

Thèse de Doctorat  
Université Aix-Marseille

École Doctorale :  
Sciences pour l'Ingénieur : Mécanique, Physique, Micro et Nanoélectronique

Spécialité :  
**Acoustique**

**Alice BAUDOT**

Etude et mise au point de méthodes de mesures non destructives  
permettant de caractériser les paramètres critiques  
de l'adhésion sur structures collées

Directeur de thèse : Joseph Moysan

Composition du jury :

Eliane ESPUCHE	Professeur, IMP	Rapporteur
Mounsif ECH CHERIF EL KETTANI	Maitre de conférences, HDR, LOMC	Rapporteur
Christian HOCHARD	Professeur, LMA	Examineur
Paul A. JOHNSON	Professor, LANL	Examineur
Cédric PAYAN	Maitre de conférences, LMA	Co-directeur
Joseph MOYSAN	Professeur, LMA	Directeur
André BAILLARD	Safran Aircelle	Invité
Lionel GAY	Safran Composites	Invité



# Table des matières

Abréviations	1
Introduction	3
Chapitre 1. Les assemblages collés et le contrôle de l'adhésion	5
1.1. Bref historique du collage	5
1.2. Contexte industriel de la thèse	5
<b>1.2.1.</b> Cadre de la thèse	5
<b>1.2.2.</b> Présentation de la nacelle	6
<b>1.2.3.</b> Suivi de production des assemblages collés	7
1.3. Les différents types de défauts	11
<b>1.3.1.</b> Proposition de classification	11
<b>1.3.1.</b> Les causes des défauts	11
<b>1.3.2.</b> Les conséquences des défauts et leur caractérisation	12
1.4. Etat de l'art des méthodes applicables pour le contrôle des assemblages collés	13
<b>1.4.1.</b> Emission acoustique	13
<b>1.4.2.</b> Méthodes thermiques infrarouge	14
<b>1.4.3.</b> Interférométrie optique, shearographie	16
<b>1.4.4.</b> Le choc laser	18
<b>1.4.5.</b> Méthodes électromagnétiques, Squid	19
<b>1.4.6.</b> Vibration sonore	20
<b>1.4.7.</b> Contrôle par ultrasons	21
<b>1.4.8.</b> Rayonnements ionisants	22
1.5. Contrôles non destructifs utilisés chez Safran Aircelle	23
<b>1.5.1.</b> Défauts recherchés	23
<b>1.5.2.</b> Contrôle initial	23
<b>1.5.3.</b> Contrôles complémentaires	24
1.5.3.1. Tap test ou BondTester .....	24
1.5.3.2. Contrôle Ultrasonore manuel.....	25
1.5.3.3. Radiographie X.....	26
1.6. Conclusion – Axes de travail pour la thèse	26
Chapitre 2. Les méthodes de contrôles non destructifs ultrasonores	29
2.1. Les différents types d'ondes	29
<b>2.1.1.</b> Les ondes de volume	29

2.1.1.1.	Les ondes longitudinales .....	29
2.1.1.2.	Les ondes transversales.....	30
<b>2.1.2.</b>	Les ondes de surfaces et de plaques, les ondes guidées	30
2.1.2.1.	Les ondes de surfaces : les ondes de Rayleigh .....	31
2.1.2.2.	Les ondes de plaques : les ondes de Lamb.....	31
2.2.	Les techniques conventionnelles de contrôles utilisant les ondes de volume	32
<b>2.2.1.</b>	Interaction entre les ultrasons et les interfaces	32
<b>2.2.2.</b>	Le choix de la méthode	34
2.2.2.1.	Le choix du couplant.....	34
2.2.2.2.	La méthode pulse écho .....	35
2.2.2.3.	Les méthodes par transmission.....	35
<b>2.2.3.</b>	Analyse du signal ultrasonore	36
<b>2.2.4.</b>	Conclusion	37
2.3.	Acoustique linéaire appliquée au contrôle des assemblages collés	37
<b>2.3.1.</b>	Analyse des différents échos dans un assemblage collé	38
2.3.1.1.	Les différents échos.....	38
2.3.1.2.	Traitement du signal.....	39
2.3.1.3.	Analyse du spectre ultrasonore.....	39
<b>2.3.2.</b>	Les techniques conventionnelles de contrôles utilisant les ondes de volume	40
<b>2.3.3.</b>	Les ondes guidées : ondes de Lamb	41
<b>2.3.4.</b>	Conclusion	42
2.4.	Acoustique non linéaire	42
<b>2.4.1.</b>	Elasticité non linéaire	42
<b>2.4.2.</b>	Acoustoélasticité	43
<b>2.4.3.</b>	Acoustique non linéaire	43
2.4.3.1.	Principe.....	43
2.4.3.2.	Génération d'harmoniques .....	45
2.4.3.1.	Dynamic Acousto Elastic Testing .....	50
2.4.3.2.	Modulation de l'énergie.....	51
2.5.	Conclusion	53
Chapitre 3.	Réalisation d'éprouvettes à adhésion variables	55
3.1.	Choix des éprouvettes	55
3.2.	Les matériaux	56
<b>3.2.1.</b>	Substrat : aluminium	56

<b>3.2.2.</b> L'adhésif	56
3.3. Préparation de surface	57
<b>3.3.1.</b> Principe	57
<b>3.3.2.</b> Protocole	59
3.4. Fabrication des éprouvettes	61
3.5. Protocole pour la validation des éprouvettes	62
<b>3.5.1.</b> Caractérisation physico chimique	63
3.5.1.1. Validation de la silanisation.....	63
3.5.1.2. Energie de surface.....	63
<b>3.5.2.</b> Mesure de l'épaisseur du joint de colle	65
<b>3.5.3.</b> Contrôle de la qualité du joint : CND	65
<b>3.5.4.</b> Essais mécaniques	66
3.6. Premier lot d'éprouvettes [Bau14]	66
<b>3.6.1.</b> Caractérisation	66
3.6.1.1. Angle de contact.....	66
3.6.1.2. Mesure des épaisseurs.....	67
3.6.1.3. Essais mécanique.....	67
<b>3.6.2.</b> Contrôle de l'homogénéité par CND ultrasonore	69
<b>3.6.3.</b> Corrélation entre CND et mécanique	71
<b>3.6.4.</b> Corrélation entre faciès de rupture et C-Scan	72
<b>3.6.5.</b> Conclusion	72
3.7. Second lot d'éprouvettes	73
<b>3.7.1.</b> Nouvelle configuration	73
<b>3.7.2.</b> Caractérisation	75
3.7.2.1. Angle de contact.....	75
3.7.2.2. Epaisseurs.....	75
3.7.2.3. Essais mécanique.....	76
<b>3.7.3.</b> Contrôle de l'homogénéité des joints	77
3.7.3.1. Par CND ultrasonore.....	77
3.7.3.2. Par Tomographie X.....	78
<b>3.7.4.</b> Conclusion	79
3.8. Synthèse des traitements de surface et des lots préparés	80
3.9. Conclusion	81
Chapitre 4. Acoustique non linéaire et évaluation de l'adhésion	83

4.1. Principes utilisés pour la détection d'un défaut d'adhésion	83
<b>4.1.1.</b> Principe de l'acoustoélasticité	83
<b>4.1.2.</b> Variations locales du champ de contraintes pour un assemblage collé	86
<b>4.1.3.</b> Conclusion	90
4.2. Essais ultrasonores haute fréquence	90
<b>4.2.1.</b> Essais préliminaire au contact	90
<b>4.2.2.</b> C-Scan haute fréquence avec mise sous contrainte de l'éprouvette	94
4.2.2.1. Dispositif pour l'imagerie des champs de contraintes par ultrasons.....	94
4.2.2.2. Comparaison des résultats obtenus avec une simulation numérique.....	97
4.2.2.3. Résultats sur 3 éprouvettes de deux lots de niveaux d'adhésion différents	98
4.2.2.4. Résultats sur une éprouvette de cisaillement simple présentant un trou.	100
<b>4.2.3.</b> Conclusion	104
4.3. Conclusion	105
Conclusion générale et perspectives	107
Bibliographie	111
Annexe A :	119
Caractéristiques des matériaux utilisés	119
Annexe B :	121
Réalisation des éprouvettes	121

# Abréviations

---

CND	Contrôles Non Destructifs
CSIRO	Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation
DAET	Dynamic Acousto Elastic Testing
DGAC	Direction Générale de l'Aviation Civile
DGEBA	DiGlycidylEther du bisphénol A
EDX	Energy Dispersive X-Ray
ENCOMB	Extended Non-Destructive Testing of Composite Bonds
IMP	Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Polymères
IPDA	Isophorone diamine
ISABEAU	Innovating for Structural Adhesive Bonding Evaluation and Analysis with Ultrasounds
LASAT	LAser ShockAdhesion Test
LCND	Laboratoire de Caractérisation Non Destructive
LMA	Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique
LOMC	Laboratoire d'Ondes et Milieux Complexes
MACS	Maitrise des Assemblages Collés Structuraux
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
PRC	Projet de recherche Concerté
RX	Radiographie aux rayons X
SQUID	Superconducting Quantum Interference Device
VISAR	Velocimetry Interferometer for Any Reflector
$\gamma$ -GPS	(3-Glycidoxypropyl)trimethoxysilane)



# Introduction

---

L'engouement des matériaux composites dans l'aéronautique, a engendré un regain d'intérêt pour l'assemblage par collage. Cette méthode de plus en plus répandue, évolue sans cesse car les matériaux à assembler sont très nombreux. Avec l'avènement du tout composite et le développement de matériaux sandwich, le collage peut être utilisé sur des pièces structurales.

La circulaire AC20-107B de la Federal Aviation Administration (FAA) pour la certification des structures en composites de septembre 2009 relève que des difficultés de qualification des nouveaux avions viennent de défaut de qualification des structures collées. Il est donc nécessaire selon la FAA de limiter les charges supportées par les structures collées, trois méthodes sont préconisées :

- "Limit loads justification without taking into account bonded surfaces"
- "Limit load tests for each adhesive bonded structure"
- "NDT characterizing the level of adhesion"

La première recommandation est très pénalisante d'un point de vue de la conception puisqu'il est préconisé de supprimer les structures collées supportant des charges. La seconde implique des essais supplémentaires de certification pour les structures collées : ce qui a un très fort impact sur la production de série. La troisième proposition est de développer la caractérisation non destructive de l'adhésion : c'est l'objectif de cette thèse.

Les défauts de collage ont toujours été très difficiles à détecter par des méthodes non destructives. Beaucoup de travaux ont été réalisés dans les années 80-90 pour l'industrie automobile, notamment au Royaume-Uni [Guyot]. Beaucoup de travaux français, européens et internationaux ont permis de progresser dans la connaissance des bonnes pratiques pour réussir un assemblage collé, notamment lors du programme européen BRITE/ADENG (1986-90) [Jea93].

Actuellement, il n'existe aucune méthode capable d'évaluer le niveau d'adhésion. Les méthodes de contrôles non destructifs usuelles peuvent détecter au mieux des défauts majeurs de type décollement ou absence de colle. Pour évaluer le niveau d'adhésion, des contrôles destructifs sont réalisés sur des éprouvettes suiveuses fabriquées lors de la production. La force à rupture de ces éprouvettes est évaluée par différents essais mécaniques. La problématique du contrôle de la qualité du collage est résolue de manière indirecte par un protocole strict lors de la réalisation du collage. En conséquence de nouvelles méthodes de contrôle de l'assemblage doivent être développées. Nous envisagerons les méthodes de CND classiques afin d'évaluer leur potentiel de l'évaluation des niveaux d'adhésion.

Pour étudier et valider les niveaux d'adhésion, l'une des clés réside dans l'évaluation de la force à rupture de l'assemblage. De nombreux paramètres peuvent modifier la force à rupture, en conséquence la difficulté est de reproduire plusieurs fois exactement les mêmes éprouvettes en respectant les différentes étapes de préparation. Ces éprouvettes doivent avoir les caractéristiques mécaniques et physico/chimique représentatives des assemblages industriels. Une première étape essentielle pour développer une méthode de contrôle non destructif est donc la réalisation de pièces étalons, c'est ce que nous avons choisi dans le cadre de la thèse. Cette démarche est également reprise dans le cadre du projet ANR Blanc ISABEAU (Innovating for Structural Adhesive Bonding Evaluation and Analysis with Ultrasounds) qui a débuté en 2013. Une autre possibilité aurait été de développer une méthode de simulation numérique du CND mais il n'existe pas de modélisation numérique des défauts d'adhésion reconnue.

## Introduction

Le collage chez Aircelle est principalement utilisé sur des matériaux sandwichs pour les nacelles. Pour étudier les méthodes de CND il a été choisi des géométries et des matériaux simples afin de pouvoir étudier la réalisation d'assemblage à adhésion maîtrisée. Les essais mécaniques à prévoir seront donc également plus simples.

L'objectif de la thèse est donc de déterminer un indicateur ultrasonore en lien avec le niveau d'adhésion et la tenue structurale des assemblages collés.

Le premier chapitre présente un bref historique du collage et le contexte industriel de la thèse. Les assemblages collés ont plusieurs types de défauts ayant des conséquences variables selon leurs natures, leurs tailles ou encore leurs emplacements. Ils sont répertoriés dans ce chapitre. Enfin, un état de l'art des différentes méthodes de contrôles des assemblages collés est réalisé, avec une partie présentant les méthodes appliquées chez Safran Aircelle.

Le deuxième chapitre étudie en particulier les méthodes de contrôles non destructifs par ultrasons des assemblages collés. Les différents types d'ondes et leurs modes de propagations dans un milieu homogène sont exposés. Puis les techniques conventionnelles de contrôle à l'aide des ondes de volumes sont présentées. Et enfin une bibliographie des diverses méthodes adaptées au contrôle des assemblages collés utilisant l'acoustique linéaire et l'acoustique non linéaire est réalisée.

Le troisième chapitre expose la réalisation de nos éprouvettes étalons à adhésions variables. Le choix des matériaux et de la méthode ainsi que le protocole de réalisation des éprouvettes sont présentés. Une fois les éprouvettes réalisées, nous avons mis en place un protocole de caractérisation (caractérisation physico/chimique, contrôle par ultrasons et essais mécaniques) de ces éprouvettes. Les différents lots fabriqués sont indiqués.

Le quatrième chapitre présente la méthode de contrôle par acoustique non linéaire mise en place pour évaluer le niveau d'adhésion. Une brève bibliographie des deux principes utilisés (acoustoélasticité et la répartition du champ des contraintes pour un assemblage collé) est réalisée. Puis une nouvelle méthode expérimentale et ses résultats associés sont présentés.

La conclusion générale permet de faire le point sur la méthode envisagée et son potentiel pour évaluer de façon non destructive un assemblage collé. Les perspectives sont données avec l'objectif d'améliorer le dispositif expérimental pour augmenter la sensibilité du dispositif. Cela pour parvenir à terme à réaliser ces mesures sur d'autres matériaux comme les sandwichs.

# Chapitre 1. Les assemblages collés et le contrôle de l'adhésion

---

Ce chapitre présente le contexte de l'adhésion dans les assemblages collés. Plusieurs types de défauts associés à ce procédé seront exposés dans un premier temps. Dans un second temps les méthodes de contrôles applicables aux assemblages collés et celles utilisées actuellement chez Safran Aircelle seront décrites.

## 1.1. Bref historique du collage

Assembler deux matériaux à l'aide d'une colle est réalisé par l'Homme depuis longtemps. C'est même l'une des premières techniques appliquées. Les premières colles utilisées étaient d'origines végétales, la glu par exemple est extraite de l'écorce du houx [Cog00]. Cependant, jusqu'à la fabrication des premières colles synthétiques au début du 20<sup>ème</sup> siècle, le collage était peu utilisé dans l'industrie. Cette méthode d'assemblage semblait encore peu robuste comparée à l'utilisation de rivets ou de boulons. L'utilisation du collage structural dans l'industrie automobile et aéronautique a été l'un des principaux changements industriels dans le domaine de l'assemblage [Ada05]. L'engouement pour ce procédé est important dans l'aéronautique, notamment avec le développement des composites. Le développement de cette technique d'assemblage nécessite de mettre en place des méthodes pour évaluer la résistance à la rupture d'un assemblage collé. Mesurer cette résistance à la rupture est un véritable défi technologique. Pour résoudre ce défi plusieurs tests mécaniques normés ont été instaurés, ces tests seront présentés ultérieurement dans ce manuscrit. Le développement de la modélisation par éléments finis a permis de mieux comprendre la résistance mécanique et d'étudier l'importance de chaque paramètre du collage, l'épaisseur du joint de colle par exemple [Sil08]. Actuellement, il n'existe pas de méthode de contrôle non destructif de la qualité de l'adhésion dans un assemblage collé, que ce soit à la fabrication ou au cours du cycle de vie de l'assemblage. Ce problème est contourné au stade de la fabrication par la mise en place de procédure (procédés spéciaux) et de contrôles stricts de celles-ci, dont la préparation de surface à coller [Guy86].

## 1.2. Contexte industriel de la thèse

### 1.2.1. Cadre de la thèse

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du PRC Composites (Projet de Recherche Concerté), financé par la Direction Générale de l'Aviation Civile (DGAC) impliquant le groupe Safran, l'Onera et le CNRS. L'objectif principal de ce projet est de proposer des modèles pour la simulation du comportement mécanique, de la durabilité et des procédés de fabrication des pièces composites à matrice céramique et organiques. Ce projet est divisé selon les 6 axes suivants :

1. Modélisation Textile et Homogénéisation
2. Mise en forme textile
3. Consolidation
4. Comportement endommageable
5. Durabilité et vieillissement

6. CND, Usinage et Interfaces
7. Elargissement du domaine

Cette thèse fait partie de l'axe 6, cet axe étant lui-même divisé en trois parties : Contrôle Non Destructif, usinage et interfaces.

### 1.2.2. Présentation de la nacelle

Actuellement près de 60% des matériaux des nacelles de l'Airbus A380 sont fabriquées en matériaux composites [Fra08]. Les nacelles, réalisées par Safran Aircelle, sont des ensembles de composants entourant les moteurs des avions. Une nacelle d'A380 avec un moteur T900 est présentée sur la Figure 1.



Figure 1 : Photo de nacelle A380 (©Wikipedia)

La nacelle, dont le rôle principal est le carénage du moteur, est composée de plusieurs sous-ensembles. Les lignes aérodynamiques sont choisies pour optimiser la poussée de l'avion : l'air est aspiré par la nacelle au niveau de l'entrée d'air, comprimé par le moteur puis éjecté à l'autre extrémité avec une vitesse plus élevée générant la poussée. La nacelle permet également de diminuer le bruit des moteurs à l'aide d'un traitement acoustique des surfaces. L'inverseur de poussée est l'un des composants de la nacelle : il est lui-même constitué principalement d'une structure externe et d'une structure interne entourant le moteur. Il s'agit d'une aide au freinage, il permet d'orienter le flux d'air vers l'avant au lieu de l'arrière, générant ainsi une contre-poussée. Le freinage est d'autant plus important que le pilote choisit d'accélérer le moteur. La Figure 2 est un schéma présentant les différentes parties de la nacelle (le moteur situé au cœur de la nacelle n'est pas représenté).

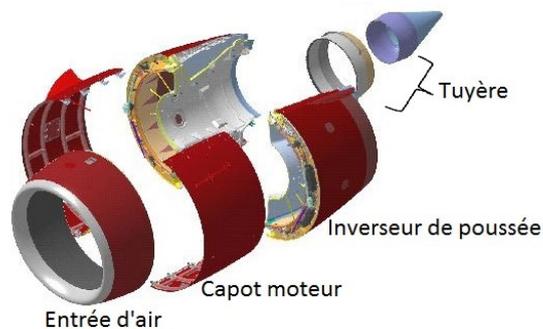


Figure 2 : Schéma de nacelle

Ces structures sont constituées de panneaux monolithiques avec raidisseurs et de panneaux sandwich collés, assemblés entre eux par des ferrures rivetées ou boulonnées. L'utilisation de colle

ne doit pas diminuer les propriétés initiales du composite tout en permettant certains bénéfices tels qu'un gain de poids ou la possibilité d'assembler des matériaux de natures différentes.

### 1.2.3. Suivi de production des assemblages collés

Le groupe Safran est membre du réseau MACS (Maîtrise des Assemblages Collés Structuraux). Depuis 2009 le Contrôle Non Destructif (CND) des assemblages collés est un thème de recherche prioritaire pour le groupe. Pour qu'une pièce soit utilisée dans l'aéronautique, il faut qu'elle soit certifiée selon la norme EN 9100. Par conséquent lorsqu'un collage est effectué, il faut s'assurer que le niveau d'adhésion est bon, c'est une exigence pour la certification des pièces. Or, il n'existe pas actuellement de moyen non destructif permettant de vérifier la qualité du joint de colle, par conséquent, des rivets sont ajoutés, afin d'assurer le maintien.

Afin de contrôler la qualité de l'adhésion, en parallèle de la chaîne de production des éprouvettes suiveuses sont fabriquées dans les mêmes conditions. Des essais de suivi de production sont réalisés sur ces éprouvettes, ce sont des essais mécaniques. Ils sont destructifs. Selon la pièce fabriquée, soit l'intégralité des lots d'éprouvettes suiveuses est testée, soit, pour des pièces dont la gamme de fabrication existe depuis longtemps, seulement un lot sur quelques-uns est testé. Par exemple pour la nacelle de l'A380 un lot sur 10 est testé. Dans tous les cas l'ensemble des lots est conservé, cela permet, en cas de non-conformité, de vérifier si le problème n'est lié qu'au lot incriminé ou si c'est un problème de production plus étendu. Pour chaque pièce une gamme d'essais mécaniques est mise en place, car chaque essai dépend de la pièce à tester. Cette gamme détermine le nombre d'éprouvettes nécessaires pour chaque essai mécanique, la contrainte à la rupture moyenne du lot à obtenir et éventuellement une contrainte à la rupture minimale individuelle pour chaque éprouvette. Pour les essais de flexion, il peut également être requis un module élastique moyen de l'ensemble des éprouvettes et un module minimal à atteindre par éprouvette. Plusieurs essais mécaniques sont réalisés chez Safran Aircelle :

- cisaillement (simple, double entaille)
- flexion 3 points
- pelage flottant
- pelage tambour grim pant

L'essai de cisaillement simple est normalisé (NF EN 2243-1), il est facile à mettre en œuvre et est très utilisé pour tester les assemblages collés. Un schéma de principe est présenté en Figure 3. La résistance au cisaillement ( $R$ ) est calculée selon la relation suivante :

$$R(MPa) = \frac{\text{force à rupture } (N)}{\text{surface } (mm^2)} \quad (1.1)$$

## Ch1. Les assemblages collés et le contrôle de l'adhésion

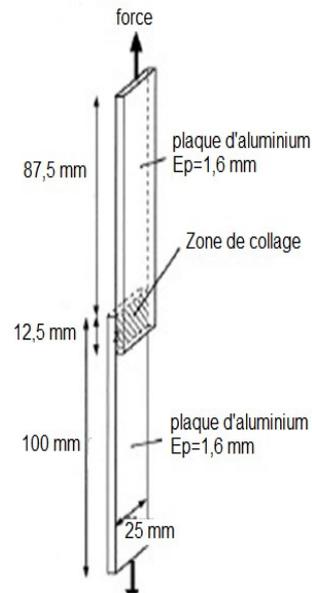


Figure 3 : Schéma du test de cisaillement simple

Même si cet essai reste très répandu, il n'est pas considéré comme un essai de cisaillement pur car de la flexion apparaît lors de la sollicitation de l'éprouvette. Pour éviter cela un autre essai de cisaillement est mis en place, l'essai de cisaillement double entaille. C'est un essai dont les substrats contiennent une entaille (cf Figure 4). L'entaille va jusqu'à l'interface, ce dispositif permet d'aligner les 2 efforts et avoir ainsi du cisaillement pur. Il est régi par la norme EN 6060.



Figure 4 : Schéma d'une éprouvette de test de cisaillement double entaille

Le cisaillement intralaminare (Figure 5) étudie la résine et les fibres des matériaux composites, le cisaillement se fait perpendiculairement aux fibres.

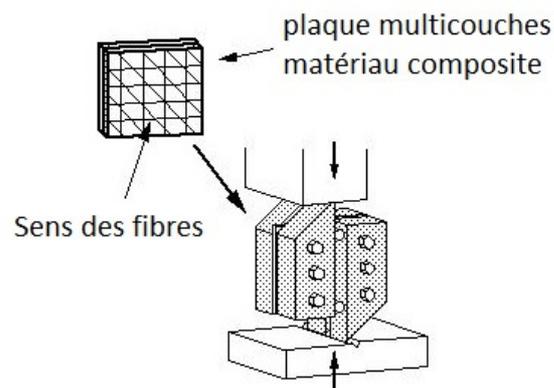


Figure 5 : Schéma de principe du cisaillement intralaminare

L'essai de flexion 3 points est également normalisé (ISO 14679-1997). L'assemblage collé est en appui à chaque extrémité de la structure et une force  $F$  est appliquée au centre, comme présenté sur le schéma de la Figure 6.

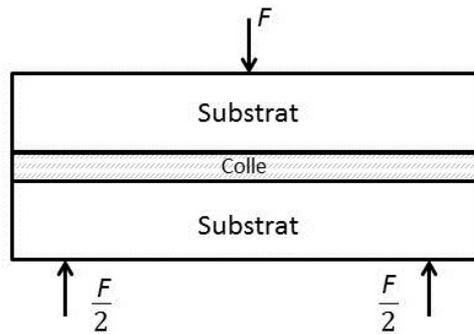


Figure 6 : Schéma de principe de la flexion 3 points

Selon Chai [cha88], l'énergie de fracture  $G$  se calcule ainsi :

$$G = \frac{4,5 * (lF)^2}{E * b^2 * e^3} \quad (1.2)$$

avec  $l$  : longueur de fracture  
 $E$  : module du substrat  
 $e$  : épaisseur du substrat  
 $b$  : la largeur du substrat.

Le test de pelage (Figure 7) permet de mesurer la force par unité de longueur du joint de colle, nécessaire à l'arrachement. La vitesse de déplacement et la force à appliquer dépendent des matériaux à tester et sont normalisées, par exemple pour un assemblage métal-métal il faudra suivre la norme NFEN 2243-2.

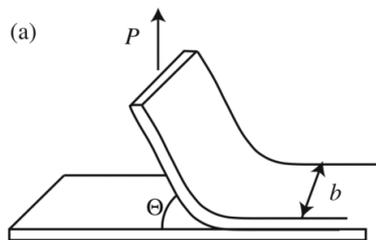


Figure 7 : Schéma de principe de l'essai de pelage

L'énergie  $G$  de fracture est calculée selon la relation suivante :

$$G = \frac{F}{b} \quad (1.3)$$

Avec  $F$  la force de pelage et  $b$  la largeur du joint de colle.

L'essai de pelage tambour grimpant (Figure 8) n'est utilisé chez Safran Aircelle que pour les éprouvettes sandwichs contenant une âme en nid d'abeille, un exemple d'assemblage sandwich avec une âme en nid d'abeille est présenté en Figure 9.

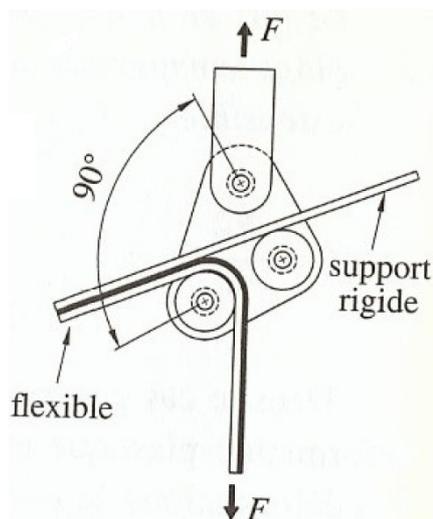


Figure 8 : Schéma de principe de l'essai de pelage tambour grim pant [Cog00]

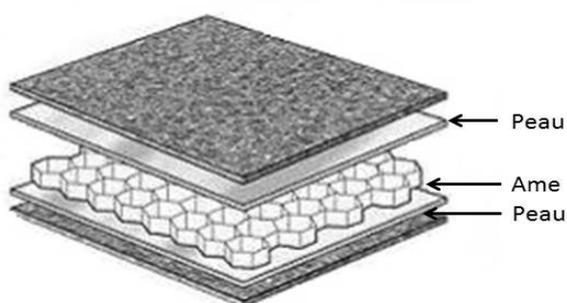


Figure 9 : Schéma d'un assemblage sandwich avec nid d'abeille

Deux aspects sont étudiés : la valeur du couple de pelage ainsi que le faciès de rupture. Le faciès de rupture est différent selon comment s'est cassé le joint de colle. Il peut être soit cohésif (présence de colle de chaque côté), avec ou sans fibre, soit adhésif (présence de colle sur un seul côté), ou encore mixte lorsque plusieurs types de ruptures sont visibles.

Pour une pièce en particulier, seulement quelques-uns des essais mécaniques cités précédemment sont appliqués. Un exemple d'assemblage collé au sein de Safran Aircelle est la pièce « Fan 7X ». Les essais mécaniques pour évaluer le collage sont présentés dans le Tableau 1. Les niveaux de contraintes à rupture varient selon les essais mécaniques réalisés puisque les éprouvettes ne sont pas les mêmes et les efforts sont différents.

Cisaillement simple			Cisaillement intralaminare tissu équilibré			Tambour grim pant	
Nombre d'éprouvettes à tester	Contrainte moyenne	Contrainte minimale individuelle	Nombre d'éprouvettes à tester	Contrainte moyenne	Contrainte minimale individuelle	Nombre d'éprouvettes à tester	Contrainte minimale individuelle
3	> 15 MPa	> 13 MPa	3	> 65 MPa	> 60 Mpa (peaux 7 Bars) > 57 Mpa (peaux 2,5 bars)	2	> 22 Mpa

Tableau 1 : Tableau récapitulant les essais mécaniques chez Aircelle pour Fan 7X

Ces éprouvettes permettent de valider une tenue mécanique minimale mais ne permettent pas de qualifier le niveau d'adhésion. De plus, ce procédé est long et coûteux : fabrication des éprouvettes, réalisation des essais mécaniques et analyses des résultats.

## 1.3. Les différents types de défauts

### 1.3.1. Proposition de classification

Quel que soit le procédé de collage utilisé, des inhomogénéités apparaissent inévitablement dans le produit final. Il est presque impossible de réaliser un collage sans inhomogénéité, même avec un protocole fixe ayant des bons résultats sur la tenue mécanique de l'assemblage. Il est donc nécessaire de connaître les matériaux utilisés et les inhomogénéités associées avant tout contrôle de pièce. De cette manière, il est possible d'anticiper au mieux les types de défauts potentiellement présents dans cette pièce et le choix du contrôle.

Ces inhomogénéités sont classiquement présentées sous le vocable de défauts dans la littérature associée au contrôle non destructif. Plusieurs classifications sont proposées dans la littérature. Pour les assemblages collés, Adams [Ada99] distingue quatre catégories principales de défauts, présentées ci-dessous :

- Les gros défauts (porosité, décollement, fissure... (-))
- Les défauts d'adhésion (-)
- Les défauts de cohésion (-)
- Le Kissing bond (surfaces en contact sans adhésion(-))

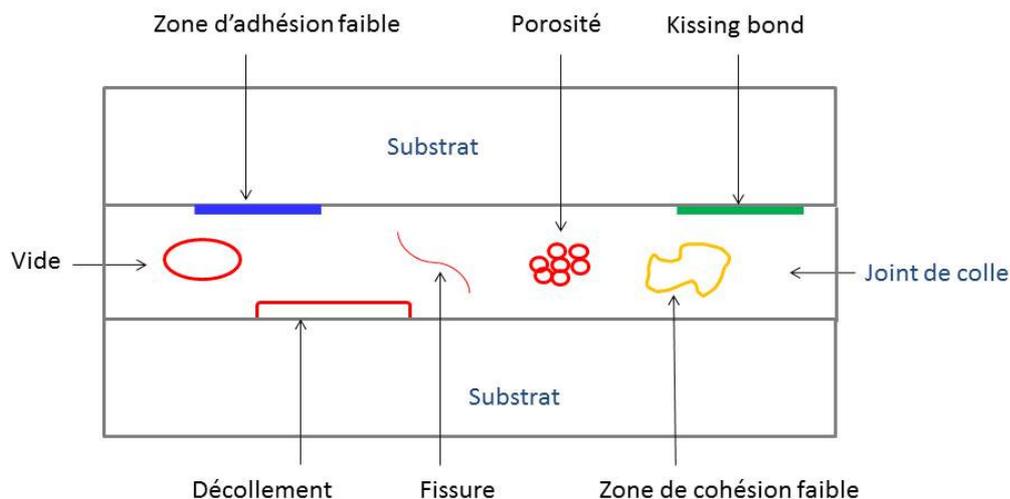


Figure 10 : Schéma des défauts de collage d'après [Ada99]

D'autres auteurs comme Maeva et Michaloudaki distinguent seulement 3 types de défauts d'adhésion : l'absence d'adhésif (vide ou porosité), l'adhésion faible et la cohésion faible [Mae06, Mic05].

Il faut alors déterminer la taille et le type de défauts qui engendreraient une diminution non acceptable des propriétés mécaniques du collage.

### 1.3.1. Les causes des défauts

Les gros défauts sont dus généralement à de l'air ou à la présence de produits volatiles dans l'adhésif. Lors de la fabrication de la colle ou lors de l'application de la colle sur la pièce à encoller, si le dégazage n'est pas bien effectué, des bulles d'air peuvent apparaître dans la résine [Sil03]. Dans ce cas, lors de la polymérisation de la pièce, sous l'effet de la pression et de la température, le diamètre des bulles va augmenter, créant ainsi de la porosité et/ou du vide. Quand les bulles se trouvent à la

surface de l'adhésif ou que l'adhésif coule au sein du nid d'abeille, le terme de bullage peut être employé.

Les défauts d'adhésion résultent principalement d'un mauvais traitement de surface ou de la contamination de la surface du substrat lors de la préparation des éprouvettes. Contrôler la surface au préalable et avoir un protocole constant est le moyen utilisé actuellement pour maîtriser la qualité du collage et donc de l'adhésion.

Les défauts de cohésion découlent d'une mauvaise formulation ou d'une mauvaise polymérisation. Pour limiter ce problème, une gamme de formulation maîtrisée et un cycle de polymérisation optimal doivent être mis en place.

Adams donne deux définitions du défaut dit « kissing bond » [Ada99]. La première description est un décollement dont les surfaces sont reliées par une fine couche de contaminant (graisse ou eau), la pollution de la surface peut avoir lieu lors de la fabrication. La seconde définition est un décollement dont les surfaces qui ne devraient pas se toucher (décollées) sont en contact à cause des conditions de chargement. D'autres auteurs [Nag91, Mae06, Mic05] considèrent le « kissing bond » uniquement comme une adhésion faible. Jiao et Rose [Jia91] qui considèrent le « kissing bond » comme un contact parfait entre deux surfaces qui ne transmettent pas les contraintes de cisaillement

### 1.3.2. Les conséquences des défauts et leur caractérisation

Une fois que le défaut est détecté il faut encore connaître ses caractéristiques (taille, position, nature..). Afin de vérifier la capabilité des différentes méthodes de détection des défauts et leur aptitude à la caractérisation, des défauts artificiels et représentatifs des défauts cités ci-dessus sont souvent créés dans les joints de colle. Certains auteurs comme Nagy, Wang, Michaloudaki fabriquent un défaut artificiel en insérant un morceau de matériau différent (souvent du téflon) remplaçant ainsi une partie de la colle dans le joint de colle, ou en appliquant un peu de graisse sur une portion définie de la zone à encoller avant le collage [Nag91, Wan72, Mic05]. Wang, utilise des éprouvettes à simple recouvrement. Les substrats utilisés sont en aluminium et la colle utilisée est une colle époxy. Pour simuler un défaut un disque de téflon est inséré en plein centre du joint de colle. Le disque de téflon est inséré dans une région où les contraintes créées par le chargement dans le joint de colle sont faibles aussi aucun changement de la résistance du joint n'est constaté. En effet, pour un adhésif fragile comme le sont les colles époxy bicomposants, la force à rupture dépend principalement des effets de bords [Wan72]. A l'inverse un petit défaut dans une zone de contraintes maximales engendrerait un plus fort impact sur la résistance à la rupture. La Figure 11 présente la répartition des contraintes le long de l'assemblage collé pour un adhésif fragile calculée selon la méthode de Goland et Reissner, la courbe  $\sigma$  est la contrainte de déchirement et  $\tau$  est la contrainte de cisaillement. Les contraintes sont symétriques autour du point médian, en conséquence seulement la moitié de la longueur totale de recouvrement est présentée sur la courbe.

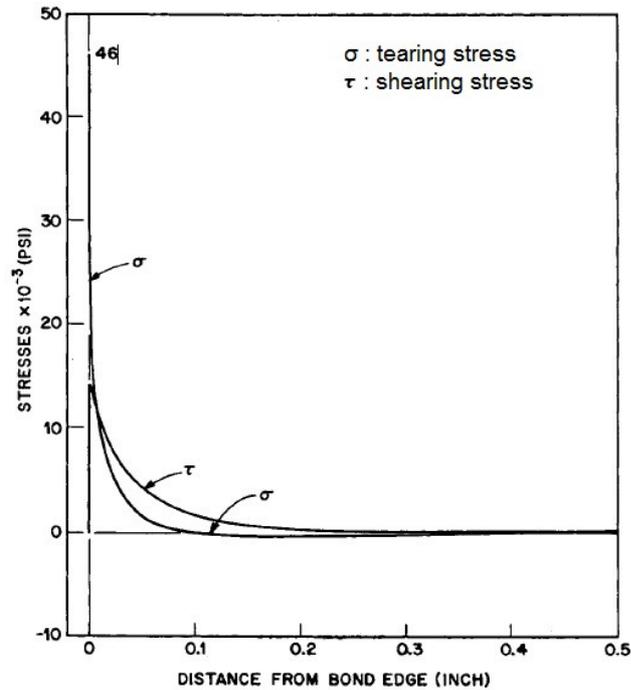


Figure 11 : Profil des contraintes le long du joint de colle, d'après [Wan72]

Finalement, la présence d'un ou plusieurs défauts dans la zone collée n'altère pas nécessairement sa force à la rupture, selon son emplacement. La détection des défauts dans les assemblages collés est un axe de recherche en plein essor. Certains types de défauts comme le kissing bond ou l'évaluation du niveau d'adhésion, n'ont pas à l'heure actuelle de méthodes de contrôle. Les gros défauts (porosité, délaminage...), dans leur forme la plus sévère restent détectables par plusieurs techniques qui seront présentées par la suite (§1.4, 1.5.3).

## 1.4. Etat de l'art des méthodes applicables pour le contrôle des assemblages collés

### 1.4.1. Emission acoustique

Cette méthode est utilisée pour détecter un problème d'adhésion avant la rupture. L'émission acoustique consiste à mettre la pièce sous contrainte, cela peut aller jusqu'à 50% de la charge à rupture du joint de l'assemblage collé. Le matériau sous chargement voit sa structure microscopique modifiée. Lorsqu'une microfissure se produit, l'énergie élastique est libérée, ce qui engendre la propagation des ondes élastiques dans toutes les directions (Figure 12).

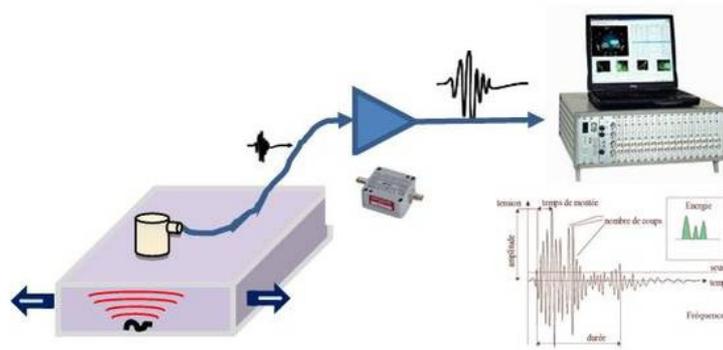


Figure 12 : Schéma de principe de la méthode d'émission acoustique

Plusieurs capteurs piézoélectriques sont placés sur une surface de la pièce à contrôler. Ils enregistrent les signaux ultrasonores. En présence de défauts, la propagation de l'onde ultrasonore ne se fera plus de la même façon. Le temps et l'amplitude du signal sont analysés, cela permet de localiser le défaut et ainsi d'avoir une idée de sa gravité. La difficulté d'emploi de cette méthode est que chaque type de dommages est lié à une forme et à la propagation d'ondes acoustiques particulières [Mor99]. C'est une méthode globale et simple à mettre en œuvre. Néanmoins pour des forts chargements, la technique peut être considérée comme destructive. L'essai est normalisé (NF EN 13554 Avril 2011).

### 1.4.2. Méthodes thermiques infrarouge

La caractérisation par méthode thermique infrarouge existe sous deux formes : passive ou active. La méthode passive étudie le rayonnement émis par les objets sans sollicitation extérieure. La méthode active quant à elle, nécessite une sollicitation (chauffage, onde sonore...) extérieure. Lorsqu'un flux thermique est appliqué sur la pièce, la présence de défauts dans le joint de colle perturbe la diffusion de chaleur [Cou92]. La variation de température de surface est mesurée généralement par une caméra infrarouge. Il est possible de placer la source de chaleur d'un côté de la pièce et la caméra thermique de l'autre côté de la pièce. Dans ce cas les régions où il y a un décollement seront des zones froides car la transmission de chaleur sera moindre. Le schéma de la Figure 13 reprend le principe de cette méthode.

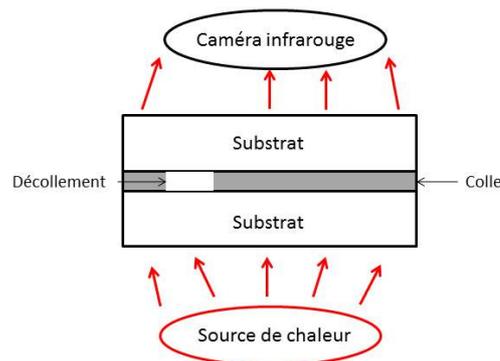


Figure 13 : Principe de la thermographie infrarouge, source de chaleur et caméra de chaque côté de la pièce

Il est également possible d'installer le chauffage et la caméra d'un seul et même côté, ceci est avantageux car l'opérateur peut n'accéder qu'à un seul côté de la pièce. Dans cette configuration le côté chauffé est analysé, les zones de décollements seront des zones chaudes. Le schéma de la Figure 14 reprend le principe du dispositif.

## Ch1. Les assemblages collés et le contrôle de l'adhésion

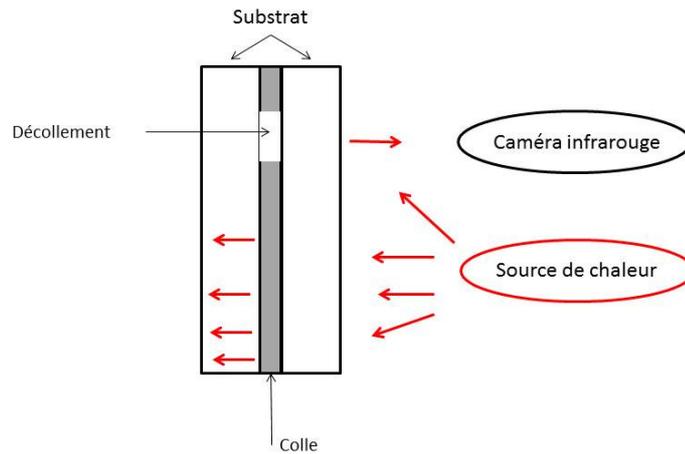


Figure 14 : Principe de la thermographie infrarouge, source de chaleur et caméra du même côté de la pièce

L'utilisation de la thermographie infrarouge avec l'émission d'un flux de chaleur sinusoïdal s'appelle le « Lock in thermography », cf Figure 15. Cette méthode permet d'obtenir une information d'amplitude et de déphasage.

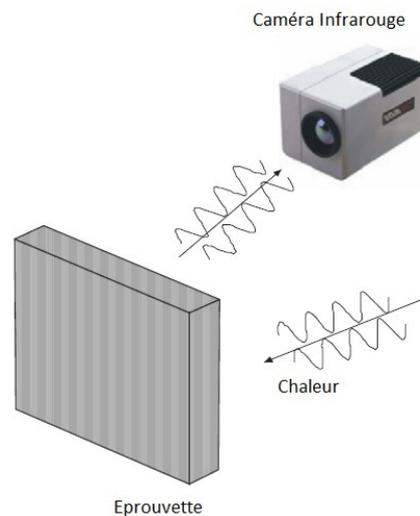


Figure 15 : Lock in thermography d'après [Meo10]

Cette méthode a également été utilisée par Meola pour détecter les défauts présents dans les assemblages collés [Meo06, Meo10]. Meola utilise les caméras infrarouges pour détecter les défauts. Le système utilisé recueille une série d'images et compare leur température à chaque point de l'image. Les éprouvettes sont en polymère renforcé par des fibres de verre, l'épaisseur est de 2.9 mm, la largeur de 100 mm et la longueur de 130 mm. Dans son cas, la sollicitation est un impact allant de 4 à 25 joules ( $J$ ). L'impact a été appliqué à l'aide de deux différents pendules de Charpy, l'un ayant un marteau ogivale de 18 mm de diamètre et l'autre un marteau hémisphérique de 24mm de diamètre. Les défauts sont détectés par l'apparition de pic de chaleur à l'endroit de l'impact [Meo10]. Pour un échantillon impacté à 9.7 J, l'impact est visible à la fois thermiquement pendant le choc (Figure 16 a) et visuellement après impact avec la tâche qui reste présente à la surface de l'échantillon (Figure 16 b). Une bonne concordance des résultats provenant des différents types d'examen est observée.

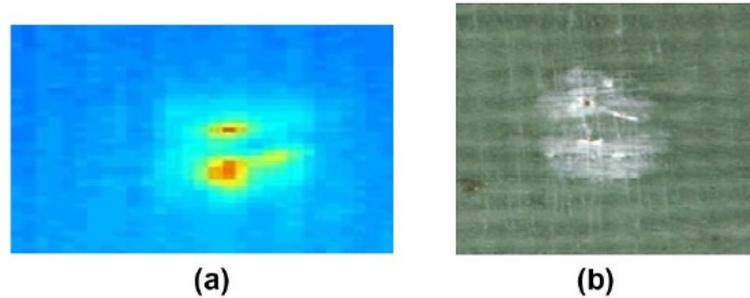


Figure 16 : Images d'un échantillon impacté à 9,7 J : (a) Image thermique, (b) et une image visible [Meo10]

C'est une méthode pratique pour détecter des défauts proches de la surface, globale et idéale pour détecter des manques de colle ou des décollements dans le joint, mais elle ne fournit pas d'information sur le niveau d'adhésion ou les défauts de cohésion.

### 1.4.3. Interférométrie optique, shearographie

L'interférométrie holographique réunit tous les phénomènes d'interférences entre deux ondes optiques. Des enregistrements pour au moins deux états différents de la pièce sont effectués. Les interférences examinées sont spécifiques aux déplacements micrométriques de la pièce. La mesure des interférences permet de quantifier les déplacements hors plan avec une sensibilité d'une fraction de micromètres [Cou92, Ada99]. Une comparaison entre une image de référence et l'image sous sollicitation doit être effectuée. La sollicitation appliquée (dépression, thermique...) doit se faire à un niveau minimale afin de ne pas endommager la pièce, mais être suffisante pour révéler un défaut. Le dispositif expérimental est présenté en Figure 17, sur cet exemple la pièce est une rondelle d'acier, la sollicitation appliquée est une compression de la rondelle.

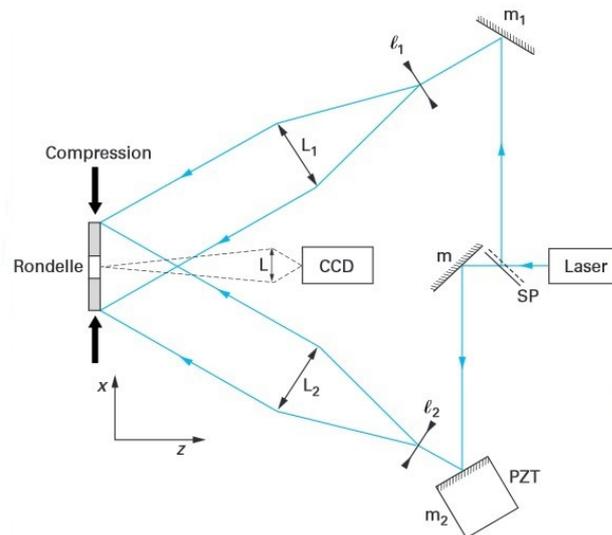


Figure 17 : Montage expérimental de l'interférométrie [Smi01]

Le faisceau laser est séparé en deux à l'aide d'une lame séparatrice (SP), d'un miroir (m) et des télescopes (l). Les deux faisceaux sont symétriques par rapport à la normale de la pièce, l'axe z. La sollicitation est appliquée le long de l'axe x. Un objectif photographique (L) forme une image de la pièce sur une caméra CCD. Pour avoir des valeurs différentes, le miroir  $m_2$  est déplacé, ainsi les variations de phase observées sont dues aux déplacements dans le plan dans la direction x.

