

# Mesure volumique de champs de déplacements dans des joints collés par microtomographie aux rayons X

**V. DUMONT<sup>a,b</sup>, C. BADULESCU<sup>a</sup>, J. ADRIEN<sup>c</sup>, E. MAIRE<sup>c</sup>, G. STAMOULIS<sup>d</sup>, D. THEVENET<sup>a</sup>, A. LEFEVRE<sup>b</sup>**

<sup>a</sup> ENSTA Bretagne, UMR CNRS 6027, IRDL, F-29200 Brest, France

<sup>b</sup> Safran Reosc - Engineering and Integration Department - Avenue de la Tour Maury 91280 Saint Pierre-du-Perray France

<sup>c</sup> INSA-Lyon MATEIS CNRS UMR 5510, LyonTech Campus Bat Saint Exupery 25 Av. Jean Capelle, 69621, Villeurbanne Cedex, France

<sup>d</sup> Univ. Bretagne Occidentale, UMR CNRS 6027, IRDL, F-29200 Brest, France

## Résumé :

*De nos jours, le collage structural est de plus en plus utilisé pour les avantages qu'il présente (facilité de mise en œuvre, allègement des structures, bonne répartition des contraintes, etc.) vis-à-vis des méthodes d'assemblage classiques, comme le rivetage ou le soudage. Néanmoins, les joints collés sont susceptibles de présenter certains défauts. Parmi les défauts courants créés lors du collage, la présence de porosités, détectables par microtomographie, pourrait avoir une influence importante sur la tenue mécanique d'une structure collée (diminution de la section utile, remise en question de la continuité du joint, concentration de contraintes, etc.). L'étude de ces champs de porosités au moyen de mesures microtomographiques, ainsi que leur évolution lors d'une sollicitation mécanique, peut par conséquent apporter des informations précieuses vis-à-vis du comportement mécanique. Ces données pourront fournir des éléments de réponse sur : (i) le comportement mécanique à l'échelle microscopique, (ii) l'identification de mécanismes d'endommagement et de ruine du joint, ou bien (iii) la mesure de champs de déplacements volumiques, sous certaines hypothèses. Dans ce travail, nous présenterons une méthode de calcul de champs de déplacements volumiques dans un joint de colle, en utilisant les porosités détectées comme marqueurs. La robustesse, les limites et les effets de différents paramètres (bruit, voxelisation, etc.) de cet algorithme seront cernés sur des données synthétiques et la validation de la méthode s'appuiera sur un essai de traction interrompu sur des échantillons de type mini-Scarf.*

## Abstract :

*Structural bonding is nowadays widely used in a variety of fields due to the many advantages this technique features. Structural defects are often created during the bonding process ; among*

them one may mention the appearance of porosities within the adhesive. These porosities can be detected using X-ray tomography, and are likely to impact the mechanical behaviour of an adhesively bonded assembly. Studying these voids by taking advantage of X-ray microtomography measurements may lead to potential information about : (i) the microscopic mechanical behaviour of the adhesive, (ii) the failure mechanisms of the joint under mechanical loading, and (iii) the displacements fields occurring in the bulk of the adhesive. In this paper, the authors present a methodology to compute tridimensional displacements fields within an adhesive joint under mechanical loading using the detected porosities as markers. The performances and the limits of the methodology shall be identified using synthetic representative data, and lastly the technique shall be applied on microtomography data gathered on mini-Scarf samples during discontinued tensile tests.

**Mots clefs : Microtomographie, Collage, Champs de déplacements volumiques, Suivi de marqueurs**

## 1 Introduction

Le collage structural s'impose de plus en plus dans de nombreux secteurs (aéronautique, automobile, énergies, *etc.*) lorsqu'il s'agit d'assembler diverses pièces mécaniques. En effet, cette technique présente de nombreux avantages, comme par exemple : (i) une réduction significative de la masse des structures par rapport aux méthodes d'assemblages traditionnelles (soudage, boulonnage), (ii) la possibilité de facilement assembler des matériaux différents ou inadaptés au soudage, et (iii) une meilleure distribution des contraintes lors de la sollicitation de la structure. En conséquence, cette technique a fait l'objet de nombreuses études et ouvrages, tant du point de vue de la caractérisation expérimentale que de celui de la modélisation du comportement mécanique [1, 2, 3, 4].

