

Influence de la tenue des interfaces colle/substrat sur les propriétés de rupture d'assemblages collés immergés

J. LEPLAT^a, P. BIDAUD^a, D. THEVENET^a

a. ENSTA Bretagne, UMR CNRS 6027, 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 ces structures demeure donc, à ce jour, un enjeu majeur. La fabrication de ces structures repose sur des combinaisons de matériaux souvent assemblés par collage structural. La tenue à long terme (fatigue, résistance à l'environnement marin) de ce type de structures hybrides reste encore mal connue en particulier concernant la tenue mécanique de ces assemblages.

La méthode proposée dans ce document est, à partir d'essais sur éprouvettes massiques, de choisir et d'identifier une loi de comportement. Ces essais sont reproduits pour différentes conditions de vieillissement en eau déminéralisée. A partir de la simulation de la diffusion dans un assemblage il est possible de valider par corrélation essais/calcul la loi de comportement et ses différents paramètres. L'objectif étant de prédire la rupture des assemblages, des essais de fissuration permettent d'établir des critères de rupture pour le joint et les interfaces colle/substrat. Différentes durées de vieillissement permettent d'observer l'évolution des propriétés de rupture, au cœur du joint de colle et à l'interface entre la colle et les substrats, des assemblages immergés en eau déminéralisée.

Abstract :

Due to the complexity of their set up and their maintenance on site, the lifetime of operating systems of Renewable Marine Energies (RME) needs to reach 15 years. The durability of these structures remains to be a major issue nowadays. The manufacturing of these structures based on materials combination are often assembled by structural adhesive bondings. The long-term outfit (cycling, marine environment) of these hybrid structures remains poorly known particularly concerning their adhesively bonded joints.

The method proposed in this paper is to choose and identify from bulk specimens testing, one behaviour law. These tests are reproduced for different ageing conditions in demineralised water. From the simulation of the water diffusion in assembly, the law behaviour and its different parameters are validated by tests calculations correlation. The objective being to predict the assemblies' failure, some crack growth testing enable to establish failure criterion for the joint and the adhesive/substrate interfaces. Different times of ageing allow observing the evolution of rupture properties, at the heart of the bonded joint and at the interface between the adhesive and the substrates, on immersed assemblies in demineralised water.

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

1 Introduction

Depuis quelques décennies, le réchauffement climatique a été admis par la communauté scientifique. Aujourd'hui, les gouvernements mettent en place des mesures afin de diminuer la consommation d'énergie mais aussi nos méthodes de productions. L'énergie électrique est indispensable et les méthodes de production basées sur la consommation d'énergie fossile sont remises en question. Il devient donc nécessaire de développer et de fiabiliser l'utilisation des énergies renouvelables pour diminuer l'impact sur l'environnement. Comme le montre la Figure 1, si l'utilisation de l'éolien et du photovoltaïque terrestre est en pleine croissance depuis le début des années 2000, au vu du potentiel des espaces maritimes, les énergies marines renouvelables (EMR) doivent pouvoir apporter une production énergétique au moins aussi importante.