Lorsque la pièce à tester est un assemblage collé, si le joint de colle n'a pas de défaut, sous sollicitation l'assemblage se déforme partout de la même manière, et les franges d'interférence

seront donc alternées régulièrement. La présence d'un défaut crée un déphasage optique entre les deux images, les franges d'interférences apparaissent entre les images.

La shearographie a été développée par Leendertz en 1973 pour observer des défauts de surface [Lee73]. Elle utilise le principe de comparaison entre deux images de la pièce sous sollicitation. La première image est toujours considérée comme la référence, mais la seconde image est obtenue en décalant le faisceau optique [Ste04]. Pour déplacer le faisceau, un interféromètre de Michelson est souvent utilisé, Figure 18. Contrairement à l'interférométrie présentée ci-dessus, c'est la lumière réfléchiée par l'objet qui est dédoublée. Un faisceau laser élargi éclaire l'objet étudié, ce qui produit une figure de speckle.

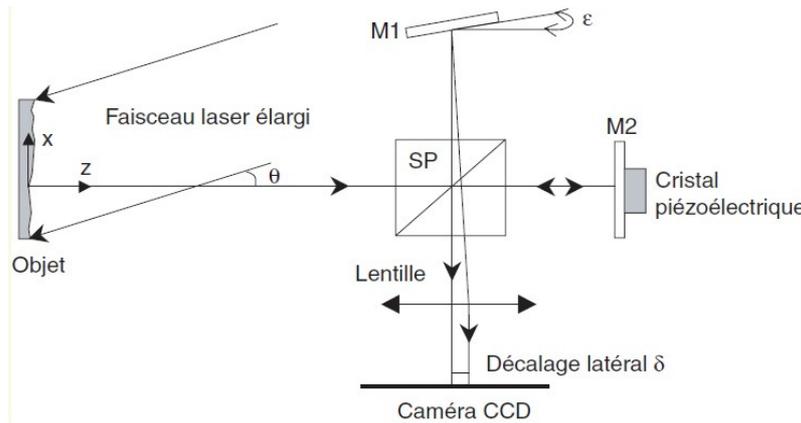


Figure 18 : Dispositif pour la shearographie [Muz08]

De la même façon que pour l'interférométrie, la comparaison des deux images permet d'obtenir des informations sur la présence d'un défaut ou non dans la pièce grâce à la détection des déformations de la pièce. Krapez utilise cette technique sur des plaques composites carbone époxy de surface  $170 \times 130 \text{ mm}^2$ . Un impact de 5 J est appliqué sur la pièce, il n'y a pas de dommage visible hormis un léger renforcement, des délaminations sont créées. La Figure 19 présente le shearogramme après l'impact de 5 J. La présence de l'impact est visible [Kra99].

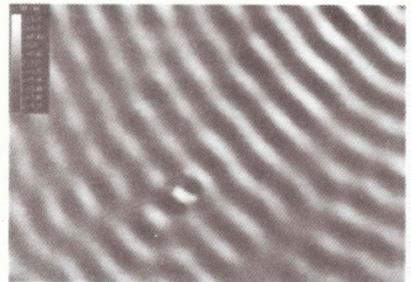


Figure 19 : Frange d'interférence d'un assemblage carbone époxy après impact de 5 J [Kra99]

Cette méthode semble donc prometteuse, car elle est suffisamment rapide, sans contact et avec des dispositifs prévus pour le contrôle in situ (Figure 20), et permet de détecter des défauts de type décollement.

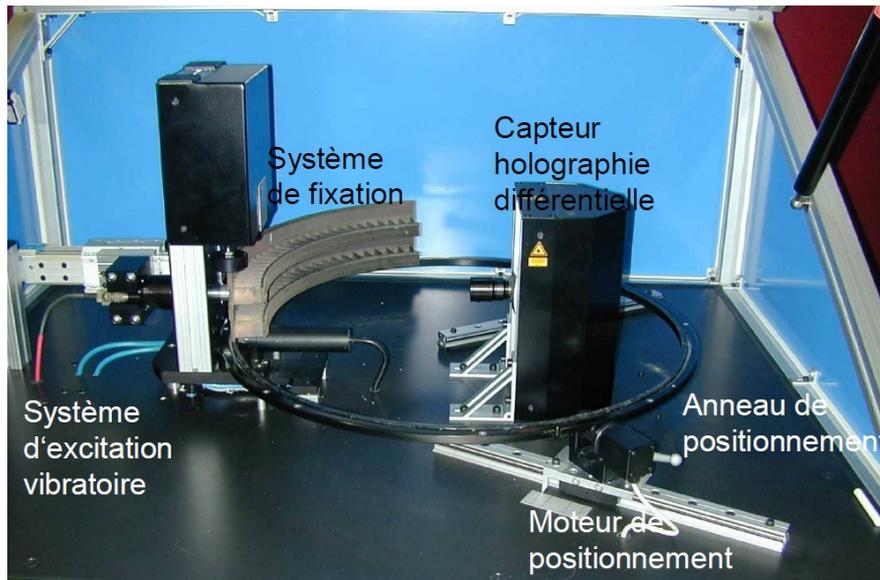


Figure 20 : Système d'inspection par shearographie [Dan09]

#### 1.4.4. Le choc laser

L'utilisation du choc laser pour générer des contraintes dynamiques dans les matériaux remonte à 1963 [Whi63]. En France, vers les années 2000, le projet LASAT (LASer Shock Adhesion Test) commence. Le choc laser dans ce cas est utilisé pour la caractérisation de l'adhérence entre deux matériaux. Ce procédé focalise le faisceau d'un laser impulsionnel de puissance sur la surface d'une pièce, créant ainsi une irradiation lumineuse de l'ordre du  $\text{GW.cm}^{-2}$  [Gay11]. Sur une petite épaisseur, l'énergie est dans un premier temps absorbée par la pièce puis sublimée en plasma. La dilatation du plasma a pour conséquence un changement rapide de pression, créant ainsi un impact mécanique. Cet impact mécanique, crée une onde de compression traversant la pièce qui permet de solliciter l'interface de l'assemblage collé, l'onde peut également engendrer une tension dans l'épaisseur de la cible [Eca13]. C'est la détection et l'analyse de l'onde qui s'est propagée dans la pièce qui donnent des informations concernant l'échantillon et permettent d'en estimer l'adhérence. La contrainte impulsionnelle appliquée est calibrée. L'intensité envoyée est comprise entre l'intensité minimale à appliquer pour endommager la pièce et l'intensité maximale applicable qui n'endommage pas le joint et conserve son intégrité [Gay11]. Ainsi avec cette valeur appliquée à la pièce si le joint est bon il résistera sinon il se cassera. Le dispositif expérimental est présenté en Figure 21. Il est composé d'un laser de puissance, de la pièce à contrôler, et du diagnostic VISAR (Velocimetry Interferometer for Any Reflector). Le système VISAR permet de mesurer la vitesse de la face opposée au laser. Cette vitesse dépend de la propagation de l'onde de choc au sein du matériau, le signal obtenu sera différent selon si le joint a résisté à l'impact du choc (assemblage sain) ou non (décollement).

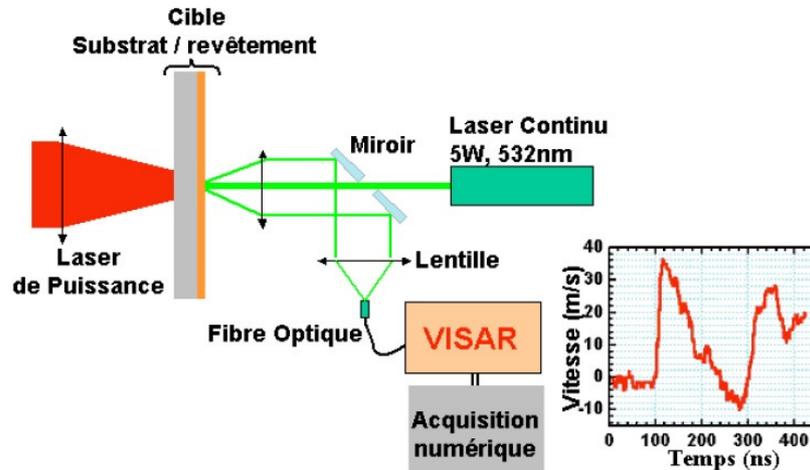


Figure 21 : Dispositif expérimental LASAT [Bol02]

Selon la forme de la pièce, et les différentes propriétés de l'assemblage (épaisseur, matériaux...) la puissance de l'onde de choc varie. Il existe ainsi différentes ondes de choc impulsionnelles qui varient à la fois par leurs durées (de quelques femto secondes à quelques centaines de nanosecondes) et à la fois par leurs amplitudes (quelques joules à quelques kilos joules) [Gay11]. Cette méthode semble intéressante mais il y a des points de vue différents sur la nature de ce procédé (destructif ou non destructif). Pour Crane [Cra08], cette méthode permettrait de détecter des joints faibles. En effet, le niveau de sollicitation de la pièce est proche voire supérieur à celui des sollicitations en service. Par conséquent si le joint résiste au choc laser, alors l'assemblage est bon et supportera les contraintes en service. Néanmoins une étude plus récente réalisée dans le cadre du projet européen ENCOMB (Extended Non-Destructive Testing of Composite Bonds) utilise l'essai LASAT pour tester différents assemblages de composites collés par un film de colle. Afin d'obtenir un niveau d'adhésion faible, un enduit de démoulage (Frekote, Henkel) est appliqué sur les substrats composites avant le collage. Une éprouvette non traitée est également étudiée afin de comparer les résultats. Le laser utilisé a une puissance de 0 à 20 J, et la durée de l'impulsion est de 30 ns, sur une cible de diamètre 4mm. Les conséquences de l'onde de choc et des analyses post-mortem (micrographie et microscopie confocale) sont étudiées ensuite. De cette façon, il est possible de distinguer un assemblage sain d'un assemblage avec un joint faible. Le seuil induisant des dommages dans la partie composite a été évalué à environ  $0.49 \text{ GW.cm}^{-2}$ . Néanmoins ce seuil est inférieur au seuil de détection d'un mauvais collage évalué à environ  $0.66 \text{ GW.cm}^{-2}$  [Eca13]. L'onde de choc induit dès lors des dommages dans la partie composite [Eca14].

#### 1.4.5. Méthodes électromagnétiques, Squid

Les méthodes électromagnétiques fines SQUID (Superconducting QUantum Interference Device) sont encore peu utilisées pour le contrôle non destructif. Selon la nature du matériau, cette technique est envisageable ou non, car elle s'applique aux matériaux diélectriques (ex : composite verre époxy) ou électromagnétiques (composite à base de carbone). Les capteurs utilisés, à base de supraconducteurs, sont des capteurs très sensibles au champ magnétique, mais leur utilisation nécessite une instrumentation complexe [Led08]. Les défauts recherchés sont des défauts impliquant une modification des propriétés électriques dans les matériaux (rupture de fibre, brûlures et absorption de liquides) [Lem06]. L'analyse du champ magnétique traversant la pièce donne l'origine et la sévérité de l'endommagement [Bon07].

### 1.4.6. Vibration sonore

La vibration sonore utilise le phénomène de résonance locale en un point. Il existe plusieurs méthodes : le TapTest ou le Bondtester. Le tap test (Figure 22) consiste à taper à la surface de la pièce avec un marteau calibré. La présence d'air dans le joint de colle diminue la raideur locale de l'assemblage, et la réponse sonore émise n'est pas la même que pour une structure saine. Lorsqu'il y a un changement de tonalité, cela traduit la présence d'une porosité ou d'un décollement [Kim06]. C'est une méthode facile à utiliser, mais limitée à la détection de décollements suffisamment grands pour influencer la réponse vibratoire de l'assemblage.

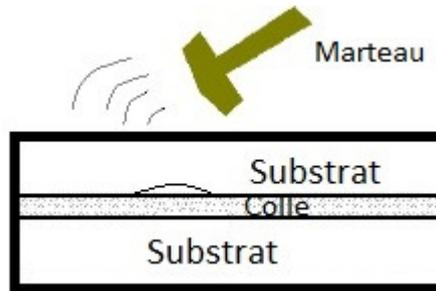


Figure 22 : Dispositif taptest

Une autre méthode consiste à utiliser le Bond Tester en mode pitch & catch, c'est-à-dire que l'émetteur et le récepteur sont découplés. Elle permet également de détecter la présence d'air [Smi11]. La sonde contient deux transducteurs piézoélectriques, l'un est l'émetteur ( $E$ ), l'autre est le récepteur ( $R$ ) dont l'entraxe est fixe. La présence d'un décollement modifie localement la raideur, et par conséquent l'amplitude du signal reçu par la sonde de réception. Ainsi, dans le cas d'un contrôle de nid d'abeille, en présence d'un défaut, l'amplitude du signal est plus grande car les ondes ne seront plus atténuées puisqu'elles ne se propageront pas dans le nid d'abeille. Il est possible de régler différents seuils, représentés par les traits rouges sur la Figure 23 qui permettent alors de mettre en place une alarme (sonore ou lumineuse), et ainsi de détecter la présence de défaut. Le principe de fonctionnement est expliqué par un schéma sur la Figure 23. Les capteurs ne sont sensibles qu'à certaines ondes (perpendiculaires à la surface), les sondes sont donc directives, il est par conséquent nécessaire de contrôler les pièces dans plusieurs directions afin de délimiter le défaut.

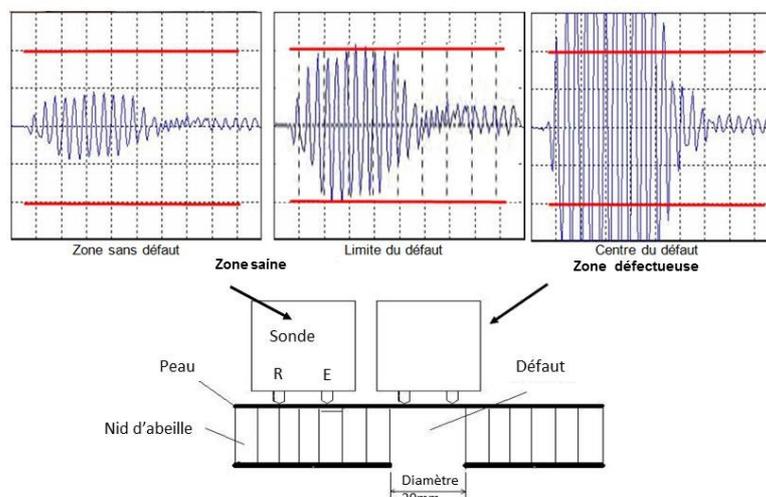


Figure 23 : Schéma de fonctionnement du Bond Tester en mode Pitch catch

La gamme de fréquence de travail est de 1 à 30 kHz, la fréquence choisie dépendant de l'épaisseur et des matériaux à traverser. A l'aide d'une calibration, la fréquence optimale est déterminée pour chaque cas. Cet outil est principalement exploité sur des composites sandwichs dont typiquement l'épaisseur de l'âme peut varier de quelques millimètres à quelques centimètres. Les peaux peuvent être en composite ou en métal (aluminium par exemple) et l'âme est une structure nid d'abeille, cf Figure 9. Dans ce type de matériau, la propagation d'onde est complexe, selon Thwaites et Clark [Thw95] différents modes coexistent :

- Ondes de flexion dans la peau, si la longueur d'onde est 5 fois supérieure à l'épaisseur de peau
- Onde de cisaillement dans la peau, si la longueur d'onde est 5 fois inférieure à l'épaisseur de l'âme,
- Ondes de compression se propageant dans l'épaisseur de peau, dans certaines conditions

Deux publications donnent des expressions légèrement différentes pour la célérité des ondes de flexion ( $c_b$ ) et la célérité des ondes de cisaillement dans la peau ( $c_s$ ) [Smi11, Dic09]. Dans la publication originelle de [Thw95] les expressions sont les suivantes :

$$c_b \approx \omega^{1/2} \left[ \frac{E_s h (h + H)^2}{2(1 - \nu_s^2)(2\rho_s h + \rho_c H)} \right]^{1/4} \quad (1.4)$$

$$c_s \approx \left( \frac{G_c H}{2\rho_s h + \rho_c H} \right)^{1/2} \quad (1.5)$$

Avec  $\omega$  la fréquence en  $\text{radian.s}^{-1}$ ,  $h$  l'épaisseur de la peau,  $H$  l'épaisseur du cœur,  $E_s$  le module d'Young élastique,  $\rho_s$  densité de la peau,  $\rho_c$  densité du cœur,  $\nu$  le coefficient de poisson de la peau.

Ces différentes équations sont à chaque fois données mais finalement non exploitées par la suite dans le traitement du signal de réception. En effet, tous les modes coexistent et l'utilisation industrielle implique une exploitation facile et rapide des données de l'appareil, sans avoir trop de paramètres à traiter par la suite ou de traitement du signal à effectuer. Selon [Smi 11], il semble possible que les kissings bonds soient détectés. Il reste cependant très prudent sur la détection de ces défauts, car pour les essais, les kissings bonds ont été modélisés par inclusion d'un morceau de téflon dans l'âme. De plus l'appareil utilisé est le Bandicoot qui est un Bondtester en mode pitch catch modifié par le Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation (CSIRO), cet appareil reste un prototype.

### 1.4.7. Contrôle par ultrasons

Le contrôle par ultrasons est une des techniques les plus utilisées pour le CND, c'est pourquoi un chapitre entier (§Chapitre2) sera consacré à la bibliographie des méthodes de contrôles ultrasonores utilisées pour l'évaluation des assemblages collés. Ce paragraphe se limitera donc à une brève présentation des méthodes existantes. Il existe différentes méthodes de contrôle :

- transmission qui nécessite de pouvoir accéder aux deux faces de la pièce ainsi que deux transducteurs,
- pulse-écho qui a l'avantage de ne nécessiter l'accès qu'à un seul côté de la pièce et ne demande qu'un seul transducteur.

Différents types d'ondes sont possibles, afin de sonder différemment la pièce, le choix se fera en fonction des défauts recherchés, de leurs emplacements et de la forme de la pièce. Le choix de la

fréquence ultrasonore dépend des matériaux présents, de leurs épaisseurs et de la dimension des défauts recherchés. Ainsi, le contrôle par ultrasons apporte une grande variété de méthodes et est utilisable pour beaucoup de matériaux.

### 1.4.8. Rayonnements ionisants

Il existe plusieurs techniques utilisant les rayons ionisants pour contrôler les pièces. Les rayons électromagnétiques (X ou  $\gamma$ ) sont dits ionisants car lorsqu'ils interagissent avec la matière ils créent des charges électriques. Deux techniques principalement utilisées pour le CND des assemblages collés seront présentées dans ce paragraphe : la radiographie par rayons X (RX) et la tomographie par rayons X. La radiographie permet d'obtenir une image 2D de la zone à contrôler, tandis que la tomographie permet de reconstruire l'image volumique de la pièce. Dans un tube à rayons X, des électrons sont accélérés puis atteignent une cible en tungstène afin de créer les rayons X. Selon le tube utilisé, l'énergie des rayons X ne sera pas la même. Il existe divers tubes permettant de délivrer des énergies allant de 100 à 420kV [Dum96].

Selon la pièce contrôlée (épaisseur et matériaux en présence) l'absorption des rayons X varie. Le principe de la méthode par RX utilise donc cette différence d'absorption. Une fois que les rayons X ont traversé la pièce, ils impressionnent un film photographique ou un écran sensible aux rayons (imagerie numérique) ce qui permet d'avoir une image de la zone traversée. En présence d'un défaut, et donc d'une modification des éléments, la transmission du rayonnement ne sera plus la même et sera visible sur l'image de la pièce. Les zones de défauts seront plus foncées sur l'image. La Figure 24, présente un dispositif classique de contrôle.

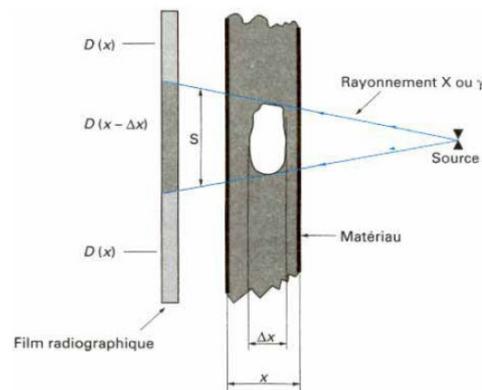


Figure 24 : Impression sur le film radiographique de l'image d'un défaut [Dum96]

Cette méthode permet d'avoir une bonne qualité d'image, mais elle onéreuse et présente des fortes contraintes pour ne pas entraver la sécurité des opérateurs. Le danger de l'utilisation des rayons ionisants est connu. Cette technique est surtout utilisée pour détecter les défauts volumiques (porosité par exemple). D'après Jama [Jam98] qui utilise des rayons  $\gamma$ , il est possible de détecter les variations d'épaisseurs et les zones de décollements pour des assemblages collés aluminium/composite

La tomographie par rayons X est une autre méthode utilisant les rayons X. Cette méthode est principalement utilisée pour détecter les porosités et ainsi calculer le taux de porosité dans le composite. Cette méthode utilise également les variations d'absorption au sein de la pièce. Les différents tubes à électrons sont choisis selon la résolution souhaitée et les matériaux à traverser. Afin d'avoir une image volumique de la pièce à contrôler, celle-ci tourne autour d'un axe vertical tandis que la source et les détecteurs sont fixes, plusieurs mesures sont ainsi réalisées. Ensuite les données sont récupérées et analysées. Un travail de traitement d'images automatique est mis en place pour reconstruire l'image volumique de la pièce.

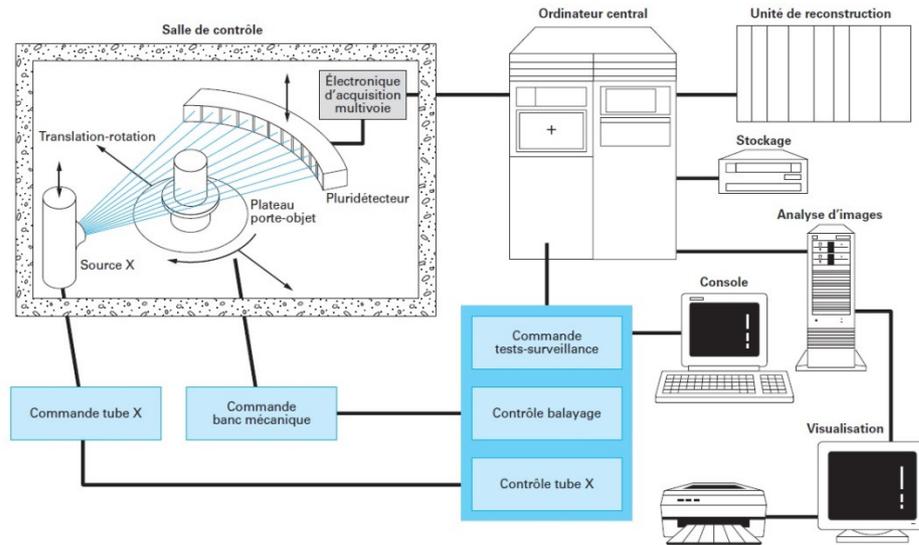


Figure 25 : Tomographe industriel à rayon X [Thi13]

C'est une méthode assez récente qui a l'avantage de pouvoir localiser et caractériser les défauts dans les trois dimensions. Elle reste néanmoins coûteuse et difficile à utiliser car l'enceinte du tomographe a une taille restreinte, de plus l'acquisition des données peut être longue selon la résolution souhaitée.

### 1.5. Contrôles non destructifs utilisés chez Safran Aircelle

Cette partie présente les méthodes de CND mises en place chez Safran Aircelle pour contrôler les pièces collées.

#### 1.5.1. Défauts recherchés

Les contrôles sont réalisés sur des panneaux sandwich collés, assemblés entre eux par des rivets ou des boulons. Il a été démontré au sein de Safran Aircelle que des inhomogénéités dont le diamètre est inférieur à quelques dizaines de millimètres ne se propagent pas. Les anomalies recherchées ont donc un diamètre supérieur à la dizaine de millimètre. Ces anomalies s'inscrivent donc dans la catégorie définie au paragraphe 1.3.1 comme les gros défauts (porosité, vide...).

#### 1.5.2. Contrôle initial

Les contrôles non destructifs sont réalisés afin de détecter des zones non conformes. Le contrôle initial consiste à inspecter la pièce par un contrôle ultrasons en transmission à jet d'eau, comme présentée sur la photo de la Figure 26. Pour éviter que l'eau ne pénètre dans le panneau, la pièce est au préalable filmée. La fréquence utilisée est de 1 MHz sur les panneaux sandwich, et la vitesse de balayage est de 50 cm/s. Le déplacement des transducteurs permet d'obtenir un signal en chaque point de contrôle de la pièce, et finalement d'obtenir une cartographie appelée C-Scan.

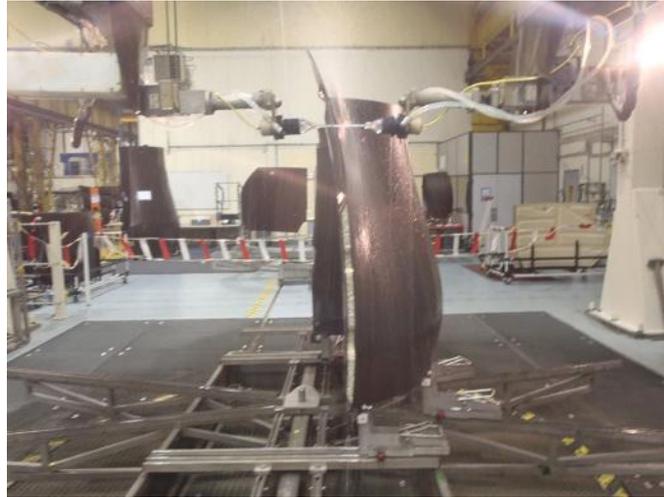


Figure 26 : Contrôle ultrasons en transmission à jet d'eau d'un panneau sandwich

La durée d'acquisition de la cartographie C-Scan et le traitement des données qui suit durent plusieurs heures pour les panneaux d'A380. L'analyse de ces données donne des « indications », via la méthode d'atténuation du signal supérieure à -6 dB, correspondant à une perte de moitié de l'amplitude du signal transmis. Un exemple de C-Scan réalisé sur un panneau sandwich est présenté en Figure 27.

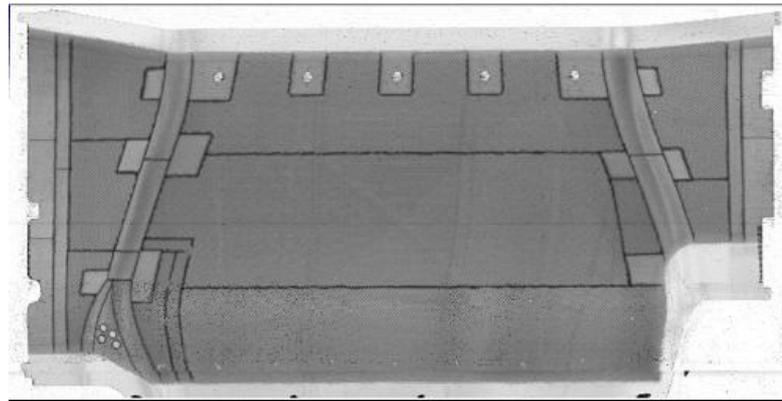


Figure 27 : C-Scan d'un panneau sandwich

Il faut ensuite caractériser ces indications, c'est-à-dire déterminer leur position (face interne ou externe), leur nature (délaminage, porosité, décollement ou bullage, ...), leur taille et leur profondeur. Pour cela, les pièces passent aux contrôles complémentaires.

### 1.5.3. Contrôles complémentaires

Les contrôles complémentaires consistent donc à vérifier les indications C-Scan ainsi que certaines parties des pièces qui ne peuvent pas être contrôlées par les robots (par exemple les zones de support de la pièce pour le C-Scan). Certaines indications sont connues, elles sont redondantes et liées au processus de fabrication.

#### 1.5.3.1. Tap test ou BondTester

Dans un premier temps, le contrôle complémentaire effectué est soit du tap test (également appelé test du marteau) soit de la résonance sonore par Bond Tester. En fonction de ses habilitations, c'est l'opérateur contrôlant la pièce qui choisit la méthode. L'opérateur habilité, habitué aux sons du marteau tapant sur la pièce, est capable de détecter la présence d'un défaut. Si c'est le Bond Tester qui est utilisé, l'opérateur choisit la sonde qui varie selon les fréquences (Figure 28), calibre son appareil, et règle les seuils en fonction de la procédure..

## Ch1. Les assemblages collés et le contrôle de l'adhésion



Figure 28 : Différents modèles de sondes pitch catch

Comme les sondes sont directives (§1.4.6), la zone de l'indication est contrôlée dans plusieurs sens pour délimiter le défaut, Figure 29. Dans un premier temps, la sonde est déplacée jusqu'à avoir un signal en dessous du seuil, c'est la limite du défaut. Ensuite, la sonde est replacée au centre du défaut, puis déplacée dans une autre direction. L'opération se réitère jusqu'à avoir défini totalement le contour du défaut.

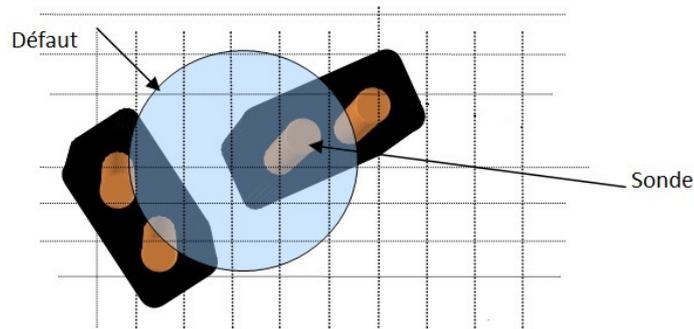


Figure 29 : Différents sens de sonde du Bondtester

Ces deux méthodes sont intéressantes car l'opérateur n'a pas besoin d'utiliser de couplant. Il est donc plus aisé de les mettre en œuvre dans l'industrie. Dans les zones non contrôlées par le robot et celles où la détection de défaut par tap test ou Bond Tester n'a pas été concluante, l'opérateur utilise un contrôle ultrasonore manuel pour caractériser les indications.

### 1.5.3.2. Contrôle Ultrasonore manuel

Le contrôle est réalisé en mode pulse-écho, un seul transducteur est donc utilisé. La fréquence utilisée est généralement de 10 MHz (parfois 5 MHz), elle est plus élevée que pour le C-Scan jet d'eau. De cette façon, il est plus facile de caractériser le défaut et d'avoir une meilleure résolution. Dans ces conditions, les ultrasons ne traversent pas le nid d'abeille. En présence de ce type de matériau, le contrôle doit donc être effectué des deux côtés de la paroi. Un exemple de contrôle réalisé chez Safran Aircelle sur une plaque composite est présenté en Figure 30.



Figure 30 : Contrôle par ultrason réalisé chez Safran Aircelle sur du composite

### *1.5.3.3. Radiographie X*

Si les méthodes précédentes n'ont pas permis de caractériser l'indication, un dernier contrôle est réalisé : la radiographie aux rayons X (RX). Les défauts recherchés par RX sont du bullage ou la déformation du nid d'abeille. Cette méthode n'est utilisée qu'en dernier recours car elle est longue à mettre en place et contraignante en ce qui concerne la radioprotection. De plus les pièces de nacelle sont volumineuses et donc difficiles à déplacer. La Figure 31 présente un exemple de radiographie X. Les zones grisées au sein du nid d'abeille sont des zones de bullage.

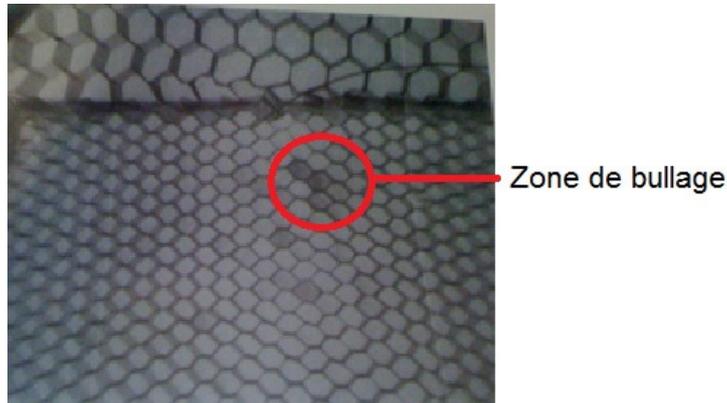


Figure 31 : Radiographie X avec zone de bullage

L'ensemble de ces contrôles permet donc de s'assurer de l'intégrité de la nacelle, mais ne permet pas de détecter un kissing bond ou de qualifier le niveau d'adhésion.

## **1.6. Conclusion – Axes de travail pour la thèse**

Actuellement, l'assemblage de pièces par collage connaît un fort engouement. Malgré une procédure figée et contrôlée, des inhomogénéités peuvent exister dans le joint de colle. Ces inhomogénéités sont de différentes natures (inclusion d'air, kissing bond...) et selon leur emplacement dans le joint de colle ils peuvent diminuer les propriétés mécaniques de la pièce. Il faut donc contrôler ces pièces assemblées par collage. La plupart des techniques de CND peuvent permettre de détecter des vides, fissures, porosité ou encore un manque de colle.

Dans l'aéronautique, les contraintes liées à la certification sont très strictes, les matériaux et les types de défauts sont nombreux, c'est pourquoi il n'y a pas qu'une seule méthode utilisée, chaque technique a sa spécificité. Parmi les méthodes présentées dans ce chapitre la plupart peuvent être mises en œuvre directement sur site avec un matériel plus ou moins portable. A ce jour les méthodes pour caractériser les assemblages collés permettent de caractériser les défauts macroscopiques (délaminage, porosités, manque de colle...).

Les méthodes les plus fréquemment exploitées pour les contrôles des assemblages collés sont les méthodes ultrasonores (développées dans le chapitre 2) et acoustiques (vibration sonore), les méthodes de thermographie infrarouge, l'holographie optique et le choc laser. La radiographie et la tomographie X ont l'avantage d'être plus précises dans la caractérisation d'un défaut mais elles restent contraignantes et coûteuses à mettre en œuvre. Malgré l'ensemble des méthodes présentées, il n'existe pas de méthode éprouvée de contrôle non destructif capable d'évaluer la qualité de l'adhésion d'un assemblage collé. Les techniques ultrasonores sont les plus prometteuses et seront développées au chapitre 2.

## Ch1. Les assemblages collés et le contrôle de l'adhésion

Ce travail de thèse s'oriente donc vers le développement de nouvelles méthodes d'auscultation ultrasonore pour caractériser la tenue mécanique d'un assemblage collé : les méthodes d'acoustique non linéaire pour contrôler des pièces dont le niveau d'adhésion varie.

Le chapitre 2 sera consacré à un état de l'art des méthodes ultrasonores pour le contrôle des assemblages collés et développera l'acoustique non linéaire. De plus la bibliographie montre que la démonstration d'une faisabilité de la détection de différents niveaux d'adhésion se heurte à la difficulté de la création de niveaux d'adhésion différents et maîtrisés. Le chapitre 3 présentera la démarche développée pour réaliser des éprouvettes calibrées pour les essais non destructifs.

Le chapitre 4 exposera les résultats des essais réalisés.



# Chapitre 2. Les méthodes de contrôles non destructifs ultrasonores

Ce chapitre recense les différentes méthodes de contrôles non destructifs ultrasonores. Dans un premier temps les méthodes de contrôles conventionnelles seront présentées. Puis les méthodes de contrôle par acoustique non linéaire seront exposées.

## 2.1. Les différents types d'ondes

Les techniques utilisant les ondes ultrasonores font parties des plus utilisées pour les contrôles non destructifs. Les ondes mécaniques correspondent à une propagation d'énergie par déplacement d'un volume élémentaire du milieu autour de sa position d'équilibre. Par hypothèse, la théorie de la propagation des ondes ultrasonores se fait dans le cadre des petites déformations. Ceci dans le but de pouvoir considérer la réponse du matériau comme proportionnelle à l'amplitude de la source excitatrice tout en conservant la fréquence de la sollicitation acoustique.

Il existe différentes ondes classées selon leur mode de propagation. Deux grandes catégories prédominent : les ondes de volumes qui se propagent au sein du matériau et les ondes modales (surfaces et plaques) pour lesquelles l'énergie acoustique se propage le long des couches d'un milieu isotrope fini [Hay70]. Au sein même de ces groupes plusieurs types d'ondes subsistent. Les différentes caractéristiques des ondes mécaniques, comme la vitesse par exemple dépendent des propriétés élastiques et de la densité du matériau. Ce paragraphe présente les mécanismes de propagation des ondes les plus utilisées pour la caractérisation non destructive.

### 2.1.1. Les ondes de volume

Les ondes de volume se répartissent en deux catégories : les ondes longitudinales ou ondes de compression et les ondes transversales ou ondes de cisaillement. Les ondes ultrasonores de volume sont le plus souvent générées par des pastilles piézoélectriques.

#### 2.1.1.1. Les ondes longitudinales

Pour les ondes longitudinales, la déformation du milieu est parallèle à la direction de propagation de l'onde. Le front d'onde avance par alternance de compression et de dilatation du volume (Figure 32).

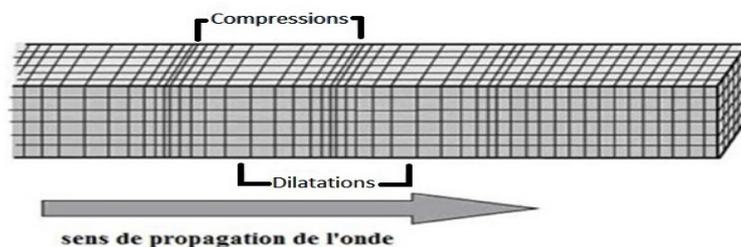


Figure 32 : Propagation d'ondes longitudinales

Elles se propagent dans tous les milieux (fluide et solide) et sont les plus rapides. La vitesse d'une onde ultrasonore longitudinale ( $c_l$ ) se calcule de la manière suivante pour un matériau idéal (homogène, isotrope, élastique et linéaire) :

$$c_l = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (2.1)$$

où  $E$  représente le module d'Young en MPa,  $\nu$  le coefficient de Poisson,  $\rho$  la masse volumique en  $\text{kg.m}^{-3}$ , tous ces paramètres diffèrent selon les matériaux. Dans son ouvrage Couvrat indique quelques valeurs de vitesses longitudinales pour différents matériaux [Cou92] :

- Acier :  $5900 \text{ m.s}^{-1}$
- Aluminium :  $6200 \text{ m.s}^{-1}$
- Polymère :  $2700 \text{ m.s}^{-1}$  (environ)
- Air :  $330 \text{ m.s}^{-1}$ .

### 2.1.1.2. Les ondes transversales

Pour les ondes transversales, à l'inverse des ondes longitudinales, la déformation du milieu se fait perpendiculairement à la direction de la propagation de l'onde (Figure 33).

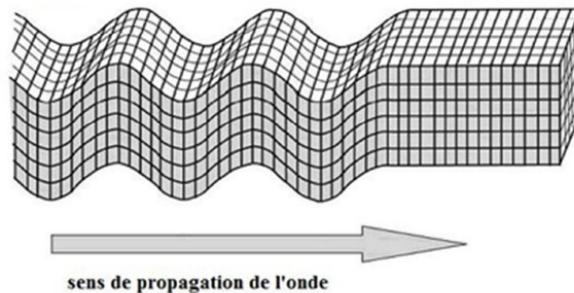


Figure 33 : Propagation d'une onde de cisaillement

Pour une onde de cisaillement, et pour un milieu idéal, la vitesse ( $c_s$ ) se calcule ainsi :

$$c_s = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} \quad (2.2)$$

Quelques valeurs de vitesses d'ondes de cisaillement sont données à titre d'indication [Oly06] :

- Acier 1020 :  $3240 \text{ m.s}^{-1}$
- Aluminium :  $3130 \text{ m.s}^{-1}$

L'utilisation des ondes transversales perpendiculairement à un joint collé, engendre la sollicitation en cisaillement de l'interface matériau/colle. Cela signifie que le joint de colle est sollicité dans le sens de sa plus faible tenue mécanique.

### 2.1.2. Les ondes de surfaces et de plaques, les ondes guidées

Il est habituel de décrire les ondes de surface et les ondes de plaques qui correspondent à des modes de propagation guidés par la géométrie de la pièce. Les principaux modes de propagation d'ondes ultrasonores guidées sous forme de plaque sont ceux relatifs aux ondes de Lamb et ondes SH ainsi que les ondes de surfaces, les ondes de Rayleigh sont des ondes guidées par un plan seulement. Pour des géométries cylindriques la combinaison des ondes possibles donne naissance à des modes guidés selon l'axe du cylindre ou du tube (ondes de torsion, compression et flexion) [Cre11]. L'étude des ondes guidées devient un axe de développement des méthodes de CND [Bar14].

Les ondes guidées existent en milieu borné. Pour se propager elles nécessitent la présence d'une surface particulière. La surface peut être soit une surface libre, soit une surface de séparation entre deux matériaux différents, comme par exemple entre de la colle et de l'aluminium. Entre les deux milieux, les ondes sont dites guidées. Leur célérité est plus lente que pour les ondes de volume

mais elles sont plus énergétiques car elles ne se propagent pas dans tout le volume de la pièce mais dans une petite partie proche de la surface. Leurs noms et leurs propriétés dépendent notamment de la géométrie et des conditions aux limites sur les interfaces. Dès les années 90 [Nag89b], le développement de méthodes par ondes guidées pour caractériser un joint de recouvrement ou des zones collées commence. Dans ce paragraphe, les ondes présentées sont celles qui sont le plus utilisées pour le CND.

### 2.1.2.1. Les ondes de surfaces : les ondes de Rayleigh

Les ondes de Rayleigh ont été découvertes en 1885 par le physicien Lord Rayleigh. C'est une onde dite de surface. Elle se propage à la surface libre d'un solide semi-infini, c'est un agencement particulier entre onde de compression et onde de cisaillement. La Figure 34 représente le déplacement d'un milieu à la surface duquel se propage une onde de Rayleigh. Par hypothèse la propagation se fait selon une direction horizontale, et la partie haute de la figure correspond à l'interface du milieu considéré.

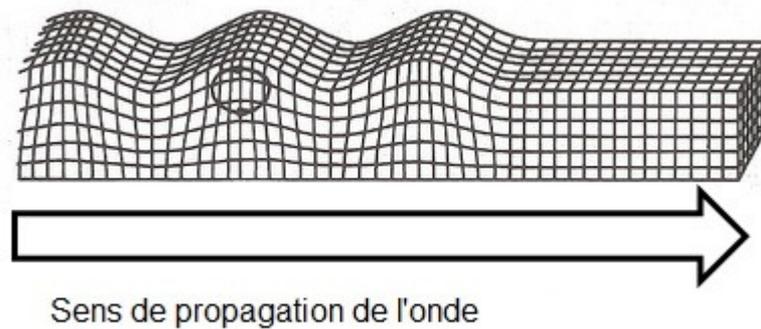


Figure 34 : Onde de Rayleigh

L'onde est non dispersive, c'est-à-dire que la vitesse des ondes de Rayleigh ( $V_r$ ) ne dépend pas de la fréquence. Mais elle dépend des valeurs des ondes de volumes ( $c_l$  et  $c_t$ ) quel que soit le milieu [Roy99] :

$$\left(2 - \frac{V_r^2}{c_t^2}\right)^2 - 4\sqrt{\left(1 - \frac{V_r^2}{c_l^2}\right)\left(1 - \frac{V_r^2}{c_t^2}\right)} = 0. \quad (2.3)$$

### 2.1.2.2. Les ondes de plaques : les ondes de Lamb

Les ondes de Lamb sont des ondes qui se propagent le long de guides de type plaques. Elles résultent de la superposition d'ondes longitudinales et transversales au sein de la plaque. Les ondes de Lamb sont classées en deux catégories relatives aux symétries du champ de déplacement ( $\vec{u}$ ) dans l'épaisseur de la plaque. Les modes sont dit symétriques lorsque les vibrations longitudinales (parallèles au plan de la plaque) sont égales et les composantes transversales (normales au plan de la plaque) sont opposées. Tandis que les modes antisymétriques ont des composantes longitudinales opposées et des composantes transversales égales (cf Figure 35).

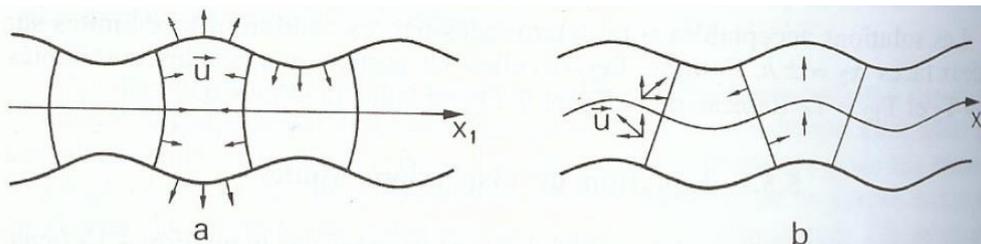


Figure 35 : Ondes de Lamb : a) symétrique, b) antisymétrique [Roy99]

Les ondes de Lamb sont dispersives, leurs vitesses varient en fonction du produit fréquence \* épaisseur ( $fe$ ). Les courbes de dispersion permettent d'obtenir la vitesse de phase en fonction de la fréquence et permettent de choisir le meilleur produit  $fe$  pour le contrôle (Figure 36). Les modes les plus souvent utilisés sont les modes  $S0$  et  $A0$ , car leurs vitesses de phase sont peu dispersives [Zho02, Bav10]. De plus, pour les bas  $fe$  ils peuvent être obtenus séparément des autres modes. Ces ondes sont très utilisées pour le contrôle du collage, c'est pourquoi une bibliographie plus développée est présentée au § 2.3.3.

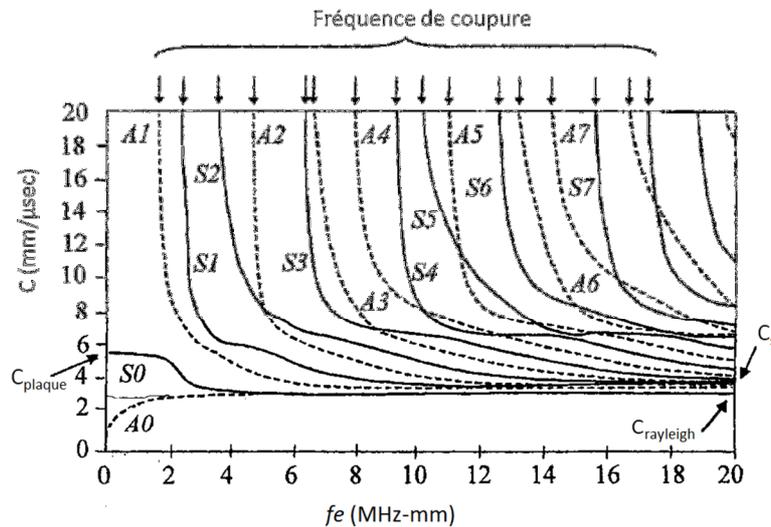


Figure 36 : Courbes de dispersion pour une plaque d'aluminium [Ros99]

## 2.2. Les techniques conventionnelles de contrôles utilisant les ondes de volume

### 2.2.1. Interaction entre les ultrasons et les interfaces

Aux interfaces, les ondes ultrasonores peuvent subir des réfractions et des réflexions, les différentes configurations sont présentées sur la Figure 37. Pour une onde incidente longitudinale ou transversale (respectivement L et T sur la Figure 37) dans une configuration ordinaire (angle d'incidence ( $\theta$ ) quelconque) deux ondes peuvent être réfractées ou réfléchies (cas 1 et 2). Si l'onde incidente est longitudinale, il existe deux angles remarquables. Le cas 3 expose le 1<sup>er</sup> angle critique ( $\theta_{c1}$ ), l'onde longitudinale devient une onde d'interface et seule l'onde transversale se propage dans le milieu 2. Ce cas arrive lorsque l'angle d'incidence remplit la condition suivante :

$$\sin \theta_{c1} = \frac{c_1}{c_{t2}} \quad (2.4)$$

Le cas 4 présente le second angle critique ( $\theta_{c2}$ ), dans ce cas il n'y a pas d'ondes réfractées dans le milieu 2, cela est possible lorsque l'angle d'incidence est compris entre le 1<sup>er</sup> angle critique défini dans l'équation précédente :

$$\text{arc sin } \theta_{c2} = \frac{c_1}{c_{t2}} \quad (2.5)$$

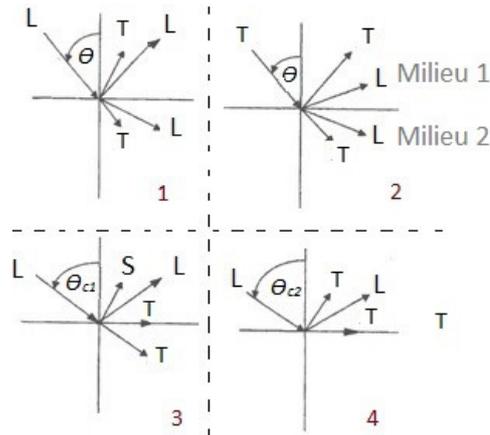


Figure 37 : Réfraction et réflexion d'une onde incidente

L'impédance acoustique ( $Z$ ) est liée à la propagation de l'onde sonore dans les matériaux. L'impédance acoustique dépend de la vitesse de l'onde dans le milieu ainsi que de sa masse volumique selon l'équation suivante :

$$Z = \rho * c . \quad (2.6)$$

Elle peut être positive ou négative selon le sens de propagation de l'onde. Voici une liste non exhaustive de valeurs d'impédances acoustiques ( $*10^6 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ ) [Dum96] :

- Aluminium : 33
- Eau : 1.5
- Plexiglas : 3.2.

