

Caractérisation d'une colle structurale polyuréthane

Michel Leroy, Jacques Renard, Alain Thionnet

▶ **To cite this version:**

Michel Leroy, Jacques Renard, Alain Thionnet. Caractérisation d'une colle structurale polyuréthane. Matériaux 2010, Oct 2010, Nantes, France. 8 p. hal-00570632

HAL Id: hal-00570632

https://minesparis-psl.hal.science/hal-00570632

Submitted on 1 Mar 2011

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

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

Caractérisation d'une colle structurale polyuréthane

Michel LEROY[a], Jacques RENARD[a], Alain THIONNET[a]

[a] *MINES ParisTech, Centre des matériaux, équipe Composite, Adhésion, Microstructure*
CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Evry Cedex, France
michel.leroy@mines-paristech.fr

RESUME :

Le projet MP32 du pôle de compétitivité EMC2 vise la maîtrise des assemblages multimatériaux pour ses industriels partenaires. Des essais sur une colle structurale polyuréthane employée par l'un d'eux ont fait ressortir un comportement mécanique de type viscoélastoplastique avec une entrée en plasticité sensible à la pression hydrostatique. Une modélisation originale en a été proposée, avec notamment un critère de plasticité qui est dérivé de celui de Drucker-Prager. La procédure d'identification des paramètres de la loi de comportement dépendants du matériau est ici détaillée. Le dispositif de sollicitation multiaxiale d'interfaces Arcan-Mines est employé pour l'identification du critère. La modélisation et l'identification sont validées par la simulation d'un essai fait sur assemblage à quatre recouvrements de colle.

MOTS-CLES : *Collage structural, Modélisation du comportement, Caractérisation multiaxiale, Polymère chargé, Construction navale*.

Le projet MP32 labellisé par le pôle de compétitivité EMC2 a débuté en mai 2007 pour trois années d'études sur les problématiques afférentes au collage de multimatériaux de pièces de grandes dimensions. Le projet repose sur la collaboration étroite entre de grands donneurs d'ordre de la région Pays de la Loire (AIRBUS, BJ TECHNOLOGIE, DCNS et STX Europe) amenant leurs problématiques industrielles et des centres de recherche (le centre des matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, l'Ecole des Mines de Nantes, EADS IW et le CETIM).

La tâche confiée à notre laboratoire est de lever les verrous technologiques liés à ces études : caractérisation mécanique fine des colles choisies et des substrats, modélisation, essais, validation, calculs par éléments finis de structures multimatériaux et hybrides (boulonnées/collées), établissement de règles de dimensionnement, de calcul et de maillage.

Ces travaux ont ensuite été transférés au Cetim de Nantes qui est en charge du calcul des structures industrielles. Avec l'expérience acquise et la méthodologie de calcul établie, le dimensionnement au plus juste de ces structures a été rendu possible.

La finalité du cas d'étude présenté ici est de comparer sur base d'essais et de calculs par éléments finis différentes géométries de liaisons collées pour une application marine. Une première partie de nos travaux a consisté à modéliser le comportement mécanique du principal composant de ces assemblages, à savoir une colle polyuréthane bi-composants [1]. La caractérisation de cette colle en vue de l'obtention des coefficients dépendants du matériau de ce modèle est l'objet des travaux présentés ici.

Des essais de cisaillement faits au cours de la polymérisation d'un joint de colle ont permis de déterminer que la colle a des propriétés mécaniques stables au-delà de 7 jours après mise en forme, la polymérisation se faisant par action de polyisocyanates sur des polyalcools, les deux composants contenus dans les cartouches de colle fournies par l'industriel. La réaction se fait à température ambiante n'est pas significativement activée par une élévation de celle-ci.

