

CFA '18 LE HAVRE ■ 23-27 avril 2018
14^{ème} Congrès Français d'Acoustique



Caractérisation de collages structuraux par ondes SH

L. Attar^a, D. Leduc^a, M. Ech Cherif El Kettani^a, J. Galy^b, M.V. Predoi^c et P. Pareige^a

^aLOMC, Normandie Univ, LE HAVRE, CNRS, 75 rue Bellot, 76 600 Le Havre, France

^bLaboratoire Ingénierie des Matériaux Polymères, Bât Jules Verne, 17 avenue Jean Capelle, 69621
Villeurbanne, France

^cUniversity Politehnica of Bucharest, Splaiul Independentei 313, 060042 Bucarest, Roumanie
latifa.attar@univ-lehavre.fr

Nous nous intéressons dans cette étude à l'évaluation et la caractérisation de la qualité d'adhésion dans des collages structuraux métal/adhésif/métal par ondes guidées transversales à polarisation horizontale (ondes SH). L'approche est numérique par éléments finis et expérimentale avec excitation et réception par des transducteurs EMAT.

Les échantillons étudiés ont été réalisés avec des niveaux d'adhésion différents, obtenus par modifications de leurs propriétés adhésives (traitement mécanique et/ou chimique des surfaces métalliques) et cohésives (taux de réticulation de l'adhésif, ajout de graisse dans l'adhésif). Le modèle rhéologique de Jones a été résolu numériquement par éléments finis, permettant l'obtention des courbes de dispersion des ondes SH pour différentes constantes de raideur. La comparaison des courbes de dispersion expérimentales et numériques a permis de dégager un critère qualifiant les niveaux d'adhésion dans les différents échantillons.

1 Introduction

Les collages structuraux sont très utilisés dans les secteurs aéronautique et automobile du fait de leurs propriétés de légèreté et de répartition uniforme des contraintes sur l'ensemble de la structure collée, contrairement aux techniques de boulonnage et de rivetage [1,2]. Les techniques d'évaluation et de contrôle non destructifs (END/CND) par ultrasons sont utilisées pour caractériser la qualité d'adhésion entre deux substrats ou évaluer le niveau de dégradation de la colle en tenant compte des aspects cohésifs (nature de l'adhésif et son taux de réticulation), et adhésif (traitements de surface aux interfaces collées) [3].

Il s'agit ici d'utiliser les ondes SH [4,5], qui sont des ondes de cisaillement à polarisation horizontale, comme moyen de prospection. Le choix des ondes SH se justifie par le fait que ces ondes sollicitent les collages dans la direction de leur faiblesse, à savoir les efforts de cisaillement [6].

Le modèle numérique par éléments finis, basé sur un modèle rhéologique de Jones, permet l'obtention des courbes de dispersion des ondes SH susceptibles de se propager dans la structure d'étude (métal/adhésif/métal). L'étude expérimentale, quant à elle, permet d'étudier l'interaction d'une onde SH avec des structures tricouches de niveaux d'adhésion différents. La génération et la réception de l'onde SH est assurée par des transducteurs EMAT (Electro Magnetic Acoustic Transducer) [7,8,9,10]

La confrontation des résultats numériques et expérimentaux nous permet de dégager un critère qualifiant les niveaux d'adhésion dans les différents échantillons.

2 Etude numérique par éléments finis (FEM)

Il s'agit ici d'une résolution aux valeurs propres, par la méthode SAFE (Semi Analytical Finite Element) permettant ainsi de déterminer les modes propres de vibration des ondes SH dans la structure : le modèle numérique fournit les courbes de dispersion ainsi que les champs de déplacements dans la structure [11].

2.1 Modèle adhésif de Jones

Le but est d'évaluer la qualité d'adhésion au niveau des interfaces collées. Le changement de propriétés physico-chimiques des matériaux va influencer au niveau nanoscopique les interactions au voisinage de l'interface. D'un point de vue mésoscopique, qui est celui de l'acoustique ultrasonore, ceci doit se traduire par une réécriture des conditions d'interface. C'est le modèle adhésif

de Jones qui va être utilisé. Il s'agit d'un modèle rhéologique qui modélise les interfaces substrat/colle par une répartition surfacique de ressorts de constante de raideur R_T travaillant en cisaillement [12]. R_T modélise la qualité de l'adhésion entre le substrat et l'adhésif. Théoriquement, Dans le cas d'une adhésion parfaite, R_T est considérée comme infinie et dans le cas d'un délaminage total à une valeur nulle.