Pour obtenir les mesures nécessaires à ces caractérisations mécaniques, de nombreuses techniques, plus ou moins onéreuses et avancées, sont à notre disposition. Ces techniques, allant de l'utilisation d'un simple extensomètre au développement d'algorithmes de corrélation d'images numériques, permettent d'obtenir des informations (ponctuelles ou sous forme de champs), à la surface de l'échantillon analysé. Cela étant, dans de nombreux cas, et *a fortiori* dans le domaine du collage structural où ce sont principalement des assemblages qui sont caractérisés, les déformations se produisant en surface peuvent être bien différentes de celles se produisant à coeur [5, 6, 7]. Une manière populaire d'obtenir des données au coeur d'un matériau consiste à passer par des mesures de tomographie aux rayons X [8, 9, 10, 11]. Cette approche permet d'obtenir plusieurs données nécessaires à la caractérisation complète du matériau et du processus de collage : (i) des informations sur la microstructure du joint (porosités, *fillers*, *etc.*), (ii) des informations relatives à l'amorçage de fissures, et (iii) des mesures pouvant servir au calcul de champs de déformations tridimensionnels.

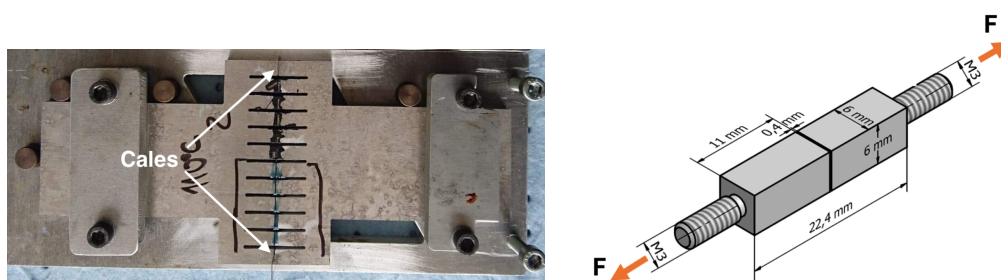
Dans cette étude nous présenterons une méthode permettant d'obtenir les champs de déplacements volumiques au sein du joint de colle, à partir de mesures *in-situ* de microtomographie

aux rayons X couplées à des essais de traction interrompus sur assemblages collés.

## 2 Considérations expérimentales

### 2.1 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes considérées seront de type mini-Scarf (Fig.1b). Ces éprouvettes sont réalisées à partir de substrats Scarf sur lesquels un motif de "peigne" est découpé au jet d'eau (visibles sur la Fig.1a). Chaque dent de ce motif correspond ainsi à une éprouvette mini-Scarf, respectant les dimensions présentées sur la Fig.1b.



(a) Eprouvettes mini-Scarf assemblées

(b) Eprouvette mini-Scarf

FIGURE 1 – Détails sur la géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes sont placées dans un montage de collage (Fig.1a) permettant de contrôler l'alignement relatif des substrats, ainsi que l'épaisseur du joint de colle au moyen de cales calibrées de 0.4 mm. L'adhésif (epoxy bi-composants) est polymérisé à 110°C pendant 1h, sans imposer de condition sur la pression.

### 2.2 Mesures *in-situ*

Les éprouvettes sont installées dans une machine de traction électro-mécanique d'une capacité de 3 kN, elle-même placée dans l'enceinte d'un tomographe équipé d'un détecteur de rayons X d'une résolution de 1920x1536 pixels. Il est possible de reconstruire la structure interne de l'échantillon en collectant les données d'atténuation du faisceau de rayons sur suffisamment de chemins de propagation [9, 12] au travers de l'éprouvette (Fig.2a). Ces données sont reconstruites sous la forme de volumes en niveaux de gris codés sur 16 bits (Fig.3).