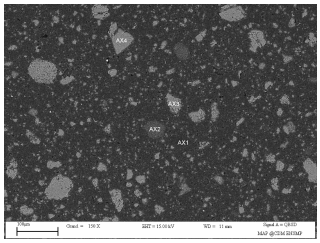


Figure 1. Image par électrons rétrodiffusés (contraste chimique)

Des observations microscopiques sur des échantillons plan polis de colle polymérisée ont révélé une microstructure de type matrice et charges. La matrice est un composé carboné et les charges sont constituées de particules sphériques de craie avec une taille allant jusqu'à 160µm. Cela résulte d'observations sous MEB complétées d'une analyse EDS. Ainsi, nous savons que le comportement de la colle n'est pas sensible à l'orientation des charges de par leur géométrie et qu'il ne faut pas réaliser de collage d'épaisseur inférieure à 160µm (relativement épais donc).

La température de test de la colle étant d'environ 20°C, l'état dans lequel a été testée la colle correspond au début du plateau caoutchoutique, déterminé comme s'étendant de 0°C à 150°C par analyse de Differential Scanning Calorimetry.

Des essais mécaniques classiques sont réalisés sur des éprouvettes haltères de colle, normées NF EN ISO 527. , avec une section utile de 10 x 2 mm². Elles sont formées par moulage et leur taux de porosité est contrôlé visuellement avant essai afin de s'assurer qu'il est nul en zone utile. Le pilotage de l'essai est fait en contrôle de déformation, avec une nappe laser qui mesure la distance entre deux drapeaux collés sur la zone utile. Les déformations et contraintes sont entendues comme uniaxiales et nominales.

Comme tous les polymères proches de leur température de transition vitreuse, la colle considérée est très sensible à la vitesse de déformation, dès les faibles niveaux de déformation.

Un suivi optique de points sur la zone utile de l'éprouvette permet de trouver un coefficient de Poisson caractéristique des polymères, valant 0.44.

La modélisation de la viscoélasticité est faite à partir du modèle proposé dans [2], où l'auteur propose l'équation caractéristique :

$$\dot{\sigma} + \gamma\sigma = C_0\dot{\varepsilon}_v + \gamma C_\infty \varepsilon_v$$

avec :

C_0	4-tenseur de rigidité instantanée (à $\dot{\varepsilon} \to \infty$)
C_∞	4-tenseur de rigidité à l'infini (à $\dot{\varepsilon} \to 0$)
γ	4-tenseur de relaxation
σ	contrainte dans l'élément
ε_v	déformation de la partie totale de la branche viscoélastique linéaire

Ce modèle a l'avantage d'offrir une identification aisée car il se dégrade, à vitesse rapide comme à vitesse lente en une équation linéaire élastique :

$$\sigma = C_\infty \varepsilon_v \text{ quand } \dot{\varepsilon}_v \to 0$$

$$\sigma = C_0 \varepsilon_v \text{ quand } \dot{\varepsilon}_v \to \infty$$

Des essais de traction cyclés avec retour à contrainte nulle (charge-décharge) ont mis en évidence une limite de réversibilité de la déformation au-delà d'une certaine contrainte R_0. L'écrouissage ne sature pas et une déformation nominale de 18% est atteinte à rupture, sans striction.

Un dispositif (Figure 2) développé dans notre laboratoire a été employé pour solliciter de manière multiaxiale un joint de colle. Le principe est de faire varier la direction de sollicitation par rapport à la normale au plan du joint, allant de 0° (traction plane) à 90° (cisaillement simple) afin de vérifier l'isotropie du comportement (similaire au dispositif Arcan [3]). Le joint de colle, placé au centre, est pris entre deux talons espacés de 300 µm et qui présentent des « becs » afin d'atténuer les contraintes singulières aux bords et d'obtenir un état de déformation homogène.