La figure 1 représente le guide étudié. La structure est constituée de deux plaques élastiques, isotropes et homogènes, P_1 et P_2 , couplées par une fine couche de résine époxy E . Nous considérons le cas où les deux interfaces substrat-adhésif P_1/E et E/P_2 sont identiques, d'où $R_T = R_{T1} = R_{T2}$.

Chaque couche P_1 , P_2 et E est caractérisée par son épaisseur (respectivement $2h_1$, $2h_2$ et d), sa masse volumique (ρ_1 , ρ_2 et ρ_E) et la célérité des ondes transversales (C_{T1} , C_{T2} et C_{TE}). Ces paramètres sont donnés dans le tableau 1. On prend $h_1=h_2=h$ et les deux plaques P_1 et P_2 sont en aluminium ($\rho_1=\rho_2$ et $C_{T1}=C_{T2}$).

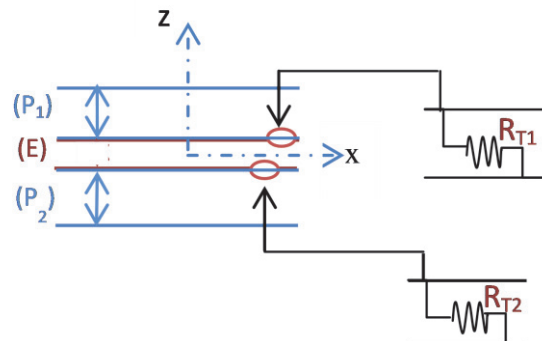


Figure 1 : Présentation du modèle adhésif de Jones.

2.2 Courbes de dispersion

On considère la propagation d'une onde SH suivant la direction (Ox).

L'équation aux dérivées partielles dont on cherche les valeurs propres λ , est donnée sous COMSOL par la forme générale suivante :

$$\nabla \cdot (-c \nabla U) + aU = -e_a \lambda^2 U \quad (1)$$

Où U , c , a et e_a représentent respectivement le déplacement, le coefficient de diffusion, le coefficient d'absorption et le coefficient de masse

Cette équation est considérée comme équation de dispersion des ondes SH avec :

$$c = -C_{44} ; e_a = -C_{55} ; a = \rho\omega^2 \quad (2)$$

Pour les matériaux isotropes, on a :

$$C_{44} = C_{55} = \mu$$

avec μ module de cisaillement (second coefficient de Lamé).

On a : $\mu = \rho C_T^2$. Par conséquent, l'équation (1) devient :

$$\nabla \cdot (\mu \nabla U) + \rho \omega^2 U = \mu k_x^2 U \quad (3)$$

Cette équation est valable pour chaque couche et correspond à l'équation de propagation des ondes SH.

Pour les deux interfaces en $z = -2h - d/2$ et $z = 2h + d/2$, les conditions de surface libre s'écrivent :

$$\nabla U = 0$$

Aux interfaces collées, soit en $z = \pm \frac{d}{2}$, les conditions de sauts en déplacement sont données par Jones et Whittier [12,13] :

$$\begin{cases} \sigma_{yz_{p1}} = \sigma_{yz_E} = R_{T1}(U_{y_{p1}} - U_{y_E}) \\ \sigma_{yz_{p2}} = \sigma_{yz_E} = R_{T2}(U_{y_{p2}} - U_{y_E}) \end{cases}$$

La résolution de l'équation de dispersion en tenant compte de l'ensemble de ces conditions aux limites se fait numériquement sous COMSOL par la méthode SAFE. On obtient ainsi les courbes de dispersion de la structure tricouche.

Tableau 1: Paramètres élastiques des plaques d'aluminium P_1 et P_2 et de la résine époxy E.

Matériau	ρ (kg/m ³)	C_T (m/s)	Épaisseur (mm)
Aluminium	2800	3100	5
Epoxy	1160	1121	0.5

Une étude de sensibilité des modes SH à la constante de raideur R_T du ressort est nécessaire pour voir son influence sur les courbes de dispersion.

