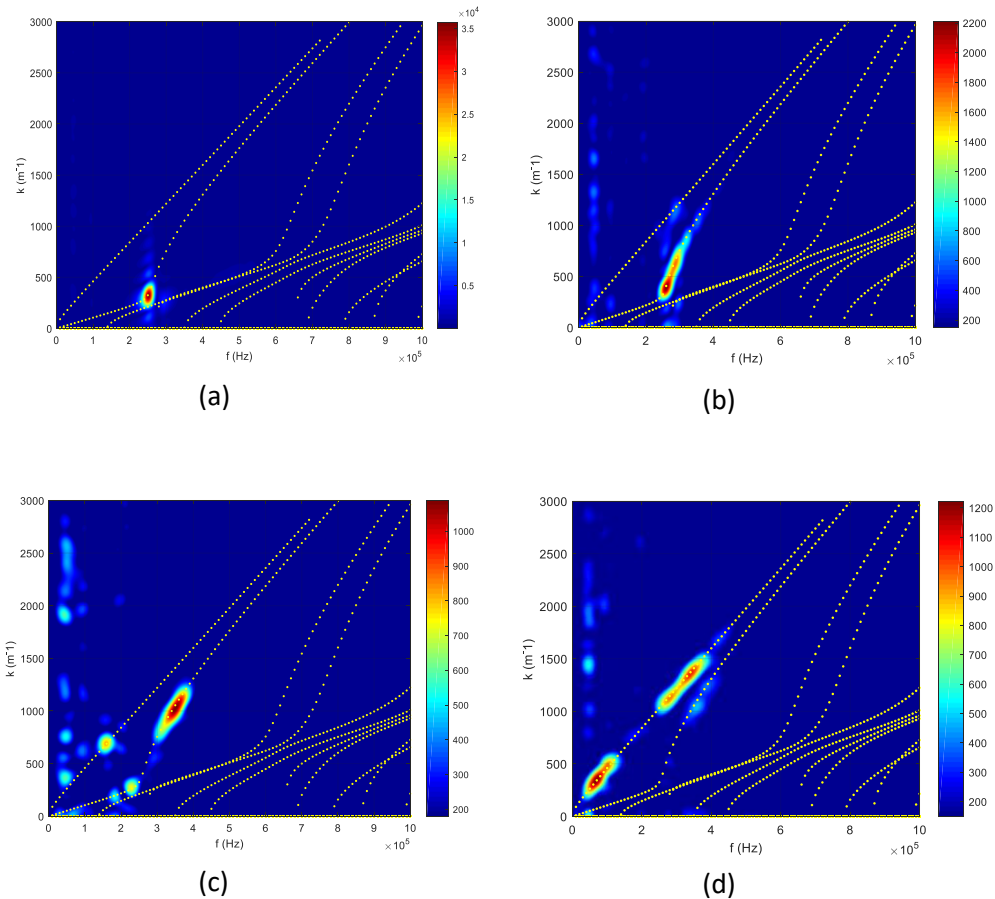


Figure 41 : Courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S superposées aux numériques (...) pour $\alpha=\beta=1$

Les figure 41 (a) et (b) représentent les courbes de dispersion expérimentales obtenues pour le cas du transducteur émetteur à une fréquence de 250 kHz et un angle d'incidence de 3° , la figure 41 (c) pour une fréquence de 300 kHz et un angle d'incidence de 3° et la figure 41 (d) pour une fréquence de 400 kHz et un angle d'incidence de $4,5^\circ$. Ces courbes sont superposées aux courbes numériques issues du modèle aux interphases pour une structure tricouche composite/adhésif/composite pour $\alpha=\beta=1$.

La bonne concordance observée entre résultats expérimentaux et numériques confirme d'une part que l'échantillon S100S correspond bien à un fort niveau d'adhésion, et d'autre

part que le banc Air-Coupling permet d'obtenir des mesures moins bruitées que le banc transducteur de contact-interféromètre laser.

4.3.2.2. Caractérisation Cscan par Air-Coupling.

Une caractérisation par Cscan permet d'apporter une évaluation locale d'une structure, et d'apporter une information sur l'uniformité du niveau d'adhésion sur l'ensemble de la surface auscultée, alors que l'analyse par onde guidée donne un comportement moyen sur la zone explorée.

Le dispositif expérimental est celui représenté dans la figure 26 mais dans ce cas là, les transducteurs sont placés en incidence normale par rapport à l'échantillon pour effectuer des Cscans comme montré sur la figure 42.

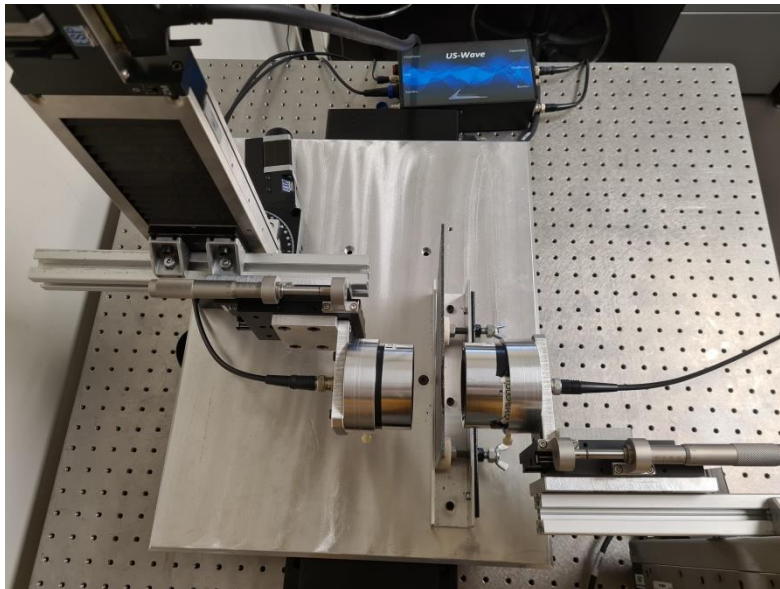


Figure 42 : Image du dispositif expérimental à transducteurs air-coupling en incidence normale

Le transducteur émetteur est placé en incidence normale par rapport à l'échantillon et le transducteur récepteur en face à face dans le même plan pour détecter le signal transmis. Les deux transducteurs sont translatés simultanément dans la même direction sur un carré de 50 mm par 50 mm et par pas de 1 mm, pour évaluer le champ acoustique transmis. Les Cscans ainsi réalisés permettent de faire une évaluation « localisée » de la qualité de l'adhésion sur l'ensemble de la surface balayée et de dégager ainsi un mapping du niveau d'adhésion.

La figure 43 (a) représente le signal temporel à la position $x=1$ mm et $y=1$ mm. Une transformée de Fourier temporel de ce signal pour chaque position de mesure est effectuée afin d'obtenir la représentation amplitude-fréquence. Cette représentation pour la position $x=1$ mm et $y=1$ mm est représentée dans la figure 43 (b).

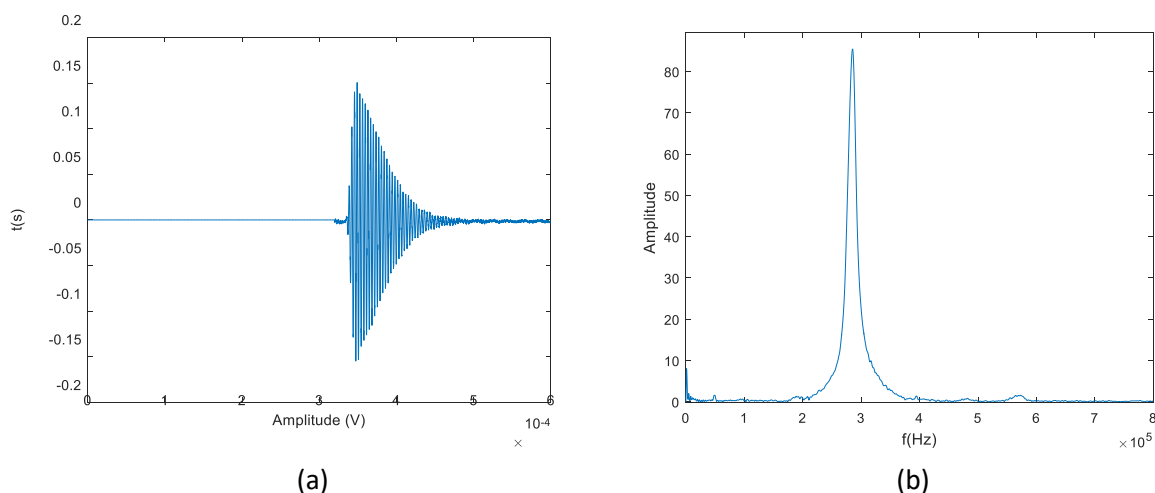


Figure 43 : Signal temporel à la position $x=1$ mm et $y=1$ mm (a) pour l'échantillon S100S, et le spectre (Amplitude en fonction de la fréquence) de ce signal (b).

Le maxima de la FFT renseigne sur l'amplitude du champ acoustique transmis : plus il est important, meilleure est la qualité de l'adhésion, et inversement. La fréquence associée au maxima est la fréquence de coupure du mode excité.

Deux types d'analyse sont effectués : une analyse par les maxima des FFT, et une autre basée sur les fréquences de coupure associées.

4.3.2.2.1. Analyse par maxima des FFT.

Pour chaque FFT, les maxima des amplitudes du signal pour chaque point de mesure sont regroupés en éléments d'une matrice à 50 lignes et 50 colonnes. Cette matrice est représentée en niveaux de couleurs sur la figure 44 (a). Une certaine disparité des niveaux de couleurs de l'ordre de 19% est observée autour d'un niveau moyen de 77. Cette différence en amplitude transmise peut être due à plusieurs facteurs comme la qualité de l'adhésion, mais peut aussi être due à la qualité de surface du composite qui peut ne pas être uniforme, polluée... Pour vérifier ceci, une analyse en fréquences de coupure est menée.

4.3.2.2.2. Analyse par fréquences de coupure et mapping par niveau d'adhésion.

Les fréquences de coupure correspondant aux maxima des FFT sont regroupées en éléments d'une matrice de 50 lignes et 50 colonnes et représentée en niveaux de couleurs dans la figure 44 (b). Malgré les différences de niveaux de couleurs observées, ces variations n'excèdent pas 3% autour d'une fréquence de coupure moyenne de $2.8 \cdot 10^5$ Hz traduisant ainsi une transmission quasi uniforme du signal acoustique, et donc une bonne uniformité dans la qualité du collage.

Une autre exploitation de ces fréquences de coupure est proposée ici : l'idée est d'utiliser ces fréquences déduites des FFT comme indicatrices de la qualité de l'adhésion dans une tricouche. En effet, en se basant sur le modèle numérique aux interphases, les courbes de dispersion des modes de Lamb sont modifiées en fonction des coefficients d'adhésion α et β , et donc leur fréquence de coupure aussi. Une recherche a été effectuée afin d'associer à chaque valeur de fréquence de coupure mesurée, les niveaux d'adhésion α et β correspondants déduits du modèle, ce qui permet d'obtenir un mapping en niveaux d'adhésion de la surface scannée. Les valeurs de α et β obtenues ainsi sont représentées sur la figure 44 (c), en considérant $\alpha=\beta$ puisque les deux interfaces sont de même qualité d'adhésion.

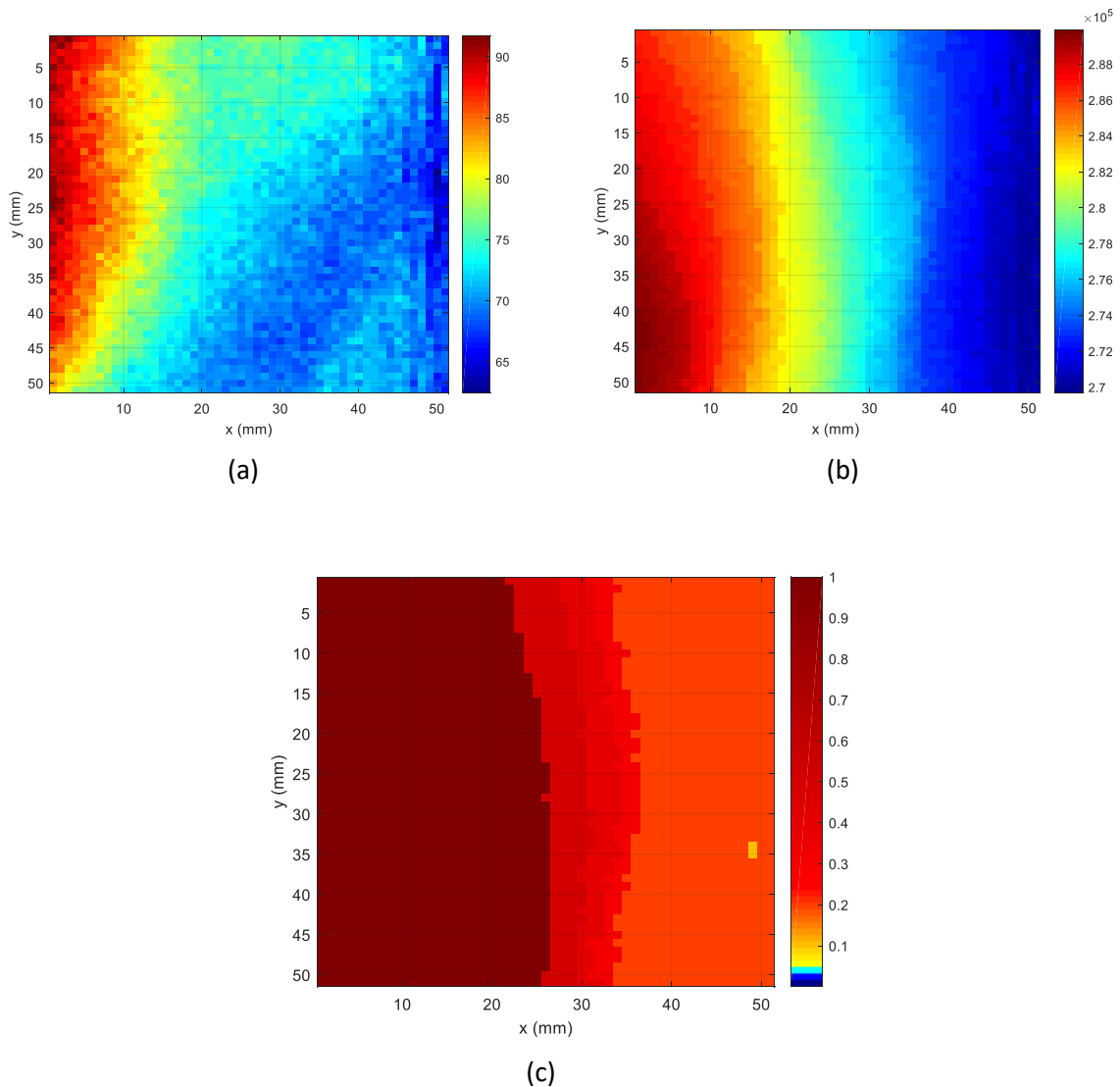


Figure 44 : Représentations Cscans de l'amplitude de la FFT (a), des fréquences de coupure (b) et des α et β (c) correspondant à chaque position de la structure S100S.

La figure 44 (c) montre que les valeurs de α et β sont comprises entre 0.1 et 1. Ces valeurs correspondent à un fort niveau d'adhésion, uniformément réparti sur la surface scannée, et donc confirme la bonne réalisation de cet échantillon. Cette méthode basée sur les fréquences de résonance semble plus pertinente que celle basée sur l'amplitude des signaux transmis car ces derniers peuvent être perturbés par des conditions de surface des échantillons, alors que la fréquence de résonance est propre au matériau.

Cette méthode d'analyse par transducteurs Air-Coupling a été également appliquée sur les échantillons S80W et W80W, mais aucun signal transmis n'a été observé, ce qui conforte la qualité d'adhésion de ces échantillons. Une étude expérimentale en réflexion (transducteurs émetteur et récepteur du même côté de l'échantillon) aurait permis d'identifier les niveaux d'adhésion (comme dans le cas de l'étude avec un transducteur de contact et un interféromètre laser), mais ceci n'a pas été possible avec le banc Air-Coupling pour des raisons d'encombrement transducteurs-échantillon.

