

UNIVERSITÉ AIX-MARSEILLE  
ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGENIEUR

...

# THÈSE

pour obtenir le titre de

## Docteur en Sciences

de l'Université d'AIX-MARSEILLE

**Mention : Mécanique des solides**

soutenue le 08 Décembre 2017

par

Marina VOISIN

## Tenue aux chocs d'une adhérence moléculaire renforcée : application à des systèmes optiques spatiaux embarqués

préparée au Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique, LMA,  
Marseille

### Jury :

*Rapporteur :* Nicolas CARRERE, Safran  
*Rapporteur :* Michel MASSENZIO, Lyon I  
*Examineur :* Patrice BAILLY, ENSI Bourges  
*Examineur :* Natacha COCHETEAU, Thales  
*Examineur :* Peter DAVIES, IFREMER  
*Directeur de thèse :* Frédéric LEBON, Aix-Marseille Université  
*Encadrant :* Aurélien MAUREL-PANTEL, Aix-Marseille Université  
*Examineur :* Sylvie RONEL, Lyon I  
*Invité :* Christian DUJEU, Thales  
*Invité :* Sébastien BEGOC, CNES



# Remerciements

Je souhaiterais remercier toutes les personnes qui ont porté ce projet et qui m'ont fait confiance pour le mener à bien. Tout d'abord, Sonia AitZaid qui a soutenu ma candidature auprès du CNES. Mon directeur de thèse, Frédéric Lebon, et mon encadrent, Aurélien Maurel-Pantel, qui ont su trouver les mots pour que j'accepte de faire une thèse et qui n'ont cessé de m'encourager et de valoriser mon travail pendant ces trois années. Les collaborateurs et financeurs, comme le CNES représenté par Sébastien Begoc et Thales SESO représenté par Christian Dujeu et Natacha Cocheteau, qui m'ont apporté les moyens techniques et m'ont aiguillé pour améliorer mes travaux lors des nombreuses réunions d'avancement.

Ensuite, je tiens à remercier Nicolas Carrere et Michel Massenzio pour m'avoir fait l'honneur de juger mon travail. Je remercie également Sylvie RONEL, Natacha COCHETEAU, Patrice BAILLY et Peter DAVIES pour avoir fait partie de mon jury.

Je voudrais remercier les personnes du service pyrotechnique du CNES, qui nous ont donné l'opportunité de réaliser le premier essai de choc pyrotechnique sur un Coin de Cube.

Je remercie tout particulièrement Frédéric Mazerolle pour sa disponibilité et ses conseils lors de la réalisation des différentes campagnes expérimentales. Je le remercie également ainsi que Vincent Long pour avoir fabriqué le banc de chocs.

Mes remerciements vont également à tous les thésards et post-doctorants que j'ai côtoyé sur ces 3 années (Boris, Benjamin, Aldo, Véronica, Nassira, Quang...). Je porte une attention particulière à Maverick et Louis pour m'avoir préparé à la soutenance. Ainsi qu'à Aurore avec qui j'ai partagé beaucoup lors de la première année de thèse et qui je lui souhaite pourra rapidement revenir finir sa thèse. Puis à l'ensemble de l'équipe JJCAB (P-Y, Pierre, Alice et Boris) avec qui j'ai passé de très bon moment pour l'organisation de ces journées.

Je remercie également l'ensemble du Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique pour son accueil. Et plus particulièrement l'équipe Matériaux et Structures, comme Laurent pour ces vidéos par caméra rapide, Iulian pour son aide sur Abaqus, Christian pour ses nombreuses idées mais également Noël, Hervé, Stéphane... Sans oublier le personnel administratifs et techniques qui m'ont aidé pour de nombreuses démarches (Annie, Marie, Alain, Emmanuelle, Tom, Stéphanie, Michel...).

Pour finir, je voudrais remercier Thomas qui a été là pendant ces trois années, qui m'a

aidé pour la correction du manuscrit et pour la répétition de nombreuses présentations. Mais également mes parents qui m'ont poussé à faire des études et soutenu sans penser que je ne m'arrêterai qu'après avoir obtenu le doctorat.

Merci à tous.

# Table des matières

Remerciements	i
Liste des figures	xi
Liste des tableaux	xiii
Nomenclature	xvi
Introduction	1
<b>1 Étude bibliographique</b>	<b>5</b>
1 Collage par adhérence moléculaire . . . . .	5
1.1 Principe et procédés d'assemblage par adhérence moléculaire . . .	5
1.2 Caractérisation expérimentale de l'adhérence moléculaire . . . . .	9
1.2.1 Essais de double cisaillement . . . . .	9
1.2.2 Essai de clivage . . . . .	11
1.2.3 Essai de clivage au coin . . . . .	11
1.2.4 Essai d'initiation flexible (Flexible initiation test : FIT) .	13
1.3 Bilan sur l'adhérence moléculaire . . . . .	14
2 Les assemblages collés . . . . .	14
2.1 Adhésion et cohésion . . . . .	15
2.2 Le type de collage et de sollicitation . . . . .	15
2.3 Le type de rupture . . . . .	16
2.4 Caractérisation expérimentale d'assemblages collés . . . . .	17
2.4.1 Amorçage en mode I . . . . .	17
2.4.2 Amorçage en mode II . . . . .	18
2.4.3 Amorçage en mode mixte . . . . .	19
3 Les chocs et le collage . . . . .	21
3.1 Chocs et satellites . . . . .	21
3.2 Les différents types de chocs . . . . .	24
3.3 État de l'art sur les chocs basses vitesses générés indirectement . .	25
3.3.1 Assemblages collés . . . . .	25
3.3.2 Excitateurs dynamiques . . . . .	30
3.3.3 Chocs par l'intermédiaire d'un programmeur . . . . .	31
4 Bilan de l'état de l'art . . . . .	33

<b>2</b>	<b>Banc d'essais de chocs</b>	<b>35</b>
1	Description du banc d'essais de chocs . . . . .	35
2	Etude du banc d'essais avec une éprouvette monobloc . . . . .	39
2.1	La vitesse d'impact . . . . .	40
2.2	Le comportement de l'effort . . . . .	41
2.3	Le comportement de l'accélération . . . . .	46
3	Conclusion . . . . .	48
<b>3</b>	<b>Caractérisation expérimentale aux chocs d'assemblages collés</b>	<b>49</b>
1	Les éprouvettes . . . . .	49
1.1	Les adhésifs . . . . .	49
1.2	Les substrats . . . . .	50
1.3	Le protocole de collage . . . . .	52
2	Tenue en statique des colles . . . . .	54
2.1	Résultats des essais statiques avec le dispositif Arcan . . . . .	54
2.2	Définition de la contrainte à rupture en statique . . . . .	59
2.2.1	Application du critère Point Stress en traction . . . . .	60
2.2.2	Application du critère Point Stress en cisaillement . . . . .	62
2.3	Comparaison des trois colles testées en statique . . . . .	63
3	Tenue aux chocs des colles . . . . .	64
3.1	Protocole d'essai . . . . .	64
3.2	Résultats des essais de chocs . . . . .	65
3.2.1	Assemblages collés avec l'Araldite . . . . .	65
3.2.2	Assemblages collés avec la 3M 2216 . . . . .	66
3.2.3	Assemblages collés avec la Cyanoacrylate . . . . .	68
3.3	Comparaison des trois colles testées aux chocs . . . . .	70
4	Bilan des essais sur les assemblages collés . . . . .	74
<b>4</b>	<b>Caractérisation expérimentale aux chocs du collage direct ou par adhé-</b>	
	<b>rence moléculaire</b>	<b>75</b>
1	Les éprouvettes en verre de silice . . . . .	75
2	Première campagne d'essais sur l'adhérence moléculaire . . . . .	77
2.1	Résultats des essais statiques . . . . .	77
2.2	Résultats des essais de chocs . . . . .	79
3	Deuxième campagne d'essais sur l'adhérence moléculaire . . . . .	81
3.1	Résultats des essais statiques . . . . .	82
4	Définition de la contrainte critique à l'aide du PSC . . . . .	83
4.1	Application du critère Point Stress en traction . . . . .	84
4.2	Application du critère Point Stress en cisaillement . . . . .	85
5	Bilan des essais sur l'adhérence moléculaire . . . . .	87
<b>5</b>	<b>Tenue aux chocs d'un coin de cube</b>	<b>89</b>
1	Le banc d'essais pyrotechnique . . . . .	89
2	La maquette testée et sa configuration d'essai . . . . .	90
3	Réglages du banc d'essais . . . . .	93
4	Résultats de la campagne de chocs . . . . .	95
5	Définition de la contrainte dynamique . . . . .	98
6	Conclusion . . . . .	103

Conclusions et Perspectives

105





# Table des figures

1	Partie du slicer MUSE composé de 48 lames adhérees [1] . . . . .	1
2	Prototype SNAP ( <i>Source site de Winlight Optics</i> ) . . . . .	2
1.1	Création de l'adhérence moléculaire entre deux substrats en silice : propagation de l'onde de collage . . . . .	6
1.2	Evolution de l'interface de collage en fonction de la température de recuit d'après le modèle de Stengl [2] . . . . .	6
1.3	Mouillage de surface en silice . . . . .	8
1.4	Influence du temps de traitement plasma sur l'énergie de surface pour du verre de silice . . . . .	8
1.5	Essai de double-cisaillement pour l'adhérence moléculaire . . . . .	9
1.6	Influence des paramètres testés pour les essais de double-cisaillement [3] .	10
1.7	Principe de l'essai de clivage du projet MATIOMA . . . . .	11
1.8	Principe du clivage au coin, Gillis et Gilman [4] . . . . .	11
1.9	Montage de l'essai de clivage au coin sur des éprouvettes collées par adhérence moléculaire [5] . . . . .	12
1.10	Essai d'initiation à la rupture par l'écartement des deux bras longs [6] .	13
1.11	Éprouvette en verre collés aux supports poutres flexibles . . . . .	13
1.12	Forme du bord des éprouvettes en verre de silice à l'interface adhéree . .	14
1.13	Les différents types de joints [7] . . . . .	15
1.14	Type de sollicitation d'un joint de colle . . . . .	16
1.15	Les différentes formes de rupture d'un joint collé . . . . .	16
1.16	Les différents modes de rupture . . . . .	17
1.17	Principe de l'essai DCB . . . . .	17
1.18	Principe de l'essai de traction bout à bout . . . . .	18
1.19	Essai à simple recouvrement . . . . .	18
1.20	Principe de l'essai TAST [8] . . . . .	18
1.21	Principe de l'essai Arcan [9] . . . . .	19
1.22	Machine d'essais de Arcan et al. [10] . . . . .	19
1.23	Machine d'essais Arcan modifiée de Cognard et al. [11] . . . . .	20
1.24	Montage de l'éprouvette dans l'essai Arcan modifié repris par Bresson [12]	20
1.25	Montage Arcan de Greer et al. [13] empêchant la rotation . . . . .	20
1.26	Essais de chocs dans la direction z de l'équipement optique [14] . . . . .	23
1.27	Dispositif d'assemblage pour un essai de vibration et de choc [15] . . . . .	23
1.28	Description des catégories d'impacts identifiées dans la littérature [16] . .	24
1.29	Catégories d'impacts suivant Olsson [17] . . . . .	25
1.30	ASTM "Block Impact Test" (ASTM D950-78) . . . . .	25
1.31	Éprouvette adaptée de Adams et Harris pour le "Block Impact Test" [18]	26

1.32	Sollicitation en tension d'une éprouvette simple recouvrement par un impact généré par un marteau [19] . . . . .	26
1.33	Sollicitation en compression d'une éprouvette simple recouvrement par un impact de barre [20] . . . . .	27
1.34	Machines d'impacts par poids tombant avec mise en tension de l'assemblage collé . . . . .	28
1.35	Sollicitation en tension de l'éprouvette par la chute d'un impacteur en deux points d'impact indirects . . . . .	29
1.36	Essais dynamiques avec un dispositif Arcan de Dufour et al. [21] . . . . .	29
1.37	Signal d'un choc élémentaire et son SRC à entrer dans un excitateurs dynamiques . . . . .	30
1.38	Obtention d'un SRC . . . . .	31
1.39	Machine de chocs avec programmeur . . . . .	32
2.1	Adaptation de l'essai de Beevers et Ellis [22] pour le dispositif Arcan . . . . .	36
2.2	Détails du bancs d'essais de chocs . . . . .	36
2.3	Dispositif de serrage homogène des différentes éprouvettes . . . . .	37
2.4	Détails de fixation des brides sur les demi-disques . . . . .	37
2.5	Photo du montage en position de cisaillement avec les accéléromètres . . . . .	38
2.6	Supports vissés en aluminium pour les accéléromètres . . . . .	39
2.7	Banc d'essais avec éprouvette sans interface . . . . .	39
2.8	Courbes du signal de l'effort pour les 3 essais de chocs à 0,9 m avec 0,9 kg . . . . .	41
2.9	Effort maximal mesuré en fonction de la hauteur de chute et de la masse de l'impacteur . . . . .	42
2.10	Schéma du modèle de Brossard [23] pour une traction sous l'effet d'un choc . . . . .	42
2.11	Essai de mise en tension du montage Arcan pour le calcul de la rigidité du système . . . . .	44
2.12	Effort maximal théorique (courbes) en fonction de la hauteur de chute et de la masse de l'impacteur . . . . .	45
2.13	Relevé du signal de l'accéléromètre inférieur pour les 3 essais de chocs à 0,9 m avec 0,9 kg . . . . .	46
2.14	Relevé du signal de l'accéléromètre supérieur pour les 3 essais de chocs à 0,9 m avec 0,9 kg . . . . .	46
2.15	SRC pour les 3 essais de chocs à 0,9 m avec 0,9 kg . . . . .	47
3.1	Dimensions des quatre demi-éprouvettes en aluminium ayant différente géométrie au bord du joint collé . . . . .	51
3.2	Exemple d'une rupture mixte avec la 3M 2216 pour une éprouvette sans primaire d'accrochage . . . . .	52
3.3	Mise en place de 4 fils calibrés sur la surface à adhérer pour contrôler l'épaisseur de colle . . . . .	53
3.4	Montage permettant le collage des éprouvettes en aluminium . . . . .	53
3.5	Observations au microscope de l'interface collée pour des éprouvettes de Cyanoacrylate avec 0,01 mm d'épaisseur . . . . .	54
3.6	Observations au microscope de l'interface collée pour des éprouvettes pour des collages avec 0,1 mm d'épaisseur . . . . .	54
3.7	Dispositif Arcan monté dans la machine de traction/compression Instron . . . . .	55

3.8	Courbes force-déplacement pour les essais de traction sur un bord arrondi avec la Cyanoacrylate . . . . .	55
3.9	Résultats des essais de traction pour les trois adhésifs : valeur moyenne et écart type de la force à rupture . . . . .	56
3.10	Résultats des essais de cisaillement pour les trois adhésifs : valeur moyenne et écart type de la force à rupture . . . . .	56
3.11	Résultats des essais de traction/cisaillement : valeur moyenne et écart type de la force à rupture . . . . .	57
3.12	Modèle pour l'application du PSC en traction sur l'éprouvette à 45° en aluminium : conditions limites et maillage, éléments de taille 2 mm pour l'Arcan et 0,5 mm pour l'éprouvette . . . . .	60
3.13	Répartition des contraintes normales à l'interface du bord à 45° pour différentes tailles de maillage en traction pour l'Araldite . . . . .	60
3.14	Répartition des contraintes de Von Mises pour une sollicitation de traction de l'Araldite avec un maillage de 0,1 mm à l'interface . . . . .	61
3.15	Répartition des contraintes normales à l'interface en sollicitation de traction pour l'Araldite . . . . .	61
3.16	Répartition des contraintes de Von Mises pour une sollicitation de cisaillement pour une éprouvette avec un bord arrondi et un bord droit . . . . .	62
3.17	Répartition des contraintes de cisaillement à l'interface pour différentes tailles de maillage en cisaillement pour l'Araldite . . . . .	62
3.18	Répartition des contraintes de cisaillement à l'interface en cisaillement pour l'Araldite . . . . .	63
3.19	Position du dispositif Arcan pour une sollicitation en mode I et II . . . . .	64
3.20	Définition des énergies $E_0$ et $E_{100}$ . . . . .	65
3.21	Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en traction avec l'Araldite . . . . .	65
3.22	Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement avec l'Araldite . . . . .	66
3.23	Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en traction avec la 3M 2216 . . . . .	67
3.24	Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement avec la 3M 2216 . . . . .	67
3.25	Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en traction avec la Cyanoacrylate . . . . .	68
3.26	Exemple de faciès de rupture pour la Cyanoacrylate . . . . .	69
3.27	Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement avec la Cyanoacrylate . . . . .	69
3.28	Comparaison du comportement des adhésifs face à une sollicitation de chocs en traction suivant différentes géométries de bord à l'interface collée . . . . .	71
3.29	Comparaison du comportement des adhésifs face à une sollicitation de chocs en cisaillement suivant différentes géométries de bord à l'interface collée . . . . .	72
3.30	Comparaisons des différentes énergies caractéristiques . . . . .	73
4.1	Éprouvette en verre de silice collée par adhérence moléculaire . . . . .	76
4.2	Éprouvette cylindrique collée sur des supports en aluminium . . . . .	76

4.3	Dispositif Arcan en acier avec l'éprouvette en verre de silice adhérente montée en traction sur la machine Instron . . . . .	77
4.4	Résultats des essais statique sur l'adhérence moléculaire : valeur moyenne et écart type de la force à rupture . . . . .	78
4.5	Courbe de l'essai de cisaillement de l'éprouvette en verre de silice ayant subi le traitement 1 . . . . .	79
4.6	Glissement et réadhésion des surfaces suite à une sollicitation en cisaillement de l'adhérence moléculaire . . . . .	79
4.7	Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement de l'adhérence moléculaire sans traitement . . . . .	80
4.8	Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement de l'adhérence moléculaire avec le traitement 1 . . . . .	80
4.9	Rupture adhésive de l'adhérence moléculaire du verre de silice suite au traitement intermédiaire pour une sollicitation de choc en cisaillement . . . . .	81
4.10	Résultats des essais de traction et de cisaillement avec le traitement 2 : valeur moyenne et écart type de la force à rupture . . . . .	82
4.11	Rupture mixte de l'adhérence moléculaire du verre de silice suite au traitement 2 pour une sollicitation de traction . . . . .	83
4.12	Rupture à l'interface et explosion des substrats sur une éprouvette de traitement 2 pour une sollicitation de cisaillement . . . . .	83
4.13	Répartition du maillage pour l'essai sur l'adhérence moléculaire avec un maillage de 0,1 mm à l'interface . . . . .	84
4.14	Répartition des contraintes normales à l'interface pour différentes tailles de maillage en sollicitation de traction pour l'adhérence moléculaire . . . . .	84
4.15	Répartition des contraintes de cisaillement à l'interface pour une sollicitation de cisaillement sur l'adhérence moléculaire . . . . .	86
5.1	Banc d'essais de chocs pyrotechnique du CNES . . . . .	90
5.2	Principe de la plaque résonante . . . . .	90
5.3	Le coin de cube en verre de silice collé sur le DFM en titane . . . . .	91
5.4	Positionnement du coin de cube sur le banc d'essais de chocs . . . . .	91
5.5	Instrumentation de l'essai de choc sur le coin de cube en verre de silice . . . . .	92
5.6	Le coin de cube en aluminium collé sur son DFM en aluminium . . . . .	93
5.7	Mise en position du coin de cube en aluminium et instrumentation de la maquette simplifiée . . . . .	94
5.8	SRC de l'accéléromètre S_X pour différents niveaux de choc . . . . .	94
5.9	SRC de l'accéléromètre CC_A sur l'une des pétales du coin de cube pour différents niveaux de choc . . . . .	95
5.10	SRC des signaux de l'accéléromètre placé sur la plaque dans la direction x pour les neuf chocs . . . . .	95
5.11	Éclat au niveau de l'APEX interne suite à l'essai de choc numéro 8 . . . . .	96
5.12	Contact entre l'angle du coin de cube et le DFM . . . . .	97
5.13	SRC obtenus suite au septième choc . . . . .	97
5.14	SRC de l'accéléromètre S_X obtenu suite au septième choc . . . . .	98
5.15	Modèle numérique de l'essai de choc : maillage et conditions limites . . . . .	99
5.16	Champ d'accélération (en $\text{mm} \cdot \text{s}^{-2}$ ) suite à la simulation du choc numéro 7 pour un maillage de 1 mm . . . . .	100

5.17	Modèle numérique du Coin de Cube marquée de ces interfaces adhérees par des rectangles rouges . . . . .	100
5.18	Contraintes de normales (en MPa) sur les éléments de l'interface 3 adhérees du coin de cube pour le septième choc . . . . .	101
5.19	Contraintes de normales (en MPa) sur les éléments des interfaces 1 et 2 adhérees du coin de cube pour le septième choc . . . . .	101
5.20	Répartition des contraintes normales le long d'une ligne de l'interface proche de la zone de contrainte maximale . . . . .	102



# Liste des tableaux

1.1	Énergie d'adhésion mesurée avec l'essai de clivage au coin . . . . .	12
1.2	Les chocs sur un satellite au cours de son cycle de vie [24] . . . . .	21
2.1	Evolution de la vitesse de chute . . . . .	40
2.2	Rigidité du système Arcan mesurée . . . . .	44
3.1	Propriétés des adhésifs étudiés : contraintes du fabricant ( $\sigma_{cis}$ ) et contraintes calculées avec le PSC ( $\sigma_{c,I}$ ) . . . . .	50
3.2	Propriétés de l'Aluminium 2017 utilisé pour les échantillons . . . . .	50
3.3	Dispersion des résultats sur l'effort de rupture pour différents modes de sollicitation et quatre concentrations de contrainte à l'interface dans le cas de l'Araldite . . . . .	57
3.4	Dispersion des résultats sur l'effort de rupture pour différents modes de sollicitation et quatre concentrations de contrainte à l'interface dans le cas de la 3M 2216 . . . . .	58
3.5	Dispersion des résultats sur l'effort de rupture pour différents modes de sollicitation et quatre concentrations de contrainte à l'interface dans le cas de la Cyanoacrylate . . . . .	58
3.6	Résultats de l'application du critère Point Stress sur les colles en traction	61
3.7	Résultats de l'application du critère Point Stress sur les colles en cisaillement	63
3.8	Bilan des énergies d'impact caractéristiques de l'Araldite . . . . .	66
3.9	Bilan des énergies d'impact caractéristiques de la 3M 2216 . . . . .	68
3.10	Bilan des énergies d'impact caractéristiques de la Cyanoacrylate . . . . .	70
4.1	Dispersion des résultats sur l'effort de rupture pour la première campagne d'essais sur le verre de silice adhérent . . . . .	78
4.2	Dispersion des résultats sur l'effort de rupture pour la deuxième campagne d'essais sur le verre de silice adhérent . . . . .	82
4.3	Résultats de l'application du Critère Point Stress sur l'adhérence moléculaire en traction . . . . .	85
4.4	Résultats de l'application du Critère Point Stress sur l'adhérence moléculaire en cisaillement . . . . .	86
5.1	Taille de maillage des éléments de la maquette . . . . .	99





# Nomenclature

$\nu$	Coefficient de Poisson	
$L$	Longueur de la fissure	mm
$\bar{f}$	Moyenne des efforts à rupture	N
$\overline{v_{mesuree}}$	Moyenne des vitesses à l'impact mesurées	N
$\overline{v_{th}}$	Vitesse à l'impact théorique	N
$\sigma_c$	Contrainte critique	MPa
$\sigma_{c,II}$	Contrainte critique en mode II calculée avec le PSC	MPa
$\sigma_{c,I}$	Contrainte critique en mode I calculée avec le PSC	MPa
$\sigma_{cis}$	Contrainte en cisaillement	MPa
$\theta$	Angle de contact formé par une goutte de liquide sur une surface	rad
$\tilde{W}$	Énergie de collage pour les conditions initiales avec 0,4 nm RMS de rugosité	$J \cdot m^{-2}$
$a_c$	Longueur caractéristique	mm
$a_{c,II}$	Longueur caractéristique en mode I calculée avec le PSC	mm
$a_{c,I}$	Longueur caractéristique en mode I calculée avec le PSC	mm
$CV$	Coefficient de variation	%
$E$	Module d'Young des substrats	MPa
$e$	Épaisseur des substrats dans l'essai clivage au coin	mm
$E_b$	Module de Young de la barre	Pa
$E_i$	Energie d'impact	J
$E_0$	Energie pour un taux de rupture de 0%	J
$E_{100}$	Energie pour un taux de rupture de 100%	J
$f$	Effort à rupture mesurées en statique	N
$f_s$	Flèche statique	m
$F_{max}$	Effort maximal lors d'un choc	N
$g$	Accélération de la pesanteur	$9,81 m \cdot s^{-2}$
$h$	Hauteur de chute de l'impacteur	m

---

$i$	Nombre d'adhésion successive	
$K$	Rigidité global des systèmes en série (Barre et Arcan)	$\text{N} \cdot \text{m}^{-1}$
$K_1$	Rigidité de la barre	$\text{N} \cdot \text{m}^{-1}$
$K_2$	Rigidité du ressort (de l'Arcan dans cette étude)	$\text{N} \cdot \text{m}^{-1}$
$l$	Longueur de la barre	m
$M$	Masse de la plate forme d'impact	kg
$m$	Masse de l'impacteur	kg
$n$	Nombre d'essais	
$R$	Rugosité	nm
$R_e$	Limite élastique du matériau	GPa
$S$	Section de la barre	$\text{m}^2$
$s$	Ecart type	N
$T$	Température de recuit	K
$t$	Temps de recuit	s
$v$	Vitesse de l'impacteur	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$
$W^n$	Énergie de collage	$\text{J} \cdot \text{m}^{-2}$
$W_0$	Énergie de collage dans les conditions initiales	$\text{J} \cdot \text{m}^{-2}$
$W_{max}$	Énergie de collage pour les conditions optimales	$\text{J} \cdot \text{m}^{-2}$
$y$	Épaisseur de la demi-lame de rasoir	mm

# Introduction

Le collage par adhérence moléculaire consiste à adhérer deux surfaces entre elles sans l'utilisation de matière adhésive ou d'autres matériaux [25]. Lors de la mise en contact de ces deux surfaces, parfaitement polies et propres, des liaisons intermoléculaires responsables de l'adhésion se forment. Cette technique est le plus souvent utilisée en micro-électronique sur les wafers de silicium par exemple, mais elle se retrouve également en optique. La technique est décrite plus en détails dans le premier chapitre.

Dans le domaine de l'optique, des assemblages complexes de verre de Silice, de Zérodur ou de Silicium peuvent être réalisés à l'aide de cette procédure ; ils ont l'avantage d'avoir de très bonnes propriétés optiques dues au contact direct entre les deux surfaces en verre. Cette application permet la fabrication de systèmes optiques, actuellement utilisés pour les télescopes dans le domaine de l'optique terrestre.

Par exemple, le projet MUSE (Multi Unit Spectroscopic Explorer) [1] a permis de développer l'un des plus grands découpeurs d'images (slicers). Il comprend 96 empilements contenant chacun 12 lames adhérees soit un total de 1152 lames adhérees (Figure 1) permettant ainsi de détecter des galaxies 100 millions de fois moins lumineuses que les étoiles les plus faibles observables à l'œil nu.

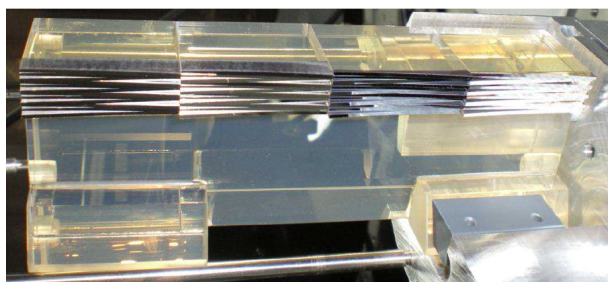


FIGURE 1 – Partie du slicer MUSE composé de 48 lames adhérees [1]

Ces applications commencent à s'étendre au spatial comme par exemple le projet Pro-naos (PROgramme National d'Astronomie Submillimétrique) pour la réalisation de senseurs stellaires embarqués dans des ballons stratosphériques [26, 27]. Mais les applications de l'adhérence moléculaire pourraient s'étendre davantage dans l'optique spatiale grâce aux bonnes propriétés optiques des assemblages et à l'absence de risque de contaminations dues au dégazage. Or, les contraintes d'utilisation dans l'espace sont très différentes des conditions d'utilisation de la technologie sur terre.

Durant les opérations de lancement ou de déploiement, un satellite peut être exposé à un environnement de chocs énergétiques et à des vibrations importantes. Les dispositifs pyrotechniques tels que les boulons explosifs, les vannes pyrotechniques et les cordons de découpe génèrent lors de leur fonctionnement des chocs mécaniques qui se caractérisent par de très hauts niveaux d'accélération à de très hautes fréquences. Mais un satellite peut également subir des chocs tout au long de sa vie, lors d'un changement de cap par exemple, ou lors de son atterrissage. En plus des chocs et des vibrations, le satellite sera confronté à de la fatigue thermique avec des changements de température passant de  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  à  $+100\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Une première maquette a déjà passé avec succès le niveau TRL6 (maturité technologique de niveau 6) qui est un environnement spatial correspondant à 8 cycles thermiques entre 100 K et 300 K et à des vibrations aléatoires entre 20 Hz et 2000 Hz. Ce prototype SNAP (SuperNova Acceleration Probe) est un assemblage de 60 lames adhésives placées sur un support métallique afin de pouvoir positionner l'assemblage sur un banc d'essais vibratoire (Figure 2).

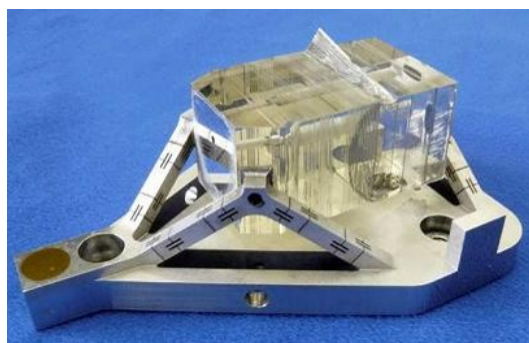


FIGURE 2 – Prototype SNAP (*Source site de Winlight Optics*)

Toutefois et malgré ces premiers résultats encourageants, une amélioration de la tenue mécanique de l'interface adhésive couplée à une meilleure compréhension des phénomènes physiques mis en jeu, ainsi qu'une caractérisation du comportement mécanique des assemblages sont nécessaires afin de répondre aux exigences de l'Agence Spatiale Européenne (ESA).

Afin de satisfaire à ces exigences, une collaboration entre laboratoires et entreprises appelée MATIOMA (Modelling And Technological Improvement Of Molecular Adhesion) est née. Anciennement elle était formée par le CNES, la société Winlight Optics et le Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (LMA). Elle se situe dans un continuum pluridisciplinaire compris entre l'innovation industrielle, la recherche fondamentale et technologique avec des aspects théoriques, expérimentaux et numériques.

Les premiers travaux de CochetEAU [5] ont été réalisés sur l'adhérence moléculaire dans le cadre de ce projet MATIOMA. Ils ont permis de comprendre les mécanismes physico-chimiques de l'adhésion. Le rôle des paramètres influençant le procédé d'adhésion, tels que la rugosité, le nombre de sites d'adhésion, le taux d'humidité de l'air ou encore le temps et la température de recuit, ont été identifiés.

La tenue mécanique de l'adhésion en fonction de ces paramètres a été testée à l'aide d'essais de double cisaillement et de clivage au coin (Chapitre 1, Partie 1.2). Ces essais ont permis de déterminer les paramètres optimaux du procédé de consolidation de l'adhérence, visant à obtenir une adhésion moléculaire renforcée. Un essai de clivage a permis de valider le renforcement de l'adhésion, en montrant que la tenue mécanique pouvait être doublée (Chapitre 1, Partie 1.2.2). De plus, des analyses chimiques ont mis en évidence que le Zérodur était un meilleur candidat à l'adhérence que le verre de silice.

Lors de cette thèse, un modèle macroscopique et un modèle phénoménologique visant à décrire l'intensité d'adhésion ont été développés (Chapitre 1, Partie 1.1) afin de simuler le comportement de l'interface dans un code de calcul par éléments finis. Ces travaux sur la simulation ont été poursuivis et ont permis de définir une loi phénoménologique basée sur un modèle de zone cohésive permettant de modéliser le comportement de l'adhérence moléculaire pour une adhésion sans traitement thermique.

Néanmoins les essais utilisés pour caractériser la tenue mécanique de l'adhérence moléculaire présentent des dispersions de mesures. Dans une seconde thèse du projet MATIOMA, Bui [6] a donc développé et conçu un essai visant à réduire la dispersion des mesures pour caractériser l'amorçage de fissure en mode I pour une adhésion moléculaire renforcée (Chapitre 1, Partie 1.2.4).

Dans un premier temps, il a réalisé son étude sur des colles fragiles en testant l'influence du bord libre avec différentes concentrations de contrainte (bord droit, avec angle à 45° et à 30°). Suite à ces essais, il a comparé deux approches numériques de type méthode "ingénieur" visant à prédire la rupture à l'initiation. La première approche est non locale par un critère en contraintes de type "Point Stress" et la deuxième est mixte "contrainte/énergie" [28, 29].

Cette démarche a été reproduite pour l'adhérence moléculaire ; Bui a observé que l'influence de la concentration de contraintes est plus importante pour les collages fragiles ou avec faible épaisseur (de l'ordre du centième).

Malgré ces premiers résultats encourageants, une assurance de la tenue de l'adhérence moléculaire pour les conditions de vols semble nécessaire. En effet, les opticiens du CNES sont peu confiants vis-à-vis de cette interface fragile notamment sur la tenue aux chocs. Une étude sur ce sujet doit donc être menée.

Le projet MATIOMA regroupe actuellement, le CNES, Thales SESO et le LMA. L'industriel Winlight Optics réalisant les éprouvettes par adhésion moléculaire s'est retiré du projet et le relais a été pris par la société Thales SESO. Les travaux présentés dans ce document prennent place dans le cadre d'une thèse co-financée par le CNES et Thales SESO, qui va s'attacher à caractériser la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire renforcée dans le but de dimensionner des assemblages adhésifs dans un environnement spatial.

Pour atteindre cet objectif il est donc important de :

- comprendre l’environnement de choc auquel peut être confronté un assemblage par adhérence moléculaire,
- caractériser expérimentalement la tenue aux chocs à la fois sur des éprouvettes élémentaires et sur une structure complexe,
- comparer la tenue statique et dynamique pour différents modes de sollicitation,
- simuler par éléments finis le choc pour prédire la tenue de l’adhérence moléculaire face à une situation dynamique.

Afin d’apporter une réponse à ces questions, un premier chapitre est consacré à la bibliographie. Le principe de l’adhérence moléculaire y est rappelé ainsi que les études de caractérisation expérimentale en statique menées avec Winlight Optics. Une partie est aussi consacrée à la description des assemblages collés classiquement avec un adhésif et à leur caractérisation. En effet, l’adhérence moléculaire est un procédé de fabrication long et coûteux. Commencer par une étude sur les assemblages collés semble un bon compromis pour mettre en place les essais et comprendre le comportement d’une éprouvette face à un choc. De plus, la tenue mécanique des assemblages collés face à tous types de sollicitations est une question d’actualité. Principalement dans le domaine de l’aéronautique où remplacer des structures rivetées ou boulonnées par des assemblages collés permettrait un gain de masse non négligeable. Ce Chapitre 1 décrit ensuite l’environnement de choc spatial puis il montre différentes façon de caractériser la tenue aux chocs d’un assemblage collé.

Suite à l’étude bibliographique, un banc d’essais a été développé. Ce nouveau banc permet de tester la tenue aux chocs d’assemblages collées en sollicitant l’interface adhérente suivant différents modes (traction, cisaillement et mixte). L’utilisation de ce système sur une machine de traction/compression permet également de réaliser une étude statique. Le Chapitre 2 décrit donc le banc de chocs et les différents essais qui ont été réalisés pour valider son comportement.

Les Chapitres 3 et 4 montrent les résultats des différents essais réalisés avec ce nouveau banc en statique et en dynamique pour caractériser respectivement la tenue aux chocs de trois adhésifs différents et la tenue aux chocs de l’adhérence moléculaire. Dans ces chapitres, une partie avec une étude numérique est consacré à l’application d’un critère en contrainte pour définir la contrainte critique à rupture des adhésifs et de l’adhérence moléculaire en statique pour différents modes de sollicitation (mode I et mode II).

Pour finir, une étude sur la tenue aux chocs d’une structure optique réelle adhérente par adhérence moléculaire (un coin de cube) est effectuée au Chapitre 5. Une campagne d’essais de choc est réalisée au CNES pour définir le niveau d’accélération admissible par la structure optique. Le chapitre se termine par une simulation numérique en dynamique linéaire visant à observer le champ de contraintes aux interfaces adhérentes lors d’un choc. Une discussion est proposée sur la pertinence et la prédictibilité d’un tel calcul et sa confrontation avec des critères classiques en statique.

# Chapitre 1

## Étude bibliographique

Dans ce chapitre, le principe du collage par adhérence moléculaire est décrit [5] ainsi que les essais de caractérisation statique de cette adhérence avec quelques résultats importants. Ensuite, un rappel succinct sur les assemblages collés est donné. En effet de nombreux travaux ont déjà traité ce sujet de manière approfondie [30, 12, 31, 32, 33]. Pour finir une étude sur les chocs est réalisée avec un état de l'art général sur les chocs au niveau d'un satellite. Ainsi qu'une étude sur les différents types de chocs et plus particulièrement sur les moyens d'essais existants permettant d'imposer un choc de manière indirecte sur un collage, c'est-à-dire dans le cas où l'assemblage n'est pas impacté directement par une pièce.

### 1 Collage par adhérence moléculaire

Alors que le collage par adhérence moléculaire est connue depuis fort longtemps, les premières applications industrielles de celui-ci sont apparues dans les années 1980 dans les milieux de la microélectronique et des microtechnologies. Cette technologie est donc utilisée dans la fabrication des SOI (Silicon-on-Insulator), utilisés dans les circuits imprimés et les capteurs, ou de MEMS (Microelectromechanical system). Dans le milieu de l'optique terrestre, les premières applications ont vu le jour dans les années 1920 pour la fabrication d'interféromètres [34].

#### 1.1 Principe et procédés d'assemblage par adhérence moléculaire

Le principe du collage par adhérence moléculaire est basé sur la simple mise en contact de deux surfaces. Dans notre cas d'étude, les surfaces sont en verre de silice ou silicium adhérees, avec un procédé de collage réversible. Afin d'établir ce type de collage, une préparation des surfaces est nécessaire.

Premièrement, les surfaces doivent être polies minutieusement afin d'être parfaitement planes et avec une rugosité minimale inférieure au nanomètre. Cette étape est indispensable, en effet une rugosité plus importante conduirait à une faible zone de contact et de ce fait à l'apparition de défauts à l'interface [35, 36, 37, 38]. Une forte rugosité pourrait empêcher le collage.

Deuxièmement, les surfaces subissent un traitement chimique visant à les nettoyer [39, 40] afin d'éliminer toutes les particules de contamination et à les activer pour obtenir plus de liaisons pendantes silanol Si-OH. Avant d'être adhérentes entre elles à température ambiante, les surfaces, de nature hydrophile, vont réagir avec l'humidité de l'air et former des clusters d'eau. Lors du contact, des liaisons hydrogènes vont pouvoir se créer. Ce phénomène est visible par la propagation d'une onde dès le contact entre les surfaces, comme montré sur la Figure 1.1.

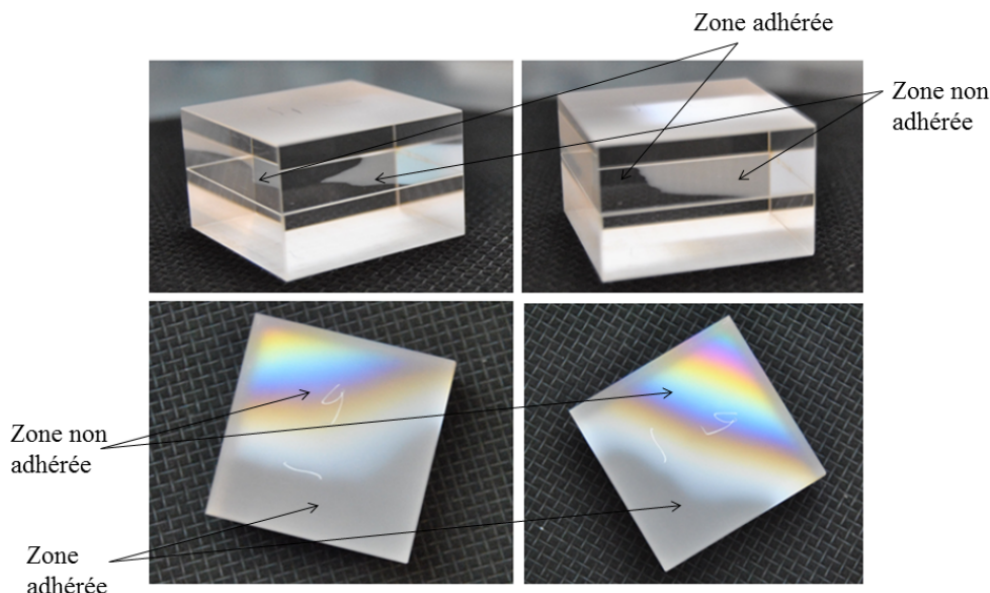


FIGURE 1.1 – Création de l'adhérence moléculaire entre deux substrats en silice : propagation de l'onde de collage

Une étape supplémentaire peut être rajoutée au procédé de fabrication, par exemple un traitement chimique ou un traitement thermique. Ce dernier consiste à venir recuire un assemblage à une température sur un temps donné. Réalisé après la mise en contact des surfaces, il améliore la tenue mécanique de l'adhérence permettant d'obtenir une adhésion moléculaire renforcée. En effet, ce traitement permet de changer la nature des liaisons au niveau de l'adhésion, des clusters et quelques liaisons covalentes peuvent se former [2, 41] ; l'intérêt est que la nature des liaisons présentent une meilleure tenue mécanique que les liaisons hydrogènes (Figure 1.2).

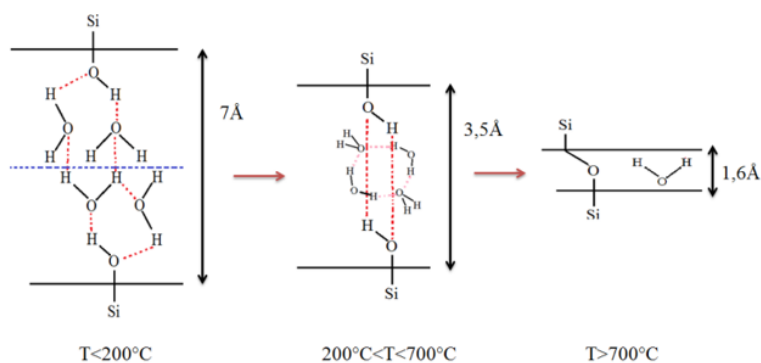


FIGURE 1.2 – Evolution de l'interface de collage en fonction de la température de recuit d'après le modèle de Stengl [2]



En plus des études qui montrent l'influence de la température et du temps de recuit sur la tenue de l'adhésion [25, 42], une étude plus complète a été menée par CochetEAU [3] pour déterminer les paramètres optimaux de fabrication (temps  $t$  et température de recuit  $T$ , rugosité  $R$ , hygrométrie) en s'appuyant sur plusieurs essais (double-cisaillement, clivage et clivage au coin décrits dans la partie 1.2).

Cette étude a permis de définir une loi d'évolution phénoménologique visant à décrire l'énergie de collage,  $W^i$  (Equation (1.1)), en fonction des paramètres de fabrication, des caractéristiques des surfaces et des adhésions successives ( $i$  le nombre d'adhésions successives), elle s'écrit :

$$W^i(T, t, R) = z(R, i)[(W_{max}(T, R) - W_0(R))(1 - e^{-k_1 t}) + W_0(R)] \quad (1.1)$$

Avec  $W_0$  l'énergie de collage initiale (Equation (1.2)), correspondant à une adhésion sans traitement thermique, seul un polissage et un traitement chimique des surfaces sont effectués.  $W_{max}$  est l'énergie de collage avec un traitement thermique à température fixée et réalisé pendant un temps considéré comme infini (Equation (1.3)). Ces fonctions dépendent de la rugosité des surfaces et de la température de recuit, tel que :

$$W_0 = \tilde{W} * f(R) \quad (1.2)$$

$$W_{max}(T, R) = g(T) * h(R) \quad (1.3)$$

où  $\tilde{W}$  est la valeur de l'énergie de collage pour les éprouvettes à 0,4 nm RMS sans traitement et les fonctions  $f$  (Equation (1.4)),  $g$  (Equation (1.5)) et  $h$  (Equation (1.6)) sont des fonctions affines identifiées et définies ci-après.

$$f(R) = 1,25R - 0,08 \quad (1.4)$$

$$g(T) = 0,0003T - 0,0481 \quad (1.5)$$

$$h(R) = 2,35R - 0,06 \quad (1.6)$$

$$z(R, i) = (0,925R + 0,73)^{i-1} \quad (1.7)$$

Où  $z(R, n)$  est une fonction permettant de prendre en compte l'endommagement dû aux adhésions successives (Equation (1.7)).