La figure 2 montre les courbes de dispersion numériques pour différentes valeurs de R_T variant de 10^{13} à 10^{16} N/m³. On a montré [14] que les courbes obtenues numériquement pour $R_T = 10^{16}$ N/m³ se superposent aux courbes théoriques dans le cas de l'adhésion parfaite. Pour des constantes de raideur comprises entre 10^{14} et 10^{16} N/m³, le réseau de courbes n'est pas modifié dans la gamme de fréquences d'étude. Par conséquent, on pourra considérer une adhésion parfaite pour une constante de raideur jusqu'à 10^{14} N/m³. A partir de $R_T = 10^{13}$ N/m³, on constate que certains modes se décalent par rapport au cas du couplage

parfait (par exemple les modes SH₄ et SH₆ sur la Figure 2) alors que d'autres modes sont insensibles à cette variation de R_T . Les modes SH₄ et SH₆ seraient donc de bons candidats pour nous renseigner sur une qualité de d'adhésion plus dégradée dans la structure.

Pour des valeurs de R_T inférieures à 10^{13} N/m³, environ la moitié des courbes est décalée par rapport au cas de l'adhésion parfaite, l'autre moitié est insensible à la variation de la qualité de collage.

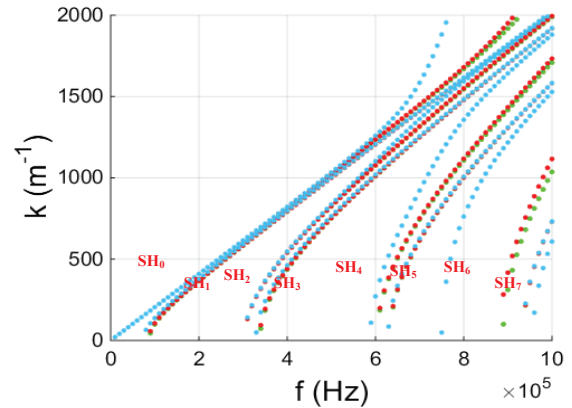


Figure 2: Courbes de dispersion des ondes SH de la structure Aluminium/Epoxy/Aluminium pour des valeurs de raideurs égales à 10^{16} N/m³ (•), 10^{15} N/m³ (◐), 10^{14} N/m³ (◑) et 10^{13} N/m³ (◒).

Le cas du délaminage total est obtenu pour des valeurs de constante de raideur inférieures à 10^{11} N/m³. En effet, on a superposé sur la Figure 3 les courbes de dispersion numériques obtenues pour $R_T = 10^{10}$ N/m³ aux courbes théoriques d'une plaque d'aluminium (courbes bleues) et les courbes théoriques de l'araldite (courbes rouges). Nous observons une parfaite superposition, ce qui prouve que pour ces valeurs de R_T , on arrive à un découplage des deux plaques d'aluminium donc le délaminage est total.

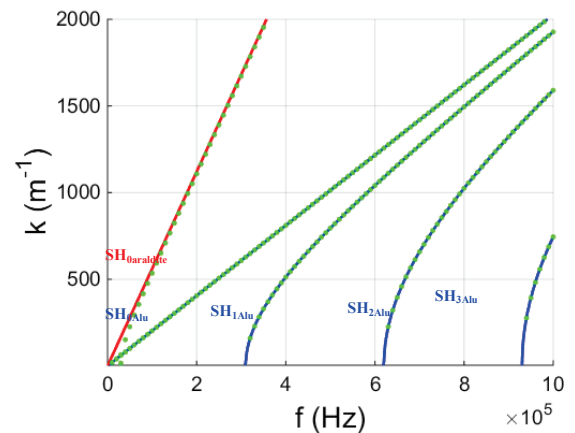


Figure 3: Courbes de dispersion des ondes SH de la structure Aluminium/Epoxy/Aluminium pour $R_T = 10^{10}$ N/m³ (◐), courbes de dispersion théoriques d'une plaque d'aluminium de 5mm d'épaisseur (—) et les courbes de dispersion d'une couche d'époxy d'épaisseur 0.5mm (—).

3 Etude expérimentale

3.1 Echantillons réalisés

Différentes structures Aluminium/Epoxy/Aluminium sont étudiées, où les aspects cohésif et adhésif sont modifiés [15].