4.3.2. Résultats expérimentaux par microscope acoustique.

Un Cscan par suivi de l'écho d'interface composite/colle a été réalisé par microscopie acoustique.

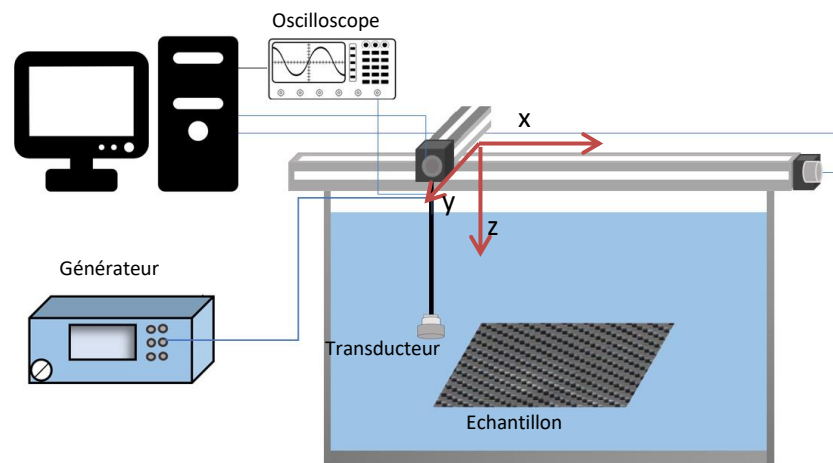


Figure 45 : Dispositif expérimental à microscope acoustique

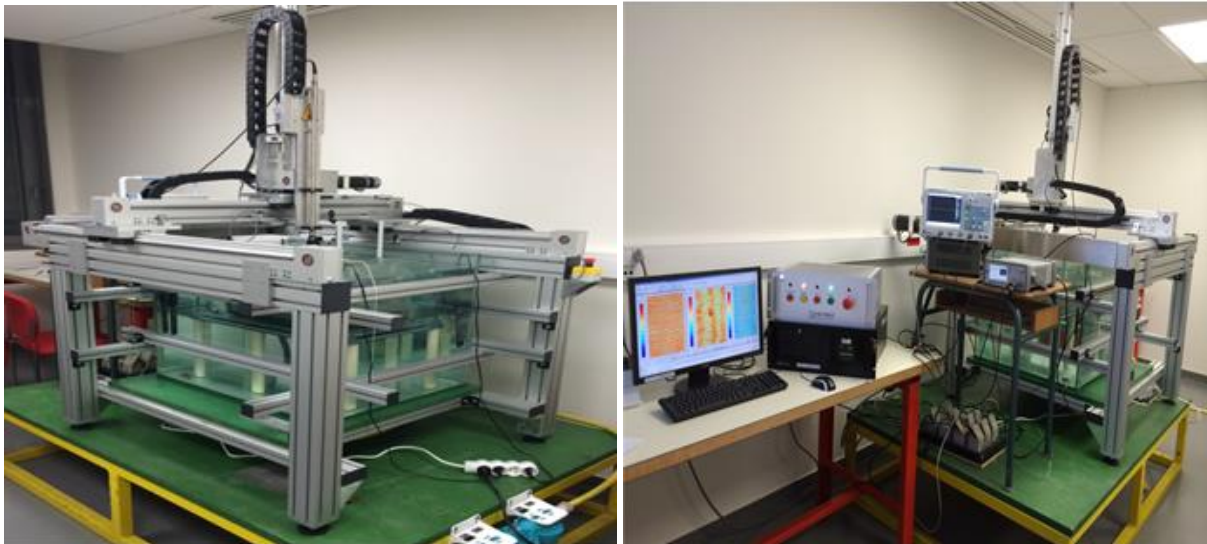


Figure 46 : Image du dispositif expérimental à microscopie acoustique

Le dispositif expérimental des figures 45 et 46 est de marque MISTRAS et est équipé par un dispositif de commande et de traitement de signal (logiciel UTwin). Il comporte une partie mécanique assurant la translation suivant trois axes x , y et z , et un seul transducteur électro-acoustique plan de marque Olympus de fréquence centrale de 10 MHz et de diamètre 3 mm, excité par une impulsion d'amplitude 10 V et fonctionnant en émission-réception.

Le principe de la mesure est de comparer l'amplitude de l'écho réfléchi à l'interface composite/époxy pour différentes positions dans le plan (x,y) . Pour un faible niveau d'adhésion, l'écho réfléchi à l'interface détectée par le transducteur est important. En cas de bonne adhésion, l'onde acoustique est bien transmise et la réflexion à l'interface est moindre donc le signal reçu par le transducteur est plus faible.

4.3.3. Résultats expérimentaux

Le Cscan est réalisé en réflexion. Quatre fenêtres sont définies notées G1 (écho de surface), G2 (réflexion à l'interface composite/colle), G3 (réflexion à l'interface colle/composite) et G4 (écho de fond). Pour caractériser la qualité de l'adhésion, nous allons nous intéresser qu'aux fenêtres G2 qui correspondent aux échos de la première interface en direct et la deuxième interface en inversant la plaque.

La figure 47 présente le résultat obtenu de la fenêtre G2 de chaque face de la plaque. Le principe de la mesure est de comparer l'amplitude de l'écho réfléchi aux interfaces Composite/Adhésif, pour différentes positions. En cas de bonne adhésion, nous avons une bonne transmission de l'écho acoustique, et une faible réflexion doit être mesurée par le transducteur (niveau de couleur bleu), alors que pour une adhésion faible, l'écho réfléchi à l'interface devrait être plus important.

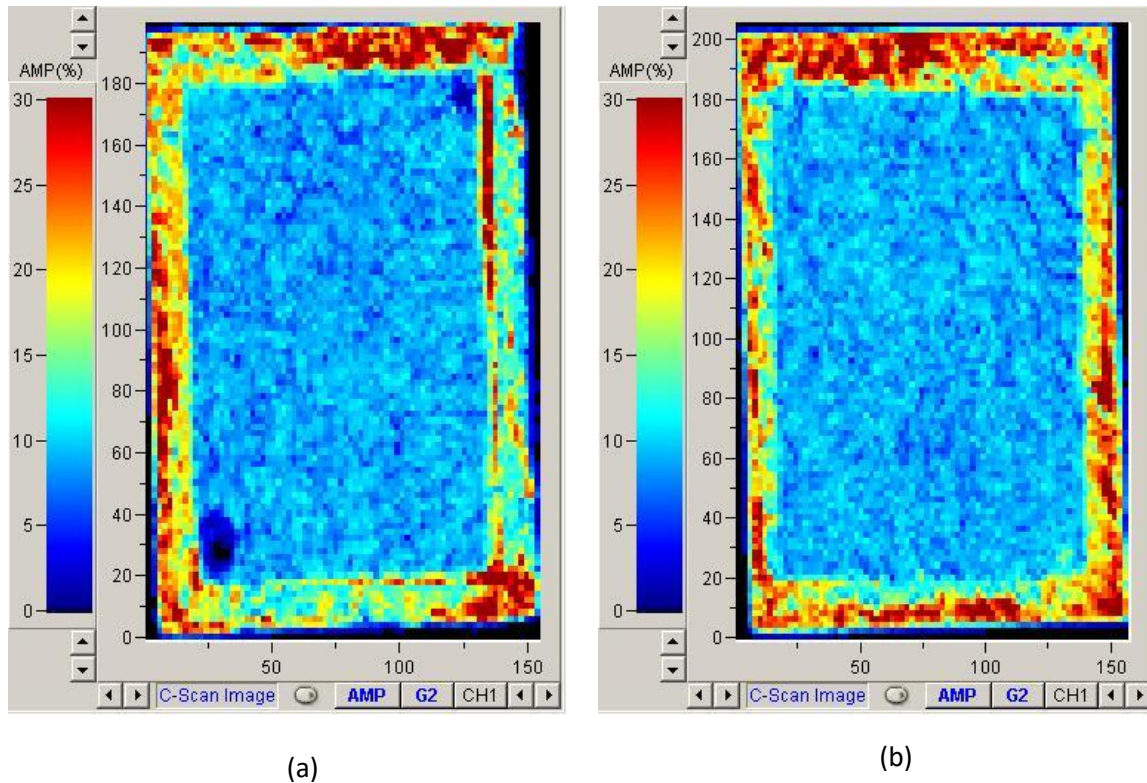


Figure 47 : Fenêtre G2 représentant les échos réfléchis de la première interface (a), et de la deuxième interface (b) pour l'échantillon S100S

On constate que les niveaux sont assez homogènes dans les figures 47 (a) et (b), et qu'ils sont faibles, ce qui confirme que la transmission acoustique au niveau des interfaces est forte et donc la réflexion est faible. Ce résultat est en adéquation avec les résultats précédents et démontre que l'échantillon S100S a été bien réalisé et correspond à un bon niveau d'adhésion à ses deux interfaces.

5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons explicité le modèle numérique aux interphases puis tracé les courbes de dispersion numériques à l'aide de ce modèle. Puis nous avons présenté les échantillons de l'étude ainsi que le processus de fabrication des échantillons bicouches et tricouches. Nous nous sommes ensuite intéressés aux caractéristiques de ces échantillons, ainsi que celles des interphases du modèle. Nous avons d'abord étudié l'échantillon monocouche de composite afin de confirmer ses constantes élastiques. Nous avons ensuite caractérisé l'adhésion pour l'échantillon bicouche S100 puis pour les échantillons tricouches étudiés (S100S, W80W, W80S et S80W) par le dispositif expérimental à transducteur de contact et en superposant les courbes de dispersion expérimentales aux numériques. Les résultats ont ainsi permis de différencier les différents échantillons ainsi que de confirmer les prédictions. Le dispositif à base de transducteurs Air-Coupling en configuration ondes guidées a permis de fournir des données expérimentales moins bruitées. Le Cscan réalisé par

ces transducteurs sur la base du champ acoustique transmis a permis de dégager une méthode basée sur les fréquences de coupure moins sensibles aux conditions de surface et a permis un mapping en niveaux d'adhésion. Enfin, les Cscan par microscopie acoustique sur la base du suivi des échos des 2 interfaces composite/colle a permis de s'assurer de la qualité de conception et du niveau d'adhésion de l'échantillon à fort niveau d'adhésion. L'ensemble de des méthodes expérimentales utilisées ont convergé vers les mêmes évaluations des échantillons.

CHAPITRE 3 : Evaluation du vieillissement climatique d'assemblages structuraux de composite par ondes de volume et guidées : première campagne de vieillissement

1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'évaluation des effets d'une première campagne de vieillissement climatique par corrosion au brouillard salin neutre associé à des cycles de vieillissement thermique, aussi bien sur les matériaux (effets cohésifs sur le composite et l'adhésif) que sur la qualité de l'adhésion (effets adhésifs) aux interfaces composite/adhésif. Les échantillons étudiés sont la monocouche composite, la bicouche composite/adhésif et la tricouche composite/adhésif/composite. Ces échantillons ont été réalisés en double exemplaire afin de garder des échantillons de référence et d'autres pour leur faire subir une deuxième campagne de vieillissement, objet du chapitre 4. Nous allons d'abord décrire le processus de réalisation des différents échantillons et le protocole suivi pour leur vieillissement pour ensuite passer à leur caractérisation.

Une étude expérimentale basée sur les protocoles expérimentaux préalablement décrits dans le chapitre 2 est proposée pour évaluer le vieillissement des échantillons.

2. Vieillissement climatique des échantillons

Neuf échantillons ont été exposés au vieillissement : trois monocouches de composite, trois bicouches composite/adhésif et trois tricouches composite/adhésif/composite. Ce vieillissement a été réalisé par le laboratoire CRT Analyses&Surface de Val de Reuil. Il s'agit d'un vieillissement climatique par corrosion au brouillard salin neutre par une enceinte de brouillard salin DYCOMETAL modèle SSC1000 (selon la norme NF EN ISO 9227) associé à des cycles de vieillissement thermique par une enceinte chaud/froid/humide CLIMATS Excal 5424-HA. L'enceinte de vieillissement chaud/froid/humide permet de simuler l'évolution de pièces soumises à des contraintes environnementales de température et d'humidité. La gamme de températures possibles est de -70 à 200°C, avec des taux d'humidité variant entre 30 et 100%.

Le tableau 5 indique la nomenclature adoptée pour les échantillons monocouches, bicouches et tricouches vieillis respectivement par 1, 2 et 3 cycles de vieillissement.

Un cycle de vieillissement s'effectue en trois étapes et dure une semaine.

Lors de la première étape, l'échantillon est placé pendant 48 heures dans un brouillard salin dans une enceinte climatique à température ambiante. La deuxième étape consiste en un palier humide à 95% d'humidité relative à une température de 60°C, pendant 48 heures. Lors de la troisième phase, l'échantillon est placé dans l'enceinte pendant 72 heures à une température de 120°C, température proche de la limite d'utilisation du composite étudié (à savoir 250°F soit environ 121°C).

Les échantillons sont posés sur un support en PVC avec une inclinaison de 20° (Figure 48) :



Figure 48 : Disposition des échantillons dans l'enceinte

Nomenclature	Echantillon avant vieillissement	Nombre de cycles de vieillissement
Comp-V1	Monocouche de composite	1 cycle
Comp-V2	Monocouche de composite	2 cycles
Comp-V3	Monocouche de composite	3 cycles
S100-V1	S100	1 cycle
S100-V2	S100	2 cycles
S100-V3	S100	3 cycles
S100S-V1	S100S	1 cycle
S100S-V2	S100S	2 cycles
S100S-V3	S100S	3 cycles

Tableau 5 : Nomenclature des échantillons vieillis

Nous souhaitons ensuite caractériser ces échantillons soumis à un vieillissement via les constantes élastiques du composite et de l'adhésif et les constantes quantifiant les niveaux d'adhésion α et β . L'objectif est de discriminer les échantillons suivant leurs critères de dégradation : s'agit-il d'une dégradation adhésive (qualité de l'adhésion altérée) et/ou cohésive (détérioration structurelle du composite ou de l'adhésif) ?

3. Evaluation du vieillissement des échantillons

Les dispositifs expérimentaux utilisés pour la caractérisation du vieillissement sont de trois types différents et complémentaires : d'une part, le dispositif expérimental à transducteur de contact en émission et vibromètre laser en réception permettant de générer des ondes de Lamb, d'autre part un banc expérimental à transducteurs air-coupling utilisé pour générer des ondes guidées de Lamb en incidence oblique ainsi qu'en transmission en incidence normale. Le troisième dispositif est un microscope acoustique (mode pulse-echo) permettant aussi d'obtenir des Cscans par suivi de l'écho d'interface substrat-adhésif.

3.1. Résultats expérimentaux pour les échantillons monocouches vieillis

Afin de quantifier l'impact du vieillissement du composite, les échantillons monocouches de composite ont été étudiés selon le même protocole expérimental que celui du paragraphe 4.1.1 du chapitre 2. L'objectif est de comparer les résultats obtenus pour une monocouche vieillie avec différents cycles de vieillissement à ceux de la monocouche de composite de référence étudiée au chapitre 2. Pour ce faire, les échantillons Comp-V1, Comp-V2 et Comp-V3 ont subi le même traitement expérimental chacun. Les figures 49 (a), (b) et (c) représentent respectivement les résultats obtenus par le dispositif expérimental à transducteur de contact en émission et vibromètre laser en réception.