Cette opération (Fig.2a) est réalisée pour divers efforts appliqués aux échantillons jusqu'à la ruine de l'assemblage (Fig.2b). La résolution des mesures est telle qu'un voxel représente 4.5  $\mu\text{m}$ .

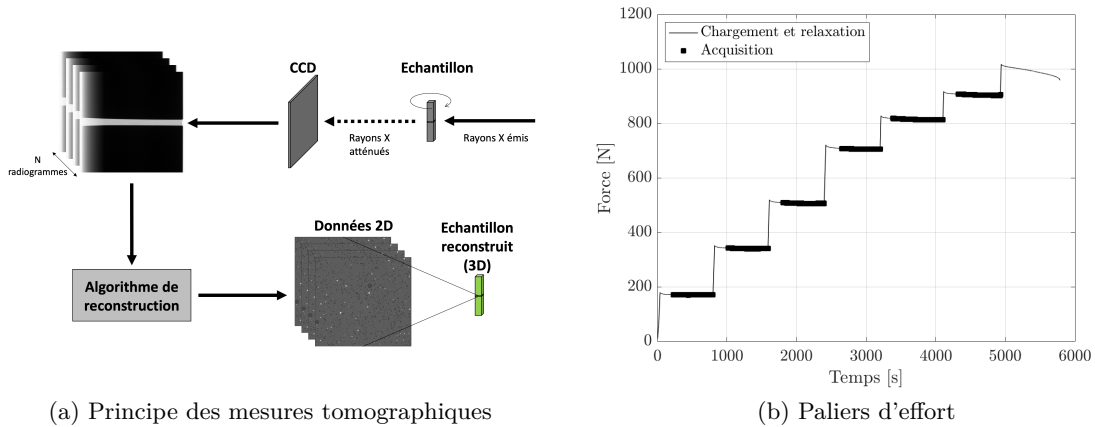


FIGURE 2 – Mesures tomographiques réalisées

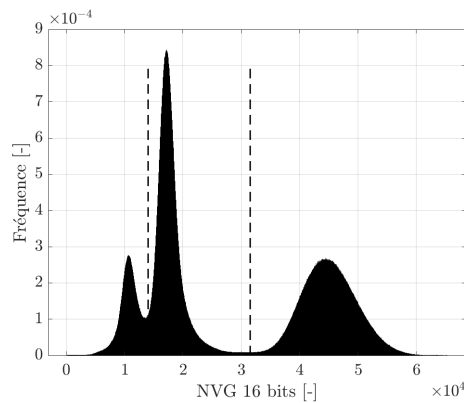


FIGURE 3 – Exemple d'historgramme obtenu pour les volumes bruts après reconstruction (seuils représentés en pointillés)

### 3 Méthode de post-traitement

#### 3.1 Mise en place de l'outil de post-traitement

L'outil à développer doit répondre aux trois attentes suivantes : (i) segmenter les données en différentes phases, (ii) identifier chaque porosité segmentée sur chacun des paliers d'effort, et (iii) calculer les déplacements subis par chaque porosité. De nombreuses méthodes de segmentation existent [13, 14], et du fait de l'allure des histogrammes des données microtomographiques reconstruites (Fig.3), nous utiliserons l'approche suggérée par Otsu [15]. Cette approche, définie pour le calcul d'un seuil pour des données biphasées est simplement généralisée à un nombre de seuils supérieur à 1 (ici,  $n_{seuils} = 2$ , en pointillés sur la Fig.3). Etant donnée la présence d'un certain bruit de mesure pouvant perturber le traitement, un filtre médian tridimensionnel de noyau (5x5x5) voxels est appliqué aux données. Ce filtre est facilement implémentable [16, 17] et ne dégrade que peu les contours présents dans les images ou les volumes à traiter [18]. En revanche, nous considérerons qu'une trop grosse incertitude pèse sur les porosités détectées dont le volume est en-deça du volume du noyau du filtre utilisé. Une fois la segmentation faite, nous suivons chaque porosité détectée du palier  $N$  au palier  $N + 1$  en utilisant une fonction