Une étude sur un autre traitement a également été initiée, le traitement plasma. Ce traitement doit être réalisé sur les surfaces avant l'adhésion. Cette technique permet de nettoyer les surfaces et d'augmenter la densité de liaison [43, 44]. Dans cette étude, le système plasma Femto LFPCCE est utilisé, le plasma peut agir sous l'effet de plusieurs gaz. Ici les surfaces de silice sont traitées au plasma à l'oxygène [45, 46] et au plasma au mélange oxygène/argon. Cette étude a pour but de déterminer l'influence du plasma sur la tenue mécanique de l'adhésion moléculaire. L'influence du temps de traitement sur l'énergie d'adhésion a actuellement été testée. L'énergie de surface a été mesurée à l'aide

du test de mouillabilité qui consiste à mesurer l'angle de contact  $\theta$  formé par une goutte de liquide déposée sur la surface (Figure 1.3). Cette pré-étude montre une augmentation de l'énergie de surface jusqu'à deux minutes de traitement, passé ce temps l'énergie n'évolue plus (Figure 1.4). Aucune différence n'est à noter dans ces conditions d'essais entre le traitement à l'oxygène et celui à l'oxygène plus l'argon.

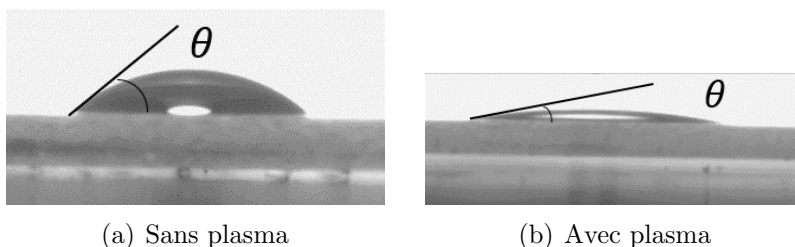


FIGURE 1.3 – Mouillage de surface en silice

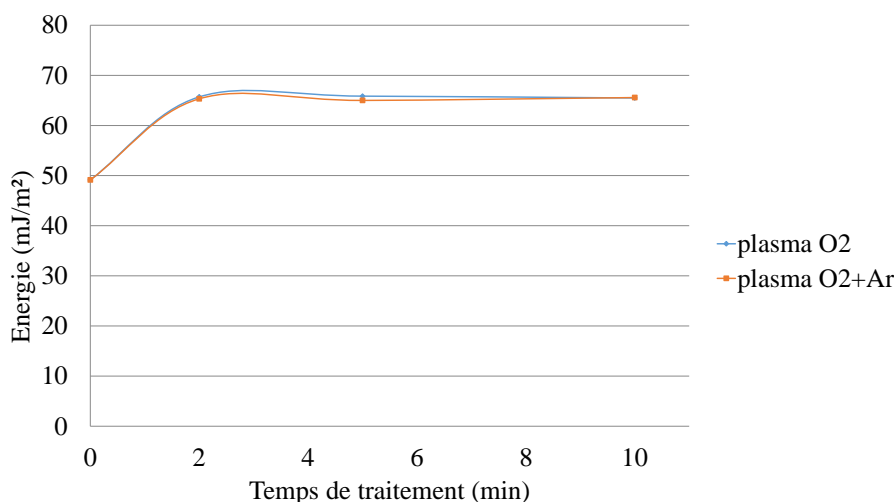


FIGURE 1.4 – Influence du temps de traitement plasma sur l'énergie de surface pour du verre de silice

D'autres types de traitement peuvent être envisagés pour améliorer l'adhésion moléculaire. Une exposition aux ultraviolets permet d'améliorer l'énergie de surface et de diminuer la rugosité pour un certain temps de traitement. Passé ce temps, la tendance s'inverse et les surfaces se détériorent, le meilleur ratio entre l'énergie de surface et la rugosité doit être trouvé [47, 48].

Un traitement utilisant le procédé sol-gel (solution-gélification) peut être envisagé, il permet de recréer du verre à basse température par la transformation en phase solide d'une solution liquide à base de réactifs chimiques. Le gel obtenu est déposé en couche mince sur les surfaces à traiter. Certaines études ont montré que le procédé permettait l'amélioration de la qualité des liaisons [49], une ténacité supérieure est obtenue sur une liaison hydrophile classique ( $3,4 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$  contre  $1,5 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ ) [50].

## 1.2 Caractérisation expérimentale de l'adhérence moléculaire

Afin de caractériser le comportement mécanique de l'adhérence moléculaire plusieurs essais ont été mis en place. Les deux premiers (double cisaillement et clivage) sont des essais développés dans la cadre du projet MATIOMA, principalement pour tester l'influence des paramètres du procédé de fabrication sur la tenue mécanique de l'adhérence. Le troisième essai, essai de clivage au coin ou essai Maszara, permet de mesurer l'énergie de collage. Le dernier est un essai en mode d'ouverture (mode I) développé par Bui [6] permettant de réduire les dispersions de mesures et adapté à la caractérisation de collage fragile.

### 1.2.1 Essais de double cisaillement

Les essais de double-cisaillement sont réalisés sur un assemblage de trois cylindres de 5 mm adhésés entre eux avec un diamètre de 15 mm pour la pièce centrale et de 10 mm pour les pièces des extrémités (Figure 1.5(a)).

L'éprouvette en verre de silice ou Zérodur est montée sur un outillage lui même placé dans une machine de traction. Cet outillage permet de fixer les deux pièces à l'extrémité de l'assemblage et de venir imposer un déplacement à la pièce centrale à l'aide de la machine de traction afin de générer un effort de double-cisaillement dans l'assemblage (Figure 1.5(b)).

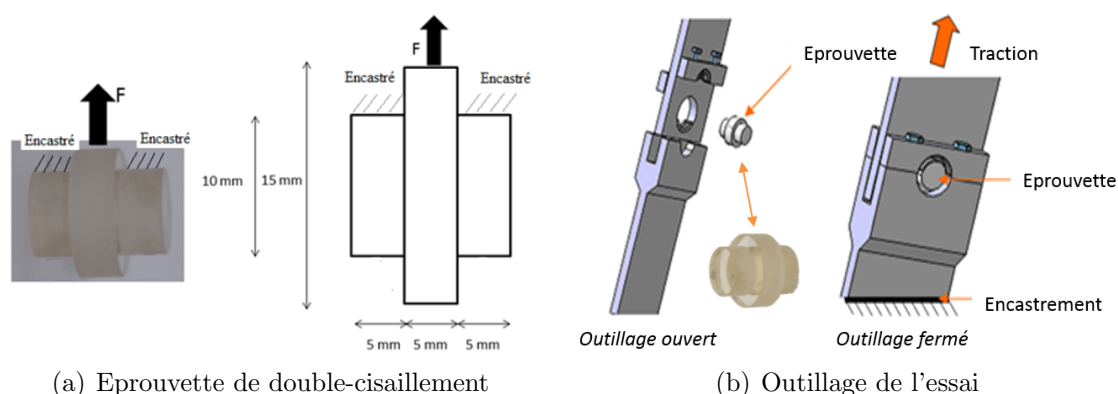


FIGURE 1.5 – Essai de double-cisaillement pour l'adhérence moléculaire

Ces essais ont permis de tester l'influence des paramètres du procédé de fabrication. En effet, le taux d'humidité, la rugosité des surfaces ainsi que le temps et la température de recuit sont des paramètres importants pour l'adhérence (Figure 1.6).

Suite à ces essais les paramètres optimaux du procédé de fabrication de l'adhérence moléculaire ont été définis.

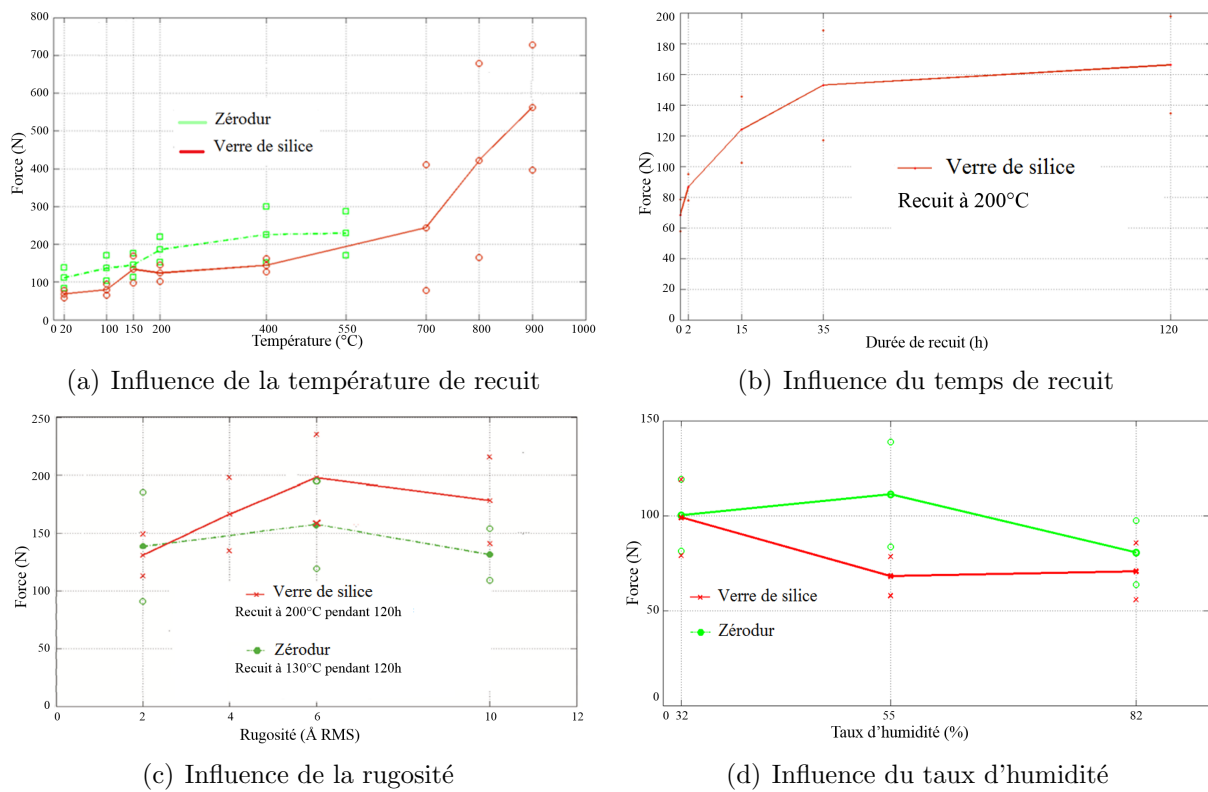


FIGURE 1.6 – Influence des paramètres testés pour les essais de double-cisaillement [3]

### 1.2.2 Essai de clivage

Afin de valider les paramètres optimaux, un essai de clivage sur deux substrats en verre de silice adhérentes de dimension  $40 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 12,5 \text{ mm}$  a été effectué. Ce dispositif consiste à appliquer un effort de traction en décalé de l'interface à l'aide d'une pièce en aluminium collée sur l'éprouvette en verre de silice (Figure 1.7).

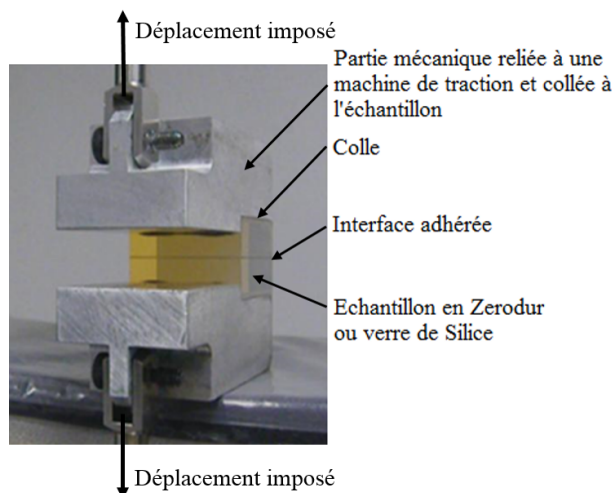


FIGURE 1.7 – Principe de l'essai de clivage du projet MATIOMA

Cet essai permet de mesurer la force à rupture de l'assemblage en mode d'ouverture (mode I). Une comparaison est faite entre une adhérence sans traitement de recuit (dit adhésion initiale) et une adhérence avec les traitements de recuit optimaux définis lors des essais de double-cisaillement (dit adhésion renforcée). Cet essai a montré que l'effort à rupture a été doublé avec les paramètres optimaux du procédé d'adhésion.

### 1.2.3 Essai de clivage au coin

L'essai de clivage au coin ou essai Maszara [51] est un essai normé ASTM D3762. Il consiste à insérer une lame d'une épaisseur donnée à l'interface entre deux matériaux. Cet essai permet de mesurer des propagations de fissure. Une fois la lame insérée à l'interface, une fissure se propage d'une certaine longueur  $L$  (Figure 1.8). Cette fissure est stable c'est-à-dire que si l'insertion de la lame est poursuivie, la même longueur de fissure  $L$  doit théoriquement être observée entre la lame et le fond de fissure.

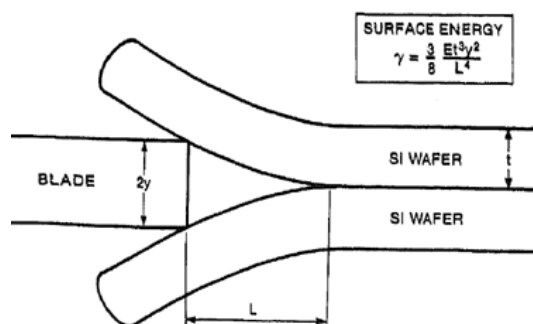


FIGURE 1.8 – Principe du clivage au coin, Gillis et Gilman [4]

Cet essai permet dans le cadre de la théorie des poutres de calculer l'énergie de collage  $G_c$  grâce à la longueur de fissure obtenue (Equation (1.8)), par la formule suivante :

$$G_c = \frac{3 E e^3 (y)^2}{4 L^4} \quad (1.8)$$

Avec  $E$  le module d'Young des substrats ,  $e$  l'épaisseur des substrats et  $y$  l'épaisseur de la demi-lame de rasoir.

La Figure 1.9 ci-après décrit le montage de l'essai de clivage au coin mis en place par Cocheteau [5] pour l'adhérence moléculaire avec deux lames de verre de silice adhérentes de dimension  $80 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 500 \text{ }\mu\text{m}$ .

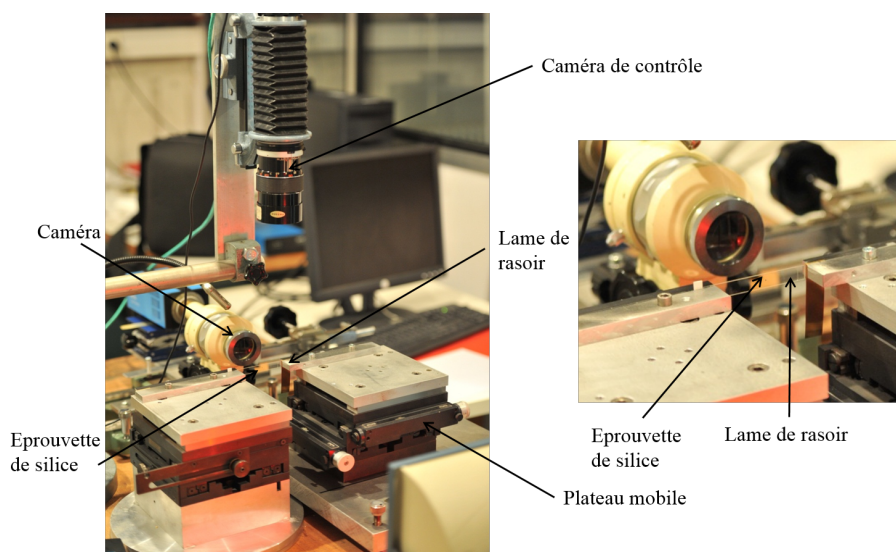


FIGURE 1.9 – Montage de l'essai de clivage au coin sur des éprouvettes collées par adhérence moléculaire [5]

Dans le cas de cet essai, une lame de rasoir de  $100 \text{ }\mu\text{m}$  est utilisée en guise de coin. Une caméra permet d'observer les franges d'interférence pour mesurer la longueur de fissure. Le Tableau 1.1 donne les énergies d'adhérence obtenues à l'issue de la campagne d'essais dans le cas d'une adhérence sans traitement et dans les conditions optimales du recuit.

	$W \text{ ( J} \cdot \text{m}^{-2} \text{)}$
Adhésion initiale	0,0255
Adhésion renforcée	0,129

Tableau 1.1 – Énergie d'adhésion mesurée avec l'essai de clivage au coin

Cet essai a montré que l'énergie de surface était 5 fois supérieure avec les paramètres optimaux de fabrication qu'avec une adhésion initiale. L'essai de clivage au coin a montré tout comme l'essai d'initiation l'intérêt de l'adhérence renforcée.

### 1.2.4 Essai d'initiation flexible (Flexible initiation test : FIT)

Cet essai, développé par Bui [6], consiste à venir mesurer la force critique à l'initiation de la rupture en diminuant la sensibilité aux défauts. Pour cela, un nouvel essai inspiré de l'essai DCB est proposé avec des bras flexibles. Un déplacement est imposé au bout de ces deux longs bras flexibles en aluminium. La longueur de 200 mm des bras et leur souplesse va permettre de réduire la dispersion. Ce déplacement est imposé à l'aide d'un système vis-écrou qui va tirer de manière identique sur les 2 bras de l'éprouvette. Un capteur de force placé entre le bras et le système mesure la force à chaque instant de l'essai (Figure 1.10).

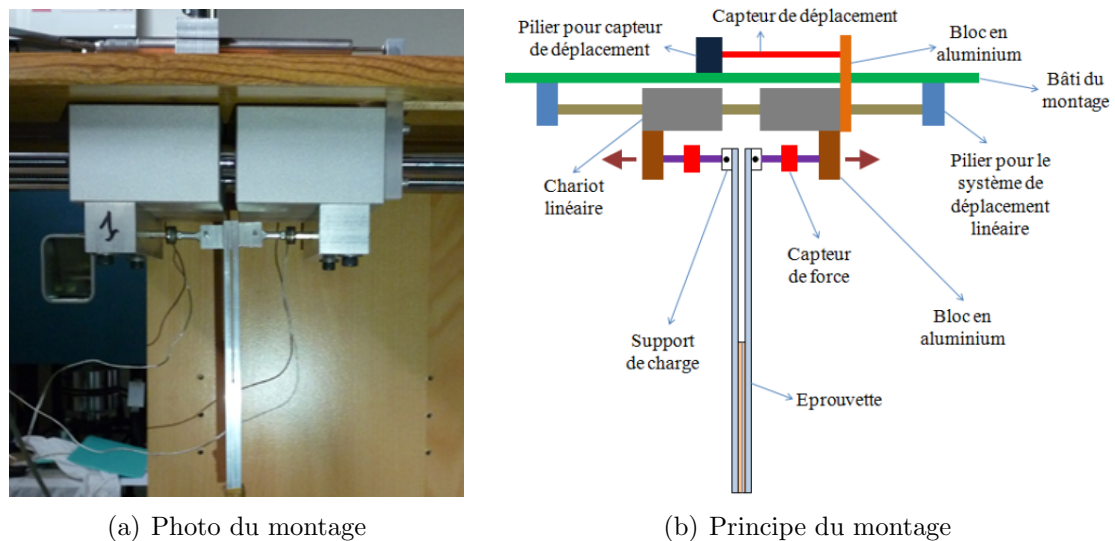


FIGURE 1.10 – Essai d'initiation à la rupture par l'écartement des deux bras longs [6]

Ce montage a été utilisé pour tester la tenue en mode I de l'adhérence moléculaire. L'éprouvette utilisée est composée des deux lames de verre adhérentes de dimension  $50 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  sur lesquelles sont collés des bras longs (auss appelé support poutre) en aluminium (Figure 1.11).

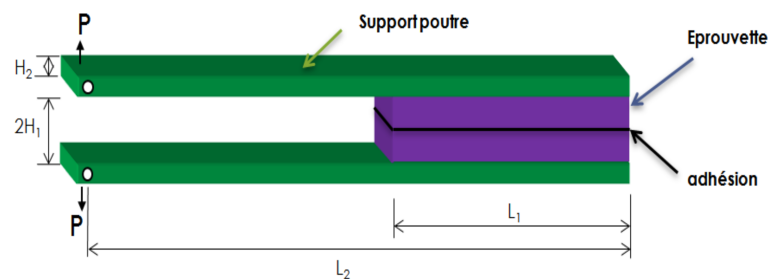


FIGURE 1.11 – Epreuve en verre collés aux supports poutres flexibles

Comme dans les essais précédents deux types d'adhésion moléculaire ont été testés (l'adhésion initiale et renforcée). De plus, deux types de concentration de contraintes au bord de l'assemblage ont été testés : une initiation sur un bord droit (Figure 1.12(a)) et une sur un bord à  $45^\circ$  (Figure 1.12(b)).

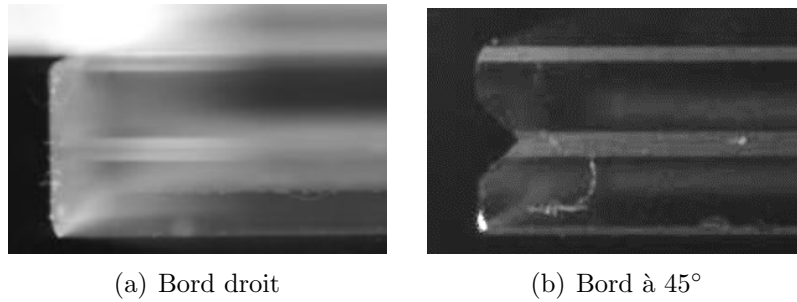


FIGURE 1.12 – Forme du bord des éprouvettes en verre de silice à l’interface adhérente

Il a été constaté lors des essais que le type de bord influence la force à l’initiation. Les éprouvettes ayant un bord droit ont une force critique d’amorçage plus grande que les éprouvettes avec un bord à 45°.

### 1.3 Bilan sur l’adhérence moléculaire

Les travaux de thèse réalisés par CochetEAU [5] ont permis de mieux comprendre le phénomène de l’adhérence moléculaire. Les différents essais effectués ont permis de définir des paramètres optimaux de procédé de fabrication. Une augmentation de la tenue mécanique et de l’énergie de collage a pu être validé par ces essais. Afin d’améliorer de nouveau l’adhérence et les procédés de fabrication, une étude sur le traitement plasma a été réalisé. Elle a permis de montrer une amélioration de l’énergie de collage. Cette étude doit tout de même être complétée, l’influence d’un traitement thermique après le traitement plasma doit être testée. Afin de mieux comprendre le comportement de l’adhérence moléculaire, il est important de comprendre le phénomène d’adhésion et de ce fait d’étudier les assemblages collés.

## 2 Les assemblages collés

Les assemblages collés se trouvent dans la catégorie de l’assemblage par adhésion. Ils consistent à assembler deux pièces à l’aide d’un adhésif ou d’une colle. Cette technique est utilisée depuis des millénaires par l’homme [52] ; depuis elle a fortement évolué avec l’apparition des adhésifs synthétiques et avec son entrée dans le milieu industriel.

Certains adhésifs ou résines sont capables de résister à de fortes sollicitations mécaniques. Malgré une amélioration des assemblages collés, certains aspects sont à prendre en compte lors de la mise en oeuvre d’un collage. Pour maîtriser et reproduire un collage, il faut contrôler l’environnement (température, humidité, ...), préparer les surfaces (planéité, rugosité, traitement mécanique et/ou chimique visant à nettoyer ou activer les surfaces), prendre en compte la facilité d’application de la colle sur les surfaces et le temps de solidification. Afin de respecter ces critères une bonne connaissance de la théorie de l’adhésion est nécessaire.



## 2.1 Adhésion et cohésion

La résistance du collage dépend à la fois des forces d'interactions à l'interface entre le substrat et l'adhésif, appelé l'adhésion, et des forces de liaisons intermoléculaires de l'adhésif, appelé la cohésion. En revanche, la force permettant de séparer deux matériaux en contact est l'adhérence. L'adhésion peut être définie comme l'ensemble des phénomènes physico-chimiques créant l'adhérence.

Dans la littérature plusieurs théories, issues de différentes disciplines, sont proposées sur ces phénomènes d'adhésion. Ces théories ont donné suite à des modèles qui se regroupent en quatre catégories :

- l'adhésion mécanique [53],
- l'adhésion physique,
- l'adhésion chimique,
- l'adhésion physico-chimique [54].

Aucune de ces théories ne se suffit à elle seule pour décrire l'adhésion, en effet l'adhésion résulte de nombreux phénomènes élémentaires, l'ensemble des modèles permet donc de la décrire.

## 2.2 Le type de collage et de sollicitation

La géométrie de l'assemblage collé influence l'efficacité du collage. En effet, il est préférable de réaliser des assemblages avec recouvrement de surface pour répartir la contrainte sur une plus grande surface (Figure 1.13). C'est pour cette raison qu'il est préférable de solliciter le joint en cisaillement pour augmenter la surface de collage, les sollicitations de traction, de clivage et de pelage sont plus favorable à la rupture car les surfaces de collage sont moins importantes et vont donc favoriser les concentrations de contrainte à l'interface (Figure 1.14).

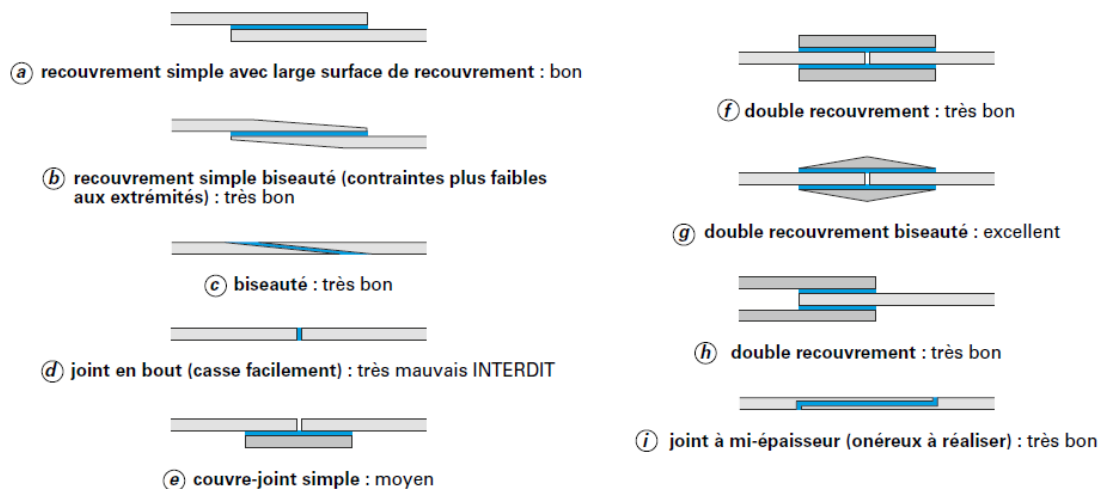


FIGURE 1.13 – Les différents types de joints [7]

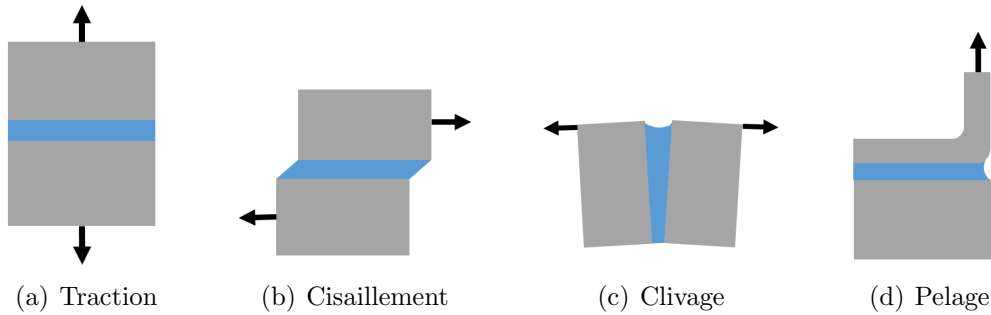


FIGURE 1.14 – Type de sollicitation d'un joint de colle

### 2.3 Le type de rupture

Lorsque le joint collé est soumis à un effort mécanique, des singularités de contraintes dues à un défaut peuvent intervenir, elles engendrent l'amorçage des fissures. Trois formes de rupture peuvent avoir lieu lors de la propagation de la fissure (Figure 1.15) :

**Une rupture adhésive** : la fissure se propage à l'interface de deux matériaux, dans le cas des joints collés la rupture se trouve à l'interface entre le substrat et la colle (Figure 1.15(a)) ;

**Une rupture cohésive** : la fissure se propage à l'intérieur d'un matériau, dans le cas des joints collés la rupture est visible au sein de l'adhésif (Figure 1.15(b)) ou alors au sein du substrat (Figure 1.15(c)) ;

**Une rupture mixte** : la fissure se propage à la fois de manière adhésive par endroits et cohésive à d'autres (Figure 1.15(d)).

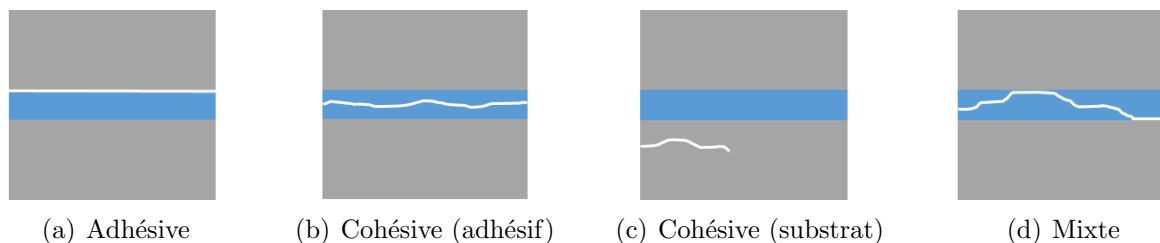


FIGURE 1.15 – Les différentes formes de rupture d'un joint collé

Dans l'étude de la mécanique de la rupture, trois modes de sollicitation peuvent s'appliquer à une fissure :

**Mode I ou mode d'ouverture en traction** : une contrainte normale à la surface de la fissure va contribuer à ouvrir et propager celle-ci (Figure 1.16(a)) ;

**Mode II ou mode de glissement plan** : une contrainte de cisaillement normale à la tête de fissure contribue à la propager (Figure 1.16(b)) ;

**Mode III ou mode de déchirement** : une contrainte de cisaillement parallèle à la tête de fissure cause un déplacement de la fissure dans la même direction (Figure 1.16(c)).

Ces modes correspondent à des modes purs de sollicitation (Figure 1.16). En combinant plusieurs modes purs, des modes mixtes peuvent être obtenus.

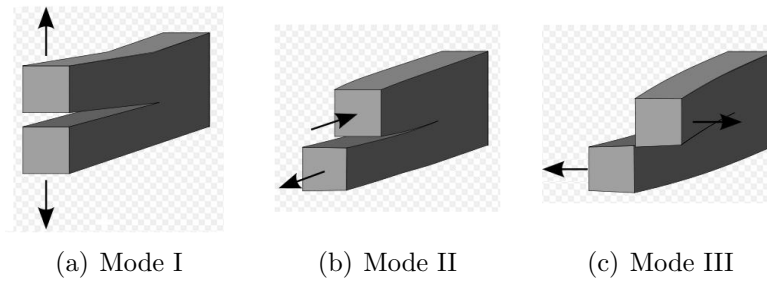


FIGURE 1.16 – Les différents modes de rupture

## 2.4 Caractérisation expérimentale d'assemblages collés

Il existe deux grandes familles d'essais pour la caractérisation des surfaces adhérees : amorçage et propagation. Les essais d'amorçage correspondent à des essais qui permettent d'initier la fissure alors que les essais de propagation viennent eux propager une fissure qui existe déjà au préalable. L'essai de clivage au coin (Partie 1.2.3) est un bon exemple d'essai de propagation tout comme l'essai Double Canteliver Beam (DCB) (Figure 1.17) qui permettent de mesurer le taux de restitution d'énergie en mode I.



FIGURE 1.17 – Principe de l'essai DCB

Cette étude s'intéresse au cas de l'amorçage car c'est le cas qui sera étudié en dynamique. Une liste rapide des essais respectant ces critères est donnée pour différents modes de sollicitation.

### 2.4.1 Amorçage en mode I

En plus des essais déjà décrits dans le cas de l'adhérence moléculaire (essai de clivage 1.2.2 et essai d'initiation 1.2.4), un essai plus fondamental peut être utilisé : la traction bout à bout. Cet essai issu de la norme ISO 6922 :1987 consiste à solliciter en traction un assemblage de deux substrats (souvent cylindriques) joints bord à bord par un adhésif (Figure 1.18).

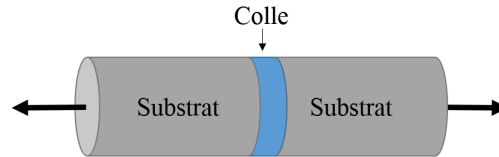


FIGURE 1.18 – Principe de l'essai de traction bout à bout

La difficulté de préparation des éprouvettes et d'obtenir une sollicitation pure (respect du mode I) entraîne un manque de reproductibilité de l'essai ainsi que des dispersions dans les résultats qui s'accroissent avec un adhésif ayant un comportement fragile. En effet, cet essai est hyperstatique, le moindre défaut d'alignement entraîne une rupture prématurée de l'éprouvette.

#### 2.4.2 Amorçage en mode II

Les essais en cisaillement sont certainement les plus utilisés car ils reproduisent les conditions de sollicitation des joints dans leur milieu de fonctionnement (Figure 1.13). L'un des plus répandus est l'essai à simple recouvrement (Figure 1.19). Néanmoins, l'application de l'effort étant excentrée, un moment de flexion se crée ce qui entraîne la rotation du joint de colle et l'apparition d'un phénomène de pelage non désiré pour ce type d'essai.



FIGURE 1.19 – Essai à simple recouvrement

Un autre essai permet d'éviter cette flexion en appliquant un effort dans l'axe du joint de colle avec l'ajout d'une épaisseur de substrat et en diminuant la longueur de recouvrement (Figure 1.20). C'est l'essai normé ASTM D5656-95 appelé : Thick Adherend Shear Test (TAST). L'éprouvette est placée dans une machine de traction par l'intermédiaire d'une liaison pivot.

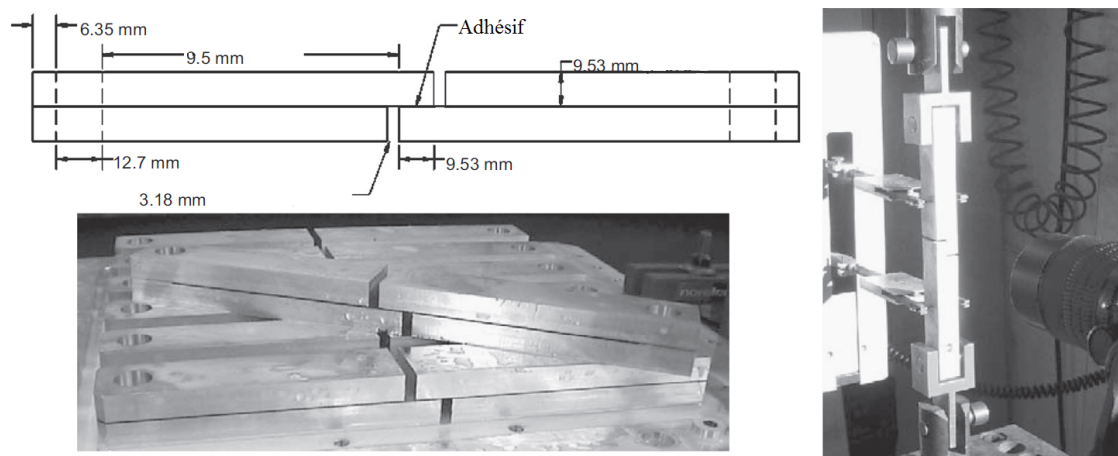


FIGURE 1.20 – Principe de l'essai TAST [8]

### 2.4.3 Amorçage en mode mixte

L'essai le plus reconnu pour solliciter une éprouvette en mode mixte est l'essai Arcan [10] et notamment l'essai Arcan modifié développé par Cognard et al. [9]. L'avantage de cet essai réside dans sa capacité à solliciter une éprouvette collée en mode mixte et également en mode de traction pur et de cisaillement.

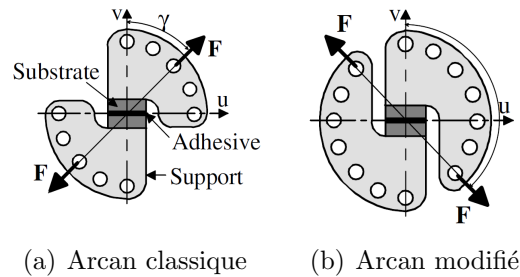


FIGURE 1.21 – Principe de l'essai Arcan [9]

A l'origine l'essai Arcan permet l'étude d'éprouvettes en composite carbone/époxy (Figure 1.22) mais par la suite il vient à être utilisé pour la caractérisation d'adhésifs. Le montage est constitué de deux demi-disques symétriques constitués de plusieurs points d'attaches sur leur périphérie. Ces points d'attaches permettent d'installer le montage sur une machine d'essais de traction standard.

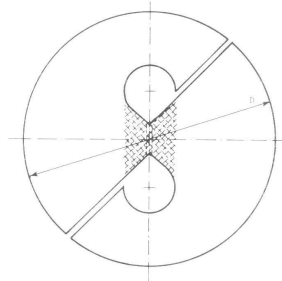


FIGURE 1.22 – Machine d'essais de Arcan et al. [10]

Cognard et al. [9] a développé l'essai Arcan modifié (Figure 1.23(a)), permettant de caractériser un adhésif en minimisant les effets de bords. Une étude sur la géométrie optimale des bords libres de l'éprouvette ainsi que sur le nettoyage du joint adhésif est effectuée [55]. Cette étude a montré que l'utilisation d'un bec au niveau du substrat permettait de minimiser les effets de bords et par conséquent de réduire la dispersion des résultats (Figure 1.23(b)).

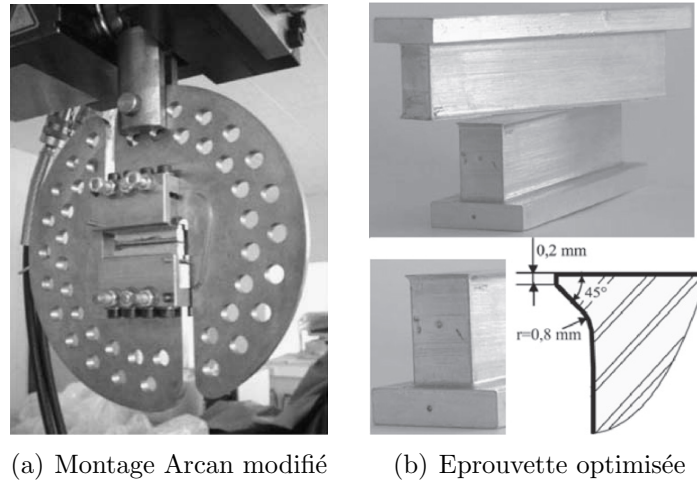


FIGURE 1.23 – Machine d’essais Arcan modifiée de Cognard et al. [11]

Un système de cales et de vis est mis en place pour maintenir l’éprouvette en lui appliquant un effort uniforme sur sa longueur. La Figure 1.24 illustre ce principe repris par Bresson [12].

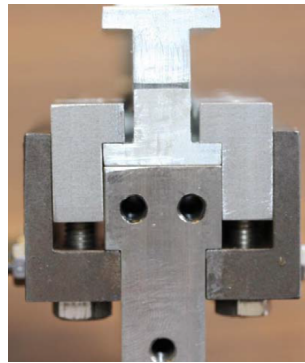


FIGURE 1.24 – Montage de l’éprouvette dans l’essai Arcan modifié repris par Bresson [12]

Dans la plupart des dispositifs Arcan, les disques sont reliés à la machine de traction par des liaisons pivots [9, 56, 57]. Quelques dispositifs possèdent des systèmes empêchant la rotation dans le plan du disque [13, 58], en plaçant deux ou trois points d’attaches (Figure 1.25). Ces techniques introduisent de l’hyperstatisme dans le montage, la position du montage n’est pas maîtrisée. De plus, Bresson [12] a montré que la configuration libre était plus adaptée du fait d’un angle de rotation faible lors de l’essai et à un effort transverse quasi-nul.

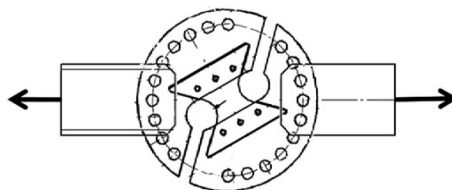


FIGURE 1.25 – Montage Arcan de Greer et al. [13] empêchant la rotation

### 3 Les chocs et le collage

Précédemment, un descriptif général sur l'adhérence moléculaire et sur les assemblages collés a été abordé ainsi que l'étude de leur comportement d'un point de vue statique. Cette thèse propose d'aborder le point de vue dynamique afin de caractériser expérimentalement la tenue aux chocs des collages. Une bonne compréhension des objectifs d'études et de la notion de choc sont nécessaires ainsi qu'un état de l'art sur les dispositifs permettant la caractérisation aux chocs d'assemblages collés.

#### 3.1 Chocs et satellites

Un satellite peut supporter différents types de chocs au cours de son développement, de son lancement et ce jusqu'à la fin de sa mission (Tableau 1.2).

Tests de chocs au sol			
Tests de chocs des sous-systèmes		Tests de chocs des systèmes	
Tests de chocs mécaniques		Tests de chocs externes (Shogun, Vesta, collier de serrage, séparation du satellite de bague pyrotechnique)	
Tests de chocs pyrotechniques		Tests de chocs internes (libération appendices)	
Tests de vibrations électrodynamiques			
Chocs en service			
Chocs de lancement	Libération satellite	Libération appendices	Atterrissage/Amerrissage
Séparation des étages	Collier de serrage	Chocs pyrotechniques	Chocs dû à l'impact
Largage du carénage	Dispositif pyrotechnique ponctuel	Chocs de déploiement	

Tableau 1.2 – Les chocs sur un satellite au cours de son cycle de vie [24]

Lors de la séparation de la coiffe ou des différents étages du lanceur, celui-ci va induire des chocs dans sa propre structure qui vont se propager dans la structure du satellite. Le satellite lui-même va générer des chocs lors de la libération de ses différents systèmes, comme la libération des différents appendices, initialement bloqués pour le lancement (antennes, panneaux solaires,...), ou l'activation de certains systèmes. Ces différents chocs interviennent lors de la mise en service du satellite mais il peut en subir d'autres durant son développement. En effet, des tests de qualification ou d'acceptation au niveau du système sont effectués (qualification de l'équipement sur la machine de chocs ou de banc d'essais) ainsi que des tests de caractérisation.

Le CNES [24] a mis en place différents dispositifs de chocs afin de reproduire les différents événements de chocs (Tableau 1.2). Ces dispositifs permettent de démontrer la capacité de l'équipement à résister aux chocs induits par la séparation de la charge utile du lanceur, aux divers événements pyrotechniques (allumage du moteur de poussée d'apogée ou déploiement du groupe solaire par exemple) et aux chocs d'atterrissage

d'urgence de véhicules réutilisables. Des machines de chocs mécaniques et pyrotechniques sont utilisées pour tester les équipements. Par exemple un marteau frappant une table de chocs dédiée, des excitateurs électrodynamiques (pots vibrants) peuvent être utilisés, ils permettent de générer un choc avec de courtes impulsions d'excitation ; cependant les capacités en termes de niveau et de bande de fréquence sont limitées [59]. D'autres machines permettent de tester la structure complète du satellite, comme SHOGUN (SHock Generator UNit) et VESTA (VEga Shock Test Apparatus) qui reproduisent les chocs des lanceurs Ariane 5 et VEGA, dus à la séparation de la coiffe.

Ces différents tests demandent certaines exigences. Par exemple, pour vérifier la tenue aux chocs d'un système, ce dernier doit subir un choc 3 fois suivant les 3 axes et dans les 2 directions [60]. Le montage de l'équipement testé doit être installé sur un appareil en utilisant ses points de fixations normaux. De plus, la méthode d'essai choisie doit permettre d'avoir un spectre de chocs avec un transitoire qui a une durée comparable à celle du choc attendu en vol.