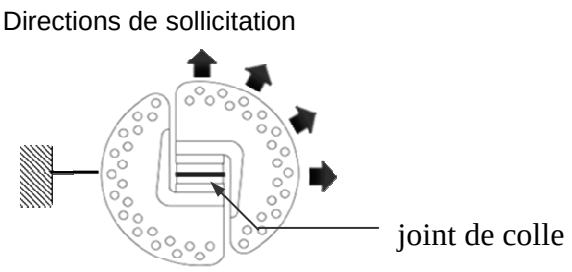


Figure 2 Schéma de principe du dispositif multiaxial Arcan-Mines

Comme prédit par les observations microscopiques, la colle est isotrope. Il n'y a pas d'effet d'épaisseur comme parfois constaté [4]. Par contre, la direction de sollicitation affecte l'entrée en plasticité de la colle, en changeant l'état de sollicitation du joint. En effet, selon l'orientation du vecteur contrainte par rapport au plan du joint, une certaine pression hydrostatique apparaît au sein du matériau. La traction fait apparaître une forte pression hydrostatique, ceci étant dû à l'absence de contraction des flancs du joint à cause de la faible hauteur de ceux-ci (état de traction plane). A contrario, en cisaillement, les substrats sont libres de se rapprocher et la pression hydrostatique est quasi nulle (état de cisaillement simple). Ainsi, un critère de Drucker-Prager f a été modifié par l'addition de puissance sur les termes du premier et second invariants des contraintes afin de représenter cette entrée en plasticité particulière.

$$f(\sigma) = signe(f_a)\sqrt[a]{|f_a|}$$

$$\text{où } f_a(\sigma) = J^a(\sigma) - \beta R_0^a + (\beta - 1) I_1(\sigma) R_0^{a-1} \text{ avec } \beta \geq 0\,,\, a \geq 1\,.$$

avec :

I_1 premier invariant du tenseur des contraintes (trace)

J contrainte équivalente de Von Mises, définie par $J = \sqrt{3J_2}$

J_2 second invariant du tenseur des contraintes tel que $J_2 = \frac{1}{2} Tr(s^2)$ où $s = \sigma - \frac{I_1}{3}\mathrm{I}$, I tenseur identité

L'accès à l'état de contrainte au sein du joint de colle à la limite d'élasticité se fait par simulation numérique. Le montage entier est modélisé avec la loi viscoélastique présentée précédemment pour la colle. A la charge où l'on observe une non-linéarité du comportement force sur la structure/déplacement entre talons, un post-traitement permet d'extraire la valeur moyenne des invariants I_1 et J_2 dans les éléments de colle et de calculer la valeur de f.

La charge correspondante à la limite d'élasticité est différente en fonction de l'angle de sollicitation employé, c'est-à-dire en fonction de la répartition de I_1/J dans la colle. Le diagramme suivant peut alors être établi, mettant en évidence la nécessité d'employer une fonction de seuil non linéaire :

