

Caractérisation des interfaces colle/substrat des assemblages collés : application aux structures hydroliennes

Johnathan Leplat, Pierre Bidaud, David Thevenet

▶ **To cite this version:**

Johnathan Leplat, Pierre Bidaud, David Thevenet. Caractérisation des interfaces colle/substrat des assemblages collés : application aux structures hydroliennes. 23ème Congrès français de mécanique - CFM, Aug 2017, Lille, France. hal-01730084

HAL Id: hal-01730084

https://ensta-bretagne.hal.science/hal-01730084

Submitted on 12 Mar 2018

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

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

Caractérisation des interfaces colle/substrat des assemblages collés: application aux structures hydroliennes

J. Leplat, P. Bidaud, D. Thévenet

ENSTA Bretagne, FRE CNRS 3744, IRDL, 29200 Brest, France, johnatan.leplat@ensta-bretagne.org

Résumé :

Du fait de la complexité de leur mise en place et de leur maintenance sur site, la durée de vie des systèmes d'exploitation des Energies Marines Renouvelables (EMR), doit pouvoir atteindre 15 ans. La durabilité de leur structure demeure donc, un enjeu majeur. La fabrication de ces structures repose sur des combinaisons de matériaux souvent assemblées par collage structural. La tenue à long terme (fatigue, résistance à l'environnement marin) de ce type de structures hybrides reste encore mal connue. C'est pourquoi l'objectif du projet ANR France Energies Marines INDUSCOL, dans lequel s'inscrit ce travail, porte sur le développement de règles de conception et de maintenance des systèmes EMR. Les problématiques clés sont : d'une part, la prédiction de la durabilité des structures EMR et d'autre part, l'élaboration d'outils d'instrumentation d'éléments structuraux hydroliens.

Des travaux menés sur le vieillissement en milieu marin des colles époxy bi-composant ont soulevé des problématiques liées aux phénomènes mécaniques ayant lieu au niveau des interfaces, i.e. entre le joint de colle et les différents substrats [1] [2]*. Ces phénomènes menant soit à une rupture cohésive (au sein du joint de colle), soit une à rupture adhésive (à l'interface entre le joint de colle et le substrat) doivent être étudiés de manière approfondie. En effet, l'altération des propriétés d'adhésion peuvent entrainer une rupture adhésive qui réduit alors significativement la tenue mécanique de l'assemblage.*

Dans un premier temps, nous proposons de caractériser le comportement mécanique de la colle utilisée par des essais sur éprouvettes massiques (bulk). Les paramètres d'une loi de comportement viscoélastique-viscoplastique seront alors validés par des essais de type ARCAN modifié sur des assemblages aluminium/colle/aluminium. L'influence d'une exposition à un vieillissement hydrique sur les paramètres matériaux sera ensuite étudiée par ces essais massiques afin de décrire le comportement d'assemblages collés vieillis.

Dans un second temps, une instrumentation de ces assemblages sera proposée afin de caractériser les propriétés mécaniques de leurs interfaces.

L'application de ce type d'instrumentation sera ensuite mise en place afin d'assurer un « monitoring » en service de structures d'hydroliennes.

Abstract:

Due to the complexity of their installation and their maintenance on-site, the operating life of the Renewable Marine Energie operating systems must be up to 15 years. The sustainability of their structure remains, therefore, a major challenge. The manufacturing of these structures is based on combination of materials often assembled by structural bonding. The long-term behaviour (fatigue, durability in marine environments) of this type of hybrid structures remains little known. This is why the purpose of the ANR France Energies Marines INDUSCOL project, in which this work is carried out, concerns the development of rules for the design and the maintenance of EMR systems. The key