Pour l'étude de l'aspect cohésif, les échantillons sont de 4 mm d'épaisseur pour les plaques d'aluminium et la couche de résine époxy a une épaisseur de 0.5 mm. Un échantillon de référence avec un film adhésif composé uniquement d'araldite (appelé araldite 100% ou A100 est comparé à d'autres échantillons dans lesquels l'araldite est mélangée avec de la graisse à différents pourcentages en volume: 10% (appelé A90G10), 30% (A70G30) et 50% (A50G50), dégradant progressivement la qualité de l'adhésif et le couplage entre les substrats. Les paramètres mesurés de la graisse sont donnés dans le tableau 2. [16]

Tableau 2: Paramètres élastiques des matériaux.

Matériau	ρ (kg/m ³)	C_T (m/s)	Epaisseur (mm)
Aluminium	2800	3100	4
Graisse	1107	506	
A100	1160	1356	0.5
A90G10	1155	1055	0.5
A70G30	1144	793	0.5
A50G50	1134	664	0.5

Pour étudier l'aspect adhésif, nous avons réalisé trois échantillons avec des niveaux d'adhésion symétriques, c'est-à-dire que les traitements de surface des deux substrats sont identiques pour un assemblage donné. Pour ces trois échantillons le taux de réticulation de l'adhésif est de 100%. On distingue principalement deux niveaux d'adhésion : un à haut niveau d'adhésion DSi-100 (où le traitement de surface appliqué sur les substrats est un dégraissage avec de l'isopropanol puis une silanisation et pour une conversion totale de l'époxy) et DSiRq10-100 (où en plus du traitement de DSi100 s'ajoute un sablage des deux substrats pour assurer une rugosité de la surface à encoller de 10 μm). et un à très faible niveau d'adhésion (DSiO-100), échantillon obtenu en déposant une couche de démoulant de formulation SiO sur chacune des interfaces d'aluminium à encoller.

Tableau 2: Echantillons tricouches réalisés pour étudier l'aspect adhésif.

Echantillon	Traitements de surface	Conversion(%)
DSi-100	Dégraissage et silanisation	100

DSiRq10-100	Dégraissage, sablage et silanisation	100
DSiO-100	Dégraissage et couche de démoulant	100

3.2 Résultats expérimentaux concernant l'aspect cohésif

La configuration expérimentale est représentée sur la Figure 4. L'émetteur est un transducteur EMAT de longueur d'onde de 8 mm correspondant ainsi au nombre d'onde $k = 785 \text{ m}^{-1}$ et de fréquence centrale de 500 kHz, placé directement sur l'échantillon. Le récepteur est de même nature que l'émetteur.

Le signal d'excitation est quasi-harmonique d'un cycle de fréquence centrale 500 kHz pour balayer une large gamme de fréquence autour de de cette fréquence. Les modes ainsi ciblés sont SH_2 ($k=785 \text{ m}^{-1}$, $f=530 \text{ kHz}$) et SH_3 ($k=785 \text{ m}^{-1}$, $f=570 \text{ kHz}$).

L'émetteur se déplace suivant la direction de propagation, par pas de 0.1 mm, sur une distance de 80 mm. Pour chaque position, l'acquisition du signal est effectuée sur une durée de 200 μs correspondant à 20000 échantillons temporels. La taille de la matrice temps-position est donc de 20000 lignes et 800 colonnes. La Figure 5 représente cette matrice, avec le temps en ordonnées et les positions en abscisses.

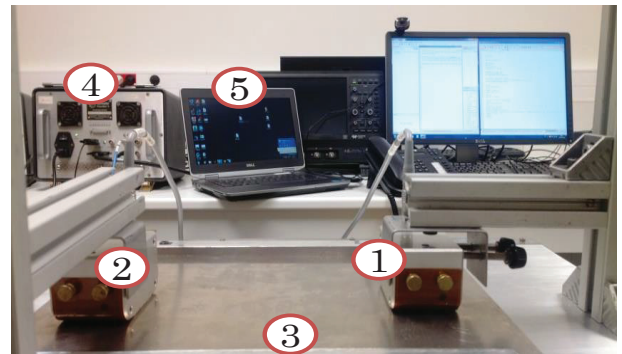


Figure 4: Dispositif expérimental : (1) émetteur EMAT, (2) récepteur EMAT, (3) échantillon tricouche, (4) Power Box : amplification à l'émission et à la réception jusqu'à 100dB, (5) Ordinateur de stockage.