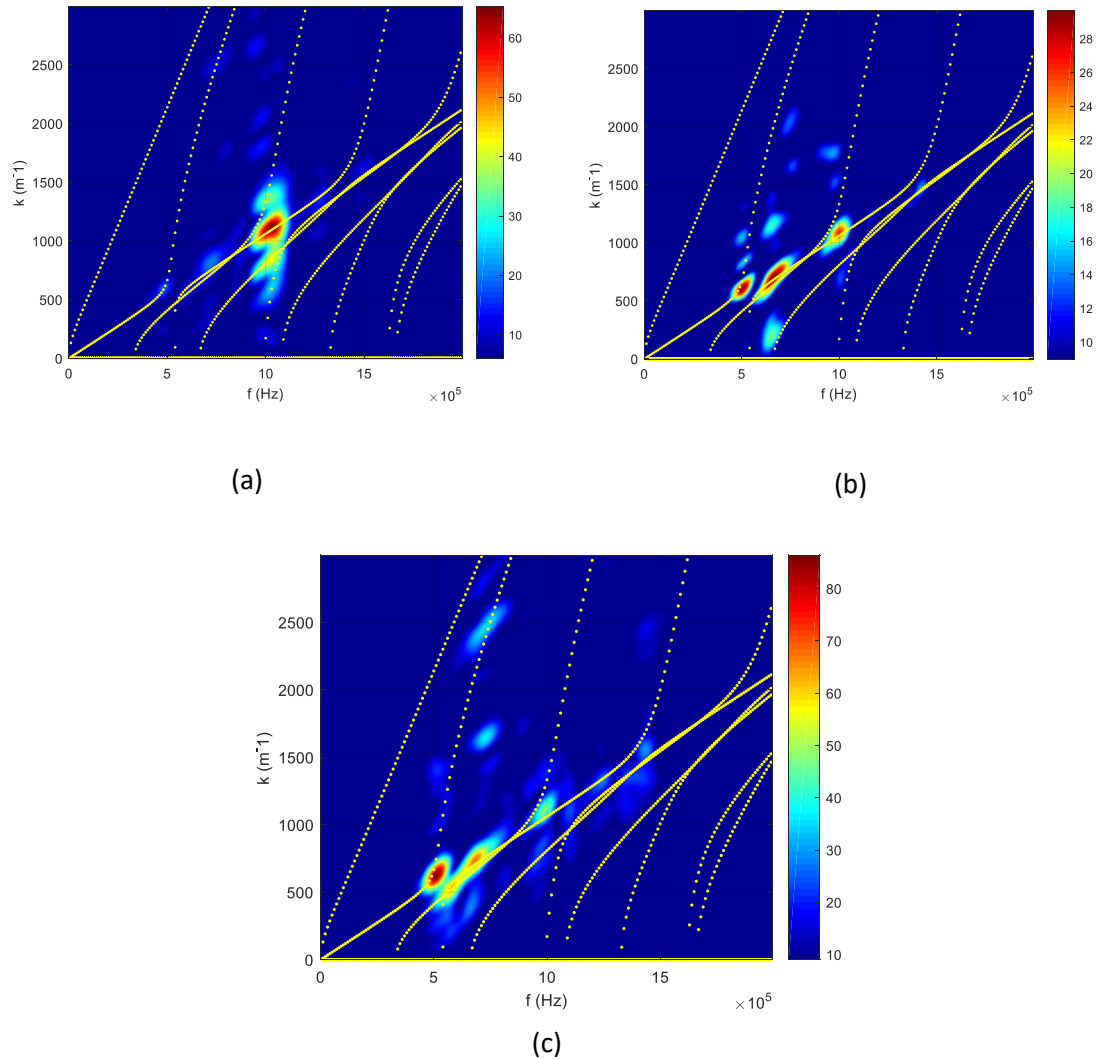


Figure 49 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour les échantillons monocouches de composite d'épaisseur 2,35 mm vieilli : Comp-V1 (a), Comp-V2 (b) et Comp-V3 (c)

Pour chaque échantillon, les constantes élastiques permettant la meilleure superposition des courbes issues du modèle avec les courbes expérimentales sont recherchées.

La figure 49 (a) représente les courbes de dispersion expérimentales d'une monocouche de composite d'épaisseur 2,35 mm vieillie avec un cycle de vieillissement Comp-V1. Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques avec les constantes élastiques déterminées depuis le modèle :

- $C_{11}=11$ GPa
- $C_{12}=5,98$ GPa
- $C_{22}=60$ GPa
- $C_{66}=4,14$ GPa

En comparaison avec la monocouche de composite non vieilli, les valeurs des C_{ij} de la monocouche de composite vieilli à un cycle de vieillissement Comp-V1, correspondent à des valeurs inférieures pour C_{11} , C_{12} , C_{22} et C_{66} par rapport à la monocouche de composite non vieilli. Les valeurs de C_{11} , C_{12} , C_{22} et C_{66} obtenues pour la monocouche vieilli sont respectivement inférieures de 23%, 30%, 14% et 15% aux valeurs de C_{11} , C_{12} , C_{22} et C_{66} de la monocouche non vieilli. Le jeu de constantes élastiques obtenu correspond à des paramètres possibles, ce « set » de paramètres n'étant pas unique.

La figure 49 (b) représente les courbes de dispersion expérimentales d'une monocouche de composite vieilli avec deux cycles de vieillissement Comp-V2. Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques d'une monocouche de composite de constantes élastiques égales aux C_{ij} de l'échantillon Comp-V1. Le deuxième cycle de vieillissement semble n'avoir eu que peu d'effet sur le vieillissement du composite.

La figure 49 (c) représente les courbes de dispersion expérimentales d'une monocouche de composite vieilli avec trois cycles de vieillissement Comp-V3. Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques d'une monocouche de composite de constantes élastiques de l'échantillon Comp-V1.

Le tableau 6 regroupe les constantes élastiques C_{ij} obtenues pour les monocouches vieillies ainsi que celles du composite non vieilli :

Echantillon	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{66} (GPa)	C_{22} (GPa)	Epaisseurs (mm)
Composite	14,32	8,55	4,87	69,95	2,35
Comp-V1	11	5,98	4,14	60	2,35
Comp-V2	11	5,98	4,14	60	2,35
Comp-V3	11	5,98	4,14	60	2,35
Intervalle de variation	-23%	-30%	-15%	-14%	—

Tableau 6 : Valeurs des C_{ij} des échantillons de composite vieilli et leur variation par rapport à celles du composite non vieilli

Ces résultats montrent que les effets du vieillissement apparaissent essentiellement dès le premier cycle. Les variations des constantes élastiques est importante, nous verrons que pour les assemblages ces variations seront légèrement plus faibles. Comme indiqué précédemment, le jeu de constantes élastiques obtenu correspond à un jeu possible mais non unique.

3.2. Résultats expérimentaux pour la monocouche d'adhésif vieilli

Nous avons fait vieillir pendant trois cycles une monocouche d'adhésif de 5mm d'épaisseur afin de mesurer ses caractéristiques élastiques. Pour ce faire, nous avons mesuré les vitesses de l'onde longitudinale C_L et transversale C_T . En plaçant le transducteur de contact à onde longitudinale et celui à onde transversale en incidence normale sur la surface de la plaque, nous avons détecté les échos correspondants aux multi-réflexions dans l'épaisseur de la plaque : le signal obtenu pour le cas d'un transducteur à onde longitudinale de fréquence centrale 1,5 MHz est représenté à la figure 50 (a). La figure 50 (b) montre le spectre obtenu après transformée de Fourier.

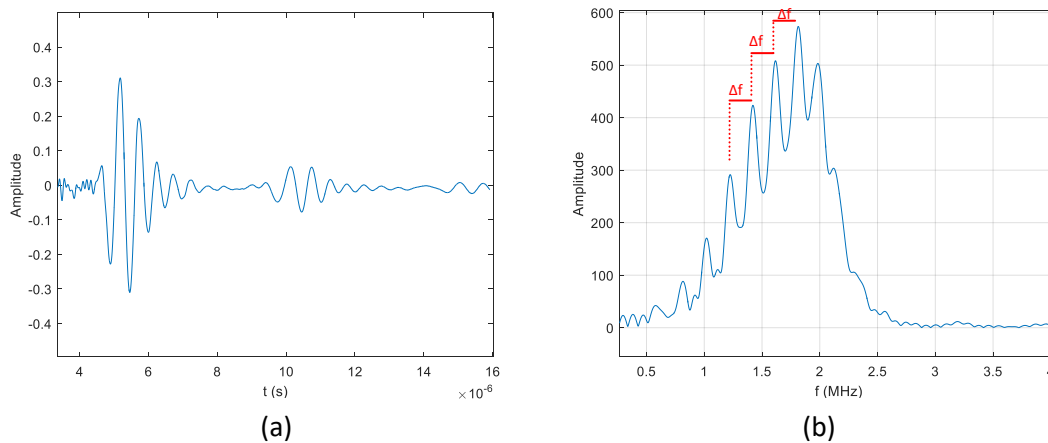


Figure 50 : Signal temporel obtenu par le transducteur à onde longitudinale (a) et sa transformée de Fourier (b)

Nous obtenons la valeur de C_L , en mesurant la valeur moyenne des écarts fréquentiels Δf entre deux pics consécutifs du spectre et en connaissant l'épaisseur $e=5\text{mm}$ de la plaque par la relation :

$$C_L = 2e \cdot \Delta f = 1947 \text{ m/s}$$

Nous obtenons par la suite la valeur de C_{11} par la relation :

$$C_{11} = \rho C_L^2 = 4,17 \text{ GPa}$$

Cette valeur de C_{11} correspond à une valeur inférieure de 43% au C_{11} de l'adhésif non vieilli.

Par le même protocole expérimental, en utilisant un transducteur de contact à ondes transversales de fréquence centrale 5MHz, nous obtenons la valeur de C_{66} de l'adhésif vieilli à 3 cycles de vieillissement qui est égale à la même valeur du C_{66} de l'adhésif non vieilli.

3.3. Résultats expérimentaux pour les échantillons bicouches vieillis

Dans ce paragraphe, on s'intéresse au cas des bicouches S100 vieillis à 1, 2 ou 3 cycles afin de quantifier l'impact du vieillissement sur une bicouche composite/adhésif avec un niveau d'adhésion fort. Les échantillons vieillis S100-V1, S100-V2 et S100-V3 ont subi le même protocole expérimental et numérique que celui du paragraphe 3.1. L'objectif est de comparer les résultats obtenus pour les bicouches vieillis avec différents cycles de vieillissement à ceux de l'échantillon S100 de référence étudié dans le chapitre 2. Les figures 51 (a), (b) et (c) représentent respectivement les résultats obtenus pour les échantillons S100-V1, S100-V2 et S100-V3, par le dispositif expérimental à transducteur de contact.

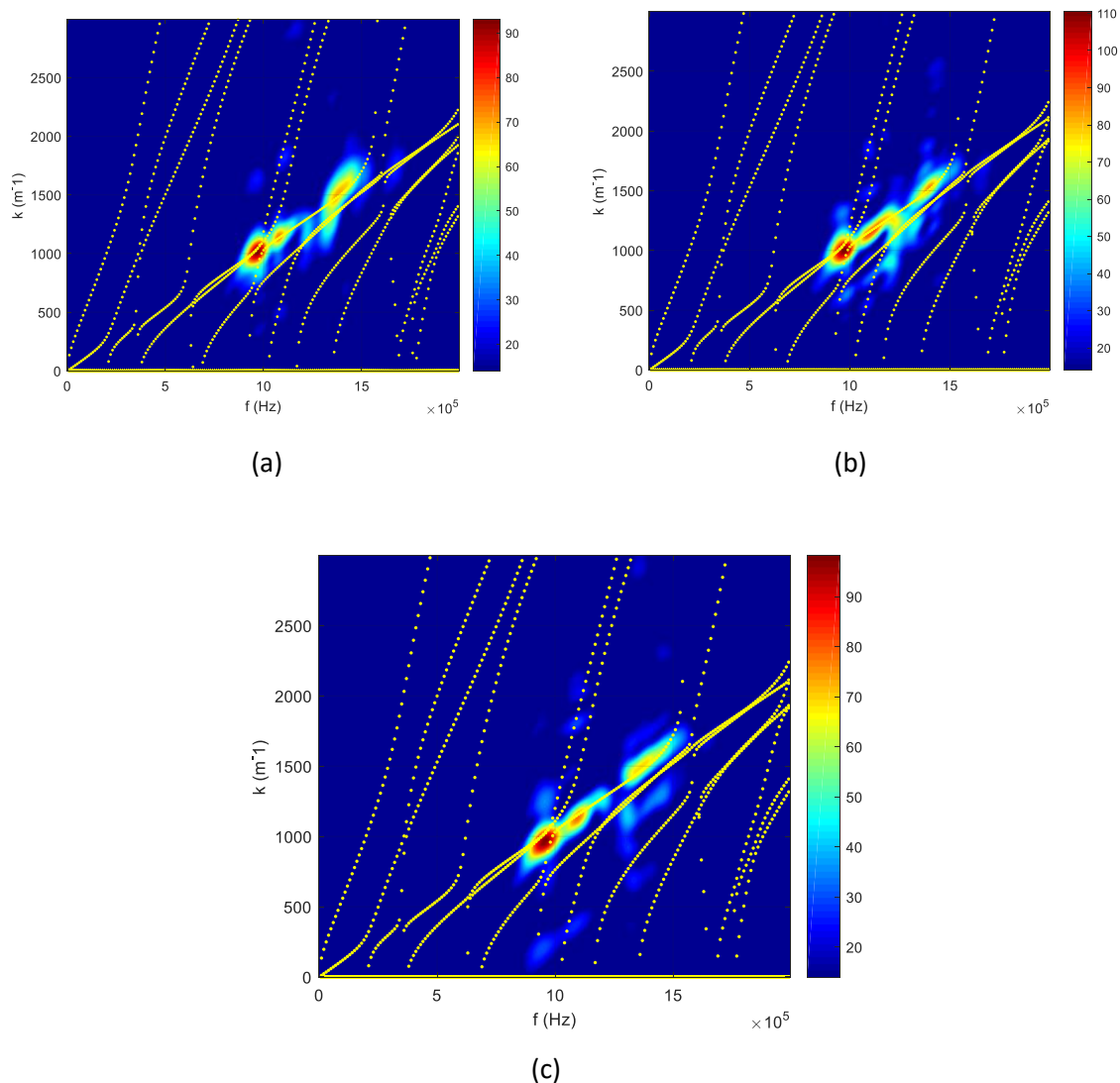


Figure 51 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour les échantillons S100-V1 (a), S100-V2 (b) et S100-V3 (c)

Les figure 51 (a), (b) et (c) représentent les courbes de dispersion expérimentales des bicouches vieilles avec respectivement un cycle de vieillissement (échantillon S100-V1), deux cycles de vieillissement (S100-V2) et trois cycles de vieillissement (S100-V3). Pour tracer les courbes de dispersion numériques, on tient compte dans le modèle du vieillissement cohésif de la couche de composite et de la couche d'adhésif. Pour la couche de composite, on rentre dans le modèle les constantes trouvées dans le paragraphe précédent relatives au vieillissement de la monocouche composite. Pour la couche de colle vieillie, la mesure des vitesses longitudinale et transversale a permis de déduire un coefficient C_{11} égal à 5,12 GPa et un coefficient C_{66} égal à 1,46 GPa.

Pour l'échantillon S100-V1, les courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques d'une structure bicouche Composite/Adhésif avec les C_{ij} obtenus pour l'échantillon Comp-V1 sauf pour le C_{11} qui a une valeur de 12 GPa, valeur 16% plus faible que celle du composite non vieilli, et pour le C_{11} et le C_{66} de l'adhésif vieilli, et pour $\alpha=10^{-2}$.

Pour l'échantillon S100-V2 et S100-V3, les C_{ij} du composite sont les mêmes que pour l'échantillon S100-V1 et la valeur de C_{11} de l'adhésif diminue pour atteindre une valeur de 4,75 GPa, valeur inférieure de 35% à celle de l'échantillon de référence. Le paramètre de l'adhésion garde sa valeur $\alpha=10^{-2}$.

Ce résultat montre que pour une bicouche S100, le vieillissement a un effet sur l'aspect cohésif du composite et de la colle et influe significativement sur l'aspect adhésif dès le premier cycle de vieillissement.