Avec cette donnée, il est possible de calculer les coefficients de réflexion et de transmission d'une onde en incidence normale qui traverse deux milieux. En incidence normale, lorsque l'onde atteint l'interface entre les deux milieux, une partie de l'énergie acoustique traverse l'interface c'est l'onde « transmise » et l'autre partie est renvoyée c'est l'onde « réfléchie », cf Figure 38. Dans ce cas, il n'y a pas de conversion de mode. Lorsque l'onde incidente est longitudinale, l'onde réfléchie et l'onde transmise le sont également. Il en est de même si l'onde incidente est transversale.

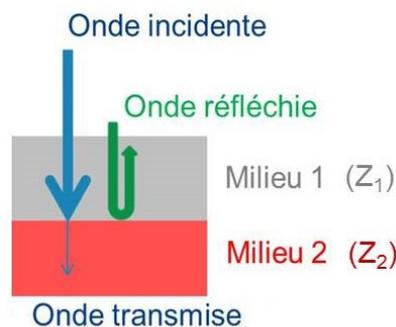


Figure 38 : Onde en incidence normale

Ainsi, le coefficient de réflexion peut être calculé en fonction de l'impédance acoustique selon la formule suivante :

$$R_{1-2} = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} . \quad (2.7)$$

Le coefficient de transmission vaut alors :

$$T_{1-2} = \frac{2 * Z_2}{Z_2 + Z_1} . \quad (2.8)$$

Avec ces deux relations, il est aisé d'en déduire que l'onde sera entièrement transmise si les deux impédances acoustiques sont égales. Cependant, l'impédance acoustique étant égale au produit de

la masse volumique par la célérité, il est difficile de trouver deux milieux ayant la même impédance. L'énergie transmise n'est donc pas totale. La réflexion peut être maximale, lorsque l'impédance acoustique du milieu 2 est très supérieure à l'impédance du milieu 1. La connaissance de l'impédance acoustique est donc un paramètre important dans le CND par ultrasonore.

### 2.2.2. Le choix de la méthode

#### 2.2.2.1. Le choix du couplant

Pour réaliser les mesures ultrasonores, plusieurs techniques de couplage peuvent être utilisées. Soit un contrôle par couplage liquide, dans ce cas plusieurs méthodes de contrôle existent. Quand la pièce est immergeable, le contrôle se fait dans une cuve ou une piscine. Sur le système présenté en Figure 39 un seul capteur est présenté, mais il est possible d'avoir deux bras motorisés.

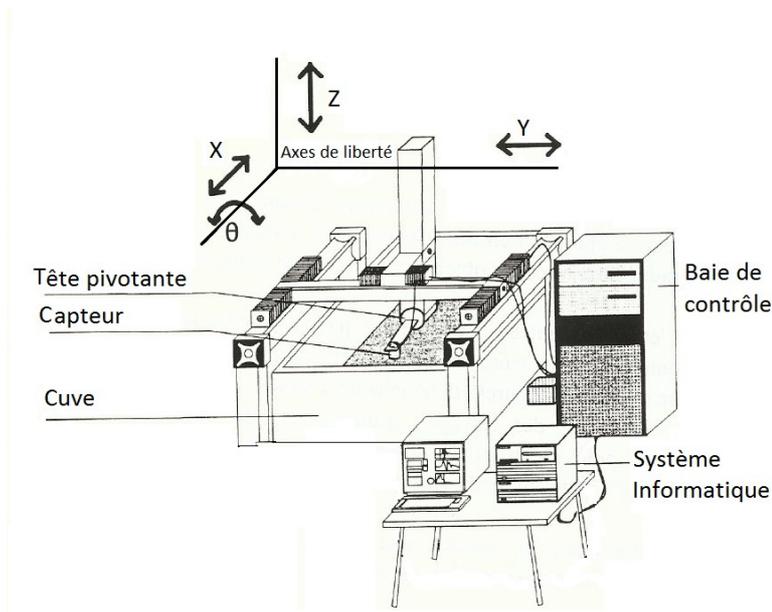


Figure 39 : Chaîne d'acquisition pour un contrôle en immersion

Lorsqu'il est impossible d'immerger toute la pièce, deux possibilités demeurent : la technique du jet d'eau (présentée dans le chapitre précédent au § 1.5.2), ou l'utilisation d'un couplant pour un contrôle au contact (cf Figure 40). L'utilisation de couplant liquide a plusieurs inconvénients. Le capteur doit toujours être bien positionné sur la pièce, la pression exercée doit être constante pour que les signaux reçus ne soient pas modifiés.



Figure 40 : Exemple de contrôle par contact avec couplant liquide

Le contrôle peut également se faire sans couplant liquide. Il est possible par exemple d'utiliser des capteurs électromagnétiques comme les EMAT (Electromagnetic Acoustic Transducers) qui utilisent la conductivité des matériaux pour générer des ondes ultrasonores longitudinales et transversales sans contact. Les ultrasons laser ou ainsi que les ultrasons avec couplage air sont également possibles.

### 2.2.2.2. La méthode pulse écho

La méthode pulse écho, est également appelée méthode échographique. La méthode pulse écho, consiste à analyser l'onde réfléchi. La détection de l'onde réfléchi peut se faire de deux façons distinctes :

- Deux capteurs sont placés côte à côte, l'un est utilisé pour l'émission l'autre pour la réception.
- Un seul capteur est utilisé, il fonctionne alternativement en tant qu'émetteur et en tant que récepteur

Selon l'angle d'incidence, il est possible de générer soit des ondes longitudinales (incidence normale) soit des ondes transversales (incidence oblique). Pour une pièce saine, l'onde se propage dans la section de la pièce en se réfléchissant sur la face inférieure, c'est ce qui est appelé écho de fond de la pièce. En présence d'un défaut, l'onde ultrasonore est stoppée dans sa propagation et se réfléchit sur le défaut pour repartir vers le capteur. Le signal de réception est alors modifié, et un écho caractéristique du défaut apparaît plus tôt dans le temps. La Figure 41 présente la méthode de contrôle lorsqu'un seul transducteur émetteur/récepteur est utilisé ainsi qu'un exemple de signal ultrasonore (A-Scan) redressé reçu en présence d'un défaut. Cette technique a pour avantage de ne nécessiter l'accès qu'à une seule face de la pièce. A l'aide de la mesure du temps de vol des échos, il est possible de positionner le défaut dans la profondeur de la pièce. Elle peut être utilisée lorsque la pièce est totalement immergée ou encore au contact avec ou sans couplant.

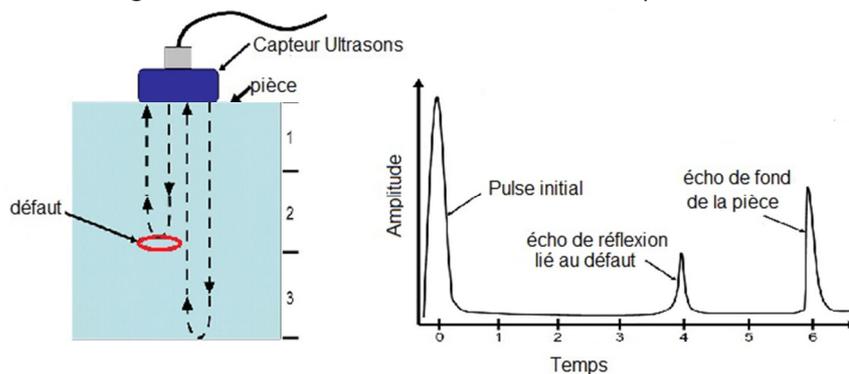


Figure 41 : Principe de la méthode pulse écho d'après une documentation technique national instrument [Ni10]

### 2.2.2.3. Les méthodes par transmission

La méthode en transmission, consiste à utiliser deux capteurs ultrasonores situés de part et d'autre de la pièce, l'un en émission l'autre en réception. Le signal analysé est celui de l'onde transmise au sein du matériau.

#### 2.2.2.3.1. Incidence normale

En incidence normale, les capteurs sont disposés perpendiculairement à la surface de chaque côté de la pièce, de façon à ce que l'angle d'incidence soit de  $0^\circ$ . L'onde ultrasonore est émise d'un côté de la pièce et est reçue de l'autre côté de la pièce par l'autre capteur. Pour une pièce saine, le signal reçu aura une amplitude de référence. En présence d'un défaut l'amplitude du signal reçu est affaiblie, voire nulle lorsqu'il y'a de l'air (porosité, décollement) sur une surface égale ou supérieure à la largeur du faisceau ultrasonore. La Figure 42 présente le dispositif pour contrôler une pièce en incidence normale ainsi qu'un exemple de signal ultrasonore (A-Scan) redressé sur une pièce saine. Dans ce cas l'écho de fond de la pièce est visible. Cette méthode permet de détecter rapidement un défaut. Néanmoins elle a l'inconvénient de ne pas pouvoir positionner le défaut en profondeur.

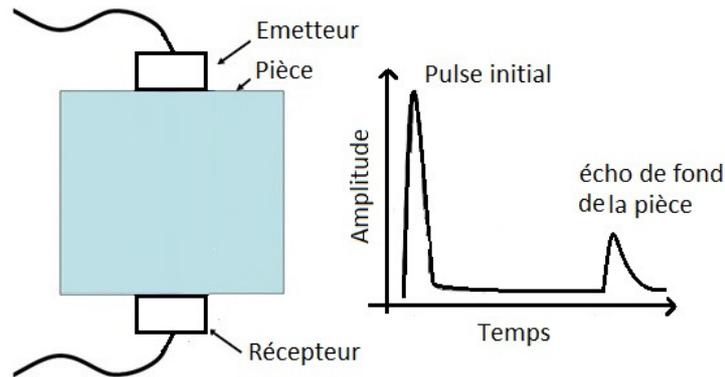


Figure 42 : Principe de la méthode transmission en incidence normale

### 2.2.2.3.2. Incidence oblique

L'incidence oblique est un contrôle en transmission où les transducteurs sont inclinés. Pour faciliter les échos transmis, les angles d'incidence sont opposés. Les capteurs peuvent être positionnés de chaque côté de la pièce (Figure 43 à gauche) ou du même côté de la pièce appelé mode tandem (Figure 43 à droite).

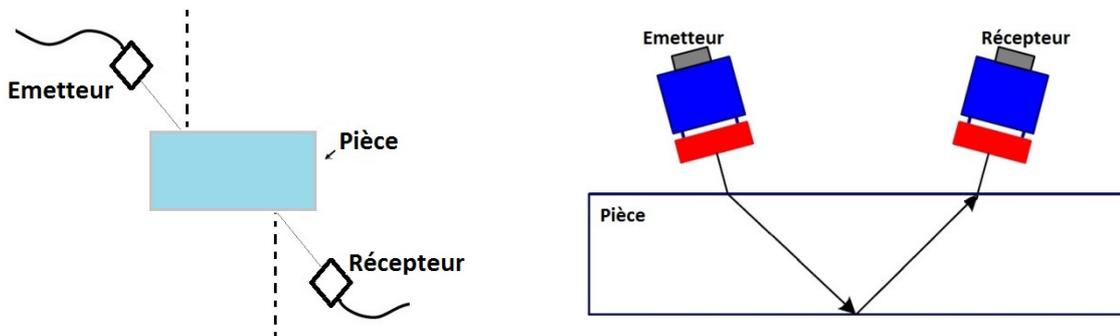


Figure 43 : Schéma de contrôle en incidence oblique en transmission à gauche, en mode tandem à droite

### 2.2.3. Analyse du signal ultrasonore

Pour utiliser les techniques ultrasonores dans le CND, il faut analyser et déterminer la nature des différents échos. La première représentation utilisée est le A-Scan, il est défini par Lefbevre et al [Lef04] comme le « signal temporel obtenu pour une position du transducteur ». Le résultat est visualisé sous la forme de la variation de l'amplitude en fonction du temps de parcours. Le temps de parcours est également appelé temps de vol. L'abscisse d'un A-Scan peut être aussi exprimée en distance lorsque la conversion temps de vol et distance parcourue est simple. Lorsqu'un balayage dans une seule direction (verticale ou horizontale) est effectué, une image de type B-Scan est obtenue. Le B-Scan est donc une suite d'A-scan le long d'une ligne. Un C-scan est une cartographie de la pièce, obtenue en déplaçant les capteurs dans deux directions (balayage et incrément), à chaque acquisition un A-Scan est enregistré. Le signal est analysé sur une fenêtre, temporelle pour correspondre à la profondeur de la pièce qui est contrôlée. Puis, l'amplitude maximale de l'écho dans la fenêtre est conservée pour obtenir la cartographie de la pièce. Les différentes configurations sont présentées sur la Figure 44. Un exemple schématique de résultats sur une pièce présentant un défaut est présenté en Figure 45.

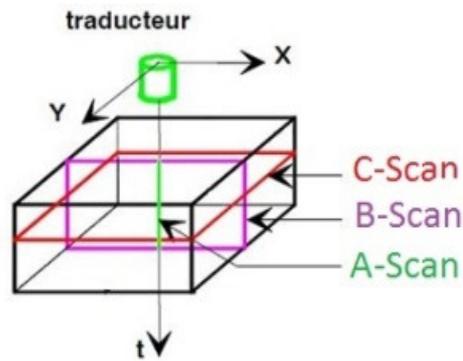


Figure 44 : Schéma des différentes configurations de mesures pour le A-Scan, le B-Scan et le C-Scan

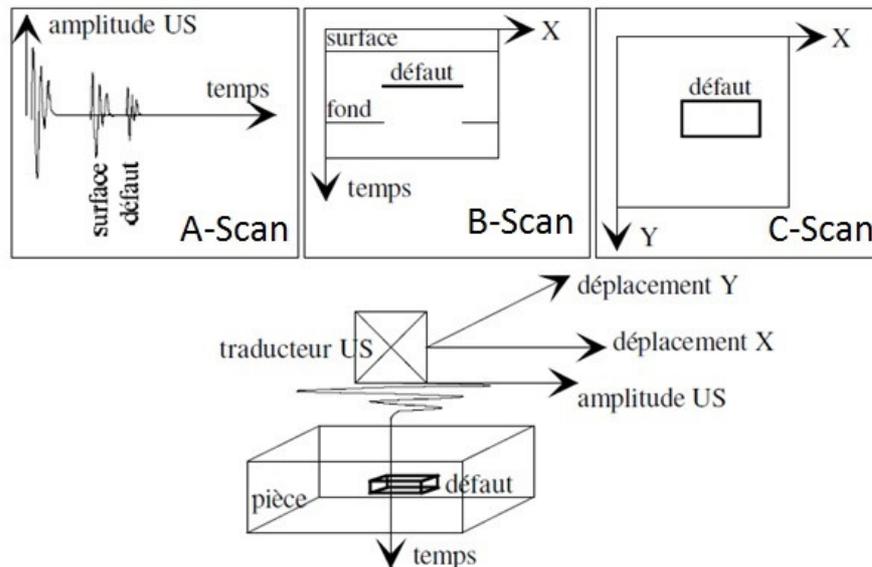


Figure 45 : Exemple schématique de résultat de contrôle sur une pièce contenant un défaut

#### 2.2.4. Conclusion

Cette présentation des différents types d'ondes ultrasonores les plus usuelles permet de définir les différents modes de propagation et ainsi de constater qu'elles se distinguent selon leur polarisation et le volume dans lequel elles se propagent. Selon les matériaux présents et les défauts recherchés, les différentes ondes peuvent donc être utilisées pour contrôler les pièces. Ce choix de méthode offre donc de nombreuses possibilités pour caractériser les assemblages collés. Le choix d'un capteur et de la méthode de contrôle dépendra donc des types de défauts recherchés (porosités, délaminage...) et des matériaux présents.

### 2.3. Acoustique linéaire appliquée au contrôle des assemblages collés

Les ondes ultrasonores classiquement utilisées sont des pulses d'ondes de cisaillement ou de compression. Pour des capteurs piézoélectriques, les plus fréquemment utilisés, la fréquence d'émission dépend de l'épaisseur de l'élément piézoélectrique. Généralement les fréquences utilisées vont de 1 à 20 MHz pour des pièces manufacturées. La tension d'alimentation est souvent de 100 à 400 volts.

Il a été montré dans les paragraphes précédents que les ondes ultrasonores pouvaient soit être réfléchies, soit être transmises. Le contrôle ultrasonore des pièces utilise soit l'onde réfléchie

(pulse écho) soit l'onde transmise (transmission) pour détecter les gros défauts (porosité, délaminage) dans différents types de matériaux (composites, acier...).

### 2.3.1. Analyse des différents échos dans un assemblage collé

#### 2.3.1.1. Les différents échos

Il a été présenté précédemment, que les contrôles par méthodes ultrasonores utilisaient principalement le temps de vol et l'amplitude des signaux reçus. Ces deux paramètres ne sont pas les seuls, une analyse des signaux ultrasonore plus pertinente permet d'obtenir de plus amples informations. Il est difficile de contrôler des assemblages collés dans les gammes de fréquence classiquement utilisées. D'une part, car les colles sont des matériaux fortement atténuants, il est donc difficile d'avoir une amplitude de l'onde transmise importante pour des très hautes fréquences (> 20 MHz). D'autre part, car dans le cas d'assemblage collé, il y a plusieurs interfaces entre un ou des matériaux et la colle. Il faut donc prendre en compte le coefficient de transmission à ces interfaces. Sur la Figure 46, la colle est le milieu 2 d'épaisseur ( $e$ ), les milieux 1 et 3 sont les matériaux à assembler, ils peuvent être identiques et, dans ce cas les impédances acoustiques sont égales ou bien différents.

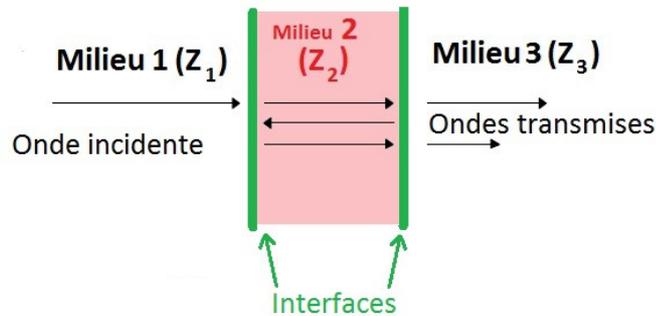


Figure 46 : Schéma d'un assemblage collé

En incidence normale, l'onde incidente rencontre deux interfaces successives (milieu 1/ milieu 2 et milieu 2/milieu 3). Il est important de noter que dans la colle (le milieu 2), l'onde peut subir des réflexions multiples à chaque interface, les ondes transmises dans le milieu 3 sont ainsi déphasées de [Cac02]:

$$\varphi = 2\pi \frac{2e}{\lambda} \quad (2.9)$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde, elle est fonction de la vitesse et de la fréquence de l'onde incidente. Le coefficient de transmission en énergie de l'onde incidente dans le milieu 3 vaut [Cac02] :

$$T_{1-2-3} = \frac{4Z_1 * Z_3}{(Z_1 + Z_3)^2 * \cos^2 \frac{2\pi e}{\lambda_2} + \left(Z_2 + \frac{Z_1 * Z_3}{Z_2}\right)^2 * \sin^2 \frac{2\pi e}{\lambda_2}} \quad (2.10)$$

Ce terme est important à connaître car deux cas particuliers peuvent arriver, le cosinus ou le sinus peuvent être nuls selon l'épaisseur de la colle. Le sinus est nul lorsque l'épaisseur de la colle est un multiple entier de la demi-longueur d'onde, le coefficient de transmission ( $T_{1/2}$ ) est simplifié et vaut [Cac02] :

$$T_{1/2} = \frac{4Z_1 * Z_3}{(Z_1 + Z_3)^2} \quad (2.11)$$

## Ch2. Les méthodes de contrôles non destructifs ultrasonores

Le coefficient de transmission ne dépend donc plus de l'impédance acoustique de la colle, toute l'énergie est transmise entre le milieu 1 et le milieu 3.

Le cosinus est nul lorsque l'épaisseur de la colle est égale à un multiple impair du quart de la longueur d'onde, le coefficient de transmission ( $T_{1/4}$ ) est simplifié et vaut [Cac02]:

$$T_{1/4} = \frac{4Z_1 * Z_3}{\left(Z_2 + \frac{Z_1 * Z_3}{Z_2}\right)^2}. \quad (2.12)$$

Cette valeur est intéressante à connaître, car selon les impédances acoustiques des milieux et la fréquence de l'onde incidente, il peut y avoir transmission totale dans le milieu 3. Cette particularité est utile notamment pour la conception des traducteurs [Wil06]. L'élément actif (milieu 1) est recouvert d'une ou plusieurs lames d'adaptation (milieu 2) pour améliorer la transmission de l'onde dans le milieu du contrôle (milieu 3). Par exemple entre une céramique et l'eau sans lame d'adaptation, peu d'énergie (environ 18 %) est transmise au niveau de l'interface céramique/eau [Wil06].

Ces deux résultats sont importants pour la suite de notre étude car pour étudier l'influence de la colle, il faudra éviter d'être dans des cas particuliers où les ondes seraient soit complètement réfléchies soit complètement transmises.

### *2.3.1.2. Traitement du signal*

L'écho provenant de l'interface du joint de colle est souvent noyé par les échos de réflexion multiple dans l'acier. Il est donc important d'améliorer le traitement du signal et de bien définir la provenance des échos

Severin et Maev étudient un assemblage d'acier et d'époxy et recherchent l'écho d'interface, les impédances acoustiques sont d'environ  $4.3 \times 10^7 \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$  pour l'acier et de  $0.3 \times 10^7 \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$  pour l'époxy. Ces deux valeurs donnent un coefficient de réflexion de -0.87 [Sev04]. L'atténuation a été mesurée au sein de la colle elle est de  $0.76 \text{ mm}^{-1}$  pour une fréquence de 7.5 MHz, et elle est encore plus intense pour des fréquences plus élevées. Severin et Maev ont cherché à améliorer le traitement du signal en appliquant divers traitement numérique (filtre, corrélation...) aux mesures ultrasonores. Dans un premier temps, ils multiplient les valeurs des amplitudes des C-Scans réalisés par le coefficient de réflexion autant de fois qu'il y a eu de réflexions. Il est constaté que le bruit est également augmenté. Les résultats obtenus ne sont pas satisfaisants car le contraste entre une zone saine et une zone endommagée reste faible. Dans un second temps, ils diminuent les bruits électroniques à l'aide d'un filtre passe-bas sur le récepteur et font une moyenne spatiale sur le C-Scan. L'image devient plus lisse, mais n'améliore pas sa lisibilité. Ces deux méthodes sont faciles à effectuer mais elles sont peu efficaces. Ils ont donc utilisé la corrélation croisée qui consiste à comparer le A-Scan mesurée à un A-Scan de référence, cela permet d'augmenter le contraste entre une zone bien collée et une zone mal collée. Le traitement du signal réalisé permet donc d'obtenir un meilleur contraste des cartographies ultrasonores réalisées et par conséquent plus de lisibilité sur la présence de défaut (décollement, pollution..). D'autres auteurs [Mir09] utilisent des méthodes de déconvolution. La liste présentée ici n'est pas exhaustive, de nombreux autres filtres numériques sont utilisés.

### *2.3.1.3. Analyse du spectre ultrasonore*

La spectroscopie ultrasonore est l'étude du spectre ultrasonore réfléchi ou transmis au sein d'un matériau en vue de caractériser les matériaux. Cette méthode est principalement utilisée pour la caractérisation de matériaux. Dès la fin des années 1980, elle a été employée pour caractériser les

propriétés d'un joint de colle [Rok86, Guy88a]. C'est la fréquence de résonance du joint qui est étudiée car elle dépend des caractéristiques géométriques du système et de la célérité des ondes dans le joint de colle. Elle est étudiée par Guyott et Cawley qui ont développé une méthode pour mesurer le module d'Young et l'épaisseur du joint de colle en fonction de la fréquence de résonance [Guy88b]. Selon eux, la fréquence de résonance ( $f_r$ ) d'un assemblage modélisé par un modèle masse-ressort –masse où les épaisseurs des substrats sont égales est donnée par l'équation suivante :

$$f_r = \frac{\sqrt{\frac{2 E_j}{\rho e}}}{2\pi} \quad (2.13)$$

où  $E_j$  représente le module d'Young de l'adhésif. Le module d'Young et l'épaisseur du joint de colle sont inconnus, en conséquence en mesurant deux modes de résonance, une solution unique de l'équation est déterminée. Les modules d'Young et l'épaisseur du joint de colle peuvent donc être déduits. Cependant avec seulement deux calculs, les résultats sont fortement dispersés. Il est donc préférable de mesurer plusieurs modes, en évitant le 1<sup>er</sup> mode, car ils montrent que le 1<sup>er</sup> mode est fonction de la rigidité (en augmentant l'épaisseur de la colle, le module diminue du même pourcentage). La spectroscopie ultrasonore permet également de suivre la polymérisation d'un époxy en évaluant les vitesses de phase des ondes, et l'atténuation des ondes longitudinales et transverses pendant le processus de réticulation de résines époxy [Fre98]. La mesure est réalisée dans l'eau, en transmission (en incidence normale ou oblique) à travers un échantillon de résine époxy contenue dans un moule étanche. C'est une technique intéressante mais qui est plutôt lente à réaliser. Des très hautes fréquences peuvent également être utilisées.

Finalement une analyse fine et une meilleure interprétation des signaux acoustiques permettent d'avoir des informations complémentaires sur la qualité du joint. C'est un point clé à bien maîtriser lorsqu'une technique de contrôle par ultrason est choisie.

### 2.3.2. Les techniques conventionnelles de contrôles utilisant les ondes de volume

Comme présenté dans le chapitre précédent au § 1.5, les ondes de volume en incidence normales sont déjà utilisées par les industriels pour contrôler les assemblages collés. Elles permettent de détecter les gros défauts.

L'incidence oblique en mode tandem permet de générer des ondes de cisaillement, en conséquence l'examen des propriétés interfaciales des assemblages collés est potentiellement plus sensible qu'en incidence normale [Pil88, Ehr10]. Selon Nagy, comme le chemin traversé par les ondes ultrasonores est différent de celui en incidence normale, les informations contenues dans les échos sont donc différentes [Nag92]. Pilarski et Nagy considéraient cette méthode comme intéressante pour détecter des joints de faibles adhésions ou des kissing bond [Pil88, Nag92]. Dans les deux cas, les éprouvettes réalisées sont des éprouvettes où l'adhésion faible est obtenue de manière artificielle soit en ajoutant de la graisse sur l'une des surfaces soit en modifiant la pression entre les substrats pour obtenir un contact différent. Une étude plus récente a été réalisée par Castaings [Cas14] à l'aide de capteur EMAT sur différents assemblages collés. Les assemblages sont des plaques d'aluminium de 3\*250\*200 mm<sup>2</sup> collées à l'aide d'un film adhésif. La zone de recouvrement fait 200 \* 50 mm<sup>2</sup>. Différents niveaux d'adhésions sont obtenus en utilisant différents traitements de surface (sablage, dégraissage, sablage et huile, sablage et film de colle supporté). Les signaux mesurés pour ces quatre échantillons sont comparés et montrent une bonne sensibilité des ondes de cisaillement aux

changements des propriétés interfaciales liées à l'adhérence. Il est envisagé que ces ondes puissent être utilisées pour déterminer des propriétés adhésives et cohésives des joints de colle.

L'utilisation des ondes de volume est donc importante pour quantifier la qualité d'un joint de colle. En incidence oblique la sensibilité semble meilleure mais c'est une méthode qui nécessite des réglages complexes pour trouver les angles d'incidence optimum.

### 2.3.3. Les ondes guidées : ondes de Lamb

L'utilisation d'ondes guidées pour caractériser des joints collés est très étudiée et notamment l'emploi d'ondes de Lamb qui se propagent selon plusieurs modes (Figure 36). Dans le cas d'un assemblage collé, la vitesse des ondes de Lamb est sensible aux propriétés mécaniques de l'adhésif [Bar89] ainsi qu'aux conditions aux limites entre le substrat et l'adhésif [Nag89a]. Souvent une étude de modélisation des courbes de dispersion est réalisée, afin de trouver le mode qui est davantage sensible aux propriétés du joint de colle qu'aux propriétés des substrats [Low00, Lou09, Lec10]. Deux méthodes sont envisagées dans la littérature : soit le matériau est homogénéisé, soit les conditions aux limites de chaque interface sont calculées. Il est préférable de n'exciter qu'un seul mode, sinon le signal reçu devient très complexe à analyser. Ces ondes sont principalement utilisées avec deux capteurs placés du même côté (mode tandem) et inclinés comme présenté sur la Figure 47, l'ensemble peut également être immergé. L'angle choisit correspond à la propagation d'une onde de Lamb pour la fréquence du transducteur.

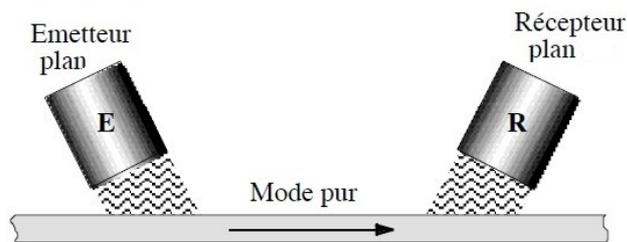


Figure 47 : Dispositif du contrôle par onde de Lamb pour un mode pur d'après [Cas02]

Afin de s'affranchir de couplant, de nouvelles méthodes émergent. Il est possible par exemple de remplacer les capteurs classiques par un laser [Hel10], le dispositif est présenté en Figure 48 ou encore par des capteurs aériens [Hil10].

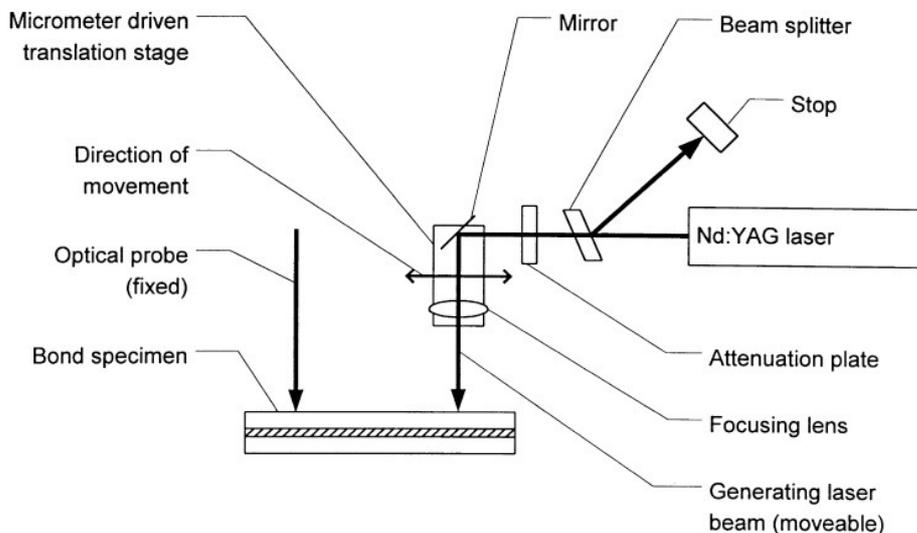


Figure 48 : Dispositif pour la génération d'ondes de Lamb par laser [Hel10]

L'utilisation des ondes guidées pour contrôler les assemblages collés est donc une méthode avantageuse. Pour réaliser un contrôle, l'accès à un seul côté de la pièce est nécessaire. De plus, les ondes guidées, elles permettent d'inspecter toute une longueur d'assemblage d'un coup et non point par point comme lors d'un contrôle en incidence normale par exemple. Néanmoins, cette méthode peut être difficile à mettre en place, car il faut trouver un mode auquel le défaut soit sensible dans une région non dispersive et en n'ayant aucun autre mode sensible [All92]. Cette particularité engendre donc d'avoir une connaissance précise des propriétés matériaux et de leurs épaisseurs.

### 2.3.4. Conclusion

Les ondes ultrasonores peuvent être utilisées de différentes manières pour le contrôle non destructif et s'adaptent à de nombreux matériaux. Souvent le contrôle d'un assemblage collé se fait par utilisation d'ondes longitudinales en incidence normale. Le contrôle en transmission permet de détecter rapidement des gros défauts mais nécessite un accès bilatéral de la pièce. A l'inverse le contrôle en pulse-écho permet de n'avoir accès qu'à une seule face et de positionner le défaut en profondeur. Néanmoins les résultats obtenus par ondes longitudinales ne concernent pas la qualité du joint de colle car les fréquences utilisées sont le plus souvent trop faibles pour distinguer les échos liés à la colle des échos liés aux substrats. Des plus hautes fréquences permettent de distinguer les différents échos, et d'identifier le ou les échos liés au joint de colle. Les ondes de cisaillement semblent prometteuses car les joints de colle sont sensibles à ce mode de sollicitations. Les ondes guidées offrent également une bonne solution pour la caractérisation du collage. Mais elles restent délicates à utiliser dû à la mise en place du dispositif de contrôle et à l'interprétation des signaux. D'autres pistes sont également étudiées depuis peu en considérant les principes de l'acoustique non linéaire. Les éléments théoriques de l'acoustique non linéaire et les méthodes de contrôles associées sont présentées dans la partie suivante.

## 2.4. Acoustique non linéaire

### 2.4.1. Elasticité non linéaire

Le lien entre l'acoustique et la mécanique est fort, il est difficile de séparer la notion de propagation d'ondes mécaniques dans un solide de la notion d'élasticité des solides. L'élasticité linéaire est classiquement décrite dans les matériaux par la loi de Hooke, qui traduit le fait que contraintes ( $\sigma$ ) et déformations ( $\varepsilon$ ) sont proportionnelles et liées par un coefficient : le module élastique ( $M$ ). Cette équation constitue la base de l'acoustique linéaire :

$$\sigma = M\varepsilon . \quad (2.14)$$

Cependant de nombreuses expérimentations ont montré que le comportement élastique de la plupart des solides n'est pas linéaire. Dans le domaine d'élasticité non linéaire, le coefficient élastique ( $M$ ) n'est plus constant, il dépend de la déformation ( $\varepsilon$ ). A l'ordre deux, lorsque les matériaux ne sont pas endommagés une loi de comportement est souvent proposée sous la forme suivante :

$$\sigma = M_0\varepsilon(1 + \beta\varepsilon) \quad (2.15)$$

où ( $M_0$ ) est le module d'élasticité linéaire, ( $\beta$ ) le paramètre non linéaire élastique quadratique, il représente l'évolution du module d'Young des matériaux en fonction de la déformation, il est sans unité. Cette loi est applicable à tous les matériaux, puisqu'à l'ordre un le modèle linéaire classique est retrouvé. Les ordres suivants permettent de prendre en compte les effets induits par la non linéarité cubique, etc...

### 2.4.2. Acoustoélasticité

L'acoustoélasticité est la théorie qui décrit le comportement d'un matériau non linéaire sous contrainte statique : la vitesse de propagation des ondes est dépendante de la déformation du matériau. La théorie de l'acoustoélasticité sera plus développée dans le chapitre suivant. Ce paragraphe présente une première approche. La vitesse des ondes longitudinales a été donnée par l'équation (2.1) pour un milieu linéaire, mais pour un milieu linéaire et unidimensionnel ( $v_1$ ) elle peut également s'écrire :

$$v_1 = \sqrt{\rho^{-1} \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon}} . \quad (2.16)$$

En combinant les équations (2.14) et (2.15) nous obtenons la vitesse des ondes longitudinales au premier ordre en déformation :

$$v_1(\varepsilon) \approx v_1^0(1 + \beta\varepsilon) . \quad (2.17)$$

Avec  $v_1^0$  la vitesse des ondes longitudinales lorsque la contrainte est nulle. Par conséquent nous pouvons obtenir variation relative de vitesse induite par une contrainte statique :

$$\frac{\Delta v_1}{v_1^0} = \beta \Delta \varepsilon \quad (2.18)$$

avec  $\Delta \varepsilon$  la déformation statique.

Le coefficient de proportionnalité  $\beta$  est appelé coefficient acoustoélastique. C'est une caractéristique intrinsèque des matériaux. Il est souvent utilisé pour caractériser l'état de contrainte dans les matériaux homogènes [Egl76, Cha06]. Le coefficient  $\beta$  dépend de la nature du matériau, et une grande variété de valeurs est observée. Différentes valeurs du coefficient  $\beta$  ont pu être déterminées afin de caractériser les matériaux et sont présentées sur le tableau suivant.

Granite [Joh96]	$\beta = -441$
Béton [Pay09]	$\beta = -157$
Titane [Cou10]	$\beta = 2.5$
Céramique [Joh96]	$\beta = 24\ 000$

Tableau 2 : Paramètres non linéaire élastique classique pour différents types de matériau

### 2.4.3. Acoustique non linéaire

#### 2.4.3.1.Principe

La non linéarité des matériaux peut être utilisée en contrôle non destructif car elle est sensible à certaines formes d'endommagements. De plus, cette sensibilité est réputée environ dix fois plus importante que celle des paramètres linéaires [Nag98]. La démarche expliquée dans cette partie a pour but d'exposer brièvement les mécanismes mis en jeu dans la propagation d'ondes non linéaire [Ras97]. Quand une onde élastique mono fréquentielle se propage dans un milieu élastique non linéaire, une déformation locale apparaît dans le milieu à un instant donné. Dans les parties en compression (déformation négative) la vitesse augmente avec l'amplitude de l'onde tandis qu'elle diminue dans les parties en traction (déformation positive, selon le signe de  $\beta$ ), cf Figure 49.

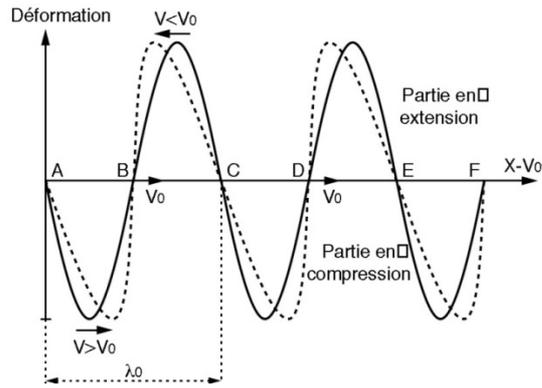


Figure 49 : Distorsion du profil de l'onde se propageant dans un milieu linéaire (-) et non linéaire (- -) [RAS96]

Lorsqu'un matériau non linéaire est excité par une onde monochromatique de fréquence  $\omega$ , le signal se distord et la non linéarité génère des fréquences harmoniques ( $2\omega, 3\omega...$ ) d'ordre  $i$  inexistantes initialement et dont l'amplitude  $A(\omega)$  est proportionnelle à celle de la fondamentale au coefficient non linéaire élastique classique près. C'est ce qui est appelé génération d'harmoniques.

Ainsi, si l'on considère la non linéarité quadratique, la réponse non linéaire associée à un signal d'entrée ( $S(t)$ ) est de l'ordre de  $S^2$ .

Pour une onde monochromatique de type :

$$S(t) = A \sin(\omega t). \quad (2.19)$$

La réponse non linéaire associée sera de l'ordre de  $S^2$ , soit :

$$S^2(t) = A^2 \sin^2(\omega t) = \frac{A^2}{2} (1 - \cos(2\omega t)). \quad (2.20)$$

Il apparaît alors un terme indépendant du temps, un second terme de pulsation qui est le double de celui injecté dans le système.

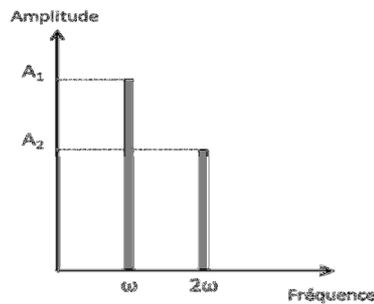


Figure 50: Spectre fréquentiel d'une onde se propageant dans un milieu non linéaire pour une onde monofréquentielle

L'analyse de ce spectre fréquentiel (Figure 50) donne deux informations importantes :

- L'amplitude du fondamental ( $A_1$ )
- L'amplitude de la 1<sup>ère</sup> harmonique ( $A_2$ ), obtenue à la pulsation  $2\omega$

Ces deux informations nous permettent d'extraire une information relative au paramètre non linéaire  $\beta$  du matériau. Ce paramètre est en effet proportionnel au rapport de l'amplitude de la seconde harmonique sur le carré de l'amplitude du fondamental, soit [Abe97]

$$\beta \propto M_0 \frac{A_2}{A_1^2}. \quad (2.21)$$

Afin de déterminer  $\beta$ , il est nécessaire d'effectuer plusieurs mesures en faisant varier l'amplitude de la fondamentale. Pour chaque amplitude de la fondamentale ( $A_1$ ), la valeur de l'amplitude  $A_2$  est notée. La valeur du paramètre non linéaire se fait par la pente de la droite

$$A_2 \propto \frac{\beta A_1}{M_0}. \quad (2.22)$$

## Ch2. Les méthodes de contrôles non destructifs ultrasonores

De la même façon, cette technique peut être utilisée avec 2 sources de fréquences  $\omega_1$  et  $\omega_2$ . Le raisonnement reste identique mais des fréquences supplémentaires dites mixées apparaissent ( $\omega_1 + \omega_2$ ,  $\omega_1 - \omega_2$ ). L'interaction d'onde a été utilisée par Cavaro et al [Cav11], pour tenter de caractériser le taux de vide et l'histogramme d'une population de bulles présentes dans le sodium. La présence des fréquences mixées est visible sur la Figure 51. Ces fréquences apparaissent quand  $\omega_1$  correspond aux fréquences de résonances des bulles présentes dans le milieu. La fréquence de résonance ( $f_{res}$ ) et le rayon des bulles ( $R_0$ ) étant liés selon l'équation 2.23, il est alors possible de reconstruire l'histogramme des bulles.

$$f_{res} = \frac{1}{2\pi R_0} \sqrt{\frac{3\gamma p_0}{\rho}} \quad (2.23)$$

avec  $\rho$  la densité du liquide,  $p_0$  la pression statique,  $\gamma$  le coefficient adiabatique du gaz.

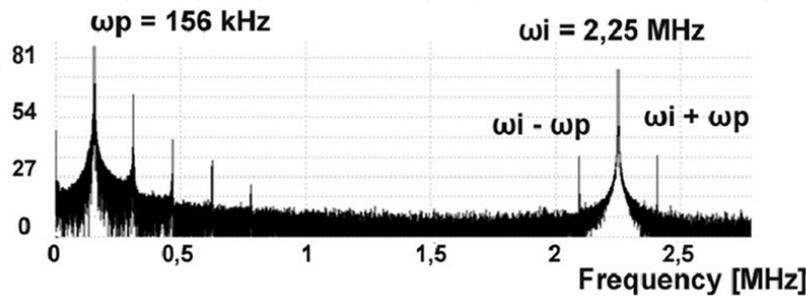


Figure 51 : Interaction de deux ondes dans un milieu non linéaire [Cav11]

Plusieurs méthodes de contrôles non destructifs utilisent la non linéarité des matériaux. Les paragraphes suivants expliqueront l'intérêt de deux grands types de méthodes (génération d'harmonique, et Dynamic Acousto Elastic Testing (DAET)) utilisant l'acoustique non linéaire pour le contrôle des assemblages collés.

### 2.4.3.2. Génération d'harmoniques

Cette méthode permet d'évaluer le paramètre non linéaire, elle se fait en transmission ou en réflexion. Dans le cas d'un dispositif avec une seule source émettrice, le train d'onde mono fréquentiel haute fréquence (généralement de quelques mégahertz) est émis à l'aide d'un générateur de fonction. L'amplitude de l'onde ultrasonore doit être suffisamment élevée pour provoquer une déformation mécanique locale et d'engendrer ensuite les composantes des harmoniques. En conséquence, le signal est amplifié à l'aide d'un amplificateur de puissance. Le signal est transmis à travers la pièce à contrôler par l'intermédiaire d'un capteur de fréquence centrale  $f$ . Le récepteur est un autre capteur de fréquence centrale  $2f$ , qui transmet le signal reçu à un préamplificateur qui lui-même transfère le signal à un oscilloscope. L'amplitude de la seconde harmonique est obtenue à l'aide d'une transformée de Fourier. Les résultats sont ensuite analysés par ordinateur. Le dispositif est présenté sur la Figure 52.

## Ch2. Les méthodes de contrôles non destructifs ultrasonores

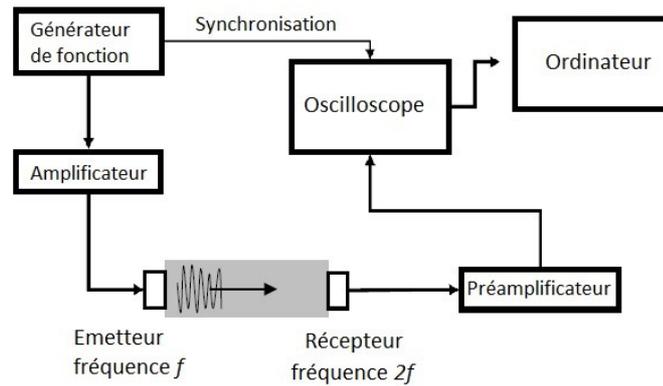


Figure 52 : Exemple de dispositif pour la génération d'harmoniques avec une seule source émettrice d'après [Pay07]

Lorsque deux sources émettrices sont utilisées (une haute et une basse fréquence), l'avantage est de ne pas nécessiter l'amplification des hautes fréquences, qui est assez délicat à réaliser. Les basses fréquences perturbent la zone contrôlée, et la haute fréquence sonde la même zone. Elle rapporte les caractéristiques de la zone traversée. Le dispositif est présenté à la Figure 53

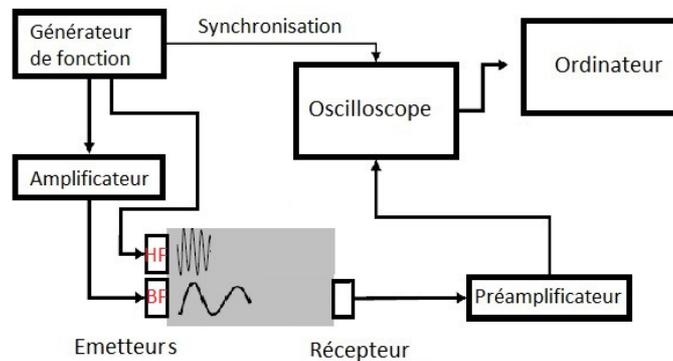


Figure 53 : Dispositif pour l'interaction d'ondes avec deux sources émettrices [Pay07]

Cette méthode a débuté à la fin des années 90 avec Johnson qui a montré la sensibilité de la méthode à l'endommagement dans plusieurs matériaux [Joh99]. L'intérêt de cette méthode pour contrôler les assemblages est qu'elle nous informe sur la résistance mécanique du joint de colle. Plusieurs études sont réalisées sur l'évaluation d'un joint de colle via la génération d'harmonique. En 2000 Rothenfusser et al. utilisent une seule haute fréquence (2 MHz) pour générer et analyser les harmoniques dans un assemblage collé (aluminium/époxy/aluminium). Les deux capteurs utilisés sont plans ou focalisés. Il montre qu'il existe une dépendance quadratique de la seconde harmonique en fonction de la première harmonique. Une augmentation de l'épaisseur du joint de colle (de 35 à 185 mm) conduit à une diminution de la seconde harmonique transmise cf Figure 54. Ce résultat est très intéressant, car il montre l'importance de l'épaisseur du joint de colle sur l'amplitude de la seconde harmonique [Rot00].

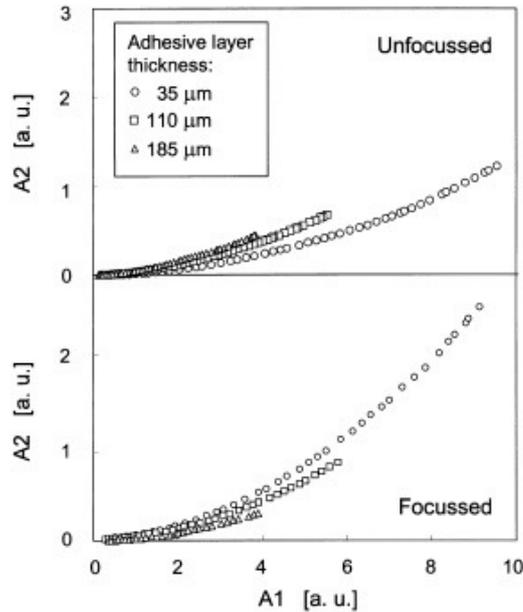


Figure 54 : Les signaux A2 en fonction de A1, mesurés par transmission Les transducteurs d'émission et de détection sont respectivement plans et focalisés. [Rot00].

En 2002, Bockenheimer et al. appliquent la méthode sur des assemblages collés (aluminium/époxy/aluminium) qu'ils modifient soit par chargement mécanique (application d'une torsion) soit par vieillissement hygrothermique (Figure 55).