Pour l'échantillon A100, nous observons la propagation de deux paquets qui correspondent à deux ondes interférant lors de leur propagation. La FFT temporelle est effectuée sur 65536 points et la FFT spatiale est effectuée sur 16384 points. Le but est de respecter le théorème d'échantillonnage de Nyquist-Shannon, ce qui est largement le cas ici. On utilise la technique du zero-padding pour améliorer la localisation des maxima du spectre. Dans notre cas, le nombre de points permet d'obtenir une résolution de $\Delta f=305 \text{ Hz}$ et $\Delta k=7.7 \text{ m}^{-1}$. Ceci est largement suffisant pour déterminer avec une bonne précision la fréquence et les nombres d'onde qui sont respectivement dans la gamme 500-600 kHz et 700-900 m^{-1} .

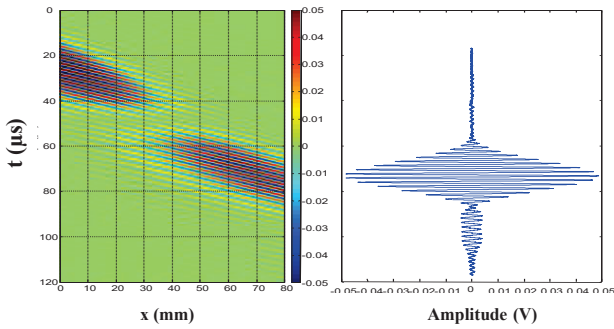


Figure 5: a) Représentation temps-position pour l'échantillon A100. b) un exemple de signal temporel pris à la dernière position ($x = 80$ mm).

La Figure 6 représente les courbes de dispersion expérimentales de l'échantillon de référence A100. On observe la propagation simultanée des modes SH_2 et SH_3 . Le résultat de la superposition des courbes de dispersion expérimentales aux courbes de dispersion numériques fournit $R_T = 10^{14}$ N/m³, valeur conforme à un très bon niveau d'adhésion. Le même résultat a été observé pour l'échantillon A90G10, mais qui ne sera pas présenté ici par concision.

Comme le montre la Figure 7, seul un mode est généré pour l'échantillon A70G30, sachant que les conditions expérimentales sont les mêmes pour tous les échantillons étudiés. La courbe de dispersion numérique avec les paramètres de l'échantillon A70G30 se superpose à la courbe de dispersion expérimentale pour une valeur de constante de raideur de $R_T = 10^{11}$ N/m³. Cette superposition permet d'identifier le mode SH_1 . Un résultat similaire a été obtenu pour l'échantillon A50G50 comme indiqué sur la Figure 8

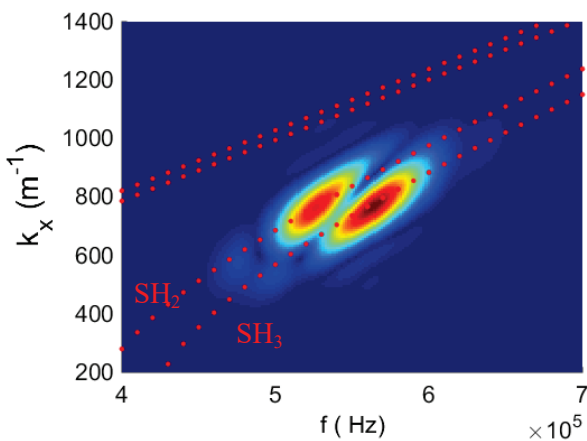


Figure 6: Superposition des courbes de dispersion expérimentales obtenues avec l'échantillon A100 avec les courbes de dispersion numériques (•) du modèle de Jones pour $R_T = 10^{14}$ N/m³.