de corrélation. Cette fonction tient compte des caractéristiques géométriques des porosités et de leurs voisinages et permet, pour une porosité d'indice  $i$  au palier  $N$ , de trouver l'indice  $j$  (avec *a priori*  $i \neq j$ ) de cette même porosité au palier  $N + 1$ .

### 3.2 Etude sur des données synthétiques

Dans un premier temps, il convient de caractériser l'outil développé, de manière à connaître ses limitations et l'influence qu'ont divers facteurs, tels que le niveau de bruit ou la taille des objets à segmenter, sur ses performances. Pour ce faire, nous considérerons un volume représentatif des volumes reconstruits, en matière d'histogramme et de tailles de porosités (Fig.4). De manière à réduire les temps de calcul, nous considérons un volume de 300x300x100 voxels.

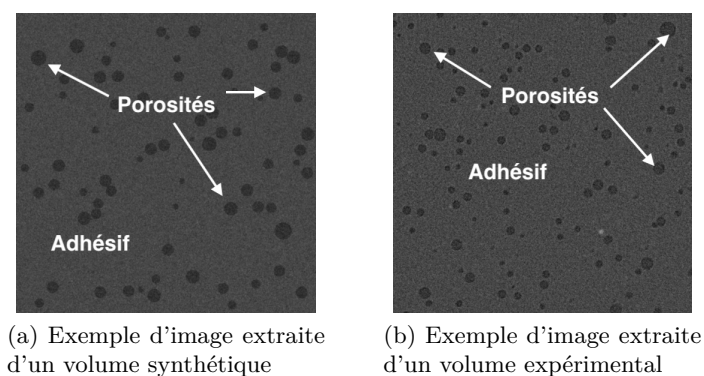


FIGURE 4 – Quelques caractéristiques des données artificielles

#### 3.2.1 Performances de segmentation

Connaissant avec précision les propriétés du volume synthétique, nous pouvons dans un premier temps appliquer l'outil de post-traitement proposé sur ces données artificielles et estimer ses performances de segmentation. Ces résultats sont compilés dans le Tab.1.

| Propriété                     | Référence | Détecté |
|-------------------------------|-----------|---------|
| Nombre de porosités [-]       | 1748      | 1726    |
| Fraction volumique [%]        | 2.38      | 2.34    |
| Diamètre moyen [voxels]       | 15.65     | 15.56   |
| Ecart-type diamètres [voxels] | 3.32      | 3.37    |

Tableau 1 – Comparaison entre propriétés de référence et propriétés détectées

Il semble donc que la démarche proposée donne des résultats satisfaisants (*cf.* les faibles écarts dans le Tab.1). Notons tout de même une légère déviation, notamment en termes de nombre de porosités détectées (Tab.1). Les causes de ces écarts peuvent être variables : (i) voxelisation, (ii) erreurs de segmentation, ou encore (iii) mauvaises détections de certains contours.