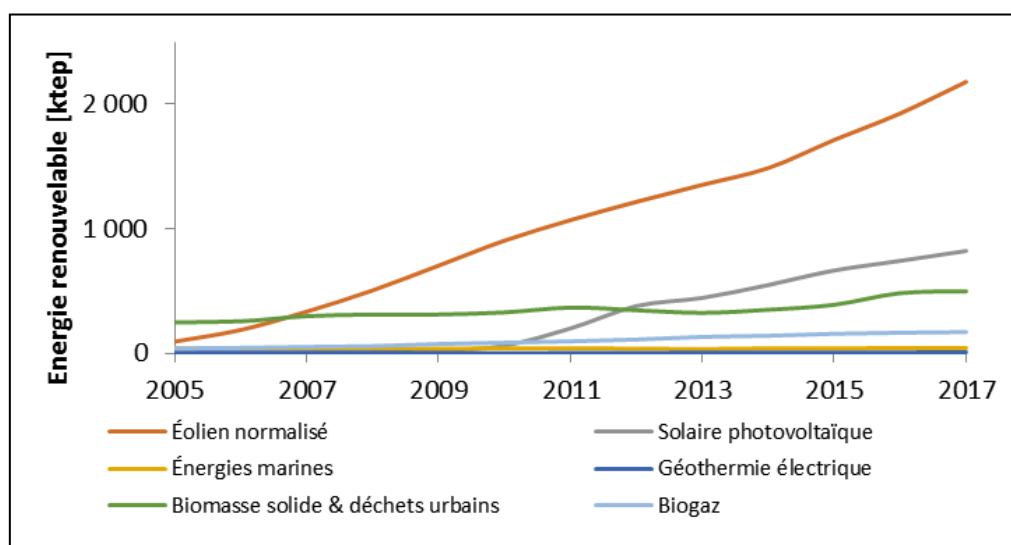


Figure 1: Evolution de la production des énergies renouvelables de 2005 à aujourd'hui [1]

Les hydroliennes, comme les éoliennes offshore, demeurent de bonnes solutions de production électrique pour plusieurs raisons. La première est qu'elles fonctionnent avec les courants marins, ou des vents plus soutenus, plus réguliers et moins turbulents que sur terre, ce qui permet d'assurer des facteurs de charge élevés. D'autre part, l'immersion de l'hydrolienne et l'utilisation d'une éolienne en mer, vont faciliter l'utilisation de pales de grande dimension permettant une production d'énergie accrue. Si ces deux aspects sont de gros avantages, les conditions en milieu marin restent sévères. L'assemblage des pales, dont la conception repose généralement sur l'utilisation de matériaux composite, sur un axe métallique demeure un enjeu technologique. En effet, les liaisons boulonnées ou rivetées créent des concentrations de contraintes et privilégient les phénomènes de corrosion [2–4]. Le collage structural est alors privilégié, cependant plusieurs verrous scientifiques ne permettent pas de garantir les durées de vie avant maintenance souhaitées de 15 années.

Dans ce cadre, le projet ANR FEM (France Energie Marine) INDUSCOL permettra d'apporter des réponses, tant sur l'instrumentation à cœur des joints collés [5] que sur leur comportement mécanique. Les travaux exposés concernent le comportement en milieu marin d'un adhésif structural bi-composant à base époxyde prenant en compte son caractère visqueux et la chute de propriétés due à la

prise en eau. Une stratégie de modélisation de la ruine de l'assemblage est présentée et complétée par des essais.

2 Comportement mécanique

Le comportement mécanique des résines époxydes a déjà été étudié [6,7] sur éprouvettes massives.. Néanmoins, dans le cadre du collage structural leur comportement est communément étudié par des essais sur assemblages [8–11] considérés comme plus proche de leur domaines d'application. Les temps de diffusion dans les assemblages immergés en milieu marin peuvent être très longs. Afin d'accélérer la prise en eau, il est alors possible d'augmenter, en prenant les précautions nécessaires, la température du milieu et d'étudier le comportement sur éprouvettes massives de faible épaisseur. La combinaison des deux solutions peut alors permettre de réduire l'étude à l'échelle d'un projet de trois ans et d'extrapoler les conclusions faites aux systèmes immergés pour des échelles de temps beaucoup plus importantes.

Suivant l'approche proposée, le comportement viscoélastique de la colle a été identifié par des essais sur éprouvettes massives à partir d'essais de traction à différentes vitesses (Figure 2). A partir de résultats sur essais monotones et sur essais de fluage présentés en Figure 3, l'identification d'un spectre de mécanismes visqueux a pu être menée. Plusieurs niveaux de chargement permettent d'observer une non-linéarité du comportement viscoélastique. Puis ces essais sont répétés pour des chargements en cisaillement afin d'observer la dépendance à la pression hydrostatique.