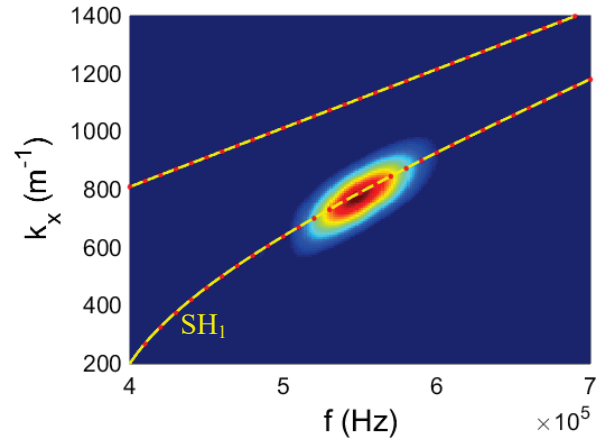


Figure 7: Superposition des courbes de dispersion expérimentales obtenues avec l'échantillon A70G30 avec les courbes de dispersion numériques (•) du modèle de Jones pour $R_T = 10^{11}$ N/m³ et les courbes de dispersion d'une plaque d'aluminium d'épaisseur 4mm (—).

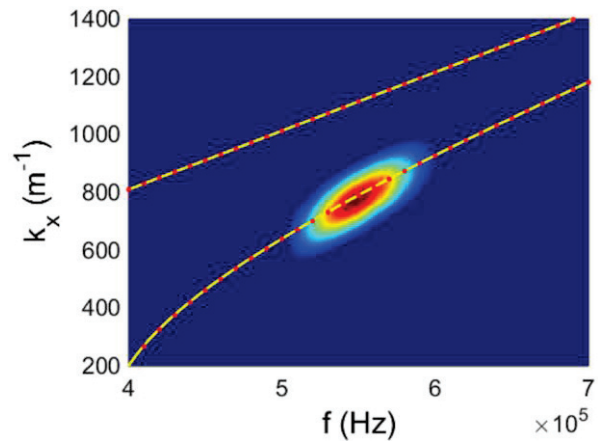


Figure 8: Superposition des courbes de dispersion expérimentales obtenues avec l'échantillon A70G30 avec les courbes de dispersion numériques (•) du modèle de Jones pour $R_T = 10^{11}$ N/m³ et les courbes de dispersion d'une plaque d'aluminium d'épaisseur 4mm (—).

L'augmentation du taux de graisse dans la colle provoque le découplage des deux substrats, justifié par la propagation d'un seul mode. Pour vérifier ce point, on superpose aussi sur les figures 5 et 6 les courbes de dispersion théoriques d'une plaque d'aluminium de 4mm d'épaisseur en jaune. Une très bonne concordance est obtenue entre le mode SH_1 d'une plaque d'aluminium de 4mm d'épaisseur et le signal expérimental. On peut conclure qu'il y a un délaminage lorsque le taux de graisse est supérieur à 30% [14].

3.3 Résultats expérimentaux concernant l'aspect adhésif

Le dispositif expérimental est identique à celui de la partie 3.2. On utilise ici un transducteur EMAT d'une longueur d'onde de 6,25 mm. Le signal d'excitation est quasi harmonique d'un cycle et d'une fréquence centrale de 750 kHz pour favoriser la génération du mode SH_4 , mode sensible qui pourra rendre compte de la qualité de l'adhésion.

Nous remarquons sur les figures *Figure 9* et *Figure 10* la propagation simultanée des deux modes SH₄ et SH₅. Cette propagation simultanée valide un niveau d'adhésion très fort pour les échantillons DSi100 et DSiRq10-100. Les courbes de dispersion expérimentales de l'échantillon DSi100 sont superposées aux courbes de dispersion numériques dans le cas où $R_T = 10^{13.5}$ N/m³ et $R_T = 10^{14}$ N/m³ pour DSiRq10-100, valeurs conformes à un très bon niveau d'adhésion.

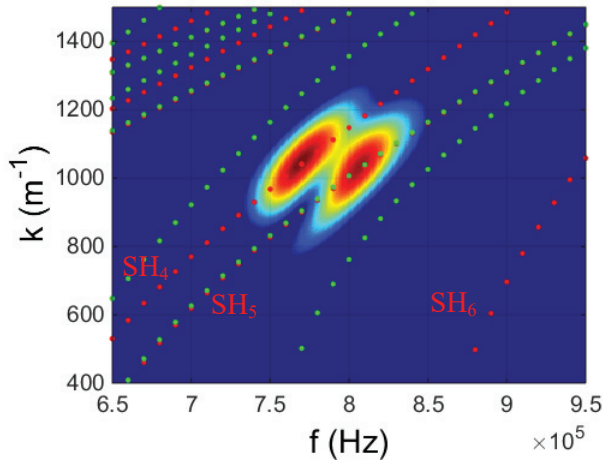


Figure 9: Superposition des courbes de dispersion expérimentales obtenues avec l'échantillon DSi-100 avec les courbes de dispersion numériques (•) du modèle de Jones pour $R_T=10^{13.5}$ N/m³ et $R_T = 10^{13}$ N/m³ (•).