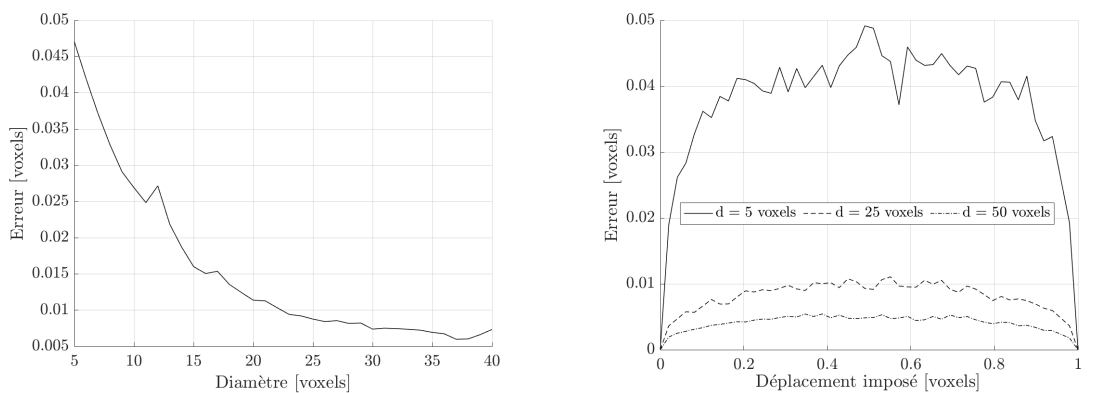
### 3.2.2 Influence de la voxelisation sur les déplacements détectés

La voxelisation peut avoir *a priori* une influence sur les déplacements calculés, en particulier pour les petits objets. De manière à estimer cette influence, nous proposons de raisonner sur des volumes élémentaires, contenant une porosité, de diamètre variable (et donc de sensibilité à la voxelisation variable). Pour simuler la voxelisation, nous construisons une matrice booléenne  $M$  de dimensions  $(X, Y, Z)$  dont chaque élément d'indices  $(i, j, k)$  est défini par l'Eq.1.

$$\begin{cases} M_{ijk} = 1, & \text{si } \sqrt{(i - x_c)^2 + (j - y_c)^2 + (k - z_c)^2} \leq r_{por} \\ M_{ijk} = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (1)$$

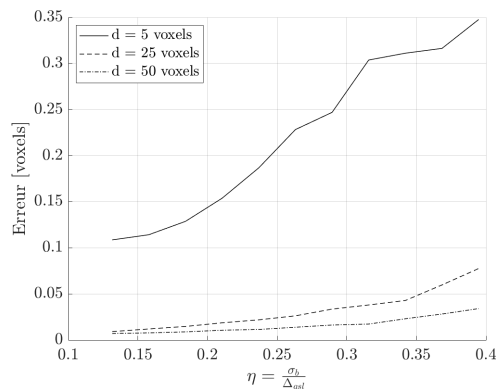
avec  $r_{por}$  le rayon de la porosité considérée et  $(x_c, y_c, z_c)$  les coordonnées du centre de la porosité. Un déplacement unidirectionnel de 0.5 voxel est appliqué sur  $(x_c, y_c, z_c)$  (selon l'axe  $\vec{x}$  par exemple), et le processus de voxelisation est appliqué de nouveau, pour obtenir un volume déformé. Le post-traitement présenté précédemment est enfin appliqué au volume initial et au volume déformé, de sorte à obtenir un déplacement mesuré, à comparer avec le déplacement imposé. Cette comparaison est faite pour une série de diamètres répartis entre 5 et 50 voxels, comme montré sur la Fig.5a. L'erreur calculée correspond à la distance géométrique entre le centre de la porosité détectée et le centre de la porosité théorique.

On remarque ainsi que pour la taille minimale de porosité considérée par la suite ( $V \geq 125$



(a) Influence de la taille des porosités

(b) Influence du déplacement subpixel imposé



(c) Influence du bruit

FIGURE 5 – Influence de divers paramètres sur le calcul des déplacements

voxels, correspondant à un diamètre d'environ 8 voxels), l'erreur commise sur un déplacement imposé de 0.5 voxel est d'environ 0.025 voxels, soit 5%.