3.4. Résultats expérimentaux pour les échantillons tricouches vieillis

3.4.1. Résultats expérimentaux pour les échantillons S100S vieillis

Afin de quantifier l'impact du vieillissement sur le collage S100S, les échantillons tricouches vieillis ont subi le même protocole expérimental et numérique que celui du paragraphe 3.3. L'objectif est de comparer les résultats obtenus pour une tricouche vieillie avec différents cycles de vieillissement à ceux de l'échantillon S100S de référence étudié au chapitre 2. Pour ce faire, les échantillons S100S-V1, S100S-V2 et S100S-V3 ont subi le même traitement expérimental. Les figure 52 (a), (b) et (c) représentent respectivement les résultats obtenus pour les échantillons S100S-V1, S100S-V2 et S100S-V3 par le dispositif expérimental à transducteur de contact.

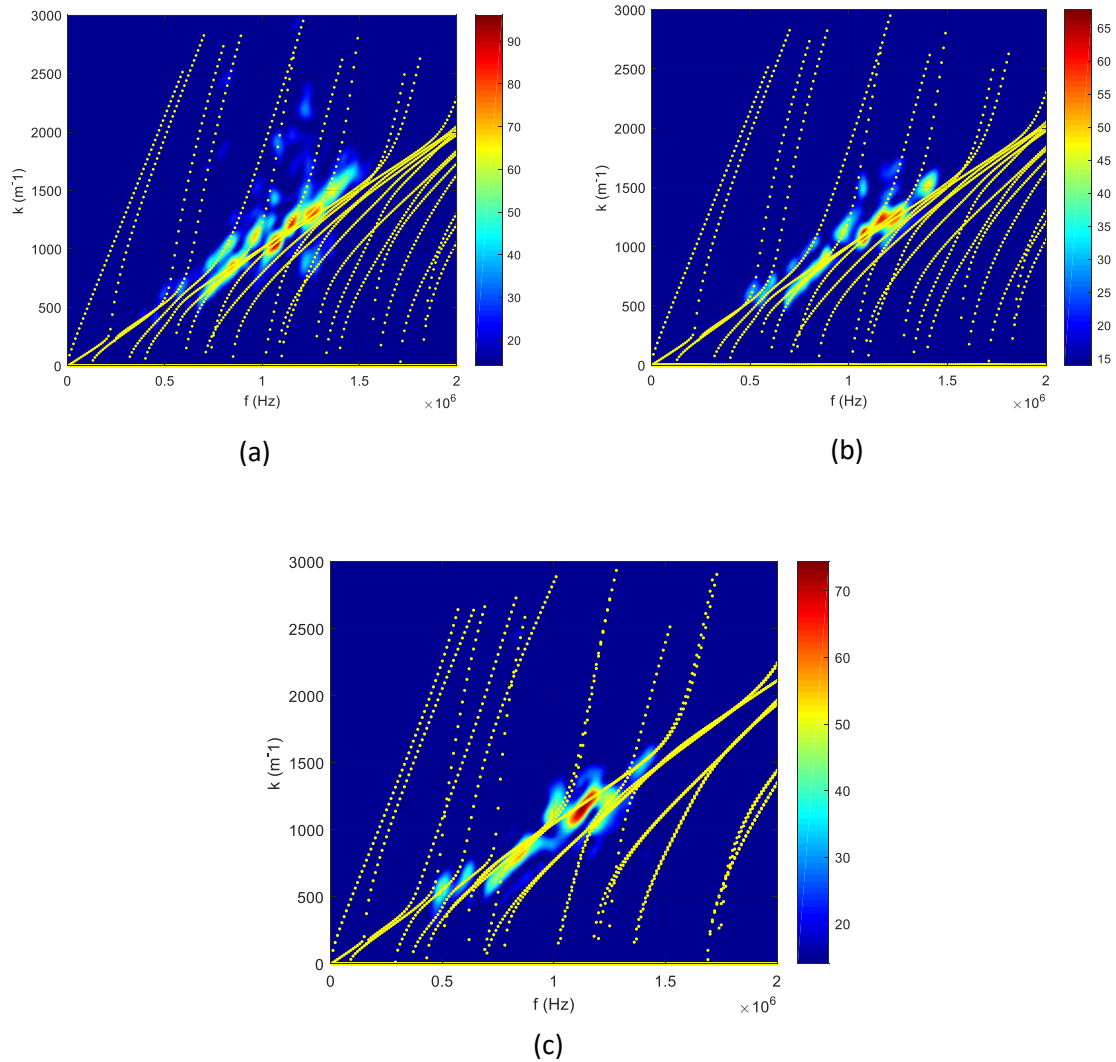


Figure 52 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour les échantillons S100S-V1 (a), S100S-V2 (b) et S100S-V3 (c)

Pour tracer les courbes de dispersion numériques, on a tenu compte dans le modèle du vieillissement du composite. Le vieillissement de l'adhésif est négligé puisque sa surface exposée au vieillissement est très faible. Ceci est dans le but de dégager un éventuel vieillissement adhésif à travers la modification des coefficients d'adhésion α et β .

La figure 52 (a) représente les courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S vieilli avec un cycle de vieillissement S100S-V1. Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques pour $\alpha=\beta=10^{-1}$ et avec les valeurs C_{ij} du composite :

- $C_{11}=13$ GPa
- $C_{12}=5,98$ GPa
- $C_{22}=65$ GPa

- $C_{66}=4,14$ GPa

La figure 52 (b) représente les courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S vieilli avec deux cycles de vieillissement (échantillon S100S-V2). Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques avec les valeurs C_{ij} du composite obtenues pour l'échantillon S100S-V1 et pour $\alpha=\beta=10^{-1}$.

La figure 52 (c) représente les courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S vieilli avec trois cycles de vieillissement (échantillon S100S-V3). Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques pour $\alpha=\beta=10^{-2}$ et avec les valeurs C_{ij} du composite :

- $C_{11}=12$ GPa
- $C_{12}=5,98$ GPa
- $C_{22}=60$ GPa
- $C_{66}=4,14$ GPa

Nous constatons donc que le vieillissement de l'échantillon tricouche S100S a impacté l'aspect cohésif du composite en diminuant ses constantes élastiques et l'aspect adhésif en dégradant les niveaux d'adhésion au niveau des deux interfaces. En effet, la valeur des paramètres élastiques α et β est passée de 1 pour l'échantillon non vieilli S100S à 10^{-1} pour les échantillons vieillis S100S-V1, S100S-V2 et à 10^{-2} pour S100S-V3.

Pour confirmer le résultat précédent, le dispositif expérimental à transducteurs air-coupling est utilisé en configuration ondes guidées de Lamb. Un suivi de propagation sur 50 mm par pas de 0.1 mm a été réalisé et pour chaque position, un signal temporel de durée 600 μ s échantillonné en 15000 points temporels est acquis. Ces acquisitions sont regroupées dans la matrice représentée en niveaux de couleurs dans la figure 53 (a) et la figure 53 (b) représente le signal temporel à la position $x=10$ mm avec un angle d'incidence de 5° et avec une fréquence centrale de 200 kHz pour l'échantillon ayant subi 3 cycles de vieillissement.

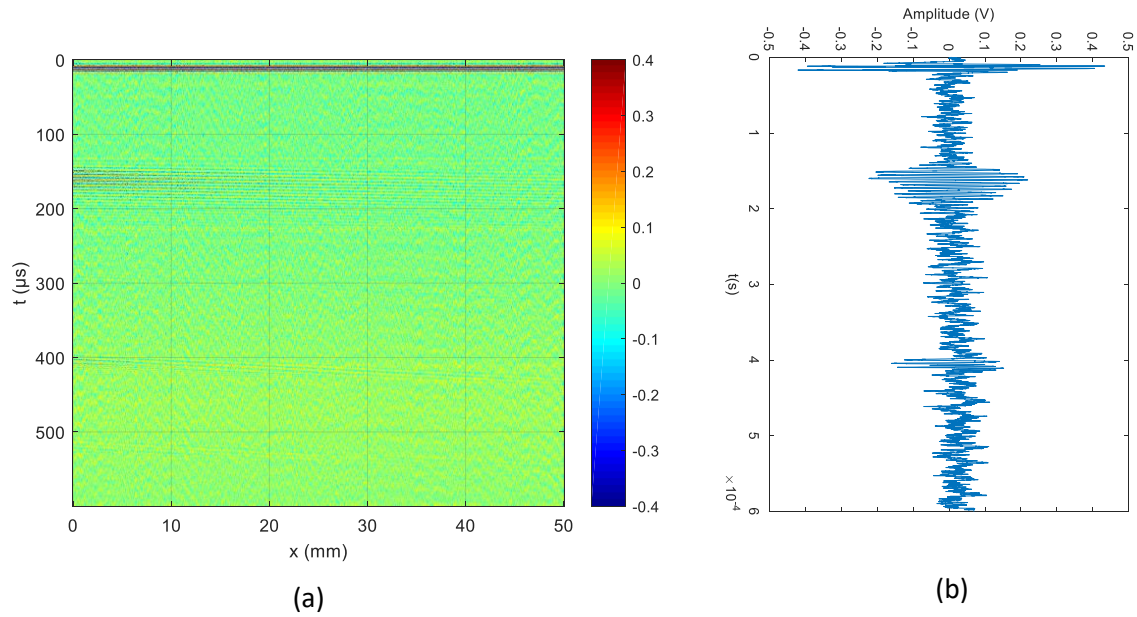


Figure 53 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position $x=10$ mm (b) pour l'échantillon S100S-V3.

La double transformée de Fourier a été effectuée sur la matrice temps-position représentée à la figure 53 (a) pour obtenir les courbes de dispersion expérimentales. Les courbes de dispersion numériques sont ensuite superposées aux expérimentales dans l'objectif de déterminer l'effet du vieillissement à trois cycles sur l'échantillon S100S. Cette expérience a été faite plusieurs fois avec différents angles d'incidence et différentes fréquences centrales. La figure 54 regroupe les résultats obtenus pour des valeurs C_{ij} du composite vieilli Comp-V3 et pour $\alpha=\beta=10^{-2}$.

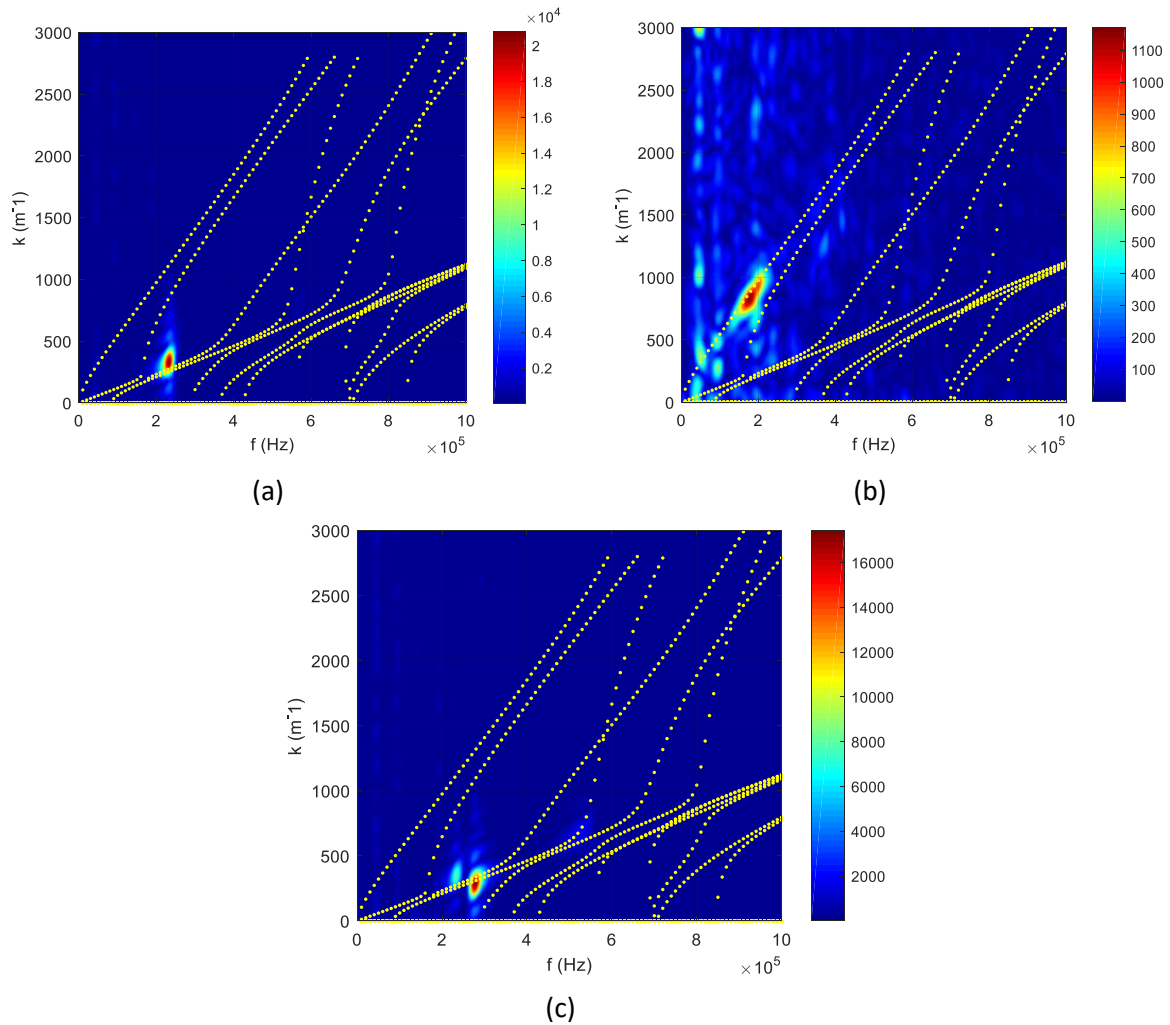


Figure 54 : Courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S-V3 superposées aux numériques (...) pour les C_{ij} de l'échantillon Comp-V3 et $\alpha=\beta=10^{-2}$.

Les figures 54 (a) et (b) représentent les courbes de dispersion expérimentales obtenues pour le cas du transducteur émetteur à une fréquence de 200 kHz et un angle d'incidence de 5° . Ces courbes sont superposées aux courbes numériques (...) obtenues par le modèle aux interphases pour une structure tricouche composite/adhésif/composite pour les C_{ij} de l'échantillon Comp-V3 et pour $\alpha=\beta=10^{-2}$.

La figure 54 (c) représente les courbes de dispersion expérimentales obtenues pour le cas du transducteur émetteur à une fréquence de 280 kHz et un angle d'incidence de 5° . Ces courbes sont superposées aux courbes numériques (...) obtenues par le modèle aux interphases pour une structure tricouche composite/adhésif/composite pour les C_{ij} de l'échantillon Comp-V3 et pour $\alpha=\beta=10^{-2}$.

Ces résultats confirment que le vieillissement à trois cycles dégrade d'une part les propriétés mécaniques du composite en diminuant ses valeurs de C_{ij} , et d'autre part la qualité d'adhésion en diminuant les valeurs de α et β du modèle aux interphases.

Le dispositif expérimental à transducteurs air-coupling a été ensuite utilisé pour générer des Cscans en transmission dans le but de caractériser localement l'adhésion de la structure S100S-V3. Les deux transducteurs sont translatés simultanément pour balayer une surface de 40 mm en x et de 50 mm en y avec un pas de 1 mm.

Une analyse basée sur les maxima de la FFT du signal en chaque position et sur les fréquences de coupure correspondantes (en leur associant des niveaux d'adhésion α et β) est menée comme dans le paragraphe 4.3.2.2. du chapitre 2. Les résultats sont présentés sur les figures 7 (a), (b) et (c). Le modèle fournit des valeurs de α et β permettant d'obtenir des fréquences de coupure de la tricouche égales aux fréquences de coupure mesurées expérimentalement, ce qui permet un mapping en niveaux d'adhésion.