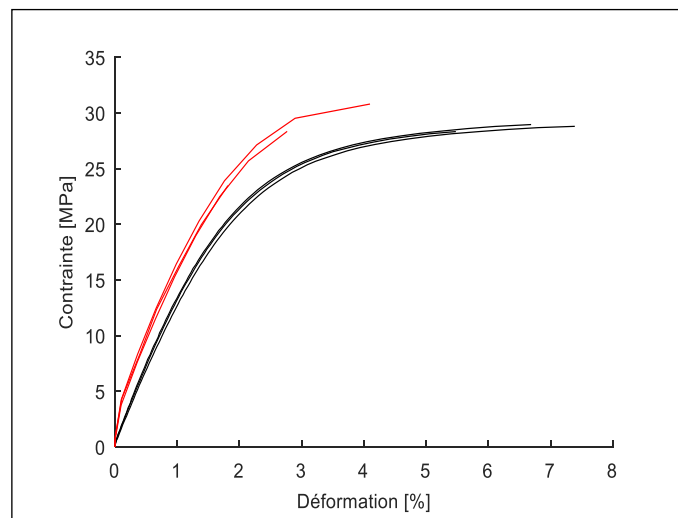


Figure 2: Courbe de traction monotone à 1MPa/s (noir) et 5MPa/s (rouge) sur éprouvettes massives (état sain)

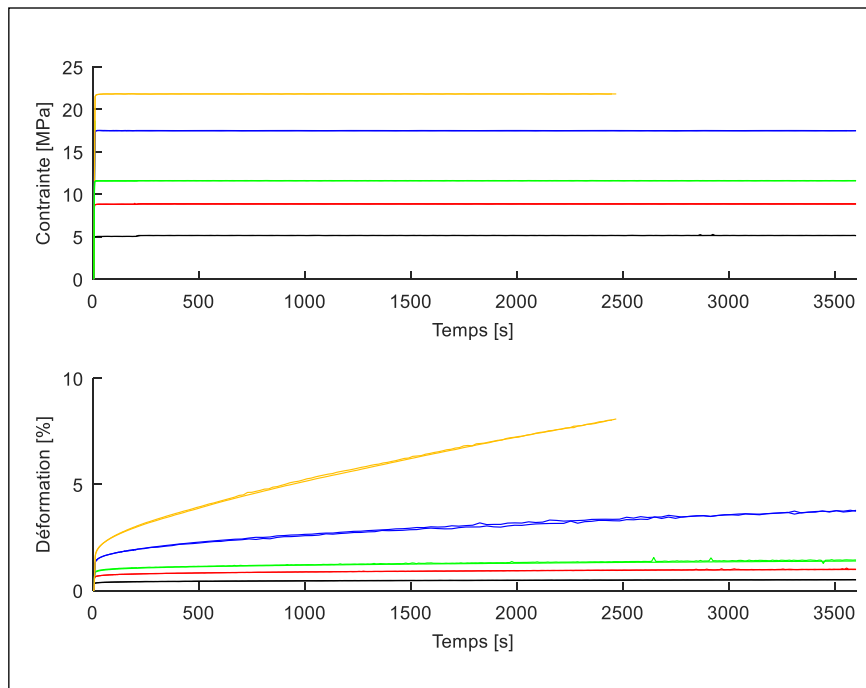


Figure 3 : Courbe de fluage en traction pour différents niveaux de chargement sur éprouvettes massives (état sain)

3 Vieillissement

Afin d'obtenir un état stable lors du vieillissement, il est impératif de s'assurer que la polymérisation soit la plus complète possible avant d'exposer les éprouvettes à l'eau. Pour cela des essais DSC (Differential Scanning Calorimetry) et DMTA (Differential Mechanical Thermal Analysis) révèlent un taux de polymérisation de 99% et une température de transition vitreuse (T_g) à l'état sain de 90°C pour un cycle de cuisson de 24h à température ambiante suivi d'une post-cuisson de 24h à 60°C.