### 3.2.3 Performances en déplacement subvoxel

La Fig.5a suggère que l'outil développé est en mesure de détecter des déplacements subvoxels, d'autant plus si l'objet à considérer est de taille suffisante. Nous proposons donc de chercher les limites de l'outil à notre disposition dans ce cas de figure. Trois cas sont considérés : une petite porosité de 5 voxels de diamètre, une porosité classique de 25 voxels de diamètre, et une grande porosité de 50 voxels de diamètre. Les déplacements subpixels imposés sont répartis entre  $10^{-3}$  voxel et 1 voxel, pour les trois tailles proposées. Les résultats pour ces calculs sont présentés dans la Fig.5b. Comme cela avait été suggéré par les résultats de la Fig. 5a, plus la porosité est imposante, plus le calcul de déplacement est fiable. Par ailleurs, de manière intuitive, on retrouve un maximum d'erreur, dans les trois cas, pour un déplacement imposé de 0.5 voxel. Dans le pire cas ( $r_{por} = 2.5$  voxel,  $d_{imposé} = 0.5$  voxel), nous obtenons une erreur d'environ 10% sur le déplacement détecté.

### 3.2.4 Influence du bruit de mesure sur les déplacements détectés

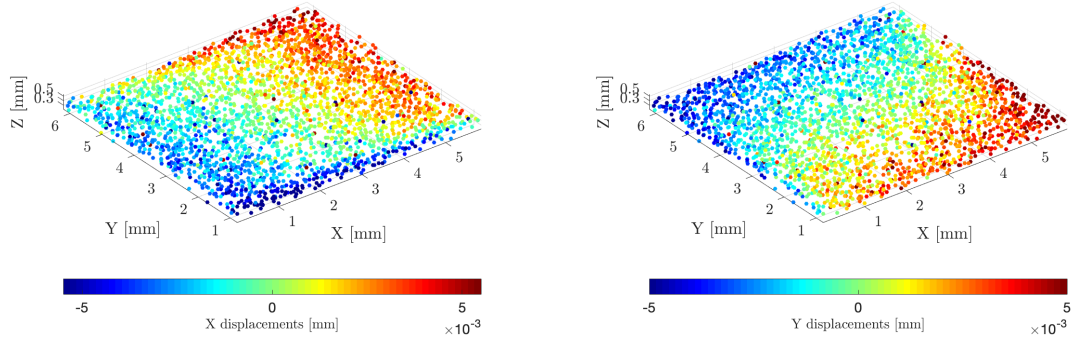
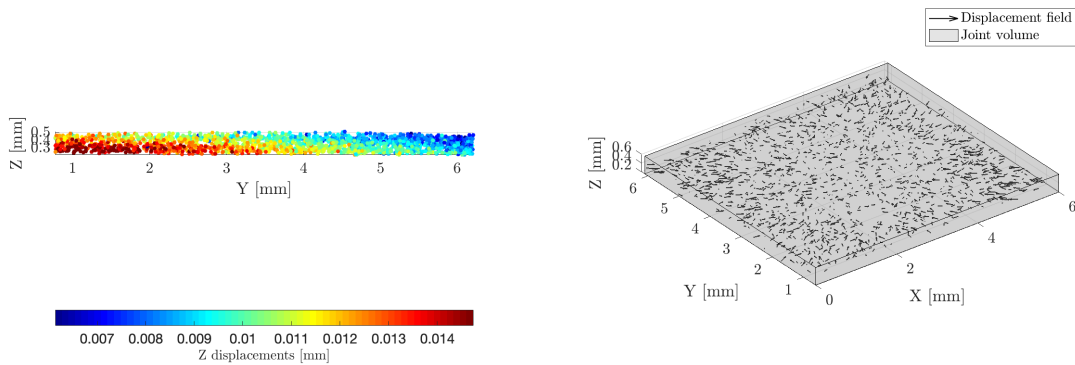
Pour estimer l'influence du bruit sur les capacités de détection des déplacements, nous appliquons la démarche présentée ci-dessus pour divers niveaux de bruit gaussien. En tant que paramètre d'étude, nous proposons de considérer la valeur du ratio

$$\eta = \frac{\sigma_b}{\Delta_{gsl}}$$

avec  $\sigma_b$  l'écart-type de la distribution gaussienne de bruit et  $\Delta_{gsl}$  la différence entre les niveaux de gris de l'adhésif et des porosités. Les résultats sont présentés dans la Fig.5c. A titre indicatif, pour les données expérimentales,  $\eta \simeq 0.3$ . Hormis pour les plus petites porosités sur lesquelles pèsera une forte incertitude, les déplacements calculés pour des niveaux de bruit de cet ordre de grandeur présentent de faibles erreurs par rapport aux déplacements imposés (en-deçà de 10%).

