



# THÈSE

PRÉSENTÉE À

## L'UNIVERSITÉ BORDEAUX I

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE  
L'INGÉNIEUR

Par **Naoufel BEN SALEM**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

### DOCTEUR

Spécialité « Mécanique et Ingénierie »

---

## Fiabilité des assemblages structuraux collés pour applications spatiales

---

Directeur de thèse : M.E.R SHANAHAN

Co-directeur : J. JUMEL

Soutenue le : 17/12/2012 devant la commission d'examen formée de :

M. Michel NARDIN  
M. Jean-Jacques BARRAU  
M. Frédéric Jacquemin  
M. Nicolas CARRERE  
M. Florian LAVELLE  
M. Serge BELLUT

Directeur de recherches, IS2M Mulhouse  
Professeur des Universités, UPS Toulouse  
Professeur des Universités, Universités Nantes  
Enseignant chercheur, ENSTA Brest  
Ingénieur, CNES/DLA Paris  
Expert senior, CNES/DLA Paris

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Invité  
Invité





إلى كل من أحب  
إلى أمي وأبي  
إلى زوجتي وابنتي  
إلى اخوتي وأصدقائي  
إلى جميع عائلتي

## **Remerciement**

Au terme de ce travail, je souhaite adresser mes sincères remerciements à toutes les personnes qui ont contribué à sa réalisation et qui ont permis par leur soutien et leurs conseils, de le mener à bien.

J'exprime en premier lieu ma gratitude à Monsieur Martin SHANAHAN et à Julien JUMEL, Directeur et Codirecteur de thèse, pour leur encadrement et leurs conseils. Je souhaite remercier plus particulièrement Julien pour son indéfectible soutien aussi bien sur le plan humain que scientifique. J'ai pris un grand plaisir à travailler avec vous et j'ai beaucoup appris à vos côtés, merci.

Je tiens à remercier Monsieur Jean-Jacques BARRAU, Professeur à l'Université Paul Sabatier de Toulouse, et Monsieur Frédéric JACQUEMIN, Professeur à l'université de Nantes, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail.

Je remercie Monsieur Nicolas CARRERE, Enseignant chercheur à l'ENSTA de Brest, d'avoir accepté de participer à ce jury en qualité d'examineur. Merci également à Monsieur Florian LAVELLE, Ingénieur au Centre National d'Etudes Spatiales CNES/DLA Paris, pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse et pour le suivi de ce projet.

Je remercie Monsieur Serge BELLUT, Expert senior au CNES, d'avoir contribué à mes travaux de recherche et d'avoir accepté de participer au mon jury de thèse.

Je remercie Monsieur Michel NARDIN, Directeur de recherches à l'Institut de Science des Matériaux de Mulhouse, Président de ce jury.

Ma reconnaissance s'adresse également à Gregory BRESSON et à Michal K. BUDZIK, ancien doctorant et post-doctorant du département, pour leurs précieux conseils et leurs aides pendant ma thèse.

Je remercie également la Région Aquitaine et le Centre National d'Etudes Spatiales d'avoir financé ce sujet de thèse.

Je tiens à remercier l'ensemble de l'équipe et plus particulièrement Bea et Sandrine pour leur gentillesse et leur efficacité lors des difficultés administratives et logistiques que j'ai rencontrées.

Je tiens à remercier les amis thésards qui m'ont aidé au cours des trois ans de cette thèse : Masmoudi et Lazhar merci pour toutes les pauses café (malgré que je ne bois pas de café), je remercie aussi Greg, Djoudi, Mathieu, Seb, Dima et Emilie pour avoir partagé le même bureau et pour l'agréable ambiance de travail.

Un remerciement particulier pour ma belle mère et Cathy qui ont en grande partie contribué à la préparation du pot de soutenance.

Pour finir, je remercie avec grande émotion toute ma famille et ma belle famille pour leur soutien constant. Ils ont toujours été présent lorsque j'en ai eu besoin, plus particulièrement ma mère, Mbarka et mon père, Hmed, qui m'ont toujours encouragé à aller de l'avant dans la vie malgré la distance qui nous sépare. Je remercie mes frères Imed, Abdallah, Nidhal et sa femme Sonia et son petit bout de chou Soussou.

Ma femme, Mariam et ma fille, Amènie, je ne trouve pas les mots pour vous remercier, car votre présence à mes cotés a été ma source d'énergie ; je vous aime.



## Table des matières

<b>Introduction: Contexte et objectifs</b>	1
<b><u>Chapitre I : Etude bibliographique</u></b>	5
<b>Introduction</b>	7
<b>1. Caractéristiques des adhésifs et des substrats</b>	8
1.1. Adhésifs	8
1.1.1. Adhésifs structuraux	8
1.1.1.1. Les époxydes	9
1.1.1.2. Autre types d'adhésifs structuraux	10
1.1.2. Adhésifs Non-structuraux	11
1.1.3. Choix de l'adhésif	11
1.2. Substrats	12
1.2.1. L'état de surface	13
1.2.1.1. Les traitements mécaniques	14
1.2.1.2. Les traitements chimiques	14
1.3. Types de rupture	17
<b>2. Caractérisation des assemblages collés : mécanique de la rupture ou de l'endommagement</b>	19
2.1. La mécanique de l'endommagement	19
2.2. Approche mécanique de la rupture	22
2.3. Choix de l'approche	24
2.4. Mesure de la ténacité des liaisons collées	25
2.4.1. Essai en Mode I – essai DCB	25
2.4.1.1. Modèles poutre des éprouvettes de fissuration	26
2.4.1.2. Modèles poutre des éprouvettes de fissuration avec correction	29
2.4.1.3. Approches empiriques poutre des éprouvettes de fissuration	29
2.4.2. Essai en Mode II	30
2.4.2.1. Analyse de l'essai ENF	32
2.4.2.2. Correction de complaisance	32
2.4.2.3. Complaisance déterminée par la méthode de calibration de la complaisance	34

2.4.2.4. Complaisance déterminée par la méthode de complaisance combinée	35
2.4.3. Essai en Mode mixte	36
<b>Cadre de l'étude</b>	40
<b><u>Chapitre II : Les adhésifs : caractérisation des propriétés physicochimiques</u></b>	43
<b>Introduction</b>	45
1. Matériaux	46
2. Microstructure des adhésives	46
<b>3. Cycles de polymérisation (Analyse mécanique dynamique (DMA))</b>	49
4. Propriétés mécaniques	54
4.1. Traitement statistique	56
4.2. Corrélation d'images numériques (DIC : Digital image correlation)	61
4.3. Effet de la vitesse de déformation	63
4.4. Effet des conditions de réticulation	64
4.5. Plan d'expérience	66
<b>Conclusions</b>	71
<b><u>Chapitre III : Essais mécaniques : rupture en mode I</u></b>	73
<b>Introduction</b>	75
1. Matériaux	77
2. Analyse d'un essai de fissuration en mode I	80
2.1. Analyse standard de l'essai DCB	80
2.2. Relation Force-Déplacement ( $F=\Delta^{-1/2}$ )	83
3. Modélisation (Timoshenko en fondation élastique)	84
4. Corrélation d'images numériques, DIC	89
4.1. Analyse des mesures de déflexion par corrélation d'image	90
4.2. Description de la process zone et l'ouverture en pointe de fissure	92
4.3. Méthode de calibrage de longueur de fissure	93
5. Evaluation de la distribution des efforts de cohésion par mesure extensométrique	95
6. Vérification des conditions d'essai	101
<b>Conclusion</b>	107



---

<b><u>Chapitre IV : Essais mécaniques : rupture en mode mixte</u></b>	109
<b>Introduction</b>	111
<b>1. Conditions d'essai</b>	112
<b>2. Technique d'analyse</b>	114
2.1. Longueur du bras de levier, $c$	114
2.2. Analyse standard de l'essai MMB	115
<b>3. Modélisation (Timoshenko en fondation élastique)</b>	120
<b>4. Corrélation d'images numériques, DIC</b>	127
4.1. Comparaison de la déflexion avec modèle de Timoshenko en fondation élastique	128
4.2. Description de la process zone et l'ouverture en pointe de fissure	130
4.3. Comparaison de la rotation et la contrainte de cisaillement avec modèle de Timoshenko en fondation élastique	133
<b>5. Suivi extensométrique de la propagation de fissure</b>	136
5.1. Effet du mode de chargement – influence du paramètre $c$	136
5.2. Mesure local avec l'essai MMB instrumenté	139
<b>Conclusion</b>	144
<b>Conclusions et perspectives</b>	147
<b>Références</b>	151
<b>Annexes</b>	161



## **Introduction: Contexte et objectifs**

Le collage est une technique d'assemblage qui offre de nombreux avantages, parmi lesquels des structures plus légères et résistantes, l'assemblage de matériaux de natures différentes, étanchéité contre l'eau et l'air, l'amortissement des vibrations, aucune nécessité d'usinage des pièces assemblées et d'autres fonctions secondaires. L'assemblage collé permet une redistribution des contraintes plus régulières et le transfert de charge dans le joint, ce qui réduit l'endommagement en fatigue et augmente la durée de vie de la structure. Cependant, une bonne préparation de la surface du substrat est nécessaire pour l'adhésion [1].

Malgré ces nombreux avantages, les techniques conventionnelles d'assemblage (rivetage, boulonnage, soudure ...) sont parfois préférées pour des applications structurales où une forte reproductibilité est souhaitée. En effet, les assemblages collés sont encore souvent considérés comme peu fiables, comme une technique non-mécanique, par de nombreux concepteurs. De nombreux phénomènes et paramètres peuvent générer de la dispersion et une variabilité de la résistance et de la tenue mécanique d'un joint collé. Des procédés de mise en œuvre industrielle non-reproductible, une mauvaise conception qui génère des concentrations de contrainte et des singularités dans le joint collé, augmentent la variabilité de la résistance mécanique de l'assemblage.

La connaissance précise des caractéristiques intrinsèques du matériau supports à coller et de l'adhésif qui entrent en jeu dans l'assemblage est essentielle pour aborder un problème de collage qui doit être pensé dès le début. Le concept de l'assemblage, la mise en œuvre d'éprouvettes de collage et la caractérisation rigoureuse des paramètres d'essais sont une démarche incontournable pour s'assurer la tenue de l'assemblage.

Pour dimensionner une structure collée, il est nécessaire de pouvoir apprécier les caractéristiques mécaniques du joint. Pour cela, il est important de définir les types d'essais à mettre en œuvre et surtout de prévoir la signification des résultats obtenus vis-à-vis du comportement en service de l'assemblage (fluage, fatigue, vieillissement...). Malgré un effort de recherche important, le dimensionnement de ces jonctions pose encore de nombreux problèmes.

En effet, une structure collée est fondamentalement hétérogène et nécessite pour la prévision de ses performances mécaniques :

- la maîtrise de la mise en œuvre, afin d'assurer la fiabilité et la reproductibilité du collage,
- la connaissance, à la fois, des comportements mécaniques intrinsèques de l'adhésif et des supports, de la répartition des contraintes dans le joint, du rôle de l'interface support/adhésif et d'un critère de rupture, pour la caractérisation.

Des travaux doivent être entrepris pour développer des outils spécifiques pour tenir compte de la variabilité possible des caractéristiques de liaison.

C'est dans ce contexte que se situe ce travail de thèse dont les objectifs concernent l'étude de la fiabilité des assemblages collés pour application spatiale. Pour cela, deux voies sont à explorer, la première concerne l'analyse des sources de variabilité et l'impact des paramètres aléatoires sur le comportement mécanique et la tenue en service du collage structural dans le domaine spatial. La deuxième est le développement de modèles analytiques et d'une démarche expérimentale fiable pour l'étude des assemblages collés.

L'étude est une suite directe de questions posées par le Centre National d'Etudes Spatiales (CNES), qui gère la politique spatiale de la France au sein de l'Europe. A ce titre, il «invente» les systèmes spatiaux du futur, maîtrise l'ensemble des techniques spatiales, et garantit à la France l'accès autonome à l'espace. L'utilisation du collage dans l'aérospatial est d'actualité et le CNES souhaite évaluer la pertinence de cette technique pour répondre à ses propres besoins.

*"L'avenir se prépare aujourd'hui autour de plusieurs échéances"* indique Jean-Marc Astorg, Sous-Directeur "Futur, Recherche et Coopération avec la Russie" au sein de la Direction des Lanceurs du CNES (DLA/SFR), c'est dans cette optique de recherche que nous travaillons en étroite collaboration avec la direction des lanceurs (DLA) pour assurer le transfert d'information et de connaissance du monde de la recherche universitaire vers le monde industrielle.

Ce mémoire est divisé en quatre parties :

Le premier chapitre de cette thèse est consacré à une étude bibliographique permettant de mieux appréhender, de façon générale, les concepts théoriques de base sous-tendant ce travail ; nous présentons un bref rappel des classes d'adhésifs et leurs domaines

d'applications, les différents traitements de surface appliqués à une structure avant de procéder au collage et les tests utilisés pour la caractérisation des propriétés mécaniques et la résistance d'un assemblage collé.

Dans le second chapitre est présentée une étude expérimentale en vue d'une caractérisation du comportement mécanique et des propriétés statistiques de trois adhésifs structuraux utilisés dans le domaine aérospatial, en effectuant des essais d'analyse mécanique dynamique (DMA) et des essais de traction sur éprouvettes haltères moulées, avec application des méthodes statistiques aux résultats. Dans ce chapitre, on liste les sources de variabilité et leur impact sur la résistance et les propriétés physico-chimiques de ces trois adhésifs structuraux.

Dans le troisième chapitre est présentée une méthode de mesure nouvelle pour étudier la fissuration dans un joint de colle sollicité en mode I lors d'un essai DCB (Double Cantilever Beam). Cette technique utilise des jauges de déformation pour suivre la déformation de peau des substrats en présence de forces cohésives à l'interface et la mesure des champs de déplacement par DIC (Digital Image Correlation). Un traitement systématique des résultats expérimentaux est proposé qui permet l'analyse de cet essai au moyen d'un modèle simple de type poutre sur appui élastique.

Dans le quatrième chapitre est présentée une extension des techniques proposées pour le mode I pour étudier d'autres modes de rupture à savoir le mode II avec l'essai ENF (End Notched Flexure) et le mode mixte avec l'essai MMB (Mixed Mode Bending).



# **Chapitre I**

**Etude bibliographique**





## Introduction

Pour dimensionner une structure collée, il est nécessaire de pouvoir apprécier les caractéristiques mécaniques des constituants du joint. Pour cela, il est important de définir les types d'essais à mettre en œuvre et surtout de prévoir la signification des résultats obtenus vis-à-vis du comportement en service de l'assemblage (fluage, fatigue, vieillissement...). Malgré un effort de recherche important, le dimensionnement de ces jonctions pose encore de nombreux problèmes.

En effet, une structure collée est fondamentalement hétérogène et nécessite, pour la prévision de ses performances mécaniques :

- la maîtrise de la mise en œuvre, afin d'assurer la fiabilité et la reproductibilité du collage,
- la connaissance, à la fois, des comportements mécaniques intrinsèques de l'adhésif et des supports, des flux de contrainte dans le joint, des seuils de résistance des matériaux et des interfaces.

En outre, ces structures montrent généralement une variabilité importante de comportement qu'il convient de prendre en compte dans le dimensionnement, et dont il faut identifier les causes afin de fiabiliser les liaisons structurales collées.

Dans ce travail, nous nous intéressons à l'analyse de la dispersion des propriétés mécaniques de colles et d'assemblages collés structuraux utilisés dans le secteur aérospatial. Les adhésifs étudiés sont des résines époxy bicomposants contenant des charges minérales et/ou métalliques. Outre ces particules, ces adhésifs contiennent un nombre important de pores qui sont emprisonnées lors du mélange des produits, opération réalisée manuellement. Il en résulte une microstructure très hétérogène ce qui contribue souvent à la dispersion des propriétés d'usage de ces adhésifs (module de Young, contrainte et allongement à la rupture ...), néanmoins très performants. La variabilité de comportement observée sur les matériaux et surtout sur les liaisons collées est un problème important qui freine leur utilisation dans des domaines tels que l'aéronautique où une fiabilité élevée est requise. Des études ont été menées pour analyser l'origine des dispersions et pour leur associer des modèles statistiques [2-4]. Le modèle statistique de Weibull et la théorie du maillon faible sont ainsi régulièrement employés [5,6] bien que très discutables dans le cas particulier d'une liaison collée.

La résistance mécanique d'une structure est généralement évaluée au moyen d'essais

destructifs à partir desquels sont également établies les lois de comportement des matériaux et sont identifiés les mécanismes d'endommagement.

En effet, de nombreux essais normalisés (ou non) ont été définis pour caractériser le comportement mécanique des joints collés qui diffèrent par le mode de sollicitation et/ou la géométrie des éprouvettes d'essai [7-19]. Cependant, l'analyse mécanique des essais mécaniques les plus traditionnels reste encore un objet de discussion et la représentativité des résultats obtenus sur éprouvettes d'essai vis-à-vis des liaisons collées réelles n'est pas garantie. Enfin, rares sont les essais qui permettent de reproduire les sollicitations mécaniques réellement subies en service au niveau de l'assemblage (fluage, fatigue, vieillissement...). Dans ce mémoire, nous discuterons en particulier des essais de fissuration/ténacité que nous souhaitons améliorer en vue de caractériser de façon fiable le comportement intrinsèque des « interfaces » collées.

Après avoir traité de façon générale quelques éléments de la mécanique de la rupture, nous justifierons l'utilisation privilégiée de certains tests mécaniques par une revue bibliographique des études menées sur ce sujet.

### **3. Caractéristiques des adhésifs et des substrats**

#### **3.1. Adhésifs**

Un adhésif est généralement composé de résines synthétiques polymères ou de résines d'origine naturelle et de produits inorganiques. A ces composants de base sont ajoutés des additifs et modificateurs qui gouvernent les caractéristiques chimiques et physiques du produit ou encore permettent d'agir sur les conditions de mise en œuvre.

On distingue généralement les adhésifs « dits » structuraux et non-structuraux. Cette différence reste assez subjective et est liée essentiellement au domaine d'application de l'adhésif. Les adhésifs structuraux présentent une résistance mécanique et une rigidité plus importantes que leurs homologues non-structuraux. Nous pouvons également classer les adhésifs en fonction de leur nature, therm durcissable ou thermoplastique, par leur rigidité, et par leur état avant durcissement ou encore leur conditionnement et moyen de mise en œuvre.

Les applications dites non-structurales sont celles qui nécessitent de faibles résistances mécaniques ou pour lesquelles la fixation n'est que temporaire (réversible).

##### **3.1.1. Adhésifs structuraux**

Les adhésifs structuraux sont associés à une résistance mécanique élevée que certains

définissent arbitrairement à un seuil de 7MPa [20] en cisaillement. Le collage structural reste à ce jour un moyen d'assemblage non démontable. Il doit donc assurer une durée de vie équivalente à celle de la structure où il est employé. Les propriétés d'usage des adhésifs structuraux ne doivent pas être altérées significativement en condition de vieillissement « modéré ». Les adhésifs structuraux sont généralement formulés à partir de résines thermodurcissables qui nécessitent une réaction de réticulation par ajout d'un agent de durcissement et/ou apport de chaleur. Les résines utilisées pour les adhésifs structuraux sont habituellement classées comme thermodurcissables ou hybrides modifiées. Certains élastomères thermodurcissables à haute résistance, comme le polyuréthane, peuvent aussi être classés comme adhésifs structuraux.

#### **3.1.1.1. Les époxydes**

Parmi les principales familles de résine employées pour les adhésifs structuraux on trouve les résines époxydes [21-32] qui seront l'objet de notre étude du fait de leur prédominance dans le secteur de l'aérospatial.

Les adhésifs époxy ont été commercialisés dès 1946 et sont employés dans de nombreux domaines d'application allant de la médecine (dentisterie, prothèses orthopédiques) au génie civil et transports (aéronautique et l'industrie automobile) [33-36]. Ils sont réputés polyvalents car ils adhèrent bien à de nombreux substrats et peuvent être modifiés facilement pour offrir une large gamme de propriétés. Cette modification prend généralement l'une des formes suivantes :

- Addition simple de charges organiques ou inorganiques
- Mélange de résines de propriétés différentes
- Choix d'un agent de durcissement et/ou d'un mécanisme de réaction spécifique.

Parmi les ingrédients secondaires qui composent les adhésifs époxy, on utilise des diluants réactifs pour ajuster la viscosité, des charges minérales pour ajuster la viscosité ou modifier le coefficient de dilatation thermique et des charges fibreuses pour améliorer la thixotropie et la cohésion. Les résines époxy sont souvent mélangées avec d'autres résines pour améliorer certaines propriétés qui sont nécessaires à l'application. Souvent, ces modifications prennent la forme d'ajouts d'élastomères afin d'améliorer la dureté ou la résistance au pelage. Parler des adhésifs époxy de façon générique est donc incorrect car cette dénomination générale englobe en réalité de nombreux matériaux aux caractéristiques et comportements très variés.

Les époxydes réticulés ont une structure moléculaire de thermodurcissables. Ils présentent une excellente résistance à la traction et au cisaillement, mais une faible résistance au pelage lorsqu'ils ne sont pas modifiés. Ils offrent une excellente résistance aux agressions chimiques liées à la présence de solvants de différente nature, d'huiles ou d'humidité. Ils présentent peu de retrait lors de la réticulation et offrent une bonne tenue mécanique au fluage. Enfin, les résines époxy sont peu volatiles pendant la réticulation.

Ce type d'adhésif est commercialisé sous forme de liquides, pâtes, films et solides. Il est principalement composé d'une résine époxy et d'un durcisseur qui peut être directement incorporé dans la résine (adhésif mono-composant), ou fourni dans un récipient séparé de façon à allonger les durées de conservation. Dans ce cas, le mélange résine/durcisseur doit être fait par l'utilisateur avant application.

En général, une température de polymérisation élevée conduit à une densité de réticulation élevée ce qui améliore la résistance au cisaillement et augmente la température de transition vitreuse du matériau. En contrepartie, ténacité et résistance au pelage sont souvent réduites.

#### **3.1.1.2. Autre types d'adhésifs structuraux**

Des produits de nature différente, autres que les époxydes, sont également considérés comme des adhésifs structuraux. Citons les polyesters [37] qui sont des produits synthétiques aux propriétés également très variées et moins onéreux.

Citons également les polyuréthanes [38-40] qui occupent une place importante dans le marché des adhésifs structuraux. Ils sont disponibles à l'état solide ou liquide en mono-composant ou bi-composant, ils peuvent réticuler selon les formulations à température ambiante ou élevée. Contrairement aux époxydes, les polyuréthane sont flexibles et présentent une résistance élevée au cisaillement mais aussi au pelage. Les adhésifs polyuréthanes sont fabriqués avec des résines iso cyanates.

Enfin, le grand public est familier des adhésifs cyanoacrylates [41,42] qui sont devenus populaires dans les années 1970 lorsqu'a été mis en vente la Super-Glue®. Les adhésifs cyanoacrylates sont des liquides mono-composants qui réticulent rapidement en présence de l'humidité ambiante. Ils ont une excellente résistance au cisaillement. Ils sont disponibles uniquement sous forme liquide à faible viscosité qui réticule en quelques secondes à température ambiante sans la nécessité d'un primaire d'adhésion.

### 3.1.2. Adhésifs Non-structuraux

Les adhésifs dits non-structuraux les plus communs sont généralement à base d'élastomères et/ou thermoplastiques. Ces systèmes possèdent une faible résistance mais offre en retour une grande rapidité et facilité de mise en œuvre de sorte qu'on les trouve sur de nombreuses applications domestiques sous forme d'adhésifs autocollants, mastics, thermo fusibles ou émulsions thermoplastiques. Ils occupent en quantité et en montant de vente la majeure partie du marché des adhésifs. De même dans le secteur aéronautique qui nous préoccupe, les adhésifs non-structuraux occupent une part importante pour les applications d'habillage cabine des avions civil, ou pour assurer des fonctions non structurale de fixation temporaire ou d'étanchéité par exemple.

### 3.1.3. Choix de l'adhésif

Dans ce travail, nous étudions les adhésifs structuraux Hysol<sup>®</sup>EA9321, Hysol<sup>®</sup>EA9394 et Hysol<sup>®</sup>EA9395, colles époxydes bicomposantes chargées de particules minérales et/ou métalliques. Ces produits ont été définis par le CNES qui envisage leur utilisation sur les futurs lanceurs. Ces adhésifs réticulent à température ambiante sur une durée assez longue, ce qui facilite la manipulation et l'assemblage de structure de forte dimension. Dans ce travail, le mélange des composants (résine et durcisseur) est effectué manuellement avant application sur les pièces et accostage, de façon similaire à certains procédés industriels. Cette opération est cependant susceptible d'introduire une certaine variabilité sur le comportement de l'adhésif qu'il sera intéressant d'évaluer tant au niveau du produit qu'au niveau de l'assemblage.

La résistance d'une liaison mécanique collée ne dépend pas seulement des propriétés de l'adhésif, mais d'un grand nombre de paramètres liés à la géométrie et aux propriétés des éléments constitutifs de la liaison, et également au procédé collage. Nous nous intéresserons par exemple à l'influence du type d'adhésif, du temps et de la température de réticulation sur le comportement de l'adhésif dont on montrera le caractère visqueux. En conséquence, on s'intéressera à l'échelle du joint à l'influence de la vitesse de chargement sur la résistance mécanique, mais également à l'influence de la géométrie (épaisseur de l'adhésif et des substrats) que l'on peut théoriquement évaluer au moyen de modèles simples. Enfin, l'efficacité d'une liaison collée est très liée à la qualité des interfaces adhésif/substrat qui constituent souvent le maillon faible de ces objets. Ainsi, la certification d'un assemblage

collé en condition industrielle implique souvent un contrôle rigoureux de procédures de préparation de surface parfois complexes qui seules sont à même de garantir la fiabilité du système.

Dans ce travail, nous cherchons à lister les sources de variabilité dans la mise en œuvre de ces adhésifs et leurs effets potentiels sur le comportement observé à l'échelle du matériau ainsi que de la liaison. Nous montrerons notamment au moyen d'un traitement statistique de Weibull le lien entre microstructure, et en particulier les porosités, et la résistance mécanique apparente de la colle. Le comportement de la colle seul ne suffit pas à prédire le comportement de l'assemblage comme expliqué précédemment les conditions de préparation de surface sont importantes. Nous exposons dans le paragraphe suivant les méthodes les plus conventionnelles pour mettre en évidence les étapes potentiellement difficiles à maîtriser et qui sont, en cas d'écart, susceptibles d'engendrer des ruptures prématurées.

### 3.2. Substrats

Les surfaces et interfaces jouent un rôle majeur sur la tenue mécanique d'un joint collé. En effet, la résistance d'une liaison est conditionnée non seulement par le comportement de l'adhésif mais également par sa capacité à s'« accrocher » ou adhérer à la surface des substrats assemblés. Cette accroche/adhésion résulte de mécanismes complexes qui font intervenir :

- le mouillage de l'adhésif à la surface des substrats et la pénétration de la résine dans les porosités du substrat, qui permet un ancrage mécanique,
- la création de liaisons physiques ou chimiques aux interfaces, les premiers états directement liées aux propriétés de mouillage.

Pour assurer un comportement reproductible de la liaison on s'assure que la rupture, lorsqu'elle intervient, à lieu au sein de la couche de colle (rupture cohésive). Il faut alors porter un grand soin à la préparation des surfaces à coller de façon à maximiser la résistance mécanique de l'interface colle / substrat. Ceci donne lieu à des procédés de préparation de surface spécifiques au système considéré (adhésif + substrat + type d'application). Le respect des conditions d'élaboration doit être stricte car la présence de défauts d'adhésion, liés par exemple à la présence de contaminants, reste à l'heure actuelle difficile à déceler. De surcroît, tout vieillissement peut altérer le comportement et le type de rupture. Nous récapitulons ci-dessous les principaux procédés de préparation de surface qui sont appliqués sur substrats métalliques, le matériau retenu pour notre étude étant un alliage aluminium-Zinc nuance

7075-T6 [43] qui est largement employé pour fabriquer les structures primaires aéronautiques et spatiales.

### 3.2.1. L'état de surface

Les caractéristiques d'un collage dépendent des interactions tant physico-chimiques que mécanique, entre la surface du substrat et l'adhésif. Ainsi, la présence de groupes chimiques réactionnels en surface favorise la création de liaisons chimiques fortes entre le substrat et l'adhésif. En particulier, l'adhérence peut être fortement réduite en présence d'agents contaminants en surface, qui dégradent la qualité des liaisons chimiques voire empêchent le contact entre l'adhésif et le substrat. Outre la nature chimique des surfaces, leurs topographies et géométrie, désignées par le terme générique « rugosité », influencent fortement la résistance mécanique car elles permettent un ancrage mécanique de l'adhésif au sein des aspérités.

Pour qu'aucune porosité ne soit emprisonnée entre les aspérités, il faut que les surfaces à assembler offrent une bonne mouillabilité à l'adhésif. En d'autres termes, l'adhésif doit s'étaler correctement et remplir toutes les aspérités de surface du substrat. De nombreux paramètres géométriques peuvent servir pour caractériser la topographie de la surface et qui peuvent être corrélés à la qualité de l'adhésion [44-46]. Ils doivent permettre d'évaluer l'aire de la surface réelle de contact qui diffère de l'aire de la surface moyenne.

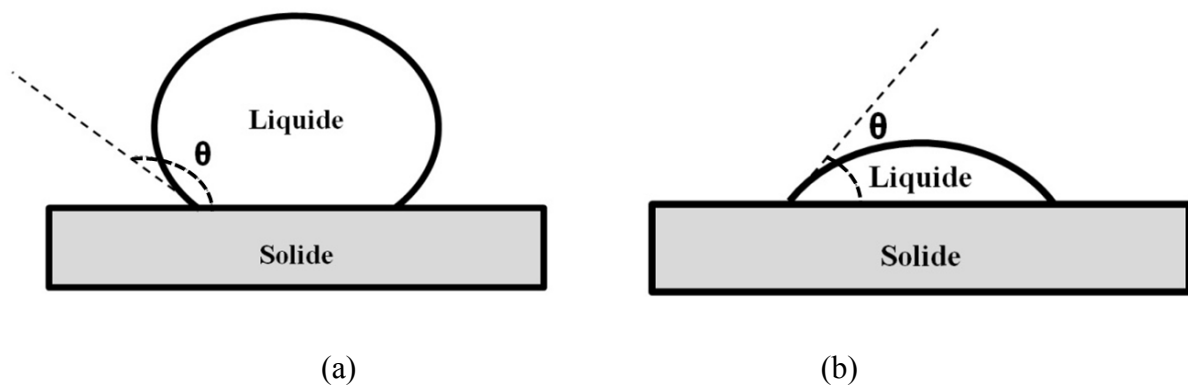


Fig. I-1. **Le degré d'étalement** est caractérisé par l'angle de contact,  $\theta$ , mesuré entre tangentes au solide et liquide. (a) Mauvais mouillage :  $\theta > 90^\circ$ , (b) Bon mouillage :  $\theta < 90^\circ$ .

La préparation des surfaces est donc une phase capitale dans le procédé d'assemblage par collage. Elle doit permettre l'élimination des contaminants et des couches superficielles de faible cohésion (composés, entre autres, de faible masse moléculaire ayant migré à la surface, oxydes fragiles, résidus de corrosion...) [47]. Cette opération maîtrisée, elle doit également

permettre de créer un état de surface reproductible. L'application de l'adhésif doit avoir lieu peu de temps après le nettoyage afin d'éviter la recontamination de la surface. Le temps avant enduction et accostage des pièces est un paramètre potentiellement important qu'il convient également de maîtriser. Il existe de nombreuses méthodes de traitement et préparation de surfaces qui diffèrent par leur nature (traitement physico-chimique et mécanique) et leur fonction et que nous résumons ci dessous.

### **3.2.1.1. Les traitements mécaniques**

Les traitements de surface mécanique ont pour fonction l'élimination des couches de faibles cohésions (cf. décapage) et l'augmentation de la rugosité des surfaces (cf. augmentation des surfaces effectives). Différentes techniques peuvent être utilisées : celles employées dans le cadre de ce travail sont : le ponçage avec des toiles/papiers abrasifs, le sablage et le grenailage. Après traitement, un nettoyage/dégraissage des pièces est nécessaire pour supprimer les résidus de particules abrasives mais aussi les graisses présentes dans l'atelier ou dans les conduites d'air comprimé qui peuvent être déposées lors de ces opérations.

### **3.2.1.2. Les traitements chimiques**

Des traitements plus élaborés permettent de modifier la topographie de la surface mais surtout la nature des espèces chimiques en surface, offrant une meilleure affinité avec l'adhésif. Les traitements chimiques ont trois fonctions essentielles : le dégraissage/nettoyage, le décapage et la conversion.

#### **(a) Le décapage [48]**

Cette opération a pour objectif l'élimination des composés indésirables intimement liés à la surface, tels que les oxydes, les peintures, vernis, revêtements métalliques ... On utilise plus généralement les procédés de décapages mécaniques en présence de pièces de géométrie simple car ils sont plus rapides et plus sélectifs. En présence de pièces de forme complexe, les procédés chimiques restent incontournables. Ainsi, dans le cas des métaux où les oxydes et les hydroxydes polluent couramment la surface des pièces, le décapage chimique permet de dissoudre et/ou de rompre ces éléments indésirables, mettant à nu la surface de la pièce. Les décapants utilisés sont composés le plus souvent d'acides ou de bases, enrichis de composés qui optimisent leur action. Le décapage peut se faire par aspersion ou par immersion. A nouveau, le rinçage des pièces après décapage est une phase critique car la présence de tout résidu peut dégrader la qualité du collage.



Pour les matières plastiques, le décapage chimique est peu utilisé et on préfère le plus souvent recourir aux traitements physiques (sablage, ponçage,...).

(b) Le dégraissage/nettoyage

Le dégraissage est préalable à toute opération de traitement de surface. Il permet d'éliminer les matières grasses mais également les poussières ou tout autre contaminant constituant une couche intermédiaire de faible cohésion [47]. Il existe deux grandes familles de dégraissage chimique [49]:

- Le dégraissage solvant : qui consiste à solubiliser les corps gras sans modification du corps dissout ou du solvant lui-même. Les solvants utilisés sont les solvants oxygénés (peu utilisés mais présentant des avantages environnementaux), les solvants hydrocarbonés, les solvants chlorés (efficace, ininflammable, mais avec un impact sur l'environnement), et les solvants fluorés (gamme et propriétés larges).
- Le dégraissage alcalin : qui en phase aqueuse repose sur la combinaison de deux actions principale : la saponification des matières grasses et la mise en émulsion des corps gras et particules solides restantes. Les pièces à dégraisser sont plongées dans un bain comportant la « lessive » appropriée, composée de 60 à 90 % de matière minérale et de 10 à 40 % de matière organique. Le rinçage qui suit un dégraissage alcalin est une opération capitale car il permet d'éliminer les tensioactifs qui compromettent l'adhésion.

(c) Les conversions

Enfin, avant encollage, il faut parfois recourir à une opération de conversion, qui consiste à créer de nouvelles espèces chimiques à la surface du substrat, soit par modification superficielle du matériau, soit en déposant une couche fonctionnelle. Les conversions chimiques s'appliquent principalement aux métaux, les plus utilisées étant la phosphatation, la chromatisation, l'anodisation, la métallisation et le dépôt de primaires. Cette couche doit avoir une bonne affinité à la fois avec le substrat et avec l'adhésif. Ces traitements de conversion permettent également de protéger les substrats métalliques de la corrosion et ainsi de stabiliser les systèmes soumis à des environnements physiques et chimiques agressifs. Enfin, ces traitements modifient la topographie de la surface, et la structure de ces dépôts est généralement optimisée de façon à améliorer l'accroche de l'adhésif par augmentation de la surface effective et création de points d'ancrage mécanique.

Parmi les opérations de conversion, l'anodisation est un procédé fréquemment employé sur les alliages d'aluminium et de titane. Elle consiste à produire de façon contrôlée une couche d'oxyde à la surface des substrats, ces oxydes « artificiels », mieux structurés possédant de meilleures propriétés d'« accroche » que les oxydes naturels. L'anodisation est en particulier très utilisée dans l'industrie aérospatiale [50-53]. Sur alliage aluminium, les couches d'oxydes sont formées par anodisation avec l'acide chromique (CAA) ou acide phosphorique (PAA) et fournissent une excellente base pour le collage comparées à des couches d'oxydes plus minces formées par d'autres traitements [51,54]. Ces oxydes fournissent également une protection naturelle contre la corrosion des substrats. La structure de la couche anodisée présente souvent une porosité ouverte, ce qui permet aux primaires d'adhésion de faible viscosité de combler les pores pour produire un " micro-composite" [55-58] présentant une forte affinité avec l'adhésif comparé à la seule surface du substrat non conditionnée [54,59].

L'anodisation par acide chromique, combiné avec une attaque chimique de bichromate de potassium / acide sulfurique forme un film très résistant qui contient du Cr (VI) et Cr (III) [59]. Les normes environnementales actuelles proscrivent l'usage du chrome hexavalent (Cr VI), très toxique et cancérigène, ce qui impose aux industriels de trouver des procédés de remplacement à l'anodisation à l'acide chromique donnant lieu à des travaux de recherche [59,60]. En Europe, le procédé d'anodisation à l'acide borique [55] a été mis en avant tandis qu'au Etats-Unis, on lui préfère l'anodisation à l'acide phosphorique (traitement PAA) proposé par Boeing, qui produit une couche d'oxyde électrochimiquement stable comparée à la surface de métal nue. Les procédés d'anodisation font l'objet d'une norme ASTM D3933-98(2010) [61], qui constitue un guide pour la préparation des surfaces d'aluminium en vue de la réalisation d'un assemblage collé structural. Les éprouvettes utilisées dans ce travail sont préparées en respectant les protocoles de cette norme qui seront détaillés par la suite (voir Fig. I-2).

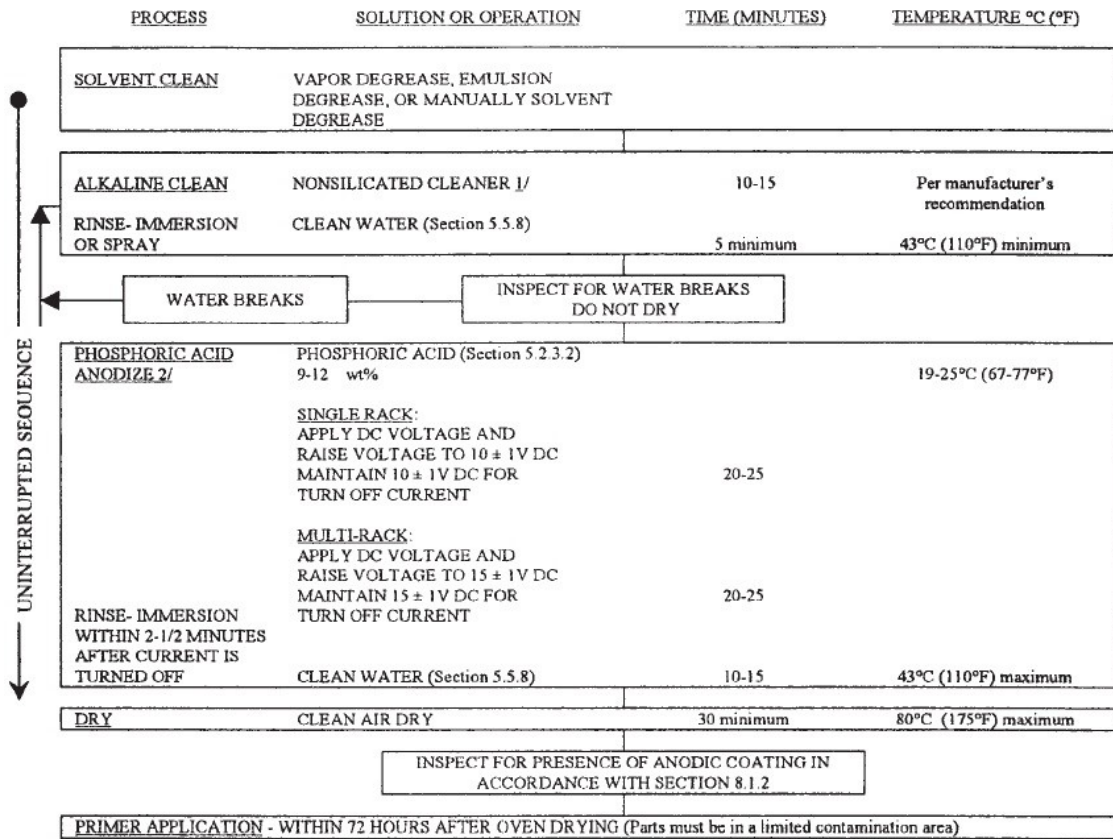


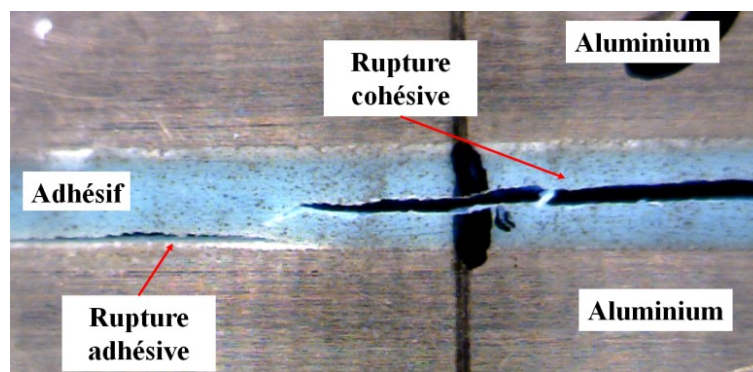
Fig. I-2. Schéma du procédé de traitement de surface employé.

Enfin, on trouve également des traitements dites « **traitements énergétiques** » utilisés pour les matières plastiques. Ainsi, la fluoration, les traitements par plasma froid, le flammage et les traitements laser contribuent à augmenter les énergies superficielles des polymères et améliorent leur aptitude au collage.

### 3.3. Types de rupture

L'origine et la nature de l'endommagement d'un joint collé sont contrôlées par de nombreux facteurs autres que les conditions de chargement. Parmi les facteurs les plus importants citons le type d'adhésif, le cycle de réticulation, l'environnement physique et chimique et la préparation de surface. Le type (faciès) de rupture d'un joint collé est un facteur important dans l'analyse, car il nous informe de la partie la plus faible dans la structure et permet au concepteur d'optimiser la conception. On considère généralement trois principaux modes de rupture pour un joint collé:

- Rupture cohésive dans l'adhésif : lorsque la rupture se produit dans le joint collé indiquant que la résistance en volume de l'adhésif est inférieure à celle de l'interface adhésif/substrat (Fig. I-3a).
- Rupture adhésive : lorsque la rupture se produit à l'interface entre le substrat et l'adhésif, indiquant une mauvaise préparation de la surface, une mauvaise affinité adhésif/substrat ou éventuellement un vieillissement du système (Fig. I-3a).
- Rupture cohésive dans le substrat : lorsque la rupture se produit dans le substrat, en particulier lorsqu'il s'agit d'un matériau composite, ce qui indique que la résistance interlaminaire du composite est inférieure à celle de l'adhésif et l'interface (Fig. I-3b)

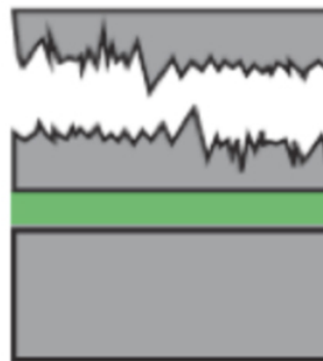


(a)

**Rupture du  
Substrat**

**Adhésif**

**Substrat**



(b)

Fig. I-3. Principaux types de rupture pour un joint collé (a) rupture adhésive et cohésive (b) rupture du substrat.

Lorsqu'une rupture adhésive est observée, on considère généralement que le collage n'est pas maîtrisé, indépendamment de la charge nécessaire. Bien que des résistances mécaniques élevées soient pourtant souvent observées, ce seul fait est motif de non qualification du procédé. Lorsqu'une rupture cohésive est obtenue, on considère que la résistance de la liaison est pilotée par le comportement de l'adhésif, supposé reproductible et donc signe de fiabilité.

## **4. Caractérisation des assemblages collés : mécanique de la rupture ou de l'endommagement**

Dans cette section, nous décrivons les méthodes employées pour caractériser le comportement mécanique des assemblages collés et, en particulier, leur résistance. Nous discuterons en premier lieu des deux familles d'essais et de critères employés reposant soit sur la théorie de l'endommagement (approche en contrainte) ou sur la mécanique de la rupture (approche en énergie). Enfin, nous reviendrons sur les essais utilisés le plus classiquement pour évaluer la ténacité ou les énergies de rupture des liaisons et dresserons un bilan des protocoles d'analyse de ces essais dont nous pointerons les lacunes.

Pour étudier la tenue en service, décrire la ruine de l'assemblage collé et proposer aux bureaux d'études un outil de calcul simple et fiable pour dimensionner les liaisons collées, il existe dans la littérature deux grands types d'approches :

- Les essais mécaniques qui étudient la fissuration, en provoquant une fissure qui sollicitera une zone particulière de l'assemblage collé. La tenue mécanique est alors principalement caractérisée par une variation de la longueur ou de la vitesse de propagation de la fissure au cours du temps et est reliée à une énergie de rupture.
- les essais mécaniques qui sollicitent la structure dans son ensemble, jusqu'à la rupture. Alors, il est possible de caractériser différents phénomènes comme l'endommagement, la plasticité...

### **4.1. La mécanique de l'endommagement**

Contrairement à l'étude de la fissuration qui s'appuie sur des critères énergétiques globaux pour décrire la propagation de la fissure existante, la mécanique de l'endommagement intervient au niveau des matériaux afin de déceler l'amorçage et le développement de zones endommagées.

Un endommagement est provoqué par l'état de contrainte local et il s'amorce généralement soit à partir de défauts résultant de la mise en œuvre (hétérogénéités, micro fissures, micro vides...) soit d'une mauvaise conception (concentration de contrainte dans les singularités géométriques).

Selon le type de chargement appliqué à un joint collé, les deux principaux modes de déformation qui dominent la réponse de la couche adhésive sont la déformation de pelage et la déformation en cisaillement (Fig. I-4). (La traction directe est évitée autant que possible.)

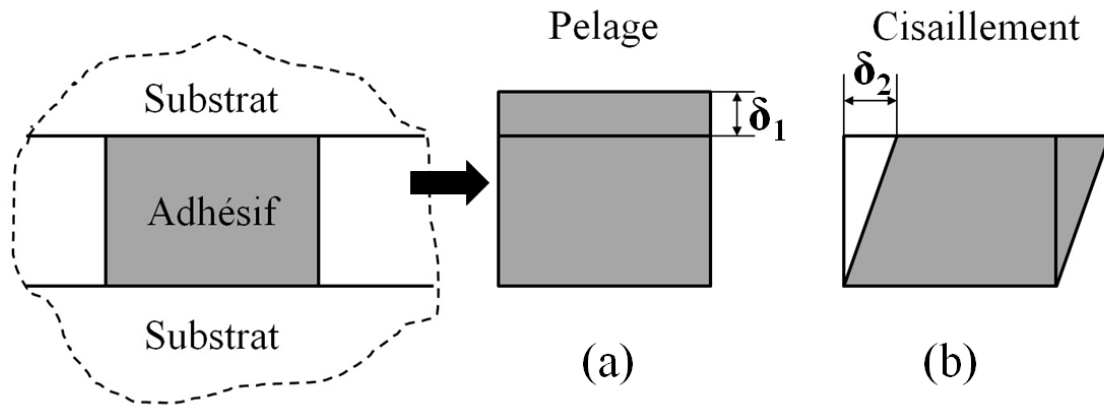


Fig. I-4. Les deux principaux modes de déformation d'une couche d'adhésif (a) pelage (b) cisaillement.

Plusieurs tests mécaniques permettent de solliciter une structure jusqu'à rupture. En effet, l'adhésif *in situ* se trouve dans un état de contrainte différent d'un film libre et par conséquent le type de déformation produit diffère. L'essai le plus populaire reste à ce jour l'essai de traction/cisaillement sur éprouvette simple recouvrement. Le test de cisaillement plan, simple recouvrement, Fig. I-5, est un test simple et rapide, très utilisé dans l'industrie. Cependant, il provoque des déformations importantes du substrat (effort de flexion important) et rend complexe l'analyse mécanique du fait de l'hétérogénéité des contraintes dans le film adhésif. Les concentrations de contrainte de cisaillement sont très importantes sur les bords de joints ; pour limiter ces effets, les bords des joints sont souvent biseautés ou conçus avec des débordements à 45° [62,63]. Ce test reste très technologique mais ne permet cependant pas de reproduire l'ensemble des sollicitations qui sont observées en service au sein d'un film adhésif.

Récemment, des essais Arcan [8] sur liaison collées ont été mis au point. Ceux-ci permettent d'appliquer un chargement homogènes de traction, de cisaillement ou mixte afin d'évaluer de façon plus rigoureuse les lois de comportement d'un film de colle.

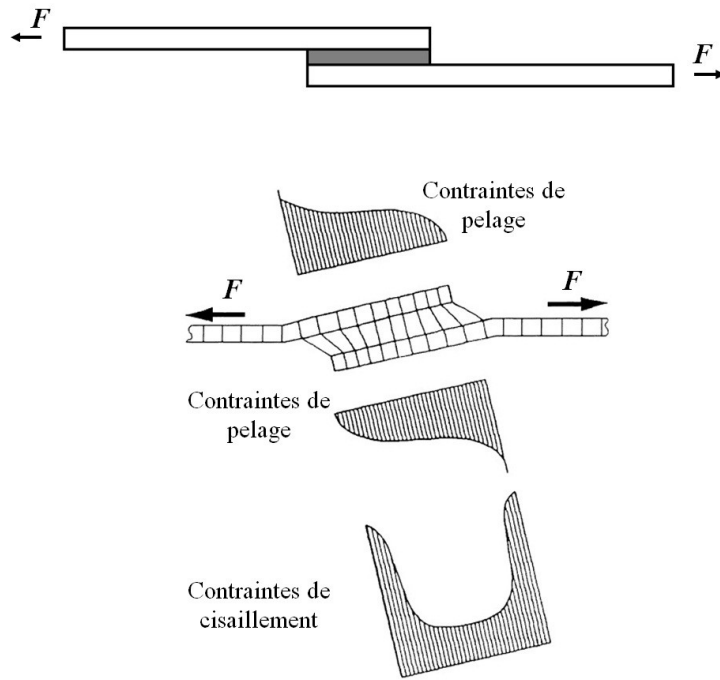


Fig. I-5. Epreuve de cisaillement à simple recouvrement et les contraintes générées dans le joint de colle [7].

L'essai Arcan, Fig. I-6, est un test souvent employé pour étudier l'assemblage collé soumis à des sollicitations mixtes. Le montage est généralement constitué de deux demi-disques en acier, réunis par une éprouvette collée parallélépipédique. Les disques sont percés de trous qui permettent d'orienter le plan de joint par rapport à la direction de sollicitation. On obtient ainsi une sollicitation mixte de tension / cisaillement.

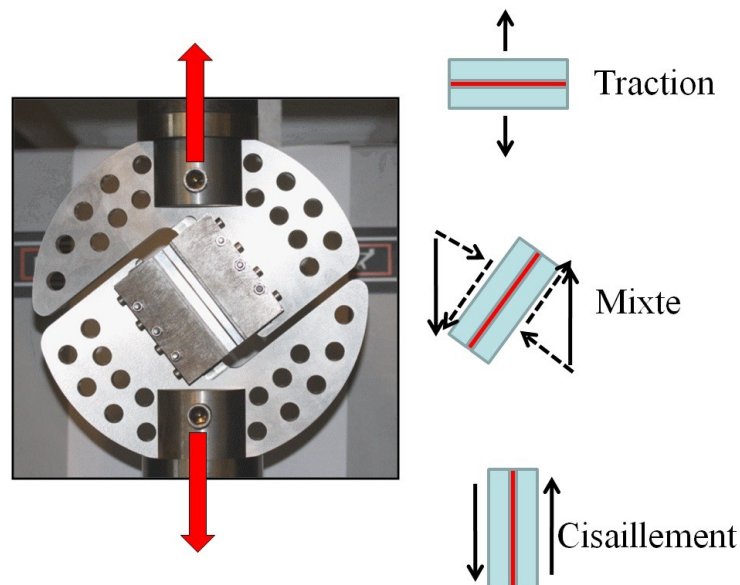


Fig. I-6. Montage Arcan [8].

Ce dispositif a été mis en œuvre récemment dans le cadre de la thèse de G. Bresson [8] sur l'adhésif EA9394, objet de notre étude. Une forte sensibilité aux défauts d'alignement a été observée, ce qui rend difficile la maîtrise de cet essai en présence d'adhésifs rigides et utilisés en couche de faible épaisseur. En outre, la rupture de l'éprouvette dans cet essai est souvent contrôlée par la présence de pics et de singularités de contrainte en bord de joint. Pour résoudre ce problème, un travail important d'optimisation de la géométrie des éprouvettes d'essai a été mené par Davies et al. [9] Cognard et al. [10] et Bresson et al. [8], qui permet une meilleure fiabilité de l'essai. L'inconvénient principal de cet essai reste l'utilisation nécessaire de substrats massifs, la mise en œuvre difficile sur des éléments minces (plaque métalliques ou composites) qui sont fréquents dans le domaine aérospatial nécessitant des adaptations délicates.

Ces tests de résistance mécanique qui reposent sur un critère « en contrainte » de rupture restent intéressants pour mesurer le comportement de l'adhésif mais également pour mettre en évidence les paramètres géométriques et « structure » qui jouent sur la résistance mécanique d'une liaison collée. Ainsi, quel que soit le test considéré, on apportera une attention particulière à :

- la géométrie des bords d'assemblages,
- le seuil de plasticité du substrat par rapport à celui de l'adhésif,
- l'épaisseur du joint adhésif.

#### **4.2. Approche mécanique de la rupture**

Au sein d'une liaison collée se développent souvent des singularités de contraintes d'où s'amorcent des fissures. La résistance de l'assemblage est donc également conditionnée par la propagation des fissures sous chargement mécanique que l'on peut étudier en utilisant le formalisme classique développé dans le cadre de la mécanique de la rupture. On distingue classiquement trois modes de sollicitation (cf. Fig. I-7) qui peuvent être combinés (modes mixtes).

- Mode I (mode d'ouverture): Le mode I correspond à un déplacement opposé des lèvres. Ce mode est associé à la contrainte de tension perpendiculaire au plan de la fissure.
- Mode II (mode de glissement droit): Le mode II est provoqué par le cisaillement dans le plan de la fissure. Le déplacement relatif des lèvres est perpendiculaire au front de la fissure.



- Mode III (mode de glissement vis): Le mode III est causé par le cisaillement anti-plan. Le déplacement relatif des lèvres est parallèle au front de la fissure.

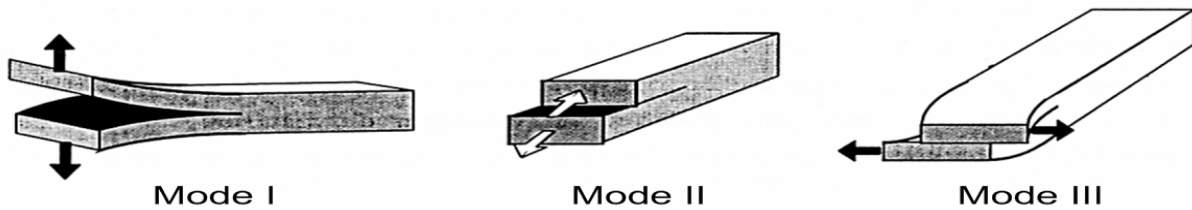


Fig. I-70. Les 3 modes de rupture.

A l'échelle de l'adhésif, ces différents modes de chargement sollicitent le film adhésif et, en pratique, le joint collé est soumis à une combinaison de ces modes élémentaires jusqu'à sa rupture.

De nombreux travaux, tant expérimentaux que théoriques, dans le domaine du collage portent sur l'analyse de la fissuration dans les assemblages collés. Essentiellement deux approches sont employées, celles issues de la mécanique de la rupture et celles plus récentes qui mettent en œuvre des modèles d'interface type zone cohésive.

Il existe trois approches différentes basées sur les travaux d'Irwin [64] Griffith [65] et Williams [66] :

- L'approche en contraintes (approche locale) : elle estime que la contrainte en pointe de fissure est fonction d'un facteur d'intensité de contrainte  $K$ , dépendant du chargement et de la géométrie du matériau. La fissure s'étend lorsque  $K$  dépasse une valeur critique  $K_c$  (critère d'Irwin 1957) [64],
- L'approche énergétique (approche globale) : elle s'appuie sur la minimisation de l'énergie libérée lors de l'avancée de la fissure et dépend de l'évolution d'un taux de restitution d'énergie  $G$ . La propagation de la fissure est évaluée en utilisant le critère de Griffith : il y a propagation lorsque le taux de restitution d'énergie est supérieur à l'énergie totale nécessaire pour l'avancée de la fissure, c'est à dire lorsque le taux de restitution d'énergie  $G$  devient supérieur à un taux critique  $G_c$ , caractérisé comme la somme des énergies de surface et des énergies dissipées pendant la fissuration (plasticité, frottement, etc.).
- Intégrales de contour (approche globale): La singularité du champ des contraintes au voisinage de la pointe d'une fissure peut également être étudiée grâce à certaines intégrales de contour déduites de la loi de conservation de l'énergie (Eshelby [67]).

Ces intégrales ont la particularité d'être équivalentes au taux de restitution d'énergie, et d'être indépendantes du contour d'intégration choisi. Parmi les plus connues, on peut citer l'intégrale  $J$  de Rice [68] qui permet d'exprimer des critères de rupture en présence de comportements non-linéaires.

Les problèmes de fissuration peuvent être traités en utilisant les modèles de zone cohésive introduits à l'origine par Barenblatt [69] et Dugdale [70]. On suppose ici que les forces de cohésion s'appliquent sur une zone restreinte en tête de fissure. Le CZM établit une relation entre la contrainte appliquée et la déformation et permet de prévoir les conditions d'amorçage et de propagation des fissures. Le CZM est largement utilisé, actuellement, puisqu'elle permet d'analyser la rupture des différents matériaux, avec des géométries et des conditions de chargement différentes comme les joints collés [71,72] ou les ruptures intralaminaires et interlaminaires des matériaux composites. Des études montrent que la forme de la loi du CZM joue un rôle important dans la prédiction de la résistance à la rupture du matériau. Williams et al. [73,74], Nairn [75], et Alfano [76] ont introduit diverses formes simplifiées d'évolutions contrainte-déformation, des lois élastique linéaire, rigide plastique ou contrainte constante, des formes triangulaires ou bilinéaires, trapézoïdales et cubiques.

Ces modèles de zone cohésive et d'interface peuvent aussi être utilisés pour étudier les phénomènes de fissuration assistés par l'environnement, les phénomènes de diffusion le long des interfaces et les réactions physico-chimiques au sein du joint adhésif pouvant être introduits dans la modélisation [77].

### 4.3. Choix de l'approche

Pour évaluer la résistance mécanique des liaisons collées, nous préférons les approches reposant sur la mécanique de la rupture pour des raisons suivantes. En effet, les flux d'effort au sein d'un assemblage sont généralement complexes car très hétérogènes et multiaxiaux, de sorte que parvenir à déterminer des lois de comportement et critère de rupture d'adhésif semble particulièrement ardu. En outre, des singularités de contrainte qui sont liées à la présence de singularités géométriques sont presque systématiquement observées sur ces structures où s'amorcent des fissures qui souvent sont à l'origine de la rupture de la liaison. Les critères d'amorçage de fissure au droit de telles singularités restent mal maîtrisés et il est finalement plus commode dans une approche « tolérance aux dommages » de dimensionner de façon conservative, en supposant que la couche d'adhésif est « pré-fissurée ».

#### 4.4. Mesure de la ténacité des liaisons collées

Les liaisons collées se prêtent particulièrement bien au développement de tests de fissuration où l'analyse repose sur un bilan énergétique et des mesures et calculs de complaisance, tels que proposés par Griffith [65]. Un premier test, appelé Double Cantilever Beam (DCB) a été proposé dès les années 60 par Ripling et Mostovoy [81], qui fait office encore aujourd'hui de référence en la matière pour étudier la rupture de joints collés sollicité en mode I. La même géométrie d'éprouvette peut être utilisée pour étudier la rupture en mode II ou mixte I / II [79,80] en changeant simplement les conditions de sollicitation. Les substrats encollés étant généralement élancés, on peut les modéliser comme des poutres ce qui permet de disposer de relations analytiques pour exploiter de façon simple les résultats d'essai. Ayant adopté par la suite ce même type de géométrie d'éprouvette d'essai, nous rappelons ici les principes généraux concernant la modélisation de ces tests mécaniques, ainsi que les méthodes d'analyses des résultats expérimentaux qui ont principalement pour objet de déterminer la ténacité du système.

##### 4.4.1. Essai en Mode I – essai DCB

La sollicitation de type mode I (ouverture) est souvent considérée comme la plus critique car elle nécessite moins d'énergie pour déclencher une rupture [11]. L'essai le plus employé pour déterminer la ténacité d'un collage sollicité en mode I est l'essai DCB (Double Cantilever Beam) [81-83]. Dans la configuration la plus simple, l'échantillon est constitué de deux substrats/lames de même nature (mêmes matériau et géométrie) et assemblés par un adhésif (cf. Fig. I-8). Les lames sont séparées en appliquant un chargement symétrique par rapport au plan de joint, comme l'illustre la Fig. I-8 où deux forces opposées sont appliquées aux extrémités de chaque substrat, perpendiculairement au plan de joint.

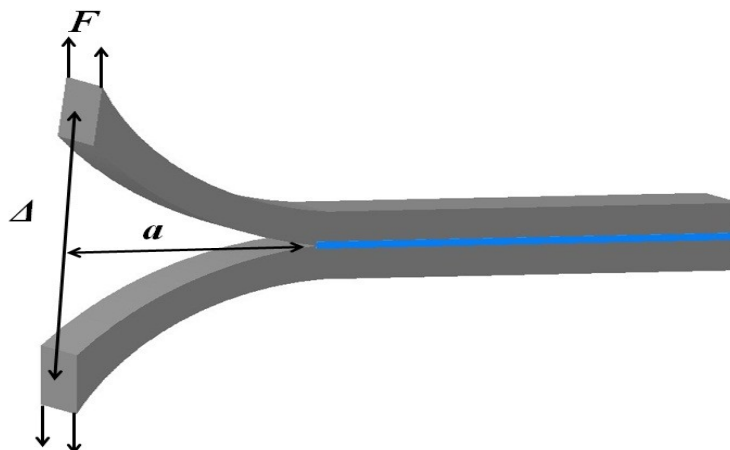


Fig. I-8. Essai Double Cantilever Beam (DCB).

Ces essais de mécanique de la rupture ont pour objet de mesurer le taux de restitution d'énergie ou « énergie de rupture » sur la base d'un bilan énergétique, tel que proposé par Griffith. Ces éprouvettes flexibles fournissent l'énergie nécessaire à la propagation en restituant de l'énergie potentielle élastique emmagasinée dans les substrats déformés élastiquement. Ainsi, l'analyse de ces essais est facilitée lorsque l'on dispose de solution théorique permettant d'évaluer la complaisance de la structure. En effet, selon la relation proposée par Irwin et Kies [84], le taux de restitution d'énergie,  $G$ , est relié à la complaisance de la structure,  $C$  (déplacement/force appliquée), par la relation :

$$G = \frac{F^2}{2b} \frac{\partial C}{\partial a} \quad (\text{I-1})$$

où  $F$  est la force instantanée appliquée,  $b$  la largeur de l'éprouvette et  $a$  la longueur de la fissure. La valeur critique du taux de restitution d'énergie pour laquelle la fissure se propage est associée à la valeur maximale,  $F_{max}$ , relevée au cours de l'essai. La difficulté réside ensuite dans l'évaluation théorique ou expérimentale de  $\partial C / \partial a$  pour laquelle de nombreuses méthodes ont été proposées [84-87]. Nous rappelons ici trois des méthodes les plus couramment utilisées et qui nécessitent dans tous les cas une évaluation de la longueur géométrique de la fissure. Les corrections et méthodologies introduites visent à mieux tenir compte, dans l'analyse des données expérimentales, de l'influence de la complaisance de l'interface [88,89] ou des caractéristiques spécifiques des substrats, mais aussi de différents artefacts expérimentaux.

Pour tenir compte de la complaisance de l'interface sur la déformation globale de l'éprouvette on peut modéliser cette dernière comme une poutre sur appuis élastiques [90-93], aussi appelés « fondation élastique ». Cette contribution peut être traduite par une correction géométrique sur la longueur de la fissure. Des modèles plus évolués ont été proposés pour prendre en compte la non-linéarité du comportement de l'adhésif et donc de l'interface. Cette non-linéarité est liée à la déformation plastique ou à l'endommagement [94, 95], par exemple. Cependant, à ce jour les analyses théoriques proposées restent très macroscopiques, mais surtout très théoriques, dans le sens où aucun travail expérimental n'étaye les hypothèses qui permettent d'établir ces corrections.

#### 4.4.1.1. Modèles poutre des éprouvettes de fissuration

Classiquement, les éprouvettes de fissuration sont constituées de deux substrats minces et élancés pour lesquels les modèles poutres sont particulièrement adaptées. Ainsi dans le cas

des essais DCB, l'analyse la plus simple considère que chaque substrat est une poutre en flexion simple, c'est-à-dire encastrée au droit du front de fissure et soumise à un effort à l'autre extrémité (Fig. I-9).

Cette méthode ne tient pas compte de la souplesse de la couche adhésive. Elle ne tient pas compte non plus de la rotation du substrat due à la flexibilité de l'adhésif et au cisaillement des substrats.

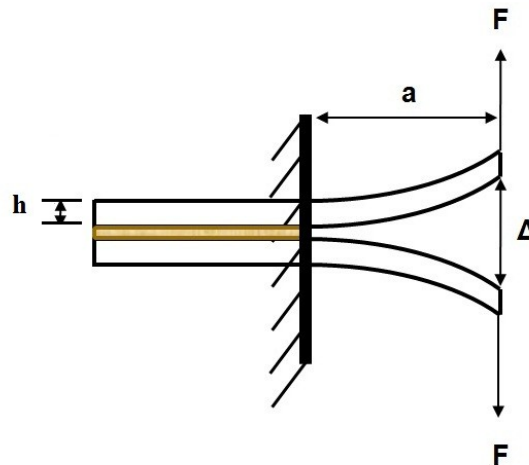


Fig. I-9. Configuration de l'essai DCB selon les hypothèses de la théorie des poutres simple.

En présence de substrats minces, la théorie classique d'Euler-Bernoulli peut être appliquée. En présence de pièces plus épaisses mais également lorsqu'on s'intéresse à des pièces composites (collage ou délaminage), il faut recourir à des modèles de poutre plus complexes. Pour tenir compte de la déformation de cisaillement, Timoshenko [96, 97] introduit une variable supplémentaire cinématique,  $\varphi$ , la rotation angulaire de la section transversale à mi-surface.

La théorie des poutres d'Euler-Bernoulli considère qu'une section droite reste perpendiculaire à la ligne neutre dans l'état déformé. En pratique, en présence de sections épaisses, cette hypothèse doit être modifiée et l'effet du cisaillement transverse doit être pris en compte. En première approximation, ceci revient selon la théorie de Timoshenko à introduire un paramètre cinématique supplémentaire en découplant la rotation,  $\varphi$ , de la section de la déflexion. Ces paramètres sont liés à l'effort tranchant selon la relation :

$$T = kGS \left[ \frac{dv}{dx} - \varphi \right] \quad (I-2)$$

$k$  est le facteur de correction de section réduite, dont Cowper a proposé une définition exhaustive [98]. Il a également proposé des relations explicites pour calculer  $k$  dans le cas de

milieux isotropes pour des poutres de section pleine ou à paroi mince. Ainsi, pour les poutres homogènes et isotropes, il a constaté que  $k$  ne dépend que de la géométrie et du coefficient de Poisson,  $\nu$ . Pour une section rectangulaire pleine, on trouve :

$$k = \frac{10(1 + \nu)}{12 + 11\nu} \quad (\text{I-3})$$

On observe que  $k$  tend vers  $5/6$  lorsque  $\nu$  tend vers zéro.

Ainsi, en modélisant les substrats par des poutres de Timoshenko, plutôt que des poutres d'Euler-Bernoulli, on obtient l'expression suivante de la complaisance :

$$C = \frac{2a^3}{3EI} + \frac{h^3(1 + \nu)a}{2EI} \quad (\text{I-4})$$

où  $h$  est l'épaisseur du substrat et où le moment quadratique de la poutre supposée à section rectangulaire vaut  $I=bh^3/12$ .  $E$  et  $\nu$  désignent respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau, supposé isotrope. Cette expression se décompose en deux termes, le premier correspond à la complaisance d'une poutre de Euler-Bernoulli, le second correspond à une souplesse supplémentaire engendrée par le cisaillement transverse. Selon l'expression (I-1), en supposant de façon classique que le coefficient de Poisson vaut  $1/3$ , on trouve l'expression suivante du taux de restitution d'énergie :

$$G_{c,EB}(F, a) = \frac{12F^2 a^2}{Eb^2 h^3} \quad G_{c,T}(F, a) = \frac{4F^2}{Eb^2} \left[ \frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h} \right] \quad (\text{I-5}) \quad (\text{a,b})$$

Ceci montre que, lorsque le film d'adhésif est supposé infiniment rigide, la contribution du cisaillement transverse n'est sensible que lorsque l'épaisseur du substrat est proche de la longueur de la fissure.

Par l'utilisation de l'équation (I-4) trois expressions alternatives à l'équation (I-5a) peuvent être obtenues [99]:

$$G_{c,EB}(F, a, \Delta) = \frac{3F\Delta}{2ba} \quad G_{c,EB}(F, \Delta) = \frac{F^2}{Eib} \left( \frac{3EI\Delta}{2F} \right)^{2/3} \quad G_{c,EB}(a, \Delta) = \frac{9EI\Delta^2}{4ba^4} \quad (\text{I-6}) \quad (\text{a,b,c})$$

Les équations. (I-5a,b) et (I-6a,c) ont une sensibilité variable à la précision de la mesure de la longueur de fissure. L'équation (I-6b) est indépendante de la longueur de la fissure mais a besoin d'une mesure du déplacement du point d'application de la force.

Des normes ASTM D3433 [12], BS7991 [13] existent en vue de la définition de protocoles à suivre pour conduire et exploiter un essai DCB. Les analyses reposent sur l'utilisation de la relation (I-5b). Par ailleurs, cet essai DCB a été adapté pour étudier la durabilité des liaisons collées. Pour cela, on précontraint l'éprouvette en insérant un coin d'épaisseur  $\Delta$  entre les deux lames de façon à mener un essai de relaxation appelé essai de clivage en coin ou Boeing wedge test (ASTM D3762 [14]). La stabilité du système dans le temps est caractérisée par la vitesse avec laquelle la fissure se propage le long du plan de joint et la position d'arrêt du front de fissure.

#### 4.4.1.2. Modèles poutre des éprouvettes de fissuration avec correction

Du fait de la complaisance de l'interface, la complaisance globale de l'éprouvette de test est plus importante que celle prévue par un modèle poutre encastree libre. En conséquence la fissure « paraît » plus longue qu'elle ne l'est géométriquement. Pour traduire cet effet, on peut accroître « fictivement » la longueur de fissure en ajoutant une correction géométrique  $\chi h$  dans l'équation (I-4) [86]. Ainsi, si on néglige la déformation de cisaillement, l'évolution de la complaisance devient proportionnelle à  $(a + \chi h)^3$ . En extrapolant l'évolution  $C^{1/3}(a)$  en fonction de la longueur de fissure,  $a$ , relevée visuellement, on peut déterminer en extrapolant en  $a = 0$  la valeur de la correction  $\chi h$ . Dans le cas où la déformation de cisaillement ne peut être négligée et lorsque  $a > 2h$ , Tada et al. [100] suggèrent d'adopter pour le paramètre  $\chi h$  la valeur  $h/3$ . En conséquence, les équations (I-6a) et (I-5b) sont remplacés par les équations. (I-7a,b) :

$$G_{c,EBc}(F, a, \Delta) = \frac{3F\Delta}{2b(a + \chi h)} \quad G_{c,Tc}(F, a) = \frac{4F^2}{Eb^2} \left[ \frac{3(a + \chi h)^2}{h^3} + \frac{1}{h} \right] \quad (I-7) \text{ (a,b)}$$

#### 4.4.1.3. Approches empiriques poutre des éprouvettes de fissuration

Plutôt que de recourir à une méthode de correction de longueur de fissure et une expression de la complaisance reposant sur la théorie des poutres, on peut préférer calibrer l'évolution de la complaisance en fonction de la longueur de fissure selon la méthode proposée par Berry [87]. L'équation (I-1) peut-être alors directement appliquée. On suppose généralement que la complaisance suit une loi puissance :

$$C = ka^n \quad (I-8)$$

où  $n$  et  $k$  sont les constantes qui sont déterminées expérimentalement. D'après la relation (I-1)

on trouve :

$$G_{c,B} = \frac{F^2}{2b} k n a^{n-1} \quad (\text{I-9})$$

Enfin, en utilisant l'équation (I-8), on peut substituer le coefficient  $k$  et on trouve l'expression suivante du taux de restitution d'énergie :

$$G_{c,B} = \frac{nF\Delta}{2ba} \quad (\text{I-10})$$

A nouveau, l'exposant  $n$  est obtenu expérimentalement en traçant l'évolution de la complaisance,  $C$ , en fonction de la longueur géométrique de la fissure,  $a$ , en échelle logarithmique,  $n$  correspondant alors à la « pente » de la courbe. Dans le cas où le système se comporte comme le modèle poutre d'Euler-Bernoulli encastree-libre, on trouve théoriquement  $n=3$ .

#### 4.4.2. Essai en Mode II

Les sollicitations en mode I étant souvent jugées les plus dangereuses pour la tenu en service des liaisons collées, elles sont souvent évitées par les concepteurs. Les assemblages collés travaillent donc généralement en cisaillement, ce qui est associé en fissuration à une sollicitation de type mode II [101]. Pour estimer la résistance au cisaillement en termes de contrainte à la rupture, on utilise des essais sur éprouvettes simple recouvrement [15-17]. Ce test très populaire est cependant peu fiable car sensible à de nombreux artefacts et effets matériaux ou structure [102, 103]. Pour les même raisons explicitées précédemment, on préfère aux approches en contrainte un dimensionnement basé sur la mécanique de la rupture, ce qui impose d'utiliser un essai permettant de caractériser la ténacité des assemblages sollicités en mode II. Ceci peut être fait en utilisant la même géométrie d'éprouvette que pour les essais DCB, mais en modifiant le mode de sollicitation. Les tests les plus souvent employés sont:

- L'essai de flexion trois sur éprouvette ENF (End Notched Flexure) [104] (Fig. I-10).
- L'essai de flexion quatre points sur éprouvette ENF (4-ENF) [105].
- L'essai de flexion sur éprouvette encastree/libre : the End Loaded Split (ELS) [106].
- L'essai de flexion sur éprouvette TENF (Tapered End Notched Flexure) [102].



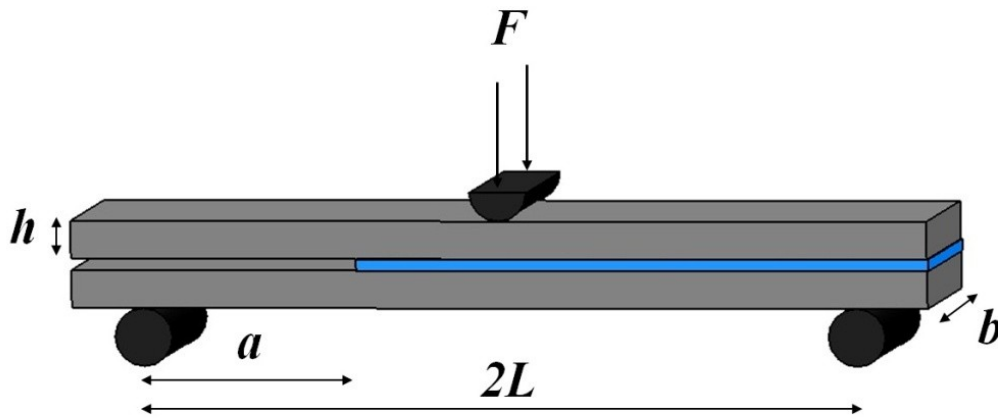


Fig. I-10. Essai End Notched Flexure (ENF).