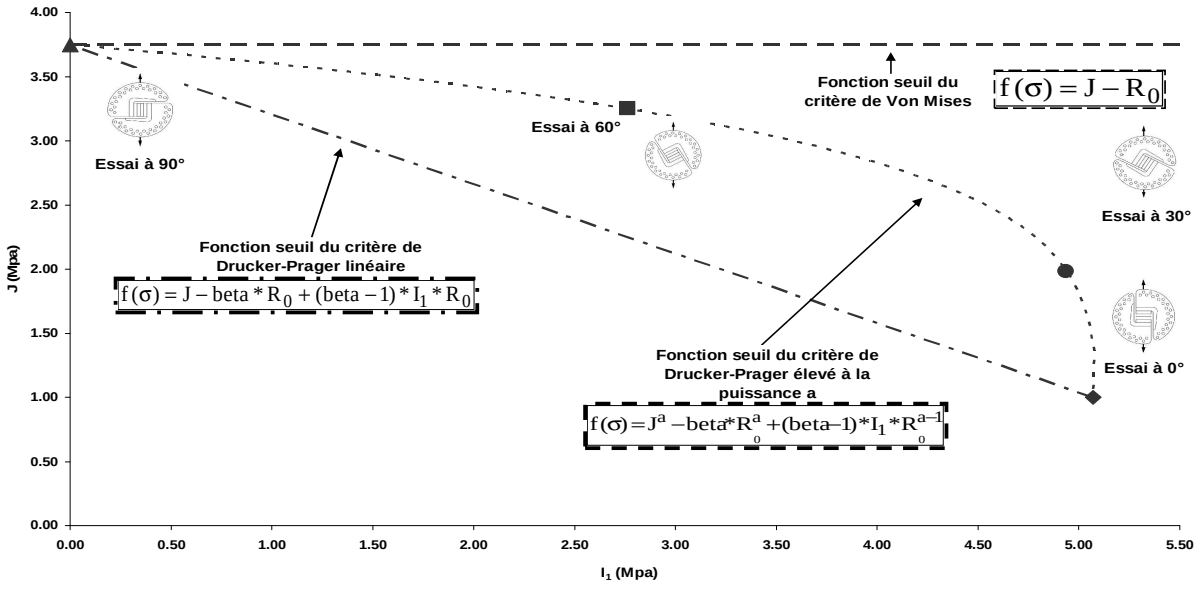


Figure 3 Illustration des fonctions de charges de Von Mises, Drucker-Prager et Drucker-Prager en puissance

Puis, au-delà de ce seuil d'élasticité, la déformation irréversible de la colle est modélisée par une loi d'écrouissage cinématique non linéaire [5], de coefficients C et D.

Les paramètres dépendants du matériau de la loi de comportement à identifier sont donc au nombre de 9.

Au moyen du dispositif multiaxial Arcan-Mines, le comportement de la colle a été déterminé comme étant isotrope. Ce constat renvoie à l'identification de deux coefficients indépendants uniquement pour les 4-tenseurs unité de rigidités élastiques : C_0 dépend du module de rigidité E_0 et du coefficient de contraction υ - pour C_∞, respectivement de E_∞ et υ -. Des essais de sollicitation uniaxiale sont donc suffisants.

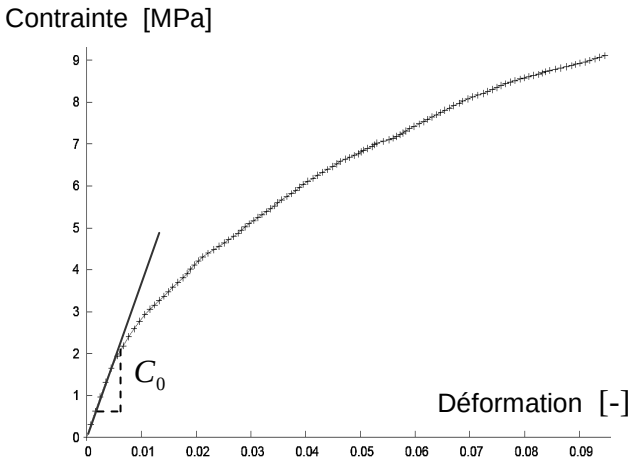


Figure 4. Identification du module de rigidité instantanée sur un essai de traction à 5.10-2 s-1

C_0 est identifié comme valant 240.5 MPa.

Le coefficient C_∞ est mesuré quand les vitesses de sollicitation sont infiniment faibles (c'est-à-dire quand le phénomène de viscosité est prépondérant).

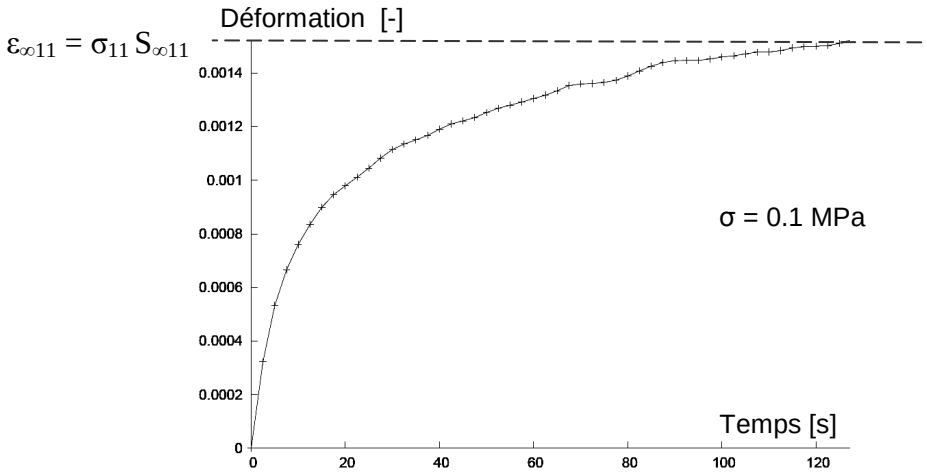


Figure 5. Identification du module de rigidité à l'infini sur un essai de fluage viscoélastique

C_∞ est identifié comme valant 62 MPa.