Le vieillissement en eau déminéralisée fait chuter la T_g du matériau. Des échantillons vieillis 15 jours, *i.e.* après le coude de la cinétique de diffusion sur la Figure 4₁ révèlent une T_g de 55°C déterminée par DSC et validée par DMTA. Pour cette raison, l'ensemble des vieillissements se feront à une température de 40°C inférieure à la T_g mesurée sur matériau vieilli.

La modélisation d'un assemblage collé doit permettre de prédire le comportement de l'assemblage vieilli en eau déminéralisée. Ainsi, la stratégie consiste à identifier des jeux de paramètres matériaux de la loi de comportement viscoélastique choisie sur des éprouvettes saturées pour des conditions de vieillissement à différents taux d'humidités. A l'issue du travail d'identification sur éprouvette massique, il est alors possible de prédire le comportement mécanique d'assemblages après avoir simulé la diffusion de l'eau dans le joint de colle et associé au gradient de concentration les paramètres matériaux adéquats fonction des fronts d'arrivée d'eau [12]. Si l'ensemble des paramètres suit une évolution modélisable par une seule équation mathématique, il sera possible d'exprimer la loi de comportement en fonction du taux d'humidité relative, *i.e.* par l'énergie d'activation.

Dans le cadre de cette étude, la validation sur assemblages est réalisée par des essais sur éprouvettes de type SCARF modifié [9] à l'état sain et à l'état vieilli par immersion pour différentes durées de vieillissement.

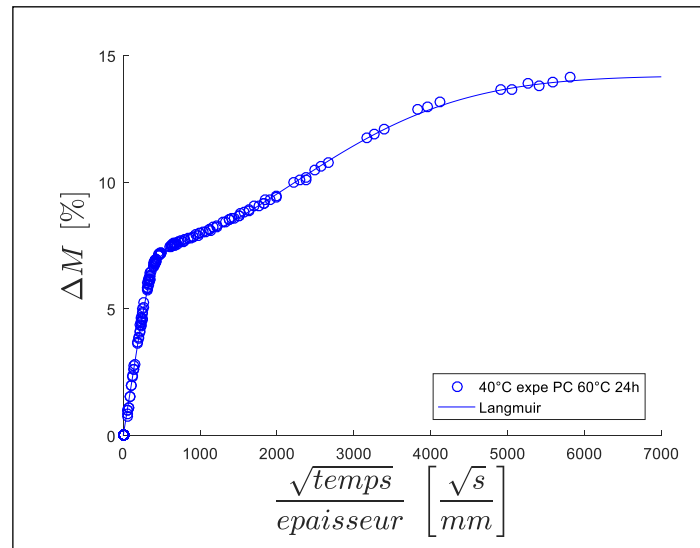


Figure 4: Courbe de suivi gravimétrique d'éprouvettes massives immergées en eau déminéralisée à 40°C

4 Rupture

Après avoir mis en évidence le comportement du joint de colle par des essais sur éprouvettes massives et vérifié son adéquation par la modélisation des essais sur assemblage collé, la prédiction de la ruine de l'assemblage reste un verrou scientifique. Si la rupture au cœur du joint de colle (cohésive) à l'état sain peut être pris en compte par des essais normés [13–15], peu de travaux permettent de quantifier la rupture cohésive à l'état vieilli. D'une part, les temps de diffusion étant conséquents, il faut pouvoir réduire les largeurs de recouvrement, et d'autre part, le gradient de diffusion ajoute de la complexité à l'identification de l'évolution du taux de restitution d'énergie. Pour cela, des échantillons inspirés des éprouvettes normalisées de type Tapered Double Cantilever Beam (TDCB) [13,14] ont été sollicités à l'état sain, et pour différentes durées de vieillissement par immersion. Ces essais sont modélisés en prenant en compte le gradient de diffusion et, dans un premier temps, en supposant un comportement linéaire de la colle. La rupture est alors modélisée par des éléments de type CZM (Cohésive Zones Model). Cette méthode étant déjà implémentée dans bon nombre de solveurs, son utilisation permettra un transfert plus aisé vers les bureaux d'étude.