issues are the prediction of the durability of EMR structures and the development of instruments dedicates to the monitoring of tidal turbines.
Working on the durability in marine environments of two-component epoxy adhesives has raised problems related to the mechanical phenomena taking place at the interfaces, i.e. between the adhesive joint and the various substrates [1] [2]. *These phenomena leading either to a cohesive failure (within the adhesive joint) or to an adhesive failure (at the interface between the adhesive joint and the substrates) must be studied in detail. Indeed, the alteration of the adhesive properties can lead to an adhesive failure which significantly reduces the mechanical strength of the bonded assembly.*
First, we propose to characterize the mechanical behaviour of the adhesive by testing on bulk specimens. The parameters of a viscoelastic-viscoplastic behaviour law will be validated by using modified ARCAN specimens on aluminium / adhesive / aluminium assemblies. The influence of the water exposure aging on the material parameters will be studied by these bulk tests in order to describe the behaviour of ageing bonded assemblies.
In a second step, the monitoring of these assemblies will be proposed in order to characterize the mechanical properties of the interfaces.
An application of this type of instrumentation will be put in place to monitor the assemblies on in-service water turbines structures.

Mots clefs : assemblages, adhésifs, interfaces, vieillissement, expérimental

1. Introduction

Dans le cadre général de la conception et du dimensionnement des hydroliennes, l'assemblage des pales sur le rotor est l'une des préoccupations principales afin d'assurer le maintien opérationnel du système. En effet, un assemblage boulonné peut provoquer une corrosion localisée prématurée et conduire ainsi à la ruine de l'assemblage. Les délais de maintenance des hydroliennes visés sont d'une à deux décennies. Pour pallier ce problème de corrosion, l'une des alternatives est le collage. Cependant, aux vues des difficultés de maintenance d'un système hydrolien, il est nécessaire de dimensionner les assemblages afin de supporter de longues durées de vie.

Des études [3] [4] [5] ont déjà été menées sur les assemblages collés, mais rarement en présence d'un environnement marin. Cela nécessite de caractériser dans un premier temps le comportement de la colle seule par des essais sur éprouvettes massiques. Dans un second temps, il sera possible de rapprocher le comportement d'une éprouvette massique au comportement d'un assemblage collé. Pour cela des essais sur assemblages seront menés ultérieurement et permettront de valider les paramètres de la loi de comportement identifiée.

De plus, l'étude des scenarii de rupture des assemblages, est un enjeu important dans la tenue mécanique d'un assemblage collé. Effectivement, il faut faire la distinction entre une rupture adhésive (à l'interface) et cohésive (au sein du joint de colle). De manière générale, la caractérisation mécanique d'un assemblage se fait par rupture cohésive car les phénomènes de la rupture adhésive sont encore mal connus. La mise en place d'essais pour caractériser le comportement de l'interface y est donc importante.

2. Caractérisation du comportement d'un adhésif vieilli

La caractérisation du comportement du joint de colle d'un assemblage vieilli en eau est une étude rendue complexe par le rôle des interfaces dans les phénomènes de diffusion pouvant possiblement induire un gradient de diffusion dans l'épaisseur. De plus, la diffusion de l'eau dans le joint de colle sous environnement marin à basse température peut, selon le matériau, prendre des mois voire des années. Dans le cadre d'un projet de trois ans, il est donc nécessaire d'accélérer ces processus de

diffusion et de les rendre interprétable par suivi gravimétrique. Il est alors nécessaire d'avoir recours à des éprouvettes massiques (« bulk »). En plus de permettre un retour direct de la présence d'eau par suivi gravimétrique, ces éprouvettes présentent l'avantage d'être saturées sur des temps plus courts.

2.1. Vieillissement rapide des éprouvettes massiques

Le vieillissement « accéléré » consiste à placer des échantillons de colle massiques sous des conditions hydro-thermiques permettant une diffusion rapide de l'eau. Ces conditions dépendent des caractéristiques du matériau, à savoir colle structurale bi composants epoxy. Cette colle est composée d'une partie A, base époxy renforcée et d'une partie B, durcisseur, une amine modifiée.