## 4 Résultats et analyse

D'après les résultats obtenus sur les données artificielles (Fig.5 et Tab.1), nous en déduisons que la technique mise en place devrait donner des résultats satisfaisants sur les données expérimentales, y compris pour de petits déplacements. Les volumes reconstruits pour chaque palier sont donc segmentés et les champs de déplacements à l'intérieur du joint collé sont calculés comme explicité précédemment. Ces résultats sont présentés dans la Fig.6. Les déplacements sont exprimés dans le repère défini par le joint de colle.

(a) Champ de déplacements selon  $\vec{x}$  entre le premier et le dernier palier d'effort(b) Champ de déplacements selon  $\vec{y}$  entre le premier et le dernier palier d'effort(c) Champ de déplacements selon  $\vec{z}$  entre le premier et le dernier palier d'effort

(d) Champ de déplacements absolus entre le premier et le dernier palier d'effort

FIGURE 6 – Champ de déplacements obtenus par suivi de marqueurs sur les porosités segmentées entre les paliers  $F = 0$  N et  $F = 900$  N (exprimés en mm)

Les Fig. 6a et 6b offrent ainsi une bonne visualisation de l'effet Poisson se produisant dans le joint de colle lors d'un essai de traction uniaxiale suivant  $\vec{z}$ . La Fig.6c quant à elle montre les déplacements dans la direction de la sollicitation mécanique. La tendance semble être cohérente avec l'effort appliqué, moyennant éventuellement un léger déplacement de corps rigide, par ailleurs corrigé au mieux pour les calculs. On note principalement un net déséquilibre sur les déplacements selon l'axe  $\vec{z}$ , à mettre en lien avec la sensibilité des essais de traction à tout défaut d'alignement [19, 20], qui pourrait soit confirmer l'existence de ce déplacement résiduel de corps rigide, soit indiquer un défaut d'usinage et/ou de perçage pour les substrats (ou bien une combinaison de ces facteurs). La correction de ce qui semble être un mouvement de rotation autour de l'axe  $\vec{x}$  (Fig.6c) pourrait permettre d'obtenir l'allure théorique du gradient de déplacement attendue pour un essai de traction.

## 5 Conclusions et perspectives

Il a donc été montré au travers de données tomographiques qu'un joint de colle de type époxy bi-composants, formé dans des conditions standards, contient un certain nombre de porosités, de tailles variables (entre environ 10  $\mu\text{m}$  et 150  $\mu\text{m}$ ). Ces porosités peuvent être utilisées dans



une démarche de suivi de marqueurs, pour calculer des champs de déplacements directement au coeur de l'adhésif sous sollicitation. Pour ce faire, il est nécessaire de développer un outil servant à la fois à la segmentation des volumes reconstruits par microtomographie et au suivi des porosités. Ces champs de déplacements présentent des tendances telles qu'attendues (réduction de la section par effet Poisson et gradient dans l'épaisseur suivant la direction de sollicitation). A l'échelle locale cependant, de fortes variations peuvent se manifester, pouvant traduire soit un endommagement (plasticité et/ou microfissuration) soit des concentrations de contraintes. Il est également possible que ces valeurs soit simplement erronées du fait d'erreurs de corrélation durant le suivi de marqueurs malgré les corrections apportées. Les mesures faites ici permettent donc de visualiser les déplacements au coeur du joint de colle, avec une relativement bonne fiabilité (*cf.* l'étude sur données artificielles). Ces mesures permettent par ailleurs de prouver expérimentalement que le joint ne subit pas une sollicitation uniforme. En revanche, certains biais expérimentaux restent à corriger si ces mesures doivent être utilisées dans une démarche de caractérisation de propriétés mécaniques de l'adhésif. Ainsi, si la démarche proposée ici constitue une première étape vers de potentiels nouveaux essais de caractérisation mécanique, plus riches que de simple essais de traction, de nombreuses améliorations restent à apporter avant de pouvoir les mettre en application.