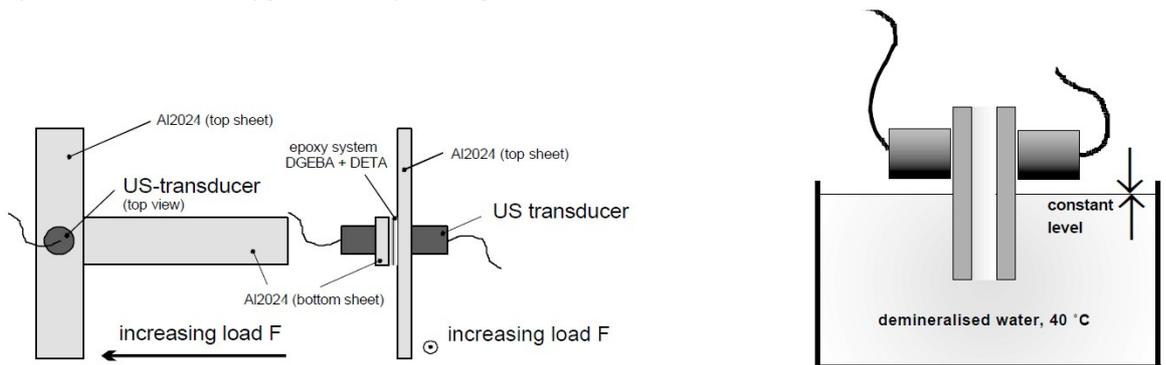


Figure 55 : Modification des assemblages collés : à gauche par torsion à droite par vieillissement hygrothermique [Boc02]

Malgré une perte importante de résistance au cisaillement, aucune diminution de la qualité du joint n'est détectée. La variation d'amplitude de la seconde harmonique est trop faible comme indiqué sur la Figure 56 [Boc02]. Ils supposent que le changement des propriétés mécaniques est probablement trop faible pour être détecté. Cependant la figure montre qu'il y a plus de sensibilité sur la seconde harmonique puisque les variations relatives sont en moyenne plus importantes.

## Ch2. Les méthodes de contrôles non destructifs ultrasonores

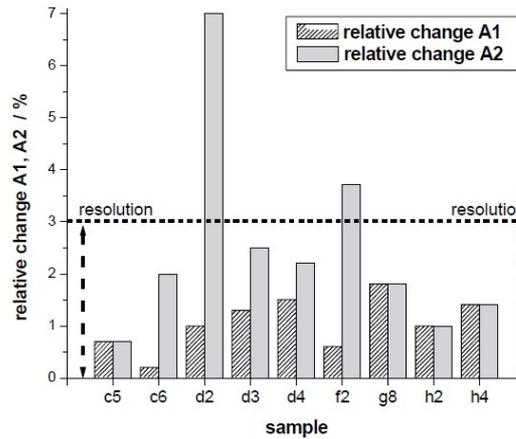


Figure 56 : Variations maximales des amplitudes de A1 et A2 pour une série d'échantillons sous une charge de torsion croissante [Boc02]

En 2009 Yan et al. appliquent cette technique à des assemblages métal/métal qui sont en contact grâce à une contrainte, ces éprouvettes permettent de simuler un kissing bond, le dispositif est présenté en Figure 57.

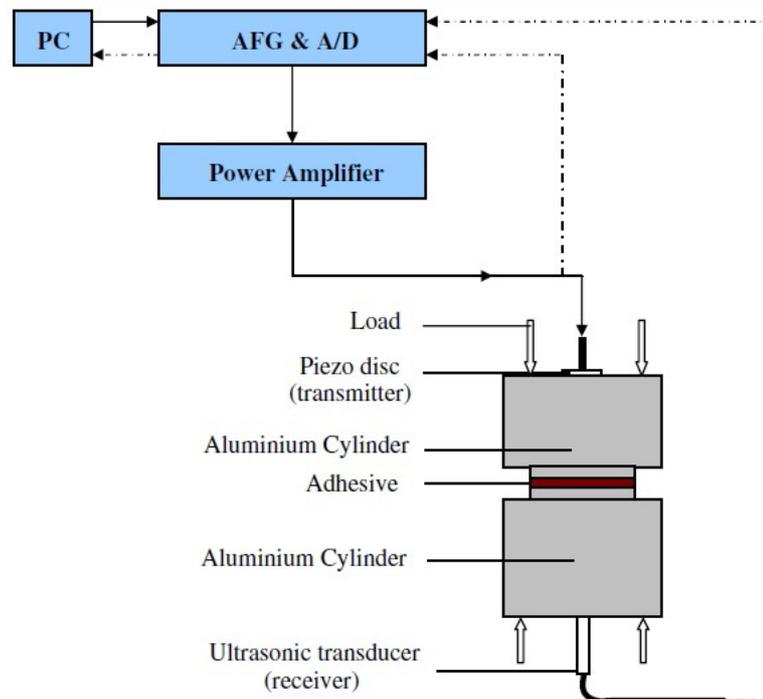


Figure 57 : Dispositif expérimental pour obtenir des kissing bond [Yan09]

Mais son étude confirme que la méthode des harmoniques est délicate à mettre en œuvre car les non linéarités observées ne sont pas uniquement liées au matériau mais également au dispositif électronique [Yan09]. Par conséquent les résultats obtenus se font par comparaison, ils sont uniquement qualitatifs. Lorsque l'échantillon est bon, la réponse est essentiellement linéaire, lorsque le matériau a des fissures, des harmoniques apparaissent.

En 2012, Yan et al continuent de développer leurs expériences de caractérisation des joints de colle et leur modèle [Yan12]. Ils travaillent toujours sur des assemblages de type aluminium/époxy/aluminium. En faisant varier la pression, différentes qualités de joints sont obtenues allant ainsi du décollement complet (sans charge) au contact intime avec une charge élevée. Il convient de noter qu'à aucun moment un véritable collage existe entre l'époxy et

l'aluminium. Dans cet article le modèle de Biwa [Biw04] est utilisé, il définit le paramètre non linéaire  $\beta'$  pour une seule interface en contact partiel de la façon suivante :

$$\beta' = \frac{A_2}{A_1^2} \quad (2.24)$$

où  $A_2$  est l'amplitude de la deuxième harmonique et  $A_1$  l'amplitude de la fondamentale.

La Figure 58 présente le signal reçu en transmission à 3.5 MHz lorsque l'éprouvette est chargée à 0.16 MPa. Il ne permet pas de distinguer les différents échos d'interface alu/époxy puis époxy/alu. Le signal d'excitation est en effet très long ( $\approx 15$  alternances).

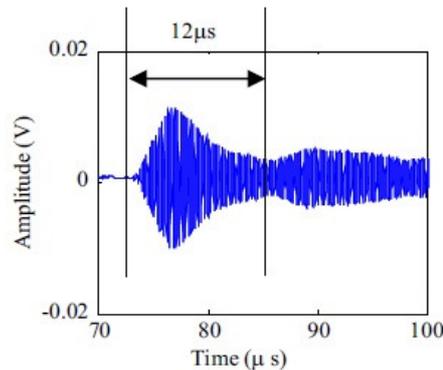


Figure 58 : Signal temporel mesuré après transmission à travers une éprouvette de kissing bond chargée en compression [Yan12]

Le signal est ensuite fenêtré sur 12  $\mu$ s afin d'éviter les réverbérations dans les substrats d'aluminium. De cette manière, le signal reçu est attribué à la couche d'adhésif uniquement. Deux chargements différents sont testés :

- le 1<sup>er</sup> à 0.16 MPa correspond à une charge faible et à une non-linéarité élevée car le kissing bond peut s'ouvrir
- le 2<sup>nd</sup> à 1.6 MPa est chargé plus fortement mais la non linéarité est considérée logiquement comme plus faible élevée car le kissing bond est plus fermé

Les résultats expérimentaux sont ensuite comparés avec un modèle de propagation d'onde unidimensionnel. Afin d'examiner l'influence de l'épaisseur de l'adhésif sur la valeur de  $\beta'$ , plusieurs simulations ont été réalisées avec différentes valeurs d'épaisseurs à une pression de 1.6 MPa. Lorsque l'adhésif est fin, l'amplitude du fondamental ( $A_1$ ) varie fortement en fonction du rapport épaisseur de l'adhésif sur longueur d'onde, cela est moins remarquable pour des adhésifs plus épais. Le facteur  $\beta'$  est également affecté par ce ratio pour des épaisseurs d'adhésif faibles (cf Figure 59).

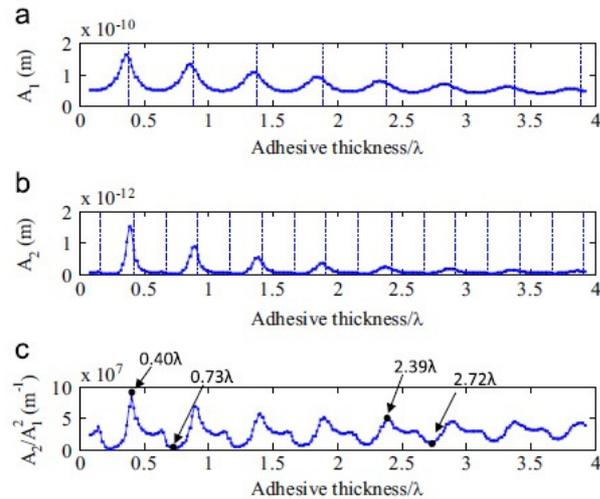


Figure 59 : Simulation du signal reçu en transmission d'une éprouvette chargée à 1.6 MPa  
(a)  $A_1$ , (b)  $A_2$ , (c)  $A_2/A_1^2$  [Yan12]

Ces simulations indiquent que cette influence doit être considérée lors de l'interprétation des signaux reçus dans les essais de génération d'harmonique afin de relier la valeur de  $\beta'$  au chargement de leur interface de type kissing bond. Le même type de résultats numériques est présenté avec une pression de 0.16 MPa. Il a été montré que la valeur du paramètre non linéaire  $\beta'$  obtenue est dépendante du système. La valeur de  $\beta'$  varie, en fonction du rapport de l'épaisseur de la colle sur la longueur d'onde à laquelle la mesure a été faite. Cet effet est réduit pour des joints épais ou des fréquences plus élevées et, dans certains cas, il est possible d'extraire un  $\beta'$  qui correspond à une seule interface et qui est donc indépendant de la dynamique du reste du système collé.

En conclusion, les mesures non linéaires effectuées habituellement par recherche d'harmonique nécessitent un dispositif complexe. De plus, les paramètres utilisés dans les différents articles (substrat, épaisseurs des joints...) sont loin des conditions industrielles. La plupart des adhésifs utilisés industriellement ont des épaisseurs allant de 0.1 à 1 mm et la fréquence ultrasonore typique utilisée pour les CND vont de 1 à 20 MHz. Dans la fenêtre d'extraction de données il y aura souvent des réflexions des ondes, mais les différents échos ne sont pas toujours séparables. Un traitement du signal adapté est nécessaire.

#### 2.4.3.1. Dynamic Acousto Elastic Testing

Une autre méthode est la méthode Dynamic Acousto Elastic Testing (DAET), développée notamment dans le cadre d'étude des micro-endommagements des os [Ren08]. Elle consiste en une détermination des paramètres non linéaires sous sollicitation dynamique.

Lors d'essais dynamiques, l'éprouvette est sollicitée par une onde dite de pompage, de forte amplitude et de basse fréquence (BF) généralement sa fréquence de résonance. Cette onde est injectée sur plusieurs périodes afin de mettre l'éprouvette sous contrainte et ainsi créer au sein de l'éprouvette des mouvements de traction et de compression. Ces mouvements permettent d'activer des non linéarités liées aux défauts. Le transducteur ultrasonore envoie des impulsions à une fréquence beaucoup plus élevée (HF) et de faible amplitude. Il y aura donc une superposition des impulsions de haute fréquence sur le signal basse fréquence des sollicitations (Figure 60).

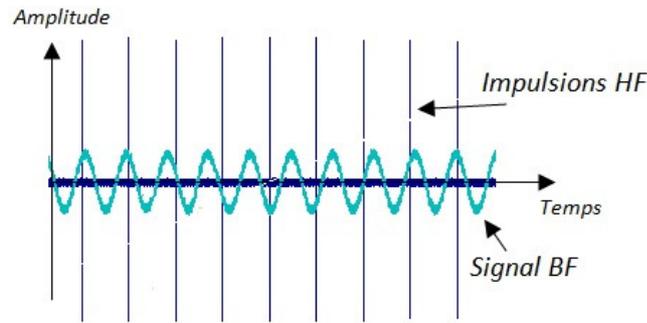


Figure 60 : Superposition des impulsions haute fréquence sur le signal des sollicitations basse fréquence

Selon la phase (compression ou traction) dans laquelle se trouve le matériau, le temps de vol des impulsions ultrasonores va évoluer selon le même principe que pour la Figure 49. Ainsi, en phase de compression, le temps de vol est diminué. Au contraire, en phase de traction, le temps de vol des ondes ultrasonores augmente (Figure 61).

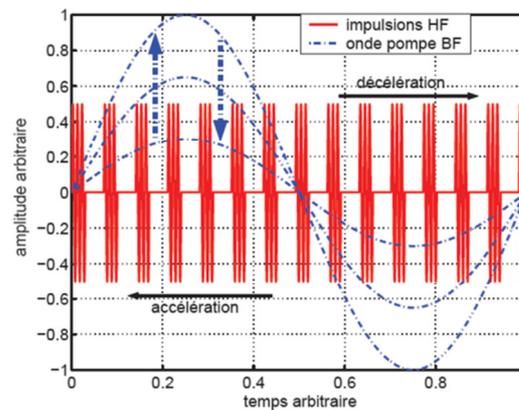


Figure 61: Signaux utilisés pour la méthode DAET [Ren08]

Grâce à la relation distance/temps :

$$c = \frac{d}{t}. \quad (2.25)$$

Il est possible de relier la variation relative du temps de vol ( $\Delta t$ ) et la variation relative de vitesse ( $\Delta c$ ) selon la formule suivante :

$$\frac{\Delta t}{t_0} \approx -\frac{\Delta c}{c_0} \quad (2.26)$$

où  $t_0$  est le temps de vol de référence et  $c_0$  la vitesse de référence, c'est-à-dire lorsqu'il n'y a aucune contrainte appliquée sur le substrat.

Ainsi, il devient pratique de tracer la variation relative de vitesse en fonction des contraintes dans le substrat. Cette méthode n'a pas encore été testée sur les assemblages collés, mais elle semble prometteuse car les sollicitations à appliquer sur le matériau ne sont pas destructives et la mesure de temps de vol est a priori plus facile et plus robuste que la mesure de l'amplitude d'une harmonique qui est elle-même influencée par l'électronique, le couplage...).

#### 2.4.3.2. Modulation de l'énergie

Le principe de la méthode est le même que pour la méthode DAET, mais au lieu de calculer la variation relative du temps de vol, ici c'est la variation relative d'énergie qui est mesurée. Pour obtenir l'énergie à partir d'un écho ultrasonore de l'éprouvette sous sollicitation, il faut appliquer une transformée de Fourier au signal et calculer l'aire au carré sous la courbe. C'est la variation relative de vitesse qui indique les non linéarités dans le matériau. Seuls les premiers aller/retour des

ondes dans l'assemblage sont mesurables, cela revient à travailler sur les coefficients de réflexion en vitesse de propagation. Deux hypothèses sont émises. Tout d'abord que la variation de vitesse de propagation des ondes dans les substrats d'aluminium est quasi nulle devant celle dans l'adhésif. Ensuite la variation des masses volumiques de chaque matériau est négligeable. L'étude de la variation relative du coefficient de réflexion revient alors à celle de la vitesse dans l'adhésif. En mode écho, le signal du premier écho de retour dans le substrat donne les amplitudes représentatives du coefficient de réflexion dans le substrat influencé par le comportement de l'adhésif. Pour être en cohérence avec la théorie de l'acoustoélasticité, il est nécessaire de tracer alors les variations du coefficients de réflexion sur le coefficient de référence à l'interface substrat/colle en fonction des contraintes qui peuvent être calculées à partir de l'amplitude de la basse fréquence. Cette méthode est utilisée par La Roca et al [LaR10] pour déterminer le paramètre non linéaire quadratique d'un joint de colle à l'aide du dispositif présenté en Figure 62.

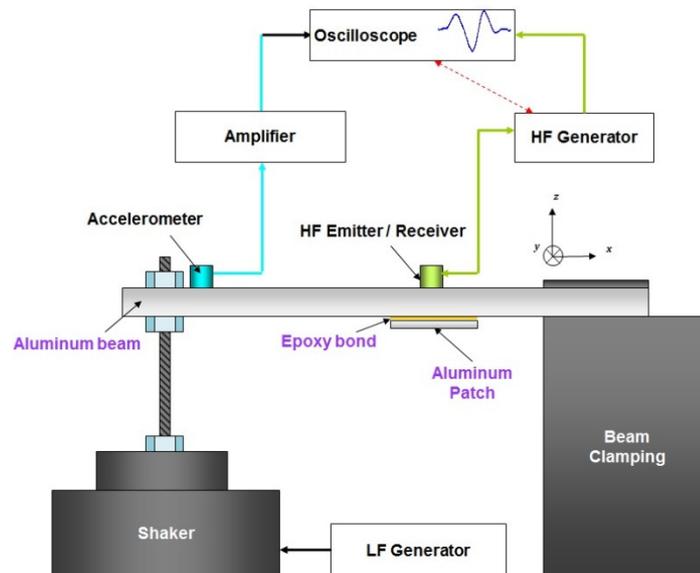


Figure 62 : Dispositif pour le DAET d'après [Lar10]

L'éprouvette est constituée d'un substrat d'aluminium et d'un patch en aluminium collé par de la colle époxy. Elle est encastrée d'un côté et mise sous flexion à partir d'un pot vibrant. Le mode utilisé est un mode pulse écho avec un transducteur à ondes longitudinales de 5 MHz. Différentes éprouvettes sont testées, les substrats n'ont pas tous eu les mêmes préparations. Un bon collage est obtenu en réalisant une bonne préparation de surface (dégraissage de la surface ainsi qu'un ponçage) et la polymérisation a eu lieu à l'air libre. Une mauvaise cohésion est réalisée en faisant une bonne préparation de surface mais en laissant polymériser les 2 substrats en amont. Puis après un temps d'attente, les 2 substrats sont mis en contact. Une mauvaise adhésion est réalisée en n'effectuant aucune préparation de surface, et une polymérisation à l'air libre. Ils obtiennent ainsi les variations relatives de vitesse en fonction de la contrainte appliquée (Figure 63) et déterminent ainsi le paramètre non linéaire quadratique d'un joint de colle.

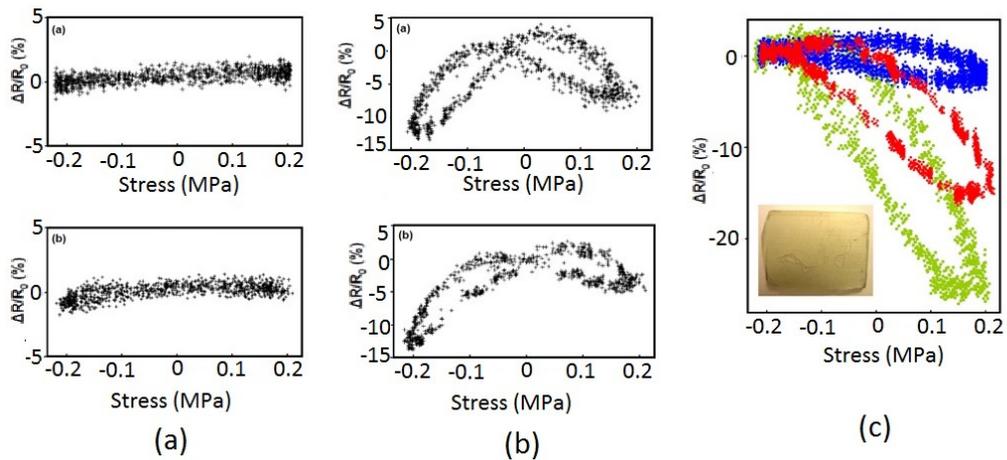


Figure 63 : Évolution du coefficient de réflexion en fonction des contraintes dans un joint de colle  
(a) : bon collage, (b) mauvaise cohésion, (c) mauvaise adhésion

Les résultats restent qualitatifs mais cette technique semble prometteuse pour caractériser les joints de colle. Des incertitudes restent présentes notamment avec le couplage du capteur et la qualité des éprouvettes.

## 2.5. Conclusion

Ce chapitre présente les différentes méthodes ultrasonores utilisées en CND. L'utilisation des ultrasons est très courante, il existe de nombreuses méthodes applicables selon les matériaux et les défauts recherchés. Dans l'industrie le contrôle des assemblages collés se fait souvent en transmission, avec des capteurs en incidence normale. Cependant, les fréquences utilisées de l'ordre d'une dizaine de MHz ne sont pas suffisamment élevées pour différencier les échos de réflexion à l'interface. Cette méthode de contrôle ne donne pas d'information sur le niveau d'adhésion. L'utilisation des ondes guidées est une piste intéressante étudiée par plusieurs laboratoires en France (I2M à Bordeaux, LOMC au Havre...). Les ondes de cisaillement sont intéressantes car les joints de colle sont sensibles au cisaillement.

L'utilisation de l'acoustique non linéaire semble être la technique la plus intéressante pour qualifier l'adhésion. En effet, la mise sous contrainte de la pièce permet d'activer les non linéarités et ainsi d'augmenter la possibilité de détection d'un niveau d'adhésion faible. De plus cette technique envisage deux pistes différentes d'étude pour un même signal ultrasonore avec l'étude de la modulation du temps de vol ou de la modulation d'énergie.

Notre choix pour la thèse s'est finalement porté sur le développement d'une méthode d'acoustique non linéaire, avec utilisation a priori d'ondes de cisaillement hautes fréquences.



# Chapitre 3. Réalisation d'éprouvettes à adhésion variables

---

Afin d'étudier les méthodes de caractérisation du niveau d'adhésion, des éprouvettes étalons à adhésions variables doivent être fabriquées. Dans le cadre de la thèse, une collaboration avec le Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Polymères (IMP, IMR 5223 CNRS, Insa Lyon) a été établie pour la réalisation d'assemblages collés de niveaux d'adhésion variables et maîtrisés. A terme, l'objectif est de contrôler des assemblages nid d'abeilles ou composites / métal. Mais pour maîtriser le procédé de réalisation des éprouvettes et valider la méthode de contrôle, des assemblages moins complexes ont été réalisés. Les assemblages sont de type tri-couche aluminium / adhésif époxyde / aluminium. Ce chapitre détaille le choix des éprouvettes. Puis, il expose le protocole de fabrication de ces éprouvettes. Et enfin il présente les caractéristiques des deux lots fabriqués.

## 3.1.Choix des éprouvettes

L'expression « niveau d'adhésion variable » signifie que les propriétés d'adhésion conduisent à des caractéristiques de résistance mécanique différenciées et répétables. Pour réaliser ces éprouvettes nos critères étaient les suivants :

- Facilité de mise en œuvre
- Transposable dans l'industrie
- Rupture adhésive entre l'aluminium et l'adhésif
- Contrôlable par ultrason

Notre choix s'est donc porté sur des éprouvettes de type de cisaillement simple car elles ont prouvées leur utilité dans l'industrie, une machine de traction classique est nécessaire. De nombreuses études utilisent ce genre d'éprouvettes pour étudier l'adhésion [Kar13, Sil09] puisque cela permet de tester facilement les conditions de collage et de comparer avec les modélisations de résistance mécanique. La qualité des joints de colle peut facilement être contrôlée par ultrasons. Selon la norme NF EN 2243-1, les éprouvettes sont de dimension 25\*100\*1.6 mm. La zone de recouvrement est de 12.5 \* 25 mm, un schéma présentant l'éprouvette se trouve Figure 64. Les paramètres importants lors d'un collage sont :

- La préparation de surface des substrats
- L'épaisseur du joint de colle
- La stœchiométrie de l'adhésif
- Le taux de conversion de l'adhésif

Cependant malgré la simplicité de l'éprouvette il n'est pas envisageable de prévoir un plan d'expérience avec toutes les combinaisons de paramètres. Il faudrait en effet un certain nombre d'éprouvettes identiques par niveaux d'adhésion afin d'avoir des résultats statistiques puisque l'essai de cisaillement simple présente une certaine dispersion. L'influence des préparations de surface est étudiée pour obtenir nos différents niveaux d'adhésion avec l'objectif d'une rupture adhésive entre l'aluminium et l'adhésif, les autres paramètres sont définis afin d'avoir un bon collage. En conséquence la stœchiométrie est de 1, et le taux de conversion est de 100 %. L'épaisseur du joint de colle est fixée à 150 µm car cette épaisseur se rapproche des épaisseurs d'adhésifs couramment utilisées.

La première étape consiste à choisir les matériaux qui constituent nos éprouvettes.

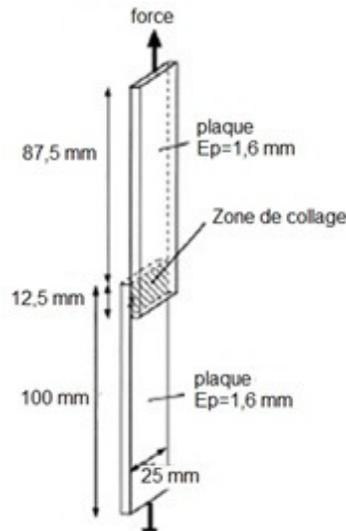


Figure 64 : Schéma de l'éprouvette de cisaillement simple

## 3.2. Les matériaux

### 3.2.1. Substrat : aluminium

Les substrats doivent avoir de bonnes propriétés mécaniques et leurs propriétés de surfaces doivent permettre une bonne adhésion avec les adhésifs. Notre choix s'est porté sur des plaques d'aluminium de référence 2024 (alliage aluminium-cuivre durci par précipitation ou par durcissement structural), plaqué de 1050 (aluminium non allié durci par écrouissage), dont la composition est donnée dans le Tableau 3. Ainsi, le matériau a les propriétés mécaniques de l'alliage 2024 et les propriétés de surface sont celles de l'aluminium 1050. C'est un aluminium très utilisé dans l'industrie aéronautique. Les substrats proviennent de la société Indraero Siren.

Nomenclature	Autres métaux (% maximum)								% minimum d'Aluminium
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	
1050	0.25	0.4	0.05	0.05	0.05		0.07	0.05	99.08
2024	0.15	0.2	3.7 – 4.5	0.15 – 0.8	1.2 – 1.5	0.1	0.25	0.15	92.35-94.1

Tableau 3: Composition des alliages d'aluminium [Cou07]

### 3.2.2. L'adhésif

Deux des paramètres essentiels du collage concernent l'adhésif. Afin de pouvoir modifier la stœchiométrie et le taux de polymérisation, nous avons décidé d'utiliser un adhésif réalisé au laboratoire IMP. L'adhésif doit donc être considéré comme une formulation modèle et ne présentera pas le niveau de résistance d'un adhésif commercial.

La formulation de l'adhésif repose sur un système époxy bicomposant : un prépolymère époxyde la DiGlycidylEther du bisphénol A (DGEBA) et un durcisseur l'Isophorone diamine (IPDA). En général, les polymères époxydes ont un bon comportement mécanique en traction, compression et flexion [Ber92]. Le choix du durcisseur est important car il détermine le type de liaisons chimiques formés et le degré de réticulation. Les structures chimiques des deux composants sont données dans le Tableau 4.

### Ch3. Réalisation d'éprouvettes à adhésions variables

Nom	Structure chimique
DGEBA	
IPD	

Tableau 4 : Structure chimique des monomères

La polymérisation d'un prépolymère époxyde au moins difonctionnel et d'un durcisseur au moins trifonctionnel forme un réseau tridimensionnel [Pas02]. La structure de ce réseau polymère dépend des caractéristiques de chacun des réactifs. La polymérisation qui a lieu est une polyaddition. La réaction d'un groupe époxy avec une amine primaire produit une amine secondaire et un alcool secondaire, Figure 65. Ensuite, l'amine secondaire réagit avec un groupe époxyde et forment alors une amine tertiaire avec deux alcools secondaires, Figure 66.

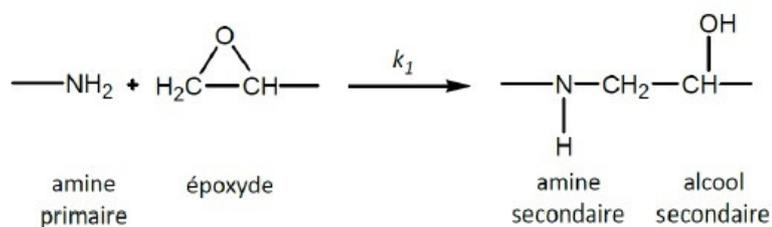


Figure 65 : Réaction entre une amine primaire et un groupe époxyde

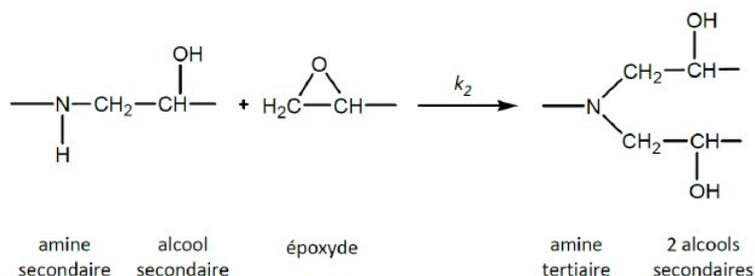


Figure 66 : Réaction entre une amine secondaire avec un groupe époxy

Un ratio stœchiométrique ( $r$ ) est calculé selon la formule suivante [Pas02]:

$$r = \frac{a}{e} = \frac{f_{amine} * n_{amine}}{f_{époxyde} * n_{époxyde}} \quad (3-1)$$

- a : Nombre de mole de fonction amine
- e : Nombre de mole de fonction époxyde
- f : Fonctionnalité
- n : Nombre de mole de molécules.

Maintenant que les matériaux sont choisis, les préparations de surface peuvent être choisies dans le but d'étudier leurs influences sur l'adhésion.

## 3.3.Préparation de surface

### 3.3.1. Principe

Pour assembler des substrats par collage, une première étape essentielle est la préparation de surface. Elle permet d'éliminer les polluants et les couches superficielles de faibles cohésions

### Ch3. Réalisation d'éprouvettes à adhésions variables

(graisses, huiles, agents de démoulages...). Afin d'éviter que la surface ne soit de nouveau contaminée, l'adhésif doit être appliquée rapidement après le nettoyage [Auf05]. Les produits utilisés pour les préparations de surface dépendent des substrats. Il existe trois grandes catégories de traitement de surfaces :

- Traitement mécanique
- Traitement chimique et électrochimique
- Traitement énergétique.

Dans le cadre de la thèse, la préparation de surface utilisée est un traitement chimique. Il permet de faire un dégraissage et un décapage. Le dégraissage existe sous deux grandes formes : le dégraissage solvant et le dégraissage alcalin. Le dégraissage permet d'éliminer les matières grasses et également les poussières et autres agents formant une couche intermédiaire de faible cohésion. Malgré ce nettoyage il peut rester une fine couche de polluants dont une partie est due aux solvants utilisés. L'étape suivante est le décapage, il sert à éliminer les composés indésirables intimement liés à la surface : oxydes, peintures, vernis, revêtements métalliques... puis à constituer d'autres oxydes plus adhérents et donc plus résistants. Le rinçage est une étape très importante car il garantit l'absence de composés de faible cohésion qui sont à l'origine de décollements ou de piqûres. Pour l'aluminium le meilleur décapage acide connu est le décapage sulfo-chromique. Mais il contient du chrome hexavalant qui est un composé toxique, cette méthode ne peut être réalisée au laboratoire IMP et une solution qui doit être remplacée à terme dans l'industrie. Un lot d'éprouvettes utilisant cette méthode sera cependant réalisée par une société extérieure (Structil) afin de comparer leur niveau d'adhésion.

Pour améliorer le collage un primaire est utilisé. Sachant que l'adhésif est de type époxy – amine, l'agent de couplage devra porter soit une fonction amine (pour réagir avec le prépolymère époxy de l'adhésif), soit une fonction époxy (pour réagir avec le durcisseur amine de l'adhésif). Dans notre cas l'agent de couplage utilisé est de type organosilane. La silanisation est le recouvrement d'une surface par une molécule de silane organofonctionnelle contenant un groupe alcoyle. Ces molécules ont la capacité de former des liaisons covalentes avec les substrats inorganiques et une matrice organique. Les mécanismes réactionnels sont décrits dans la Figure 67.

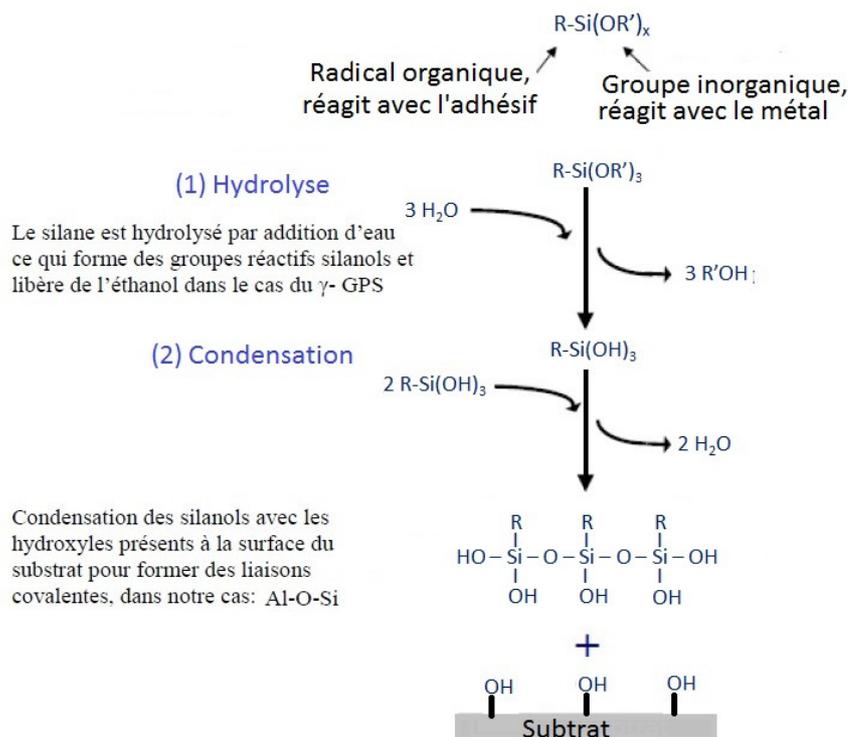


Figure 67 : Mécanisme réactionnel de la silanisation d'après [Abe06]

Le cas le plus courant est un silane organofonctionnel portant un groupe époxyde qui fait donc partie de la classe des glycidoxysilanes, le groupe alcoyle est un groupe méthoxyle. Ici nous utilisons le (3-Glycidoxypropyl)triméthoxysilane ( $\gamma$ -GPS) dont la formule chimique est représentée ci-dessous.

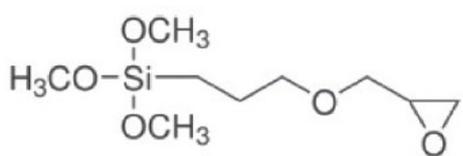
Nom	Structure chimique
$\gamma$ -GPS	

Tableau 5 : Structure chimique du  $\gamma$ -GPS

### 3.3.2. Protocole

L'un des buts de la thèse est d'obtenir trois niveaux d'adhésion différents, en conséquence trois préparations de surfaces différentes ont été réalisées. Elles doivent permettre d'obtenir trois niveaux d'adhésion distincts qualifiés de faible, moyen et bon, Figure 68.

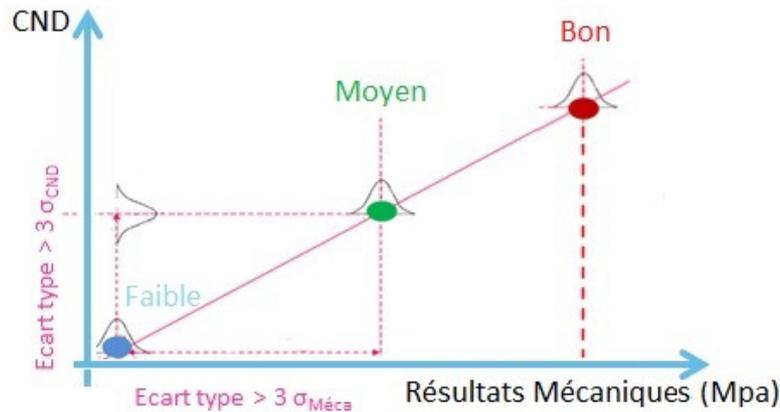


Figure 68 : Objectif de distinction des 3 niveaux d'adhésion

- Adhésion faible : préparation de surface 1 (TTS n°1), dégraissage solvant

Les plaques d'aluminium sont dégraissées avec de l'isopropanol (propan-2-ol) appliqué avec un chiffon, puis essuyées.

- Adhésion moyenne : préparation de surface n°2 (TTS n°2), TTS n°1 + dégraissage alcalin + décapage alcalin

La préparation de surface n°1 est appliquée. Le dégraissage alcalin se fait dans un bain de «Sococlean A3431» concentré à 10%, à une température de 45°C pendant 10 min. Un premier rinçage est effectué à l'eau du robinet pendant 1 min puis dans un bain d'eau déminéralisée pendant 5 min. Les substrats d'aluminium sont ensuite essuyés. Le décapage alcalin se fait dans un bain à 40°C contenant 40g/l de soude et 5 à 10 grammes du glucoheptonate de sodium pendant 2 min sous agitation. Ensuite un dernier rinçage dans un bain d'eau déminéralisée pendant 5 min est effectué. Enfin les substrats sont essuyés.

Pour le troisième niveau plusieurs traitements ont été testés :

- Adhésion bonne : préparation de surface n°3 (TTS n°3), TTS n°2 + décapage acide

La préparation de surface n°2 est réalisée. Ensuite, le Décapage acide se fait dans un bain contenant de l'«Ardrox 295GD» (mélange d'acide nitrique et d'acide sulfurique) concentré à 20% à température ambiante pendant 3 min. Le rinçage est effectué dans un bain d'eau déminéralisée pendant 5 min. Comme pour les autres procédés, les substrats sont ensuite essuyés. Ce traitement n'a finalement pas été retenu car il est plus contraignant que le TTS n° 2 à réaliser mais n'apporte pas une adhésion suffisamment élevée finalement.

- Adhésion bonne : préparation de surface n°4 (TTS n°4) [5- 6], TTS n°2 + Silanisation

Ce protocole a été élaboré à partir des données de la littérature [Abe06, Joh03]. Le protocole TTS n°2 est tout d'abord appliqué puis une solution silane concentrée à 1% est préparée avec le  $\gamma$ -GPS, le pH de la solution doit être d'environ 5 pour la stabilité des silanols. La solution est hydrolysée pendant une heure sous agitation. Puis les substrats sont immergés dans la solution pendant 10 minutes. L'excès de solution est enlevé en tapotant les substrats verticalement sur un chiffon. Les substrats sont séchés dans une étuve ventilée à 93°C pendant 1h.

- Adhésion bonne : préparation de surface n°5, décapage sulfochromique

Cette préparation de surface a été réalisée au sein de la société Structil. Les plaques d'aluminium sont dégraissées avec un chiffon et de l'éthanol. Les plaques sont ensuite mises dans un bain à 64°C pendant 15 min avec une solution aqueuse contenant 300g/ de l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ), 30 g/l d'oxyde de chrome (VI) ( $CrO_3$ ), 0.5g de cuivre et environ 10g d'aluminium. Les plaques sont ensuite rincées dans un bain d'eau morte pendant 1 min. Puis, pendant 5 min elles sont rincées dans

un bain d'eau déminérée recyclée. Les plaques sont ensuite séchées pendant 35 min dans une étuve à 60°C.

### 3.4.Fabrication des éprouvettes

Maintenant que les matériaux et les préparations de surfaces sont choisis, les éprouvettes peuvent être fabriquées. Un moule spécifique en aluminium a été conçu ainsi qu'un outil d'encollage pour déposer l'adhésif sur les substrats. Une photo du moule est présentée sur la Figure 69, un schéma de la coupe du moule et du contre moule est présenté en Figure 70. Le moule permet de fabriquer en même temps 7 éprouvettes ce qui permet d'avoir un protocole répétable et un nombre d'éprouvettes suffisant pour des études statistiques.

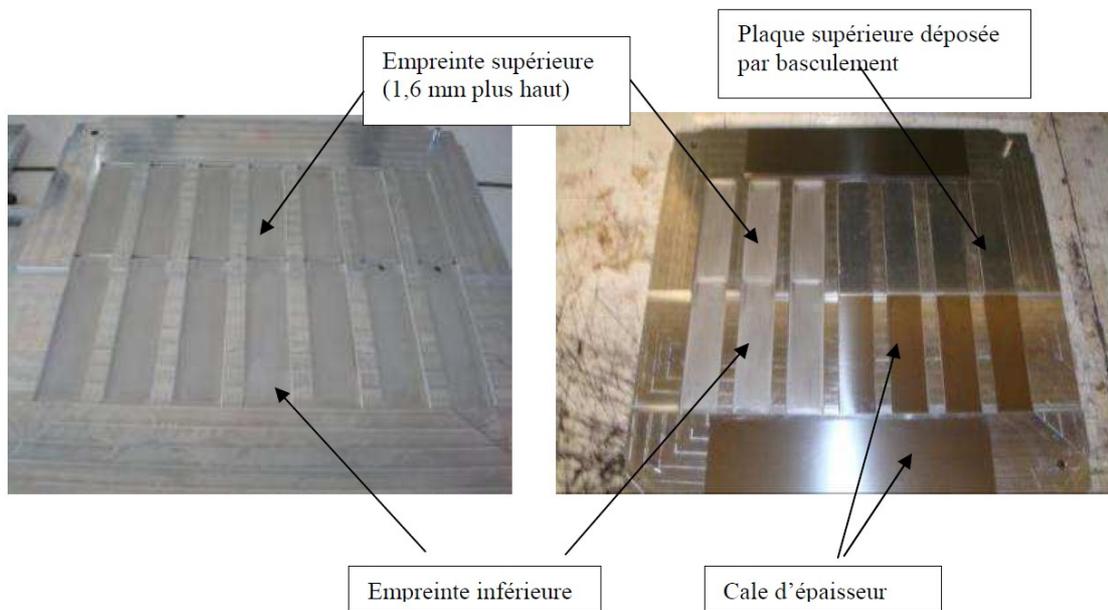


Figure 69 : Moule vide (à gauche) et moule avec 4 éprouvettes et cales (à droite)

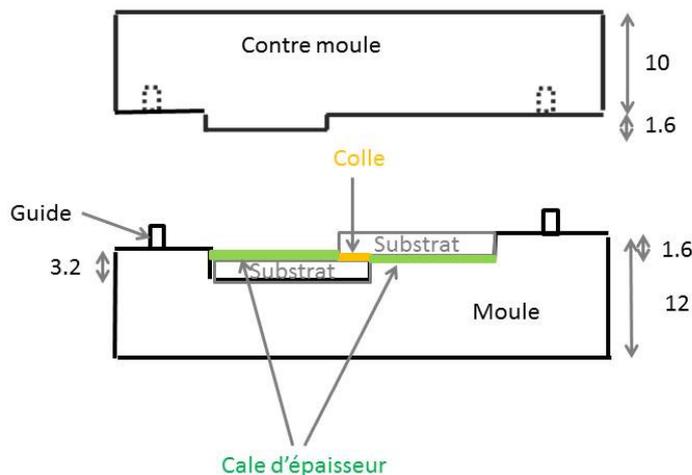


Figure 70 : Schéma en coupe du moule et du contre moule

La réalisation des éprouvettes se fait en plusieurs étapes. La première étape est de préparer les substrats. Une des différentes préparations de surface décrites dans le paragraphe 3.3.2 est appliquée sur le substrat de façon à réaliser 7 éprouvettes similaires. La deuxième étape est la réalisation d'adhésif. Ensuite l'adhésif est appliqué par enduction à l'aide de l'outil d'encollage (Figure 71).

### Ch3. Réalisation d'éprouvettes à adhésions variables

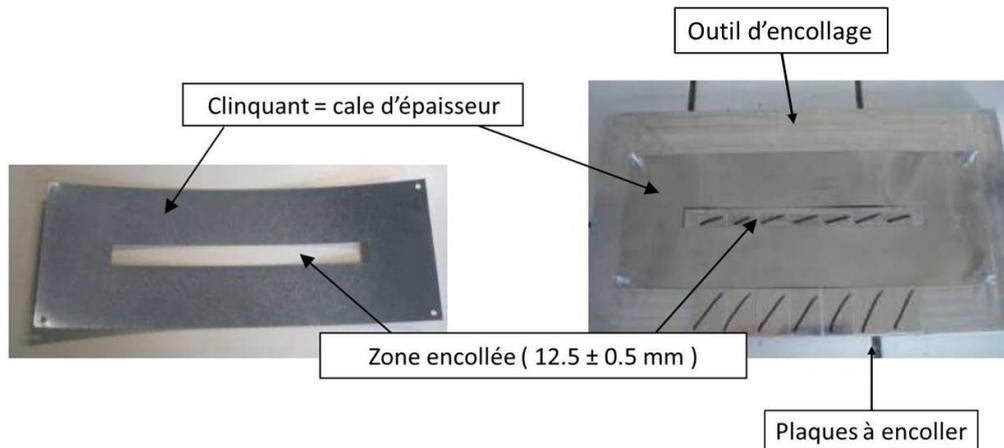


Figure 71 : Clinquant seul (à gauche) et clinquant placé sur l'outil d'encollage (à droite)

Puis les plaques encollées sont placées dans le moule ainsi que des cales d'épaisseurs pour obtenir la bonne épaisseur de joint de colle. Par basculement les éprouvettes supérieures sont déposées. Le moule fermé il est ensuite déposé entre les plateaux de la presse chauffante. Le cycle de cuisson est défini de façon à obtenir un taux de conversion maximal. D'abord le moule est cuit pendant une heure à 80 °C puis deux heures à 180 °C. Une fois ce cycle de cuisson finit, le moule est placé sous la presse froide pendant 20 min. Cette étape permet de minimiser la déformation du moule et d'obtenir des conditions de refroidissements reproductibles. Enfin, les éprouvettes peuvent être démoulées et stockées dans une boîte hermétique. Le protocole détaillé de la réalisation des éprouvettes est présenté en annexe B.

Le nombre d'éprouvettes réalisé en même temps a été fixé à 7. Pour des raisons statistiques le nombre d'éprouvettes d'un même lot peut être plus élevé. De cette manière, au moins 5 seront utilisées pour le CND, une sera gardée en tant qu'éprouvette témoin et une sera cassée. Des essais de caractérisation des éprouvettes sont réalisés pour s'assurer de la validité du lot. L'épaisseur de chaque éprouvette est mesurée, ainsi que l'énergie de surface et la rugosité. L'organigramme de la Figure 72 résume le cycle de vie des substrats et des éprouvettes.

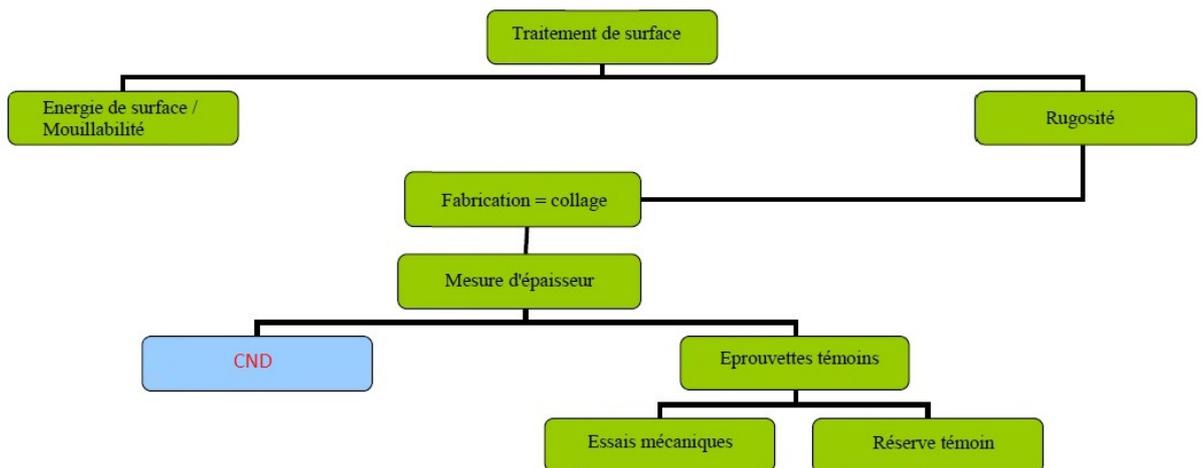


Figure 72 : Organigramme des éprouvettes

### 3.5. Protocole pour la validation des éprouvettes

Les niveaux d'adhésions différents sont obtenus avec les préparations de surface TTS n°1, TTS n°2 et TTS n°4. Afin de s'assurer que les lots finaux ont bien des adhésions distinctes, des contrôles

(énergie de surface, épaisseur du joint de colle, force à la rupture) sont réalisés en amont sur des lots de validation.

#### 3.5.1. Caractérisation physico chimique

##### 3.5.1.1. Validation de la silanisation

La silanisation doit permettre l'obtention d'un bon niveau d'adhésion. Le dépôt silane sur les substrats d'aluminium a été contrôlé par microscopie électronique à balayage et analyse EDX (Energy Dispersive X-Ray). Les spectres sont représentés sur la Figure 73. Cette méthode permet de connaître la composition élémentaire d'un échantillon à partir de la mesure par une diode Silicium Lithium (Si(Li)) des énergies des photons X émis par la région de l'échantillon bombardée par le faisceau d'électrons. Un pic correspondant au traitement silane n'est pas présent sur le spectre de l'aluminium non traité. Le pic est de faible intensité conformément à ce qui est attendu car la concentration de la solution de silane est faible. Ceci valide la présence du dépôt sur les substrats traités, et notre protocole de silanisation.