De par leur simplicité de mise en œuvre mais également du fait de la simplicité de réalisation des éprouvettes d'essai, les essais sur éprouvettes ENF (End Notched Flexure) sont les plus utilisées. Une norme décrivant ces essais est en cours de rédaction par l'ASTM, qui porte en particulier sur la caractérisation de la rupture interlaminaire de stratifiés sollicités en mode II [108,109].

L'essai de flexion 3 points sur éprouvette ENF a été introduit par Barrett et Foschi en 1977 [104] pour étudier la rupture de poutres en bois, sollicitées en cisaillement. Dès 1982 Russell et Street [110] ont proposé une première expression analytique de l'énergie de rupture,  $G_{II}$ , et de la complaisance des éprouvettes de test pour ce type de sollicitation, qui repose à nouveau sur la théorie des poutres. Ce test consiste simplement à solliciter, en flexion trois points, les mêmes éprouvettes que décrites précédemment pour les essais DCB. Si les éprouvettes sont symétriques et que la fissure se propage le long de l'axe neutre du bilame, on obtient une sollicitation pure de mode II [111]. Cependant, lors d'un essai de flexion 3 points, la fissure se propage en direction du point où le moment de flexion est le plus important (point d'appui central), ce qui peut être à l'origine d'une propagation instable de la fissure [112]. Ce problème a été étudié par Carlsson et al. (1986) dans le cas d'une couche d'adhésif supposée rigide. Ils concluent que la fissure se propage de façon stable, à condition que la longueur initiale soit supérieure à une valeur critique,  $a_{0c} \approx 0,35L$ , où  $2L$  est la distance entre appuis extérieurs (cf. Fig. I-10). Cette étude a été reprise dans le cas plus général où l'appui central n'est pas équidistant des deux appuis externes [113].

Comme dans tout essai en mode II, on peut s'interroger sur l'influence du frottement entre les lèvres de la fissure, d'autant qu'ici l'éprouvette est comprimée. Mall et Kochar [108] ont étudié ce problème par simulations utilisant les éléments finis, et concluent que l'effet du frottement est négligeable dès lors que la longueur de la fissure est supérieure à un quart de

celle de l'éprouvette.

Des travaux plus approfondis ont également été consacrées à l'analyse, la modélisation et la conception de l'essai ENF [112,113].

L'exploitation des essais ENF repose sur les mêmes considérations théoriques et méthodologies que pour les essais DCB. Ainsi, on exploite essentiellement la réponse force-déplacement mesurée globalement en cours d'essai. Ces résultats sont analysés en termes de propagation de fissure suivie « visuellement », d'évolution de complaisance et d'énergie de rupture. L'analyse repose sur des expressions simples établies en modélisant les éprouvettes d'essai et en utilisant la théorie des poutres. Des corrections peuvent ensuite être établies et appliquées pour prendre en compte l'effet du cisaillement transverse, de la complaisance de l'interface, du glissement des points d'appui, etc. Plus récemment, des travaux ont été proposés pour prendre en compte des comportements plus complexes au niveau de l'interface dans le calcul de la réponse globale [114-116].

#### 4.4.2.1. Analyse de l'essai ENF

La modélisation la plus simple que l'on puisse adopter consiste à considérer que l'éprouvette se décompose en deux parties [117]. Dans la partie non fissurée, l'éprouvette est assimilée à une poutre d'Euler-Bernoulli d'épaisseur  $2h$ . Dans la partie fissurée, l'éprouvette est assimilée à deux poutres d'Euler-Bernoulli d'épaisseur,  $h$ , et libres de glisser l'une par rapport à l'autre. Ce modèle simple permet d'estimer la complaisance qui dans le cas d'une sollicitation de flexion 3 points vaut :

$$C = \frac{\Delta}{F} = \frac{2L^3 + 3a^3}{8Eb^3h^3} \quad (\text{I-11})$$

tandis que le taux de restitution d'énergie vaut :

$$G_{II} = \frac{F^2}{2b} \frac{\partial C}{\partial a} = \frac{9F^2 a^2}{16Eb^2h^3} \quad (\text{I-12})$$

#### 4.4.2.2. Correction de complaisance

De même que pour l'essai DCB, les comportements prédits par des modèles poutres trop simplistes s'écartent des résultats observés expérimentalement. Ces écarts sont liés à nouveau à la complaisance « supplémentaire » introduite par l'interface qui n'est pas parfaitement rigide, à l'effet du cisaillement transverse dans les substrats, mais également à différents effets

géométriques. L'équation (I-11) est également modifiée pour traduire ces écarts. Ainsi, Williams introduit une correction de longueur de fissure  $\chi h$  [86]:

$$C = \frac{\Delta}{F} = \frac{2L^3 + 3(a + \chi h)^3}{8Ebh^3} \quad (\text{I-13})$$

Pour évaluer la valeur de la correction  $\chi h$ , on peut modéliser l'éprouvette comme deux poutres liées par des ressorts travaillant en traction/compression et en cisaillement (poutre sur appuis élastiques). La correction de longueur de la fissure,  $\chi h$ , est alors fonction des modules d'élasticité des matériaux en présence mais également des épaisseurs (substrats et film adhésif). Dans ce cadre, diverses approximations et méthodes de résolution ont été proposées [61,86,115,118,119-121]. Parmi elles, la solution numérique proposée par Wang et Williams [86,120,121] et Wang et Qiao [119] sont les plus facilement exploitables. Ainsi selon Wang et Williams, on trouve :

$$\chi h = \sqrt{\frac{1}{13k} \left( \frac{E_x}{G_{xy}} \right) \left\{ 3 - 2 \left( \frac{\Gamma}{1 + \Gamma} \right)^2 \right\}} h \quad (\text{I-14})$$

où  $G_{xy}$  est le module de cisaillement du substrat,  $E_x$  son module d'Young,  $k = 0.85$ , et  $\Gamma$  vaut :

$$\Gamma = \frac{\sqrt{E_x E_y}}{k G_{xy}} \quad (\text{I-15})$$

avec  $E_y$  le module d'Young dans la direction transversale.

Wang et Qiao propose une expression plus simple de  $\chi h$  :

$$\chi h = \sqrt{\frac{E_x}{12\alpha G_{xy}}} h \quad (\text{I-16})$$

où  $\alpha$  est un paramètre déterminé expérimentalement ou par simulation. Ainsi, au moyen de calculs éléments finis, Wang et Qiao obtiennent  $\alpha=5$  [119].

Plutôt que d'évaluer théoriquement le coefficient  $\chi h$ , on peut tenter de le mesurer ou de calibrer cette correction. Ainsi, d'après la relation (I-13), on a :

$$\chi h = \sqrt[3]{\frac{8}{3}bh^3C - \frac{2}{3}L^3 - a} \quad (\text{I-17})$$

Ou encore, si on prend en compte l'effet du cisaillement transverse dans les substrats [119] :

$$C = \frac{2L^3 + 3(a^3 + 3\chi ha^2 + 3\chi^2 h^2 a)}{8Eb^3} + \frac{L}{4kG_x bh} \quad (\text{I-18})$$

Lorsque la longueur géométrique de fissure  $a$  est connue,  $\chi h$  est obtenu en résolvant l'équation (I-18) :

$$\chi h = \left( -\frac{D_2}{2D_1} + \frac{\sqrt{D_2^2 - 4D_1 D_3}}{2D_1} \right) h \quad (\text{I-19})$$

avec :

$$D_1 = \frac{9}{8E_x b} \left( \frac{a}{h} \right) \quad (\text{I-20})$$

$$D_2 = \frac{9}{8E_x b} \left( \frac{a}{h} \right)^2 \quad (\text{I-21})$$

$$D_3 = \frac{L}{4kG_{xy} bh} + \frac{L^3}{4E_x bh} + \frac{3}{8E_x h} \left( \frac{a}{h} \right)^3 - C \quad (\text{I-22})$$

Le taux de restitution d'énergie est obtenu en appliquant la correction de longueur de fissure dans la relation (I-12), c'est-à-dire en utilisant la relation :

$$G_{II} = \frac{9F^2(a + \chi h)^2}{16Eb^2h^3} \quad (\text{I-23})$$

#### 4.4.2.3. Complaisance déterminée par la méthode de calibration de la complaisance

De même que la méthode de Berry pour l'essai DCB, on peut évaluer le taux de restitution d'énergie dans un essai ENF en calibrant au préalable l'évolution de la complaisance du système en fonction de la longueur de fissure. Hojo et al. [122] et Davidson et al. [123,124] ont mis en œuvre cette technique. Hojo et al. proposent d'interpoler l'évolution de la complaisance en fonction de la longueur géométrique de fissure au moyen d'un polynôme degré 3 :

$$C = \xi_0 + \xi_1 a^3 \quad (\text{I-24})$$

où  $\xi_0$  et  $\xi_1$  sont déterminés expérimentalement par calibration de la complaisance effectuée indépendamment de l'essai de rupture. Dans ce cas, l'énergie de rupture est donnée par l'expression suivante :

$$G_{II} = \frac{3F^2}{2b} \xi_1 a^2 \quad (\text{I-25})$$

Davidson et al. proposent également d'utiliser une interpolation d'ordre 3 mais en conservant tous les termes :

$$C = C_0 + C_1 a + C_2 a^2 + C_3 a^3 \quad (\text{I-26})$$

où  $C_0$ ,  $C_1$ ,  $C_2$  et  $C_3$  sont déterminés expérimentalement en utilisant une calibration menée indépendamment des essais de rupture. L'énergie de rupture est alors donnée par l'expression suivante :

$$G_{II} = \frac{F^2}{2b} (C_1 + 2C_2 a + 3C_3 a^2) \quad (\text{I-27})$$

#### 4.4.2.4. Complaisance déterminée par la méthode de complaisance combinée

Le calcul de l'énergie de rupture selon la méthode de Williams corrigée nécessite de mesurer la valeur du module d'élasticité des substrats et/ou nécessite d'effectuer une série de mesures de complaisance pour la calibration permettant d'établir l'évolution de  $C(a)$ . Pour éviter ces mesures supplémentaires, on peut employer la méthode de complaisance combinée [125-131] qui ne nécessite que le seul essai de fissuration. Cette technique consiste à mesurer la déformation longitudinale,  $\varepsilon_x$ , sur la face extérieure des substrats en un point fissuré de l'éprouvette ( $a < x < 2L$ ) :

$$\varepsilon_x = \frac{3Fx}{4E_x b h^2} \quad (\text{I-28})$$

La complaisance,  $C_s$ , est alors définie comme suit :

$$C_s = \frac{3x}{4E_x b h^2} \quad (\text{I-29})$$

et relie alors une déformation et la force appliquée et le rapport entre flèche et effort. En

utilisant les équations (I-13), (I-28) et (I-29) on obtient :

$$a + \chi h = \left(2hx \frac{C}{C_s} - \frac{2}{3}L^3\right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{I-30})$$

On élimine  $a + \chi h$  de cette expression en combinant les relations (I-23) et (I-30), afin d'obtenir l'expression suivante de l'énergie de rupture,  $G_{II}$  :

$$G_{II} = \frac{3F^2 C_s}{4bLh} \left(2hx \frac{C}{C_s} - \frac{2}{3}L^3\right)^{\frac{2}{3}} \quad (\text{I-31})$$

Les effets du cisaillement transverse et de la complaisance de l'interface n'apparaissent pas explicitement dans cette expression, mais sont pris en compte implicitement à travers la correction.

#### 4.4.3. Essai en Mode mixte

En pratique, les structures subissent rarement des sollicitations pures, et il convient d'étudier leur comportement lorsqu'elles sont soumises à des efforts combinés. Dans le cas présent, nous nous sommes intéressés aux essais de fissuration en mode mixte I/II, qui correspondent à la configuration la plus fréquemment rencontrée. De nombreux tests de caractérisation ont été proposés à cet effet. Les plus utilisés en mode mixte I/II sont: le Crack Lap Shear [117,132], l'essai DCB asymétrique [132,133], le Single Leg Bend (SLB) [134-136], et la flexion 4 point (Four Point Bend FPB) [137-140]. Aujourd'hui l'essai le plus souvent adopté est le MMB (Mixed Mode Bending) [132, 141,142].

Cet essai, développé par Reeder et Crews (1988) [19,132,143-145] pour étudier le délaminage dans les composites, permet de bien contrôler le rapport entre les deux modes de sollicitation au moyen d'un dispositif spécifique et est désormais normalisé par l'ASTM (2006) [19]. Schématiquement, on peut décrire un essai MMB comme la combinaison d'un DCB (mode I) et d'un essai ENF (mode II) en flexion 3 points (cf. Fig. I-11) [143,146]. Cette combinaison est obtenue au moyen d'un système de bras de levier, dont le choix des paramètres géométriques permet d'ajuster le rapport entre l'intensité des deux modes de sollicitation (Fig. I-11).

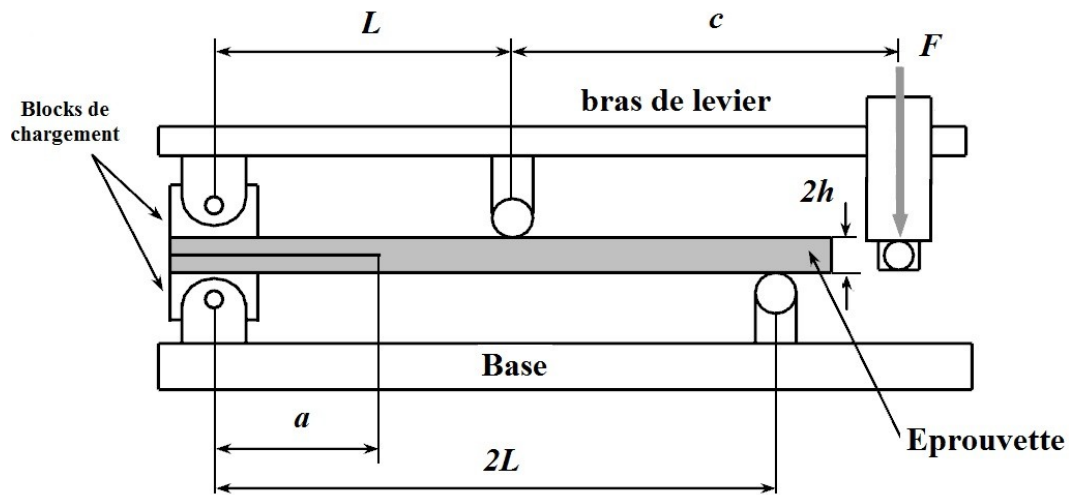


Fig. I-11. Essai Mixed Mode Bending (MMB) [143].

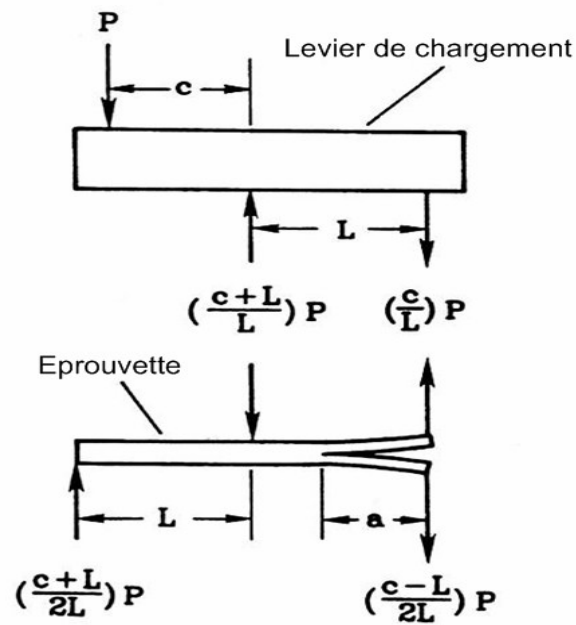


Fig. I-12. Efforts extérieurs appliqués à l'éprouvette MMB [143].

Sur la Fig. I-12 sont montrés les efforts qui sont appliqués sur le bras de chargement, ainsi que sur l'éprouvette. La Fig. I-13 montre la partition du chargement en termes de modes de sollicitations pures, dont les expressions sont données par [132] :

$$F_1 = F \left( \frac{3c - L}{4L} \right) \quad (\text{I-32})$$

$$F_2 = F \left( \frac{c + L}{L} \right) \quad (\text{I-33})$$

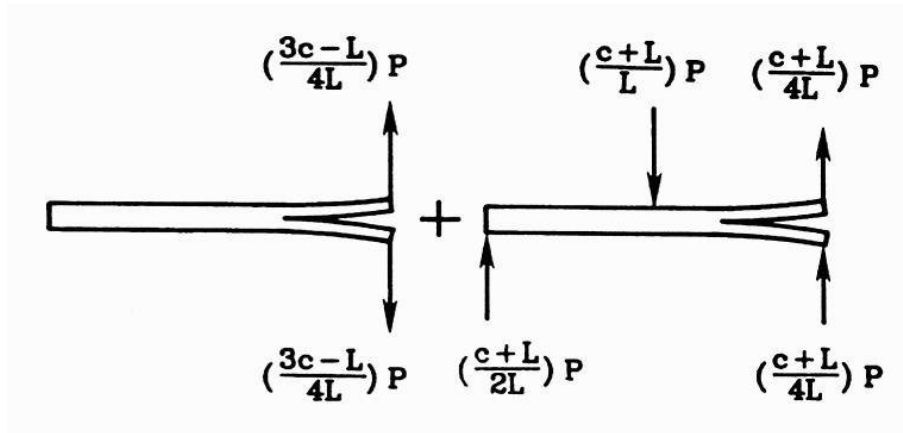


Fig. I-76. Décomposition des efforts extérieurs en modes purs [143].

La rotation du bras de chargement en cours d'essai peut être importante et peut engendrer des effets de non-linéarité géométrique. Ce problème a été résolu en abaissant la position du point d'application du chargement de sorte que les erreurs de non-linéarité sont inférieures à 3% sur le système modifié, si des matériaux rigides sont testés [141].

Comme pour les deux tests présentés précédemment (DCB et ENF), plusieurs méthodes ont été proposées pour traiter les résultats expérimentaux obtenus lors de l'essai MMB. Les plus classiques ne sont généralement qu'une simple transposition de celles déjà développées pour l'analyse des essais DCB et ENF.

En effet, selon la Fig. I-13, la partition des efforts au niveau de l'éprouvette se traduit par les expressions suivantes pour les énergies de rupture en mode I et II [117] :

$$G_I = \frac{12F_I^2 a^2}{Eb^2 h^3} \quad (\text{I-34})$$

$$G_{II} = \frac{9FF_{II}^2 a^2}{16Eb^2 h^3} \quad (\text{I-35})$$

$$\frac{G_I}{G_{II}} = \frac{4}{3} \left[ \frac{3c-L}{c+L} \right]^2 \quad (\text{I-36})$$

où  $3c \geq L$

A nouveau, les différents artefacts expérimentaux et paramètres matériaux sont pris en compte dans l'analyse au moyen d'une correction géométrique de la longueur de fissure. Ainsi, la norme ASTM [143] recommande de calculer les énergies de rupture associées aux modes I et II lors d'un essai MMB en utilisant les expressions proposées par Hashemi et al. [147] et Kinloch et al. [142] :



$$G_I = \frac{12F^2(a + \chi h)^2(3c - L)^2}{16Eb^2h^3L^2} \quad (I-37)$$

$$G_{II} = \frac{9F^2(a + 0.42\chi h)^2(c + L)^2}{16Eb^2h^3L^2} \quad (I-38)$$

où  $\chi h$  désigne la correction géométrique de la longueur de fissure qui peut être évaluée avec l'expression suivante:

$$\chi h = \sqrt{\frac{E_x}{G_{xy}} \left\{ 3 - 2 \left( \frac{\Gamma}{1 + \Gamma} \right)^2 \right\}} h \quad (I-39)$$

Dans cette configuration, on suppose que les énergies de rupture sont additives, le mode III étant négligeable. L'énergie totale restituée s'écrit comme suit :

$$G = G_I + G_{II} = \frac{3F^2(4(a + \chi h)^2(3c - L)^2 + 3(a + 0.42\chi h)^2(c + L)^2)}{16Eb^2h^3L^2} \quad (I-40)$$

$$\frac{G_{II}}{G} = \frac{3(a + 0.42\chi h)^2(c + L)^2}{4(a + \chi h)^2(3c - L)^2 + 3(a + 0.42\chi h)^2(c + L)^2} \quad (I-41)$$

Le rapport  $G_I/G_{II}$  est fixé par le choix de la longueur,  $c$ , correspondant à la distance entre le rouleau central et le point d'application d'effort sur les bars de chargement. Selon la norme ASTM [19], pour un rapport donné,  $G_{II}/G$ , la distance  $c$  vaut en première approximation :

$$c = 8 \frac{\sqrt{3 + 9 \left( \frac{G_{II}}{G} \right) + 3 \left( \frac{G_{II}}{G} \right) \left( 1 - \left( \frac{G_{II}}{G} \right) \right)}}{39 \left( \frac{G_{II}}{G} \right) - 3} L \quad (I-42)$$

Une évaluation plus précise de  $c$  nécessite un calcul itératif en utilisant l'équation (I-41). A défaut on peut utiliser l'équation suivante obtenue par interpolation :

$$c = \left( 0.167 + 0.000137 \left( \frac{a}{\chi h} \right)^2 - 0.108 \sqrt{\ln \left( \frac{a}{\chi h} \right) \left( \frac{G_{II}}{G} \right)^4} \right) L + \left( \frac{-1400 + 0.725 \left( \frac{a}{\chi h} \right)^2 - 141 \ln \left( \frac{a}{\chi h} \right) - 302 \ln \left( \frac{G_{II}}{G} \right)}{219 - 5000 \left( \frac{G_{II}}{G} \right) + 55 \ln \left( \frac{a}{\chi h} \right)} \right) L \quad (I-43)$$

## Cadre de l'étude

Nous avons considéré des difficultés rencontrées lors de la mise en œuvre des essais mécaniques destinés à établir la résistance des joints collés structuraux et leur interprétation. En particulier, cette étude bibliographique a mis en évidence les difficultés suivantes pour parvenir à une utilisation fiable du collage comme solution d'assemblage structural :

- Le choix de l'adhésif et l'effet de microstructures fortement hétérogènes sur la dispersion des résultats obtenus lors de sa caractérisation mécanique,
- Le choix des substrats et l'importance du traitement de surface sur la reproductibilité du procédé de collage et la tenue en service de l'assemblage,
- La conception de l'assemblage,
- Les procédés de mise en œuvre,
- Les conditions de stockage et les problèmes de vieillissement,
- Le choix des essais destructifs et les techniques expérimentales adaptées à la caractérisation des assemblages collés,
- Les moyens d'exploitation des essais de fissuration qui restent globaux et peu fiables et qui ne décrivent pas de façon pertinente l'évolution de l'endommagement et les phénomènes observés en pointe de fissure.

Parmi ces différents points, nous nous sommes concentrés sur les tâches suivantes, qui sont du ressort des mécaniciens et des mécaniciens des matériaux. Considérant que le manque de fiabilité réputé ou réel du procédé collage vient d'une variabilité importante des résultats d'essai, il convient d'étudier l'origine de cette variabilité. Nous étudierons tout d'abord la variabilité intrinsèque de résines chargées, considérées comme des colles structurales, et qui montrent intrinsèquement une forte variabilité de comportement liée à une microstructure très hétérogène. Ce premier travail fait également ressortir l'importance de la maîtrise des essais de caractérisation dans le domaine du collage, à la fois très sensibles au mode de fabrication des échantillons, aux conditions de mise en œuvre des essais, et à l'interprétation souvent discutable.

Nous nous sommes donc consacrés au développement de nouvelles instrumentations et méthodologies d'analyse des essais de fissuration. Ce travail a pour objectif de fiabiliser l'analyse de ces essais et d'améliorer la compréhension des mécanismes de fissuration dans les liaisons collées. Ces connaissances sont fondamentales pour adopter, pour les assemblages

collés, une démarche de tolérance aux dommages qui, seule, est aujourd'hui à même de fiabiliser leur conception. Ces nouveaux outils seront appliqués à l'essai DCB pour la rupture en mode I pur (chapitre III), l'essai ENF pour le mode II pur et l'essai MMB pour le mode mixte I+II (chapitre IV).

Le taux de restitution d'énergie,  $G$ , qui est un paramètre caractéristique utilisé dans les normes nationales et internationales sera utilisé pour déterminer la résistance à la fissuration. Une description des phénomènes observés et l'investigation fine du développement de l'endommagement du matériau en pointe de fissure et des cinétiques de propagation de fissure seront présentées et comparées à un modèle analytique établi, qui permet un calcul plus rigoureux de l'énergie de rupture.



# **Chapitre II**

**Les adhésifs : caractérisation des propriétés physicochimiques**



## Introduction

Dans ce chapitre, nous caractérisons le comportement mécanique et les propriétés statistiques de trois adhésifs structuraux utilisés dans le domaine aérospatial, en effectuant des essais DMA (analyseur mécaniques dynamique) et des essais de traction sur éprouvettes haltères moulées, avec application de la théorie de Weibull aux résultats.

Les effets de la vitesse de sollicitation, de la taille de l'échantillon et des paramètres du procédé sont étudiés. La méthode des plans d'expérience est utilisée dans le but de réduire le nombre d'échantillons à tester et de proposer un modèle prédictif du comportement mécanique de nos adhésifs [148-152].

Les trois adhésifs structuraux étudiés sont : Hysol<sup>®</sup> EA9321, Hysol<sup>®</sup> EA9394 et Hysol<sup>®</sup> EA9395, qui sont des adhésifs à base d'époxydes et renforcés de particules. Ce sont des adhésifs commerciaux qui sont représentatifs des applications industrielles et sont des adhésifs modèles en termes de comportement statistique. Chacun d'eux contient des porosités et des défauts avec des tailles statistiquement distribuées (dépendant fortement du procédé de mise en œuvre). Ces microstructures très hétérogènes, mais naturelles, expliquent la dispersion de la contrainte à rupture et du module de Young mesurés. Une corrélation est faite entre la description de la microstructure et la dispersion du comportement mécanique. La corrélation d'images est utilisée pour mettre en évidence le comportement hétérogène de l'adhésif.

Dans ce chapitre, on liste les sources de variabilité et leur impact sur la tenu en service et les propriétés physico-chimiques.

## 1. Matériaux

Les adhésifs utilisés sont des résines époxydes à base de bisphénol A, avec un durcisseur de triéthylènetétramine. Les fractions massiques de résine par rapport au durcisseur sont 100:50 pour l'Hysol<sup>®</sup>EA9321, et 100:17 pour l'Hysol<sup>®</sup>EA9394 et Hysol<sup>®</sup>EA9395 qui contiennent respectivement des particules d'oxyde d'aluminium, d'aluminium et des charges de silice cristalline.

Des éprouvettes de forme haltère, spécifiée par la norme ISO 527-2, qui vont servir pour la caractérisation du comportement mécanique de l'adhésif, ont été fabriquées en respectant la démarche suivante : après mélange des deux parts de l'adhésif (résine et durcisseur) manuellement avec des spatules métalliques, la pâte adhésif est déposée dans des moules avec des empreintes qui permet la fabrication des éprouvettes haltères. Les moules ont été usinés sur des plaques de PTFE, afin de faciliter le démoulage après réticulation, avec différentes épaisseurs : 1mm, 2mm ou 4mm. Chaque moule permet la fabrication de 57 éprouvettes haltères. Les moules sont placés entre deux supports en aluminium, recouverte d'une feuille de PTFE anti-adhésif. L'adhésif, qui est initialement à l'état pâteux, est introduit avec des spatules dans les empreintes du moule tout en essayant de ne pas enfermer des gros défauts (bulles d'air). Une fois le moule fermé, l'ensemble est ensuite placé sous une presse hydraulique pendant 12 heures afin de laisser le temps à la pâte adhésive de prendre la forme de l'empreinte, pour assurer une épaisseur uniforme et homogène et avoir une rigidité suffisante pour pouvoir le démouler les éprouvettes (cf. annexe n°1).

Une fois démoulées, les éprouvettes suivent l'un des deux cycles de polymérisation préconisé par le fabricant: une réticulation à température ambiante pendant 8 jours ou une polymérisation rapide à une température plus élevée, dans un four à 66 °C pour Hysol<sup>®</sup> EA9394 et Hysol<sup>®</sup> EA9395 et à 82 °C pour Hysol<sup>®</sup> EA9321. Afin de s'assurer de conditions de polymérisation complète des adhésives, la réticulation a été suivie au cours des cycles de polymérisation par viscoélasticimetry (mesure DMA).

## 2. Microstructure des adhésives

Pendant le procédé de préparation des éprouvettes, on introduit de la porosité qui s'ajoute aux charges que contient l'adhésif, ce qui nous mène à une microstructure fortement hétérogène, ayant un impact important sur la variabilité observée du comportement mécanique et de la tenue (en service) de l'adhésif.

Les porosités et les particules sont de tailles et de distributions différentes. Une observation



microscopique des trois adhésifs à l'état massique est présentée sur la Fig. II-1. Les observations ont été faites avec un microscope numérique Keyence® VHX-1000.

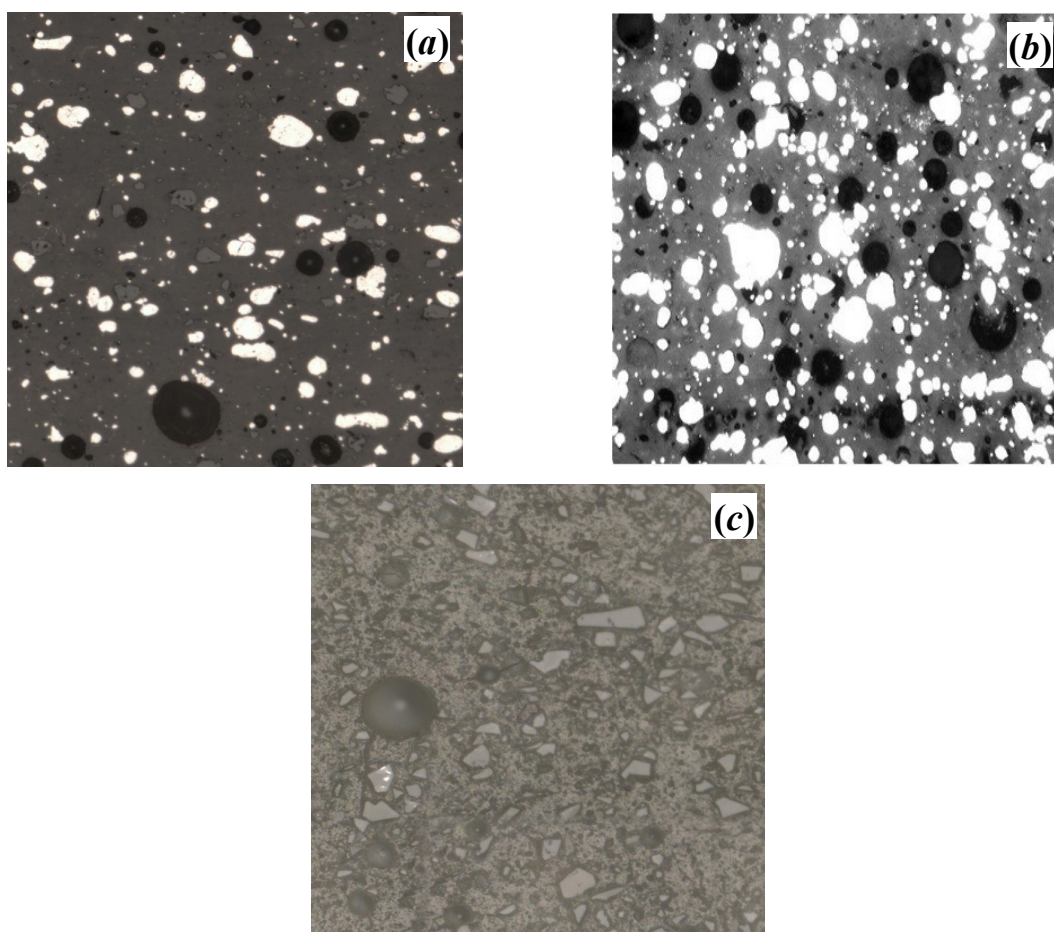


Fig. II-1. Microscopie de l'adhésif (a) Hysol®EA9321 (taille de l'image : 600×600µm), (b) Hysol®EA9394 (taille : 640×460µm) et (c) Hysol®EA9395 (taille : 600×600µm).

On remarque que les charges des trois adhésifs n'ont pas la même forme. La porosité et les particules sont quantifiées par analyse d'image. La fraction moyenne des particules pour les adhésifs Hysol®EA9321, Hysol®EA9394 et Hysol®EA9395 est, respectivement, de 17, 25 et 12 %, et la fraction moyenne de porosité égale à 8, 28 et 21 %, respectivement.

On s'intéresse maintenant à une section d'un joint collé (on représente ici les résultats de l'adhésif Hysol®EA9321 par souci de brièveté) entre deux substrats en aluminium.

Une porosité peut servir de pré-fissure, ou lieu d'amorce, lié à une concentration locale de contrainte. Cela peut déclencher la rupture de l'éprouvette lors d'essais mécaniques. La taille et la localisation de ces porosités sont différentes, d'où des conditions différentes d'amorçage de fissure. La taille de porosité peut être quantifiée à l'aide d'analyse d'image.

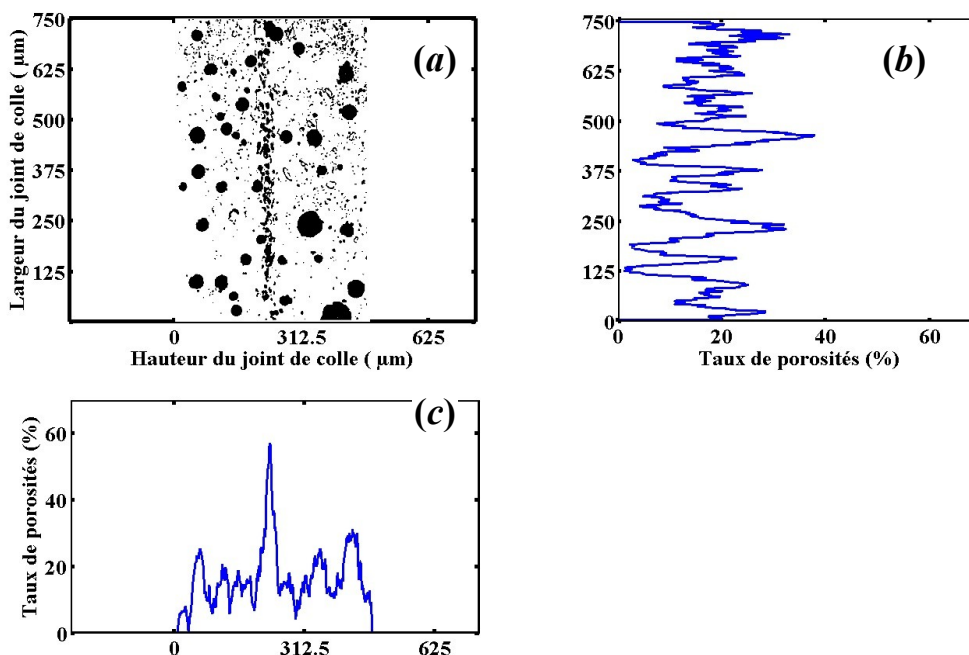


Fig. II-2. (a) Les porosités extraites du seuillage par niveaux de gris à partir d'une microscopie de la section du joint, (b) la fraction de porosité le long de la largeur du joint de colle, et (c) la fraction de porosité le long de la hauteur du joint de colle.

Il est net en regardant la Fig. II-2(a), que la plupart des porosités sont de petites tailles, mais elles ne doivent pas être exclues de l'examen. Ces porosités de petites tailles proviennent vraisemblablement du dégazage, avant et pendant la réticulation de la couche adhésive. Les porosités de grandes tailles ont pour origine le procédé de mise en œuvre, et surtout l'étape manuelle de mélange de la résine et du durcisseur à l'aide de spatules. La combinaison de ces deux phénomènes conduit à la création de grandes porosités lors de la réticulation de l'adhésif. Les Fig. II-2(b,c) montrent le pourcentage de porosités le long de joint de colle. Ces porosités réduisent la surface effective chargée, mais aussi crée des zones de concentrations de contraintes qui facilitent l'initiation de fissure. La Fig. II-2(c) correspond à un balayage linéaire d'une section. Lors de la rupture, le chemin de séparation sera celui de moindre résistance. Ainsi, la propagation de fissure ne sera pas une ligne droite, mais un chemin irrégulier suivant la zone où la fraction la porosité est la plus élevée (chemin de moindre résistance). On peut voir, dans ce cas particulier, un pic principal du taux de porosité dans le centre du joint de colle, qui résulte du procédé de mise en œuvre lors de l'assemblage des deux substrats avec une fraction de porosité d'environ 56%. La porosité moyenne le long du joint de colle est d'environ 18%.

En ce qui concerne la distribution de porosités selon la hauteur du joint de colle, Fig. II-2(b), aucune distribution spécifique n'a été observée dans la couche adhésive.

### 3. Cycles de polymérisation (Analyse mécanique dynamique (DMA))

L'analyse mécanique dynamique (DMA) permet la caractérisation du comportement viscoélastique d'un matériau. Cette technique donne accès à l'évolution des modules réels ( $E'$  ou  $G'$ , suivant le mode de sollicitation), et imaginaires ( $E''$  ou  $G''$ ), et à la tangente de l'angle de perte ( $\tan\delta = E''/E'$  ou  $G''/G'$ ) représentative de l'énergie interne dissipée par frottement (donc de la mobilité moléculaire) en fonction de la température et/ou de la fréquence. Ceci permet l'étude des phénomènes de relaxations moléculaires (associées aux transitions vitreuse et secondaires), elle permet aussi le suivi de l'évolution de la rigidité au cours du temps pour bien définir les cycles de cuisson. Le module de  $E^*$  ( $=E'+iE''$  : module complexe d'élasticité), au sens mathématique, est noté  $E$  et s'apparente au module élastique obtenue pour un essai statique ( $E = |E^*| = \sqrt{(E')^2 + (E'')^2}$ ). L'exploitation de ces courbes permet d'accéder aux informations primordiales à une bonne compréhension des relations structure / propriétés, donc du comportement macroscopique d'un matériau.

La DMA a été utilisée pour caractériser les adhésifs de deux manières. D'une part, en utilisant le pompage annulaire, l'adhésif, initialement à l'état pâteux, est porté à une température fixe et son module d'Young,  $E$ , et l'angle de perte,  $\tan\delta$  ont été suivis en fonction du temps. Le deuxième type d'essais concerne les adhésifs déjà durcis qui ont été testés pour obtenir les évolutions du module d'Young  $E$  et l'angle de perte  $\tan\delta$ , en fonction de la température, pour différentes fréquences, en utilisant un essai de traction.

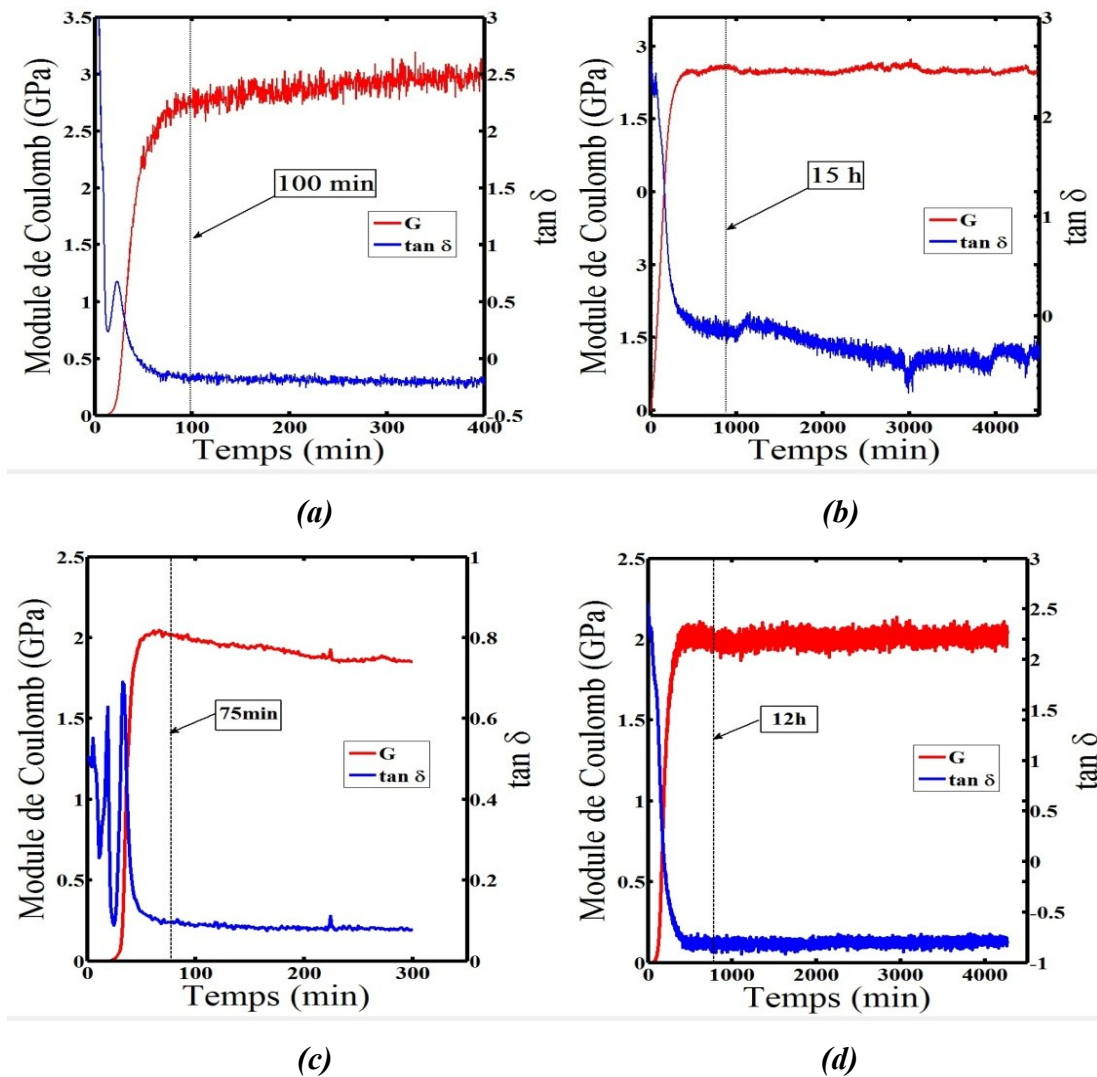
L'appareil utilisé est le DMA<sup>+</sup>150, commercialisé par la société METRAVIB.

Pour le premier cas, la pâte d'adhésif a été introduite dans un récipient cylindrique de diamètre 10 mm interne et un piston cylindrique est insinué (8 mm de diamètre). On fait osciller ce cylindre pour provoquer un cisaillement dynamique. La température a été maintenue constante après la montée initiale, et différentes fréquences ont été appliquées afin de suivre l'évolution de la rigidité et de déterminer le temps nominal de durcissement.

Pour le cas des adhésifs déjà réticulés, un montage spécifique de traction uniaxiale a été utilisé pour tester des échantillons rectangulaires, afin de suivre le module d'Young en fonction de la température et pour déterminer la température de transition vitreuse. Pendant l'essai, le système peut être utilisé pour appliquer, soit un chargement dynamique, soit un déplacement dynamique, tout en contrôlant la température. Dans notre cas, les échantillons parallélépipédiques de dimension  $1 \times 5 \times 25 \text{ mm}^3$  ont été utilisés, un déplacement vertical (maximale) a été imposée (30 microns) pour différentes fréquences dans une gamme de température de 20 à 250 °C.

En DMA la manifestation mécanique de la transition vitreuse induit une chute des modules  $E'$  et  $E''$  et est repérée par le pic (pic communément noté pic  $\alpha$ ) de relaxation mécanique principale qui apparaît sur la courbe de la tangente de l'angle de perte ( $\tan\delta$ ) à la température  $T_g$  [153-159].

La Fig. II-3 montre les courbes de suivie de réticulation des trois adhésifs pour différentes températures (constante) de durcissement. Le module de cisaillement (ou de Coulomb),  $G$ , et la tangente de l'angle de perte,  $\tan\delta$ , sont représentés en fonction du temps. On remarque clairement l'augmentation de la rigidité et la diminution rapide de  $\tan\delta$  par rapport à l'état initial. Après environ 100 minutes (Fig. II-3a), l'adhésif semble être totalement réticulé. Cette démarche permet de définir les cycles de cuisson pour différentes températures, le temps nominal pour une température donnée est défini comme le temps nécessaire pour que la rigidité se stabilise.



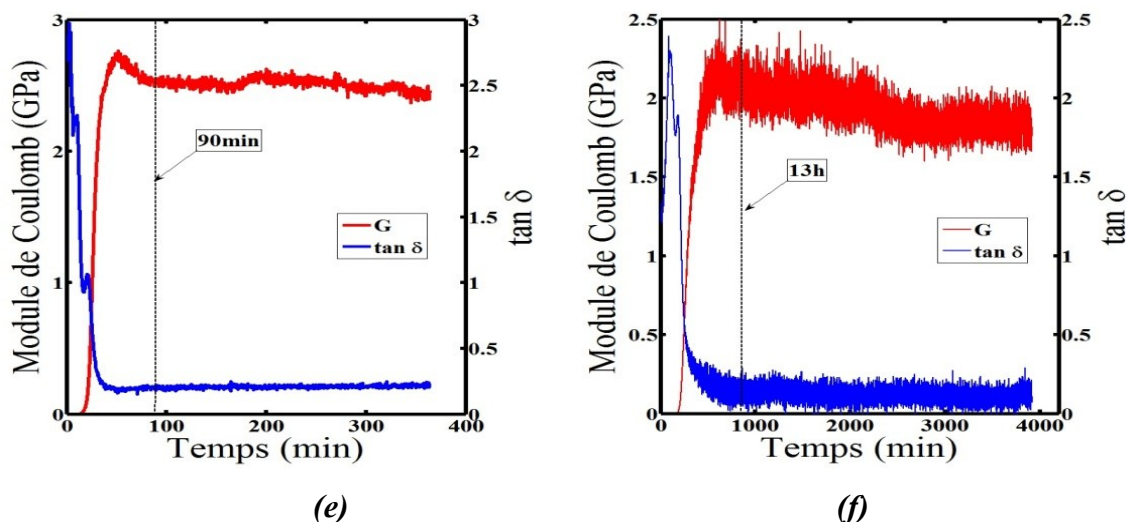


Fig. II-3. Evolution du module de cisaillement,  $G$ , et  $\tan\delta$  en fonction du temps de durcissement pour les adhésifs (a) Hysol<sup>®</sup> EA9321 à 82 °C (fréquence: 0.1 Hz), (b) Hysol<sup>®</sup> EA9321 à 28°C (fréquence: 0.1 Hz), (c) Hysol<sup>®</sup> EA9394 à 66°C (fréquence: 0.1 Hz), (d) Hysol<sup>®</sup> EA9394 à 27°C (fréquence: 0.1 Hz), (e) Hysol<sup>®</sup> EA9395 à 66°C (fréquence: 0.1 Hz), (f) Hysol<sup>®</sup> EA9395 à 28°C (fréquence: 0.1 Hz).

Les résultats obtenus pour les trois adhésifs et pour deux températures de réticulation différentes sont regroupés dans le tableau 1.

adhésifs	Température (°C)	Temps moyen pour le durcissement
Hysol <sup>®</sup> EA9321	28	15h
	82	100min
Hysol <sup>®</sup> EA9394	28	12h
	66	75min
Hysol <sup>®</sup> EA9395	28	13h
	66	90min

Tableau 1. Les différents temps de réticulation associé à chaque température pour les trois adhésifs.

La caractérisation du comportement viscoélastique des trois adhésifs a été réalisée par mesures isochrones en traction/compression avec une vitesse de montée en température de 1°/min. En effet, des éprouvettes rectangulaires ont été préparées à partir des échantillons ayant subi les deux cycles de cuisson suivant : 66°C (Hysol<sup>®</sup> EA9394 et Hysol<sup>®</sup> EA9395) et 82°C (Hysol<sup>®</sup> EA9321) pendant 1h30min et 8 jours à température ambiante. Un déplacement vertical (maximal) de 30 μm a été imposé pour trois fréquences différentes (0.1-1 et 100 Hz). Les spectres de  $E$  et  $\tan\delta$  en fonction de la température (gamme 20°C : 250°C) sont présentés sur Fig. II-4.

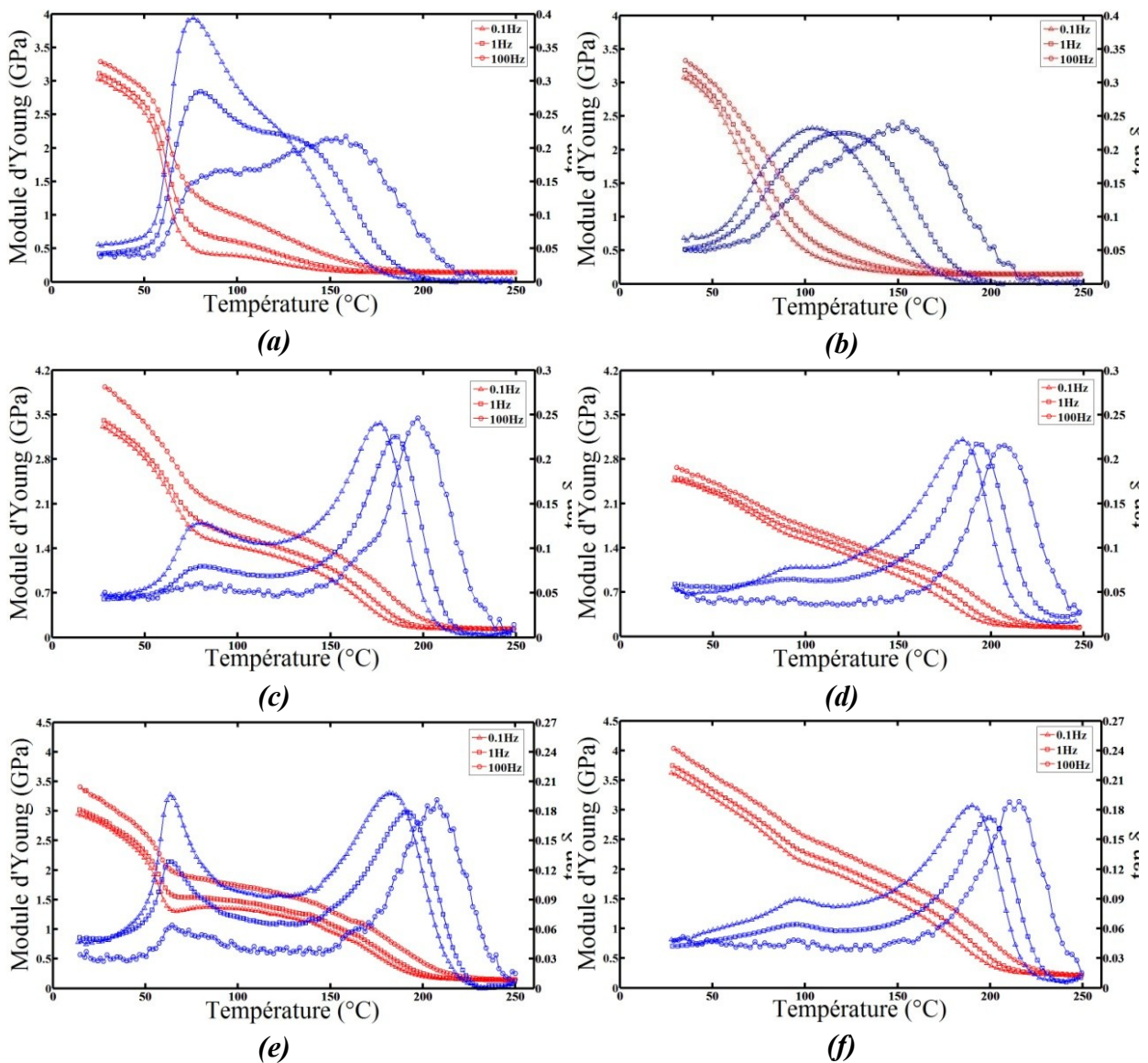


Fig. II-4. Evolution du module de Coulomb et  $\tan\delta$ , en fonction de la température pour les adhésifs (a) Hysol<sup>®</sup>EA9321 à 82°C, (b) Hysol<sup>®</sup>EA9321 à 28°C, (c) Hysol<sup>®</sup>EA9394 à 66°C, (d) Hysol<sup>®</sup>EA9394 à 28°C, (e) Hysol<sup>®</sup>EA9395 à 66°C, (f) Hysol<sup>®</sup>EA9395 à 28°C, (fréquence: 0.1Hz).

LA DMA montre les différentes relaxations qui ont lieu dans l'adhésif au cours d'une montée en température. En s'appuyant sur la Fig. II-4, on peut conclure que le comportement mécanique dépend fortement à la fois des conditions de réticulation et de la fréquence appliquée. L'évolution du module de Young et  $\tan\delta$  a été suivie en fonction de la température. Le cycle de polymérisation a un impact énorme sur le comportement de l'adhésif. Pour le cycle de réticulation à 66 °C (Hysol<sup>®</sup> EA9394 et Hysol<sup>®</sup> EA9395) et 82°C (Hysol<sup>®</sup> EA9321) pendant 1h30, un pic unique de  $\tan\delta$  est observé pour chaque fréquence d'essai. La Fig. II-4b (Hysol<sup>®</sup> EA9321) montre des températures de transition vitreuse qui varient de 104, 121 et 152 °C pour des fréquences de 0.1, 1 et 100 Hz, respectivement. Des conclusions similaires peuvent être faites concernant le module de Young, avec 3.2GPa à température ambiante. Une baisse importante est identifiée à l'approche de la température de transition vitreuse, suivie d'une phase de stabilisation, et d'un plateau dans le domaine caoutchoutique, avec un module de 0.14GPa.

Pour les éprouvettes réticulées à température ambiante pendant 8 jours, le comportement mécanique est différent. Prenons le cas de l' Hysol<sup>®</sup> EA9394, la Fig. II-4c présente deux pics de  $\tan\delta$  qui correspondent à deux niveaux de chute dans le module d'Young. La première chute de module d'Young apparaît à une température voisine de 78 °C. Pour toutes les fréquences, un deuxième pic  $\tan\delta$  est vu dans la plage de 177 à 197 ° C (température de transition vitreuse). La différence de comportement entre la réticulation à température ambiante et celle à une température élevée peut être observée dans les données viscoélastiques. En particulier, la Tg est d'environ 10°C supérieure pour le polymère réticulé à haute température.

La relaxation observée à température élevée, aux environs de 177 à 197 °C, est celle qui présente la plus forte amplitude. Il s'agit de la relaxation  $\alpha$ . Cette relaxation est relative aux mouvements de chaînes qui ont lieu au cours du phénomène de la transition vitreuse. La relaxation  $\beta$ , observée aux environs de 78 °C, est souvent associée à des mouvements de chaînes existant dans des régions de faible densité de réticulation ou à des extrémités époxyde ou amine qui n'ont pas réagi.

Le Tableau 2 résume les résultats obtenus avec les trois adhésifs. On adopte pour la suite de l'étude les cycles de polymérisation suivants : 8 jours à température ambiante et 1h30 à température élevée. Dans les deux cas, on peut considérer que l'adhésif a complètement réticulé.

	Adhésifs	Module d'Young (GPa)		Température de transition vitreuse - Tg (°C)		
		T =24°C	T > Tg	f= 0.1Hz	f=1	f=100Hz
Réticulation pendant 8 jours à température ambiante	Hysol <sup>®</sup> EA 9321	3.3	0.14	76	80	96
	Hysol <sup>®</sup> EA 9394	2.43	0.13	177	184	197
	Hysol <sup>®</sup> EA 9395	3.2	0.14	182	192	207
Température élevée pendant 1h30	Hysol <sup>®</sup> EA 9321	3.3	0.14	105	121	152
	Hysol <sup>®</sup> EA 9394	3.5	0.2	184	193	206
	Hysol <sup>®</sup> EA 9395	4	0.22	190	200	215

Tableau 2 - Résultats DMA: le module de Young pour les adhésifs durcis à la fois à la température ambiante et juste au-dessus de Tg, pour des fréquences de test différentes

#### 4. Propriétés mécaniques

Le comportement mécanique et la résistance des adhésifs à l'état massique sont caractérisés par des essais de traction uniaxiale à vitesse contrôlée sur des éprouvettes qui ont des formes haltère, comme spécifiée par la norme ISO 527-2.

Pour une évaluation rigoureuse de la dispersion et de la variabilité du comportement et pour une analyse statistique correcte du comportement mécanique de l'adhésif, au moins 10 éprouvettes ont été testées pour chaque configuration. Les tests ont été effectués sur une machine de traction universelle Zwick Z010, équipée d'une cellule d'effort de 10kN et un extensomètre « clip-on » de précision.

Tous les échantillons ont été testés avec une vitesse d'essai constante. La traverse de la machine a été ajustée pour donner des vitesses de déformation nominale de 0.3% min<sup>-1</sup>, 3% min<sup>-1</sup> et 30% min<sup>-1</sup>. Toutes les mesures ont été réalisées à température ambiante. L'épaisseur et la largeur de chaque échantillon ont été soigneusement mesurées avant l'essai pour tenir compte des défauts de fabrication qui causent une variation de la section. Les valeurs des forces mesurées sont divisées par la section afin de ramener les résultats à des contraintes en MPa. Comme le montre la Fig. II-5, une courbe contrainte allongement nous permet de déterminer les informations suivantes : le module d'Young qui représente la pente de la partie linéaire de la courbe, la contrainte et l'allongement à la rupture et le module sécant qui est la pente de la droite qui lie l'origine au point de rupture.



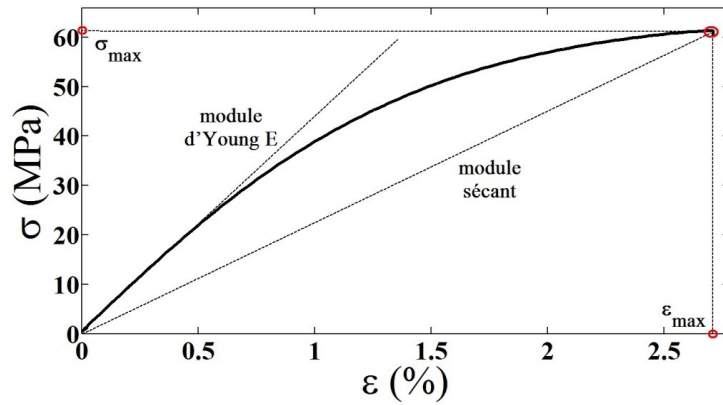


Fig. II-5. Courbes typique - contrainte / déformation : Hysol<sup>®</sup>EA9395, épaisseur 1mm, réticulation pendant 1h30min à 66°C, vitesse d'essai 0.3% min<sup>-1</sup>.

Pour une même configuration, tous les échantillons semblent suivre le même type d'évolution, mais les maxima de déformation / contrainte qui correspondent à la rupture de l'échantillon présentent une grande variabilité. Les courbes contrainte/déformation sont fortement non-linéaires et présentent une limite d'élasticité faible (environ 14MPa). Toutes les données sont renvoyées aux dimensions d'origine de l'échantillon, et nous traitons donc la contrainte en MPa et l'allongement en %. Afin de mettre en évidence l'impact de différents paramètres qui sont susceptibles d'influencer la résistance mécanique de nos adhésifs, nous avons choisi de figer toutes les conditions de préparation des échantillons et ne varier que le paramètre à étudier.

Fig. II-6 montre un ensemble de courbes contrainte-déformation de l'Hysol<sup>®</sup>EA9394 testé après un cycle de réticulation de 8 jours à température ambiante. Nous observons une dispersion assez importante sur le comportement mécanique (module d'Young et contrainte à la rupture).

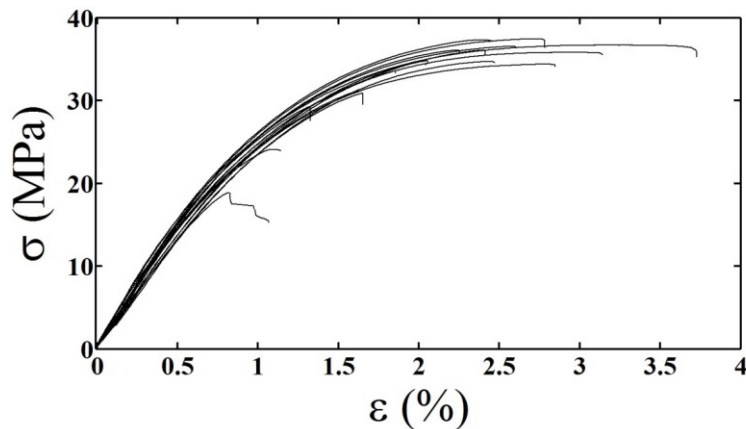


Fig. II-6. Courbes contrainte / déformation : Hysol<sup>®</sup>EA9394, épaisseur 1mm, réticulation pendant 8 jours à température ambiante, vitesse d'essai 0.3% min<sup>-1</sup>.

#### 4.1. Traitement statistique

Pour analyser les résultats de ce test et décrire la dispersion observée on a choisi d'utiliser la distribution de Weibull [160]. Cette distribution semble la plus apte à décrire ce genre de problème ; à savoir du type « maillon faible ». Le but est de déterminer le paramètre d'échelle et le module de Weibull  $m$  ( $m$  est un paramètre matériau caractéristique de la dispersion de défauts pour un matériau donné) de la distribution associée à la résistance en traction de l'adhésif. L'équation fondamentale qui donne la probabilité cumulée de rupture,  $P$ , en fonction de la contrainte à la rupture est donnée par [160]:

$$P = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (\text{II-1})$$

En réarrangeant l'équation (II-1), et en prenant les logarithmes naturels, l'on obtient l'équation suivante :

$$\ln(-\ln(1 - P_i)) = m \ln(\sigma_i) - m \ln(\sigma_0) \quad (\text{II-2})$$

EN traçant cette fonction on obtient une courbe permettant de déterminer le module de Weibull,  $m$ , et le paramètre d'échelle,  $\sigma_0$ , par simple interpolation linéaire, la courbe théorique au sens du modèle étant une droite. La pente de cette droite permet de déterminer  $m$  et la valeur à l'origine permet de déduire la valeur du facteur d'échelle.

Bien qu'il n'existe pas d'expression analytique pour le calcul de la probabilité cumulée, une approximation a été déduite par Benard et Bos-Levenbach (1953) [161]. Cette formule est également connue sous le nom de la formule de Chegodayev [161] :

$$P_i = \frac{k_i - 0.3}{N + 0.4} \quad (\text{II-3})$$

où  $k_i$  est le rang du point considéré et  $N$  le nombre total d'échantillons pour une même configuration de test.

Les paramètres de la distribution de Weibull,  $E_0$ , (moyenne du module de Young),  $\sigma_0$ , (moyenne de la contrainte à la rupture) et,  $m$ , (module de Weibull) pour les éprouvettes haltères fabriqués avec les adhésifs Hysol<sup>®</sup>EA9321, Hysol<sup>®</sup>EA9394 et Hysol<sup>®</sup>EA9395 dont la section  $1 \times 5 \text{ mm}^2$  sont présentés sur le Tableau 3.

Adhésifs	Conditions de réticulation	Vitesse d'essai	Nombre d'échantillon	$\sigma_{\max}$			$E$ (GPa)		
		% min <sup>-1</sup>		$\sigma_0$ (MPa)	$m$	$R^2$	$E_0$ (GPa)	$m$	$R^2$
Hysol <sup>®</sup> EA9321	8 jours à température ambiante	30	16	50.4	26.1	0.96	3.0	71	0.94
		3	15	44.4 55.1	10.7 3.1	0.95 0.96	3.1	41.6	0.97
		0.3	13	39.4	12.8	0.9	3.1	27.7	0.93
	1 heure 30 minutes à 66°C	30	13	54.9	8	0.98	3.1	27.7	0.94
		3	14	54.3	12.9	0.98	2.9	34.4	0.92
		0.3	10	52.5	8.1	0.98	3.0	39.6	0.96
Hysol <sup>®</sup> EA9394	8 jours à température ambiante	30	19	48.7	12.4	0.98	3.3	31.9	0.96
		3	19	42.1	10.9	0.97	3.2	25.9	0.90
		0.3	16	35.7 48.8	12.5 3.3	0.91 0.99	2.9	20.8	0.94
	1 heure 30 minutes à 66°C	30	33	61.6	10.6	0.94	3.6	25.2	0.96
		3	11	52.6	8.3	0.98	3.5	23.4	0.99
		0.3	16	50.9 67.6	10.2 2	0.90 0.99	3.4	19.3	0.91
Hysol <sup>®</sup> EA9395	8 jours à température ambiante	30	12	62.7	7.2	0.97	5.0	33.7	0.97
		3	11	56.4 68.8	14.6 1.5	0.95 0.99	4.9	29.4	0.95
		0.3	12	41.8	4.2	0.92	3.9	47.4	0.95
	1 heure 30 minutes à 66°C	30	10	59.4	4.4	0.94	4.3	38.5	0.9
		3	11	56.3	3.7	0.96	4.1	37.8	0.91
		0.3	11	55.4	4.6	0.91	4.0	28.1	0.96

Tableau 3 - Les paramètres de la distribution de Weibull de:  $E_0$ ,  $\sigma_0$  et  $m$  pour les adhésifs Hysol<sup>®</sup>EA9394, EA9395 et EA9321. Quand deux valeurs  $m$  des données sont présentées, il s'agit d'une distribution bimodale.

L'analyse de Weibull qui correspond à la contrainte de rupture pour trois vitesses d'essais différentes est présentée sur la Fig. II-7. Le coefficient de corrélation,  $R^2$ , est aussi donné. L'ajustement à la distribution de Weibull à deux paramètres est bon pour les trois vitesses de déformation, avec la contrainte à la rupture qui augmente avec l'augmentation de la vitesse de l'essai.

A ce stade de l'analyse, l'on ne prend pas en compte la partie inférieure de la courbe qui correspond à la vitesse de déformation de 0.3% min<sup>-1</sup>.

Ces lignes sont presque parallèles les unes aux autres, ce qui signifie que notre adhésif a sensiblement le même module de Weibull ( $m$  ne varie pas beaucoup : Fig. II-7a : entre 10.9 et 12.5). Par conséquent, on peut considérer que ce module est quasi-indépendant de la vitesse d'essai.

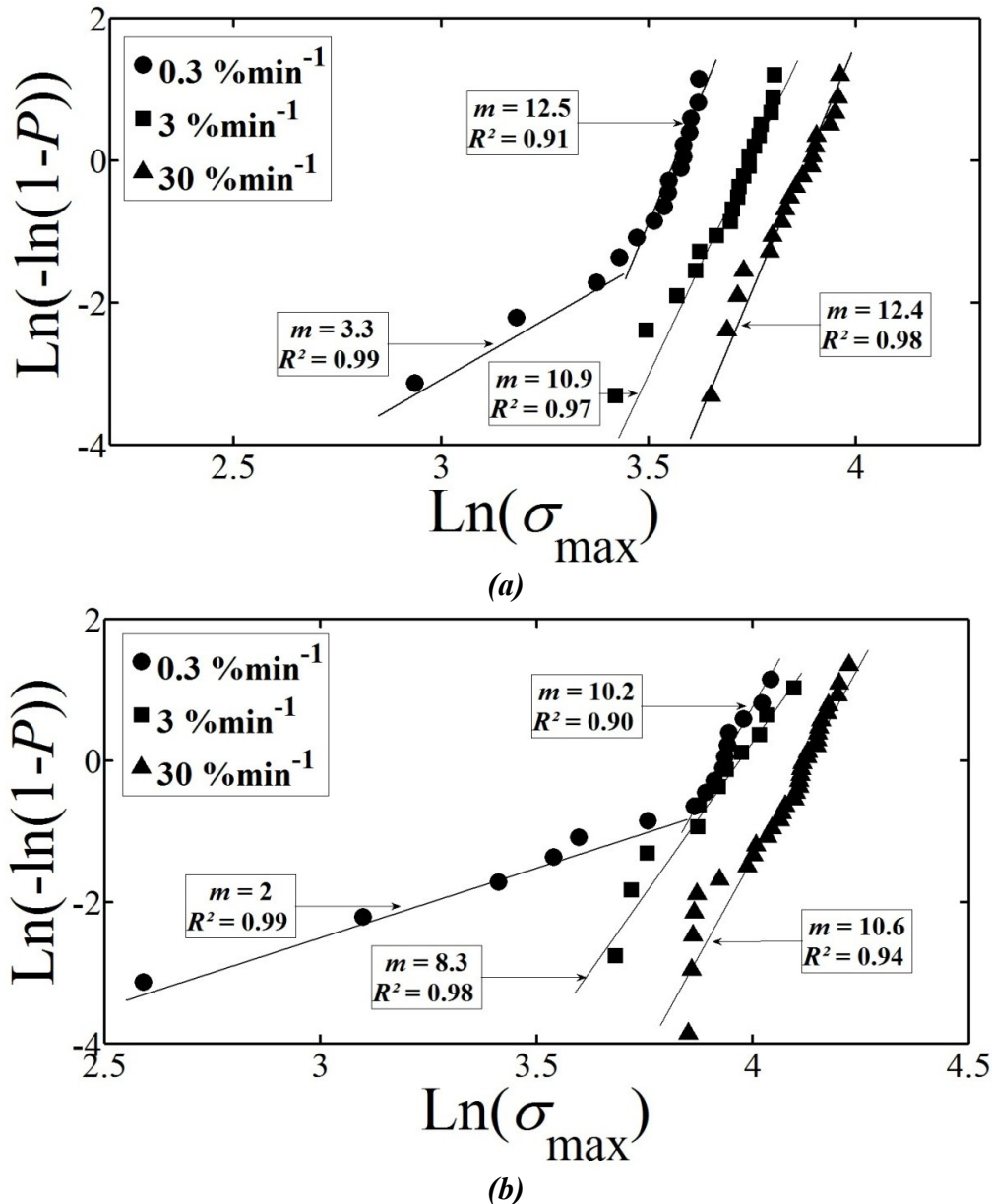


Fig. II-7. Courbes de Weibull correspondant à la contrainte à la rupture pour différentes vitesses de déformation : Hysol®EA9394 - 1mm d'épaisseur - vitesse de déformation:  $30\% \text{ min}^{-1}$ ,  $3\% \text{ min}^{-1}$  et  $0.3\% \text{ min}^{-1}$ . Réticulation pendant (a) 8 jours à température ambiante, (b) 1 h 30 à  $66^\circ \text{ C}$ .

La valeur de  $m$  la plus élevée est 12.5 dans le cas où l'adhésif suit un cycle de réticulation de 8 jours à température ambiante et est testé avec une vitesse de déformation de  $0.3\% \text{ min}^{-1}$ . Un module de Weibull élevé est un indicateur d'une faible dispersion du comportement à rupture du matériau. La distribution des défauts est plus uniforme dans les échantillons préparés à température ambiante. En moyenne, la réticulation à température ambiante semble donner des valeurs de module de Weibull légèrement plus élevées et donc un essai plus reproductible, avec moins de dispersion des résultats que

l'adhésifs réticulé pendant 1h30 à 66°C. Cependant, vu que le module de Weibull montre peu de différence entre ces deux protocoles, on peut raisonnablement dire que le cycle de durcissement n'influe pas beaucoup sur la distribution de probabilité.

Distribution bimodale de Weibull: Si on regarde de plus près la Fig. II-7 (vitesse d'essai :  $0.3\% \text{ min}^{-1}$ ), on remarque la présence d'une distribution bimodale. La Fig. II-8 montre l'analyse d'un tel comportement, il est clair qu'une fonction unimodale de Weibull ne décrit pas la distribution des probabilités de façon satisfaisante. Par conséquent, une fonction bimodale de Weibull, telle que proposée dans la littérature [162,163], a été utilisée pour l'analyse de ces résultats et dont l'expression est la suivante:

$$P = 1 - (1 - \alpha) \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{\sigma_{01}} \right)^{m_1} \right] - \alpha \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{\sigma_{02}} \right)^{m_2} \right] \quad (\text{II-4})$$

Cette équation décrit la probabilité de rupture de deux distributions de Weibull, où le premier ensemble de paramètres ( $\sigma_{01}$ ,  $m_1$ ) représente la rupture générée par les défauts dites "défauts intrinsèques" et le second ( $\sigma_{02}$ ,  $m_2$ ) pour les ruptures dues aux inhomogénéités structurales : dite "défauts extrinsèques" [162].

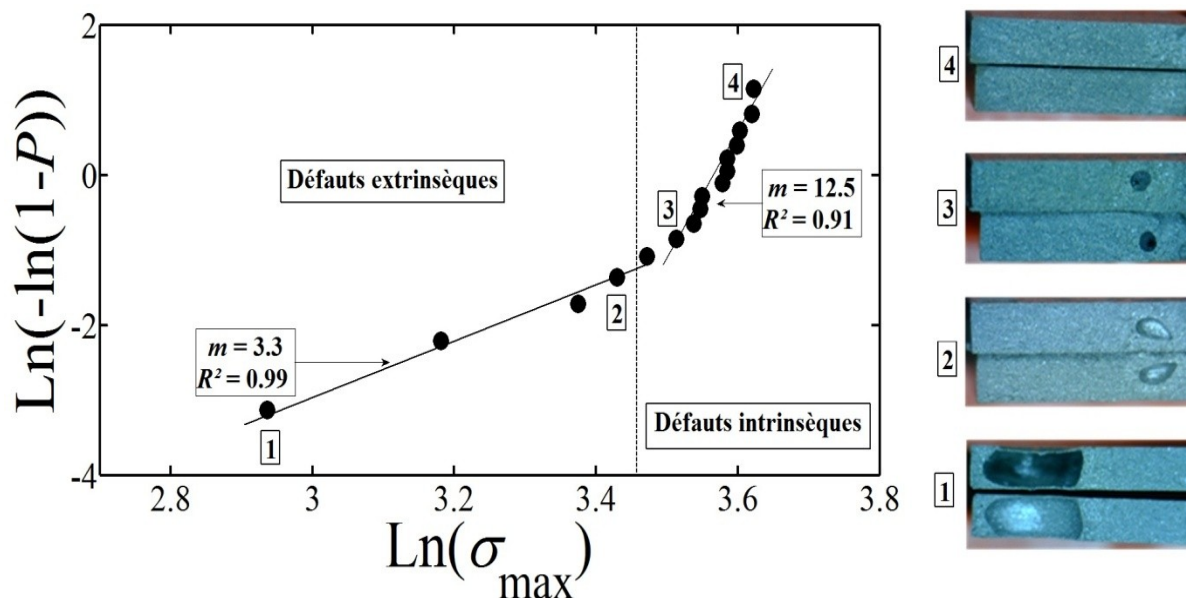


Fig. II-8. Courbe bimodale de Weibull : Hysol<sup>®</sup> EA9394 - 1mm d'épaisseur - vitesse de déformation:  $0.3\% \text{ min}^{-1}$  - réticulation pendant 8 jours à température ambiante. Les 2 gradients indiquent les défauts «extrinsèques» et «intrinsèques» (voir texte).

Le paramètre  $\alpha$  détermine le pourcentage de chaque distribution, soit le nombre d'échantillons de la première distribution et le nombre de la seconde. Ce paramètre dépend fortement du volume de matériau testé. La Fig. II-9 montre comment on détermine ce paramètre géométriquement. On estime visuellement sur le graphe de  $\log P$  en fonction de  $\sigma_{\max}$  l'endroit où la pente change. Même si ce procédé est un peu arbitraire, l'erreur induite semble assez faible.