Il existe 3 catégories d'environnement de choc :

**Champ proche** : propagation d'onde directe (pouvant excéder 5000g et plus de 10 kHz pour une source pyrotechnique) ;

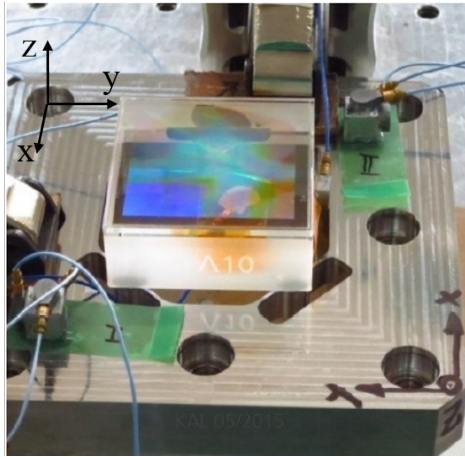
**Champ moyen** : combinaison de propagation d'onde et de résonance de la structure ( $1/5^{\text{ième}}$  de la valeur du champ proche (1000g) et jusqu'à 10 kHz) ;

**Champ lointain** : résonance de la structure ( $1/5^{\text{ième}}$  de la valeur du champ proche (1000g) et inférieur à 10 kHz).

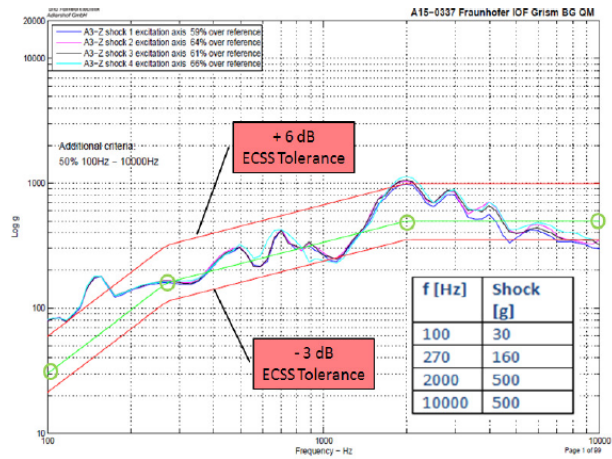
Le champ lointain est l'environnement de choc que l'adhérence moléculaire doit accepter pour valider les exigences du CNES. En effet cette technique d'adhérence étant utilisée pour des équipements optiques, qui sont des équipements fragiles, ils sont placés de façon à subir le moins de perturbations.

En 2016, deux équipes ont testé la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire sur des équipements optiques. Ces deux systèmes ont été sollicités avec un excitateur dynamique afin de réaliser l'essai de chocs après un essai de vibration sans démontage du système. La première équipe [14] réalise un choc dans la direction normale de la surface adhérente (Figure 1.26) et valide la tenue de son équipement lors du lancement de la fusée (la tolérance est donnée par l'European Cooperation for Space Standardization, Figure 1.26(b)). En revanche, la deuxième [15] crée une fissure lors de l'essai vibration (Figure 1.27). Cette fissure n'étant pas localisée à l'interface adhérente, elle serait due aux contraintes générées par le système permettant de fixer l'équipement optique sur l'excitateur dynamique.



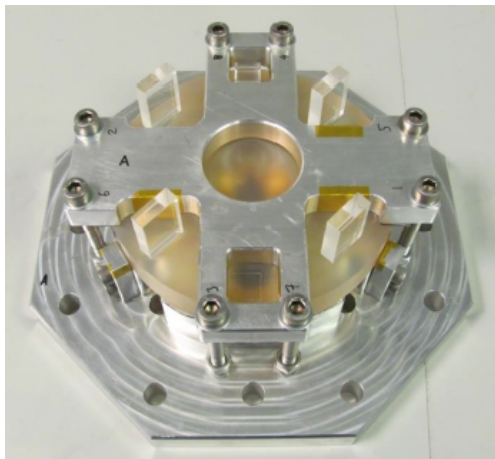


(a) Positionnement de l'éprouvette sur le dispositif d'excitation

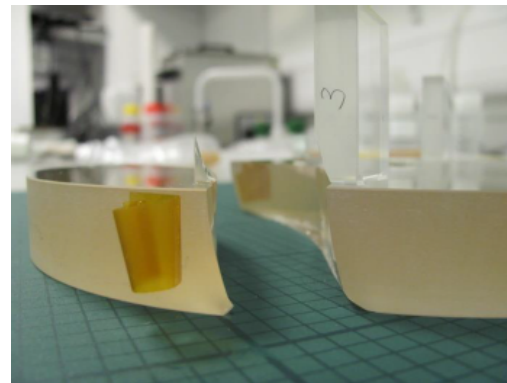


(b) Niveaux des chocs représentés avec un SRC

FIGURE 1.26 – Essais de chocs dans la direction z de l'équipement optique [14]



(a) Système de bridage de l'équipement optique pour être fixé sur le dispositif d'excitation



(b) Rupture de l'équipement optique après un essai de vibration

FIGURE 1.27 – Dispositif d'assemblage pour un essai de vibration et de choc [15]

Ces essais de qualification d'équipements optiques donnent une première idée de la tenue de l'adhérence moléculaire et des paramètres à prendre en compte pour réaliser un essai. Néanmoins une validation pour n'importe quels types d'assemblage utilisant l'adhérence moléculaire est nécessaire. Cette thèse se base donc sur ces critères de champ lointain.

### 3.2 Les différents types de chocs

Un choc est un chargement mécanique local transitoire de courte durée (de l'ordre de  $50 \mu\text{s}$  à  $20 \text{ms}$ ) et de grande amplitude. Ce chargement mécanique peut être représenté par une modification brutale de la force, de la position, de la vitesse ou de l'accélération du système considéré. Il peut également être défini comme une excitation vibratoire mais contrairement à un environnement de vibrations standard, qui a une durée d'excitation longue par rapport au temps de réponse du système, l'environnement de choc a une durée d'excitation plus courte que le temps de réponse du système avec une réponse libre du système.

Il existe différents types de chocs. D'une manière générale ils sont classés en 4 catégories en fonction de la vitesse de l'impacteur ou du projectile lors du choc. Kolopp [16] a répertorié ces différentes catégories dans un tableau (Figure 1.28).

Catégorie	Vitesse [m/s]	Masse [g]	Energie d'impact [J]	Domaine d'application	Banc de test utilisé
Basse vitesse	< 10	50-30000	1-200	Transports	Poids tombant
Vitesse modérée	50-200	1-200	1- 4000	Transports	Canon, barres d'Hopkinson
Haute vitesse	200-500	5-500	100-20000	Transports	Canon, barres d'Hopkinson
Balistique	200-600	5-20	100-500	Protection militaire	Stand de tir, canon
Très hautes vitesses	1000-5000	0.001	Env. 100	Aérospatiale	Canon

FIGURE 1.28 – Description des catégories d'impacts identifiées dans la littérature [16]

Mais une autre forme de classement est proposée par Olsson [17] en fonction de la propagation des ondes dans une plaque (Figure 1.29). Les impacts sont classés en trois catégories :

- La première où le temps de contact entre l'impacteur et la plaque lors du choc est proche du temps nécessaire aux ondes compressives pour se propager sur toute l'épaisseur de la plaque (Figure 1.29(a)). Ce cas est associé à l'impact balistique.
- La seconde où le temps de contact est assez long pour que les ondes compressives se propagent sur l'épaisseur de la plaque, mais pas assez pour permettre aux ondes de flexion et de cisaillement d'atteindre les bords de l'éprouvette (Figure 1.29(b)). Cette catégorie est assimilée aux impacts de vitesses intermédiaires et grandes.
- La troisième où le temps de contact est assez long pour permettre toutes les propagations et réflexions d'ondes sur les bords de la plaque (Figure 1.29(c)). Ce cas est semblable à un impact basses vitesses ou à un chargement quasi-statique.

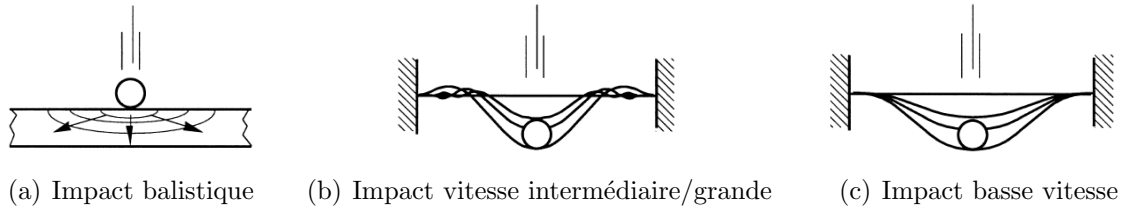


FIGURE 1.29 – Catégories d’impacts suivant Olsson [17]

Dans la partie précédente (3.1), il a été précisé que l’étude porterait sur un environnement de chocs à champ lointain, ce qui correspond ici aux chocs à basses vitesses. En rappelant de nouveau l’objectif qui consiste à caractériser la tenue aux chocs de l’adhérence moléculaire du verre, donc de l’interface entre les substrats et non de la détérioration des substrats, un impact direct sur le verre n’est donc pas envisageable. Des solutions doivent être trouvées afin de propager un choc de manière indirecte dans l’assemblage.

### 3.3 État de l’art sur les chocs basses vitesses générés indirectement

Le choc indirect consiste à exciter le système à l’aide de pièces intermédiaires qui elles subissent un choc direct, un impact. L’effet de la propagation d’onde et de la résonance de la structure correspond au type de choc étudié au niveau de l’assemblage collé. Lors de ces études l’influence de plusieurs paramètres est observée comme le type d’adhésif, son épaisseur, sa longueur de recouvrement mais aussi la vitesse d’impact [19, 20, 61, 62, 63].

Cette partie décrit différentes études faites sur des éprouvettes qui subissent des chocs indirects à basses vitesses. Une description des bancs d’essais de chocs ainsi qu’une analyse des résultats sont proposées. Les assemblages collés sont abordés dans un premier temps et dans un second temps, ce sont les chocs générés à l’aide d’un programmeur ou d’un excitateur dynamique qui sont présentés.

#### 3.3.1 Assemblages collés

Un essai normé permet de venir tester la résistance à l’impact de deux blocs collés. Nommé le ”Block Impact Test”, cet essai consiste à venir impacter directement une éprouvette avec un système de pendule [64] (Figure 1.30).

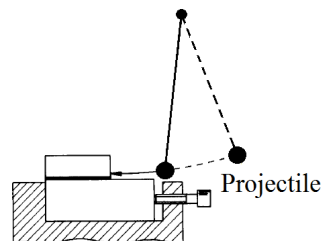


FIGURE 1.30 – ASTM ”Block Impact Test” (ASTM D950-78)

En 1985, Adams et Harris [18] ont donc adapté cet essai en changeant le type d’éprouvette par un joint à recouvrement simple et en ajoutant une barre d’impact afin de modifier la zone d’impact (Figure 1.31). Ils ont utilisé un essai instrumenté et ont montré que

la résistance au choc mesurée était semblable à la résistance statique. Ils ont également montré que la capacité d'absorption d'énergie d'un joint est dominée par la déformation plastique des surfaces à coller, l'adhésif servant à maintenir le joint en même temps que les surfaces adhésives déformées.

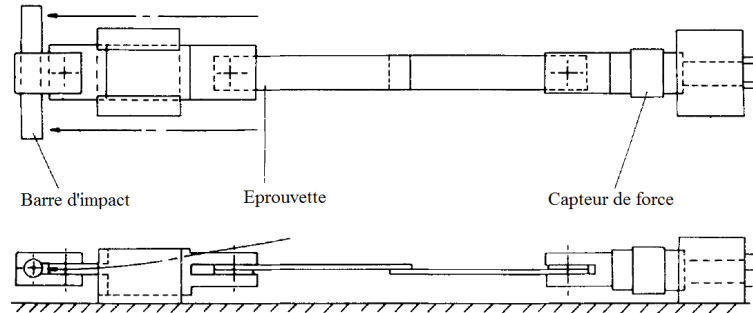


FIGURE 1.31 – Epreuve adaptée de Adams et Harris pour le "Block Impact Test" [18]

Goglio et Rossetto [61] ont également effectué des essais au moyen d'un pendule instrumenté sur des éprouvettes en acier avec joint à recouvrement simple [65, 66]. Ils concluent que la résistance à l'impact est plus élevée que dans le cas d'un chargement statique, et les valeurs limites sont influencées par l'épaisseur de la colle. Il a également été confirmé que la résistance est plus élevée pour une couche d'adhésif plus mince.

Néanmoins l'utilisation d'un système de pendule reste difficile à mettre en place. La position de l'éprouvette ainsi que l'incertitude de l'application de la charge sur l'éprouvette sont des critères complexes à maîtriser pour de faibles vitesses d'impact car cela demande d'avoir une faible masse d'impacteur. Les résultats dépendent beaucoup de la machine et de la mise en place de l'essai. D'autres systèmes d'impact sont donc proposés pour l'étude de joints à recouvrement simple.

Un essai d'impact de charge de traction sur un joint à recouvrement simple (Figure 1.32) est proposé par Liao et al. [19].

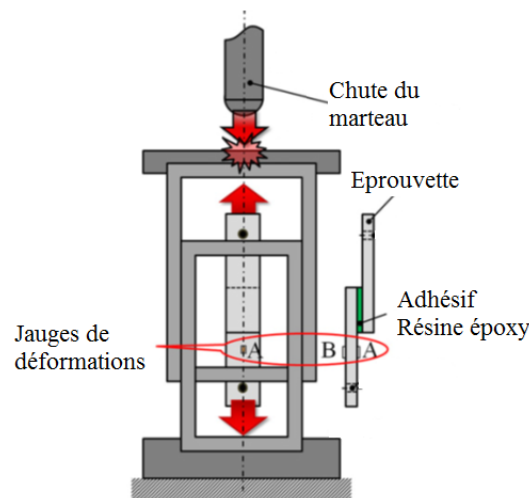


FIGURE 1.32 – Sollicitation en tension d'une éprouvette simple recouvrement par un impact généré par un marteau [19]

L'influence de différents paramètres est observée comme le module d'Young des substrats, la longueur de recouvrement et l'épaisseur de la couche adhésive, ainsi que la vitesse d'impact de l'impacteur. Ces influences sont également comparées entre un impact et un effort statique. Dans un autre article, Liao et al. [63] montrent que la valeur de la contrainte principale maximale est plus grande quand le joint est soumis à des charges de traction brutale que quand le joint est soumis à un chargement de traction statique. De même, Beevers et Ellis [22] ont montré que l'effort à rupture sous un impact est environ 1,6 fois plus élevé que dans le cas d'un chargement statique pour une sollicitation de l'éprouvette en cisaillement (Figure 1.34(b)).

Il existe différentes formes pour les joints à recouvrement simple (Figure 1.13). Sato et Ikegami [20] ont étudié la concentration de contraintes sur des joints à recouvrement simples, des joints à recouvrement simples biseautés et des joints biseautés sous un impact créant une onde de compression (Figure 1.33). Ces joints sont constitués d'un alliage en aluminium et d'une résine époxy. La concentration de contraintes et la variation de contraintes des joints biseautés sont plus petites par rapport aux joints à recouvrement simples et aux joints à recouvrement simples biseautés.

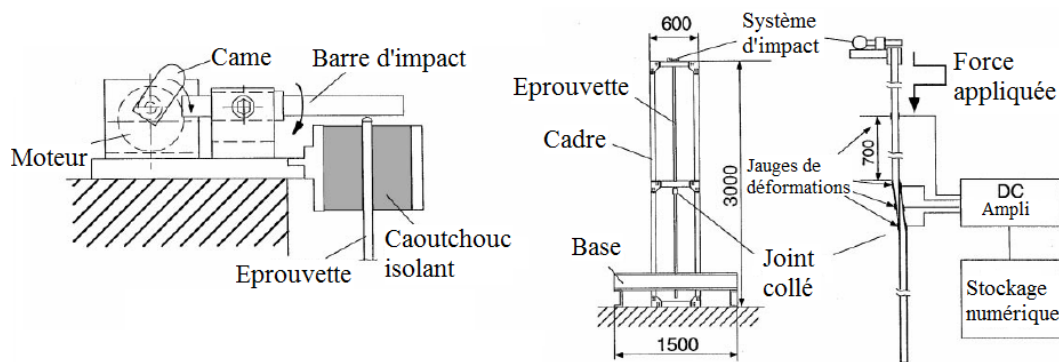


FIGURE 1.33 – Sollicitation en compression d'une éprouvette simple recouvrement par un impact de barre [20]

D'autres moyens d'essais sont mis en place pour appliquer une sollicitation de traction brutale dans des joints à recouvrement simple à l'aide d'une masse tombante [22, 67]. La Figure 1.34 montre deux machines qui suivent ce principe avec l'éprouvette reliée par un axe le long duquel un poids vient tomber pour impacter le bas de l'axe et venir mettre l'éprouvette sous tension.

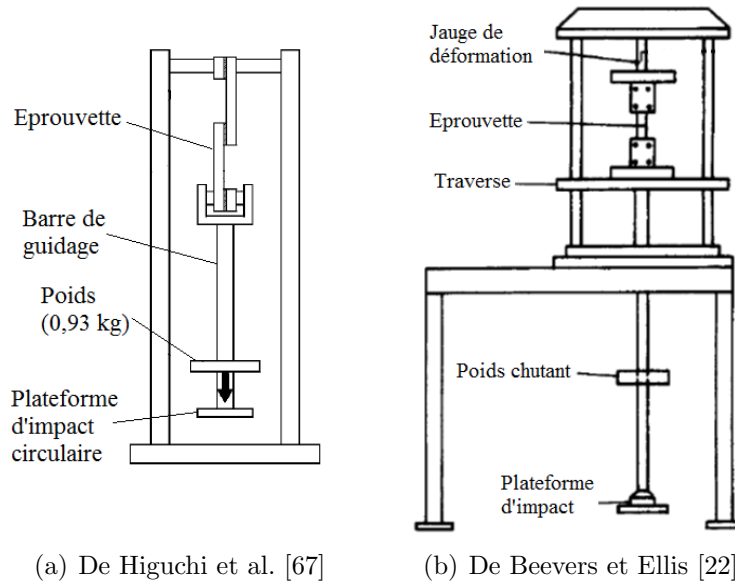
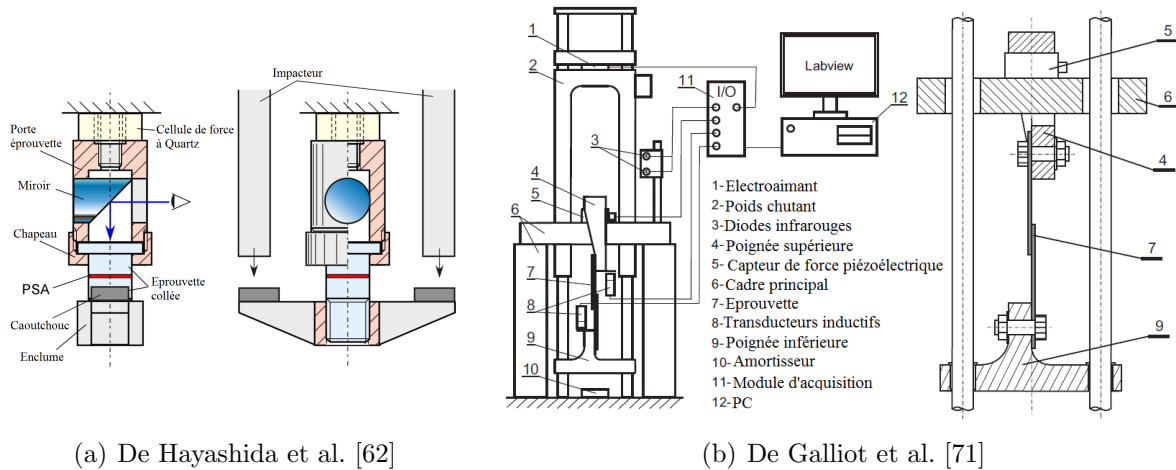


FIGURE 1.34 – Machines d’impacts par poids tombant avec mise en tension de l’assemblage collé

Générer un choc par un poids tombant peut également se faire par l’utilisation d’une tour de chute. Le poids ou l’impacteur est positionné en haut de la tour, ce dernier va être lâché et à l’aide d’un système de glissière il va venir impacter l’éprouvette en un point donné. Ce dispositif permet une bonne reproductibilité des conditions d’essais, ainsi qu’une bonne adaptabilité pour tester différents paramètres (vitesse d’impact, forme de l’impacteur, forme de l’éprouvette...).

Dans la littérature de nombreuses tours de chute de conception différentes sont utilisées principalement pour générer un choc direct sur l’éprouvette [68, 69, 70]. Mais Hayashida et al. [62] ont utilisé cette technologie pour l’étude d’impact indirect par un chargement de traction ; il en est de même pour Galliot et al. [71].

Les premiers [62] ont testé des joints disposés bout à bout et plus particulièrement des éprouvettes cylindriques en polyméthylméthacrylate (PMMA) collées par un adhésif sensible à la pression (PSA) avec des vitesses d’impact autour de  $2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  (Figure 1.35(a)). Une augmentation de la force est constatée avec l’augmentation de la vitesse de chargement. Trois épaisseurs de colle sont testées ( $50 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $100 \text{ }\mu\text{m}$  et  $200 \text{ }\mu\text{m}$ ) ; elles s’avèrent ne pas avoir d’influence sur les conditions d’impact. Les seconds [71] ont simplement testé la tenue au cisaillement d’une éprouvette avec joint à recouvrement simple (Figure 1.35(b)) ; suite aux essais, la force à rupture mesurée lors de l’impact est plus importante que lors d’un essai quasi-statique.



(a) De Hayashida et al. [62]

(b) De Galliot et al. [71]

FIGURE 1.35 – Sollicitation en tension de l'éprouvette par la chute d'un impacteur en deux points d'impact indirects

Pour étudier le choc sur des éprouvettes à joint à double recouvrement, Essersi et al. [72] placent leurs éprouvettes dans une machine de traction à grand taux de déformation. Cette machine leur permet de générer des vitesses de traction sur les éprouvettes allant de  $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  à  $10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et de mesurer l'effort durant l'essai. Pour les grandes vitesses de traction, ils observent un phénomène dit de "sonnerie", le signal de l'effort n'est pas linéaire mais il va osciller ce qui ressemble à une onde de choc. Ces essais demandent l'acquisition d'une machine spécifique, l'utilisation d'une machine de traction standard a donc été privilégiée dans certaines études. C'est le cas de Dufour et al. [21] qui souhaitent caractériser la fissure d'un adhésif en dynamique en utilisant le principe Arcan afin de solliciter leur joint dans différentes directions (Figure 1.36). Néanmoins, les sollicitations sont plus faibles que précédemment (jusqu'à  $100 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ), elles sont rapides mais semblent être difficilement assimilables à un choc.

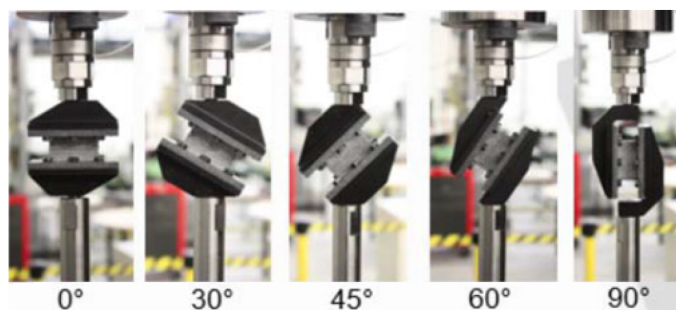


FIGURE 1.36 – Essais dynamiques avec un dispositif Arcan de Dufour et al. [21]

### 3.3.2 Excitateurs dynamiques

Des moyens d'essais totalement différents peuvent être mis en place ; les excitateurs dynamiques. Principalement connus pour des essais vibratoires, ils peuvent également servir à générer des chocs de forme simple (demi-sinus, triangle, rectangle ...) par impulsion, c'est-à-dire que l'éprouvette subit une augmentation de sa vitesse durant le choc.

L'utilisation d'excitateurs dynamiques pour le choc s'est développée au cours des années 60 [73]. Outre l'avantage de pouvoir obtenir différentes formes de chocs, cette technique permet une bonne reproduction de l'environnement réel par reproduction directe d'un signal d'accélération mesuré ou d'un spectre de réponse aux chocs (SRC) [59] (Figure 1.37). Les montages réalisés peuvent à la fois servir pour un essai en vibrations et un essai de chocs sans démontage de l'éprouvette. Néanmoins, les excitateurs peuvent avoir certaines limites dans leur utilisation comme leurs vitesses, leurs déplacements et la force demandée.

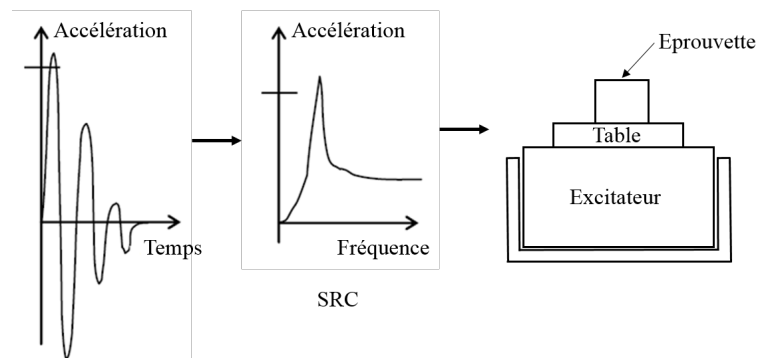


FIGURE 1.37 – Signal d'un choc élémentaire et son SRC à entrer dans un excitateurs dynamiques

**Spectre de Réponse aux Chocs** Le Spectre de Réponse aux Chocs (SRC) est un outil très utilisé dans le domaine du spatial. Il permet de vérifier les niveaux d'accélération subi par une technologie et de la comparer aux niveaux exigés pour la spatialisaton. Mais c'est également le principal outil utilisé pour caractériser un choc pyrotechnique [74, 75].

Le SRC est une notion apparue dans les années 30 sur des travaux concernant les séismes et leurs effets sur les bâtiments [76]. C'est un outil d'ingénierie qui est utilisé pour caractériser la réponse en fréquence d'une accélération transitoire.

Le SRC est défini comme la réponse maximale d'un système d'oscillateurs linéaires en série (chacun vibrant à une fréquence propre naturelle différente) quand il est soumis à une excitation transitoire. C'est une fonction calculée sur une entrée courte, ce qui permet de caractériser l'effet de choc sur un système normalisé dynamique afin d'estimer sa gravité ou son potentiel dommageable. Ainsi, il permet de comparer les chocs ou d'établir des critères d'équivalence entre un environnement transitoire mesuré et une simulation en laboratoire de ce type d'environnement.



Le procédé consiste à appliquer une fonction du temps comme une excitation de base pour un réseau d'un seul degré de liberté (SDOF). Les systèmes de calcul pour chacun d'eux correspondent au maximum de leur réponse temporelle, un amortissement est généralement pris en compte dans ce calcul et associé à un facteur de surtension  $Q$ . Le SRC peut être défini pour tous les paramètres d'entrées ou de réponses d'intérêt (déplacement, vitesse ou accélération). Pour les structures aérospatiales, il est courant de définir le transitoire d'entrée en fonction d'une accélération (Figure 1.38).

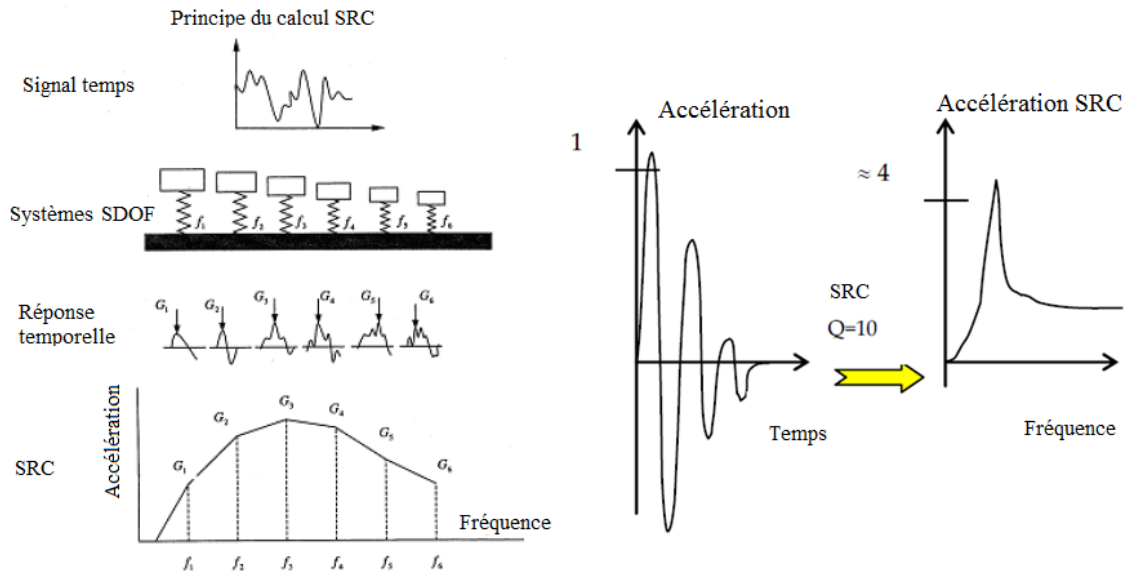


FIGURE 1.38 – Obtention d'un SRC

L'inconvénient du SRC est d'être une transformation non bijective. A un SRC peuvent correspondre plusieurs chocs.

### 3.3.3 Chocs par l'intermédiaire d'un programmeur

Précédemment dans les parties 3.3.1 et 3.3.2, les machines de chocs proposées sont des machines à impulsions. C'est-à-dire que la vitesse de l'éprouvette est augmentée durant le choc, elle est initialement nulle. La machine proposée ici diminue la vitesse de l'éprouvette pendant la durée du choc, c'est ce qui est appelé machine à impact.

Les machines utilisant ce type de technologie s'inspirent du principe des tours de chute à la différence près, qu'ici, l'éprouvette est mise en mouvement avant le choc. Dans le cas présenté, le choc va être réalisé par l'intermédiaire d'un impact sur un programmeur lié à l'éprouvette. Le choc est donc indirect. Le programmeur permet de mettre en forme l'accélération de freinage. Il existe plusieurs types de programmeurs, ils diffèrent par le profil de chocs qu'ils entraînent (choc demi-sinus, dent de scie à pic final, rectangle-trapézoïdal). Le dimensionnement du programmeur se fait en fonction des paramètres de l'impact (son accélération et sa durée). Lalanne dans son livre [59] fait une synthèse des différentes machines et programmeurs pouvant être utilisés.

Un exemple est donné sur la Figure 1.39, un ressort est pris pour programmeur. Il permet de produire un choc demi-sinus, un cylindre en élastomère peut le remplacer pour ce type de profil. Ce type de machine a pour avantage de pouvoir tester n'importe quelle géométrie d'éprouvette. En revanche, le type de choc est limité à un profil bien précis (choc demi-sinus, dent de scie à pic final, rectangle-trapézoïdal) qui sont moins représentatifs de la réalité.

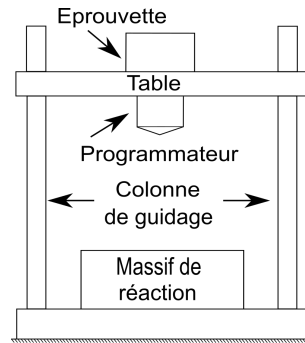


FIGURE 1.39 – Machine de chocs avec programmeur

Récemment, un programmeur a été utilisé dans l'étude de l'impact d'un cylindre sur l'eau [77]. L'objectif étant de remplacer l'eau par un programmeur, qui reproduit le même profil de décélération souhaité, afin de réaliser des essais.

## 4 Bilan de l'état de l'art

Les différentes études menées sur l'adhérence moléculaire ont permis de mieux comprendre le comportement en statique de ce type d'assemblage. L'amélioration de la tenue mécanique et la possibilité d'améliorer les procédés d'adhérence (via le plasma par exemple) représentent des points essentiels pour la spatialisation de cette technologie.

Il est important maintenant de caractériser cette adhérence d'un point de vue dynamique afin de qualifier les systèmes optiques dans des environnements de chocs à champ lointain (choc inférieur à 1000g et 10 kHz). La qualification de ces systèmes passe systématiquement par des tests sur les bancs d'essais du CNES (Partie 3.1), néanmoins la caractérisation expérimentale de la tenue de l'adhérence moléculaire peut être menée avec des essais mécaniques élémentaires comprenant un mode de sollicitation sur une éprouvette simple. L'état de l'art sur les chocs (Partie 3.3) présentent différents essais qui pourrait être adapté à la caractérisation aux chocs de l'adhérence moléculaire.

Les premiers sont les essais sur les assemblages collés. Le choc est réalisé à l'aide d'un système de pendule. Ce type de systèmes n'est pas retenu pour l'adhérence moléculaire car ils semblent moins adaptés à de faible vitesse d'impact, en effet la masse de l'impacteur doit être faible ce qui entraîne une incertitude dans l'application de la charge. Par la suite, les tours de chute avec choc indirect [62, 71] sont présentées. Ces systèmes génèrent un choc par deux points d'impact, il faut assurer la synchronisation de ces impacts. Ces tours de chute nécessitent donc beaucoup de précision à la fabrication et au montage. De plus, avec ce type de système, seule la hauteur de chute de l'impacteur est un paramètre modifiable. Des systèmes plus simples peuvent pallier ces problèmes, les machines par poids tombant [22, 67]. Elles ont quant à elle un seul point d'impact, ce qui semble faciliter la mise en oeuvre. De plus, le poids de l'impacteur est facilement modifiable tout comme la hauteur de chute.

Cependant les systèmes proposés pour les assemblages collés sont majoritairement conçus pour des éprouvettes à joint à recouvrement simple, ce qui implique qu'un seul mode de sollicitation peut être testé avec ces dispositifs.

Ensuite, une possibilité qui peut également être envisagée est l'utilisation d'un programmeur ou d'un excitateur dynamique. Ces deux méthodes permettraient de tester n'importe quelle forme d'éprouvette dans n'importe quelle direction. L'avantage est de pouvoir maîtriser le choc en choisissant sa forme. L'inconvénient est que ces chocs sont moins représentatifs de la réalité que les précédents pour le programmeur et que dans le cas de l'excitateur dynamique, les niveaux de chocs et de fréquences sont limités.

Les dispositifs qui peuvent correspondre le mieux aux critères de chocs pour l'adhérence moléculaire sont ceux utilisés pour les assemblages collés. En effet, les machines par poids tombant sont faciles à mettre en oeuvre, elle peuvent s'adapter à différentes énergies de chocs et la forme de l'éprouvette est facilement modifiable. En revanche, l'éprouvette n'est sollicitée que dans une seule direction dans les cas présentés précédemment. Un système utilisé pour la caractérisation d'assemblages collés en statique permet de choisir le mode à solliciter, c'est le dispositif Arcan modifié. Coupler le principe des machines par poids tombant et celui du dispositif Arcan permettrait de remplir les critères fixés pour

caractériser la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire. C'est le choix qui a été fait dans la suite de ce travail. Une étude numérique basée sur le même principe est en cours avec Valès et al. [78]. Elle consiste à valider leur dispositif Arcan pour des sollicitations dynamiques en réalisant différentes simulations numériques pour différents cas de chargements dynamiques et en observant la répartition des contraintes dans leur assemblage.

Pour cette étude, le Chapitre 2 présente le développement et la conception du banc d'essais de choc. Une première campagne expérimentale est réalisée pour mieux comprendre le comportement du banc d'essais. Par la suite, le Chapitre 3 s'attache à la caractérisation d'assemblages collés à l'aide d'une étude expérimentale basée sur des essais statiques et dynamiques. Une description sur la mise en place des essais et sur la préparation des éprouvettes est abordée. Les résultats des différents essais sont présentés dans ce chapitre ainsi que l'analyse de ces résultats. De la même manière, le Chapitre 4 est consacré à la caractérisation de l'adhérence moléculaire. Des essais statiques sont réalisés sur une machine de traction classique et des essais de chocs sur la machine développée au Chapitre 2. Pour finir, le Chapitre 5 décrit un essai de choc sur un assemblage plus complexe (Coin de Cube) visant à valider le comportement dynamique de l'adhérence moléculaire.

# Chapitre 2

## Banc d'essais de chocs

Dans ce chapitre, le dispositif mis en place pour tester la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire du verre est décrit. Ce banc d'essais a été conçu afin d'observer le comportement de joints collés face aux chocs. Il s'appuie sur les essais de Beevers et Ellis [22] et ceux de Cognard [9].

Des premiers essais sont réalisés à l'aide d'une éprouvette monobloc tout en aluminium sans interface collée, elle est usinée en une seule pièce. Ces essais permettent d'observer le comportement du banc d'essais, ainsi que la qualité et la reproductibilité des résultats. Les résultats obtenus sont comparés à des résultats théoriques.

### 1 Description du banc d'essais de chocs

Le banc d'essais a été développé suite à l'étude bibliographique (Chapitre 1). Il permet de générer un choc sur un assemblage collé avec différents niveaux d'intensité mais également de solliciter le joint collé suivant différents modes (traction, cisaillement ou traction/compression cisaillement).

Il s'inspire du montage de Beevers et Ellis [22]. Ce système consiste à faire chuter une masse le long d'un tube pour générer un effort de tension dans une éprouvette à joint à recouvrement simple lors de l'impact de la masse sur la plateforme d'impact. En utilisant cette configuration d'essai avec ce type d'éprouvette, le joint collé est uniquement sollicité en cisaillement. Pour pallier ce problème le dispositif du montage Arcan modifié [9] a été utilisé. Le nouveau banc d'essais consiste à remplacer l'éprouvette utilisée dans le montage de Beevers et Ellis par le dispositif Arcan (Figure 2.1).

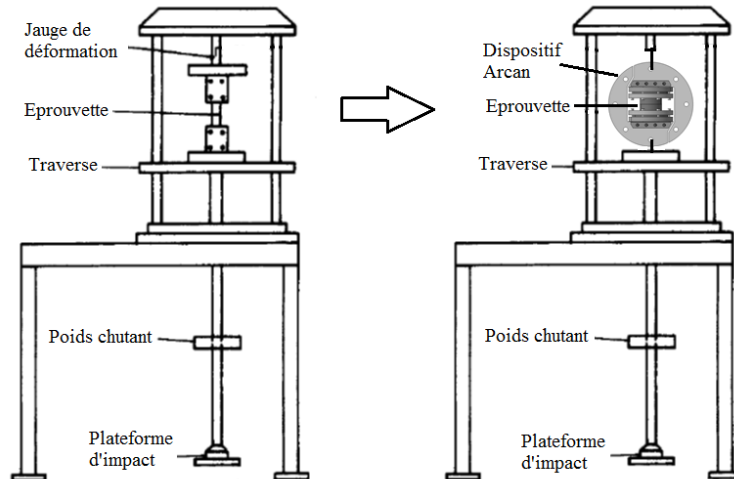


FIGURE 2.1 – Adaptation de l’essai de Beevers et Ellis [22] pour le dispositif Arcan

L’ensemble du montage est tout de même modifié pour s’adapter aux conditions d’essais et aux contraintes industrielles de l’adhérence moléculaire. Par exemple, la table est remplacée par un bâti plus rigide, réalisé en profilés d’aluminium et fixé au sol. La traverse est modifiée, pour plus de précision avec un système de guidage utilisant des barres calibrées et des douilles à billes, ils permettent d’éviter toute rotation du système lors de l’impact (Figure 2.2).

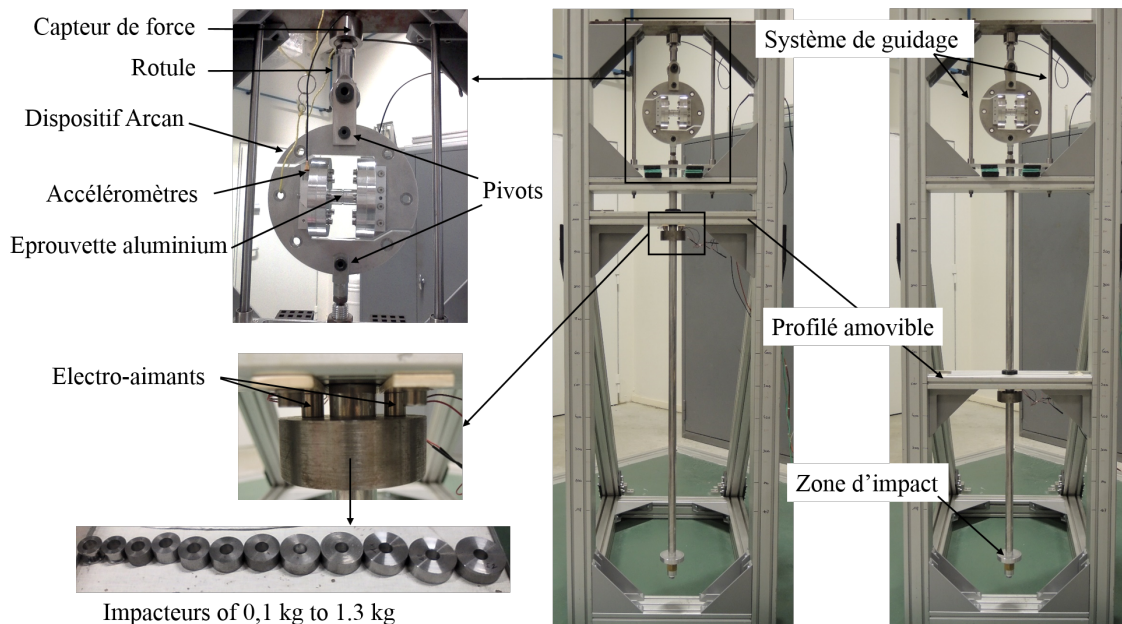


FIGURE 2.2 – Détails du bancs d’essais de chocs

Le système Arcan a également été adapté pour pouvoir accueillir des éprouvettes ayant une forme cylindrique pour de raison de contraintes industrielles liées à l’adhérence moléculaire. Le positionnement et le maintien de l’éprouvette sont réalisés à l’aide de brides. Ces brides viennent fixer l’éprouvette à l’aide de vis uniformément réparties sur

la périphérie de l'éprouvette, ce qui évite une précharge de l'adhésif (Figure 2.3). La bride inférieure permet d'accueillir deux dimensions d'éprouvettes. En effet, ce montage a été conçu initialement pour tester la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire. Cette adhérence étant faible, la surface de collage doit être maximisée tout en gardant une taille de dispositif Arcan présentant un poids raisonnable (Figure 2.3(a)). Des assemblages en aluminium collés avec des colles de type fragile et flexible doivent également pouvoir être testés, les dimensions de ces éprouvettes sont donc réduites et notamment la surface de collage car la tenue des colles est plus importante que celle de l'adhérence moléculaire [5] d'où les deux dimensions d'éprouvette possibles (Figure 2.3(b)).

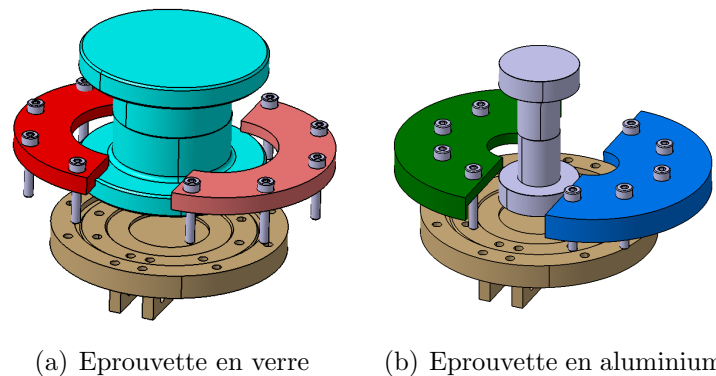


FIGURE 2.3 – Dispositif de serrage homogène des différentes éprouvettes

Ces brides sont au préalable fixées sur les demi-disques avec un système de goupilles et de vis épaulées avec écrous (Figure 2.4). Pour une question de masse supportée par l'éprouvette avant l'essai, le système de bridage et les demi-disques sont en Aluminium 2017. Des inserts en acier sont tout de même placés sur les demi-disques pour éviter le matage des trous dû aux chocs répétés (Figure 2.4).

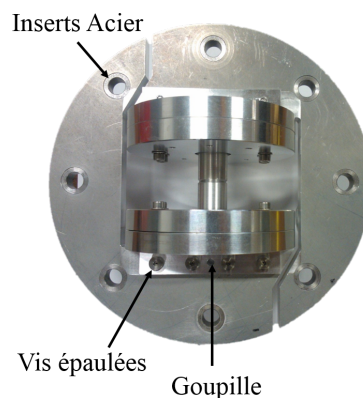


FIGURE 2.4 – Détails de fixation des brides sur les demi-disques

Les demi-disques sont reliés au banc par deux liaisons pivots. Elles ont été préférées à des liaisons encastrement pour avoir un montage isostatique. Une rotule est tout de même ajoutée en sortie du capteur d'effort afin d'assurer l'alignement du système dans la direction de l'effort (Figure 2.2).