Avant d'étudier le vieillissement d'un adhésif, il est nécessaire de s'assurer que la polymérisation soit complète afin d'éviter des phénomènes de réticulation lors du vieillissement [2]. Des essais DSC (Differential Scanning Calorimetry) et DMA (Dynamic Mechanical Analysis) peuvent permettre de déterminer un cycle de cuisson adéquat (polymérisation de la colle). De même, ces essais réalisés sur des échantillons polymérisés permettent de déterminer une température de transition vitreuse (T_g pour la DSC et T_α pour la DMA). A partir de ces données, il est alors possible de fixer des conditions de vieillissement. De manière générale, il est nécessaire que la température de vieillissement soit inférieure à la T_g d'un matériau vieilli et saturé en eau pour s'affranchir de phénomènes complexes de vieillissement sous un état caoutchoutique. De plus, il est préférable que la température de vieillissement soit nettement inférieure à la température de post-cuisson.

Les analyses DSC, présentées en Figure 1, effectuées sur des échantillons ayant subis différents cycles de cuissons, ont permis de choisir un cycle de cuisson de 24h à température ambiante suivi d'une post-cuisson de 3h à 90°C pour des plaques de colle d'épaisseur 1mm. En effet, pour des températures de post-cuisson supérieures à 90°C, les DSC se révèlent très répétables. Aussi, nous choisirons une température de post-cuisson de 90°C afin d'éviter une altération de l'adhésif. Par analyse DSC, la Figure 2 montre que la température de transition vitreuse pour ce cycle de post-cuisson se situe à 89,6°C. Les essais par DMA présentés en Figure 3 confirment eux aussi l'ordre de grandeur de température de transition vitreuse pour notre cycle avec une mesure à 90,7°C.

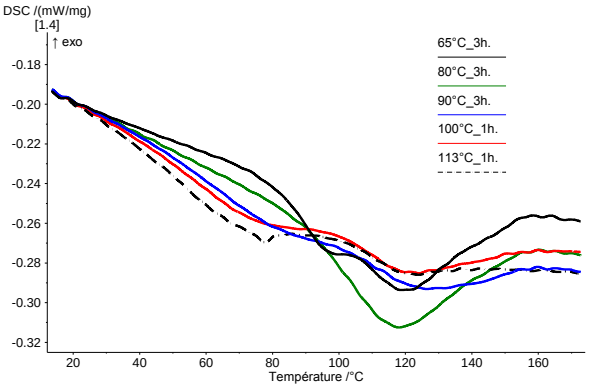


Figure 1: Analyse DSC de différents cycles de post-cuisson (rampe 10°C/min)

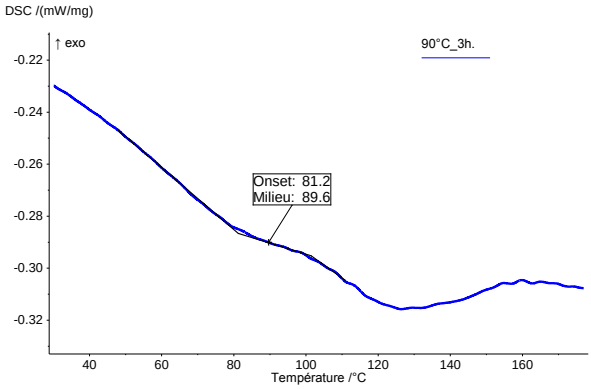


Figure 2: Température de transition vitreuse (T_g) établie par DSC pour le cycle de cuisson : 24h à température ambiante puis post-cuisson 3h à 90°C

Dans le cadre de l'étude de la diffusion, nous faisons l'hypothèse d'une diffusion 1D avec des échantillons parallélépipédiques de 30x30mm^2 et d'épaisseur 1mm : la dimension de l'épaisseur étant considérée négligeable par rapport aux autres dimensions.