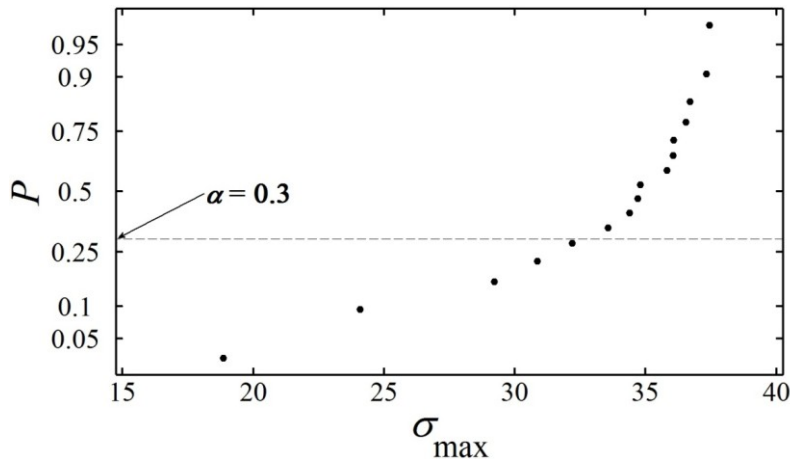


Fig. II-9. Courbe bimodale de Weibull : détermination du paramètre  $\alpha$  : Hysol<sup>®</sup>EA9394 - 1mm d'épaisseur - vitesse de déformation:  $0.3\% \text{ min}^{-1}$  - réticulation pendant 8 jours à température ambiante.

La distribution de Weibull fournit une bonne approximation de la variation de la contrainte à la rupture selon la distribution aléatoire et la taille des défauts considérés [164]. Les courbes de Weibull de la probabilité cumulée peuvent donc nous donner de précieuses informations afin de vérifier nos hypothèses. Si le module de Weibull,  $m$ , qui est une constante empirique liée aux propriétés de distribution des tailles de défauts dans un matériau, devient petit, une large fissure (défaut de grand taille) est plus susceptible d'être présente et ainsi une faible contrainte à la rupture pour un volume donné [165]. Ashby et Jones ont dit qu'une augmentation de la taille de l'échantillon augmente la probabilité d'obtention de défaut de grand taille et donc une réduction de la résistance [166].

Pour étudier l'effet de la variation du volume de l'échantillon, nous avons choisi de faire varier l'épaisseur (1, 2 et 4 mm), ce qui équivaut à une augmentation de volume de l'échantillon. Comme on peut le voir sur la Fig. II-10, le module de Weibull diminue avec une augmentation de l'épaisseur de l'échantillon. Donc l'augmentation du volume de l'éprouvette augmente la dispersion et favorise l'obtention des défauts de grande taille.

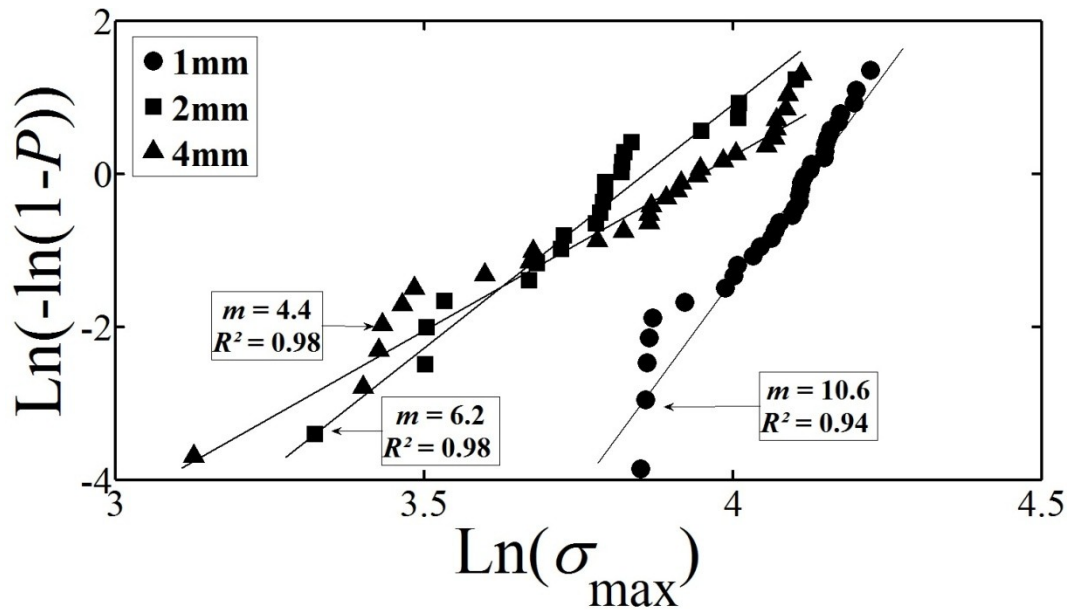


Fig. II-10. Courbes de Weibull correspondant à la contrainte à la rupture: Hysol<sup>®</sup>EA9394 - 1mm, 2mm et 4mm d'épaisseur - vitesse de déformation: 30% min<sup>-1</sup> – réticulation 1 h 30 à 66 °C.

#### 4.2. Corrélation d'images numériques (DIC : Digital image correlation)

Afin de mettre en évidence l'effet de la microstructure fortement hétérogène sur le comportement mécanique de nos adhésifs, nous avons utilisé la technique de corrélation d'images numériques (DIC), qui permet de mesurer, sans contact, les champs de déformation à la surface d'une éprouvette sollicitée mécaniquement [167]. Cette technique consiste en l'acquisition d'images numériques de l'éprouvette sous différents niveaux de chargement puis effectuer un traitement d'images pour mesurer les déformations subies dans l'échantillon.

On utilise une mire d'étalonnage afin de pouvoir convertir les données exprimées en pixel en dimensions métriques réelles de l'éprouvette. L'analyse d'image est réalisée en utilisant le logiciel de corrélation d'image VIC-2D [168]. Le champ de déplacement plan est obtenu par intercorrélation d'une série d'images de référence et d'images de la surface déformée. La déformation de l'éprouvette est extraite en utilisant le principe de continuité en mécanique et le gradient du déplacement.

Deux éprouvettes ont été choisies après une inspection visuelle, la première contient un défaut apparent et la seconde est sans aucun défaut visible. On applique un moucheti sur la surface à analyser pour l'appariement de zones entre deux images (états de référence et

après déformation). Le matériel utilisé pour la mise en œuvre est : un appareil photo numérique (*Canon EOS 40D* avec une résolution de 10.1 mégapixels), une carte d'acquisition et un ordinateur (PC). On enregistre avec ce montage une série d'images de la surface à analyser. Avec la corrélation d'image, nous avons pu souligner le comportement hétérogène de l'adhésif et l'impact des perturbations causées par le défaut, ce qui a généré une concentration de contraintes et une rupture prématurée. L'éprouvette sans aucun défaut visible a montré une déformation plus homogène et une contrainte à la rupture plus élevée. Cette analyse explique la courbe bimodale de Weibull, étant donné que l'on voit nettement l'effet de la taille des défauts ("défauts intrinsèques" et "défauts extrinsèques") sur le comportement mécanique de l'adhésif et la valeur de la contrainte à la rupture (voir Fig. II-11).

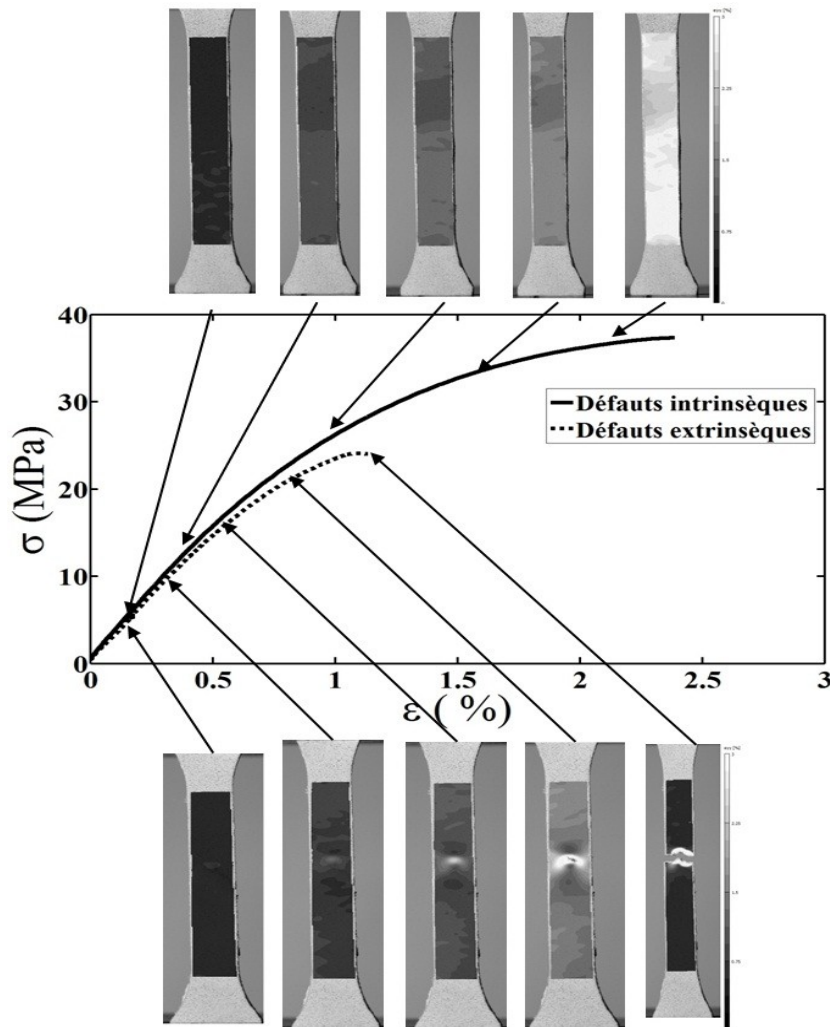


Fig. II-11. Courbes contrainte / déformation : Hysol® EA9394 - 1mm d'épaisseur – vitesse de déformation:  $30\% \text{ min}^{-1}$  - réticulation pendant 8 jours à température ambiante - avec l'analyse d'images de la déformation obtenues à l'aide du logiciel VIC-2D.



### 4.3. Effet de la vitesse de déformation

La Fig. II-12 montre différentes courbes de contrainte-déformation de l' Hysol<sup>®</sup>EA9394 pour différentes vitesses de déformation. L'adhésif est clairement sensible à l'effet de variation de vitesse. La contrainte et l'allongement à la rupture, tous les deux, augmentent avec la vitesse de déformation.

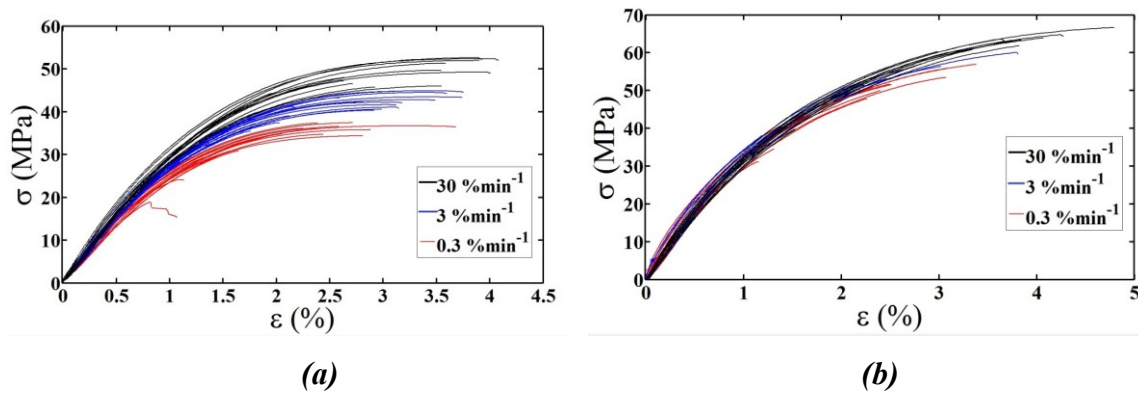


Fig. II-12. Courbes contrainte / déformation pour différentes vitesses de déformation : Hysol<sup>®</sup>EA9394 - 1mm d'épaisseur. (a) réticulation pendant 8 jours à température ambiante. (b) réticulation pendant 1 heure 30 à 66 °C.

On rappelle que  $\sigma_0$  représente la contrainte à la rupture moyenne obtenu par analyse de Weibull. Comme on peut le voir sur la Fig. II-13, les relations entre  $\sigma_0$  (MPa) et le logarithme de la vitesse de déformation,  $\log \dot{\epsilon}$ , peuvent être représentées de façon approximative par des lignes droites. Les pentes de ces droites nous informent de la sensibilité de la contrainte à la rupture à la vitesse de chargement. Cette comparaison est faite pour les deux cycles de réticulation et pour deux paramètres différents, à savoir la contrainte à la rupture et le module d'Young.

Comme on peut le voir à partir des équations (II-6) et (II-8), le module de Young est pratiquement indépendant de la vitesse de déformation, dans le domaine considéré.

$\sigma_0 = 6.5 \log \dot{\epsilon}$	(II-5)	}	Conditions de réticulation
$E_0 = 0.08 \log \dot{\epsilon}$	(II-6)		8 jours à température ambiante
$\sigma_0 = 2.3 \log \dot{\epsilon}$	(II-7)	}	1 heure 30 minutes à 66°C
$E_0 = 0.05 \log \dot{\epsilon}$	(II-8)		

Si l'adhésif est au-dessus de sa température de transition vitreuse,  $T_g$ , le matériau est viscoélastique et très sensible à la vitesse de déformation. Toutefois, si l'adhésif est en dessous de sa  $T_g$ , il est relativement fragile et peu sensible à la vitesse de déformation, comme la plupart des matériaux polymères [169-171].

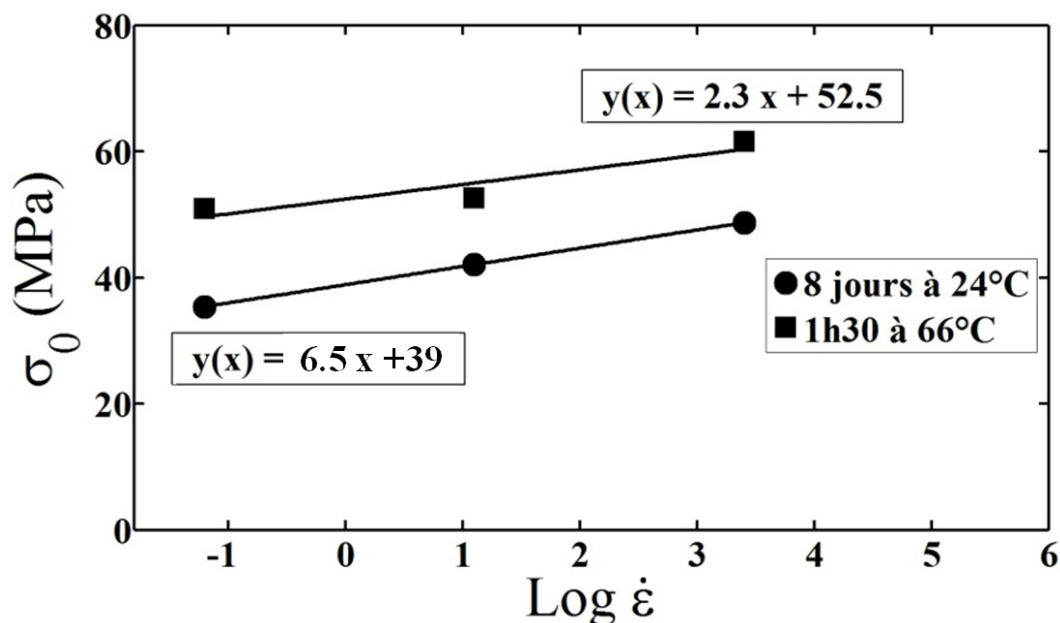
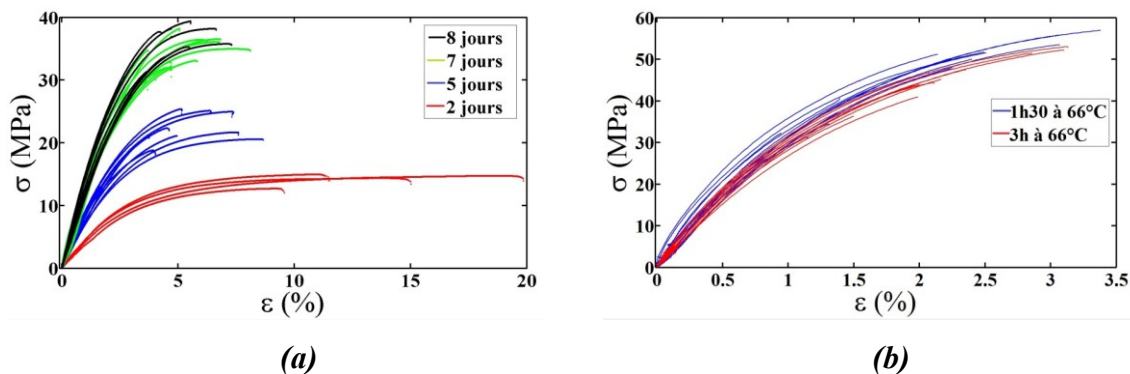


Fig. II-13. Courbes contrainte à la rupture moyenne en fonction de  $\log \dot{\epsilon}$  :  
Hysol<sup>®</sup>EA9394 - 1mm d'épaisseur.

#### 4.4. Effet des conditions de réticulation

La Fig. II-14(a) montre les courbes de contrainte-déformation de l'Hysol<sup>®</sup>EA9394 pour différents temps de réticulation à température ambiante. Il est clair que la rigidité augmente et l'allongement à la rupture diminue avec des temps de réticulation plus lent. La contrainte à la rupture maximale est obtenue après un cycle de réticulation de 8 jours à température ambiante, qui est différent du temps préconisé par le fournisseur de l'adhésif.



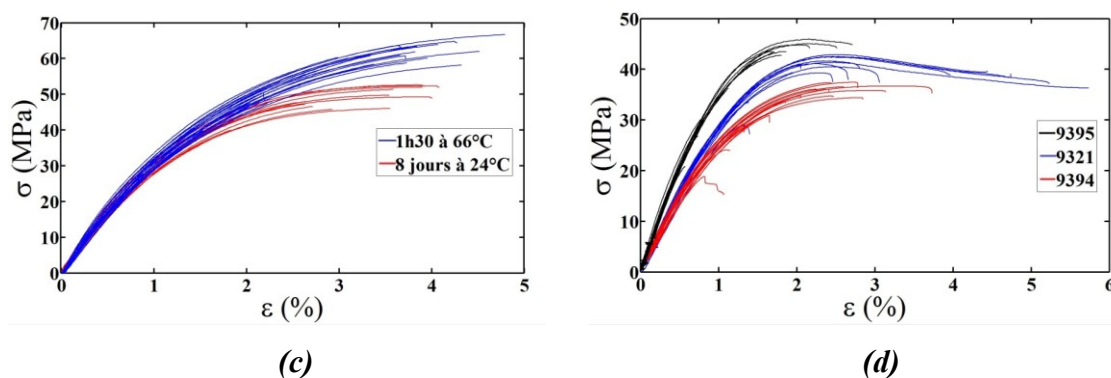


Fig. II-14. Courbes contrainte / déformation : (a) Hysol®EA9394 – 2mm d'épaisseur - vitesse d'essai  $0.3\% \text{ min}^{-1}$ . (b) Hysol®EA9394 – 1mm d'épaisseur - vitesse d'essai  $0.3\% \text{ min}^{-1}$ . (c) Hysol®EA9394 – 1mm d'épaisseur - vitesse d'essai  $30\% \text{ min}^{-1}$ . (d) Hysol®EA9321, 9394 et 9395 – 1mm d'épaisseur - vitesse d'essai  $0.3\% \text{ min}^{-1}$  - réticulation pendant 8 jours à température ambiante.

À  $66^\circ \text{C}$ , deux temps de réticulation ont été étudiés: 1 heure 30 minutes, qui est le temps déterminé par DMA, et 3 heures, une période plus longue, qui sert à quantifier l'effet du paramètre temps sur le comportement mécanique de notre adhésif. On ne trouve pas de différence significative au niveau du comportement mécanique entre les deux temps de durcissement. Une contrainte et un allongement à la rupture plus élevés pour les éprouvettes réticulées pendant 1 heure 30 minutes à  $66^\circ \text{C}$  est cependant observé (Fig. II-14(b)). Cette amélioration est d'autant moins perceptible avec une augmentation du temps de réticulation sous conditions isothermes. Nous pouvons en déduire que le maintien de cette température pendant 3 heures entraîne probablement une légère dégradation des propriétés mécaniques. Des résultats comparables ont été rapportés dans la littérature pour des matériaux similaires [28,29].

Si le module d'Young et l'allongement à rupture sont utilisés comme critères de résistance, le meilleur temps de réticulation à  $66^\circ \text{C}$  est de 1 heure 30 minutes, ce qui est plus long que le temps suggéré par le fabricant (1 heure).

Si l'on compare les deux cycles de réticulation: 1 heure 30 minutes à  $66^\circ \text{C}$  et 8 jours à température ambiante, l'on remarque que le module d'Young et la contrainte à la rupture de notre adhésif augmentent d'environ 12% et 26%, respectivement. Comme on le voit sur la Fig. II-14(c), l'adhésif qui a réticulé pendant 1h30 à  $66^\circ \text{C}$  a le module de Young le plus élevé à 3.6 GPa, comparé à celui réticulé pendant 8 jours à température ambiante soit 3.3 GPa. Cela est également vrai pour la contrainte à la rupture (48.7 à 61.6 MPa) et

l'allongement à la rupture (3.4 à 3.7 %).

La Fig. II-14(d) montre les courbes contrainte/déformation de l'Hysol<sup>®</sup>EA9321, 9394 et 9395 testées à une vitesse d'essai de 0.3% min<sup>-1</sup>, après une réticulation pendant 8 jours à température ambiante. La contrainte à la rupture varie de 35.7 MPa (Hysol<sup>®</sup>EA9394) à 41.8 MPa (Hysol<sup>®</sup>EA9395), le module de Young varie de 3.9 GPa (Hysol<sup>®</sup>EA9395) à 2.9 GPa (Hysol<sup>®</sup>EA9394) et l'allongement à la rupture varie de 1.8 % (Hysol<sup>®</sup>EA9395) à 3.7 % (Hysol<sup>®</sup>EA9321).

#### 4.5. Plan d'expérience

Dans cette partie nous nous concentrons uniquement sur les deux adhésifs suivant : Hysol<sup>®</sup>EA9321 et 9394. Les effets de 5 paramètres indépendants sur les propriétés mécaniques des adhésifs ont été étudiés. Ces paramètres sont : la vitesse d'essai (A), la température (B) et le temps de réticulation (C), l'épaisseur de l'adhésif (volume de l'éprouvette) (D) et le type d'adhésif (E). Pour évaluer leur influence séparément et aussi leurs interactions, un très grand nombre d'expériences serait nécessaire, en plus chaque essai doit être répété au moins 10 fois pour tenir compte de la variabilité statistique. Afin de réduire le nombre d'expériences à réaliser, on a choisi d'utiliser la méthode des « plans d'expérience » qui semble être une technique très intéressante qui permet de déterminer et d'établir des liens entre 2 types de variables : la *réponse* qui est la grandeur physique étudiée et les *facteurs* qui sont les grandeurs physiques modifiables et sensées influencer sur les variations de la réponse. Plus précisément, la technique vise à déterminer les liens entre réponse et facteurs, ainsi que les liens entre facteurs. Pour cela, la solution proposée consiste dans tous les cas à établir un modèle, exprimant la réponse en fonction des facteurs.

Dans le cas présent, seulement 2 niveaux pour chaque paramètre sont étudiés, c'est-à-dire on aura 2 possibilités pour chaque facteur. Le nombre d'expériences peut être calculé à partir de la formule suivante en utilisant un plan d'essais, factoriel 1/2:

$$\text{Nombre d'expériences} = 2^{k-1} \quad k \text{ est le nombre de facteurs } (k= 5 \text{ ici})$$

En conséquence, il y'a 16 expériences à effectuer pour étudier les effets de ces 5 facteurs. Le niveau de chaque facteur a été choisi à la suite de plusieurs expériences pour estimer le niveau optimal. Le Tableau 4 illustre la matrice d'expériences appliquées.

N°	Vitesse d'essai A	Température de réticulation B	Temps de réticulation C	Epaisseur D	Adhésif E	Nombre d'éprouvettes
1	1	1	1	1	1	18
2	1	1	1	2	2	12
3	1	1	2	1	2	10
4	1	1	2	2	1	11
5	1	2	1	1	2	10
6	1	2	1	2	1	10
7	1	2	2	1	1	16
8	1	2	2	2	2	12
9	2	1	1	1	2	15
10	2	1	1	2	1	10
11	2	1	2	1	1	14
12	2	1	2	2	2	10
13	2	2	1	1	1	12
14	2	2	1	2	2	13
15	2	2	2	1	2	11
16	2	2	2	2	1	10

**A=1:** Vitesse d'essai ( $v=0.3 \text{ \%min}^{-1}$ ), **A=2:** Vitesse d'essai ( $v=30 \text{ \%min}^{-1}$ ), **B=1:** température élevé, **B=2:** température ambiante, **C=1:** temps de réticulation nominal, **C=2:** le double du temps de réticulation nominal, **D=1:** épaisseur = 1 mm, **D=2:** épaisseur = 2 mm, **E=1:** Hysol<sup>®</sup>EA9394, **E=2:** Hysol<sup>®</sup>EA9321

Tableau 4 - Matrice d'essai : Les variables à étudié (de A à E). Les numéros 1 et 2 indiquent le niveau du paramètre en cause (voir texte pour plus de détails).

1 et 2 indiquent les deux choix possibles pour chaque facteur. Chaque ligne décrit une combinaison possible avec les niveaux de chaque facteur. Par exemple, la deuxième ligne définit une configuration d'essai où les éprouvettes font 2mm d'épaisseur sont fabriquées avec l'Hysol<sup>®</sup>EA9321, subissent un cycle de polymérisation à température ambiante avec un temps nominal (8 jours) et sont testées avec une vitesse d'essai de  $0.3 \text{ \%min}^{-1}$ . Ce tableau comporte 16 lignes, ce qui signifie que 16 expériences doivent être effectuées.

Les réponses déterminées avec cette matrice d'essai sont le module de Young (GPa) et la contrainte à la rupture (MPa). Les interactions entre les facteurs sont aussi évaluées. L'influence de chaque facteur et leurs interactions ont été évaluées par un logiciel statistique mis au point par le CNES. Le Tableau 5 résume les résultats obtenus.

Seules les populations présentant un niveau de confiance à 98% sur une dispersion gaussienne des résultats après traitement des données brutes ont été retenues. Cela signifie en pratique que le cas des « grosses bulles » (défaut extrinsèque) lié à un problème de mise en œuvre a été

suffisamment apuré. En effet, il existe en statistique un triplet indissociable entre le nombre de points de mesure à traiter, le coefficient de corrélation obtenu dans la modélisation et le niveau de confiance à attacher à la déclaration d'acceptation ou de rejet du modèle ainsi créé, d'où le choix dans cette partie de travailler avec le niveau de confiance et non plus avec le coefficient de corrélation, car ce coefficient (simple ou multiple) n'est qu'un indicateur intermédiaire ne permettant pas de conclure formellement sur la qualité du modèle créé.

Les présents travaux portent sur la révélation du niveau de confiance sur l'effet de chacune des actions du plan.

Les interprétations des effets de chacun des paramètres sont écrites dans la colonne "Niveau de confiance".

Actions	Coefficient ( $E_0$ )	Niveau de confiance ( $E_0$ )	Coefficient ( $\sigma_0$ )	Niveau de confiance ( $\sigma_0$ )
Constante	2.96	100%	39.8	100%
A=1	-0.14	98%	-4.4	92%
A=2	0.14	98%	4.4	92%
B=1	0.11	96%	1.6	55%
B=2	-0.11	96%	-1.6	55%
C=1	0.06	83%	0.7	28%
C=2	-0.06	83%	-0.7	28%
D=1	0.02	33%	2.2	69%
D=2	-0.02	33%	-2.2	69%
E=1	0.15	98%	0.2	10%
E=2	-0.15	98%	-0.2	10%
Interaction A – B	-0.05	76%	1.7	57%
Interaction A – C	-0.04	71%	-2.4	72%
Interaction A – D	0.07	87%	0.1	4%
Interaction B – C	0.08	91%	0.3	10%
Interaction B – D	-0.04	65%	1.2	42%
Interaction C – E	0.13	98%	1.9	62%

Tableau 5 - Application du plan d'expériences : modélisation des réponses « module d'Young » et « contrainte à la rupture ».

• **1<sup>er</sup> Modèle sur la valeur de la contrainte à la rupture :  $\sigma_0$  (MPa)**

Pour la contrainte à la rupture seule, la vitesse de déformation est très significative à un niveau de confiance de 92%.

Tous les effets des autres facteurs et de leurs interactions sont négligeables en valeur et aucun n'est significatif à moins de 30% de risque !

Le modèle final de  $\sigma_0$  s'avère donc très simple :

$$\sigma_0 = 39.8 + [-4.4 \text{ si } A=1 ; +4.4 \text{ si } A=2] \text{ (MPa)} \quad (\text{II-9})$$

• **2<sup>ème</sup> Modèle sur la valeur du module de Young :  $E_0$  (GPa)**

Le type de colle est significatif à 98% de confiance.

La vitesse est significative à 98% de confiance.

La température de cuisson est significative à 96% de confiance.

L'interaction température-temps de cuisson est significative à 91% de confiance.

L'interaction temps de cuisson-type de colle est significative à 98% de confiance.

Remarquons aussi que l'interaction vitesse-temps de cuisson est significative à 87% de confiance.

Avec les notations matricielles introduites ci avant pour le 1er modèle, celui de  $E_0$  est donc :

$$\begin{aligned} E_0 = & 2.96 + [-0.14 \text{ si } A1 ; 0.14 \text{ si } A2] + [0.11 \text{ si } B1 ; -0.11 \text{ si } B2] \\ & + [0.15 \text{ si } E1 ; -0.15 \text{ si } E2] + [0.08 \text{ si } B1 * C1 ; -0.08 \text{ si } B1 * C2] \\ & + [-0.08 \text{ si } B2 * C1 ; 0.08 \text{ si } B2 * C2] \\ & + [0.13 \text{ si } C1 * E1 ; -0.13 \text{ si } C1 * E2] \\ & + [-0.13 \text{ si } C2 * E1 ; 0.13 \text{ si } C2 * E2] \end{aligned} \quad (\text{II-10})$$

Le Tableau 5 a permis de déterminer des modèles prédictifs des résultats des essais non effectués, mais pour vérifier la validité de nos modèles, une série d'essais de validation s'impose. Pour cela, 3 configurations, qui n'apparaissent pas dans le Tableau 2, ont été effectuées et leurs résultats sont présentés dans le Tableau 6.

Conditions de l'essai	A2 - B1 - C1 - D1 - E1		A2 - B2 - C2 - D1 - E1		A1 - B1 - C1 - D1 - E2	
	Expérimental	Modèle	Expérimental	Modèle	Expérimental	Modèle
$\sigma_{\max}$ (MPa)	61.6	44.2	48.7	44.2	54.9	44.2
$E_0$ (GPa)	3.6	3.57	3.3	3.08	3.1	2.74

Tableau 6 - Résultats des essais de validation : expérimentale et prédiction du modèle.

Les 16 configurations d'essais réalisés ont permis de bâtir les 2 modèles empiriques ci-dessus, malgré la grande variabilité observée dans les résultats, couplée aux biais primaires et secondaires des essais.

Les modèles ont la capacité à prédire ce qui se passe aux 32 nœuds du maillage créés, c'est-à-dire que les 16 configurations non testées (cf. plan factoriel  $1/2$ ) répondent à ces lois.

Pour le calcul du module d'Young, notre modèle correspond bien aux résultats expérimentaux, mais il ya une divergence dans le calcul de la contrainte à la rupture. Ces écarts proviennent de l'effet de la variabilité naturelle (distribution aléatoire de la porosité, la dispersion des caractéristiques intrinsèques d'une colle dans un même lot, etc.) et des facteurs non maîtrisés. En effet, on a remarqué que le facteur humain a un impact important sur la dispersion des résultats observée et qui n'a pas été pris en compte lors de la conception du plan d'essais. Pour résoudre ce problème, nous devons formuler un nouveau plan d'expérience avec trois niveaux pour chaque facteur donc avec 81 combinaisons à tester et qui devrait être réalisé par le même opérateur afin de réduire l'effet des facteurs non maîtrisés.



## Conclusions

Dans ce chapitre, on a pu déterminer les propriétés physico-chimiques de 3 adhésifs structuraux et lister et étudier l'impact des paramètres aléatoires et des sources de variabilité sur leur tenue en service.

La caractérisation des adhésifs par DMA (Analyse Mécanique Dynamique) a permis de définir les cycles de cuisson et de déterminer les températures de transition vitreuse,  $T_g$ , pour choisir la température d'essai (la température ambiante est celle choisie pour nos différents essais, pour des raisons de simplicité et parce qu'elle est largement inférieure à la  $T_g$ ).

L'évaluation du comportement mécanique des adhésifs a été faite avec des essais de traction uniaxiale (ISO 527-2) et l'étude des dispersions des résultats a fait appel à un traitement statistique avec application de la loi de Weibull. Les conclusions sont les suivantes:

- Les porosités sont présentes dans les trois adhésifs étudiés. Leur distribution statistique varie et ceci est partiellement dû à l'opérateur et au processus de mise en œuvre. La dispersion et la distribution de porosités expliquent la variabilité observée sur les propriétés mécaniques (contrainte et allongement à la rupture, et module d'Young).
- Sur certaines configurations on a observé des propriétés mécaniques qui suivent une distribution bimodale, comme le montre les courbes de Weibull. Ce résultat statistique est conforme à la distribution bimodale de Weibull.
- Les propriétés mécaniques de ces trois adhésifs sont dépendantes de la vitesse d'essai. La contrainte et l'allongement à la rupture augmentent, tous les deux, avec la vitesse de déformation.
- La rigidité des adhésifs est considérablement affectée par le cycle de réticulation.
- Un faible module de Weibull indique une importante dispersion des résultats et met en évidence la difficulté de contrôler les défauts. Ceci suggère la nécessité des améliorations futures. Un module de Weibull d'au moins 10 est nécessaire pour qu'un test soit considéré comme acceptable et reproductible.
- La méthode des plans d'expérience expérimentale semble être une technique valable pour la prédiction de la contrainte à la rupture et du module d'Young, si tous les facteurs influents sont contrôlés.



# **Chapitre III**

**Essais mécaniques : rupture en mode I**



## Introduction

Le mode d'ouverture (mode I) est le mode de rupture le plus critique car les fissures se propagent en consommant moins d'énergie sous ce type de sollicitation [11]. L'essai le plus utilisé pour étudier la fissuration ou le délaminage en mode I est l'essai sur éprouvette Double Cantilever Beam (DCB) [81,82].

Elle est constituée de deux substrats identiques (même matériau, même géométrie), généralement flexibles car minces et liés partiellement par une interface (collage, interface entre plis ...) dont on cherche à déterminer le comportement mécanique. Le chargement est appliqué perpendiculairement à l'interface de façon à écarter les deux substrats dans la zone non liée et donc ouvrir la fissure. La géométrie simple de cette éprouvette, et notamment l'élanement des substrats, permet de modéliser ces derniers comme des poutres en flexion, ce qui permet d'estimer à l'aide de relations analytiques simples la complaisance du système de laquelle est déduit le taux de restitution d'énergie. Cependant, de nombreux travaux restent menés à ce jour [79, 80] pour affiner la modélisation de cette essai dévolu à la détermination du taux de restitution d'énergie critique. Ce paramètre intrinsèque à l'interface contrôle la propagation d'une fissure le long d'une interface collée ou d'un délaminage dans un matériau composite. De ces travaux ont été déclinées plusieurs méthodes pour évaluer le taux de restitution d'énergie critique,  $G_c$ , d'une l'interface [84, 87]. Ces méthodes ne prennent généralement pas en compte de façon explicite le comportement de l'interface (complaisance, ductilité ...) sauf à travers ce seul paramètre  $G_c$ . La réponse de l'interface aux sollicitations mécaniques influence la réponse de l'éprouvette, ce qui doit être pris en compte dans l'analyse de même que différents artefacts expérimentaux (conditions d'amarrage, grands déplacements ...). Classiquement, ces effets sont pris en compte au moyen de corrections géométriques [88, 89] appliquées aux relations établies aux moyens de modèles simples, où on suppose que la complaisance de l'interface est nulle, et les substrats assimilés à des poutres en flexion simple.

Des modèles plus évolués ont été proposés pour prendre en compte la complaisance de l'interface, représentée par une distribution de ressorts (fondation élastique) [90-93]. Plus récemment des modèles d'interface, dits modèles de zone cohésive, ont été développés pour décrire des comportements d'interface non-linéaires [94,95] (déformation plastique, endommagement ...).

Ainsi, si la mécanique linéaire ou non-linéaire de la rupture, ainsi que les modèles de zone cohésive, offrent de nombreux moyens pour appréhender d'un point de vue théorique les

problèmes de fissuration dans les adhésifs ou de délaminage, on observe que peu d'effort a été consacré à l'amélioration des protocoles expérimentaux. La définition de protocoles d'essai, et l'ajout de mesures/capteurs supplémentaires semble pourtant nécessaire pour fournir des données plus complètes et présentant une plus grande sensibilité aux nombreux paramètres constitutifs des modèles. Aujourd'hui, les modèles de zone cohésif restent principalement identifiés à partir de la seule réponse force / déplacement lors de la fissuration, bien qu'on sache cette mesure peu sensible à la forme du modèle de zone cohésive [177,178].

Dans ce chapitre, nous montrons que la distribution des efforts de cohésion le long de l'interface peut être sondée au moyen de jauges de déformation collées sur les substrats. Un traitement systématique des résultats expérimentaux est proposé qui permet l'analyse de cet essai au moyen d'un modèle simple de type poutre sur appui élastique. En outre, nous montrerons que cette mesure simple permet un meilleur contrôle de l'essai puisqu'elle met en évidence la présence éventuelle de déformation irréversible dans les substrats, ou encore une asymétrie éventuelle liée aux conditions de chargement ou au mode de rupture interfacial.

## 1. Matériaux

Les mêmes adhésifs étudiés dans le chapitre II sont utilisés ici. Les substrats sont extraits d'une plaque d'aluminium-zinc AW7075-T6 dont la composition est indiquée dans le Tableau 1. Cet alliage d'aluminium a un module de Young  $E = 71$  GPa, et une limite d'élasticité  $\sigma_y = 503$  MPa, caractéristiques déterminées au moyen d'essai de flexion 3 points.

Composant	Al	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Ti	Zn
% en masse	87.1-91.4	0.18-0.28	1.2-2	Max 0.5	2.1-2.9	Max 0.3	Max 0.4	Max 0.2	5.1-6.1

Tableau1. Composition de l'aluminium

L'apparition de plasticité dans les substrats complexifie fortement l'analyse. Pour éviter toute déformation irréversible, il faut qu'à tout instant de la propagation l'épaisseur soit supérieure à:

$$h \geq \sqrt{\frac{6Fa}{\sigma_y b}} = \frac{3EG_c}{\sigma_y^2} \quad (\text{III-1})$$

avec  $F$  la force appliquée,  $a$  la longueur de la fissure, et  $b$  la largeur de l'éprouvette.  $G_c$  est le taux de restitution critique de l'interface et  $\sigma_y$  est la limite d'élasticité du substrat. Nous avons retenu une épaisseur  $h = 5$  mm pour une dimension d'éprouvette : 200\*12.5\*5mm (longueur, largeur et épaisseur).

Ainsi qu'exposé dans le chapitre I, une bonne préparation de surface est primordiale pour conférer à l'assemblage de bonnes propriétés mécaniques. Dans le cas présent, nous avons opté pour le protocole suivant :

- Sablage avec des grains d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de diamètre 200  $\mu\text{m}$  (corindon blanc F80). Le sablage est réalisé manuellement en utilisant une cabine Guyson Formule 1400, avec une pression de 0.4 MPa. Les substrats sont maintenus à une distance de  $\approx 20$ cm de la buse et orientés avec un angle de  $\approx 30^\circ$  du jet jusqu'à l'obtention d'une surface uniforme,
- Nettoyage dans un bac à ultrason ( $f = 35$  kHz) dans de l'éthanol durant 10 min,
- Rinçage à l'acétone,
- Décapage alcalin,
- Séchage,

- Anodisation, traitement PAA : (ASTM D3933-98(2010) [61]) (cf. annexe n°1),
- Application d'un primaire d'adhésion : 1% de 3-mercaptopropyltriméthoxy silane dans une solution d'eau déionisée,
- Séchage à 92°C pendant 1 heure,
- Application directe de l'adhésif après séchage.

La surface obtenue après ces opérations est présentée sur la Fig. III-1. Cette image a été obtenue avec un microscope digital Keyence® VHX-1000, et révèle une surface homogène qui présente des creux d'environ 70  $\mu\text{m}$  de hauteur favorisant l'accroche mécanique entre adhésif et substrat.

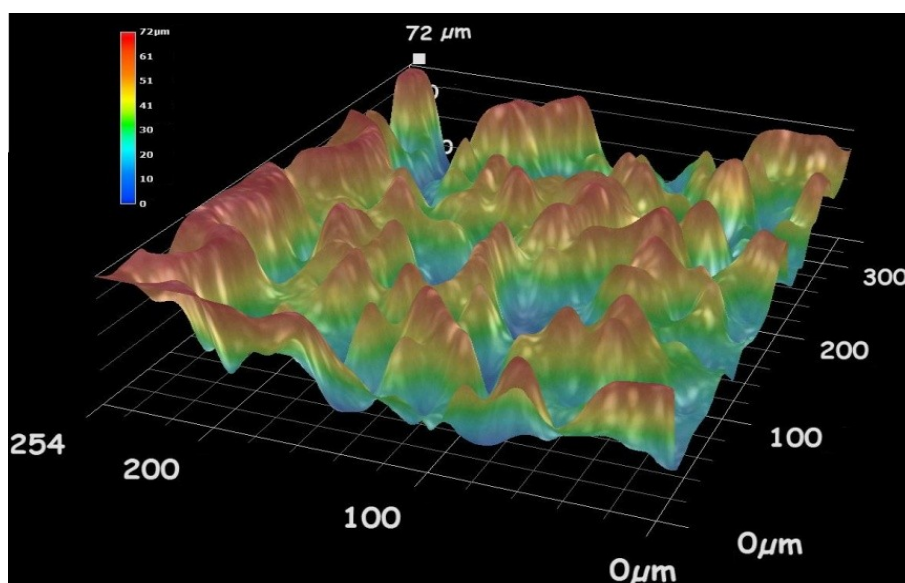


Fig. III-1. Cartographie de la surface d'aluminium anodisé prise par microscope digital.

Nous nous limitons dans ce paragraphe à l'analyse d'un essai afin de nous concentrer sur la présentation de la méthodologie d'essai et de traitement des données expérimentales.

Pour cet essai, l'adhésif employé est une résine époxy bi-composants Hysol®EA9321. Le rapport massique entre résine et durcisseur est de (100:50), ainsi qu'indiquée dans la documentation fournisseur. Le mélange de la résine et du durcisseur est effectué manuellement au moyen de spatules métalliques, jusqu'à obtention d'une pâte homogène. L'adhésif est appliqué sur les deux surfaces des substrats à assembler. Après accostage des deux substrats, l'éprouvette est placée dans un moule qui permet de contrôler l'alignement des pièces et l'épaisseur du film de colle (voir annexe n°1). Le moule est placé sous une presse



avec une pression de 1MPa pour maintenir les pièces en position pendant 12 heures, ce qui permet de figer l'adhésif. La réticulation est ensuite achevée en plaçant les éprouvettes dans une étuve à 82°C pendant 90min. Pour limiter les contraintes résiduelles, les éprouvettes sont laissées dans le four en phase de refroidissement. Un contrôle au microscope optique confirme qu'une couche homogène de colle est obtenue, d'épaisseur  $250 \pm 30 \mu\text{m}$ . Pour amorcer une fissure, un film de PTFE d'épaisseur  $13 \mu\text{m}$  est inséré sur le bord de largeur de l'éprouvette. Avant essai, une fissure « naturelle » est produite en insérant un coin entre les deux substrats. Durant cette étape, la propagation de la fissure est stoppée en maintenant l'éprouvette dans un étau durant l'insertion du coin. Cet étau est positionné de façon à obtenir une longueur initiale de fissure  $a_0 \approx 50 \text{ mm}$ .

Le dispositif expérimental est présenté sur la Fig. III-2. L'éprouvette est sollicitée au moyen d'une machine de traction universelle (Zwick / Roell Z010, Zwick GmbH & Co., Ulm, Allemagne) à vitesse de déplacement traverse constante de  $0.3 \text{ mm / min}$ . L'essai est réalisé à température ambiante. L'éprouvette est fixée sur la machine par l'intermédiaire de blocks de chargement. L'éprouvette est maintenue par des axes qui laissent cette dernière libre en rotation.

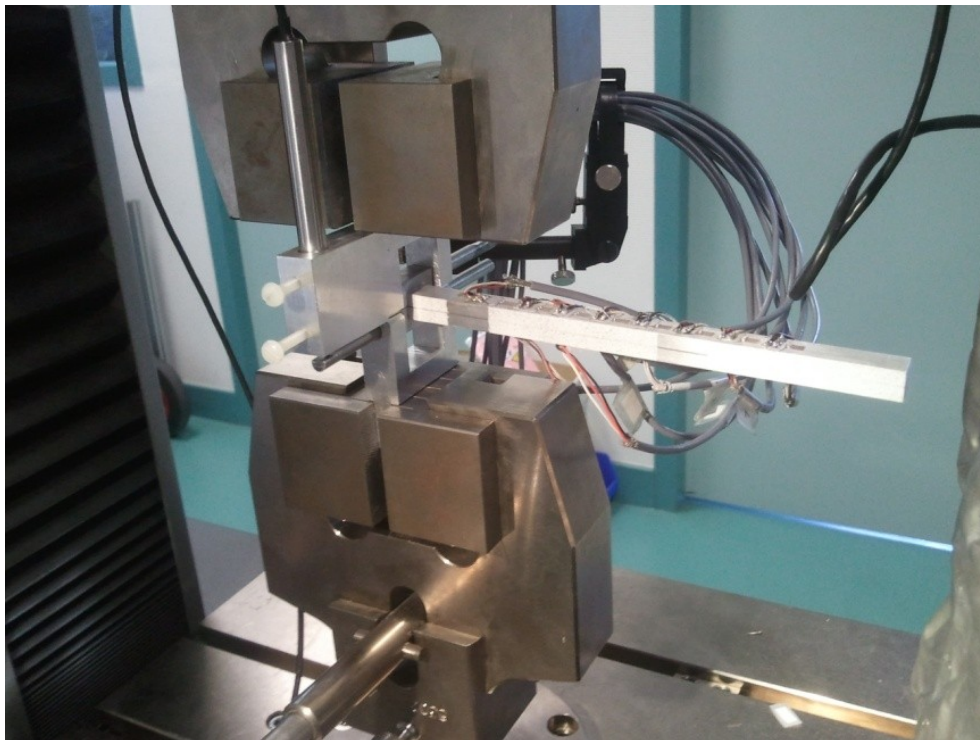


Fig. III-2. Montage expérimentale pour l'essai DCB.

La Force appliquée  $F$  est mesurée avec une cellule d'effort de 10 kN (Zwick / Roell, KAF-TC). Pour mesurer l'ouverture de l'éprouvette au point d'application de la force,  $\Delta$ , un capteur LVDT (Ametek, Solartron Metrology, MV05007SBN3AC47-01, West Sussex, Royaume-Uni) de course 20mm et de résolution  $\pm 0.1$ mm est intégré dans les blocs de chargement.

## 2. Analyse d'un essai de fissuration en mode I

Dans un premier temps, nous pouvons analyser l'évolution force / ouverture en utilisant les relations et méthodes présentées au chapitre I.

### 2.1. Analyse standard de l'essai DCB

Les données relevées en cours d'essai sont représentées sur la Fig. III-3. On distingue trois phases. Dans un premier temps, l'évolution force / déplacement est linéaire : le comportement est supposé réversible. Une perte de linéarité est observée dès 95N, ce qui correspond à l'apparition d'un processus irréversible dans l'adhésif, tel que plasticité ou endommagement. Après un pic d'effort à  $F \approx 175$ N ( $\Delta = 3.7$ mm), la force appliquée décroît progressivement, ce qui correspond à un stade de propagation stable de la fissure. En fin d'essai, une rupture brutale est finalement observée lorsque le front de fissure est proche du bord libre de l'éprouvette.

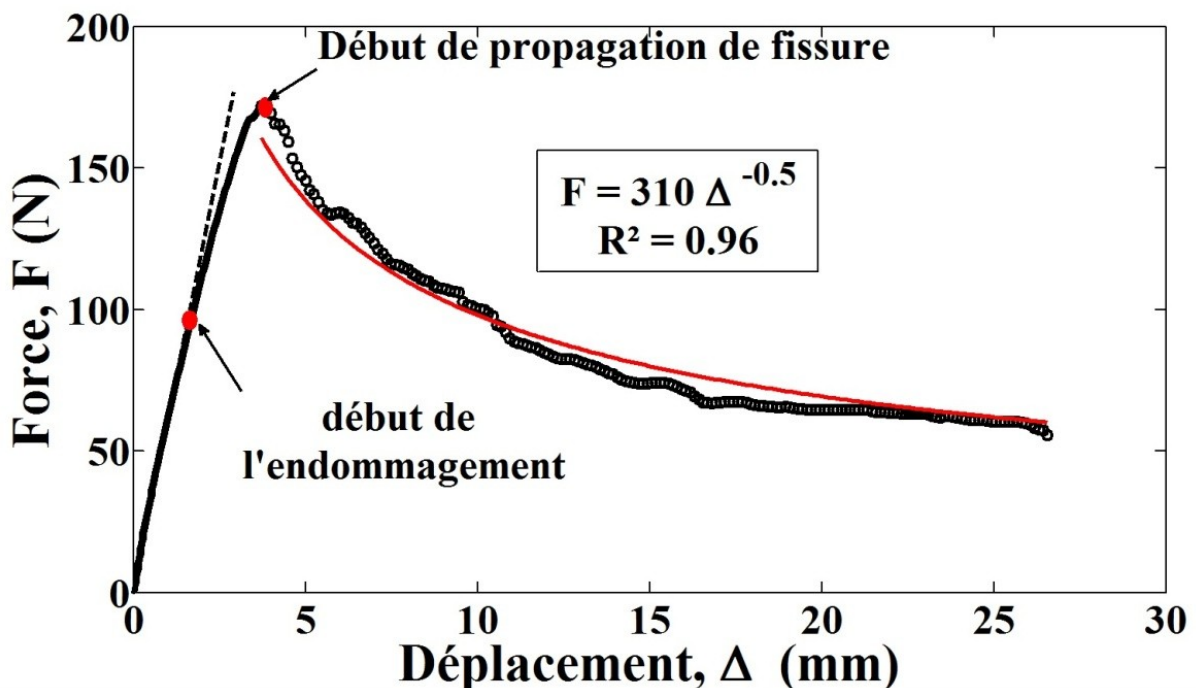


Fig. III-3. Courbe force/déplacement de l'essai DCB.

La mesure de la force appliquée et de l'ouverture permet d'évaluer la complaisance de l'éprouvette, qui dépend de la longueur de la fissure. En utilisant le modèle SBT présenté au chapitre I, la longueur effective de fissure peut être estimée avec la relation :

$$a_{eff} = \sqrt[3]{\frac{3 EI \Delta}{2F}} \quad (\text{III-2})$$

$a_{eff}$  est une grandeur effective ou apparente qui surestime la longueur géométrique réelle, car la relation (III-2) ne prend pas en compte la complaisance de l'interface. En outre, l'utilisation de blocs de chargements nécessite d'appliquer des coefficients de correction géométrique pour prendre en compte le décalage du point d'application de la force dû à la rotation du block. Selon la norme ASTM D 5528 [11] ces coefficients valent :

$$C = \frac{F F_{cor}}{\Delta N} \quad (\text{III-3})$$

$$F_{cor} = 1 - \frac{3}{10} \left(\frac{\Delta}{a}\right)^2 - \frac{3}{2} \left(\frac{l_1 \Delta}{a^2}\right) \quad (\text{III-4})$$

$$N = 1 - \left(\frac{l_2}{a}\right)^3 - \frac{9}{8} \left[1 - \left(\frac{l_2}{a}\right)^2\right] \frac{l_1 \Delta}{a^2} - \frac{9}{35} \left(\frac{\Delta}{a}\right)^2 \quad (\text{III-5})$$

où  $F_{cor}$  est un facteur de correction introduit pour prendre en compte les non-linéarités géométriques en présence de grands déplacements.  $N$  est un facteur de correction géométrique qui dépend des dimensions  $l_1$  et  $l_2$  du block. Dans notre configuration, la déformation et les déplacements sont de faible amplitude et les coefficients  $F_{cor}$ ,  $N$ , et  $F_{cor}/N$  varient respectivement dans les intervalles [0,998 0,999], [0,993 1], et [0,998 1,000]. Ces corrections n'ont donc pas été appliquées car négligeables.

L'évolution de la longueur apparente de fissure  $a_{eff}$  en cours d'essai est représentée sur la Fig. III-4. Pendant la première étape (partie linéaire de la courbe  $F-\Delta$ ),  $a_{eff}$  est stable et légèrement supérieure (environ 53 mm) à la valeur théorique de la longueur géométrique de fissure (environ 50 mm). Ceci confirme le caractère élastique du comportement, mais également que les relations traditionnelles tendent à surestimer la longueur de fissure. Durant la phase d'endommagement et de fissuration, une augmentation continue de la longueur effective de fissure est observée jusqu'à rupture totale de l'éprouvette. Un suivi vidéo de la fissuration en cours d'essai indique que  $a_{eff}$  reste toujours supérieure à la position réelle de la fissure. De légères fluctuations de la vitesse de propagation peuvent être observées, qui sont révélatrices

de possibles hétérogénéités et défauts au sein de la couche d'adhésif.

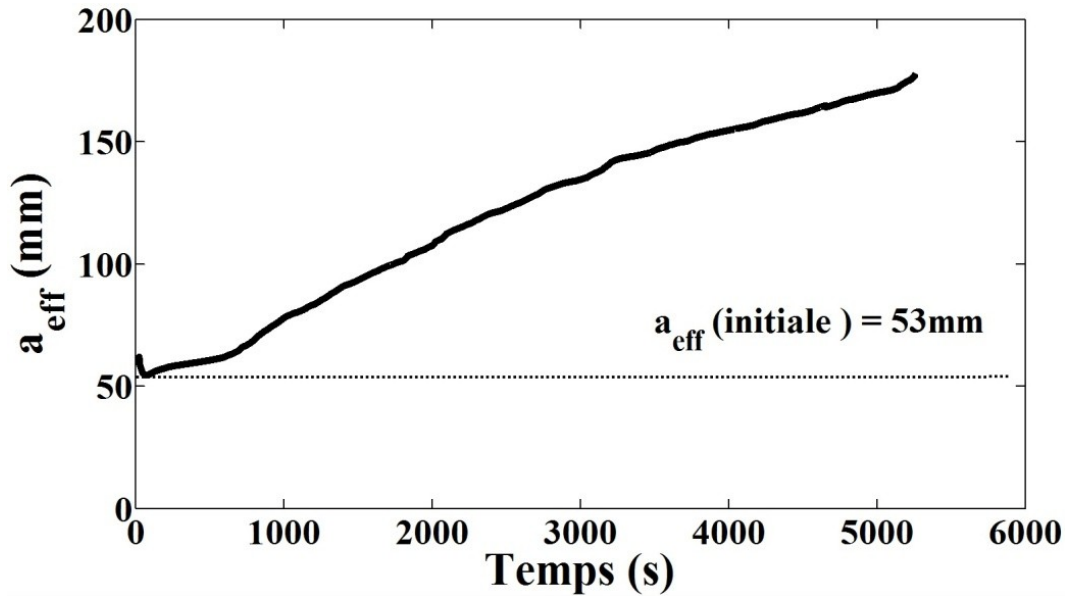


Fig. III-4. Evolution de la longueur effective de fissure,  $a_{eff}$ , en fonction du temps.

Le taux de restitution d'énergie critique est généralement déduit de la force  $F_{max}$  mesurée en cours d'essai.

$$G_{Ic} = \frac{12F^2 a_{eff}^2}{Eb^2h^3} \quad (\text{III-6})$$

Ainsi qu'exposé dans le chapitre I, des corrections sont appliquées sur la longueur de fissure pour corriger les effets de complaisance d'interface. En pratique, il a été démontré [179] que déterminer l'énergie de rupture à partir des relations obtenues par le modèle SBT, mais en employant la longueur effective de fissure plutôt que la longueur géométrique, offrait une bonne estimation de  $G_c$  sans utilisation de corrections ou calibration complexes. Il s'avère que les erreurs faites sur la longueur de fissure puis sur le taux de restitution d'énergie se compensent. Plutôt que d'utiliser le seul point à partir duquel la fissuration se déclenche, on peut dès lors exploiter l'ensemble des données enregistrées durant la propagation de la fissure. On suppose alors que, durant cette phase, chaque point  $(F, \Delta)$  indique le taux de restitution d'énergie critique local,  $G_{Ic}$ , associé à la position instantanée de la fissure définie par  $a_{eff}$ , ce qui permet de déterminer un ensemble de valeurs caractéristiques de la résistance de l'interface au cours de la propagation. L'évolution des valeurs  $G_{Ic}$  ainsi déterminées en fonction de  $a_{eff}$  est représentée sur la Fig. III-5. Durant la phase de propagation, ces valeurs fluctuent de façon erratique autour d'une valeur moyenne de  $1080\text{Jm}^{-2}$ , ce qui suggère que

l'énergie de rupture est à peu près constante, et confirme des conditions de propagation stationnaires. Une légère tendance de la valeur de  $G_{Ic}$  à diminuer avec la longueur de fissure,  $a_{eff}$ , est au moins partiellement attribuable au fait que la première section de la courbe est constituée de moins de mesures et qu'il y existe également des rechargement plus fréquentes (arrêts provisoires de propagation) Les fluctuations observées ici, de même que celles relevées sur la vitesse de propagation, sont révélatrice d'hétérogénéités dans le film de colle.

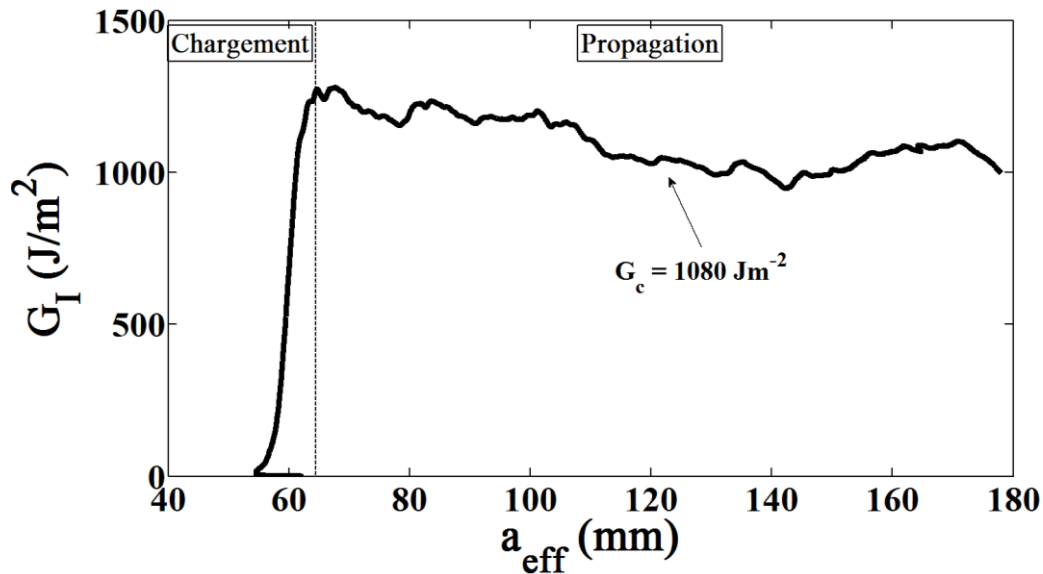


Fig. III-5. Courbe de résistance de l'essai DCB.

## 2.2. Relation Force-Déplacement ( $F=\Delta^{-1/2}$ )

En supposant le taux de restitution d'énergie critique constant au cours de la propagation et en considérant à nouveau que les erreurs sur l'évaluation de la longueur de fissure et du taux de restitution d'énergie se compensent, on peut substituer l'expression de  $a_{eff}$ , relation (III-2), dans l'équation (III-6). L'expression obtenue est indépendante de  $a_{eff}$  et montre que durant la phase de propagation la force diminue proportionnellement à  $1/\sqrt{\Delta}$  :

$$F = \sqrt[4]{\left(\frac{4 E I b^3}{\sqrt{3}}\right)} G_{Ic}^{3/4} \frac{1}{\sqrt{\Delta}} = \frac{S_1}{\sqrt{\Delta}} \quad (\text{III-7})$$

Le préfacteur dépend des caractéristiques géométriques du substrat, qui peuvent être mesurées indépendamment, mais surtout de  $G_{Ic}$ . En vérifiant que l'évolution de  $F(\Delta)$  durant la phase de propagation suit la tendance prévue par l'équation (III-7) on confirme d'une part que les hypothèse de la mécanique linéaire de rupture sont vérifiées et en identifiant le préfacteur  $S_1$  on détermine l'énergie de rupture :

$$G_I = \frac{1}{2b} \sqrt[3]{\frac{9 S_1^4}{2EI}} \quad (\text{III-8})$$

Sur la figure (Fig. III-3), on superpose sur l'évolution force / ouverture mesurée, la courbe de tendance  $S_1 \Delta^{-1/2}$  identifiée. Un bon accord entre les deux évolutions qui conduit à une valeur  $S_I = 310 \text{Jm}^{-3/2}$  qui compte tenu des caractéristiques du substrat, indique une énergie de rupture de  $1.1 \text{kJm}^{-2}$ , conforme à la valeur moyenne observée sur la Fig. III-6.

Ainsi que mentionné précédemment, les fluctuations observées sur la courbe de fissuration étant attribuées à la variabilité du comportement de l'interface, on peut déduire de cette mesure, outre la valeur moyenne de l'énergie de rupture, son comportement statistique au cours de la propagation, c'est-à-dire le long de l'interface collée. Sur la Fig. III-6 est représentée la densité de probabilité des valeurs relevées de  $G_{Ic}$ . Cette distribution suit une loi normale qui a pour valeur moyenne  $G_{Ic}^{\text{moy}} = 1.1 \text{kJm}^{-2}$  et pour écart type  $\pm 150 \text{Jm}^{-2}$ .

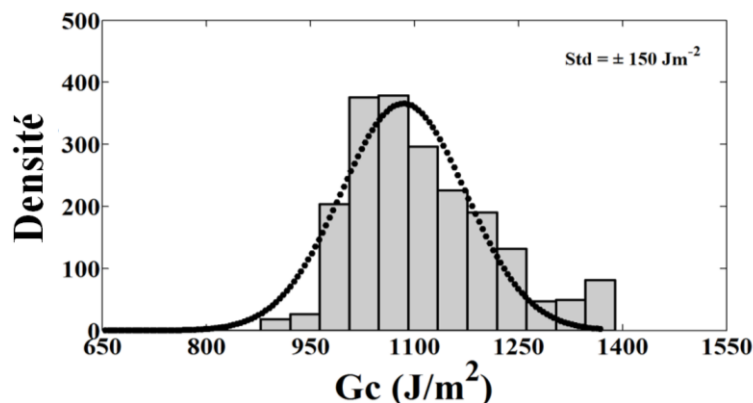


Fig. III-6. Distribution statistique de  $G_I$  en fonction de la densité d'énergie de rupture.

### 3. Modélisation (Timoshenko en fondation élastique)

La démarche d'analyse présentée ci-dessus diffère des méthodes habituellement décrites dans les normes. Elle ne fait usage que de la simple mesure traditionnelle de l'évolution force/déplacement. Par la suite, nous employons la technique de corrélation d'images numériques et le suivi extensométrique de déformation des substrats. Pour interpréter les résultats, nous proposons ici un modèle simple de l'essai où les substrats sont modélisés par des poutres de Timoshenko en flexion simple et l'interface par une distribution homogène et continue de ressorts. L'utilisation d'un modèle poutre de Timoshenko, plutôt que de Euler-Bernoulli, est nécessaire du fait de l'épaisseur importante des substrats comparée aux autres dimensions (longueur éprouvette et fissure) et pour prendre en compte l'influence du

cisaillement transverse. Un simple modèle de fondation élastique de Winkler (Fig. III-7) sera utilisé dans ce cas pour décrire de façon phénoménologique le comportement de l'interface. Lors d'un essai en mode I, l'interface n'est sollicitée qu'en tension, et il n'est pas nécessaire de prendre en compte la rigidité en cisaillement de la couche d'adhésif. Des modèles semblables ont été proposés pour décrire la rupture en mode I des liaisons collées [89] ou le délaminage dans les composites stratifiés [180]. Nous rappelons ici les étapes de la résolution de ce problème afin de préciser les notations employées et fournir les relations qui permettent l'exploitation des résultats expérimentaux.

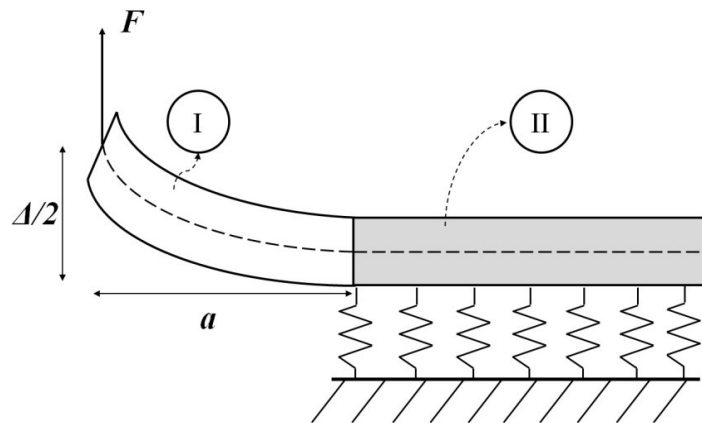


Fig. III-7. Poutre de Timoshenko sur fondation élastique.

L'équilibre d'une poutre de Timoshenko en flexion sur appui élastique de rigidité linéique  $k_b$  est décrit par les relations :

$$\frac{dM}{dx} + T = 0 \quad \frac{dT}{dx} - k_b \cdot W = 0 \quad (\text{III-9})$$

où  $M$  et  $T$  désignent, respectivement, le moment de flexion de la poutre et la force de cisaillement,  $W$  est la déflexion de la poutre et  $x$  est la position le long de la poutre. D'après le modèle de Timoshenko, le moment de flexion et la force de cisaillement sont liés à  $W$  et à la rotation locale de la poutre  $\varphi$  par les relations :

$$M = EI_b \frac{d\varphi}{dx} \quad T = \kappa GS \left[ \frac{dW}{dx} - \varphi \right] \quad (\text{III-10})$$

où  $\kappa GS$  est la rigidité de la poutre en cisaillement,  $S = bh$  l'aire de sa section droite,  $\kappa$  est le facteur de correction en cisaillement de Timoshenko, qui vaut  $\kappa \approx 5/6$  dans le cas d'une section rectangulaire pour un matériau homogène et isotrope soumis à un chargement statique. Dans

le cas présent, où le substrat est homogène et isotrope, le module de cisaillement est relié au module d'Young et au coefficient de Poisson par la relation  $G=E/2(1+\nu)$ . En combinant les relations (III-9) et (III-10), on obtient une équation différentielle d'ordre quatre en  $W$  qui gouverne l'équilibre d'une poutre de Timoshenko sur appui élastique :

$$\frac{d^4W}{dx^4} - \frac{k_b}{\kappa GS} \frac{d^2W}{dx^2} + \frac{k_a}{EI_b} W = 0 \quad (\text{III-11})$$

Pour simplifier l'analyse, on suppose le substrat semi-infini. Le point  $x=0$  correspond à la position de fissure, les valeurs négatives de  $x$  correspondent à la partie collée de l'éprouvette. La solution de l'équation (III-11) est alors du type :

$$W(x) = F. A_1 \exp(\lambda_1 x) + F. B_1 \exp(\lambda_2 x) \quad (\text{III-12})$$

$$\varphi(x) = F. C_1 \exp(\lambda_1 x) + F. D_1 \exp(\lambda_2 x) \quad (\text{III-13})$$

où :

$$C_1 = \left( \lambda_1 - \frac{k_b}{\kappa GS} \frac{1}{\lambda_1} \right) A_1 \quad D_1 = \left( \lambda_2 - \frac{k_b}{\kappa GS} \frac{1}{\lambda_2} \right) B_1 \quad (\text{III-14})$$

et  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$  sont les racines de l'équation (III-11) à partie réelle positive, dont l'expression est donnée par :

$$\lambda_{1,2} = \sqrt{\frac{1}{2} \left\{ \frac{k_b}{\kappa GS} \pm \sqrt{\left( \frac{k_b}{\kappa GS} \right)^2 - 4 \frac{k_b}{EI_b}} \right\}} \quad (\text{III-15})$$

Quelles que soient les caractéristiques du système considéré, la déflexion des substrats (i.e. la déformation de la colle) s'atténue de façon exponentielle vis-à-vis du front de fissure. En notant :

$$\lambda = \frac{\sqrt{2}}{2} \left( \frac{k_b}{EI_b} \right)^{1/4} \quad \varepsilon = \frac{\sqrt{k_b EI_b}}{2\kappa GS} \quad (\text{III-16})$$

l'équation (III-15) devient :

$$\lambda_{1,2} = \lambda \sqrt{2 \left\{ \varepsilon \pm \sqrt{\varepsilon^2 - 1} \right\}} = \lambda \alpha_{1,2} \quad (\text{III-17})$$



Selon la valeur de  $\varepsilon$ , un amortissement périodique, ou une diminution monotone de la déformation de la colle, doit être observée. Le paramètre  $\lambda^{-1}$  est homogène à une longueur et caractérise la taille de la zone dans laquelle l'adhésif est sollicité.

La déflexion et la rotation de la partie non collée des substrats sont obtenues en résolvant la même équation (III-11) avec  $k_b = 0$ . On trouve classiquement :

$$W(x) = \frac{F}{\kappa GS} x + \frac{F}{EI_b} \left( a \frac{x^2}{2} - \frac{x^3}{6} \right) + F\theta x + F\delta \quad (\text{III-18})$$

$$\varphi(x) = \frac{F}{EI_b} \left( ax - \frac{x^2}{2} \right) + \theta \quad (\text{III-19})$$

$F\delta$  correspond à l'ouverture de fissure (i.e. CTOD : Crack Tip Opening Displacement) et  $F\theta$  à la quantité généralement désignée par « root rotation » [93]. Ces deux constantes, de même que  $A_1$  et  $B_1$ , sont déterminées en écrivant les conditions de continuité en  $W$ ,  $\varphi$ ,  $M$  et  $T$  en pointe de fissure ( $x=0$ ). On trouve :

$$A_1 = \frac{a^3}{4EI_b} \frac{\alpha_1}{(\lambda a)^3} \left\{ \frac{4\lambda a - \alpha_2^3 + 4\varepsilon\alpha_2}{\alpha_1^3 - \alpha_2^3 + 4\varepsilon(\alpha_2 - \alpha_1)} \right\} \quad (\text{III-20})$$

$$B_1 = \frac{a^3}{4EI_b} \frac{\alpha_2}{(\lambda a)^3} \left\{ \frac{4\lambda a - \alpha_1^3 + 4\varepsilon\alpha_1}{\alpha_2^3 - \alpha_1^3 + 4\varepsilon(\alpha_1 - \alpha_2)} \right\} \quad (\text{III-21})$$

$$\delta = \frac{a^3}{4EI_b} \frac{1}{(\lambda a)^3} \left\{ \frac{\alpha_1\alpha_2(\alpha_1 + \alpha_2) + 4\lambda a}{\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_1\alpha_2 - 4\varepsilon} \right\} \quad (\text{III-22})$$

$$\theta = \frac{a^2}{4EI_b} \frac{1}{(\lambda a)^2} \left\{ \frac{(\alpha_1^2 - 4\varepsilon)(\alpha_2^2 - 4\varepsilon) + 4\lambda a(\alpha_1 + \alpha_2)}{\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_1\alpha_2 - 4\varepsilon} \right\} \quad (\text{III-23})$$

On obtient finalement la complaisance de l'éprouvette comme la somme de quatre termes :

$$\frac{\Delta}{F} = 2 \left[ \frac{a^3}{3EI_b} + \frac{a}{\kappa GS} + \delta + \theta a \right] \quad (\text{III-24})$$

qui correspondent aux complaisances liées à la flexion de la poutre, au cisaillement des substrats, à l'ouverture de fissures, et à la rotation de la poutre au droit de la fissure. La complaisance est également donnée par la relation :

$$\frac{\Delta}{F} = \frac{2Fa}{\kappa GS} + 2 \frac{Fa^3}{3EI_b} \quad (III-25)$$

$$\left[ 1 + 3 \frac{\alpha_1 \alpha_2 (\alpha_1 + \alpha_2) + c(4 + (\alpha_1^2 - 4\varepsilon)(\alpha_2^2 - 4\varepsilon)) + 4c^2(\alpha_1 + \alpha_2)}{4c^3(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_1 \alpha_2 - 4\varepsilon)} \right]$$

qui fait apparaître les paramètres  $\lambda$ ,  $\varepsilon$ ,  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  précédemment définis. De la complaisance on peut déduire le taux de restitution d'énergie selon la relation (I-1):

$$G_I = \frac{F^2}{b\kappa GS} + \frac{F^2 a^2}{bEI_b} \left[ 1 + \frac{4 + (\alpha_1^2 - 4\varepsilon)(\alpha_2^2 - 4\varepsilon) + 8c(\alpha_1 + \alpha_2)}{4c^2(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_1 \alpha_2 - 4\varepsilon)} \right] \quad (III-26)$$

où  $c = a\lambda$  est un paramètre sans dimension qui indique la dimension relative de la « process zone » comparée à la longueur de fissure. Dans le cas où le cisaillement transverse peut être négligé (cf. poutre d'Euler Bernoulli),  $\varepsilon=0$  on trouve :

$$G_I = G_{SBT} \left( 1 + \frac{1}{c} \right)^2 = \frac{2Fa^2}{EI_b} \left( 1 + \frac{1}{c} \right)^2 \quad (III-27)$$

De même, à partir de l'expression de la complaisance (III-25), une expression théorique de la longueur apparente de fissure,  $a_{eff}$ , peut être calculée. Ceci permet de déterminer un coefficient de correction de longueur de fissure qui permet de prendre en compte la complaisance de l'interface. Ce coefficient dépend des paramètres  $\lambda$  et  $\varepsilon$  et est donné par:

$$\frac{a_{eff}}{a} = \frac{1}{a} \sqrt{\frac{3}{2} EI_b \frac{\Delta}{F}} \quad (III-28)$$

Enfin, la déformation de la peau du substrat,  $\varepsilon_s$ , qui sera mesurée par la suite au moyen de jauges de déformation, est obtenue par la relation :

$$\varepsilon_s = \frac{h}{2} \frac{d\varphi}{dx} \quad (III-29)$$

Dans la zone collée de l'éprouvette, on trouve :

$$\varepsilon_s = \frac{h}{2} (\lambda_1 C_1 \exp(\lambda_1 x) + \lambda_2 D_1 \exp(\lambda_2 x)) \quad (\text{III-30})$$

tandis que le long de la partie décollée, la déformation varie linéairement en fonction de  $x$  selon la relation:

$$\varepsilon_s = \frac{h F}{2 E I_b} (a - x) \quad (\text{III-31})$$

Dans les paragraphes suivants, nous montrons comment ce modèle simple permet d'interpréter les résultats de nos mesures effectuées par corrélation d'image ou par extensométrie.