Le 4-tenseur de relaxation est identifiable également sur l'essai de fluage viscoélastique car la pente initiale du graphique temps/déformation de l'essai est égale à :

$$\dot{\varepsilon}_\infty = \left(C_0 + C_\infty\right)^{-1} :: \sigma :: \gamma$$

$$\text{avec } \gamma = \frac{1}{\tau}\mathbf{I}$$

où τ est le temps de relaxation caractéristique, de nature scalaire et est établi à 0.35 s.

Parmi les méthodes d'identification de la limite d'élasticité R_0 qui existent, nous avons choisi l'observation d'une déformation rémanente après des essais cycliques de charge-décharge. L'observation de la déformation rémanente est faite après une recouvrance à contrainte nulle allant de 30 min à 4h suivant le niveau de contrainte atteint précédemment. Cette information est reportée dans un graphique déformation résiduelle / contrainte maximale atteinte dans le cycle :

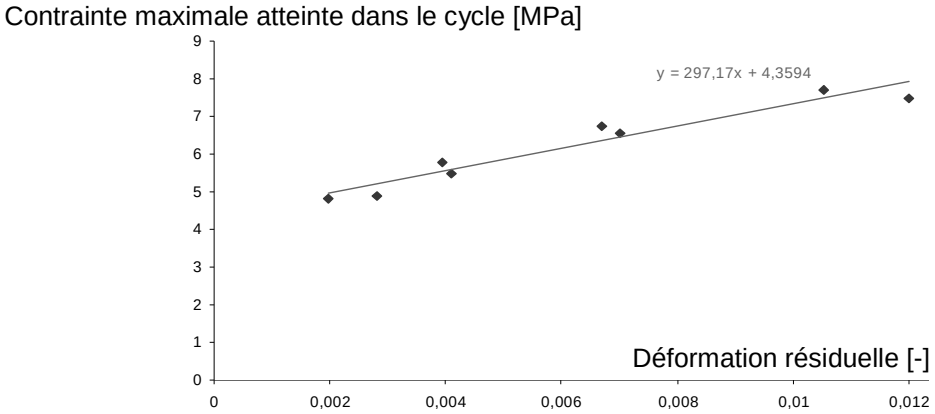


Figure 6. Déformations plastiques créées lors des charges-décharges (deux essais mélangés)

Extrapolée à l'origine, la droite affinant les points du graphique permet de trouver la contrainte limite qui créé un incrément de déformation irréversible : 4,3 MPa dans le cas présent.

Les paramètres a et β de la fonction de charge f sont identifiés sur la Figure 7 : la courbe affinant tous les points expérimentaux a l'équation de la fonction de charge et permet d'obtenir les coefficients a et β la caractérisant. a vaut 2.69 et β vaut 1.62.