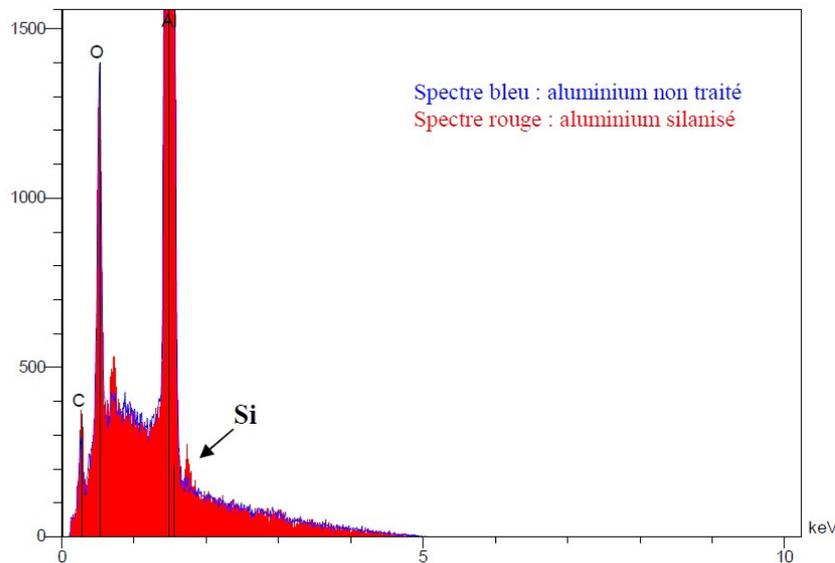


Figure 73 : Spectre EDX comparaison entre le substrat aluminium non traité (bleu) et un substrat traité par silanisation (rouge)

##### 3.5.1.2. Energie de surface

Les performances d'un collage dépendent des interactions entre la surface du substrat et l'adhésif. Par conséquent les forces d'adhérences peuvent être réduites par la présence d'agents contaminants sur la surface. Ces polluants empêchent le contact intime entre l'adhésif et le substrat. Le processus de collage est donc directement influencé par l'énergie de surface et les propriétés chimiques [Jit 6]. Une bonne adhésion suppose une bonne mouillabilité entre le substrat et l'adhésif, c'est-à-dire que l'adhésif doit s'étaler correctement et s'écouler dans les irrégularités du substrat. L'énergie de surface des substrats est mesurée par la mesure de l'angle de contact ( $\theta$ ), Figure 74. Cette technique consiste à calculer l'énergie de surface du solide  $\gamma_s$  à partir de mesures de l'angle de contact de différents liquides dont l'énergie de surface  $\gamma_L$  est connue. Plus l'angle de contact est grand et plus la surface est hydrophobe. Dans le cas d'une forte affinité avec la surface, le liquide peut complètement s'étaler, l'angle est alors de  $0^\circ$  et la surface est dite hydrophile : il y a mouillage. La mesure se fait à l'aide d'un goniomètre : Digidrop GBX.

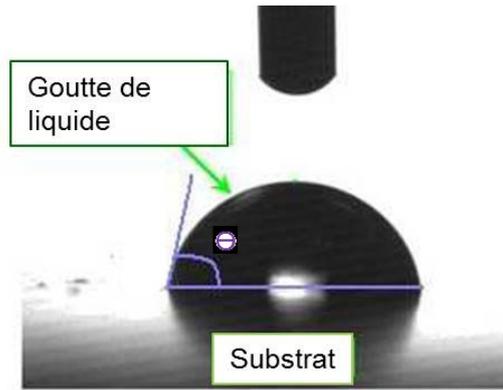


Figure 74 : Mesure de l'angle de contact

Le modèle utilisé est celui d'Owens-Wendt à deux composantes, il permet de caractériser l'énergie de surface ainsi que la polarité d'une surface [Owe69]. Dans ce modèle, les énergies de surfaces des liquides et du solide ont été séparées en deux composantes, l'une dispersive ( $\gamma^d$ ) due essentiellement aux interactions de London et l'autre polaire ( $\gamma^p$ ) qui provient des interactions de Keesom, Debye ainsi que des interactions acide/base. L'énergie de surface totale pour les phases liquides et solides sont données dans les équations ci-dessous :

$$\gamma_l = \gamma_l^d + \gamma_l^p . \quad (3.1)$$

$$\gamma_s = \gamma_s^d + \gamma_s^p . \quad (3.2)$$

La relation d'Owens-Wendt qui permet d'avoir accès à l'énergie de surface du solide est :

$$\gamma_l(1 + \cos \theta) = 2 \sqrt{\gamma_l^d * \gamma_s^d} + 2 \sqrt{\gamma_l^p * \gamma_s^p} . \quad (3.3)$$

Les inconnues sont les composantes polaire,  $\gamma_s^p$ , et dispersive,  $\gamma_s^d$ , de la phase solide. Elles sont calculées à partir de mesures d'angle de contact réalisées à l'aide de deux liquides sondes (solvant) dont les composantes polaires et dispersives sont connues. Il est classique d'utiliser le diiodométhane comme solvant apolaire et l'eau distillée comme solvant polaire. Issus de la littérature, les composantes de ces liquides sont regroupées dans le Tableau 6 [Joh03].

$\gamma$ (mJ/m <sup>2</sup> )	Diiodométhane	Eau distillée
$\gamma_l^d$	50.4	21.8
$\gamma_l^p$	0	50.8
$\gamma_l$	<b>50.4</b>	<b>72.6</b>

Tableau 6 : Composantes de l'énergie de surface des solvants tests

Une goutte de solvant est déposée sur la surface du substrat à l'aide d'une seringue et l'angle de contact est déterminé géométriquement à l'équilibre. Trois échantillons d'un même lot sont analysés. Dix gouttes de chaque solvant sont déposées sur l'échantillon. Les deux mesures d'angle de contact les plus hautes et les deux plus faibles sont éliminées afin de faire une moyenne sur 6 mesures.

Selon [Pag00], l'énergie de surface d'un système adhésif comme le nôtre (DGEBA et IPD), avant polymérisation est d'environ 35 mJ/m<sup>2</sup>, et augmente pendant la réaction. Le réseau époxy présente une polarité assez élevée pour un matériau polymère, son adhérence sera donc améliorée avec des substrats polaires. Plus l'énergie de surface de l'aluminium augmentera plus il sera facile de le coller.

### 3.5.2. Mesure de l'épaisseur du joint de colle

L'épaisseur du joint de colle de chaque éprouvette est mesurée. La mesure se fait à l'aide d'un micromètre par soustraction entre l'épaisseur totale au niveau du joint ( $Ep2$ ) moins les épaisseurs des deux substrats mesurées séparément ( $Ep1$  et  $Ep3$ ), comme présenté sur le schéma de la Figure 75.

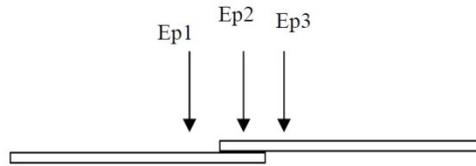


Figure 75 : Schéma du protocole de mesure de l'épaisseur

L'épaisseur de l'adhésif ( $Ep_{adh}$ ) peut donc être calculée selon la relation suivante :

$$Ep_{adh} = Ep2 - Ep1 - Ep3 . \quad (3.4)$$

Cette mesure sera systématiquement réalisée.

### 3.5.3. Contrôle de la qualité du joint : CND

Le but de l'utilisation d'une méthode ultrasonore est de contrôler la qualité du joint de colle (présence de bulle par exemple). Les éprouvettes sont passées au contrôle en transmission en incidence normale par ultrason haute fréquence, Figure 76. Deux capteurs focalisés sont utilisés. Le contrôle se fait dans une cuve avec deux bras motorisés.

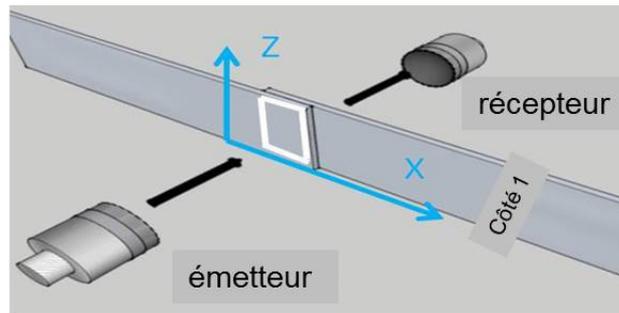


Figure 76 : Incidence normal en transmission

Les capteurs ont été caractérisés au préalable : leur distance focale est de 31.75 mm, le diamètre de la tache focale est de 0.63 mm (Figure 77 à gauche) et la fréquence centrale est de 17 MHz. Leur bande passante est néanmoins plus large elle va de 0 à 30 MHz, en conséquence notre signal est court, environ 0.2  $\mu\text{m}$  ce qui permettra de séparer les échos des interfaces comme présenté sur la Figure 77 de droite.

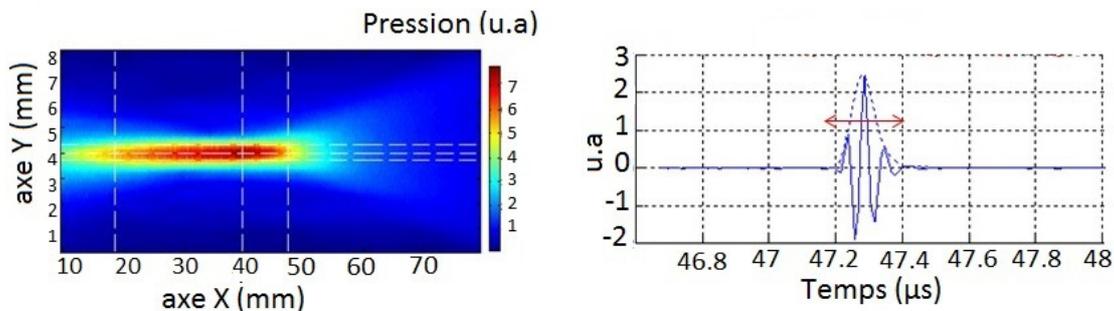


Figure 77 : A gauche : tâche focale des capteurs utilisés, à droite : signal temporel

Ce dispositif nous permet de réaliser une cartographie C-scan des zones collées. Le déplacement de 0.2 mm se fait selon les axes X et Z définis sur la Figure 76.

### 3.5.4. Essais mécaniques

Pour différencier nos lots d'adhésion, les lots de validation sont cassés selon un essai de traction. Comme indiqué dans le chapitre 1, l'essai de cisaillement simple, n'est pas un essai de cisaillement pur.

La machine de traduction utilisée est une machine standard (MTS), une photo est présentée sur la Figure 78. La vitesse de traverse est de 0.1 mm/min et le capteur de force est de 10 kN. La résistance au cisaillement est donnée par la formule suivante :

$$R = \frac{P_{max}}{A} \quad (3.5)$$

où  $P_{max}$  est la force à rupture et  $A$  est la surface de recouvrement.



Figure 78 : Machine de traction MTS de l'IMP

Ainsi les résistances au cisaillement seront calculées avec les écarts types correspondants.

## 3.6. Premier lot d'éprouvettes [Bau14]

Le 1<sup>er</sup> lot d'éprouvettes a une épaisseur de 150 µm. L'adhésif a été réalisé avec une DGEBA provenant de chez Dow Chemical : la DER 332 et un IPDA de chez Aldrich. Les caractéristiques techniques de ces produits sont données en Annexe A.

### 3.6.1. Caractérisation

#### 3.6.1.1. Angle de contact

Les angles de contact ont été mesurés sur le substrat d'aluminium et sur le substrat ayant subi les 4 préparations de surfaces présentées dans le §3.3.2, et un traitement sulfochromique noté TTSn°5 réalisé chez Structil. Les résultats sont présentés dans le Tableau 7.

		Angle de contact $\theta$ (en °)		Energie de surface du substrat		
		Ecart type		Ecart type		
Référence du lot	Description TTS	eau distillée	diiodométhane	Energie de surface totale (mJ/m <sup>2</sup> )	Composante polaire (mJ/m <sup>2</sup> )	Composante dispersive (mJ/m <sup>2</sup> )
Alu vierge	sans TTS	62	43	50	12	38

### Ch3. Réalisation d'éprouvettes à adhésions variables

		7	4	5	4	2
<b>1</b>	<b>1</b>	64	45	<b>49</b>	12	37
		9	3	6	7	1
<b>3</b>	<b>2</b>	41	37	<b>63</b>	23	41
		4	4	2	3	2
<b>2</b>	<b>3</b>	59	42	<b>52</b>	14	38
		6	1	3	3	1
<b>4</b>	<b>4</b>	63	37	<b>51</b>	<b>10</b>	<b>41</b>
		2	1	1	1	0
<b>5</b>	<b>5</b>	29	28	<b>72</b>	<b>27</b>	<b>45</b>
		6	2	2	2	1

**Tableau 7 : Moyennes des angles de contact, de l'énergie de surface et de ses composants**

L'énergie de surface du substrat aluminium vierge est de 50 mJ/m<sup>2</sup>. Un résultat très proche est obtenu (49 mJ/m<sup>2</sup>) pour de l'aluminium seulement dégraissé (TTS n°1), ces valeurs sont compatibles avec celles indiquées dans la littérature [Har99]. Les substrats qui ont la préparation de surface n°2 ont une énergie de surface de 63 mJ/m<sup>2</sup>. Cette augmentation est principalement due à l'augmentation de la composante polaire qui passe de 12 à 23 mJ/m<sup>2</sup>. Ce traitement augmente donc la polarité du substrat d'aluminium, le mouillage sera meilleur. Les énergies de surface des lots traités par TTS n°3 et n°4 ont une énergie de surface proche de celle de l'aluminium vierge. L'énergie de surface la plus élevée est obtenue pour le traitement sulfochromique (TTS n°5). La meilleure adhésion devrait donc être obtenue pour le lot 5 qui a la plus forte énergie de surface et la plus haute composante polaire.

#### 3.6.1.2. Mesure des épaisseurs

L'objectif après polymérisation est d'avoir un joint d'épaisseur constante et suffisamment importante pour que les échos puissent être séparés. Pour ces premiers lots d'éprouvettes, l'épaisseur choisie est de 150 µm. Les valeurs obtenues s'écartent de l'objectif des 150 µm et sont souvent assez dispersées au sein d'un même lot. Ce résultat s'explique par le fait que notre formulation adhésive est très fluide, en particulier à 80 °C. Des fuites de matière ont lieu. Les résultats sont présentés dans le Tableau 8.

Lots	TTS	Epaisseur de l'adhésif (µm)	Nombre d'éprouvettes testées
1	1	90 ± 32	8
2	3	130 ± 53	10
3	2	150 ± 70	14
4	4	130 ± 55	18

**Tableau 8 : Valeurs moyennes des épaisseurs d'adhésif**

#### 3.6.1.3. Essais mécanique

Pour valider notre protocole, nous avons cassé des premiers lots pour vérifier que nous avons bien nos trois niveaux d'adhésion et que nous avons un mode de rupture adhésive comme nous le souhaitons. L'observation des faciès de rupture (Figure 79) nous confirme que la rupture est adhésive car lorsqu'il y'a de l'adhésif sur un substrat, en complément sur l'autre substrat il n'y a pas

### Ch3. Réalisation d'éprouvettes à adhésions variables

d'adhésif. Les ruptures sont de types mixtes c'est-à-dire que la rupture est aléatoire, elle peut avoir lieu sur une interface ou sur l'autre ou bien encore sur les deux.

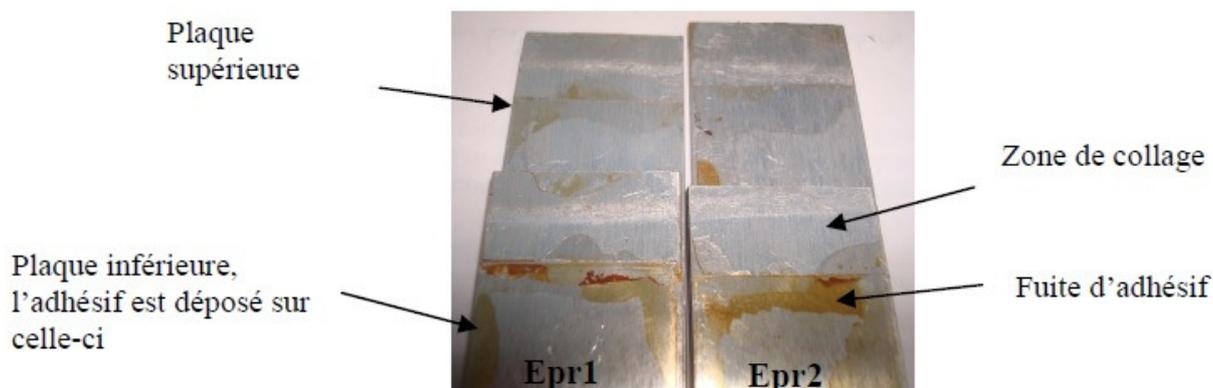


Figure 79: Exemple de faciès de rupture

Les résultats mécaniques des différents lots sont présentés dans le Tableau 9.

Lot	TTS	R (Mpa) / écart type	Nombre d'éprouvettes
1	1	3.8 / 0.7	7
2	3	5.3 / 0.9	10
3	2	5.8 / 1.2	14
4	4	8.9 / 2.4	18
5	5	10.8 / 2.25	5

Tableau 9 : Résistance moyenne au cisaillement

Comme prévu, le niveau d'adhésion est faible pour le lot 1, la résistance au cisaillement est de l'ordre de 3.8 MPa. Les traitements de surface n°2 et 3 améliorent de façon significative la force à rupture puisqu'en moyenne la résistance au cisaillement est de 5.5 MPa. L'écart entre les 2 lots est trop faible pour les distinguer. Le décapage alcalin et le décapage acide permettent l'obtention d'une adhésion de même niveau. L'utilisation d'un primaire d'adhérence augmente fortement la résistance au cisaillement. Celle-ci passe en effet de 3.8 MPa pour le lot 1 à 8.9 MPa pour le lot 4. Le maximum (10.8 MPa) est obtenu pour le lot 5. Cependant cette méthode ne peut être réalisée à l'IMP donc elle ne peut être prise en compte pour choisir nos préparations de surface.

L'ensemble des résultats mécaniques, nous permet d'identifier nos trois niveaux de force à rupture différents obtenus par les préparations de surface 1, 2 et 4. Sur la Figure 80, qui rassemble les résultats mécaniques de ces lots, il n'y a aucun recouvrement. Nous obtenons donc bien nos trois niveaux d'adhésion différents.

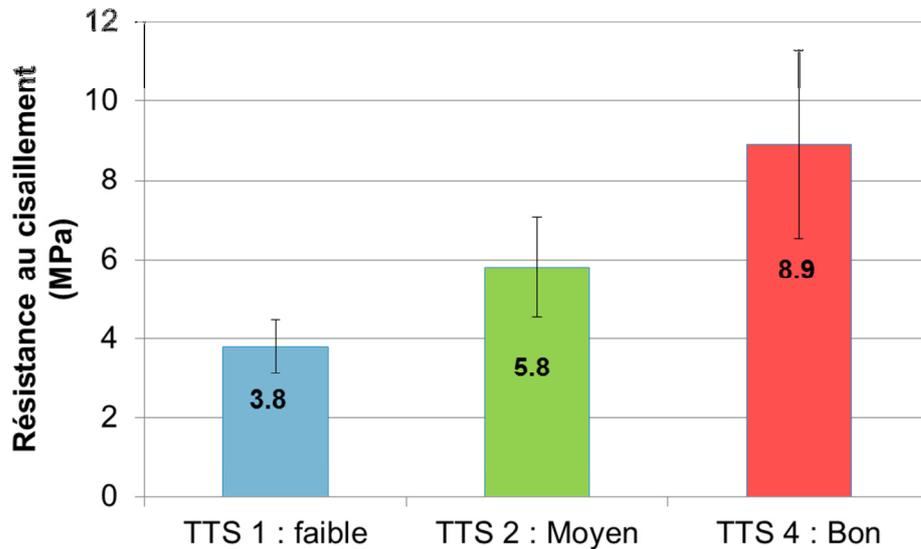


Figure 80 : Validation des TTS

### 3.6.2. Contrôle de l'homogénéité par CND ultrasonore

La cartographie ultrasonore de la zone collée permet de nous assurer que le joint de colle est bien homogène. Dans cette partie, la méthode, le traitement de signal et la validation sont présentés pour seulement deux lots, tous les lots ayant été contrôlés de la même façon. Les C-Scan ont été réalisés sur les éprouvettes de chaque lot, même le lot 5 réalisé par Structil. Deux exemples de C-Scan sont présentés sur la Figure 81, à gauche, la cartographie d'une éprouvette finale traitée par silanisation (TTS n°4), à droite la cartographie d'une éprouvette traitée par Structil (TTS n°5). Les couleurs, certes fictives, permettent de constater que le joint de l'éprouvette du lot 4 n'est pas homogène et qu'il présente même un défaut (la zone la plus noire), différentes zones d'amplitudes sont visibles. Une toute petite tache noire est également présente sur l'image de la zone collée de l'éprouvette du lot 5 (zone 2 Figure 81 à droite).

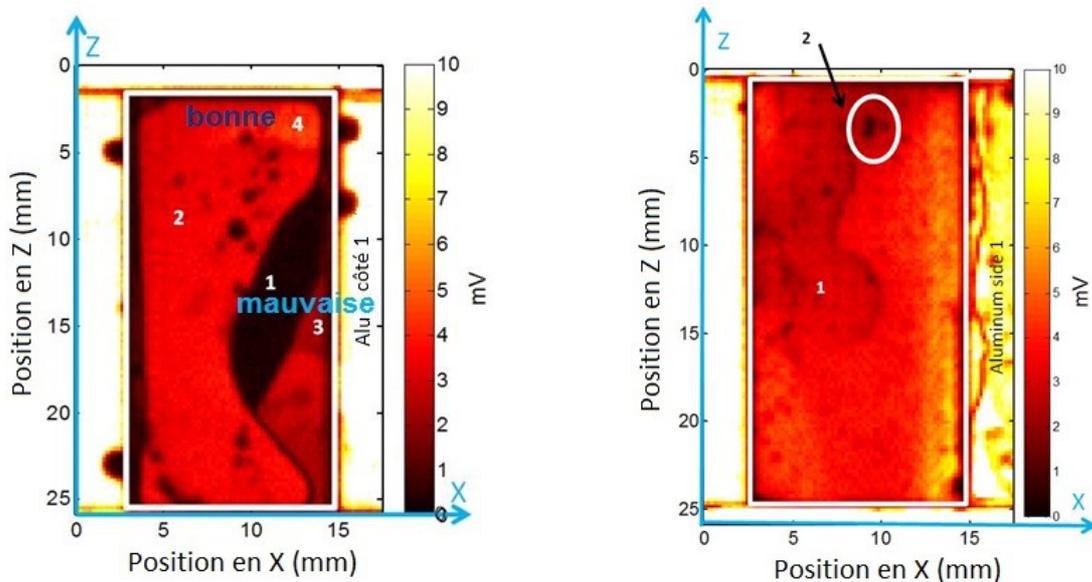


Figure 81 : Exemples de Cscan à gauche éprouvette du lot 4, à droite éprouvette du lot 5, amplitude en mV

Comme le contrôle est en transmission, si le joint est bien collé l'amplitude est importante. Si ce n'est pas le cas, et qu'il présente un défaut l'amplitude du signal reçu est très faible voire inexistante. Ceci correspond à la zone noire de l'éprouvette du lot 4. . Nous choisissons de prendre cette zone pour définir un seuil, en dessous duquel nous considérons que le joint n'est pas collé. Le

seuil a été défini à 0.45 mV. Sur les Figure 82 et Figure 83 plusieurs A-Scans ont donc été enregistrés, 4 pour l'éprouvette du lot 4 et 2 pour l'éprouvette du lot 5 car celle-ci est plus homogène et présente moins de variations d'amplitude. L'amplitude du signal 1 de l'éprouvette du lot 4 est inférieure au seuil défini, elle est quasi nulle, ce qui confirme la présence d'un défaut. A l'inverse l'amplitude du signal 2 de l'éprouvette du lot 5 est supérieur au seuil, il n'y a donc pas de défaut important à cet endroit.

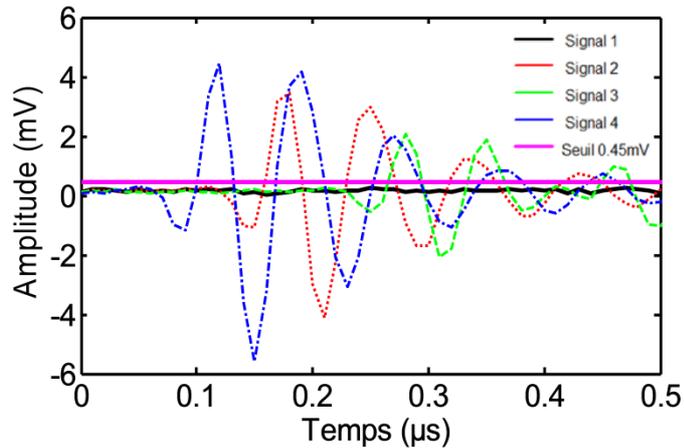


Figure 82 : A-Scscan de l'éprouvette du lot 4, amplitude en mV

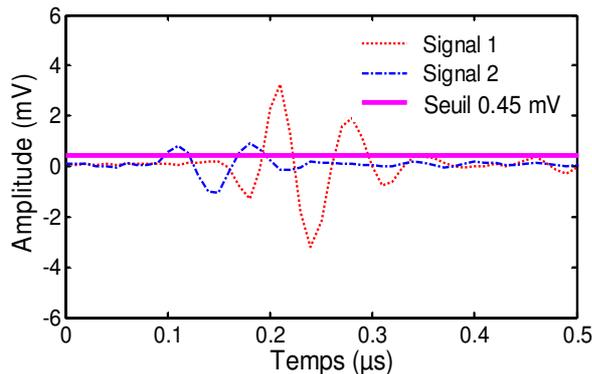


Figure 83 : A-Scscan de l'éprouvette du lot 5, amplitude en mV

A l'aide de ces informations, il est possible de remonter à la taille réelle de la surface collée. Le traitement se fait à l'aide du logiciel Matlab, les C-Scan sont binarisés, lorsque l'amplitude maximale d'un A-Scan est supérieure au seuil de 0.45 mV, le Ascan sera matérialisé par un pixel jaune. Lorsque l'amplitude est inférieure à 0.45 mV, le pixel sera de couleur rose. Ainsi pour l'éprouvette du lot 5, un rectangle jaune est obtenu, il y'a toujours une amplitude supérieure au seuil. Le C-Scan binarisé de l'éprouvette du lot 4 présente une zone rose, Figure 84. La surface de la zone de recouvrement est de 234.6 mm<sup>2</sup>, elle est inférieure à la zone théorique de 312.5 mm<sup>2</sup> car nous prenons une zone plus petite pour éviter les effets de bords, cela empêche d'avoir une modification trop importante du signal ultrasonore liée aux extrémités de l'éprouvette. La surface de la zone collée en réalité est de 211.3 mm<sup>2</sup>, la zone décollée a donc une étendue de 23.2 mm<sup>2</sup>. Le défaut provient sûrement d'un manque de colle due à la viscosité trop faible de l'adhésif qui a provoqué une fuite.

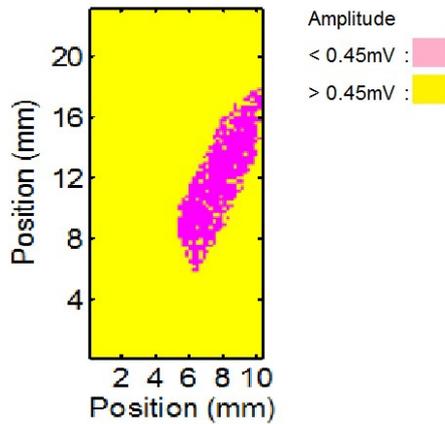


Figure 84 : C-Scan binarisé de l'éprouvette du lot 4

### 3.6.3. Corrélation entre CND et mécanique

Le calcul de la zone collée estimée, n'a été effectué que sur deux lots dont la préparation de surface diffère : un lot traité par silanisation et un lot sulfochromique. Pour ces essais, nous avons décidé de ne les réaliser uniquement sur 4 éprouvettes d'un lot de silanisation et 3 d'un lot traité par sulfochromique, en conservant les éprouvettes les plus homogènes possible. Ces éprouvettes ont ensuite été passées en traction. Les résultats sont présentés sur le graphique de la Figure 85. Sur cette figure, deux populations sont distinctes. Comme indiqué dans la littérature [Guy86] aucune relation simple n'est observée entre la force à rupture et la surface collée.

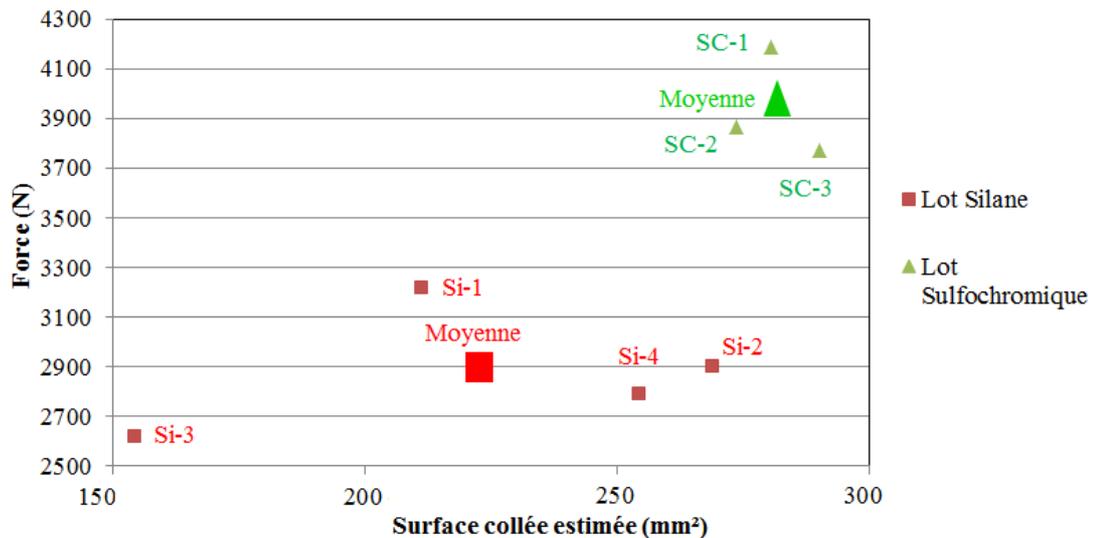


Figure 85 : Surface collée estimée en fonction de la force à rupture.

Avec ces données une résistance au cisaillement plus réaliste peut être calculée selon l'équation :

$$\text{Résistance au cisaillement} = \frac{\text{Force à rupture}}{\text{Surface collée réelle (C - Scan)}} \quad (3.6)$$

Les résultats sont regroupés dans le Tableau 10. Une fois la résistance au cisaillement recalculée les résistances au cisaillement sont similaires. En revanche, l'écart type des éprouvettes traitées par silanisation est plus élevé, la préparation de surface est moins reproductible que le traitement sulfochromique. Le C-Scan par ultrasons (cf Figure 81) permet donc d'obtenir des informations complémentaires sur l'homogénéité d'une éprouvette collée.

Lots finaux	Résistance moyenne $\tau$ (Mpa) / écart type (Mpa)	Nombre d'éprouvettes
-------------	--	----------------------

### Ch3. Réalisation d'éprouvettes à adhésions variables

	Surface collée norme	Surface collée C-Scan	
4	9.2 / 0.7	<b>11.7 / 2.8</b>	4
5	12.6 / 0.7	<b>12.6 / 0.7</b>	3

Tableau 10 : Valeurs de la résistance au cisaillement pour différentes surfaces collées

#### 3.6.4. Corrélation entre faciès de rupture et C-Scan

Maintenant que les éprouvettes sont cassées, les faciès de rupture peuvent être observés, Figure 86 et Figure 87. La rupture est bien adhésive dans les deux cas, les traces d'époxy sont indiquées par la lettre E et l'aluminium par l'expression Al. Une forte corrélation est observée entre les C-Scan et les faciès de rupture. Pour l'éprouvette en Figure 86 la zone 1 du C-Scan est hachurée sur les photographies des faciès pour plus de visibilité. L'observation nous confirme l'absence de colle sur les faciès de rupture, aucune trace d'adhésif n'est présente sur une face de faciès. L'éprouvette présentée en Figure 87, a un faciès de rupture différent. L'observation nous confirme qu'il y'a bien de l'adhésif soit d'un côté soit de l'autre. La texture du C-Scan avec les bandes se retrouve sur les faciès.

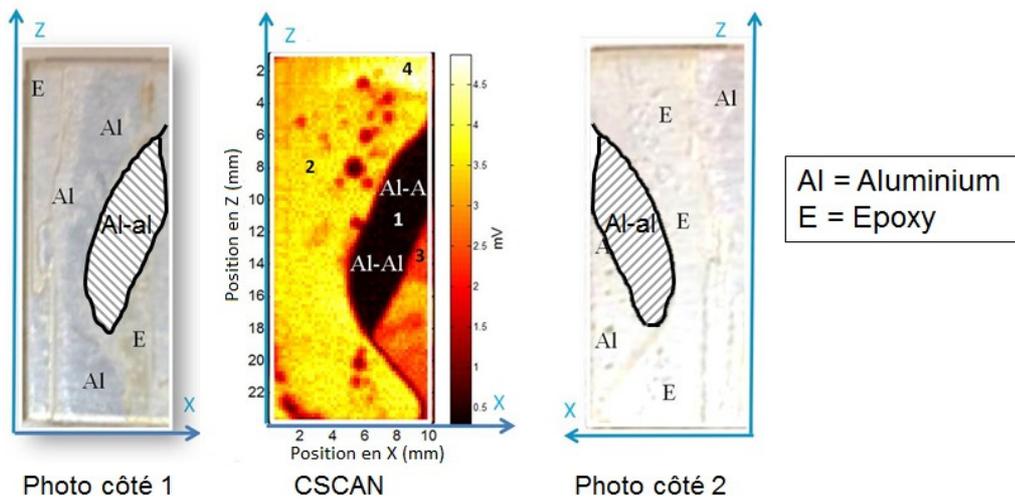


Figure 86 : Faciès de rupture et C-Scan de l'éprouvette du lot 4, amplitude en mV

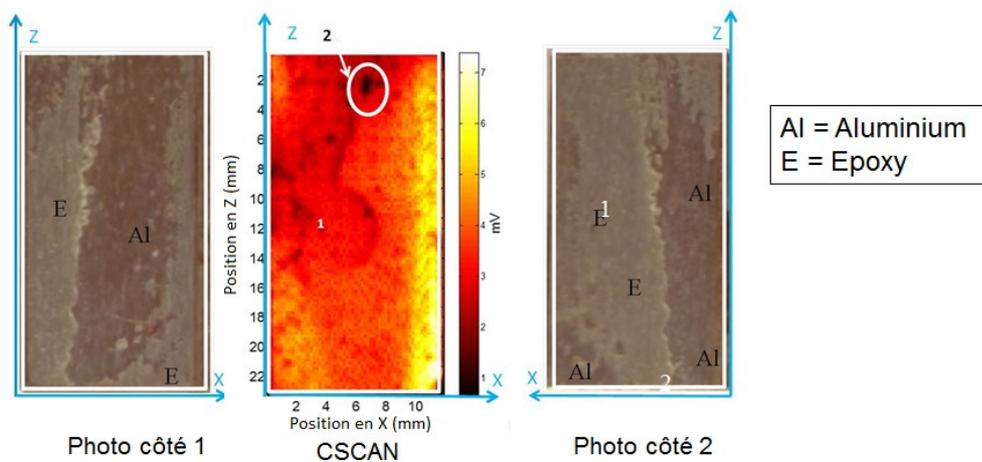


Figure 87 : Faciès de rupture et C-Scan de l'éprouvette du lot 5, amplitude en mV

#### 3.6.5. Conclusion

Ce premier lot d'éprouvettes est très intéressant, car il a révélé quelques difficultés de mise en œuvre qui doivent être prises en compte pour la réalisation d'éprouvettes étalon à adhésion

variable. Dans un premier temps, il a été constaté qu'il n'y avait pas de différence notable entre le TTS n°3 et le TTS n°2, comme l'indique le Tableau 9 qui présente les résultats obtenus sur des lots de validations. Avec les écarts types calculés, les lots 2 et 3 se recourent. Or, ce n'est pas ce que nous souhaitons. Les trois lots doivent pouvoir se distinguer sans se recouvrir. En conséquence le TTS n°3 a été abandonné puisque le 2 donne les mêmes résultats et qu'il est plus simple à réaliser. Un quatrième traitement de surface a donc été mis en place pour obtenir une adhésion plus élevée. Dans ce cas un primaire d'adhérence est utilisé. Pour obtenir un niveau d'adhésion élevé, il a fallu utiliser un primaire d'adhérence : le silane. Un autre essai en parallèle a été réalisé par traitement sulfochromique. La comparaison des résistances au cisaillement pour ces deux traitements nous a dans un premier temps laissé penser que leurs performances étaient différentes. Néanmoins, après une étude poussée de la zone collée via des cartographies ultrasonores, leurs résistances au cisaillement semblent similaires. Le TTS n°5 est un traitement qui est contraignant et polluant, il a donc été écarté pour la suite des éprouvettes. Notre choix s'est donc porté sur les TTS n°1, n°2 et n°4. Les éprouvettes présentent toujours quelques inhomogénéités, le protocole doit être amélioré pour la suite.

### 3.7. Second lot d'éprouvettes

L'épaisseur des joints de colle n'étant pas satisfaisante car elle ne permet pas de séparer les échos de réflexions à l'interface du joint de colle, nous avons voulu des éprouvettes avec une plus forte épaisseur. Notre choix s'est donc porté sur un joint de colle de 300µm. Pour ce nouveau lot d'éprouvette, une nouvelle formulation d'époxyde était nécessaire, car la 1<sup>ère</sup> était trop fluide et il était impossible d'obtenir l'épaisseur souhaitée.

#### 3.7.1. Nouvelle configuration

La formulation précédente était trop liquide, ce qui engendrait des pertes d'adhésifs et donc des défauts et une épaisseur non constante du joint de colle. Le prépolymère époxyde a donc été changé afin de prendre une DGEBA un peu plus visqueuse : la DER 331. Les caractéristiques techniques se trouvent en annexe A. De plus, un additif rhéologique est ajouté au mélange, cela permet d'augmenter la viscosité et donc d'éviter les pertes d'adhésif lors de la polymérisation. L'additif incorporé est la silice pyrogénée hydrophobe de la société Wacker sous la référence HDK H18. Le procédé de fabrication de la silice est illustré dans la Figure 88. Sa structure chimique et ses caractéristiques sont données en Annexe A. La particularité de la silice pyrogénée est de développer une très grande surface spécifique, de l'ordre de 200 à 500 m<sup>2</sup>/gr selon la référence.

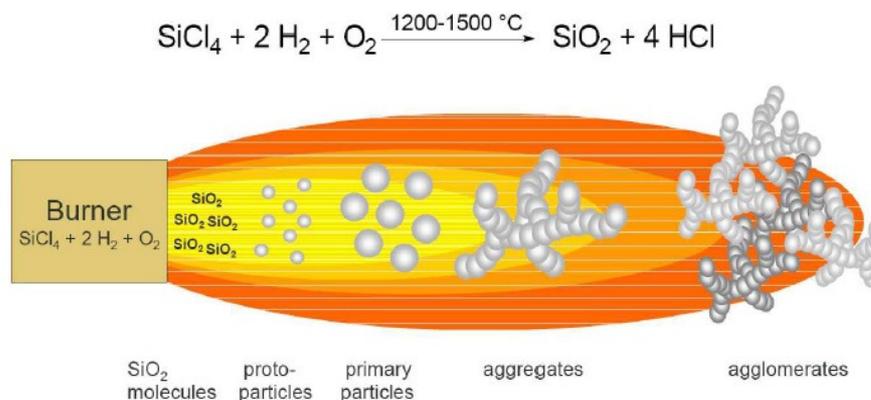


Figure 88 : Procédé de fabrication de la silice pyrogénée

### Ch3. Réalisation d'éprouvettes à adhésions variables

La silice est ajoutée progressivement à la résine époxyde à l'aide d'un mélangeur mécanique à grande vitesse. La vitesse du mélangeur est augmentée progressivement. Lorsque la silice est entièrement incorporée, le mélangeur agite à la vitesse maximale (3200 tr/min) pendant 1heure au minimum afin d'avoir une bonne dispersion des particules de silice, sans agglomérats.

Une première formulation consistait à ajouter 4 % en poids de silice. La bonne dispersion de la silice a été contrôlée par microscopie électronique à balayage (MEB). Les clichés MEB (Figure 89) confirment la bonne dispersion homogène de la silice dans la DER 331.

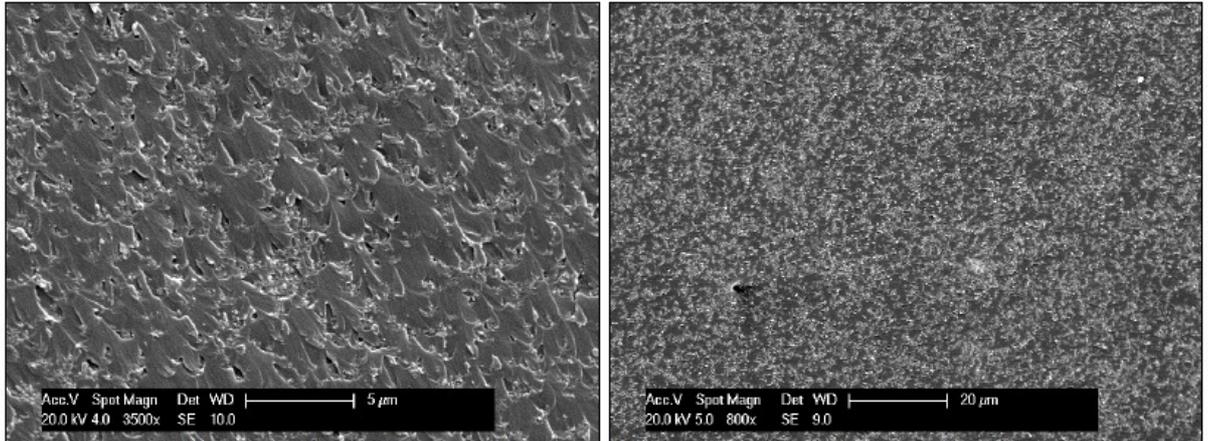


Figure 89 : Clichés MEB de la formulation DER 331 et 4% de silice

Cependant cette formulation est trop chargée en silice pyrogénée pour permettre un bon dégazage. Or le dégazage est une étape cruciale pour éviter la formation de bulles dans le joint de colle [SiI04]. Les faciès de rupture (Figure 90) présentent donc des manques d'adhésif. Cette formulation n'est pas utilisable pour nos éprouvettes. En conséquence, les lots fabriqués (n° 6, 7 et 8) ne seront pas utilisés.



Figure 90 : exemples de faciès de rupture avec la formulation DER 331 et 4% de silice

La seconde formulation utilise toujours de la DER 331 et de la silice pyrogénée, mais cette fois l'apport n'est que de 2 % en masse. Cette formulation permet d'avoir une viscosité optimale : ni trop élevée pour permettre le dégazage lors de la fabrication de l'adhésif, ni trop faible pour éviter les fuites lors de la cuisson.

Les traitements de surfaces déterminés avec le 1<sup>er</sup> lot d'éprouvettes (pour rappel TTS n°1, 2 et 4 expliqués au §3.3.2) seront ceux appliqués sur ce nouveau lot d'éprouvettes. De la même façon que pour la 1<sup>ère</sup> série d'éprouvettes, les essais de caractérisation sont réalisés sur des lots de validation.

### 3.7.2. Caractérisation

#### 3.7.2.1. Angle de contact

Les angles de contact ont été mesurés sur le substrat d'aluminium, un nouveau lot de plaques provenant de chez Indraero Siren a été utilisé. L'aluminium choisit reste du 2024 plaqué 1050, et les 3 préparations de surfaces (1, 2 et 4) présentées dans le §3.3.2. Les résultats des mesures des angles de contact sont présentés dans le Tableau 11.

			Angle de contact $\theta$ (en °)		Energie de surface du substrat		
			Ecart type		Ecart type		
Référence du lot	N° TTS	Niveau d'adhésion	eau distillée	diiodométhane	Energie de surface totale (mJ/m <sup>2</sup> )	Composante polaire (mJ/m <sup>2</sup> )	Composante dispersive (mJ/m <sup>2</sup> )
Alu vierge	sans TTS		66	36	50	9	42
			1,27	1.44	0.8	0.65	0.67
9	1	Faible	49	80	40	5	35
			5	6	2	3	3
11	2	Moyen	46	34	62	20	42
			7	2	4	3	1
10	4	élevé	66	36	50	9	42
			1	1	1	1	1

Tableau 11 : Valeurs moyennes des angles de contact avec la formulation DER 331 et 4% de silice

Les nouveaux substrats d'aluminium qui subissent le TTS n°1 (lot9) ont une énergie de surface inférieure 9 mJ/m<sup>2</sup> par rapport aux précédents substrats (cf Tableau 8). Ces nouveaux substrats sont plus apolaires, leur composante polaire tend vers 0. Le mouillage sera donc plus faible. Néanmoins cet écart n'est plus observé pour les lots traités par TTS n°2 et n°4.

#### 3.7.2.2. Epaisseurs

Les résultats des mesures d'épaisseurs du joint de colle sont présentés dans le Tableau 12.

Lots	TTS	Epaisseur de l'adhésif (μm)	Nombre d'éprouvettes testées
9	1	240 ± 90	6
10	4	310 ± 50	5
11	2	310 ± 40	19

Tableau 12 : Valeurs moyennes des épaisseurs d'adhésif

Les épaisseurs obtenues sont bien de l'ordre de 300 μm, mais les écarts types restent importants, notamment pour le lot 9. Pour le lot 11, plus d'éprouvettes ont été nécessaires pour valider le protocole.

3.7.2.3. Essais mécanique

Pour valider le nouveau protocole, des lots de validations sont détruits pour vérifier que trois niveaux d'adhésion sont obtenus et que le mode de rupture est adhésif (Figure 91). Pour l'ensemble des éprouvettes la rupture est toujours de type adhésif, soit du côté du substrat supérieur soit du côté du substrat inférieur ou mixte (présence de colle des deux côtés). Aucune tendance particulière n'est apparue.

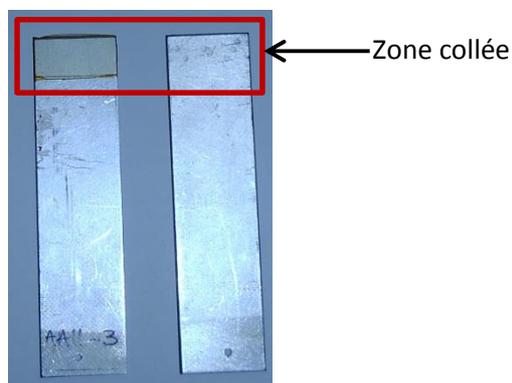


Figure 91 : Exemple de faciès de rupture obtenue avec la formulation DER 331 et 4% de silice à gauche faciès supérieur, à droite faciès inférieur

Le mode de rupture est vérifié par spectroscopie infrarouge, quatre points de mesures ont été réalisés sur chaque faciès de l'éprouvette présentée en Figure 91. Au vu des faciès, il n'y a normalement de la colle uniquement sur le faciès supérieur. Les spectres (point 1 à 4 sur la Figure 92), confirment la rupture adhésive, il n'y a pas de pic sur le faciès supérieur. Le spectre « ref », correspond au spectre infrarouge du système époxy.

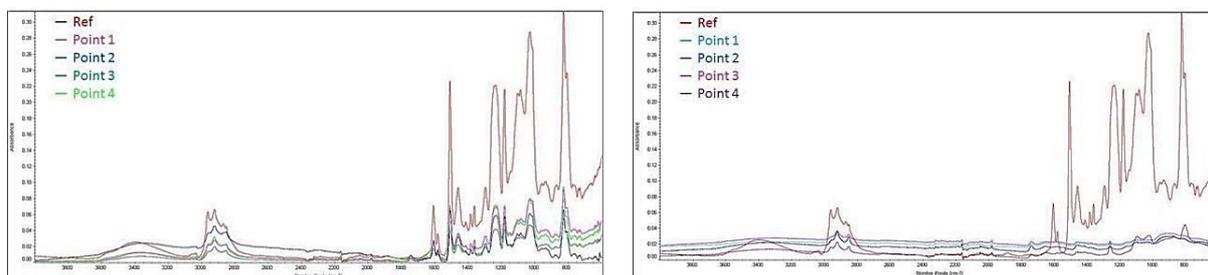


Figure 92 : Spectres infrarouge, à gauche faciès (supérieur) présence de colle, à droite à droite faciès (inférieur) absence de colle

Les résistances au cisaillement obtenues sont données dans le Tableau 13. Pour le lot 11, plus d'éprouvettes ont été testées car les résultats mécaniques n'étaient pas satisfaisant car ils étaient trop dispersés. L'écart-type de ce lot (2.3) est par conséquent plus élevé que pour les autres lots.