#### 4. Corrélation d'images numériques, DIC

Ces dernières années, l'accès facilité à des moyens d'imagerie et les capacités de calcul accrues ont permis un emploi plus généralisé des techniques de mesure de champs cinématiques par analyse d'image (Digital Image Correlation, stéréocorrélation ...). Des développements spécifiques ont été proposés pour analyser les configurations pour lesquelles on observe des zones de discontinuité (bande de glissement, fissuration ...) [172-174]. Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats obtenus par corrélation d'images numériques enregistrées lors d'un essai DCB au voisinage de la fissure. Cette mesure permet d'obtenir les champs de déplacement ( $W$  et  $\varphi$ ) qui peuvent être comparés aux prédictions du modèles présenté précédemment relations (III-12,III-18) et (III-13,III-19). L'objectif étant ici de vérifier si cette technique, aujourd'hui très répandue, offre un moyen de mesurer la distribution des forces de cohésion au voisinage de la fissure. Nous proposons ici un traitement systématique pour suivre l'avancée du front de fissure, mais également l'étendue de la « process zone » ainsi que l'ouverture critique de fissure.

La technique de mesure de champ de déformation par corrélation d'images numériques est apparue dans les années 1980. Elle consiste à apparier les images enregistrées à différents instants de l'essai à une image de référence enregistrée dans l'état de référence (i.e. non déformé). Cette opération effectuée aux moyens de traitements mathématiques de plus en plus sophistiqués permet de déterminer avec une sensibilité de l'ordre de 1/100 pixel les

déplacements de points de la surface observés entre état de référence et état déformé, desquels sont déduites les déformations. La qualité de la mesure dépend fortement de la qualité de l'image qui doit présenter un bon contraste, mais également une texture spécifique favorable au traitement d'image appliqué [176]. Si la texture naturelle de l'objet ne convient pas, on réalise généralement un mouchetis en appliquant une fine couche de peinture blanche, puis en projetant de fines gouttelettes de peinture noire au moyen d'une bombe aérosol (cf. Fig. III-8). Dans le cas présent, un mouchetis est réalisé sur le coté de l'éprouvette dans une zone délimitée par  $(40\text{mm} < X < 105\text{mm})$ , X désignant la distance au point d'application de la force. Cette dimension offre un bon compromis entre résolution spatiale, sensibilité en déplacement et dimension de la zone d'observation.

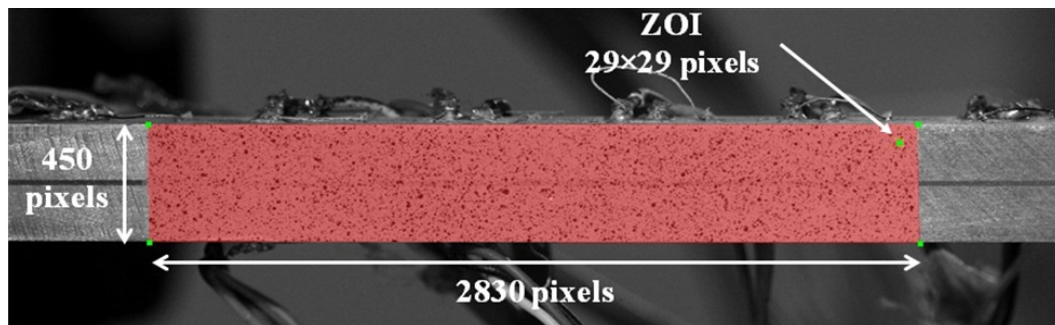


Fig. III-8. Image de référence.

1050 images ont été enregistrées durant l'essai avec une cadence de 1 image / seconde pour une durée totale de 5250 secondes. Les images en niveau de gris de taille  $3888 \times 2592$  pixels ont été obtenues au moyen d'un appareil réflex numérique *Canon EOS 40D* équipé d'un objectif télécentrique. On utilise une mire d'étalonnage pour évaluer la dimension réelle de chaque pixel. Dans le cas présent, la largeur d'un pixel vaut  $23\mu\text{m}$ . Le traitement des images est réalisé au moyen du logiciel de corrélation d'image Vic-2D [168], la taille des zones d'intérêt (ZOI) est de  $29 \times 29$  pixels pour un pas de 7 pixels.

#### 4.1. Analyse des mesures de déflexion par corrélation d'image

La Fig. III-9 montre la cartographie de la composante du déplacement perpendiculaire au plan de joint obtenu en corrélant image de référence et image n°141, qui correspondant à l'instant  $t=700\text{s}$ . A cet instant, la force appliquée est égale à 171N et proche de l'instant où démarre la fissuration. De ces données, on peut séparer les évolutions de la déflexion du substrat supérieur et du substrat inférieur. Cette opération est répétée pour chaque image.

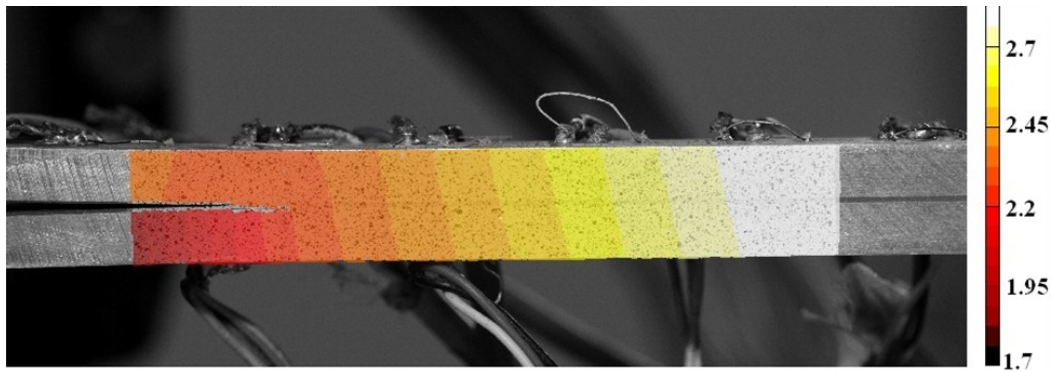


Fig. III-9. Champs de déplacement verticale à l'instant  $t=700s$  obtenu par DIC.

Le cadre de la mécanique linéaire de la rupture semblant applicable et le modèle proposé étant uniquement élastique, on peut normaliser les résultats obtenus par la force instantanée appliquée. La comparaison entre mesures et résultats théoriques donnés par les équations (III-12) et (III-18) est présentée sur la Fig. III-10. Pour obtenir ce résultat, le déplacement de corps rigide de l'éprouvette, visible sur la Fig. 9, a été soustrait de la mesure. Ceci revient simplement à soustraire des déplacements des substrats haut et bas, la moyenne de ces deux évolutions. Une fois cette opération réalisée, on observe un très bon accord entre mesure et résultat théorique, en tout cas pour la partie la plus « visible » de la mesure, c'est-à-dire la déflexion dans la partie décollée de l'éprouvette. Cependant, pour analyser le comportement de l'interface, il faut s'intéresser à la réponse de l'interface au voisinage immédiat du front de fissure. En effet, le comportement de la couche d'adhésif ne se manifeste dans la partie libre qu'à travers les seuls paramètres  $\delta$  et  $\theta$ .

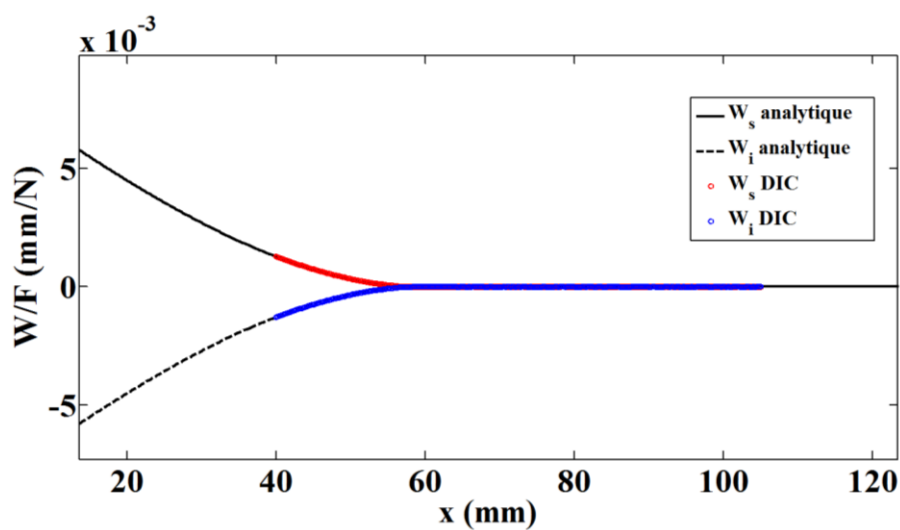


Fig. III-10. Mesure expérimentale par DIC de la déflexion des deux substrats, inférieur et supérieur, comparée avec le modèle analytique ( $W$  : indique la déflexion, les *indices s et i* indiquent supérieur et inférieur).

#### 4.2. Description de la process zone et l'ouverture en pointe de fissure

Sur la Fig. III-11 est représenté le déplacement relatif des substrats au voisinage immédiat du front de fissure (i.e. « process zone »). On observe clairement une évolution pseudo périodique telle que prédite par le modèle développé précédemment dans le cas où  $\varepsilon > 1$ . En effet, on distingue une région  $x < 58\text{mm}$  où l'adhésif est sollicité en tension qui est suivie par une zone en compression  $58\text{mm} < x < 70\text{mm}$ . Au delà de  $x > 70\text{mm}$ , les déformations ne sont plus mesurables, le bruit sur la mesure du déplacement étant de l'ordre de quelques  $\mu\text{m}$ . Le point particulier pour lequel est observée la transition entre zones de traction et de compression peut être suivi au cours de la propagation de la fissure et sert de repère pour la suite de notre analyse. L'évolution du déplacement relatif des interfaces au voisinage du front de fissure permet d'identifier le paramètre  $\lambda^{-1}$ , caractéristique de l'étendue de la process zone. Sur la Fig. III-11 sont ainsi reportées les évolutions théoriques et expérimentales après identification du paramètre  $\lambda^{-1} = 3\text{mm}$  et l'ouverture de fissure  $\delta$  peut être mesurée ( $\delta = 25\mu\text{m}$ ). La position du front de fissure (qui n'existe pas nécessairement en tant que lieu géométrique) est souvent difficile à observer et est ici définie de façon conventionnelle. La méthode proposée ici s'apparente à une démarche « point stress ».

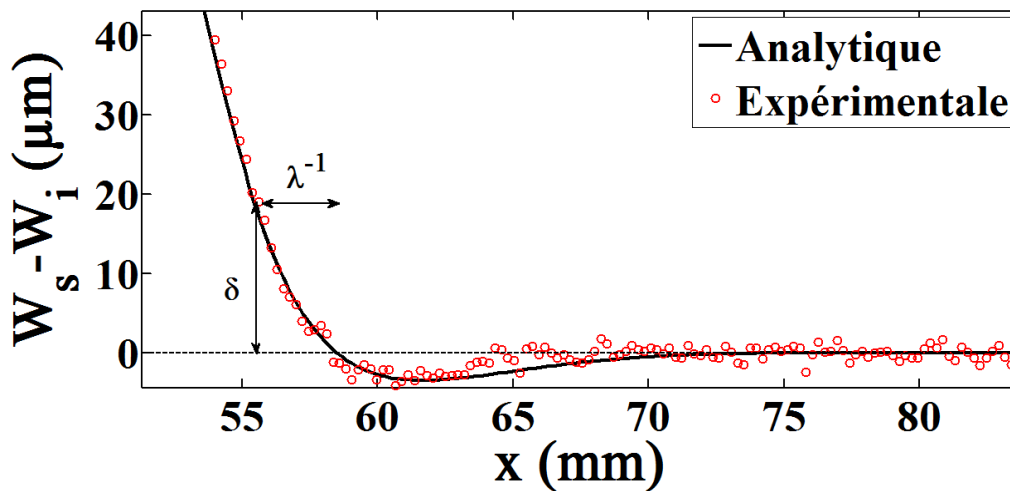
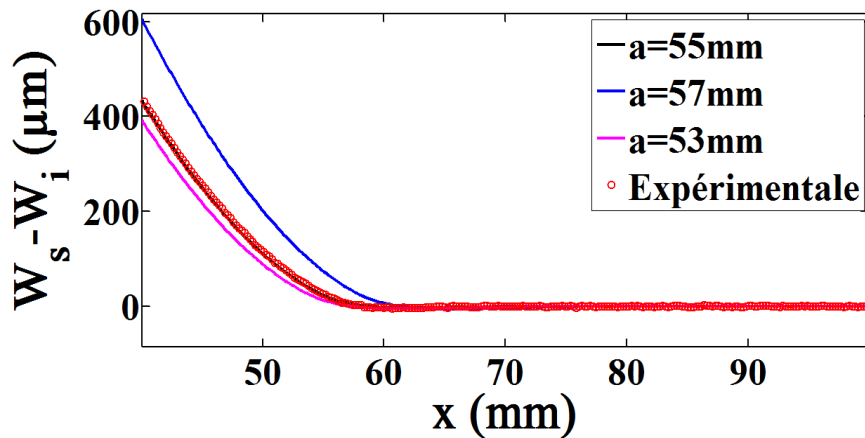
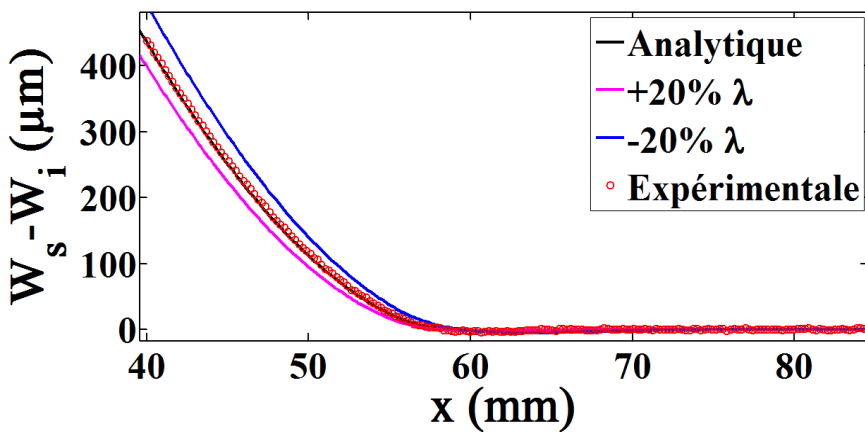


Fig. III-11. Déformation de la couche adhésive, ouverture en pointe de la fissure (COD) et taille de la 'process zone'.

Les résultats théoriques recalés sur les résultats expérimentaux et présentés sur la Fig. III-10 et la Fig. III-10 ont été obtenus avec le modèle poutre sur appui élastique pour une longueur théorique de fissure égale à 55mm. On note  $a_{DIC}$ , la longueur de fissure identifiée par cette méthode. Il convient toutefois de vérifier la sensibilité des mesures de déflexion aux deux paramètres  $a$  et  $\lambda$ .



(a)



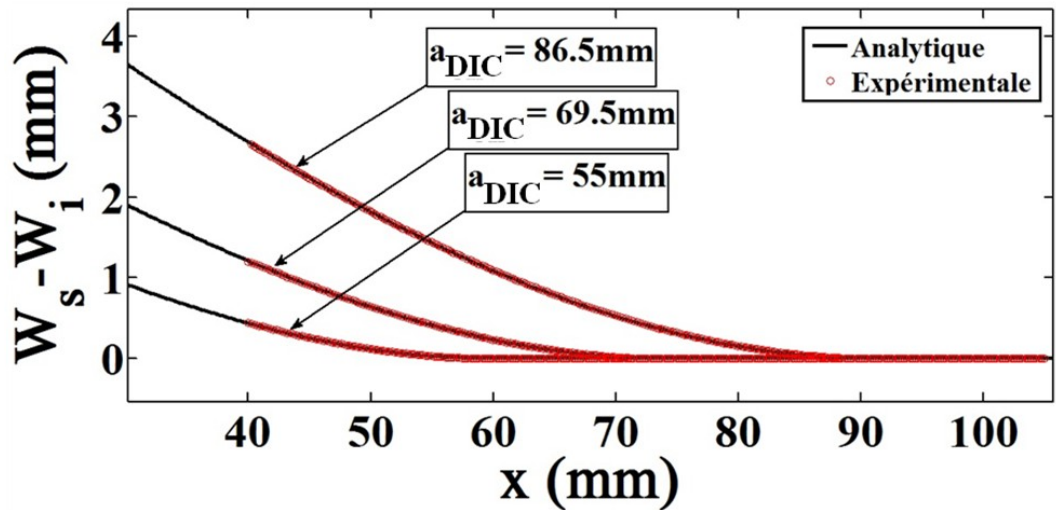
(b)

Fig. III-12. Déflexion obtenue par DIC (a) sensibilité du modèle à la valeur de longueur de fissure (b) sensibilité du modèle à la longueur de la ‘process zone’.

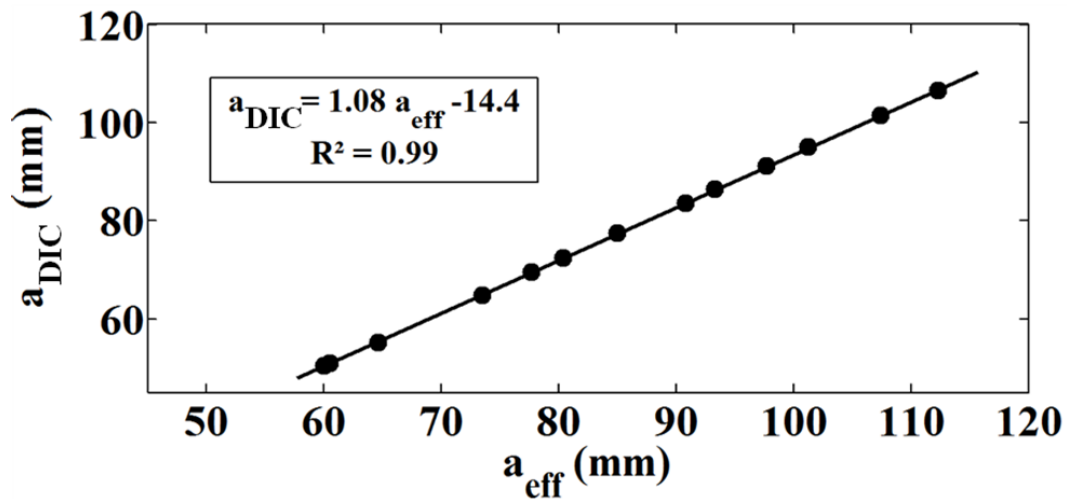
Sur la Fig. III-12 sont représentées les mêmes évolutions théoriques et expérimentales mais comparées aux évolutions théoriques obtenues en faisant varier légèrement la valeur des paramètres identifiés autour de l’optimum. On estime la précision sur la localisation du front de fissure de l’ordre de  $\pm 0.1\text{mm}$ . De même, la précision sur l’évaluation du paramètre  $\lambda$  est évaluée à 2%.

### 4.3. Méthode de calibrage de longueur de fissure

En répétant cette opération pour toutes les images, on peut suivre l’évolution du paramètre  $a_{\text{DIC}}$  au cours de la propagation. La position du front de fissure établie par corrélation d’image est reportée en fonction de la position apparente,  $a_{\text{eff}}$ , calculée à partir de la complaisance de l’éprouvette. On obtient alors une courbe d’étalonnage (Fig. III-13(b)) qui permet de recalibrer position « vraie » et position apparente du front de fissure. A nouveau, la longueur apparente de la fissure est supérieure à la longueur géométrique du fait de la complaisance de l’interface.



(a)



(b)

Fig. III-13. (a) Déflexion obtenue par DIC pour différents longueurs de fissures, (b) courbe d'étalonnage de la longueur de fissure.

En conclusion, il semble que la corrélation d'image offre un moyen efficace pour localiser durant l'expérience la position du front de fissure et également d'évaluer l'extension de la « process zone » à travers le paramètre  $\lambda$ . La comparaison entre résultats expérimentaux et modèle poutre de Timoshenko sur appui élastique est satisfaisante, de sorte que l'on peut évaluer à partir des mesures l'ouverture critique de fissure,  $\delta$ , définie de façon conventionnelle comme le déplacement relatif des interfaces à une distance fixe du point pour lequel le déplacement relatif est nul (Voir Fig. III-11). Cependant ce résultat est également quelque peu incomplet dans le sens où un comportement non-linéaire de la colle était attendu mais n'est pas détecté ici. Il semble donc nécessaire de proposer des mesures supplémentaire pour investiguer ces phénomènes.



### 5. Evaluation de la distribution des efforts de cohésion par mesure extensométrique

Dans un cadre différent [79,181], il a été montré qu'on pouvait sonder la distribution des forces de cohésion en pointe de fissure en mesurant la déformation des substrats au voisinage de cette zone. Pour ceci des jauges de déformation sont positionnées sur la surface supérieure et/ou inférieure de l'éprouvette de façon à enregistrer l'évolution du signal extensométrique durant la propagation de la fissure. Cette technique, dite de « backface strain monitoring », a été systématisée et formalisée dans le cadre de ce travail aux essais DCB, ENF et MMB pour aboutir à la méthodologie exposée ci dessous.

L'éprouvette DCB est instrumentée au moyen de 11 jauges de déformation (Vishay Micro-Measurements ; référence : EA-13-060LZ-120/E et de résistance nominale  $120\Omega$ ). Huit jauges sont positionnées sur le substrat supérieur pour mesurer la déformation longitudinale au centre du substrat à des distances  $X = \{55, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150\}$  mm du point d'application de la force. Deux jauges supplémentaires sont collées sur substrat inférieur à  $X = \{60, 75\}$  mm du point d'application de la force. Une dernière jauge est placée sur le coté du substrat centré sur l'axe neutre et orienté à  $45^\circ$  du plan de façon à mesurer la déformation de cisaillement. Cette jauge est placée en  $X = 90$  mm (voir Fig. III-14). En outre, le bord de l'éprouvette est observé au moyen d'un microscope numérique (Dino-Lite Pro, IS Production S.A., St Genis Pouilly, France) pour suivre la propagation du front de fissure. Des images en niveaux de gris de  $1280 \times 1024$  pixels sont obtenues. La mesure a été effectuée en condition ambiante ( $23^\circ\text{C}$ ).

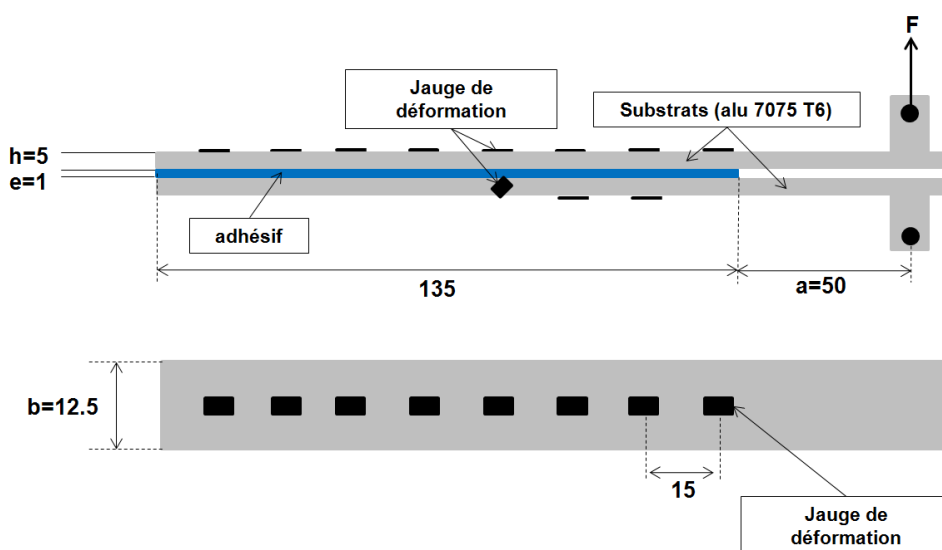
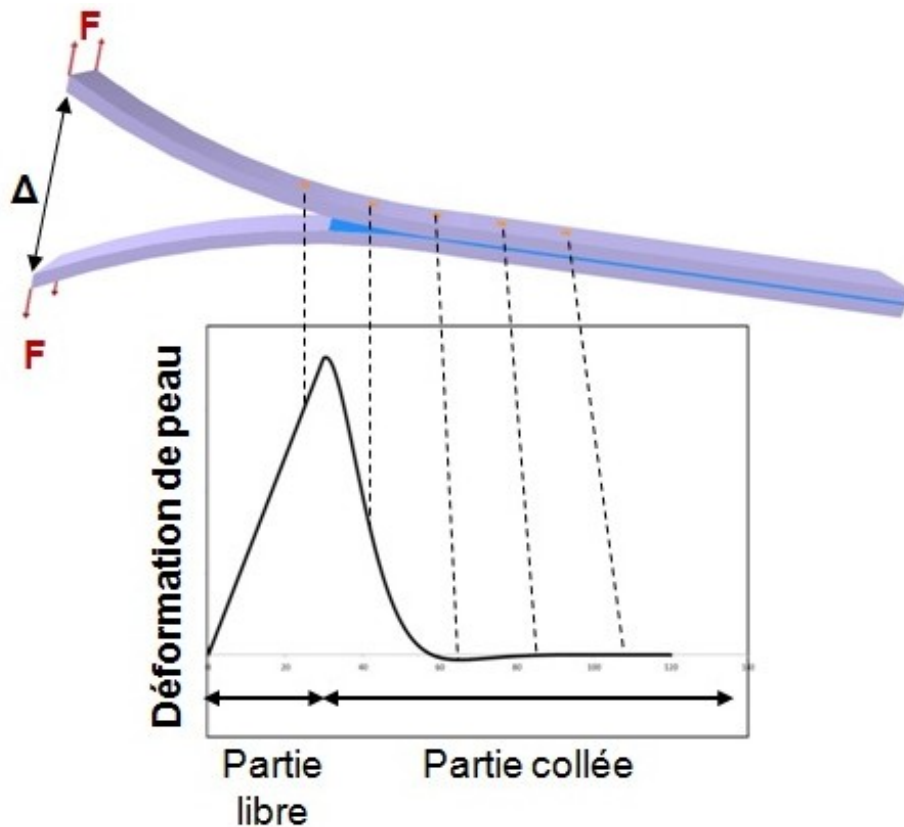


Fig. III-14. Représentation schématique de l'éprouvette DCB instrumentée avec les jauges de déformation.

Les résultats attendus et obtenus par la mesure de déformation sont représentés sur la Fig. III-15. Considérons la jauge située en  $X = 75$  mm (courbe en rouge). Initialement, elle est positionnée au droit de la zone collée de l'éprouvette. Durant les premiers stades de l'essai, le front de fissure est suffisamment éloigné de sorte qu'aucun signal de déformation n'est enregistré. Lorsque  $t \approx 590$  s, un signal de compression est mesuré ce qui indique que la « process zone » s'approche de la zone surplombée par la jauge de déformation. En effet, la « process zone », dont les caractéristiques sont supposées stationnaires au cours de la propagation, suit ou plutôt précède la fissure. Si la propagation est stable, la « process zone » traverse la position occupée par la jauge de déformation qui enregistre la réponse du substrat à l'évolution des forces des cohésions au niveau de l'interface. Ainsi, on observe que le signal de compression ( $860 < t < 1220$  s) est suivi par une remontée rapide et importante de l'amplitude du signal, qui devient positif jusqu'à atteindre un maximum puis décroître progressivement. Théoriquement, en utilisant le modèle élastique présenté précédemment, le maximum de déformation est enregistré ( $t \approx 1220$  s) au voisinage immédiat du front de fissure. La diminution du signal de déformation, une fois passé ce maximum, suit exactement l'évolution de la force appliquée. Ceci confirme que la jauge est désormais placée au dessus d'une zone fissurée, le substrat se comportant alors comme un simple corps d'épreuve.



(a)

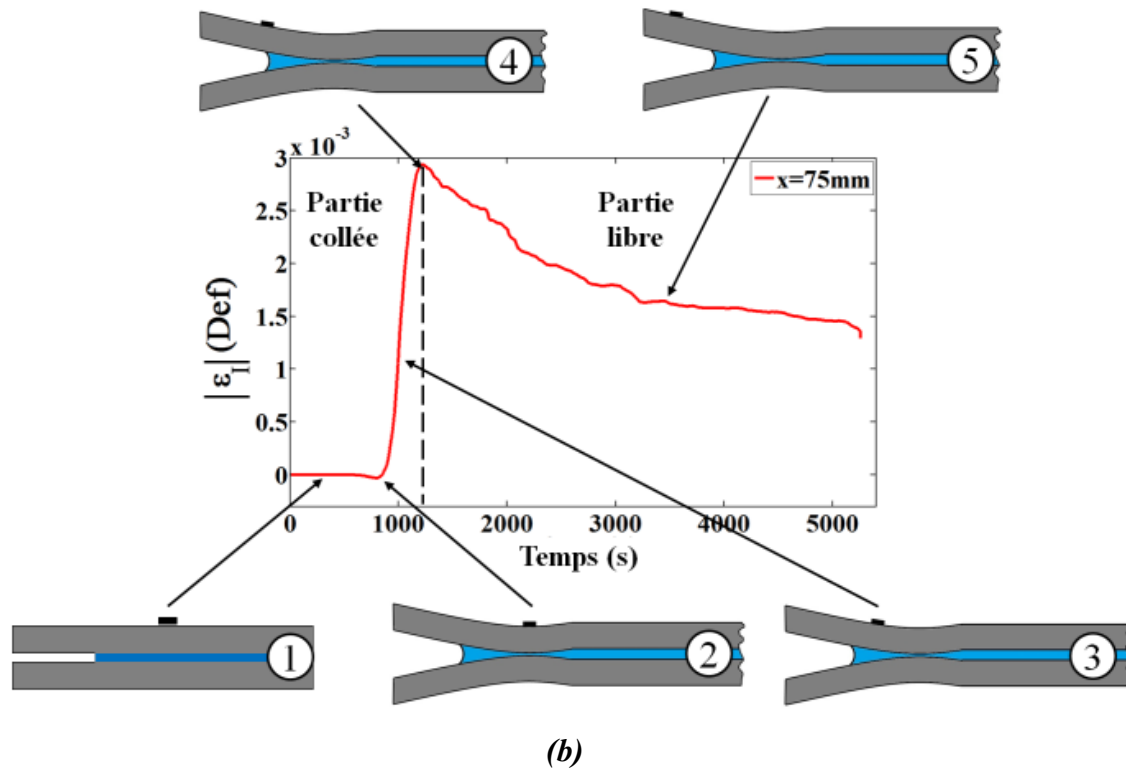


Fig. III-15. Description phénoménologique de la distribution de charge le long du joint de colle (a) Courbe typique de la déformation de peau (b) Signal mesuré par une jauge : déformation de la peau en mode I en fonction du temps.

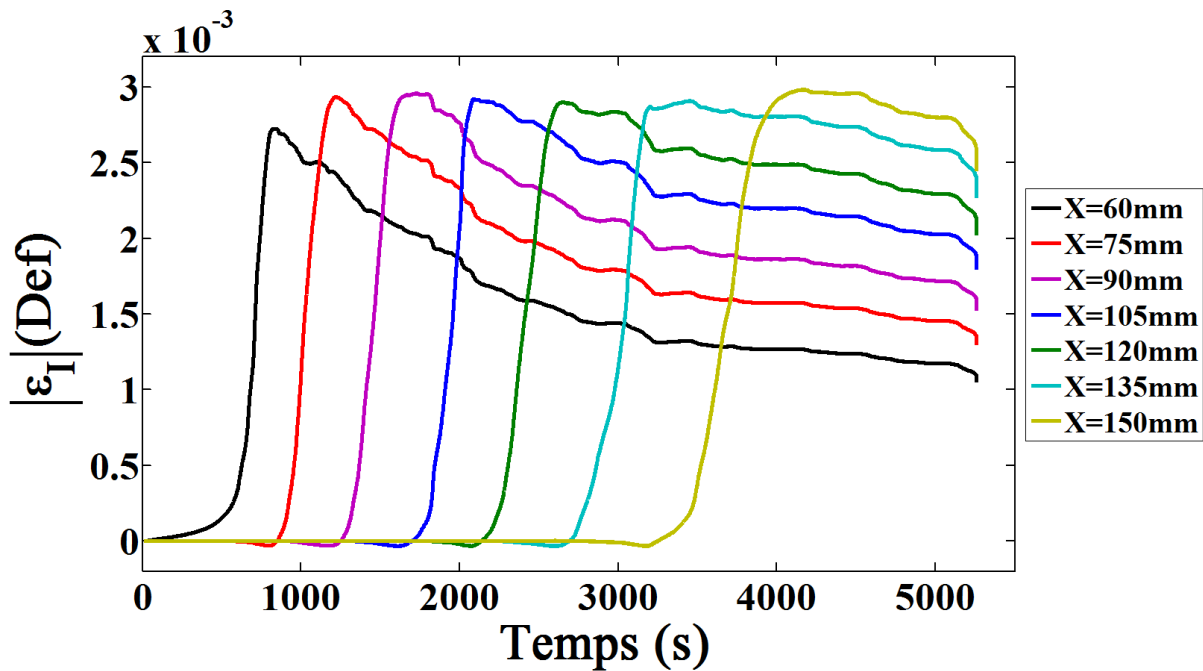


Fig. III-16. Evolution de la déformation en fonction du temps pour jauges de déformation placées à différents endroits sur le substrat.

Les évolutions temporelles des déformations mesurées par les 7 jauges collées sur la face supérieure de l'éprouvette sont représentées sur Fig. III-16 (la jauge qui est placée à  $X=55\text{mm}$  n'est pas représentée car initialement trop proche du front de fissure, elle n'apporte aucune information pertinente). Les évolutions sont très similaires mais décalées dans le temps, ce qui correspond aux différentes positions occupées par la fissure.

L'aspect cinétique n'est pour l'instant pas étudié puisque l'interface ne semble pas présenter de sensibilité à la vitesse de fissuration dans la gamme de vitesse employée. Nous sommes plus intéressés par la distribution spatiale des forces de cohésion. Pour remplacer l'échelle de temps par un repère spatial, on trace donc l'évolution de la déformation, non pas en fonction de  $t$  mais en fonction de  $a_{\text{eff}}$ , qui croît de façon monotone au cours de l'expérience ainsi que représenté sur la Fig. III-17. Dans cette représentation, l'échelle des temps est masquée.

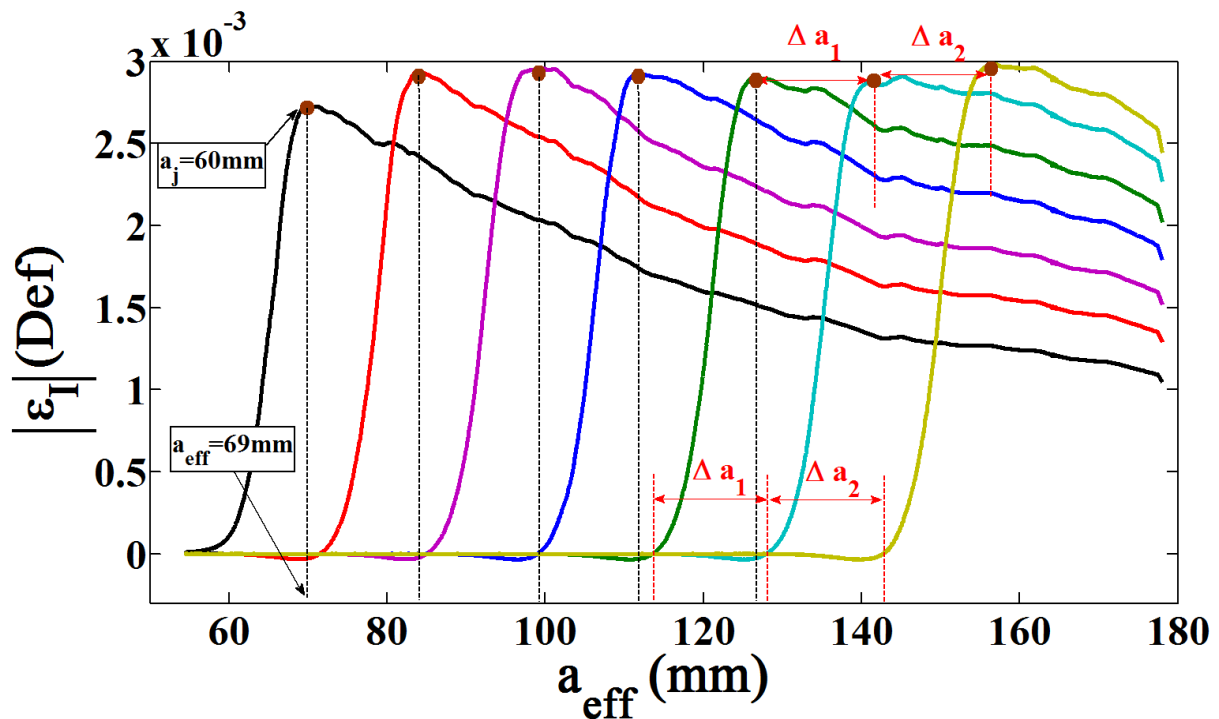


Fig. III-17. Evolution de la déformation en fonction de la longueur effective de fissure,  $a_{\text{eff}}$ .

Sur cette figure on peut aisément relever la position sur l'axe,  $a_{\text{eff}}$ , de points particuliers caractéristiques de la dimension de la « process zone », tels que les points de passage à déformation nulle ainsi que le maximum de déformation qui indique la position théorique du front de fissure. En supposant à nouveau que les caractéristiques de la « process zone » sont stationnaires durant la propagation, la mesure du décalage entre ces points sur deux courbes successives mesurées par des jauges, dont la position exacte est connue, permet de comparer avancée réelle de la fissure et propagation apparente de la fissure.

Sur la Fig. III-18 est représentée la courbe de correction d'avancée de fissure, où sont reportées les avancées réelles de la fissure,  $a_j$ , en fonction de  $a_{eff}$ .

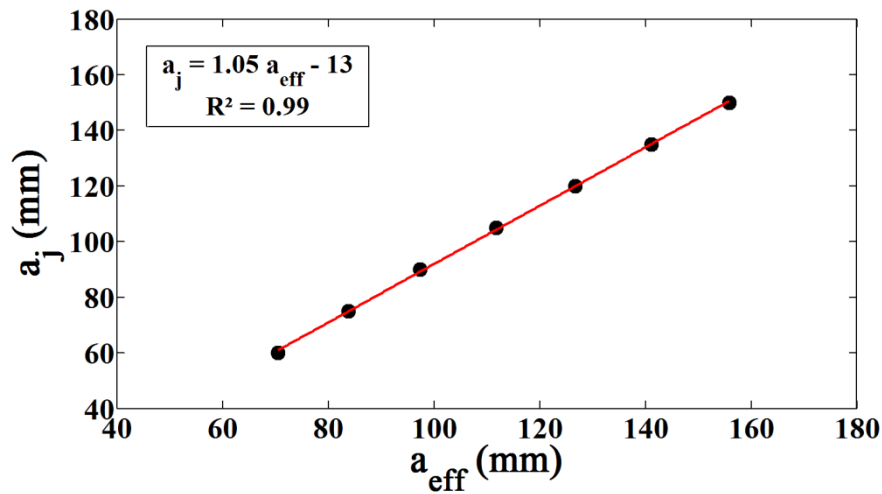


Fig. III-18. Courbe d'étalonnage de la longueur de fissure :  $a_j$  en fonction de  $a_{eff}$ .

L'objectif ici étant avant tout de corriger d'éventuelle distorsion de l'échelle spatiale qui viendrait fausser l'analyse des résultats, la connaissance de la position absolue de la fissure  $a(t)$  n'est pas strictement nécessaire, contrairement à l'avancée,  $\Delta a = a(t) - a_0$ , qui se substitue à l'échelle X. En interpolant les données ainsi obtenues, on obtient une fonction de correction qui peut être appliquée à tout instant à  $a_{eff}(t)$  durant l'ensemble de l'expérimentation. Dans le cas présent, une simple interpolation linéaire suffit. A nouveau, on observe que  $a_{eff}$  surestime la position géométrique réelle du front de fissure, qui reste définie de façon conventionnelle, ici comme la position du maximum de déformation des substrats.

Enfin, puisqu'il semble que durant la phase de propagation, la « process zone » reste stable et les tendances prévues par la simple utilisation de la mécanique linéaire de la rupture soient vérifiées, il semble logique de normaliser les déformations mesurées par la force instantanée mesurée au cours de l'essai DCB. En outre, le niveau de déformation atteint une fois la jauge positionnée au droit de la zone fissurée étant proportionnel à la distance entre jauge et point d'application de la force  $X_i$ , on normalise également le signal extensométrique par cette grandeur. Le résultat de ce traitement est présenté sur la Fig. III-19, pour les jauges placées à  $X = \{60\ 75\ 90\}$  mm, afin de faire apparaître plus clairement l'évolution du signal lors du passage du front de fissure sous la position occupée par la jauge. On observe que les fluctuations liées aux variations d'effort disparaissent totalement, et que le signal de déformation normalisé est effectivement stationnaire une fois que la fissure a dépassé la jauge.

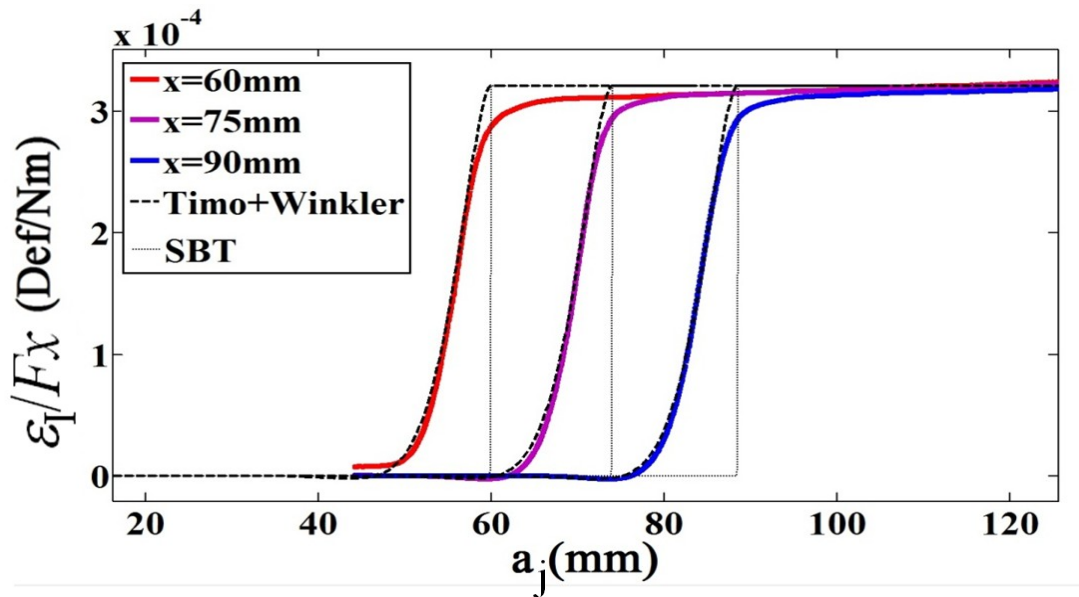


Fig. III-19. Résultats expérimentaux et solution analytique de la déformation longitudinale normalisée de l'essai DCB en fonction de la vraie position de fissure.

Sur la Fig. III-19 sont également reportées les évolutions théoriques de la déformation normalisée prédites par le modèle poutre de Timoshenko sur interface élastique et le modèle SBT. Le modèle SBT n'indique qu'une transition brutale de la déformation au passage du front de fissure. Au contraire, une évolution progressive de la déformation de peau est observée dans le cas du modèle poutre sur appui élastique, qui reproduit de façon satisfaisante les données expérimentales. La largeur de cette zone de transition permet de déterminer le paramètre  $\lambda$ , qui dépend de la rigidité de l'interface. Dans notre cas, en mesurant l'atténuation de la déformation de peau au voisinage du front de fissure, on trouve  $\lambda \approx 0.243 \text{ mm}^{-1}$  ce qui correspond à une extension de la zone dans laquelle se développent les efforts de cohésion d'environ 4mm. En outre, on peut noter un écart entre notre modèle élastique et résultats expérimentaux au voisinage immédiat de la position théorique du front de fissure. Cet écart, qui reste non exploité à ce jour, suggère la présence d'une zone où l'adhésif se comporte de façon non-linéaire, du fait de phénomènes de plasticité ou d'endommagement. A défaut de pouvoir identifier une loi de zone cohésive à partir de ces mesures, on peut néanmoins indiquer que l'extension de cette zone est de l'ordre de 15mm. Dans cette zone, la dérivée seconde de la déformation est négative, ce qui indique que les efforts de cohésion diminuent lorsqu'on s'approche de la zone fissurée. Des modèles d'interface plus évolués doivent maintenant être confrontés à ces résultats expérimentaux, en vue d'identifier une loi de cohésion, mais la reproductibilité des évolutions relevées par les jauges est encourageante et confirme la sensibilité de cette mesure nouvelle au comportement de l'interface.

Enfin, sur la Fig. III-20, nous présentons l'évolution de la déformation en cisaillement mesurée par la jauge placée sur le coté de l'éprouvette et normalisée par la force instantanée en fonction de la longueur corrigée de fissure. Cette mesure s'avère plus délicate que celles présentées précédemment, tant dans la mise en œuvre que dans l'analyse des résultats. La déformation de cisaillement est proportionnelle à l'effort tranchant qui, selon la relation III-10, permet d'évaluer plus directement que le moment de flexion, les forces de cohésion. Cependant, la dimension importante de la jauge de déformation comparée à l'épaisseur du substrat, combinée à une distribution très hétérogène de la déformation de cisaillement dans une section, compliquent l'analyse de la mesure et la comparaison avec les résultats théoriques. Nous n'insisterons donc pas sur l'aspect quantitatif de la mesure à ce stade. Cependant, nous noterons que les évolutions théoriques et expérimentales sont qualitativement très similaires. Si l'amplitude du signal de déformation est notoirement plus faible que celle de la déformation de peau, les évolutions de la déformation de cisaillement semblent plus riches en vue de l'identification d'un modèle, car elles sont plus complexes. A nouveau, trois zones sont observées. Une fois la fissure passée, le signal de déformation normalisé reste stationnaire. Auparavant, une variation rapide de la déformation est également observée, qui est une dimension de la « process zone » semblable à celle déterminée précédemment.

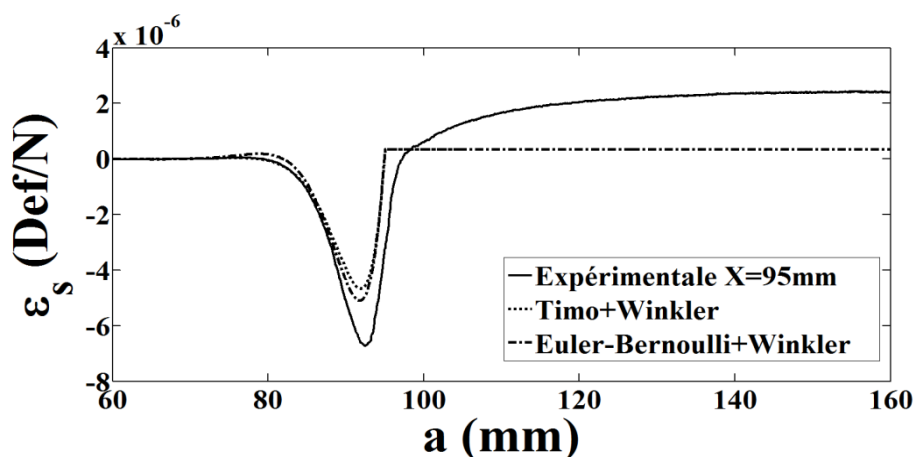
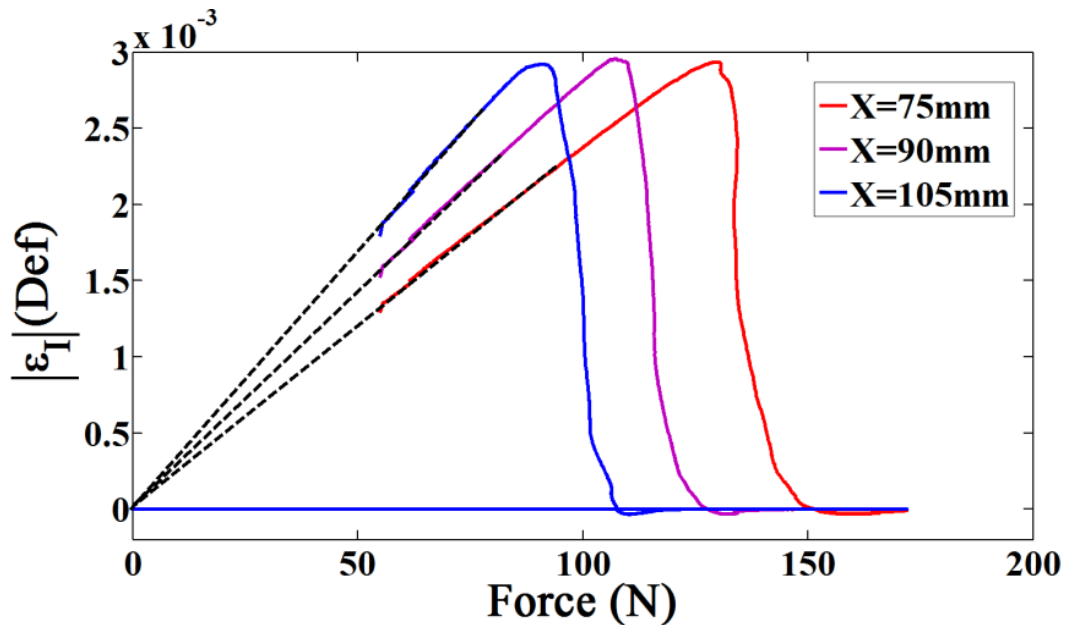


Fig. III-20. Résultats expérimentaux et solution analytique de la déformation en cisaillement divisé par la force pour la jauge à 45° en fonction de la vraie position de fissure.

## 6. Vérification des conditions d'essai

Si le suivi extensométrique des essais de fissuration a été mis en place en premier lieu pour sonder la distribution des efforts de cohésion en pointe de fissure, il présente également un intérêt non-négligeable pour améliorer le contrôle des essais. Ainsi, l'hypothèse fondamentale

faite dans la modélisation de l'essai concerne le comportement élastique linéaire des substrats. Si l'apparition de déformations irréversibles dans les deux substrats n'est pas rédhibitoire quant à la réalisation et la conduite de l'essai de fissuration, elle complique en pratique énormément son analyse. Le bilan énergétique proposé par Griffith et Irwin doit prendre en compte la dissipation énergétique dans les substrats, ce qui nécessite d'en étudier le comportement au préalable. L'évolution des signaux de déformation en fonction de la force appliquée est représentée sur la Fig. III-21(a). Le sens de parcours de la courbe est précisé sur la Fig. III-21(b). De nouveau, on distingue les trois phases précédemment mentionnées : zone collée, process zone, partie fissurée. L'évolution du signal  $\varepsilon(F)$ , lorsque le front de fissure a dépassé la position de la fissure, est parfaitement linéaire du fait de la décharge élastique. Sur les trois évolutions représentées, une interpolation linéaire intercepte l'origine du repère, ce qui confirme l'absence de déformations plastiques résiduelles dans les substrats.



(a)



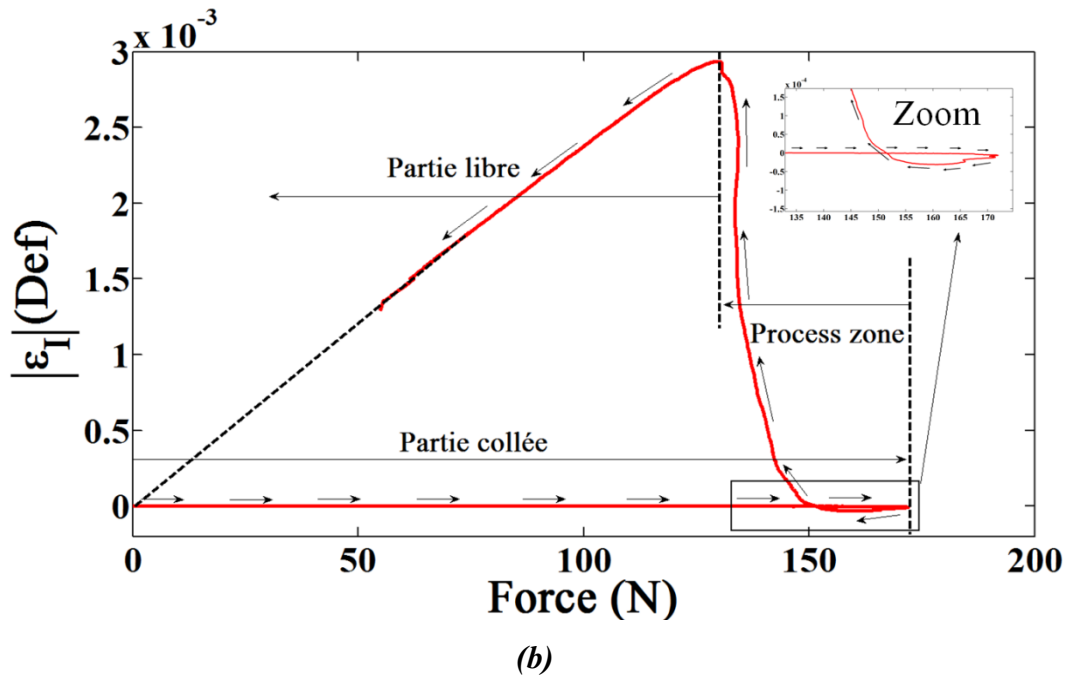


Fig. III-21. (a) Evolution de la déformation en fonction de la force,  $F$ , (b) explication graphique de transfert de charge au voisinage du front de fissure (les flèche indiquent le sens d'évolution du signal).

L'autre intérêt des mesures de déformation des substrats en terme de contrôle d'essai est la possibilité de valider la symétrie du test qui garantit à l'application d'un mode de sollicitation de type I pur. Pour cela il suffit en effet de placer deux jauges de déformation en vis-à-vis respectivement sur le substrat supérieur et sur le substrat inférieur. Toute dissymétrie dans le test se traduira par des signaux de déformation différents. Cette dissymétrie peut être due à des conditions d'amarrage impropres, mais également au mode de rupture mixte adhésif/cohésif. En effet, si la fissure ne se propage pas au milieu du plan de joint, mais le long d'une interface, alors l'éprouvette elle-même n'est plus symétrique puisque au cours de la propagation, l'un des substrats reste recouvert d'un film de colle tandis que l'autre est nu. Cette couche d'adhésif supplémentaire augmente la rigidité en flexion du substrat, d'autant qu'elle est située au plus loin de l'axe neutre de la poutre. Cet accroissement de la rigidité en flexion est connu et exploité par ailleurs pour mesurer les caractéristiques mécanique de film minces [175]. La bifurcation des fissures dans le joint de colle est un phénomène complexe qui n'est pas étudié ici. On retiendra simplement que les conditions de sollicitation à l'échelle macroscopique, en particulier la mixité des modes, étant différentes de celle réellement présentes en pointe de fissure, la fissure s'oriente de façon à favoriser la composante de mode I.

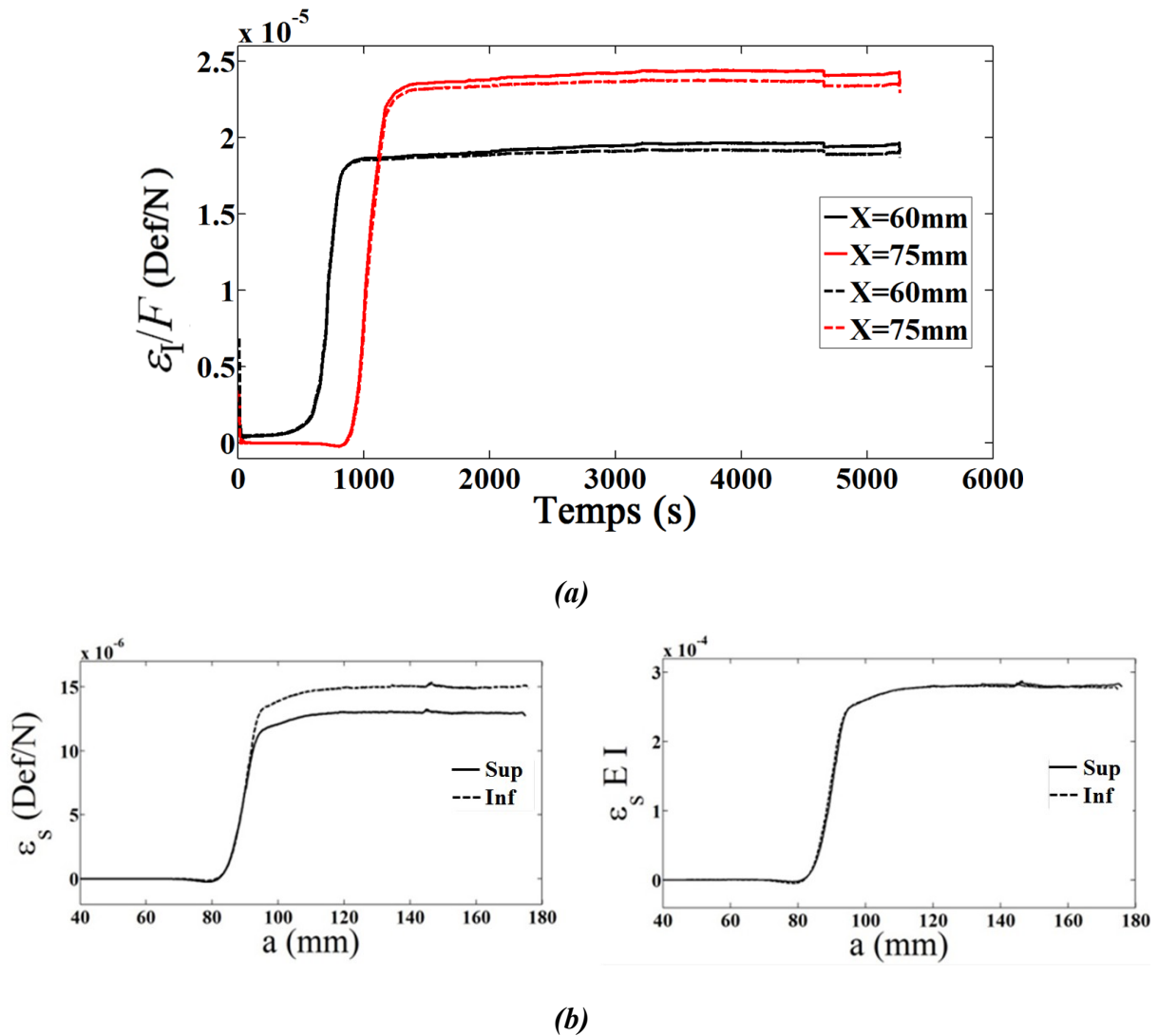


Fig. III-22. Signaux des jauges symétriques normalisés par la force en fonction du temps (a) rupture cohésive, (b) rupture adhésive.

Sur la Fig. III-22(a) sont présentées les évolutions des signaux des quatre jauges de déformation placées en vis-à-vis, à une distance  $X = \{60\ 75\}$  mm du point d'application de la force. Les lignes continues représentent les signaux mesurés sur la face supérieure et les lignes interrompues sur la face inférieure. Durant les premiers instants de l'essai et de la propagation, on observe que les signaux mesurés sur les deux faces de l'éprouvette sont parfaitement identiques, mais tendent à se décaler durant l'essai. Cette différence apparaît lorsque la fissure dévie du plan médian pour se rapprocher d'une interface, ici la face supérieure.

Pour tenir compte de la rigidité supplémentaire induite par la présence d'une couche de colle résiduelle dans la zone fissurée de l'éprouvette, les relations (III-2) et (III-6) doivent être modifiées. Ainsi, l'ouverture totale est donnée comme la somme de la déflexion des deux

substrats  $\Delta_1$  (substrat inférieur), et  $\Delta_2$  (substrat supérieur) où :

$$\Delta_1 = \frac{F a^3}{3 E I_b} \quad \Delta_2 = \frac{F a^3}{3 E I_{eff}} \quad (\text{III-32})$$

La rigidité en flexion équivalent du substrat recouvert du film de colle peut être évalué par la théorie des stratifiés [175]:

$$E I_{eff} = \frac{b(E^2 h^4 + E_{adh}^2 e^4 + E h E_{adh} e (4h^2 + 6he + 4e^2))}{12(Eh + E_{adh}e)} \quad (\text{III-33})$$

de sorte que la complaisance réelle de l'éprouvette dans le cas où la complaisance de l'interface est négligée vaut :

$$\frac{\Delta}{F} = \frac{a^3}{3} \left( \frac{1}{E I_b} + \frac{1}{E I_{eff}} \right) \quad (\text{III-34})$$

La relation permettant de calculer la longueur effective de fissure,  $a_{eff}$ , doit être modifiée comme suit pour prendre en compte la rigidité supplémentaire due au film adhésif :

$$a_{eff} = \sqrt[3]{\frac{3 \Delta}{F \left( \frac{1}{E I_b} + \frac{1}{E I_{eff}} \right)}} \quad (\text{III-35})$$

De même, l'expression de l'énergie de rupture devient :

$$G_I = \frac{F^2 a_{SBT}^2}{2 b} \left( \frac{1}{E I_b} + \frac{1}{E I_{eff}} \right) \quad (\text{III-36})$$

La correction introduite ici a, en pratique, été utilisées dès les premiers résultats présentés dans ce chapitre.

Sur la Fig. III-22(b), on représente les résultats obtenus avec un autre essai où on observe une rupture parfaitement adhésive dans un joint plus épais (1mm). Il est clair que le type de rupture et le dépôt d'adhésif qui reste sur un substrat influent beaucoup sur la réponse du système testé et doivent être pris en compte. Cet effet, mise en évidence et quantifié grâce au

suivi extensométrique, a été corrigé par l'utilisation de l'expression de la rigidité effective (III-33).

Les effets de la couche de colle résiduelle n'ont, à notre connaissance, jamais été étudiée ni pris en compte dans l'analyse des essais de fissuration, bien qu'ils se manifestent très clairement sur les mesures de déformation et pour des joints épais. Si ces effets sont visibles dans le cas de rupture adhésive, ils le sont pas dans le cas de rupture cohésive le long du plan de symétrie de l'éprouvette. Dans ce cas, il est pourtant nécessaire de tenir compte de l'accroissement de la rigidité en flexion des substrats.

## Conclusion

Dans ce chapitre nous avons proposé une méthode de mesure nouvelle pour étudier la fissuration dans un joint de colle sollicité en mode I lors d'un essai DCB. Cette technique utilise des jauges de déformation pour suivre la déformation de peau des substrats en présence de forces cohésives à l'interface et peut être combinée aux méthodes d'analyse traditionnelles ou en plein essor, telle que la corrélation d'images numériques. Ces différentes techniques ont été appliquées sur un essai où l'assemblage présentait un comportement élastique et fragile, en ce sens que les tendances prévues par une simple analyse en mécanique linéaire de la rupture permettait d'exploiter l'évolution force/déplacement macroscopique exploitée habituellement. Cette mesure permet principalement de déterminer le taux de restitution d'énergie critique de l'interface,  $G_{Ic}$ , mais nous avons proposé un traitement pour évaluer en outre la dispersion sur ce paramètre  $G_{Ic}$  en exploitant l'ensemble de la courbe de fissuration.

La corrélation d'image numérique a permis de suivre l'avancée de la fissure, paramètre défini de façon conventionnelle par comparaison des déflexions mesurées avec un modèle simple de poutre de Timoshenko sur appui élastique. Cette méthode permet l'établissement d'une courbe d'étalonnage de la complaisance en fonction de l'avancée de la fissure et de déterminer un paramètre phénoménologique,  $\lambda$ , caractéristique de la zone de redistribution des contraintes en pointe de fissure et le paramètre  $\delta$  qui représente l'ouverture en pointe de fissure.

Enfin, nous avons proposé une méthodologie complète de traitement des signaux de déformation relevés par les jauges d'extensométrie, qui permet de sonder avec une plus grande précision que les techniques existantes la distribution des forces de cohésion en pointe de fissure. La présentation des résultats consiste essentiellement à reporter l'évolution de la déformation normalisée par la force instantanée et la position de la jauge, en fonction de la longueur vraie ou apparente de fissure. Ces résultats révèlent clairement la zone d'accommodation des contraintes et permettent de distinguer les zones sollicitées élastiquement ou de façon irréversible.

Si la détermination des forces de cohésion est l'objet principal de cette instrumentation supplémentaire, l'ajout de jauges de déformation permet en outre un meilleur contrôle de l'essai. En effet, en vérifiant que, lors de la décharge, aucune déformation résiduelle n'est observée, on vérifie que les substrats restent sollicités élastiquement. Ceci est une hypothèse importante de l'analyse et difficile à vérifier macroscopiquement. En outre, l'ajout de jauges

de déformation permet de contrôler la symétrie de la sollicitation (i.e. mode I pur), des dissymétries pouvant être induites par des conditions d'amarrage impropres mais aussi, comme cela a été constaté, par une rupture adhésive qui laisse un revêtement de colle sur un seul des deux substrats après rupture.

Ayant démontrée l'intérêt de cette mesure supplémentaire pour l'étude des problèmes de fissuration, nous souhaitons l'étendre à d'autres conditions d'essai. Le cas du mode II a été étudié et est présenté en annexe n°(2,3). Dans le chapitre suivant nous nous consacrons à la mise en œuvre de cette technique de suivi extensométrique de la fissuration en mode mixte I/II lors d'essai MMB.

# **Chapitre IV**

**Essais mécaniques : rupture en mode mixte**





## Introduction

Dans le chapitre précédent, un nouveau protocole a été proposé pour étudier la distribution des efforts de cohésion en pointe de fissure lors d'un essai de fissuration en mode I. En conditions réelles, les structures collées sont rarement soumises à des sollicitations pures. La technique de suivi extensométrique des essais de fissuration sur éprouvette DCB a donc tout d'abord été étendue aux essais de flexion trois points sur éprouvette ENF pour caractériser la rupture en mode II. Ce travail a été présenté dans deux publications qui sont jointes en annexe n°(2,3). Le protocole proposé pour distinguer les modes I et II de sollicitation et les modèles simplifiés d'analyse sont exposés ici mais appliqués au cas de sollicitation mixtes I/II imposées au moyen d'un outillage type « Mixed Mode Bending » MMB. Cet essai utilise la même géométrie d'éprouvette que les essais DCB, et constitue le seul test normalisé (ASTM D6671/D6671M-06) pour étudier le délaminage ou la rupture de liaison collées en mode mixte I/II.

De part leur relative simplicité, les essais ENF et MMB sont aujourd'hui très populaires. De nombreuses études ont été consacrées à l'analyse de ces tests en vue de la détermination des énergies de rupture. Tout comme pour l'essai DCB, leur objectif est de mieux tenir compte de la présence de nombreux artefacts expérimentaux, effet structure et matériaux, qui sont à l'origine de l'écart entre les modèles simples qui permettent d'évaluer la complaisance de l'éprouvette et la réalité de l'expérience. Nous adopterons ici la même présentation qu'au chapitre précédent en insistant sur les spécificités de cet essai, c'est-à-dire d'une part le moyen utilisé pour découpler mode I et mode II et d'autre part le modèle poutre sur appui élastique qui sert à l'analyse des efforts de cohésion en pointe de fissure sollicité en mode II. Nous comparerons les informations obtenues par mesure de la déflexion des substrats effectuée par corrélation d'image et celles obtenues en enregistrant au moyen de jauges d'extensométrie l'évolution de la déformation de la surface des substrats au cours de la propagation de la fissure. Cette dernière méthode s'avère plus sensible dans nos conditions d'essai à la distribution des forces de cohésion et en particulier à la présence de phénomènes non-linéaires en pointe de fissure (plasticité, endommagement).

## 1. Conditions d'essai

Le dispositif expérimental mis en place pour la réalisation d'essais de fissuration en mode mixte I/II est présenté sur la Fig. IV-1. L'éprouvette, dont la géométrie et les conditions de réalisation sont identiques à celles présentées au chapitre précédent, est placée sur un outillage MMB [143]. Ce dispositif a subi quelques modifications mineures pour permettre l'ajout de capteurs de déplacement supplémentaires, permettant de mesurer la déflexion au droit du point d'appui central et l'ouverture de l'éprouvette. Les deux capteurs LVDT (Ametek, Solartron Metrology, MV05007SBN3AC47-01, West Sussex, Royaume-Uni) ont une course de 20mm et une résolution de  $\pm 0.1$ mm. Le test est réalisé au moyen d'une machine de traction universelle (Zwick / Roell Z010, Zwick GmbH & Co., Ulm, Allemagne), à température ambiante. On impose une vitesse de déplacement de traverse constante de 0.3 mm/min.

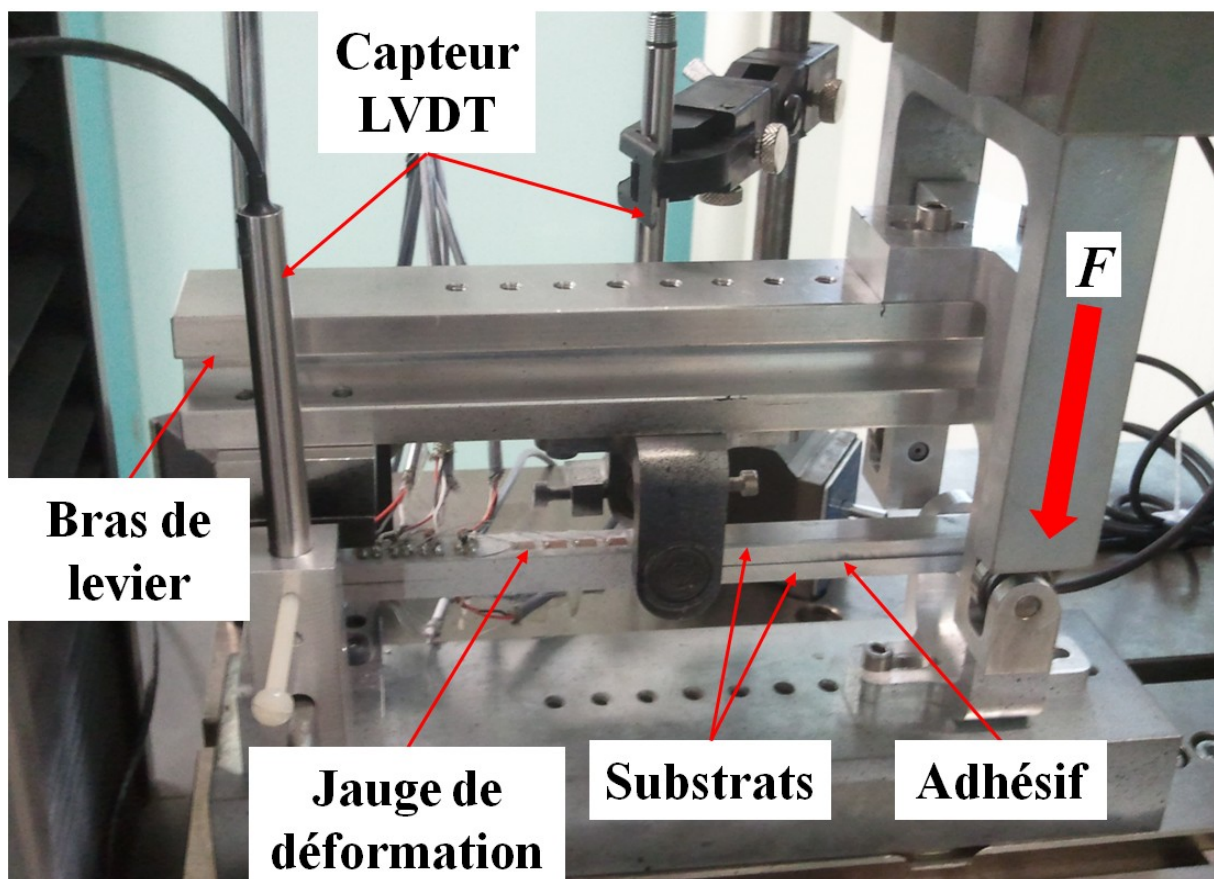


Fig. IV-1. Montage expérimentale pour l'essai MMB.

La force,  $F$ , appliquée est mesurée au moyen d'une cellule d'effort de 10 kN (Zwick / Roell, KAF-TC).

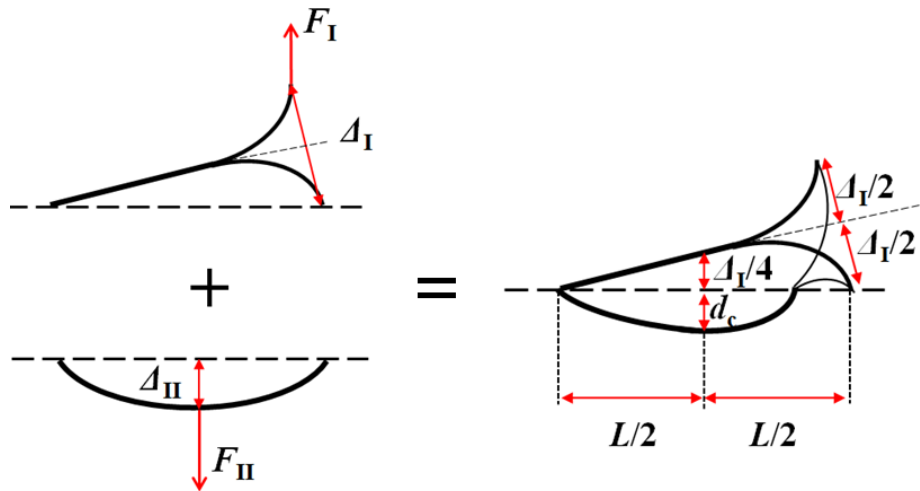


Fig. IV-2. Séparation des déplacements modaux dans l'essai MMB [143].

Sur la Fig. IV-2 est représenté le schéma qui montre la partition des sollicitations appliquées lors d'un essai MMB et qui permet d'évaluer simplement les contributions des modes I et II. On désigne par  $L$  la longueur de l'éprouvette, qui correspond à la distance entre les deux appuis extérieurs.  $F_1$  et  $F_2$  correspondent aux efforts appliqués dans le cas de sollicitation pures respectivement en mode I et mode II et utilisés pour évaluer les complaisances et taux de restitution d'énergie, relations (I-32) et (I-33).  $\Delta_1$  est l'ouverture des deux bras de l'éprouvette associée au mode I et mesurée par le premier capteur LVDT, placé à l'extrémité de l'éprouvette.  $d_c$  est la déflexion mesurée au milieu de l'éprouvette au niveau du point d'appui central et mesurée par le deuxième capteur LVDT. Enfin, on détermine la déflexion,  $\Delta_2$ , au centre de l'éprouvette associée au seul mode II par l'opération suivante :

$$\Delta_2 = d_c + \frac{\Delta_1}{4} \quad (\text{IV-1})$$

Les différentes notations utilisées ayant été précisées, nous rappelons ci-dessous les méthodes d'analyse conventionnelles utilisées pour exploiter les résultats de l'essai MMB, généralement présentés sous forme d'évolution force / déplacement, et qui permettent de déterminer le taux de restitution d'énergie critique. Nous montrerons ensuite en quoi l'utilisation de la corrélation d'image, et surtout, le suivi extensométrique des essais de fissuration permet de sonder la distribution des efforts de cohésion en présence de sollicitations mixtes de tension / cisaillement.