La rupture à l'interface (adhésive) entre le joint de colle et le substrat est quant à elle peu étudiée. Souhaitant utiliser la même méthodologie que pour la rupture cohésive, il est nécessaire de connaître la contrainte à l'amorçage de fissures. Pour cela, des essais sur assemblages collés bout-à-bout, permettant d'amorcer une fissure à l'interface, sont effectués à l'état sain et pour différentes durées de vieillissement. Etant donné le champ de contrainte dans le joint de colle, le critère d'amorçage est alors identifié de manière inverse.

Des essais de propagation de fissure sur assemblages collés sont facilités par l'introduction d'une mixité de mode (I et II) et par l'ajout d'effets de bords. L'identification de l'évolution du taux de restitution d'énergie est complexe à analyser, d'une part car l'un des substrats métalliques plastifie et d'autre part car le gradient de diffusion implique une identification inverse. Cette partie étant en cours de développement, seuls les essais à l'état sain et vieilli seront présentés et comparés.

5 Conclusion

Dans le contexte du développement des systèmes EMR, les éoliennes comme les hydroliennes peuvent présenter un apport important. En effet, les facteurs de charge et les prévisions de production énergétique associée, sont plus élevés que pour le solaire ou le houlomoteur. Ces raisons amènent à concevoir des structures multi-matériaux fabriqués à partir de matériaux composites et de métaux. L'assemblage de pales constituées de matériaux composites sur leur axe métallique ne pouvant pas être réalisé par rivetage ou boulonnage pour des raisons de concentration de contrainte et de corrosion, l'assemblage collé demeure alors une bonne alternative. Cependant, les durées de vie souhaitées avant maintenance étant supérieures à 15 années, l'analyse du comportement mécanique de ces assemblages est alors essentielle. Les colles à base époxyde sont connues pour leur caractère visqueux, c'est pourquoi des essais de fluage sur éprouvettes massiques à l'état sain et pour différents vieillissements (hygrométrie) ont été réalisés et permettent l'identification d'une loi de comportement viscoélastique spectrale – viscoplastique non associé. Après avoir identifié la loi de sorption par des essais de suivi gravimétrique à 40°C et après avoir simulé la diffusion en eau dans l'assemblage collé, des essais sur assemblages SCARF modifié à l'état sain puis, à l'état vieilli permettent de valider la loi de comportement sur assemblages collés.

L'ajout de CZM dans la modélisation doit permettre de faciliter l'industrialisation de la méthode et la bonne prédiction de la ruine de l'assemblage. Pour cela, deux types de rupture sont mises en avant : la rupture cohésive (au cœur du joint de colle) dont le taux de restitution d'énergie critique est identifié à l'état sain sur des essais inspirés de normes [13,14] puis, à l'état vieilli ; la rupture adhésive (à l'interface colle/substrat) a quant à elle été effectuée sur des éprouvettes TDCB asymétriques développées afin de favoriser la propagation à l'interface. Des essais de fissuration à l'état sain et vieilli permettent de propager la fissure sur une unique interface. Une stratégie d'identification du taux de restitution d'énergie est proposée intégrant la plastification d'un des substrats et le gradient de diffusion. Le critère d'amorçage de fissure est identifié par des essais sur assemblages collés privilégiant une concentration de contrainte à l'interface entre la colle et le substrat. Le champ de contrainte n'étant pas homogène, le critère est identifié de manière inverse.