Lot	TTS	Adhésion visée	R (Mpa) / écart type	Nombre d'éprouvettes
9	1	Faible	5.2 / 1.2	6
10	4	Bonne	13.4 / 1.5	5
11	2	Moyenne	9 / 2.3	19

Tableau 13 : Résistance au cisaillement des lots 9, 10, 11

Le Tableau 13 montre que les résultats sont conformes aux prévisions. Les préparations de surface n°1, 2 et 4 sont respectivement dégraissage solvant, décapage alcalin et silanisation. Le TTS n°1 permet donc d'obtenir le niveau d'adhésion le plus faible avec une résistance au cisaillement de 5.2 MPa. Le TTSn°2 donne une adhésion de moyenne résistance avec une valeur de résistance au

cisaillement de 9 MPa. Enfin le TTS n°4 permet d'obtenir le niveau d'adhésion le plus élevé avec une résistance au cisaillement d'environ 13.4 MPa. Il n'y a pas de recouvrement entre les différents niveaux.

L'ensemble des résultats mécaniques permet de confirmer l'obtention des trois niveaux d'adhésion distincts puisque les écarts types sont assez faibles.

#### 3.7.3. Contrôle de l'homogénéité des joints

##### 3.7.3.1. Par CND ultrasonore

Le contrôle en transmission sert à vérifier l'homogénéité des joints de colle. Les C-Scan de ces éprouvettes ont été réalisés selon le protocole défini au §3.5.3. Ils montrent des éprouvettes plus homogènes, quelques porosités persistent, Figure 93.

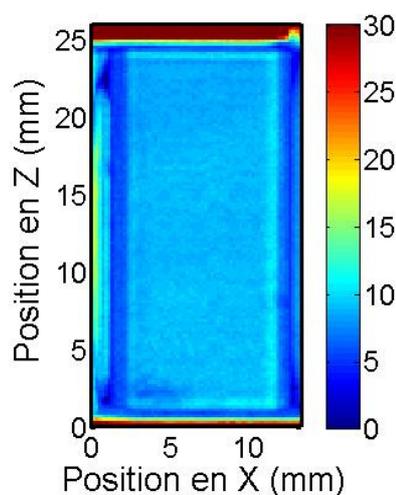


Figure 93 : C-Scan d'une éprouvette du lot 9

L'intérêt des éprouvettes de plus fortes épaisseurs est de pouvoir identifier les différents échos. Les temps de vol ont été calculés avec les paramètres suivants :

- Aluminium  
Vitesse ondes longitudinales estimée =  $6370 \text{ ms}^{-1}$   
Vitesse ondes transversales estimée =  $3160 \text{ ms}^{-1}$   
Epaisseur : 1.6 mm
- Epoxy  
Vitesse ondes longitudinales estimée =  $2512 \text{ ms}^{-1}$   
Vitesse ondes transversales mesurées =  $1256.4 \text{ ms}^{-1}$   
Epaisseur du joint : 0.3 mm

La Figure 94 représente 4 trajets possibles de l'onde ultrasonore. Le trajet direct à travers l'assemblage dure un temps noté  $t_0$ . Un trajet qui suit un aller-retour supplémentaire dans le 1<sup>er</sup> substrat d'aluminium sera noté  $t_0+t_{100}$ . Un trajet qui suit un aller-retour supplémentaire dans la colle sera noté  $t_0+t_{010}$ , 2 aller-retours dans l'époxy seront noté  $t_0+t_{020}$ . Un trajet qui suit un aller-retour supplémentaire dans le 2<sup>nd</sup> substrat d'aluminium sera noté  $t_0+t_{001}$ .

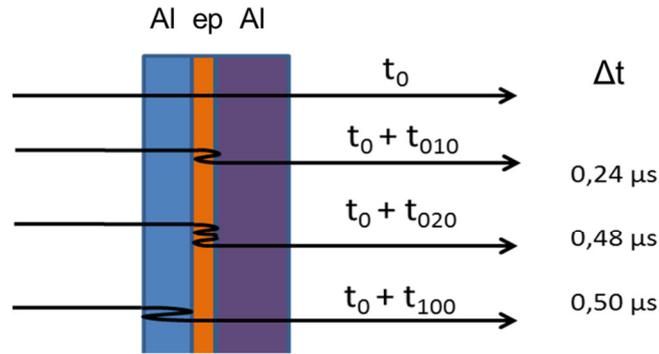


Figure 94 : Calcul des temps théoriques pour l'identification des différents échos

L'écho provenant d'un aller-retour de l'onde dans la colle a été observé sur plusieurs éprouvettes, un exemple d'A-Scan est présenté en Figure 95.

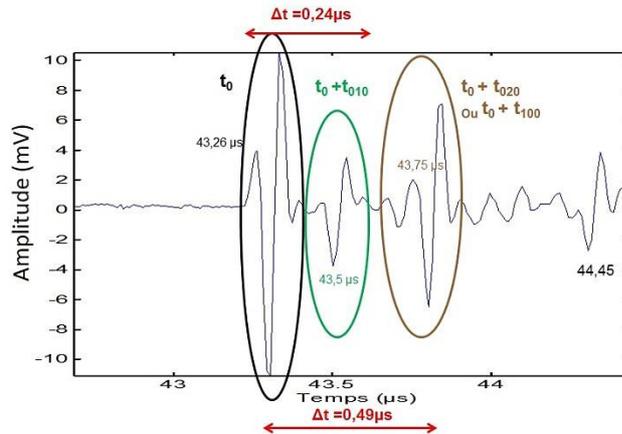


Figure 95 : Un A-Scan de l'éprouvette du lot 9

Grâce à un très bon échantillonnage et à l'épaisseur de la colle suffisamment importante, les différents échos peuvent être distingués. L'écho dû au trajet direct et celui lié à un second aller-retour dans la colle vont nous permettre par la suite de rechercher des indicateurs ultrasonores de l'adhésion.

### 3.7.3.2. Par Tomographie X

Des contrôles complémentaires par tomographie X ont été réalisés par Safran Composites. Le but de ces contrôles était de confirmer la bonne homogénéité de nos éprouvettes et de valider notre méthode de contrôle ultrasonore. Le principe de la tomographie X est présenté dans chapitre 1 au paragraphe 1.4.8. Le tomographe (Figure 96) de chez safran composites a les caractéristiques suivantes :

- Deux canons à électrons
- Résolution jusqu'à 20 μm

Pour réaliser le tour complet de l'éprouvette, 200 images sont enregistrées. L'acquisition de la zone collée d'une éprouvette, dure environ une heure. Le traitement d'image est ensuite effectuée pour reconstruire l'image volumique de la pièce.



Figure 96 : Enceinte du Tomographe Safran Composite

Les images obtenues confirment la bonne qualité des lots d'éprouvettes, et la forte corrélation des C-Scan ultrasonores réalisés. La Figure 97 présente une coupe tomographique et une cartographie C-scan d'une éprouvette du lot 10, deux petites bulles ( $\approx 400 \mu\text{m}$  de diamètre) sont visibles sur les deux images.

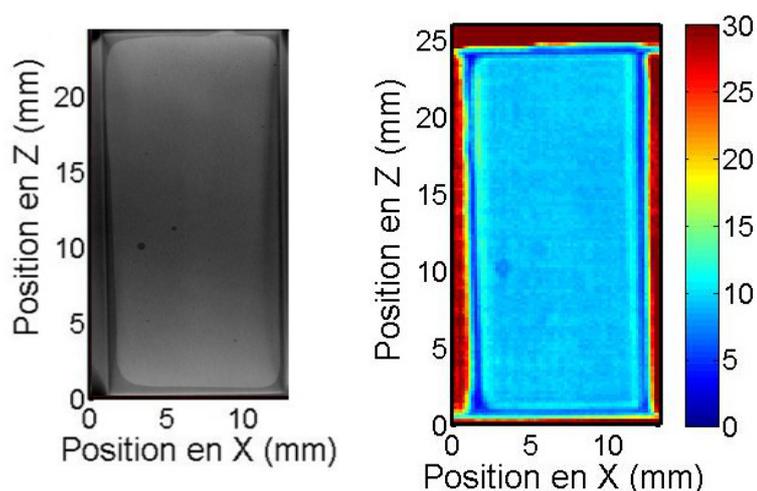


Figure 97 : Tomographie X (à gauche) et C-Scan (à droite) de la zone collée d'une même éprouvette du lot 10

#### 3.7.4. Conclusion

Plusieurs formulations époxyde ont été testées pour obtenir une viscosité satisfaisante qui empêche les fuites lors du cycle de cuisson et qui donne une bonne reproductibilité. Pour la réalisation d'éprouvette avec un joint de colle de  $300 \mu\text{m}$ , la formulation choisie est la suivante :

DGEBA DER 331 + IPDA + 2 wt % de silice pyrogénée hydrophobe (Wacker HDK H18).

Les trois niveaux d'adhésion distincts ont été obtenus en appliquant les traitements de surface sélectionnés avec l'étude des éprouvettes d'épaisseurs de colle  $150 \mu\text{m}$ . La préparation de surface n°1, dégraissage solvant, donne le niveau d'adhésion le plus faible ( $5.2 \text{ MPa} \pm 1.2$ ). La préparation de surface n°2, dégraissage solvant et dégraissage alcalin et décapage alcalin, présente des collages avec un niveau d'adhésion intermédiaire ( $9.0 \text{ MPa} \pm 2.3$ ). Et enfin, la préparation n°4, TTS n°2 et silanisation des substrats, augmentent considérablement la résistance au cisaillement des collages ( $13.4 \text{ MPa} \pm 1.5$ ) ce qui correspond au niveau d'adhésion le plus élevé. La qualité du joint de colle a été contrôlée par C-Scan et tomographie X. Ils sont très homogènes avec très peu de bulles résiduelles.

Les résultats mécaniques des lots de validation et les caractérisations ultrasonores permettent de valider ce protocole et nos éprouvettes étalons.

### 3.8.Synthèse des traitements de surface et des lots préparés

Plusieurs préparations de surface ont été étudiées pour réaliser nos éprouvettes, et ainsi obtenir différents niveaux d'adhésion :

- TTS n°1 Dégraissage solvant
- TTS n°2 TTS n°1 + dégraissage et décapage alcalin
- TTS n°3 TTS n°2 + décapage acide
- TTS n°4 TTS n°2 + Silanisation
- TTS n°5 Traitement sulfochromique

Ces différentes préparations de surface nous ont donné les lots résumés dans le Tableau 14.

Lot	Epaisseur	Préparation de surface	Niveau d'adhésion
1	150 µm	TTS n° 1	Faible
2	150 µm	TTS n° 3	Bon
3	150 µm	TTS n° 2	Moyen
4	150 µm	TTS n° 5	Bon
9	300µm	TTS n° 1	Faible
10	300µm	TTS n° 4	Bon
11	300µm	TTS n° 2	Moyen

Tableau 14 : Synthèse des lots réalisés

La Figure 98 est une synthèse des résultats mécaniques obtenus. Pour chaque épaisseur d'adhésif (150 ou 300 µm), trois niveaux distincts sont obtenus. L'amélioration des choix de préparation de la colle (composition, épaisseur) a conduit à une augmentation significative des résistances à la rupture.

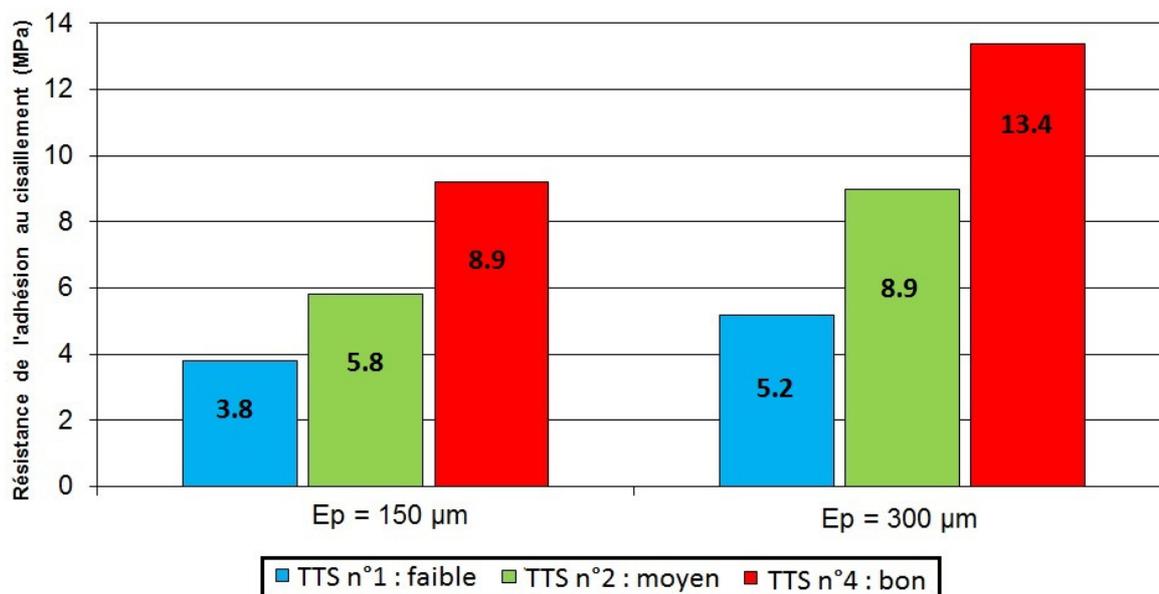


Figure 98 : Trois niveaux d'adhésion différents pour chaque épaisseur d'adhésif

### **3.9.Conclusion**

La réalisation d'éprouvettes étalons à adhésions variables est une étape clé pour vérifier la capacité du CND. Pour réaliser toute notre étude : des essais préliminaires, aux lots de validation et aux lots finaux 310 assemblages collés ont été réalisés. Afin d'obtenir nos niveaux d'adhésion, différentes préparations de surface sont utilisées. Les niveaux sont contrôlés par essai mécanique. Pour réaliser ces éprouvettes, une bonne connaissance des matériaux tant du côté des substrats utilisés que du côté physico-chimique est nécessaire. Le substrat utilisé est de l'aluminium 2024 plaqué 1050, et l'adhésif utilisé est une formulation modèle bicomposante composée de prépolymère DGEBA réticulé par l'isophorone diamine. Différentes méthodes de caractérisation ont été mises en place pour contrôler l'épaisseur de l'adhésif déposé ainsi que sa qualité afin d'obtenir des éprouvettes répétables. Des lots de validation d'éprouvettes à adhésion variable ont ensuite été réalisés.

Dans un premier temps, plusieurs traitements de surface ont été testés pour la réalisation d'assemblages collés d'épaisseur 150  $\mu\text{m}$ . Les essais mécaniques permettent de sélectionner trois traitements de surface : le dégraissage solvant pour le niveau faible, le dégraissage solvant suivi du dégraissage alcalin et du décapage alcalin pour le niveau d'adhésion moyen et le traitement cité précédemment suivi de la silanisation des substrats pour une adhésion élevée. L'homogénéité des joints de colle est contrôlée par cartographie C-Scan haute fréquence. Cette méthode s'est avérée prometteuse pour imager finement un joint de colle, et ainsi quantifier la qualité des joints de colle. Cette partie a permis de valider les préparations de surface. Mais les lots contenaient quelques inhomogénéités et présentaient une épaisseur trop faible pour une analyse ultrasonore détaillée, une seconde série d'éprouvettes a donc été réalisée.

Ces mêmes trois préparations de surface ont été appliquées pour la réalisation d'assemblages collés ayant une épaisseur d'adhésif de 300  $\mu\text{m}$ . La formulation époxy a été modifiée par ajout de silice pyrogénée pour améliorer la viscosité de la formule précédente. Les résultats des cartographies C-Scans ne présentent plus d'aussi fortes inhomogénéités, quelques petites porosités subsistent sur certaines éprouvettes. Les contrôles par ultrasons nous permettent de choisir nos éprouvettes qui seront utilisées pour le CND. Les éprouvettes étalons et le protocole sont validés.



# Chapitre 4. Acoustique non linéaire et évaluation de l'adhésion

L'idée sous-jacente à la mise en œuvre de l'acoustique non linéaire pour évaluer l'adhésion est de faire l'hypothèse que la variation de la qualité de l'adhésion se traduit par une variation du champ de contraintes dans le substrat collé et dans la colle lorsque le collage est soumis à une sollicitation extérieure. L'évolution du champ de contrainte ne sera pas le même selon le niveau d'adhésion. Nous souhaitons montrer que cette variation de l'évolution du champ de contrainte sera observable par des mesures ultrasonores de temps de vol dans l'épaisseur du substrat.

Ce chapitre présente la méthode et le dispositif expérimental développé pour caractériser les niveaux d'adhésion sur des éprouvettes de cisaillement simple. La première partie recense les différents principes utilisés. La seconde partie présente les essais expérimentaux réalisés et leur analyse.

## 4.1. Principes utilisés pour la détection d'un défaut d'adhésion

Cette partie présente les deux grands principes que nous allons utiliser : l'acoustoélasticité et l'étude du champ de contraintes lorsque l'assemblage est soumis à une contrainte.

### 4.1.1. Principe de l'acoustoélasticité

La théorie de l'acoustoélasticité relie les variations de contraintes et les variations de vitesse dans un matériau. Les ondes ultrasonores peuvent se propager dans différentes directions avec différentes polarisations possibles modifiant ainsi la direction du déplacement particulaire. Les vitesses sont indexées selon la direction et la polarisation avec la notation suivante :  $V_{ij}$  où  $i$  est la direction de propagation et  $j$  la polarisation de l'onde. La Figure 99 indique la numérotation des axes utilisée pour les prochaines équations.



Figure 99 : Définition des directions

La vitesse dépend de plusieurs paramètres (cf chapitre 2) et notamment des modules élastiques du deuxième et troisième ordre respectivement  $C_{ijkl}$  et  $C_{ijklmn}$ . Le tenseur élastique du deuxième ordre dépend de deux constantes indépendantes lorsque le matériau est isotrope : les coefficients de Lamé  $\lambda$  et  $\mu$ . Le tenseur élastique du troisième ordre est fonction de trois constantes indépendantes  $l$ ,  $m$  et  $n$ , les coefficients de Murnaghan. Brugger [Bru64] développe ainsi l'énergie de déformation ( $W_D$ ) au troisième ordre selon ces deux modules tels que :

$$W_D = \frac{1}{2} c_{ijkl} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{kl} + \frac{1}{6} C_{ijklmn} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{kl} \varepsilon_{mn} \quad (4.1)$$

Pour un milieu isotrope, Murnaghan [Mur51] simplifie cette équation selon les coefficients de Lamé et de Murnaghan de la façon suivante:

$$W_D = \frac{\lambda + 2\mu}{2} I_1^2 - 2\mu I_2 + \frac{l + 2m}{3} I_1^3 - 2m I_1 I_2 + n I_3 \quad (4.2)$$

où  $I_1, I_2, I_3$  sont les invariants du tenseur de déformation tels que :

$$I_1 = \varepsilon_{ii} \quad (4.3)$$

#### Ch4. Acoustique non linéaire et évaluation de l'adhésion

$$I_2 = \frac{1}{2} (\varepsilon_{ii} \varepsilon_{jj} - \varepsilon_{ij} \varepsilon_{ji}) \quad (4.4)$$

$$I_3 = \det(\varepsilon_{ij}) \quad (4.5)$$

Dans un milieu sous chargement uniaxial (Figure 99), l'équation du mouvement qui régit la propagation d'onde est :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} \quad (4.6)$$

où  $\sigma_{ij}$  est le tenseur des contraintes, il est fonction de l'énergie de déformation :

$$\sigma_{ij} = \frac{\partial W_d}{\partial (\varepsilon_{ij})} \quad (4.7)$$

A l'aide des équations précédentes et dans notre configuration avec un milieu isotrope considéré comme infini et avec une contrainte toujours uniaxiale d'axe 1, il est possible d'écrire les vitesses des ondes en fonction de la déformation :

$$\rho_0 V_{11}^2 = \lambda + 2\mu + \left[ 4(\lambda + 2\mu) + 2(\mu + 2m) + \nu\mu \left( 1 + \frac{2l}{\lambda} \right) \right] \varepsilon \quad (4.8)$$

$$\rho_0 V_{12}^2 = \rho_0 V_{13}^2 = \mu + \left[ 4\mu + \nu \frac{n}{2} + m(1 - 2\nu) \right] \varepsilon \quad (4.9)$$

$$\rho_0 V_{22}^2 = \lambda + 2\mu + [2l(1 - 2\nu) - 4\nu(m + \lambda + 2\mu)] \varepsilon \quad (4.10)$$

$$\rho_0 V_{21}^2 = \rho_0 V_{31}^2 = \mu + \left[ (\lambda + 2\mu + m)(1 - 2\nu) + \frac{\nu n}{2} \right] \varepsilon \quad (4.11)$$

$$\rho_0 V_{23}^2 = \rho_0 V_{32}^2 = \mu + [(\lambda + m)(1 - 2\nu) - 6\nu\mu - \frac{n}{2}] \varepsilon. \quad (4.12)$$

En faisant l'hypothèse que les variations relatives de la vitesse dues à la contrainte sont faibles, Egle et Bray [Egl76] définissent les variations relatives de vitesses ainsi :

$$\frac{dV_{11}}{V_{11}^0} = \left[ 2 + \frac{\mu + 2m + \nu\mu \left( 1 + \frac{2l}{\lambda} \right)}{\lambda + 2\mu} \right] d\varepsilon \quad (4.13)$$

$$\frac{dV_{12}}{V_{12}^0} = \left[ 2 + \frac{\nu n}{4\mu} + \frac{m}{2(\lambda + \mu)} \right] d\varepsilon \quad (4.14)$$

$$\frac{dV_{22}}{V_{22}^0} = -2\nu \left[ 1 + \frac{m - \frac{l\mu}{\lambda}}{\lambda + 2\mu} \right] d\varepsilon \quad (4.15)$$

$$\frac{dV_{21}}{V_{21}^0} = \left[ \frac{\lambda + 2\mu + m}{2(\lambda + \mu)} + \frac{\nu n}{4\mu} \right] d\varepsilon \quad (4.16)$$

$$\frac{dV_{23}}{V_{23}^0} = \left[ \frac{m - 2\lambda}{2(\lambda + \mu)} - \frac{n}{4\mu} \right] d\varepsilon \quad (4.17)$$

où  $V_{ij}^0$  est la vitesse lorsque la contrainte est nulle. Les variations relatives de vitesse de  $v_{13}$ ,  $v_{31}$ ,  $v_{32}$  ne sont pas données puisque d'après les équations 4.9, 4.11, 4.12 ces vitesses sont respectivement égales à  $v_{12}$ ,  $v_{21}$  et  $v_{23}$ .

La Figure 100 représente les variations relatives de vitesse en fonction des contraintes dans l'aluminium avec les valeurs des constantes données dans le Tableau 15. Pour une déformation ( $\varepsilon$ ) lorsque la force ( $F$ ) appliquée va de -6000 à 6000 N, calculée de la façon suivante, avec  $E$  le module de Young et  $S$  la surface sur laquelle s'exerce l'effort  $F$  :

#### Ch4. Acoustique non linéaire et évaluation de l'adhésion

$$\varepsilon = \frac{F}{SE}. \quad (4.18)$$

$\lambda$ (Pa)	$\mu$ (Pa)	$l$ (Pa)	$m$ (Pa)	$n$ (Pa)	$\nu$	$S$ (mm <sup>2</sup> )	$E$ (Pa)
$5.1 \cdot 10^{10}$	$2.6 \cdot 10^{10}$	$-2.5 \cdot 10^{11}$	$-3.3 \cdot 10^{11}$	$-3.5 \cdot 10^{11}$	0.34	40	$70 \cdot 10^9$

Tableau 15 : Coefficients de Lamé, Murnaghan, Poisson surface de l'effort et module de Young pour de l'aluminium standard

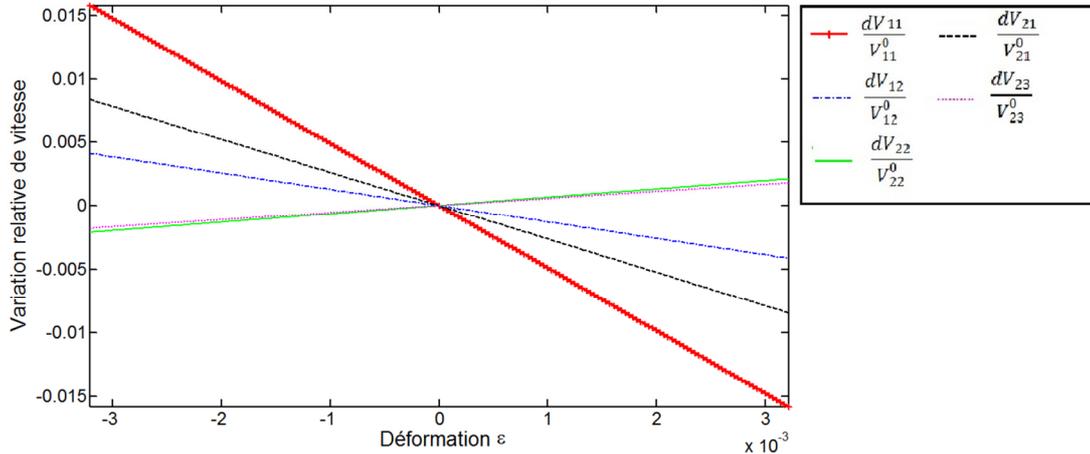


Figure 100 : Variations relatives de la vitesse en fonction de la déformation

Les variations de vitesses obtenues sont linéaires et proportionnelles à la déformation. Les variations relatives les plus élevées sont obtenues pour les ondes longitudinales se propageant dans le sens de la contrainte ( $V_{11}$ ). Ce mode de contrôle n'est cependant pas un mode facilement exploitable car le capteur ultrasonore doit être dans l'axe de la sollicitation mais cela peut être utilisé pour des éprouvettes de grande taille devant le capteur (Figure 101) comme cela a été réalisé par Lillamand et al [Lil10]. Une pièce d'adaptation a été fabriquée afin d'appliquer une force constante sur une éprouvette de béton, des ressorts sont utilisés pour garder une pression de contact constante entre les capteurs et la pièce durant l'expérience. Ils montrent ainsi que pour le béton les ondes les plus sensibles à la contrainte sont les ondes longitudinales et transversales polarisées dans le sens de la contrainte.

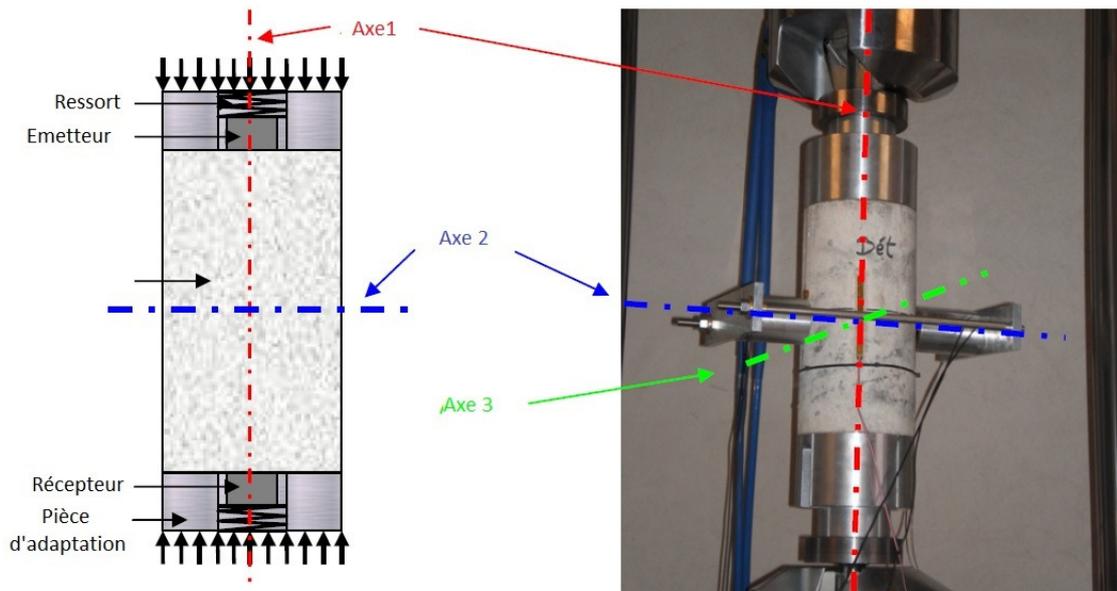


Figure 101 : Schéma et photo du dispositif expérimental de [Li10]

Les variations relatives de vitesses les plus faibles sont obtenues pour des ondes transversales polarisées perpendiculairement à la contrainte ( $V_{23}$ ). Ce dernier type d'onde correspondrait à des ondes aussi appelées ondes SH. Ces ondes sont très étudiées pour caractériser le collage car les modes de réflexions aux interfaces sont plus simples. Cependant la figure 2 montre que ce n'est pas le mode d'auscultation qui serait le plus sensible aux variations des contraintes tout comme le mode longitudinal perpendiculaire à une éprouvette ( $V_{22}$ ).

D'autres modes ont des sensibilités moyennes et correspondent à d'autres modes d'auscultations ultrasonores : le mode SH se propageant le long de l'axe 1 ( $V_{13}$ ), le mode SV se propageant le long de l'axe 2 ( $V_{21}$ ).

#### 4.1.2. Variations locales du champ de contraintes pour un assemblage collé

Comme indiqué dans le chapitre 1, lors d'un cisaillement simple, ce n'est pas de la traction pure, un moment de flexion est présent. Nous souhaitons donc analyser les répartitions de contrainte sur nos éprouvettes de cisaillement simple.

Les éprouvettes de cisaillement simple que nous utilisons sont de 25\*100\*1.6 mm et l'épaisseur de colle est soit de 150 ou de 300  $\mu\text{m}$  (cf chapitre 3). La largeur de l'éprouvette ( $b$ ) est donc supérieure à l'épaisseur du joint de colle, dans ce cas selon [Dar03] « le joint est dans un état de déformation plane et la force à rupture est proportionnelle à  $b$ . L'effet de la longueur de recouvrement ( $l$ ) est plus complexe : la force de rupture ( $F_R$ ), d'abord proportionnelle à  $l$ , augmente de moins en moins vite et tend vers une limite (Figure 102).

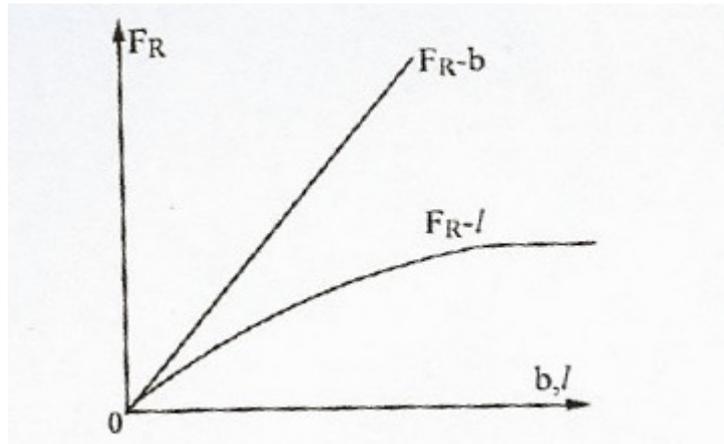


Figure 102 : Influence de la largeur et de la longueur de la zone de recouvrement sur la force de rupture [Dar03]

L'influence de ces effets de bords et les concentrations de contraintes engendrées sont étudiés depuis 1938, notamment avec l'analyse de Volkersen [Vol38], Figure 103

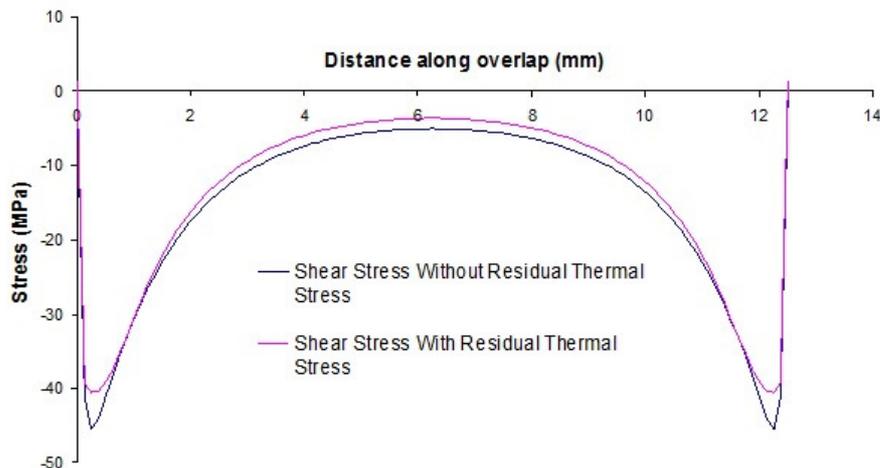


Figure 103 : Contrainte dans un joint de colle [Vol38]

Cependant cette analyse est simplifiée et ne prend pas en compte la flexion engendrée pendant l'essai mécanique [Sil]. En raison de ce moment de flexion l'éprouvette de cisaillement simple pivote, et modifie la direction de la force appliquée. En 1944, Goland et Reissner sont les premiers à prendre en compte la flexion, Figure 104.

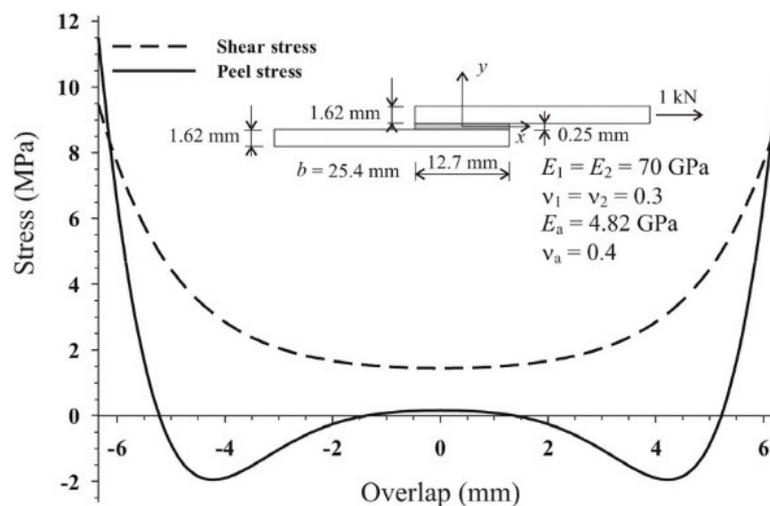


Figure 104 : Répartition de contraintes selon Goland et Reissner [Sil]

Pour une même éprouvette de cisaillement simple, les distributions de contraintes sont similaires. Néanmoins la Figure 104 donne à la fois une contrainte de cisaillement plus élevée sur les bords et une contrainte d'arrachement maximale. D'autres modèles analytiques existent, cela dépend de la complexité des matériaux et de l'importance du moment de flexion.

Nous nous intéressons à l'influence d'un défaut de type kissing bond sur ces contraintes. Dans une étude récente Kumar et al. montrent qu'un défaut de type kissing bond modifie la répartition locale des contraintes, notamment avec des effets de bords attendus (concentration de contraintes) [Kum13]. Les auteurs fabriquent des éprouvettes de cisaillement simple en composites renforcés en fibre de verre et la colle utilisée est une époxy bicomposante. L'épaisseur du joint de colle est de 2.5 mm et l'éprouvette mesure 250 mm de long et 50 mm de large. La préparation de surface a été réalisée selon la norme ASTM D 2093. Les kissing bond sont créés par l'auteur, en introduisant des morceaux d'ETFE (Éthylène tétrafluoroéthylène) d'épaisseurs 20 µm au sein de la zone collée. Il introduit ainsi 25, 48 ou 70 % d'ETFE au sein de ces éprouvettes. Leurs noms (K25, K48, K70) dépendent donc du pourcentage d'ETFE ajouté dans la zone collée. Quatre éprouvettes ont été préparées, dont une sans aucun kissing bond considérée comme l'éprouvette de référence. Dans un premier temps les éprouvettes ont été passées au C-Scan à 5 MHz à la fois en mode écho et en transmission (cf Figure 105).

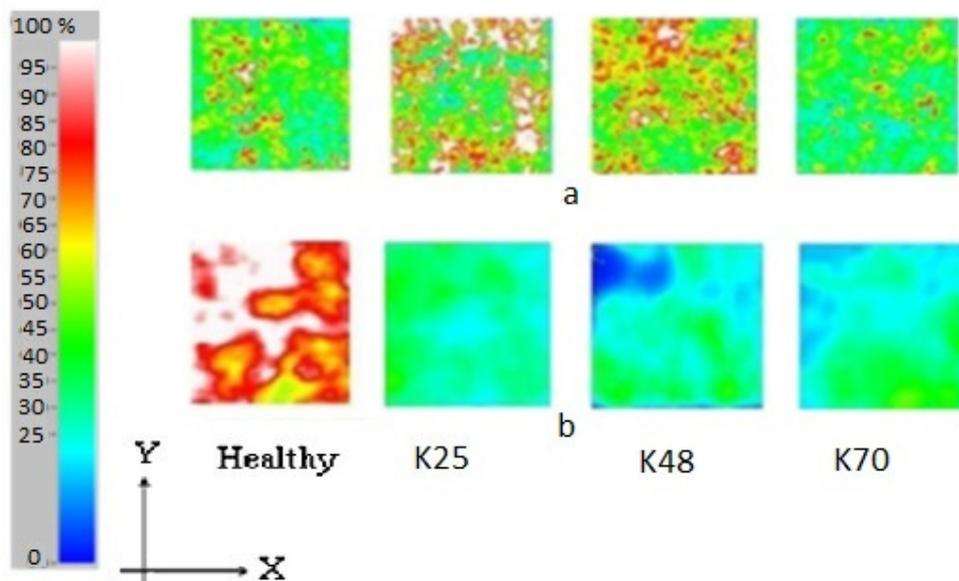


Figure 105 : C-Scan des éprouvettes (a) mode écho, (b) transmission

La diminution de l'amplitude du signal reçu en transmission donne une information qualitative de la dégradation du joint mais cela est insuffisant pour prouver la présence d'un « kissing bond ». En mode écho il est difficile d'identifier l'écho lié à l'interface dans le signal bruité. En regardant ces images, il est impossible de caractériser et dimensionner le « kissing bond » puisqu'à 5 MHz le corps étranger de 20 µm d'épaisseur ne peut être vu s'il n'a pas créé de zones endommagées et notamment pas de délaminage. Par conséquent Kumar et al. utilisent la méthode de corrélation d'image numérique (DIC). C'est une méthode optique qui consiste à enregistrer des images numériques de la surface d'un objet puis à effectuer une analyse comparative d'images pour obtenir une mesure et/ou un champ de déplacement. Les déformations recherchées sont de l'ordre de  $10^{-5}$  m, le matériel utilisé doit donc avoir une très bonne résolution. Les images sont prises à l'aide d'une caméra numérique à haute résolution pendant le processus de déformation afin d'évaluer les changements dans les caractéristiques de la surface et de comprendre le comportement de

l'éprouvette à différents chargements de 0 pour la référence jusqu' à la rupture. Toutes les images sont comparées à l'image de référence, ainsi une carte de répartition de déformation est obtenue. Pour obtenir de bonnes mesures la surface de l'objet doit avoir certaines propriétés : une texture de surface idéale et isotrope. Des surfaces avec une texture périodique peuvent conduire à des problèmes d'interprétation. Ces exigences ont conduit à l'utilisation de textures aléatoires, telles que les figures de Speckle.

Les échantillons sont chargés jusqu'à la rupture dans une machine d'essai de traction allant jusqu'à 25 kN et des mesures de déformations bidimensionnelles sont réalisées en utilisant la technique DIC. Trois hypothèses sont couramment formulées lors de l'utilisation de la corrélation d'images numérique. Tout d'abord, l'échantillon est supposé être plan. Ensuite, le plan objet est parallèle au plan du capteur. Et enfin l'échantillon est chargé afin qu'il se déforme dans le plan objet original. Tous les échantillons sont testés en utilisant le contrôle du déplacement à une vitesse constante de 2 mm / min tout au long de l'expérience.

La carte de la répartition des déformations obtenues pour chaque éprouvette est étudiée pour rechercher des indicateurs de présence de kissing bond. Seule la cartographie en  $\epsilon_{yy}$ , la composante de déformation le long de l'échantillon, a donné une indication claire de la présence d'un kissing bond pour des charges de 50 % de la charge à rupture. La Figure 106 présente la répartition des déformations de l'éprouvette K25 (contenant 25 % d'ETFE au sein du joint de colle).

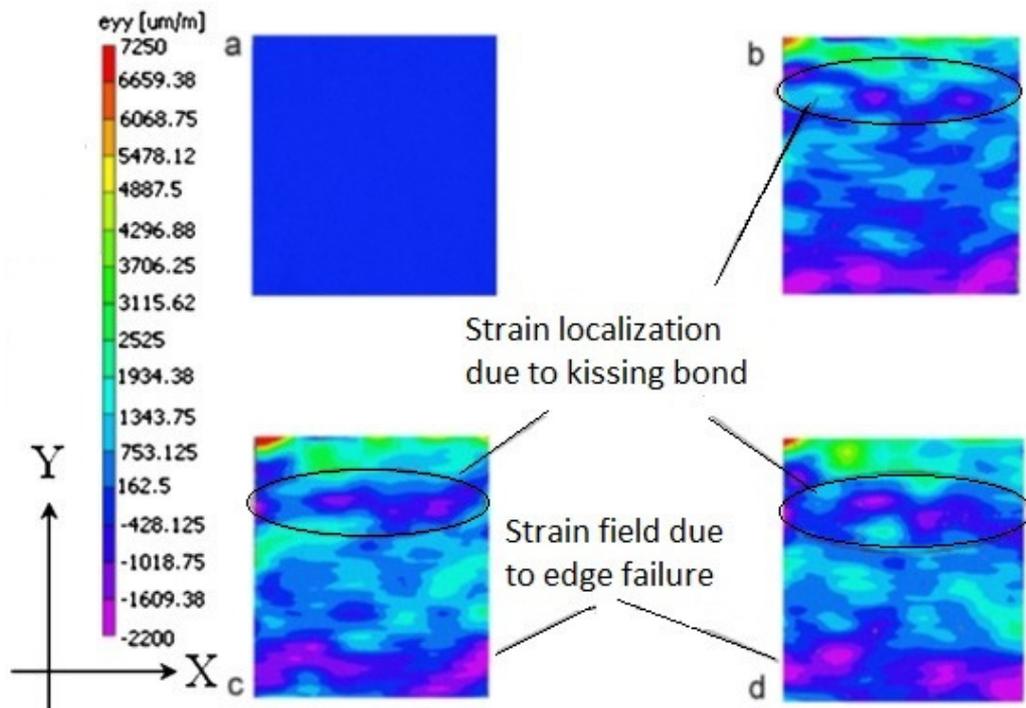


Figure 106 : Cartographie des déformations pour l'éprouvette K25, (a) sans charge, (b) 50 % de la charge à rupture, (c) 75 % de la charge à rupture, (d) juste avant la rupture

Le champ de déformation négatif devient prédominant à 75 % de la charge à rupture. Ces données sont ensuite utilisées pour définir la taille de la zone de « kissing bond » à l'aide d'un programme Matlab. La taille de la zone collée est connue (2 pouces x 2 pouces), le nombre de pixels présents peut être calculé. Le défaut de kissing bond apparaît comme une zone de couleur distincte dans l'image DIC, est défini pour calculer le nombre de pixels correspondants à la taille de la zone.

Sur les cartographies des surfaces des régions présentent des déformations négatives, celles-ci peuvent être attribuées à des décollements localisés qui ont lieu à cause du chargement. A partir

de ces images, il est constaté que la valeur des déformations dans la zone du kissing bond augmente avec la charge appliquée.

Le joint sain (sans inclusion d'ETFE) a la force à rupture la plus élevée : 47 kN. La force à rupture diminue avec une augmentation la zone du kissing bond et une réduction sévère de 65 % de la charge à rupture a été observée pour l'échantillon K70 (70 % de kissing bond dans l'adhésif) par rapport à un joint sain. Selon les auteurs il existe un bon accord entre zone réelle de kissing bond et celle calculée. Cependant, il n'y a pas de précision concernant l'emplacement des kissing bond qui permet de valider que les déformations sont dues au kissing bond. De plus il faut noter que les niveaux de contraintes utilisés pour l'analyse sont importants (50, 75 et 100 % de la force à rupture) ainsi que les niveaux de déformations ( $\epsilon_{yy}$ ).

### 4.1.3. Conclusion

Lorsqu'un matériau est soumis à un champ de contraintes, la vitesse de propagation des ondes ultrasonores varie. L'estimation du champ de la déformation par ultrasons permet par exemple d'estimer une concentration de contrainte en pointe d'une fissure [Akh06]. La variation de la qualité de l'adhésion doit se traduire par une variation du champ de contraintes dans le substrat collé lorsque le collage est soumis à une sollicitation extérieure. L'évolution du champ de contrainte ne sera pas le même selon le niveau d'adhésion. Cette variation de l'évolution du champ de contrainte serait donc observable par des mesures ultrasonores de temps de vol dans l'épaisseur du substrat ou par des mesures de variation de l'énergie renvoyée vers le capteur ultrasonore. En conséquence nous pouvons envisager de détecter un défaut d'adhésion par ultrasons. Il faut cependant étudier les méthodes proposées pour évaluer leur sensibilité.

## 4.2. Essais ultrasonores haute fréquence

### 4.2.1. Essais préliminaire au contact

L'analyse bibliographique réalisée au chapitre 2 et l'analyse de la Figure 100, nous ont permis de conclure que les ondes de cisaillement très haute fréquence étaient les plus propices à la caractérisation du niveau d'adhésion. Dans un premier temps nous avons donc utilisé un capteur à ondes de cisaillement de fréquence 50 MHz (SFD12-50 de chez Olympus) et de diamètre de taille de boîtier 12.7 mm. Il est utilisé en mode écho en contact. Ce capteur nous permet de distinguer les différents échos comme représenté en Figure 107. Ces premiers essais réalisés sur nos éprouvettes d'épaisseurs 150  $\mu\text{m}$  (en réalité l'épaisseur mesurée était de 110  $\mu\text{m}$ ), nous permettent de mesurer la vitesse de propagation des ondes transversales dans l'adhésif : 1256  $\text{ms}^{-1}$ . Cette vitesse est une moyenne de 4 mesures, obtenues en mesurant la variation de temps de vol entre l'écho d'émission provenant du fond de la 1<sup>ère</sup> plaque et l'écho provenant de la 2<sup>nde</sup> interface entre l'aluminium et la colle, cet écho est repéré par le terme écho interface sur la Figure 107.

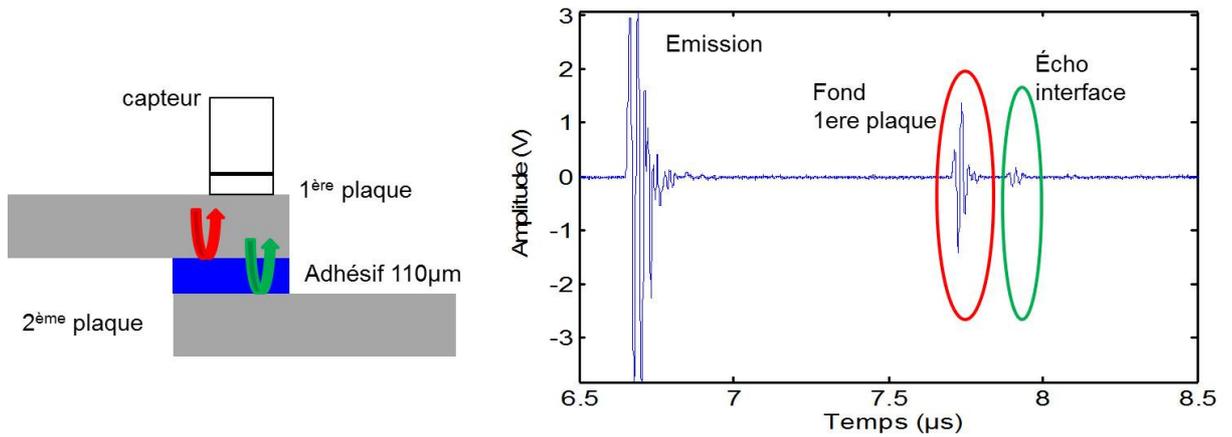


Figure 107 : Schéma de principe en mode écho et A-Scan correspondant

Connaissant la vitesse des ondes transversales dans l'adhésif nous avons réalisé des essais de cisaillement simple couplé avec des mesures ultrasonores. La Figure 100, qui représente les variations de vitesse en fonction des contraintes, confirme que les variations les plus importantes sont obtenues pour des ondes de cisaillement lorsqu'elles sont polarisées dans le sens de la contrainte. Nous avons donc positionné le capteur sur l'éprouvette, l'onde obtenue est une onde se propageant dans la direction 2 et polarisée dans le sens 1 ou 3 ( $V_{21}$  et  $V_{23}$ ) selon le positionnement du capteur. Le capteur est maintenu serré sur l'éprouvette par un système vissé comme présenté en Figure 108, le couplant est du SWC de chez Sofranel. Le dispositif ne pouvait garantir une reproductibilité des essais car les conditions de couplage du capteur sont difficiles à garder identique à chaque essai, de plus une faible variation de sa position lors des essais pouvait engendrer une variation des ondes émises. Afin d'enregistrer les signaux durant les essais, le capteur est relié à un oscilloscope WS 422 de chez Lecroy, la fréquence d'échantillonnage était de 2 GHz.