## 2. Technique d'analyse

### 2.1. Longueur du bras de levier, $c$

La contribution relative du mode I par rapport au mode II, ou rapport  $G_I/G_{II}$ , lors d'un essai est définie par la position du point d'application de la force sur le bras de chargement définie par la longueur,  $c$ , (cf. chapitre I).

$$\frac{G_{II}}{G} = \frac{3(a + 0.42\chi h)^2(c + L)^2}{4(a + \chi h)^2(3c - L)^2 + 3(a + 0.42\chi h)^2(c + L)^2} \quad (\text{IV-2})$$

Ce paramètre doit être défini au préalable avant essai. Dans le cas présent, nous détaillons l'analyse d'un essai pour lequel  $G_I/G_{II}=1$ . Le lien entre  $c$  et le rapport  $G_I/G_{II}$  n'est pas trivial. Plusieurs méthodes ont été proposées pour régler précisément ce paramètre. On désigne par la suite par 'ASTM standard' et 'itérative solution' les méthodes, respectivement, préconisée par la norme [135] et utilisant les relations (I-42) et (I-43). Récemment, une dernière méthode a été proposée par Blanco et al. [182] qui consiste à résoudre le système:

$$c = \frac{12\beta^2 + 3\alpha + 8\beta\sqrt{3\alpha}L}{36\beta^2 - 3\alpha} \frac{L}{2} \quad (\text{IV-3})$$

où :

$$\alpha = \frac{1 - \frac{G_{II}}{G}}{\frac{G_{II}}{G}} = \frac{G_I}{G_{II}} \quad (\text{IV-4})$$

$$\beta = \frac{(a + \chi h)}{(a + 0.42\chi h)} \quad (\text{IV-5})$$

et où en présence d'un matériau homogène et isotrope,  $\beta$  vaut 1.

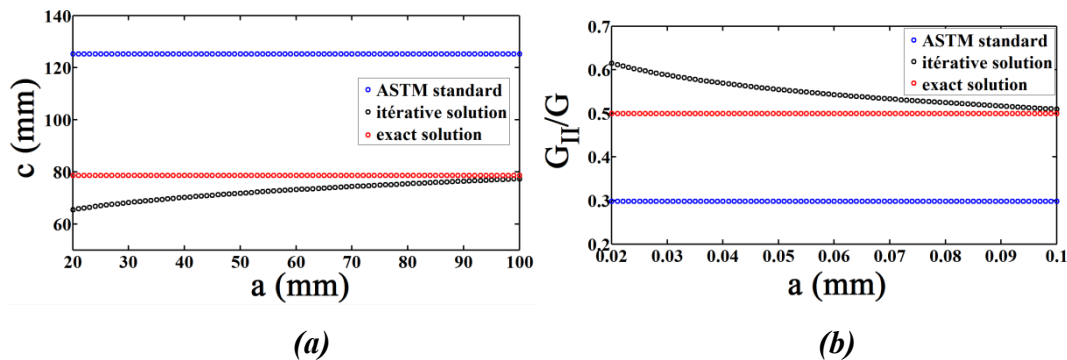


Fig. IV-3. (a) Evolution de la longueur du bras de levier,  $c$ , en fonction de la longueur de fissure, (b) rapport  $G_{II}/G$  pour les différentes longueurs de bras de levier,  $c$ , en fonction de la longueur de fissure.

Sur la Fig. IV-3 sont présentés les résultats de ces différentes méthodes de calcul de la position du point d'application de la force et du rapport de mixité. Les différentes méthodes proposées conduisent à des valeurs assez différentes de  $c$ . Ainsi pour obtenir  $G_I/G_{II}=1$ , on devrait adopter selon la norme ('ASTM standard')  $c=125.3\text{mm}$ , la méthode 'itérative solution' indique que  $c$  varie entre 65.5 et 77.4mm selon la longueur de fissure tandis qu'avec la méthode 'exact solution' on trouve  $c=78.7\text{mm}$ . Maintenant si on prend ces valeurs et on les injecte dans la relation (IV-2), on obtient Fig. IV-3(b) qui montre le rapport  $G_{II}/G$  en fonction de la longueur de fissure. Il est clair que 'exact solution' donne le meilleur résultat, vu qu'on obtient un rapport  $G_{II}/G$  qui est égal à 0.5.

Nous avons utilisé par la suite cette dernière valeur soit  $c=78.8\text{mm}$ .

## 2.2. Analyse standard de l'essai MMB

La partition entre efforts associés au mode I et au mode II, une fois effectuée, les mêmes méthodes et les équations utilisées pour l'analyse des données expérimentales obtenues lors d'essais DCB et ENF sont utilisées pour exploiter les résultats expérimentaux exprimés en terme de réponse force / déplacement. En effet, on suppose que la mécanique linéaire de la rupture est applicable et, en conséquence, que l'état mécanique résulte de la simple superposition des deux états élémentaires étudiés par ailleurs. Les relations utiles ont été présentées dans le premier chapitre.

Sur la figure Fig. IV-4 est représentée la courbe force/déplacement relevée durant un essai MMB sur assemblage aluminium collé avec l'adhésif EA9321 étudié précédemment. On impose ici une vitesse de déplacement traverse de  $0.3\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ .

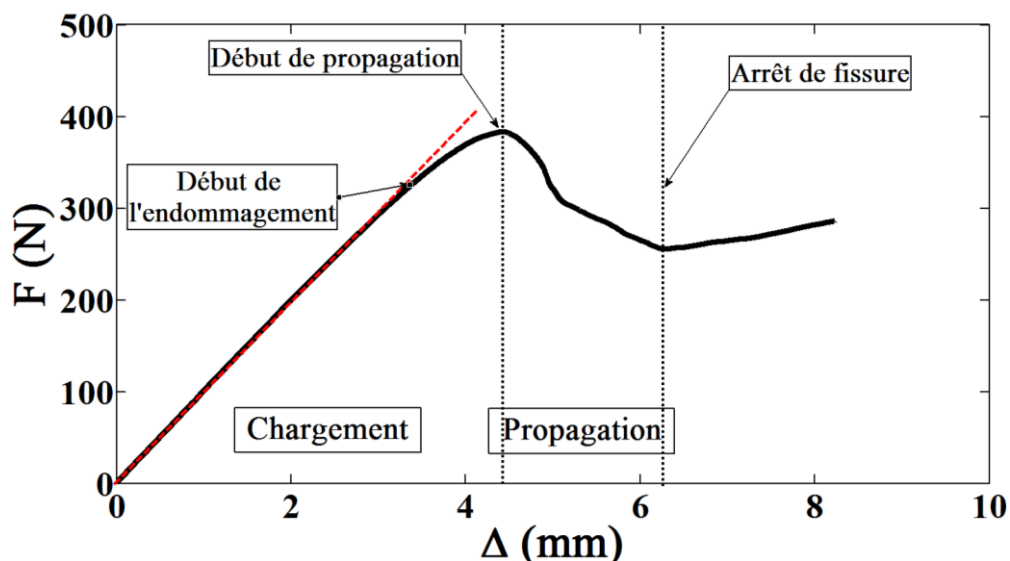


Fig. IV-4. Courbe force/déplacement de l'essai MMB.

L'évolution des courbes force / déplacement diffère de celle observée lors d'un essai DCB. Pendant la première phase du chargement, on observe une évolution linéaire correspondant à la réponse élastique, supposée sans endommagement de la couche adhésive ni plastification de la colle ou des substrats. Lorsque la force atteint  $\approx 325\text{N}$  pour un déplacement traverse de  $3.4\text{mm}$ , la réponse s'écarte progressivement de cette évolution linéaire, ce qui marque l'apparition de phénomènes irréversibles dans l'adhésif. L'effort augmente progressivement jusqu'à une valeur maximale de  $\approx 384\text{N}$  ( $\Delta = 3.4\text{mm}$ ) considérée généralement comme le seuil de déclenchement de la fissuration. La force appliquée décroît alors progressivement à mesure que le front de fissure se propage de façon stable. A la différence des essais DCB, on observe que la propagation de la fissure est stoppée par la présence de l'appui central de sorte qu'à  $F=256\text{N}$  ( $\Delta = 6.3\text{mm}$ ) la force appliquée augmente de nouveau.

En suivant la démarche proposée au chapitre précédent pour analyser les essais DCB, la première étape consiste à exploiter ces résultats pour suivre l'avancée de la fissure et évaluer le taux de restitution d'énergie critique. Deux informations sont disponibles associées aux mesures  $\Delta_1$  et  $\Delta_2$  qui permettent d'évaluer la complaisance en deux points du système. A nouveau, cet essai MMB peut être considéré comme la combinaison des essais DCB et ENF pour lesquels on dispose de relations simples reliant complaisance, longueur de fissure et taux de restitution d'énergie. Ainsi, en négligeant la complaisance de l'interface, et l'effet du cisaillement transverse dans les substrats, la longueur « apparente » de fissure peut être estimée selon les relations :

$$a_{1eff} = \sqrt[3]{\frac{3EI\Delta_1}{2F_1}} \quad (\text{IV-6})$$

$$a_{2eff} = \sqrt[3]{\frac{8\Delta_2 Ebh^3}{3F_2} - \frac{2L^3}{3}} \quad (\text{IV-7})$$

associées aux complaisances sous sollicitations respectivement de mode I et de mode II.

Sur la Fig. IV-5 est représentée la partition de l'évolution force / déplacement selon les modes I ( $\Delta_1, F_1$ ) et II ( $\Delta_2, F_2$ ). La rigidité en mode II est plus importante qu'en mode I et la phase de fissuration se manifeste dans un intervalle de  $\Delta_2$  proportionnellement plus réduit que celui de  $\Delta_1$  pour le mode I. De ces données on déduit l'évolution de la longueur de fissure au cours de l'essai en utilisant les relations (IV-6) et (IV-7).

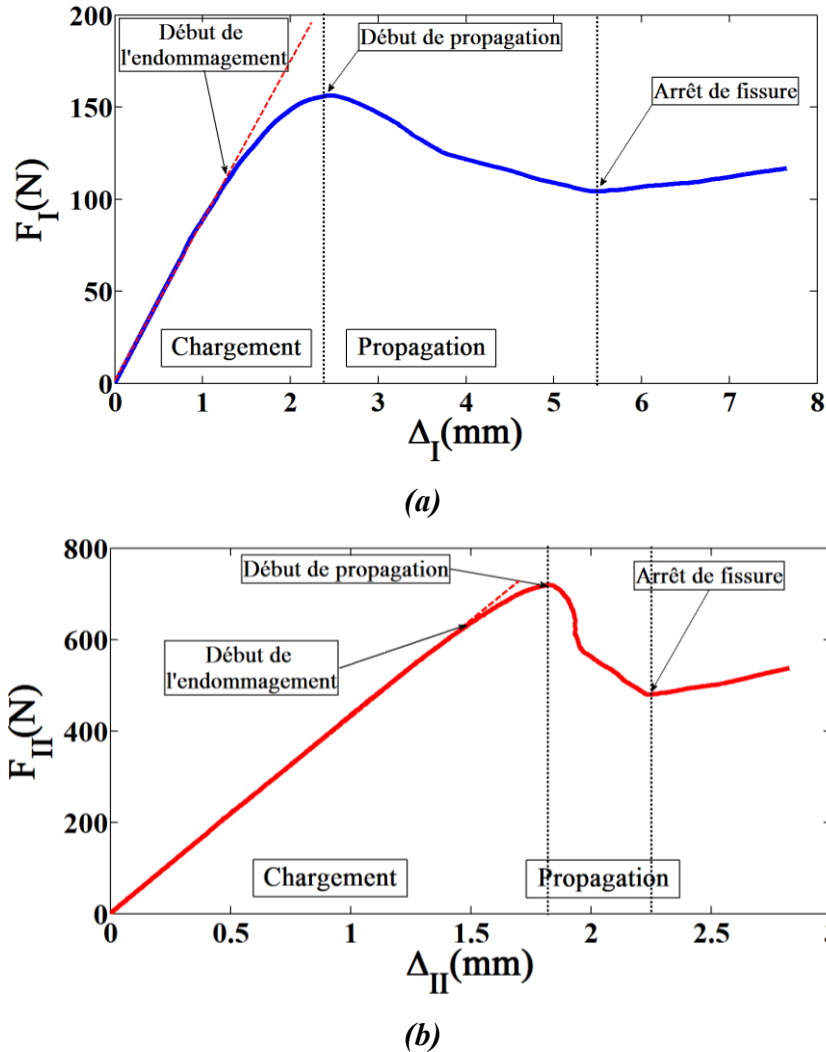


Fig. IV-5. Séparation en modes purs de l'essai MMB, (a) mode I, (b) mode II. Force en fonction de déplacement.

Deux évolutions de la longueur apparente de fissure sont ainsi obtenues associées respectivement au mode I ( $a_{Ieff}$ ) et au mode II ( $a_{IIeff}$ ) et qui sont représentées sur la Fig. IV-6. Durant la première partie de l'essai (partie linéaire de la courbe  $F-\Delta$ ), on observe que  $a_{Ieff}$  et  $a_{IIeff}$  restent stables et légèrement supérieurs (environ 52 mm) à la valeur géométrique théorique de longueur de fissure (environ 49 mm) telle que définie par la position de la pré-fissure. Cette surestimation de la longueur de fissure est à nouveau cohérente car les relations employées ne prennent pas en compte l'effet de la complaisance de l'interface. On observe en outre que les valeurs  $a_{Ieff}$  et  $a_{IIeff}$  obtenues sont identiques. Une augmentation limitée de la longueur apparente de fissure est observée avant la phase de propagation de fissure qui correspond au développement de l'endommagement avant la phase de propagation proprement dite. La phase de propagation se traduit effectivement par une augmentation significative de la longueur apparente de fissure. Cependant on observe que les valeurs  $a_{Ieff}$  et

$a_{2eff}$  sont différentes ce qui peut s'expliquer par des effets différents de la complaisance de l'interface sur la justesse des relations (IV-6) et (IV-7), mais également des précisions différentes de la mesure puisque, comme indiqué précédemment, la sensibilité de la complaisance en mode II à la longueur de fissure est moindre qu'en mode I.

Pendant la deuxième étape (partie décroissante de la courbe  $F-\Delta$ ), la longueur effective de fissure augmente continuellement jusqu'à ce que la fissure atteigne le centre de l'éprouvette où il y a arrêt de la propagation. Enfin, lorsque la fissure est bloquée par le point d'appui central, on observe que les longueurs apparentes de fissure continuent de progresser. Ce comportement n'a pas été étudié en détail mais peut s'expliquer par un endommagement progressif de l'interface qui reste sollicitée sous l'effet de la flexion appliquée, même loin du front de fissure. On retiendra également que  $a_{1eff}$  et  $a_{2eff}$  évoluent de façon monotone et stable, ce qui permet, comme précédemment, de représenter l'évolution des différentes grandeurs mesurées en cours d'essai en fonction de  $a_{1eff}$  ou  $a_{2eff}$  plutôt que du temps où  $\Delta_1$  et  $\Delta_2$  qui dépendent de la géométrie de l'éprouvette et des conditions d'essai.

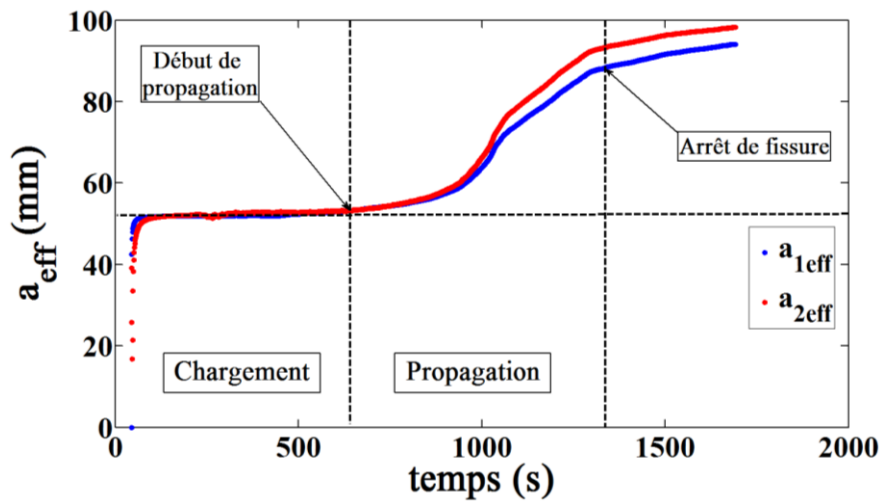


Fig. IV-6. Evolution des longueurs effectives de fissure,  $a_{1eff}$  et  $a_{2eff}$ , en fonction du temps.

Enfin, en supposant à nouveau que les erreurs commises sur la longueur de fissure et sur le taux de restitution d'énergie se compensent, on peut employer les relations indiquées dans le chapitre I pour calculer l'évolution du taux de restitution critique d'énergie qui provoque la fissuration.

$$G_I = \frac{12F^2 a_{1eff}^2}{Eb^2h^3} \quad (IV-8)$$

$$G_{II} = \frac{9F^2 a_{2eff}^2}{16Eb^2h^3} \quad (IV-9)$$



Sur la Fig. IV-7 sont représentées les évolutions des taux de restitution d'énergie en cours d'essai calculés en utilisant les relations (IV-8) et (IV-9) à partir des seules mesures de la force et des déplacements  $\Delta_1$  et  $\Delta_2$ . La courbe bleue indique l'évolution de  $G_I$ , la courbe rouge l'évolution de  $G_{II}$ , et la courbe noir représente le taux de restitution d'énergie total  $G_I + G_{II}$ . Notons que le bras de levier (paramètre  $c$ ) a été choisi de façon à appliquer une même sollicitation en mode I qu'en mode II (soit  $G_I/G_{II} = 1$ ), ce qui explique que les deux valeurs restent très proches. En pratique, l'intensité du mode II semble légèrement plus importante tout au long de l'essai.

On note également que les énergies de rupture appliquées restent stationnaires au cours de la propagation de la fissure, même si de légères fluctuations peuvent être relevées que l'on peut attribuer à la variabilité des propriétés de l'adhésif.

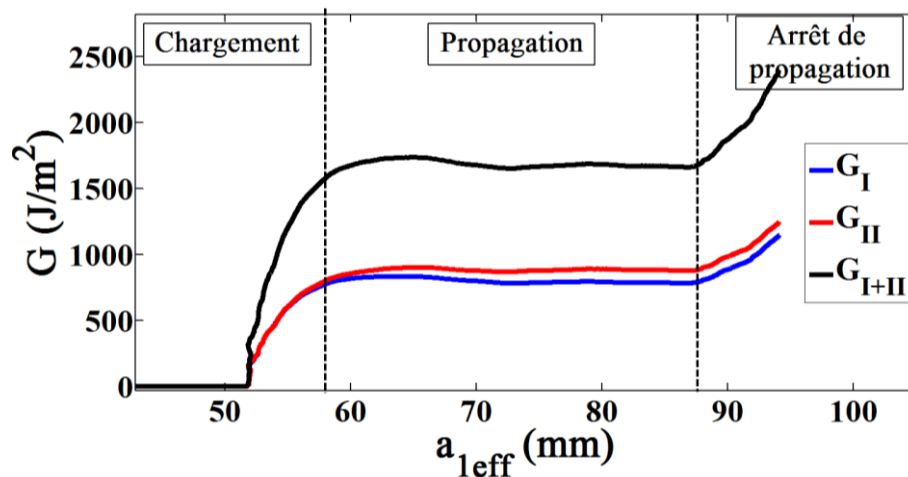


Fig. IV-7. Courbe de résistance de l'essai MMB,  $G$  en fonction de  $a_{\text{eff}}$ .

De même que pour l'essai DCB, les évolutions quasi-stationnaires de  $G_I$  et  $G_{II}$  en cours d'essai semblent indiquer que le cadre classique de la mécanique linéaire de la rupture est applicable. On peut donc étudier la distribution statistique des valeurs de  $G_I$ ,  $G_{II}$  et  $G_{\text{tot}}$  mesurées comme indicateurs de la variabilité de l'interface. L'énergie de rupture moyenne en mode I est égale à  $788 \pm 8 \text{ Jm}^{-2}$ , et pour le mode II vaut  $G_{II} = 880 \pm 17 \text{ Jm}^{-2}$ . On trouve donc une énergie de rupture totale  $G_{\text{tot}} = G_I + G_{II} = 1670 \pm 20 \text{ Jm}^{-2}$  (Fig. IV-8). Sur la Fig. IV-8 sont représentées les densités de probabilité des énergies de rupture  $G_I$ ,  $G_{II}$  et  $G_{\text{tot}}$  relevée au cours de la propagation de la fissure qui indiquent que la distribution statistique est de type gaussienne. Contrairement aux traitements conventionnels de l'essai MMB, cette analyse permet de mesurer le taux de restitution d'énergie critique, mais également d'évaluer la variabilité du comportement de l'interface, en indiquant la distribution statistique de  $G_c$ .

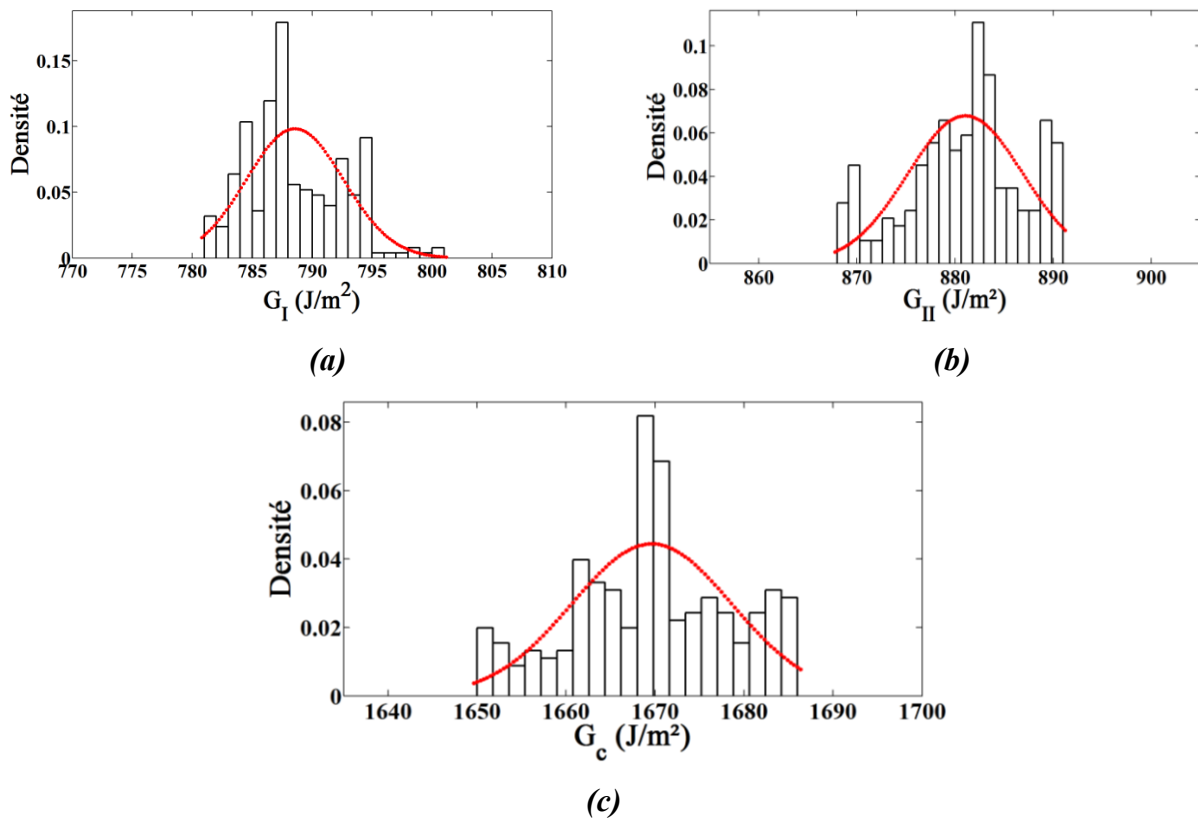


Fig. IV-8. Distribution statistique de  $G_c$  en fonction de la densité d'énergie de rupture, (a) mode I pur, (b) mode II pur et (c) mode mixte.

### 3. Modélisation (Timoshenko en fondation élastique)

Précédemment, nous avons montré qu'un simple modèle de poutres liées par une interface élastique permettait de décrire de façon satisfaisante les mesures effectuées par corrélation d'image ou par extensométrie lors d'essais DCB. Ces mesures permettaient notamment de mettre en évidence une « process zone » en pointe de fissure, où se développaient les efforts de cohésion au sein de l'interface collée. Pour transposer ces analyses à l'essai MMB, il convient de proposer également un modèle mécanique permettant d'interpréter les résultats d'essai. Dans un cadre purement élastique, l'essai MMB est considéré comme la simple superposition des essais DCB et ENF. Il nous reste à proposer une description satisfaisante de ce dernier. Nous nous limitons à une description purement élastique qui, à défaut de décrire correctement l'essai, permettra au moins de révéler les écarts attribuables aux phénomènes irréversibles au sein de la couche de colle. Le modèle et l'analyse de l'essai ENF qui ont fait l'objet de deux publications sont présentés en détail dans l'annexe n° (2,3). Nous rappelons ici les principales hypothèses et notations adoptées pour ce modèle, qui est utilisable pour analyser l'essai MMB, et à partir duquel on peut proposer des solutions approchées permettant de décrire les mesures de déformation des substrats.

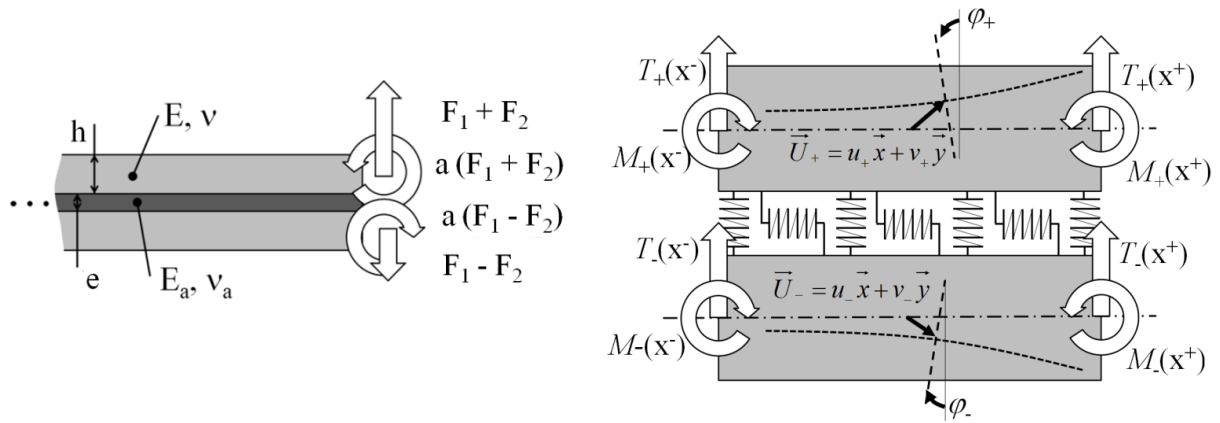


Fig. IV-9. Modèle simplifié de l'éprouvette MMB soumise à une sollicitation mixte.

Le modèle simplifié utilisé pour l'analyse d'un essai MMB est représenté sur la Fig. IV-9. On s'intéresse ici uniquement à l'analyse de la zone collée située entre le front de fissure et le point d'appui central, supposé situé loin du front de fissure. Les substrats sont modélisés par des poutres de Timoshenko liées par une interface élastique sollicitée en tension, ainsi qu'en cisaillement, et dont le comportement est décrit de façon très macroscopique comme une distribution uniforme de ressorts de cisaillement et de traction. La plupart des résultats présentés ci-dessous sont applicables ou transposables aux autres géométries d'éprouvette de fissuration (ELS, CLS ...).

Pour résoudre ce problème, il faut dans un premier temps écrire les équations d'équilibre locales des substrats, soumis aux efforts de cohésion représentés sur la Fig. IV-9. On définit respectivement par  $M_i$  le moment de flexion,  $T_i$  l'effort tranchant et  $N_i$  l'effort normal. L'équilibre local dans chacun des substrats est alors défini par les équations :

$$\frac{dM_i}{dx} + T_i - \frac{h}{2} W \tau = 0 \quad (\text{IV-10})$$

$$\frac{dT_i}{dx} - s W \sigma = 0 \quad (\text{IV-11})$$

$$\frac{dN_i}{dx} - s W \tau = 0 \quad (\text{IV-12})$$

où l'indice  $i = \pm$  désigne le substrat supérieur ou inférieur et le facteur  $s$  vaut 1 pour le substrat supérieur et -1 pour le substrat inférieur.  $\sigma$  et  $\tau$  désignent respectivement les contraintes de traction (pelage) et de cisaillement dans l'adhésif, et  $h$  est l'épaisseur du substrat. Le moment de flexion, l'effort tranchant et l'effort normal sont liés à la déflexion,  $W$ , au déplacement

longitudinal,  $u$ , et à la rotation locale,  $\varphi$ , de la poutre selon les relations :

$$M_i = EI \frac{d\varphi_i}{dx} \quad (\text{IV-13})$$

$$T_i = \kappa GS \left[ \frac{dW_i}{dx} - \varphi_i \right] \quad (\text{IV-14})$$

$$N_i = ES \frac{du_i}{dx} \quad (\text{IV-15})$$

où  $E$  et  $G$  désignent les modules d'Young et de cisaillement du substrat ( $G=E/2(1+\nu)$ ).  $S = bh$  est la section de la poutre et  $\kappa$  est le facteur de correction en cisaillement.  $\kappa \approx 5/6$  est la valeur généralement utilisée pour une poutre de Timoshenko à section rectangulaire d'un matériau homogène et isotrope soumis à un chargement statique. Dans ce modèle, on suppose que les substrats, comme l'adhésif, ont un comportement élastique et linéaire. La loi d'interface est décrite par les relations :

$$\sigma = \frac{E_a^*}{e} [v_+ - v_-] \quad (\text{IV-16})$$

$$\tau = \frac{G_a}{e} \left[ \frac{h}{2} [\varphi_+ + \varphi_-] + u_+ - u_- \right] \quad (\text{IV-17})$$

Avec

$$E_a^* = \frac{E_a(1 - \nu_a)}{(1 + \nu_a)(1 - 2\nu_a)} \quad (\text{IV-18})$$

$$G_a = \frac{E_a}{2(1 + \nu_a)} \quad (\text{IV-19})$$

$e$  est l'épaisseur du joint de colle,  $E_a$  et  $\nu_a$  sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson de l'adhésif.

En combinant les relations (IV-13) à (IV-19), on obtient deux équations différentielles dont la résolution donne l'évolution générale de la distribution des contraintes de cisaillement et de pelage dans l'adhésif. En présence de deux substrats de même nature (même géométrie, même matériaux), on obtient deux équations différentielles linéaires et homogènes indépendantes en  $\sigma$  et  $\tau$  :

$$0 = \frac{e}{E_a^*} \frac{d^4 \sigma}{dx^4} - 2 \frac{W}{\kappa GS} \frac{d^2 \sigma}{dx^2} + \frac{2W}{EI} \sigma \quad (\text{IV-20})$$

$$0 = -\frac{e}{G_a} \frac{d^3 \tau}{dx^3} + 2W \left[ \frac{1}{EI} \left( \frac{t}{2} \right)^2 + \frac{1}{ES} \right] \frac{d\tau}{dx} \quad (\text{IV-21})$$

Ceci indique que cisaillement et pelage sont découplés, sauf à travers les forces extérieures appliquées au système.

Avant tout, ces deux équations différentielles font apparaître trois « nombres d'onde » qui pilotent, en régime élastique, l'extension de la « process zone ». Les deux premiers sont associés au mode d'ouverture (mode I) :

$$\lambda_i = \lambda \sqrt{2 \left( \mu \pm \sqrt{\mu^2 - 1} \right)} = \lambda \cdot \alpha_i \quad (\text{IV-22})$$

où :

$$\lambda = \frac{\sqrt{2}}{2} \left( 2W \frac{E_a^*}{e} \frac{1}{EI} \right)^{1/4} \quad (\text{IV-23})$$

$$\mu = \frac{\sqrt{2W \frac{E_a^*}{e} EI}}{\kappa GS} \quad (\text{IV-24})$$

Le dernier correspond au mode II, soit une sollicitation de cisaillement :

$$\lambda_\tau = \sqrt{\frac{2WG_a}{t_a} \left( \left( \frac{h}{2} \right)^2 \frac{1}{EI} + \frac{1}{ES} \right)} \quad (\text{IV-25})$$

En supposant que le point d'appui central est très éloigné du front de fissure, on peut effectuer certaines simplifications qui permettent d'obtenir des expressions analytiques de la distribution des contraintes de cisaillement et de pelage, ainsi que de la déformation des substrats. Les autres quantités cinématiques ne peuvent être évaluées sans prendre en compte l'ensemble des conditions aux limites du problème.

Sur la Fig. IV-9 sont représentés les efforts appliqués dans le cas d'un essai MMB. Dans le cas d'une solution de mode I pur, les substrats sont chargés de façon symétrique, chacun par une force  $F_I$  et un couple  $a.F_I$ , où  $a$  est la longueur de fissure. Ce problème a été traité dans le chapitre III. Dans le cas d'une sollicitation de mode II pur, les substrats sont sollicités de

façon antisymétrique par deux efforts tranchant,  $F_2$ , et deux couples,  $a.F_2$ . L'évolution de la contrainte de cisaillement est alors simplement donnée par la relation:

$$\tau(x) = \frac{F_2}{S} \frac{2Sh^2}{4I + Sh^2} \{1 + \lambda_\tau a \cdot \exp(\lambda_\tau x)\} \approx \frac{3F_2}{2S} \{1 + \lambda_\tau a \cdot \exp(\lambda_\tau x)\} \quad (\text{IV-26})$$

Ceci permet également d'évaluer l'évolution de la déformation de peau des substrats :

$$\varepsilon(x) = -s \frac{F_2}{EI} \frac{h}{2} \left[ \frac{4I - Sh^2}{4I + Sh^2} a \cdot \exp(\lambda_\tau x) + \frac{4I - Sh^2}{4I + Sh^2} x + \frac{2Sh^2}{4I + Sh^2} x \right] \quad (\text{IV-27})$$

$$\varepsilon(x) \approx -s \frac{t F_2}{2EI} \left\{ \frac{3}{2} a - \frac{x}{2} - \frac{a}{2} \cdot \exp(\lambda_\tau x) \right\} \quad (\text{IV-28})$$

Enfin, connaissant la contrainte de cisaillement en pointe de fissure, on peut simplement évaluer le taux de restitution d'énergie également défini par la relation :

$$G_{II} \approx \int_0^u \tau du \quad (\text{IV-29})$$

Soit :

$$G_{II} \approx \frac{9a^2 F_2^2}{16Eb^2 h^3} \left[ \frac{1}{\lambda_\tau a} + 1 \right]^2 \quad (\text{IV-30})$$

Cette expression du taux de restitution est très similaire à celle établie dans le chapitre III pour le mode I. En particulier, elle fait apparaître un coefficient multiplicatif de correction qui rend compte de l'influence de la complaisance de l'interface et qui dépend du paramètre adimensionnel  $\lambda_\tau a$ .

Des résultats similaires sont obtenus pour la contribution du mode I :

$$G_I = \frac{F_1^2}{b\kappa GS} + \frac{F_1^2 a^2}{bEI} \left[ 1 + \frac{4 + (\alpha_1^2 - 4\mu)(\alpha_2^2 - 4\mu) + 8c(\alpha_1 + \alpha_2)}{4(\lambda a)^2(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_1 \alpha_2 - 4\mu)} \right] \quad (\text{IV-31})$$

Les évolutions de la contrainte de pelage, de la déflexion et de la déformation, respectivement, sont données par :

$$\sigma = \frac{EI}{W} (\lambda_1^3 C_1 \exp(\lambda_1 x) + \lambda_2^3 D_1 \exp(\lambda_2 x)) \quad (\text{IV-32})$$

$$W(x) = A_1 \exp(\lambda_1 x) + B_1 \exp(\lambda_2 x) \quad (\text{IV-33})$$

$$\varepsilon_s = \frac{h}{2} (\lambda_1 C_1 \exp(\lambda_1 x) + \lambda_2 D_1 \exp(\lambda_2 x)) \quad (\text{IV-34})$$

avec

$$C_1 = \left( \lambda_1 - \frac{k_b}{\kappa GS} \frac{1}{\lambda_1} \right) A_1 \quad D_1 = \left( \lambda_2 - \frac{k_b}{\kappa GS} \frac{1}{\lambda_2} \right) B_1 \quad (\text{IV-35})$$

et

$$A_1 = \frac{a^3}{4EI_b} \frac{\alpha_1}{(\lambda a)^3} \left\{ \frac{4\lambda a - \alpha_2^3 + 4\mu\alpha_2}{\alpha_1^3 - \alpha_2^3 + 4\mu(\alpha_2 - \alpha_1)} \right\} \quad (\text{IV-36})$$

$$B_1 = \frac{a^3}{4EI_b} \frac{\alpha_2}{(\lambda a)^3} \left\{ \frac{4\lambda a - \alpha_1^3 + 4\mu\alpha_1}{\alpha_2^3 - \alpha_1^3 + 4\mu(\alpha_1 - \alpha_2)} \right\} \quad (\text{IV-37})$$

$k_b$  est le coefficient de rigidité en traction dû à la présence de la couche adhésive.

Pour calculer l'évolution de la déflexion de la poutre dans la zone décollée de l'éprouvette, l'équation (III-11) est résolue en prenant  $k_b = 0$ . Nous trouvons:

$$W(x) = \frac{F_1}{\kappa GS} x + \frac{F_1}{EI_b} \left( a \frac{x^2}{2} - \frac{x^3}{6} \right) + F_1 \theta x + F \delta \quad (\text{IV-38})$$

L'analyse complète de l'essai MMB nécessite de prendre en compte l'ensemble de l'éprouvette et conditions aux limites du problème, décrites sur la Fig. IV-9, en utilisant le modèle complet présenté en annexe n°2. Nous modélisons ici l'essai décrit précédemment réalisé sur une éprouvette constituée de deux substrats aluminium d'épaisseur 5mm et assemblés au moyen de l'adhésif structural (Hysol®EA9321, épaisseur 350µm). La longueur de fissure qui correspond à la longueur de la partie libre de l'éprouvette est égale à 40mm. L'origine de l'axe des abscisses correspond à la position de l'appui central. On suppose que la longueur du bras de levier qui contrôle le rapport  $G_I/G_{II}$  vaut  $c=78.5\text{mm}$ . Sur la Fig. IV-10 sont représentées les évolutions des différentes grandeurs cinématiques qui caractérisent la déformation de l'éprouvette d'essai. Ces trois champs, de déplacement longitudinal, de déflexion et de rotation, sont mesurables par corrélation d'image. De telles mesures sont intéressantes si elles montrent une sensibilité au comportement de l'adhésif et/ou permettent la mesure de la ténacité de l'interface.

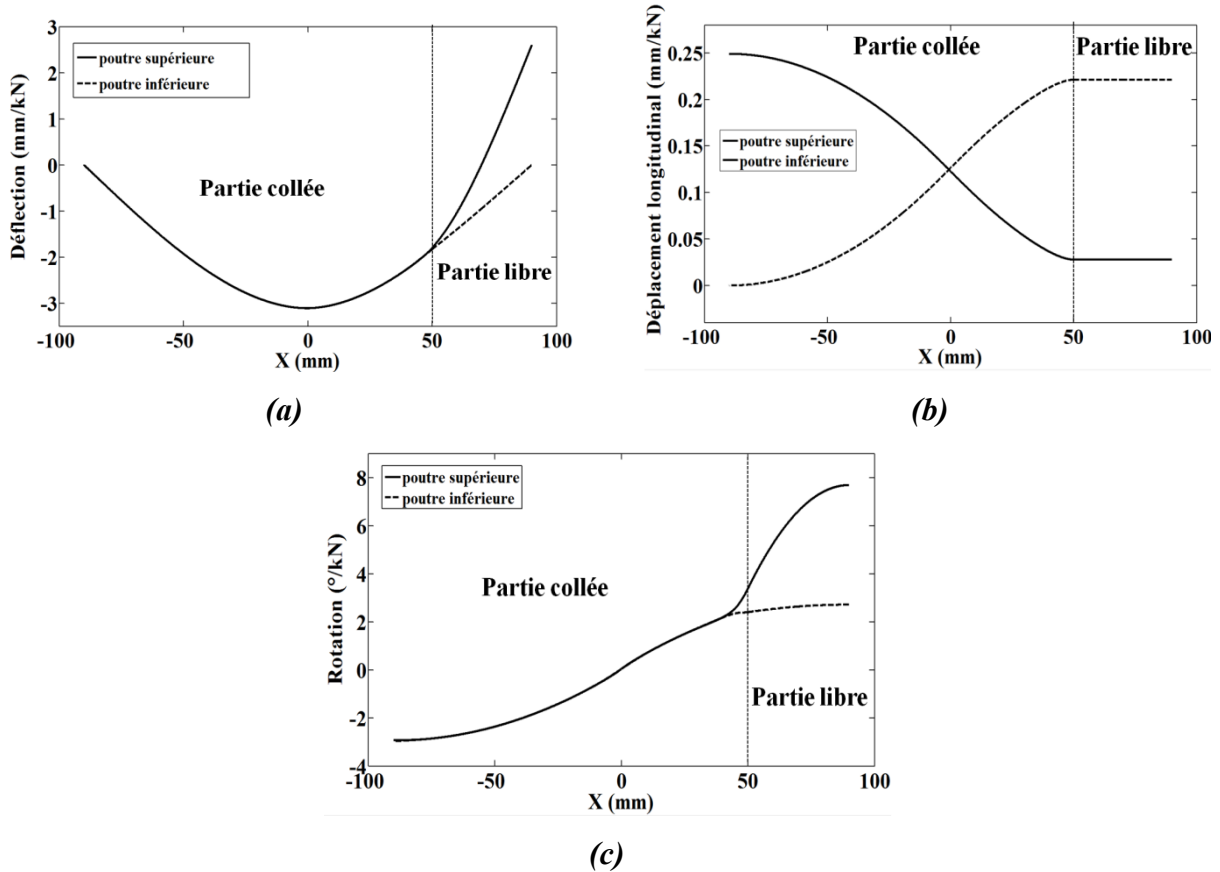


Fig. IV-10. Evolution de (a) la déflexion,  $W_i$ , (b) le déplacement longitudinal,  $u_i$ , et (c) la rotation,  $\varphi_i$ , des deux poutres supérieur et inférieur pour une longueur de fissure  $a = 40$  mm.

Sur la Fig. IV-11(a, b et c) sont représentées les évolutions des efforts de cohésion au sein des substrats à savoir : le moment de flexion, l'effort tranchant et l'effort normal. Ces grandeurs statiques révèlent, de façon plus immédiate et apparemment avec une plus grande sensibilité, la présence et l'évolution des forces de cohésions à l'interface au droit du front de fissure. L'évolution des forces de cohésion permettent également de mieux comprendre les flux d'effort au sein de l'éprouvette et en particulier les sollicitations qui permettent de cisailer l'interface. Ainsi, on observe que la flexion produite dans la partie non collée de l'éprouvette est convertie dans la zone collée par une sollicitation mixte de tension et flexion dans chacun des substrats. Cette accommodation s'étend sur une distance de l'ordre de  $\lambda_\tau^{-1}$ .



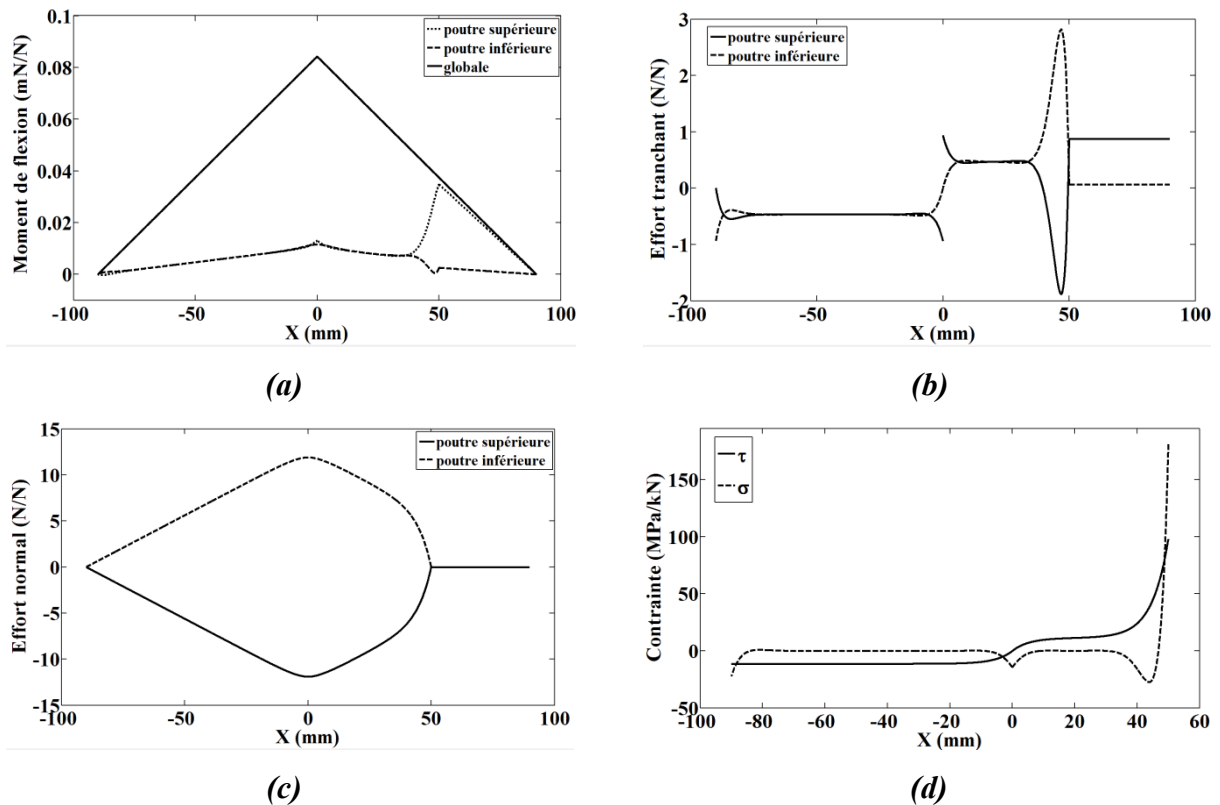


Fig. IV-11. Evolution du (a) moment de flexion,  $M_i$ , (b) effort tranchant,  $T_i$ , (c) effort normal,  $N_i$ , et (d) contrainte de pelage,  $\sigma$ , et de cisaillement,  $\tau$ , le long du joint de colle pour une longueur de fissure  $a = 40$  mm.

On remarque enfin que la longueur de l'interface affectée par un gradient important de contrainte est importante comparativement à la distance entre appuis. Ceci suggère un effet potentiellement important des conditions d'appui et une interaction de ces mêmes appuis avec l'évolution des contraintes dans la « process zone ».

Ces résultats théoriques nous permettant de mieux cerner le comportement de cette éprouvette d'essai et le lien entre les différentes quantités mesurables (cinématiques et statiques) et les caractéristiques de l'interface ici caractérisée par sa complaisance. Il s'agit maintenant de les comparer avec les tendances prévues par des observations expérimentales. Il s'agira alors de déterminer parmi les différentes méthodes existantes à ce jour, celle qui présente la meilleure sensibilité aux lois de cohésion.

#### 4. Corrélation d'images numériques, DIC

Suivant la méthodologie exposée au chapitre III, nous utilisons la méthode de corrélation d'image numérique pour confronter la cinématique de la déformation du système observée expérimentalement et celle prévue par le modèle des poutres liées par une interface élastique.

Ceci doit, dans un premier temps, nous permettre de voir si le modèle poutre convient pour décrire la déformation des substrats. Nous étudierons ensuite si cette mesure offre un moyen adéquat pour détecter la présence de forces de cohésion en pointe de fissure, et en particulier dans le cas de cet essai, de discriminer les forces de cisaillement et les forces de tension.

Pour permettre ce type d'analyse, un mouchetis est réalisé sur le coté de l'éprouvette. Un fond blanc est tout d'abord déposé, puis des gouttelettes de peinture noire sont déposées au moyen d'une bombe aérosol. La Fig. IV-12 présente le résultat obtenu et la zone d'étude analysée délimitée par les positions  $x=24\text{mm}$  et  $x=91\text{mm}$ ,  $x$  correspondant à la distance par rapport au point support gauche du montage d'essai.

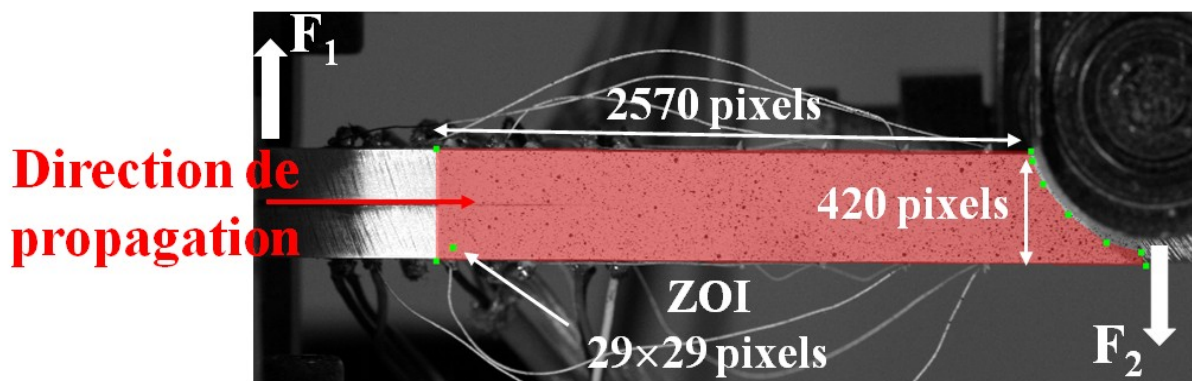


Fig. IV-12. Technique de corrélation d'images montrant mouchetis. Image de référence.

L'essai dure 1700 secondes, et 340 images ont été enregistrées à une cadence de 1 image toute les 5 secondes. L'analyse est effectuée au moyen du logiciel VIC-2D en utilisant une zone d'intérêt (ZOI) de taille  $29 \times 29$  pixels et un pas de 7 pixels.

#### 4.1. Comparaison de la déflexion avec modèle de Timoshenko en fondation élastique

Sur la Fig. IV-13 sont représentés les déplacements verticaux mesurés à la surface de l'éprouvette à l'instant  $t=930\text{s}$  où est appliquée une force  $F = 383\text{N}$ .

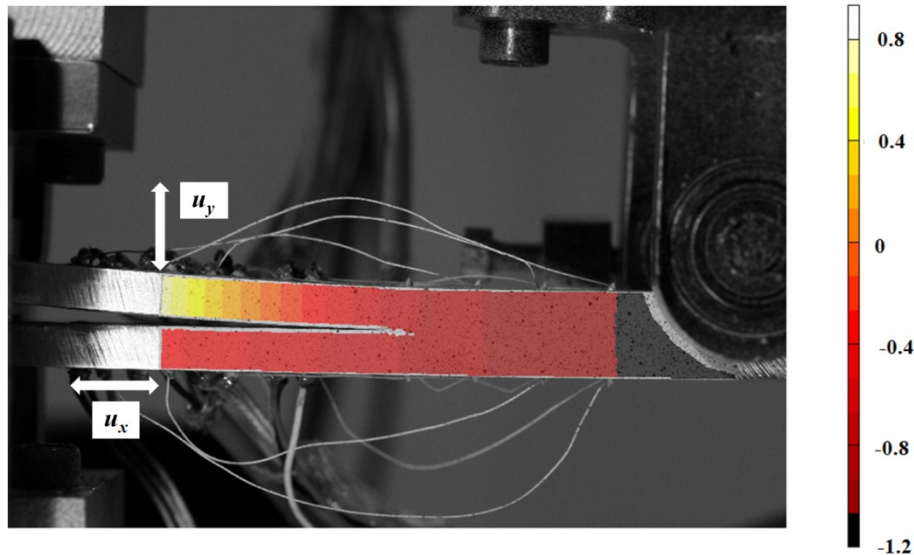


Fig. IV-13. Champs de déplacement verticale,  $u_y$ , à l'instant  $t=930s$ , obtenu par DIC.

De ces cartographies de déplacement, on peut extraire les quantités cinématiques simulées au paragraphe précédent. Ainsi, la déflexion des deux substrats est extraite en relevant l'évolution des déplacements verticaux le long des deux axes neutres. La Fig. IV-14 montre ces deux évolutions, qui sont comparées avec celles prédites dans les mêmes conditions après avoir ajusté la complaisance de l'interface. Le résultat est très satisfaisant, ce qui valide le modèle poutre utilisé mais indique aussi qu'à l'échelle macroscopique la déflexion est sensible essentiellement à la complaisance apparente ou globale de l'interface.

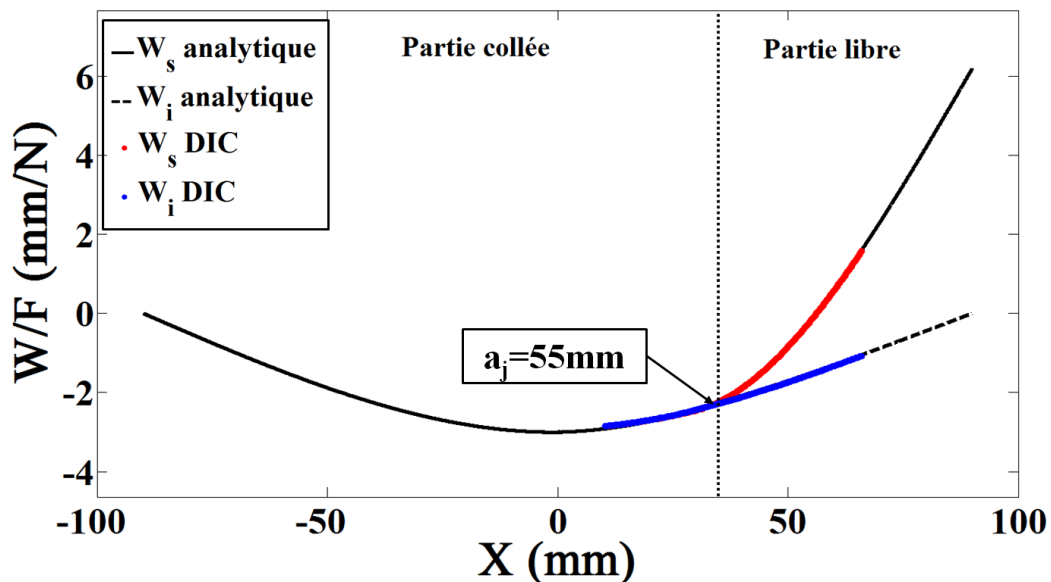


Fig. IV-14. Mesure expérimentale par DIC de la déflexion des deux substrats inférieur et supérieur comparé avec le modèle analytique ( $W$  : la déflexion, les indice  $s$  et  $i$  indiquent supérieur et inférieur, respectivement).

En présence d'un essai MMB, donc en mode mixte, il faut proposer un moyen pour isoler dans l'analyse, les deux contributions. Le modèle décrit au paragraphe précédent et la partition classique décrite sur la Fig. IV-2, indiquent un moyen simple pour distinguer les effets des modes I et II de ces deux champs de déplacement. En effet, le mode I étant produit par un chargement symétrique cette « composante » peut être calculée en évaluant la différence des déflexions des substrats supérieur et inférieur, divisée par 2. De même le mode II étant produit par un chargement antisymétrique, sa composante est obtenue en calculant la moyenne des déflexions des substrats supérieurs et inférieurs. La Fig. IV-15 montre le résultat de ces calculs, appliqués aux résultats expérimentaux et théoriques. On retrouve bien pour le premier cas les résultats étudiés au chapitre III, tandis que la seconde composante associée au mode II correspond bien aux résultats attendus dans le cas d'un essai ENF.

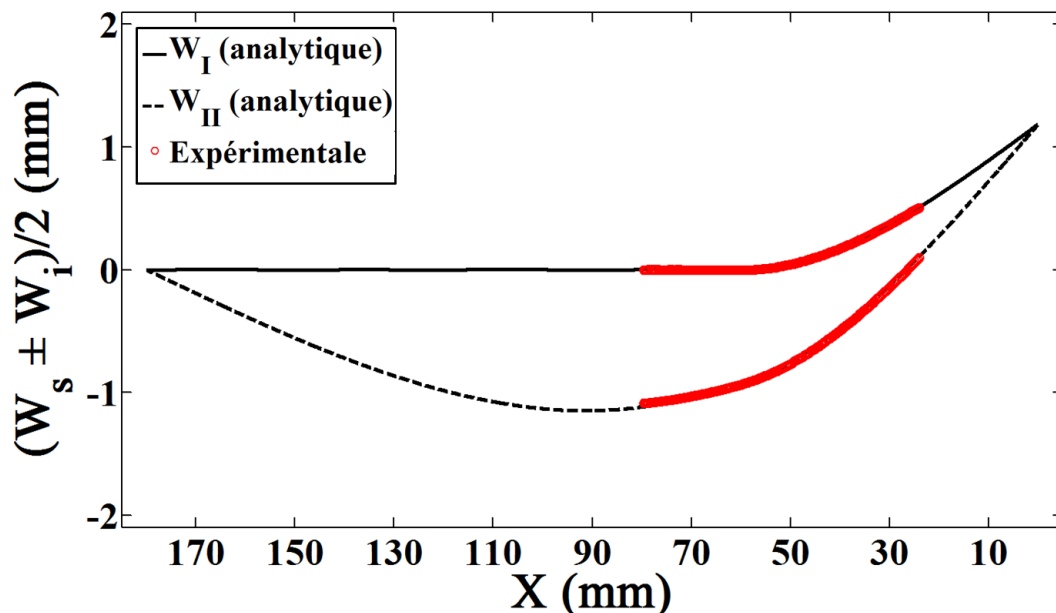


Fig. IV-15. Séparation des déplacements modaux dans l'essai MMB,  $W_I$  représente la déflexion en mode I pur et  $W_{II}$  représente la déflexion en mode II pur.

#### 4.2. Description de la process zone et l'ouverture en pointe de fissure

La bonne concordance entre la mesure globale de la déformation de l'éprouvette d'essai à un niveau de chargement où un endommagement est censé se produire dans l'adhésif est cependant décevant, dans le sens où elle indique une faible sensibilité de cette mesure au comportement de l'interface. Pour mieux détecter et sonder la distribution des efforts de cohésion au voisinage du front de fissure, il faut réduire la zone d'étude à la seule « process zone ». Ainsi, sur la Fig. IV-16 est représentée le déplacement vertical relatif des deux

substrats à proximité du front de fissure, correspondant dans une configuration purement élastique au mode d'ouverture. On retrouve sur cette mesure l'évolution prévue par le modèle DCB présenté au chapitre III, c'est-à-dire une évolution pseudo-périodique où atténuation et pseudo-période sont contrôlées par le paramètre  $\lambda_\sigma$ . Cette similarité entre mesure et modèle élastique permet d'utiliser les quantités  $\lambda_\sigma$  et  $\varepsilon$  du modèle comme des paramètres phénoménologiques de l'essai à partir desquels on peut également définir une position apparente du front de fissure. L'analyse du mode I est ici privilégiée par rapport à celle du mode II où les différentes zones de l'éprouvette (partie collée, process zone, zone fissurée) sont plus difficiles à isoler. Pour l'essai MMB, la contribution du mode I fait apparaître, comme pour l'essai DCB, une zone collée/élastique où la couche de colle n'est pas sollicitée ( $x > 70\text{mm}$  en tension), la « process zone » dont la taille est pilotée par le paramètre phénoménologique  $\lambda_\sigma^{-1}$  ( $55\text{mm} < x < 70\text{mm}$ ) et enfin la zone fissurée ( $x < 55\text{mm}$ ). On observe un point remarquable où la déformation verticale du joint de colle est nulle, ce qui marque la transition entre zone en tension et zone comprimée. On peut dès lors déterminer l'ouverture de fissure, définie de façon conventionnelle comme le déplacement relatif des substrats à une distance  $1.7\text{mm}$  de ce point. Enfin, la forme de la process zone étant supposée stationnaire durant la propagation de la fissure, le suivi de l'avancée de ce point particulier permet également de suivre l'avancée du front de fissure.

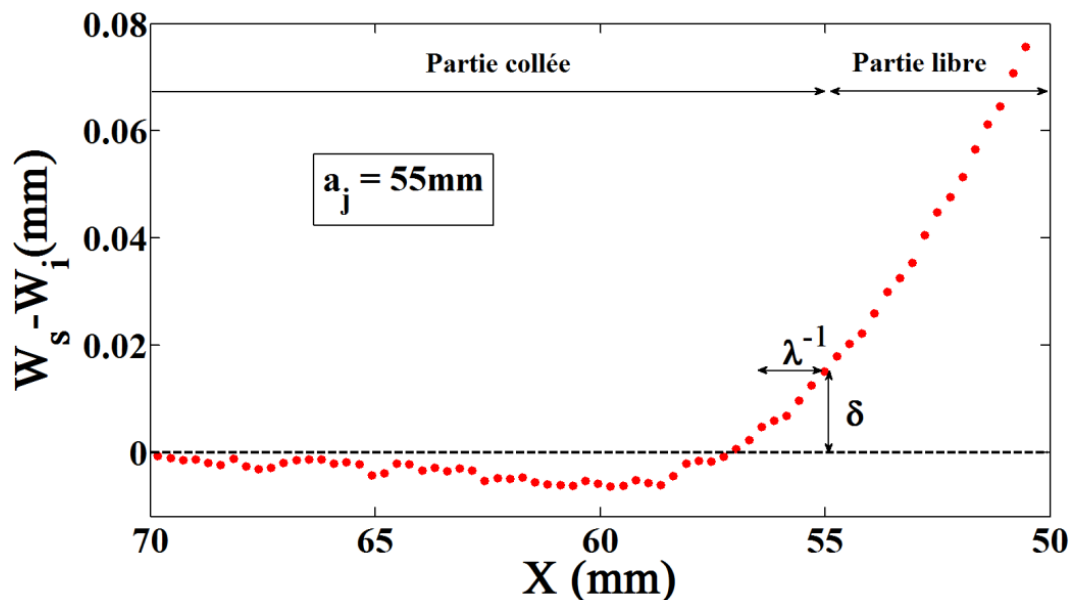


Fig. IV-16. Déformation de la couche adhésive, ouverture en pointe de la fissure (COD) et taille de la « process zone ».

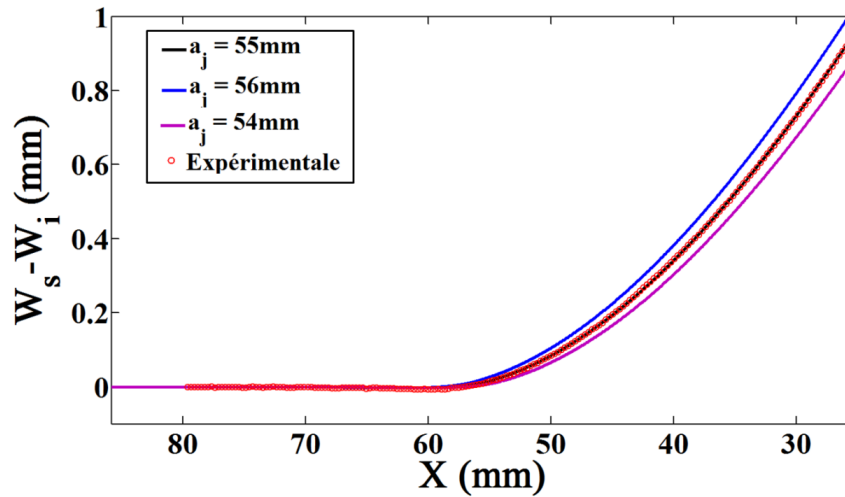
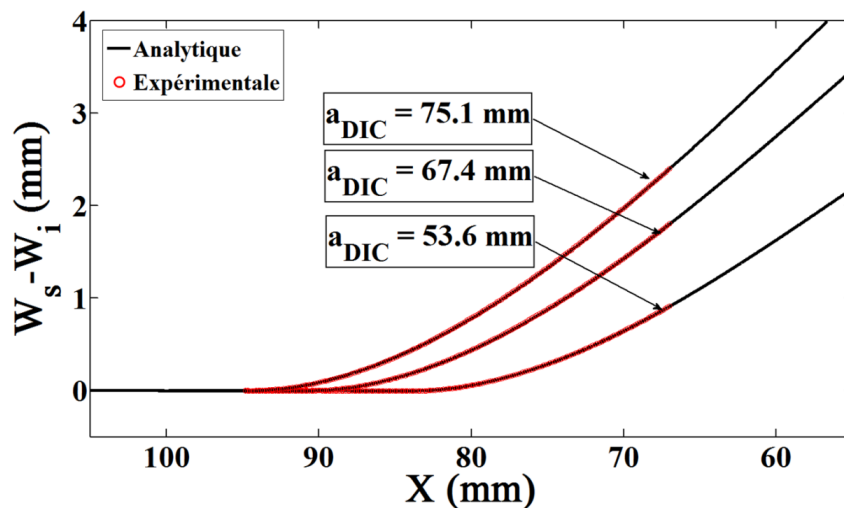


Fig. IV-17. Déflexion obtenue par DIC : sensibilité du modèle à la valeur de longueur de fissure.

La Fig. IV-17 montre la comparaison entre modèle élastique théorique et mesure par corrélation d'image pour différentes longueurs de fissure. Il est clair qu'une variation de la longueur de fissure de 1mm décale la courbe obtenue par simulation par rapport aux résultats expérimentaux. Ceci montre la sensibilité et la précision de cette technique d'analyse à déterminer la vraie longueur de fissure. L'analyse présentée ci-dessus est reproduite pour les différentes mesures, ce qui permet de déterminer l'avancée de la position apparente de la fissure déterminée par corrélation d'image. Les évolutions de ces deux quantités peuvent être tracées en fonction de  $a_{1eff}$  et  $a_{2eff}$  tels que déduits des complaisances calculées en mode I et mode II à partir des mesures d'effort et de déplacement. On obtient alors deux courbes de corrections qui permettent de suivre l'avancée « réelle » de la fissure à partir de  $a_{ieff}$  (Fig. IV-18(a)).



(a)

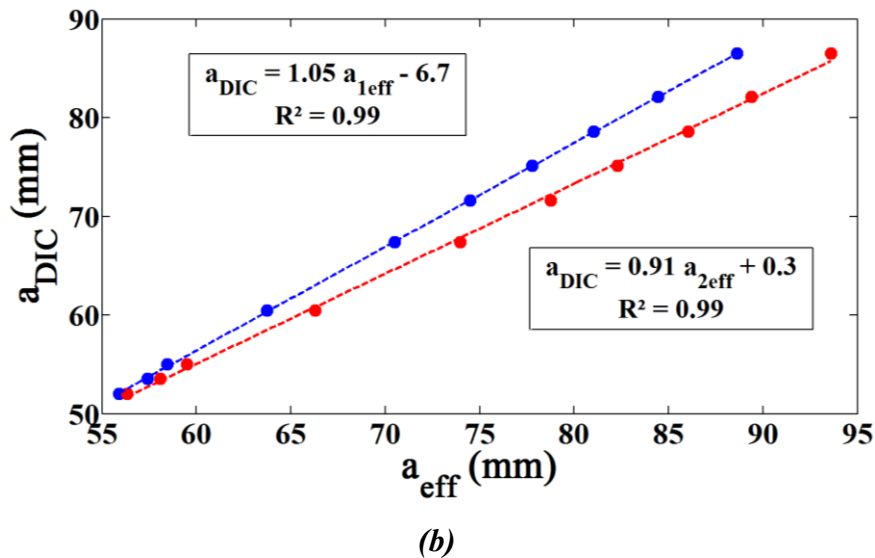


Fig. IV-18. (a) Déflexion obtenue par DIC pour différentes longueurs de fissures, (b) courbe d'étalonnage de la longueur de fissure.

Comme attendu, la complaisance de l'interface conduit à surestimer la position réelle de la fissure lorsque déduite de la complaisance.

#### 4.3. Comparaison de la rotation et la contrainte de cisaillement avec modèle de Timoshenko en fondation élastique

La méthode de corrélation d'image numérique permet de suivre l'évolution du déplacement vertical, mais aussi le déplacement horizontal. Sur la Fig. IV-19 est présentée une section de l'éprouvette MMB avec les efforts appliqués.

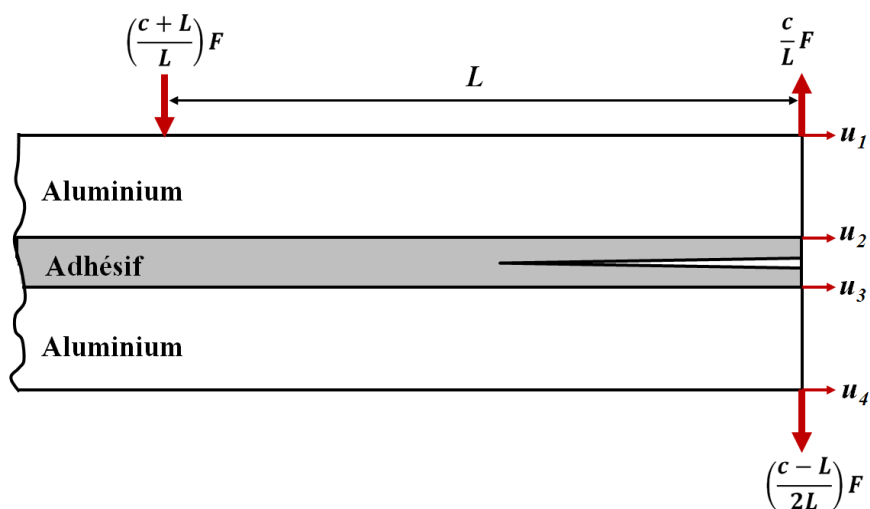
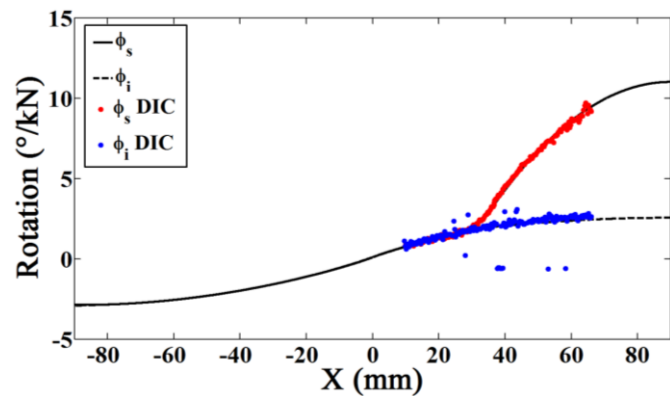


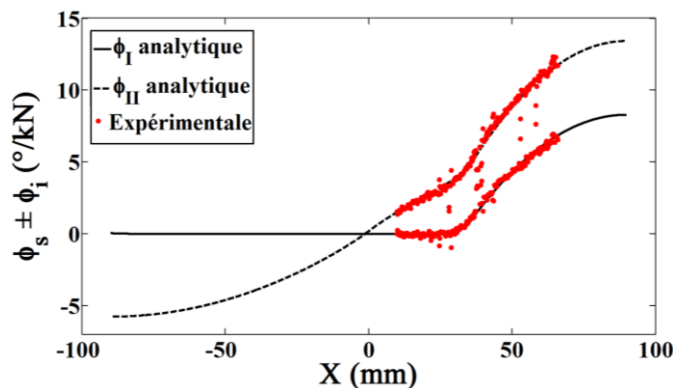
Fig. IV-19. Section de l'éprouvette MMB montrant : les efforts appliqués et les déplacements horizontaux.

En utilisant la DIC les déplacements horizontaux,  $u_1$ ,  $u_2$ ,  $u_3$  et  $u_4$ , peuvent être mesurés. Ces quantités sont ensuite utilisées pour calculer les rotations,  $\phi_s = 180 \times (u_1 - u_2) / (\pi \times h)$  et  $\phi_i = 180 \times (u_3 - u_4) / (\pi \times h)$ , du substrat supérieure et inférieure et par la suite confronter la cinématique de la déformation du système observée expérimentalement et celle prévue par le modèle des poutres liées par une interface élastique.

La Fig. IV-20(a) montre l'évolution de la rotation des deux substrats comparée à la prédiction du modèle élastique. Le résultat est très satisfaisant, ce qui valide le modèle poutre utilisé mais indique aussi qu'à l'échelle macroscopique la rotation est sensible essentiellement à la complaisance apparente ou globale de l'interface. La valeur de longueur de fissure utilisée pour cette comparaison est déduite de la courbe d'étalonnage établie dans le paragraphe précédent, le suivi de rotation permet alors la vérification et la validation de cette courbe, en effet la bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les valeurs théorique du modèle élastique sont obtenue uniquement en utilisant la vraie longueur de fissure.



(a)



(b)

Fig. IV-20. Comparaison entre modèle élastique et résultats expérimentaux, (a) rotation des deux substrats inférieur et supérieur, (b) Séparation des déplacements modaux dans l'essai MMB,  $\phi_I$  représente la déflexion en mode I pur et  $\phi_{II}$  représente la déflexion en mode II pur.



Le modèle décrit au paragraphe précédent et la partition classique décrite sur la Fig. IV-2, indiquent un moyen simple pour distinguer les effets des modes I et II de ces deux champs de déplacement. En effet, le mode I étant produit par un chargement symétrique cette « composante » peut être calculée en évaluant la différence des rotations des substrats supérieur et inférieur, divisée par 2. De même le mode II étant produit par un chargement antisymétrique, sa composante est obtenue en calculant la moyenne des rotations des substrats supérieurs et inférieurs. La Fig. IV-20(b) montre le résultat de ces calculs, appliqués aux résultats expérimentaux et théoriques. On retrouve bien pour le premier cas les résultats étudiés au chapitre III, tandis que la seconde composante associée au mode II correspond bien aux résultats attendus dans le cas d'un essai ENF.

Pour détecter la présence de forces de cohésion en pointe de fissure, et en particulier dans le cas de cet essai, de discriminer les forces de cisaillement, on utilise la différence entre les déplacements horizontaux,  $u_2$  et  $u_3$  ( $\tau = G_a (u_2 - u_3)/e$ ). Sur la Fig. IV-21 est représentée l'évolution de la contrainte de cisaillement,  $\tau$ , obtenue par modèle élastique et comparé aux résultats expérimentaux par DIC. Le résultat est très satisfaisant ce qui valide le modèle poutre utilisé.

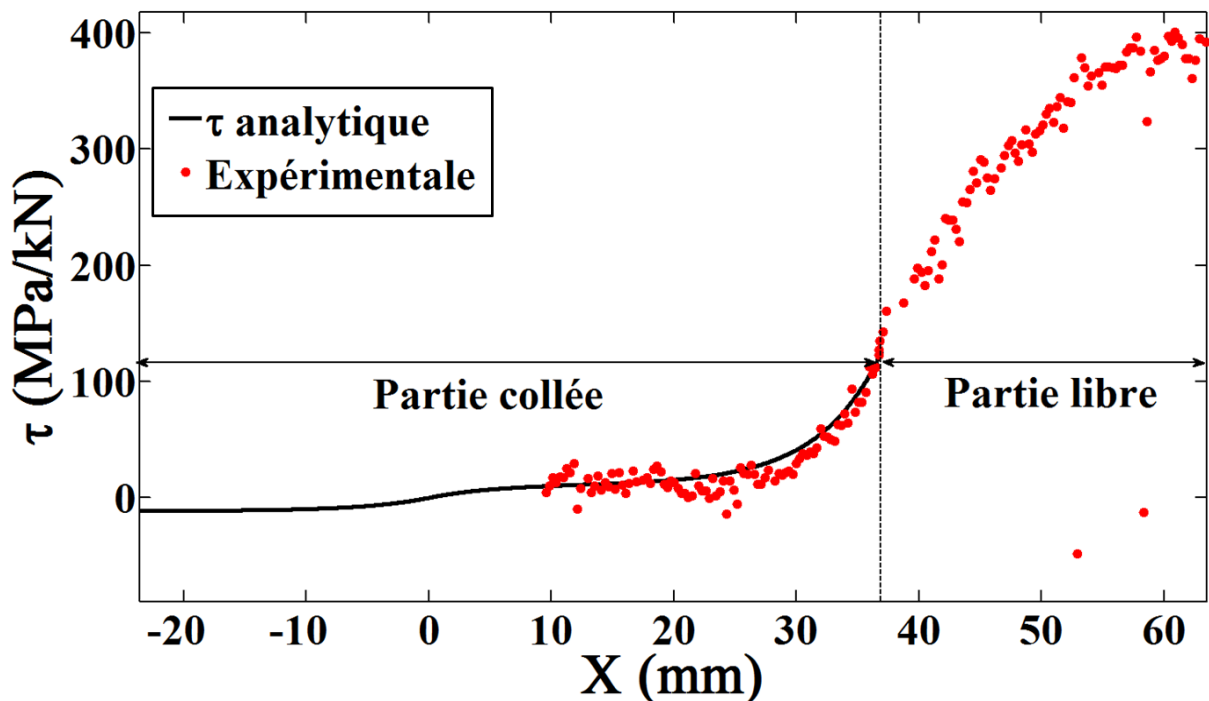


Fig. IV-21. Contrainte de cisaillement,  $\tau$ , le long du joint de colle, comparaison entre modèle élastique et résultats expérimentaux.