Enfin, pour le cas de l'échantillon DSiO-100, nous constatons la présence d'un seul mode (*Figure 11*). La courbe de dispersion numérique du modèle de Jones pour $R_T = 10^{11}$ N/m³ (•) se superpose à la courbe de dispersion expérimentale, valeur qui traduit un délaminage total. Ce résultat est conforté lorsque l'on superpose aussi les courbes de dispersion théoriques d'une plaque seule d'aluminium de 5mm d'épaisseur (—) qui se superposent très bien aux courbes numériques.

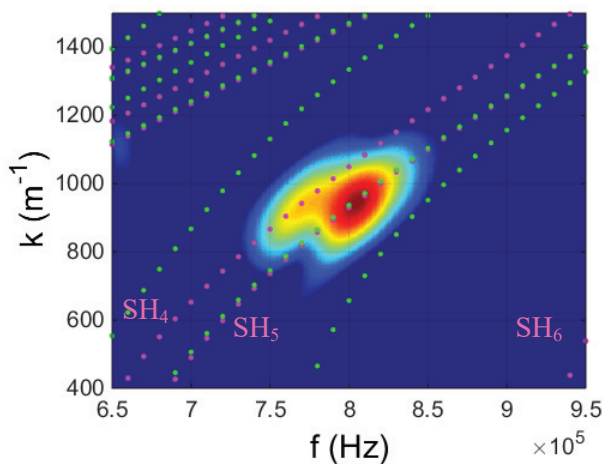


Figure 10: Superposition des courbes de dispersion expérimentales obtenues avec l'échantillon DSiRq10-100 avec les courbes de dispersion numériques (•) du modèle de Jones pour $R_T=10^{14}$ N/m³ et $R_T = 10^{13}$ N/m³ (•).

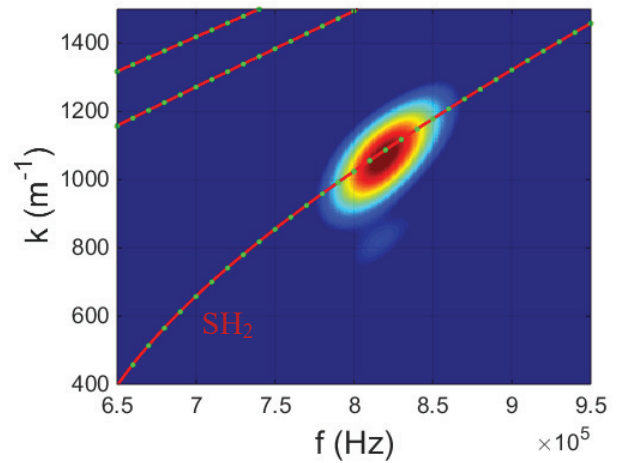


Figure 11: Superposition des courbes de dispersion expérimentales obtenues avec l'échantillon DSiO-100 avec les courbes de dispersion numériques (•) du modèle de Jones pour $R_T=10^{11}$ N/m³. Courbes de dispersion théoriques d'une plaque d'aluminium de 5mm d'épaisseur (—).

5 Conclusion

Deux types de dégradation ont été étudiés pour une structure tricouche métal/adhésif/métal. Tout d'abord, on a dégradé l'aspect cohésif en mélangeant de la graisse à l'adhésif. L'effet d'autres traitements mécaniques et chimiques modifiant l'aspect adhésif (pour renforcer ou dégrader la qualité d'adhésion) a aussi été étudié : dégraissage, ajout d'un promoteur d'adhésion, sablage. Les courbes de dispersion des modes SH pour les différentes structures ont d'abord été déterminées en utilisant la méthode SAFE. Les expériences ont été réalisées grâce à un banc utilisant des transducteurs EMAT. Les résultats expérimentaux sont obtenus après une double FFT temporelle et spatiale, permettant de tracer les courbes de dispersion expérimentales dans le plan (k, f). Une confrontation des résultats expérimentaux et numériques est ainsi possible. Pour la dégradation cohésive, il y a couplage des deux plaques collées donc adhésion tant que le pourcentage de graisse est inférieur à 30% en volume. A partir de 30% de graisse en volume, un délaminage total (découplage des deux substrats) est observé. Pour ce qui est de la dégradation adhésive, la présence de démoulant aux interfaces collées provoque un délaminage total. La présence de rugosité ou d'un promoteur d'adhésion ainsi qu'une réticulation totale de la résine époxy améliore la qualité de l'adhésion.