Figure 108 : Dispositif de contrôle par contact lors d'un essai de traction

Quatre éprouvettes d'adhésion faibles ont été testées. La vitesse des essais mécaniques était de 0.1 mm/min. Des mesures ultrasonores ont été enregistrées tous les 30 Newtons environ. Il était prévu de tester un cycle de charge-décharge pour obtenir une information sans devoir atteindre la rupture. La valeur de l'allongement est enregistrée et servira au tracé des courbes de suivi de l'essai mécanique. La valeur de l'allongement est constante alors que la valeur du capteur de force diminue pendant la pause. La pause permet d'effectuer des mesures ultrasonores, cela dure quelques secondes. Un exemple de courbe de traction réalisée sur une éprouvette d'adhésion faible est présenté en Figure 109.

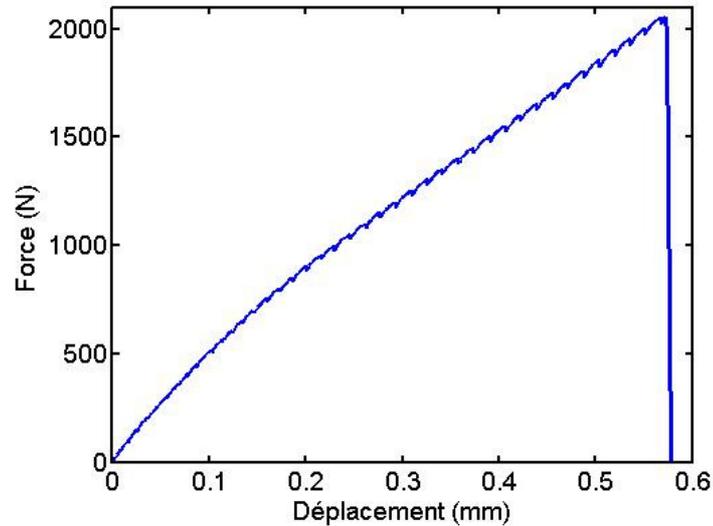


Figure 109 : Exemple de courbe de traction

Chaque éprouvette est analysée afin d'observer une variation de temps de vol des échos d'aluminium. La variation du temps de vol est obtenue grâce à une comparaison d'un signal ultrasonore enregistré pendant l'essai à un signal de référence obtenu au début lorsqu'il n'y a aucune contrainte. Un exemple de signal de référence est présenté en Figure 110. Deux échos sont visibles, le 1<sup>er</sup> est l'écho direct qui se réfléchit sur la 1<sup>ère</sup> interface aluminium/époxy, et le 2<sup>nd</sup> écho est celui qui se réfléchit sur la 2<sup>nde</sup> interface époxy/aluminium.

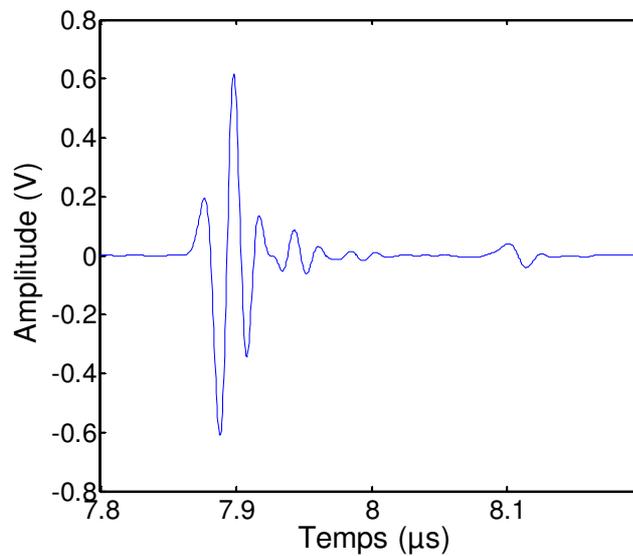


Figure 110 : A-Scan de référence

Chaque écho est référencé et noté pour chaque A-Scan. Par intercorrélation les variations de temps de vol sont obtenues pour l'aluminium. Une corrélation entre les échos d'aluminium et celui de référence (*Yal0*) est effectuée. Ces corrélations nous permettent d'obtenir la variation de temps vol. La Figure 111 présente un organigramme qui recense les étapes de la méthode de mesure.

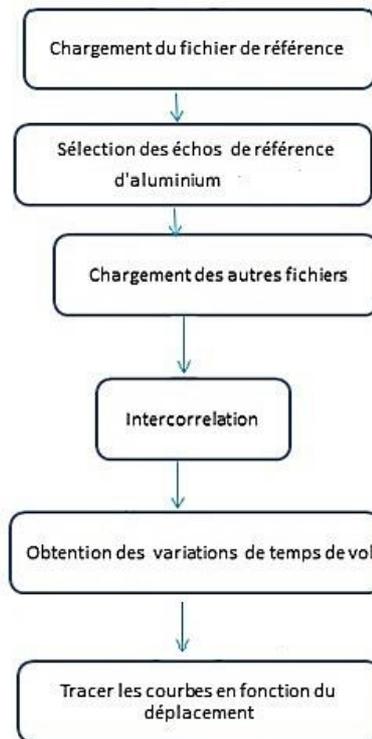


Figure 111 : Organigramme expliquant les différentes étapes du programme Matlab

La courbe des variations de temps de vol en fonction du déplacement est ainsi obtenue pour chaque éprouvette. Un exemple de résultat est présenté en Figure 112. Pour un déplacement de 500  $\mu\text{m}$ , la variation de temps de vol obtenue est très faible, elle est de l'ordre de -0.5 ns. Il faut noter que la variation de temps de vol est négative, c'est-à-dire que plus l'effort est important plus le temps de vol sous contrainte est faible et donc plus la contrainte est élevée plus les ondes seront rapides. Ce constat ne correspond pas avec la pente de la courbe  $dV_{21}/V_{21}^0$  de la Figure 100, mais bien avec le sens de la pente des variations de vitesse  $dV_{23}/V_{23}^0$ . Par comparaison d'ordre de grandeur avec cette courbe, un déplacement de 500  $\mu\text{m}$  correspond à environ un allongement de  $3.10^{-3}$  et donc à une variation relative de vitesse de l'ordre de -0.8 % pour les ondes se propageant selon l'axe 2 et polarisées dans le sens 1, et à une variation relative de vitesse de l'ordre de 0.2 % pour les ondes se propageant selon l'axe 2 et polarisées dans le sens 3. Les variations relatives de vitesses de vitesses, sont proportionnelles au signe près aux variations relatives de temps de vol selon l'équation suivante :

$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{\Delta d}{d} - \frac{\Delta t}{t} \quad (4.19)$$

où  $\Delta d/d$ , représente les variations relatives de l'épaisseur calculée dans l'hypothèse où les substrats subissent uniquement de la traction :

$$\sigma_1 = \frac{F}{S} \quad (4.20)$$

soit  $\sigma_1 = 50$  MPa pour une force appliquée de 2000 N. La déformation dans l'épaisseur vaut :

$$\varepsilon_2 = -\nu\varepsilon_1. \quad (4.21)$$

Soit pour une application numérique réalisée avec les valeurs du Tableau 15, les variations relatives d'épaisseurs valent  $-2.4 \cdot 10^{-4}$  alors que les variations relatives de temps de vol théoriques sont de

l'ordre de  $10^{-3}$ . L'écart est assez important pour estimer en première approximation de considérer comme peu influent, les variations d'épaisseur seront donc négligées pour la suite des calculs.

Les variations de temps de vol devraient être de 8 ns pour le mode 21 et de 2 ns pour le mode 23. Ces valeurs ne sont pas en accord avec ce que nous avons obtenu. Mais il est important de noter que, sur la zone de recouvrement, la contrainte appliquée n'est pas de la traction pure. Dans l'essai de cisaillement simple, de la flexion apparaît ce qui a pour effet, dans la zone de recouvrement, de produire une déformation symétrique par rapport au joint de collé. Les ondes de cisaillement se propageant dans l'épaisseur d'un substrat voient en moyenne un état de déformation plus faible. Ce point est approfondi par simulation numérique dans la suite.

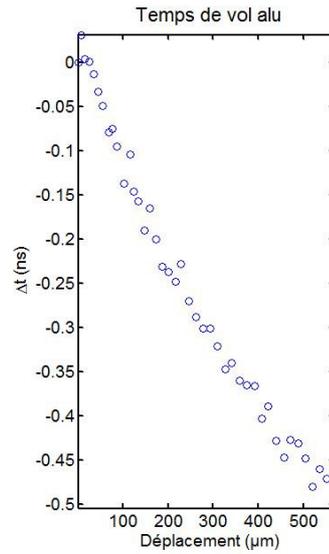


Figure 112 : Exemple de variation de temps de vol obtenue

Des variations de temps de vol sont bien observées mais au vu de la taille du capteur par rapport à la taille de la zone collée et de l'inhomogénéité des joints qui appartiennent à la première série (cf. chapitre 3, §3.6), il est difficile de conclure sur l'influence du niveau d'adhésion.

En conséquence, le dispositif de mesure ultrasonore est revu : le contrôle ne se fera plus au contact afin d'éviter l'influence de la pression appliquée sur le capteur et la propagation de plusieurs modes. Le mode de mesure  $V_{22}$  qui a l'inconvénient d'être parmi les moins sensibles va être utilisé car le mode de contrôle est lui par contre plus simple et correspond à une configuration en transmission standard. Par ailleurs, il a déjà été éprouvé lors de la validation des éprouvettes (Chapitre 3).

### 4.2.2. C-Scan haute fréquence avec mise sous contrainte de l'éprouvette

#### 4.2.2.1. Dispositif pour l'imagerie des champs de contraintes par ultrasons

Les essais précédents étaient réalisés dans les locaux de l'IMP pendant les essais de traction servant à caractériser les niveaux d'adhésion. La méthode de mesure ultrasonore très haute fréquence développée au chapitre précédent s'est avérée prometteuse pour imager finement un joint de colle. L'objectif est donc de pouvoir réaliser nos C-Scan tout en mettant la pièce sous contrainte.

L'exploitation du mode 22 moins sensible va être compensé aussi par une étude plus précise car l'homogénéité du joint sera plus facilement confirmée ou infirmée car le système prévoit une imagerie C-Scan. Nous avons choisi une petite machine de traction manuelle dont le capteur de force choisi a une étendue de mesure de 0 à 500 kN. L'éprouvette est maintenue entre deux mors. Les

mors sont réglés de façon à minimiser le moment de flexion. La vis permet de moduler l'intensité du chargement qui est mesurable à l'aide d'un conditionneur connecté à un oscilloscope suite à un calibrage du capteur d'effort sur notre dispositif. Ce système est immersible avec quelques précautions, il faut notamment éviter que le capteur de force ne soit en contact avec de l'eau. Le fait de mettre le dispositif dans l'eau nous permet de réaliser des C-Scan ultrasonores de la zone collée à différents chargements, le dispositif est présenté en Figure 113.

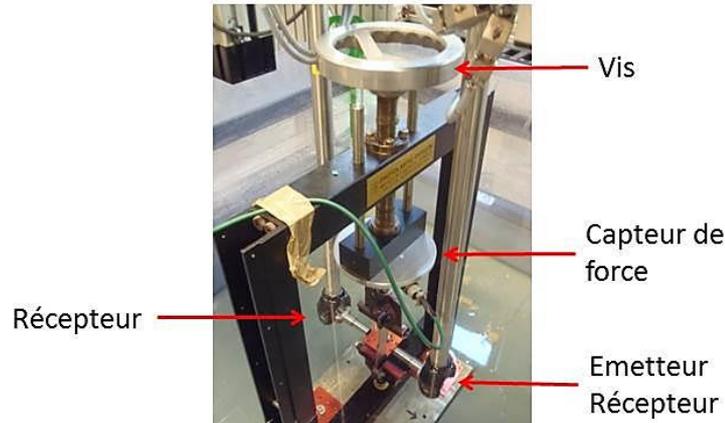


Figure 113 : Dispositif pour les C-Scan sous contraintes

Lors des précédentes expériences réalisées en immersion (cf chapitre 3), le système de génération utilisé était celui livré avec le banc de contrôle par immersion, la bande passante des capteurs était limitée en fréquence maximale à 17 MHz. Afin d'améliorer la résolution spatiale et temporelle du signal et d'augmenter la fréquence du signal, un système de pilotage spécifique de la cuve a été réalisé. Ce système est piloté par Labview et utilise deux générateurs et deux oscilloscopes, dont l'un mesure le signal délivré par le conditionneur qui permet d'obtenir le niveau de sollicitation appliquée suite au calibrage effectué. Le système complet est présenté sur la Figure 114. Avec ce nouveau système la fréquence maximale est un peu améliorée et est portée à 19 MHz, et la fréquence d'échantillonnage est de 2 GHz, nous enregistrons à la fois des données en mode écho et en transmission. Le pas d'acquisition est de 0.3 mm.

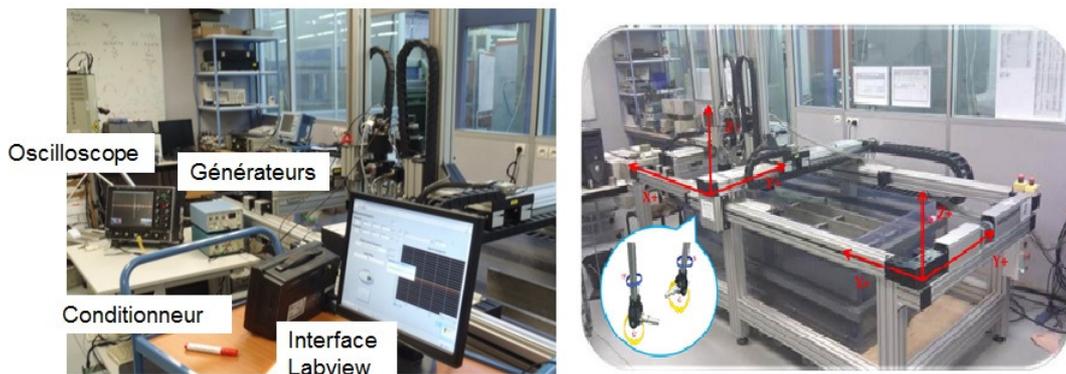


Figure 114 : Présentation des différents éléments d'acquisition et de pilotage de la cuve instrumentée

La validation du dispositif est faite sur une éprouvette simple d'aluminium de dimensions  $1.5 * 25.5 * 24.2$  mm, et percée d'un trou de 5.6 mm de diamètre. Deux zones sur cette éprouvette ont été analysées : une zone avec le trou, et une zone sans trou.

Un C-Scan initial est réalisé lorsque la pièce n'est soumise à aucune contrainte. Les cartographies obtenues sont présentées en Figure 115. Sur ces deux cartographies, le temps de vol ( $t_v$ ) est homogène.

#### Ch4. Acoustique non linéaire et évaluation de l'adhésion

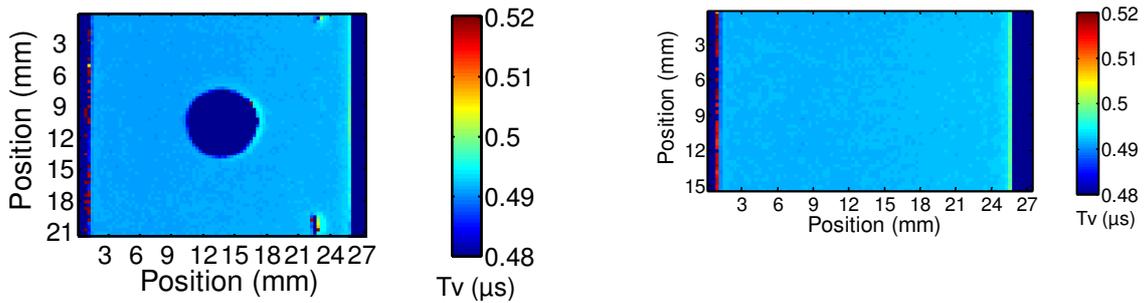


Figure 115 : C-Scan initiaux en temps de vol des deux zones de l'éprouvette d'aluminium

L'éprouvette est ensuite mise en traction à 2460 N, et les C-Scans suivants sont obtenus :

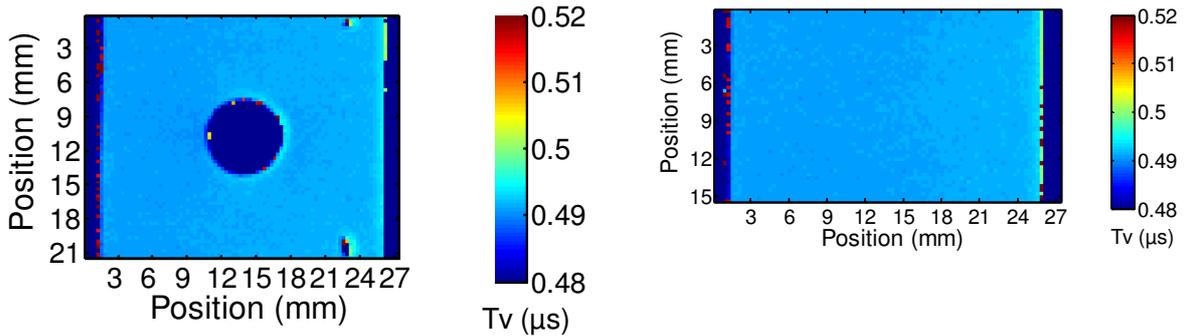


Figure 116 : C-Scan sous contrainte en temps de vol des deux zones de l'éprouvette d'aluminium

La Figure 116 montre que les variations de temps de vol sont bien sur très faibles. Par ailleurs ce sont les variations relatives qu'il faut étudier. Nous pouvons obtenir les variations relatives de temps de vol en soustrayant les cartographies obtenues tel que :

$$\Delta t = \frac{t_{v1} - t_{v0}}{t_{v0}} \quad (4.22)$$

où  $t_{v0}$  est le temps de vol à l'état initial, et  $t_{v1}$  le temps de vol sous contrainte.

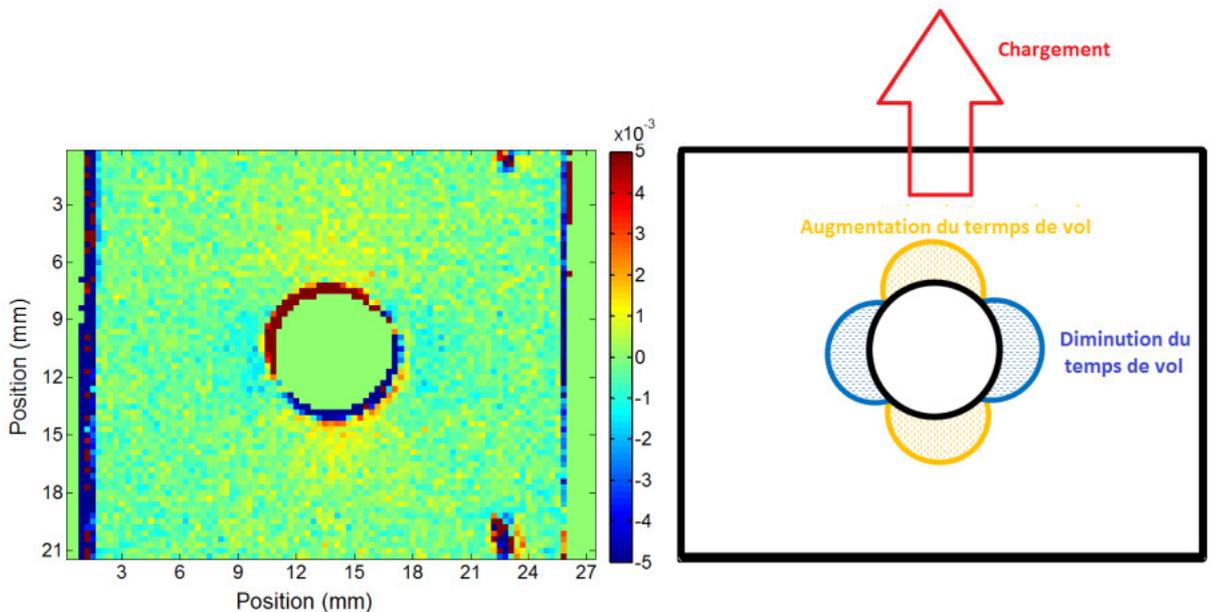


Figure 117 : Variation relative de temps de vol sur la zone avec le trou

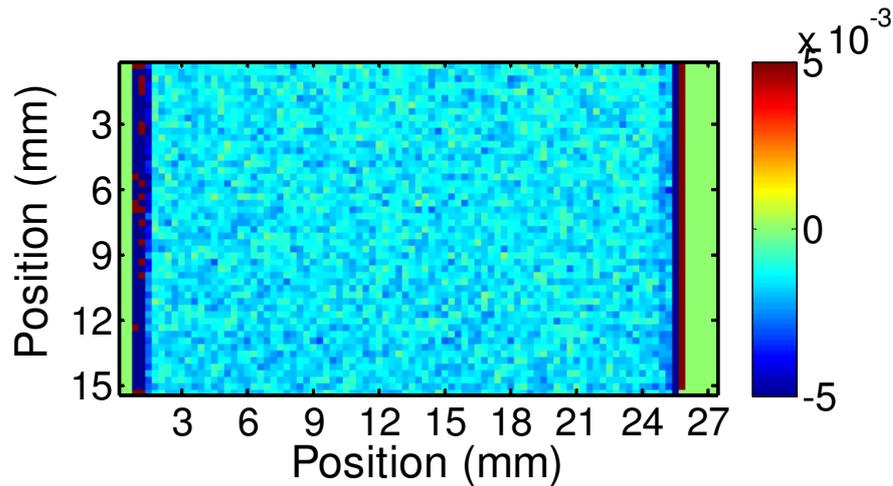


Figure 118 : Variation relative de temps de vol sur la zone sans trou

Sur la Figure 117 des variations sont observées autour du trou. La variation de temps de vol plus prononcée sur les bords du trou (rouge et bleu foncé sur la Figure 117) est liée à des imprécisions de recalage des pixels et n'est pas prise en compte dans l'analyse. La figure de droite permet d'identifier une forme de « fleur » autour du trou. Autour du trou, dans le sens de l'effort, les contraintes sont plus faibles. A l'inverse elles sont plus élevées sur les bords du trou dans le sens 2. Dans le sens de la contrainte, la variation relative de temps de vol est positive. Il est difficile de statuer sur l'influence exacte de l'effort appliqué sur les variations de temps de vol, car la contrainte appliquée n'est pas uniaxiale, et la présence du trou génère des concentrations de contraintes.

Sur la Figure 118, il y a une légère variation de temps de vol qui est constatée avec une diminution uniforme. La texture du C-Scan est homogène. Dans ce cas, la contrainte appliquée est bien uniaxiale, une comparaison avec la Figure 100 est donc possible. Si la variation relative de temps de vol est négative cela signifie donc que  $t_{v2} < t_{v1}$  et donc que  $v_2 > v_1$  ce qui est bien en accord avec la théorie. Sur la Figure 118, en moyenne (réalisée sur la zone allant de 3 à 13 mm en hauteur, et de 3 à 24 mm en largeur) la variation relative de temps de vol est de -0.0015. Sur la courbe de la Figure 100, pour un effort de 2400 N soit une déformation de  $1.1 \times 10^{-3}$ , la variation relative théorique de vitesse est de 0.0007, soit une variation relative de temps de vol de -0.0007, il y a donc une différence d'un facteur deux entre la valeur théorique et la valeur mesurée. Ceci peut s'expliquer en partie par la non prise en compte de la variation de l'épaisseur du substrat d'aluminium. De plus les valeurs, données des propriétés du matériau, dans le Tableau 15 sont des valeurs génériques pour l'aluminium. Le nôtre étant un aluminium plaqué, quelques variations peuvent avoir lieu.

#### 4.2.2.2. Comparaison des résultats obtenus avec une simulation numérique

Afin de valider nos essais, nous avons réalisé une simulation via le logiciel Comsol (Figure 119). Dans ce cas l'éprouvette est mise sous contrainte à 3000 N, et les variations relatives de temps de vol sont observées en reprenant l'équation 4.15 et en ne calculant uniquement que la composante verticale de la déformation. L'influence des autres composantes n'est pas prise en compte. La même forme de « fleur » est visible autour du trou. Le sens des variations est le même, légèrement positif dans le sens de la contrainte et négatif (en bleu sur la figure) sur les bords.

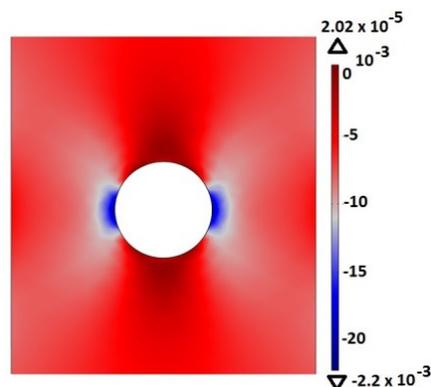


Figure 119 : Simulation numérique des variations relative de temps de vol de l'éprouvette d'aluminium

La simulation numérique est conforme avec nos résultats sur l'éprouvette d'aluminium. Le dispositif est validé.

#### 4.2.2.3. Résultats sur 3 éprouvettes de deux lots de niveaux d'adhésion différents

Après nos premiers essais sur des éprouvettes simples d'aluminium, nous avons voulu tester notre dispositif sur nos éprouvettes de cisaillement simple à adhésion variable. Deux niveaux d'adhésions différents ont été testés :

- adhésion faible : éprouvettes du lot 9
- adhésion bonne : éprouvettes du lot 10.

Les éprouvettes d'adhésion moyennes n'ont pas été testées car il y'a eu quelques difficultés pour les obtenir (cf chapitre 3), et il n'a pas été possible de les tester. L'objectif était de vérifier qu'il était possible de distinguer par observation des temps de vol, les niveaux d'adhésion.

Trois éprouvettes de chaque lot ont été testées. Certaines ont été cassées lors d'essais, et d'autres non, les valeurs et les noms des éprouvettes sont regroupées dans le Tableau 16.

Nom de l'éprouvette	Valeur de la force à rupture (N)
9_1	N'a pas cassée (force appliquée jusqu'à 2000 N)
9_4	2060
9_5	1812
10_1	N'a pas cassée (force appliquée jusqu'à 2000 N)
10_4	A cassée pendant un C-Scan aux alentours de 2200 N
10_7	N'a pas cassée (force appliquée jusqu'à 2000 N)

Tableau 16 : Nomenclature et force à rupture des éprouvettes utilisées

Des mesures de temps de vol ont été réalisées à 5 zones différentes sur chaque éprouvette comme indiqué sur le schéma de la zone de recouvrement en Figure 120. Les zones sont des carrés de 10 pixels de côté soit 3 mm, les bords ne sont volontairement pas choisis pour éviter d'avoir une influence sur nos mesures ultrasonores. L'emploi de hautes fréquences permet ici d'avoir la certitude que l'écho analysé est bien celui correspondant à la propagation dans le premier substrat uniquement et non une composition avec l'écho de la deuxième interface (Figure 121). Les carrés représentent les différentes zones d'analyses, et le trait en pointillés la fin de la zone de recouvrement.

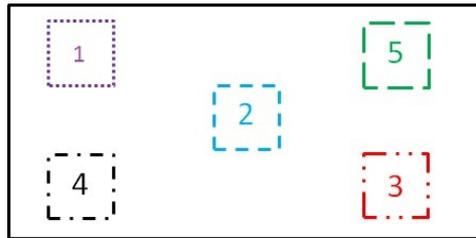


Figure 120 : Différentes zones de mesure pour les temps de vol

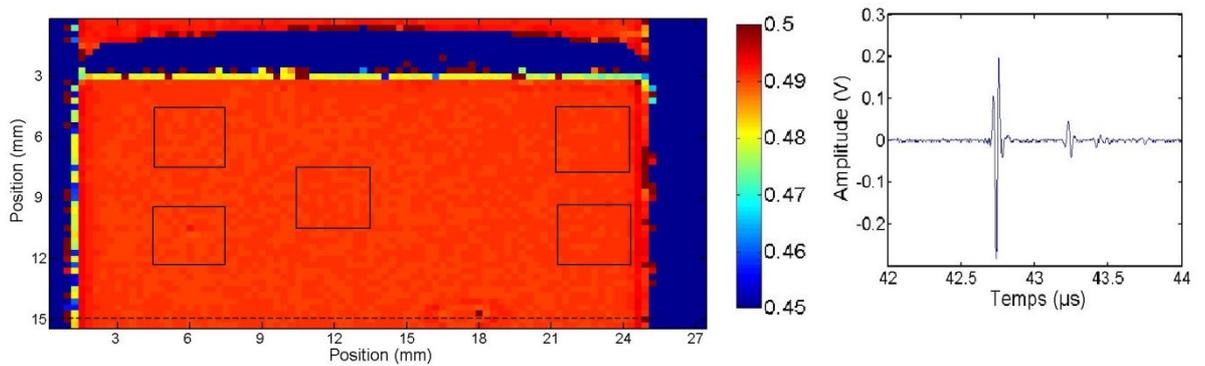


Figure 121 : à gauche C-Scan, temps de vol en  $\mu s$ , à droite un A-scan de la même éprouvette (9\_5), mode écho

Le temps de vol est obtenu par autocorrelation via le logiciel matlab. Le temps de vol en chaque point est enregistré, puis la moyenne est effectuée pour chaque zone.

Les résultats des variations relatives obtenues sont recensés dans les graphiques des Figure 122 et Figure 123. Pour chaque lot, les valeurs obtenues sont peu dispersées, la mesure est reproductible. Il est néanmoins difficile de distinguer un lot de l'autre. La moyenne de l'ensemble des zones pour chaque éprouvette est calculée, les deux droites ont une pente légèrement différente.

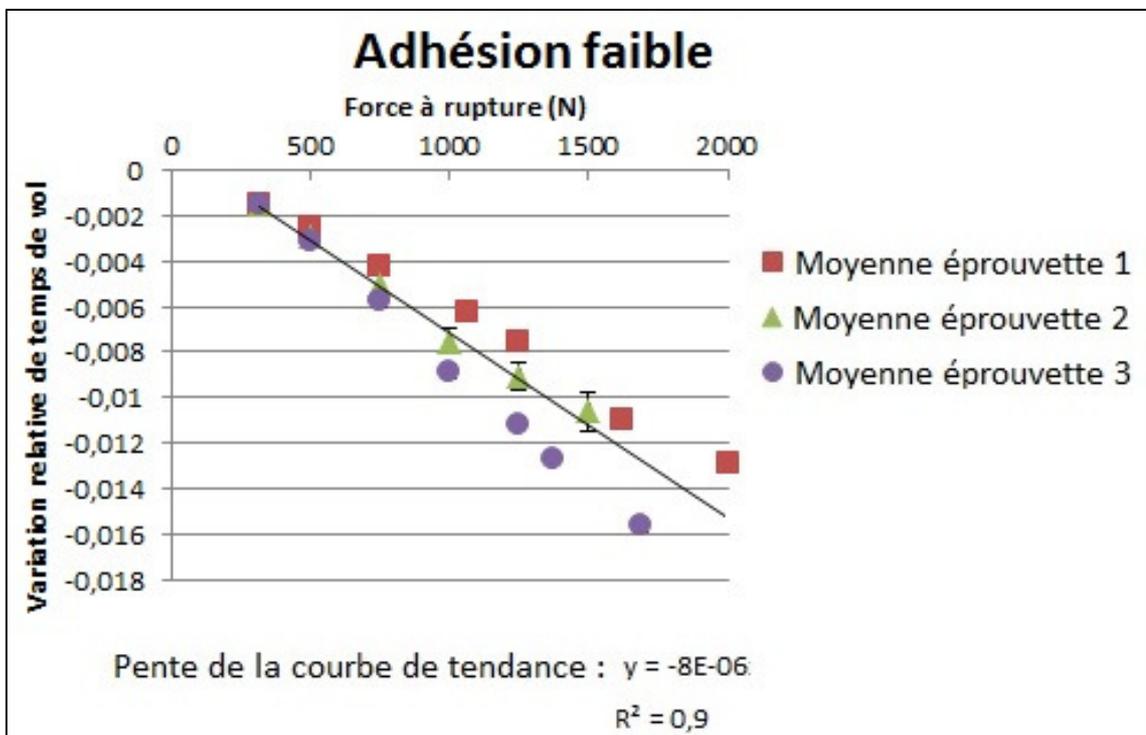


Figure 122 : Variations relatives moyennes pour 3 éprouvettes du lot 9

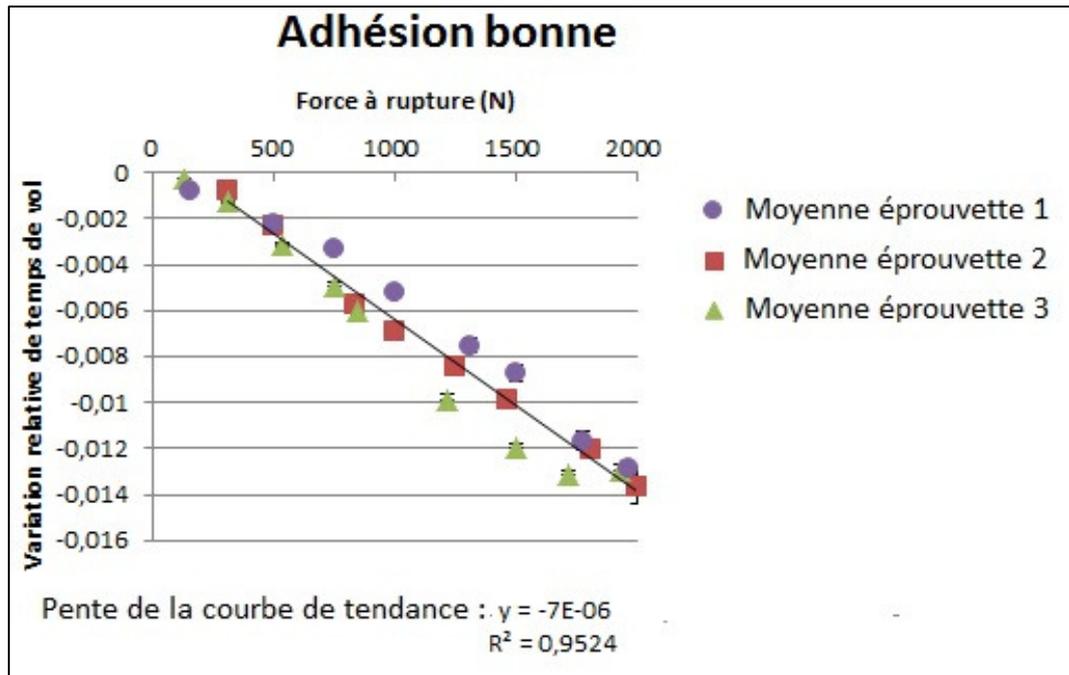


Figure 123 : Variations relatives moyennes pour 3 éprouvettes du lot 10

Cette variation de l'ordre de 15 % entre bonne et mauvaise adhésion est cependant intéressante. La variation est calculée en faisant la différence entre les pentes des courbes selon l'équation suivante :

$$variation\ relative = \frac{y_{adhésion\ faible} - y_{adhésion\ bonne}}{y_{adhésion\ faible}} \quad (4.23)$$

A ce jour, aucun modèle mécanique ne prédit l'influence de la qualité de l'adhésion sur le transfert des contraintes d'un substrat à l'autre. Ces résultats obtenus sont répétable sur plusieurs éprouvettes ; Cela montre qu'il est envisageable que le champ de contrainte soit bien influencé par la qualité de l'adhésion. Cette hypothèse sera à confirmer dans des études mécaniques à venir afin de rendre compte du phénomène d'adhésion.

#### 4.2.2.4. Résultats sur une éprouvette de cisaillement simple présentant un trou

##### 4.2.2.4.1. Expérimental

L'expérience a été réalisée sur une éprouvette du lot 10, l'épaisseur du joint de colle est donc d'environ 300  $\mu\text{m}$  et l'adhésion est bonne (cf chapitre 3). Cette éprouvette présente un défaut en plein centre, visible lorsqu'un C-Scan classique en transmission est réalisé (Figure 124). Des corrélations avec des images de micro tomographie X ont été mises en évidence (Figure 125), signifiant que nous sommes en mesure d'obtenir une cartographie fine du joint de colle.

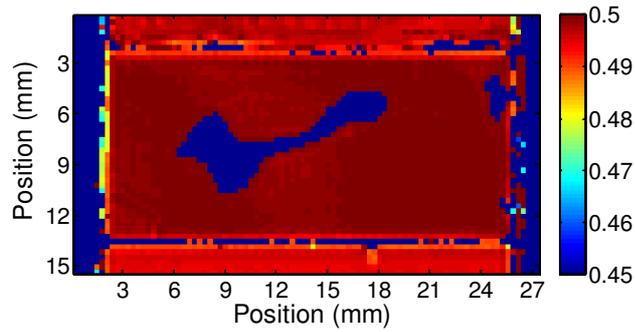


Figure 124 : C-Scan en transmission, temps de vol en  $\mu\text{s}$

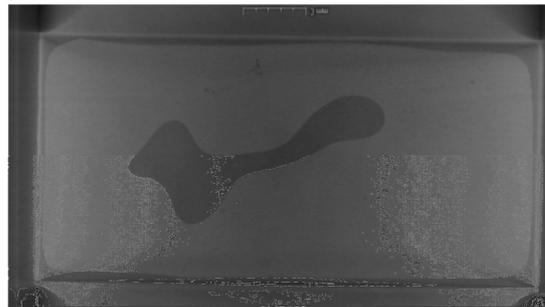


Figure 125 : Tomographie de la même éprouvette

Ce défaut n'est pas détecté lorsque le C-Scan est réalisé en mode écho (Figure 126). L'analyse du signal est réalisée sur le 1<sup>er</sup> écho qui revient, c'est-à-dire celui qui fait un trajet direct avec une seule réflexion à l'interface aluminium/époxy.

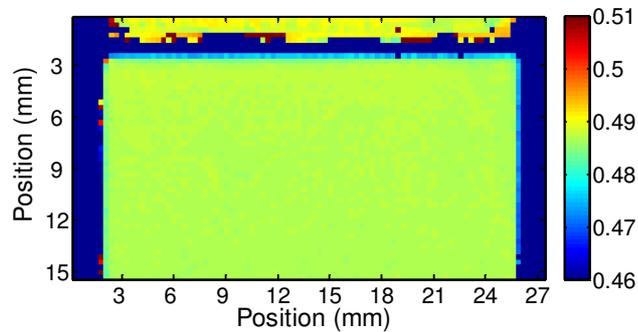


Figure 126 : C-Scan en mode écho, temps de vol en  $\mu\text{s}$

L'éprouvette est ensuite mise sous contrainte, des C-Scan sont réalisés à différentes valeurs d'efforts (Figure 127 et Figure 128).

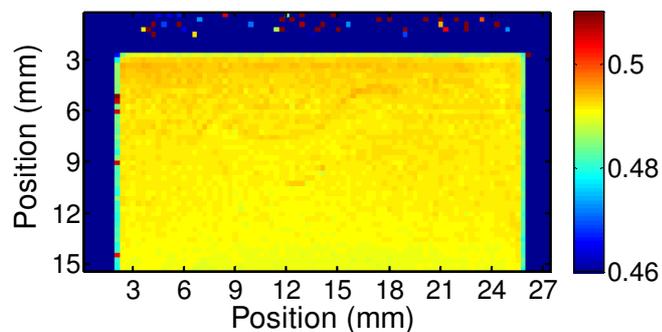


Figure 127 : C-Scan en mode écho à 968 N, temps de vol en  $\mu\text{s}$

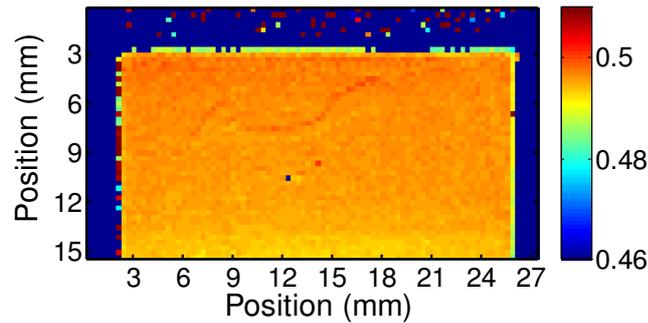


Figure 128 : C-Scan en mode écho à 2000 N, temps de vol en  $\mu\text{s}$

Lorsque l'éprouvette est mise sous contrainte. La présence du défaut est visible sur le C-Scan dès un chargement de 968 N soit environ 25 % de la charge à rupture. Lorsque la force est appliquée est encore augmentée, le défaut est toujours visible et ses contours sont encore plus visibles à 2 000 N soit 50 % de la charge à rupture.

Il est important de préciser que ce type de défaut (vide) est détectable par un Cscan standard. Cependant, afin de valider l'approche développée dans ce chapitre, c'est la seule éprouvette à disposition présentant un défaut dont les conséquences sur le comportement mécanique puissent s'apparenter à un kissing bond.

#### 4.2.2.4.2. Comparaison des résultats obtenus avec une simulation numérique

Un essai de simulation numérique a été réalisé à l'aide de Comsol, avec un défaut de forme comparable. Il faut noter qu'il n'existe pas actuellement de modèle numérique capable de modéliser le joint de colle parfaitement. Ces simulations sont élémentaires et ne sont réalisées que pour interpréter qualitativement les résultats. Dans notre cas, le joint de colle a été modélisé comme une couche fine élastique (« thin elastic layer ») avec les propriétés suivantes :

- $E = 4\,500\text{ MPa}$
- $\nu = 0.37$
- $G = 1\,000\text{ MPa}$
- $t = 300\mu\text{m}$
- $K_n = E(1-\nu) / (t(1+\nu)(1-2\nu))$
- $\kappa_t = G/t$

Le kissing bond est modélisé par une zone libre (Figure 129).

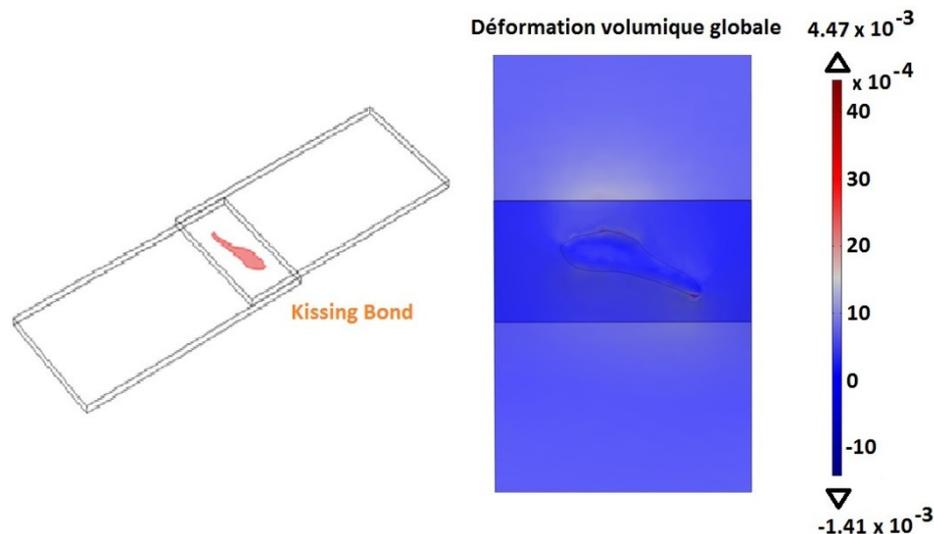


Figure 129 : Simulation d'un kissing bond (à gauche) et déformations volumique correspondantes (à droite)

La déformation  $\varepsilon_{11}$  en surface (comme l'a réalisée Kumar par méthode optique) est présentée en Figure 130. Comme pour [Kum13] un changement de signe est bien visible au niveau du défaut.

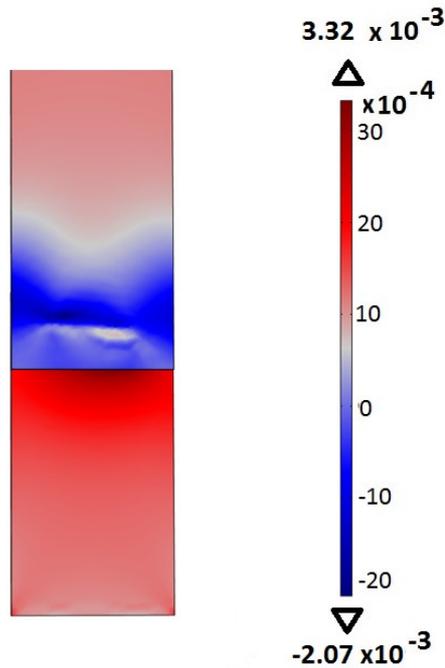


Figure 130 : Déformation surfacique

Avec notre dispositif de cartographie, les ondes sont sensibles à l'état de déformation moyen, pas uniquement en surface. La déformation globale selon  $\varepsilon_{11}$  est donnée sur la Figure 131. Pendant son trajet aller/retour dans une plaque d'aluminium, l'onde voit une contrainte moyenne qui est nulle dans certaines zones. Par ailleurs, rappelons que dans ce cas, la contrainte n'est plus uniaxiale et donc que les équations 4.13 à 4.15 ne s'appliquent plus.

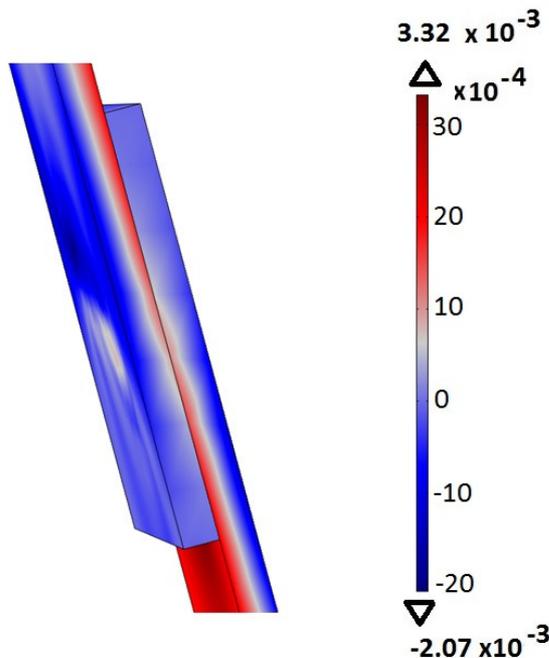


Figure 131 : Déformation volumique

N'étant donc pas en présence de contraintes uniaxiales, nous nous intéressons ici à la déformation volumique ( $\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}$ ). Les ondes employées étant des ondes de compression, il est

raisonnable de penser qu'elles seront plus sensibles aux composantes de compression que de cisaillement. La répartition de la déformation volumique est présentée en Figure 129 autour du kissing bond. La répartition des déformations autour de ce défaut d'adhésion est corrélée avec nos mesures ultrasonores (Figure 127 et Figure 128), le contour du défaut est bien mis en évidence.

Différentes coupes dans l'épaisseur sont obtenues (Figure 132). Les déformations les plus élevées et les plus visibles sont celles dans l'axe de l'effort. Ainsi, il sera plus facile de détecter les bords du défaut selon l'axe de l'effort que les côtés.

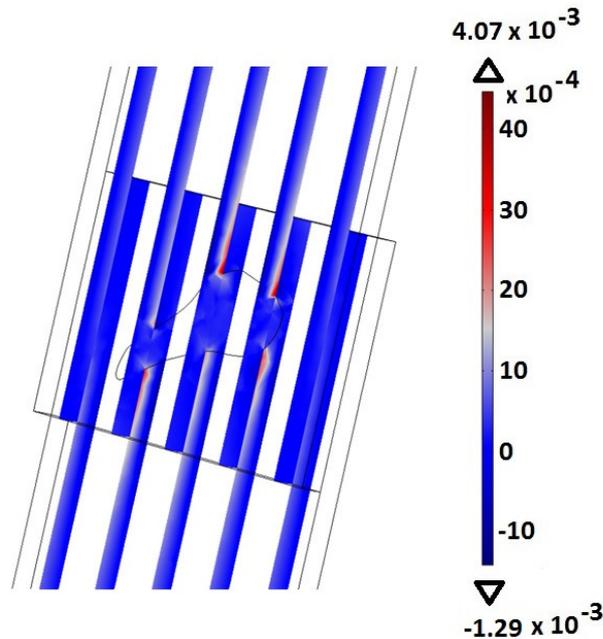


Figure 132 : Coupe de la déformation globale

#### 4.2.3. Conclusion

Des essais au contact avec un capteur haute fréquence ont été réalisés dans un premier temps. Ils permettent d'obtenir la vitesse des ondes de cisaillement dans le joint de colle. Des essais de mesure du temps de vol avec ce capteur pendant que l'éprouvette était sous contrainte ont été effectués dans les locaux de l'IMP. Ces essais nous ont montré qu'il était difficile d'appliquer toujours la même force de couplage au capteur. Les résultats sont difficiles à interpréter, car une seule zone est analysée, un seul signal est obtenu. Nous avons donc décidé de réaliser des C-Scan de la zone collée, afin de collecter plus d'informations sur la qualité de l'adhésion.

La théorie de l'acoustoélasticité et les cartographies C-Scan en temps de vol permettent de réaliser une cartographie de la répartition des contraintes, et d'observer des variations en présence de défaut. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons d'abord effectué des mesures de temps de vol sur une simple éprouvette d'aluminium percée. Des variations de temps de vol autour du trou sont visibles lorsque l'éprouvette est mise sous contrainte. Les variations de temps de vol, sont dues aux variations de contraintes autour du trou. Le trou empêche la contrainte de se répartir uniformément. Une simulation numérique a également été effectuée, afin de vérifier la répartition des contraintes. Cette première étape, a permis de valider notre dispositif expérimental.