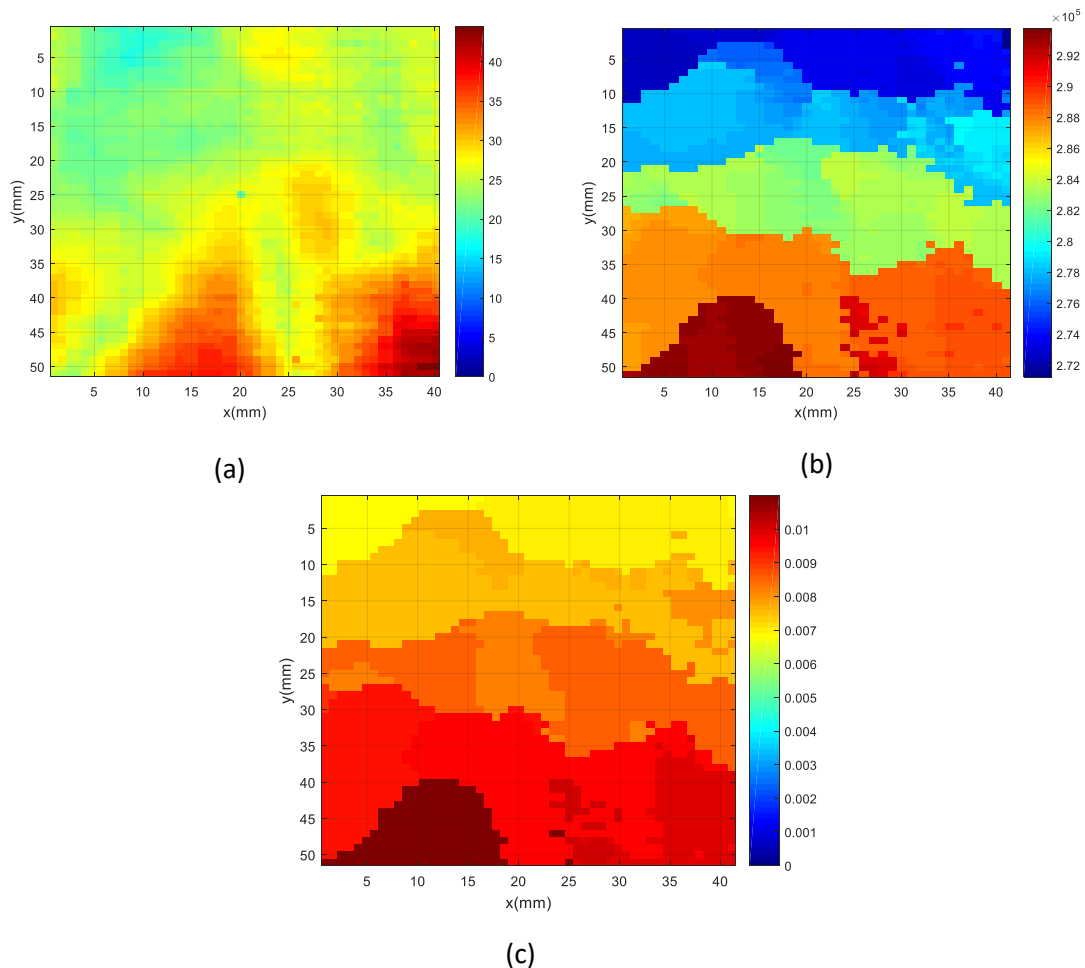


Figure 55 : Représentations Cscans des maxima des FFT (a), des fréquences de coupure (b) et des paramètres adhésifs α et β - structure tricouche S100S-V3.

La figure 55 (c) montre que les valeurs de α et β sont comprises entre 0.007 et 0.01. Ces valeurs correspondent à un niveau d'adhésion faible et sont en accord avec celles déterminées dans l'étude par ondes guidées.

Notre dernier résultat pour l'échantillon S100S-V3 est un CScan réalisé par microscopie acoustique selon le protocole expérimental décrit dans le paragraphe 4.3.2 du chapitre 2 avec un transducteur de fréquence centrale 10 MHz, fonctionnant en émission-réception excité par une impulsion. Le transducteur est translaté avec un pas de 2 mm suivant les directions x et y dans tout l'échantillon et un suivi des échos de l'interface supérieure et inférieure composite/adhésif est réalisé.

La figure 56 présente le résultat obtenu pour l'échantillon S100S-V3. Le principe de la mesure est de comparer l'amplitude de l'écho réfléchi aux interfaces Composite/Adhésif pour différentes positions.

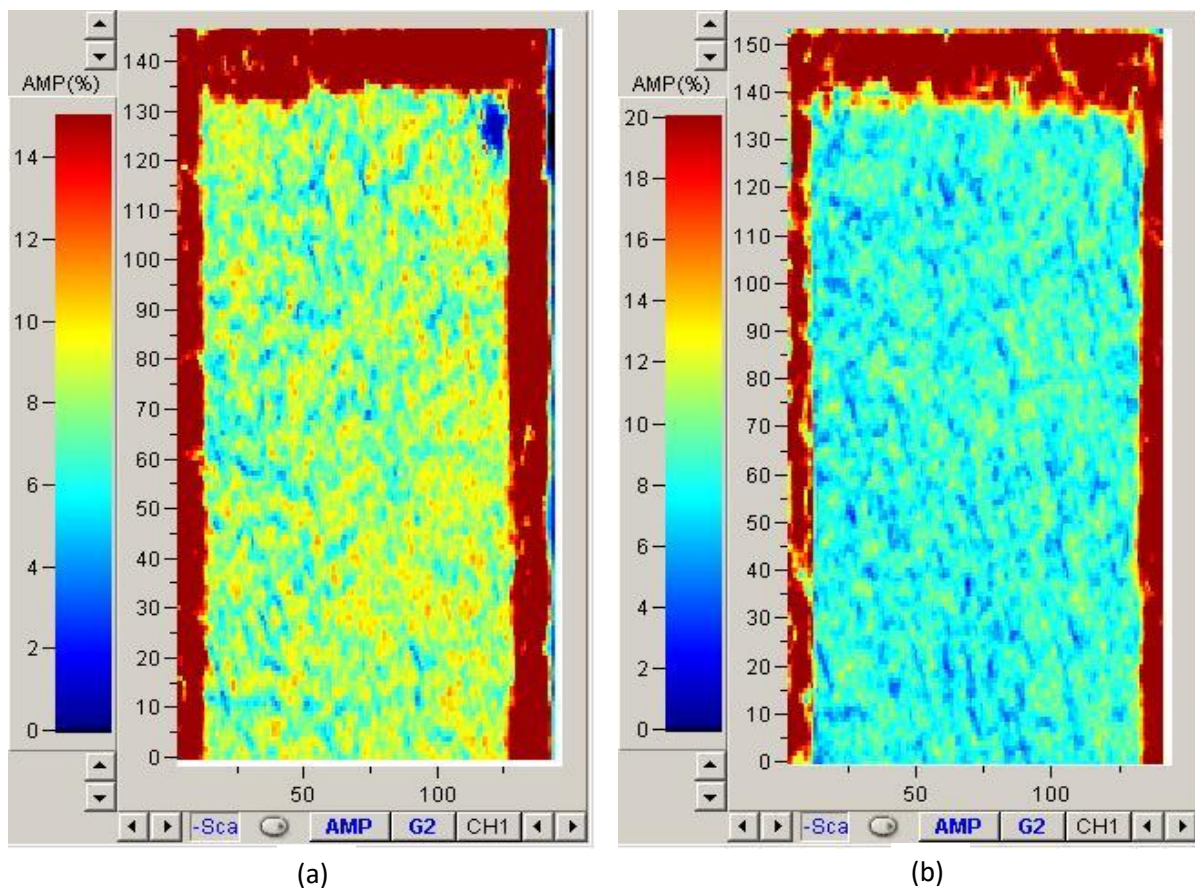


Figure 56 : Fenêtre G2 représentant les échos réfléchis de la première interface (a) et de la deuxième interface (b) pour l'échantillon S100S-V3.

Les niveaux sont assez homogènes dans les deux figures 56 (a) et (b) mais sont un peu plus élevés que dans la figure 47 du chapitre 2 correspondant à l'échantillon S100S de référence : ceci confirme que la transmission acoustique au niveau des interfaces a légèrement

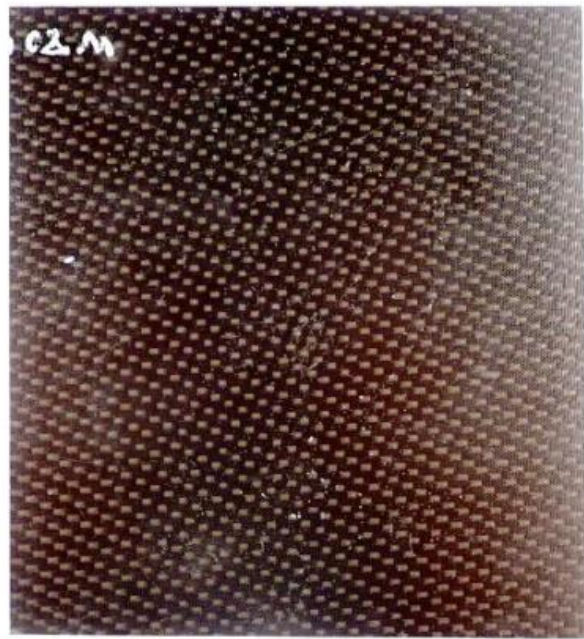
diminué et la réflexion au niveau de l'interface est devenue un peu plus importante. Ce résultat est en accord avec les résultats précédents et démontre que l'adhésion est légèrement dégradée d'une manière homogène au niveau des deux interfaces de la structure collée.

3.4.2. *Evaluation du vieillissement des assemblages composite/adhésif/composite avec faible niveau d'adhésion (3 cycles de vieillissement)*

Les échantillons W80S et W80W, préalablement présentés et caractérisés dans le chapitre 2, ont subi 3 cycles de vieillissement au CRT Analyses&Surface afin d'évaluer l'effet du vieillissement climatique sur des assemblages à faible niveau d'adhésion. La dégradation de la qualité d'adhésion pour ces deux échantillons a été observée visuellement après le troisième cycle de vieillissement puisqu'on a observé un délaminage (dissociation des 2 substrats).



(a)



(b)

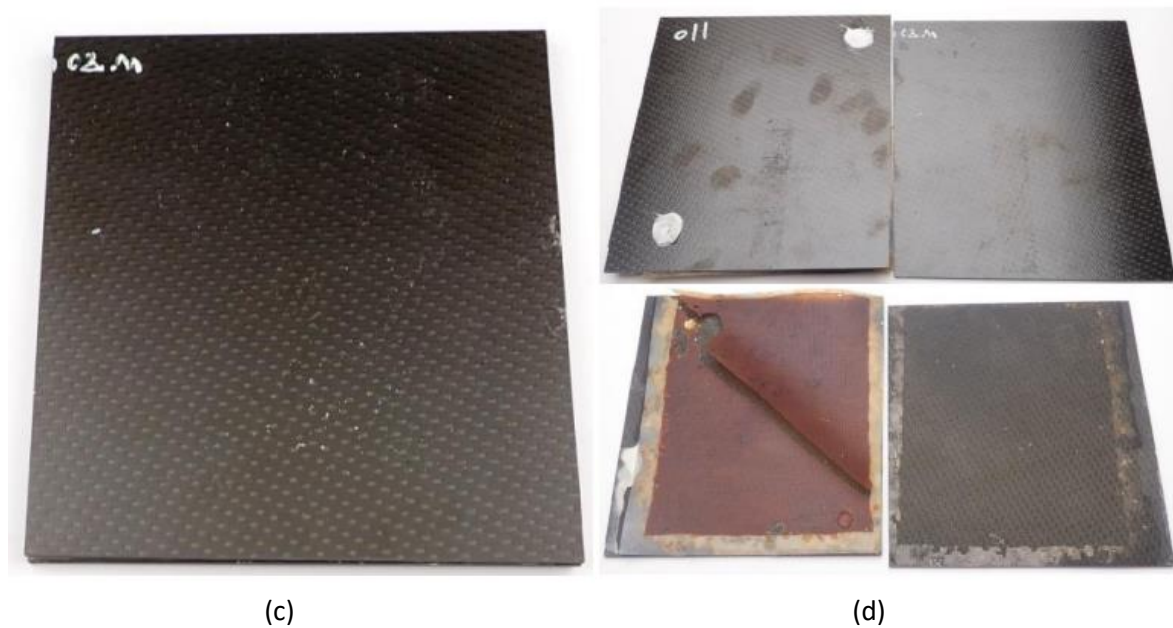


Figure 57 : Image de l'échantillon tricouche W80S avant vieillissement (a), après 1 cycle de vieillissement (b), après 2 cycles de vieillissement (c) et après 3 cycles de vieillissement (d)

La figure 57 (a) montre l'état de l'échantillon W80S avant vieillissement, sa caractérisation ayant été faite au chapitre 2 (paragraphe 4.3.1).

La figure 57 (b) montre l'état de l'échantillon W80S après un cycle de vieillissement. Nous ne constatons visuellement aucun délaminage, même si cela ne présage pas d'une éventuelle dégradation de la qualité d'adhésion. Nous n'avons pas pu contrôler par nos méthodes ultrasonores l'éventuelle dégradation car ce même échantillon a subi le 2^{ème} puis le 3^{ème} cycle, comme on va le voir ci-dessous.

La figure 57 (c) montre l'état de l'échantillon W80S après deux cycles de vieillissement : on ne détecte visuellement aucune dégradation par rapport à la figure 57(b).

La figure 57 (d) montre l'état de l'échantillon W80S après trois cycles de vieillissement. Visuellement, nous avons remarqué une rupture adhésive du côté W (mauvaise adhésion) ainsi qu'une rupture cohésive de l'adhésif. Ce résultat permet de conclure que ce type d'assemblage composite/composite est délaminé après une utilisation équivalente au vieillissement climatique de 3 cycles.

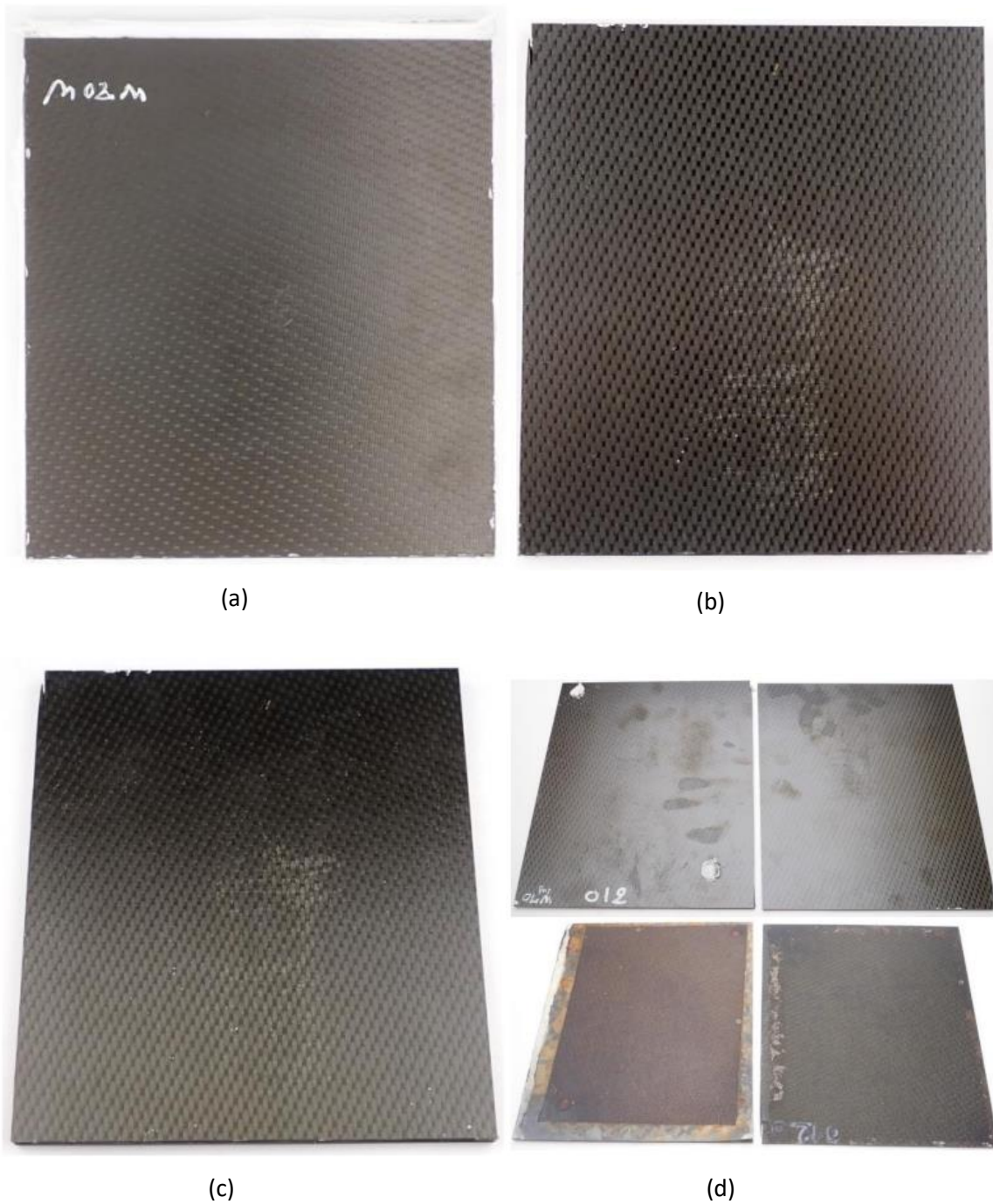


Figure 58 : Image de l'échantillon tricouche W80W avant vieillissement (a), après 1 cycle de vieillissement (b), après 2 cycles de vieillissement (c) et après 3 cycles de vieillissement (d)

La figure 58 (a) montre l'état de l'échantillon W80W avant vieillissement, cet échantillon ayant été caractérisé dans le chapitre 2.