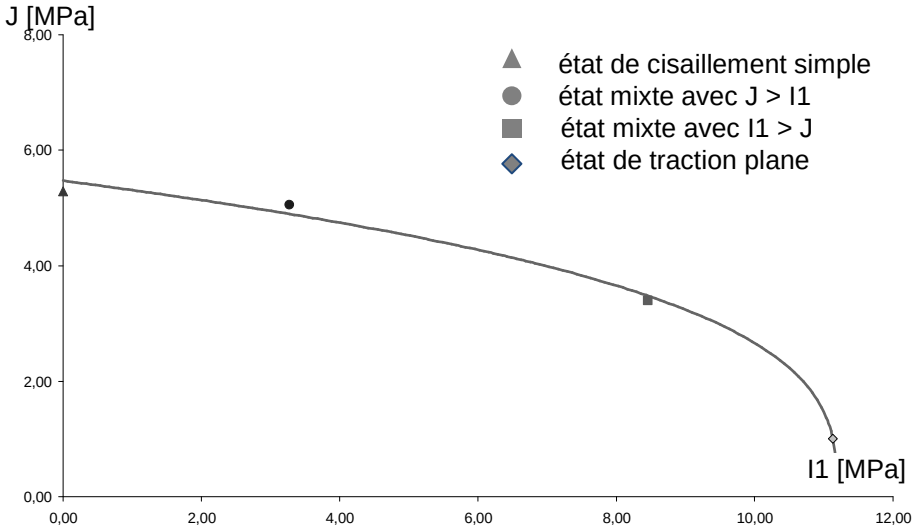


Figure 7. Etat des contraintes à l'entrée en plasticité de la colle en fonction de l'angle de sollicitation

Enfin, les coefficients C et D de l'écrouissage cinématique ont été déterminés par optimisation c'est-à-dire que la recherche de ces paramètres a été faite itérativement par une simulation numérique reproduisant un ou plusieurs essais mécaniques et se comparant à ceux-ci jusqu'à atteindre le degré de corrélation voulu. La loi de comportement utilisée est la loi développée avec les coefficients précédemment identifiés et les essais mécaniques sont les tractions uniaxiales monotones aux vitesses de déformation de 1.10-3 s-1 et 5.10-2 s-1. On trouve C = 220.5 MPa et D = 10000.8.

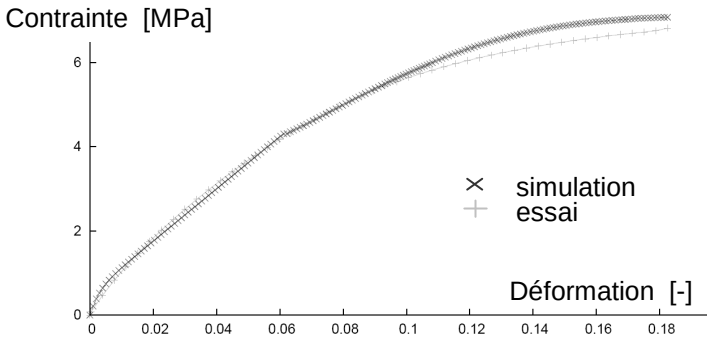


Figure 8. Optimisation des paramètres de plasticité sur l'écrouissage à 10-3 s-1

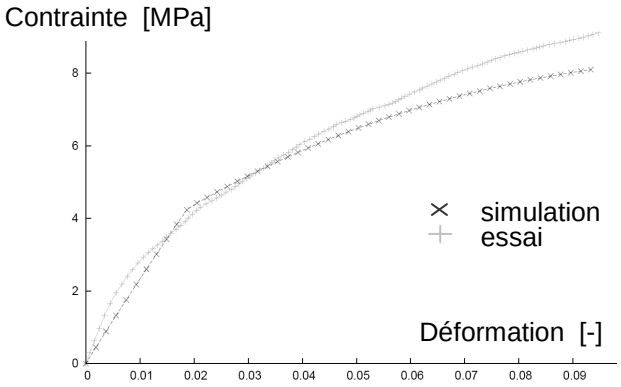


Figure 9. Optimisation des paramètres de plasticité sur l'écrouissage à 5.10-2 s-1

A la suite de l'identification, l'évaluation de la pertinence du modèle consiste à étudier la réponse de celui-ci lors d'un essai vierge vis-à-vis de l'identification. L'essai de quadruple cisaillement employé correspond à un essai d'assemblage de quatre substrats. Deux substrats centraux sont collés sur leur plus grande largeur de part et d'autre sur deux substrats extérieurs. La matière choisie pour les substrats est l'aluminium AU4G, qui ne se déformera pas plastiquement dans ce cas. L'assemblage est sollicité en vitesse de charge, de manière à avoir une vitesse de déformation approchant les 10-3 s-1 dans l'adhésif. Le déplacement entre substrats centraux se fait d'un côté par un classique extensomètre à lames, de l'autre par suivi optique de points, avec dépouillement par traitement d'images.