## 5. Suivi extensométrique de la propagation de fissure

Nous avons démontré que la mesure de déformation des substrats durant la propagation de la fissure permet de sonder le développement des efforts de cohésion en front de fissure dans le cas de sollicitations en mode I. On souhaite maintenant appliquer cette technique aux essais MMB, ce qui implique de proposer une méthode pour distinguer contraintes de cisaillement à l'interface et contraintes de pelage, ou autrement dit de séparer les contributions des modes I et II. Pour étudier ce nouveau protocole d'essai et le lien entre déformation de peau des substrats et efforts de cohésion à l'interface, deux éprouvettes ont été réalisées. La première est instrumentée avec 10 jauges collées sur un seul des deux substrats espacées régulièrement avec un pas de 10 mm (position  $X = \{30\ 40\ 50\ 60\ 70\ 80\ 100\ 110\ 130\ 150\}$  mm,  $X=0$  correspondant à l'appui droit). Sur la seconde éprouvette, seule la partie fissurée durant l'essai est instrumentée avec 8 jauges de déformation placées de part et d'autre de l'éprouvette en  $X = \{55\ 63\ 71\ 79\}$  mm.

### 5.1. Effet du mode de chargement – influence du paramètre $c$

La première éprouvette est utilisée pour étudier l'effet des conditions de chargement : l'évolution des déformations de peau des substrats est en lien avec le développement des efforts de cohésion à l'interface. La mesure se déroule en deux temps. La face instrumentée est tout d'abord placée en partie supérieure du montage d'essai. L'éprouvette est ensuite mise sous charge à un faible niveau ( $F=200\text{N}$ ), ne dépassant a priori pas le seuil de déclenchement de fissuration. Ceci est vérifié, a posteriori, en contrôlant que le signal de déformation revient à son niveau initial après chargement, et que les évolutions (force/déplacement et force/déformation) restent linéaires en cours d'essai. L'éprouvette est chargée successivement en adoptant les valeurs de bras de levier  $c = \{40.5, 65.8\ \text{et}\ 83\}$  mm correspondant respectivement à des rapports  $G_{II}/G = \{92.8, 61.2\ \text{et}\ 47\}$ . Après cette première série de test, l'éprouvette est retournée pour placer les jauges de déformation sur la face inférieure et la même procédure est reproduite. En calculant les pentes des évolutions des déformations mesurées en fonction de la force appliquée, on obtient ainsi la déformation normalisée ( $\epsilon/F$ ) en différents points de l'éprouvette sur les faces supérieure et inférieure. Sont ajoutés à ces points expérimentaux les valeurs aux points d'appuis  $x = 0$  et  $x = 180$  mm, qui sont théoriquement nuls. Ces résultats sont présentés sur la Fig. IV-22 et comparés aux résultats prévus par le simple modèle élastique présenté dans le paragraphe (3) en modifiant la valeur du paramètre  $c$ . Dans la configuration testée, la surface inférieure de l'éprouvette est

généralement sollicitée en tension de sorte que la déformation mesurée soit positive (+). A l'inverse, la face supérieure est sollicitée en compression et le signal mesuré est négatif (-). Dans la partie fissurée ( $x < 40\text{mm}$ ) de même que dans la partie collée ( $90 < x < 180\text{ mm}$ ), on obtient des évolutions linéaires de la déformation dont la pente dépend du moment quadratique local des substrats, ou de l'éprouvette. Les substrats dans la partie fissurée font office de corps d'épreuve, ce qui permet de contrôler que la force appliquée au moyen du montage d'essai est conforme à celle attendue. Entre les zone collées et fissurées de l'éprouvette ou l'évolution de la déformation suit une pente différente, on observe clairement une zone de transition (« process zone ») où se développent les efforts de cohésion les plus importants avec un fort gradient. On distingue des évolutions suivant une atténuation exponentielle, sans doute contrôlée par les paramètres  $\lambda_\tau$  et  $\lambda_\sigma$  précédemment identifiés, relations (IV-22) et (IV-25).

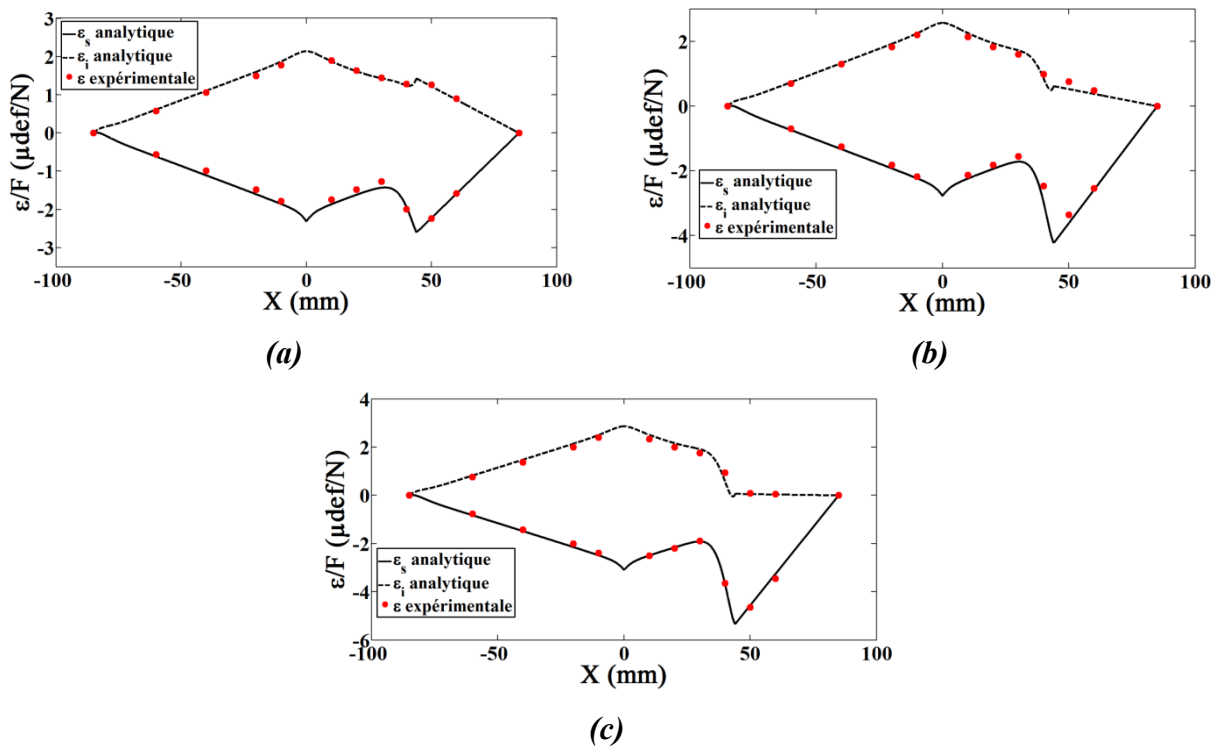


Fig. IV-22. Comparaison entre modèle élastique et résultats expérimentaux de la déformation longitudinale de la peau en fonction de la position,  $x$ , le long du joint de colle lors d'un essai MMB, (a) longueur du bras de levier  $c=40.5\text{mm}$ , (b)  $c=65.8\text{mm}$  et (c)  $c=83\text{mm}$ .

L'analyse de l'évolution de la déformation de peau du substrat supérieur et/ou inférieur est complexe, notamment car elle résulte de la superposition des deux modes de chargement (mode I et mode II). Mesurer la déformation des deux cotés de l'éprouvette permet simplement de séparer ces deux composantes. Rappelons à nouveau que le mode I est produit

par un chargement symétrique, tandis que le mode II est produit par un chargement antisymétrique. En terme de déformation, on extrait donc l'évolution due au mode I,  $\varepsilon_I$ , en calculant la moyenne des signaux de déformation mesurés de part et d'autre de l'éprouvette. L'évolution associée au mode II,  $\varepsilon_{II}$ , est obtenue en calculant la différence.  $\varepsilon_I$  et  $\varepsilon_{II}$  sont liés aux moments de flexion et aux tensions dans les deux substrats par les relations :

$$\varepsilon_I = \Sigma\varepsilon = \frac{1}{2} \left( \frac{h \Delta M}{EI} + \frac{\Sigma N}{ES} \right) \quad (IV-39)$$

$$\varepsilon_{II} = \Delta\varepsilon = \frac{1}{2} \left( \frac{h \Sigma M}{EI} + \frac{\Delta N}{ES} \right) \quad (IV-40)$$

où les symboles  $\Delta$  et  $\Sigma$  représentent respectivement la différence et la somme des quantités relevées entre les substrats inférieur et supérieur. Les évolutions des déformations  $\varepsilon_I$  et  $\varepsilon_{II}$  déduites des mesures présentées sur la Fig. IV-22 sont présentées sur la Fig. IV-23 et comparées aux résultats théoriques obtenus avec le modèles poutre et interface élastique. On observe, à nouveau, un bon accord entre ces deux évolutions pour les trois valeurs de  $c$  testées. On observe surtout que ce traitement simple permet effectivement d'isoler les évolutions attendues dans le cas des deux sollicitations élémentaires de mode I et mode II.

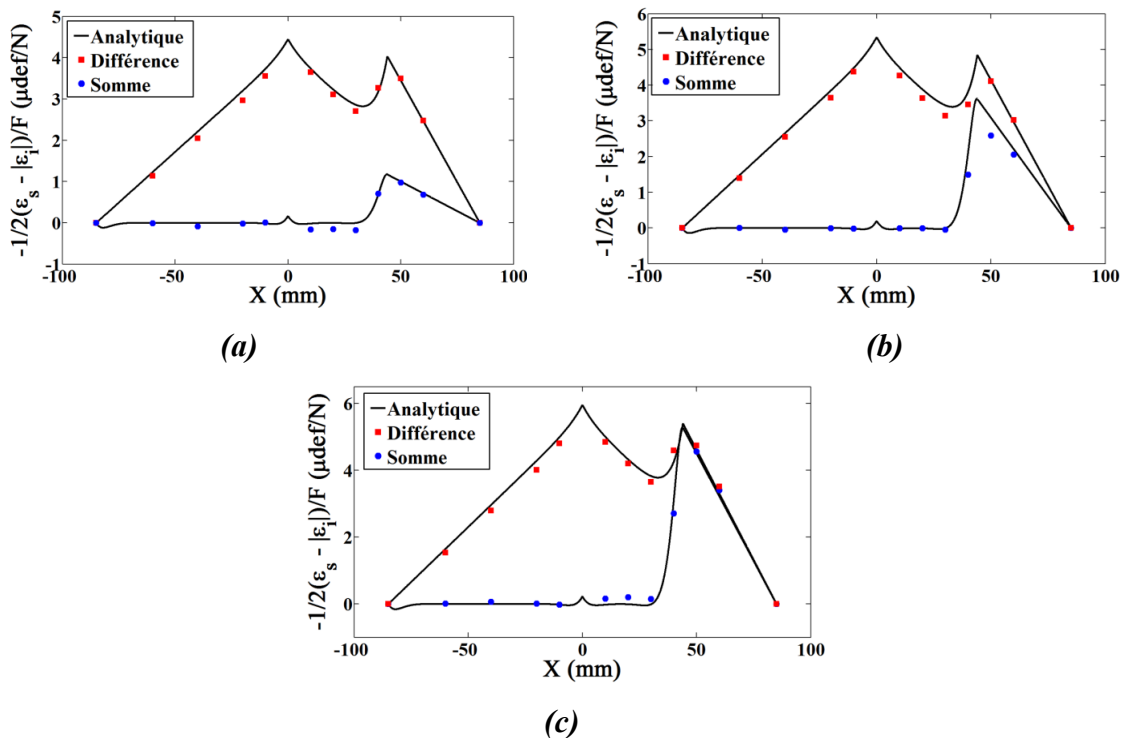


Fig. IV-23. Evolution de  $\varepsilon_I$  et  $\varepsilon_{II}$  le long du joint de colle, (a) longueur du bras de levier  $c=40.5\text{mm}$ , (b)  $c=65.8\text{mm}$  et (c)  $c=83\text{mm}$ .

## 5.2. Mesure local avec l'essai MMB instrumenté

On s'intéresse maintenant au développement des efforts de cohésion à l'interface au cours de la propagation de fissure. Pour cela, nous transposons la méthode proposée au chapitre III et dans l'annexe n°3 reposant sur l'exploitation des signaux de déformation renvoyés par les jauges placées en surface de l'éprouvette. Nous tirons partie cette fois de la présence de jauges sur les deux faces de l'éprouvette pour distinguer les deux modes de sollicitation et donc l'effet des efforts de cohésion de cisaillement et de tension/compression. La réponse macroscopique à été déjà étudiée aux paragraphes (2.2) et (4). On s'intéresse donc à l'évolution des déformations longitudinales de peau des substrats supérieur et inférieur mesurées en  $X = \{55\ 63\ 71\ 79\}$  mm au cours de la propagation de la fissure et représentées sur la Fig. IV-24.

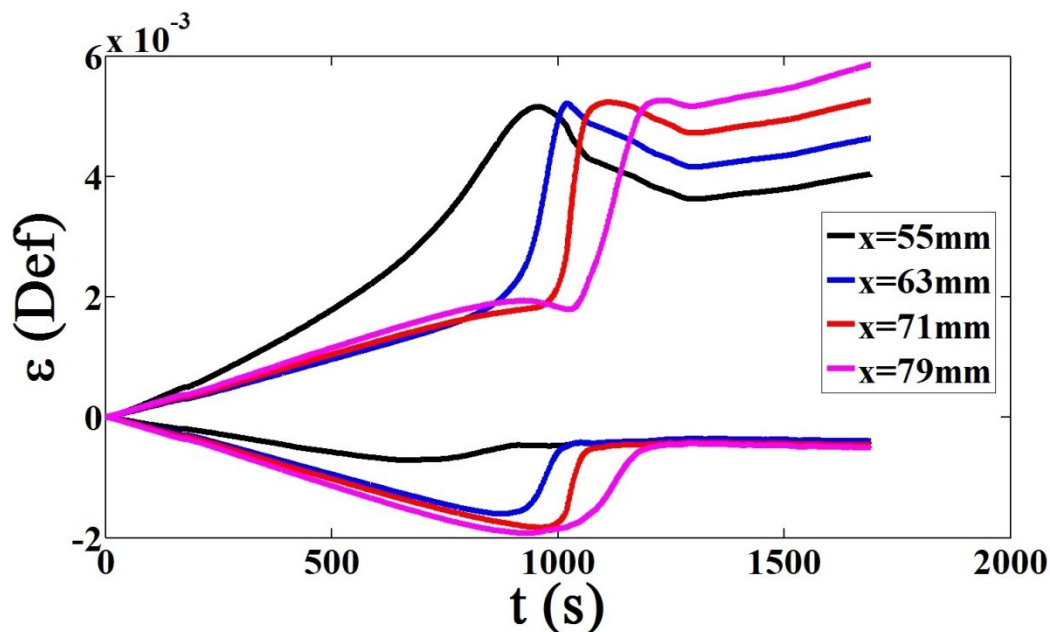
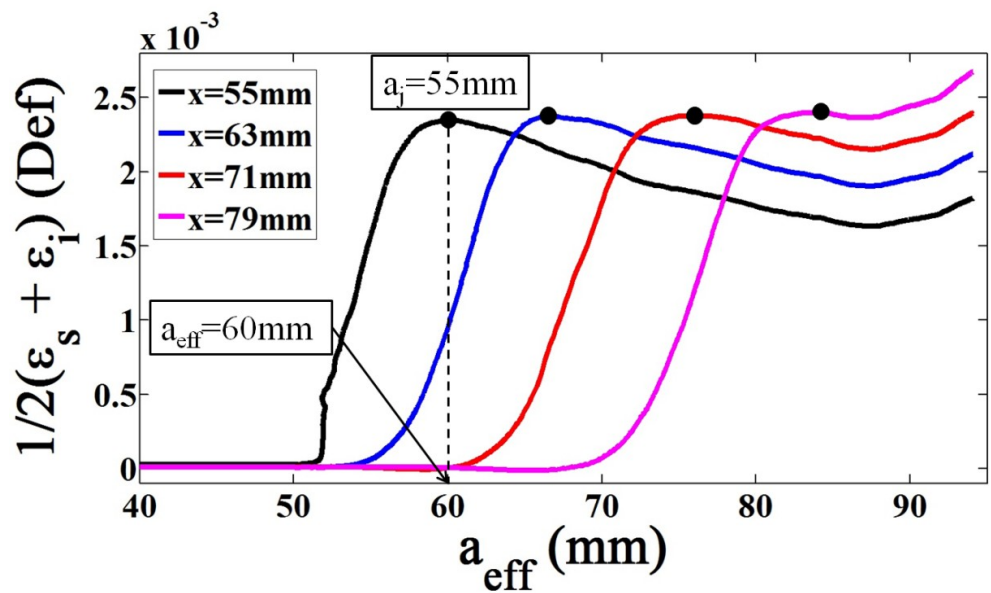


Fig. IV-24. Signal bruts à partir des mesures de jauges de déformation: la déformation longitudinale de la peau,  $\varepsilon$ , en fonction temps,  $t$ .

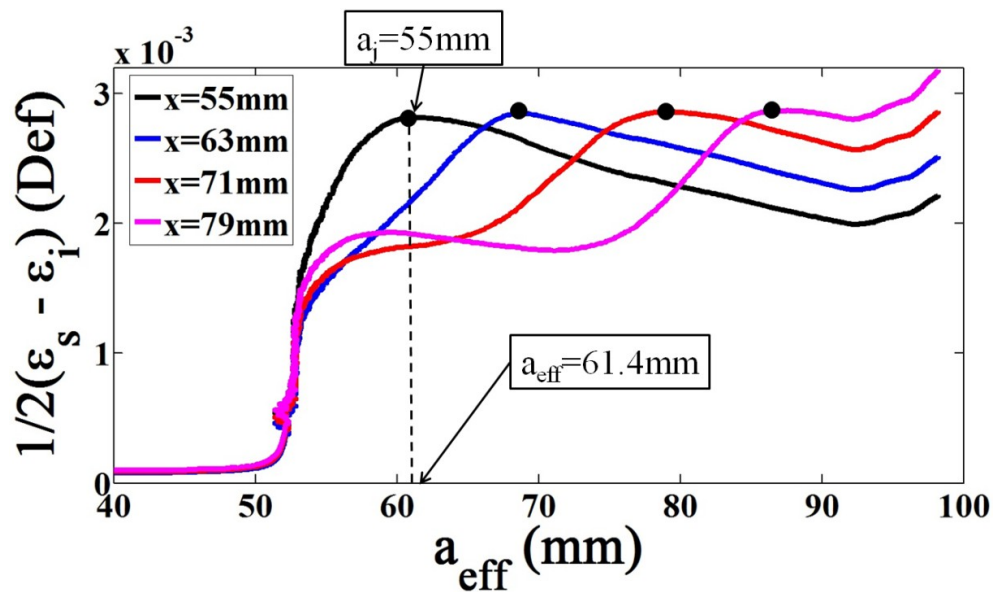
Les épaisseurs des substrats ont été choisies de façon à éviter toute déformation plastique durant l'essai, ce qui permet de considérer les substrats comme de simple corps d'épreuve sensibles à la présence d'un moment de flexion ou de tension locaux. Sur les huit courbes représentées à mettre en regard de l'évolution force/déplacement (Fig. IV-4), on distingue clairement dans les premiers instants une phase de mise en charge élastique de l'éprouvette. La période ( $700 < t < 1300\text{s}$ ) correspond à la phase de propagation de la fissure. On observe tout d'abord une phase d'évolution rapide du signal de déformation lorsque le front de fissure approche la position de la jauge, suivie d'une décharge lorsque la jauge se trouve au droit de

la zone fissurée. Enfin, lorsque la fissure atteint le point d'appui central, la déformation mesurée augmente à nouveau, suivant en cela l'évolution de la force appliquée. En fin d'essai, on contrôle que le signal de déformation mesuré revient à zéro une fois l'éprouvette déchargée. Ce qui confirme qu'aucune déformation irréversible n'apparaît dans les substrats.

Des déformations mesurées sur les faces supérieure et inférieure, on calcule les composantes symétrique (Mode I) et antisymétrique (Mode II) en utilisant les relations (IV-39) et (IV-40). Les évolutions de ces deux quantités sont représentées sur la Fig. IV-25 pour les quatre positions en fonction de la longueur apparente de fissure.



(a)



(b)

Fig. IV-25. Décomposition du signal de déformation en mode I et mode II purs (a) évolution de la déformation longitudinal en mode I pur en fonction de la longueur effective de fissure  $a_{1eff}$ , (b) évolution de la déformation longitudinal en mode II pur en fonction de la longueur effective de fissure  $a_{2eff}$ .

Suivant la méthodologie exposée précédemment, on peut exploiter ces courbes pour suivre l'avancée de la fissure. On suppose, comme c'est le cas pour un comportement élastique, que le signal de déformation est maximal lorsque le front de fissure est situé au droit de la jauge. On reporte ensuite les positions réelles (i.e. positions des jauges) en fonction de la position apparente de la fissure à l'instant où le signal de déformation est maximal pour proposer une courbe de correction, qui doit corriger les possibles distorsions de l'axe des abscisses. La même opération peut être effectuée sur les composantes  $\varepsilon_I$  et  $\varepsilon_{II}$  pour obtenir les deux courbes présentées sur la Fig. IV-26.

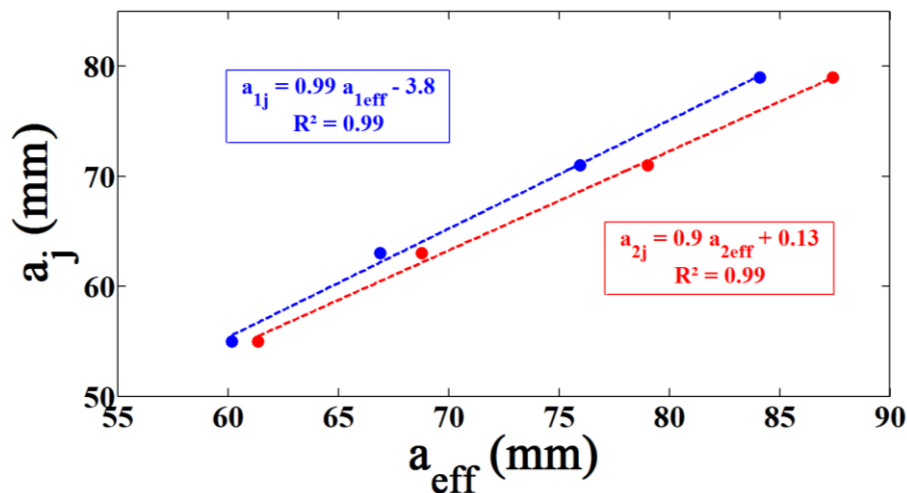


Fig. IV-26. Courbe d'étalonnage de la longueur de fissure :  $a_j$  en fonction de  $a_{eff}$ .

La correction sur l'ensemble des valeurs de  $a_{eff}$  est obtenue par interpolation linéaire qui décrit correctement l'évolution  $a_j(a_{eff})$ .

Plutôt que de représenter les évolutions des signaux de déformation au cours du temps, on choisit une échelle spatiale qui contient les informations les plus pertinentes. Les jauges étant figées à demeure, il n'est pas possible de sonder la distribution de déformation le long des substrats. On représente donc par défaut  $\varepsilon_I$  et  $\varepsilon_{II}$  en fonction de  $a_j$ , ce qui permet cependant de clairement faire apparaître les différentes zones de l'éprouvette (collée, « process zone », fissurée). Par ailleurs, en vue de la comparaison de ces résultats avec un simple modèle élastique, on normalise les signaux  $\varepsilon_I$  et  $\varepsilon_{II}$  par la force instantanée appliquée, ce qui permet

également de « filtrer » les fluctuations de signal observées une fois la jauge placée au droit de la zone fissurée, alors clairement identifiées car associées à des valeurs stationnaires de  $\varepsilon_I/F$  et  $\varepsilon_{II}/F$ .

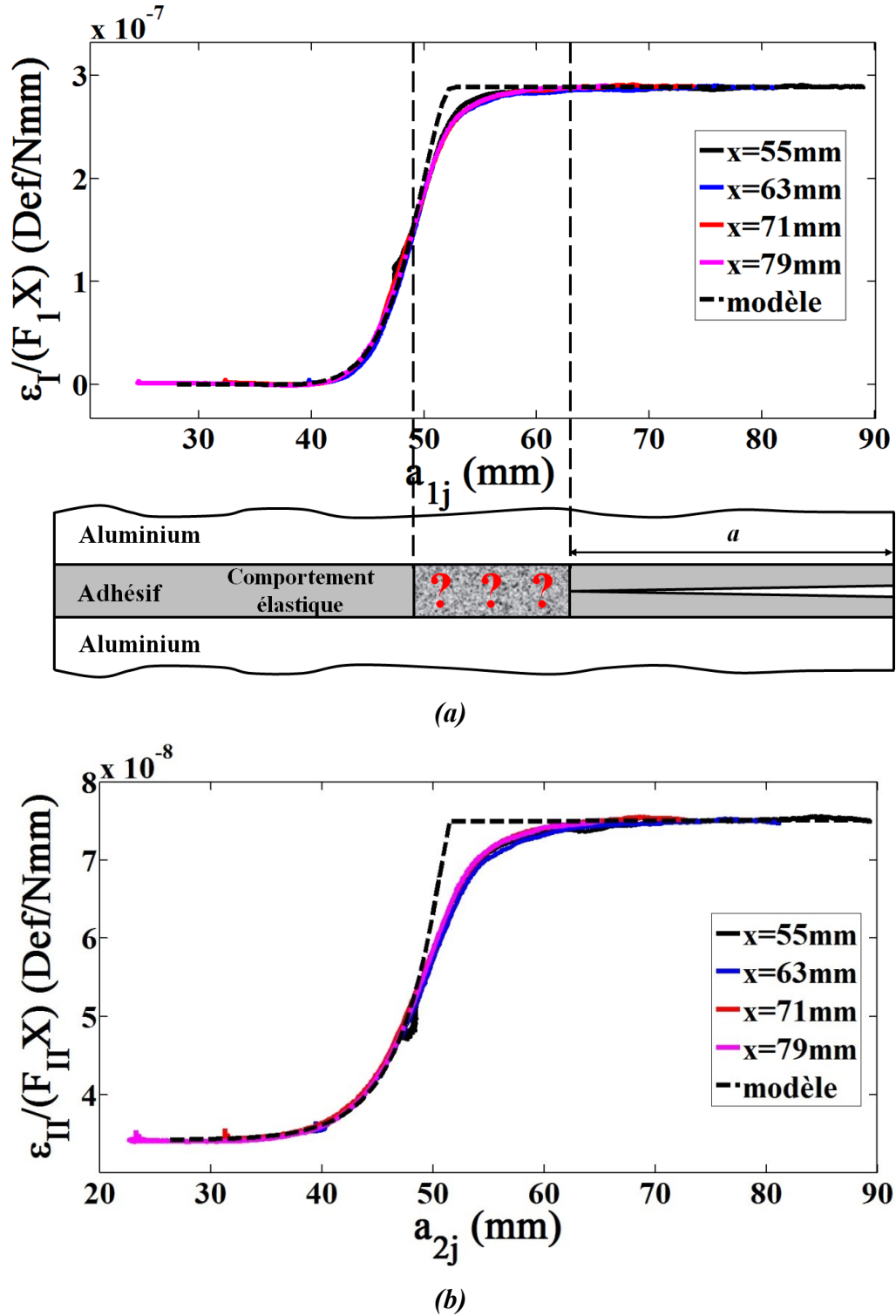


Fig. IV-27. Résultats expérimentaux et solution analytique de la déformation longitudinale normalisée de l'essai MMB en fonction de la vraie position de fissure.



Les résultats de cette analyse sont reportés sur la Fig. IV-27(a,b), et comparés avec ceux théoriques obtenus avec le modèle élastique. Pour comparer les mesures aux 4 points de l'éprouvette, les courbes ont été décalées afin de les superposer. Les évolutions sont effectivement identiques, ce qui indique que la distribution des efforts de cohésion au sein de la « process zone » reste stationnaire au cours de la propagation. On obtient généralement une bonne adéquation entre ces deux résultats, ce qui confirme le comportement globalement élastique / fragile attendu. La zone où se développent les efforts de cohésion est ainsi clairement mise en évidence. On peut estimer sa taille à  $\approx 40\text{mm}$ , ce qui est très conséquent au regard de la taille de l'éprouvette elle-même. L'extension de la « process zone » liée au mode II est plus importante que celle liée au mode I, ce qui est cohérent avec une valeur du paramètre  $\lambda_\tau$  plus faible que celle du paramètre  $\lambda_\sigma$  du fait d'une rigidité en cisaillement de l'interface plus faible qu'en tension.

Les écarts entre modèle élastique et résultats expérimentaux sont également riches en renseignements puisqu'ils sont attribués à la présence de comportement non-linéaire à l'interface. Ils se traduisent par une transition plus progressive entre zone élastique et valeur stationnaire de la déformation normalisée. A défaut d'une analyse quantitative encore en cours de développement, cette mesure nous permet au moins d'évaluer la taille de cette zone réellement cohésive puisqu'associée à des phénomènes non-linéaires (endommagement, plasticité), ici de l'ordre de 15 à 20 mm. Le protocole d'essai et d'analyse étant aujourd'hui établis et la qualité métrologique de cette mesure démontrée, il reste à mettre en place les moyens permettant une analyse quantitative du comportement de l'interface.

## Conclusion

Dans ce chapitre, la fissuration le long d'une interface collée soumise à un chargement mixte (mode I + mode II) a été étudiée. Nous avons, dans un premier temps, appliqué les techniques standards d'analyse reposant sur les seules mesures des efforts appliqués et de déformations de la structure, desquelles sont déduites les complaisances de l'éprouvette, ainsi que l'avancée apparente de la fissure et le taux de restitution d'énergie qui contrôle sa propagation. La cinématique de l'essai et le développement des flux d'effort dans les substrats et au sein de l'interface ont été étudiés au moyen d'un modèle élastique de l'éprouvette où les substrats sont assimilés à des poutres de Timoshenko et la couche d'adhésif est décrite comme une distribution uniforme de ressorts. Cette analyse a été confrontée avec succès à des mesures de champs de déplacement des surfaces latérales des substrats ce qui, en retour, indique que de telles mesures sont peu sensibles à l'éventuelle présence d'un comportement non-linéaire de l'adhésif en pointe de fissure.

Pour améliorer la métrologie de l'essai et sonder plus précisément la distribution des efforts de cohésion en pointe de fissure, la technique de suivi extensométrique de la déformation des substrats a été adaptée à cette configuration d'essai. La difficulté première de l'analyse de l'essai réside dans la difficulté à dissocier les effets des deux modes de sollicitation et donc les efforts de cisaillement et de tension à l'interface. L'utilisation de jauges d'extensométrie placée sur les faces supérieure et inférieure de l'éprouvette permet simplement d'isoler les deux contributions par simple calcul de la différence et somme des signaux mesurés. Le même protocole développé au chapitre III est ensuite appliqué, consistant à représenter l'évolution des déformations (mode I et mode II) normalisées par la force instantanée appliquée en fonction de la longueur de fissure. Ces évolutions, qui peuvent être simplement comparées à celle prévues par le modèle analytique, mettent très clairement en évidence l'effet des efforts de cohésion (tension et cisaillement) sur la déformation des substrats et souligne la présence d'une zone d'interface élastique mais également la présence d'une zone cohésive où se développent des comportements non-linéaires.

De ces conclusions générales, on retiendra les points importants suivants :

- La corrélation d'image permet de mesurer la déflexion des deux substrats, information qui peut être exploitée pour suivre l'avancée de la fissure au cours de l'essai et déterminer un paramètre phénoménologique,  $\lambda$ , caractéristique de la complaisance effective de l'interface.

- Instrumenter les éprouvettes de fissuration permet de sonder précisément la présence des forces de cohésion en front de fissure durant un essai MMB, en isolant des zones élastiques de l'interface, des zones fissurées ou sujet à des comportements non-linéaires.
- Cette technique de mesure de déformation permet de découpler très simplement les effets de contribution du mode I et contribution du mode II.
- La sensibilité de cette mesure à la présence de comportement non-linéaire de l'interface est plus importante que les autres méthodes testées mais nécessite pour une exploitation quantitative de travailler à la mise en place de méthode d'analyse et d'identification spécifiques.
- La méthodologie proposée ici est transposable à tout type de système du même genre notamment les composites où on peut envisager son utilisation pour l'étude des problèmes de délaminage.



## Conclusions et perspectives

L'objectif de ce travail a été d'étudier la fiabilité des assemblages collés pour des applications lanceurs spatiaux. Pour cela, trois adhésifs structuraux, utilisés actuellement pour assembler différentes structures sur le lanceur européen Ariane, ont été sélectionnés.

Nous avons étudié tout d'abord la variabilité intrinsèque de ces 3 adhésifs qui montrent une forte variabilité de comportement lié à une microstructure très hétérogène. Dans un premier temps, on a pu déterminer les propriétés physico-chimiques et lister et étudier l'impact des paramètres aléatoires et les sources de variabilité sur leur résistance.

La caractérisation des adhésifs par DMA (Analyse Mécanique Dynamique) a permis de bien définir les cycles de cuisson.

L'évaluation du comportement mécanique des adhésifs a été faite avec des essais de traction uniaxiale (ISO 527-2) et l'étude des dispersions des résultats a fait appel à un traitement statistique, avec l'application de la loi de Weibull. Ces analyses ont révélé une influence importante de la présence de porosité, dont la dispersion et la distribution expliquent la variabilité observée sur les propriétés mécaniques.

Dans un deuxième temps, nous nous sommes consacrés au développement de nouvelles instrumentations et méthodologies d'analyse des essais de fissuration. Ce travail a eu pour objectif de fiabiliser l'analyse de ces essais et d'améliorer la compréhension des mécanismes de fissuration dans les liaisons collées. Ces connaissances sont fondamentales afin d'adopter pour les assemblages collés une démarche de tolérance aux dommages qui, seule, est aujourd'hui à même de fiabiliser leur conception. Ces nouveaux outils ont été appliqués à l'essai DCB pour la rupture en mode I pur (chapitre III), l'essai ENF pour le mode II pur et l'essai MMB pour le mode mixte I+II (chapitre IV).

Pour étudier les essais de fissuration, nous avons, dans un premier temps, appliqué les techniques standards d'analyse reposant sur les seules mesures des efforts appliquées et de déformations de la structure, desquelles sont déduites des complaisances de l'éprouvette, ainsi que l'avancée apparente de la fissure. Cette mesure permet principalement de déterminer le taux de restitution d'énergie critique de l'interface,  $G_c$ , mais nous avons proposé un traitement pour évaluer en outre la dispersion sur ce paramètre  $G_c$ , en exploitant l'ensemble de la courbe de fissuration.

La cinématique de l'essai et le développement des flux d'effort dans les substrats et au sein de l'interface ont été étudiés au moyen d'un modèle élastique de l'éprouvette où les substrats sont assimilés à des poutres de Timoshenko et la couche d'adhésif est décrite comme une distribution uniforme de ressorts.

Une nouvelle instrumentation de ces essais de fissuration a été proposée. Cette technique utilise des jauges de déformation pour suivre la déformation de peau des substrats en présence de forces cohésives à l'interface et un suivi du déplacement des substrats par corrélation d'images numériques. Ces deux différentes techniques ont été appliquées sur un essai où l'assemblage présentait un comportement élastique et fragile, en ce sens que les tendances prévues par une simple analyse en mécanique linéaire de la rupture permettait de mieux exploiter l'évolution force/déplacement macroscopique employée habituellement.

La corrélation d'image numérique a permis de suivre l'avancée de la fissure, paramètre défini de façon conventionnelle par comparaison au modèle de poutre de Timoshenko sur appui élastique. Cette méthode permet l'établissement d'une courbe d'étalonnage de complaisance en fonction de l'avancée de la fissure et de déterminer un paramètre phénoménologique,  $\lambda$ , caractéristique de la zone de redistribution des contraintes en pointe de fissure.

Ensuite, nous avons proposé une méthodologie complète de traitement des signaux de déformation relevés par les jauges d'extensométrie, qui permet de sonder avec une plus grande précision que les techniques existantes la distribution des forces de cohésion en pointe de fissure. La présentation des résultats consiste essentiellement à reporter l'évolution de la déformation normalisée par la force instantanée et la position de la jauge, en fonction de la longueur vraie ou apparente de fissure. Ces résultats révèlent clairement la zone d'accommodation des contraintes et permettent de distinguer les zones sollicitées élastiquement ou de façon irréversible.

Si la détermination des forces de cohésion est l'objet principal de cette instrumentation supplémentaire, l'ajout de jauges de déformation permet en outre un meilleur contrôle de l'essai. En effet, en vérifiant que, lors de la décharge, aucune déformation résiduelle n'est observée, on vérifie que les substrats restent sollicités élastiquement. Ceci est une hypothèse importante de l'analyse et difficile à vérifier macroscopiquement.

Dans le cas des essais ENF et MMB, la technique de suivi extensométrique de la déformation des substrats a permis de dissocier les effets des modes de sollicitation et donc les efforts de cisaillement et de pelage à l'interface. L'utilisation de jauges d'extensométrie placées sur les faces supérieure et inférieure de l'éprouvette permet simplement d'isoler les deux contributions par simple calcul de la différence et somme des signaux mesurés.

Ces évolutions de déformation, qui peuvent être simplement comparées à celle prévues par le modèle analytique, mettent très clairement en évidence l'effet des efforts de cohésion (tension et cisaillement) sur la déformation des substrats et souligne la présence d'une zone d'interface élastique mais également la présence d'une zone cohésive où se développent des comportements non-linéaires. La sensibilité de cette mesure à la présence de comportement non-linéaire de l'interface est plus importante que les autres méthodes testées mais nécessite pour une exploitation quantitative de travailler à la mise en place de méthode d'analyse et d'identification spécifiques.

La méthodologie proposée ici est transposable à tout type de système du même genre notamment les composites où on peut envisager son utilisation pour l'étude des problèmes de délaminage.

Pour conclure, ces trois années de thèse ont permis la mise en place des protocoles de caractérisation originaux et riches de renseignement pour permettre à court et moyen terme de mieux observer, comprendre et modéliser les phénomènes d'endommagement dans les interfaces collées.





## Références

1. Arenas JM, Narbon JJ, Alia C. Influence of the surface finish on the shear strength of structural adhesive joints and application criteria in manufacturing processes. *The Journal of Adhesion*, Vol.85 (2009), p. 324–340.
2. Hadj-Ahmed R, Foret G, Ehrlacher A. Probabilistic Analysis of Failure in Adhesive Bonded joints. *Mechanics of Materials*, Vol.33 ( 2001), p. 77-84.
3. Vallée T, Correia JR, Keller T. Probabilistic Strength Predictions for Double Lap Joints Composed of Pulltruded GFPR Profiles – Part II: Strength Prediction. *Composite Science and Technology*, Vol.66 (2006), p. 1915-1930.
4. Deo DW, Lim JK. Tensile, Bending and Shear Strength Distribution of Adhesive-Bonded Butt Joint Samples. *Composite Science and Technology*, Vol.65 (2001), p. 1421-1427.
5. Burrow MF, Thomas D, Swain MV, Tyas MJ. Analysis of Tensile Bond Strengths using Weibull Statistics. *Biomaterials*, Vol.25 (2004), p. 5031-5035.
6. Dickens SH, Cho BH. Interpretation of Bond Failure Through Conversion and Residual Solvent Measurements and Weibull Analyses of Flexural and Microtensile Bond Strengths of Bonding Agents. *Dental Materials*, Vol.21 (2005), p. 354-364.
7. Adderley CS. Adhesive bonding. *Materials and Design*, Vol.9 (1988), p. 287-293.
8. Bresson G. Collage fiable pour l'espace : influence de la qualité des procédés et dimensionnement des assemblages. Thèse : Mécanique et Ingénierie. Université Bordeaux 1, 2011, N° D 4360.
9. Davies P, Sohier L, Cognard JY, Bourmaud A, Choqueuse D, Rinnert E, Creachcadec R. Influence of adhesive bondline thickness on joint strength. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol.29 (2009), p. 724-736.
10. Congnard JY, Davies P, Gineste B, Sohier L. Development of an improved adhesive test method for composite assembly design. *Composites Science and Technology*, Vol.65 (2005), p. 359-368.
11. ASTM D 5528. Standard test method for mode I interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber-reinforced polymer matrix composites. American Society for Testing and Materials, 1994.
12. ASTM D 3433. Fracture strength in cleavage of adhesives in bonded joints. American Society for Testing and Materials, 1999.
13. BS7991. Determination of the mode I adhesive fracture energy  $G_{Ic}$  of structure adhesives using the double cantilever beam (DCB) and tapered double cantilever beam (TDCB) specimens. British Standard Institution, 2001.
14. ASTM D 3762. Standard test method for adhesive-bonded surface durability of aluminum (wedge test). American Society for Testing and Materials, 1998.
15. ASTM D 3165-07 Standard Test Method for Strength Properties of Adhesives in Shear by Tension Loading of Single-Lap-Joint Laminated Assemblies. American Society for Testing and Materials, 2007.

16. ASTM D 2919-01. Standard Test Method for Determining Durability of Adhesive Joints Stressed in Shear by Tension Loading. American Society for Testing and Materials, 2007.
17. ASTM D 3166-99. Standard Test Method for Fatigue Properties of Adhesives in Shear by Tension Loading (Metal/Metal). American Society for Testing and Materials, 2005.
18. ASTM WK22949 - New Test Method for Determination of the Mode II Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites Using the End-Notched Flexure (ENF) Test. American Society for Testing and Materials, 2009.
19. ASTM D 6671/D 6671M. Standard test method for mixed mode I–mode II interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber reinforced polymer matrix composites. American Society for Testing and Materials, 2006.
20. Bretton C, Villoutreix G. Familles d'adhésifs et caractérisation d'un collage structurale. Les Techniques de l'Ingénieur, AM3560-2008.
21. Wright CD, Mugge JM. Epoxy Structural Adhesives. Structural Adhesives Chemistry and Technology, S. R. Harshorn (1986).
22. Siebert AR, Tolle LL, Drake RS. CTBN-Modified Epoxies Work in Poor Bonding Conditions. Adhesives Age, Vol.29 (1986), p. 19–23.
23. Bartlet P, Pascault JP, Sautereau H. Relationships Between Structure and Mechanical Properties of Rubber Modified Epoxy Networks Cured with Dicyandiamide Hardener. Journal of Polymer Science, Vol.30 (1985), p. 2955–296.
24. Drake R, Siebert A. Elastomer Modified Epoxy Resins for Structural Applications. SAMPE Quarterly, Vol.6 (1975).
25. Murphy WT. Elastomer Modified Epoxies in Adhesive Applications. SPI-ERF Spring Meeting, Williamsburg, VA, (1983), p. 18–20.
26. Murphy WT, Siebert AR. Development of Resins for Damage Tolerant Composites—A Systematic Approach. 29<sup>th</sup> National SAMPE Symposium, (1984), p. 422–36.
27. Bolger JC. Structural Adhesives for Metal Bonding. Treatise on adhesion and adhesives. New York, Marcel Dekker, Inc., Vol.3 (1973), p. 1-78.
28. DeLollis NJ. Durability of Adhesive Bonds. 27<sup>th</sup> National SAMPE Symposium, (1982), p. 673–698.
29. Guthrie JL, Lin SC. One Part Modified Epoxies for Unprimed Metal, Plastics. Adhesives Age, (1985), p. 23–25.
30. Gerace MJ, Gerace JM, Williams MA. Surface Activated Rubber Particles Improve Structural Adhesives. Adhesives Age, Vol.38 (1995).
31. Hartenstein RR, Kimball PH. Soft Epoxies Offer New Opportunities for Adhesives. Adhesives and Sealants Industry, (1997), p. 24–35.
32. Ward RJ, Bobalek EG. Some Correlations Among Thermal, Electrical, and Mechanical Properties of Alkyl-Epoxy Copolymer Adhesives. Industrial & engineering chemistry product research and development, (1963), p. 85-97.
33. Ruschau JJ, Coate JE. The effectiveness of an adhesively bonded composite patch as applied to a transport aircraft lower wing skin. International Society for the Advancement of Material and Process Engineering, (1994), p. 532–543.
34. Guyt C. Delamination effects in fuselage crack patching. International Society for the Advancement of Material and Process Engineering, (1996), p. 903–914.

35. Satoh T, Miyazaki Y, Suzukawa Y, Nakazato K. On the development of structural adhesive technology for the automotive body in Japan. The Japan Society of Automotive Engineers, (1996), p. 165–178.
36. Schroeder KJ. Structural adhesives for aluminium vehicles. Society of Automotive Engineers, (1996), p. 195–202.
37. Ying L. A Reworkable High Reliability Thermoplastic Die Attached Adhesive. International Symposium on Microelectronics, (1986).
38. Chamber J, Frank D, Moore T. Full Reactive PU Hot Melts Offer Performance Advantages. Adhesives Age, (1998).
39. De Gray D. PUR Adhesives Offer Solutions for Assembly Challenges. Adhesives Age, (1998)
40. David FE, Fromwiller JK. Reactive Urethane Hot Melts for Textiles. Adhesives and Sealants Industry, (1998).
41. Eastman Chemical Company, Leaflet R-206A.
42. Shantha KL, Thennarasu S, Krishnamurti N. Developments and applications of cyanoacrylate adhesives. Journal of Adhesion Science and Technology, Vol.3 (1989), p. 237–260.
43. Metals Handbook, 10<sup>th</sup> edition, Vol.2, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. ASM International (1990).
44. Mendez-Vilas A, Gonzalez-Martin ML, Nuevo MJ. Some geometrical considerations about the influence of topography on the adhesion force as measured by AFM on curved surfaces. Applied Surface Science, Vol.238 (2004), p. 9–13.
45. Packham DE. Surface energy, surface topography and adhesion. International Journal of Adhesion and Adhesive, Vol.23 (2003), p. 437–448.
46. Prolongo SG, Rosario G, Urena A. Study of the effect of substrate roughness on adhesive joints by SEM image analysis. Journal of Adhesion Science and Technology, Vol.20 (2006), p. 457–470.
47. Bikerman JJ. The science of adhesive joints. Academic Press, Technology & Engineering, (1968).
48. Wery M. Décapage des métaux = Pickling of metals. Techniques de l'ingénieur-Matériaux métalliques, ISSN 1762-8733, 2001.
49. Manasterski C. La pulvérisation cathodique industrielle. PPUR presses polytechniques, (2005).
50. Armstrong KB. Long-term durability in water of aluminium alloy adhesive joints bonded with epoxy adhesives. International Journal of Adhesion and Adhesives, Vol.17 (1997), p. 89-105.
51. Kozma L, Olefjord I. Basic processes of surface preparation and bond formation of adhesively joined aluminium. Journal of Materials Science & Technology, Vol.3 (1987), p. 860-874.
52. Critchlow GW, Brewis DM. Review of surface pretreatments for aluminium alloys. International Journal of Adhesion and Adhesives, Vol.16 (1996), p. 255-275.
53. Briskham P, Smith G. Cyclic stress durability testing of lap shear joints exposed to hot-wet conditions. International Journal of Adhesion and Adhesives, Vol.20 (2000), p. 33-38.

54. Kinloch AJ, Welch LS, Bishop HE. The locus of environmental crack growth in bonded aluminium alloy joints. *The Journal of Adhesion*, Vol.16 (1984), p. 165-177.
55. Marchandise D, Belliot I, Marrugat R. Surface treatment method for aluminium or aluminium alloy components. *Aerospatiale*, French Patent 9,517,536, (1995).
56. Wong CM, Moji Y. Method for anodizing aluminium. Boeing Corp, US Patent 4,894,127, (1989).
57. Arrowsmith DJ, Moth DA, Rose SP. The enhancement of adhesive joint strength by extending the surface of anodized aluminium. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol.12 (1992), p. 67-72.
58. Kinloch AJ, Little MSG, Watts JF. The role of the interphase in the environmental failure of adhesive joints. *Acta Materialia*, Vol.48 (2000), p. 4543-4553.
59. Davenport AJ, Isaacs HS. Glancing angle x-ray studies of oxide films. *Corrosion Science*, Vol.31 (1990), p. 105-110.
60. Lohse J, Sander K, Wirts M. Heavy metals in vehicles II. Report for the Directorate General Environment, Nuclear Safety and Civil Protection of the Commission of the European Communities, July 2001, 2001, [http://europa.eu.int/comm/environment/waste/heavy\\_metals.pdf](http://europa.eu.int/comm/environment/waste/heavy_metals.pdf).
61. ASTM D 3933. Standard guide for preparation of aluminum surfaces for structural adhesives bonding (phosphoric acid anodizing). American Society for Testing and Materials, 1998.
62. Rhenalu P. Le collage de l'aluminium. Flat rolled products, (1992), p. 28-37.
63. Grant LDR, Adams RD, da Silva LFM. Experimental and numerical analysis of single-lap joints for automotive industry. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol.29 (2009), p. 405-413.
64. Irwin GR. Analysis of stresses and strains near the end of crack transversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, Vol.24 (1957), p. 361-364.
65. Griffith AA. The phenomenon of rupture and flow in solids. *Philosophical Transaction of the Royal Society of London*, A221 (1920), p. 163-198.
66. Williams ML. On the stress distribution at the base of a stationary crack. *Journal of Applied Mechanics*, Vol.79 (1957), p. 109-144.
67. Eshelby JD. Stress analysis of cracks. ISI publication, 121 (1968), p. 13-48.
68. Rice JR. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentrations by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, (1968), p. 379-386.
69. Barenblatt GI. The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture. *Advances in Applied Mechanics*, Vol.7 (1962), p. 55-129.
70. Dugdale DS. Yielding of steel sheets containing slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. Vol.8 (1960), p. 100-104.
71. Ascione F, Mancusi G. Curve adhesive joints. *Composite Structures*, Vol.94 (2012), p. 2657-2664.
72. Ascione F, Mancusi G. Failure criteria for FRP adhesive lap joints: a comparative analysis. *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, Vol.17 (2010), p. 157-164.
73. Williams JG, Hadavinia H, Kinloch AJ. Cohesive zone models in the characterisation of toughness. 11<sup>th</sup> international conference on fracture, Italy (2005).

74. Williams JG, Hadavinia H. Analytical solution for cohesive zone models. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol.50 (2002), p. 809–825.
75. Nairn JA. Analytical and numerical modeling of R-curves for cracks with bridging zones. *International Journal of Fracture*, Vol.155 (2009), p. 167–181.
76. Alfano G. On the influence of the shape of the interface law on the application of cohesive zone models. *Composites Science and Technology*, Vol.66 (2006), p.723–730.
77. Liljedahl CDM, Crocombe AD, Wahab MA, Ashcroft IA. Modelling the environmental degradation of adhesively bonded aluminium and composite joints using a CZM approach. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, Vol. 27 (2007), p. 505–518.
78. Gong XJ. Rupture interlaminaire en mode mixte I+II du composite stratifié verre/époxy unidirectionnel et multidirectionnel. Thèse : Mécanique appliquée, acoustique, et matériaux. Université de technologie de Compiègne, 1992, N° D 459.
79. Budzik MK, Jumel J, Shanahan MER. An in situ technique for the assessment of adhesive properties of a joint under load. *International Journal of Fracture*, Vol.78 (2011), p. 3253-3269.
80. Chauffaille S, Jumel J, Shanahan MER. Pre-cracking behaviour in the single cantilever beam adhesion test. *International Journal of Fracture*, Vol.169 (2011), p. 133-144.
81. Ripling EJ, Mostovoy S, Patrick RL. Measuring fracture toughness of adhesive joints. *Materials Research and Standards*, Vol.4 (1964), p. 129-134.
82. Brunner AJ, Blackman BRK, Davies P. Mode I delamination. *Fracture mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites*, Vol.28 (2001), p. 277-305.
83. Mézière Y. Tolérance au dommage : Etude de délaminage dans les matériaux composites à matrice organique. Thèse : Génie mécanique. Université Paul Sabatier, 2000, N° 3608.
84. Irwin GR, Kies JA. Critical energy rate analysis of fracture strength of large welded structures. *Welding Journal*, Vol.33 (1952), p. 193-198.
85. Williams JG. Fracture mechanics of anisotropic materials. *Application of fracture mechanics to composite materials*, Vol.6 (1989), p. 3-38.
86. Williams JG. The fracture mechanics of delamination tests. *Journal of strain analysis for engineering design*, Vol.24 (1989), p. 207-214.
87. Berry JP. Determination of Fracture Surface Energies by the Cleavage Technique. *Journal of Applied Physics*, Vol.34 (1963), p. 62-68.
88. Blackman BRK, Kinloch AJ, Paraschi M, Teo WS. Measuring the mode I adhesive fracture energy,  $G_{Ic}$ , of structural adhesive joints: the results of an international round-robin. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol.23 (2003), p. 293-305.
89. Kaninen MF. An augmented double cantilever beam model for study crack propagation and arrest. *International Journal of Fracture*, Vol.9 (1973), p. 83-92.
90. Budzik MK, Jumel J, Shanahan MER. Adhesive compliance effect in mode I separation: Profilometry approach. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol.31 (2011), p. 135-145.
91. Szekrényes A. Improved Analysis of Unidirectional Composite Delamination Specimens. *Mechanics of Materials*, Vol.39 (2007), p. 953-974.
92. Williams JG. End corrections for orthotropic DCB specimens. *Composites Science and Technology*, Vol.35 (1989), p. 367-376.

93. Williams JG. Root rotation and plastic work effects in the peel test. *The Journal of Adhesion*, Vol.41 (1993), p. 225-239.
94. Hu GK, Schmit F, Baptiste D, Franois D. Viscoplastic Analysis of Adhesive Joints. *Journal of Applied Mechanics*, Vol.63 (1996), p. 21-26.
95. Sato C. Stress estimation of joints having adherends with different curvatures bonded with viscoelastic adhesives. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol31 (2011), p. 315-321.
96. Timoshenko SP. On the Correction for Shear of the Differential Equation for Transverse Vibrations of Prismatic Bars. *Philosophical Magazine*, Vol.41 (1921), p. 744-746.
97. Timoshenko SP. On the Transverse Vibrations of Bars of Uniform Cross-Section. *Philosophical Magazine*, Vol.43 (1922), p. 125-131.
98. Cowper GR. The Shear Coefficient in Timoshenko's Beam Theory. *Journal of Applied Mechanics*, Vol.33 (1966), p. 335-340.
99. Tamuzs V, Tarasovs S, Vilks U. Delamination properties of translaminar-reinforced composites. *Composites Science and Technology*, Vol.63 (2003), p. 1423-1431.
100. Tada H, Paris PC, Irwin GR. *The stress analysis of cracks handbook*. 3<sup>rd</sup> edition, ASME Press, 2000.
101. Kuczmazewski J. *Fundamentals of metal-metal adhesive joint design*. Lublin University of Technology, Polish Academy of Sciences, Lublin Branch, Lublin, 2006.
102. Goland M, Reissner E. The Stresses in Cemented Joints, *Journal of Applied Mechanics*, Vol.66 (1944), p. 17-27.
103. Tsai MY, Morton J. An evaluation of analytical and numerical solutions to the single-lap joint, *International Journal of Solids and Structures*, Vol.31 (1994), p. 2537-2563.
104. Barrett JD, Foschi RO. Mode II stress-intensity factors for cracked wood beams. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.9 (1977), p. 371-378.
105. Martin RH, Davidson BD. Mode II fracture toughness evaluation using a four point bend end notched flexure test. *Plastics, Rubber and Composites*, Vol.28 (1999), p. 401-406.
106. Wang H, Vu-Khanh T. Use of end-loaded-split (ELS) test to study stable fracture behaviour of composites under mode II loading, *Composite Structures*, Vol.36 (1996), p. 71-79.
107. Blackman BRK, Kinloch AJ, Paraschi M. The determination of the mode II adhesive fracture resistance,  $G_{IIc}$ , of structural adhesive joints: an effective crack length approach. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.72 (2005), p. 877-897.
108. Mall S, Kochar NK. *Finite Element Analysis of End Notch Flexure Specimen*. NASA Contractor Report 178113 (1986).
109. Davidson BD, Sun X. *Geometry and Data Reduction Recommendations for a Standardized End Notched Flexure Test for Unidirectional Composites*. *Journal of ASTM International*, Vol.3 (2006).
110. Russell AJ, Street KN. Factors affecting the interlaminar fracture energy of graphite/epoxy laminates. *Progress in science and engineering of composites*, Tokyo (1982), p. 279-286.
111. de Moura MFSF, Campilho RDSG, Gonçalves JPM. Pure mode II fracture characterization of composite bonded joints. *International Journal of Solids and Structures*, Vol.46 (2009), p. 1589-1595

112. Carlsson LA, Gillespie Jr JW, Pipes RB. On the analysis and design of end notched flexure (ENF) for mode II testing. *Journal of Composite Materials*, Vol.20 (1986), p. 594-604.
113. Chai H, Mall S. Design aspects of the end-notch adhesive joint specimen. *International Journal of Fracture*, Vol.36 (1988).
114. Alfredsson KS. On the instantaneous energy release rate of the end-notch flexure adhesive joint specimen, *International Journal of Solids and Structures*, Vol.41 (2004), p. 4787-4807.
115. Corleto CR, Hogan HA. Energy release rates for the ENF specimen using a beam on an elastic foundation. *Journal of composite materials*, Vol.29 (1995), p. 1420-1436.
116. Ouyang Z, Li Q. Nonlinear interface shear fracture of end notched flexure specimens. *International Journal of Solids and Structures*, Vol.46 (2009), p. 2659-2668.
117. Russell AJ, Street KN. Moisture and temperature effects on the mixed-mode delamination fracture of unidirectional graphite/ epoxy. *ASTM STP 876* (1985), p. 349-370.
118. Ding W, Kortschot MT. A simplified beam analysis of the end notched flexure mode II delamination specimen. *Composite Structures*, Vol.45 (1999), p. 271-278.
119. Wang J, Qiao P. Novel beam analysis of end notched flexure specimen for mode-II fracture. *Eng Fract Mech*, Vol.71 (2004), p. 219-31.
120. Wang Y, Williams JG. Corrections for Mode II fracture toughness specimens of composites materials. *Composites Science and Technology*, Vol.43 (1992), p. 251-256.
121. Kageyama K. Fracture mechanics of composite materials. *Journal of the Japan Society for Composite Materials*, Vol.18 (1992), p. 158-165.
122. Hojo M, Matsuda S, Higuchi T, Ochiai S. Fracture mechanism for Mode II propagation delamination fatigue cracks in CF/ PEEK laminates. *Transactions of the Materials Research Society of Japan*, Vol.46 (1997), p. 366-373.
123. Davidson BD, Altonen CS, Polaha JJ. Effect of stacking sequence on delamination toughness and delamination growth behavior in composite end-notched flexure specimens. *ASTM STP 1274* (1996), p. 393-413.
124. Polaha JJ, Davidson BD, Hudson RC, Pieracci A. Effects of mode ratio, ply orientation and precracking on the delamination toughness of a laminated composite. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Vol.15 (1996), p. 141-173.
125. Yoshihara H, Kawamura T. Mode I fracture toughness estimation of wood by DCB test. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol.37 (2006), p. 2105-2113.
126. Yoshihara H. Simple estimation of critical stress intensity factors of wood by tests with double cantilever beam and three-point end-notched flexure. *Holzforschung*, Vol.61 (2007), p. 182-189.
127. Yoshihara H. Mode II initiation fracture toughness analysis for wood obtained by 3-ENF test. *Composites Science and Technology*, Vol.65 (2005), p. 2198-2207.
128. Yoshihara H. Influence of crack length on the measurement of mode II initiation fracture toughness of wood by three-point bend end-notched flexure (3ENF) test. *The Japan Society of Mechanical Engineers*, Vol.72 (2006), p. 133-139.
129. Yoshihara H. Mode II R-curve of wood measured by 4-ENF test. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.71 (2004), p. 2065-2077.
130. Yoshihara H. Examination of the 4-ENF test for measuring the mode III R-curve of wood. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.73 (2006), p. 42-63.

131. Yoshihara H. Theoretical analysis of 4-ENF tests for mode II fracturing in wood by finite element method. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.75 (2008), p. 290–296.
132. Reeder JR, Crews JH. Mixed mode bending method for delamination testing. *The American Institute of Aeronautics and Astronautics Journal*, Vol.28 (1990), p. 1270–1276.
133. Sundararaman V, Davidson BD. Unsymmetric double cantilever beam test for interfacial fracture toughness determination. *International Journal of Solids and Structures*, Vol.34 (1997), p. 799–817.
134. Yoon SH, Hong CS. Modified end notched flexure specimen for mixed mode interlaminar fracture in laminated composites. *International Journal of Fracture*, Vol.43 (1990), p. R3–R9.
135. Davidson BD, Sundararaman V. A single leg bending test for interfacial fracture toughness determination. *International Journal of Fracture*, Vol.78 (1996), p. 193–210.
136. Sundararaman V, Davidson BD. New test methods for determining fracture toughness as a function of mode mix for bimaterial interfaces. *Application of Fracture Mechanics in Electronic Packaging and Materials*, Vol.64 (1995), p. 141–154.
137. Charalambides PG, Lund J, Evans AG, McMeeking RM. A test specimen for determining the fracture resistance of biomaterial interfaces. *Journal of Applied Mechanics*, Vol.56 (1989), p. 77–82.
138. Charalambides PG, Cao H, Lund J, Evans AG. Development of a test method for measuring the mixed mode fracture resistance of bimaterial interfaces. *Mechanics of Materials*, Vol.8 (1990), p. 269–283.
139. Charalambides PG. Steady state mechanics of delamination cracking in laminated ceramic–matrix composites. *J Am Ceram Soc*, Vol.74 (1991), p. 3066–3080.
140. Feraboli P, Kedward KT. Four-point bend interlaminar shear testing of uni- and multi-directional carbon/epoxy composite systems. *Composites, Part A*, Vol.34 (2003), p. 1265–1271.
141. Reeder JR, Crews JH. Redesign of mixed mode bending delamination test to reduce nonlinear effects. *Journal of Composites Technology and Research*, Vol.14 (1992), p. 12–19.
142. Kinloch AJ, Yayla P, Wang Y, Williams JG. Mixed mode delamination of fibre composite materials. *Composites Science and Technology*, Vol.47 (1993), p. 225–237.
143. Crews JH, Reeder JR. A mixed-mode bending apparatus for delamination testing. *NASA Technical Memorandum 100662* (1988).
144. Reeder JR. An evaluation of mixed-mode delamination failure criteria. *NASA Technical Memorandum 104210* (1992).
145. Reeder JR. A bilinear failure criterion for mixed-mode delamination. *Composite Materials: Testing and Design*, (1993), p. 303–322.
146. de Moraes AB, Pereira AB. Mixed mode I+II interlaminar fracture of glass/epoxy multidirectional laminates – Part 1: Analysis. *Composites science and technology*, Vol.66 (2006), p. 1889–1895.
147. Hashemi S, Kinloch AJ, Williams JG. The analysis of interlaminar fracture in uniaxial fiber–polymer composites. *The Royal Society of London. Philosophical Transactions. Series A. Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, Vol.427 (1990), p. 173–199.
148. Taguchi G. *System of Experimental Design: Engineering Methods to Optimize Quality and Minimize Costs*. Unipub/Kraus, International Publications (1987).



149. Goupy JL. Etude comparative des plans d'expériences. *Revue de statistique appliquée*, Vol.38 (1990), p. 5-44.
150. Montgomery DC, Panagos M, Heikes RG. Economic Design of Control Charts for Two Manufacturing Process Models. *Naval research logistics quarterly*, Vol.32 (1985).
151. Goupy JL. Les plans d'expériences. *Revue Modulad*, Vol.34 (2006).
152. Droesbeke JJ, Fine J, Saporta G. Plans d'expériences - Applications à l'entreprise. Technip (1997).
153. Pascault JP, Sautereau H, Verdu J, Williams RJJ. Thermosetting Polymers. *Marcel Dekker, Inc.*: New York (2002).
154. Gerard JF, Andrews SJ, Macosko CW. Dynamic mechanical measurements: comparison between bending and torsion method on graphite-reinforced and rubber modified epoxy. *Polymer composites*, Vol.11 (1990), p. 90-97.
155. Paris C, Olivier P, Bernhart G., Time reduction of manufacturing cycle in a high heating ramp process for carbon/polymeric composite: thermokinetic characterization. 14<sup>th</sup> European Conference of Composite Materials, Hungary (2010).
156. Paris C, Olivier P, Bernhart G. Modelling of the thermokinetic behaviour and the phases transitions of a carbon/polymeric composite submitted to high heating rate ramps. *International Journal of Material Forming*, Vol.3 (2010): p. 639-642.
157. Enns JB, Gillham JK. Time-Temperature-Transformation (TTT) cure diagram: Modeling the cure behavior of thermosets. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.28 (1983), p. 2567-2591.
158. Wisanrakkit G, Gillham JK. Continuous heating transformation (CHT) cure diagram of an aromatic amine/epoxy system at constant heating rates. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.42 (1991), p. 2453-2463.
159. Ruiz E, Billotte C. Predicting the Cure of Thermosetting Polymers: The Isoconversion Map. *Polymer composites*, Vol.30 (2008), p. 1450-1457.
160. Weibull W. A statistical theory of the strength of materials. *Ing Vetensk Akad Proc*, Vol.151 (1939), p. 1-45.
161. Benard A, Bos-Levenbach EC. The plotting of observations on probability paper. *Statistica Neerilandica*, Vol.7 (1953), p. 163-173.
162. Lissart N, Lamon J. Statistical analysis of failure of SiC fibres in the presence of bimodal flaw populations. *Journal of Materials Science*, Vol.32 (1997), p. 6107-6117.
163. Peterlik H, Loidl D. Bimodal strength distributions and flaw populations of ceramics and fibres. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.68 (2001), p. 253-261.
164. Trustrum K, Jayatilaka A. Applicability of Weibull analysis for brittle materials. *Journal of Materials Science*, Vol.18 (1983), p. 2765-2770
165. Jayatilaka A, Trustrum K. Statistical approach to brittle fracture. *Journal of Materials Science*, Vol.12 (1977), p. 1426-1430.
166. Ashby MF, Jones DRH. *Engineering materials - An introduction to their properties and applications*. Oxford, Pergamon Press (1986).
167. Sutton MA, McNeill SR, Helm JD, Chao YJ. Advances in two-dimensional and three-dimensional computer vision. *Journal of Applied Physics*, Vol.77 (2000), p. 323-372.
168. VIC-2D. Correlated Solutions Incorporated, 120 Kaminer Way Parkway Suite, Columbia, SC 29210, USA, <[www.correlatedsolutions.com](http://www.correlatedsolutions.com)>.

169. Ward IM. Mechanical Properties of Solid Polymers. John Wiley & Sons (1979).
170. Adams GW, Farris RJ. Latent energy of deformation of bisphenol-a polycarbonate. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, Vol.26 (1988), p. 433-445.
171. Machida T, Lee D. Deep drawing of polypropylene sheets under differential heating conditions. *Polymer Engineering & Science*, Vol.28 (1988), p. 405-412.
172. Anbanto-Bueno J, Lambros J. Investigation of crack growth in functionally graded materials using digital image correlation. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.69 (2002), p. 1695–1711.
173. Réthoré J, Gravouil A, Morestin F, Combescure A. Estimation of mixed-mode stress intensity factors using digital image correlation and an interaction integral. *International Journal of Fracture*, Vol.132 (2005), p. 65–79.
174. Roux S, Hild F. Stress intensity factor measurement from digital image correlation: post-processing and integrated approaches. *International Journal of Fracture*, Vol.140 (2006), p. 141–157.
175. Nicu L, Bergaud CJ. Experimental and theoretical investigations on nonlinear resonances of composite buckled microbridges. *Journal of Applied Physics*, Vol.86 (1999), p. 5835-5841.
176. Sutton MA, Orteu JJ, Schreier HW. Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and application. Springer, 2009.
177. Volokh KY. Comparison between cohesive zone models. *Communications in Numerical Methods in Engineering*, Vol.20 (2004), p. 845-856.
178. Chandra N, Li H, Shet C, Ghonem H. Some issues in the application of cohesive zone models for metal–ceramic interfaces. *International Journal of Solids and Structures*, Vol.39 (2002), p. 2827-2855.
179. Budzik MK, Jumel J, Imielinska K, Shanahan MER. Effect of Adhesive Compliance in the Assessment of Soft Adhesives with the Wedge Test. *Journal of Adhesion Science and Technology*, Vol.25 (2011), p. 131-149.
180. Szekrényes A. Improved Analysis of Unidirectional Composite Delamination Specimens. *Mechanics of Materials*, Vol.39 (2007), p. 953-974.
181. Budzik MK, Jumel J, Shanahan MER. Process zone in the Single Cantilever Beam under transverse loading - Part II: Experimental. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, Vol.56 (2011), p. 13-21.
182. Blanco N, Turon A, Costa J. An exact solution for the determination of the mode mixture in the mixed-mode bending delamination test. *Composites Science and Technology*, Vol.66 (2006), p. 1256–1258.

# Annexes

**Annexe 1** : Protocole expérimental de préparation des éprouvettes.

**Annexe 2-3** : Publications afférentes à la thèse.

# Annexe 1

## Protocole expérimental de préparation des éprouvettes

Le protocole expérimental suivant décrit les différentes étapes de préparations des substrats en vue d'assembler deux substrats en aluminium par un adhésif époxy et pour fabriquer des éprouvettes en forme d'haltères pour caractériser l'adhésifs à l'état massique.

Le matériel nécessaire est le suivant :

Chiffon COTON non pelucheux,

Acétone (ou MEC :Méthyl-Ethyl-Cétone) pour dégraisser les surfaces,

Dispositif de sablage,

Bain ultrasons,

Plaque Inox, support pour doser et mélanger l'adhésif (résine+durcisseur),

2 plaques d'acier recouvert d'un film de PTFE

Balance pour peser les composantes des adhésifs

Spatules inox pour mélanger les deux composants résine+durcisseur,

Thermomètre, Hygromètre pour contrôler les conditions ambiantes,

Dispositif d'anodisation,

Solution d'acide phosphorique pour l'anodisation (respecter les dosages décrits par la norme ASTM D3933-98(2010) [61]),

Solution de primaire Silane,

Pinceau pour appliquer le silane,

Montage d'encollage,

Moules en PTFE pour fabrication des éprouvettes en forme d'haltère,

Four thermostaté avec ventilation pour sécher le silane et polymériser les adhésifs.

### 1. Préparation des éprouvettes en forme d'haltère

Les adhésifs utilisés sont des époxydes bi-composants, nécessitant un mélange avec des proportions massiques spécifiques (cf. la notice technique de l'adhésif). Avant de débiter la préparation de la colle, il faut calculer préalablement les proportions massiques de chaque composant de l'adhésifs. Les étapes de fabrications des éprouvettes en forme d'haltère sont les suivantes :

1. Nettoyer et dégraisser les plaques inox avec le chiffon coton et de l'acétone,
2. Effectuer la pesée des composantes de l'adhésif
3. Mélanger les deux substances et assurer l'homogénéisation des 2 composantes afin de n'avoir qu'une seule phase sur la plaque,
4. Etaler l'adhésif sous la forme d'un film de quelques millimètres
5. Laisser reposer 5 minutes afin que les quelques bulles emprisonnées pendant le malaxage remontent à la surface du film,
6. Remplir les empreinte du moule avec les spatules en s'assurant de ne pas emprisonner des gros bulles d'air,
7. Mettre le moule entre deux plaques d'acier recouvert d'un film de PTFE et mettre sous la presse pendant 12 heures,
8. Démouler et appliquer le cycle de cuisson adapté.



Dosage

Mélange résine  
et durcisseur

Remplissage

Presse

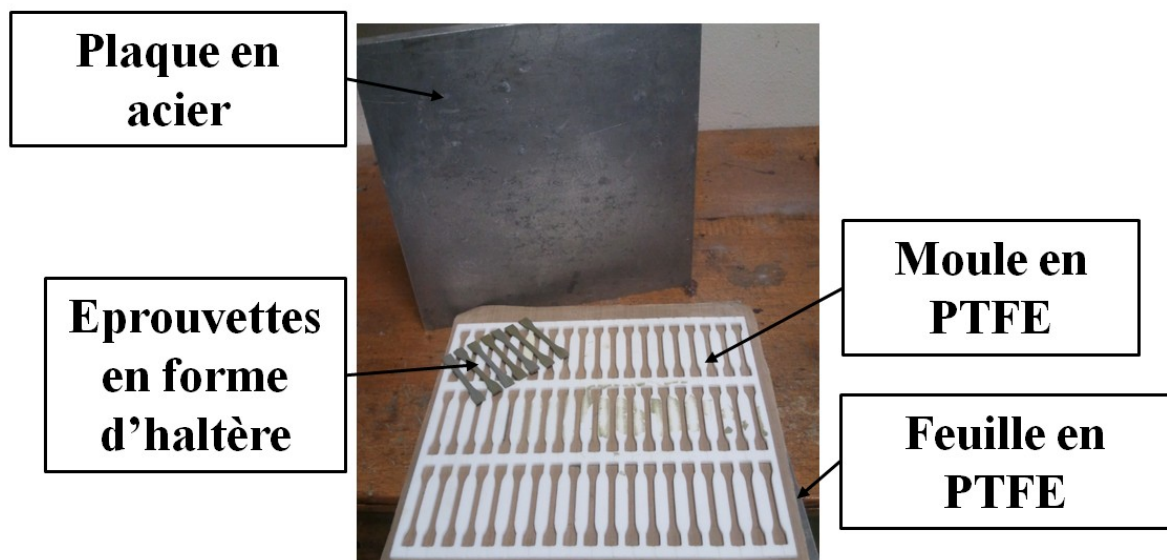


Fig. Différentes étapes de préparations des échantillons en forme d'haltère.

## 2. Préparation des surfaces en aluminium

L'objectif de préparation de surface est d'obtenir un assemblage collé présentant des faciès de rupture de type cohésive.

Ce protocole est indiqué dans le cas d'une préparation de surface pour un adhésif époxy mettant en jeu un primaire d'adhésion au silane augmentant l'énergie d'adhésion par méthode chimique et une préparation de sablage et d'anodisation à l'acide phosphorique, PAA (Phosphoric Acid Anodisation), pour obtenir une rugosité optimale améliorant l'accroche mécanique.

Le montage d'encollage a été conçu spécialement pour maintenir les éprouvettes pendant la phase de polymérisation de l'adhésif afin d'assurer une épaisseur homogène le long du joint de colle et un bon alignement entre les substrats supérieur et inférieur.