La figure 58 (b) montre l'état de l'échantillon W80W après un cycle de vieillissement. Comme pour l'échantillon W80S, nous ne constatons visuellement aucun délaminage, même

si cela ne présage pas d'une éventuelle dégradation de la qualité d'adhésion. Nous n'avons pas pu contrôler par nos méthodes ultrasonores l'éventuelle dégradation car ce même échantillon a subi le 2^{ème} puis le 3^{ème} cycle.

La figure 58 (c) montre l'état de l'échantillon W80W après deux cycles de vieillissement. Celui-ci paraît visuellement similaire à celui de la figure 2 (b) : aucune dégradation visuelle notable n'est observée.

La figure 58 (d) montre l'état de l'échantillon W80W après trois cycles de vieillissement. Nous observons une rupture adhésive des deux côtés de l'échantillon : les deux substrats de l'assemblage vieilli sont dissociés. L'échantillon W80W après 3 cycles de vieillissement est totalement délaminé. La manifestation d'un délaminage prouve que l'échantillon W80W, échantillon à faible niveau d'adhésion aux deux interfaces, est inexploitable dans un environnement équivalent au vieillissement climatique à trois cycles, voire moins.

4. Conclusion

Dans ce chapitre ont été présentés le processus de vieillissement climatique ainsi que les échantillons vieillis avec leur nomenclature. Nous avons caractérisé le vieillissement et quantifié son impact sur l'échantillon monocouche de composite, l'échantillon bicouche S100 et l'échantillon tricouche S100S au moyen de dispositifs expérimentaux complémentaires. Nous avons d'abord caractérisé l'effet du vieillissement sur l'aspect cohésif du composite et affecté des valeurs de constantes élastiques C_{ij} après chaque cycle de vieillissement de la monocouche de composite. Ces valeurs ont été introduites dans le modèle aux interphases et permis de quantifier l'effet de vieillissement sur la bicouche composite/adhésif. La dernière étape était de caractériser le vieillissement pour les structures tricouches. Pour l'assemblage tricouche à fort niveau d'adhésion sur les 2 interfaces, l'effet du vieillissement a pu être quantifié d'un point de vue cohésif et adhésif. Nous avons ensuite caractérisé l'effet du vieillissement climatique sur les échantillons à niveau d'adhésion dégradée sur l'une ou les deux interfaces. Sur ces échantillons, l'effet du vieillissement a été observé visuellement par un décollement au niveau des interfaces substrat/adhésif. Ceci permet de confirmer que ces échantillons avaient effectivement un faible niveau d'adhésion et d'autre part que le vieillissement à trois cycles est suffisant pour délaminer ce type d'assemblages.

Des tableaux résumant les évolutions des constantes élastiques des matériaux et des niveaux d'adhésion α et β en fonction du nombre de cycles de vieillissement climatique sont présentés au chapitre suivant.

CHAPITRE 4 : Evaluation du vieillissement climatique d'assemblages structuraux de composite par ondes de volume et guidées : deuxième campagne de vieillissement

1. Introduction

Dans le même contexte et toujours dans le but de caractériser le vieillissement sur le composite, l'adhésif et l'adhésion, nous allons dans un premier temps présenter les échantillons ayant subi la deuxième campagne de vieillissement puis, dans un deuxième temps, caractériser les échantillons vieillis.

2. Vieillissement climatique des échantillons

Dans ce chapitre, les échantillons monocouches de composite, bicouche (Composite/Adhésif) et tricouche à fort niveau d'adhésion (Composite/Adhésif/Composite) ayant déjà subi les cycles de vieillissement décrits dans le chapitre 3, ont subi une seconde fois le même protocole de vieillissement afin d'être vieillis à 4, 5 et 6 cycles de vieillissement au total. Les échantillons ayant été délaminés (échantillons W80S et W80W) après la première campagne de vieillissement n'ont bien sûr pas été soumis à cette nouvelle campagne.

Le tableau 7 représente les échantillons monocouches, bicouches et tricouches vieillis respectivement 4, 5 et 6 cycles avec leur nomenclature.

Nomenclature	Echantillon avant vieillissement	Nombre de cycles de vieillissement
Comp-V4	Monocouche de composite	4 cycles
Comp-V5	Monocouche de composite	5 cycles
Comp-V6	Monocouche de composite	6 cycles
S100-V4	S100	4 cycles
S100-V5	S100	5 cycles
S100-V6	S100	6 cycles
S100S-V4	S100S	4 cycles
S100S-V5	S100S	5 cycles
S100S-V6	S100S	6 cycles

Tableau 7 : Nomenclature des échantillons vieillis

Ces échantillons sont étudiés afin de caractériser l'impact d'un second vieillissement en évaluant l'aspect cohésif en quantifiant leurs constantes élastiques, ainsi que l'aspect adhésif en caractérisant le niveau d'adhésion aux interfaces.

Étant donné que la taille des échantillons est inférieure au diamètre des transducteurs air-coupling, le dispositif expérimental à transducteur de contact et interféromètre laser est le plus adapté pour caractériser ces échantillons.

2.1. Evaluation du vieillissement des échantillons monocouches, bicouches S100 et tricouches S100S

Dans ce paragraphe, nous allons étudier l'effet d'une seconde campagne de vieillissement à trois cycles sur des échantillons préalablement vieillis. Le but de cette analyse est d'évaluer l'impact du vieillissement après 4, 5 et 6 cycles, et de voir s'il s'agit d'une dégradation plus forte qu'un vieillissement à 3 cycles, ou bien si un palier est atteint dans le processus de vieillissement.

2.1.1. Résultats expérimentaux pour les échantillons monocouches vieillis à 4, 5 et 6 cycles

Dans cette partie, afin de caractériser les échantillons monocouches vieillis, nous avons utilisé le dispositif expérimental à transducteur de contact présenté au paragraphe 4.1.1 du chapitre 2.

La figure 59 est un rappel des courbes de dispersion expérimentales des ondes de Lamb pour la monocouche de composite de référence (non vieillie) superposées aux courbes de dispersion numériques avec les C_{ij} du composite non vieilli (cf tableau 1 du chapitre 2).

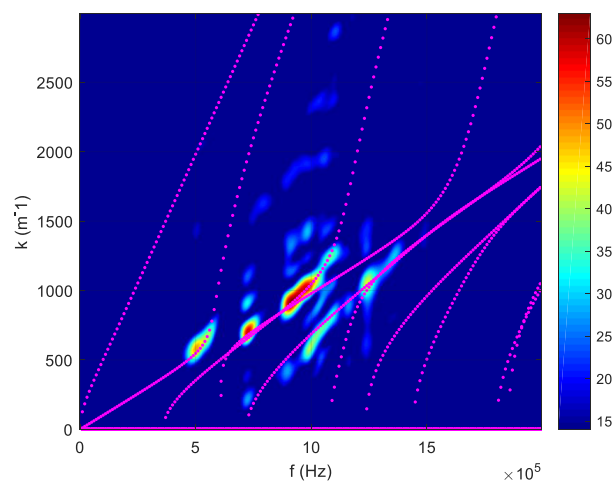


Figure 59 : Courbes de dispersion expérimentales des ondes de Lamb pour l'échantillon monocouche de composite de référence d'épaisseur 2,35 mm superposées aux courbes de dispersion numériques (...)

Pour tous les échantillons, le signal temporel est acquis sur une durée de 200 μs correspondant à 25000 points temporels, soit une fréquence d'échantillonnage de 125 MHz, pour chaque position du laser. Les acquisitions pour chaque position sont ensuite regroupées dans une matrice temps-position de 25000 lignes et 500 colonnes. La procédure de confrontation des résultats expérimentaux et numériques par tracé des courbes de dispersion étant la même que précédemment, nous n'avons par concision représenté que la matrice temps-position pour l'échantillon Comp-V4 sur la figure 60 et les courbes de dispersion pour l'échantillon Comp-V6 sur la figure 61.

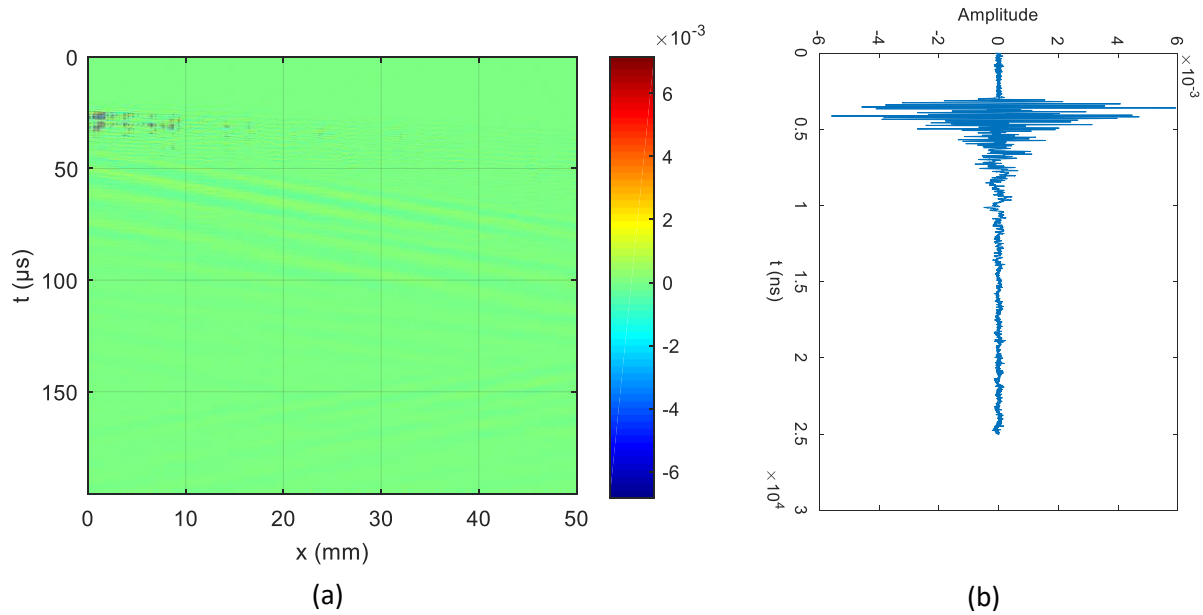


Figure 60 : Matrice temps-position (a) et signal temporel à la position $x=1$ mm (b) pour l'échantillon Comp-V4.

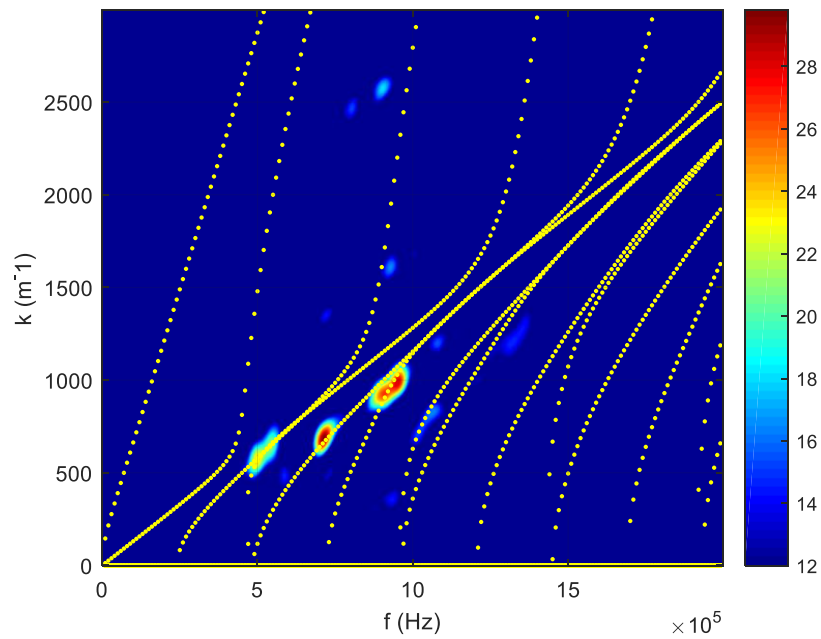


Figure 61 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon Comp-V6.

Les C_{ij} déduits sont regroupés dans le tableau 7 :

Echantillon	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{66} (GPa)	C_{22} (GPa)
Composite	14,32	8,55	4,87	69,95
Comp-V1	11 (-23%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	60 (-14%)
Comp-V2	11 (-23%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	60 (-14%)
Comp-V3	11 (-23%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	60 (-14%)
Comp-V4	10,02 (-30%)	4,70 (-45%)	2,19 (-55%)	45,46 (-35%)
Comp-V5	8,59 (-40%)	4,70 (-45%)	2,19 (-55%)	41,97 (-40%)
Comp-V6	8,59 (-40%)	4,70 (-45%)	2,19 (-55%)	41,97 (-40%)

Tableau 8 : Tableau récapitulatif des valeurs des C_{ij} des échantillons de composite vieillis et leur variation par rapport à celles du composite non vieilli

Le tableau 8 montre donc l'évolution des C_{ij} sur l'ensemble des six cycles de vieillissement par rapport à leurs valeurs de référence. Nous constatons que la valeur de C_{11}

diminue considérablement dès le premier cycle de vieillissement où elle diminue de 23%, pour arriver à une diminution de 40% après le sixième cycle. Le paramètre C_{12} est aussi fortement impacté par le vieillissement climatique, sa valeur ayant chuté de 30% par rapport à sa valeur de référence dès le premier cycle de vieillissement, et de 45% après le quatrième cycle de vieillissement. La diminution de la valeur de C_{66} a été faible après un cycle de vieillissement (diminution de 15%) pour atteindre 55% après le quatrième cycle. Le paramètre élastique C_{22} est légèrement moins impacté par le vieillissement climatique, sa valeur est inférieure de 14% après le premier cycle de vieillissement par rapport à sa valeur de référence, ce pourcentage passant à 40% après le cinquième cycle de vieillissement.

2.1.2. Résultats expérimentaux pour les échantillons bicouches

Dans cette partie, afin de caractériser les échantillons bicouches vieillis, nous avons utilisé, comme pour les échantillons monocouches, le dispositif expérimental à transducteur de contact. L'objectif dans ce paragraphe est là encore de comparer les résultats obtenus pour les bicouches vieilles à ceux de l'échantillon S100 de référence.