6 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] Données et études statistiques pour le changement climatique, l'énergie, l'environnement, le logement, et les transports, (n.d.). <http://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr>.
- [2] D. Desjardins, R. Oltra, eds., Corrosion sous contrainte: phénoménologie et mécanismes : [Ecole d'automne], Bombannes 1990, [23 au 28 septembre, Editions de physique, Les Ulis (France), 1992.
- [3] A.R. Troiano, R. Gibala, R.F. Hehemann, Case Institute of Technology, eds., Hydrogenembrittlement and stress corrosion cracking: aTroianoFestschrift, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984.
- [4] H.L. Alfonso Medina, Caractérisation et modélisation des assemblages multi-matériaux sous sollicitations mixtes quasi-statiques pour la conception des structures automobiles, Thesis, ENSTA Bretagne, 2016.

- [5] R. Grangeat, M. Girard, C. Lupi, D. Leduc, F. Jacquemin, Revealing of interphases in bonded joints with a fiberopticsensorbased on Fresnel reflection, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 91 (2019) 12–18. doi:10.1016/j.ijadhadh.2019.02.009.
- [6] L.K. Babu, K. Mishra, S.U. Hamim, R.P. Singh, Effect of excess silane on the viscoelasticbehavior of epoxyunderhygrothermal conditions, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 84 (2018) 80–85. doi:10.1016/j.ijadhadh.2018.03.002.
- [7] I.B.C.M. Rocha, F.P. van der Meer, S. Raijmaekers, F. Lahuerta, R.P.L. Nijssen, L.J. Sluys, Numerical/experimentalstudy of the monotonic and cyclicviscoelastic/viscoplastic/fracture behavior of an epoxyresin, *International Journal of Solids and Structures*. (2019). doi:10.1016/j.ijsolstr.2019.03.018.
- [8] J.Y. Cognard, R. Créac'hcadec, L. Sohier, P. Davies, Analysis of the nonlinearbehavior of adhesives in bondedassemblies—Comparison of TAST and Arcan tests, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 28 (2008) 393–404. doi:10.1016/j.ijadhadh.2008.04.006.
- [9] N. Carrere, C. Badulescu, J.-Y. Cognard, D. Leguillon, 3D models of specimenswith a scarf joint to test the adhesive and cohesivemulti-axialbehavior of adhesives, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 62 (2015) 154–164. doi:10.1016/j.ijadhadh.2015.07.005.
- [10] K.W. Allen, M.E.R. Shanahan, The CreepBehaviour of Structural Adhesive Joints-I, *The Journal of Adhesion*. 7 (1975) 161–174. doi:10.1080/00218467508075048.
- [11] A. Ilioni, C. Badulescu, N. Carrere, P. Davies, D. Thévenet, A viscoelastic-viscoplastic model to describecreep and strain rate effects on the mechanicalbehaviour of adhesively-bondedassemblies, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 82 (2018) 184–195. doi:10.1016/j.ijadhadh.2017.12.003.
- [12] A. Ilioni, P.-Y.L. Gac, C. Badulescu, D. Thévenet, P. Davies, Prediction of MechanicalBehaviour of a Bulk Epoxy Adhesive in a Marine Environment, *The Journal of Adhesion*. 95 (2019) 64–84. doi:10.1080/00218464.2017.1377616.
- [13] ISO, Adhesives -- Determination of the mode 1 adhesive fracture energy of structural adhesive joints using double cantilever beam and tapered double cantilever beamspecimens, 2009. <http://www.iso.org/cms/render/live/en/sites/isoorg/contents/data/standard/04/27/42797.html> (accessed April 15, 2019).
- [14] ASTM, Standard Test Method for Fracture Strength in Cleavage of Adhesives in BondedMetal Joints, 2012.
- [15] G. Stamoulis, N. Carrere, J.Y. Cognard, P. Davies, C. Badulescu, On the experimental mixed-mode failure of adhesivelybondedmetallic joints, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 51 (2014) 148–158. doi:10.1016/j.ijadhadh.2014.03.002.