L'impacteur est au préalable maintenu à l'aide de deux électroaimants (Figure 2.2). Il va ensuite glisser le long d'une barre, elle aussi réalisée en Aluminium pour limiter la masse. Cette barre est directement reliée à un des deux demi-disques de l'essai Arcan. L'impacteur entrera en contact avec une plate-forme reliée à l'autre extrémité de la barre. Lors du choc entre l'impacteur et la plateforme, l'éprouvette est mise sous tension par l'intermédiaire de la barre et des différentes pièces. Les électro-aimants sont placés sur un profilé qui peut être déplacé, ce déplacement à la verticale permet de régler la hauteur de chute de l'impacteur (Figure 2.2). La masse de l'impacteur étant un paramètre important, différents impacteurs sont utilisés. Des impacteurs de forme cylindrique ayant tous la même hauteur ont été fabriqués allant de 0,1 kg à 1,3 kg (Figure 2.2).

Afin de réaliser l'enregistrement des données lors du choc, un système d'acquisition ayant un échantillonnage à 1MHz est utilisé à l'aide d'une carte PCI Express couplée au logiciel SBench 6. Plusieurs données sont relevées par le dispositif :

- l'effort grâce à un capteur de force HBM U9C/50kN ayant une capacité maximale de 50 kN (Figure 2.2),
- le temps de chute de l'impacteur avec le déclenchement des électroaimants,
- l'accélération à l'aide de deux accéléromètres de type 8339 de Brüel Kjaer, ayant une capacité maximale de 20000g et une tolérance de 2g, placés de chaque côté du collage (Figure 2.5).

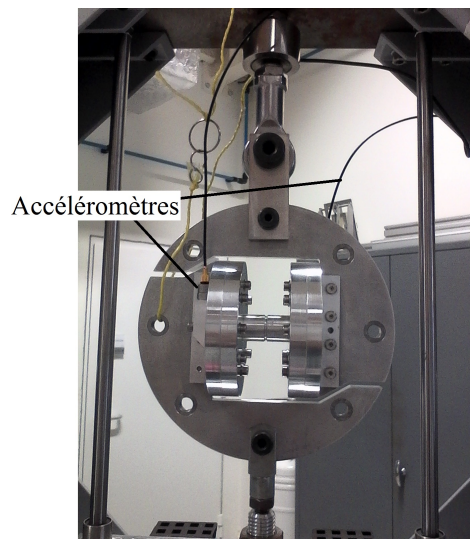


FIGURE 2.5 – Photo du montage en position de cisaillement avec les accéléromètres

Les accéléromètres utilisés sont unidirectionnels et spécifiques aux chocs. Il faut les visser sur un support et les orienter dans le sens du choc. Deux supports en aluminium ont été fabriqués, ils se vissent sur les supports de l'éprouvette de chaque demi-disque (Figure 2.6(a)). Ces supports permettent de visser l'accéléromètre dans la direction sollicitée. La Figure 2.6(b) illustre le montage pour le mode de traction, la Figure 2.6(c) celui du cisaillement et la Figure 2.6(d) celui du mode mixte.



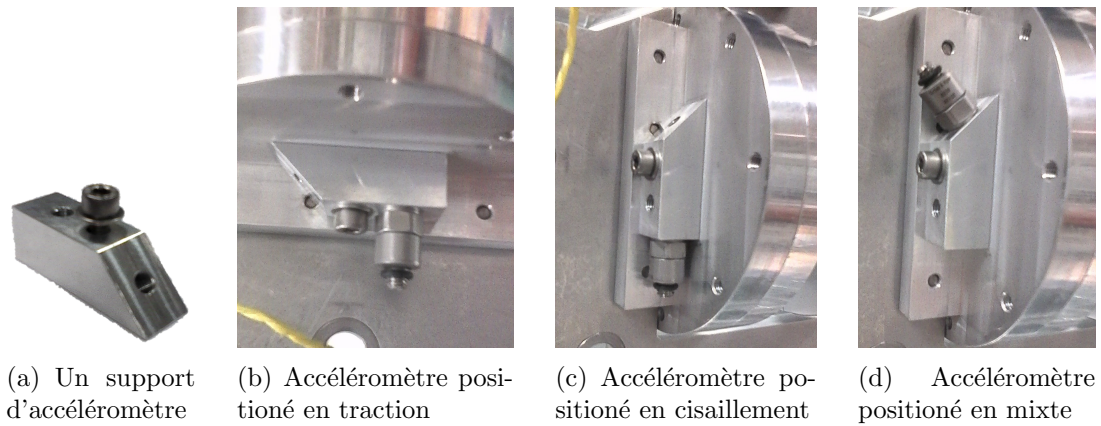


FIGURE 2.6 – Supports vissés en aluminium pour les accéléromètres

## 2 Etude du banc d'essais avec une éprouvette monobloc

Afin de valider l'utilisation de la machine à chocs, des essais avec une éprouvette monobloc tout en aluminium (pas d'interface collée) sont réalisés en mode de sollicitation de traction (Figure 2.7) et de cisaillement. L'objectif est d'observer le comportement du banc d'essais, du niveau de force et du niveau d'accélération face à différents chocs en variant la hauteur de chute et la masse de l'impacteur.

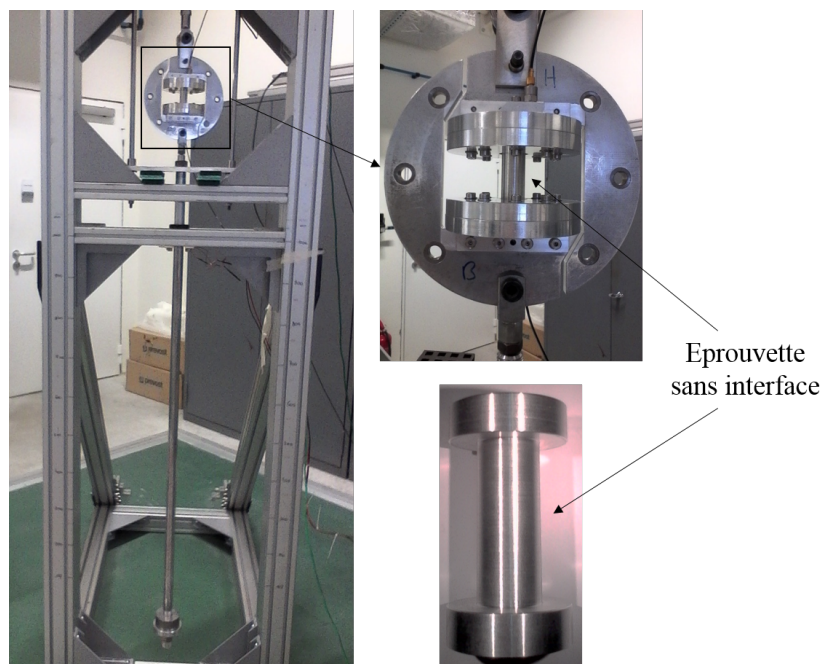


FIGURE 2.7 – Banc d'essais avec éprouvette sans interface

Dans le cas de la traction, dix masses, de 0,1 kg à 1 kg, ont été lancées de 10 hauteurs différentes, de 0,1 m à 1 m. En cisaillement, les dix masses ont été testées mais seulement jusqu'à une hauteur de 0,5 m pour ne pas endommager le système Arcan. En effet, pour ce mode de sollicitation le système se déforme plus. Pour chaque couple masse/hauteur, le choc est effectué 3 fois afin de tester sa reproductibilité et de quantifier sa dispersion.

## 2.1 La vitesse d'impact

Lors de ces essais, le temps de chute de l'impacteur a été mesuré en enregistrant un signal lors du déclenchement des électroaimants. Ce temps de chute a permis de remonter à la vitesse de l'impacteur au moment de l'impact. Le Tableau 2.1 donne la vitesse moyenne d'impact,  $\overline{v_{mesuree}}$ , pour chaque hauteur de chute testée,  $h$ , ainsi que la vitesse d'impact théorique  $v_{th}$  (Equation (2.1)) et le coefficient de variation,  $CV$  (Equation (2.2)), calculé avec la moyenne des vitesses de chute et de l'écart type  $s$  (Equation (2.3)) sur les  $n$  essais (dans ce cas 30) correspondant à une hauteur donnée. Il est posé :

$$v_{th} = \sqrt{2gh} \quad (2.1)$$

$$CV = \frac{s}{\overline{v_{mesuree}}} \quad (2.2)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_n (v_{mesuree} - \overline{v_{mesuree}})^2}{n}} \quad (2.3)$$

$h$ ( m )	$v_{th}$ ( m · s <sup>-1</sup> )	$\overline{v_{mesuree}}$ ( m · s <sup>-1</sup> )	$CV$ (%)
0,107	1,45	1,51	4,97
0,2	1,98	2,03	2,21
0,3	2,43	2,51	4,26
0,4	2,80	2,86	0,94
0,5	3,13	3,20	1,67
0,6	3,43	3,51	1,97
0,7	3,71	3,81	1,87
0,8	3,96	4,08	1,48
0,9	4,2	4,30	1,33
1	4,43	4,55	1,68

Tableau 2.1 – Evolution de la vitesse de chute

La vitesse d'impact mesurée est similaire à la vitesse d'impact théorique. Les différences entre les vitesses sont inférieures à 2% sauf dans le cas de faible hauteur, jusqu'à 0,3 m, où le coefficient de variation va jusqu'à environ 5%.

## 2.2 Le comportement de l'effort

Lors de l'impact, l'effort est mesuré avec un capteur de force à jauges de déformation. La Figure 2.8 donne les courbes de l'effort des 3 essais réalisés pour une chute de 0,9 m et une masse de 0,9 kg en traction. Les signaux sont représentés en fonction du temps, le temps 0 s correspond au moment où les électroaimants sont déclenchés c'est-à-dire au moment où la masse commence à chuter.

La Figure 2.8(b) met en évidence que le temps de chute est différent pour les 3 essais. Néanmoins il reste très faible, environ 2 ms, ce qui engendre une variation de la vitesse d'impact inférieure à 2% comme montré précédemment (Tableau 2.1). Malgré ce décalage, la forme du signal d'effort est identique pour les 3 essais.

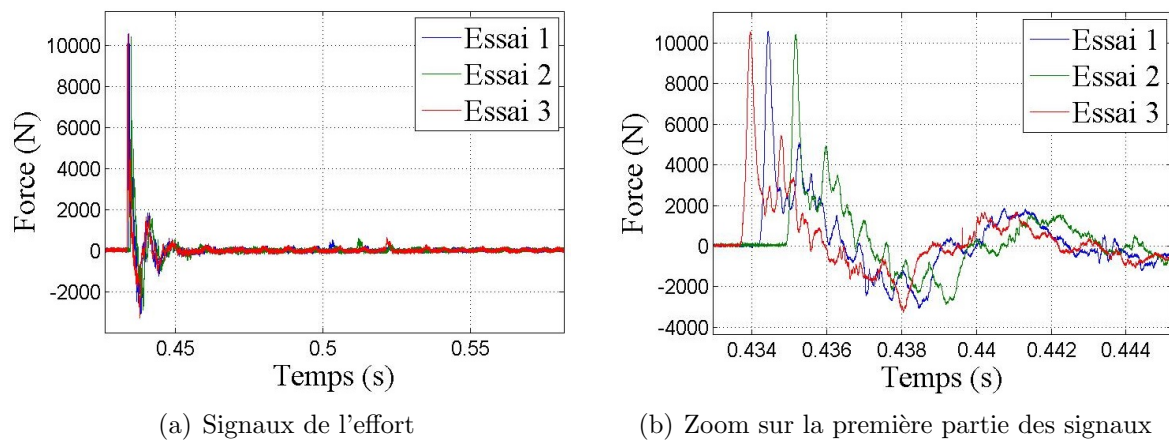


FIGURE 2.8 – Courbes du signal de l'effort pour les 3 essais de chocs à 0,9 m avec 0,9 kg

Sur ces courbes, l'effort maximal est relevé pour chaque essai et il est retranscrit sur la Figure 2.9 en fonction de la hauteur de chute et de la masse de l'impacteur. L'effort évolue de manière identique en traction (Figure 2.9(a)) et en cisaillement (Figure 2.9(b)), il augmente en même temps que la masse de l'impacteur et que la hauteur de chute. Pour un même couple masse/hauteur, l'effort maximal mesuré est plus important en traction que en cisaillement.

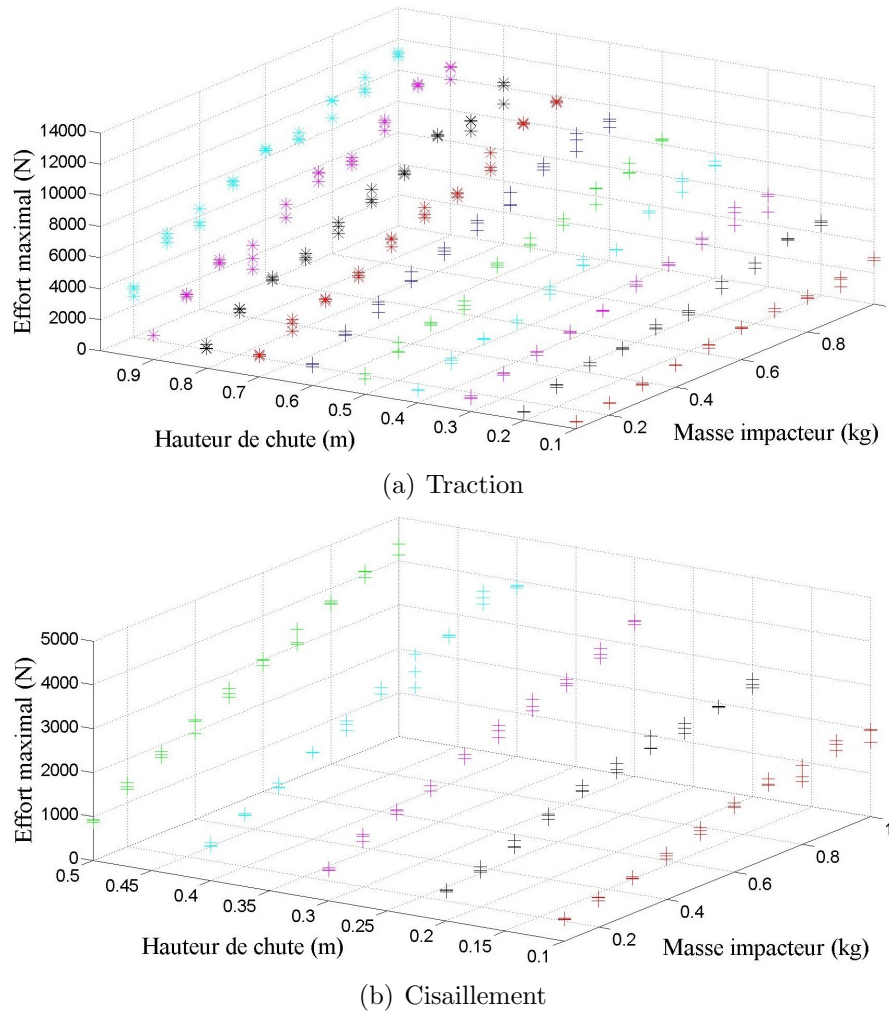


FIGURE 2.9 – Effort maximal mesuré en fonction de la hauteur de chute et de la masse de l'impacteur

Un modèle donné par Brossard [23] permet de calculer la valeur de l'effort maximal perçue lors de la chute d'une masse le long d'une barre (Figure 2.10). Ce modèle est valable pour un choc mou c'est-à-dire où les matériaux se déforment de manière élastique lors du choc. Un ressort est ajouté le long de la barre, il permet de simuler un système d'une rigidité différente de celle de la barre, dans notre cas ce système est le dispositif Arcan.

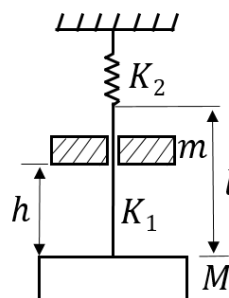


FIGURE 2.10 – Schéma du modèle de Brossard [23] pour une traction sous l'effet d'un choc

Afin d'obtenir l'effort maximal perçu lors du choc, Brossard étudie trois phases. La première, le mouvement avant le choc, où il définit les vitesses de chaque solide avant l'impact. Puis la phase de choc, où il écrit et résout la conservation de la quantité de mouvement en supposant que lors du choc il n'y a pas de variation de position. La dernière phase consiste à définir le mouvement après le choc, il écrit et résout donc l'équation du mouvement après le choc. L'effort maximal  $F_{max}$  (Equation (2.4)) est donc déterminé, tel que :

$$F_{max} = g(M + \eta m) \quad (2.4)$$

avec  $g$  l'accélération de pesanteur,  $M$  la masse de la plateforme d'impact,  $m$  la masse de l'impacteur et  $\eta$  (Equation (2.5)) tel que :

$$\eta = 1 + \sqrt{1 + 2 \frac{h}{f_s} \frac{1}{1 + \frac{M}{m}}} \quad (2.5)$$

et  $f_s$  la flèche statique (Equation (2.6)) :

$$f_s = \frac{mg}{K} \quad (2.6)$$

avec  $K$  la rigidité du système (Equation (2.7)) qui dépend de la rigidité de la barre  $K_1$  (Equation (2.9)) et de la rigidité du ressort  $K_2$  tel que :

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{K_1} + \frac{1}{K_2} \quad (2.7)$$

$$K = \frac{K_1 K_2}{K_1 + K_2} \quad (2.8)$$

$$K_1 = \frac{E_b S}{l} \quad (2.9)$$

Avec  $E_b$  le module de Young de la barre,  $S$  la section de la barre et  $l$  la longueur de la barre.

## 2. ETUDE DU BANC D'ESSAIS AVEC UNE ÉPROUVETTE MONOBLOC

Afin de calculer l'effort maximal lors d'un choc, il reste à connaître la rigidité  $K_2$  du système Arcan. A cet effet, le système est placé dans une machine de traction. La courbe effort/déplacement est tracé en restant dans les limites élastiques du système (Figure 2.11). Le coefficient directeur de la courbe correspond à la rigidité du dispositif Arcan (Tableau 2.2).

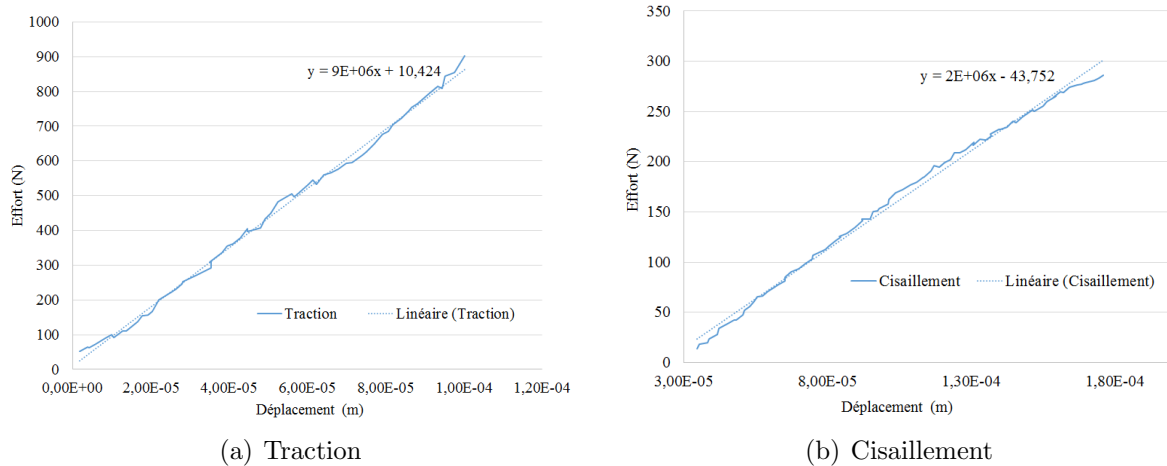


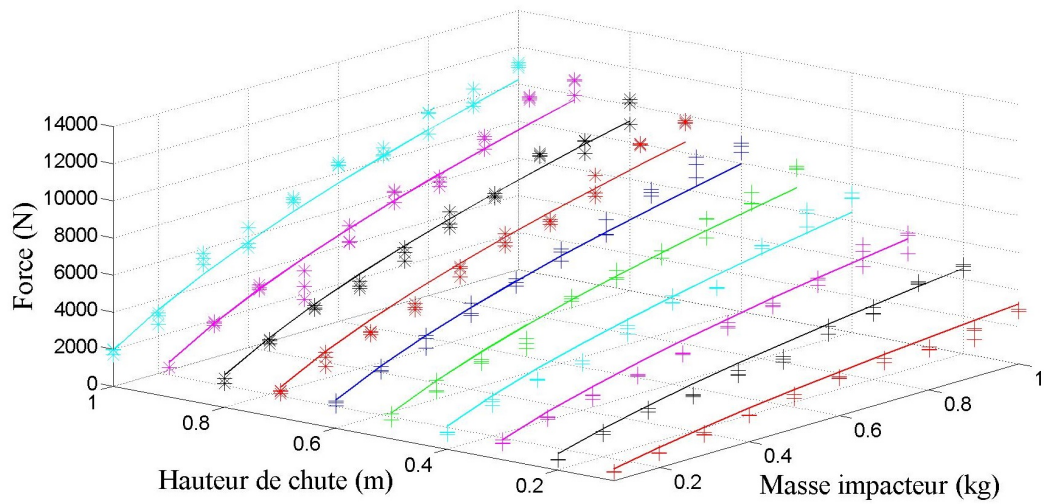
FIGURE 2.11 – Essai de mise en tension du montage Arcan pour le calcul de la rigidité du système

	<b>Traction</b>	<b>Cisaillement</b>
<b>Rigidité <math>K_2</math> (<math>N \cdot m^{-1}</math>)</b>	$9 \cdot 10^6$	$2 \cdot 10^6$

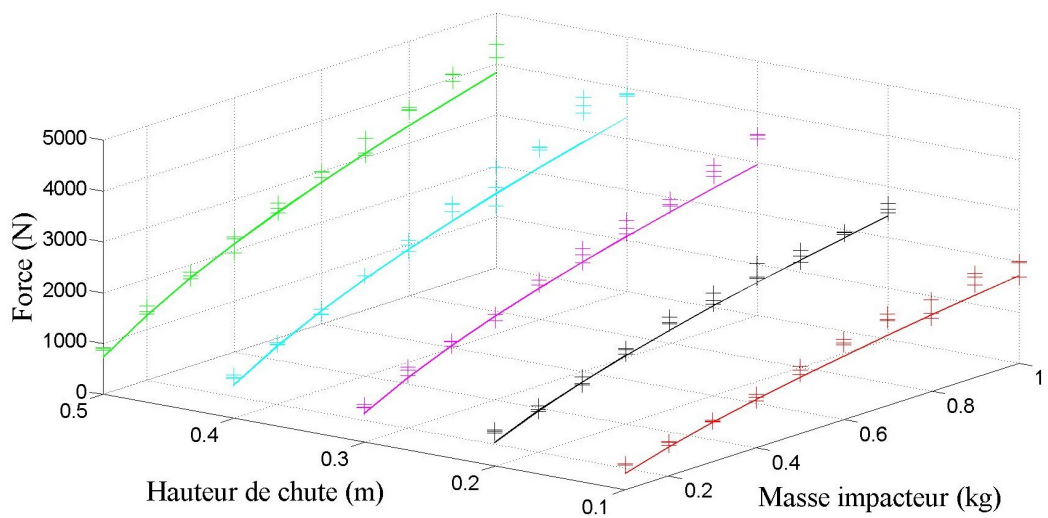
Tableau 2.2 – Rigidité du système Arcan mesurée

Grâce aux données de rigidité obtenues, l'effort maximal théorique en fonction de la hauteur de chute et de la masse a été tracé dans le cas de la traction et du cisaillement (Figure 2.12).

L'effort théorique défini par Brossard [23] s'approche de la valeur expérimentale. La rigidité du système Arcan a bien été prise en compte mais des éléments intermédiaires comme la liaison pivot ne sont pas intervenus dans le calcul. Ceci peut expliquer les différences entre les valeurs théoriques et les valeurs expérimentales qui augmentent de 11% à 25% plus la hauteur de chute est importante. De plus, le capteur utilisé est un capteur à jauges de déformation, dans le cas d'une sollicitation dynamique il est préférable d'utiliser un capteur piézoélectrique qui est plus précis.



(a) Traction



(b) Cisaillement

FIGURE 2.12 – Effort maximal théorique (courbes) en fonction de la hauteur de chute et de la masse de l'impacteur

### 2.3 Le comportement de l'accélération

Deux accéléromètres piézoélectriques permettent de mesurer l'accélération lors de l'impact. Des exemples de signaux sont montrés sur les Figures 2.13 et 2.14. Ils correspondent respectivement à l'accéléromètre inférieur puis supérieur. Ces signaux correspondent aux mêmes essais que ceux montrés dans la partie sur le comportement de l'effort (Partie 2.2). C'est-à-dire à 3 chocs en traction avec un impacteur chutant d'une hauteur de 0,9 m et d'une masse de 0,9 kg. De même, les signaux sont représentés en fonction du temps, le temps 0 s correspond au moment où la masse commence à chuter.

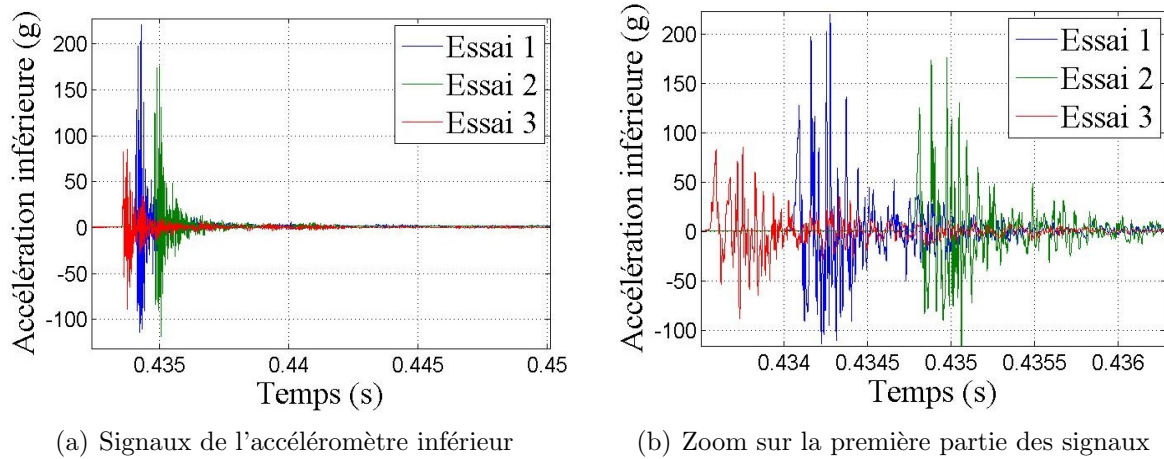


FIGURE 2.13 – Relevé du signal de l'accéléromètre inférieur pour les 3 essais de chocs à 0,9 m avec 0,9 kg

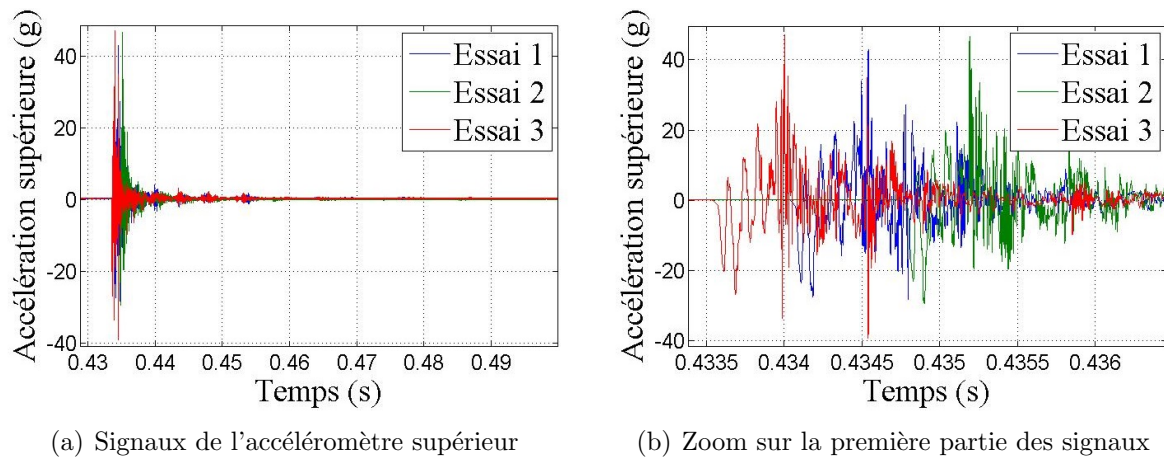


FIGURE 2.14 – Relevé du signal de l'accéléromètre supérieur pour les 3 essais de chocs à 0,9 m avec 0,9 kg

Comme les signaux d'accélération correspondent aux mêmes essais que précédemment (Figures 2.8(b)), la variation de 2 ms du temps de chute de l'impacteur entre les différents essais est également constatée (Figures 2.13(b) et 2.14(b)). En revanche, contrairement aux signaux de l'effort, l'intensité d'accélération n'est pas la même pour les 3 essais. L'accéléromètre inférieur subit des accélérations plus intense que l'accéléromètre supérieur,



ce qui s'explique par le fait qu'il est plus proche de l'impact. Le premier pic d'accélération est positif dans le cas de l'accéléromètre inférieur, il est négatif pour l'accéléromètre supérieur car les deux accéléromètres ne voient pas le choc dans le même sens (ils sont montés en opposition). Les signaux d'accélération sont rarement exploités en temporel, le SRC de chaque signal est donc tracé (Figure 2.15).

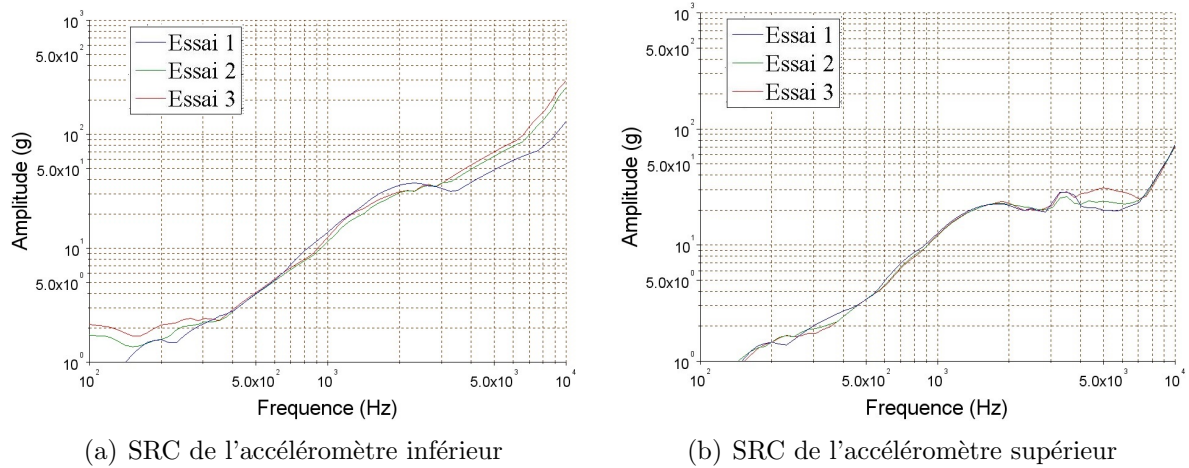


FIGURE 2.15 – SRC pour les 3 essais de chocs à 0,9 m avec 0,9 kg

Les SRC permettent de visualiser plus clairement les différences d'accélération entre les essais. Dans le cas de l'accéléromètre inférieur, l'essai 1 ne présente pas le même signal que les essais 2 et 3. En effet, les courbes sont similaires dans le cas des basses fréquences et des hautes fréquences. Alors que dans le cas de l'accéléromètre supérieur, les signaux sont quasi-identiques.

### 3 Conclusion

Les essais présentés dans ce chapitre ont permis de montrer la bonne reproductibilité du banc d'essais. En effet, pour les mêmes conditions d'essais, la vitesse et l'effort mesurés présentent de faibles variations.

Néanmoins, le banc d'essais a certaines limites. A l'aide de la rapidité d'échantillonnage (1 MHz), un décalage de 0,1 ms a pu être observé entre le début du signal d'effort et celui de l'accélération. Le capteur de force étant positionné plus loin de l'impact que les accéléromètres un temps de décalage apparaît entre les différents signaux. De plus, le capteur de force n'est pas un capteur piézoélectrique, un retard dans le signal perçu est donc envisageable.

Ces essais ont permis de remarquer que la théorie proposée par Brossard [23] permet d'avoir une bonne approximation de l'effort maximal mesuré lors d'un choc à condition de connaître la rigidité du système étudié. De plus, pour observer les niveaux d'accélération lors d'un choc, il faut tracer les SRC de chaque signal.

# Chapitre 3

## Caractérisation expérimentale aux chocs d'assemblages collés

Comme cela a été évoqué plus haut le collage par adhérence moléculaire a un coût relativement important. Le banc d'essais développé, et décrit dans le chapitre précédent (Chapitre 2), est donc utilisé tout d'abord pour caractériser la tenue aux chocs d'assemblages collés en aluminium pour trois colles ayant un comportement mécanique différent (ductile ou fragile). Cette étude est aussi très importante de part les applications industrielles de ce type de collages.

La première partie décrit les différentes éprouvettes et le protocole de collage. En effet, quatre différentes géométries de bords libres à l'interface sont utilisées et leurs comportements sont comparés avec les trois colles. La caractérisation expérimentale débute par des essais statiques avec l'utilisation du dispositif Arcan, pour finir sur la caractérisation de la tenue aux chocs des assemblages collés. L'influence des différentes géométries et des différentes colles est discutée face à une sollicitation statique ou dynamique. Afin de comparer le comportement statique, un critère en contrainte est appliqué à l'aide des différents essais.

### 1 Les éprouvettes

#### 1.1 Les adhésifs

Pour cette étude, trois types d'adhésifs sont testés : un adhésif présentant un comportement ductile (Epoxy 3M Scotch-Weld 2216 B/A) et deux adhésifs présentant un comportement fragile (Cyanoacrylate Permabond 910 et Epoxy Araldite AV138 / HV998).

L'adhésif 3M Scotch-Weld 2216 B/A est un adhésif bi-composant constitué d'une résine époxyde et d'un durcisseur diamine aliphatique. Après le mélange de ces deux composants, la polymérisation se fait en 7 jours à 24°C. Il est possible d'accélérer le processus en effectuant un traitement thermique.

L'adhésif Araldite AV138/HV998 est également un adhésif bi-composant avec une résine époxyde et un durcisseur. Sa polymérisation s'effectue en 24 heures à 23°C. Tout comme la 3M 2216, elle peut être accéléré par un traitement thermique.

L'adhésif Permabond 910, quant à lui, est une colle cyanoacrylate. De base méthyle, elle a une prise rapide à température ambiante en effectuant une pression sur l'ensemble collé. Avant toutes sollicitations du collage, une attente de 24 heures à température ambiante est préconisée pour assurer la polymérisation totale.

Ces adhésifs ont été choisis car ils ont déjà fait l'objet d'une étude en statique pour la caractérisation d'amorçage de fissure par Bui [6]. Le Tableau 3.1 donne les contraintes de cisaillement,  $\sigma_{cis}$ , affichées par le fabricant et les contraintes critiques en mode I, notée  $\sigma_{c,I}$ , calculées par Bui avec la méthode du Point Stress (PSC) basée sur son essai le FIT à l'aide de deux types de concentration.

Nom de la colle	Type d'adhésif	$\sigma_{cis}$ (MPa)	$\sigma_{c,I}$ (MPa)
3M Scotch-Weld 2216 B/A	Ductile	12,7	Non calculé
Permabond 910	Fragile	14	234
Araldite AV138/HV998	Fragile	14	57,5

Tableau 3.1 – Propriétés des adhésifs étudiés : contraintes du fabricant ( $\sigma_{cis}$ ) et contraintes calculées avec le PSC ( $\sigma_{c,I}$ )

## 1.2 Les substrats

Les substrats utilisés ont été usinés en Aluminium 2017 dont les propriétés mécaniques sont reportées dans le Tableau 3.2. Ils sont de forme cylindrique pour avoir la même géométrie que les éprouvettes en verre de silice testées dans le chapitre suivant (Chapitre 4). Cette forme a été imposée par des contraintes d'usinage du verre, elle a pour avantage ici d'imposer des contraintes axisymétriques dans le joint de colle.

$E$ (GPa)	$R_e$ (MPa)	$\nu$
70	210	0,33

Tableau 3.2 – Propriétés de l'Aluminium 2017 utilisé pour les échantillons

Dans cette étude, quatre bords libres ont été testés (Figure 3.1). Tout d'abord, le bord à bec (Figure 3.1(d)) qui permet d'avoir une contrainte nulle au bord libre du joint et donc de réduire les effets de bords. Cette géométrie de bord est utilisée avec le dispositif Arcan modifié par Cognard et al. [9], une étude numérique a également été menée par Cognard et al. [9] sur la forme de ce type de bord pour réduire la dispersion des résultats. Ensuite, le bord droit (Figure 3.1(a)) qui sans défaut présente une contrainte homogène dans toute l'interface. Puis le bord à 45° (Figure 3.1(c)) qui présente une contrainte infinie aux bords libres de l'interface. Et pour finir le bord arrondi (Figure 3.1(b)) qui présente une contrainte plus importante aux bords libres de l'interface mais elle est finie et connue.

En statique, la différence de ces concentrations de contraintes influence la tenue mécanique de l'assemblage collé en particulier pour des colles fragiles. L'influence des différentes concentrations de contraintes face à une sollicitation statique ou dynamique est investiguée dans ce chapitre. Il est à noter que la surface de collage reste la même pour chaque forme de bord.

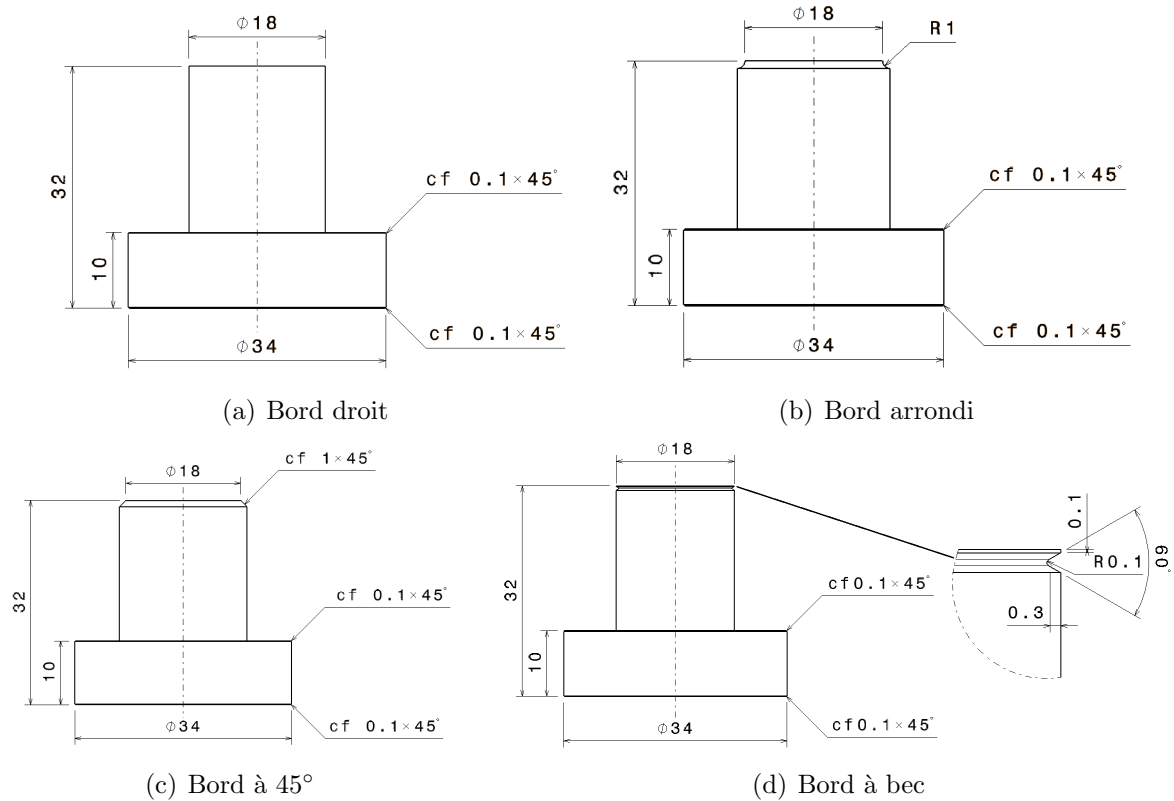


FIGURE 3.1 – Dimensions des quatre demi-échantillons en aluminium ayant différente géométrie au bord du joint collé

### 1.3 Le protocole de collage

Un protocole de collage doit être établi afin de minimiser les défauts de collage et d'assurer au mieux des collages reproductibles.

La préparation des surfaces à adhérer est une étape importante dans le protocole de collage. Dans le cas de l'aluminium, beaucoup de traitements sont possibles. Critchlow et Brewis en ont fait une revue [79]. Le traitement le plus rencontré se présente sous forme de bain chimique, comme par exemple l'anodisation qui permet d'accroître la force de liaison entre l'aluminium et l'adhésif [80]. Ce traitement consiste à former une couche passivante d'alumine de grande épaisseur en plongeant l'éprouvette dans un bain. D'autres traitements comme le plasma permettent d'activer les surfaces et d'améliorer la tenue mécanique des assemblages collés [81]. Un nettoyage à l'acétone est au préalable effectué, ce qui permet de dégraisser les surfaces [82] et d'ôter les poussières. Dans notre cas, un simple nettoyage à l'acétone est effectué sans ajout d'autres techniques.

Dans le cas de l'adhésif 3M 2216, une étape supplémentaire a été rajoutée pour éviter les ruptures mixtes (rupture adhésive et cohésive) (Figure 3.2). Un primaire d'accrochage (Primer 3M 3901) a été déposé sur les surfaces en aluminium après le nettoyage à l'acétone.



FIGURE 3.2 – Exemple d'une rupture mixte avec la 3M 2216 pour une éprouvette sans primaire d'accrochage

L'épaisseur de colle est un autre paramètre à respecter lors du collage. En effet, il a été montré que ce critère a une influence sur la tenue mécanique mesurée notamment pour un test d'impact [83]. Pang et al. [68] ont montré que la force d'impact maximale est directement liée à l'épaisseur de l'assemblage car la rigidité équivalente change. Afin de respecter ce critère, quatre fils de fluorocarbure calibrés de 0,1 mm de diamètre sont placés à l'interface collée (Figure 3.3) sauf dans le cas de la Cyanoacrylate Permabond où l'épaisseur du joint préconisée est encore plus faible de l'ordre de un centième de millimètre. En effet, la cyanoacrylate va polymériser de manière quasi-instantanée lors de la mise sous pression des deux surfaces à adhérer, ce qui permet de chasser l'air à l'interface et de déclencher la polymérisation. Un poids identique est utilisé pour chaque éprouvette afin d'assurer la pression nécessaire à la polymérisation.

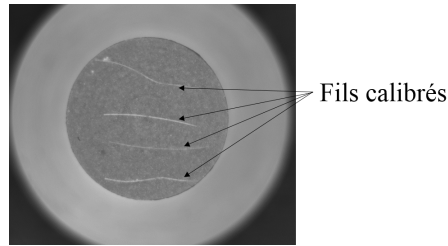


FIGURE 3.3 – Mise en place de 4 fils calibrés sur la surface à adhérer pour contrôler l'épaisseur de colle

Pour être reproductible, un montage a été créé (Figure 3.4). Il permet de respecter la coaxialité entre les deux substrats adhésés et a pour avantage de pouvoir assembler cinq éprouvettes à la fois.