2.1.2.1. Bicouche S100-V4

Comme pour les échantillons monocouches, nous avons obtenu les courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100-V4 qui sont représentées dans la figure 62.

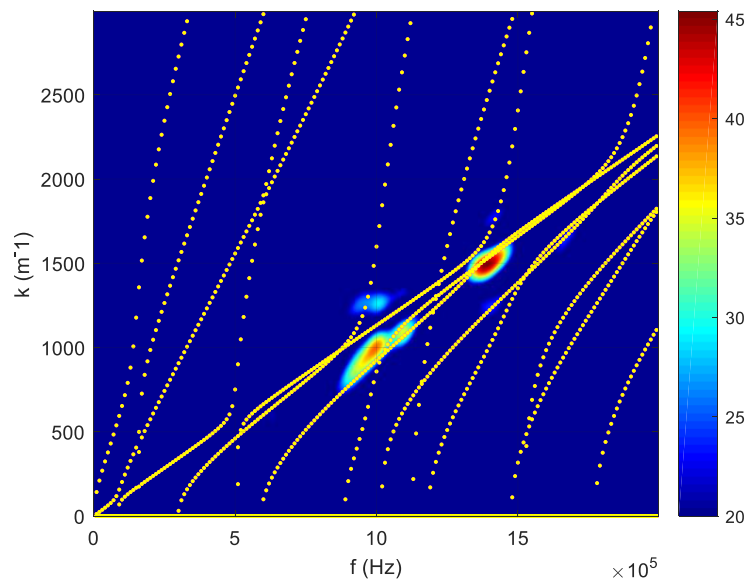


Figure 62 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon S100-V4.

La figure 62 présente les courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100-V4, qui est une bicouche S100 vieillie par quatre cycles, superposées aux courbes de dispersion numériques pour une structure Composite/Adhésif avec les constantes élastiques C_{ij} obtenues pour l'échantillon Comp-V4 et pour un C_{11} de l'adhésif différent de celui de la bicouche non vieillie et égal à 4,39 GPa (valeur inférieure de 40% de celle de l'échantillon non vieilli S100). Nous avons remarqué également une dégradation de la qualité d'adhésion représentée par le paramètre α qui est ici égal à 10^{-3} . La valeur de C_{11} de l'adhésif a encore diminué par rapport au troisième cycle de vieillissement et la valeur de α est passée de 10^{-2} pour le troisième cycle de vieillissement à 10^{-3} pour le quatrième cycle. Le quatrième cycle de vieillissement constitue donc encore la dégradation de l'adhésion dans ce bicouche à fort niveau initial d'adhésion.

2.1.2.2. Bicouche S100-V5

La figure 63 représente les courbes de dispersion expérimentales superposées aux courbes de dispersion issues du modèle numérique pour l'échantillon bicouche vieilli par 5 cycles.

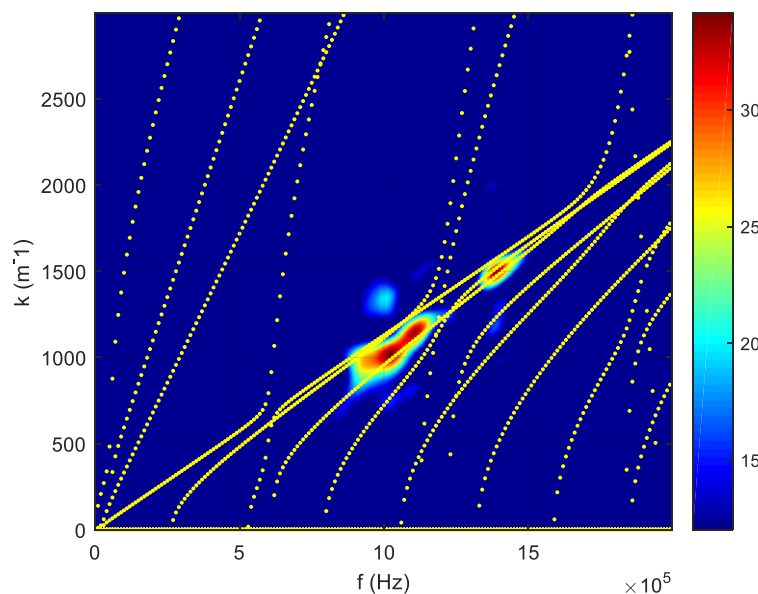


Figure 63 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon S100-V5.

Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques pour une structure Composite/Adhésif de constantes élastiques C_{ij} obtenues pour l'échantillon Comp-V5 et pour un C_{11} de l'adhésif égal à celui du S100-V4 et la même valeur de paramètre élastique α .

2.1.2.3. Bicouche S100-V6

La figure 64 représente les courbes de dispersion expérimentales, superposées aux courbes de dispersion issues du modèle numérique pour l'échantillon bicouche vieilli par 6 cycles.

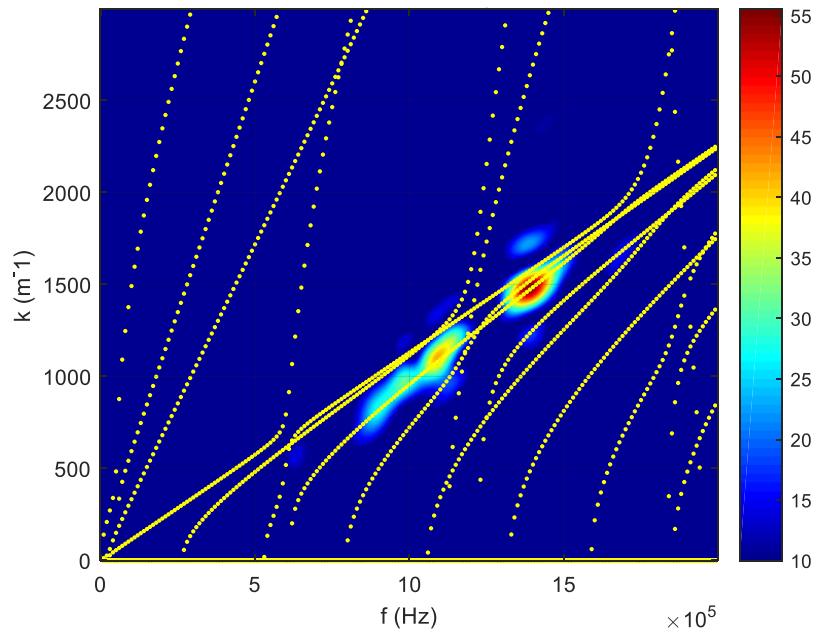


Figure 64 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon S100-V6.

Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques d'une bicouche : composite et adhésif de constantes élastiques égales aux C_{ij} correspondant à l'échantillon S100-V5 et un paramètre adhésif $\alpha=10^{-4}$. Le sixième cycle de vieillissement semble avoir affecté l'aspect adhésif.

On constate donc que la deuxième campagne de vieillissement dégrade nettement la qualité de l'adhésion de l'échantillon bicouche à fort niveau d'adhésion.

Echantillon	C ₁₁ du composite (GPa)	C ₁₂ du composite (GPa)	C ₆₆ du composite (GPa)	C ₂₂ du composite (GPa)	C ₁₁ de l'adhésif (GPa)	C ₆₆ de l'adhésif (GPa)	α
S100	14,32	8,55	4,87	69,95	7,32	1,46	1
S100-V1	12 (-16%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	60 (-14%)	5,12 (-30%)	1,46	10 ⁻²
S100-V2	12 (-16%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	60 (-14%)	5,12 (-30%)	1,46	10 ⁻²
S100-V3	12 (-16%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	60 (-14%)	4,75 (-35%)	1,46	10 ⁻²
S100-V4	10,02 (-30%)	5,55 (-45%)	2,19 (-55%)	45,46 (-35%)	4,39 (-40%)	1,46	10 ⁻³
S100-V5	8,59 (-40%)	5,55 (-45%)	2,19 (-55%)	41,97 (-40%)	4,39 (-40%)	1,46	10 ⁻³
S100-V6	8,59 (-40%)	5,55 (-45%)	2,19 (-55%)	41,97 (-40%)	4,39 (-40%)	1,46	10 ⁻⁴

Tableau 9 : Tableau récapitulatif des valeurs des C_{ij} et des niveaux d'adhésion α des échantillons bicouches vieillis et leur variation par rapport à celles du bicouche de référence

Pour les échantillons bicouches vieillis, le tableau 9 montre que le C₁₁ de l'adhésif a diminué de 30% par rapport à l'échantillon de référence après le premier cycle de vieillissement pour atteindre une valeur inférieure de 40% à celle de l'échantillon de référence après le quatrième cycle de vieillissement, puis reste constant ensuite. L'aspect adhésif est impacté dès le premier cycle de vieillissement puisque la valeur de α passe de 1 à 10⁻², puis l'adhésion se dégrade encore après le quatrième cycle de vieillissement ($\alpha=10^{-3}$) et jusqu'au sixième cycle ($\alpha=10^{-4}$). L'évolution des valeurs de C_{ij} du composite dans un bicouche suit la même évolution obtenue pour l'échantillon monocouche avec parfois des dégradations plus faibles, ce qui s'explique par le fait que le composite est moins exposé dans le bicouche que dans la monocouche.

2.1.3. Résultats expérimentaux pour les échantillons tricouches

Dans ce paragraphe, nous allons caractériser le vieillissement à 4, 5 et 6 cycles sur l'échantillon tricouche S100S. Ayant les caractéristiques élastiques du composite vieilli à 4, 5 et 6 cycles, nous allons évaluer l'effet du vieillissement sur l'aspect adhésif aux interfaces des assemblages. Dans cette partie, afin de caractériser les échantillons tricouches vieillis, nous avons utilisé, comme pour les échantillons monocouches et bicouches, le dispositif expérimental à transducteur de contact.

La figure 65 est un rappel des courbes de dispersion expérimentales des ondes de Lamb pour la tricouche de référence non vieilli (échantillon S100S) superposées aux courbes de dispersion numériques, les valeurs de C_{ij} du composite utilisés sont celles du tableau 1 du chapitre 2, les paramètres élastiques sont $\alpha=\beta=1$. L'objectif est là encore de comparer les

résultats obtenus pour les échantillons vieillis par cette deuxième campagne aux résultats de l'échantillon de référence.

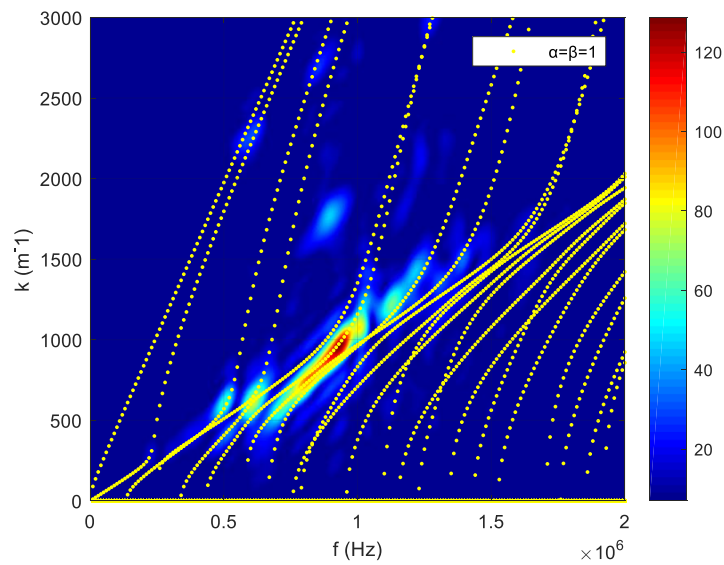


Figure 65 : Courbes de dispersion expérimentales pour l'échantillon S100S superposées aux courbes numériques (...) pour $\alpha = \beta = 1$.

Comme pour les échantillons monocouches et bicouches, les échantillons tricouches S100S-V4, S100S-V5 et S100S-V6 ont été traités en utilisant le traitement expérimental précédemment décrit afin d'obtenir les courbes de dispersion expérimentales. A la figure 66 sont représentées celles de l'échantillon S100S-V4.

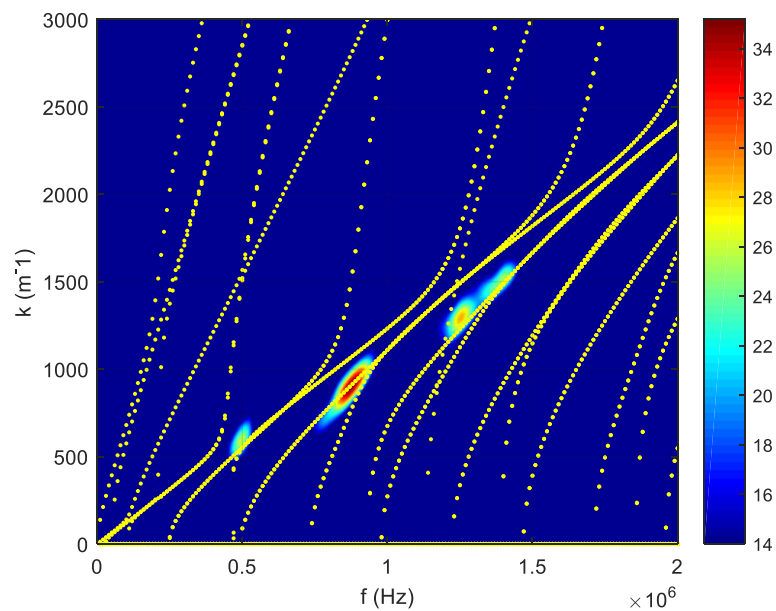


Figure 66 : Courbes de dispersion expérimentales superposées aux numériques (...) pour l'échantillon S100S-V4.

Ces courbes sont superposées aux courbes de dispersion numériques avec les valeurs C_{ij} du composite obtenues pour l'échantillon Comp-V4 et pour $\alpha=\beta=10^{-3}$. Ceci montre que le quatrième cycle de vieillissement a un effet conjoint sur les aspects cohésif et adhésif.

Le tableau 10 regroupe les variations obtenues pour chaque cycle de vieillissement par rapport à l'échantillon de référence :

Echantillon	C_{11} du composite (GPa)	C_{12} du composite (GPa)	C_{66} du composite (GPa)	C_{22} du composite (GPa)	α et β
S100S	14,32	8,55	4,87	69,95	1
S100S-V1	13 (-10%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	65 (-7%)	10^{-1}
S100S-V2	13 (-10%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	65 (-7%)	10^{-1}
S100S-V3	12 (-16%)	5,98 (-30%)	4,14 (-15%)	60 (-14%)	10^{-2}
S100S-V4	10,02 (-30%)	4,7 (-45%)	2,19 (-55%)	45,46 (-35%)	10^{-3}
S100S-V5	8,59 (-40%)	4,7 (-45%)	2,19 (-55%)	41,97 (-40%)	10^{-3}
S100S-V6	8,59 (-40%)	4,7 (-45%)	2,19 (-55%)	41,97 (-40%)	10^{-4}

Tableau 10 : Tableau récapitulatif des valeurs des C_{ij} , α et β des échantillons tricouches vieillis et leur variation par rapport à celles du S100S

Le tableau 10 récapitule les valeurs des paramètres élastiques C_{ij} , des paramètres adhésifs α et β obtenus après chaque cycle de vieillissement de l'échantillon à fort niveau d'adhésion initial. Nous remarquons que le C_{11} a légèrement diminué (diminution de 10%) après le premier cycle pour atteindre une valeur inférieure à l'échantillon de référence de 40% après le cinquième cycle de vieillissement. Idem pour le C_{22} où la chute a commencé faiblement par 7% après le premier cycle pour atteindre 40% après le cinquième cycle. Le C_{12} a considérablement diminué (diminution de 30%) dès le premier cycle pour atteindre 45% après le quatrième cycle. Le C_{66} a également diminué dès le premier cycle de vieillissement de 15% pour chuter de 55% après le quatrième cycle de vieillissement. L'aspect adhésif a été impacté dès le premier cycle de vieillissement : les valeurs de α et β sont passées de 10^{-1} après le premier cycle de vieillissement pour rester constants jusqu'au sixième cycle de vieillissement où elles atteignent la valeur de 10^{-4} .