L'étude de la propagation simultanée de deux modes dont les courbes de dispersion sont proches peut donc être un indicateur de la qualité du couplage entre les substrats.

Références

- [1] P. Cognard, "Collage des matériaux- Mécanismes, classification des colles," Techniques de l'Ingénieur, vol. BM7615, 2002.

- [2] E. . Ceretti and B. Monasse, “Assemblage des matériaux par collage,” *Techniques de l'Ingénieur*, vol. AM3758:10, 2008.
- [3] B. Auld, “Acoustic fields and waves in solids,” *I. J. Wiley Sons*, 1973.
- [4] M. Castaings, “SH ultrasonic guided waves for the evaluation of interfacial adhesion,” *Ultrasonics*, vol. 54, no. 7, pp. 1760–1775, 2014.
- [5] J. Ding, B. Wu, and C. He, “Reflection and transmission coefficients of the SH0 mode in the adhesive structures with imperfect interface,” *Ultrasonics*, vol. 70, pp. 248–257, 2016.
- [6] C. . Yew and X. Weng, “Using ultrasonic sh waves to estimate the quality of adhesive bonds in plate structures,” *Acoust Soc Am*, vol. 77, pp. 1813-1823, 1985.
- [7] S. Dixon, C. Edwards, and S. B. Palmer, “Laser-EMAT system for ultrasonic weld inspection,” *Ultrasonics*, vol. 37, no. 4, pp. 273–281, 1999.
- [8] K. Arun, R. Dhayalan, K. Balasubramaniam, B. Maxfield, P. Peres, and D. Barnoncel, “An EMAT-based shear horizontal (SH) wave technique for adhesive bond inspection,” *AIP Conf. Proc.*, vol. 1430, no. 31, pp. 1268–1275, 2012.
- [9] J. R. Bernstein and J. B. Spicer, “Hybrid laser/broadband EMAT ultrasonic system for characterizing cracks in metals,” *J. Acoust. Soc.*
- [10] P. Jiang, R. E. Apfel, and E. C. Everbach, “Mixture laws for ultrasonic tissue characterization,” *Acoust Soc Am*, vol 87, vol. 115, 1990. *Am.*, vol. 111, no. 4, pp. 1685–1691, 2002.
- [11] B. Hosten and M. Castaings, “Finite elements methods for modeling the guided waves propagation in structures with weak interfaces,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 117, pp. 1108–1113, 2005.
- [12] V. Vlasie, S. De Barros, M. Rousseau, and L. Champaney, “Ultrasonic rheological model of cohesive and adhesive zones in aluminum joints:J. Validation by mechanical tests,” *Arch. Appl. Mech.*, vol 75, pp.220-234, 2006.
- [13] P. Jones and J. S. Whittier, “Waves at flexibly bonded interface,” *J. Appl Mech*, vol. 34, no. 4, pp. 905–908, 1967.
- [14] D. Leduc, M. Ech-Cherif El-Kettani, L. Attar, M. Valentin Predoi, and P. Pareige, “ Bonding Characterization of a Three-Layer Metal-Adhesive-Metal Using Shear Horizontal Modes of Close Dispersion Curves,” *Acta Acust united Ac*, vol. 103, pp. 926–931, 2017.
- [15] C. Gauthier, M. Ech-Cherif El-Kettani, J. Galy, M. Predoi, D. Leduc, and J. L. Izbicki, “Lamb waves characterization of adhesion levels in aluminum/epoxy bi-layers with different cohesive and adhesive properties,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 74, pp. 15–20, 2017.
- [16] N. Ismaïl Alaoui, M. Echcherif Elkettani, D. Chenouni, Z. Lakhliai, B. Morvan, M. Rousseau et J. L. Izbicki, “ Caractérisation rhéologique de divers collages; interprétation des résultats expérimentaux, ” 10ème Congrès Français d'Acoustique, Lyon, 2010.