Ces échantillons ont été placés dans des bacs d'eau dé-ionisée (critique pour les polymères) à trois températures différentes (30°, 40° et 60°C). La Figure 4 présente un suivi gravimétrique des échantillons placés dans ces trois bacs. Dans le cas du vieillissement à 60°C, nous constatons un

premier palier de saturation suivi d'une nouvelle augmentation de la masse. Cette diffusion peut être approchée par une loi de Langmuir [1] [6]. Ce type de comportement est fréquemment rencontré lors de vieillissements effectués à des températures au-dessus de la T_g [1]. Cette constatation est validée par des analyses DSC et DMA sur des échantillons vieillis amenés à saturation en eau (5% de prise de masse par rapport au poids sec) qui montrent que la température de transition vitreuse (55°C déterminée par DMA) est proche de la température de vieillissement. Dans le cas d'un vieillissement à 40°C, la tendance est la même mais un second palier apparait. La diffusion étant plus lente, il faut attendre un temps plus important avant de pouvoir observer le phénomène de remontée. Là encore, des analyses DMA sont menées et montrent une T_α proche de 55°C (Figure 5). Pour valider la nature du comportement ainsi observé, nous utiliserons une troisième température de 30°C afin de s'éloigner de la température de transition vitreuse.

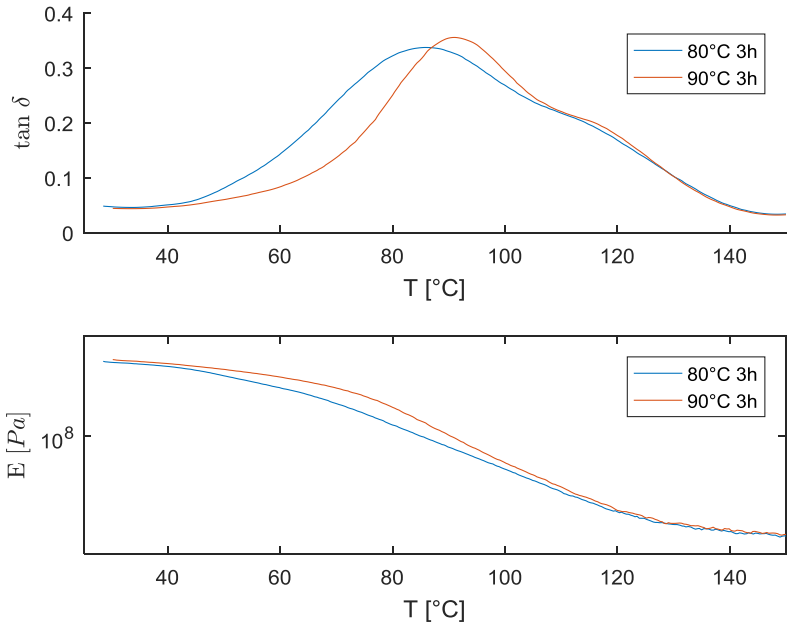


Figure 3: Comparaison de deux cycles de post-cuisson par DMA (10 Hz, 5µm) et une rampe en température (3°C/min)

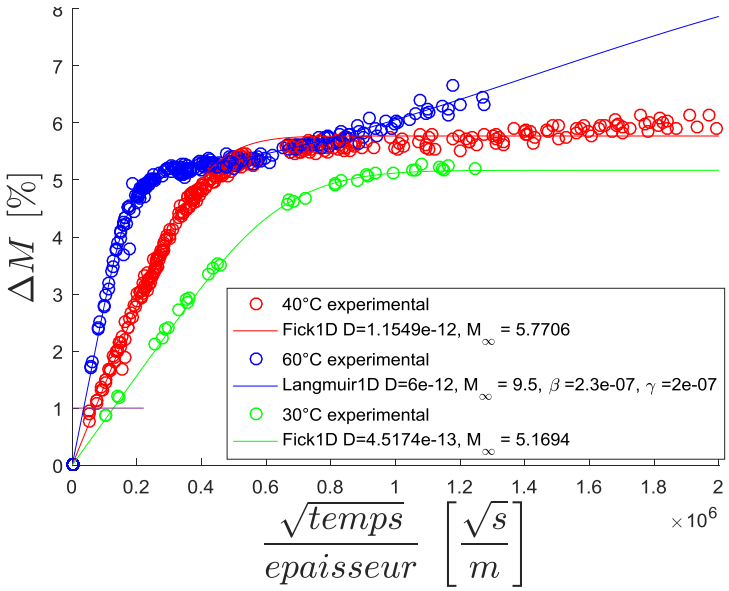


Figure 4: Suivi gravimétrique pour différentes températures de vieillissement (30, 40 et 60°C)