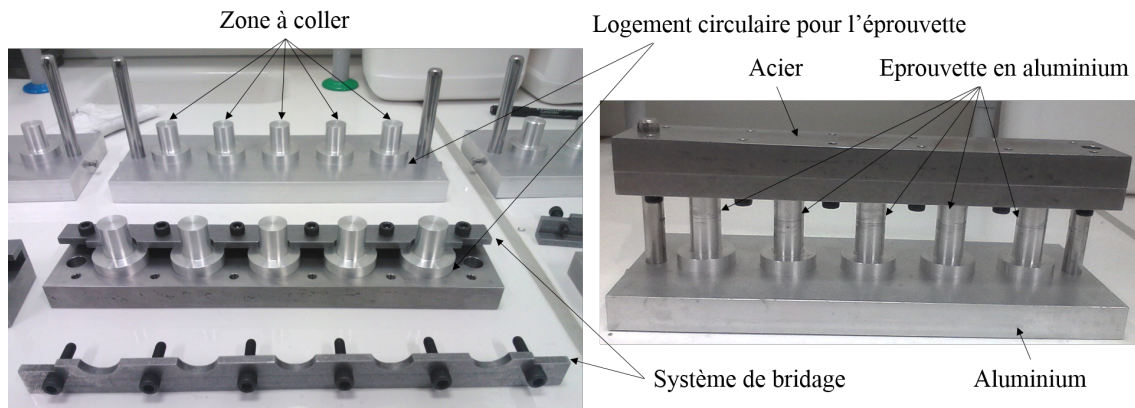


FIGURE 3.4 – Montage permettant le collage des éprouvettes en aluminium

La moitié des substrats est posée sur un socle inférieur. La colle et les fils calibrés sont placés sur les surfaces à adhérer. L'autre moitié des substrats est placée sur le socle supérieur. Les demi-épreuves sont bridées afin d'être solidaires du socle pour faciliter le positionnement sur les autres substrats. Un système de guidage permet de venir positionner le socle supérieur sur le socle inférieur et d'assurer le positionnement des substrats l'un par rapport à l'autre.

Une fois l'assemblage de l'éprouvette réalisé, il faut attendre la polymérisation de l'adhésif. Dans le cas de la 3M 2216 et de l'Araldite, la polymérisation va être accélérée par un traitement thermique. Un recuit à 40°C pendant 24h pour la 3M 2216 et un recuit à 40°C pendant 16h sur l'Araldite sont effectués. Cette température de 40°C permet de limiter les effets de dilatations de l'aluminium et de la colle, afin d'éviter de générer des contraintes trop importantes dans le collage lors de la polymérisation.

Des observations optiques sont réalisées sur les éprouvettes pour contrôler l'alignement des deux substrats et la forme du joint de colle. Dans le cas de la Cyanoacrylate l'épaisseur de colle étant très faible (0,01 mm), le microscope permet uniquement d'observer le bon alignement des substrats (Figure 3.5). La Figure 3.6 montre quant à elle les colles avec une épaisseur de 0,1 mm.

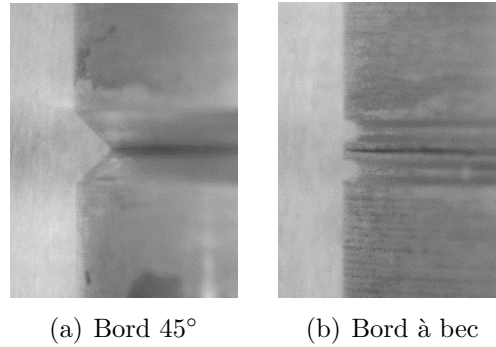


FIGURE 3.5 – Observations au microscope de l’interface collée pour des éprouvettes de Cyanoacrylate avec 0,01 mm d’épaisseur

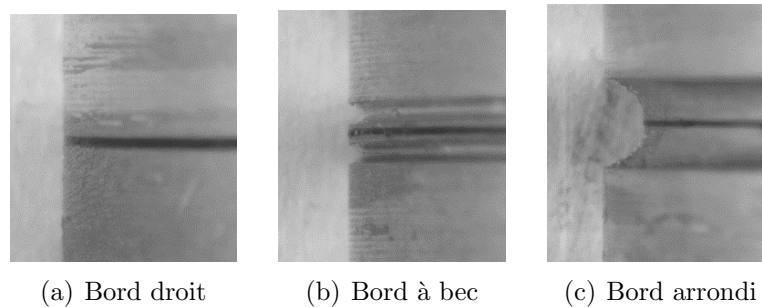


FIGURE 3.6 – Observations au microscope de l’interface collée pour des éprouvettes pour des collages avec 0,1 mm d’épaisseur

## 2 Tenue en statique des colles

### 2.1 Résultats des essais statiques avec le dispositif Arcan

Pour commencer, le comportement des trois colles en fonction des différents bords à l’interface est étudié en statique. Ces essais sont réalisés avec le dispositif Arcan monté dans une machine de traction classique [9]. L’objectif étant de connaître l’effort à rupture des différentes éprouvettes pour le mode I, II et I+II.

Les essais statiques ont été réalisés sur une machine de traction/compression, une Instron électro-magnétique (Figure 3.7). Cette machine est équipée d’un système de rotule qui permet l’alignement de l’éprouvette lors de l’application de l’effort. Pour ces essais, le système Arcan a été modifié afin de le rendre plus rigide. La matière des demi-disques a été réalisée en Acier 40CMD8S et celle des flasques en Aluminium 7075. Les essais ont été réalisés à une vitesse de  $0,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ . L’effort est mesuré avec un capteur d’une capacité de 50 kN. Le déplacement de la traverse est également mesuré.



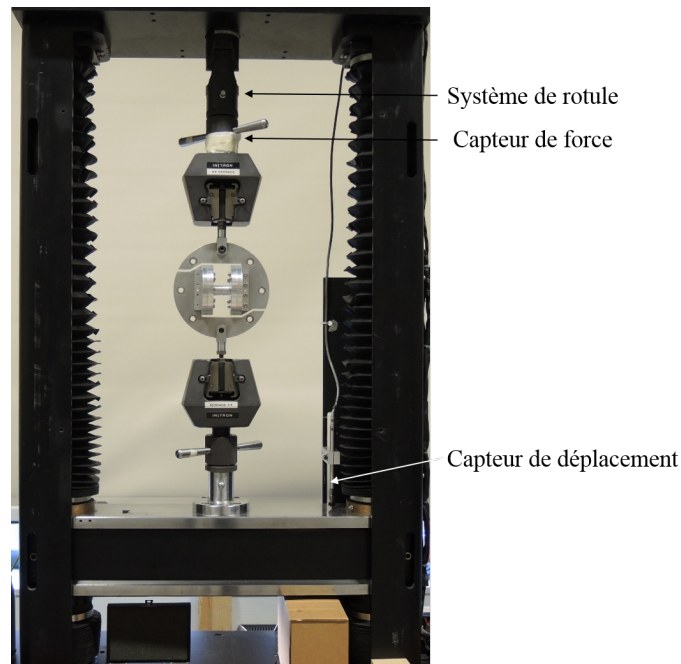


FIGURE 3.7 – Dispositif Arcan monté dans la machine de traction/compression Instron

Pour chaque configuration d'essai, un minimum de 5 éprouvettes est testé pour avoir une statistique admissible. La Figure 3.8 montre les courbes effort-déplacement obtenues dans le cas du bord arrondi collé à la Cyanoacrylate pour une sollicitation de traction. Sur cet exemple et comme avec les autres configurations d'essais, les pentes des courbes sont parallèles, ce qui indique que pour chaque essai la rigidité du système est la même et que les essais sont réalisés dans les mêmes conditions. Ces courbes donnent également l'effort de rupture qui correspond à l'effort maximal mesuré. Ces efforts sont utilisés pour calculer l'effort moyen de rupture pour chaque configuration d'essai.

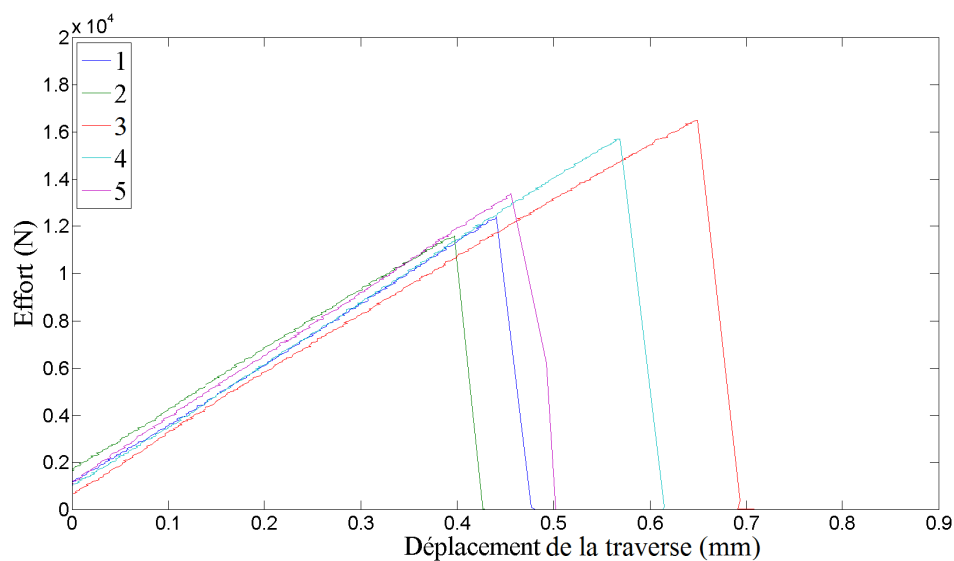


FIGURE 3.8 – Courbes force-déplacement pour les essais de traction sur un bord arrondi avec la Cyanoacrylate

Les Figures 3.9, 3.10 et 3.11 montrent les résultats des essais de traction, cisaillement et de traction/cisaillement en donnant la moyenne de l'effort de rupture obtenu ainsi que l'écart type pour les 4 types de bord et les 3 colles.

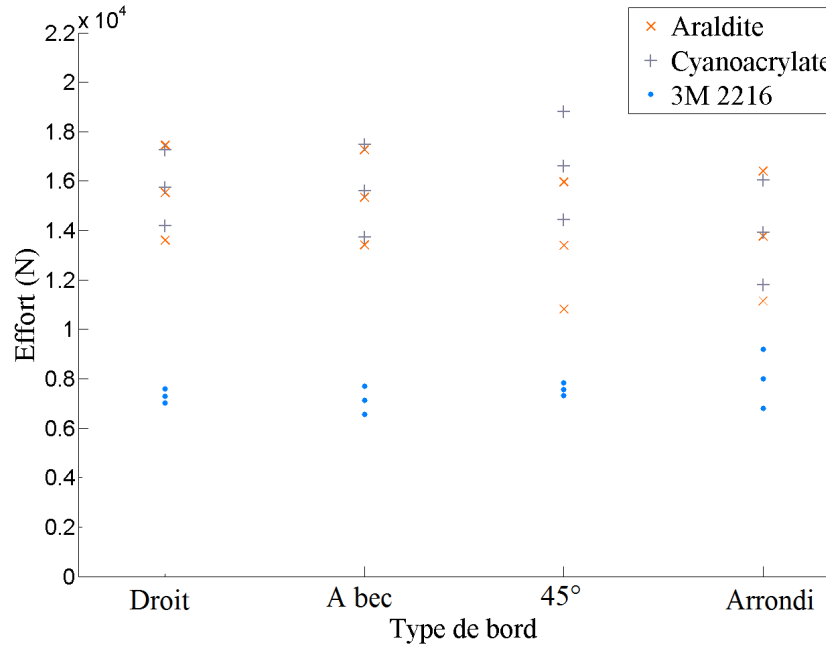


FIGURE 3.9 – Résultats des essais de traction pour les trois adhésifs : valeur moyenne et écart type de la force à rupture

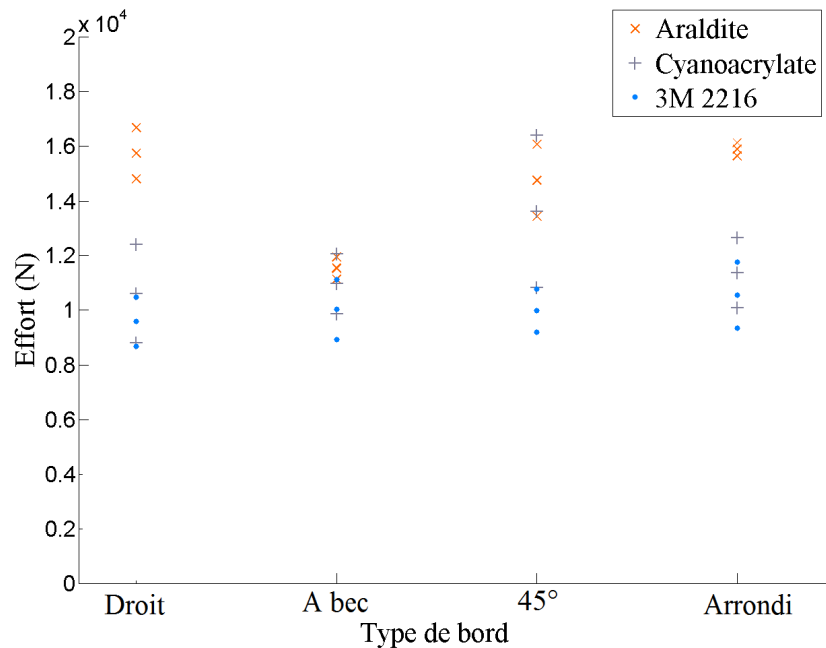


FIGURE 3.10 – Résultats des essais de cisaillement pour les trois adhésifs : valeur moyenne et écart type de la force à rupture

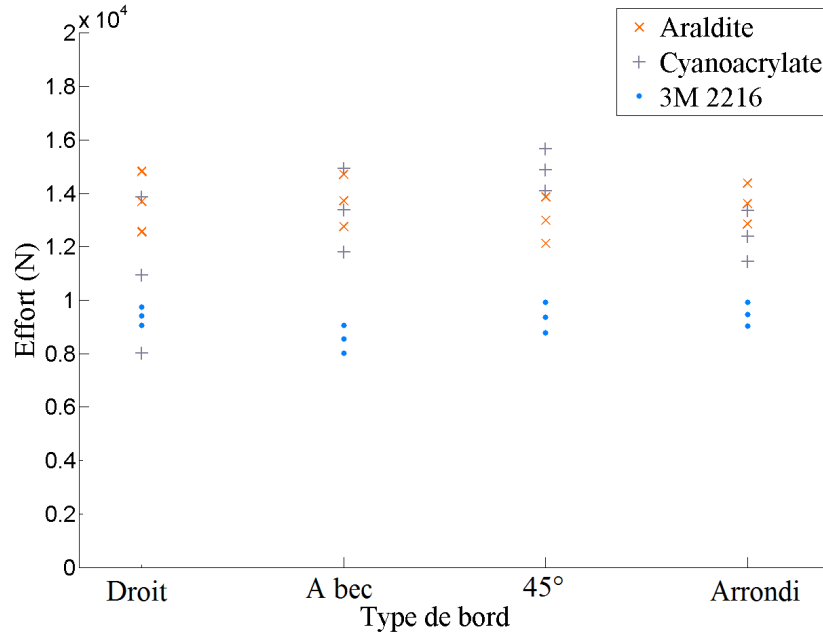


FIGURE 3.11 – Résultats des essais de traction/cisaillement : valeur moyenne et écart type de la force à rupture

Afin d'étudier les résultats de chaque colles, les Tableaux 3.3, 3.4 et 3.5 montrent l'effort moyen de rupture et le coefficient de variation  $CV$  (Equation (3.1)) qui permet de quantifier la dispersion des données. Ce coefficient est calculé à l'aide de la moyenne des efforts à rupture  $\bar{f}$  et de leur écart type  $s$  (Equation (3.2)).

$$CV = \frac{s}{\bar{f}} \quad (3.1)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_n (f - \bar{f})^2}{n}} \quad (3.2)$$

Sollicitation	Type de bord	Effort moyen ( N )	Coefficient de variation (%)
Traction	Droit	15520	11,13
	A bec	15340	11,68
	45°	13390	17,33
	Arrondi	13770	17,10
Cisaillement	Droit	15750	5,31
	A bec	11540	3,47
	45°	14760	8,04
	Arrondi	15890	1,34
Traction/cisaillement	Droit	13690	7,41
	A bec	13730	6,31
	45°	12990	5,93
	Arrondi	13610	5,03

Tableau 3.3 – Dispersion des résultats sur l'effort de rupture pour différents modes de sollicitation et quatre concentrations de contrainte à l'interface dans le cas de l'Araldite

<b>Sollicitation</b>	<b>Type de bord</b>	<b>Effort moyen ( N )</b>	<b>Coefficient de variation (%)</b>
Traction	Droit	7302	3,46
	A bec	7129	7,2
	45°	7576	2,96
	Arrondi	7989	13,4
Cisaillement	Droit	9586	8,6
	A bec	10030	9,99
	45°	9984	7,3
	Arrondi	10560	10,2
Traction/cisaillement	Droit	9409	3,29
	A bec	8541	5,41
	45°	9356	5,53
	Arrondi	9475	4,24

Tableau 3.4 – Dispersion des résultats sur l’effort de rupture pour différents modes de sollicitation et quatre concentrations de contrainte à l’interface dans le cas de la 3M 2216

<b>Sollicitation</b>	<b>Type de bord</b>	<b>Effort moyen ( N )</b>	<b>Coefficient de variation (%)</b>
Traction	Droit	15730	8,82
	A bec	15590	10,80
	45°	16610	11,74
	Arrondi	13920	13,60
Cisaillement	Droit	10610	15,18
	A bec	10970	8,98
	45°	13620	18,26
	Arrondi	11370	10,06
Traction/cisaillement	Droit	10940	19,01
	A bec	13370	10,42
	45°	14870	4,73
	Arrondi	12400	6,84

Tableau 3.5 – Dispersion des résultats sur l’effort de rupture pour différents modes de sollicitation et quatre concentrations de contrainte à l’interface dans le cas de la Cyanoacrylate

La 3M 2216 est la colle qui présente le moins de dispersion dans les résultats. En effet, pour la majorité des configurations son coefficient de variation est bien inférieur à 10% (Tableau 3.4) ce qui est un résultat attendu pour une colle ductile.

Pour le cas de l’adhésif Araldite, une faible dispersion est observée en mode II et en mode I+II. En revanche, en traction une dispersion plus importante est constatée (supérieure à 10%). De manière générale, la dispersion obtenue avec cette adhésif fragile est plus importante qu’avec la colle ductile.

La Cyanoacrylate est la colle qui présente le plus de dispersion, son coefficient de variation est majoritairement supérieur à 10%. Ce résultat pouvait être attendu car c’est une colle fragile à faible épaisseur et donc est très sensible aux défauts de collage.

## 2.2 Définition de la contrainte à rupture en statique

Afin de comparer la tenue mécanique en statique des trois colles testées, un critère en contrainte est utilisé : le critère Point Stress (PSC). Il permet de définir la contrainte à rupture en statique.

Dans l'industrie, cette méthode ingénieur est très souvent utilisée pour définir la contrainte critique sur un matériau c'est-à-dire la contrainte nécessaire pour amorcer une fissure. Dans cette étude, elle va permettre de définir la contrainte critique pour les différents assemblages collés à l'aide des essais statiques effectués.

Ce critère en contrainte s'applique à une certaine distance de la singularité (ici cette singularité est l'extrémité du joint collé), cette distance étant la longueur caractéristique,  $a_c$ , introduite pour appliquer le critère s'écrivant [84] :

$$\sigma(a_c) > \sigma_c \quad (3.3)$$

Si la contrainte  $\sigma$  à la distance  $a_c$  du bord est supérieure à la contrainte critique  $\sigma_c$  alors une fissure va s'initier. Cette longueur est dépendante de la géométrie de l'assemblage et de l'épaisseur du joint. Les calculs numériques vont permettre de définir ces deux valeurs ( $\sigma_c$  et  $a_c$ ). Elles sont identifiées à partir de deux essais différents correspondant à deux différentes géométries de bord des éprouvettes.

Dans cette étude, le bord droit (contrainte homogène à l'interface collée) et le bord à 45° (forte concentration de contrainte aux bord libres de l'interface) ou le bord arrondi (concentration de contrainte au bord libre) sont utilisés. Les deux essais sont tout d'abord simulés par la méthode des éléments finis en utilisant le code de calculs Abaqus en 3D.

Le modèle comprend les deux demi-disques Arcan et l'éprouvette en aluminium considérées comme élastiques, ils sont liés entre eux à l'aide de liaisons soudées. L'éprouvette est modélisée en une seule pièce, la colle n'est pas simulée. De la même manière, les demi-disques, les brides et les vis de serrage sont modélisés en une seule pièce pour simplifier le modèle. L'effort moyen de rupture mesuré dans la partie précédente (Partie 2.1, Tableaux 3.3, 3.4 et 3.5) pour chacune des deux formes d'éprouvettes est appliqué comme chargement lors de la simulation (Figure 3.12).

Les résultats de ces calculs E.F. permettent de tracer la distribution de contrainte le long de l'interface. Le point d'intersection de ces courbes permet de déterminer la longueur caractéristique et la contrainte critique pour l'adhésif concerné.

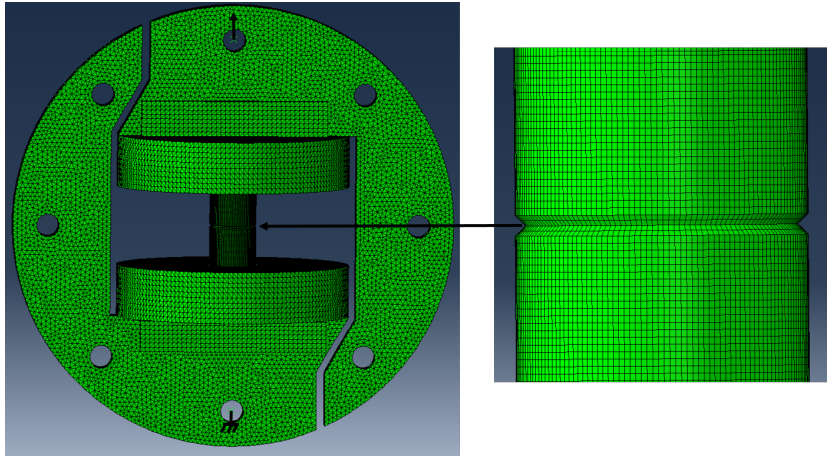


FIGURE 3.12 – Modèle pour l’application du PSC en traction sur l’éprouvette à 45° en aluminium : conditions limites et maillage, éléments de taille 2 mm pour l’Arcan et 0,5 mm pour l’éprouvette

### 2.2.1 Application du critère Point Stress en traction

Dans un premier temps, les simulations sont réalisées en traction sur l’Araldite. Une étude de l’influence du maillage le long de l’interface a été réalisée. La Figure 3.13 montre, dans le cas du bord à 45°, la répartition des contraintes du bord libre de l’interface au centre de l’éprouvette pour différentes tailles d’éléments à l’interface.

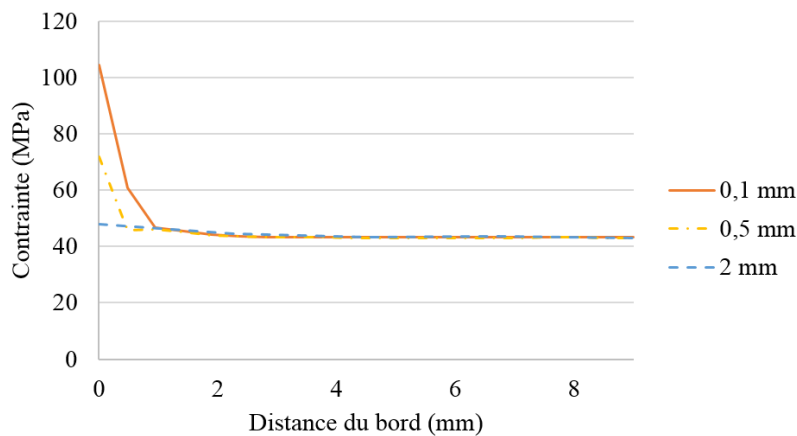


FIGURE 3.13 – Répartition des contraintes normales à l’interface du bord à 45° pour différentes tailles de maillage en traction pour l’Araldite

Dans le cas du bord droit la taille du maillage n’a pas d’importance car la contrainte est homogène tout le long de l’interface. Dans le cas du bord à 45° la taille de 0,1 mm est choisie pour toutes les simulations avec ce type de bord (Figure 3.14).

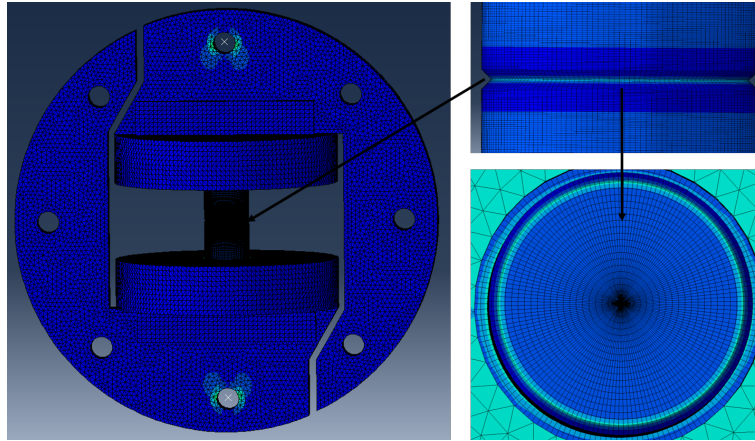


FIGURE 3.14 – Répartition des contraintes de Von Mises pour une sollicitation de traction de l'Araldite avec un maillage de 0,1 mm à l'interface

Afin d'obtenir la longueur caractéristique et la contrainte critique, la répartition des contraintes normales à l'interface dans le cas du bord droit et du bord à 45° a été tracée (Figure 3.15). Le point d'intersection des deux courbes permet de donner :  $a_{c,I} = 0,47$  mm et  $\sigma_{c,I} = 62,24$  MPa.

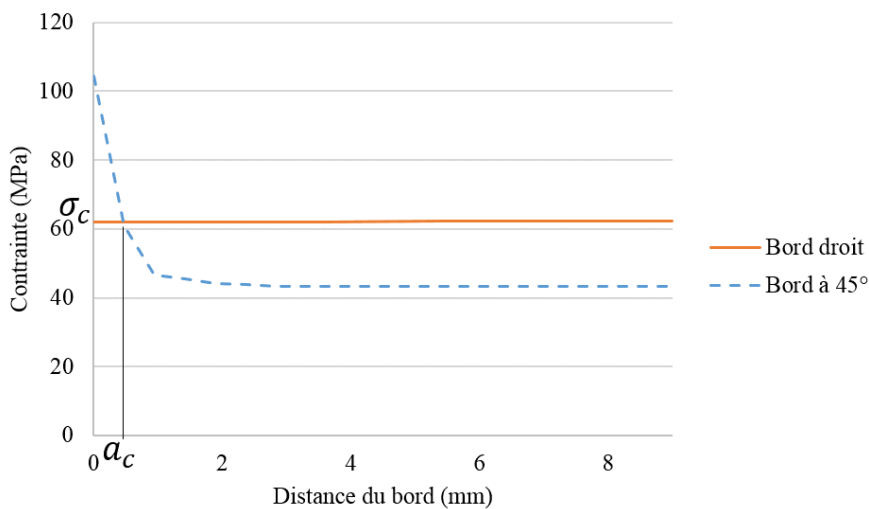


FIGURE 3.15 – Répartition des contraintes normales à l'interface en sollicitation de traction pour l'Araldite

Ce type de simulation et l'application du PSC ont été renouvelés sur les deux autres adhésifs, le Tableau 3.6 donnent les résultats obtenus.

Type de colle	$a_{c,I}$ ( mm )	$\sigma_{c,I}$ ( MPa )
Araldite	0,47	62,24
3M 2216	0,82	28,7
Cyanoacrylate	0,78	62

Tableau 3.6 – Résultats de l'application du critère Point Stress sur les colles en traction

### 2.2.2 Application du critère Point Stress en cisaillement

Le Critère Point Stress a également été utilisé pour une sollicitation en cisaillement. La Figure 3.16 montre la répartition des contraintes de cisaillement dans l'assemblage lors d'une sollicitation de cisaillement ainsi que les contraintes à l'interface des éprouvettes avec un bord droit et un bord arrondi. Des noeuds du maillage sont indiqués en rouge, ils correspondent aux noeuds qui sont utilisés pour tracer la répartition des contraintes du bord libre de l'interface à son centre.

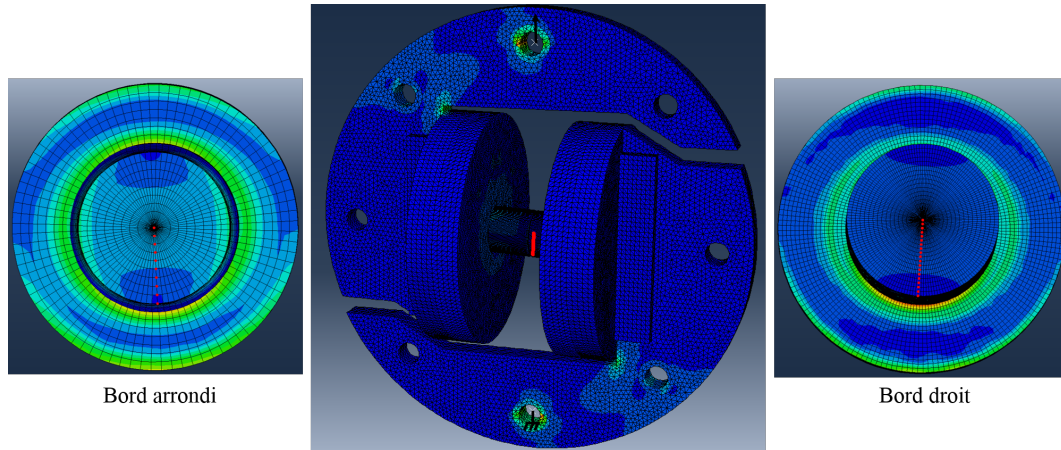


FIGURE 3.16 – Répartition des contraintes de Von Mises pour une sollicitation de cisaillement pour une éprouvette avec un bord arrondi et un bord droit

Dans un premier temps, une étude de l'influence du maillage à l'interface collée est réalisée. Les Figures 3.17(a) et 3.17(b) donnent la répartition des contraintes de cisaillement du bord libre de l'interface au centre de l'éprouvette (Figure 3.16) pour différentes tailles d'éléments à l'interface. Cette étude a permis de définir la taille de maillage à l'interface pour les collages Alu-Alu à 0,5 mm dans le cas du bord droit et du bord arrondi permettant d'appliquer le critère Point Stress.

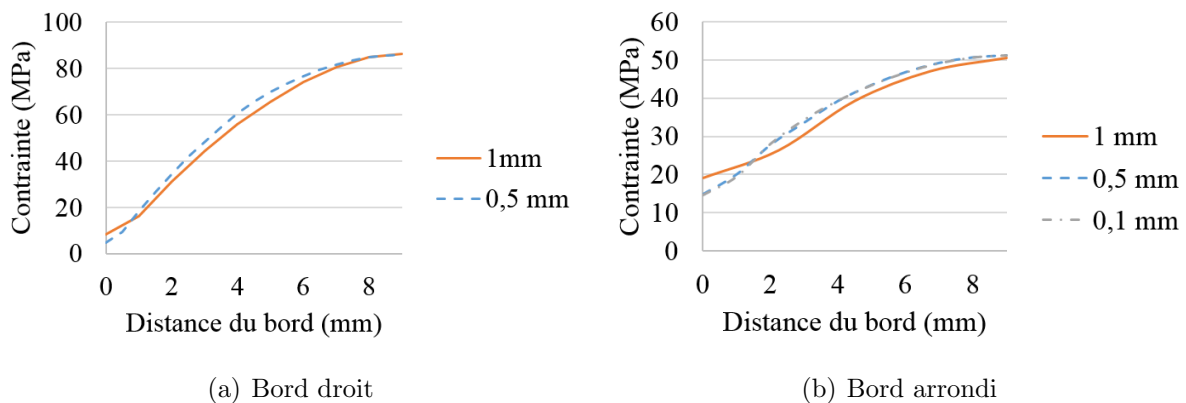


FIGURE 3.17 – Répartition des contraintes de cisaillement à l'interface pour différentes tailles de maillage en cisaillement pour l'Araldite



La Figure 3.18 montre l'application du critère en contrainte sur l'Araldite, elle permet de donner :  $a_{c,II} = 2,85$  mm et  $\sigma_{c,II} = 47,5$  MPa. De la même manière, le critère a été appliqué à la 3M 2216 et à la Cyanoacrylate. Les résultats sont donnés dans le Tableau 3.7.

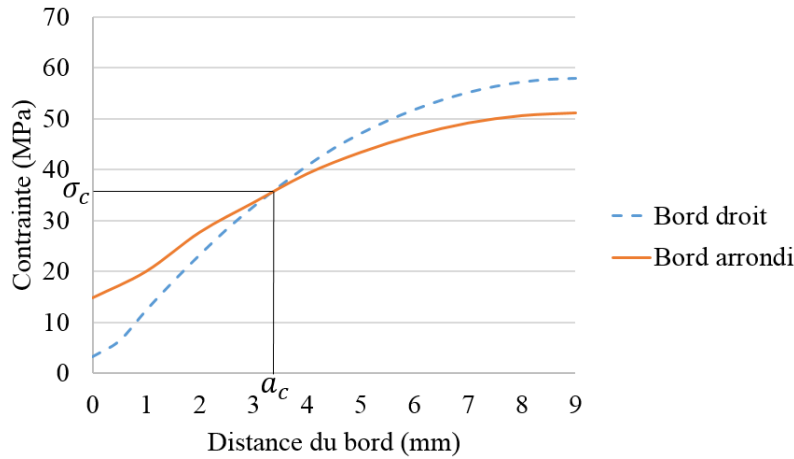


FIGURE 3.18 – Répartition des contraintes de cisaillement à l'interface en cisaillement pour l'Araldite

Type de colle	$a_{c,II}$ ( mm )	$\sigma_{c,II}$ ( MPa )
Araldite	2,85	47,5
3M 2216	3,85	36
Cyanoacrylate	3,4	35,8

Tableau 3.7 – Résultats de l'application du critère Point Stress sur les colles en cisaillement

### 2.3 Comparaison des trois colles testées en statique

Suite à la campagne expérimentale et à l'étude numérique, il est clairement apparu que l'adhésif ductile (3M 2216) présente une moins bonne tenue en statique que les colles fragiles. Sa contrainte critique est même deux fois plus petite en traction que les autres colles. L'adhésif 3M 2216 a montré une meilleure tenue en cisaillement qu'en traction avec une contrainte critique supérieure de 7 MPa. De plus, il faut rappeler que les résultats obtenus avec cet adhésif étaient les moins dispersés.

Pour le cas des colles fragiles, la tenue mécanique est quasi-identique en mode I. En cisaillement, l'adhésif Araldite a tout de même une meilleure tenue que l'adhésif Cyanoacrylate et elles ont toutes deux une meilleure résistance en traction qu'en cisaillement.

L'application du PSC permet de comparer simplement la tenue mécanique des trois adhésifs avec la valeur de la contrainte critique. Néanmoins, pour les simulations, les essais utilisés en mode I et en mode II ne sont pas les mêmes. En traction, le bord droit et le bord à 45° sont utilisés alors qu'en cisaillement le bord à 45° est remplacé par le bord arrondi.

De plus, tant en traction qu'en cisaillement les longueurs caractéristiques entre les colles évoluent de la même façon, l'Araldite a la plus faible longueur caractéristique suivie de la Cyanoacrylate puis de la 3M 2216. Ces résultats sont différents de ceux obtenus par Bui [6] qui a montré que plus l'épaisseur de colle était faible plus la longueur caractéristique était faible.

### 3 Tenue aux chocs des colles

#### 3.1 Protocole d'essai

Les essais pour les différentes colles et les différents bords sont réalisés sur le banc de chocs Arcan (Chapitre 2) pour une configuration de chocs en mode I (Figure 3.19(a)) et puis en mode II (Figure 3.19(b)). L'objectif étant pour ces différentes configurations d'observer le comportement de l'adhésif face à un choc.

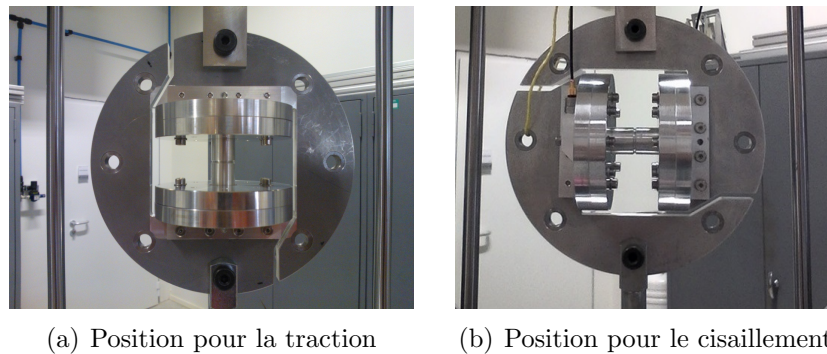


FIGURE 3.19 – Position du dispositif Arcan pour une sollicitation en mode I et II

Le choc généré dépend de la masse de l'impacteur et de sa hauteur de chute. Il est donc lié à l'énergie d'impact entre l'impacteur et la plateforme d'impact. Par la suite, le comportement de l'adhésif est observé en fonction de l'énergie d'impact imposée. Pour cette campagne d'essais, la hauteur de chute de l'impacteur  $h$  est fixée à 1 m afin d'avoir une vitesse constante  $v$  pour chaque énergie d'impact, notée  $E_i$  (Equation (3.4)). Seule la masse de l'impacteur  $m$  permet de faire varier cette énergie (Equation (3.5)). Les impacteurs utilisés ont tous la même épaisseur pour respecter la même hauteur de chute. Les équations de la vitesse et de l'énergie d'impact sont notées :

$$v = \sqrt{2gh} = 4,43 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \text{ avec } h = 1 \text{ m} \quad (3.4)$$

$$E_i = mgh \quad (3.5)$$

Afin de définir le comportement de l'adhésif, la rupture ou la non rupture de l'éprouvette est observée pour chaque énergie d'impact imposée. Cet essai est reproduit sur un minimum de cinq éprouvettes. Ce qui permet de définir un taux de rupture  $\delta$  (Equation (3.6)) qui correspondant au rapport entre le nombre d'éprouvettes rompues et le nombre d'éprouvettes testées pour une énergie d'impact imposée, il est noté :

$$\delta(\%) = \frac{\text{Nombre d'éprouvettes rompues}}{\text{Nombre d'éprouvettes testées}} \% \quad (3.6)$$

Pour chaque type de bord, l'évolution du taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact est tracée. Elle permet de déterminer l'énergie d'impact  $E_{100}$  à partir de laquelle la rupture du collage est systématique ( $\delta = 100\%$ ); puis une énergie  $E_0$  qui correspond à la limite de tenue de l'adhésif ( $\delta = 0\%$ ), c'est-à-dire que en dessous de cette énergie la tenue de l'éprouvette est supposée garantie. La Figure 3.20 montre la position des énergies caractéristiques sur un graphique donnant l'évolution du taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact.

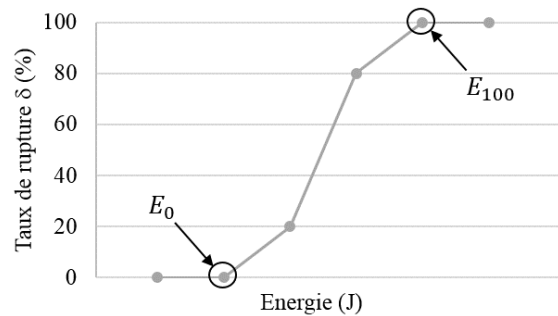


FIGURE 3.20 – Définition des énergies  $E_0$  et  $E_{100}$

## 3.2 Résultats des essais de chocs

### 3.2.1 Assemblages collés avec l'Araldite

Les Figures 3.21 et 3.22 montrent les résultats des essais de chocs en traction et en cisaillement pour l'Araldite avec les quatre différentes géométries de bord. Pour chaque forme de bord, le taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact évolue de la même façon. En effet, trois phases se distinguent. La première est un plateau à  $\delta = 0\%$ , les éprouvettes ne rompent pas jusqu'à l'énergie d'impact nommée  $E_0$ . Puis une deuxième phase où le taux de rupture évolue de manière quasi linéaire entre 0% et 100%. Pour finir, une dernière phase présente également un plateau à  $\delta = 100\%$  qui débute pour l'énergie d'impact nommée  $E_{100}$ .

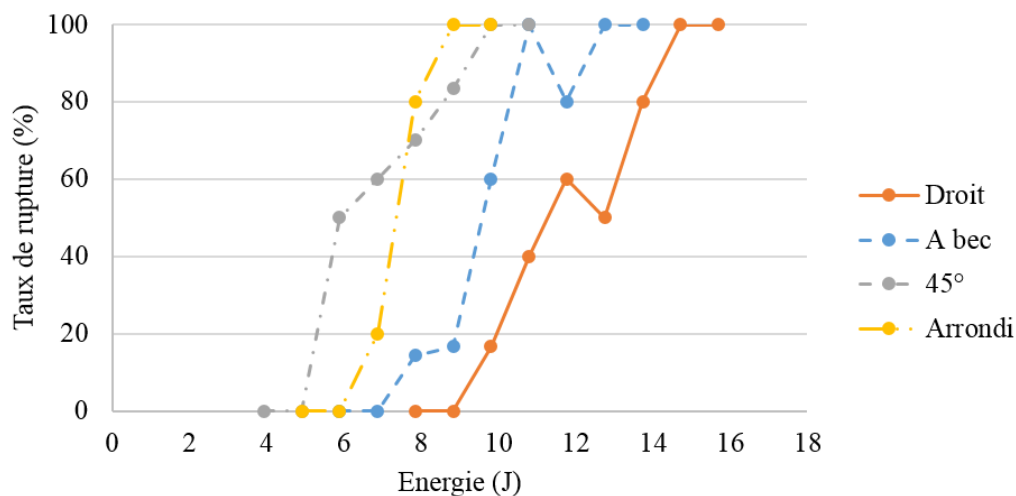


FIGURE 3.21 – Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en traction avec l'Araldite

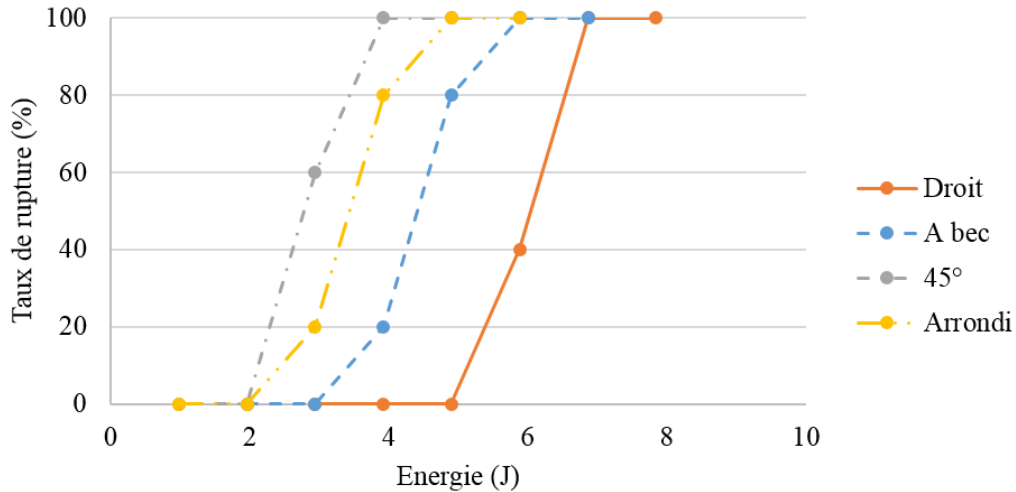


FIGURE 3.22 – Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement avec l'Araldite

Tant en traction qu'en cisaillement, une différence notable apparaît sur la tenue aux chocs en fonction des différents bords. De plus leurs comportements les uns par rapport aux autres sont quasi-identiques pour les deux modes de sollicitation. En effet, le bord droit présente une meilleure résistance suivi du bord à bec.

Le Tableau 3.8 donne les énergies d'impact caractéristiques des différents bords pour l'Araldite. Tant en traction qu'en cisaillement l'énergie  $E_0$  diminue avec l'augmentation des contraintes à l'interface influencée par la forme du bord.

Araldite		$E_0$ ( J )	$E_{100}$ ( J )
Traction	Droit	8,829	14,715
	A bec	6,867	10,791
	45°	4,905	9,81
	Arrondi	5,886	8,829
Cisaillement	Droit	4,905	6,867
	A bec	2,943	5,886
	45°	1,962	3,924
	Arrondi	1,962	4,905

Tableau 3.8 – Bilan des énergies d'impact caractéristiques de l'Araldite

### 3.2.2 Assemblages collés avec la 3M 2216

Les résultats de chocs en traction (Figure 3.23) ne montrent que très peu de différences entre les différents bords. En effet, l'énergie  $E_{100}$  est identique pour les quatre bords testés, seule l'énergie  $E_0$  varie. De plus, l'évolution du taux de rupture entre l'énergie  $E_0$  et  $E_{100}$  n'est pas linéaire. Cette zone de transition n'est pas fiable et présente de la dispersion pour cette colle.