## Références

- [1] R. D. ADAMS. *Adhesive bonding : science, technology and applications*. Elsevier, 2005.
- [2] L. F. M. da SILVA. *Modeling of Adhesively Bonded Joints*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008.
- [3] D. A. DILLARD. *Advances in structural adhesive bonding*. Elsevier, 2010.
- [4] Bommarito G. *Adhesion and Adhesives Technology*. Hanser Publications, 2012.
- [5] J Y COGNARD et al. "Analysis of the nonlinear behavior of adhesives in bonded assemblies- Comparison of TAST and Arcan tests". In : *International Journal of Adhesion & Adhesives* 28 (2008), p. 393–404.
- [6] Jean Yves COGNARD. "Numerical analysis of edge effects in adhesively-bonded assemblies application to the determination of the adhesive behaviour". In : *Computers and Structures* 86 (2008), p. 1704–1717.
- [7] C. BADULESCU et al. "Analysis of the low temperature-dependent behaviour of a ductile adhesive under monotonic tensile/compression–shear loads". In : *International Journal of Adhesion and Adhesives* 36 (2012), p. 56–64.
- [8] J.-Y. BUFFIERE et al. "Characterization of internal damage in a MMC-p using X-ray synchrotron phase contrast microtomography ". In : *Acta Materialia* 47.5 (1999), p. 1613–1625.
- [9] J. Y. BUFFIERE et al. "In situ experiments with X ray tomography : An attractive tool for experimental mechanics". In : *Proceedings of the Society for Experimental Mechanics, Inc.* 67 (2010), p. 289–305.
- [10] H. TODA et al. "In situ observation of ductile fracture using X-ray tomography technique". In : *Acta Materialia* 59.5 (2011), p. 1995–2008.

- 
- [11] B. R. PINZER et al. “3D-characterization of three-phase systems using X-ray tomography : tracking the microstructural evolution in ice cream”. In : *Soft Matter* 8.17 (2012), p. 4584.
  - [12] A. C. KAK et M. SLANEY. *Principles of Computerized Tomographic Imaging*. Society of Industrial et Applied Mathematics, 2001.
  - [13] Mehmet SEZGIN. “Survey over image thresholding techniques and quantitative performance evaluation”. In : *Journal of Electronic Imaging* 13.1 (2004), p. 146–165.
  - [14] L. GRADY. “Random Walks for Image Segmentation”. In : *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence* 28.11 (2006), p. 1768–1783.
  - [15] Nobuyuki OTSU. “A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms”. In : *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics* 9.1 (1979), p. 62–66. arXiv : arXiv:1011.1669v3.
  - [16] T. HUANG, G. YANG et G. TANG. “A fast two-dimensional median filtering algorithm”. In : *IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing* 27.1 (1979), p. 13–18.
  - [17] E. ATAMAN, V. AATRE et K. WONG. “A fast method for real-time median filtering”. In : *IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing* 28.4 (1980), p. 415–421.
  - [18] Neal C. GALLAGHER et Gary L. WISE. “A Theoretical Analysis of the Properties of Median Filters”. In : *IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing* 29.6 (1981), p. 1136–1141.
  - [19] Han C. WU et D R. RUMMLER. “Analysis of Misalignment in the Tension Test”. In : *ASME Journal of Engineering Materials and Technology* 101 (fév. 1979).
  - [20] Zhichao MA et al. “Effects of 2D misalignment on tensile results and corresponding correction methods to obtain the true stress-strain curve”. In : *Measurement Science and Technology* 25.11 (2014).