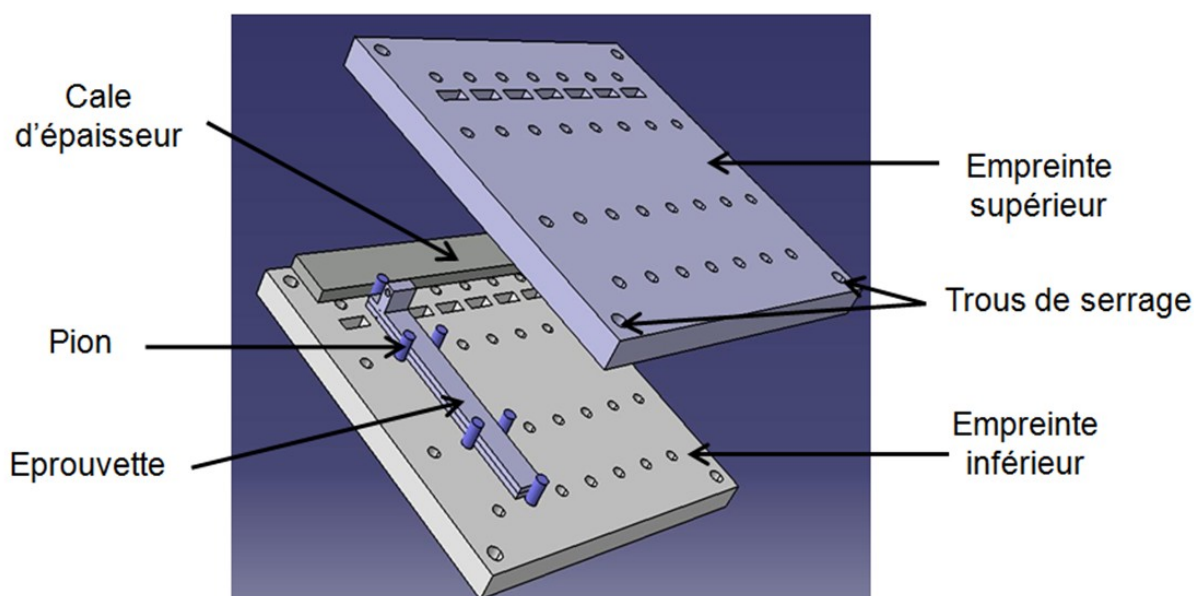


Fig. Montage d'encollage

Précautions à prendre :

Avant d'entamer le protocole expérimental de préparation de surface et de collage, il est impératif de s'assurer préalablement que les points suivants soient vérifiés :

- Nettoyer la plaque inox et les différentes spatules avec un chiffon coton non pelucheux imbibé d'acétone,
- Mettre le montage d'encollage à porté du plan de travail,
- Préparer une feuille de notation des conditions expérimentales permettant de noter la température, l'hygrométrie et l'heure à laquelle est effectuée chaque étape.

Les différentes étapes, pour la préparation des surfaces, sont les suivantes : Nettoyage des

surfaces avec le chiffon.

- Sablage avec des grains d'alumine ( $Al_2O_3$ ) de diamètre  $200\ \mu m$  (corindon blanc F80). Le sablage est réalisé manuellement en utilisant une cabine Guyson Formule 1400, avec une pression de 0.4 MPa. Les substrats sont maintenus à une distance de  $\approx 20\text{cm}$  de la buse et orientés à un angle de  $\approx 30^\circ$  du jet jusqu'à l'obtention d'une surface uniforme,
- Soufflage des substrats avec une soufflette afin d'enlever les poussières,
- Nettoyage dans un bac à ultrason ( $f = 35\ \text{kHz}$ ) dans de l'éthanol durant 10 min,
- Rinçage à l'acétone,
- Séchage pendant 5 minutes sous hotte aspirante,
- Décapage alcalin,
- Séchage pendant 15 minutes sous hotte aspirante,
- Anodisation, traitement PAA : (ASTM D3933-98(2010) [61]),
- Application d'un primaire d'adhésion : 1% de 3-mercaptopropyltriméthoxy silane dans une solution d'eau déionisée,
- Séchage à  $92^\circ\text{C}$  pendant 1 heure,
- Application directe de l'adhésif après séchage.

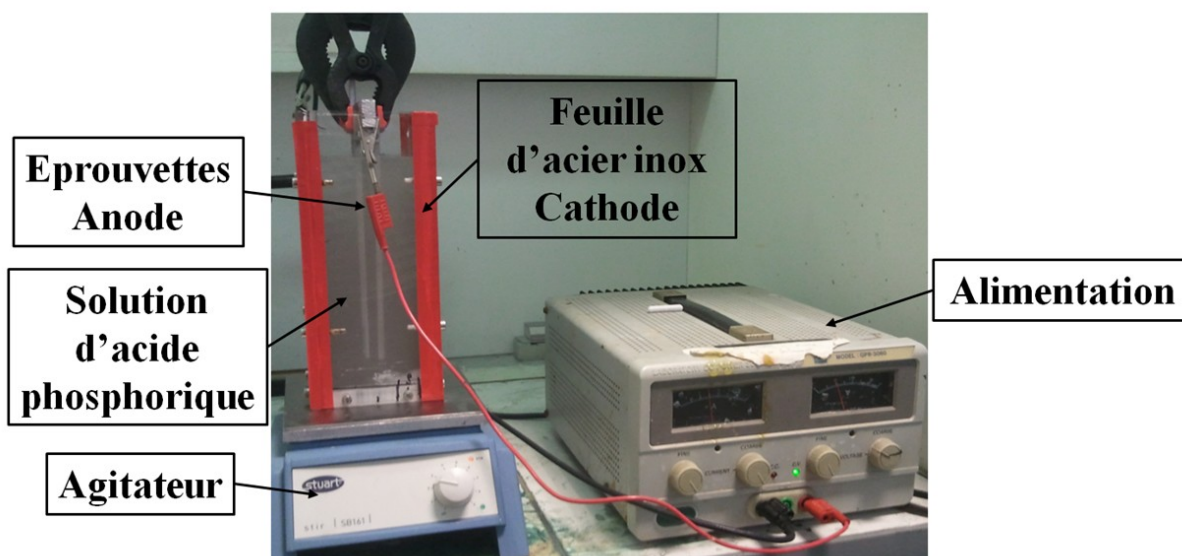


Fig. Montage d'anodisation





# **Annexes n°2**

**Instrumented end notched flexure – Crack propagation and  
process zone monitoring Part I: Modelling and analysis**





## Instrumented End Notched Flexure – Crack propagation and process zone monitoring. Part I: Modelling and analysis

J. Jumel<sup>a,b,c,\*</sup>, M.K. Budzik<sup>a,b,c,d</sup>, N. Ben Salem<sup>a,b,c,d</sup>, M.E.R. Shanahan<sup>a,b,c</sup>

<sup>a</sup> Univ. Bordeaux, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France

<sup>b</sup> CNRS, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France

<sup>c</sup> Arts et Metiers ParisTech, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France

<sup>d</sup> French Space Agency (CNES) – DLA, 52 rue Jacques HILLAIRET, 75612 Paris Cédex, France

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Available online 24 September 2012

#### Keywords:

Bonded joints  
End Notched Flexure  
Mode II  
Strain gauges

### ABSTRACT

Analysis of the three-point bending, End Notched Flexure (ENF), test is presented for exploitation with a new experimental methodology using the backface strain monitoring technique. The model consists of two Timoshenko beams joined with a two parameter elastic foundation, to evaluate stress and strain fields in both adherends and the adhesive layer, together with the specimen compliance and energy release rate. This model is compared to a simplified case, from which a comprehensive experimental method is proposed for precise monitoring of crack propagation and measurement of interface shear compliance during the ENF experiment. In addition, simple formulae are proposed for evaluating mode II energy release rate, and possible experimental artefacts due to asymmetric loading conditions are evidenced.

© 2012 Elsevier Ltd. All rights reserved.

### 1. Introduction

Adhesive bonding is becoming increasingly popular for joining materials and structures in many fields such as medicine (Duarte et al., 2011; Van Meerbeek et al., 1998), civil engineering (Oehlers, 2001), microelectronics (Li and Wong, 2006) and transport (Loven, 1999; Higgins, 2000). Contrary to mechanical fastening, this technique requires no drilling or machining of the parts, reduces stress concentrations and improves service lifetime. It also achieves secondary functions such as water and air tightness, vibration damping and many others.

However, structural joints often suffer from a lack of reliability due to somewhat empirical design methods. A large number of strength and toughness characterisation tests (Da Silva et al., 2009; He, 2011; Rodríguez et al., 2012), based on different specimen geometries, have shown different mechanical properties for essentially the same joint systems. To improve the characterisation and design of bonded joints, scientists have tried to refine analysis at the bondline scale to evaluate various intrinsic rather than geometry dependent properties (Cognard et al., 2006, 2011). At a mesoscale, cohesive zone models (CZM) are becoming very popular since they take into account complex force/displacement interface separation laws to model global behaviour of the assembly (Liljedahl et al., 2007). Nevertheless, these complex models suffer

from insufficient experimental verification, the data showing poor sensitivity to the numerous parameters (Alfano, 2006; Gustafson and Waas, 2009). Besides, few methods are available for direct measurement of these cohesive laws (Sørensen and Jacobsen, 2009). Recently, we proposed to use backface strain monitoring instrumentation combined with double cantilever beam test specimens to investigate the cohesive force distribution in the bondline (Budzik et al., 2011a; Ben Salem et al., 2012). The experimental data reduction is based on the equivalent crack length concept (de Moura and de Morais, 2008; de Moura et al., 2006), combined with beams on elastic foundation models, to evaluate the extent of the process zone. This procedure has been applied to mode I and mixed mode II/III (Budzik et al., 2011b). However, bonded joints are generally loaded in shear, so that an extension of our instrumented crack propagation test protocol to mode II loading is required. We start with analysis of the three point bending End Notched Flexure (ENF) specimen, which is very popular for measuring the toughness of bonded joints or laminates in mode II. In this article, we concentrate on theoretical analysis of the experiment and propose a test protocol based on strain gauge instrumentation. In a second paper, the data reduction method is applied to analysis of crack propagation measurement in an aluminium specimen bonded with a structural epoxy adhesive.

The double cantilever beam (DCB) specimen is extensively used for bonded joint toughness measurement in mode I. On the contrary, there is no international consensus on mode II testing. Nevertheless, the three point bending test using the ENF configuration

\* Corresponding author.

E-mail address: [julien.jumel@u-bordeaux1.fr](mailto:julien.jumel@u-bordeaux1.fr) (J. Jumel).

is probably the most popular, since both test set-up and specimen are simple. This test was introduced by (Barrett and Foschi, 1977) to study the fracture toughness of wood in shear. The simplest analytical expressions for mode II strain energy release rate,  $G_{II}$ , and specimen compliance were later developed by (Russel and Street, 1982), based on classic beam theory. As for DCB tests, numerous studies have been devoted to analysis, modelling and design of ENF specimens (Ding and Kortschot, 1999; Alfredsson, 2004; Carlsson et al., 1986; Chai and Mall, 1988; Corleto and Hogan, 1995; Ouyang and Li, 2009; Yang et al., 2001; Yoshihara, 2005; Qiao and Wang, 2005; Wang and Qiao, 2005). The main objectives concerned evaluation of the effects of experimental conditions (set-up, specimen geometry...) and of adherend and adhesive properties on specimen compliance and associated energy release rate. Correction coefficients were obtained from finite element analysis or analytical models which required various levels of simplification. Crack tip deformation/stress concentration and transverse shear deformation of the adherend are the main reasons why deviations are observed in the Russell and Street analysis, which is deemed to underestimate the energy release rate. Both analytical models and numerical simulations have been proposed to evaluate these effects and to investigate non-linear interface behaviour (Chai, 1992), transverse dimension effects or other artefacts such as crack-lip friction or beam rotation effects (Arrese and Mujika, 2008; Arrese et al., 2010; Sun and Davidson, 2006). None of these works has pursued investigations into strain evolution along the adherend upon which our instrumented ENF test technique is based.

In the present article, we derive a Timoshenko beam model on a two-parameter elastic foundation, as proposed by Shokrieh et al. (2011), Qiao and Wang (2005) and Bennati et al. (2009), for interpreting asymmetric double cantilever beam (ADCB) tests. We concentrate on three point bending experiments on ENF specimens with identical adherends (*viz.* both geometry and material properties). In this configuration, useful analytical expressions are obtained, which exhibit the geometrical and material parameters that control the specimen behaviour. Approximate expressions based on a simplified model are obtained which are useful for data reduction of backface strain monitoring and interface shear compliance identification. Correction coefficients for energy release rate,  $G_{II}$ , and specimen compliance are derived. Finally, compressive stress at the crack tip is evidenced which is due to asymmetric loading conditions and/or specimen geometry. This effect is rarely taken into the existing models despite it could delay the fracture due to friction effect.

## 2. Simple beam theory: beams bonded with an infinitely thin, rigid adhesive

The three point bending End Notched Flexure experiment performed on a bonded joint is shown schematically in Fig. 1. Two identical adherends, of thickness  $t$ , width  $w$  and length  $2L$  are bonded together over most of their length with an adhesive layer of thickness  $t_a$ . The two substrates are unbonded from one end over a distance  $a$ , designated as the crack length. We concentrate on isotropic and homogeneous materials:  $E$  and  $E_a$  are respectively the

Young's moduli of the adherends and the adhesive,  $\nu$  and  $\nu_a$  their Poisson's ratios. The specimen is simply supported at both ends on knife edges and loaded with a concentrated transverse force,  $P$ , at its mid-point (homogeneous along  $w$ ). The specimen is bent and the bondline is aligned with the neutral surface where shear stress in maximal and tensile/compressive stress is zero. As a consequence, pure mode II failure is expected.

The failure onset and ultimate load evaluation of such a specimen is generally based on energy balance considerations as originally proposed by Griffith (Griffith, 1921). The elastic energy stored in the specimen drives the crack propagation, such that the release energy compensates the needs of surface creation, local plastic deformation etc. If linear elastic behaviour is observed at a macroscopic scale, linear elastic fracture mechanics (LEFM) formalism is applicable and the failure criterion is derived from:

$$G = \frac{P^2}{2w} \frac{\partial C}{\partial a} \quad (1)$$

where  $C = \delta/P$  is specimen compliance,  $\delta$  beam deflection, and  $G$  the energy release rate. When  $G$  attains  $G_c$ , the critical energy release rate or fracture energy, depending on material/interface properties, crack propagation occurs. With the traditional analyses, a precise evaluation of specimen compliance is fundamental to allow a correct estimate of  $G_c$ .

A preliminary analysis of this experiment (Barrett and Foschi, 1977) was proposed by Russel and Street (1982), for the evaluation of mode II toughness in laminates. In this model, the Euler-Bernoulli beam model was used to describe the bending of the substrates. The adhesive layer was assumed to be infinitely thin, so that the specimen was divided into two parts. Along the bonded area, the specimen behaved as a single beam in bending with thickness  $2t$ , while along the debonded area, the specimen behaved as two beams in parallel, each of them with thickness  $t$ . With this simple beam theory (SBT), the ENF specimen compliance is given by the relation:

$$C = \frac{\delta}{P} = \frac{3a^3 + 2L^3}{8wt^3E} \quad (2)$$

with the associated energy release rate:

$$G_{II} = \frac{9a^2P^2}{16w^2t^3E} \quad (3)$$

Most of the analyses proposed since this early version aim to evaluate the deviation from simple relations by introducing more realistic descriptions of the adhesive and/or adherend behaviour and geometry. Due to bondline and substrate shear compliances, the total compliance of the specimen and energy release rate are higher than predicted by SBT. Nowadays, most of the data reduction techniques use the SBT formula with a corrected value of crack length, which is "artificially" increased so that:

$$C = \frac{\delta}{P} = \frac{3(a + \chi_{II}t)^3 + 2L^3}{8wt^3E} \quad (4)$$

$$G_{II} = \frac{9(a + \chi_{II}t)^2P^2}{16w^2t^3E} \quad (5)$$

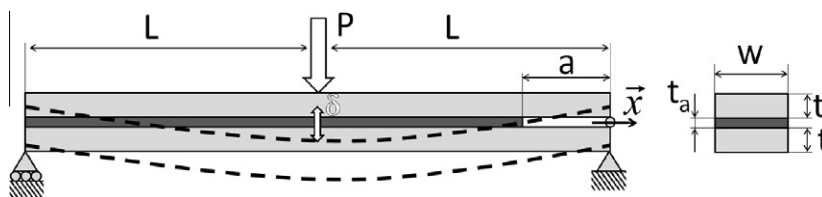


Fig. 1. Geometry of the End Notched Flexure (ENF) experiment.

where the crack length correction is evaluated from numerical or analytical models, many of them being listed in (Yoshihara, 2005).

Other experimental strategies have also been proposed which make use of additional sensors for measuring crack shear displacement (CSD) (Tanaka et al., 1995) or local strain (Yoshihara, 2010), from which additional compliances can be calculated from experimental data. Again, specimen analysis provides a useful relation to retrieve material parameters or crack position. Thus, CSD, or  $\delta_x$ , and maximal adherend longitudinal strain,  $\varepsilon_x$ , are given, according to Yoshihara (2005), by relations:

$$\varepsilon_x = \frac{3PL}{4Ewt^2} \quad (6)$$

$$\delta_x = \frac{3P(a + \chi_{II}t)^2}{2Ewt^2} \quad (7)$$

These relations, combined with Eqs. (2) and (3), enable direct computation of energy release rate throughout the experiment, with no need for calculation of any correction coefficients (Yoshihara, 2010). For the following analysis, we recall results from the SBT analysis, which states that both substrates behave as Euler–Bernoulli beams, that the adhesive layer stiffness is infinite, and that the rotation,  $\varphi(x)$ , and vertical displacement,  $v(x)$ , are continuous when crossing the frontier between cracked and uncracked portions. The various expressions found for the different zones corresponding to that debonded or crack ( $-a < x < 0$ ), the right hand portion ( $-L < x < -a$ ) and the left hand portion ( $-2L < x < -L$ ) are:

$$\text{rotation: } \varphi(x) = \frac{P}{EI_2} \left( -x^2 + \frac{L^3 - a^3 + 3La^2}{4L} \right) \quad -a < x < 0 \quad (8)$$

$$\varphi(x) = \frac{P}{EI_2} \left( -\frac{x^2}{4} + \frac{L^3 - a^3}{4L} \right) \quad -L < x < -a \quad (9)$$

$$\varphi(x) = \frac{P}{EI_2} \left( \frac{x^2}{4} + Lx + \frac{3L^3 - a^3}{4L} \right) \quad -2L < x < -L \quad (10)$$

$$\text{deflection: } v(x) = \frac{P}{EI_2} \left( -\frac{x^3}{3} + \frac{L^3 - a^3 + 3La^2}{4L}x \right) \quad -a < x < 0 \quad (11)$$

$$v(x) = \frac{P}{EI_2} \left( -\frac{x^3}{12} + \frac{L^3 - a^3}{4L}x - \frac{a^3}{2} \right) \quad -L < x < -a \quad (12)$$

$$v(x) = \frac{P}{EI_2} \left( \frac{x^2}{12} + \frac{Lx^2}{2} + \frac{3L^3 - a^3}{4L} + \frac{L^3 - a^3}{6} - \frac{a^3}{2} \right) \quad -2L < x < -L \quad (13)$$

$I_2 = 8wh^3/12$  is the second moment of the cross-sectional area in the crack-free portion of the specimen assuming infinite stiffness of the adhesive layer. From these relations, the SBT approximation of the specimen compliance is derived, and also the SBT evaluation of the bending rotation correction coefficients, useful to assess sliding within the contact zone. We can also evaluate the relative sliding of adherends along the cracked portion of the specimen (cf. relation (7)).

### 3. Timoshenko beams on two parameters elastic foundation model

To improve the analysis of the ENF test experiment, it is required to include the influence of the mechanical behaviour of the bondline. In the case of adherends which are thick in comparison with other dimensions (crack length, span length...), the zEuler–Bernoulli formalism is not valid and the Timoshenko beam model should be used instead. Such thick beams are required experimentally to prevent any plastic deformation occurring in

the adherends when characterising strong interfaces, which makes analysis of the experiment more complex. In the following analysis, we detail solution for an ENF specimen under three point bending where the test specimen is modelled by two Timoshenko beams bonded with an elastic layer characterised by finite shear and tensile stiffness.

#### 3.1. Constitutive equations

The constitutive equations which rule the local static equilibrium of the adherends and the adhesive layer are based on the model presented in Fig. 2. Local displacements of the cross sections of the beams depends on three independent parameters: the axial,  $u_i(x)$ , and vertical,  $v_i(x)$ , displacements of the centre of the cross section, and the cross section rotation  $\varphi_i(x)$ . In the following, index  $i = \pm$  refers to the upper or lower adherend,  $s = 1$  for the upper adherend and  $s = -1$  for the lower adherend. The local static equilibrium of the bilayer system is expressed by the three usual beam on elastic foundation equations for each of the adherends:

$$\frac{dM_i}{dx} + T_i - \frac{t}{2}w\tau = 0 \quad (14)$$

$$\frac{dT_i}{dx} - sw\sigma = 0 \quad (15)$$

$$\frac{dN_i}{dx} - sw\tau = 0 \quad (16)$$

$M_i$ ,  $T_i$  and  $N_i$  are respectively the local bending moment, shear force and axial force.  $\sigma$  and  $\tau$  are the normal (or peel) and shear interfacial stresses. Relations (14)–(16) assume that no distributed loads or couples are applied to the upper or lower adherends. According to Timoshenko theory, the constitutive equations for the adherends are:

$$M_i = E_i I_i \frac{d\varphi_i}{dx} \quad (17)$$

$$T_i = \kappa_i G_i S_i \left[ \frac{dv_i}{dx} - \varphi_i \right] \quad (18)$$

$$N_i = E_i S_i \frac{du_i}{dx} \quad (19)$$

where  $E_i$  and  $G_i$  are respectively the Young's and shear moduli of the adherends.  $S_i = wt_i$  and  $I_i = wt_i^3/12$  are the beam area and second moment of inertia of the beam cross-section and  $\kappa_i$  is the shear correction coefficient.  $\kappa_i \approx 5/6$  is an acceptable value in the case of a rectangular cross section (Timoshenko, 1921). Linear elastic behaviour is assumed for the bondline, so that the interfacial stresses are proportional to the normal and tangential relative displacements of the interface:

$$\sigma = \frac{E_a^*}{t_a} [v_+ - v_-] \quad (20)$$

$$\tau = \frac{G_a}{t_a} \left[ \frac{t}{2} [\varphi_+ + \varphi_-] + u_+ - u_- \right] \quad (21)$$

with:

$$E_a^* = \frac{E_a(1 - \nu_a)}{(1 + \nu_a)(1 - 2\nu_a)} \quad (22)$$

$$G_a = \frac{E_a}{2(1 + \nu_a)} \quad (23)$$

where  $t_a$  is the adhesive layer thickness, and  $E_a$ ,  $G_a$  and  $\nu_a$  are respectively the Young's modulus, shear modulus and Poisson's

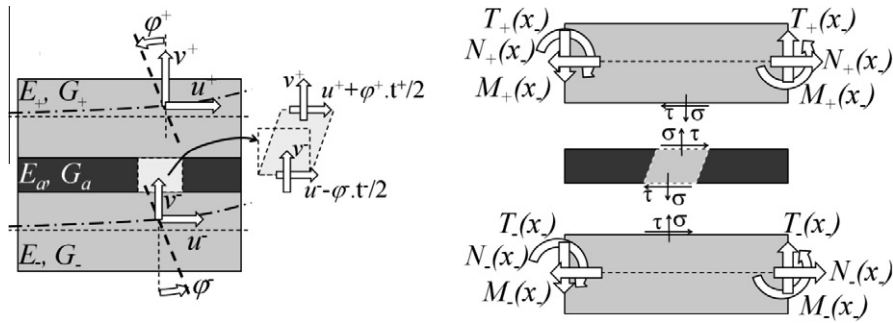


Fig. 2. Kinematic and static description of two beams with an adhesive connecting layer.

ratio of the adhesive. In Eqs. (20) and (22), the apparent value,  $E_a^*$ , of the adhesive Young's modulus is introduced to take into account the enhanced tensile rigidity of the bondline due to its plane strain condition. In Eqs. (20) and (21), we use the classical approximation originally proposed by Volkersen (1938) and Goland et al. (1944). These approximations generally overestimate the peak stress at the end of the joint and thus allow conservative design. A list of more sophisticated models can be found in (da Silva et al., 2009), in which is pointed out the need for a finer description of the mechanical field heterogeneity through the thickness, and the stress free condition. This was previously discussed by Adams and Peppiatt (1974). Nevertheless, at a mesoscopic level, and in the case of a thin and soft adhesive layer, the classic approach would seem satisfactory to evaluate global response of the joint (Goglio and Rossetto, 2011). It is hoped that the experimental technique developed in part II of this work will prove sensitive enough to show some effects that may be predicted with more advanced mechanical models of interfaces (Zhao et al., 2011; Luo and Tong, 2009) or of adherends (Raghu Prasad and Pavan Kumar, 2008; Shokrieh et al., 2012). Ultimately, the problem is described by a set of six coupled differential equations, which cannot be solved analytically unless the adherends are identical. Numerical analysis of such a bonded bi-layer system has been presented by Bennati et al. (2010). Surprisingly, this numerical method is not directly applicable to a symmetric bonded joint. Indeed, by combining Eqs. (14)–(23), we obtain two coupled sixth order differential equations in  $\sigma$  and  $\tau$ . No simple analytical expression for the roots of the characteristic equation of this differential system has been found so that numerical solution is required. In the case of similar adherends, we obtain two independent homogeneous linear differential equations in  $\sigma$  and  $\tau$ :

$$0 = \frac{t_a}{E_a} \frac{d^4 \sigma}{dx^4} - 2 \frac{w}{\kappa GS} \frac{d^2 \sigma}{dx^2} + \frac{2w}{EI} \sigma \quad (24)$$

$$0 = -\frac{t_a}{G_a} \frac{d^3 \tau}{dx^3} + 2w \left[ \frac{1}{EI} \left( \frac{t}{2} \right)^2 + \frac{1}{ES} \right] \frac{d\tau}{dx} \quad (25)$$

where  $G$ ,  $E$ ,  $I$ ,  $S$  and  $\kappa$  refer respectively to the adherend shear modulus, Young's modulus, quadratic moment, section and shear correction coefficient, which are now equal for upper and lower adherend. Eqs. (24) and (25) exhibit three double roots for the characteristic equation, while in the case of dissimilar adherends six different roots are obtained. With these double roots, a specific inversion procedure must be proposed. As a result, analytical expressions for the parameters which drive the experiment are found, with the evolution of shear and tensile stress in the adhesive layer.

Thus, according to the differential Eq. (24), the tensile stress distribution is controlled by two "wave numbers"  $\lambda_{\sigma 1}$  and  $\lambda_{\sigma 2}$ :

$$\sigma(x) = F_1 \exp(\lambda_{\sigma 1} x) + F_2 \exp(-\lambda_{\sigma 1} x) + F_3 \exp(\lambda_{\sigma 2} x) + F_4 \exp(-\lambda_{\sigma 2} x) \quad (26)$$

Similarly, the shear stress distribution depends on only one wave number  $\lambda_\tau$ :

$$\tau(x) = F_5 \exp(\lambda_\tau x) + F_6 \exp(-\lambda_\tau x) + \tau_m \quad (27)$$

where coefficient,  $F_k$ , and mean shear stress,  $\tau_m$ , depend on the boundary conditions on both sides of the bonded bi-layer structure. Contrary to the case of dissimilar adherends, analytical expressions can be found for the wave numbers  $\lambda_{\sigma 1}$ ,  $\lambda_{\sigma 2}$  and  $\lambda_\tau$ . These parameters are important since they control the stress distribution along the adhesive layer. Writing:

$$k_z = w \frac{E_a^*}{t_a} \quad (28)$$

$$k_x = w \frac{G_a}{t_a} \quad (29)$$

The three wave numbers are solutions of the characteristic polynomial of the differential equations (24) and (25):

$$\lambda_{\sigma i} = \lambda \sqrt{2 \left( \mu \pm \sqrt{\mu^2 - 1} \right)} \quad (30)$$

$$\mu = \frac{\sqrt{2k_z EI}}{2\kappa GS} \quad (31)$$

$$\lambda = \frac{\sqrt{2}}{2} \left( \frac{2k_x}{EI} \right)^{1/4} \quad (32)$$

$$\lambda_\tau = \sqrt{2k_x \left( \left( \frac{t}{2} \right)^2 \frac{1}{EI} + \frac{1}{ES} \right)} \quad (33)$$

In the following, we will use the notation  $\lambda_1 = \lambda_{\sigma 1}$ ,  $\lambda_2 = -\lambda_{\sigma 1}$ ,  $\lambda_3 = \lambda_{\sigma 2}$ ,  $\lambda_4 = -\lambda_{\sigma 2}$ ,  $\lambda_5 = \lambda_\tau$ ,  $\lambda_6 = -\lambda_\tau$ , to make the expression more compact. We replace  $\sigma(x)$  and  $\tau(x)$  by their expressions in relations (14)–(19), and integrate to obtain a general expression for internal forces  $[N_i(x), T_i(x), M_i(x)]$  and displacements  $[u_i(x), v_i(x), \varphi_i(x)]$  along upper and lower adherends:

$$T^i(x) = s \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k} \exp(\lambda_k x) + A_i \quad (34)$$

$$M^i(x) = -s \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k^2} \exp(\lambda_k x) + \frac{t}{2} \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k} \exp(\lambda_k x) + \left( \frac{t}{2} w \tau_m - A_i \right) x + B_i \quad (35)$$

$$\varphi^i(x) = \frac{1}{EI} \left\{ -s \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k^3} \exp(\lambda_k x) + \frac{t}{2} \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k^2} \exp(\lambda_k x) + \frac{1}{2} \left( \frac{t}{2} w \tau_m - A_i \right) x^2 + B_i x \right\} + C_i \quad (36)$$

$$v^i(x) = \frac{1}{EI} \left\{ -s \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k^4} \exp(\lambda_k x) + \frac{t}{2} \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k^3} \exp(\lambda_k x) + \frac{1}{6} \left( \frac{t}{2} w \tau_m - A_i \right) x^3 + \frac{1}{2} B_i x^2 \right\} + \left( C_i + \frac{A_i}{\kappa GS} \right) x + D_i + \frac{s}{\kappa GS} \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k^2} \exp(\lambda_k x) \quad (37)$$

$$N^i(x) = s \left[ w \tau_m x + \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k} \exp(\lambda_k x) \right] + E^i \quad (38)$$

$$u^i(x) = \frac{1}{ES} \left[ s \left( w \tau_m \frac{x^2}{2} + \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k^2} \exp(\lambda_k x) \right) + E^i x \right] + G^i \quad (39)$$

Constants  $A_i$ , to  $G_i$  depend on the boundary conditions and must also fulfil the conditions (20) and (21), so that seven additional compatibility equations are found. In the case of identical adherends we obtain:

$$A_+ = A_- = \left( \frac{t}{2} + \frac{2}{t} \frac{I}{S} \right) w \tau_m \quad (40)$$

$$B_+ = B_- = -\frac{1}{t} \frac{I}{S} (E^+ - E^-) \quad (41)$$

$$C_+ = C_- \quad (42)$$

$$D_+ = D_- \quad (43)$$

$$2C \frac{t}{2} + G^+ - G^- - \frac{t_a}{G_a} \tau_m = 0 \quad (44)$$

To achieve a solution to this problem, boundary conditions must be taken into account. In the present work, we use standard assumptions for the ENF analysis. The lower beam is simply supported on its two ends and a transverse force is applied in the middle of the upper beam. As shown in Section 2, the structure is divided into three regions for analysis:  $-2L < x < -L$ ; uncracked portion of the specimen between left end and applied load,  $-L < x < -a$ ; also bonded, and  $-a < x < 0$ ; a cracked, or separated part. Along the separated zone of the specimen, a simple interface model is used since we set the interface rigidity to zero, assuming no interaction (friction or stiffness) to occur between the adherends. Along the cracked part of the specimen, the evolution of internal forces and displacement fields are given by the usual relations:

$$T^i(x) = A_i \quad (45)$$

$$M^i(x) = -A_i x + B_i \quad (46)$$

$$\varphi^i(x) = \frac{1}{EI} \left\{ -\frac{1}{2} A_i x^2 + B_i x \right\} + C_i \quad (47)$$

$$v^i(x) = \frac{1}{EI} \left\{ -\frac{1}{6} A_i x^3 + \frac{1}{2} B_i x^2 \right\} + \left( C_i + \frac{A_i}{\kappa GS} \right) x + D_i \quad (48)$$

$$N^i(x) = E^i \quad (49)$$

$$u^i(x) = \frac{1}{ES} \left[ E^i x \right] + G^i \quad (50)$$

Fifty integration constants need to be calculated by inverting a linear system consisting of 24 continuity equations at  $x = -a$  and  $x = -L$ , 14 compatibility conditions and 12 boundary conditions at  $x = -2L$  and  $x = 0$ . This operation is done numerically since no sim-

ple analytical expression has been found for solution of the complete problem. As a result, interface stresses are computed using relations (26) and (27), and mode I and mode II components of the energy release rate which drives the fracture are computed with the classical relations used in (Bennati et al., 2009):

$$G_I = \frac{\sigma_a^2}{2E_a^*} t_a \quad (51)$$

$$G_{II} = \frac{\tau_a^2}{2G_a} t_a \quad (52)$$

These relations are computed from the following expression for the  $J$  integral assuming linear behaviour of the adhesive layer:

$$J = J_I + J_{II} = \int_0^{\delta^*} \sigma(\delta) d\delta + \int_0^{\gamma^*} \tau(\gamma) d\gamma \quad (53)$$

where  $\delta$  and  $\gamma$  denote the normal and tangential relative displacement of the interfaces at the crack tip positions. Based on relation (53), a measurement technique (Sørensen and Jacobsen, 2003) has been developed for measuring the non linear behaviour of interfaces under mixed mode loading (Lundsgaard-Larsen et al., 2008; Sørensen and Jacobsen, 2009) which could probably be improved by using it in combination with the methodology developed in the two present articles.

During the experiment, negative values of  $\sigma$  are to be expected. Since the crack is mostly driven by shear, any compressive stress is expected to retard fracture due to friction. This effect is neglected in the present analysis. When the crack tip is loaded in compression, no mode I stress singularity component is expected and  $G_I = 0$ . Consequently, the ENF test remains a pure mode II fracture mechanics test. Rather than the mode mixity ratio, it is important to estimate the remote stress ratio at the crack tip,  $\tau/\sigma$ , which must be carefully considered when analyzing the damage process during crack propagation.

### 3.2. Simplified model of ENF test for the analysis of strain gauge monitoring

Backface strain instrumentation enables precise monitoring of crack propagation and stress distribution in the region of the adhesive layer at the crack front. For the ENF test pieces, strain gauges are bonded to the outer sides of the upper and/or lower adherends in order to measure the local, longitudinal strain, which is given by the relation:

$$\varepsilon_{li} = \frac{N_i}{E_i S_i} - s \frac{M_i}{E_i I_i} \frac{t_i}{2} = \frac{du_i}{dx} - s \frac{d\varphi_i}{dx} \frac{t_i}{2} \quad (54)$$

Expressions for local beam rotation (36) and axial displacement (38) are rather complicated and the analytical relation, based on an approximate model such as that presented in Fig. 3, is an idealised representation of the bonded region of the cracked side of the specimen ( $-L < x < -a$ ) or ( $-d < x^* < 0$ ), with  $x^* = x + a$ .

In the ideal representation of the ENF test, the load is equally shared between upper and lower substrates so that no peel stresses are produced in the adhesive layer. In such a situation, ENF can be regarded as a pure mode II test. The problem can be decomposed into two elementary problems.

**Case 1:** two equal shear forces  $T^i = F$  are applied to the right-hand end of the beam, in which case:

$$A_+ = A_- = F \quad (55)$$

$$B_+ = B_- = 0 \quad (56)$$

$$E_+ = E_- = 0 \quad (57)$$

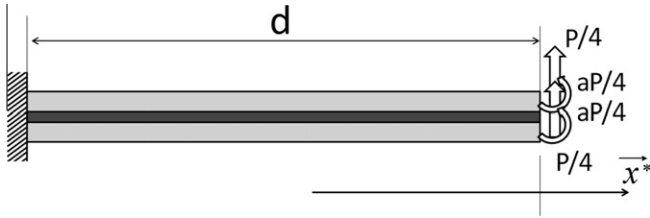


Fig. 3. Simplified model of the bonded zone.

$$\tau_m = F \frac{2St}{(4I + St^2)w} \quad (58)$$

$$F_5 = F \frac{-St}{(4I + St^2)w} \frac{1}{\cosh(\lambda_\tau d)} \quad (59)$$

$$F_6 = F \frac{-2St}{(4I + St^2)w} \frac{1}{\cosh(\lambda_\tau d)} \quad (60)$$

Case 2: two equal bending moment  $M$  are applied to the right end of the beam, other coefficients are given by the relations, giving:

$$A_+ = A_- = 0 \quad (61)$$

$$B_+ = B_- = \frac{4I}{4I + St^2} M \quad (62)$$

$$E_+ = E_- = \frac{-2St}{(4I + St^2)} M \quad (63)$$

$$\tau_m = 0 \quad (64)$$

$$F_5 = \frac{St\lambda_\tau}{(4I + St^2)w} \frac{\exp(\lambda_\tau d)}{\cosh(2\lambda_\tau d)} M \quad (65)$$

$$F_6 = -\frac{St\lambda_\tau}{(4I + St^2)w} \frac{\exp(-\lambda_\tau d)}{\cosh(\lambda_\tau d)} M \quad (66)$$

From these expressions, when applying the boundary conditions described in Fig. 3, we find the shear stress distribution:

$$\tau(x) = \frac{P}{4tw} \frac{2St^2}{4I + St^2} \left\{ 1 - \frac{\cosh(\lambda_\tau x)}{\cosh(\lambda_\tau d)} + \lambda_\tau a \frac{\sinh(\lambda_\tau(d+x))}{\cosh(\lambda_\tau d)} \right\} \quad (67)$$

Also found is the evolution of the bending moment and the axial force along the adherend:

$$M^i(x) = \frac{P}{4} \left\{ \frac{4I(a-x)}{4I + St^2} + \frac{St^2}{4I + St^2} \left[ -\frac{1}{\lambda_\tau} \frac{\sinh(\lambda_\tau x)}{\cosh(\lambda_\tau d)} + a \frac{\cosh(\lambda_\tau(d+x))}{\cosh(\lambda_\tau d)} \right] \right\} \quad (68)$$

$$N^i(x) = \frac{P}{4t} \frac{2St^2}{4I + St^2} \left\{ x - a - \frac{1}{\lambda_\tau} \frac{\sinh(\lambda_\tau x)}{\cosh(\lambda_\tau d)} + a \frac{\cosh(\lambda_\tau(d+x))}{\cosh(\lambda_\tau d)} \right\} \quad (69)$$

Using expressions (52) and (67), we may calculate the energy release rate:

$$G_{II} = \frac{9a^2 P^2}{16Ew^2 t^3} \left[ \frac{1}{\lambda_\tau a} \left( 1 - \frac{1}{\cosh(\lambda_\tau d)} \right) + \tanh(\lambda_\tau d) \right]^2 \quad (70)$$

which can be approximated by the following formula in the case  $\lambda_\tau d \gg 1$ :

$$G_{II} \approx \frac{9a^2 P^2}{16Ew^2 t^3} \left[ \frac{1}{\lambda_\tau a} + 1 \right]^2 \quad (71)$$

These expressions are similar to those proposed with corrected beam theory (Blackman et al., 2005), in which the interface compliance is taken into account through an effective crack length correction, and by using a correction factor to take into account additional artefacts such as large displacements. It should be noted that with the classical method, the crack length correction remains constant during the whole experiment, while according to relation (71), the correction varies during propagation since it depends on the coefficient  $\lambda_\tau a$ .

Finally, and importantly from the experimental standpoint, an approximate solution for longitudinal skin strain distribution is also found:

$$\varepsilon_l(x) = \frac{P}{4EI} t \left\{ \frac{4I(x-a)}{4I + St^2} + \frac{1}{2} \frac{4I - St^2}{4I + St^2} \left[ -\frac{1}{\lambda_\tau} \frac{\sinh(\lambda_\tau x)}{\cosh(\lambda_\tau L)} + a \frac{\cosh(\lambda_\tau(L+x))}{\cosh(\lambda_\tau L)} \right] \right\} \quad (72)$$

$$\varepsilon_l(x) \approx \frac{P}{4EI} t \left\{ \frac{4I(x-a)}{4I + St^2} + \frac{1}{2} \frac{4I - St^2}{4I + St^2} a \exp(\lambda_\tau x) \right\} \quad (73)$$

#### 4. Analysis of three point bending ENF test

In the following, we analyse the stress/strain evolution in a symmetric ENF specimen loaded by three point bending, as determined from the models presented in Sections 2 and 3 (viz. SBT, explicit ENF, simplified ENF). Isotropic homogenous adherends ( $E = 70$  GPa,  $\nu = 0.3$ ) of thickness  $t = 5$  mm, width  $w = 25$  mm and span length  $2L = 180$  mm are considered. We assume a 1000  $\mu\text{m}$  thick bondline and a relatively rigid ( $E_a \approx 5$  GPa,  $\nu_a \approx 0.3$ ) structural adhesive. This configuration is very common and representative of that tested in the second part of this work. With the coefficients proposed, characteristic distances are:  $1/\lambda_{\sigma 1} \approx 1/\lambda_{\sigma 2} \approx 3.2$  mm and  $1/\lambda_\tau \approx 4.8$  mm. Crack length,  $a$ , corresponding to the length of the debonded part, is 70 mm. All calculations are done for unit applied load. From this analysis, new test and experimental data reduction protocols can be proposed for a refined evaluation of the energy release rate and interface compliance. In the following, all quantities are represented as a function of  $X = x + L$  so that the origin of the axis is now located at the mid-span position.

In Fig. 4 are represented the evolution of the components of adherend displacement and rotation along the span, determined with the complete ENF model and compared with the SBT solution [viz. Eqs. (8)–(13)]. The influence of interface compliance is clearly visible since the deflection predicted with the bonded bi-layer model is significantly higher than that given by relation (2). Correspondingly, variation of beam rotation is also more spread out with the elastic interface. The evolution of longitudinal displacement along the neutral surface of each adherend is also different from that evaluated with the SBT approximation. As expected, the horizontal, relative displacement on the left-hand side of the specimen is greater with an elastic interface. At the crack front, the opposite trend is observed, which is not surprising since the SBT approximation does not allow for any root rotation effects.

In Fig. 5 is represented the evolution of internal forces in the adherend along the span. These quantities are easier to evaluate than the kinematic variables plotted in Fig. 4, since they are very similar to those predicted by the SBT model. The mean shear force value is close to  $\pm P/4$  in each adherend, which demonstrates that, despite non-symmetric loading conditions, the force is almost equally shared in the two adherends except near the edge of the bonded area and in the middle of the specimen where interaction



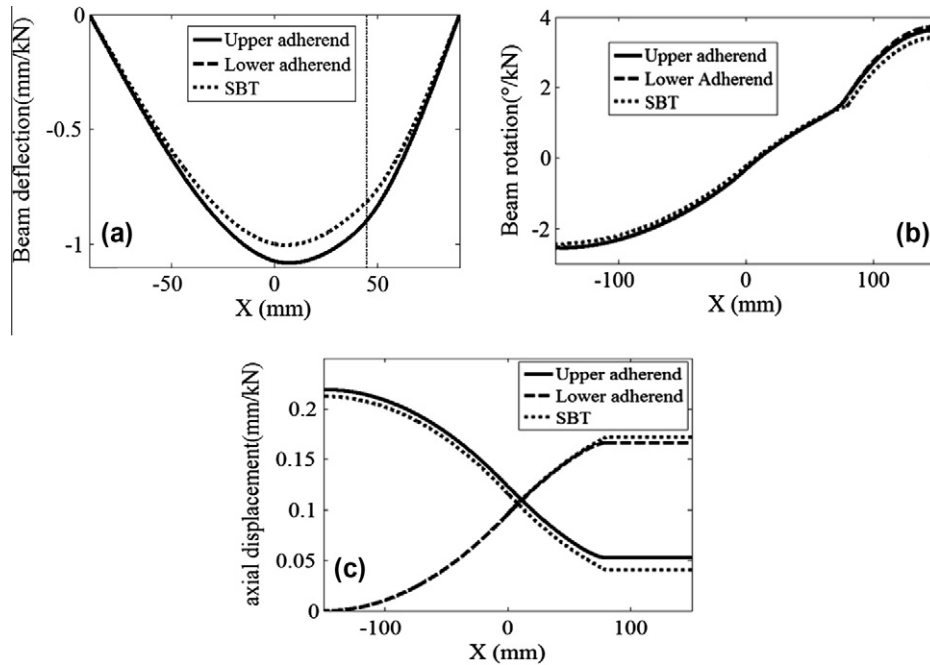


Fig. 4. Evolution of (a) adherend deflection,  $v_i$ , (b) rotation,  $\phi_i$ , and (c) longitudinal displacement,  $u_i$ , along the span. Crack length  $a = 70$  mm.

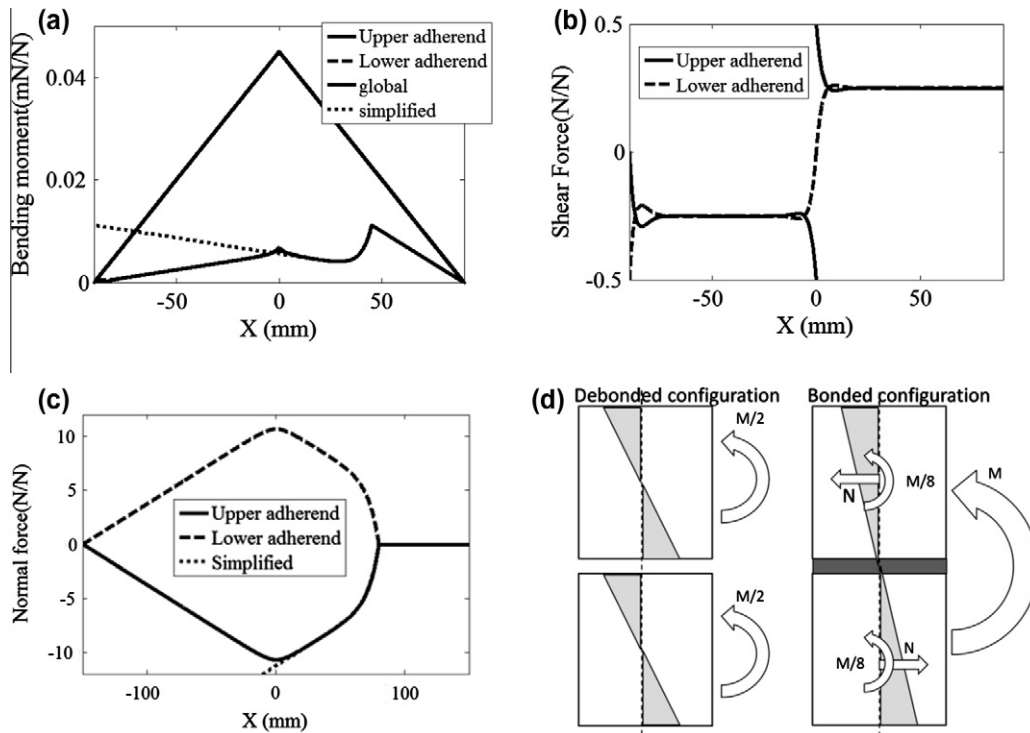


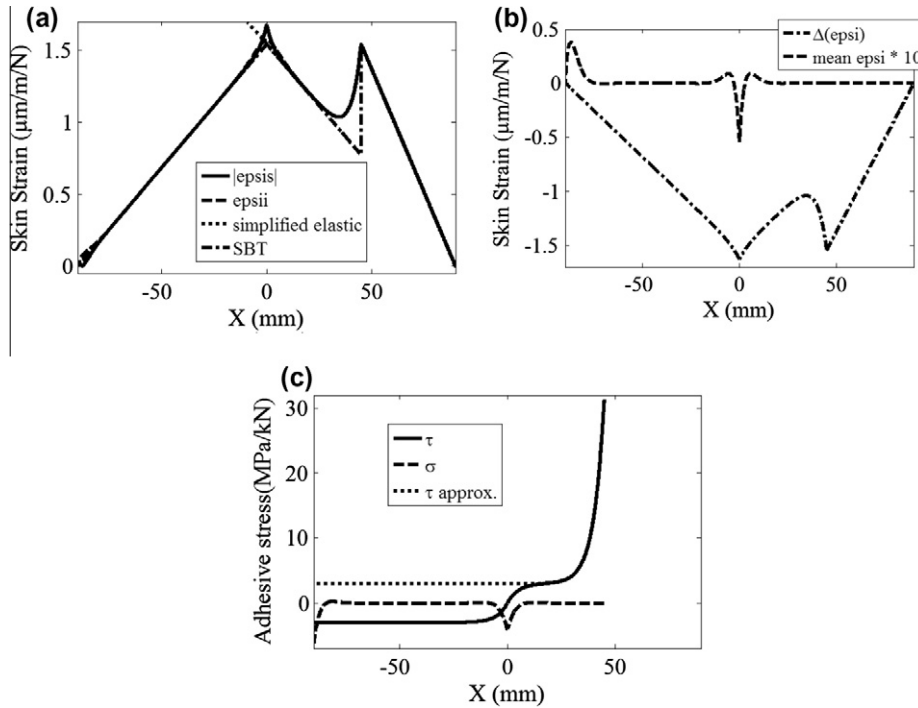
Fig. 5. Evolution of bending moment (a), shear (b) and axial (c) forces in adherend along the span,  $a = 70$  mm.

with the crack or the grips occurs. It should be noted that along the debonded part of the specimen, the upper and lower adherends sustain identical transverse loads which indicates no tensile or compressive stress at the crack tip. Examination of evolution of bending moment and axial forces evolutions in the upper and lower adherends (see Fig. 5) also illustrates how internal forces are changed from a pure bending moment in the debonded part of the specimen into a combination of tension/compression and

bending along the bonded zone. This stress distribution is similar to that predicted by SBT except in the vicinity of the crack tip loading so that:

$$M_{free} = \frac{M}{2} = 4M_{bonded} \quad N_{bonded} = \frac{3M}{4t} \quad (74)$$

where  $M$  is the local macroscopic bending moment  $[-Px$  or  $P(2L+x)]$ .  $M_{free}$  and  $M_{bonded}$  are respectively the bending moment



**Fig. 6.** (a) Skin strain evolution along the span, (b) evolution of sum and difference of lower and upper skin strain along the span, (c) resulting shear and peel stress distribution along the span.

in the adherend along the debonded and bonded parts and  $N_{bonded}$  is the axial force in the bonded part.

In Fig. 6 are represented the quantities to be measured in a backface strain monitoring version of the ENF experiment. These additional measurements should enable a finer investigation of the stress distribution in the adhesive layer, and in particular in the vicinity of the crack tip where an important gradient is observed. The mean shear stress,  $\tau_m$ , in the adhesive is given by relation (58). Peak compressive stresses are observed at the loading pins positions. The length affected by these compressive stresses is  $\approx 1/\lambda_{\sigma i}$ . These unexpected stresses appear because the forces are locally applied on one adherend only and thus in an asymmetric way. Similarly, to accommodate the conversion from bending load to combined bending and tension/compression load in the adherend, a large shear stress gradient appears in front of the crack tip. The gradient is controlled by the parameter  $\lambda_\tau$  and excellent agreement is observed with the evolution predicted from the simplified model. Longitudinal strain along the upper and lower adherends is evaluated using relation (54). According to SBT, at the same position along the span, the strain is twice as big if the two adherends are debonded, compared to the bonded configuration.

$$|\varepsilon_{free}| = \frac{Px}{4EI} \frac{t}{2} \quad |\varepsilon_{bonded}| = \frac{Px}{4EI} \frac{t}{4} \quad (75)$$

This trend is also predicted by the simplified model and is confirmed by the complete model simulations which also reveal a smooth transition between these two regimes, due to shear stress gradient controlled by the  $\lambda_\tau$  parameter. Again, the full model is in good agreement with the simplified model. In the configuration tested, the crack location is far enough from the loading position so that negligible interaction is expected between the compressive zones and the process zone in front of the crack tip. The experimental results to be presented in the second part of this work, show an antisymmetric contribution which is not predicted with the simplified model in which only pure symmetric loading is considered. This asymmetric contribution is associated with a com-

pressive load at the crack tip, or tendency for crack closure. To separate and distinguish between crack closure compressive stress and mode II contributions, a simple method consists of calculating the difference and the mean values of the strains observed at the same location along the span on the upper and lower skin of the specimen. With this operation, we do not directly probe the local cohesive force, but separate the component of deformation of the specimen due to symmetric loading with respect to the bondline (*viz.* mode I) from that due to antisymmetric loading (*viz.* mode II). Once isolated, these two contributions to the bondline properties can be evaluated from equation (73) using the simplified analysis proposed in Section 3.2, to be explained in detail in part II.

The backface strain monitoring technique has been used with a double cantilever beam Mode I crack propagation experiment and has enabled quantitative evaluation of the  $\lambda_{\sigma i}$  parameters (Budzik et al., 2011a,b; Ben Salem et al., 2012). The same approach should be possible here except that with mode II loading,  $\lambda_\tau$  should be obtained rather than  $\lambda_{\sigma i}$ .

Most of the data reduction techniques developed for analysis of ENF tests are based on the use of crack length correction. With our calculations, (a) crack length and (b) energy release rate correction coefficients are obtained which are defined by the following equations:

$$C_G = \frac{G_{SBT}}{G} \quad (76)$$

$$C_a = \frac{a}{a_{app}} \quad (77)$$

The apparent crack position evaluated using the SBT compliance formula is given by:

$$a_{app} = \sqrt[3]{\frac{1}{3} \left( 8wt^3 E \frac{\delta}{P} - 2L^3 \right)} \quad (78)$$

The evolution of coefficients  $C_a$  and  $C_G$  with the geometrical crack length are shown in Fig. 7.

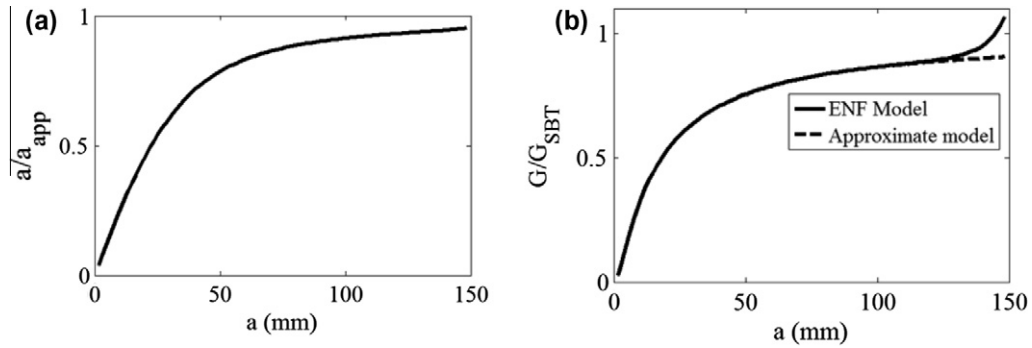


Fig. 7. Correction coefficients for (a) a crack length, (b) energy release rate.

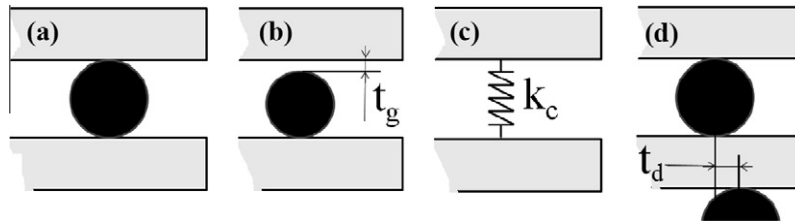


Fig. 8. Origin of mode I (crack closure) contribution. (a) ideal conditions, (b) different bondline and spacer stiffness, (c) contact finite stiffness, (d) misalignment between loading pin and spacer.

In relation (76), the global energy release rate  $G$  is calculated numerically using Eq. (1), so that the compressive stresses in the adhesive at the loading pin positions are also taken into account in the energy balance.

The correction coefficients indicate that for a short crack, an important error is made in the estimated crack position due to the higher compliance of a real specimen compared to that due to interface elasticity. Similarly, the estimated energy release rate is smaller than the real value so that by using apparent values of crack position instead of the geometrical ones, auto correction is to some extent achieved. It should also be noted that the approximate function for energy release rate (71) is most satisfactory except at the moment when the crack approaches the middle of the span, where some interaction occurs between the stress redistribution zone in front of the crack tip and the compression zone due to applied load.

### 5. Compressive stress at the crack tip – Crack closure

The backface strain measurement technique, which is presented in the second part of this article shows that specimen deformation is not purely asymmetric with respect to the bondline. The symmetric contribution is associated to a significant compressive stress at the crack tip crack or crack closure effect.

#### 5.1. Boundary condition – experimental artefact

Such an artefact can be attributed to an imperfect boundary condition on the debonded side of the specimen, as illustrated in Fig. 8. In practice, equal adhesive bondline and spacer thicknesses but most of all infinite contact stiffness are difficult to achieve. Hertzian contact and imperfect alignment between spacer and loading pin position lead to finite stiffness, which can be roughly evaluated in our configuration with the following relations.

Assuming Hertzian contact between a cylinder and a plane, the compliance is given by:

$$\frac{\delta}{P} = \frac{1}{k_c} = \frac{2}{w} (V_s + V_r) \left[ 1 + \ln \left\{ \frac{2w^3}{P\phi(V_s + V_r)} \right\} \right] \quad (79)$$

where  $\phi$  is the diameter of the rod and:

$$V_s = \frac{1 - \nu^2}{\pi E} \quad V_r = \frac{1 - \nu_r^2}{\pi E_r} \quad (80)$$

$E_r$  and  $\nu_r$  are Young's modulus and Poisson's ratio of the rod. The stiffness due to the gap between spacer and loading pin is estimated from the relation:

$$k_{gap} = G \frac{wt}{t_d} \quad (81)$$

In Fig. 9, are presented the main evolutions, which differ from that presented in Figs. 4–6, when a gap exists between the upper adherend and the spacer. In this case, the debonded upper adherend displacements are controlled by displacement and rotation at the crack tip position up to the moment when the left end touches the spacer. In the meantime, the shear stress along this part is equal to zero, and due to this dissymmetric loading, a significant compressive stress is observed at the crack tip. The peel stress component is much higher than the shear stress, which indicates that this test is sensitive to edge boundary conditions. By calculating the mean  $\Sigma \varepsilon = (\varepsilon_{1+} + \varepsilon_{1-})/2$  and difference  $\Delta \varepsilon = (\varepsilon_{1+} - \varepsilon_{1-})/2$  of longitudinal strain along the adherend, symmetric and antisymmetric (viz. mode II) contributions can be separated. We notice that, despite abnormal loading conditions, the mode II contribution remains the same as that predicted with the simplified model, and consequently, the same as that obtained with ideal boundary conditions. This result is expected since only linear elastic behaviour is considered. On the contrary, a significant symmetric contribution is observed. Indeed, despite the  $\Sigma \varepsilon$  evolution being similar to that predicted for DCB tests, the sign of the strain associated with the symmetric contribution is opposite in our case. It indicates compression at the crack tip and thus a crack closure mechanism, rather than crack opening which provokes failure. This is an

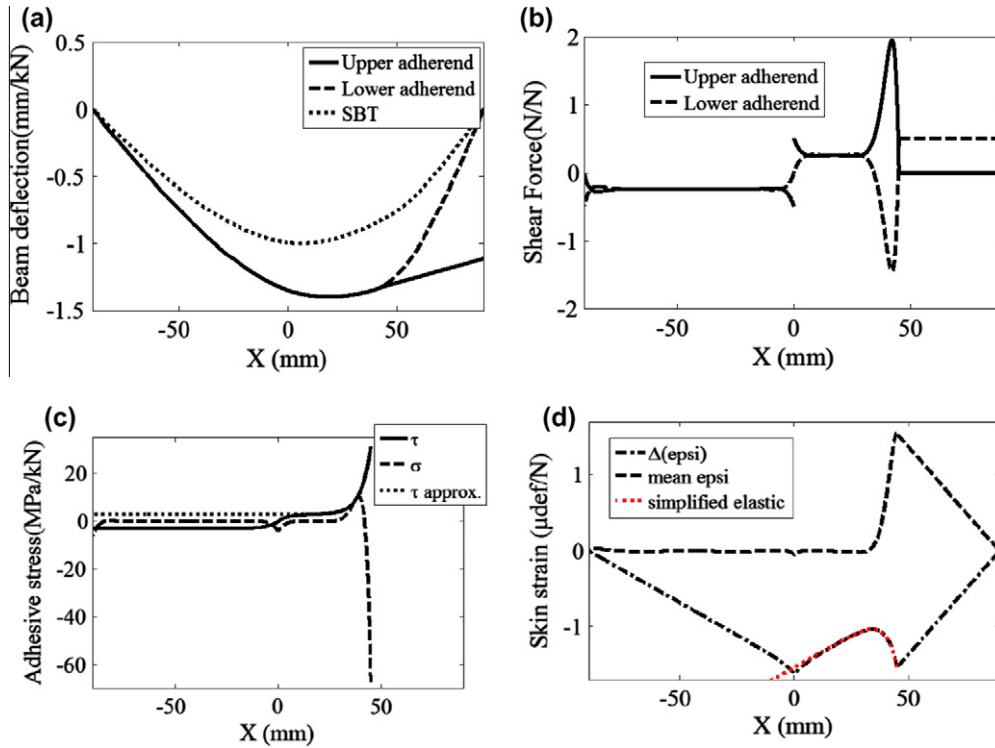


Fig. 9. Mode I contribution, (a) beam deflection, (b) shear forces in the adherends, (c) shear and peel adhesive stresses, (d) mean and difference between upper and lower longitudinal strain.

important result in itself in terms of understanding the three point bending ENF test. Indeed, the sensitivity to compressive stress would be certainly different in case of non linear behaviour.

For complete simulation of the experiment, a new elastic boundary condition should be used when the upper adherend touches the spacer:

$$T^+(x=0) = k_c [v^+(x=0) + t_g] \quad (82)$$

with this configuration, two limit configurations should be considered. In case of infinite stiffness, the upper adherend deflection remains constant during the experiment,  $v^+(x=0) = -t_g$ , provided the applied load is sufficient to maintain contact. In the case of low rigidity, the upper adherend is not constrained, which corresponds to the configuration presented in Fig. 8.

### 5.2. Effect of attached adhesive after failure

Along the fractured part of the specimen, an adhesive coating remains at the lower surface of the upper adherend and on the upper surface of the lower adherend corresponding to adhesive fracture within the adhesive layer, whose mechanical contribution on the global or local behaviour of the specimen is rarely taken into account. In case of significant adhesive thickness and rigidity, a non-negligible increase of the bending rigidity is expected, accompanied by an offset of the effective neutral axis with respect to (at least) one of the adherends. As a consequence, bending and shear rigidity should be replaced by (Roark et al., 2002):

$$\kappa GS_{eff} = \kappa GS + \kappa G_a w t_c \quad (83)$$

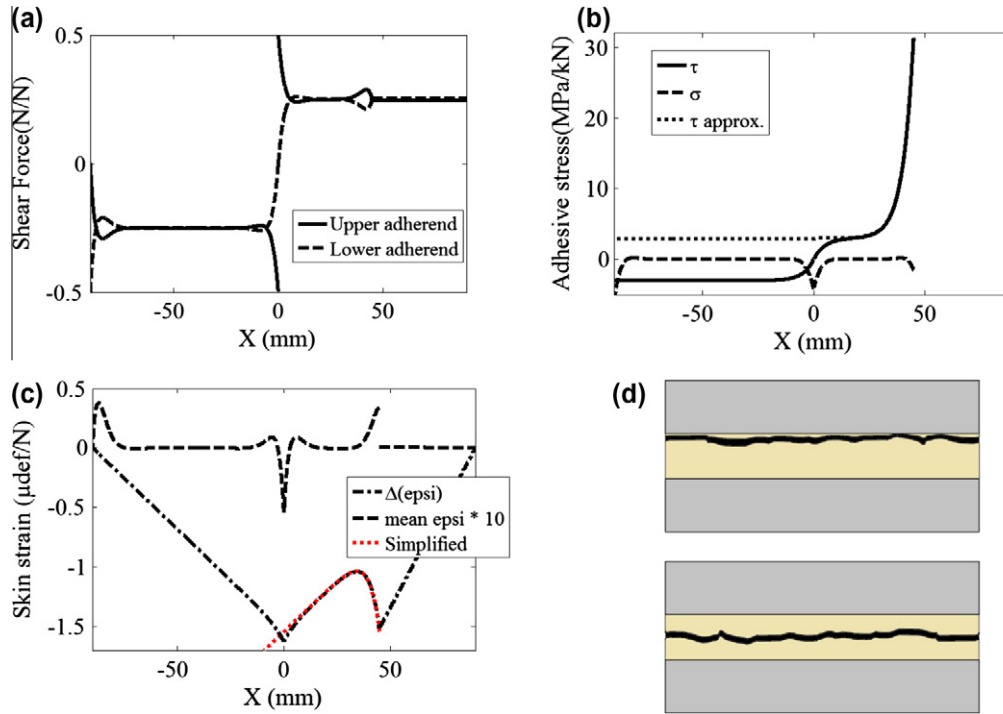
$$EI_{eff} = \frac{w(E_a^2 t_c^4 + E^2 t^4 + 2t_c t E_a E (2t^2 + 3t t_c + 2t_c^2))}{12(t_c E_a + t E)} \quad (84)$$

where  $t_c$  is the coating adhesive thickness. The neutral axis is translated toward the coating side by a distance:

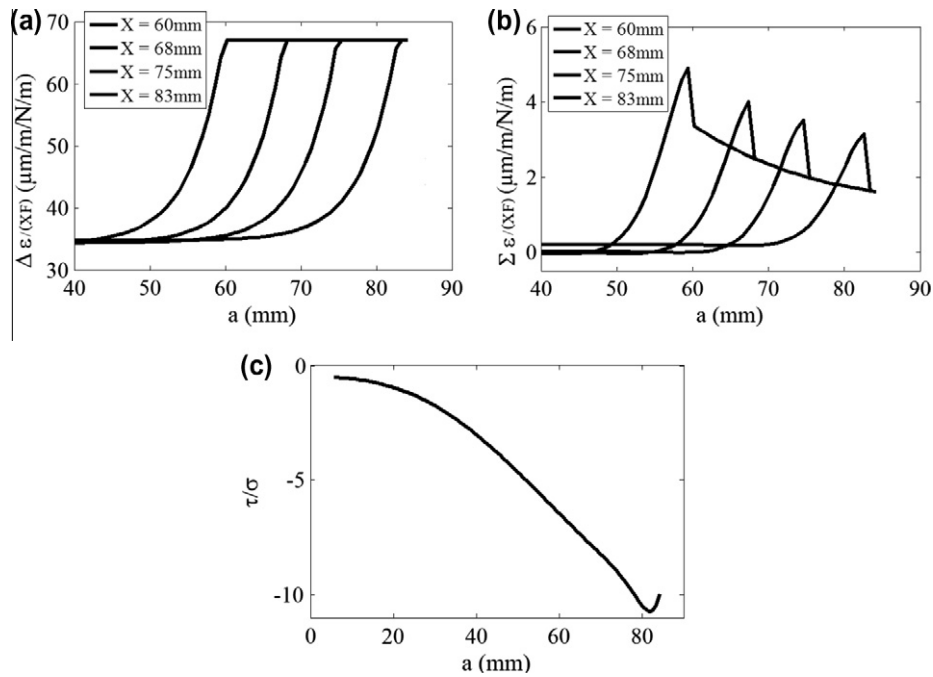
$$\Delta y_N = -\frac{t_c E_a (t + t_c)}{2(t_c E_a + t E)} \quad (85)$$

Two extreme configurations should be considered depending on whether the fracture is cohesive within the adhesive or interfacial (viz. Fig. 10). In case of purely cohesive fracture, the crack front is assumed to propagate along the midplane of the adhesive layer so that apart from boundary conditions effects, the specimen and the experiment remain asymmetrical. In the case of adhesive fracture, the crack front propagates along one of the interface between the adherend (upper or lower) and the adhesive layer, so that the bending rigidity of one of the adherends is enhanced (rather than both).

During the experiment, the adherends remain almost parallel. To obtain similar beam deflection for the two members of the cracked part of the specimen, the shear force should be higher in the adherend with residual adhesive, since both shear and bending rigidity are higher. Modelling the description of the transition between the bonded and cracked parts of the specimen with a discontinuity between coated beams and the thick beam on its elastic foundation is rather delicate and higher order beams (Reddy et al., 1997) or laminates (Murthy et al. 2005) should be implemented for a more precise description of mechanical fields in the vicinity of the crack tip. Nevertheless, some interesting trends are obtained with this simple model which, as we believe, are observed experimentally with the backface strain monitoring technique to be described in part II of this work. Indeed, the dissymmetry induced by adhesive failure near the upper adherend also contributes to the crack closure mechanism since compressive stress are observed. In addition, the change of position of the neutral axis at the transition between the bonded part of the specimen and the cracked part produces a rapid variation (discontinuity in the case of the analytical model) of the backface strain, which is clearly visible when calculating the sum of the longitudinal strains measured on the outer side of the upper and lower adherends. Finally, it



**Fig. 10.** Effect of adhesive failure. (a) Shear force in the adherend, (b) adhesive shear and peel stress, (c) mean and difference of longitudinal strains, (d) schematic of virtually adhesive (interfacial) failure and cohesive failure within the adhesive.



**Fig. 11.** Simulation of backface monitoring measurement in case of imperfect experimental conditions: (a) difference of longitudinal strain measurements, (b) sum of longitudinal strain measurements, (c) stress ratio.

should be noted that, despite the induced dissymmetry, the mode II contribution remains unchanged, and the simplified model proposed in Section 3.2 fits the shear stress distribution along the bondline as well as the evolution of  $\Delta \varepsilon = (\varepsilon_{l+} - \varepsilon_{l-})/2$ . This illustrates again the ability of this method to ‘filter’ the artefact of asymmetry and isolate the mode II contribution only. Similarly, the sum of strain values along the bonded region exhibits the same evolution as that observed during a DCB test which is generally associated

to a mode I contribution. However, the positive value of  $\Sigma \varepsilon$  indicate crack closure effect rather than mode I contribution. Finally, it should be observed that despite the strain level is much weaker than the one associated to Mode II, the compressive stress might be significant compare to the shear stress.

To conclude, the evolution of normalised longitudinal strain (mean and deviation) along the crack propagation is simulated in the case of soft contact ( $k_c = 2.10^6$ ), a  $10 \mu\text{m}$  gap and adhesive

failure along the bondline/upper adherend interface. Results are presented in Fig. 11. The main features which are observed experimentally in part II of this work are shown. The normalised difference in longitudinal strain shows monotonic evolution between the two limiting values defined by relation (75). The variation is controlled by parameter  $\lambda_\tau$  as predicted by relations (72) and (73). The normalised strain remains constant during crack propagation when observed above cracked region. Notwithstanding, due to imperfect boundary conditions, and adhesive failure, a crack closure compressive stress is observed at the crack tip whose amplitude decreases during propagation. This evolution is more complex to investigate, but is very similar to that observed in part II of this work. Soft contact, and a gap between spacer and adherend explain the development of crack closure compressive stress at the crack tip which may delay crack onset. A rapid strain variation is also observed at the transition between bonded and cracked regions due to strain accommodation, as explained in Section 5.2. From the stress values, the stress ratio  $\tau/\sigma$  is computed. A significant compressive stress is observed with short cracks ( $a < 0.3L$ ), for which unstable propagation is generally observed. It is therefore suggested that longer starting cracks be used to perform such experiments but also that friction effect should be investigated for better understanding of this experiment.

## 6. Concluding remarks for the instrumented ENF test

The End Notched Flexure (ENF) test is among the most widely used techniques to study mode II fracture. However, the test suffers from a limited number of reliable and precise data about crack propagation and process zone phenomena. In general, applied force and resulting displacement diagrams are presented and investigated. This, we believe, cannot be regarded as sufficient for verification and validation of complex analytical or numerical models. In this contribution, we have developed a phenomenological description of the ENF test using a Timoshenko beam on a two-parameters elastic foundation model. With this we aim to compare findings with the data as evaluated with strain gauge instrumentation. Such a comparison is valid provided linear elastic behaviour is a reasonable approximation. Further work on strong non-linearity will be considered in the near future to extend the proposed technique to the characterisation of an elastoplastic interface with or without damage. Here, general remarks concerning preparation and conduction of the instrumented ENF test are given, which are relevant for the bonded system studied in the second part of this project. The importance of boundary conditions and the effect of adhesive, rather than cohesive failure are outlined.

During the ENF experiment, applied force and resulting deflection are measured. From these data, apparent instantaneous, crack position can be estimated using relation (78). This apparent value is bigger than the geometrical/real one, but evolution with time is expected to be monotonic. With simple beam theory, longitudinal skin strain along the debonded and bonded zones can be approximated with relation (75), used here for normalisation. The progression between these two values is mostly controlled by parameter  $\lambda_\tau$  according to the relation (73), obtained with the simplified model. This approximation is valid provided the crack length is within the interval  $\approx L/3 < a < \approx L - 1/\lambda_\tau$ . Due to asymmetric loading conditions, a small crack closure effect due to compressive stress at the crack tip is to be expected. This will decrease with crack growth. To separate symmetric (crack closure) and antisymmetric mode II contributions, two strain gauges should be bonded at the same position along the span, one being bonded to the upper side, the other on the lower side. The difference between these two signals leads to the mode II contribution and their addition allows to evidence crack closure effect.

Application of this method will be presented in detail in the second part of this work.

## Annexe

To obtain relations (34)–(39), we use the following integration procedure. First, we replace  $\sigma(x)$  in Eq. (15) by expression (26). Integrating over  $x$  leads to:

$$T^i(x) = s \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k} \exp(\lambda_k x) + A_i \quad (34)$$

Replacing  $T^i(x)$  by expression (34) and  $\tau(x)$  by expression (27) in relation (14), and integrating over  $x$ , we find:

$$M^i(x) = -s \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k^2} \exp(\lambda_k x) + \frac{t}{2} \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k} \exp(\lambda_k x) + \left( \frac{t}{2} w \tau_m - A_i \right) x + B_i \quad (35)$$

Finally from relation (17) and (18), the beam rotation  $\varphi^i$  and deflection  $v^i$  are found:

$$\varphi^i(x) = \frac{1}{EI} \left\{ -s \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k^3} \exp(\lambda_k x) + \frac{t}{2} \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k^2} \exp(\lambda_k x) + \frac{1}{2} \left( \frac{t}{2} w \tau_m - A_i \right) x^2 + B_i x \right\} + C_i \quad (36)$$

$$v^i(x) = \frac{1}{EI} \left\{ -s \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k^4} \exp(\lambda_k x) + \frac{t}{2} \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k^3} \exp(\lambda_k x) + \frac{1}{6} \left( \frac{t}{2} w \tau_m - A_i \right) x^3 + \frac{1}{2} B_i x^2 \right\} + \left( C_i + \frac{A_i}{\kappa GS} \right) x + D_i + \frac{s}{\kappa GS} \sum_{k=1}^4 w \frac{F_k}{\lambda_k^2} \exp(\lambda_k x) \quad (37)$$

Similarly, replacing  $\tau(x)$  with expression (27) in relation (16) and integrating over (16) we find:

$$N^i(x) = s \left[ w \tau_m x + \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k} \exp(\lambda_k x) \right] + E^i \quad (38)$$

Finally, integrating relation (19) we obtain:

$$u^i(x) = \frac{1}{ES} \left[ s \left( w \tau_m \frac{x^2}{2} + \sum_{k=5}^6 w \frac{F_k}{\lambda_k^2} \exp(\lambda_k x) \right) + E^i x \right] + G^i \quad (39)$$

## References

- Adams, R.D., Peppiatt, N.A., 1974. Stress analysis of adhesive-bonded lap-joints. *J. Strain Anal. Eng. Des.* 9, 185–196.
- Alfano, G., 2006. On the influence of the shape of the interface law on the application of cohesive-zone models. *Comp. Sci. Technol.* 66, 723–730.
- Alfredsson, K.S., 2004. On the instantaneous energy release rate of the end-notch flexure adhesive joint specimen. *Int. J. Solids Struct.* 41, 4787–4807.
- Arrese, A., Mujika, F., 2008. Influence of bending rotations on three and four-point bend end notched flexure tests. *Eng. Fract. Mech.* 75 (14), 4234–4246.
- Arrese, A., Carbajal, N., Vargas, G., Mujika, F., 2010. A new method for determining mode II R-curve by the end-notched flexure test. *Eng. Fract. Mech.* 77, 51–70.
- Barrett, J.D., Foschi, R.O., 1977. Mode II stress-intensity factors for cracked wood beams. *Eng. Fract. Mech.* 9 (2), 371–378.
- Bennati, S., Colleluori, M., Corigliano, D., Valvo, P.S., 2009. An enhanced beam-theory model of the asymmetric double cantilever beam (ADCB) test for composite laminates. *Comp. Sci. Technol.* 69, 1735–1745.
- Bennati, S., Taglialegna, L., Valvo, P.S., 2010. Modelling of interfacial fracture of layered structures. In: *ECF 18–18th European Conference on Fracture, Fracture of Materials and Structures from Micro to Macro Scale*, Dresden, Germany, August 30–September 3.
- Ben Salem, N., Budzik, M.K., Jumel, J., Shanahan, M.E.R., Lavelle, F., 2012. Data reduction method and experimental set-up to study crack front mechanical fields in the double cantilever beam adhesion test. *Eng. Fract. Mech.*, under review.