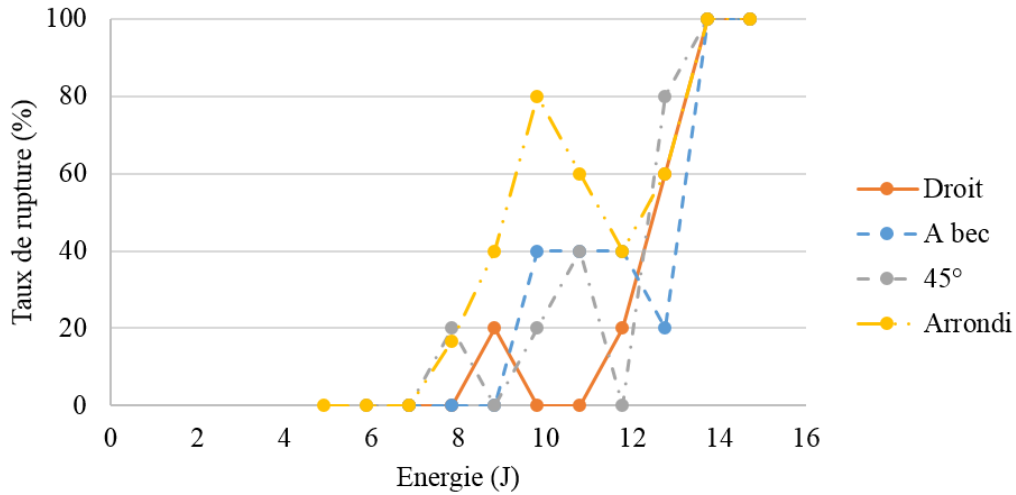


FIGURE 3.23 – Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en traction avec la 3M 2216

Dans le cas du mode II (Figure 3.24), une différence apparaît entre les différents bords sauf pour le bord droit et le bord à bec qui évoluent de manière identique. La phase de transition entre 0% et 100% de rupture semble augmenter linéairement mais seulement une énergie d'impact est testée ce qui ne permet pas de valider la linéarité de l'évolution du taux de rupture dans cette zone.

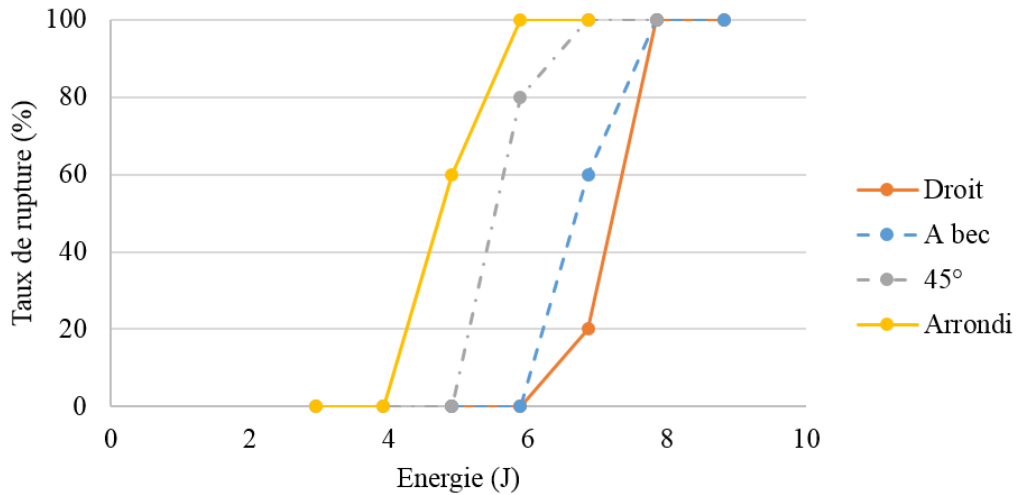


FIGURE 3.24 – Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement avec la 3M 2216

Le Tableau 3.9 donne les énergies d'impact caractéristiques des différents bords pour la 3M 2216.

3M 2216		$E_0$ ( J )	$E_{100}$ ( J )
Traction	Droit	7,848	13,734
	A bec	8,829	13,734
	45°	6,867	13,734
	Arrondi	6,867	13,734
Cisaillement	Droit	5,886	7,848
	A bec	5,886	7,848
	45°	4,905	6,867
	Arrondi	3,924	5,886

Tableau 3.9 – Bilan des énergies d'impact caractéristiques de la 3M 2216

### 3.2.3 Assemblages collés avec la Cyanoacrylate

La Cyanoacrylate demande une épaisseur de colle de 0,01 mm. Aucun fils calibré n'a été utilisé. Une goutte de colle est déposée sur une surface après avoir été nettoyée à l'acétone, puis les surfaces sont mises en contact. Une pression est appliquée sur l'éprouvette à l'aide de poids afin de chasser l'air à l'interface ce qui permet la polymérisation de la colle.

Pour le mode I de sollicitation (Figure 3.25), la Cyanoacrylate ne montre pas une différence nette entre les différents bords. Le bord à bec a tout de même la meilleure tenue aux chocs dans ce cas là. De plus la phase de transition semble plus brutale de  $E_0$  à  $E_{100}$ .

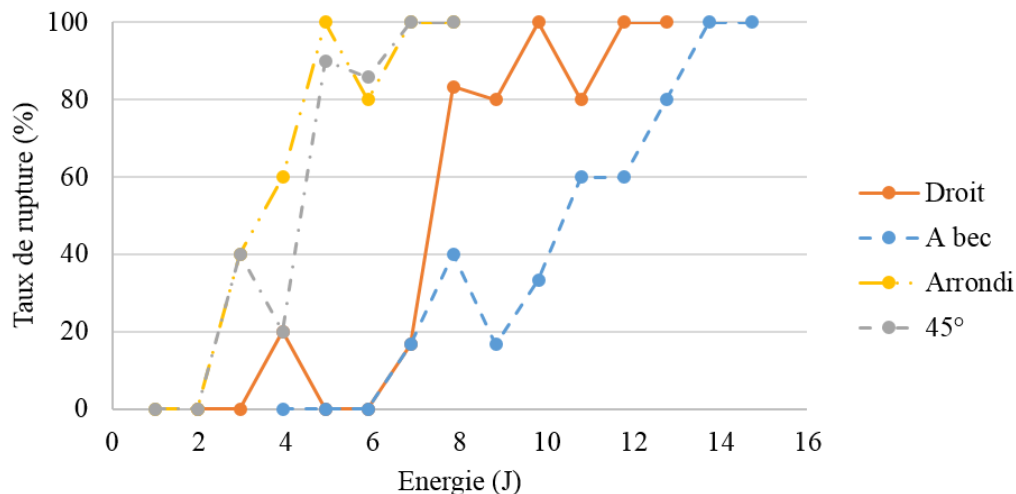


FIGURE 3.25 – Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en traction avec la Cyanoacrylate

Ce comportement peut venir du procédé de collage qui a été plus difficile à maîtriser et à contrôler. En effet, aucune observation n'a pu être faite à l'aide des faciès de rupture tant l'épaisseur de colle est faible (Figure 3.26), les éprouvettes mal adhérees (manque de colle ou rupture adhésive) n'ont pu être écartées. En effet, lors des essais certaines éprouvettes qui semblaient manquer de colle avaient une très bonne tenue alors que d'autres où de la colle était visible sur toute la surface après rupture ont rompu pour des faibles énergies.



FIGURE 3.26 – Exemple de faciès de rupture pour la Cyanoacrylate

Les essais de chocs en traction ont été réalisés pour une hauteur de chute de l'impacteur de 1 m comme défini dans le protocole d'essais. En revanche, pour les essais de chocs en cisaillement, les énergies pour cette hauteur de 1 m sont trop importantes et conduisent à la rupture de l'échantillon. Les essais pour cette configuration ont donc été réalisés à une hauteur de 0,5 m ce qui a diminué la vitesse d'impact de l'impacteur. Les résultats (Figure 3.27) montrent une différence entre les différents bords. Le bord à bec ayant la meilleure tenue aux chocs en cisaillement tout comme en traction. L'évolution de la phase de transition est bien linéaire pour chaque forme de bord. L'énergie  $E_0$  n'a pu être définie dans le cas du bord à 45° car pour une hauteur de chute de 0,5 m, une énergie plus faible n'a pas pu être imposée.

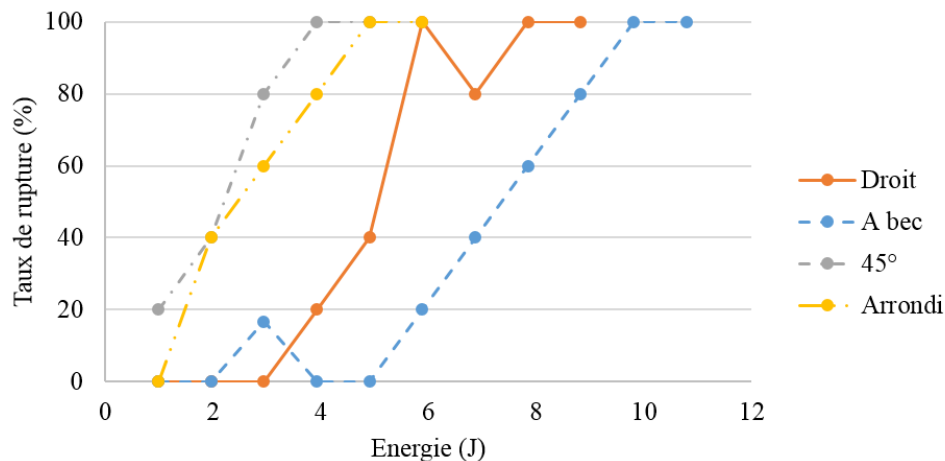


FIGURE 3.27 – Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement avec la Cyanoacrylate

Le Tableau 3.10 donne les énergies d'impact caractéristiques des différents bords pour la Cyanoacrylate.

Cyanoacrylate		$E_0$ ( J )	$E_{100}$ ( J )
Traction	Droit	2,943	11,77
	A bec	5,886	13,734
	45°	1,962	6,867
	Arrondi	1,962	4,905
Cisaillement	Droit	2,943	5,886
	A bec	1,962	9,81
	45°	-	3,924
	Arrondi	0,981	4,905

Tableau 3.10 – Bilan des énergies d'impact caractéristiques de la Cyanoacrylate

La comparaison entre la traction et le cisaillement reste donc délicate car la vitesse de chute de l'impacteur n'est pas la même pour les deux sollicitations.

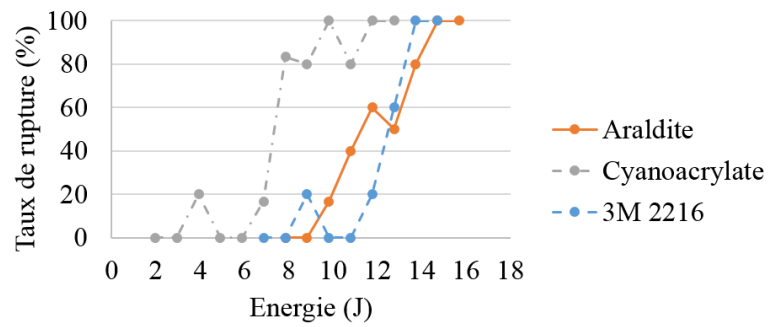
### 3.3 Comparaison des trois colles testées aux chocs

Les résultats précédents ont été retranscrits sur les Figures 3.28 et 3.29 afin de comparer les trois colles testées en fonction des différents bords.

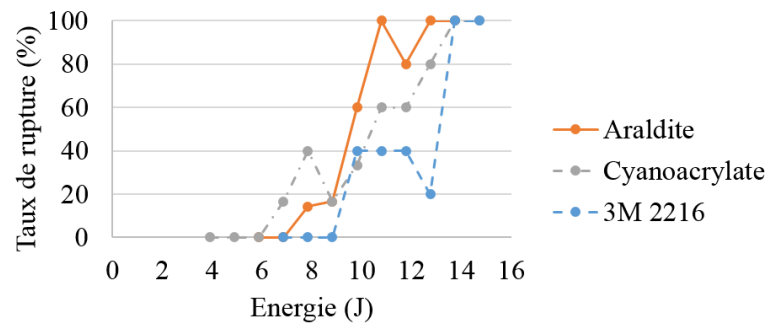
En mode I et II, pour la majorité des bords, la 3M 2216 a la meilleure résistance aux chocs suivie de l'Araldite et ensuite de la Cyanoacrylate. Dans le cas du bord à bec, la Cyanoacrylate a tout de même la plus grande énergie  $E_{100}$  (Figures 3.28(b) et 3.29(b)).

En cisaillement (Figure 3.29), l'Araldite et la Cyanoacrylate ont des courbes proches voire identiques pour certaines énergies d'impact mais il ne faut pas oublier que les conditions d'essais sont différentes, la vitesse de chute de l'impacteur est plus faible dans le cas de la Cyanoacrylate.

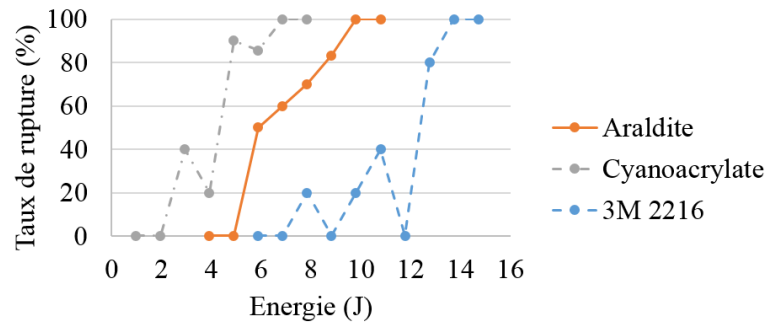




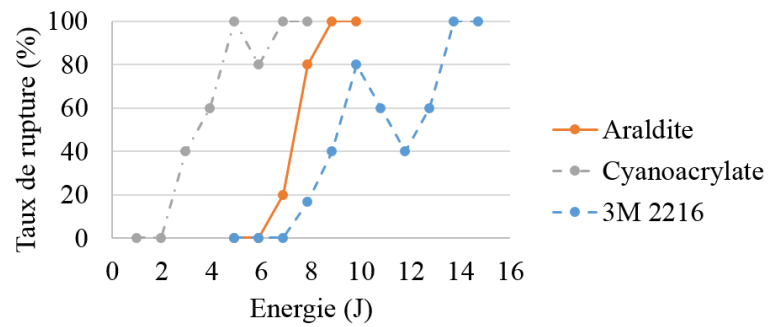
(a) Traction Bord droit



(b) Traction Bord à bec

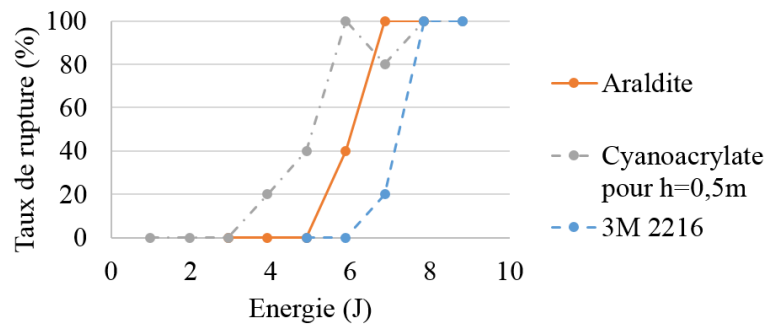


(c) Traction Bord à 45°

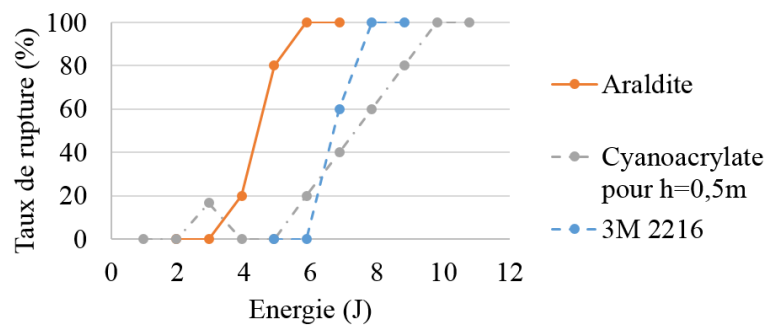


(d) Traction Bord Arrondi

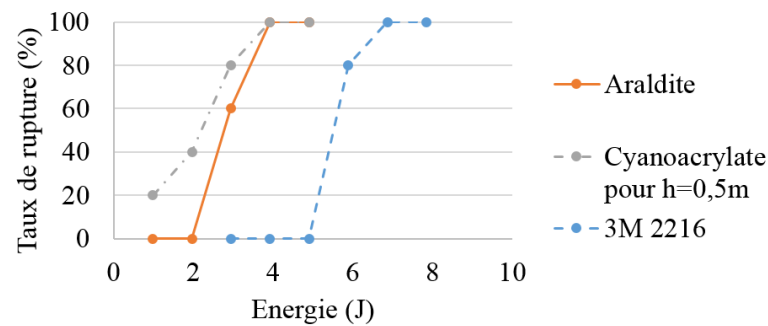
FIGURE 3.28 – Comparaison du comportement des adhésifs face à une sollicitation de chocs en traction suivant différentes géométries de bord à l'interface collée



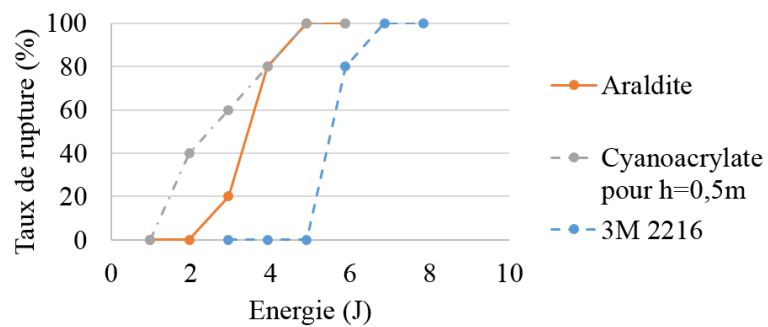
(a) Cisaillement Bord droit



(b) Cisaillement Bord à bec



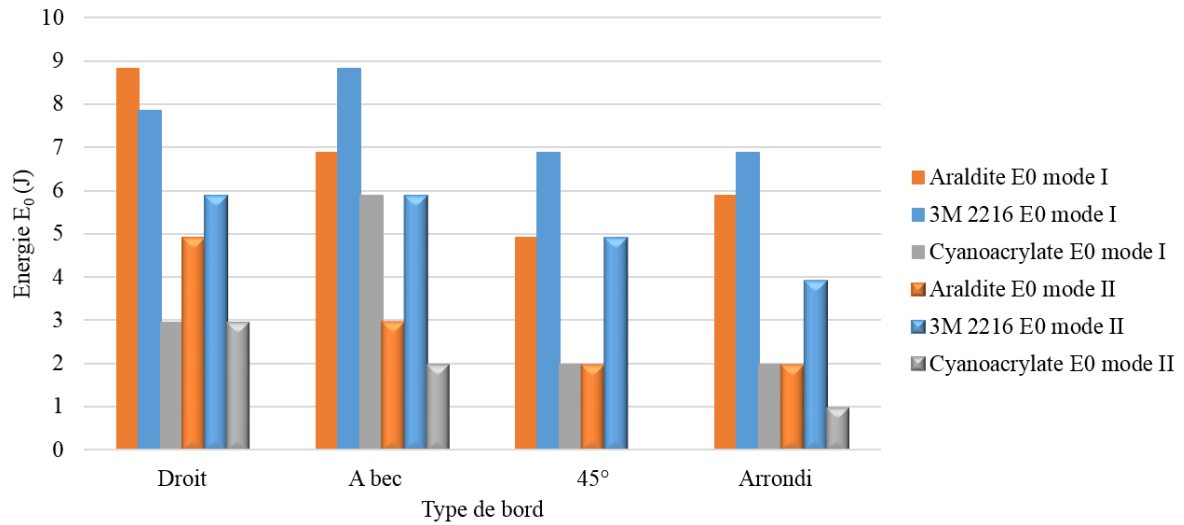
(c) Cisaillement Bord à 45°



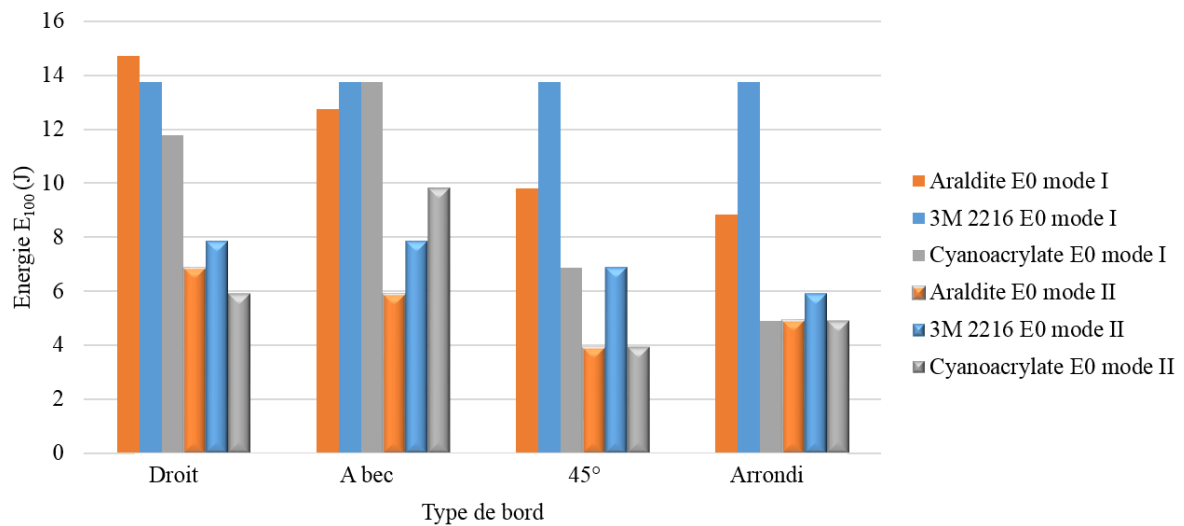
(d) Cisaillement Bord Arrondi

FIGURE 3.29 – Comparaison du comportement des adhésifs face à une sollicitation de chocs en cisaillement suivant différentes géométries de bord à l'interface collée

La Figure 3.30 permet de comparer les énergies caractéristiques  $E_0$  et  $E_{100}$  pour les 3 colles et les deux modes de sollicitations testés.



(a) Comparaison des valeurs des énergies  $E_0$



(b) Comparaison des valeurs des énergies  $E_{100}$

FIGURE 3.30 – Comparaisons des différentes énergies caractéristiques

En conclusion, la colle flexible (3M 2216) présente la meilleure tenue aux chocs. La géométrie du bord à l'interface influence peu sa résistance. Contrairement aux colles fragiles qui montrent une tenue aux chocs différentes suivant la forme du bord. La Cyanoacrylate (colle avec une très faible épaisseur 0,01 mm) montre une meilleure tenue avec un bord à bec. Pour l'Araldite, c'est le bord droit qui résiste le mieux aux chocs.

En règle générale, la tenue aux chocs en traction est bien meilleure qu'en cisaillement.

## 4 Bilan des essais sur les assemblages collés

Ce chapitre résume l'ensemble des essais réalisés sur des éprouvettes en aluminium collés avec trois adhésifs différents. Le nouveau banc de chocs permet de tracer l'évolution du taux de rupture de l'adhésif en fonction de l'énergie d'impact, ce qui permet d'obtenir le comportement d'un adhésif aux chocs et de les comparer entre eux. Cette étude se base sur une large campagne expérimentale en statique et en dynamique avec un grand nombre d'éprouvette permettant d'avoir une statistique fiable.

Il est à noter que l'effort mesuré lors du choc n'a pas pu être exploité de la même façon que pour l'éprouvette monobloc. En effet, lors de la rupture du collage le capteur de force ne mesurait qu'un niveau très faible. La position du capteur de force dans le montage et le type de capteur (à jauges de déformation et non piézoélectrique) peuvent être à l'origine de cette mesure non exploitable.

Néanmoins grâce à cette large campagne expérimentale, le banc de chocs et le dispositif Arcan ont permis la comparaison de 3 types de colles, et l'influence de différentes concentrations de contraintes aux bords libres de l'interface a été mis en évidence pour différents modes de sollicitation (mode I, mode II et mode mixte (I+II)). Le comportement des colles les unes par rapport aux autres, observé lors de ces essais, était attendu [83]. Le comportement du banc d'essais a donc pu être validé.

Les essais de chocs ont montré que l'adhésif 3M 2216 (colle ductile) possède une meilleure tenue mécanique aux chocs. Or en statique, suite à l'application du critère point stress cet adhésif se révélait avoir une moins bonne tenue que les colles fragiles. Le comportement en statique et en dynamique semble différent suivant le type d'adhésif utilisé. Toutefois, peu importe le type de colle une sollicitation de choc en mode I a une meilleure tenue qu'en mode II ce qui n'est pas forcément le cas en statique. Où l'adhésif 3M 2216 a en statique une meilleure tenue en cisaillement qu'en traction, ce qui montre une fois encore la différence entre le comportement statique et dynamique pour la colle ductile.

Le collage par adhérence moléculaire se rapproche plus du comportement fragile dû à son interface de l'ordre du nanomètre. Les précédents résultats obtenus sur les colles fragiles et notamment sur l'adhésif Cyanoacrylate permettent d'appréhender le comportement de l'adhérence moléculaire. Une dispersion importante dans les résultats et une faible tenue aux chocs sont attendues. Ces développements vont maintenant être étendus à la caractérisation expérimentale de l'adhérence moléculaire en statique et aux chocs (Chapitre 4).

# Chapitre 4

## Caractérisation expérimentale aux chocs du collage direct ou par adhérence moléculaire

Suite aux essais sur la tenue des adhésifs classiques présentés dans le Chapitre 3, une campagne expérimentale est proposée avec des essais statiques et dynamiques afin de définir la tenue mécanique de l'adhérence moléculaire du verre de silice.

Ce chapitre présente les éprouvettes utilisées et la mise en place des essais. Il décrit ensuite les résultats obtenus lors de la première campagne d'essais sur des éprouvettes avec différentes procédures d'adhérence avec quelques essais statiques puis une série d'essais sur le nouveau banc de chocs (Chapitre 2). Suite à cette campagne d'essais, la procédure d'adhésion des éprouvettes a été changée ce qui a donné lieu à une deuxième campagne expérimentale qui a débuté avec des essais statiques. Pour finir, le critère Point Stress est appliqué pour comparer les différentes adhésions.

### 1 Les éprouvettes en verre de silice

L'adhérence moléculaire est réalisée avec des substrats en verre de silice. Ces substrats, achetés chez PODEO (Polishing & Design for Optics), sont de forme cylindrique avec un diamètre de 50 mm. Ils sont préparés et adhésés par Thales SESO.

Les substrats possèdent un chanfrein sur la périphérie de la surface. L'éprouvette a donc une concentration de contraintes à son interface adhésée (Figure 4.1). Contrairement aux essais sur les colles, seulement le bord à 45° est testé car le procédé de fabrication impose ce type de bord lors de l'étape de polissage.

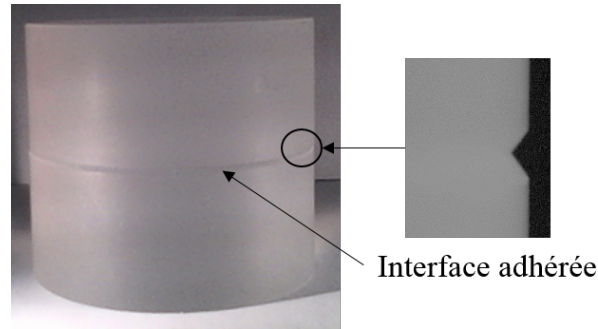


FIGURE 4.1 – Éprouvette en verre de silice collée par adhérence moléculaire

Les éprouvettes en verre de silice n'ont pas la même géométrie que les éprouvettes en aluminium. En effet, la forme cylindrique a été imposée par l'industriel et la surface d'adhésion a été augmentée car la tenue mécanique de l'adhérence moléculaire est plus faible que celle des adhésifs [6]. Afin de pouvoir brider ces nouvelles éprouvettes dans le dispositif Arcan, deux supports en aluminium sont collés sur les cylindres (Figure 4.2).

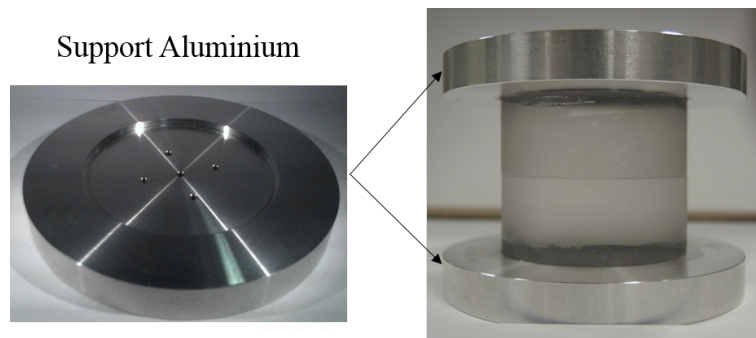


FIGURE 4.2 – Éprouvette cylindrique collée sur des supports en aluminium

La procédure de collage des supports est minutieuse et longue à mettre en place. Comme dans le Chapitre 3, les surfaces à adhérer sont nettoyées à l'acétone et des fils calibrés à 0,1 mm sont placés à l'interface collée pour avoir une épaisseur de colle homogène. La colle utilisée à cette interface est la 3M 2216 qui demande un temps de polymérisation de 7 jours. Ce temps là ne peut pas être accéléré par un recuit, car les propriétés de l'adhérence moléculaire seraient modifiées [85].

De plus, afin d'éviter tout décollement de l'adhérence moléculaire lors du montage de l'éprouvette dans le dispositif Arcan, l'éprouvette est bridée dans le montage au moment du collage avant la polymérisation. Cette procédure a nécessité la fabrication de plusieurs dispositifs Arcan pour réaliser plusieurs montage d'éprouvettes en parallèle et diminuer le temps de mise en œuvre.

## 2 Première campagne d'essais sur l'adhérence moléculaire

Dans cette partie, la première campagne d'essais sur l'adhérence moléculaire avec des éprouvettes élémentaires est présentée. Des essais statiques et de chocs sont effectués pour deux types d'adhérence.

Le premier type d'adhérence correspond à des éprouvettes n'ayant subi aucun traitement suite à la mise en contact des surfaces, il est nommé sans traitement (ST). Le deuxième type d'adhérence correspond à des éprouvettes ayant subi un traitement, suite à l'assemblage des surfaces, visant à renforcer l'adhérence. Il est nommé traitement 1 (T1) et pour des raisons de confidentialité ce traitement n'est pas décrit.

### 2.1 Résultats des essais statiques

De la même manière que pour les essais avec les colles (Chapitre 3), le dispositif Arcan en acier est monté sur la machine de traction/compression pour les essais statiques (Figure 4.3).

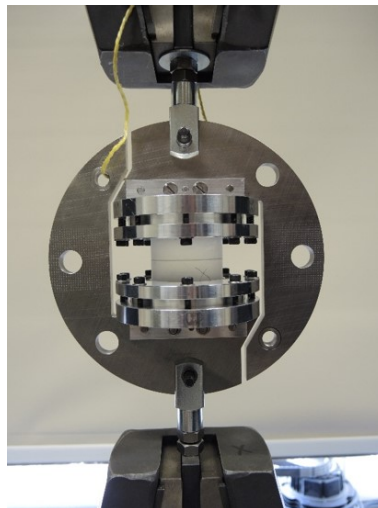


FIGURE 4.3 – Dispositif Arcan en acier avec l'éprouvette en verre de silice adhérente montée en traction sur la machine Instron

Les essais ont été réalisés en mode I et en mode II avec une série d'éprouvettes sans traitement et une série d'éprouvettes ayant subies le traitement 1. Afin d'avoir une statistique satisfaisante, trois essais sont réalisés avec les éprouvettes sans traitement pour chaque mode de sollicitation. Dans le cas des éprouvettes avec traitement, une seule éprouvette a été testée en traction.

## 2. PREMIÈRE CAMPAGNE D'ESSAIS SUR L'ADHÉRENCE MOLÉCULAIRE

La Figure 4.4 donne la valeur moyenne des efforts à rupture ainsi que l'écart type (Equation 3.2) pour l'ensemble des essais réalisés.

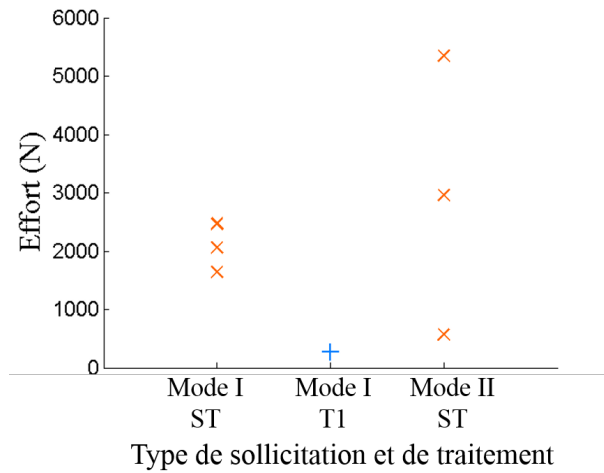


FIGURE 4.4 – Résultats des essais statique sur l'adhérence moléculaire : valeur moyenne et écart type de la force à rupture

Le Tableau 4.1 récapitule l'ensemble des résultats obtenus avec l'effort moyen à rupture mesuré et le coefficient de dispersion associé (Equation 3.1).

<b>Sollicitation</b>	<b>Traitement</b>	<b>Effort moyen ( N )</b>	<b>Coefficient de variation (%)</b>
Mode I	ST	2055	17
	T1	271	-
Mode II	ST	2958	69,5

Tableau 4.1 – Dispersion des résultats sur l'effort de rupture pour la première campagne d'essais sur le verre de silice adhérent

Les essais sans traitement en traction présentent une dispersion de 17% dans les résultats ce qui est similaire à ce qui a été obtenu avec la colle fragile de faible épaisseur (la Cyanoacrylate). En revanche, les essais de cisaillement avec les éprouvettes sans traitement présentent eux des résultats avec plus de 69% de dispersion. Lors des essais, deux éprouvettes ont montré une tenue quasi-identique alors que la troisième a eu une résistance quatre fois supérieure ce qui a entraîné cette dispersion. En moyenne, l'adhérence moléculaire sans traitement a donc une meilleure tenue en cisaillement qu'en traction.

Concernant les essais avec le traitement 1, l'unique éprouvette a montré une très faible tenue mécanique. De plus lors de cette essai une rupture mixte (c'est-à-dire que dans une zone, la rupture a eu lieu dans le verre et non à l'interface adhérente) a été observée. Cette essai a permis de mettre en évidence un problème survenu lors du traitement des éprouvettes.

Les essais de cisaillement ont révélé une particularité du collage par adhérence moléculaire qui n'est pas retrouvée avec les colles. Lors de la mise en tension de l'éprouvette, l'effort augmente jusqu'à sa valeur maximale puis il chute brutalement ce qui indique la



rupture de l'éprouvette. Mais dans le cas de l'adhérence moléculaire, l'éprouvette n'est pas rompue ce qui s'observe sur la Figure 4.5 avec un effort non nul après la chute brutale. Les surfaces ont simplement glissé l'une par rapport à l'autre puis elles se sont réadhrées (Figure 4.6). Elles n'ont pas été éloignées l'une de l'autre ce qui a permis que des liaisons se recréent [5]. En continuant la sollicitation de cisaillement, les surfaces continuent de glisser l'une par rapport à l'autre tout en maintenant l'adhésion ce qui entraîne une baisse de l'effort progressive.

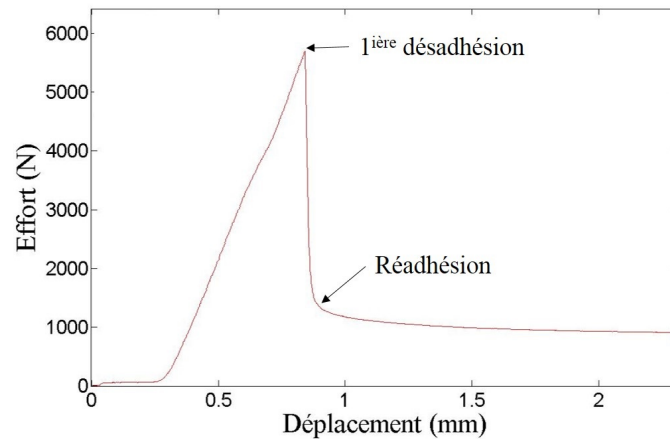


FIGURE 4.5 – Courbe de l'essai de cisaillement de l'éprouvette en verre de silice ayant subi le traitement 1

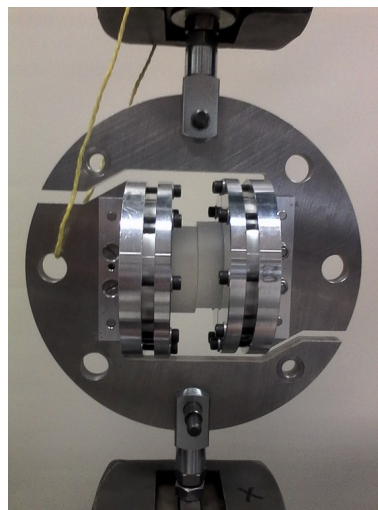


FIGURE 4.6 – Glissement et réadhésion des surfaces suite à une sollicitation en cisaillement de l'adhérence moléculaire

## 2.2 Résultats des essais de chocs

Des essais de chocs sont réalisés sur le nouveau banc d'essais décrit au Chapitre 2. Dans un premier temps, les essais sont réalisés en cisaillement. Trois essais avec les éprouvettes sans traitement sont effectués ainsi que quelques essais avec les éprouvettes avec le traitement 1.

## 2. PREMIÈRE CAMPAGNE D'ESSAIS SUR L'ADHÉRENCE MOLÉCULAIRE

Les essais statiques ont montré que l'adhérence moléculaire avait une tenue mécanique beaucoup plus faible que les colles malgré leurs surfaces de collage plus importante. Le banc de choc n'est donc pas réglé comme dans le Chapitre 3 sur les adhésifs. Il a été décidé de réaliser les essais avec la plus faible hauteur de chute possible sur le banc d'essais qui est de 0,1 m. Ce qui permet d'avoir une faible vitesse d'impact et de faibles énergies d'impact en jouant avec les différentes masses.

La Figure 4.7 donne le taux de rupture obtenu en fonction de l'énergie d'impact imposée sur les essais réalisés avec les éprouvettes sans traitement. Passer 0,1 J l'adhésion peut se rompre en cisaillement. Néanmoins trop peu d'essais ont été réalisés pour confirmer cette valeur et définir les énergies  $E_0$  et  $E_{100}$ . De plus, contrairement aux essais statiques aucun phénomène de glissement des surfaces n'est observé, lors du choc, la rupture est directe sur l'ensemble de l'interface sans réadhésion.

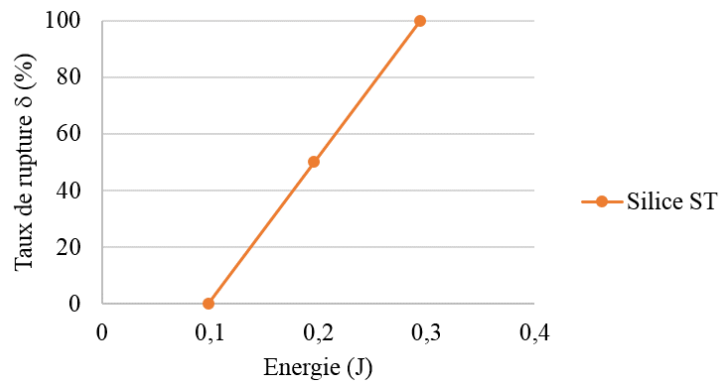


FIGURE 4.7 – Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement de l'adhérence moléculaire sans traitement

Concernant les essais avec le traitement 1, 12 éprouvettes ont été testées. La Figure 4.8 donne le taux de rupture obtenu en fonction de l'énergie d'impact imposée. Pour chaque énergie, la statistique est réalisée sur 2 ou 3 éprouvettes.

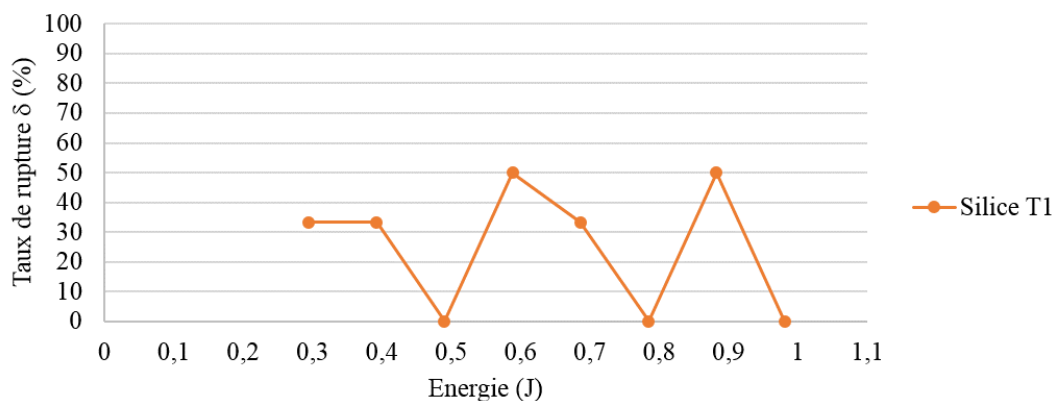


FIGURE 4.8 – Taux de rupture en fonction de l'énergie d'impact pour les essais de chocs en cisaillement de l'adhérence moléculaire avec le traitement 1

### 3. DEUXIÈME CAMPAGNE D'ESSAIS SUR L'ADHÉRENCE MOLÉCULAIRE

Contrairement aux courbes de taux de rupture observées avec les adhésifs, celle-ci n'a pas 3 phases bien distinctes, les énergie  $E_0$  et  $E_{100}$  ne peuvent pas être identifiées. Certaines éprouvettes ont eu une très bonne résistance face aux chocs alors que d'autres ont eu une tenue comparable à celles sans traitement.

Ces essais ont donc mené à une forte dispersion dans les résultats. Celle-ci peut s'expliquer par la rupture mixte, voir adhésive (Figure 4.9) observée de manière systématique sur les éprouvettes avec le traitement 1. Ce qui n'a en aucun cas été observé avec les éprouvettes sans traitement.



FIGURE 4.9 – Rupture adhésive de l'adhérence moléculaire du verre de silice suite au traitement intermédiaire pour une sollicitation de choc en cisaillement

### 3 Deuxième campagne d'essais sur l'adhérence moléculaire

La première campagne d'essais a montré que le traitement visant à renforcer l'adhésion (T1) n'était pas au point. En effet, l'essai statique a montré une résistance en traction plus faible que pour les éprouvettes sans traitement. Une rupture mixte a été observée en statique et en dynamique, l'éprouvette se désadhere le long de son interface et une rupture s'amorce et se propage à l'intérieur du verre. Il semble donc que lors du traitement une inhomogénéité apparaisse dans le matériau et/ou son interface. Il est possible de supposer que ce traitement entraîne un champ de contraintes résiduels à l'interface avec des gradients élevés favorisant la rupture.

Il a donc été décidé avec Thales SESO de modifier la procédure de traitement pour diminuer ces inhomogénéités. Une nouvelle campagne expérimentale a donc débuté avec ce nouveau traitement, nommé par la suite traitement 2 (T2). Des essais statiques sont réalisés dans un premier temps et ils sont présentés dans cette partie.

### 3.1 Résultats des essais statiques

De la même manière que précédemment (Partie 2), des essais statiques sont effectués avec des éprouvettes ayant subies le traitement 2. Afin d'avoir une statistique correcte, trois éprouvettes ont pu être testées en traction et deux en cisaillement. La Figure 4.10 montre les résultats obtenus en représentant la moyenne des efforts à rupture ainsi que l'écart type (Equation 3.2) dans le cas de la traction et du cisaillement pour le traitement 2. Le Tableau 4.2 exprime la valeur de l'effort moyen à rupture et le coefficient de variation à la fois pour le traitement 2 et il rappelle ces données pour les éprouvettes sans traitement.