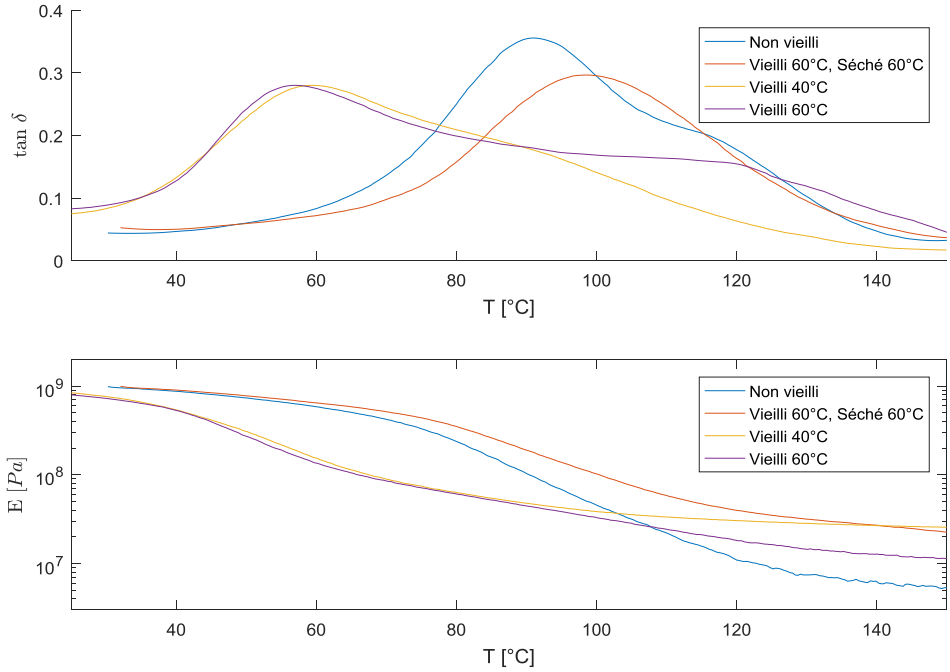


Figure 5: Essais DMA réalisés sur des échantillons ayant subis différents vieillissements (40 et 60°C)

2.2. Influence de l'eau sur le comportement massique et modélisation du comportement d'un joint de colle vieilli

Des études précédentes [1] ont montré que lors d'essais de traction monotone sur des éprouvettes vieillies la tenue mécanique évolue. Ces essais ont été reproduits sur des éprouvettes massiques de section utile 4x1mm^2 et de longueur utile 16mm. Les essais de traction sur éprouvettes séchées (en dessiccateur avec gel de silice) (RH < 5%) et sur éprouvettes saturées après un vieillissement en immersion (RH = 100%) et saturées au maximum mettent en évidence une diminution de l'effort à rupture et une augmentation de la déformation totale pour les éprouvettes vieillies.

D'autres essais, à des taux d'humidité intermédiaires, sont prévus afin de mettre en évidence la progression des paramètres mécaniques matériau tels que le module de Young, la limite à rupture, la déformation totale à rupture ainsi que les constantes associées au modèle viscoélastique-viscoplastique utilisé [3] [4] [6]. L'objectif étant d'aboutir à une relation entre l'évolution des paramètres de la loi de comportement viscoélastique-viscoplastique et le taux d'humidité.

2.3. Procédure expérimentale et identification des paramètres du modèle

La procédure d'identification des paramètres du modèle de comportement, consistera à partir d'essais monotones et de fluage, en traction et en cisaillement, effectués sur des éprouvettes massiques, à établir une relation entre les conditions de vieillissement et le comportement mécanique du matériau vieilli. A partir de cette identification, il sera alors possible de solliciter des assemblages collés saturés et vieillis pour les mêmes taux d'humidité relative que les éprouvettes massiques précédemment testées et ainsi comparer les écarts entre les prédictions du modèle et les données expérimentales sur assemblage collé.