- Blackman, B.R.K., Kinloch, A.J., Paraschi, M., 2005. The determination of the mode II adhesive fracture resistance,  $G_{IIC}$ , of structural adhesive joints: an effective crack length approach. *Eng. Fract. Mech.* 72 (6), 877–897.
- Budzik, M.K., Jumel, J., Shanahan, M.E.R., 2011a. An in situ technique for the assessment of adhesive properties of a joint under load. *Int. J. Fract.* 171 (2), 111–124.
- Budzik, M.K., Jumel, J., Shanahan, M.E.R., 2011b. Process zone in the single cantilever beam under transverse loading – Part II Experimental. *Theor. Appl. Fract. Mech.* 56, 13–21.
- Carlsson, L.A., Gillespie Jr, J.W., Pipes, R.B., 1986. On the analysis and design of end notched flexure (ENF) for mode II testing. *J. Compos. Mater.* 20, 594–604.
- Chai, H., Mall, S., 1988. Design aspects of the end-notch adhesive joint specimen. *Int. J. Fract.* 36 (1), 3–8.
- Chai, H., 1992. Micromechanics of shear deformations in cracked bonded joints. *Int. J. Fract.* 58 (3), 223–239.
- Cognard, J.Y., Davies, P., Sohier, L., Créac'hacdec, R., 2006. A study of the non-linear behaviour of adhesively-bonded composite assemblies. *Compos. Struct.* 76 (1–2), 34–46.
- Cognard, J.Y., Sohier, L., Davies, P., 2011. A modified Arcan test to analyze the behavior of composites and their assemblies under out-of-plane loadings. *Compos. Part A – Appl. S.* 42 (1), 111–121.
- Corleto, C.R., Hogan, H.A., 1995. Energy-release rates for the ENF specimens using a beam on an elastic foundation. *J. Compos. Mat.* 29 (11), 1420–1436.
- Ding, W., Kortschot, M.T., 1999. A Simplified beam analysis of the end notched flexure mode II delamination specimen. *Compos. Struct.* 45 (4), 271–278.
- Duarte, A.P., Coelho, J.F., Bordalo, J.C., Cidade, M.T., Gil, M.H., 2011. Surgical adhesive: Systematic review of the main types and development forecast. *Prog. Polym. Sci.* 37 (8), 1031–1050.
- Goglio, L., Rossetto, M., 2011. Precision of the one-dimensional solutions for bonded double lap joints. *Int. J. Adhes. Adhes.* 31 (5), 301–314.
- Goland, M., Buffalo, N.Y., Reissner, E., 1944. The stresses in cemented joints. *J. Appl. Mech.* – T. ASME 11, 17–27.
- Griffith, A.A., 1921. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philos. Trans. Roy. Soc. Lond. Ser. A* 221, 163–198.
- Gustafson, P.A., Waas, A.M., 2009. The influence of adhesive constitutive parameters in cohesive zone finite element models of adhesively bonded joints. *Int. J. Solids Struct.* 46, 2201–2215.
- He, X., 2011. A review of finite element analysis of adhesively bonded joints. *Int. J. Adhes. Adhes.* 31 (4), 248–264.
- Higgins, A., 2000. Adhesive bonding of aircraft structures. *Int. J. Adhes. Adhes.* 20, 367–376.
- Li, Y., Wong, C.P., 2006. Recent advances of conductive adhesives as a lead-free alternative in electronic packaging: materials, processing, reliability and applications. *Mater. Sci. Eng.* 51 (1–3), 1–35.
- Liljedahl, C.D.M., Crocombe, A.D., Wahab, M.A., Ashcroft, I.A., 2007. Modelling the environmental degradation of adhesively bonded aluminium and composite joints using a CZM approach. *Int. J. Adhes. Adhes.* 27 (6), 505–518.
- Loven, W.E., 1999. Structural bonding of composites in the transportation market. *Reinforced Plastics* 43 (6), 40–43.
- Lundsgaard-Larsen, C., Sørensen, B.F., Berggreen, C., Ostergaard, R.C., 2008. A modified DCB sandwich specimen for measuring mixed-mode cohesive laws. *Eng. Fract. Mech.* 75 (8), 2514–2530.
- Luo, Q., Tong, L., 2009. Analytical solutions for non-linear analysis of composite single-lap adhesive joints. *Int. J. Adhes. Adhes.* 29 (2), 144–154.
- Van Meerbeek, B., Perdigao, J., Lambrechts, P., Vanherle, G., 1998. The clinical performances of adhesives. *J. Dent.* 26 (1), 1–20.
- de Moura, M.F.S.F., de Morais, A.B., 2008. Equivalent crack based analyses of ENF and ELS tests. *Eng. Fract. Mech.* 75, 2584–2596.
- de Moura, M.F.S.F., Silva, M.A.L., de Morais, A.B., Morais, J.J.L., 2006. Equivalent crack based mode II fracture characterization of wood. *Eng. Fract. Mech.* 73, 978–993.
- Murthy, M.V.V.S., Roy Mahapatra, D., Badarinarayana, K., Gopalakrishnan, S., 2005. A refined higher order finite element for asymmetric composite beams. *Comp. Struct.* 67, 27–35.
- Oehlers, D.J., 2001. Development of design rules for retrofitting by adhesive bonding or bolting either FRP or steel plates to RC beams or slabs in bridges and buildings. *Compos. Part A – Appl. S.* 32, 1345–1355.
- Ouyang, Z., Li, G., 2009. Nonlinear interface shear fracture of end notched flexure specimens. *Int. J. Solids Struct.* 46, 2659–2668.
- Qiao, P., Wang, J., 2005. Novel Joint deformation models and their application to delamination fracture analysis. *Compos. Sci. Technol.* 65, 1826–1839.
- Raghu Prasad, B.K., Pavan Kumar, D.V.T.G., 2008. Analysis of composite ENF specimen using higher order beam theories. *Thin Wall Struct.* 46, 676–688.
- Reddy, J.N., Wang, C.M., Lee, K.H., 1997. Relationships between bending solutions of classical and shear deformation beam theories. *Int. J. Solids Struct.* 34 (26), 3373–3384.
- Roark, R.J., Young, W.C., Budynas, R.G., 2002. *Roark's Formulas for stress and strain*, 7th ed. Mc Graw-Hill, New-York.
- Rodríguez, R.Q., Portilho de Paiva, W., Sollero, P., Rodrigues, M.R.B., Lima de Albuquerque, É., 2012. Failure criteria for adhesively bonded joints. *Int. J. Adhes. Adhes.* 37, 26–36.
- Russel, A.J., Street, K.N., 1982. Factors affecting the interlaminar fracture energy of graphite/epoxy laminates. *Progress in science and engineering of composites*. In: *Proceedings of ICCM-IV*, Tokyo, 279–86.
- Shokrieh, M.M., Heidari-Rarani, M., Ayatollahi, M.R., 2011. Calculation of GI for a multidirectional composite double cantilever beam on two-parametric elastic foundation. *Aerosp. Sci. Technol.* 15 (7), 534–543.
- Shokrieh, M.M., Heidari-Rarani, M., Ayatollahi, M.R., 2012. Interlaminar fracture toughness of unidirectional DCB specimens: a novel theoretical approach. *Polym. Test.* 31, 68–75.
- da Silva, L.F.M., das Neves, P.J.C., Adams, R.D., Spelt, J.K., 2009. Analytical models of adhesively bonded joints—Part I: Literature survey. *Int. J. Adhes. Adhes.* 29(3), 319–330.
- Sørensen, B.F., Jacobsen, T.K., 2009. Characterizing delamination of fibre composites by mixed mode cohesive laws. *Compos. Sci. Technol.* 69, 445–456.
- Sørensen, B.F., Jacobsen, T.K., 2003. Determination of cohesive laws by the  $J$  integral approach. *Eng. Fract. Mech.* 70, 1841–1858.
- Sun, X., Davidson, B.D., 2006. Numerical evaluation of the effects of friction and geometric nonlinearities on the energy release rate in three- and four-point bend end-notched flexure tests. *Eng. Fract. Mech.* 73, 1343–1361.
- Tanaka, H., Kageyama, K., Hojo, M., 1995. Prestandardization study on mode II interlaminar fracture toughness test for CFPR in Japan. *Composites* 26, 257–267.
- Timoshenko, S.P., 1921. On the correction for shear of the differential equation for transverse vibrations of prismatic bars. *Philos. Mag.* 41, 744–746.
- Volkersen, O., 1938. Die Nietkraftverteilung in zugbeanspruchten Nietverbindungen mit konstanten Laschenquerschnitten. *Luftfahrtforschung* 15, 41–47.
- Wang, J., Qiao, P., 2005. Analysis of beam-type fracture specimens with crack-tip deformation. *Int. J. Fract.* 123, 223–248.
- Yang, Q.D., Thouless, M.D., Ward, S.M., 2001. Elastic–Plastic mode-II fracture of adhesive joints. *Int. J. Solids Struct.* 38, 3251–3262.
- Yoshihara, H., 2005. Mode II initiation fracture toughness analysis for wood obtained by 3-ENF test. *Compos. Sci. Technol.* 65, 2198–2207.
- Yoshihara, H., 2010. Mode I and mode II initiation fracture toughness and resistance curve of medium density fiberboard measured by double cantilever beam and three-point bend end-notched flexure tests. *Eng. Fract. Mech.* 77, 2537–2549.
- Zhao, B., Lu, Z.H., Lu, Y.N., 2011. Closed-form solutions for elastic stress-strain analysis in unbalanced adhesive single-lap joints considering adherend deformations and bond thickness. *Int. J. Adhes. Adhes.* 31 (6), 434–445.

# **Annexes n°3**

**Instrumented end notched flexure – Crack propagation and  
process zone monitoring Part II: Data reduction and experimental**







## Instrumented end notched flexure – Crack propagation and process zone monitoring Part II: Data reduction and experimental

M.K. Budzik<sup>a,b,c,d,1</sup>, J. Jumel<sup>a,b,c,\*</sup>, N. Ben Salem<sup>a,b,c,d</sup>, M.E.R. Shanahan<sup>a,b,c</sup>

<sup>a</sup> Univ. Bordeaux, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France

<sup>b</sup> CNRS, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France

<sup>c</sup> Arts et Metiers ParisTech, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France

<sup>d</sup> French Space Agency (CNES) – DLA, 75612 Paris Cédex, France

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Available online 15 September 2012

#### Keywords:

End notched flexure  
Mode I  
Mode II  
Process zone  
Strain gauges

### ABSTRACT

A mode II instrumented end notched flexure three point bending (ENF) adhesion test is described. The adhesive joint consists of two aluminium alloy (AW7075-T6) plates bonded with a structural epoxy adhesive (Hysol® EA 9395™). Strain gauges are attached to the outer surface (backface) of the substrates in the lengthwise direction to measure local surface strain during crack propagation. Simultaneously, load/displacement measurements are performed. Two cases were investigated. The first was static: the joint was loaded below the crack propagation threshold. In the second, applied load above the threshold led to crack propagation. The former test confirmed the predicted load transfer mechanism between bonded and unbonded parts of the joint. In the second case, the crack front process zone was revealed *in situ* in mode II, we believe for the first time. These new results permitted validation of simple or refined analytical/numerical models including those of the cohesive zone. In addition, the backface strain gauge monitoring technique exhibited unexpected mode I contributions, quantitatively evaluated. Finally, *R*-curves are presented, as estimated with various standard models and compared with that postulated, where the process zone is accounted for.

© 2012 Elsevier Ltd. All rights reserved.

### 1. Introduction

Adhesively bonded structures are usually designed using either strength or fracture failure criteria (Banea and da Silva, 2009). While strength is relatively easy to evaluate with standard tests on bulk adhesive specimens, there is no consensus on the validity of transposing such data when considering bonded joints. Singular mechanical fields are produced near the edge of bonded specimens which substantially modify the local stress state and lead to crack onset (Erdogan, 1965; He and Hutchinson, 1989). Any structural imperfections in the bondline, such as voids, microcracks, etc., which are inherent in the adhesive joining technique, could produce similar behaviour. Apart from the crack onset problem, it is now commonly, but not unanimously, accepted that the failure of a bonded joint may be described as an unstable crack growth phenomenon amenable to study using linear elastic fracture mechanics formalism. Failure depends on intrinsic parameters of the given system *viz.* fracture energy,  $G_c$ , of the bondline,

\* Corresponding author at: Univ. Bordeaux, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France.

E-mail address: [julien.jumel@u-bordeaux1.fr](mailto:julien.jumel@u-bordeaux1.fr) (J. Jumel).

<sup>1</sup> On leave from Technical University of Gdansk, Faculty of Mechanical Engineering, Dept. of Material Engineering and Welding, 80-952 Gdansk, Poland.

interface(s) and/or substrate(s) (Leguillon, 2002). The double cantilever beam (DCB) test was proposed by the adhesion community to evaluate  $G_{Ic}$ , in the case of mode I fracture (Mostovoy et al., 1967). In its classic version, the test piece is composed of two, geometrically and physically similar, beams/plates bonded with an adhesive. The specimen is loaded in opening mode to measure  $G_{Ic}$ , as recommended by the (ASTM D3433-99 and D3762-03) standards. Also, mode II (in-plane):  $G_{IIc}$ , and mode III (anti-plane):  $G_{IIIc}$ , loading have been studied even if considered of less interest since supposed less critical.

Cleavage loading is certainly the most dangerous separation mode for a bonded joint and, in practice, assemblies are designed to sustain shear loads which are associated to the in-plane mode II (Kuczmazewski, 2006). The strength in such a configuration is evaluated from the popular lap shear joint (LSJ) test (ASTM D3165-07, D2919-01, D3166-99). Although this test was initially intended to evaluate shear *strength*, it is now suggested that this set-up could be treated as a mixed mode, fracture mechanics problem since both peel and shear peak stresses are produced on both sides of the overlap (Goland and Reissner, 1944; Kendall, 1975; Tsai and Morton, 1994). New experimental designs are required for proper evaluation of mode II failure. Using standard DCB specimen geometry, various fixing features and loading configurations have been proposed. Among them, the most frequently used are

three-point bending end-notched flexure (ENF) (Barrett and Foschi, 1977), four-point bending end-notched flexure (4-ENF) (Martin and Davidson, 1999), end-loaded split (ELS) (Wang and Vu-Khanh, 1996) and tapered end-notched flexure (TENF) (Blackman et al., 2005). Due to the simplicity of the test protocol and sample preparation, the end-notched flexure test is often used. The ASTM task group has conducted a round robin test programme using the ENF specimen as a prelude for the development of an ASTM standard for measuring mode II interlaminar fracture toughness in composites (Mall and Kochar, 1986). This now appears as a draft for a future standard (Davidson and Sun, 2006; ASTM WK22949). In the three point bending configuration, the joint is simply supported by two rollers and loaded in the middle of the span by a third one. The specimen is partially cracked (or initially unbonded) with the crack tip being located between a side and the mid-span roller. If symmetric specimens are considered, pure mode II is expected at (de Moura et al., 2009). Nevertheless, a major inconvenience of the ENF test is that the crack progresses towards the maximal bending moment (under the mid-span) so that the test is unstable (Carlsson et al., 1986). Indeed, the three point bending ENF test is only conditionally stable, even in the case of a displacement controlled experiment. Carlsson et al. (1986) investigated stability conditions in the case of a rigid adhesive layer and found that 'stable' crack growth occurs when the initial crack length ( $a_0$ ) is larger than a critical value,  $a_{0c} \approx 0.35 L$  ( $2L = \text{span}$ ). A similar formula was proposed by Chai and Mall (1988) when the load is not applied at the mid-span. In the work of Mall and Kochar (1986), the effect of friction between the interfaces was also analysed, using a finite element method. The authors conclude that the frictional effect is negligible when the crack length is greater than a quarter of the span.

Many analytical and numerical analyses have been proposed for finer evaluation of fracture energy. Current practices exploit only macroscopic quantities, such as applied force and imposed displacement, to derive crack position and fracture energy. Data reduction methods are based on simple beam theory (SBT) models, which have been progressively improved by the use of correction coefficients calculated from finer analysis and/or numerical methods. Today, these fracture mechanics tests are also used as a reference for the identification of complex interface models. Alfredsson (2004), Corleto and Hogan (1995) and Ouyang and Li (2009) compared the response of fracture specimens in the case of an interface having elastic, elastic–plastic or nonlinear behaviour. However, the macroscopic, experimental data remain too poor for reliable identification of the complex interface model (Alfano, 2006). More local crack tip opening measurements with  $J$  based approach analysis have been proposed for cohesive zone model (CZM) identification (Sørensen and Jacobsen, 2003).

The instrumented beam technique is a complementary method to investigate the cohesive force distribution along the process zone. This protocol has been introduced for mode I and mode III fracture tests (Budzik et al., 2011a,b; Jumel et al., 2011). It consists of attaching a series of resistive strain gauges along the substrates to infer the local cohesive force with these distributed 'load cells'. This also improves the monitoring of crack propagation during the test.

In this paper, the existing methods for analysing ENF three point bending are applied to a mode II fracture test on aluminium specimens bonded with a structural epoxy adhesive. Application of the backface strain monitoring technique (Zhang et al., 1995) to the ENF specimen is also presented. First, simple beam and corrected beam theories are used to evaluate crack propagation kinetics and energy release rate. These results are compared with those obtained from measurements of shear displacement at the edge of the sample, as found with a digital image correlation technique. Finally, the Timoshenko beam on elastic Pasternak type foundation

model (two-parameter elastic interface), whose derivation is presented in detail elsewhere (Jumel et al., 2012), is used for finer analysis of the process zone in the vicinity of the crack front, and to improve the evaluation of fracture energy. Theoretical results are in good agreement with experimental data.

This methodology demonstrates its value for refined experimental investigation of cohesive forces in the ENF specimen during fracture tests. The new technique proposed should allow better identification of theoretical interface models such as CZM, based on enriched experimental data.

## 2. Experimental

### 2.1. Materials

The end notched flexure test pieces consist of two aluminium alloys plates bonded with a structural epoxy adhesive. Aluminium alloy (Al–Zn) AW7075 – T6 plates were 5 mm thick ( $t$ ), 25 mm wide ( $w$ ) and 210 mm long. The Young's modulus of the plates, as evaluated from three point bending was  $70 \pm 3$  GPa. Before bonding, plates were grit blasted using 320  $\mu\text{m}$  (average diameter) SiC particles and subsequently cleaned in an ultrasonic bath (35 kHz) in ethanol for 15 min. Plates were bonded with an epoxy-based adhesive, Hysol® EA 9395™ supplied by Henkel (Henkel Corporation Aerospace Group, Bay Point, CA 94565 USA). The curing agent for this adhesive is based on tetraethylenepentamine (TEPA). As recommended in the supplier's documentation, a 100:17 mixing weight ratio (resin-to-crosslinker) was used for preparation of the adhesive. Both components were hand-mixed with a spatula until a homogeneous aspect was obtained. Substrates were bonded along 160 mm. Two pieces of 1 mm diameter steel wire were inserted between the plates of the specimen, one at each end, in order to obtain constant bondline thickness. A similar configuration was used by Leffler et al. (2007). The distance between the wires was 180 mm, which also corresponds to support span. Curing was performed for one day at 23 °C under 10 bars pressure, and subsequently for 90 min at 66 °C without additional pressure, subsequent cooling being in the oven. A 1 mm thick ( $t_a$ ) homogeneous bondline was obtained, as controlled with an optical microscope. The adhesive Young's modulus ( $E_a$ ) was evaluated using a dynamic-mechanical analyser (Metravib + 150, 01 dB-Metravib, Limonest, France) to test dumbbell adhesive specimens of 12 mm gauge length (experimental conditions: 1 Hz, 5  $\mu\text{m}$  dynamic displacement). At ambient temperature,  $E_a$  was found to be  $4 \pm 0.2$  GPa.

Three ENF test samples were prepared and tested to evaluate the reproducibility of the results in terms of force–displacement curves. One specimen was fully instrumented with strain gauges.

### 2.2. End notched flexure (ENF) test

A schematic representation of the ENF test is shown in Fig. 1.

In the standard test configuration, evaluation of fracture data is based on global force–displacement measurements. The ENF sample was loaded with a force,  $P$ , normal to the bondline, applied at

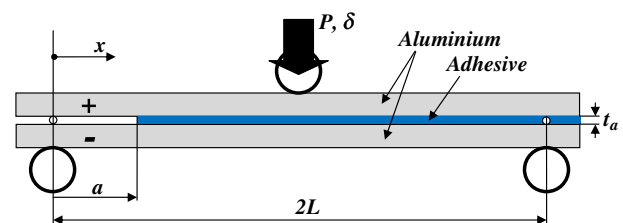


Fig. 1. Schematic representation of the joint geometry and test principle.

the mid-span position, under constant traverse displacement conditions,  $d\delta/dt = 0.1$  mm/min, where  $\delta$  is displacement in  $z$  direction. Force was measured with a 10 kN load cell (ZWICK GmbH & Co, Germany). Vertical displacement was measured with a LVDT sensor having a 25 mm range (RDP Electronics Ltd., Wolverhampton, UK) placed under the specimen at the position where load was applied. The distance between the supports, or span ( $2L$ ), was 180 mm. Initial crack length,  $a_0 = 44$  mm was obtained after bonding. At first, strains were measured in the 'static' configuration, loaded below the crack propagation load threshold. The joint was loaded up to 400 N and immediately released so that no crack propagation was observed. In the second configuration, referred to as 'fracture', the joint was loaded continuously until fracture initiated followed by 'stable' propagation. When the crack tip reached the mid-span position, a load increase was observed and the test was stopped. In order to create a 'natural' sharp crack, the specimen was initially partially fractured by inserting a steel wedge between the two substrates held with a vice. The observed natural crack length was ca. 52 mm (observed from the specimen side view perspective).

### 2.3. Strain measurements

With strain gauge instrumentation, the substrates are converted effectively into local load cells. This allows for refined investigation of the cohesive force distribution along the bonded substrates and helps in understanding the process zone development and crack propagation mechanism. Fifteen gauges were bonded onto the assembled substrates: 10 at the top and 5 at the bottom. The 10 upper gauges were used for static experiments. In the fracture experiments 5 lower and 5 corresponding upper gauges were used. (This restriction was due to the availability of only 10 channels on the Wheatstone bridge recording apparatus.) Two mm grid gauges of 120  $\Omega$  resistance were used (Vishay Precision Group, Raleigh, USA). Ten gauges were bonded in the lengthwise direction along the upper substrate corresponding to the positions: 27, 35, 43, 52, 60, 68, 75, 83, 110, 126 mm, measured from  $x$  origin (see Fig. 1). To evaluate strain distribution along both the upper and lower adherends two 'static' load sequences were used. The specimen was first loaded up to 400 N and unloaded, then subsequently, reversed (top to bottom) and loaded and unloaded once more. In other words, the adherends changed successively from compression to tension and vice versa. Since 400 N load is well below the fracture onset level, it was assumed that these first tests did not damage the adhesive.

In the 'fracture' mode, the five gauges, top and bottom, were placed at  $x$  values of: 52, 60, 68, 75, 83 mm.

### 2.4. Shear compliance evaluation

During end notched flexure, the bondline is loaded in shear so that the shear compliance evolution (Alfredsson, 2004; Yoshihara, 2005) gives much information: relative slip between both adherends should be detected. In order to observe this, we monitored the free edges of the cracked side of the specimen with a digital video microscope (Dino-Lite Pro, IS Production S.A., St Genis Pouilly, France). Digital Image Correlation (DIC) was used to measure the relative displacements of the corners of the adherends. These operations were effected on grey scale images ( $1280 \times 1024$  pixels – size of one pixel corresponds to 30  $\mu\text{m}$ ), acquisition period being 5 s. Analysis was performed using Vic2D software (Correlated Solutions Inc., Columbia, USA).

## 3. Basic theory

A detailed analysis of three-point bending end notched flexure has been proposed in Jumel et al. (2012). Here, we will focus on

the formulae used for experimental data reduction, as well as the parameters which control stress distribution and joint failure at the crack tip.

### 3.1. Simple beam theory (SBT)

Simple beam theory (SBT) is frequently used to analyse ENF results for a straightforward estimate of the energy release rate from force/displacement diagrams. Assuming infinite rigidity of the adhesive layer, the SBT model yields the following expression for ENF specimen compliance (Russell, 1982):

$$C = \frac{\delta}{P} = \frac{3a_{\text{eff}}^3 + 2L^3}{8wt^3E} \quad (1)$$

where  $\delta$  is the load point displacement and  $P$  is the applied force (distributed across the sample width), both measured continuously during the test. A correction has been proposed (Wang and Williams, 1992) to take into account interface compliance. From Eq. (1) an 'effective' crack length,  $a_{\text{eff}}$ , can be found, which is generally larger than the real 'geometrical' length,  $a$ . From expression (1), according to linear elastic fracture mechanics (LEFM), the strain energy release rate,  $G_{II}$  is given by Russell (1982):

$$G_{II} = \frac{9a_{\text{eff}}^2 P^2}{16w^2 t^3 E} \quad (2)$$

### 3.2. Timoshenko beam on two-parameter elastic interface

To calculate the deformation of the ENF specimen under three point loading, we propose a model consisting of two Timoshenko beams bonded with a two parameters elastic foundation, detailed in Part I of this project (Jumel et al., 2012). The local equilibrium of each adherend is given by the classic beam equilibrium equations:

$$\frac{dM_i}{dx} + T_i - \frac{t}{2} w \tau = 0 \quad (3)$$

$$\frac{dT_i}{dx} - s w \sigma = 0 \quad (4)$$

$$\frac{dN_i}{dx} - s w \tau = 0 \quad (5)$$

where index  $i = \pm$  refers to the upper or lower adherend (see Fig. 1),  $s = 1$  for the upper adherend and  $s = -1$  for the lower adherend (note that  $i$  has the opposite sign from  $s$ ).  $M_i$ ,  $T_i$  and  $N_i$  are respectively the bending moment, shear and the normal beam cohesive forces.  $\sigma$  and  $\tau$  are peel and shear stresses in the adhesive, and  $t$  is the thickness of the beams, which are supposed to have identical geometry and elastic properties. Additional constitutive equations are given by Timoshenko's beam model:

$$M_i = EI \frac{d\varphi_i}{dx} \quad (6)$$

$$T_i = \kappa GS \left[ \frac{dv_i}{dx} - \varphi_i \right] \quad (7)$$

$$N_i = ES \frac{du_i}{dx} \quad (8)$$

where  $E$  and  $G$  are respectively the adherend Young's and shear modulus.  $S = wt$  and  $I = wt^3/12$  are beam cross sectional area and second moment of area,  $w$  is beam width, and  $\varphi$ ,  $v$  and  $u$  are respectively beam rotation, deflection and longitudinal displacement.  $\kappa$  is the shear correction coefficient  $\approx 5/6$  in the case of rectangular cross section (Reissner, 1944). Here, the behaviour of all materials

is supposed to be linear elastic including that of the bondline, given by the following relations:

$$\sigma = \frac{E_a^*}{t_a} [v_+ - v_-] \quad (9)$$

$$\tau = \frac{G_a}{t_a} \left[ \frac{t}{2} [\varphi_+ + \varphi_-] + u_+ - u_- \right] \quad (10)$$

where

$$E_a^* = \frac{E_a(1 - \nu_a)}{(1 + \nu_a)(1 - 2\nu_a)} \quad (11)$$

$$G_a = \frac{E_a}{2(1 + \nu_a)} \quad (12)$$

and  $t_a$  is the elastic layer (adhesive) thickness.  $E_a$  and  $\nu_a$  are respectively Young's modulus and Poisson's ratio of the adhesive.

By combining Eqs. (3)–(10), two differential equations can be obtained which determine the stress distribution along the bondline (Bennati et al., 2009). Complete solution of the differential system is presented in the first part of this work (Jumel et al., 2012). The main conclusion is that mechanical fields are described by the sum of terms of a third order polynomial function, as for any simple, end-loading beam bending problem, and a series of exponential functions which reflect the smooth transition between the various zones of the specimen due to the compliance of the adhesive layer. From the experimental standpoint, it is important to note the various, process zone characteristic 'wave numbers' which control stress distribution in the adhesive layer. These are:

$$\lambda_\tau = \sqrt{\frac{2wG_a}{t_a} \left( \left( \frac{t}{2} \right)^2 \frac{1}{EI} + \frac{1}{ES} \right)} \quad (13)$$

$$\lambda_{\sigma I} = \lambda \sqrt{2(\mu \pm \sqrt{\mu^2 - 1})} \quad (14)$$

where

$$\lambda = \frac{\sqrt{2}}{2} \left( 2w \frac{E_a^*}{t_a} \frac{1}{EI} \right)^{1/4} \quad (15)$$

$$\mu = \frac{\sqrt{2w \frac{E_a^*}{t_a} EI}}{\kappa GS} \quad (16)$$

Reciprocals of Eqs. (13) and (14) give the extent of, respectively, mode II and I process zones, and are obtainable using the strain gauge methodology proposed.

Finally, the longitudinal strains of the substrate skin are the quantities measured with the strain gauge instrumentation technique. Strain is related to the local bending moment and normal force according to the relation:

$$\varepsilon_{li} = \frac{N_i}{ES} - s \frac{M_i}{EI} \frac{t}{2} = \frac{du_i}{dx} - s \frac{d\varphi_i}{dx} \frac{t}{2} \quad (17)$$

By taking into account the effect of the interface compliance, an estimate of the energy release rate is given by the relation:

$$G_{II} \approx \frac{9a^2 P^2}{16Eb^2 h^3} \left[ \frac{1}{\lambda_\tau a} + 1 \right]^2 \quad (18)$$

Note, that the mode II energy release rate,  $G_{II}$ , is directly related to the extent of the process zone,  $\lambda_\tau^{-1}$  and crack length  $a$ , thus, contrary to classic corrected beam theory, correction is not constant.

## 4. Results, analysis and discussion

### 4.1. Static-load transfer

In Fig. 2, the outer skin strain distribution for a unit applied force at the mid-span of the ENF sample is depicted.

Two dummy points are added, corresponding to the edge of the sample ( $x = 0, x = 180$  mm) where the bending moment and associated longitudinal strain are known to be 0. The sign of the signal depends on whether the gauge is on the compressed (–) or on the elongated (+) side of the sample. In the free, or 'cracked', zone ( $x < 44$  mm, no bonding) a linear strain variation is found. Similar linear evolution, but with a different slope (about half that observed in the free zone), is observable in the bonded part of the specimen ( $90 < x < 180$  mm), which behaves like a two layer laminate with an elastic interface. The most interesting finding is in the vicinity of the crack tip ( $a < x < 90$  mm), where a smooth accommodation phenomenon is clearly visible, associated to a clear decay of the measured strain. This effect was expected since it is related to the load transfer mechanism through the adhesive layer, whose shear stress distribution is controlled by the parameter  $\lambda_\tau$  (Eq. (13)).

Since the strain distribution was measured on both sides (tension–compression) of the specimen, complementary calculations are possible. In particular, we wish to assess the (anti)symmetry of specimen deformation, which is a common assumption of ENF associated to pure mode II loading. In the case of 'true' symmetry, the strain measured on the top and bottom sides of the specimen should be equal and of the same sign, as in the DCB cleavage test (viz. both exposed adherend skins are in compression). In the ENF, antisymmetric loading is generally assumed: strains are of the same absolute values but of opposite signs (viz. tension/compression). The difference between the adherends skin strain values is:

$$\varepsilon_{II} = \Delta \varepsilon_{li} = \frac{1}{2} \left( \frac{t}{2} \frac{\Sigma' M_i}{EI} + \frac{\Delta' N_i}{ES} \right) \quad (19)$$

and allows for evaluation of the mode II contribution. Equivalently, by calculating the sum:

$$\varepsilon_I = \Sigma \varepsilon_{li} = \frac{1}{2} \left( \frac{t}{2} \frac{\Delta' M_i}{EI} + \frac{\Sigma' N_i}{ES} \right) \quad (20)$$

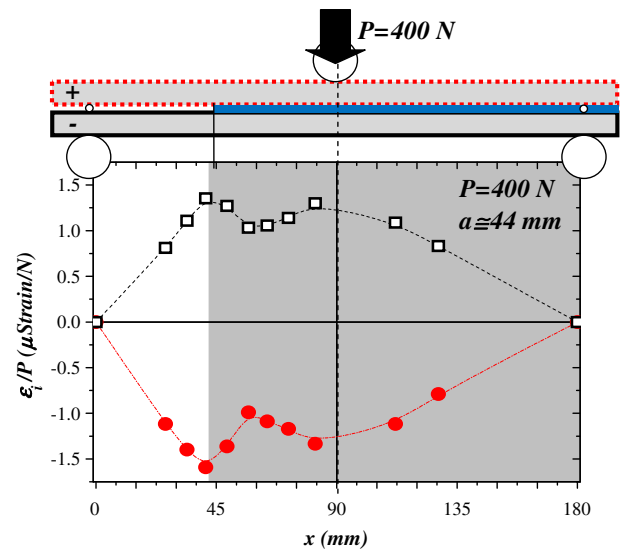


Fig. 2. Comparison between analytical and experimental results. Longitudinal strain as a function of position along the joint.

a simple estimate of the mode I contribution is obtained. Symbols  $\Delta'$  and  $\Sigma'$ , represent the difference and the sum of appropriate load components on both side of the specimen. In relations (19) and (20), indices  $s$  and  $i$  correspond to superior (compression) and inferior (tensile) sides of the specimen respectively. These equations are valid, for all possible test configurations on DCB-like specimens, including the standard mode I DCB test, where possible evidence of asymmetry of the bonded plates may be obtained. Such definitions of the fracture mode components (Eqs. (19) and (20)) may be of great importance for joints under mixed mode conditions. Computed and measured  $\varepsilon_i$  and  $\varepsilon_{II}$  strain distribution along the sample are presented in Fig. 3, showing good agreement between the two approaches.

Interestingly, in this representation experimental results clearly show a significant mode I load contribution at the crack front in supposedly pure mode II test. Negative opening stress is present, leading to a crack closure mechanism. In the present configuration, where the crack is relatively short (but still  $ca. 0.5L$ ), the mode I contribution is  $ca. 15\%$  of that of mode II, which is far from being negligible and might explain the unstable crack propagation when cracks are short (Carlsson et al., 1986). Finally, it should be noticed that mode I strain evolution is identical to that observed previously in the SCB mode I experiments (Budzik et al., 2011a), which corroborates the possibility of decoupling mode I and II contributions using relations (19) and (20). The origin of this “mode I”, will be discussed below. More important, at this stage, is to emphasise that mode II is at the heart of present contribution.

4.2. Fracture-analysis of global parameters

In Fig. 4 are presented typical experimental data from the ‘fracture’ ENF test. Force,  $P$ , and equivalent effective crack length,  $a_{eff}$ , are shown vs deflection,  $\delta$ .

Three different periods can be distinguished: initial loading, crack propagation and crack arrest. The onset of failure is associated with a threshold ( $\delta = ca. 0.75$  mm,  $P = ca. 660$  N), so that up to this time the force/deflection curve is (quasi)linear and no crack propagation can be observed. Linear regression was performed on the results, revealing that the compliance of the bonded system was equal to  $912^{-1}$  (mm/N). An intercept was also found, whose

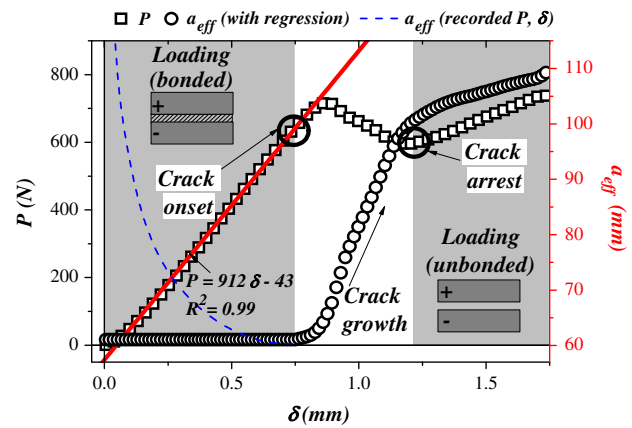


Fig. 4. ENF test results with load,  $P$ , and effective crack length,  $a_{eff}$ , plotted against the load point displacement,  $\delta$ .

meaning can be understood by the treatment proposed by Blackman et al. (2005), resulting in a corrected crack length. In the present case, the value of this offset ( $ca. 0.05$  mm) can probably be attributed to tensile machine elasticity and/or eventually to technological data such as surface roughness. Following this stage, the decrease of load corresponds to stable crack propagation. When the crack approaches the mid-span position, the middle punch hinders crack propagation and the load increases again. With the joint now being partially debonded, the compliance of such a system is three times lower ( $=304^{-1}$  mm/N) than when bonded ( $=912^{-1}$  mm/N). This suggests that the initial compliance (of the bonded system) scales with  $(2t)^3$ , while for the cracked system it scales with  $2(t + t_a/2)^3$ . The evolution of  $a_{eff}$  also exhibits the same three periods. During the loading period, after allowing for specimen compliance,  $a_{eff}$  remains constant ( $const. C$ ). When  $da_{eff}/d\delta$  ( $\equiv da_{eff}/dt$ ) becomes positive, crack growth has started. For comparison, we have represented evolution of  $a_{eff}$  as obtained from the ‘original’  $P$  and  $\delta$  data, without linear regression in the initial stage (as ----). Since the offset value is not allowed for, after crack initiation both curves are exactly the same (the symbols  $\circ$  obscure ---- in Fig. 4). However, in the initial, loading stage, differences are marked. The effective crack length (----) rapidly decreases and crack onset can be selected as the local minimum of the  $a_{eff}(\delta)$  function. The form of the curve may be thought unusual in its original form, nevertheless specimen compliance is low compared to, for instance, thin composite specimens. Being aware of this, we prefer to leave the data as they are, without correction for offset or crack length, since gauge methodology leads directly to these data. We note that if the ‘classic’ compliance correction is made, crack length will be reduced by 16% in the present case. Accordingly, the ‘end’ of the propagation period is marked by a change of apparent crack growth rate. The transition between crack growth and crack ‘arrest’ (or, at least, exceedingly slow growth rate) periods is smooth, suggesting that when the crack front approaches the loading pin, increased compressive stress modifies the propagation. Note, that this common belief is not necessarily true. The crack continues to propagate in a stable way after passing the loading point position, following a rise of the applied couple.

In Fig. 5, two images show the bondline both prior to (Fig. 5a) and following (Fig. 5b) passage of the crack over the observed zone. The marks clearly evidence the relative horizontal displacement of the two separated surfaces due to shear. Adhesive (interfacial) failure is noted.

Since the adhesive is not exactly equally shared between both adherends, in the cracked region of the specimen, the apparent bending rigidity of the adherends is likely to be different. This in turn can lead to an asymmetric load distribution between upper

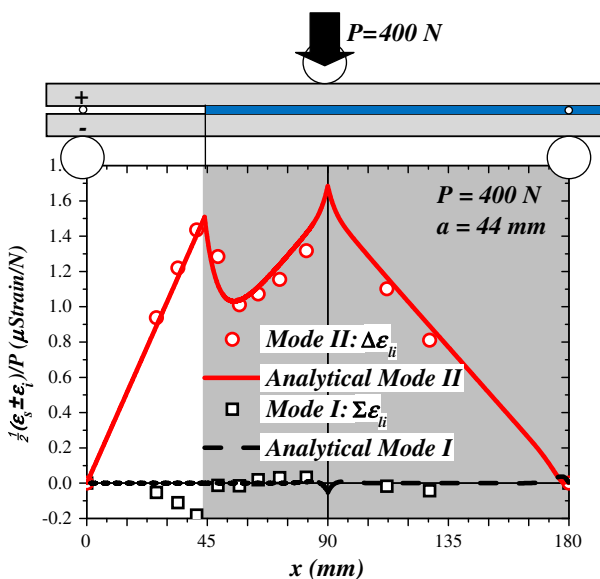


Fig. 3. Comparison between analytical and experimental results. Longitudinal strain as a function of position along the joint.

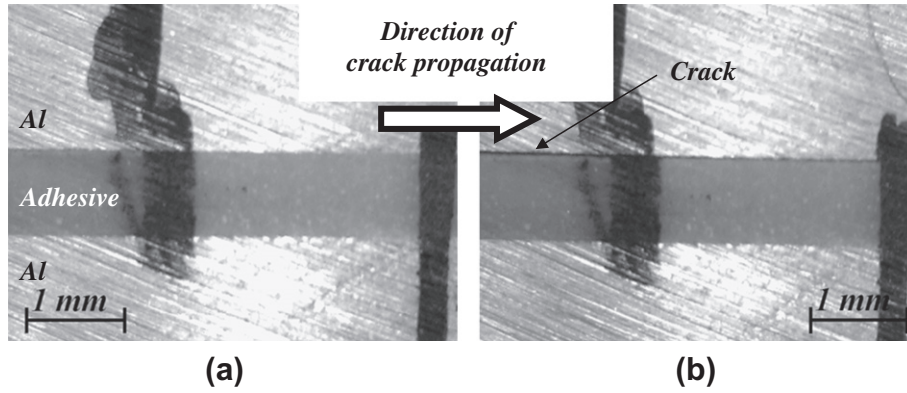


Fig. 5. Crack front propagation in the ENF test. (a) Initial, uncracked state and (b) after crack propagation.

and lower adherends. Indeed, the important thickness of the adhesive layer, combined with the high rigidity of the adhesive itself, will modify flexural rigidity. The flexural rigidity of such a coated beam can be evaluated from the relation (Nicu and Bergaud, 1999):

$$\tilde{EI} = \frac{w[E^2t^4 + E_a^2t_a^4 + EE_a t t_a (4t^2 + 6t t_a + 4t_a^2)]}{12(Et + E_a t_a)} \quad (21)$$

This effect is generally not taken into account, even if in some experiments adhesive (*i.e.* interfacial) failure is observed. In the present case, the adhesive coating produces *ca.* 5% increase of the beam rigidity. According to the model proposed in part I of this work, this is of almost no importance when treating mode II data, but is crucial when considering the symmetric, mode I contribution.

Finally, traditional data reduction is effected to generate fracture energy vs. crack length, also known as the *R*-curve. For a more complete presentation of the experimental results, it is preferable to plot the energy release rate as a function of both crack length and crack speed, which enables us to see any possible viscous effects. The present experimental results are reported in Fig. 6, the fracture energy being estimated from Eq. (2) using  $a_{eff}$  as the value of crack length.

During most of the experiment, constant crack propagation rate was found (*ca.* 0.1 mm/s). As propagation advanced, the energy release rate (fracture energy) increased from *ca.* 130 J m<sup>-2</sup> to *ca.*

275 J m<sup>-2</sup>. This important variation is difficult to explain at present and we will return to this later on.

#### 4.3. Local measurements with instrumented ENF test

In the backface strain monitoring technique, strain gauges are bonded to the adherends to measure the longitudinal strain or, equivalently, the local bending moment. In Fig. 7 we present the evolution of measured strain as a function of beam deflection.

Ten curves are presented, corresponding to five measuring positions on each of the specimen's top and bottom sides. The adherend thickness was chosen so that no plastic strain should occur during the test, which is confirmed by the linear strain vs. deflection evolution. Furthermore, no irreversible deformation is measured once the sample has been unloaded. However, in the interval 0.7 < δ < 1.3 mm, which also corresponds to the crack propagation period, some 'events' are clearly visible on the strain signals. These strain fluctuations correspond to the crack front passing in the vicinity of each gauge position. The analysis presented hereafter indicates that the gauges bonded at position  $x = 52$  mm were above the process zone at the beginning of the test. Therefore, we concentrate on the analysis of signal evolution from the eight remaining gauges.

As seen in Fig. 3, the longitudinal strain evolution along the outer side of the adherends clearly exhibits features allowing identification of bondline properties and localisation of the crack front position. Since, the strain gauges are fixed, the only 'distance', or 'position', which grows monotonically during the test is the crack length. As proposed in other configurations (Budzik et al., 2011a,b), the time scale (or equivalently displacement, as in the present case where constant separation rate loading is used) is replaced by the apparent crack length scale obtained from relation (1). Theoretically, the exact geometrical crack tip position could be determined using the analytical correction coefficients, provided the interface compliance is known (Wang and Williams, 1992). In practice, it is easier to construct a correction curve from experimental data directly. As seen in Fig. 3, mode II strain is locally maximal in the vicinity of the crack tip. When a local strain maximum is detected on one of the strain channels, the instantaneous crack tip position is known and corresponds to the position of the strain gauge. In Fig. 8 is shown the correction curve  $a$  vs.  $a_{eff}$  constructed with this method during crack propagation. Four points correspond to gauge measurements, the last point corresponds to the crack arrest position (*viz.* mid-span:  $a = 90$  mm).

Since only discrete values of  $a$  are obtained with this technique, the correction curve is obtained by interpolation (and eventually extrapolation). From a practical standpoint, in the range 60 mm <  $a$  < 90 mm, a simple linear relation is found between

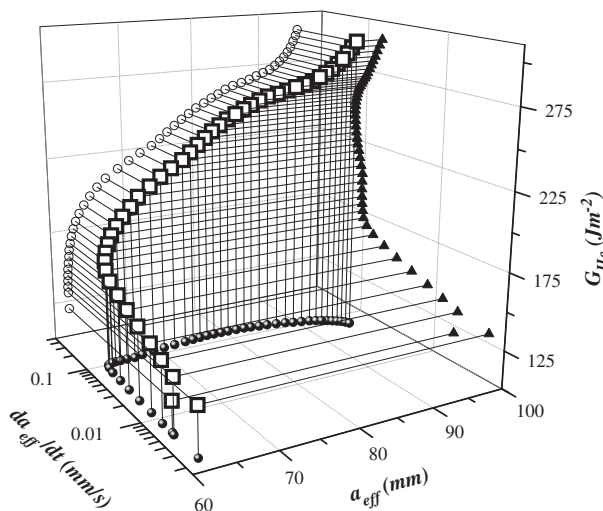


Fig. 6. Fracture energy vs. crack speed and crack position as found from global displacement–force relations.

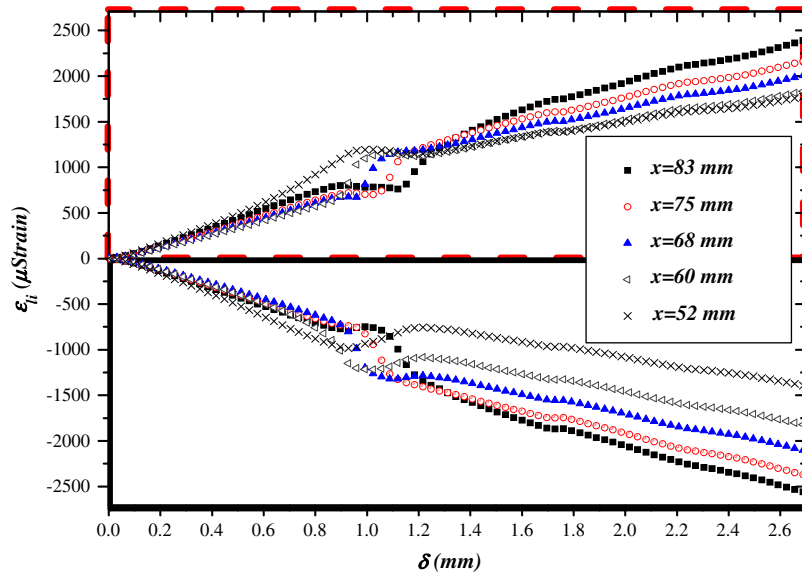


Fig. 7. Raw results from strain gauge measurements: backface strain,  $\epsilon$ , vs. beam deflection,  $\delta$ .

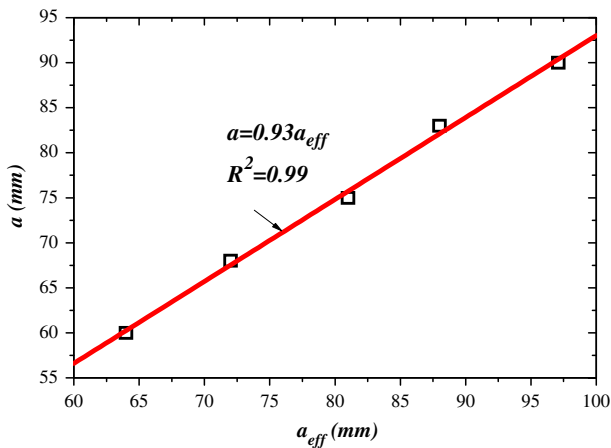


Fig. 8. Relation between real, experimental crack length,  $a$ , and its effective estimation,  $a_{eff}$ , as obtained from Eq. (1).

the effective and real crack positions ( $R^2 = 0.99$ ). As expected, due to the interface compliance effect, an overestimation of the crack length is found when using the simple beam theory approximation. However, the ‘real’  $a$  is only ca. 7% shorter than the effective value while, as we have noted, the classic compliance correction would provide a reduction of 16%.

Apart from the crack propagation aspect, the specimen is assumed to behave in a linear, elastic manner and the local strain is proportional to the local bending moment,  $Px$ , so that all measured strains may be normalised by this value. Additionally, according to simple beam theory, the local strain is inversely proportional to the second moment of the beam cross section, which is different depending on whether the strain is detected above a bonded or cracked region. Then, according to simple beam theory, a step should be observed in the normalised strain evolution when the crack tip meets the strain gauge position, following the relations:

$$\frac{\epsilon_{free}}{Px} = \frac{t}{8EI} \quad \frac{\epsilon_{bonded}}{Px} = \frac{t}{16EI} \quad (22)$$

The SBT model indicates a normalised strain value twice as big as that measured in the bonded zone [ $0.017 \mu\text{Strain}/\text{Nmm}$ ] when the crack has passed the gauge position [ $0.034 \mu\text{Strain}/\text{Nmm}$ ].

In Fig. 9 are reported the normalised mode II strains as a function of instantaneous geometrical crack tip position, which are used for quantitative evaluation of the cohesive force distribution along the process zone.

Experimental data are in good agreement with this prediction, showing stationary values when the crack tip is far from the gauges. However, smooth variation is observed, rather than a step, which is consistent with the prediction of our elastic model and outlines the effects of cohesive forces in the process zone. Indeed, the smooth transition between the stationary strain values in bonded and separated regions is well described by a simple elastic model of the ENF specimen. With this model, the estimated value of  $\lambda_{\tau}^{-1}$  is 5.5 mm, corresponding to a shear modulus value of  $G_a = 1.5 \text{ GPa}$ . Some disparities are observed between measurements and theoretical predictions which should be appreciated since they offer new possibilities for fine investigation of the adhesive behaviour in the highly stressed region (viz. crack tip vicinity). Additionally, it is likely that the friction of the crack ‘lips’ (relative movement of substrates in the separated zone) should be taken into account in the local modelling of shear cohesive force. Also, an adhesion component may possibly be involved following the

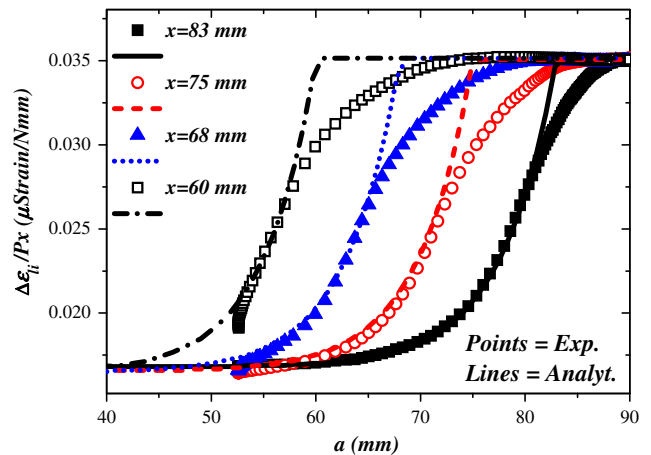


Fig. 9. Distribution of average gauge signals (mode II strain) as a function of crack position. Points correspond to experimental data, lines to analytical solution.



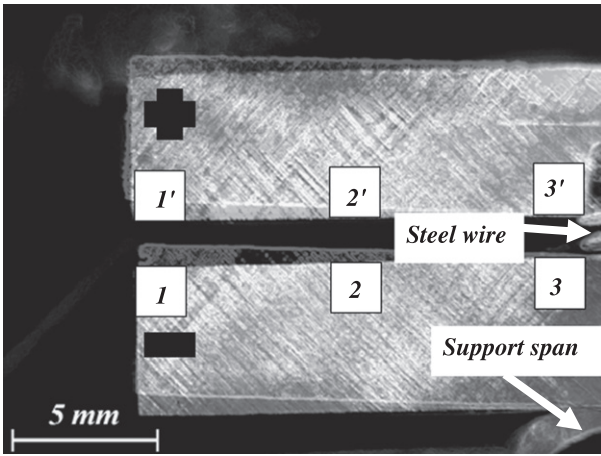


Fig. 10. Initial and final positions of the free edges of the substrates.

#### 4.4. Shear displacement

From direct camera observation and subsequent image analysis (DIC), longitudinal ( $\delta_x$ ) and normal ( $\delta_z$ ) relative displacement components (difference between upper and lower substrate displacements) were obtained. Initial and deformed configurations are depicted in Fig. 10. Displacement components were estimated from relative positions of the beam corners, corresponding to contact with the adhesive (therefore exactly at the expected contact line).

In Fig. 11, the experimental shear compliance ( $\delta_x/P$ ) is plotted vs. effective crack length, together with the analytical solution obtained from:

$$\delta_x = \left[ \frac{t}{2} \varphi(x=0) \right]_+ + \left[ \frac{t}{2} \varphi(x=0) \right]_- \quad (23)$$

The effective crack length representation is preferred here since the initial decrease in the compliance with decreasing crack length (displacement increase is indicated with arrows in Fig. 11) is indeed virtual, corresponding to the crack onset period, without propagation. We note that crack onset can be easily obtained from such a compliance curve, corresponding to the (sharp) inflection point. An important change in the sample compliance gives a figure to differences between the two stages: loading and crack propagation. Experimental results of shear compliance could be used to estimate mode II energy release rate using (Kageyama et al., 1992):

$$G_{II} = \frac{3P^2}{8wt} \left( \frac{\delta_x}{P} \right) \quad (24)$$

The results obtained with this estimate are represented as  $R$ -curves in Fig. 12 together with simple beam theory results [viz. Eq. (2), where effective and real values of crack lengths were used] and the present model using the process zone description, Eq. (18).

Good agreement is found between the various estimates. Despite using the uncorrected effective crack length in Eq. (2), results are in excellent agreement with the model postulated, where the proposed correction takes into account both the adherend effect and interface compliance effects. The crack length, as estimated by the uncorrected SBT model (*effective* crack length) compensates the effect of adhesive deformation. Similar behaviour was observed in the single cantilever beam test under mode I loading (Budzik et al., 2011c). All the methods developed for the evaluation of crack length and energy release rate indicate similar results and show an increase of the fracture energy with crack

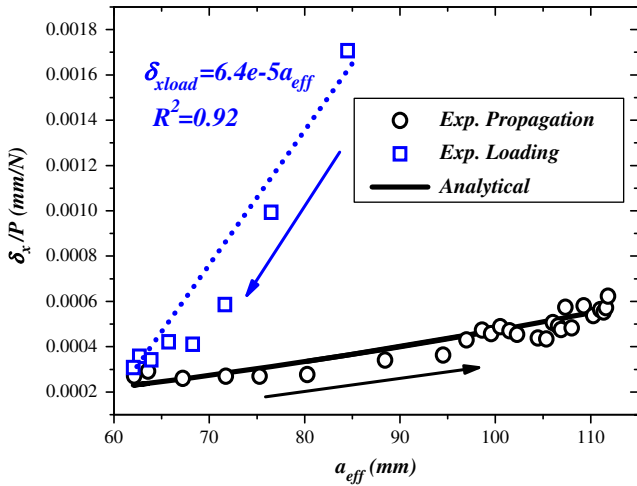


Fig. 11. Shear compliance vs. effective crack length.

DMT treatment (Derjaguin et al., 1975). Even if these effects are not visible at a macroscopic scale, some possible evidence is observed here from strain gauge measurements, with the smooth transition between the process zone and the truly cracked part.

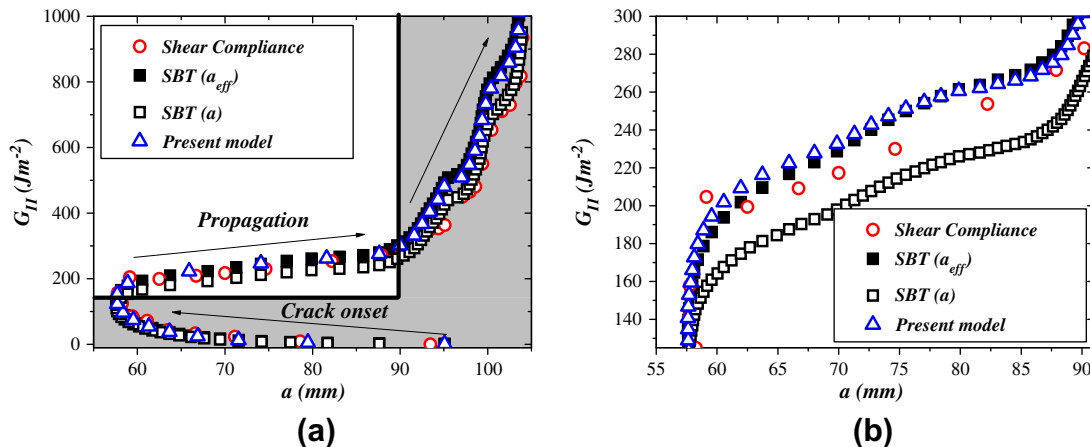
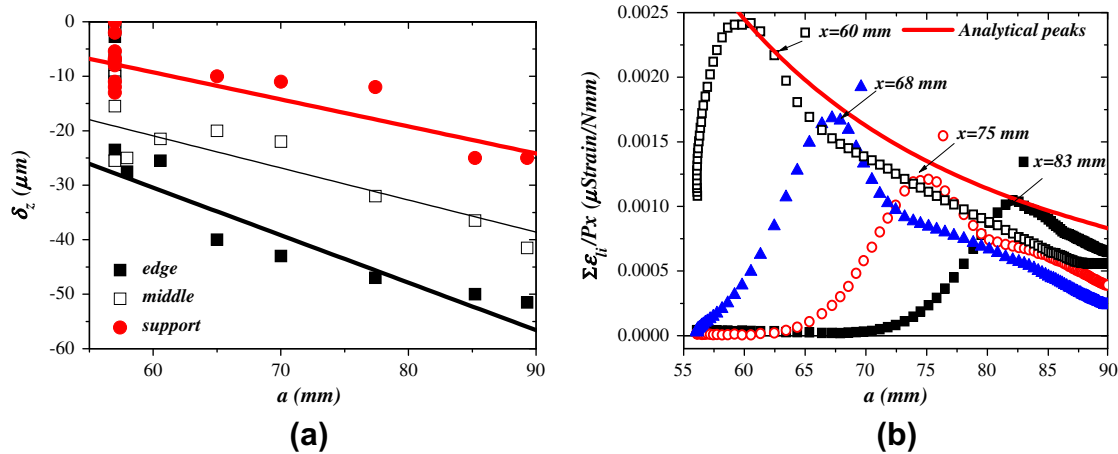


Fig. 12. Estimates of mode II energy release rate from simple beam theory, Eq. (2) with uncorrected and corrected crack length and shear compliance, Eq. (24). (a) Effective  $R$ -curves for all models. (b) Zoom on crack propagation period.



**Fig. 13.** (a) Results of DIC analysis: vertical gap between upper and lower adherends vs. crack front position. (b) Distribution of the difference in gauge signals (mode I strain) as a function of crack position. Points correspond to experimental data, lines to analytical solution.

length (Fig. 12b), which is consistent with others findings (Yoshihara, 2003, 2004, 2005; de Moura et al., 2009).

#### 4.5. Mode I contribution

In Fig. 13a, the difference between upper and lower vertical components of the free beam edge (see Fig. 10) displacement,  $\delta_z$ , is plotted vs. effective crack length. Three positions, cf. Fig. 10, are considered. 1,1' – edge (corner) of the 'free beam', 2,2' – middle position between support span line and free corner and 3,3' – approximate support position, which corresponds to a distance of ca. 0.5 mm from the support span line (which was not recorded in its entirety). Results prove a lever effect, associated with finite bondline compressive rigidity, as discussed in part I of this work. A quasilinear decrease of the gap at all three positions is found. Linear evolution vs. position along the beam can also be obtained (although not presented here). We report that our method is able to filter such an effect. In Fig. 13b, results of application of Eq. (20) to the gauge signals are presented. As previously, data are normalised by the applied bending moment ( $P_x$ ).

Analytical results, in the form of mode I peak values (*NB.* when gauge position = crack position), stay in very good agreement when considering the imperfect boundary conditions and adhesive failure (Fig. 5). The mode I contribution amplitude decreases monotonically during propagation. Also, a characteristic shape is retained. Moreover, results are consistent with those from DIC. Soft contact, and a gap between spacer and adherend explain the development of a compressive stress causing crack closure near the crack tip, which may delay the crack onset.

Overall, it can be seen that crack front phenomena are exceedingly complex. Although not all aspects (cf. part I) have been covered here, we believe this to be the most detailed description to date. Strain gauge instrumentation demonstrates its value for fine and continuous investigation of cohesive force evolution in the vicinity of the crack tip. With this technique, precise evaluation of the energy release rate can be effected and more importantly, accurate assessment of test conditions (mode mixity, friction effect) is obtained.

## 5. Conclusions

We have proposed a strain gauge instrumentation technique for the three point bending end notched flexure (ENF) mode II adhesive test. This technique, converting bonded substrates into 'load cells', allows evaluation of cohesive force distribution in the

vicinity of the crack front. Two configurations have been studied: (a) static, in which the test piece was loaded without damaging the bondline and (b) fracture, with the crack continuously growing. Results obtained with strain gauge instrumentation were compared with more standard analysis. From the experiments realised we draw the following major conclusions:

- Instrumentation of the ENF test piece with strain gauges gives considerable insight into process zone phenomena. Crack onset and process zone are identified from strain gauge data. This method being both precise and reliable, could be particularly useful for validation and verification of analytical and finite element models, including those of the cohesive zone.
- Strain gauge results indicate that mode II/I mixity can be present at the crack front. Not expected, however, was crack closure. Mode I decreases with increasing crack length. For correct estimation of the mode II fracture energy, long cracks are advised. The mode I component and thus any eventual mode mixity can be quantified using the method proposed.
- We found the Timoshenko beam on a Pasternak two-parameter elastic foundation approach fruitful in interpreting process zone behaviour. This model provides a correct phenomenological description of the experimental findings viz. process zone characteristic number,  $\lambda_\tau$ .
- As expected, simple beam theory (SBT) overestimates real crack length. This latter can be successfully corrected by studying gauge signal history. In the present case, we found that SBT overestimates the crack position by ca. 7%. This ratio is constant during crack propagation. A correction could be used to evaluate the mode II energy release rate viz. using corrected beam theory.
- Shear compliance was successfully obtained using the digital image correlation technique.
- Similar values of the energy release rate were found with the SBT model using the effective (uncorrected) crack length, uncorrected shear compliance and the presently postulated model taking into account process zone phenomena. Values of fracture energy found are  $G_{II} \approx 130 \rightarrow 275 \text{ J m}^{-2}$  depending on crack speed and/or crack length.

As a perspective, we consider that the strain gauge monitoring technique could be used to determine precise values of stresses at the front of a moving crack, as well as in the process zone. This method could be used for practically any structural bonded system.

## References

- Alfano, G., 2006. On the influence of the shape of the interface law on the application of cohesive-zone models. *Comput. Sci. Technol.* 66, 723–730.
- Alfredsson, K.S., 2004. On the instantaneous energy release rate of the end-notched flexure adhesive joint specimen. *Int. J. Solids Struct.* 41 (16–17), 4787–4807.
- Banea, M.D., da Silva, L.F.M., 2009. Adhesively bonded joints in composite materials: an overview. *Proc. Inst. Mech. Engrs. Part L: J. Mater. Des. Appl.* 223, 1–18.
- Barrett, J.D., Foschi, R.O., 1977. Mode II stress-intensity factors for cracked wood beams. *Eng. Fract. Mech.* 9 (2), 371–378.
- Bennati, S., Colleluori, M., Corigliano, D., Valvo, P.S., 2009. An enhanced beam-theory model of the asymmetric double cantilever beam (ADCB) test for composite laminates. *Comput. Sci. Technol.* 69, 1735–1745.
- Blackman, B.R.K., Kinloch, A.J., Paraschi, M., 2005. The determination of the mode II adhesive fracture resistance,  $G_{IIc}$ , of structural adhesive joints: an effective crack length approach. *Eng. Fract. Mech.* 72, 877–897.
- Budzik, M.K., Jumel, J., Shanahan, M.E.R., 2011a. An *in situ* technique for the assessment of adhesive properties of a joint under load. *Int. J. Fract.* 171 (2), 111–124.
- Budzik, M.K., Jumel, J., Shanahan, M.E.R., 2011b. Process zone in the single cantilever beam under transverse loading – Part II: Experimental. *Theor. Appl. Fract. Mech.* 56 (1), 13–21.
- Budzik, M.K., Jumel, J., Shanahan, M.E.R., 2011c. Effect of adhesive compliance in the assessment of soft adhesives with the wedge test. *J. Adhes. Sci. Technol.* 25 (1–3), 131–149.
- Carlsson, L.A., Gillespie Jr., J.W., Pipes, R.B., 1986. On the analysis and design of end notched flexure (ENF) for mode II testing. *J. Compos. Mater.* 20, 594–604.
- Chai, H., Mall, S., 1988. Design aspects of the end-notch adhesive joint specimen. *Int. J. Fract.* 36 (1), R3–R8.
- Corleto, C.R., Hogan, H.A., 1995. Energy release rates for the ENF specimen using a beam on an elastic foundation. *J. Compos. Mater.* 29 (11), 1420–1436.
- Davidson, B.D., Sun, X., 2006. Geometry and data reduction recommendations for a standardized end notched flexure test for unidirectional composites. *J. ASTM Int.* 3 (9), 1–19.
- Derjaguin, B.V., Muller, V.M., Toporov, Y.P., 1975. Effect of contact deformations on adhesion of particles. *J. Colloid Interf. Sci.* 53 (2), 314–326.
- D2919-01, 2007. Standard Test Method for Determining Durability of Adhesive Joints Stressed in Shear by Tension Loading.
- D3165-07 Standard Test Method for Strength Properties of Adhesives in Shear by Tension Loading of Single-Lap-Joint Laminated Assemblies.
- D3166-99, 2005. Standard Test Method for Fatigue Properties of Adhesives in Shear by Tension Loading (Metal/Metal).
- D3433-99, 2005. Standard Test Method for Fracture Strength in Cleavage of Adhesives in Bonded Metal Joints.
- D3762-03 Standard Test Method for Adhesive-Bonded Surface Durability of Aluminium (Wedge Test).
- de Moura, M.F.S.F., Campilho, R.D.S.G., Gonçalves, J.P.M., 2009. Pure mode II fracture characterization of composite bonded joints. *Int. J. Solids Struct.* 46 (6), 1589–1595.
- Erdogan, F., 1965. Stress distribution in bonded dissimilar materials with cracks. *J. Appl. Mech.* 32, 403–410.
- Goland, M., Reissner, E., 1944. The stresses in cemented joints. *J. Appl. Mech. Trans. ASME* 11, A17–A27.
- He, M.Y., Hutchinson, J.W., 1989. Crack deflection at an interface between dissimilar elastic materials. *Int. J. Solids Struct.* 25, 1053–1067.
- Jumel, J., Budzik, M.K., Shanahan, M.E.R., 2011. Process zone in the single cantilever beam under transverse loading – Part I: Theoretical analysis. *Theor. Appl. Fract. Mech.* 56 (1), 7–12.
- Jumel, J., Budzik, M.K., Ben Salem, N., Shanahan, M.E.R., 2012. Part I of Present Contribution.
- Kageyama, K., Kikuchi, M., Yanagisawa, N., 1992. Stabilized end notched flexure test. Characterization of mode II interlaminar crack growth. *ASTM STP* 1110, 210–225.
- Kendall, K., 1975. Crack propagation in lap shear joints. *J. Phys. D Appl. Phys.* 8 (5), 512–522.
- Kuczmazewski, J., 2006. Fundamentals of Metal–Metal Adhesive Joint Design. Lublin University of Technology, Polish Academy of Sciences, Lublin Branch, Lublin.
- Leffler, K., Alfredsson, K.S., Stigh, U., 2007. Shear behaviour of adhesive layers. *Int. J. Struct. Solids* 44, 530–545.
- Leguillon, D., 2002. Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch. *Eur. J. Mech. A/Solids* 21 (1), 61–72.
- Mall, S., Kochar, N.K., 1986. Finite Element Analysis of End Notch Flexure Specimen. NASA Contractor Report 178113.
- Martin, R.H., Davidson, B.D., 1999. Mode II fracture toughness evaluation using a four point bend end notched flexure test. *Plast. Rubbers Compos.* 28 (8), 401–406.
- Mostovoy, S., Crosley, P.B., Ripling, E.J., 1967. Use of crack-line-loaded specimens for measuring plane-strain fracture toughness. *J. Mater.* 2, 661–668.
- Nicu, L., Bergaud, C.J., 1999. Experimental and theoretical investigations on nonlinear resonances of composite buckled microbridges. *J. Appl. Phys.* 86, 5835.
- Ouyang, Z., Li, Q., 2009. Nonlinear interface shear fracture of end notched flexure specimens. *Int. J. Solids Struct.* 46 (13), 2659–2668.
- Russell, A.J., 1982. Factors affecting the interlaminar fracture energy of graphite/epoxy laminates. In: *Progress in Science and Engineering of Composites; Proceedings of ICCM-IV, Tokyo*, pp. 279–286.
- Reissner, E., 1944. On the theory of bending of elastic plates. *J. Math. Phys.* 23, 184–191.
- Sørensen, B.F., Jacobsen, T.K., 2003. Determination of cohesive laws by the J integral approach. *Eng. Fract. Mech.* 70 (14), 1841–1858.
- Tsai, M.Y., Morton, J., 1994. An evaluation of analytical and numerical solutions to the single-lap joint. *Int. J. Solids Struct.* 31 (18), 2537–2563.
- Wang, H., Vu-Khanh, T., 1996. Use of end-loaded-split (ELS) test to study stable fracture behaviour of composites under mode II loading. *Comput. Struct.* 36 (1–2), 71–79.
- Wang, Y., Williams, J.G., 1992. Corrections for mode II fracture toughness specimens of composite materials. *Compos. Sci. Technol.* 43 (3), 251–256.
- WK22949 New Test Method for Determination of the Mode II Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites Using the End-Notched Flexure (ENF) Test.
- Yoshihara, H., 2003. Resistance curve for the mode II fracture toughness of wood obtained by the end-notched flexure test under the constant loading point displacement condition. *J. Wood. Sci.* 49 (3), 210–215.
- Yoshihara, H., 2004. Mode II R-curve of wood measured by 4-ENF test. *Eng. Fract. Mech.* 71 (13–14), 2065–2077.
- Yoshihara, H., 2005. Mode II initiation fracture toughness analysis for wood obtained by 3-ENF test. *Comput. Sci. Technol.* 65 (14), 2198–2207.
- Zhang, Z.H., Shang, J.K., Lawrence, F.V., 1995. A backface strain technique for detecting fatigue crack initiation in adhesive joints. *J. Adhesion* 49, 23–36.



---

## Résumé

### FIABILITÉ DES ASSEMBLAGES STRUCTURAUX COLLÉS POUR APPLICATIONS SPATIALES

Le dimensionnement des joints collés est une préoccupation majeure du CNES pour les applications spatiales des futurs lanceurs. Pour dimensionner une structure collée, il est nécessaire de pouvoir apprécier les caractéristiques mécaniques du joint collé.

Dans cette étude, trois adhésifs structuraux ont été sélectionnés (Hysol<sup>®</sup>EA 9321, Hysol<sup>®</sup>EA 9394 et Hysol EA<sup>®</sup> 9395). Après leur caractérisation massique, une étude statistique pour mettre en évidence les effets des différents paramètres (vitesse d'essai, géométrie éprouvette, le degré de polymérisation...) a été entreprise.

La deuxième étape a pour objectif de fiabiliser l'analyse des essais de fissuration et d'améliorer la compréhension des mécanismes d'endommagement et de propagation de fissure dans les liaisons collées. Trois types d'essai ont été utilisés, à savoir, l'essai Double Cantilever Beam (DCB), pour l'étude du mode I, l'essai End Notched Flexure (ENF), pour le mode II, et l'essai Mixed Mode Bending (MMB), pour les chargements en mode mixte I/II. Nous avons développé de nouvelles instrumentations et méthodologies d'analyse. Pour affiner le protocole de test standard, la technique dite de « backface strain monitoring » a été utilisée. Elle consiste à positionner des jauges de déformation sur les surfaces de l'éprouvette de façon à enregistrer l'évolution du signal extensométrique durant la propagation de la fissure. Cette méthode permet une meilleure estimation de la position front de fissure ainsi que l'étude de la répartition des contraintes le long du joint de colle. La corrélation d'images numériques (DIC) a également été utilisée afin de proposer un nouveau protocole de calibrage de la longueur de fissure et pour comparer un modèle analytique (poutre de Timoshenko sur fondation élastique) avec les résultats expérimentaux.

Mots-clés : Adhésifs structuraux, Essais de traction, Microstructure, Statistiques, Joints collés, Double Cantilever Beam, End Notched Flexure, Mixed Mode Bending, Process zone, Corrélation d'Images Numériques, Backface Strain.

---

## Abstract

### RELIABILITY OF BONDED ASSEMBLIES FOR SPACE LAUNCHERS

Adhesive bonding is being strongly considered in space applications CNES as an advantageous assembly technique for future launchers. Correct design of adhesive joints is of major concern. Aerospace adhesives are tough viscoelastic matrices (special epoxy resins) reinforced with nano-, or microparticles. Extended use of adhesive joints in structural applications is limited due to the *difficulties in predicting in-service performance*, frequently leading to over-conservative design.

Three structural adhesives (Hysol<sup>®</sup>EA 9321, Hysol<sup>®</sup>EA 9394 and Hysol<sup>®</sup>EA 9395) were selected. After their bulk characterization, *statistical studies* to highlight effects of different parameters *e.g.* speed, test piece geometry, degree of polymerization were undertaken.

In the second stage, fracture mechanics tests were effected employing: the double cantilever beam (**DCB**) configuration (mode I characterisation), the three point bending end-notched flexure (**ENF**) (mode II) and the mixed-mode bending (**MMB**) (combined mode I/II loading). Crack growth in bonded joints was investigated in a novel way. To refine standard test protocol, the backface strain monitoring technique was used. *Strain gauges* were used to measure the strain on the exposed skin of the adherends during crack onset and propagation. This method allows better estimation of the crack front position as well as fine investigation of the stress distribution along the bondline and in the crack front vicinity. *Digital image correlation (DIC)* was also used to compare analytical models, *e.g.* Timoshenko beam on elastic foundation model with experimental results.

Keywords: Structural adhesives, Tensile test, Microstructure, Statistics, Bonded joints, Double Cantilever Beam, End Notched Flexure, Mixed Mode Bending, Process zone, Digital Image Correlation, Backface Strain.

---