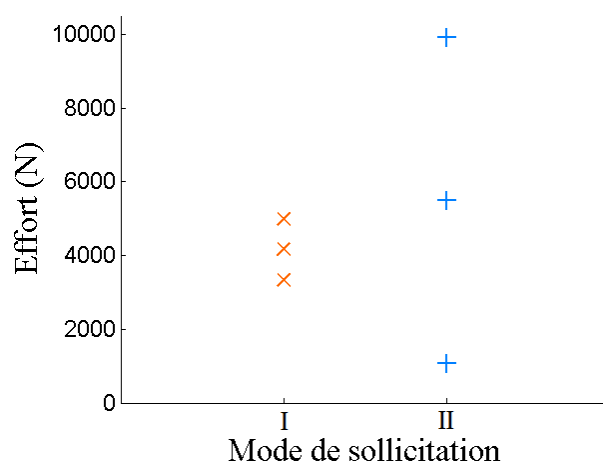


FIGURE 4.10 – Résultats des essais de traction et de cisaillement avec le traitement 2 : valeur moyenne et écart type de la force à rupture

Sollicitation	Traitement	Effort moyen ( N )	Coefficient de variation (%)
Mode I	ST	2055	17
	T2	4162	16
Mode II	ST	2958	69
	T2	5494	57

Tableau 4.2 – Dispersion des résultats sur l'effort de rupture pour la deuxième campagne d'essais sur le verre de silice adhérent

Le nouveau traitement (T2) montre une dispersion de 16% en traction ce qui est légèrement plus faible que ce qui a été observé avec les éprouvettes sans traitement (Partie 2). Il aurait pu être encore plus faible mais dans le lot des 3 éprouvettes testées, une a présenté une rupture mixte (Figure 4.11). Une légère inhomogénéité dans le traitement est apparue sur cette éprouvette. L'effort moyen de rupture pour le traitement 2 est tout de même deux fois supérieur à celui sans traitement pour la traction.

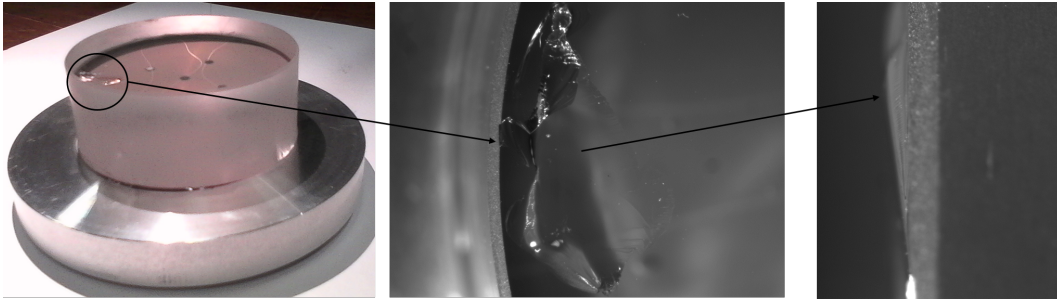


FIGURE 4.11 – Rupture mixte de l'adhérence moléculaire du verre de silice suite au traitement 2 pour une sollicitation de traction

Dans le cas du cisaillement, une forte dispersion a été obtenue comme avec les éprouvettes sans traitement. Sur l'éprouvette ayant eu la moins bonne tenue, une rupture mixte a été obtenue. Dans le cas de l'éprouvette avec la meilleure tenue, des parties des substrats en verre ont explosé lors de la rupture mais la rupture a eu lieu à l'interface dans les zones qui n'ont pas explosé (Figure 4.12).

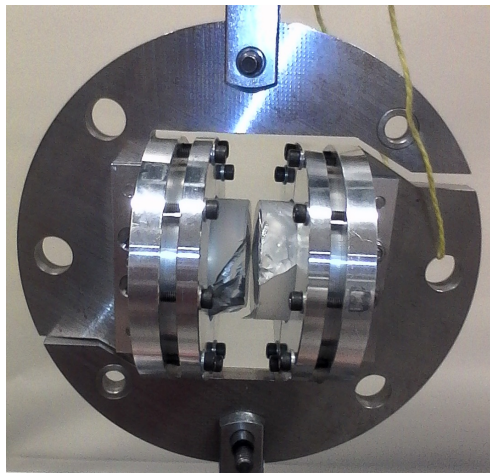


FIGURE 4.12 – Rupture à l'interface et explosion des substrats sur une éprouvette de traitement 2 pour une sollicitation de cisaillement

## 4 Définition de la contrainte critique à l'aide du PSC

Comme pour les essais sur les assemblages collés, le critère Point Stress est utilisé ici pour définir la contrainte critique de l'adhérence moléculaire afin de comparer l'adhérence moléculaire sans traitement et avec le traitement 2.

Néanmoins les essais statiques n'ont pas été réalisés sur deux types de concentrations de contraintes. En effet, les essais ont été uniquement réalisés sur une bord à  $45^\circ$ , comme précisé plus haut, il est très complexe de réaliser un bord droit car le bord chanfreiné est issu du procédé de polissage. Pour palier ce manque, la longueur caractéristique définie par Bui [6] est utilisée pour définir la contrainte critique.

### 4.1 Application du critère Point Stress en traction

La simulation numérique sur l'adhérence moléculaire avec le bord à  $45^\circ$  en traction est donc réalisée (Figure 4.13). Comme pour le cas des colles une étude de l'influence au maillage (Figure 4.14) est réalisée en utilisant la moyenne de l'effort à rupture pour les éprouvettes sans traitement (Tableau 4.1). Un maillage de 0,1 mm à l'interface est retenu car il est le seul qui permet d'obtenir plusieurs éléments au niveau de chanfrein à l'interface (le chanfrein étant de 0,3 mm).

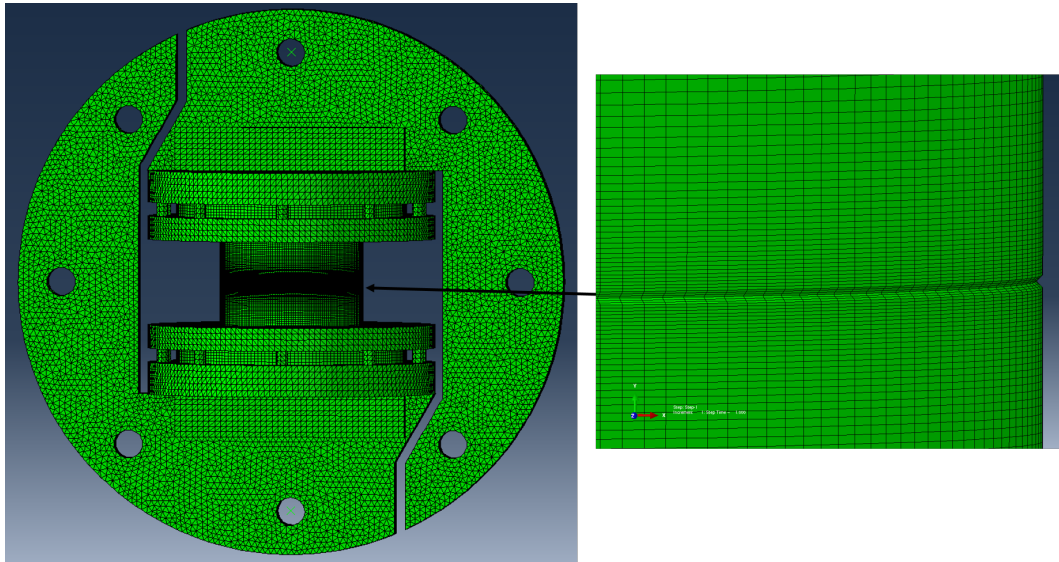


FIGURE 4.13 – Répartition du maillage pour l'essai sur l'adhérence moléculaire avec un maillage de 0,1 mm à l'interface

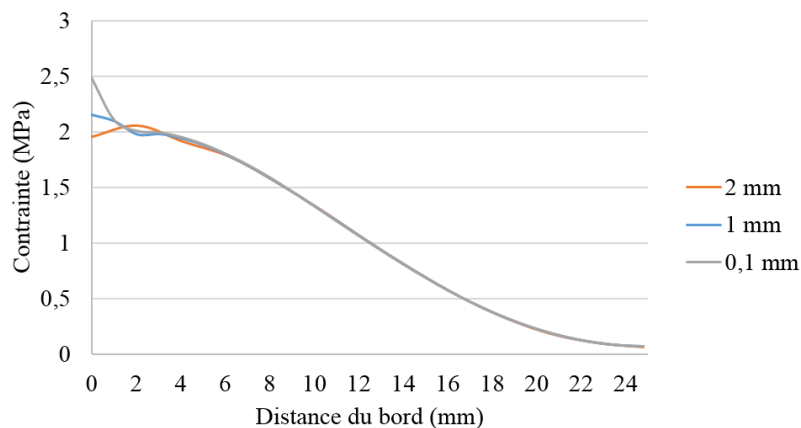


FIGURE 4.14 – Répartition des contraintes normales à l'interface pour différentes tailles de maillage en sollicitation de traction pour l'adhérence moléculaire

Bui [6] a réalisé des essais sur l'adhérence moléculaire avec deux formes de géométrie de bord. L'industriel fabriquant les éprouvettes étant différent du notre, des essais statiques en traction avec des éprouvettes ayant une forte concentration de contraintes (bord à  $45^\circ$ ) et des éprouvettes avec un bord droit au bord libre de l'interface ont été

réalisés. Suite à cette campagne expérimentale, la longueur caractéristique a pu être définie pour des éprouvettes sans traitement ( $a_{c,Bui} = 0,471$  mm) et un traitement de type 2 ( $a_{c,Bui} = 0,0548$  mm). Ces longueurs sont utilisées afin de définir la contrainte critique.

Le Tableau 4.3 donne les contraintes critiques définies suite aux simulations numériques.

Type d'adhérence	$a_{c,I,Bui}$ ( mm )	$\sigma_{c,I,Bui}$ ( MPa )	$\sigma_{c,I}$ ( MPa )
Adhérence moléculaire ST	0,471	5,143	2,3
Adhérence moléculaire T2	0,0548	14,9085	5

Tableau 4.3 – Résultats de l'application du Critère Point Stress sur l'adhérence moléculaire en traction

Ce même tableau (Tableau 4.3) fait apparaître les contraintes critiques qui avaient été définies par Bui [6]. Ces contraintes sont bien supérieures à ce qui vient d'être défini. En effet, il faut rappeler que les partenaires industriels sont différents ce qui entraîne une différence des caractéristiques pour l'adhérence moléculaire sans traitement et avec le traitement 2, utilisés actuellement et ceux utilisés lors des essais de Bui. De plus la géométrie des éprouvettes et l'essai utilisé par Bui (FIT Test) sont différents.

Néanmoins, l'application de PSC a permis de montrer l'évolution de la contrainte critique suivant le traitement d'adhésion utilisé. Le traitement 2 a donné une contrainte critique plus de deux fois supérieure (5 MPa) à celle sans traitement. Ce traitement permet donc de doubler la tenue en traction de l'adhérence moléculaire.

## 4.2 Application du critère Point Stress en cisaillement

Les essais de Bui [6] sont uniquement en mode I. La longueur caractéristique de l'adhérence moléculaire pour une sollicitation de cisaillement est donc inconnue. Néanmoins une hypothèse quant à la valeur de cette longueur est faite, elle se base sur les longueurs caractéristiques définies pour l'adhésif Cyanoacrylate en mode I et II (Chapitre 3) car c'est l'adhésif qui peut être le plus proche de l'adhérence moléculaire par son comportement fragile et sa faible épaisseur de colle. En effet, la longueur caractéristique trouvée pour la Cyanoacrylate en mode II est 4,36 fois plus grande que celle définie en mode I. L'hypothèse donne donc une longueur caractéristique de l'adhérence moléculaire en mode II 4,36 fois plus grande que en mode I, soit  $a_{c,II,supposee} = 2,05$  mm pour l'adhérence moléculaire sans traitement et  $a_{c,II,supposee} = 0,24$  mm pour le traitement 2.

De la même manière que précédemment la simulation numérique de l'essai de cisaillement sur l'adhérence moléculaire a été effectuée pour les différentes adhésions. La Figure 4.15 donne la répartition des contraintes de cisaillement le long de l'interface pour les éprouvettes sans traitement avec un maillage de 0,1 mm à l'interface (ce maillage est choisi pour les mêmes raisons que précédemment).

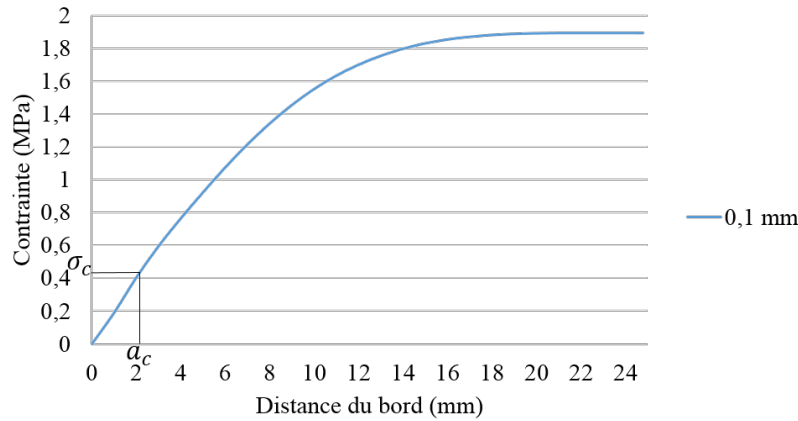


FIGURE 4.15 – Répartition des contraintes de cisaillement à l'interface pour une sollicitation de cisaillement sur l'adhérence moléculaire

Le Tableau 4.4 donne l'ensemble des contraintes critiques définies en cisaillement suite aux simulations numériques.

Type d'adhérence	$a_{c,II,supposee}$ ( mm )	$\sigma_{c,II}$ ( MPa )
Adhérence moléculaire ST	2,05	0,45
Adhérence moléculaire T2	0,24	0,1

Tableau 4.4 – Résultats de l'application du Critère Point Stress sur l'adhérence moléculaire en cisaillement

Les résultats numériques obtenus n'ont pas une grande cohérence avec les résultats expérimentaux. En effet, les essais ont montré qu'en cisaillement le traitement 2 avait un effort à rupture plus important que l'adhérence moléculaire sans traitement. Or l'application d'un critère en contrainte donne une contrainte critique plus importante pour les éprouvettes sans traitement qu'avec traitement. Il faut rappeler que les essais ont été réalisés avec très peu d'éprouvettes (2 ou 3), l'effort à rupture moyen n'est probablement pas assez représentatif. De plus, l'hypothèse faite pour définir la longueur caractéristique n'est sûrement pas adaptée. D'autant plus qu'elle se base sur les résultats d'essais obtenus sur une procédure d'adhérence moléculaire réalisée par l'industriel précédent.



## 5 Bilan des essais sur l'adhérence moléculaire

La première campagne d'essais sur l'adhérence moléculaire a montré que le système Arcan, utilisé à la fois en statique et aux chocs dans le banc d'essais développé, est adapté pour étudier le comportement de l'adhérence moléculaire.

Dans un premier temps une comparaison qualitative des différentes adhérences a été menée. En effet, il a été mis en évidence que le traitement 1 n'est pas adapté à l'adhérence moléculaire. Un nouveau traitement, le traitement 2 (T2), a donc été mis en place ce qui a donné suite à une seconde campagne expérimentale. Cette campagne réalisée dans un premier temps en statique a permis de montrer à l'aide de l'application d'un critère en contrainte que l'adhérence moléculaire avec le traitement 2 a une tenue environ deux fois supérieure à l'adhérence moléculaire sans traitement. En vue de ces premiers résultats, le traitement 2 est le plus adapté à l'adhérence moléculaire du verre de silice. Néanmoins, des essais complémentaires de chocs viendront s'ajouter à ces résultats. Ils permettront de mieux valider et de quantifier de façon plus précise l'utilisation du traitement 2 pour la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire. Il n'en n'est pas moins vrai que le traitement 2 a été utilisé pour un essai au choc plus complexe qui est décrit dans le Chapitre 5.

De plus, l'adhérence moléculaire a montré sa capacité à se réadhérer lors des essais statiques de cisaillement avec les éprouvettes sans traitement. Ce qui n'a pas été le cas avec les éprouvettes ayant reçu un traitement et lors des essais de choc en cisaillement avec ou sans traitement. La rupture était nette sans glissement des surfaces l'une par rapport à l'autre.

En comparaison des colles, l'adhérence moléculaire a une assez faible tenue mécanique tant en statique qu'en dynamique. Les résultats obtenus sont fortement dispersés, principalement pour une sollicitation de cisaillement. Cette adhésion est fragile avec une épaisseur nanométrique, elle est donc très sensible aux défauts. De plus, peu d'essais ont été réalisés pour avoir une bonne statistique. Toutefois, des résultats qualitatifs ont été mis en évidence.



# Chapitre 5

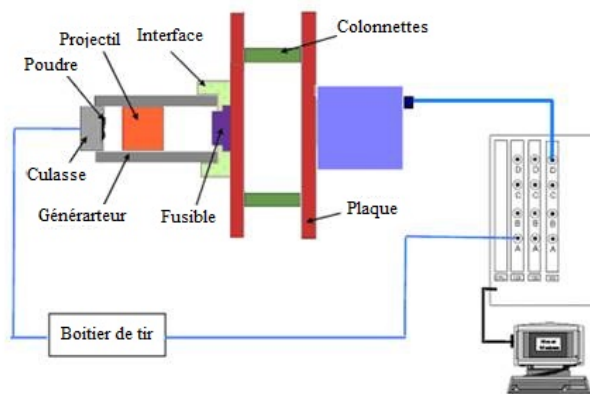
## Tenue aux chocs d'un coin de cube

Suite aux essais réalisés sur des éprouvettes élémentaires, un essai de choc sur une maquette représentative est proposé. Cet essai est effectué par le biais d'un canon pyrotechnique disponible au CNES. La pièce choisie par Thales SESO est un mini coin de cube en verre de silice. Le traitement 2 est utilisé pour concevoir ce coin de cube par adhérence moléculaire.

Ce chapitre décrit le banc d'essais utilisé et la maquette testée. Il présente les essais préliminaires permettant de régler le banc d'essais à l'aide d'un coin de cube en aluminium réalisé au Fablab P2I d'Aix-Marseille Université (AMU). Les résultats de l'essai sur notre maquette en aluminium et celle en verre de silice sont ensuite détaillés. Et pour finir, une simulation numérique est effectuée afin de définir la contrainte à rupture du coin de cube à l'aide d'une analyse en dynamique linéaire.

### 1 Le banc d'essais pyrotechnique

Le banc de chocs développé au CNES a pour but de reproduire les chocs pyrotechniques qui peuvent être retrouvés dans la vie d'un satellite. Ce dernier est constitué d'un canon qui va venir projeter une masse cylindrique sur une première plaque. L'énergie emmagasinée par la première plaque va être transmise à une seconde plaque par l'intermédiaire de colonnettes. Sur cette deuxième plaque est fixée un cube qui vient accueillir l'assemblage qui doit être testé aux chocs (Figure 5.1(a)). L'assemblage est placé sur la face du cube qui correspond à la direction du choc qui doit être subi par l'ensemble (Figure 5.1(b)).



(a) Schéma de principe du banc



(b) Photo du banc d'essais

FIGURE 5.1 – Banc d'essais de chocs pyrotechnique du CNES

L'assemblage testé est équipé d'un ou plusieurs accéléromètres. Les signaux recueillis vont permettre de tracer les spectres de réponses aux chocs (SRC) correspondant au choc et de les comparer aux niveaux exigés (nommés aussi spécifications de chocs).

Ce banc d'essais est inspiré du procédé de tests de plaque résonante [86]. La plaque est suspendue librement à l'aide de cordes et impactée par un choc pyrotechnique, ce qui permet de générer un choc à champ lointain sur l'éprouvette (Figure 5.2).

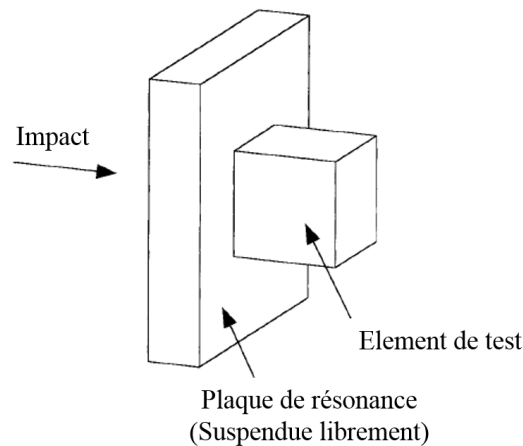


FIGURE 5.2 – Principe de la plaque résonante

## 2 La maquette testée et sa configuration d'essai

L'essai de choc est réalisé sur un mini Coin de Cube conçu par Thales SESO. C'est un coin de cube classique en silice mais de petite taille. Il est formé de trois lames carrées de dimension 50x50x12 mm. Les trois lames sont adhérentes entre elles en respectant les conditions d'adhésion du traitement 2, choisis suite aux investigations du Chapitre 4. Le coin de cube est ensuite collé avec l'adhésif 3M 2216 sur un DFM (Dispositif de Fixation

de Miroir) en titane TA6V (Figure 5.3), une attente de 7 jours de polymérisation est respectée avant la réalisation de l'essai.

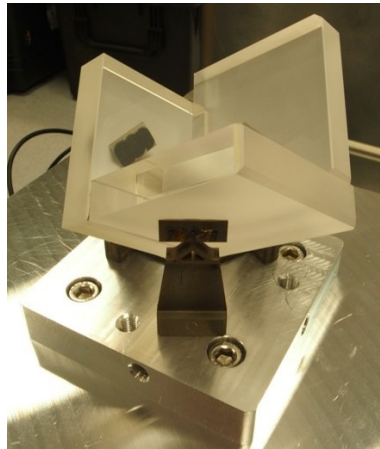
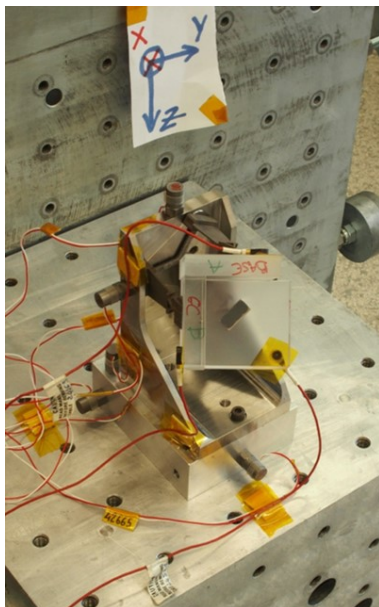
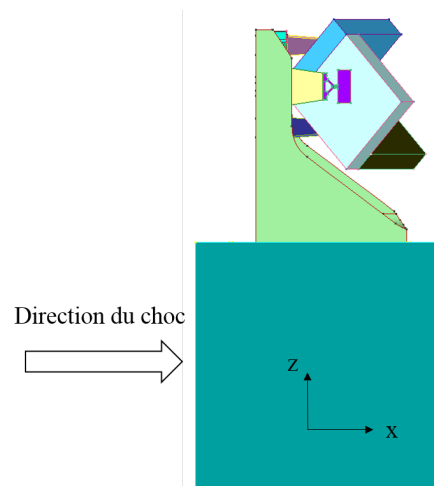


FIGURE 5.3 – Le coin de cube en verre de silice collé sur le DFM en titane

Le DFM est bridé sur une équerre en titane TA6V qui elle même est bridée sur une plaque en aluminium afin d'être fixée sur le cube placé à l'avant du banc de chocs (Figure 5.4(a)). L'assemblage est fixé sur la partie supérieure du cube comme montré sur la Figure 5.4(b). Dans cette configuration, le choc a lieu dans la direction x.



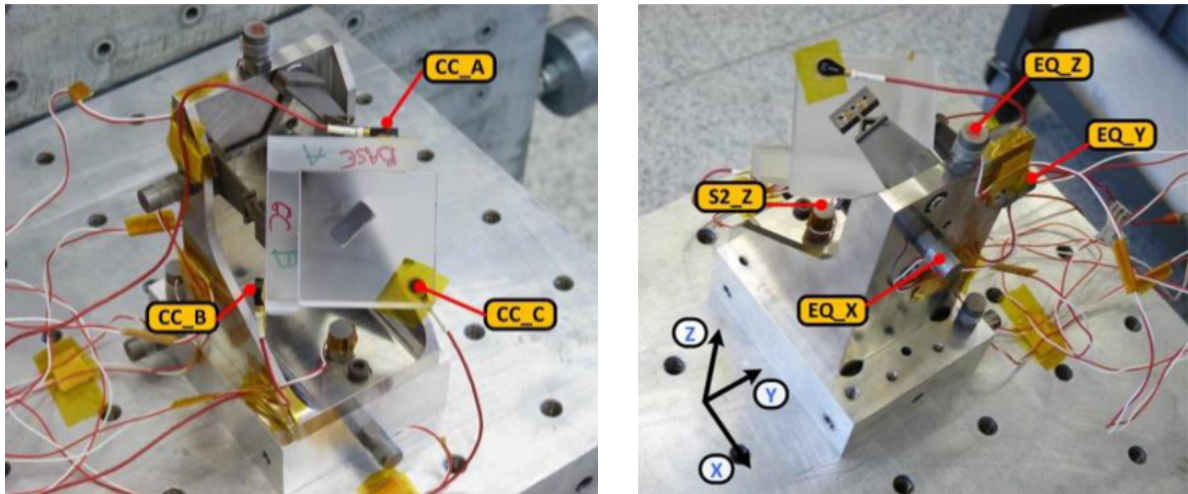
(a) Montage du coin de cube sur la banc de chocs



(b) Direction du choc

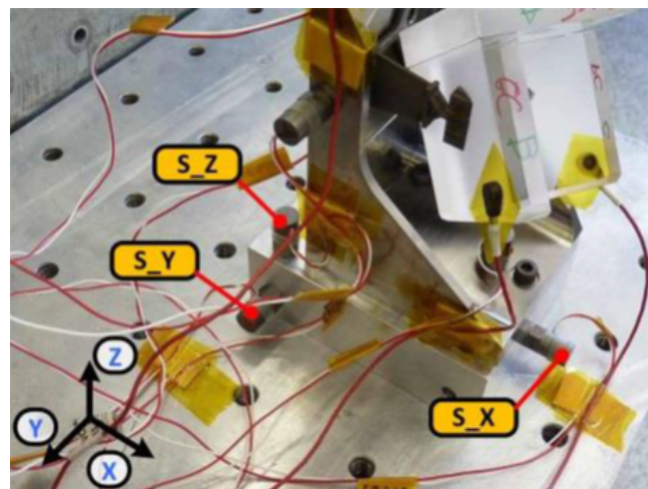
FIGURE 5.4 – Positionnement du coin de cube sur le banc d'essais de chocs

Le système est instrumenté par différents accéléromètres. Trois accéléromètres de type ENDEVCO 2222C sont collés avec de la colle ciment sur le coin de cube (un sur chaque pétale, Figure 5.5(a)), ils sont notés par la suite CC\_A, CC\_B et CC\_C. Quatre autres de type 350D02 sont vissés sur l'équerre, trois pour mesurer l'accélération dans les trois directions (notés EQ\_X, EQ\_Y et EQ\_Z) et un de nouveau dans la direction z (noté S2\_Z) pour comparer l'accélération au pied et en haut de l'équerre (Figure 5.5(b)). De la même manière trois accéléromètres de type 350D02 sont vissés sur la plaque pour mesurer l'accélération dans les trois directions, nommés S\_X, S\_Y et S\_Z (Figure 5.5(c)).



(a) Accéléromètres collés sur les pétales

(b) Accéléromètres vissés sur l'équerre



(c) Accéléromètres vissés sur la plaque

FIGURE 5.5 – Instrumentation de l'essai de choc sur le coin de cube en verre de silice

### 3 Réglages du banc d'essais

Aucun essai de choc sur un coin de cube collé par adhérence moléculaire n'a été effectué jusqu'à présent. Il s'agit donc d'une première. L'objectif de l'essai étant de définir le niveau de choc que peut supporter la maquette avant la rupture. Il a donc été décidé d'injecter dans la maquette le plus petit choc réalisable avec le banc d'essais pyrotechnique et ensuite d'augmenter le niveau de choc par pas de 50g pour enfin atteindre la rupture de l'assemblage. Ce type de configuration n'étant pas habituelle sur ce banc de chocs, des essais préliminaires sur une maquette simplifiée en aluminium réalisés au Fablab P2I d'AMU ont été mis en place.



FIGURE 5.6 – Le coin de cube en aluminium collé sur son DFM en aluminium

Le coin de cube et son DFM ont été remplacés par des pièces en aluminium dont la géométrie a été simplifiée pour être plus facile à usiner, c'est une maquette simplifiée. De plus la géométrie du DFM a été modifiée, seule les plats permettant d'accueillir le coin de cube et les trous taraudés utilisés pour fixer le DFM sur l'équerre n'ont pas été modifiés, afin de garder les mêmes conditions d'essais. Ce coin de cube est constitué de trois carrés de 50x50x10 mm en aluminium. Les trois côtés ont été adhésifs avec l'adhésif Cyanoacrylate car c'est l'adhésif le plus proche de l'adhérence moléculaire avec sa faible épaisseur. Le coin de cube a ensuite été collé avec l'adhésif 3M 2216 sur le DFM en aluminium (Figure 5.6), comme c'est le cas avec le coin de cube en verre de silice, et les 7 jours de polymérisation sont respectés. L'ensemble coin de cube et DFM en aluminium pèse 318 g, soit environ 80 g de plus que le coin de cube en verre et son DFM en titane.

Afin de réaliser l'essai, le DFM en aluminium est fixé sur l'équerre en titane qui est elle-même fixée sur une plaque vissée sur le banc de chocs comme pour l'essai avec le coin de cube en verre (Partie 2). L'ensemble du système est également instrumenté de la même manière que pour l'essai sur l'adhérence moléculaire. Un accéléromètre a été collé sur chaque pétale du coin de cube et plusieurs ont été vissés sur l'équerre et la plaque de la même manière que décrit dans la Partie 2 (Figure 5.7).

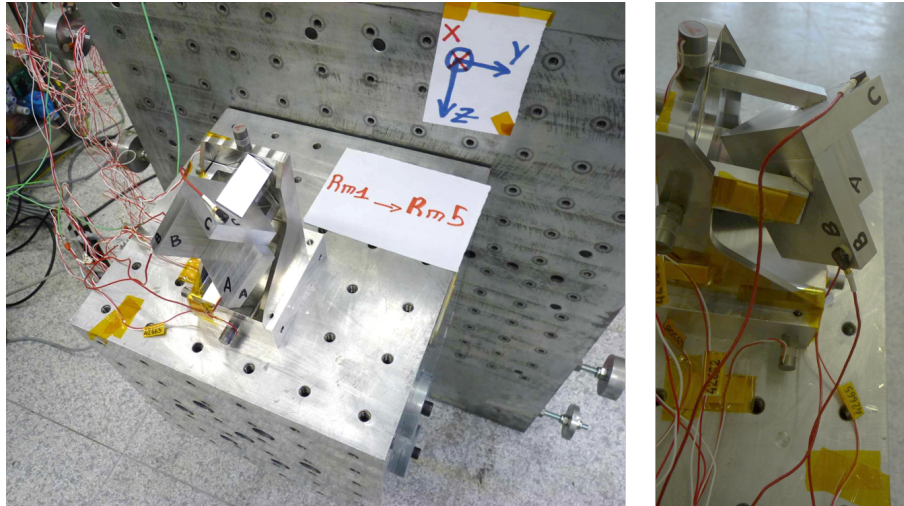


FIGURE 5.7 – Mise en position du coin de cube en aluminium et instrumentation de la maquette simplifiée

Afin de faire varier le niveau de choc, des paramètres tels que la vitesse de l'impacteur et sa distance de projection ont été modifiés. Pour comparer le niveau de choc généré au pied de l'équerre, les SRC des signaux de l'accéléromètre S\_X placé sur la plaque dans la direction x sont tracés (Figure 5.8).

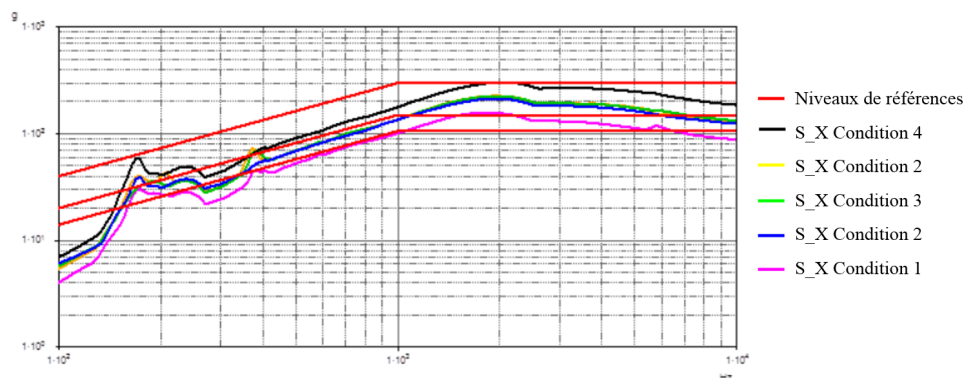


FIGURE 5.8 – SRC de l'accéléromètre S\_X pour différents niveaux de choc

Ces essais permettent de montrer qu'il est possible de générer un choc avec un plateau de 150g au minimum (SRC S\_X Condition 1). Puis que ce choc peut être augmenté par pas d'environ 50g à 100g au niveau du plateau (SRC S\_X Condition 2 et 4). De plus, le changement de certaines conditions d'essais n'a que très peu influencé le niveau de choc perçu par la plaque dans cette direction. En effet, les SRC pour les conditions 2 et 3 sont quasiment identiques. Pour confirmer ces courbes un autre choc respectant les conditions d'essai numéro 2 a été réalisé (courbe jaune), le SRC tracé reste quasi identique.

Outre le fait de définir les paramètres d'essais, ces premiers tests donnent une idée de la réponse en accélération vue par les pétales du coin de cube. Ils ont permis de montrer que le montage avec l'équerre amplifie le choc. En effet, l'accélération vue par les pétales du coin de cube est plus importante que celle perçue sur la plaque (Figure 5.9).



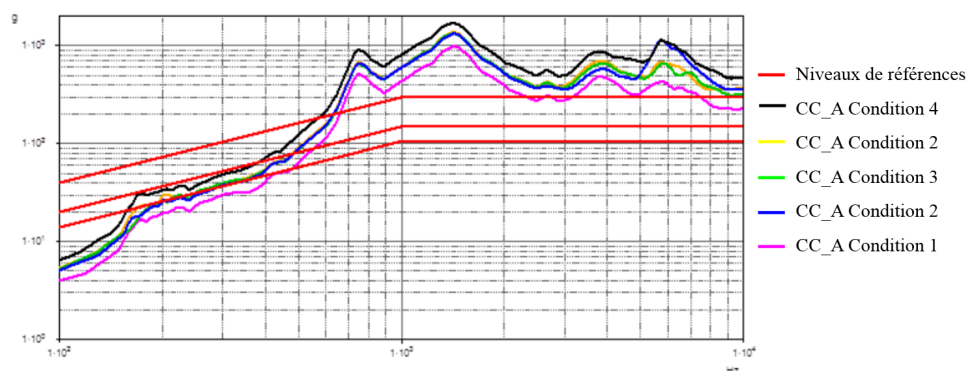


FIGURE 5.9 – SRC de l'accéléromètre CC\_A sur l'une des pétales du coin de cube pour différents niveaux de choc

Suite à tous ces essais de chocs, le coin de cube en aluminium collé n'a pas été endommagé. La démarche à suivre pour le coin de cube en verre a pu être mise en place.

## 4 Résultats de la campagne de chocs

Suite aux réglages du banc d'essais, les chocs sur le coin de cube en verre de silice ont été effectués. L'objectif étant d'aller jusqu'à la rupture de la maquette, tout en validant des niveaux de choc acceptable par la maquette.

Pour le premier choc, les conditions d'essais numéro 1, permettant d'obtenir un plateau à 150g, ont été utilisés (S\_X Condition 1, Figure 5.8). Le SRC du signal de l'accéléromètre S\_X de la plaque dans la direction x de ce choc est tracé sur la Figure 5.10 (S\_X Choc 1). Un plateau de 100g au lieu de 150g est observé, pour ce choc le niveau observé est légèrement plus faible que celui observé précédemment lors des essais de réglage (Partie 3). Suite à ce choc, le coin de cube n'a pas été endommagé, le niveau de choc a donc été augmenté.

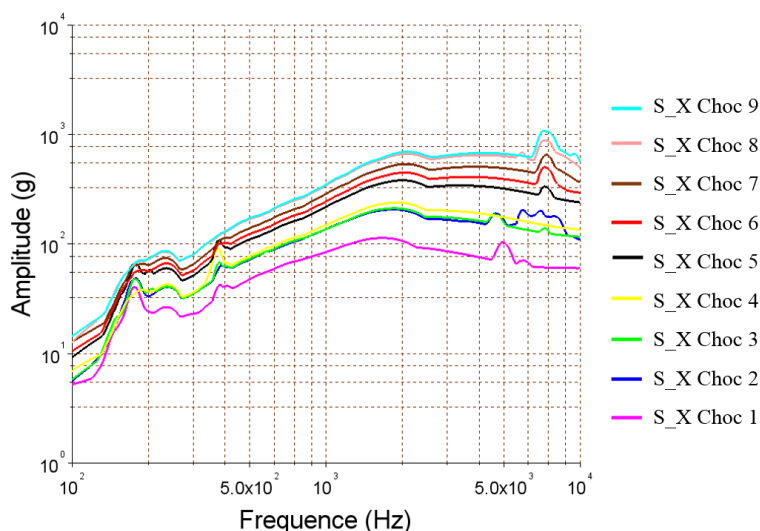


FIGURE 5.10 – SRC des signaux de l'accéléromètre placé sur la plaque dans la direction x pour les neuf chocs

Les deux chocs (S\_X Choc 2 et S\_X Choc 3, Figure 5.10) qui suivent ont été réalisés respectivement avec les conditions 2 et 3. Leurs SRC sont quasiment identiques malgré les changements de conditions d'essais comme cela a déjà été observé durant les essais de réglage. De plus, les SRC montrent un plateau pour 200g soit exactement ce qui était attendu.

La maquette n'étant toujours pas endommagée, les conditions d'essais 4 ont été utilisées pour effectuer un quatrième choc. Le SRC associé (S\_X Choc 4) montre un plateau à 230g ce qui est plus faible que la prévision faite précédemment.

Aucun dommage n'ayant été constaté, 3 autres chocs ont été réalisés en augmentant à chaque fois le niveau jusqu'à un plateau d'environ 500g (S\_X Choc 7).

Le huitième choc est monté jusqu'à un plateau de 650g (S\_X Choc 8), un éclat a été observé au niveau de l'APEX interne suite à cet essai (Figure 5.11). Le choc suivant a atteint un plateau de 680g (S\_X Choc 9) et a entraîné la dés-adhésion des 3 pétales ainsi que l'augmentation de l'éclat à l'APEX interne.

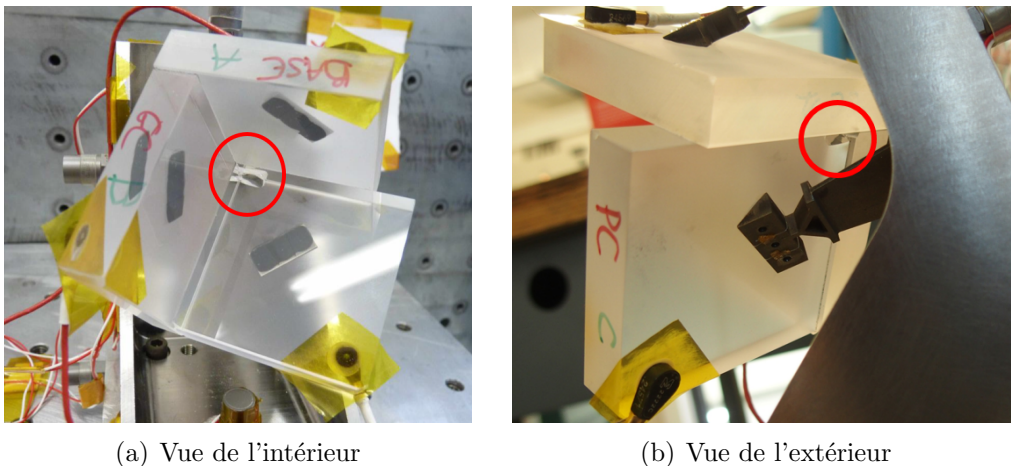


FIGURE 5.11 – Éclat au niveau de l'APEX interne suite à l'essai de choc numéro 8

L'éclat observé au niveau de l'APEX n'est pas le genre de rupture attendu avec ce type de maquette. Mais avant l'essai un défaut a été constaté sur la maquette. L'angle extérieur du coin de cube était en contact avec le DFM (Figure 5.12). Ce défaut est apparu durant l'étape de polymérisation de l'adhésif, permettant de lier le coin de cube sur le DFM, où le coin de cube a glissé. Ce contact entre les deux pièces a pu entraîner la fissuration au niveau de l'angle et la désadhésion prématurée du coin de cube.

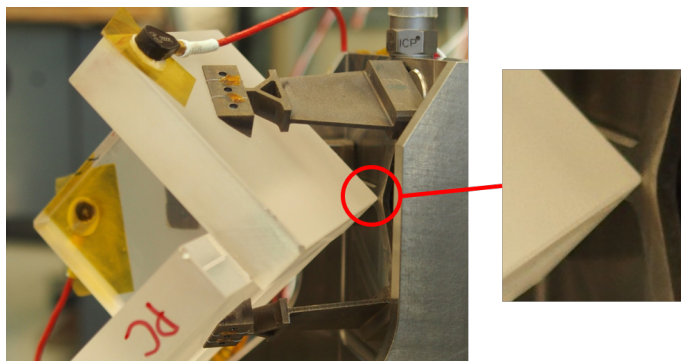


FIGURE 5.12 – Contact entre l’angle du coin de cube et le DFM

Ces essais ont également permis de montrer que l’équerre amplifie le niveau de choc vu par l’éprouvette comme dans la partie précédente (Partie 3). En effet, le SRC de l’accéléromètre EQ\_X a un plateau plus haut que celui de l’accéléromètre S\_X pour tous les chocs effectués. Un exemple sur le choc numéro 7 est donné sur la Figure 5.13. La réponse en accélération étant plus importante sur l’équerre, ce phénomène d’amplification va se répercuter sur les pétales du coin de cube (Figure 5.13).

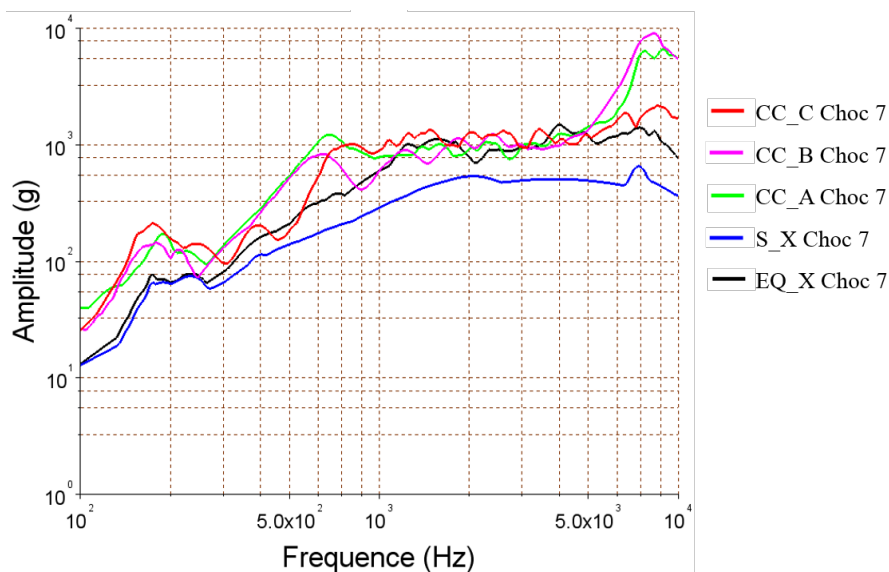


FIGURE 5.13 – SRC obtenus suite au septième choc

Malgré les défauts survenus lors de l’assemblage du coin de cube sur son DFM et de l’amplification de l’accélération engendrée par l’équerre, le coin de cube a eu une bonne résistance au choc. En effet, un choc avec un plateau de 500g injecté à l’entrée de l’assemblage n’a pas endommagé le système optique. Il semble donc que le traitement 2 permette de répondre aux exigences du partenaire industriel.

## 5 Définition de la contrainte dynamique

Afin de simuler le comportement lors du choc, l'analyse d'un spectre de réponses est utilisé dans le code de calculs Abaqus [87]. Cette analyse permet de définir la réponse maximale d'un système avec une approche peu coûteuse. Elle suppose que le système est linéaire. Cette méthode n'est donc plus adaptée si l'excitation devient trop sévère et entraîne des non linéarités importantes dans le système.

L'analyse d'un spectre de réponses estime les valeurs maximales en combinant les réponses maximales des modes propres pour un spectre spécifiées par l'utilisateur [88] (valeurs et direction du spectre). Ce spectre correspond à un SRC qui dans cette étude est défini sur la base d'un signal d'accélération avec un amortissement nul.

Cette analyse nécessite au préalable le calcul des fréquences propres (les 30 premières sont calculées dans cette étude). Elle consiste ensuite pour chaque mode propre à utiliser la valeur du spectre correspondant à la fréquence propre qui permet de calculer la réponse maximale du système pour ce mode. Ensuite plusieurs méthodes sont proposées pour estimer la réponse maximale du système pour l'ensemble du spectre, c'est-à-dire pour combiner les réponses maximales de tous les modes propres. Dans cette étude, la simple sommation des valeurs absolues des réponses maximales de chaque mode est effectuée. Cette méthode fait l'estimation la plus prudente, puisqu'elle suppose que tous les modes fournissent une réponse maximale au même moment.