Nous constatons que pour la monocouche de composite la dégradation est observée dès le premier cycle de vieillissement (diminution des constantes élastiques).

Cette diminution est du même ordre voire un peu moins importante pour les bicouches et les tricouches, ceci s'explique par le fait que le substrat composite est plus protégé en bicouche et tricouche qu'en monocouche où les deux faces du composite sont exposées. Les coefficients adhésifs ont diminué dès le premier vieillissement dans bicouche et la tricouche, cette diminution est plus importante en bicouche qu'en tricouche. Ceci s'explique par le fait que l'adhésif est nettement plus exposé au vieillissement pour l'échantillon bicouche que pour la tricouche.

3. Conclusion

Dans ce chapitre ont été d'abord présentés les échantillons monocouches, bicouches et tricouches ayant subi 3 nouveaux cycles de vieillissement. Puis le composite a été caractérisé après quatre, cinq et six cycles de vieillissement : nous avons réussi par comparaison des courbes de dispersion expérimentales aux courbes numériques à attribuer des valeurs de C_{ij} après chaque cycle de vieillissement. Dans un deuxième temps, nous avons caractérisé le vieillissement de l'assemblage à une interface collée (bicouche) après quatre, cinq et six cycles. Nous avons ainsi affecté des valeurs de C_{ij} du composite, de l'adhésif et du niveau d'adhésion α du modèle aux interphases pour chaque cycle de vieillissement. L'analyse a montré que le niveau d'adhésion a été fortement dégradé pour le bicouche à fort niveau d'adhésion initial. La dernière partie est la caractérisation du vieillissement après quatre, cinq et six cycles pour l'échantillon tricouche à fort niveau d'adhésion initial. En se basant sur les valeurs de paramètres élastiques du composite obtenues pour les échantillons de composite, nous avons caractérisé le vieillissement de la tricouche par la comparaison des données expérimentales aux numériques. Nous avons finalement, attribué des valeurs de C_{ij} et de constantes α et β après chaque cycle de vieillissement. Les résultats montrent qu'une tricouche à fort niveau d'adhésion voit sa qualité d'adhésion dégradée dès le premier cycle de vieillissement, pour tendre vers un délaminage après 6 cycles de vieillissement.

Conclusion générale et perspectives

Dans ce travail de thèse, nous avons caractérisé l'effet du vieillissement climatique sur des collages structuraux composite/composite à différents niveaux d'adhésion. Un modèle numérique aux interphases a été utilisé et a permis de quantifier aussi bien les constantes élastiques des matériaux vieillis que les niveaux d'adhésion des collages vieillis.

Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté le modèle aux interphases et tracé les courbes de dispersion numériques pour différentes valeurs de niveaux d'adhésion α et β , ce qui a montré un décalage des courbes de dispersion en fonction de ces valeurs qui définissent l'aspect adhésif de l'assemblage. Nous avons donc déduit qu'une valeur de $\alpha=\beta=1$ correspond à une adhésion parfaite et $\alpha=\beta=10^{-5}$ correspond à un délaminage. Plusieurs dispositifs expérimentaux ont été utilisés dans ce chapitre. Une étude expérimentale par ondes de Lamb sur l'échantillon monocouche de composite de référence, nous a permis, par la confrontation des résultats expérimentaux au modèle numérique, de confirmer les valeurs de C_{ij} du composite. L'étude de la bicouche de référence a permis de caractériser cet échantillon et confirmer qu'il s'agisse d'un bon niveau d'adhésion. Afin de caractériser la tricouche S100S, quatre dispositifs expérimentaux sont mis en jeu, et nous ont permis de tracer les courbes de dispersion expérimentales qui nous ont permis de déduire la valeur de $\alpha=\beta=1$ pour cet échantillon à l'aide du modèle numérique aux interphases, ainsi que des Cscans en amplitudes ou en fréquence de coupure. Ces Cscans sont traduits en mapping de niveaux d'adhésion. Ce résultat original nous permet de déduire une valeur de $0,1 < \alpha = \beta < 1$ ce qui correspond à un bon niveau d'adhésion. Nous avons tracé les courbes de dispersion expérimentales pour les échantillons tricouches W80W, W80S et S80W. L'étude expérimentale et numérique nous ont permis de caractériser ces échantillons et de conclure les valeurs des niveaux α et β . Pour l'échantillon W80W, les valeurs des niveaux d'adhésion trouvées sont $\alpha=\beta=10^{-5}$, pour W80S $\alpha=10^{-5}$ et $\beta=1$, et pour S80W $\alpha=1$ et $\beta=10^{-5}$.

Dans le troisième chapitre, des échantillons monocouches bicouches et tricouches ont été vieillis à 1, 2 et 3 cycles de vieillissement. Nous remarquons dès le premier cycle de vieillissement que le C_{11} du composite varie de 23% pour la monocouche de composite, de 16% pour la bicouche et de 10% pour la tricouche, ces pourcentages restent constants pour le deuxième et troisième cycle, sauf pour la tricouche, cette valeur atteint 16% au troisième cycle. Le C_{12} chute de 30% dès le premier cycle de vieillissement par rapport à sa valeur de référence. La chute de la valeur de C_{22} du composite est de 14% dans l'échantillon monocouche et bicouche et 15% dans la tricouche dès le premier cycle de vieillissement. Le C_{66} chute de 15% dès le premier cycle. Nous avons donc une dégradation cohésive du composite dès le premier cycle de vieillissement. L'étude des échantillons bicouches vieillis a montré que pour cet échantillon, l'aspect cohésif de l'adhésif est également dégradé par le vieillissement, sa valeur de C_{11} a chuté de 30% dès le premier cycle et de 35% au troisième cycle, le niveau d'adhésion est dégradé dès le premier cycle, la valeur de α vaut 10^{-2} . Ainsi pour les tricouches S100S, le vieillissement impacte le niveau d'adhésion qui atteint la valeur de $\alpha=\beta=10^{-1}$ dès le premier cycle de vieillissement et $\alpha=\beta=10^{-2}$ au troisième cycle. La dégradation du composite est plus importante en monocouche puisque cet échantillon est le

plus exposé au vieillissement. La dégradation de l'adhésion est plus importante en bicouche qu'en tricouche où les interfaces sont plus protégées.

Le quatrième chapitre était consacré à une étude des échantillons vieillis à 4, 5 et 6 cycles. L'étude expérimentale a été faite par un banc expérimental à transducteur de contact, afin tracer les courbes de dispersion expérimentales. Ces dernières nous ont permis de quantifier l'effet du vieillissement sur le composite, l'adhésif et l'adhésion. Les résultats ont montré que la variation du C_{11} du composite va de 30% à 40%, du C_{12} est de 45%, du C_{22} va de 35% à 40% et du C_{66} de 55%. Pour la bicouche le C_{11} de l'adhésif a diminué de 40% par rapport à sa valeur de référence à partir du 4^{ème} cycle de vieillissement, Le niveau d'adhésion est dégradé à partir du 4^{ème} cycle où il vaut la valeur de $\alpha=\beta=10^{-3}$ pour arriver à $\alpha=\beta=10^{-4}$ pour le 6^{ème} cycle, ces valeurs correspondent à une dégradation de l'adhésion et tend vers le délaminage. Pour les échantillons tricouches, l'adhésion a été dégradée de la même manière, elle a atteint la valeur de $\alpha=\beta=10^{-4}$ qui correspond à un début de délaminage.

Cette étude a montré qu'on peut expérimentalement distinguer l'effet du vieillissement sur les collages structuraux composite-composite. La confrontation au modèle numérique a permis de fournir un jeu de paramètres possibles de caractérisation du vieillissement cohésif et adhésif. En l'absence d'un modèle de résolution de problème inverse à solution unique, très difficile à concevoir mais qui doit rester un objectif, notre but était d'aller chercher des solutions interprétables physiquement, mais déterminées d'une manière séquentielle en partant de la monocouche, puis la bicouche et enfin la tricouche. En effet, un autre jeu de paramètres a été obtenus mais ne semblait pas interprétable physiquement.

Cette étude a abouti à des résultats pertinents, et pourra s'étendre à d'autres types de matériaux. Une fabrication de nouveaux échantillons avec des dimensions plus importantes pourrait faire l'objet d'une étude expérimentale basée sur le banc expérimental à transducteurs air-coupling qui ont des diamètres de l'ordre de 5cm, ce dispositif expérimental semble le plus adapté pour la caractérisation d'échantillons à base de composite. Concernant le vieillissement des échantillons, un vieillissement en conditions réelles pourra être envisagé afin de caractériser le vieillissement de ces échantillons dans des conditions environnementales réelles. En envisageant un modèle de résolution de problème inverse, ceci pourrait accélérer les temps de calcul et de simulation, ainsi que d'obtenir des solutions plus fiables et précises.

Références

- [1] M. REYNE, "Procédés d'assemblage des plastiques," *Conception et Production*, 2001.
- [2] G. JOLY, "Assemblage des thermoplastiques par soudage," *Plastiques et composites*, 2005.
- [3] C. GAUTHIER, « Analyse acoustique et physico-chimique du couplage de solides élastiques : étude de l'adhésion dans les collages structuraux », Thèse de doctorat, Le Havre 2016.
- [4] L. ATTAR, « Evaluation par ondes guidées de niveaux d'adhésion dissymétriques dans des collages structuraux métal-matériau composite. : Modélisation et approches des cas de Kissing Bonds », Thèse de doctorat, Le Havre 2019.
- [5] P. COGNARD, "Assemblage des composites - Les points forts du collage," *Conception et Production*, 2003.
- [6] P. COGNARD, "Collage des composites - Secteur aéronautique," *Systèmes aéronautiques et spatiaux*, 2003.
- [7] P. COGNARD, "Collage des matériaux - Caractéristiques, mise en œuvre des colles," *Travail des matériaux - Assemblage*, 2002.
- [8] E. DARQUE-CERETTI and B. MONASSE, "Assemblage des matériaux par collage," *Plastiques et composites*, 2008.
- [9] E. DARQUE-CERETTI, *Adhésion et adhérence*. Paris: CNRS éditions, 2003.
- [10] F. FORTIER and Stéphanie CLOUET, "Rubans adhésifs," *Conception et Production*, 2011.
- [11] M. CHERFAOUI, "Essais non destructifs," *Contrôle non destructif*, 2006.
- [12] R. D. S. G. Campilho and L. F. M. da Silva, "Mode I fatigue and fracture behaviour of adhesively-bonded carbon fibre-reinforced polymer (CFRP) composite joints," in *Fatigue and Fracture of Adhesively-Bonded Composite Joints.*: Elsevier, pp. 93–120, 2015.
- [13] L. GORNET, "Généralités sur les matériaux composites," Engineering school September 2008.
- [14] M. CHATAIN, "Matériaux composites : présentation générale," *Plastiques et composites*, 2001.
- [15] Y. GELEBART., « Évaluation non destructive par ultrasons du vieillissement thermique d'une structure composite », Thèse de doctorat, Le Havre 2007.
- [16] J-A. PETIT, Y. BAZIARD, V. NASSIET, and B. HASSOUNE-RHABBOUR, "Durabilité des

- assemblages collés - Étude," *Travail des matériaux - Assemblage*, 2005.
- [17] Thi Hai Yen Qhach, "Etude de la durabilité d'un primaire epoxy anticorrosion : rôle de l'interphase polymère/métal et conséquence sur l'adhérence," PhD Thesis, Toulon 2010.
- [18] G. W. Critchlow and D. M. Brewis, "Review of surface pretreatments for aluminium alloys," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 16, pp. 255–275, 1996.
- [19] Howard A. Katzman, Robert M. Castaneda, and Han Sik Lee, "Moisture diffusion in composite sandwich structures," *Composites. Part A, Applied science and manufacturing*, vol. 39, pp. 887–892, 2008.
- [20] F. AVILES and M. AGUILAR-MONTERO, "Mechanical degradation of foam-cored sandwich materials exposed to high moisture," *Composite structures*, vol. 92, pp. 122–129, 2010.
- [21] S. J. John, A. J. Kinloch, and F. L. Matthews, "Measuring and predicting the durability of bonded carbon fibre/epoxy composite joints," *Composites*, vol. 22, pp. 121–127, 1991.
- [22] L. P. CANAL and V. MICHAUD, "Micro-scale modeling of water diffusion in adhesive composite joints," *Composite structures*, vol. 111, pp. 340–348, 2014.
- [23] B. HOSTEN and M. CASTAINGS, "Finite elements methods for modeling the guided waves propagation in structures with weak interfaces," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 117, pp. 1108–1113, 2005.
- [24] A. J. Kinloch, M. S. G. Little, and J. F. Watts, "The role of the interphase in the environmental failure of adhesive joints," *Acta materialia*, vol. 48, pp. 4543–4553, 2000.
- [25] Mihai V. PREDOI, M. CASTAINGS, and L. MOREAU, "Influence of material viscoelasticity on the scattering of guided waves by defects," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 124, pp. 2883–2894, 2008.
- [26] Q. Bénard, M. Fois, and M. Grisel, "Peel ply surface treatment for composite assemblies: Chemistry and morphology effects," *Composites. Part A, Applied science and manufacturing*, vol. 36, pp. 1562–1568, 2005.
- [27] Charles D. Wright and John M. Muggee, "Epoxy Structural Adhesives," in *Structural Adhesives: Chemistry and Technology*, S. R. Hartshorn, Ed. Boston, MA: Springer US, pp. 113–179, 1986.
- [28] C. GAUTHIER et al., "Lamb waves characterization of adhesion levels in aluminum/epoxy bi-layers with different cohesive and adhesive properties," *International journal of adhesion and adhesives*, vol. 74, pp. 15–20, 2017.
- [29] R. TAKTAK, N. GUERMAZI, J. DERBELI, and N. HADDAR, "Effect of hygrothermal aging on the mechanical properties and ductile fracture of polyamide 6: Experimental and numerical

- approaches," *Engineering fracture mechanics*, vol. 148, pp. 122–133, 2015.
- [30] M. ARHANT et al., "Effect of sea water and humidity on the tensile and compressive properties of carbon-polyamide 6 laminates," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 91, pp. 250–261, 2016.
- [31] C. HUMEAU, P. DAVIES, and F. JACQUEMIN, "An experimental study of water diffusion in carbon/epoxy composites under static tensile stress," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 107, pp. 94–104, 2018.
- [32] L. Van SCHOORS, M. GUEGUEN MINERBE, S. MOSCARDELLI, H. RABII, and P. DAVIES, "Antioxidant properties of flax fibers in polyethylene matrix composites," *Industrial Crops and Products*, vol. 126, pp. 333–339, 2018.
- [33] M. ARHANT, C. BRIANÇON, C. BURTIN, and P. DAVIES, "Carbon/polyamide 6 thermoplastic composite cylinders for deep sea applications," *Composite Structures*, vol. 212, pp. 535–546, 2019.
- [34] M. ARHANT, M. LE GALL, P-Y LE GAC, and P. DAVIES, "Impact of hydrolytic degradation on mechanical properties of PET - Towards an understanding of microplastics formation," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 161, pp. 175–182, 2019.
- [35] M. ARHANT et al., "Modelling the non Fickian water absorption in polyamide 6," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 133, pp. 404–412, 2016.
- [36] C. HUMEAU, P. DAVIES, and F. JACQUEMIN, "Moisture diffusion under hydrostatic pressure in composites," *Materials & Design*, vol. 96, Elsevier BV, pp. 90-98, 2016.
- [37] M. LE GALL, P. DAVIES, N. MARTIN, and C. BAILEY, "Recommended flax fibre density values for composite property predictions," *Industrial Crops and Products*, vol. 114, pp. 52–58, 2018.
- [38] P-Y LE GAC, M. ARHANT, M. LE GALL, and P. DAVIES, "Yield stress changes induced by water in polyamide 6: Characterization and modeling," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 137, pp. 272–280, 2017.