Les essais ont ensuite été réalisés sur deux lots d'adhésion différents afin d'étudier les variations de temps de vol. Une variation de l'ordre de 15 % est obtenue entre une bonne et une adhésion faible. Ce résultat indique qu'il est possible que la répartition des contraintes dépend de la qualité de l'adhésion.

Nous avons réalisé notre essai sur une éprouvette de bonne adhésion, mais présentant un défaut au centre de l'éprouvette. Différents C-Scan ont été réalisés, en transmission le signal est visible, mais en analysant le signal qui se réfléchit à l'interface aluminium/époxy, le défaut n'était pas visible. L'éprouvette a été mise à différents niveaux de contrainte, et il a été constaté que dès que la force appliquée atteint environ 25 % de la charge à rupture finale, les bords du défaut sont visibles sur le C-Scan.

Cette méthode est donc très intéressante car la méthode ultrasonore en mode écho permet de ne nécessiter l'accès qu'à un seul côté de la pièce. En analysant l'écho de réflexion provenant uniquement de la réflexion sur l'interface aluminium/époxy, les variations de temps de vol sont observées et mettent en lumière le défaut lorsque la pièce est sous contrainte. Aucune connaissance a priori du joint de colle (épaisseur, matériaux...) n'est donc nécessaire à l'analyse. La méthode s'appuyant uniquement sur une comparaison de temps de vol de l'écho provenant de la 1<sup>ère</sup> interface, le joint de colle peut ne pas être homogène sans que cela pose un problème.

### **4.3.Conclusion**

Les essais préliminaires réalisés au contact en mode écho, avec un capteur haute fréquence utilisant des ondes de cisaillement permettent de mesurer la vitesse de propagation des ondes de cisaillement au sein du joint de colle. Le capteur a été maintenu sur la zone de recouvrement lors d'un essai de traction, afin de mesurer les variations de temps de vol du signal reçu. Les résultats ne sont pas concluants, et sont difficiles à analyser, d'une part car la polarisation des ondes émises n'est pas certaine et d'autre part car le contrôle doit toujours se faire en plein centre de la zone de recouvrement vue la taille du capteur.

Un nouveau dispositif a été installé, il permet de réaliser une imagerie fine de l'ensemble de la zone collée lorsque la pièce est mise sous contrainte. Ce dispositif permet de coupler l'acoustoélasticité et l'étude des variations locales de champ des contraintes. Le système expérimental a dans un premier temps été validé sur une éprouvette d'aluminium. Les variations relatives de temps de vol correspondent bien à la théorie sur le substrat sain. Lorsque l'aluminium est percé, les variations relatives de temps de vol sont visibles autour du trou, elles sont liées à des niveaux de contraintes différents autour de ce trou.

Des essais sur des éprouvettes à adhésion variable montrent que la qualité de l'adhésion semble effectivement influencer sur le transfert des contraintes d'un substrat à l'autre. Puis la méthode a été mise en œuvre sur une éprouvette de cisaillement simple contenant un défaut en son centre. La mise sous contrainte d'une éprouvette, permet de mettre en lumière un défaut qui n'est pas visible lorsqu'un C-Scan en temps de vol est réalisé.

Des simulations numériques ont été effectuées à la fois sur une éprouvette simple d'aluminium et sur une éprouvette de cisaillement simple contenant un défaut. Les résultats numériques présentent les mêmes tendances, permettant d'interpréter qualitativement les résultats expérimentaux.

Une perspective à envisager pour la suite des travaux est d'optimiser le type de sollicitation et le type d'ondes associées. En fonction de la géométrie de la pièce à contrôler, une sollicitation en flexion associées à une mesure ultrasonore d'ondes de cisaillement pourrait être avantageuse. Par ailleurs, afin de conclure quant à la qualité de l'adhésion, il faudrait étudier son effet sur le transfert et la répartition des contraintes.



# Conclusion générale et perspectives

---

L'objectif de cette thèse pluridisciplinaire est de déterminer un indicateur ultrasonore en lien avec le niveau d'adhésion et la tenue structurale des assemblages collés. L'indicateur ultrasonore est obtenu par une nouvelle méthode de contrôle non destructif par acoustique pour évaluer l'adhésion des assemblages collés.

Dans le premier chapitre, le contexte industriel a été présenté. Cela a mis en lumière le fait qu'actuellement il n'existe pas de méthode de contrôle non destructif de l'adhésion. Les méthodes de CND appliquées détectant seulement les gros défauts comme un décollement ou un délaminage. En parallèle de la production des essais mécaniques sont réalisés et permettent d'obtenir la force à rupture. Cette première étape a été essentielle pour comprendre tout l'enjeu lié au développement d'une méthode de contrôle de l'adhésion.

Le deuxième chapitre a donc fait l'objet d'une étude bibliographique sur les méthodes de contrôles usuelles. Des méthodes prometteuses comme les ondes guidées sont présentées, ces méthodes sont actuellement évaluées par d'autres laboratoires. Grâce à cette étude il en a été conclu que les ondes hautes fréquences de préférence transversales étaient les plus indiquées pour détecter des variations au niveau de l'adhésion. Une autre partie de l'étude est consacrée à l'acoustique non linéaire. L'analyse de la bibliographie et une étude antérieure (La Rocca 2010) nous ont permis d'orienter le choix de développer une méthode de CND ultrasonore avec l'emploi des méthodes non linéaires et des ondes haute fréquence.

Le troisième chapitre est consacré à la réalisation d'éprouvettes à adhésions variables. La réalisation de ce type d'éprouvette est un véritable défi, car elles doivent avoir des tenues mécaniques différentes mais homogènes selon le niveau d'adhésion. Pour faire varier le niveau d'adhésion, nous avons utilisé différentes préparations de surface car c'est un des points les plus importants dans le protocole de réalisation d'un collage. Les éprouvettes réalisées sont de forme cisaillement simple avec des substrats en aluminium et une colle époxy. Un moule spécifique a été conçu afin de fabriquer 7 éprouvettes en même temps. Dans un premier temps, l'épaisseur a été fixée à 150  $\mu\text{m}$ . Une image fine des joints de colle est obtenue par cartographie C-Scan, l'imagerie ultrasonore nous a permis de constater la présence de quelques inhomogénéités dans le joint. De très bonnes corrélations entre les images C-Scan avec les faciès de rupture ce qui démontre la sensibilité et la pertinence de l'emploi des ondes ultrasonores haute fréquence [Bau 14]. Malgré des résultats mécaniques distincts, l'épaisseur des joints de colle était trop faible en réalité (proche des 100  $\mu\text{m}$ ) pour distinguer les différents échos et conduire nos mesures ultrasonore sur notre dispositif d'acoustique non linéaire. L'épaisseur a donc été revue à la hausse dans un second temps, elle a été fixée à 300  $\mu\text{m}$ . Les cartographies ultrasonores ne présentaient plus les mêmes inhomogénéités et nous ont permis de valider notre protocole.

Cette étape réalisée, nous avons pu étudier la réalisation d'un dispositif expérimental. L'analyse bibliographique du chapitre 2 nous a indiqué que les ondes les plus intéressantes pour contrôler l'adhésion étaient les ondes de cisaillement hautes fréquences. Des premiers essais ont donc été réalisés au contact avec un capteur à 50 MHz en ondes de cisaillement. Pour solliciter nos éprouvettes, un essai de cisaillement simple a été réalisé avec le capteur au contact maintenu sur la zone collée. Le résultat n'a pas été celui escompté, le capteur étant trop imposant au vue de la taille

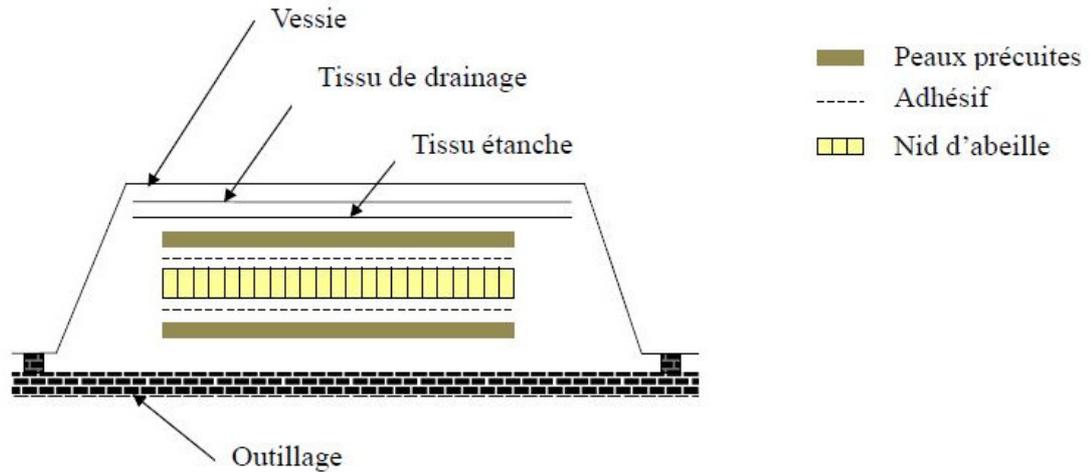
de la zone de recouvrement, et l'essai difficilement reproductible. Pour éviter d'avoir une mesure trop locale, nous avons utilisé un dispositif de cartographie ultrasonore et une machine de traction immergeable. De cette façon, nous pouvons étudier les variations locales de champs des contraintes associées aux variations de vitesses de propagations lorsque la pièce est à différents niveaux de sollicitations. Le dispositif a été validé à l'aide d'une simple éprouvette d'aluminium. Les variations de temps de vol obtenues correspondent bien à la théorie. L'essai a également été réalisé sur une éprouvette de cisaillement simple sur laquelle, suite à une mise sous contrainte, les bords d'un défaut ont été visibles. Par hypothèse, il a été considéré que la variation de temps de vol entre l'écho d'entrée et le premier écho d'interface est représentative du niveau d'adhésion du joint de colle. Les effets ont été observés, ce qui permet de ne pas mesurer les variations relatives sur la deuxième interface, ce qui est bénéfique car cette mesure peut être délicate à réaliser. Pour corrélérer ces résultats, des simulations numériques ont été réalisées via le logiciel Comsol. Des résultats analogues sont obtenus

L'objectif idéal était de différencier à la fois mécaniquement et par CND des éprouvettes dont le niveau d'adhésion variait. Finalement sur les trois niveaux d'adhésions espérés, nous en avons obtenus deux réellement différents : un faible et un bon. La différenciation mécanique des éprouvettes modèle a bien eu lieu, ces éprouvettes sont réalisées sans inclusion de corps étranger comme c'est souvent le cas. Dans le chapitre 4 nous montrons que la pente des variations relatives des temps de vol permettrait de séparer des niveaux d'adhésion (Figures 20 et 21). Cependant les résultats sont très préliminaires et doivent être confirmés.

Lorsqu'une éprouvette présente un défaut qui s'apparente à un Kissing Bond les bords d'un défaut peuvent générer des variations de temps de vol lorsque l'éprouvette est sollicitée qui peuvent là aussi donner des indications sur la présence de ce type de défaut. Là aussi les résultats seront à confirmer par des simulations plus poussées ou des éprouvettes plus représentatives d'un Kissing Bond.

Les perspectives de ce travail concernent plusieurs aspects méthodologiques selon les trois axes disciplinaires : CND, mécanique et physico-chimique. Pour le CND une idée est d'approfondir le choix combiné de la sollicitation appliquée et du type d'onde utilisée afin d'optimiser la détectabilité du défaut d'adhésion. Dans notre cas nous avons choisi une force mécanique, mais il est possible d'envisager une sollicitation thermique ou sonore selon les matériaux. Pour la partie mécanique, une perspective est de développer la modélisation numérique du comportement d'un joint de colle en présence de variation d'adhésion. Ce domaine de recherche est complètement ouvert. Pour la partie physico-chimique il s'agit de continuer à travailler sur des méthodes de réalisation d'adhésion variable contrôlée et séparable afin de proposer des éprouvettes de qualification pour les méthodes de CND. Ces développements pratiques doivent s'appuyer sur des développements de la compréhension des mécanismes d'adhésion qui dépendent des matériaux à assembler.

Une perspective très importante, notamment pour l'industrialisation du procédé proposé dans cette thèse, est d'appliquer la méthode à des matériaux plus complexes comme les sandwichs composites à nid d'abeille. Pour ce type des matériaux des travaux récents de recherche ont été menés notamment au Laboratoire du Havre le LOMC (Laboratoire d'Ondes et Milieux Complexes). Dans sa thèse Elhadji Barra NDIAYE [Ndi14] a étudié plusieurs méthodes de CND : les ondes de Lamb, les ondes de volume générées avec un capteur multiélément, les mesures d'impédance électromécaniques. En plus d'avancées de modélisation, de bons résultats sont obtenus sur des défauts de collage artificiels de taille importante. La Figure 133 rappelle le principe d'assemblage des peaux sur le nid d'abeille [Ndi14].



**Figure 133 : Principe d'assemblage des peaux sur le nid d'abeille [Ndi14]**

Les étapes du procédé conduisent en pratique à une interface réelle d'épaisseur et de forme variable à cause des dépressions ou surpressions dans le nid d'abeille qui plaquent les peaux sur la structure du nid d'abeille. Lorsque la peau est plaquée dans le nid d'abeille, ce défaut de forme est appelé télégraphing. Cela conduit à des variations d'épaisseur répétées le long du composite.

Nos travaux ont porté sur des surfaces parallèles et planes, l'application à des épaisseurs variables sera un défi à étudier. Cependant comme la méthode développée est locale, il n'y a pas d'impossibilité théorique à appliquer la démarche envisagée pour de tels assemblages.

Cette avancée importante sur une méthode d'évaluation de l'adhésion fait donc l'objet d'un dépôt de brevet à l'initiative de la société Aircelle.



# Bibliographie

---

- Abe97 K. Van Den Abeele et al., *On the quasi-analytic treatment of hysteretic nonlinear response in elastic wave propagation*, J. Acoust. Soc. Am. 101, No. 4, (1997)
- Abe06 Abel et Allington, *Understanding the relationship between silane application conditions, bond durability and locus of failure*, International Journal of Adhesion & Adhesives 26,2-15, (2006)
- Ada99 R. Adams & B. Drinkwater, *Non-Destructive testing of adhesively-bonded joint*, Journal of Materials and Product Technology, 14, 385–398 (1999)
- Ada05 R. Adams, *Adhesive bonding : Science, technology and applications* (Woodhead Publishing Ltd., University of Bristol, UK, 2005)
- All92 D.N Alleyne & P. Cawley, *Optimisation of Lamb wave inspection techniques*, NDT and E International, 25, 11-22 (1992)
- Auf05 M. AUFRAY, *Caractérisations physico-chimiques des interphases époxyde-amine / oxyde ou hydroxyde métallique, et de leurs constituants*, Thèse 2005
- Bar89 Y. Bar Cohen, A.K. Mal, and C.C. Yin. *Ultrasonic evaluation of adhesive bonding*, journal of Adhesion, 29 :257–274, (1989)
- Bar14 V. Baronian, K. Jezzine, S. Chatillon, *Nouveaux modèles pour la simulation d'inspection en ondes ultrasonores guidées dans CIVA*, Cofrend, Bordeaux, (2014)
- Bav10 M. Bavencoffe et al., *Etude expérimentale de pseudo-modes de Lamb au voisinage d'une bande interdite d'un réseau phononique*, 10<sup>ème</sup> congrès français d'acoustique, (2010)
- Bau14 A Baudot, J. Moysan, C. Payan, N. Ylla, J. Galy, B. Verneret, A. Baillard, *Improving adhesion strength analysis by the combination of ultrasonic and mechanical tests on single lap joints*, The Journal of Adhesion 90 (5-6), 555-568 (2014)
- Ber92 J.M Berthelot, *Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures*, ed. Paris, Masson, (1992)
- Biw04 Biwa S, Nakajima S, Ohno N, *On the acoustic nonlinearity of solid–solid contact with pressure-dependent interface stiffness*, J. Appl. Mech.-Trans. ASME; 71(4):508–15, (2004)
- Boc02 C. Bockenheimer et al., *The method of non-linear ultrasound as a tool for the non-*

## Bibliographie

*destructive inspection of structural epoxy-metal bonds - a résumé*, International Journal of Adhesion and Adhesive, 22, 227–233 (2002).

- Bol02 C. Bolis et al., *Développements du test d'adhésion par choc laser (LASAT)*, Congrès Matériaux (2002)
- Bon07 C. Bonavolonta, M. Valentino, G. Peluso, and A. Barone, *Non Destructive evaluation of Advanced Composite Materials for Aerospace Application Using HTS SQUIDS*, IEEE Transactions on applied superconductivity, 17 (2), (2007)
- Bru64 K. Brugger, Physical Review A 133, 1611-1612 (1964)
- Cac02 C. Cachard, O. Basset, P. Delachartre, *Ultrasons imagerie échographie médicale*, cours de DEA, (2002)
- Cas02 M. Castaings, *Contrôle et évaluation non destructifs de matériaux par ondes ultrasonores guidées*, Habilitation à Diriger des Recherches, (2002)
- Cas14 M. Castaings, *SH ultrasonic guided waves for the evaluation of interfacial adhesion*, Ultrasonics 54, 1760–1775, (2014)
- Cav11 M. Cavaro, C. Payan, J. Moysan, F. Baqué, *Microbubbles cloud characterisation by nonlinear frequency mixing*, J. Acoust. Soc. Am., Express Letters, 129(5), EL179-EL183, (2011)
- Cha88 H. Chai, *Shear fracture*, International Journal of Fracture, 37, 137-159, (1988)
- Cha06 Chaki S. et al., Materials evaluation 64, n°6, pp. 629-633 (2006)
- Cog00 J. Cognard, *Science et technologie du collage*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, (2000)
- Cou92 P. Couvrat, *Le collage structural moderne Théorie et pratique*, Tec&Doc, Lavoisier, (1992)
- Cou07 M. Coulaud, *Rôle des interfaces et interphases dans les assemblages collés*, thèse, (2007)
- Cou10 Coulouvat, *Bases en acoustique non linéaire*, (2010)
- Cre11 E. Crescenzo, J.L. Izbicki, J.P. Chambard, S. Bittendiebel, H. Walaszek, *Les ondes ultrasonores guidées – l'une des technologies clé des CND pour la prochaine décennie*, Cofrend 2011, Dunkerque, (2011)

## Bibliographie

- Dan09 Dantec Dynamic, Possibilités de détection des systèmes de Shearographie, Jec, (2009)
- Dum96 J. Dumont-Fillon, *Contrôle non destructif (CND)*, Techniques de l'ingénieur r1400, (1996)
- Eca13 R. Ecault M. Boustie, L. Berthe, F. Touchard, H. Voillaume, B. Campagne, D. Loison, *Development of a laser shock wave adhesion test for the detection of weak composite bonds*, 5th International Symposium on NDT in Aerospace, (2013)
- Eca14 R. Ecault, M. Boustie, F. Touchard, M. Arrigoni and L. Berthe, *Development of a shock wave adhesion test for composite bonds by pulsed laser and mechanical impacts*, Journal of Physics : Conference Series 500, 112022, (2014)
- Egl76 D. M. Egle and D. E. Bray, *Measurement of acoustoelastic and third-order elastic constants for rail steel*, J. Acoust. Soc. Am. 60, 3 (1976).
- Ehr10 B. Ehrhart, B. Valeske, C-E. Muller, C. Bockenheimer, *Methods for the Quality Assessment of Adhesive Bonded CFRP Structures - A Resumé*, 2<sup>nd</sup> International Symposium on NDT in Aerospace, (2010)
- Fra08 P. Francois, *Nacelles : l'avenir sera composite*, Safran magazine, p 30-31, (2008)
- Fre98 R. J. Freemantle, R. E. Challis, *Combined compression and shear wave ultrasonic measurements on curing adhesive*, Measurement Science and Technology, 9, 1291–1302, (1998)
- Gay11 Elise Gay, *Comportement de composites sous choc induit par laser : Développement de l'essai d'adhérence par choc des assemblages de composites collés*, thèse, (2011)
- Guy86 C.C. H. Guyott, P. Cawley, R. D. Adams, J. Adhes. 20, 129–189 (1986).
- Guy88a C. C. H. Guyott and P. Cawley, *The ultrasonic vibration characteristics of adhesive joints*, The Journal of the Acoustical Society of America, 83, 632–640, (1988)
- Guy88b C. C. H. Guyott and P. Cawley, *Evaluation of the cohesive properties of adhesive joints using ultrasonic spectroscopy*, NDT International, 21, 233 – 240, (1988)

## Bibliographie

- Har99 Harris et Beevers, *The effects of grit-blasting on surface properties for adhesion*, International Journal of Adhesion & Adhesives, 19, 445-452 (1999)
- Hay70 W. D. Hayes, *Conservation of action and modal wave action*, Proceedings of the Royal Society of London, Series A, 320, 187-208, (1970)
- Hel10 K. Heller, L.J. Jacobs, and J. Qu. *Characterization of adhesive bond properties using lamb waves*, NDT&E Int, 33, 555–563, (2000).
- Hil10 W. Hillger, *Ultrasonic testing of composites - from laboratory research to in-field inspections*, 15th WCNDT, Rome, (2000)
- Jam98 H.A. Jama, E.M. Hussein, and P. Lee-Sullivan. *Detection of debonding in composite aluminium joints using gamma-ray compton scattering*. NDT&E International, 31(2), 99– 103, (1998).
- Jea93 J.P. Jeandrau, *Technologie du collage structural pour les applications mécaniques*, Synthèse des résultats du contrat BRITE/ADENG, CETIM, (1993)
- Jit 6 Dossier technologique des Pays de Savoie, lettre n°6 de l'ARAMM « Le collage : une technique d'assemblage industrielle
- Joh03 B.B Johnsen, K. Olafsen, A. Stori, *Reflection-absorption FT-IR studies of the specific interaction of amines and an epoxy adhesive with GPS treated aluminium surfaces*, International Journal of Adhesion & Adhesives, 23, 155-163, (2003)
- Joh96 P.A Johnson, Rasolofosaon, *Nonlinear elasticity and stress-induced anisotropy in rock*, J. Geophys. Res, 101, 3113-3124, (1996)
- Joh99 P. Johnson , Materials World, *The J. Inst. Materials* 7, 544-546 (1999)
- Kar13 E.F. Karachalios, R. D. Adams, L. F.M. da Silva, *Strength of single lap joints with artificial defects*, International Journal of Adhesion and Adhesive, 45, 69–76, (2013).
- Kim06 Sung Joon Kim, Dong-Chul Chae, *The principles of coin-tap method of non-destructive testing*, ICSV 13 Vienne, (2006)
- Kra95 J.-C Krapez, F. Taillade, T. Lamarque, D. Balageas, *Shearography: a tool for imaging lamb waves in composites and their interaction with delamination, review of progress*, Quantative Nondestructive Evaluation, 18, 905-912, (1999)

## Bibliographie

- Kum13 R.L. Vijaya Kumar, M.R.Bhat, C.R.L.Murthy. Evaluation of kissing bond in composite adhesive lap joints using digital image correlation: Preliminary studies. *International Journal of Adhesion & Adhesives* 42,60–68, (2013)
- Lar10 C. La Rocca, C. Payan, J. Moysan, *Evaluation of epoxy bonded joint quality using nonlinear acoustics*, *Proceedings of meetings on acoustics*, 10(1), (2010)
- Lec10 B. Le Crom & M. Castaings, *Shear horizontal guided wave modes to infer the shear stiffness of adhesive bond layers*, *The Journal of the Acoustical Society of America*, 127, 2220-2230, (2010)
- Led08 Y. Le Diraison, *Imagerie à courants de Foucault pour l'évaluation non-destructive de structures rivetées aéronautiques*, thèse, (2008)
- Lee73 J. Leenders, J. Butters, *An image speckle shearing pattern interferometer for measuring bending moments*, *Journal of Physics E :Scientific Instruments*, 6, 1107-1110 (1973)
- Lef04 J.-P. Lefebvre, P. Lasaygue, C. Potel, J.-F. de Belleval, P. Gagniol, *L'acoustique ultrasonore et ses applications 2ème partie*, *Acoustique et Techniques*, 36, 12-19, (2004)
- Lem06 M. Lemistre, D. Placko, *Les méthodes électromagnétiques*, *REE*, 2, 54-60 (2006)
- Lil10 I. Lillamand, J-F. Chaix, M-A. Ploix, V. Garnier, *Acoustoelastic effect in concrete material under uni-axial compressive loading*, *NDT&E International*, 43, 655–660, (2010)
- Low00 M. J. S. Lowe, R. E. Challis & C. W. Chan, *The transmission of Lamb waves across adhesively bonded lap joints*, *The Journal of the Acoustical Society of America*, 107, 1333-1345 (2000)
- Lou09 H. Lourme. *Etude des assemblages collés par ondes guidées ultrasonores. Etude expérimentale et modélisation par éléments finis*. Thèse de doctorat, (2009)
- Meo06 C. Meola, G. M. Carlomagno, A. Squillace, A. Vitiello, *Non-destructive evaluation of aerospace materials with lock-in thermography*, *Engineering Failure Analysis*, 13, 380 - 388 (2006)
- Meo10 C. Meola, G. M. Carlomagno, *Impact damage in GFRP: New insights with infrared thermography*, *Composites*, 41, 1839-1847, (2010)
- Mic05 M. Michaloudaki, E. Lehmann, D. Kosteas, *Neutron imaging as a tool for the non-destructive evaluation of adhesive joints in aluminium*, *International Journal of*

## Bibliographie

- Adhesion and Adhesives, 25, 257 - 267, (2005)
- Mor99 G. N. Morscher, *Modal acoustic emission of damage accumulation in a woven SiC/SiC composite*, Comp. Science and Technology, 59, 687-697, (1999)
- Mur51 F.D Murnaghan, *Finite Deformations of an Elastic Solid*, John Wiley, New York, (1951)
- Muz08 V. Muzet , P. Blain , Y. Guillard, *Application de la shearographie à la détection de fissures sur ouvrages d'art*, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 273, 81-91, (2008)
- Nag89a P.B. Nagy and L. Adler, *Nondestructive evaluation of adhesive joints by guided Waves*, Journal of applied physics, 66, 4658–4663, (1989).
- Nag89b P. B. Nagy and L. Adler, *Nondestructive evaluation of adhesive joints by guided waves*, Journal of Applied Physics, 66(10):4658–4663, (1989)
- Nag91 P.B. Nagy, *Ultrasonic detection of kissing bonds at adhesive interfaces*, J. Adhesion Sci. Technol, 5, 619-630, (1991)
- Nag92 P.B. Nagy, *Ultrasonic Classification of Imperfect Interfaces*, Journal of Nondestructive Evaluation, 11, 127-139,(1992)
- Nag98 P.B. Nagy, *Fatigue damage assessment by nonlinear ultrasonic materials characterization*, Ultrasonics 36, 375 (1998).
- Ndi14 E. B. NDIAYE, *Contrôle santé de structures sandwichs composites, caractérisation et évaluation non destructives de l'adhésion et du vieillissement -Simulations par éléments finis et expérimentation par mesure d'impédance et par ultrasons multiéléments, thèse, (2014)*
- Ni10 National Instruments, *Fundamentals of Ultrasonic Imaging and Flaw Detection* (2010)
- Oly06 Olympus , *Ultrasonic Transducers Technical Notes*, (2006)
- Owe69 Owens, D. K., and Wendt, R. C., J. Appl. Polym. Sci. 13, 1741–1747 (1969).
- Pag00 S.A Page, R Mezzenga, L Boogh, JC Berg, JAE Manson, Journal of Colloids and Interface Science 222, 55-62, (2000)

## Bibliographie

- Pas02 JP Pascault, H Sautereau, J Verdu, RJJ Williams, dans 'Thermosetting polymers' Taylor&Francis Books, Inc ; (2002)
- Pay07 C. Payan, Caractérisation non destructive du béton : étude du potentiel de l'acoustique non linéaire, thèse, (2007)
- Pay09 C. Payan et al, *Determination of third order elastic constants in a complex solid applying coda wave interferometry*, Applied Physics letter, 94(1), (2009)
- Pil88 A. Pilarski and J. L. Rose, *Ultrasonic oblique incidence for improved sensitivity in interface weakness determination*, NDT International, 21,241-246, (1988)
- Ras97 P. Rasolofosaon, B. Zinszner and P. A. Johnson, *Propagation des ondes élastiques dans les matériaux non linéaires aperçu des résultats de laboratoire obtenus sur les roches et des applications possibles en géophysique*, Oil & Gas Science and Technology 52, 6 (1997)
- Ren08 Renaud, *Mesure de non-linéarités élastiques et dissipatives par interaction d'ondes acoustique : application à la qualification du micro-endommagement de l'os trabéculaire*, Thèse, (2008)
- Rok86 S. I. Rokhlin and D. Marom. *Study of adhesive bonds using low-frequency obliquely incident ultrasonic waves*, The Journal of the Acoustical Society of America, 80(2):585–590, (1986)
- Ros99 J.L Rose, *Ultrasonic Waves in solid Media*, (1999)
- Rot00 M. Rothenfusser, M. Mayr, J. Baumann, *Acoustic nonlinearities in adhesive joints*, Ultrasonics, 38, 322 - 326 ,(2000)
- Roy99 D. Royer & E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides*, Masson, (1999)
- Sev04 F.M. Severin et R.Gr.Maev, *Adaptive filtration of ultrasonic signals in car body adhesive bonds evaluation*, Wcndt (2004)
- Sil04 L. F.M. da Silva, R.D. Adams, M. Gibbs, *Manufacture of adhesive joints and bulk specimens with high-temperature adhesives*, International Journal of Adhesion & Adhesives, 24, 69–83, (2004)
- Sil08 L. F.M. da Silva, and A. Ochsner, *Modeling of Adhesively Bonded Joints*, Springer-Verlag, Berlin, (2008)
- Sil09 L.F.M da Silva, R.J.C Carbas, G. W. Critchlow, M. A. V Figueiredo, K. Brown, International Journal of Adhesion & Adhesives, 29, 621-632, (2009)

## Bibliographie

- Sil L. F. M. da Silva, R. F. T. Lima, R. M. S. Teixeira and A. Puga, *Closed-form solutions for adhesively bonded joints*, Rapport
- Smi01 P. Smigielski, *Interférométrie de Speckle*, Techniques de l'ingénieur r63331, (2001)
- Smi11 N.R. Smith J.R Kollgaard, L. D., *Pitch-Catch (Low frequency) Bontesters*, *Sampe Journal*, 47, 25-31 , (2011)
- Ste04 W. Steinchen, L. Yang. *Digital shearography, theory and application of digital speckle pattern interferometry*, SPIE press, USA, (2004)
- Thi13 C. Thiery, *Tomographie à rayons X*, Techniques de l'ingénieur, (2013)
- Thw95 S. Thwaites, N. H. Clark, *Non-Destructive testing of honeycomb and sandwich structures using elastic waves*, *Journal of Sound and Vibration*, 187, 253-269, (1995)
- Vol38 O. Volkersen, *Luftfahrtforschung*; 15: 41, ( 1938)
- Wan72 T.T. Wang, F. W. Ryan, H. and Schnonhorn, *Effect of Bonding Defects on Shear Strength in Tension of Lap Joints Having Brittle Adhesives*, *Journal of applied polymer Science*, 16, 1901-1909, (1972)
- Whi63 R.M. White, *Generation of elastic waves by transient surface heating*, *Journal of Applied Physics*, 34(12), 3559-3567 (1963).
- Wil06 M. Wilm, *Etude et réalisation de transducteurs composites pour l'imagerie acoustique et le contrôle non-destructif*, thèse, (2006)
- Yan09 D. Yan, B.W Drinkwater, S.A Neild, *Measurement of the ultrasonic nonlinearity of kissing bonds in adhesive joints*, *NDT & E International*, 42, 459 - 466, (2009)
- Yan12 D. Yan, B.W Drinkwater, S.A Neild, *Modelling and measurement of the nonlinear behaviour of kissing bonds in adhesive joints*, *NDT&E International* 47, (2012)
- Zho02 S. Zhongqing Su, Y. Lin, B. Xiongzhu, *A damage identification technique for CF/EP composite laminates using distributed piezoelectric transducers*, *Composite structures*, 57 465-471, (2002)

# Annexe A :

---

## Caractéristiques des matériaux utilisés

---

Cette annexe présente les différentes propriétés des matériaux utilisés pour la réalisation des éprouvettes.

1. DGEBA de référence DER 331 et DER 332 (Dow Chemica)

	DGEBA, réf. DER 332	DGEBA, réf. DER 331
Etat à 25°C	Solide semi-cristallin	liquide
Equivalent epoxy EE en g/eq	171 à 175	182 à 192
Masse molaire (g/mol)	~350	~380
Fonctionnalité	2	2
Densité (à 25°C) en g.ml	1.16	1.16
Viscosité (à 25°C) en Pa.s	4 à 6	11 à 14

2. IPDA (Aldrich)

Nom usuel : Isophorone diamine

Nom chimique : 5-Amino-1,3,3-trimethylcyclohexanemethylamine

Abréviation : IPDA

Formule chimique :

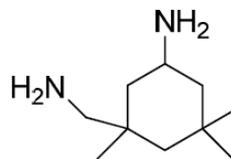
Etat à 25°C : liquide transparent

Masse molaire : 170.3 g/mol

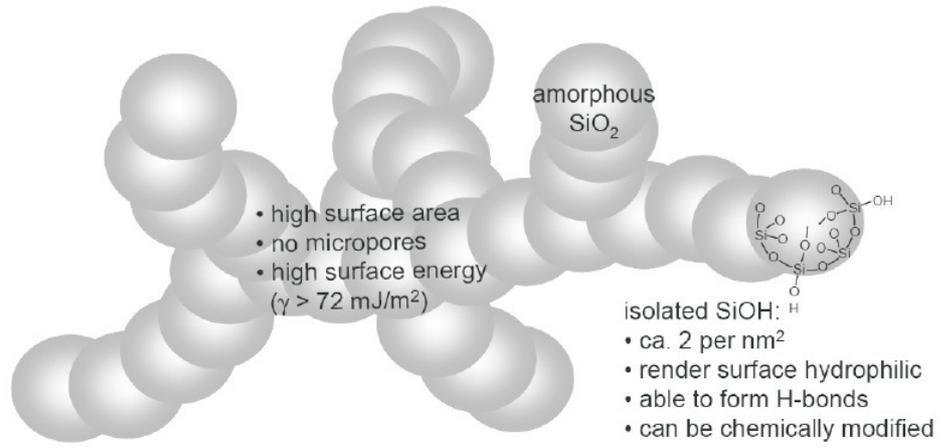
Fonctionnalité : 4

Densité (à 25°C) = 0.92g.cm<sup>3</sup>

Viscosité (à 25°C)= 0.028 Pa.s



3. Silice pyrogénée



# Annexe B :

---

## Réalisation des éprouvettes

---

L'objectif est de réaliser des éprouvettes de collage à simple recouvrement correspondant à la norme NF EN 2243-1 : « Matériaux non-métallique-système d'adhésifs structuraux-Méthode d'essais, partie1 : essais de cisaillement d'un joint à recouvrement simple ».

Afin de réaliser simultanément une série d'éprouvettes (7), un moule spécifique en aluminium a été conçu avec l'IMP et a été réalisé par une société de mécanique de précision.

Les plaques d'aluminium ont été préalablement découpées aux bonnes dimensions (société Indraero Siren) et 300 plaques ont été reçues. De plus un dispositif permettant le dépôt de l'adhésif a été réalisé, il est nommé « outil d'encollage » dans la suite du rapport.

➤ Etape n°1 : Préparation des substrats

Les différents traitements de surface ont été appliqués sur les substrats 24h avant collage.

➤ Etape n°2 : Réalisation de l'adhésif

Il faut préparer environ 15g d'adhésif afin d'avoir des pesées précises et un mélange homogène.

Formulation à base de DGEBA DER 332 :

- Préalablement placer la résine DGEBA dans une étuve à 50 °C pendant minimum 30 min car la résine cristallise à température ambiante
- 
- Peser 12,5 g de DGEBA et ajouter 3,0g d'IPDA à la température ambiante
- Mélanger énergiquement le mélange à la spatule pendant 2 min
- Mélanger avec la sonde ultrasons pendant 5 min afin de dégazer le mélange.

Remarque : Le mélange ne doit pas trop s'échauffer car cela provoquerait un début de réaction entre la DGEBA et l'IPDA

Formulation à base de DGEBA DER 331+ 2 wt% H18 :

- la résine
- Placer la résine dans une étuve à 40 °C pendant 15 min pour abaisser la viscosité de
  - Peser 12,5 g de DER 331+ 2 wt% H18 (soit 12,25g de DER 331)
  - Dégazer la formulation placée dans un réacteur en verre sous vide pendant minimum 1heure. Il est nécessaire d'avoir un vide d'au minimum 0,1 mbar pour obtenir un dégazage efficace.
  - Peser et ajouter l'équivalent d'IPDA soit 2,79g.
  - Mélanger énergiquement le mélange à la spatule pendant 1 min
  - Mélanger avec la sonde ultrasons pendant 3 min 30 s, afin de dégazer le mélange.
  - Préalablement mettre le récipient dans un bain marie d'eau froide pour limiter l'échauffement.

Remarque : Le mélange ne doit pas trop s'échauffer car cela provoquerait un début de réaction entre la DGEBA et l'IPDA. Nous avons mesuré une température à 70°C après 3 min 30 d'ultrasons.

➤ Etape n°3 : Application de l'adhésif

## Annexe B

- Mettre en place les plaques traitées dans l'outil d'encollage (= gabarit en aluminium). Il est possible d'encoller 7 plaques en une fois.

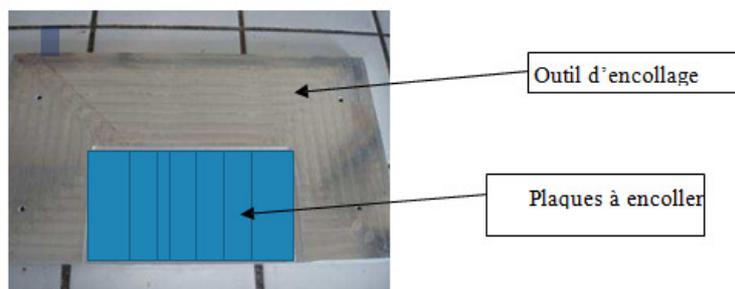
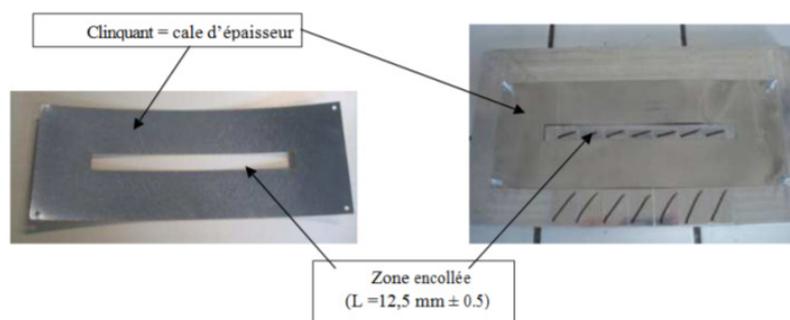


Photo 1 : Outil d'encollage

- Mettre en place le clinquant ou cale d'épaisseur sur l'outil d'encollage. Le clinquant permet de déterminer la zone d'encollage et l'épaisseur d'adhésif désirée. En effet l'épaisseur du clinquant correspond à l'épaisseur d'adhésif déposé. Le clinquant est fixé sur l'outil d'encollage par des vis qui permettent le guidage et que le clinquant soit bien plaquée.



Photos 2 : Clinquant seul (à gauche) et clinquant placé sur l'outil d'encollage (à gauche)

Remarque : Pour la 1<sup>ère</sup> partie de l'étude un clinquant d'épaisseur 150  $\mu\text{m}$  a été utilisé pour cibler une épaisseur d'adhésif identique. Cependant l'épaisseur réelle était plus faible. Donc pour la deuxième partie de l'étude, c'est-à-dire la réalisation d'un joint d'adhésif avec une épaisseur de 300  $\mu\text{m}$ , un clinquant d'une épaisseur de 400  $\mu\text{m}$  a été utilisé afin d'obtenir un bon recouvrement de la zone de collage ainsi que l'épaisseur finale désirée de 300  $\mu\text{m}$ .

### ➤ Etape n°4 : Application de l'adhésif

L'adhésif est appliqué par enduction à l'aide d'une tige lisse en verre. La calibration de l'épaisseur d'adhésif déposé s'effectue en enduisant sur la longueur de la fente du clinquant.

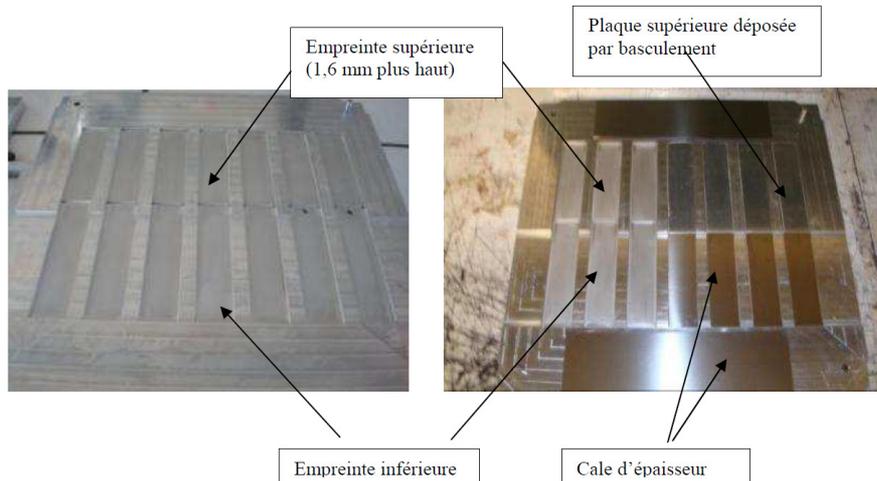


Photo 3 : Application de l'adhésif

### ➤ Etape n°5: Mise en place des plaques encollées dans le moule

## Annexe B

- Avant la première utilisation du moule, il est important d'appliquer sur celui-ci une gent de démoulage aqueux (Cirex Si 41 WB), ensuite de réappliquer le démoulant après plusieurs utilisations
- Placer une plaque d'aluminium encollée dans chaque empreinte inférieure
- Placer une cale d'épaisseur (même épaisseur que celle désirée d'adhésif) sur chaque plaque encollée
- Puis placer une autre cale d'épaisseur dans les empreintes supérieures
- Placer par basculement la deuxième plaque dans l'empreinte supérieure



Photos n°4 : Moule vide (à gauche) et moule avec 4 éprouvettes et cales (à droite)

- Fermer le moule, en plaçant le contre moule dessus à l'aide des 2 guides situés dans les angles du moule



Photo n°5 : Contre moule (à gauche) et moule fermé (à droite)

### ➤ Etape n°6 : Réticulation de l'adhésif

- Mettre le moule entre les plateaux chauffants de la presse.
- Cycle de cuisson : 1 heure à 80°C puis 2 heures à 180°C avec une pression appliquée sur le moule comprise entre 2.4 et 4 bars.

A t = 0 min régler sur le manomètre P = 2.2 tonnes, correspondant à Pmoule = 2.44 bars selon la formule suivante :

$$Pech = (Pmano \times 1000) / Sech$$

Avec Pech = pression appliquée sur le moule en bars

Pmano = pression affichée sur le manomètre de la presse en tonnes

Sech = Section du moule en cm<sup>2</sup>, dans notre cas Sech = 900cm<sup>2</sup>

- Mettre ensuite le moule sous la presse froide durant 20 min avec une circulation d'eau pour le refroidir et une pression appliquée sur le moule d'environ 1.2 bars. Cela permet de minimiser la déformation du moule lors de sa contraction et d'avoir des conditions de refroidissement reproductibles.



Photos n°6 : Presse à plateaux chauffants (à gauche) et presse froide (à droite)

Nous avons observé que la pression sur le moule durant le cycle de cuisson n'est pas constante, comme on peut le voir sur la figure n°1.

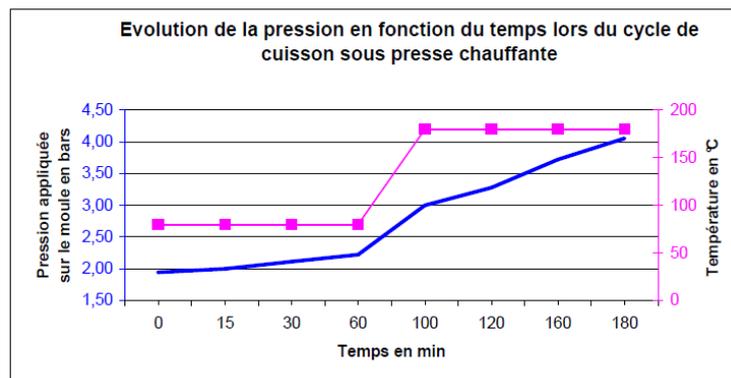


Figure n°1 : Evolution de la pression au cours du cycle de cuisson

L'évolution de la pression sur le moule au cours du cycle de cuisson est dû à la dilatation thermique de l'aluminium, surtout lorsque la température du moule passe de 80°C à 180°C. Lorsque le moule est mis sous pression et en température celui-ci subit une expansion volumique ce qui engendre une augmentation de la pression hydraulique et donc de celle appliquée sur le moule. En effet le coefficient de dilatation thermique linéaire  $\alpha$  de l'aluminium a des valeurs beaucoup plus importantes que celles de l'acier (matériau en général utilisé pour la réalisation des moules). Le coefficient moyen de dilatation thermique linéaire de l'aluminium selon la plage de température considérée est :

Entre 20°C et 100°C  $\alpha_{\text{alu}} = 2,38.10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  ( $\alpha_{\text{acier}} = 1,20.10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )

Entre 20°C et 200°C  $\alpha_{\text{alu}} = 2,46.10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

➤ Etape n°7 : Démoulage

- Ouvrir le moule
- Démouler les éprouvettes en portant un coup bref dans les éjecteurs (= trous situés dans chaque empreinte)

➤ Etape n°8 : Stockage des éprouvettes

## Annexe B

Les éprouvettes sont stockées dans une boîte hermétique pendant environ 48h jusqu'à ce que les essais mécaniques soient effectués.



# Etude et mise au point de méthodes de mesures non destructives permettant de caractériser les paramètres critiques de l'adhésion sur structures collées

## Résumé :

L'engouement pour le collage structural est important dans l'aéronautique. Actuellement, il n'existe pas de méthode de contrôle non destructive de l'adhésion dans un assemblage collé. Les méthodes de CND usuelles peuvent détecter au mieux des défauts majeurs de type décollement ou absence de colle. L'objectif de la thèse est donc de déterminer un indicateur ultrasonore en lien avec le niveau d'adhésion et la tenue structurale des assemblages collés.

La première étape a consisté en l'élaboration d'éprouvettes étalons à adhésions variables de forme cisaillement simple. Trois traitements de surface différents ont été définis afin d'obtenir trois niveaux de force à rupture et donc trois niveaux d'adhésion distincts. Des cartographies détaillées du joint de colle sont obtenues par ultrason. A l'issue des essais mécaniques les faciès de rupture sont analysés. Des contrôles supplémentaires par micro tomographie X ont été réalisés. Ils ont permis de valider la bonne qualité des lots d'éprouvettes, et de confirmer la qualité des C-Scan ultrasonores réalisés.

Un système expérimental spécifique a été réalisé pour coupler l'acoustoélasticité et l'étude des variations locales de champ des contraintes. Les variations de temps de vol dans l'aluminium en mode pulse-écho pendant une sollicitation mécanique des éprouvettes sont analysées. Le dispositif est d'abord validé sur une éprouvette d'aluminium. Puis, il est démontré qu'à l'aide d'un effort, sur une éprouvette de cisaillement simple les bords d'un défaut sont visibles. Les simulations numériques réalisées donnent les mêmes tendances.

**Mots-Clés :** Caractérisation non destructive, Acoustique non linéaire, Adhésion, Cisaillement simple, époxy

---

## Abstract :

The enthusiasm for structural bonding is important in aeronautic. Currently there is no non-destructive method to control adhesion in a bonded assembly. The usual NDT methods can detect the most common defects like delamination or disbond. The aim of this thesis is to determine an ultrasonic indicator related to the level of adhesion and structural strength of bonded assemblies.

The first step was the development of variable samples. The specimens are single lap shear joint test. Three different surface treatments have been developed to obtain three different levels of rupture force and therefore three distinct levels of adhesion. Detailed C-Scan of the adhesive joint are obtained by ultrasound. After mechanical testing the fracture surfaces are analyzed. Additional tests by microtomography were performed. They were used to validate the quality of samples and confirm the quality of the C-Scan ultrasound made. The objective of standards sample is achieved.

A specific control system has been achieved to use Acoustoelasticity at the same time as study of stress field. The variation of time of flight in the aluminum in pulse-echo mode during mechanical test are analysed. First, the system is validated with an aluminum test piece. Then, It is shown that with an effort, the edges of a defect are visible on a single lap shear joint. Numerical simulations give the same trends.

**Key word :** Nondestructive testing, Nonlinear acoustic, adhesion, single lap shear, epoxy

---