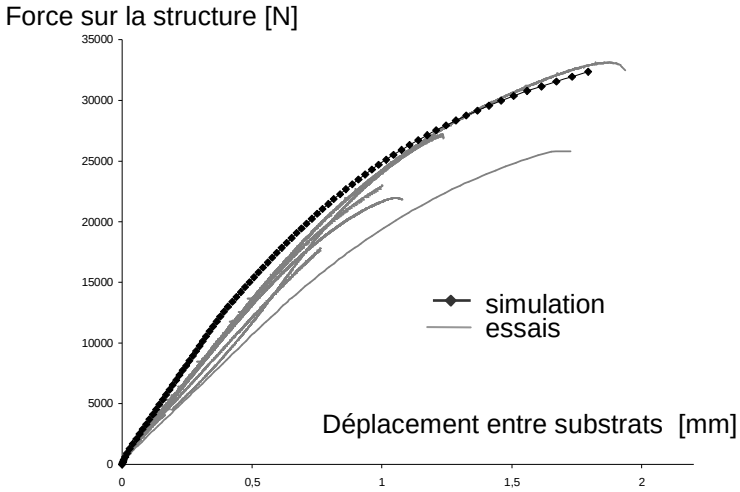


Figure 10. Bonne corrélation calcul-essai sur l'éprouvette de quadruple cisaillement

La simulation a été réalisée au moyen de ZeBuLoN, en employant des éléments formulés en déformation plane généralisée et avec un maillage ayant fait l'objet d'une étude de convergence.

La courbe de simulation obtenue sous-estime le déplacement entre substrats centraux par rapport aux essais mécaniques. Nous attribuons ceci à l'idéalisation de la géométrie et du contact entre la colle et les substrats. Dans la pratique,

- l'inconstance de l'épaisseur du joint ;
- les débordements de colle ;
- les ruptures localisées de l'interface ;
- et, plus intrinsèquement, des irrégularités de polymérisation et porosités

tendent à diminuer la rigidité de la colle et donc de l'assemblage, ce qui provoque un déplacement des substrats supérieur à celui d'une géométrie idéale. L'essai dont la courbe est accolée à celle de la simulation présentait quant à lui une surface de rupture cohésive, une géométrie de joint proche de l'idéal, avec un joint bien polymérisé.

Considérant ceci, la corrélation correcte entre les essais et la simulation permet de dire que le modèle choisi et identifié pour le matériau colle est pertinent.

En conclusion, les principales caractéristiques mécaniques d'une colle structurale polyuréthane bi-composant ont été identifiées au regard d'un modèle de comportement développé préalablement. Un système d'essai original permettant de créer un état de contrainte triaxial, Arcan-Mines, a permis de caractériser la sensibilité à la pression hydrostatique de ce polymère chargé. L'identification des 9 coefficients dépendants du matériau a été validés par la bonne simulation d'un cas d'assemblage.

Remerciements

Les auteurs remercient la région Pays de la Loire ainsi que la DGE pour soutenir financièrement ce projet au travers du pôle de compétitivité industriel EMC2 « Ensembles Métalliques et Composites Complexes ».

Références:

[1] Leroy M., Renard J., Thionnet A., Comportement mécanique d'une colle structurale polyuréthane, Revue des Composites et Matériaux Avancés, vol. 19, p. 127-152, 2009

[2] Thionnet A., Martin C., Barradas S., Mécanique et comportements des milieux continus, Ellipses, 2004.

[3] Arcan L., Arcan M., Daniel I.., SEM fractography of pure and mixed mode interlaminar fracture in graphite/epoxy composite, ASTM Special Tech. Publ., No 948, pp. 41-67, 1987.

[4] Joannès S., Caractérisation mécanique et outil d'aide au dimensionnement des collages structuraux. Thèse MINES ParisTech, 2007.

[5] Prager W., The theory of plasticity : a survey of recent achievements, In Proceedings of the Institution for Mechanical Engineers, 1955.