3. Vers un comportement à l'interface d'un assemblage

L'une des problématiques rencontrées lors d'essais mécaniques sur assemblage collé est l'adhésion, souvent expliquée comme une évolution des propriétés mécaniques locales du joint près d'un substrat. En effet, il a été montré par différents auteurs [7] que les propriétés du joint de colle peuvent évoluer

entre son plan médian et dans une zone proche du substrat. Il est donc nécessaire de caractériser ce comportement. Les principales attentions sont donc portées sur la zone proche de l'interface.

3.1. Vieillissement des assemblages

Le suivi gravimétrique étant difficilement réalisable sur un assemblage collé, nous proposons d'instrumenter à cœur le joint de colle par des fibres à réseaux de Bragg et/ou des capteurs QRS (Quantum Resistive Sensor). Ces capteurs doivent permettre de revenir aux gradients de diffusion dans le joint de colle de l'assemblage.

Après avoir vieilli les assemblages de type ARCAN modifié permettant des sollicitations multiaxiales et disposant de « becs » afin de diminuer les effets aux bords du joint de colle [5], il nous sera possible de modéliser le comportement mécanique du joint de colle avec les paramètres identifiés sur les essais massiques. Ces essais serviront de validation et si l'erreur entre les résultats d'essais et les calculs numériques est suffisamment faible, nous pourrons donc supposer le comportement du joint de colle connu et ainsi travailler uniquement sur les interfaces/interphases.

3.2. Tenue mécanique des interfaces

La chute de propriétés mécaniques liée à une rupture adhésive est-elle due à un gradient des propriétés mécaniques entre le substrat et le milieu du joint de colle (et donc à une épaisseur « interphase »), ou uniquement à une chute brutale des propriétés mécaniques à l'interface colle/substrat elle-même (rapport surface de collage sur surface collée par exemple) ?

Pour obtenir des réponses à ces questions, nous allons tout d'abord effectuer des essais sur des assemblages collés et nous assurer de la rupture cohésive afin de caractériser le comportement mécanique du joint de colle. Afin de caractériser les interfaces, dans un premier temps sur des éprouvettes saines (i.e. n'ayant subies aucun vieillissement) nous proposons de déterminer leur ténacité par des essais TDCB. La difficulté de cet essai réside dans la propagation de la fissure à l'interface. En effet, même si la fissure s'amorce à l'interface, la propagation ne le sera pas pour autant. De même, des essais de type SCARF (sans becs, ni bras) afin de localiser les contraintes vers les interfaces et serviront alors à caractériser les interfaces d'assemblages sains. D'autres géométries d'éprouvettes sont envisagées afin d'augmenter les concentrations de contrainte aux abords du substrat. Si les résultats sont reproductibles et interprétables en termes d'efforts et de déformation à rupture, des essais sur assemblages vieillis seront alors envisagés afin de caractériser l'ensemble du comportement interfacial sous environnement hydrique.

3.3. Identification inverse

Etant donnée la complexité du modèle de comportement et afin d'éviter l'ajout d'essais supplémentaires, une méthode d'identification inverse sera utilisée. A partir d'un modèle éléments finis de l'assemblage, les paramètres de la loi de comportement seront identifiés afin d'obtenir une bonne corrélation essais/calculs, tout d'abord par rapport aux propriétés mécaniques du joint de colle (cohésion) puis par rapport aux propriétés d'adhésion (interfaces/interphases), afin d'obtenir une loi de comportement complète permettant de prendre en compte une rupture adhésive.

4. Conclusions

Pour répondre à la problématique du dimensionnement d'un assemblage collé d'une pale d'hydrolienne sur un rotor, il est important de connaitre le comportement mécanique du joint de colle dans un état sain et dans un état vieilli. Afin d'obtenir les caractéristiques de la diffusion en eau dans le joint de colle, une méthode par suivi gravimétrique sur des éprouvettes massiques de colle a permis l'identification d'une loi de diffusion 1D. Cette étude de la diffusion en eau a soulevé l'importance de l'écart entre la température de vieillissement et la température de transition vitreuse d'échantillons vieillis. Pour des températures de vieillissement de 40 et de 60°C (proche de la T_g), l'absorption