La simulation numérique est réalisée avec le SRC de l'accéléromètre S\_X obtenu lors du septième choc. Ce choc est le dernier avant que la maquette ne s'endommage (Figure 5.14).

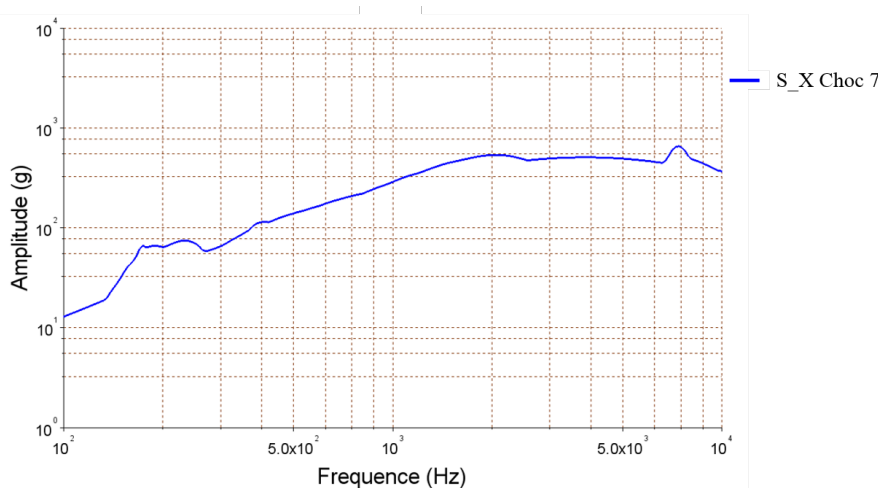


FIGURE 5.14 – SRC de l'accéléromètre S\_X obtenu suite au septième choc

Dans le modèle, la plaque, l'équerre, le DFM, le coin de cube et les accéléromètres ont été modélisés (Figure 5.15). Le SRC de l'accéléromètre S\_X obtenu lors du septième choc est injecté dans la direction x sur le système modélisé. La plaque est encastré au niveau des vis de fixation et les différentes parties sont liées entre elles par des liaisons soudées. Le coin de cube est quant à lui modélisé en une seule pièce. Au préalable, le calcul des trente premières fréquences propres est effectué.

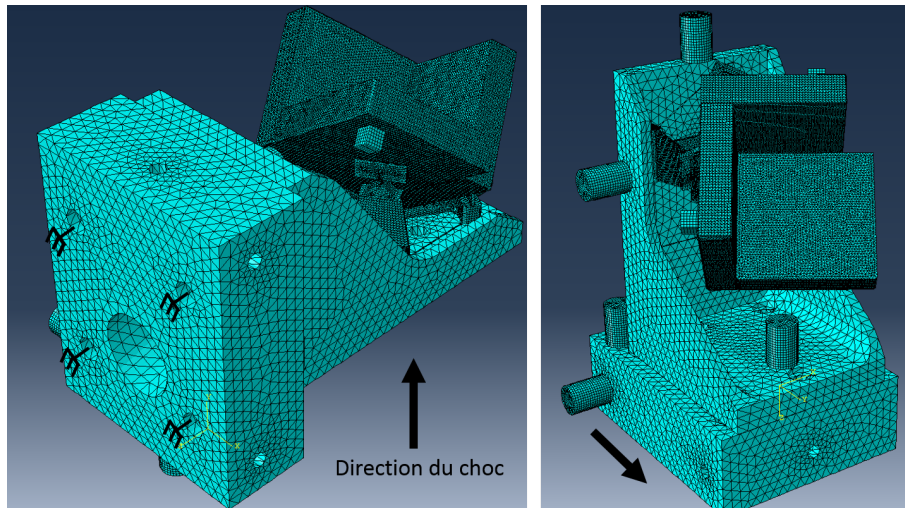


FIGURE 5.15 – Modèle numérique de l'essai de choc : maillage et conditions limites

Le maillage défini sur le système est donné dans le Tableau 5.1. Une étude de la convergence au maillage est tout de même effectuée, plusieurs tailles de maillages ont donc été testées sur le coin de cube.

Pièce	Taille des éléments ( mm)
Plaque	4
Equerre	4
Accéléromètres	1
DFM	1
Coin de cube	1 ou 0,8

Tableau 5.1 – Taille de maillage des éléments de la maquette

La Figure 5.16 montre le champ d'accélération sur le coin de cube et sur l'assemblage complet. L'accélération vue par les accéléromètres des pétales dans la simulation est plus importante que celle mesurée lors de l'essai, elle est de 1800g au maximum alors que le SRC réel donne un plateau proche de 1000g (Figure 5.13).

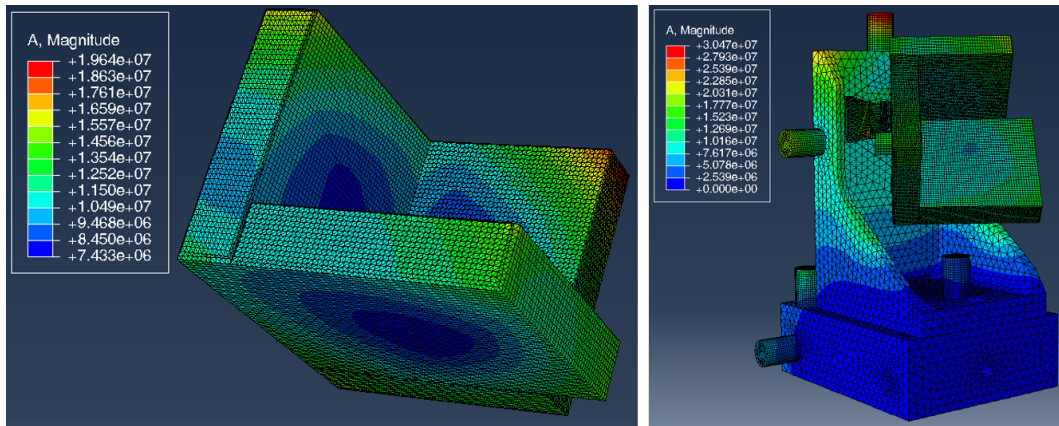


FIGURE 5.16 – Champ d'accélération (en  $\text{mm} \cdot \text{s}^{-2}$ ) suite à la simulation du choc numéro 7 pour un maillage de 1 mm

Par la suite, la répartition des contraintes aux interfaces adhérees est observée. Pour cela, seuls les éléments formant les interfaces adhérees sont affichés. La Figure 5.17 montre des zones encadrées en rouge qui correspondent à ces interfaces.

Lors du Chapitre 4, les essais statiques ont montrés que le mode I était plus critique que le mode II. Un nouveau repère lié au coin de cube est donc positionné afin que les contraintes normales aux surfaces soient définies (Figure 5.17).

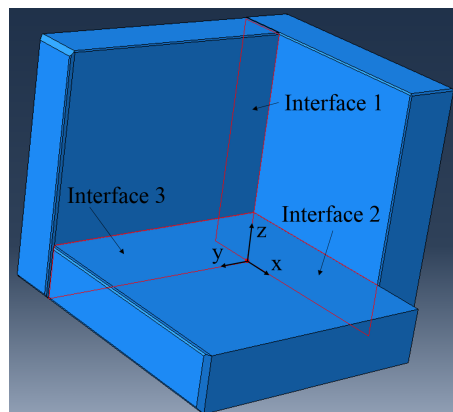


FIGURE 5.17 – Modèle numérique du Coin de Cube marquée de ces interfaces adhérees par des rectangles rouges

Les Figures 5.18 et 5.19 montrent les contraintes normales pour les éléments du coin de cube se trouvant aux différentes interfaces adhéérées pour deux tailles d'éléments différent 1 mm et 0,8 mm. La répartition des contraintes donne une contrainte maximale vers l'extrémité de l'interface 2. Ce qui peut confirmer le fait que la rupture doit s'amorcer à ce niveau là et non au niveau de l'APEX interne comme cela a été observé lors de l'essai.

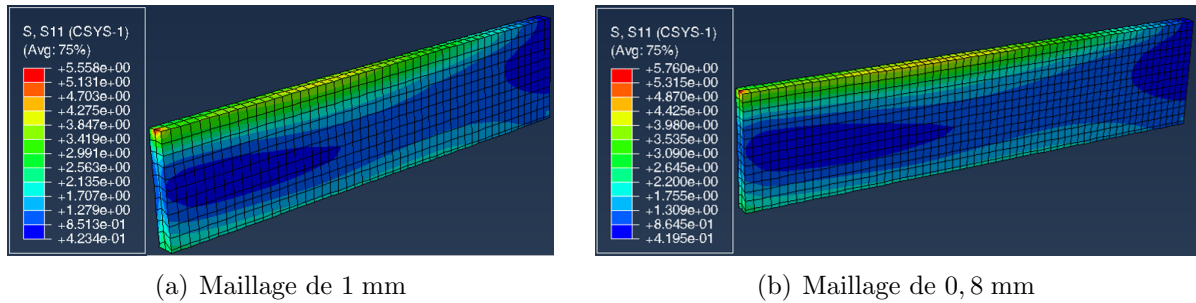


FIGURE 5.18 – Contraintes de normales (en MPa) sur les éléments de l'interface 3 adhéérées du coin de cube pour le septième choc

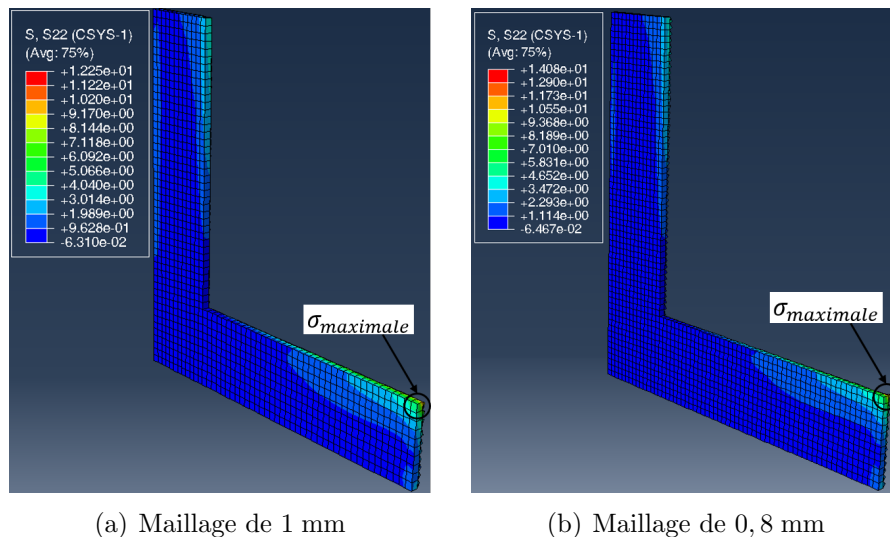


FIGURE 5.19 – Contraintes de normales (en MPa) sur les éléments des interfaces 1 et 2 adhéérées du coin de cube pour le septième choc

En observant la répartition des contraintes aux interfaces, une augmentation de la contrainte est observée avec la diminution du maillage aux bords libres de l'interface. En effet, dans cette zone le bord de l'interface a une géométrie avec un angle à 45°, c'est une singularité forte qui donne lieu à une contrainte infinie. Afin d'observer la convergence du maillage, la répartition des contraintes le long d'une ligne proche de la contrainte maximale est tracée (Figure 5.20). Ces graphiques montrent que les contraintes sont quasi-identiques lorsque la contrainte aux bords libres de l'interface n'est pas regardée. Un maillage de 1 mm donne donc une bonne approximation des niveaux de contraintes.

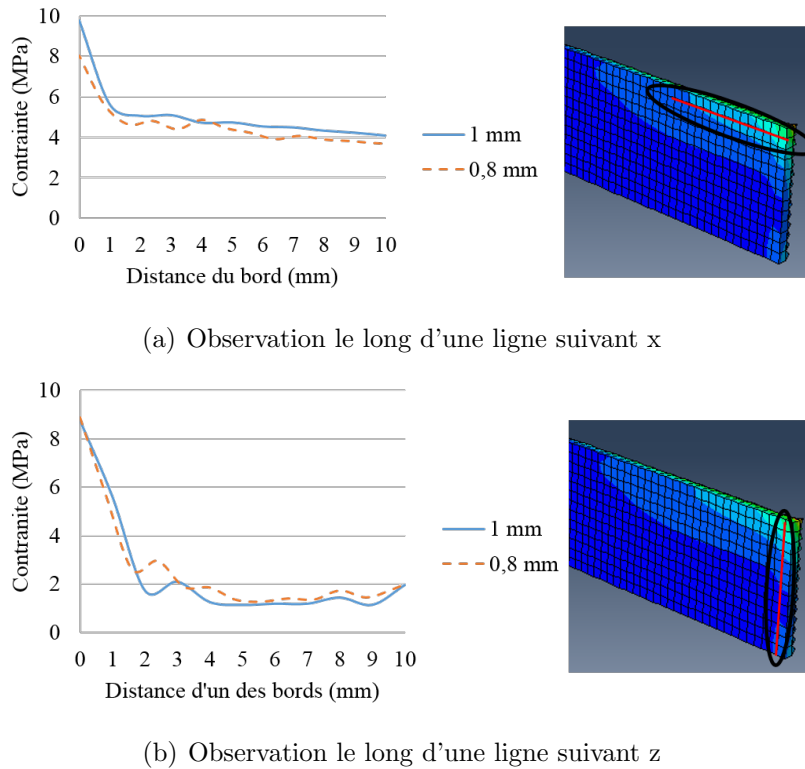


FIGURE 5.20 – Répartition des contraintes normales le long d'une ligne de l'interface proche de la zone de contrainte maximale

Cette simulation en dynamique linéaire par analyse de réponses d'un spectre, permet de déterminer l'état de contrainte dans notre coin de cube pour un SRC donné. Classiquement la méthode ingénieur inciterait à utiliser les résultats d'un critère en contrainte en statique, de type Point Stress, pour prédire la rupture ou non de la structure adhéérée. Dans le Chapitre 4, le critère en contrainte est appliqué sur un essai statique en mode I, il permet de déterminer une contrainte critique de 5 MPa. Si maintenant ce critère est appliqué à notre calcul en dynamique sur la répartition des contraintes définies précédemment (Figure 5.20), à l'aide de la longueur caractéristique définie par Bui [6] pour le traitement 2 ( $a_{c,Bui} = 0,0548$  mm), une contrainte critique entre 8 et 8,5 MPa serait définie. Avec ce résultat, la rupture de l'assemblage au choc aurait dû survenir plus tôt. En effet, il est important de remarquer que la contrainte dynamique ( $\sigma_d = 8,5$  MPa) est plus grande que la contrainte critique définie avec l'essai statique ( $\sigma_{c,I} = 5$  MPa).

En se basant sur cette analyse, la contrainte statique ne semble pas suffisante pour valider la tenue au choc de notre assemblage. Bien sûr les essais statiques sont menés sur une éprouvette élémentaire, alors que le choc est réalisée sur une structure complexe. Il y a donc un effet structure inhérent car il est impossible de mener les essais statiques sur une structure identique. En perspective, il semblerait intéressant de mettre en place un critère visant à déterminer une contrainte dynamique sur nos essais de chocs sur éprouvettes élémentaires. Ce critère permettrait de se rapprocher au mieux de la sollicitation spécifique de type choc qui paraît éloignée de la sollicitation statique.



## 6 Conclusion

Ce chapitre présente l'essai de choc réalisé sur un coin de cube en verre de silice adhérent par adhérence moléculaire avec son support de vol (le DFM et l'équerre en titane). Cette campagne d'essais sur une maquette représentative a permis de valider la tenue au choc de l'équipement jusqu'à un plateau de 500g, ce qui est extrêmement positif d'un point de vue industriel. Le traitement 2 ayant été utilisé pour adhérer le coin de cube, la qualité de ce traitement a été validée par ces essais. Ces résultats semblent très encourageants quant à la tenue de l'adhérence moléculaire en condition de vol. De plus, des défauts de fabrication de la maquette ayant été constatés (contact entre l'angle du coin de cube et le DFM) tout laisse à penser que le niveau de choc acceptable peut être supérieur.

Le champ de contraintes lors du dernier choc sans endommagement de l'assemblage a pu être défini avec une étude numérique s'appuyant sur une analyse du spectre de réponses. Les contraintes normales aux interfaces ont été tracées, elles sont supérieures aux contraintes normales définies sur les éprouvettes élémentaires lors des essais statiques (Chapitre 4). Cette simulation a permis de conclure que la contrainte critique définie en statique ne pouvait pas être utilisée en dynamique et qu'il serait intéressant de définir un critère en dynamique permettant de déterminer une contrainte critique avec des essais élémentaires.



# Conclusions et Perspectives

L'objectif de cette thèse était de caractériser la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire. Ce type d'adhérence est utilisé pour fabriquer des systèmes optiques (en verre de silice par exemple). Le CNES souhaiterait placer ces systèmes optiques dans des satellites. Il est donc nécessaire de mieux comprendre le comportement de l'adhérence moléculaire en dynamique et de valider sa tenue mécanique sous les chocs intervenant dans les conditions de vol d'un satellite.

Afin de répondre à cette thématique, une large campagne expérimentale a été mise en place pour tester la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire. Un banc d'essais de chocs a été développé pour réaliser cette campagne. Ce nouveau banc d'essais consiste à générer un choc de mise en tension de l'éprouvette placée dans un système Arcan modifié. L'éprouvette, qui est un assemblage collé, va être sollicitée suivant différents modes (traction, cisaillement, mixte, ...) et différentes énergies d'impact.

Dans un premier temps, une campagne expérimentale sur une éprouvette monobloc (sans interface collée) est menée pour valider le bon comportement du banc d'essais. Ces premiers essais ont permis de montrer une bonne reproductibilité lors de la mesure de l'accélération et de l'effort.

Les résultats du Chapitre 2 ont permis de montrer que la sollicitation au choc est très différente physiquement de la sollicitation statique. En effet, les essais sur une éprouvette monobloc ont montré que pour une même énergie d'impact, définie par deux différents couples hauteur de chute et masse de l'impacteur, la force de mise en tension mesurée est différente. Ce qui implique que l'énergie d'impact n'est pas directement liée à l'effort et que donc la sollicitation de choc semble plus complexe que la sollicitation statique.

Par la suite, la tenue aux chocs d'assemblages en aluminium collés a été testée. La pertinence du banc d'essais a été montrée à l'aide de nombreux essais qui ont permis de retrouver des comportements connus sur les trois différents adhésifs (deux avec un comportement fragile et un avec un comportement ductile). Les essais de chocs ont permis de définir des énergies caractéristiques ( $E_0$  et  $E_{100}$ ) liées aux taux de rupture de l'adhésif, ces énergies sont spécifiques à chacun des adhésifs et pour chacun des modes de sollicitation.

La campagne expérimentale a également mis en évidence comme dans le Chapitre 2 que le comportement en statique et en dynamique des adhésifs est différent. En effet, les deux colles fragiles testées ont une tenue mécanique proche en statique et présentent une différence de comportement notable en dynamique. La colle ductile présente la moins bonne tenue mécanique en statique mais la meilleure tenue au choc. L'adhésif le plus

approprié pour une sollicitation statique n'est donc pas forcément le plus approprié pour une sollicitation de choc. Il paraît donc difficile de s'appuyer seulement sur des essais statiques pour intuitiver le comportement dynamique notamment pour des colles ductiles.

Des essais sur l'adhérence moléculaire ont ensuite été menés à l'aide de deux campagnes expérimentales. La première a permis de mettre en évidence l'influence du procédé d'adhésion sans traitement et avec traitement. Le traitement 1 appliqué aux éprouvettes n'a pas donné des résultats satisfaisants tant en statique qu'en dynamique. Une deuxième campagne a donc débuté avec un nouveau procédé d'adhésion (traitement 2). Les résultats obtenus ont été fortement dispersés. Lors des essais la plupart des éprouvettes ayant reçu un traitement ont montré une rupture mixte. Ce type de rupture n'avait été observée que très rarement lors des différentes campagnes menées avec la société Winlight Optics. Ce type de rupture semble être le signe d'importantes contraintes résiduelles présentes dans l'ensemble de l'éprouvette suite au traitement.

Cette campagne expérimentale a mis en évidence la complexité de maîtriser le procédé de mise en œuvre permettant de renforcer l'adhérence moléculaire. Prochainement, d'autres essais seront menés pour compléter l'étude de caractérisation de l'adhérence moléculaire, principalement des essais de chocs sur des éprouvettes ayant subies le traitement 2.

Les essais statiques menés sur l'adhérence moléculaire ont permis d'appliquer un critère Point Stress ayant pour objectif de définir une contrainte critique pour chacun des modes. L'objectif étant de caractériser la tenue mécanique de l'adhérence et de pouvoir prédire sa rupture. Cette contrainte critique a été définie en utilisant les longueurs caractéristiques définies par Bui [6] sur le procédé d'adhésion de Winlight Optics. Ce qui a permis de montrer que le traitement 2 présentait une tenue mécanique deux fois supérieure en traction à l'adhérence sans traitement. Toutefois les résultats obtenus en cisaillement peuvent être remis en question car les procédés d'adhésion semblent différents. Pour être plus rigoureux, il faudrait définir les longueurs caractéristiques pour le procédé d'adhésion de Thales SESO ce qui implique d'obtenir une éprouvette avec une autre concentration de contrainte par exemple un bord droit à son interface adhérente.

Enfin, le premier essai de choc sur un coin de cube monté sur son support de vol a été réalisé sur un banc pyrotechnique au CNES. Cet essai a permis de faire une première estimation de la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire sur un assemblage complexe (plusieurs interfaces adhérentes). Le coin de cube a résisté à un essai de choc jusqu'à un niveau d'accélération de 500g. Ce premier résultat est donc très encourageant pour la poursuite de l'étude en vue de la spatialisation de l'adhérence moléculaire.

A l'heure actuelle, d'autres essais sont encore nécessaires avant la spatialisation. Notamment sur la tenue aux chocs d'éprouvettes élémentaires, cette campagne expérimentale à venir permettrait également de comparer les différents procédés d'adhésion sur leur tenue aux chocs. Il semble important de résoudre la problématique de contrainte résiduelle dans les traitements investigués dans ces travaux. De plus, d'autres stratégies de renforcement de l'adhésion pourraient être envisagées comme par exemple le traitement plasma abordé dans le chapitre bibliographie (Chapitre 1). Cette étude pourrait être complétée afin de comparer la tenue aux chocs de ce type de traitement avec les autres traitements.

L'étude actuelle a été réalisée sur des éprouvettes en verre de silice. Une prochaine étude sera menée sur des éprouvettes en silicium, elle sera basée sur les mêmes campagnes expérimentales en statique et en dynamique. L'utilisation du silicium pour l'adhérence moléculaire permettra de valider ce matériau pour d'autres applications.

Le banc d'essais de chocs est un dispositif inédit dont quelques points pourraient être améliorés. Par exemple, la mesure de l'effort ne permet pas avec certitude de mesurer l'effort à rupture. En effet, le capteur de force est positionné tout en haut du dispositif, il perçoit donc le choc en dernier. Placer un capteur de force supplémentaire entre la barre propageant le choc et le dispositif Arcan permettrait de comparer l'évolution de l'effort dans la propagation du choc et d'assurer une mesure de l'effort même lors de la rupture de l'éprouvette. Ce qui permettrait peut être de faire des corrélations supplémentaires. L'utilisation d'un capteur piézoélectrique est également à envisager car cette technologie présente une meilleure dynamique d'acquisition.

En statique, il est possible d'appliquer un critère en contrainte pour une sollicitation donnée (traction, cisaillement ...). Une contrainte critique et une longueur caractéristique sont alors définies pour un matériau et un mode de sollicitation donné. Il serait intéressant de définir un critère en contrainte permettant de qualifier la tenue en dynamique. Ce nouveau critère en contrainte dynamique pourrait être développé à partir de simulations numériques de chocs basées sur nos essais sur éprouvettes élémentaires pour un mode de sollicitation donné. Le choc obtenu pour une énergie d'impact  $E_0$  (correspondant à la limite d'énergie avant la rupture) serait simulé pour une géométrie de bord soit avec une simulation de dynamique linéaire soit avec une simulation de choc en temporel. Ces simulations pourraient permettre de définir une contrainte critique dynamique. Cette démarche pourrait être confrontée à la prédiction de la rupture sous choc d'une structure complexe combinant plusieurs modes (cas de l'essai sur le coin de cube).

Enfin, pour la spatialisation de la technologie, il semble intéressant d'étudier les autres contraintes liées à l'environnement spatial comme la fatigue thermique, présente durant tout le cycle de vie d'un satellite. La question de la tenue de l'adhérence moléculaire face à un changement brutal de température peut se poser d'autant plus si des contraintes résiduelles sont présentes dans les assemblages. Et comme les vibrations qui surviennent lors du lancement du satellite. Un essai de vibration aléatoire sur le coin de cube a d'ailleurs été réalisé par Thales SESO, la maquette a montré sa capacité à passer les niveaux de vibration exigés.



# Bibliographie

- [1] F. Laurent, E. Renault, J. Kosmalski, L. Adjali, D. Boudon, R. Bacon, P. Caillier, A. Remillieux, Y. Salaun, and B. Delabre. MUSE image slicer : test results on largest slicer ever manufactured. In *SPIE Astronomical Telescopes+ Instrumentation*, pages 70180J–70180J. International Society for Optics and Photonics, 2008.
- [2] R. Stengl, T. Tan, and U. Gösele. A Model for the Silicon Wafer Bonding Process. *Japanese Journal of Applied Physics*, 28(10R) :1735, 1989.
- [3] N. Cocheteau, A. Maurel-Pantel, F. Lebon, I. Rosu, E. Prieto, S. Ait-Zaid, I. Savin De Larclause, and Y. Salaun. Process parameters influence on mechanical strength of direct bonded surfaces for both materials : silica and Zerodur<sup>®</sup> glasses. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 28(10) :915–934, 2014.
- [4] P. P. Gillis and J. J. Gilman. Double-cantilever Cleavage Mode of Crack Propagation. *Division of Engineering*, 35(3) :647–658, 1964.
- [5] N. Cocheteau. *Caractérisation et modélisation d’une adhérence moléculaire renforcée*. PhD thesis, Aix-Marseille Université, 2014.
- [6] T. Q. Bui. *Caractérisation de l’amorçage de fissure dans les assemblages collés : application à l’adhérence moléculaire renforcée*. PhD thesis, Aix-Marseille, 2015.
- [7] P. Cognard. Assemblage des matériaux par collage. *Techniques de l’ingénieur*, 2003.
- [8] J.Y. Cognard, R. Créac’hcadec, L. Sohier, and P. Davies. Analysis of the nonlinear behavior of adhesives in bonded assemblies—Comparison of TAST and Arcan tests. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 28(8) :393–404, 2008.
- [9] J.Y. Cognard, P. Davies, B. Gineste, and L. Sohier. Development of an improved adhesive test method for composite assembly design. *Composites Science and Technology*, 65(3-4) :359–368, 2005.
- [10] M. Arcan, Z. Hashin, and A. Voloshin. Method to produce uniform plane-stress states with applications to fiber-reinforced materials. *Exp. Mech.*, 18(4) :141–146, 1978.
- [11] J.Y. Cognard, P. Davies, L. Sohier, and R. Créac’hcadec. A study of the non-linear behaviour of adhesively-bonded composite assemblies. *Composite Structures*, 76(1-2) :34–46, 2006.
- [12] G. Bresson. *Collage fiable pour l’espace : influence de la qualité des procédés et dimensionnement des assemblages*. PhD thesis, Bordeaux 1, 2011.
- [13] J.M. Greer, S.E. Galyon Dorman, and M.J. Hammond. Some comments on the Arcan mixed-mode (I/II) test specimen. *Engineering Fracture Mechanics*, 78(9) :2088–2094, 2011.

- 
- [14] G. Kalkowski, K. Grabowski, G. Harnisch, T. Flügel-Paul, U. Zeitner, and S. Risse. Grism manufacturing by low temperature mineral bonding. International Conference on Space Optics, Biarritz, 2016.
- [15] C.J. Killow, E.D. Fitzsimons, M. Perreux-Lloyd, D.I. Robertson, and H. Ward. Mechanisation of precision placement and catalysis bonding of optical components. International Conference on Space Optics, Biarritz, 2016.
- [16] A. Kolopp. *Impact sur structures sandwiches pour application de blindage aéronautique*. PhD thesis, 2013.
- [17] R. Olsson. Mass criterion for wave controlled impact response of composite plates. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 31(8) :879–887, 2000.
- [18] J. A. Harris and R. D. Adams. An assessment of the impact performance of bonded joints for use in high energy absorbing structures. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C : Journal of Mechanical Engineering Science*, 199(2) :121–131, 1985.
- [19] L. Liao, T. Kobayashi, T. Sawa, and Y. Goda. 3-D FEM stress analysis and strength evaluation of single-lap adhesive joints subjected to impact tensile loads. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 31(7) :612–619, 2011.
- [20] C. Sato and K. Ikegami. Dynamic deformation of lap joints and scarf joints under impact loads. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 20(1) :17–25, 2000.
- [21] L. Dufour, B. Bourel, F. Lauro, G. Haugou, N. Leconte, and N. Carrere. Failure stress criterion for adhesively bonded joint at different strain rates by using dynamic Arcan test device. *EPJ Web of Conferences*, 94 :01024, 2015.
- [22] A. Beevers and M.D. Ellis. Impact behaviour of bonded mild steel lap joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 4(1) :13–16, 1984.
- [23] J.P. Brossard. Choc sans frottement entre solides. Technical report, INSA de Lyon, 1994.
- [24] Space engineering : Mechanical shock design and verification handbook. Technical report, ECSS Secretariat, 2015.
- [25] Q.Y. Tong and U. Gösele. Semiconductor wafer bonding : recent developpments. *Mat. Chem. and Phys.*, 37 :101–127, 1994.
- [26] J. M. Lamarre, F. Pajot, J. P. Torre, G. Guyot, and J. P. Bernard. SPM, a submillimeter photometer for pronaos. *Infrared Phys. Techno*, 35(2/3) :277–289, 1994.
- [27] CNES Magazine. Des ballons pour la science. 1998.
- [28] D. Leguillon. A criterion for crack nucleation at a notch in homogeneous materials. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences-Series IIB-Mechanics*, 329(2) :97–102, 2001.
- [29] D. Leguillon. Strength or toughness ? A criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 21 :61–72, 2002.
- [30] A. Moradi. *Proposition d'une démarche de modélisation pour la prévision de l'amorçage d'une fissure dans un assemblage collé sous des sollicitations statiques*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, 2013.
- [31] N. Ben Salem. *Fiabilité des assemblages structuraux collés pour applications spatiales*. PhD thesis, Université Bordeaux I, 2012.



- 
- [32] S. Chauffaille. *Durabilite des assemblages collés : aspects mécaniques et physico-chimiques*. PhD thesis, Bordeaux 1, 2011.
- [33] S. Joannès. *Caractérisation mécanique et outil d'aide au dimensionnement des collages structuraux*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris, 2007.
- [34] A. A. Michelson and F. G. Pease. Measurement of the diameter of Alpha-Orionis by the interferometer. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 7(5) :143–146, 1921.
- [35] Z. Tang, T. Shi, G. Liao, and S. Liu. Modeling the formation of spontaneous wafer direct bonding under low temperature. *Microelectronic Engineering*, 85(8) :1754–1757, 2008.
- [36] K.L. Johnson. The adhesion of two elastic bodies with slightly wavy surfaces. *International Journal of Solids and Structures*, 32(3-4) :423–430, 1995.
- [37] B.A. Galanov. Models of adhesive contact between rough elastic solids. *International Journal of Mechanical Sciences*, 53(11) :968–977, 2011.
- [38] G. Liao, X. Lin, L. Nie, and T. Shi. Surface roughness modeling for silicon direct bonding. *IEEE transaction on Components, Packaging and Manufacturing Technology*, 1(8) :1171–1178, 2011.
- [39] S.I. Lai, H.Y. Lin, and C.T. Hu. Effect of surface treatment on wafer direct bonding process. *Materials Chemistry and Physics*, 83(2-3) :265–272, 2004.
- [40] K. Klier and A.C. Zettlemoyer. Water at interface : Molecular structure and dynamics. *Journal of Colloid and Interface Science*, 58(2) :216–229, 1977.
- [41] M.K. Weldon, V.E. Marsico, Y.J. Chabal, A. Agarwal, D.J. Eaglesham, J. Sapjeta, W.L. Brown, D.C. Jacobson, Y. Caudano, S.B. Christman, and E.E. Chaban. *Mechanistic studies of silicon wafer bonding and layer exfoliation*, volume 97-36 of *Proceedings of the fourth international symposium on Semiconductor wafer bonding : Science, Technology, and Application*. Electrochemical society proceedings edition, 1997.
- [42] S. N. Farrens, C. E. Hunt, B. E. Roberds, and J. K. Smith. A kinetics study of the bond strength of direct bonded wafers. *Journal of the Electrochemical Society*, 141(11) :3225–3230, 1994.
- [43] G. Kissinger and W. Kissinger. Void-free silicon-wafer-bond strengthening in the 200–400 degree celsius range. *Sensors and Actuators A : Physical*, 36(2) :149 – 156, 1993.
- [44] A. Plöbs and G. Kräuter. Wafer direct bonding : tailoring adhesion between brittle materials. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 25(1) :1–88, 1999.
- [45] S. N. Farrens, J. R. Dekker, J. K. Smith, and B. E. Roberds. Chemical free room temperature wafer to wafer direct bonding. *Journal of the Electrochemical Society*, 142(11) :3949–3955, 1995.
- [46] T. Suni, K. Henttinen, I. Suni, and J. Mäkinen. Effects of Plasma Activation on Hydrophilic Bonding of Si and SiO<sub>2</sub>. *Journal of The Electrochemical Society*, 149(6) :G348, 2002.
- [47] G. Liao, X. Zhang, X. Lin, C. Ma, L. Nie, and T. Shi. Ultraviolet exposure enhanced silicon direct bonding. *Frontiers of Mechanical Engineering in China*, 5(1) :87–92, 2010.

- 
- [48] Z. Tang, P. Peng, T. Shi, G. Liao, L. Nie, and S. Liu. Effect of nanoscale surface topography on low temperature direct wafer bonding process with UV activation. *Sensors and Actuators A : Physical*, 151(1) :81–86, 2009.
- [49] S.S. Deng, C.M. Tan, J. Wei, W.B. Yu, S.M.L. Nai, and H. Xie. Low-temperature sol-gel intermediate layer wafer bonding. *Thin Solid Films*, 496(2) :560–565, 2006.
- [50] C.J. Barbé, D.J. Cassidy, G. Triani, B.A. Latella, D.R.G. Mitchell, K.S. Finnie, J.R. Bartlett, J.L. Woolfrey, and G.A. Collins. Sol-gel bonding of silicon wafers. *Thin Solid Films*, 488(1-2) :160–166, 2005.
- [51] W.P. Maszara, G. Goetz, A. Caviglia, and J.B. McKitterick. Bonding of silicon wafers for silicon-on-insulator. *Aerospace Technology Center*, 64(10) :4943–4950, 1988.
- [52] M. Barquins. Le collage : un moyen ancestral, moderne et durable d’assemblage. <http://culturesciences.chimie.ens.fr/>, 2004.
- [53] J. W. McBain and D. G. Hopkins. On adhesives and adhesive action. *The Journal of Physical Chemistry*, 29(2) :188–204, 1925.
- [54] P. G. de Gennes. Dynamics of fluctuations and spinodal decomposition in polymer blends. *The Journal of Chemical Physics*, 72(9) :4756–4763, 1980.
- [55] J.Y. Cognard. Numerical analysis of edge effects in adhesively-bonded assemblies application to the determination of the adhesive behaviour. *Computers & Structures*, 86(17-18) :1704–1717, 2008.
- [56] M. Bordes, P. Davies, J.-Y. Cognard, L. Sohier, V. Sauvant-Moynot, and J. Galy. Prediction of long term strength of adhesively bonded steel/epoxy joints in sea water. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 29(6) :595–608, 2009.
- [57] N. Arnaud, R. Créac’hcadec, and J.Y. Cognard. A tension/compression-torsion test suited to analyze the mechanical behaviour of adhesives under non-proportional loadings. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 53 :3–14, 2014.
- [58] A. Petras and M.P.F. Sutcliffe. Indentation failure analysis of sandwich beams. *Composite Structures*, 50 :311–318, 2000.
- [59] C. Lalanne. *Chocs Mécaniques*. Number 2 in Vibrations et chocs mécaniques. Hermès Science publications, Paris, 1999.
- [60] Space engineering : Testing. Technical report, ECSS Secretariat, 2002.
- [61] L. Goglio and M. Rossetto. Impact rupture of structural adhesive joints under different stress combinations. *International Journal of Impact Engineering*, 35(7) :635–643, 2008.
- [62] S. Hayashida, T. Sugaya, S. Kuramoto, C. Sato, A. Mihara, and T. Onuma. Impact strength of joints bonded with High-strength pressure-sensitive adhesive. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 2014.
- [63] L. Liao, T. Sawa, and C. Huang. Experimental and FEM studies on mechanical properties of single-lap adhesive joint with dissimilar adherends subjected to impact tensile loadings. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 44 :91–98, 2013.
- [64] L. Silva, A. Ochsner, and Robert D. Adams, editors. *Handbook of adhesion technology*. Springer reference. Springer, Heidelberg, 2011.
- [65] J.P. Casas-Rodriguez, I.A. Ashcroft, and V.V. Silberschmidt. Damage evolution in adhesive joints subjected to impact fatigue. *Journal of Sound and Vibration*, 308(3-5) :467–478, 2007.

- 
- [66] F. Kadioglu and R.D. Adams. Flexible adhesives for automotive application under impact loading. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 56 :73–78, 2015.
- [67] I. Higuchi, T. Sawa, and H. Suga. Three-dimensional finite element analysis of single-lap adhesive joints under impact loads. *Journal of adhesion science and technology*, 16(12) :1585–1601, 2002.
- [68] S. Pang, C. Yang, and Y. Zhao. Impact response of single-lap composite. *Composites Engineering*, 5(8) :1011–1027, 1995.
- [69] E. A. Abdallah, C. Bouvet, S. Rivallant, B. Broll, and J. Barrau. Experimental analysis of damage creation and permanent indentation on highly oriented plates. *Composites Science and Technology*, 69(7-8) :1238–1245, 2009.
- [70] B. Ostre. *Etude des impacts sur chant appliqués à des structures composites dans l'aéronautique*. PhD thesis, Toulouse, 2014.
- [71] C. Galliot, J. Rousseau, and G. Verchery. Drop weight tensile impact testing of adhesively bonded carbon/epoxy laminate joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 35 :68–75, 2012.
- [72] O. Essersi, M. Tarfaoui, S. W. Boyd, F. Meraghni, and R. A. Shenoi. Dynamic study of adhesively bonded double lap composite joints. 2009.
- [73] R.H. Wells and R.C. Mauer. Shock testing with the electrodynamic shaker. *The Shock and Vibration Bulletin*, 29(4) :96–105, 1961.
- [74] M. Dérumaux. *Sur la modélisation et simulation de liaisons soumises à des chocs pyrotechniques*. PhD thesis, ENS Cachan, 2004.
- [75] D. Wattiaux. *Simulation des niveaux vibratoires générés par les chocs pyrotechniques en vue de prédire les dysfonctionnements électriques des équipements embarqués*. PhD thesis, Faculté Polytechnique de Mons, 2009.
- [76] M. Biot. *Transient oscillations in elastic systems*. PhD thesis, California Institute of Technology, Pasadena, 1932.
- [77] L. Antoinat, R. Kubler, G. Achard, and L. Barrallier. Etude d'un programmeur d'impact solide équivalent à un impact à l'eau. 21ième Congrès Français de Mécanique, Bordeaux, 2013.
- [78] B. Valès, S. Marguet, R. Créac'hcadec, L. Sohier, J.-F. Ferrero, and P. Navarro. Numerical study of the local behaviour of adhesive bonds under dynamic loading. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 30(12) :1319–1339, 2016.
- [79] G.W. Critchlow and D.M. Brewis. Review of surface pretreatments for aluminium. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 16 :255–275, 1996.
- [80] R. F. Wegman and James van Twisk. *Surface preparation techniques for adhesive bonding*. Elsevier/WA, Amsterdam, second edition edition, 2013.
- [81] C. Sperandio, J. Bardon, A. Laachachi, H. Aubriet, and D. Ruch. Influence of plasma surface treatment on bond strength behaviour of an adhesively bonded aluminium-epoxy system. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 30(8) :720–728, 2010.
- [82] M. Debski, M. E. R. Shanahan, and J. Schultz. Mechanisms of contaminant elimination by oil-accommodating adhesives Part 1 : Displacement and absorption. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 6(3) :145–149, 1986.

- [83] A. A. Bezemer, C. B. Guyt, and A. Vlot. New impact specimen for adhesives : optimization of high-speed-loaded adhesive joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 18(4) :255–260, 1998.
- [84] J. Ma Whitney and R. J. Nuismer. Stress fracture criteria for laminated composites containing stress concentrations. *Journal of composite materials*, 8(3) :253–265, 1974.
- [85] N. Cocheteau, A. Maurel-Pantel, F. Lebon, I. Rosu, E. Prietro, S. Ait-Zaid, I. Savin De Larclause, and Y. Salaun. Mechanical characterization of direct bonded silica surfaces. *Journal of Adhesion Science and Technology*.
- [86] T. D. Neil and I. Bateman Vesta. Pyroshock testing. *Shock and Vibration Handbook*, 2 :26–2, 1961.
- [87] Dassault Systemes Simulia Corp. Abaqus analysis user’s manual : 6.3.10 Response spectrum analysis.
- [88] J.M. Biggs. *Introduction to structural dynamics*. McGraw-Hill, 1964.

## **Tenue aux chocs d'une adhérence moléculaire renforcée : application à des systèmes optiques spatiaux embarqués**

Le collage par adhérence moléculaire consiste à joindre deux surfaces entre elles sans l'utilisation de matière adhésive. Cette technologie est particulièrement utilisée pour la fabrication de systèmes optiques comme les découpeurs d'images ou les interféromètres qui sont utilisés en optique terrestre. L'objectif final dans le développement de cette technologie est d'intégrer ces assemblages dans des systèmes optiques spatiaux. Or l'environnement spatial est totalement différent de l'environnement terrestre. Un satellite peut subir des chocs, des vibrations ou de la fatigue thermique. Il est nécessaire de caractériser avec précision l'adhérence moléculaire sous ces sollicitations pour respecter les exigences de l'Agence Spatiale Européenne. Cette thèse s'attache à caractériser la tenue aux chocs de l'adhérence moléculaire. Dans ce contexte, une nouvelle machine d'essais a été développée pour mener une campagne d'essais. Ce nouveau banc d'essais consiste à générer un choc dans une éprouvette placée dans un système de type Arcan. Les premiers essais sont réalisés sur des assemblages en aluminium collé avec trois différentes colles afin de valider le comportement du banc d'essais. Puis, une campagne expérimentale est effectuée sur des éprouvettes en verre de silice adhérentes par adhérence moléculaire avec différentes procédures de traitement de l'adhérence. L'énergie de rupture aux chocs est définie pour chaque type d'interface avec les essais dynamiques. Suite aux essais statique, une simulation par éléments finis permet de définir la contrainte critique à l'aide d'un critère en contrainte. Pour finir, une étude de choc sur une structure représentative, un Coin de Cube optique, est réalisée.

*Collage par adhérence moléculaire - Choc - Collage - Verre de silice - Système Arcan*

## **Direct bonding shock resistance : application to space system on board**

The fused silica glass direct bonding consists in joining two surfaces without using any adhesive. This technology is used in particular to manufacture optical systems like optical slicers or interferometers used in terrestrial optics. The final aim in the development of this technology is to integrate these assemblies in spatial optics systems. However the spatial environment is totally different from the terrestrial one. A satellite may undergo shocks, vibrations or thermal fatigue. It is necessary to characterize with accuracy the direct bonded interface under these solicitations to respect the European Space Agency requirements. The aim in this works consists to characterize the direct bonding shock resistance. In this context, a new test machine has been developed to lead on an experimental campaign. This new machine design consists to generate a shock in a specimen placed in modified Arcan device. The first tests are performed on adhesively-bonded assemblies in aluminium with three different adhesives to validate the bench behaviour. After, an experimental campaign is performed on silica glass direct bonding samples with different bonded procedure. The shock fracture energy is defined for each type of interface with dynamic tests. Following static tests, a simulation by finite elements is used to define the critical stress with a stress criterion. To finish, a shock study on a representative structure, in our case a Corner cube optic, is performed.

*Direct bonding - Shock - Bonding - Silica glass - Arcan device*