semble pouvoir être modélisée par une loi de Langmuir. Toutefois, ce comportement reste à valider. Pour cela, je privilégie une température de vieillissement suffisamment éloignée de la Tg. Des mesures à 30°C sont en cours. A partir de ces données, il est alors possible de choisir une température de vieillissement afin d'accélérer la diffusion de l'eau dans le joint de colle. Il faudra cependant s'assurer de la réversibilité des phénomènes de diffusion pour considérer que le joint de colle n'est pas affecté. Pour cela il est prévu d'effectuer des cycles absorption/désorption des éprouvettes vieillies, et conjointement, d'effectuer des essais mécaniques sur des éprouvettes massiques de colle pour différent états de vieillissement (non vieilli, vieilli, vieilli séché). Après s'être assuré de la réversibilité des phénomènes de diffusion par sorption-désorption et des essais mécaniques, il est alors possible d'effectuer un vieillissement accéléré sur des éprouvettes massiques et des assemblages. Les éprouvettes massiques vieillies (différents %RH) et non vieillies, sont sollicitées en traction et cisaillement, sous des chargements monotones et de fluage, afin de déterminer l'ensemble des paramètres d'une loi de comportement viscoélastique viscoplastique. Les mêmes essais seront effectués sur des assemblages collés et permettront de valider une loi de comportement par confrontation essais/calcul. Enfin, aux vues de l'importance de la chute des propriétés mécaniques entre une rupture cohésive et une rupture adhésive, nous proposons d'effectuer des essais de caractérisation du comportement mécanique des interfaces/interphases : dans un premier temps, en développant des essais assurant une bonne répétabilité en termes de rupture adhésive, puis dans un second temps, en identifiant les phénomènes de rupture mis en jeu et une loi de comportement permettant la modélisation du comportement de la zone interfaciale.

5. Remerciements

Ce travail a bénéficié d'une aide de l'État gérée par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) au titre du programme Investissements d'Avenir portant la référence ANR-10-IEED-0006-08.

Références

[1] M. Bordes, Etude du vieillissement des liaisons adhésives en milieu marin pour application off-shore, thèse de l'Université de l'INSA de Lyon, 2009.

[2] N. Arnaud, Analyse de l'effet du vieillissement en milieu humide sur le comportement mécanique d'adhésifs en assemblages sous sollicitations multiaxiales, thèse de l'Université de l'UBO, 2014.

[3] C. Badulescu, C. Germain, J.Y. Cognard et N. Carrère, Characterization and modelling of the viscous behaviour of adhesives using the modified Arcan device, *Journal of Adhesion Science and Technology,* vol. 29, n°15, pp. 443-461, 2015.

[4] P. Bidaud, R. Créac'hcadec, D. Thévenet, J.Y. Cognard et P. Jousset, A prediction method of the behavior of adhesively bonded structures under cyclic shear loading based on a characterization of the viscous aspects of the adhesive in an assembly, *The Journal of Adhesion,* vol. 91, n°19, pp. 701-724, 2015.

[5] J.Y. Cognard, Numérical analysis of edge effects in adhesively-bonded assemblies application to the determination of the adhesive behaviour, *Computers & Structures,* vol. 86, n°117, pp. 1704-1717, 2008.

[6] H. Carter et K. Kibler, Langmuir-Type model for anomalous moisture diffusion in composite resins, *Journal of composites materials,* vol. 12, p. 118, 1972.

[7] H.L. Alphonso, Caractérisation et modélisation d'assemblage multi-matériaux sous sollicitations mixtes quasi-statiques pour la conception de structures autmobiles, 2016.

[8] P. Davies, L. Sohier, J. Cognard, A. Bourmaud, D. Choqueuse, E. Rinnert et R. Créac'hcadec, Influence of adhesive bond line thickness on joint strength, *International Journal of Adhesion and Adhesives,* vol. 29, n°17, pp. 724-736, 2009.

[9] A. Fick, Über Diffusion, *Annalen der Physik und Chemie,* vol. 94, pp. 59-86, 1855.